

ICS 75.180.99

E10

备案号

SY

中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/T 6107—××××

代替SY/T 6107-2002

油藏热物性参数的测定方法

Test method of reservoir thermal physical parameters

(征求意见稿)

www.docin.com

××××-××-××发布

××××-××-××实施

××××××发布



www.docin.com

目 次

前 言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
3.1 热容量	1
3.2 比热容	1
3.3 质量定压比热容	1
3.4 质量定容比热容	1
3.5 导热（热传导）	1
3.6 导热系数（热导率）	1
3.7 热扩散系数	1
4 导热系数的测定	1
4.1 原理	1
4.2 装置及技术指标	2
4.2.1 实验装置	2
4.2.2 技术指标	2
4.3 瞬态热丝法	3
4.3.1 样品制备及要求	3
4.3.2 测试准备及要求	3
4.3.3 测试步骤	3
4.4 探针法	3
4.4.1 试验准备	3
4.4.2 模型的建立	3
4.4.3 测试程序	4
4.5 质量规定	4
5 比热容的测定	4
5.1 稳态绝热量热法	4
5.1.1 原理	4
5.1.2 装置及技术指标	5
5.1.3 样品准备	6
5.1.4 测试准备	6
5.1.5 测试程序	6
5.1.6 结果计算	7
5.2 准稳态法	7
5.2.1 原理	7
5.2.2 装置	8
5.2.3 试样制备及要求	9
5.2.4 仪器状态要求	9
5.2.5 测试步骤	9
5.2.6 结果计算	9
5.3 差示扫描量热计（DSC）测量法	9
5.3.1 原理	9
5.3.2 装置	10

5.3.3 测试程序.....	10
5.4 质量规定	11
6 热扩散系数的测定	11
6.1 热线法.....	11
6.1.1 原理.....	11
6.1.2 仪器.....	11
6.1.3 探头测试范围.....	11
6.1.4 样品处理.....	11
6.1.5 测试程序.....	11
6.2 三参数法	12
7 试验报告.....	12
7.1 前置部分	12
7.2 实验报告图表格式.....	12
附录 A (规范性附录) 高纯熔融石英导热系数值及铂电阻比、电阻温度系数	13
附录 B (规范性附录) 测定装置和测定结果的精度计算公式	14
附录 C (规范性附录) 用铂电阻温度计测温的计算公式	15
附录 D (规范性附录) 高纯 α -Al ₂ O ₃ 和纯铜的比热容值	16
附录E (资料性附录) 试验报告的内容和格式.....	17
参考文献	21

前　　言

本标准是对 SY/T 6107—2002 地层岩石热物性参数的测定方法进行的修订，本标准与 SY/T 6107—2002（以下简称原标准）有如下的主要差异：

- 1) 标准名称修改为油藏热物性参数的测定方法。
- 2) 增加了术语和定义，根据 GB3100—93 修订了参数的名称，给出了参数的明确定义。
- 3) 增加了不同饱和态的岩石比热容测定的方法。
- 4) 增加了热扩散系数的测定方法。
- 5) 明确了原油、水的导热系数、比热容测定方法。
- 6) 根据 GB2000—1.1 的要求，对原标准的文字表述和格式进行了修订。
- 7) 将原标准附录 C 中 C.1 的内容写入第 6 章—热扩散系数测定方法中，删除了附录 C 中 C.2 的内容。
- 8) 将附录 F 改为资料性附录，便于使用不同仪器的检测人员执行标准。

本标准代替 SY/T 6107—2002。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 为规范性附录，附录 E 为资料性附录。

本标准由油气田开发专业标准化委员会提出并归口。

本标准起草单位：中国石油辽河油田分公司勘探开发研究院。

本标准起草人：潘 攀、聂凌云、刘宝良、沈德煌、刘其成、刘 敬、吴晓杰。

本标准 1995 年 1 月首次发布，本标准为第 2 次修订。



www.docin.com

油藏热物性参数的测定方法

1 范围

本标准规定了测定油藏岩石、原油、水的导热系数、比热容、热扩散系数的方法和技术要求。

本标准中油藏导热系数、比热容的测定方法适用于室温 $\sim 300^{\circ}\text{C}$ 、常压 $\sim 12\text{MPa}$ 条件下，各种饱和态的岩石、原油、水的导热系数、比热容的测定。

本标准中油藏热扩散系数的测定方法适用于 $-20^{\circ}\text{C} \sim 70^{\circ}\text{C}$ 、常压条件下不同饱和态岩石、原油热扩散系数的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

SY/T 5336—2006 岩心分析方法

SY/T 6315—2006 稠油油藏高温相对渗透率及驱油效率的测定方法

3 术语和定义

3.1 热容量

物体温度升高 1°C （或 1K ）时需要的热量。

3.2 比热容

单位质量的物体温度升高（或降低） 1°C （或 1K ）所吸收（或放出）的热量叫比热容。在国际单位中，比热容的单位是 $\text{J}/(\text{kg}\cdot\text{K})$ ，常用的单位还有 $\text{kJ}/(\text{kg}\cdot^{\circ}\text{C})$ 。

3.3 质量定压比热容

在压强不变的情况下，单位质量的物体温度升高（或降低） 1°C （或 1K ）所吸收（或放出）的热量，叫做该种物质的质量定压比热容。

3.4 质量定容比热容

在物体体积不变的情况下，单位质量的物体温度升高（或降低） 1°C （或 1K ）所吸收（或放出）的热量，叫做该种物质的质量定容比热容。

3.5 导热（热传导）

热量从物体中温度较高的部分传递到温度较低的部分，或者从温度较高的物体传递到与之接触的温度较低的另一物体的过程称为导热，又称为热传导。

3.6 导热系数（热导率）

导热系数是表征物质导热能力大小的物理量，数值上等于在单位温度梯度作用下物体内所产生的热流密度，导热系数亦称为热导率，用 λ 表示。在国际单位中，导热系数的单位为 $\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ ，常用的还有 $\text{W}/(\text{m}\cdot^{\circ}\text{C})$ 。

3.7 热扩散系数

热扩散系数是表征物质在加热或冷却时，各部分温度趋于一致的能力。在数值上等于材料的导热系数与其比热容和密度乘积的比值。在国际单位中，热扩散系数的单位是 m^2/s 。

