文章编号：1000-5773(2013)02-0268-09

大尺寸活塞-厚壁圆筒式固体传压高温三轴压力室的温度标定*

张　源，万志军，周长冰，刘　渝

（中国矿业大学矿业工程学院，江苏徐州　221116）

摘要：“600 ℃、20 MN 伺服控制高温高压岩体三轴试验机”的高温三轴压力室，采用活塞-厚壁圆筒式结构，内、外径分别达到 300 mm 和 1 060 mm，高 1 100 mm，岩石试件尺寸达 ∅200 mm×400 mm，采用低电压高电流内加热方式。为了对高温压力室进行温度标定，在试样内、外布设 9 个测温点，观测试样在加热和保温过程中各测点的温度变化，研究试样内的温度分布特征及其与试样外控制点温度的关系。实验结果表明，试样中部盐环与外层云母板交界处的温度数据稳定可靠，与试样内部的温度具有良好的线性关系，可作为加热过程的温度控制点。在同一横截面上，试样内部的温度高于试样外盐环与外层云母板交界处的温度，且两者的中部温度均高于两端；试样轴向温度对称于试样中部分布，中间高于两端，温差随加热温度的上升不断增大，最大温度梯度为 0.85 ℃/mm；试样径向温度随着离中心点距离的增加近似呈线性增大，表面温度最高，最大温度梯度约 0.5 ℃/mm。同时，试样轴心温度、离轴心 40 和 80 mm 点的温度，以及试样表面的温度，分别比控制点高 21%、27%、28%和 29%，而试样上、下端温度只比控制点温度低 1.5%。试验机加热方式合理，温度控制精度高，试样温度分布较均匀。

关键词：岩石力学；高温；固体围压介质；三轴压力室；温度标定

中图分类号：O521.3　　**文献标识码**：A

1　引　言

地下矿产资源开采涉及高温高压岩石力学领域，主要有深部煤炭资源的化学方法开采、高温岩体地热开采和深部油气开采等[1]。这些工程领域的研究往往不同于固体地球科学（尤其是地球物理学），后者一般以地球内部物质结构、组成和物理化学性质为研究内容[2-3]，而地下深部矿产资源的开采既要研究工程岩体的变形行为和机制而保证工程岩体的稳定性，又要面临常温-高温和低压-高压的多场耦合环境，是工程岩石力学和高温高压岩石力学共同研究的内容，属于这两个学科交叉的研究领域，本文中将这一研究领域所属的分支学科暂称为“高温高压工程岩石力学”。由于很难直接观测地层深部复杂的温压环境和物理力学过程，因此高温高压工程岩石力学的研究主要依赖于高温高压实验技术，以模拟地球内部这些复杂的环境和过程。

* **收稿日期**：2012-02-26；**修回日期**：2012-07-03

基金项目：国家自然科学基金(51074164)；教育部新世纪优秀人才支持计划资助项目(NCET-10-0770)；江苏省普通高校研究生科研创新计划资助项目(CXZZ11-0309)

作者简介：张　源(1985—)，男，博士研究生，主要从事矿山压力与岩层控制、矿山地热与热害防治等研究. E-mail：zhangyuan@cumt.edu.cn

通讯作者：万志军(1970—)，博士，教授，博士生导师，主要从事矿山压力与岩层控制、采矿方法、以及矿山地热与热害防治等研究. E-mail：zhjwan@126.com

自 20 世纪 50 年代陈宗基教授主持研制“长江-500 型岩石三轴应力试验机”以来,我国高温高压实验技术有了长足进步。但是,近几年这方面的研究略显冷清,主要原因是岩石高温高压三轴试验机在围压传压方式、加热方式,温度、压力和位移的控制及测量精度,固-流-热耦合环境的模拟等 4 个方面的发展遇到一些困难,这些科学难题往往导致国内的实验研究成果有时难以得到国际同行的认可。

中国矿业大学历经 10 年,自主研制了“600 ℃、20 MN 伺服控制高温高压岩体三轴试验机”,在温压条件下的煤岩体变形行为和特征、破坏模式、热破裂特征及其细观机制、热解产气规律和钻孔变形特征等方面,取得了一批研究成果[4-12]。该试验机是 Griggs[13] 活塞-圆筒式三轴压力试验机的改进型,采用 NaCl-叶蜡石粉固体介质传压,$Ni_{80}Cr_{20}$ 电阻合金片包裹试样内加热。试验机投入使用伊始,进行了压力室的温压标定实验[8,14],主要通过在压力室盐环内埋设热电偶和利用试验机打钻通道,在试样中心钻孔放入热电偶等方法,直接测量试样外测点和试样中心钻孔的温度。大量实验发现,压力室内温度分布仍不甚均匀,特别是试样轴向温度梯度较大。当试样外中部测点温度达到 600 ℃时,两端的温度一般低于中部 200～300 ℃,而且随着输入电流的增大,加热效率不断降低。后来,经过采取延长加热长度、加厚中部电阻合金片和增加试样保温层等措施,使这些现象有了很大改观。为准确掌握压力室内部温度的分布特征,进一步优化加热方式,对试验机压力室重新进行了温度标定实验。