4 导热系数的测定

4.1 原理

一金属丝置于无穷大介质中，初始时金属丝与介质处于热平衡。若给金属丝通以恒定电流，则金属丝和介质的温度都将升高，温升速率与介质的导热系数有关。因此，通过测量介质的温升速率即可求得

介质的导热系数。

对于被测体系,若初始温度分布均匀,金属丝的半径与其长度的比值足够小并与周围介质紧密接触,介质无限大且各向物性相同,则介质的导热系数可用下式表示:

$$\lambda = \frac{q}{4\pi} \times \frac{d(\ln \tau)}{dt} \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中:

λ —介质的导热系数,单位为瓦每米摄氏度 (W/(m·°C));

q —金属丝单位长度上的加热功率,单位为瓦每米 (W/m);

τ —金属丝通电加热时间,单位为秒 (s);

t —介质测点温度,单位为摄氏度 (°C)。

4.2 装置及技术指标

4.2.1 实验装置

主要由温度测控单元、样品室、恒温浴、加压系统及驱替流程组成。

4.2.2 技术指标

4.2.2.1 温度测控单元: 由恒流源、放大器、A/D 转换器及铂丝探头、探针组成。岩石和铂丝及探针的长度要经过严格的计算确定,铂丝、探针的长度与直径的比大于 1000。在现有的工艺条件下,瞬态热丝法所用金属丝为纯度 99.99%、直径 0.1mm、长 100mm 的铂金丝;探针法所用的探针直径 1.4mm、有效长度 100mm;由计算机控制并采集、处理数据、打印结果。

4.2.2.2 样品室(高压釜、三维加压夹持器): 最高工作压力 30MPa。

4.2.2.3 恒温浴: 温度范围为室温~300°C, 温度波动小于±0.2°C。

4.2.2.4 加压系统及驱替流程: 高压微量泵、高压气瓶及油水容器, 压力的控制误差小于 0.2MPa。

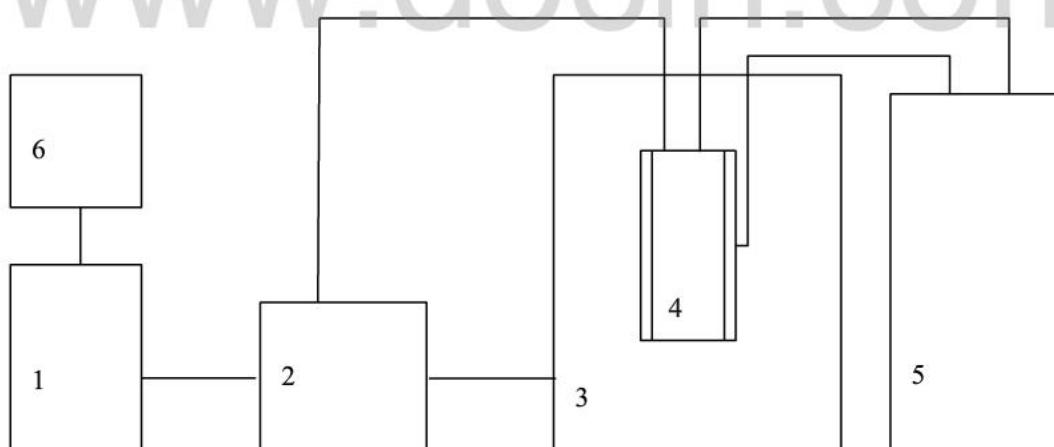
4.2.2.5 电子天平: 称量范围 1000g~2000g, 最小分度值 0.01g。

4.2.2.6 游标卡尺: 精度 0.02mm。

4.2.2.7 精密压力表: 0 MPa~25MPa, 0 MPa~40MPa, 0.25 级。

4.2.2.8 压力真空表: -0.1 MPa~0MPa, 0.25 级。

导热系数测定流程示意图见图 1。



1—计算机;

2—温度测控单元;

3—恒温浴;

4—样品夹持器;

5—加压系统及驱替流程;

6—打印机。

图 1 导热系数测定流程示意图

4.3 瞬态热丝法

4.3.1 样品制备及要求

4.3.1.1 岩石样品的制备

4.3.1.1.1 根据样品室的规格，将岩样制成两块等体积的半圆柱状。

4.3.1.1.2 两块相接之岩样表面需用粒度小于 0.045mm 金钢粉研磨，平面度在被测面内小于 0.05mm。

4.3.1.1.3 岩样清洗按 SY/T 5336 中 3.6 的规定执行，岩样烘干按 SY/T 5336 中 3.7 的规定执行。

4.3.1.2 原油样品的制备

原油样品先用孔径 0.045mm 的不锈钢筛网在低于 80℃ 温度下进行过滤，过滤后在低于 120℃ 温度下进行脱水，含水低于 0.3% 为合格。

4.3.2 测试准备及要求

4.3.2.1 铂丝无机械损伤，且与铜引线的电焊焊点要牢固。

4.3.2.2 测量铂丝长度，精确到 $\pm 0.02\text{mm}$ 。与待测样品装配好后置于样品夹持器中。夹持器装配好后要进行试漏，试压 1h 压降小于 0.05MPa 为合格；铂丝与样品室的绝缘程度大于 $1 \times 10^4 \Omega$ 。

4.3.2.3 将样品夹持器置于冰水浴内恒温 4h 后，测量铂丝电阻，精度为 0.001Ω。

4.3.3 测试步骤

4.3.3.1 将样品夹持器（高压釜）置于恒温浴中，并将测试线路与导热系数测定主机联接。

4.3.3.2 按测试要求给样品加压。

4.3.3.3 打开导热系数测定装置电源，启动测试控制程序。

4.3.3.4 输入参数：包括样品参数（井号、样号、井深）、检测条件参数（饱和度、压力）、铂丝探头参数（长度、电阻）、采样控制参数（采样点数、采样起始时间）、恒温时间、测试点间隔时间、程序控温梯度设定。恒温时间应在 1.5h 以上，测试点间隔时间应在 10min 以上。

4.3.3.5 进入升温、恒温控制界面，自动进行升温、恒温。当温度稳定且波动小于 0.2℃ 时，即可调整桥路平衡。

4.3.3.6 根据样品的种类选择加热电流。一般原油样品加热电流为 0.20A 或 0.24A，岩石样品加热电流为 0.42A 或 0.50A，饱和油水岩石样品加热电流为 0.50A 或 0.60A。