目前,对活塞-圆筒式三轴压力室进行温度标定主要采用直接测量的方法[15-19]。“600 ℃、20 MN 伺服控制高温高压岩体三轴试验机”的压力室内筒尺寸为∅300 mm×1 100 mm,试样尺寸为∅200 mm×400 mm。因为试样尺寸和压力室空间均较大,所以直接测量压力室内的温度分布操作方便、精度高。本工作中的标定实验采取在试样外部、试样内部轴向和径向钻不同深度的小钻孔(直径 3 mm),在小钻孔内布设热电偶的方式,直接测量试样内、外不同部位的温度,以掌握高温三轴压力室内的温度分布,以及它们和温度控制点之间的关系。

2　高温三轴压力室的结构

图 1 为高温高压三轴试验机压力室的结构剖面图。高温三轴压力室呈厚壁圆筒状,采用热塑模具钢内外缩套结构,外径 1 060 mm,内径 300 mm,高 1 100 mm。轴向加载采取“上顶式”,主机压头向上移动,推动轴压头和下压头向试样传递压力;侧压由围压头向上移动推动围压套和叶蜡石粉,向盐环传递压力。选取电阻合金片包裹试样的内加热方式。电流的流经路径为:温控柜(低电压高电流)、电极压头、上压头、电热合金片、下压头、轴压头、主机轴压头和温控柜。

图 2 为高温三轴压力室内腔体 1/4 剖面图,从图中可以看到,包裹试样的材料依次为:紫铜皮、云母

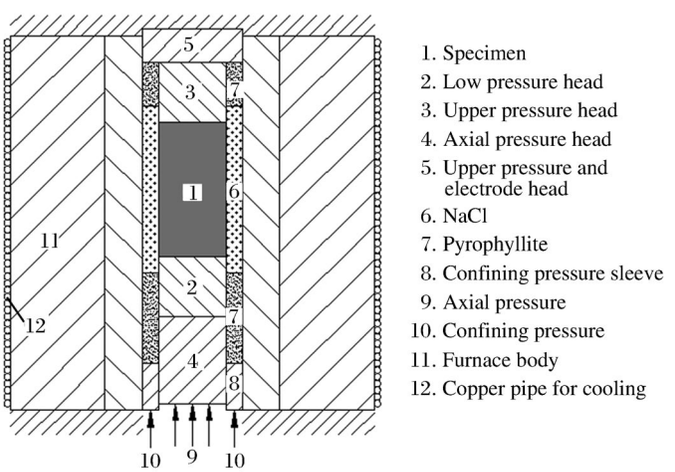


图 1　高温高压三轴压力室结构剖面图

Fig. 1　Sectional drawing of the triaxial vessel with high temperature and high pressure

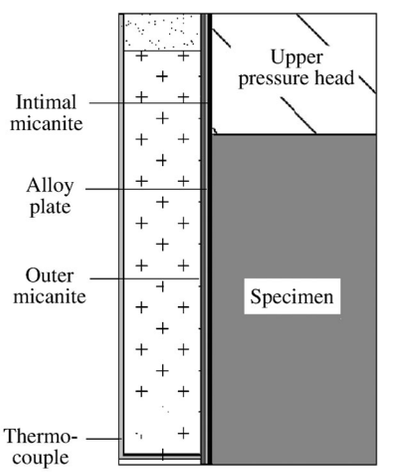


图 2　压力室内部结构示意图

Fig. 2　Inner structure diagram of the pressure vessel

纸、电阻合金片和云母纸。紫铜皮在围压作用下紧贴试样，能够封闭试样表面的裂隙。内层云母纸的作用：一是用于隔绝紫铜皮和上、下压头与电阻合金片的接触；二是可以减缓变形后的试样对合金片的损坏。最外层的云母纸，在防止高温下融盐对电阻合金片腐蚀的同时，还可以起到对试样保温的作用，从而提高试样的加热效率。改进前的加热段长度为试样长度(400 mm)；改进以后，把加热段向两端压头各延伸 50～60 mm，通过加热导热率较高的上、下压头，减小压头和试样端部之间的温差，从而减缓试样向两端压头的热量传递，达到降低试样轴向温度梯度的目的。

3 温度标定方法

3.1 标定实验岩样

标定实验选用山东平邑商品名为“鲁灰”的花岗岩，呈灰白色，致密、无裂纹，天然含水状态，密度为 2.71 g/cm^3，导热系数为 2.85 W/(m·K)。

3.2 测温方法及测点布置

采用热电偶直接测温，需要在试样的轴向和径向不同位置钻直径为 2～3 mm 的测温孔。由于试样尺寸较大，小钻孔对试样温度分布的影响可以忽略。钻孔的布置如图 3 所示。试样外部的测温点布置在盐环与外层云母板的交界处，沿试样轴向、中、下位置处各布置一个，其中上、下测温点各离端面 20 mm。

考虑到试样和加热边界条件均为轴对称，如图 4 所示，因此在试样内部共布置 6 个测点，分别为 O、A、B、C、D 和 E；O 点位于试样的中心，A、B、C 3 个测点与 O 点都处于试样中部截面上，离 O 点的距离分别为 40、80 和 100 mm；D、E 两点与 O 点同处于试样中轴线上，与 O 点的距离均为 180 mm。

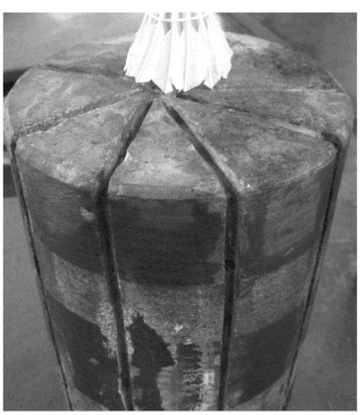


图 3 测温钻孔布置

Fig. 3 Drill hole location for temperature measurement

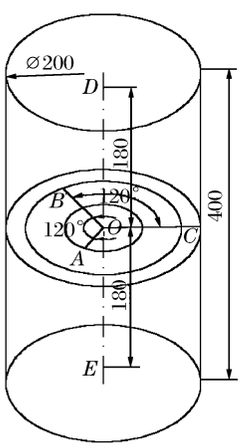


图 4 测点布置示意图

Fig. 4 Sketch diagram of temperature measurement locations

3.3 实验步骤

主要实验步骤如下：(1) 在试样钻孔内安装热电偶，用叶蜡石粉混合水玻璃封孔，并抹平导线槽；(2) 在辅机上按操作规程安装试样；(3) 把高温压力室推进主机加载平台，以地下 500 m 深处静水应力为例，在常温条件下，保持恒定的轴向压力(12.5 MPa)和恒定的围压(12.5 MPa)10 h 以上；(4) 保持恒定压力，手动缓慢增加输入电流，电流增加速率控制在 10 A/h 左右，使压力室内部的温度缓慢升高；(5) 当温度达到设定温度(150、300、400、500 ℃)时，分别保温 2 h，之后继续升温，直至实验结束。

在整个加温过程中，各测点的温度数据均由温控柜自动采集。

4　标定实验结果及分析

4.1　压力室内升温全过程

在本次标定实验期间,加热过程持续 72 h,常温保压过程 10 h,实验共持续了 82 h。高温三轴压力室内共布设了 9 个热电偶,分别测量试样外盐环与外层云母板交界处中部(温度控制点)的温度 $T_{\text{out-center}}$、试样外盐环与外层云母板交界处离试样上端面 20 mm 处的温度 $T_{\text{out-up}}$ 和离试样下端面 20 mm 处的温度 $T_{\text{out-bottom}}$,O 点的温度 T_{center}、A 点的温度 $T_{\text{center-40}}$、B 点的温度 $T_{\text{center-80}}$、C 点的温度 $T_{\text{center-100}}$、D 点的温度 T_{up} 和 E 点的温度 T_{bottom}。从图 5 中可以看出,加热过程中不同测温点的升温趋势大体一致,试样内、外测点的温度均随着加热过程而持续升高。但是,升温曲线并不完全重合,其中,$T_{\text{center-100}} \approx T_{\text{center-80}} \approx T_{\text{center-40}} \approx T_{\text{center}} > T_{\text{up}} \approx T_{\text{bottom}} \approx T_{\text{out-center}} > T_{\text{out-bottom}} > T_{\text{out-up}}$;前两次保温过程中,压力室内各点基本上在同一时间段内保持恒温,只是试样外较试样内部保温盒升温过程稍提前。总体来说,试样内部测温点的温度高于试样外测温点,而试样中部温度高于两端,其中,以试样中部表面 C 点温度最高,试样两端 D 点和 E 点的温度最低。

由焦耳定律可知,加热功率与电流的二次方成正比,而加热功率决定压力室内部温度的高低,所以随着电流的不断升高,相同电流增量给压力室内部带来的温度增量也不断增大,在图 5 中表现为升温曲线的斜率逐渐增加。因此,要实现温度线性增加,仅靠保持恒定的电流升高速率是不可能的,只有采用温控装置进行控制。