4.3.3.7 进行导热系数的测定。该温度点的导热系数测定完成后，打印出测定结果，自动进入下一个设定温度的升温与恒温控制，如此反复，直至完成整个测定温区的测试。

4.4 探针法

4.4.1 试验准备

4.4.1.1 岩心的制备

4.4.1.1.1 冷冻成型岩心的制备

冷冻成型的岩心，钻制成直径为 63.5mm、长度为 110mm 两块等体积的半圆柱状。

4.4.1.1.2 疏松岩心的制备

疏松岩心直接进行抽提洗油。具体做法按 SY/T 5336 中 3.6.1 的规定执行。

4.4.1.2 试验用油

原油样品的处理同 4.3.1.2。

4.4.1.3 试验用水

按地层水分析资料配制。

4.4.1.4 测定探针的电阻

先测定探针信号线与外壳之间的电阻值，绝缘程度大于 $1 \times 10^4 \Omega$ 方可使用。然后将探针置于冰水浴内恒温 1h 后，测量探针电阻，精度为 0.001Ω。

4.4.2 模型的建立

4.4.2.1 疏松岩心模型的建立

4.4.2.1.1 采用三维加压模型，首先将铜套与法兰装配好。将探针固定于法兰的中心，并使探针的有效长度段处于样品之中。

4.4.2.1.2 将模型竖起，法兰端盖的一端朝下，在铜套筒两端都要加上一层孔径为0.045mm不锈钢筛网，将油砂装入套筒夯实，上好另一堵头，与夹持器装配好。

4.4.2.1.3 视样品的井深给模型加环压，同时对模型进行试压，1h压力降小于0.05MPa为合格。

4.4.2.1.4 测定空气渗透率。具体测定方法按SY/T 5336中**6.3**的规定执行。

4.4.2.1.5 测定孔隙体积。计算模型的孔隙度，具体做法按SY/T 6315中**6.1**的规定执行。

4.4.2.1.6 饱和油。计算模型的含油、水饱和度，具体做法按SY/T 6315中**6.2**的规定执行。

4.4.2.2 冷冻成型岩心模型的建立

4.4.2.2.1 同**4.4.2.1.1**。

4.4.2.2.2 将模型竖起，法兰端盖的一端朝下，在铜套筒两端都要加上一层孔径为0.045mm不锈钢筛网，将两块半圆柱状的样品装入铜套，上好另一堵头，与夹持器装配好。

4.4.2.2.3 同**4.4.2.1.3**。

4.4.3 测试程序

4.4.3.1 将样品夹持器（高压釜）与恒温浴装配好，并将测试、控制线路与温度测控单元联接。

4.4.3.2 按测试要求给样品加压。

4.4.3.3 打开导热系数测定流程电源，启动测试控制程序。

4.4.3.4 输入参数：包括样品参数（井号、样号、井深）、检测条件参数（饱和度、压力）、探针参数（长度、电阻）、采样控制参数（采样点数、采样起始时间、间隔时间）、测试点间隔时间。

4.4.3.5 根据实验要求设定温度控制仪，自动进行升温、恒温。

4.4.3.6 进入升温、恒温控制界面，由程序检测升温、恒温情况。

4.4.3.7 当温度稳定且波动小于0.2°C/min时，进行试测，并通过改变直流稳压电源的输出电压值来选择加热电流。一般岩石样品加热电流为0.42A或0.50A，饱和油水岩石样品加热电流为0.50A或0.60A。

4.4.3.8 进行导热系数的测定。该温度点的导热系数测定完成后，打印出测定结果。自动进入下一个设定温度的升温与恒温控制，如此反复，直至完成整个温区的测试。

4.5 质量规定

4.5.1 导热系数测定装置每年校验一次，用高纯度（99.97%）的熔融石英作标样，熔融石英的导热系数值见附录A，维修后随时校验。测试结果平均精度小于2.5%，平均相对误差小于4%为合格，计算公式见附录B。

4.5.2 导热系数测定值的平均精度应小于2.5%，计算公式见附录B。

5 比热容的测定

5.1 稳态绝热量热法

5.1.1 原理

将一定质量的试样装入量热计样品容器中，使之恒定到所需的测试温度后，在绝热条件下，通入一定量的电能 Q_e ，使试样产生一定的温升 Δt 。此时，准确测量出电能 Q_e 、温升 Δt ，则试样的比热容可按下式求出：

$$C_p = \frac{\frac{Q_e}{\Delta t} - H_o}{m} \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中：

C_p —试样的比热容，单位为焦耳每克摄氏度 (J/(g·°C));

Q_e —通入的电能，单位为焦耳 (J);

Δt —试样温升，单位为摄氏度 (°C);

m —试样质量, 单位为克 (g);

H_0 —量热计空白热容量, 单位为焦耳每摄氏度 (J/°C)。

5.1.2 装置及技术指标

5.1.2.1 主要仪器

稳态绝热量热法比热容测定流程主要由以下几个部分组成:

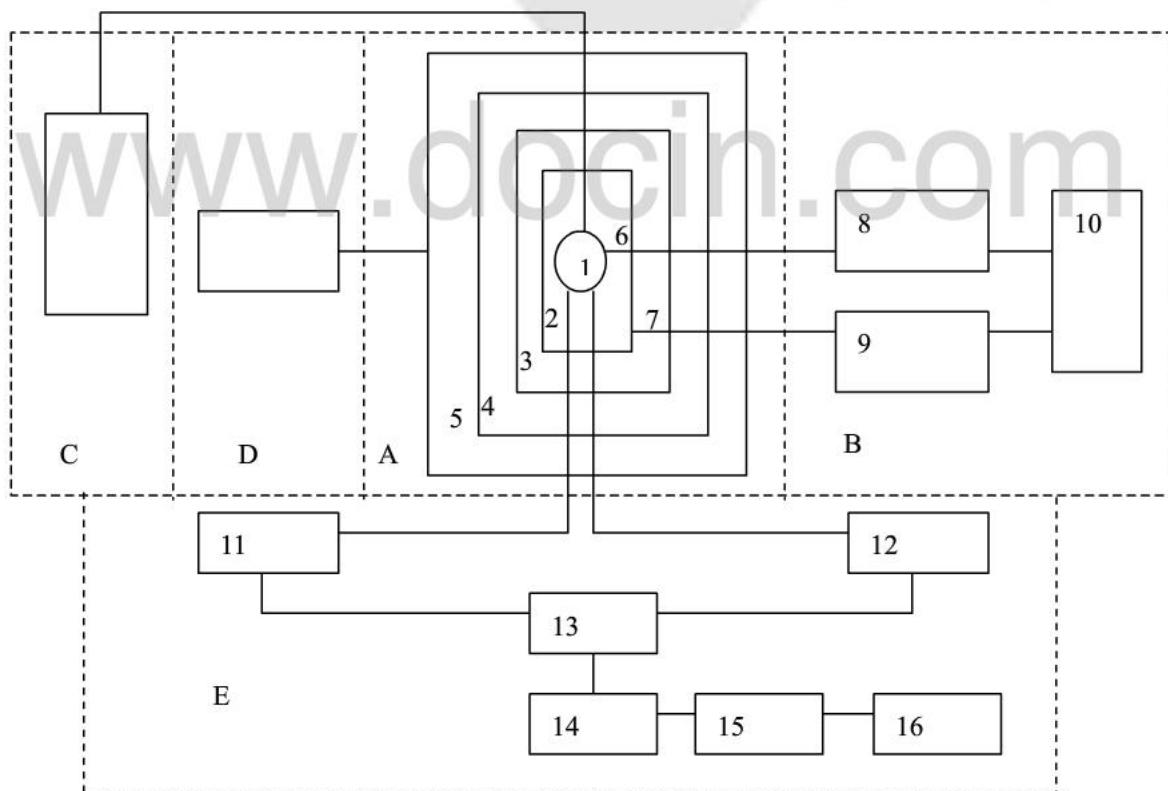
- 1) 量热计主体: 由试样容器、铂电阻温度计—加热器组件、内外绝热屏、示差热电偶堆组成;
- 2) 绝热控制系统: 由温度控制器以及可控硅执行器组成;
- 3) 测量系统: 由数字电压表、测温电路、测电能电路及计时器等组成;
- 4) 压力系统: 由高压气瓶、不锈钢高压管阀件及压力表组成;
- 5) 抽真空系统: 由真空室、干燥瓶及真空泵组成;
- 6) 微机系统: 由计算机、打印机与全套测试装置联接。

稳态绝热量热法比热容测定流程示意图见图 2。

5.1.2.2 技术指标

稳态绝热量热法比热容测定流程技术指标包括以下内容:

- 1) 测量系统分辨率为 $0.1\mu\text{V}$;
- 2) 计时器分辨率为 0.001s ;
- 3) 电子天平最小分度值小于 0.001g ;
- 4) 试样容器最高工作压力为 12MPa ;
- 5) 系统真空调度要达到 -0.1MPa ;
- 6) 示差热电偶堆不少于四对串联热电偶。



A—量热计主体;	1—样品容器;
B—绝热控制系统;	2—内加热屏;
C—压力给定系统;	3—外加热屏;
D—真空系统;	4—防辐射屏;
E—测量系统。	5—真空室;
	6, 7—示差热电偶;
	8, 9—温控仪;
	10—可控硅执行器;
	11—电能测量线路;
	12—温度测量线路;
	13—转换开关;
	14—数字电压表;
	15—计算机;
	16—打印机。

图 2 稳态绝热量热法比热容测定流程示意图

5.1.3 样品准备

5.1.3.1 岩石骨架颗粒样品的制备

取得适量的块状或松散岩心，按 SY/T 5336 中 3.6 的规定进行清洗，按 SY/T 5336 中 3.7 的规定进行烘干。

5.1.3.2 流体样品的制备

- 1) 原油样品处理同4.3.1.2。
- 2) 地层水样品。采用滤纸过滤除去水中固体颗粒和悬浮物。

5.1.3.3 不同饱和态岩石样品的制备

5.1.3.3.1 新鲜岩心的制备

取样和保存分别按照SY/T 5336中3.5和3.8的规定进行。

5.1.3.3.2 配制不同饱和态的岩心

按照需要的油水和岩石的质量百分比分别取岩心、地层水和原油，并称重均匀配比。

5.1.4 测试准备

5.1.4.1 测试环境要求：工作时室内温度保持在 20℃~25℃，当日温差不大于±1℃、且无强空气对流。

5.1.4.2 量热容器用石油醚、洗衣粉或有机溶剂洗涤，洗净后再用无水乙醇冲洗 2~3 次，在 105℃±2℃ 下烘干，在电子天平上称量，恒量误差±0.01g。

5.1.4.3 量热计空白热容量的测定：测试条件及步骤与测岩样相同，取三次测量的平均值，并存入微机待用。

5.1.5 测试程序

5.1.5.1 装样、称量并做好记录。装岩石骨架颗粒样品要均匀填满样品容器，并填实。装原油、地层水、不同饱和态的岩心装填到不超过样品容器总容积 2/3。

5.1.5.2 安装量热计。

5.1.5.3 充氮气试漏，试压 1h 压降小于 0.05MPa 为合格。

5.1.5.4 量热计主体组装，抽真空。当系统真空调达到-0.1MPa 后再连续抽空 1h 以上。

5.1.5.5 开机、预热，启动测试控制程序。

式中：

C_p —试样的比热容，单位为焦耳每克摄氏度 (J/(g·°C));

q —加热功率，单位为焦耳每秒 (J/s);

m —试样质量，单位为克 (g);