4.2　温度控制点的选取

试验机压力室内的结构和装样方式决定了热电偶不能直接测量试样内部的温度,只有把热电偶放到固体传压介质和试样包裹层的交界处。事实上,试样外离试样上端面 20 mm 处的温度 $T_{\text{out-up}}$ 和离试样下端面 20 mm 处的温度 $T_{\text{out-bottom}}$ 与试样外中部的温度 $T_{\text{out-center}}$ 具有良好的线性关系(见图 6),理论上,这 3 处均可作为实验的温度控制点。大量实验表明,试样外中部的温度受压力室边界条件干扰程度小,稳定性好,而且热电偶不易受损,与试样内部的温度相关性很好。因此,宜选取这一位置作为控制试样加热温度的控制点。

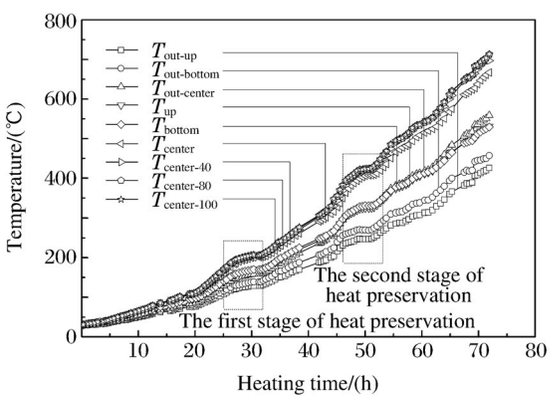


图 5　标定实验加热全过程不同测点的升温曲线

Fig. 5　Heating curves at different observation points in the whole process of the temperature calibration experiment

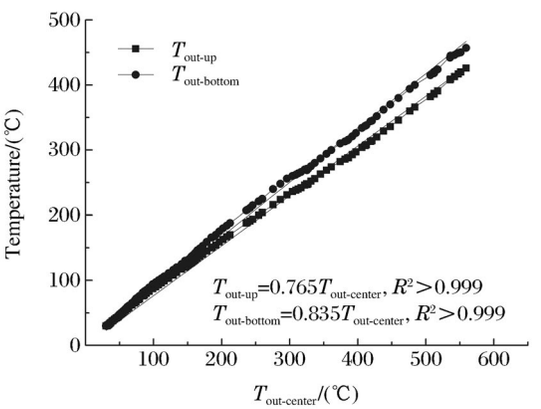


图 6　试样外部测温点之间的温度关系曲线

Fig. 6　Relationship of temperature between different observation points outside of the samples

4.3　试样内部温度分布规律

为了掌握试样在径向的温度分布,选取 4 个温度点(控制点温度)进行保温实验,同时,对整个加热过程中每个测温点的温度数据取时间加权平均值,如图 7 所示。保温实验结果表明,在试样径向随着离 O 点距离的增大,试样测温点温度逐渐增大,其中,试样轴心 O 点的温度最低,表面 C 点的温度最高;600 ℃以内 O 点和 C 点的温差一般不超过 50 ℃,温度梯度在 0～0.5 ℃/mm 之间;图 7 中平均值曲线的斜率为 0.167,说明试样在径向的温度差别较小,600 ℃以内的平均温度梯度约 0.167 ℃/mm。

如图 8 所示，在轴向，试样轴心 O 点的温度最高，两端 D 点和 E 点最低；150 ℃以内，试样轴心和两端的最大温差为 30 ℃，随着温度的升高，绝对温差逐渐增大，当控制点温度为 600 ℃时，差值高达 170 ℃；3 处温度的时间加权平均值的差值为 60 ℃。因此，试样在轴向的温度梯度在 0～0.85 ℃/mm 之间，600 ℃以内的平均温度梯度约 0.3 ℃/mm。

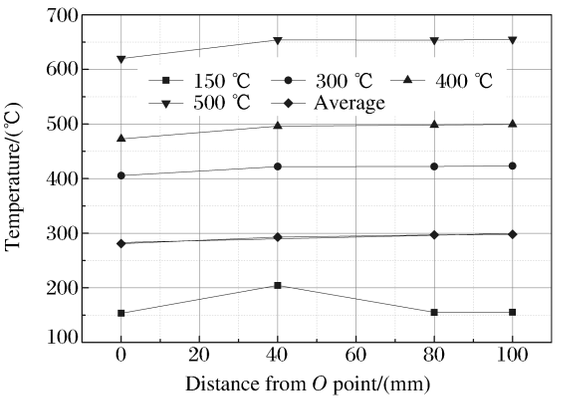


图 7 试样内部径向的温度分布规律

Fig. 7 Temperature distribution in the radial direction of the samples

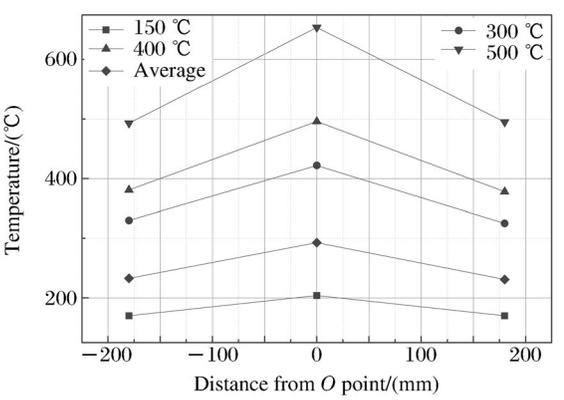


图 8 试样内部轴向的温度分布规律

Fig. 8 Temperature distribution in the axial direction of the samples

4.4 试样内部温度与控制点温度之间的关系

一些试样的物化性质受温度影响较大，特别是有机质试样，在高温下易发生解聚和缩聚反应，从而带来热解产气特征和渗透率的变化[20]，这些变化往往对温度比较敏感，使得试样物化性质的变化存在温度“阈值”[21]。由于试样温度的不均匀性，这些温度“阈值”一般是一个温度范围，而非某一确定值。因此，只有了解试样的最高温度和最低温度，才能够判断试样物化性质的改变与温度的关系。从整个试样的温度场特征来看，温度最高点在试样中部表面，而最低温度在试样中轴线的两端。

标定实验表明，控制点温度 $T_{\text{out-center}}$ 与试样内部不同测点的温度间有非常明显的线性关系。如图 9 和图 10 所示，在试样径向，O 点、A 点、B 点和 C 点的温度分别比控制点高 21%、27%、28%和 29%。在试样轴向，离上端面 20 mm 位置点的温度 T_{up} 和离下端面 20 mm 位置点的温度 T_{bottom} 与控制点的温度大体相当，只比控制点低 1.5%。

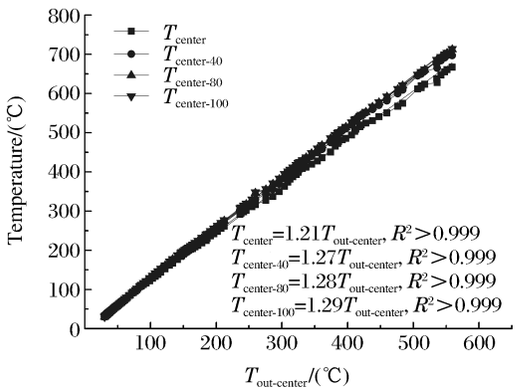


图 9 控制点与试样内径向上测温点之间的温度关系曲线

Fig. 9 Temperature relationship between the reference point and the observation points in the radial direction of the samples

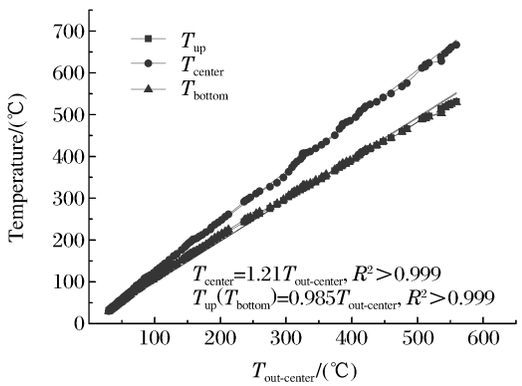


图 10 控制点与试样内轴向测温点之间的温度关系曲线

Fig. 10 Temperature relationship between the reference point and the observation points in the axial direction of the samples

5　讨　论

高温高压工程岩石力学有别于高温高压岩石力学,其研究对象并非是地球内部的物质结构、组成和物理化学性质[3],而是由人类的生产活动造成的或者是受自然条件破坏以后的岩体的固、流和热环境。因此,相对于高温高压岩石力学,高温高压工程岩石力学实验模拟的温度和压力要小得多。但是,在耦合环境上,由于高温高压岩石工程需要在宏观上把握岩体的热环境变化规律、变形破坏机制和渗流特征,所以其试样应该足够大,以保证实验模拟环境尽可能地反映岩体的真实情况。“600 ℃、20 MN 伺服控制高温高压岩体三轴试验机”采用的试样尺寸为∅200 mm×400 mm,是常规岩石力学实验标准试件体积的 64 倍,是地球物理研究常用试件的 1000 倍以上。目前,有关类似本试验机的大尺寸试样的固体传压活塞-厚壁圆筒式高温高压三轴压力室温度标定的研究,尚未见报道。而对用于地球物理学研究的高温高压三轴实验设备压力室温度的标定,国内外的研究成果比较多,这些标定实验的方法和结论对本试验机的温度标定具有重要参考意义。