$dt/d\tau$ —温升速率，单位为摄氏度每秒 (°C/s)。

5.2.2 装置

5.2.1.1 主要仪器

准稳态法比热容测定流程有以下几个部分组成：

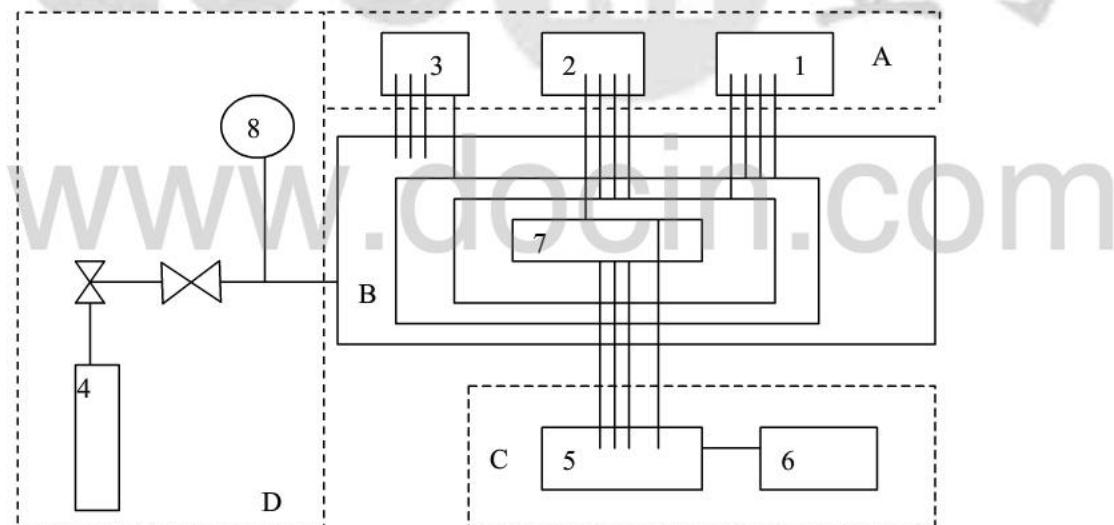
- 1) 温控系统：由温控以及温度跟踪系统组成；
- 2) 量热计本体：由样品池、绝热层及热电偶堆组成；
- 3) 测量系统：由微机及打印机组成；
- 4) 压力系统：由高压氮气瓶、压力表及不锈钢管阀件组成；
- 5) 电子天平。

准稳态法比热容测定流程示意图见图 3。

5.2.1.2 技术指标

准稳态法比热容测定流程技术指标包括以下内容：

- 1) 样品池温度绝对误差小于 1°C；
- 2) 本体最高工作压力 13MPa；
- 3) 本体压力控制绝对误差小于 0.01MPa；
- 4) 电子天平量程大于 200g，最小分度值小于 0.001g；
- 5) PID 温度跟踪保护得失热小于 0.02°C/min。



A—温控系统；

1—第二层温控仪；

B—量热计本体；

2—第一层温控仪；

C—测量系统；

3—第三层温控仪；

D—压力系统。

4—高压氮气瓶；

5—计算机；

6—打印机；

7—样品池；

8—压力表。

图 3 准静态法比热容测定流程示意图

5.2.3 试样制备及要求

5.2.3.1 岩样清洗按 4.3.1.1.3 的规定执行。

5.2.3.2 油砂样品必须用耐高温材料密封包装方可放入样品筒。

5.2.3.3 在样品筒允许条件下，样品可为柱状、颗粒状，但必须在样品筒内分布均匀，紧密接触。

5.2.4 仪器状态要求

仪器状态应符合下列要求：

- 1) 仪器启动至少 3min 后方可使用；
- 2) 设置第一个数据采集点必须高出样品筒初始温度 10℃以上；
- 3) 样品温度每分钟上升 1.5℃~2℃为宜；
- 4) 输入量热计的空白热容量应为相同条件下至少 5 次测量的平均值；
- 5) 用氮气冲洗量热计本体至少一次 (2.0MPa)；
- 6) 工作时仪器周围不允许有强空气对流。

5.2.5 测试步骤

5.2.5.1 装样。

5.2.5.2 冲洗本体、试压。

5.2.5.3 在微机内输入量热计的空白热容量、初始温度、结束温度、加热电流和测试内容。

5.2.5.4 启动测试。

5.2.6 结果计算

由于加热器和样品筒有热容 H_0 ，因此计算时必须加以校正，即：

$$C_p = \frac{1}{m} \times \left(\frac{q}{dt/d\tau} - H_0 \right) \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

C_p —试样的比热容，单位为焦耳每克摄氏度 (J/(g·°C))；

m —试样质量，单位为克 (g)；

q —加热功率，单位为焦耳每秒 (J/s)；

$dt/d\tau$ —温升速率，单位为摄氏度每秒 (°C/s)；

H_0 —加热器和样品筒的热容，单位为焦耳每摄氏度 (J/°C)。

5.3 差示扫描量热计 (DSC) 测量法

5.3.1 原理

在不作非体积功的等压过程中，在没有物态变化和化学组成变化时，直接测得试样的吸热或放热速率 $\frac{dH}{dt}$ ，通过下式计算便可得到试样的比热容：

$$C_p = \frac{dH}{d\tau} \times \frac{1}{m} \times \left(\frac{dt}{d\tau} \right)^{-1} \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中：

C_p —试样的比热容，单位为焦耳每克摄氏度 (J/(g·°C))；

$\frac{dH}{d\tau}$ —热焓变化速率，单位为焦耳每分 (J/min)；

$\frac{dt}{d\tau}$ —温升速率, 单位为摄氏度每分 ($^{\circ}\text{C}/\text{min}$);

m —试样质量, 单位为克 (g)。

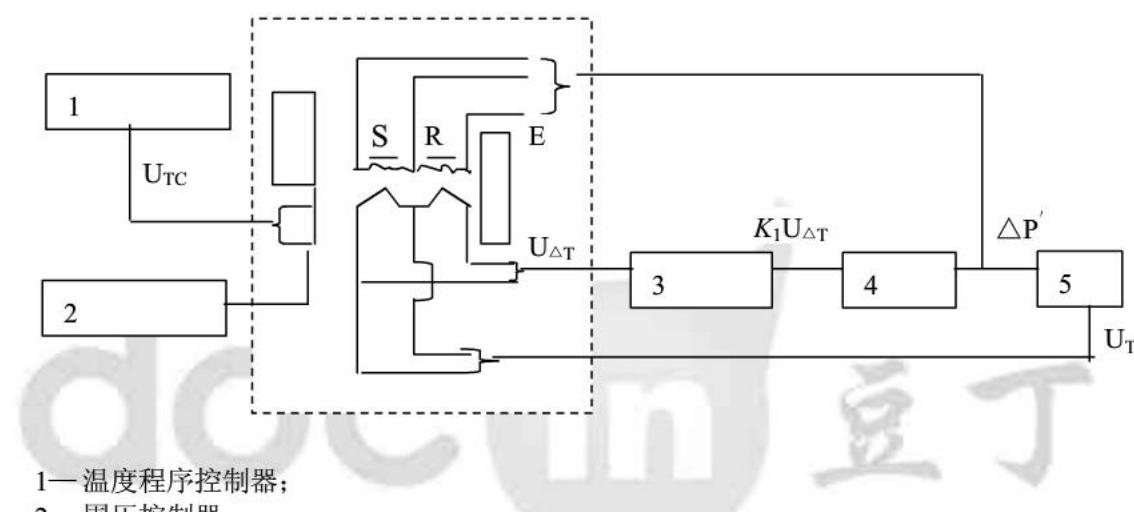
5.3.2 装置

5.3.2.1 主要仪器

5.3.2.1.1 主体部分: 由一对相互独立、各自具有铂电阻加热器与测温元件的铂—铱合金微型炉组成。

5.3.2.1.2 数据处理部分: 计算机系统及数据处理软件包。

5.3.2.3 差示扫描量热计 (DSC) 比热容测定流程示意图见图 4。



- 1—温度程序控制器;
- 2—围压控制器;
- 3—差热放大器;
- 4—功率补偿放大器;
- 5—记录仪。

图 4 差示扫描量热计 (DSC) 比热容测定流程示意图

5.3.2.2 技术指标

差示扫描量热计 (DSC) 比热容测定流程技术指标包括以下内容:

- a) 温度范围: $0^{\circ}\text{C} \sim 500^{\circ}\text{C}$;
- b) 控温精度: $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$;
- c) 动态量程: $1.0\mu\text{W} \sim 750\text{ mW}$;
- d) 量热灵敏度: 优于 $1.0\mu\text{W}$;
- e) 量热精度: 小于 $\pm 0.1\%$;
- f) 升温速率: $0.01^{\circ}\text{C}/\text{min} \sim 100^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

5.3.3 测试程序

5.3.3.1 测试前准备

将岩心研磨成粉末状, 用精度为 0.01mg 的天平称量 $10\text{mg} \sim 30\text{mg}$ 。

5.3.3.2 测试步骤

5.3.3.2.1 打开围压控制器及循环水。

5.3.3.2.2 打开计算机、差示扫描量热计 (DSC) 主机及温度程序控制器开关。

5.3.3.2.3 首先测基线。

5.3.3.2.4 然后测样品 DSC 曲线。

5.3.3.2.5 调用计算机数据处理软件, 计算出样品比热容数据。

5.4 质量规定

5.3.1 量热计每年校验一次。稳态绝热量热法用高纯度（99.99%）的 α -Al₂O₃作标样， α -Al₂O₃的比热容值见附录E；准稳态法用纯铜做标样，纯铜的比热容值见附录E；差示扫描量热计（DSC）测量法用蓝宝石作标样，参照值由制造商提供。量热计检修后随时校验。测试结果平均精度小于2.5%，平均相对误差小于3%为合格，计算方法见附录B。

5.3.2 量热计空白热容值应按测试需要在与岩样测试相同条件下随时进行测定。

5.3.3 比热容测定值的平均精度应高于2.5%，计算方法见附录B。

6 热扩散系数的测定

6.1 热线法

6.1.1 原理

测量探头（表面或探针）的内部置入一根直接与待测样品接触的电阻加热丝，在进行样品热物性测量时，该电阻丝产生热流，被测样品对所产生的热流刺激做出的温度响应，可同时测出岩石导热率、热扩散系数、体积热容数据。

6.1.2 仪器

QuinklineTM 30快速热物性分析仪，是一种可对大量材料的热物性进行直接测量的仪器。装备有两种测量探头（针状探头和表面探头），针状探头用于测量流体、有孔的纤维、软材；表面探头用于测量硬材料，如岩石等。

6.1.3 探头测试范围

QuinklineTM 30快速热物性分析仪的探头测试范围见表1。

表1 QuinklineTM 30快速热物性分析仪的探头测试范围

探头名称编号	导热系数范围 W / (m·K)	质量定容比热容范围 J/(m ³ ·K)	温度范围 ℃
针状探头 210422	0.015~0.20	4.0×10 ⁴ ~1.5×10 ⁶	-20~+70
针状探头 210402	0.035~0.20	4.0×10 ⁴ ~1.5×10 ⁶	-20~+70
针状探头 210403	0.20~1.0	1.5×10 ⁶ ~4.0×10 ⁶	-20~+70
针状探头 210404	1.00~2.0	1.5×10 ⁶ ~4.0×10 ⁵	-20~+70
表面探头 210411	0.004~0.30	4.0×10 ⁴ ~1.5×10 ⁶	-15~+50
表面探头 210412	0.30~2.0	1.5×10 ⁶ ~4.0×10 ⁶	-15~+50
表面探头 210413	2.0~6.0	1.5×10 ⁶ ~4.0×10 ⁶	-15~+50

6.1.4 样品处理

6.1.4.1 岩石样品的处理

岩石样品切割成最小尺寸为：面积60mm×60mm，厚度20mm，平面度在被测面内小于0.05mm。

6.1.4.2 原油样品的处理

取原油样品大于2000mL，原油样品可脱水也可不脱水。如需脱水操作方法同4.3.1.2。

6.1.5 测试程序

6.1.5.1 表面探头

6.1.5.1.1 选择好表面探头的量程，将探头联接主机。

6.1.5.1.2 打开主机总电源。

6.1.5.1.3 将表面探头放在岩样被测面的上面。

6.1.5.1.4 输入岩样的编号等信息，输入程序步骤。测量时间：10min~16min，测量温度平衡点：-10°C~60°C。

6.1.5.1.5 开始测定。

6.1.5.1.6 重复测定 6 次，以确保结果重复性。

6.1.5.2 针状探头

6.1.5.2.1 取原油量>1000ml, 装入测量桶中(直径10cm, 高13cm)。

6.1.5.2.2 选择好针状探头的量程，将探头联接主机

6.1.5.2.3 打开主机总电源。

6.1.5.2.4 将针状探头垂直插入测量桶内的原油中，插入深度7cm。

6.1.5.2.5 输入岩样的编号等信息，输入程序步骤。测量时间：10min~16min，测量温度平衡点：-10°C~60°C。

6.1.5.2.6 开始测定。

6.1.5.2.7 重复测6次，以确保结果重复性。

6.2 三参数法

6.2.1 测定样品的导热系数，具体做法同4。

6.2.2 测定样品的比热容：具体做法同5。

6.2.3 测定

4 计算

$$\sigma = \frac{\lambda}{10^3} \times 10^{-3} \quad (9)$$

α —热扩散系数, 单位为平方米每秒 (m^2/s);