国家地震局地质研究所韩亮等[15]对 3 GPa 熔融盐固体介质高温高压实验系统进行了温度标定,该系统采用石墨炉内加热方式,试样尺寸为∅3 mm×6 mm,采用热电偶直接测量的方法进行温度标定。他们的研究发现,样品外侧上 1/3 位置热电偶监测到的温度与其它位置监测到的温度之间具有良好的线性关系。本文研究也证实了控制点温度 $T_{\text{out-center}}$ 与试样内部不同测点的温度间具有非常明显的线性关系。在温度控制点的选取上,他们认为样品外侧上 1/3 位置与下 1/3 位置监测的温度基本相同,都可以作为实验控制温度。通过本研究中的标定实验发现,试样外两端温度有一定的差异,但是它们与控制点的温度 $T_{\text{out-center}}$ 也呈线性关系,同样可以作为温度控制点。考虑到高温高压工程岩石力学实验系统的整体尺寸更庞大,试样的边界条件和温度很难精确控制,因此,温控点的选择应尽可能远离压力室的边界,从而保证获得稳定的温度数据。对于本试验机,在以后的实验中应尽量选取试样外圆周的中部位置作为温度控制点。

Kirby 等[17]、Leistner[18]和 Cemic 等[19]的研究均发现,试样温度在轴向从中间向两端递减,而且温度梯度不随加温过程变化。通过本试验机的温度标定实验发现,试样在轴向的温度基本上也是沿中部对称分布(见图 8),但是温度梯度随着温度的增加而不断增大,最大达到 0.85 ℃/mm。该现象说明,随着加热温度的升高,试样端面的散热能力不断提升,使得试样两端无法得到像试样轴心的升温幅度。尽管如此,本试验机的试样在轴向的温度梯度已经很小,最大值仅为已有报道[15]的 6%左右。

目前,有关试样径向温度的分布规律的研究很少,因为用于地球物理学研究的试样本身很小,很难在试样径向布置多个热电偶。因此,已有的研究仅证实试样在径向的温度沿试样中轴线对称分布,并且呈增大的趋势[15,17]。本文研究发现,在试样内部,径向的温度分布也是以中轴线对称分布,随着离轴心点距离的增加,温度呈增大的趋势,试样轴心温度最低,表面温度最高。这一现象也符合实际情况,因为,只有试样表面的温度大于内部的温度,热量才能源源不断地向试样内部传递。研究还发现,试样内部温度大于同一水平面上的外部(盐环内)温度。主要原因一是在试样外圆周测温点与电热合金之间增加了云母板,二是盐环的散热能力要大于试样。

标定实验表明,试样内的径向温度分布较均匀,温差比较小,实验过程中,当试样轴心温度达到 600 ℃时,试样表面温度不超过 650 ℃,最大温度梯度为 0.5 ℃/mm。在要求不太严格的情况下,试样径向的温度可以近似认为相等。通过在试样外圆周上、中、下各布设 1 个测温点,即可掌握试样内部的温度分布。

6　结　论

(1) 试样外上、中、下 3 个位置点的温度与试样内部的温度均具有很好的线性关系,均可以作为加热过程的温度控制点。考虑到温度数据的稳定性,选取试样外中部位置为温控点为佳。

(2) 在试样内部,试样两端温度基本对称于试样中部分布,轴心温度高于两端,轴心与两端的温差随着加热温度的上升不断增大;试样加热温度在600 ℃以内,温度梯度范围为0～0.85 ℃/mm,平均约0.3 ℃/mm。在径向方向,随着与轴心点距离的增加,温度近似线性增大,试样轴心温度最低,表面温度最高;试样加热温度600 ℃以内,径向温度梯度范围为0～0.5 ℃/mm,平均约0.167 ℃/mm。

(3) 在试样内部径向,试样轴心点的温度和离轴心40、80、100 mm点的温度分别是温度控制点温度的1.21、1.27、1.28和1.29倍;在试样内轴向,试样上、下端面位置点的温度与控制点温度大体相当。

(4) 温度标定实验表明,"600 ℃、20 MN伺服控制高温高压岩体三轴试验机"加热方式合理,温度控制精度高,试样温度分布较均匀。

References:

[1] Zhao Y S, Wan Z J, Zhang Y, et al. Research and development of 20 MN servo-controlled rock triaxial testing system with high temperature and high pressure [J]. Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering, 2008, 27(1): 1-8. (in Chinese)
赵阳升,万志军,张 渊,等. 20 MN伺服控制高温高压岩体三轴试验机的研制 [J]. 岩石力学与工程学报,2008,27(1):1-8.