λ —导热系数，单位为瓦每米摄氏度 (W/(m·°C))；
 ρ —密度，单位为千克每立方米 (kg/m³)；
 c_p —比热容，单位为焦耳每千克摄氏度 (J/(kg·°C))。

C_p —比热容，单位为焦耳每克摄氏度 (J/(g·°C))。

上式中的导热系数 λ 、密度 ρ_r 应与测定比热容的岩样为同一块岩样的另一部分或与测定比热岩样处

- 10 -

二、前四部分

7.1 前置部分

7.1.1 封面，见附录 E。

7.1.2 首页，见附录E。

7.2.1 导热系数测定数据表的格式参见附录 E 的表 E.1、表 E.2。比热容、热扩散系数测定数据表的格式可参照此格式执行。

7.2.2 导热系数与温度的关系曲线图的格式参见附录 E 的图 E.1。比热容、热扩散系数与温度的关系曲线图的格式可参照此格式执行。

附录 A
(规范性附录)

高纯熔融石英导热系数值及铂电阻比、电阻温度系数

A. 1 高纯熔融石英导热系数值

表A. 1 高纯熔融石英导热系数值^{*}
(Akira Sugawara, 1968)

t °C	$\frac{\lambda}{W/(m \cdot ^\circ C)}$	t °C	$\frac{\lambda}{W/(m \cdot ^\circ C)}$
0	1.348 1	250	1.653 6
50	1.436 1	280	1.678 9
100	1.515 6	300	1.695 6
150	1.570 0	350	1.754 2
200	1.615 8	400	1.825 4

*见参考文献[1]、[2]。

A. 2 铂电阻比及电阻温度系数

表A. 2 铂电阻比及电阻温度系数^{*}

t °C	$\frac{R_t}{R_{tp}}$	$\alpha = \frac{R_t / R_{tp} - 1}{t}$
0	1.000	0
100	1.392	0.003 920
200	1.773	0.003 865
300	2.142	0.003 807
400	2.499	0.003 748
500	2.844	0.003 688
600	3.178	0.003 630
700	3.500	0.003 571
800	3.810	0.003 513

*摘自《贵金属加工手册》冶金工业出版社。

附录 B
(规范性附录)
测定装置和测定结果的精度计算公式

B. 1 导热系数测定装置的平均精度和平均相对误差的计算公式

$$d_i = \frac{|V_a - V_r|}{V_r} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (\text{B. } 1)$$

$$D_a = \frac{\sum_{i=1}^n d_i}{n} \quad \dots \dots \dots \quad (\text{B. } 2)$$

$$\alpha_i = \frac{\left[\sum_{i=1}^m |V_i - V_a| \right] / m}{V_a} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (\text{B. } 3)$$

$$A_a = \frac{\sum_{i=1}^n \alpha_i}{n} \quad \dots \dots \dots \quad (\text{B. } 4)$$

式中：

V_i —i温度点的测定值，单位为瓦每米摄氏度 (W/(m·°C));

V_a —i温度点的平均测定值，单位为瓦每米摄氏度 (W/(m·°C));

V_r —温度点的相应温度的推荐值，单位为瓦每米摄氏度 (W/(m·°C));

m —i温度点的测试次数；

n —测试温区的测试点数；

d_i —i温度点的相对偏差，%；

D_a —测试温区的平均相对偏差，%；

α_i —i温度点的精度，%；

A_a —测试温区的平均精度，%。

B. 2 岩样导热系数测定结果的平均精度的计算公式

$$A_\alpha = \frac{\sum_{i=1}^n [(V_i - V_f) / V_f] \times 100}{n} \quad \dots \dots \dots \quad (\text{B. } 5)$$

式中：

V_f —i温度点的拟合值，单位为瓦每米摄氏度 (W/(m·°C));

V_i —i温度点的测定值，单位为瓦每米摄氏度 (W/(m·°C));

A_α —测试温区的平均精度，%。

附录 C
(规范性附录)
用铂电阻温度计测温的计算公式

C. 1 用铂电阻温度计测温，在 $0^{\circ}\text{C} \sim 419.527^{\circ}\text{C}$ 范围内，据“90 国际温标”规定，其温度 t ($^{\circ}\text{C}$) 由下式确定：

$$t = \sum_{i=0}^9 D_i [(W_r(t_{90}) - 2.64) / 1.64]^i \quad (\text{C. 1})$$

$$W_r(t_{90}) = W(t_{90}) - \Delta W_8(t) \quad (\text{C. 2})$$

$$\Delta W_8(t) = a_8 [W(t_{90}) - 1] + b_8 [W(t_{90}) - 1]^2 \quad (\text{C. 3})$$

$$W(t_{90}) = R(t_{90}) / R_{tp} \quad (\text{C. 4})$$

$$R(t_{90}) = \frac{E_p \times R_N}{E_N} \quad (\text{C. 5})$$

式中：

t —90 温标规定的温度，单位为摄氏度 ($^{\circ}\text{C}$)；

a_8 —铂电阻温度计常数，由检定证书给出；

b_8 —铂电阻温度计常数，由检定证书给出；

R_{tp} —铂电阻温度计在水三相点时的电阻，单位为欧姆 (Ω)，由检定证书给出；

$R(t_{90})$ —在温度 t_{90} 时铂电阻温度计的电阻值，单位为欧姆 (Ω)；

$W_r(t_{90})$ —内插公式中标准铂电阻温度计的特定参考函数；

$W(t_{90})$ —在温度 t_{90} 时与水三相点时铂电阻温度计的电阻比；

$\Delta W_8(t)$ —铂电阻温度计的电阻比与参考函数的差值函数；

D_i —系数，由“90 国际温标”给出；

E_N —测温电路上标准电阻 R_N 上的电压，单位为毫伏 (mV)；

E_p —铂电阻温度计两端的电压，单位为毫伏 (mV)；

R_N —测温电路上标准电阻的电阻值，单位为欧姆 (Ω)。

C. 2 “90 国际温标”发表的 D_i 值

表 C. 1 “90 国际温标”发表的 D_i 值*

i	D_i	i	D_i
0	439.932 854	5	0.005 184
1	472.418 020	6	-0.963 864
2	37.684 494	7	-0.188 732
3	7.472 018	8	0.191 203
4	2.920 828	9	0.049 025

*摘自国家技术监督局计量司编《1990 年国际温标宣贯手册》

附录 D
(规范性附录)
高纯 α -Al₂O₃和纯铜的比热容值

D. 1 高纯 α -Al₂O₃的比热容值表D. 1 高纯 α -Al₂O₃的比热容值^[3]

t °C	C_p J/(g·°C)	t °C	C_p J/(g·°C)
0	0.718 0	157	0.977 0
7	0.734 3	167	0.987 5
17	0.757 2	177	0.997 5
25	0.774 9	187	1.007 1
27	0.778 8	197	1.016 1
37	0.799 4	207	1.024 7
47	0.818 8	217	1.033 1
57	0.837 3	227	1.040 9
67	0.854 8	237	1.048 5
77	0.871 3	247	1.055 7
87	0.887 1	257	1.062 7
97	0.902 0	267	1.069 2
107	0.916 1	277	1.075 6
117	0.929 6	287	1.081 7
127	0.942 3	297	1.087 6
137	0.954 5	307	1.093 2
147	0.966 1	317	1.098 7

D. 2 纯铜的比热容

表D. 2 纯铜的比热容值 (TPRC)

t °C	C_p J/(g·°C)	t °C	C_p J/(g·°C)
40	0.385	150	0.401
50	0.386	160	0.402
60	0.389	170	0.403
70	0.391	180	0.404
80	0.393	190	0.405
90	0.394	200	0.406
100	0.396	210	0.407
110	0.397	220	0.408
120	0.398	230	0.409
130	0.399	240	0.410

TPRC 为设在美国珀杜大学的热物理学研究中心的缩写

附录 E
(资料性附录)
试验报告的内容和格式

E. 1 试验报告封面的格式

编号 ×xxxxxxxxxxxxx

检 测 报 告

检测项目_____

地 区_____

井 号_____

井 深_____m

送样单位_____

送 样 人_____

报告日期_____

xxxxxxxx院(所、室、中心)

E. 2 试验报告首页的格式

xxxxx院(所、室、中心)

报告页数_____页

样品数量_____块

检测依据_____

检测设备_____

设备编号_____

检测环境_____

检 测 人_____

复 核 人_____

授权签字人_____

E. 3 导热系数数据表格式

表 E. 1 导热系数测定数据表

井号_____ 样号_____ 层位_____ 井深_____ m 测定日期_____ 年_____ 月_____ 日
 岩性_____ 测定温区_____ °C 孔隙压力_____ MPa 围压_____ MPa
 孔隙度_____ % 密度_____ g/cm³ 含油饱和度_____ % 含水饱和度_____ %

温度 t °C	测定值 $\frac{\lambda}{W/(m \cdot ^\circ C)}$	拟合值 $\frac{\lambda}{W/(m \cdot ^\circ C)}$	相对偏差 %

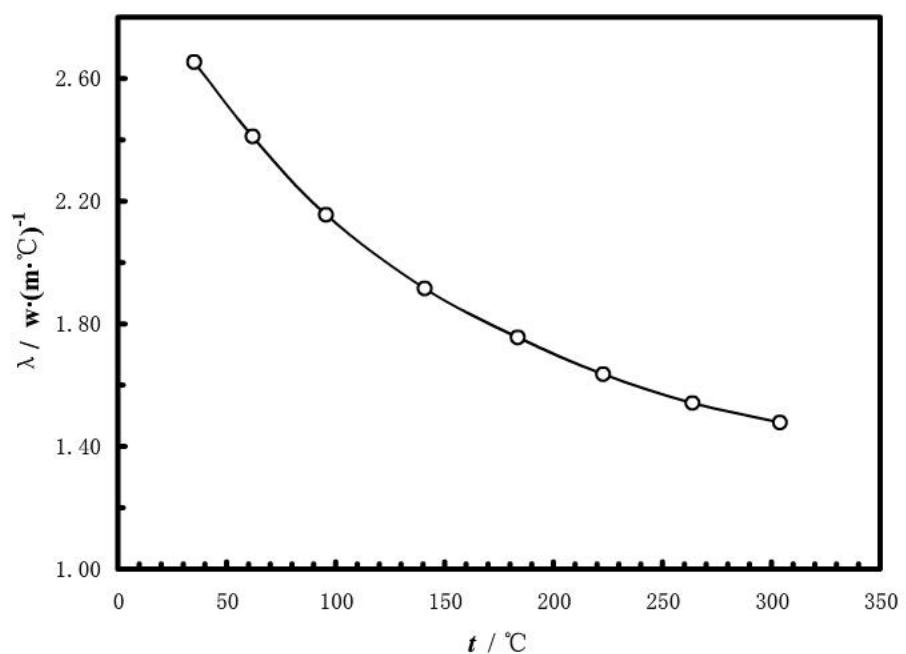
平均精度_____ %

表 E. 2 导热系数与温度拟合数据

温度 t °C	拟合值 $\frac{\lambda}{W/(m \cdot ^\circ C)}$

注：此表内以每 10°C 温度间隔给出一个相应的导热系数拟合数据

E. 4 导热系数与温度的关系曲线图示例



图E. 1 导热系数与温度关系曲线示意图

参考文献

- [1] 徐振章编译.岩石流体热物性测试方法及参数研究.辽宁:辽宁科学技术出版社, 1990.P11~19、93、187
- [2] 沈显杰等.岩石热物理性质及其测试.北京:科学出版社, 1980.P93~94
- [3] D.A.Ditmars, et al. Enthalpy and Heat—Capacity Standard Reference Material: Synthetic Sapphire (α - Al_2O_3) from 10 to 2250K. Journal of Research of the National Bureau of Standards, Vol.87, No.2 March—April 1982
- [4] N.B.Vargaftik. Tables on the Thermophysical Properties of Liquids and Gases (Second Edition) .P45