[2] Wang S Z. High-temperature/high-pressure rock mechanics: History, status in quo and prospect [J]. Progress in Geophysics, 1995, 10(4): 1-31. (in Chinese)
王绳祖. 高温高压岩石力学历史、现状、展望 [J]. 地球物理学进展,1995,10(4):1-31.

[3] Jin Z M. The progresses and perspectives of high-temperature and high-pressure experimental study in China [J]. Chinese Journal Geophysics, 1997, 40(S1): 70-811. (in Chinese)
金振民. 我国高温高压实验研究进展和展望 [J]. 地球物理学报,1997,40(S1):70-811.

[4] Wan Z J, Feng Z J, Zhao Y S, et al. Elastic modulus's evolution law of coal under high temperature and triaxial stress [J]. Journal of China Coal Society, 2011, 36(10): 1736-1740. (in Chinese)
万志军,冯子军,赵阳升,等. 高温三轴应力下煤体弹性模量的演化规律 [J]. 煤炭学报,2011,36(10):1736-1740.

[5] Zhao Y S, Wan Z J, Zhang Y, et al. Experiment study of related laws of rock thermal cracking and permeability [J]. Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering, 2010, 29(10): 1970-1976. (in Chinese)
赵阳升,万志军,张 渊,等. 岩石热破裂与渗透性相关规律的试验研究 [J]. 岩石力学与工程学报,2010,29(10):1970-1976.

[6] Zhao Y S, Qu F, Wan Z J, et al. Experimental investigation on correlation between permeability variation and pore structure during coal pyrolysis [J]. Transp Porous Med, 2010, 82(2): 401-412.

[7] Zhao Y S, Xi B P, Wan Z J, et al. Study of critical condition of borehole instability in granite under high temperature and high pressure [J]. Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering, 2009, 28(5): 865-874. (in Chinese)
赵阳升,郤保平,万志军,等. 高温高压下花岗岩中钻孔变形失稳临界条件研究 [J]. 岩石力学与工程学报,2009,28(5):865-874.

[8] Wan Z J, Zhao Y S, Dong F K, et al. Experimental study on mechanical characteristics of granite under high temperatures and triaxial stresses [J]. Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering, 2008, 27(1): 73-77. (in Chinese)
万志军,赵阳升,董付科,等. 高温及三轴应力下花岗岩体力学特性的实验研究 [J]. 岩石力学与工程学报,2008,27(1):73-77.

[9] Feng Z J, Wan Z J, Zhao Y S, et al. Experimental investigation into deformation characteristics of anthracite under thermo-mechanical coupling conditions [J]. Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering, 2010, 29(8): 1624-1630. (in Chinese)
冯子军,万志军,赵阳升,等. 热力耦合作用下无烟煤煤体变形特征的试验研究 [J]. 岩石力学与工程学报,2010,29(8):1624-1630.

[10] Zhao J C,Li Y,Zhao Y S,et al. Study on inpact grinding law of granite under the conditions of high temperature and high press [J]. Journal of China Coal Society,2010,35(6):904-909. (in Chinese)
赵金昌,李　义,赵阳升,等. 花岗岩高温高压条件下冲击凿岩规律试验研究 [J]. 煤炭学报,2010,35(6):904-909.

[11] Zhang N,Zhao Y S,Wan Z J,et al. Experimental research on seepage laws of granite under thermal cracking action with 3D stress [J]. Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering,2010,29(1):118-123. (in Chinese)
张　宁,赵阳升,万志军,等. 三维应力下热破裂对花岗岩渗流规律影响的试验研究 [J]. 岩石力学与工程学报,2010,29(1):118-123.

[12] Wu J W,Zhao Y S,Wan Z J,et al. Experimental study of acoustic emission characteristics of granite thermal cracking under middle-high temperature and triaxial pressure [J]. Rock and Soil Mechanics,2009,30(11):3331-3336. (in Chinese)
武晋文,赵阳升,万志军,等. 中高温三轴应力下鲁灰花岗岩热破裂声发射特征的试验研究 [J]. 岩土力学,2009,30(11):3331-3336.

[13] Griggs D T. Hydrolytic weakening of quartz and other silicates [J]. Geophys J Roy Astron Soc,1967,14:19-31.

[14] Li X. Thermal analysis about the high pressure stove in the numerical simulation study [OL]. Sciencepaper Online,[2009-2-24]. http://www.paper.edu.cn/releasepaper/content/200902-1307. (in Chinese)
李　翔. 高温高压炉内温度场分布的模拟研究 [OL]. 中国科技论文在线,[2009-2-24]. http://www.paper.edu.cn/releasepaper/content/200902-1307.

[15] Han L,Zhou Y S,Dang J X,et al. Temperature calibration for 3 GPa molten salt medium triaxial pressure vessel [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics,2009,23(6):407-414. (in Chinese)
韩　亮,周永胜,党嘉祥,等. 3 GPa 熔融盐固体介质高温高压三轴压力室的温度标定 [J]. 高压物理学报,2009,23(6):407-414.

[16] Lü S J,Luo J T,Su L,et al. A slide-type multianvil ultrahigh pressure apparatus and calibrations of its pressure and temperature [J]. Acta Physica Sinica,2009,58(10):6852-6857. (in Chinese)
吕世杰,罗建太,苏　磊,等. 滑块式六含八超高压实验装置及其压力温度标定 [J]. 物理学报,2009,58(10):6852-6857.

[17] Kirby S H,Kronenberg A K. Deformation of Clinopyroxenite:Evidence for transition in flow mechanisms and semibrittle behavior [J]. J Geophys Res,1984,89(5):3177-3192.

[18] Leistner H. Temperaturgradienten-messungen in piston-zylinder pressen [J]. Fortschr Mineral,1979,57(1):81-82.

[19] Cemic L,Geiger C A,Hoyer W W,et al. Piston-cylinder techniques:Pressure and temperature calibration of a pyrophyllite-based assembly by means of DTA measurements,a salt-based assembly,and a cold sealing sample encapsulation method [J]. N J b Miner Mh,1990,H2:49-64.

[20] Qu F. Experimental study on the coal mass pyrolysis and mechanical characteristics in simulative situ [D]. Xuzhou:China University of Mining and Technology,2007. (in Chinese)
曲　方. 原位状态煤体热解及力学特性的实验研究 [D]. 徐州:中国矿业大学,2007.

[21] Feng Z J,Wan Z J,Zhao Y S,et al. Experiment study of permeability of anthracite and gas coal masses under high temperature and triaxial stress [J]. Chinese Journal of Rock Mechanics and Engineering,2010,29(4):689-696. (in Chinese)
冯子军,万志军,赵阳升,等. 高温三轴应力下无烟煤、气煤煤体渗透特性的试验研究 [J]. 岩石力学与工程学报,2010,29(4):689-696.

Temperature Calibration for the Solid Confining Media Vessel of Large-Size and Thick-Walled Piston-Cylinder Apparatus under High Temperature and Triaxial Pressure

ZHANG Yuan, WAN Zhi-Jun, ZHOU Chang-Bing, LIU Yu

(*School of Mines, China University of Mining and Technology, Xuzhou* 221116, *China*)

Abstract: The pressure chamber of "600 ℃ and 20 MN servo-controlled triaxial rock testing system with high temperature and high pressure" has adopted the piston- thick-walled cylinder structure. Compared with normal pressure chamber, the inner diameter rises to 300 mm, the outside diameter becomes 1060 mm and the height grows to 1 100 mm. The size of test specimen also amounts to ∅200 mm×400 mm. The calibration test applies internal heating type and electronic heating approach with low voltage and high current. Before the system is put into use, the reference temperature point should be calibrated. Thus, nine thermocouples were placed in and outside the specimen to observe the temperature variation at these observation points, and to study temperature field characteristics inside of specimen, as well as its relationship with reference point temperature. The calibration experiment results indicate that, the temperature data collected from the middle of the junction of NaCl and micanite paper are stable and reliable, and are in a favorable linear relationship with the inner temperature. Therefore, the place is qualified to be the reference temperature point in the heating process. The test results show that the inner temperatures of the specimen are higher than the temperatures of the junction of NaCl and micanite paper in the same cross section, the middle temperatures of whom are higher than those on both ends. In the inner axial direction, the upper end and the bottom temperature are symmetric to the middle of the specimen whose temperature is higher than either of those of the both ends. The disparity from middle to end grows bigger as the heating temperature increases, the maximum gradient is 0.85 ℃/mm. In the radial direction, the larger distance from the central point, the greater trend of linear temperature distribution. While the central temperature is the lowest, the surface temperature is the highest. The biggest temperature gradient is about 0.5 ℃/mm. The temperature at the central point, 40 mm from the central point, 80 mm from the central point and on the surface of the specimen are respectively larger than the reference temperature by 21%, 27%, 28% and 29%. Whereas, in the inner axial direction, the upper end temperature and the bottom temperature are close, only 1.5% lower than the reference temperature. It is testified that the heating approach is reasonable, and the accuracy of temperature control is high and the temperature of test specimen is well-distributed.

Key words: rock mechanics; high temperature; solid confining media; triaxial pressure vessel; temperature calibration