

采用 HOTDISK 瞬态平面热源法测量低导热材料

上海依阳实业有限公司 www.eyoungindustry.com

摘要：在常温常压下，采用 HOTDISK 瞬态平面热源法对三种气凝胶粉体材料、超临界气凝胶保温毡和真空绝热板芯部材料进行了测量。在实际测试中，通过固定测试时间间隔，对每种材料进行了重复性测试，由此可以寻找出影响测试结果波动的各种可能的环境因素，从而指导采取相应的技术手段消除环境影响因素，提高测试的可靠性和测量精度。

关键字：瞬态平面热源法，低热导率材料，热导率，测量

1. 引言

HOTDISK 瞬态平面热源法作为一种绝对测量方法，在理论上可以达到很高的测量精度。在试样尺寸满足测试方法规定的边界条件基础上，热导率的测量范围可以没有限制。因此，对于均质材料，采用 HOTDISK 瞬态平面热源法不失为一种操作简便和测量精度高的有效方法，在温度不高的范围内（-196℃~200℃），这种方法可以作为标准方法来使用，并与其它热导率测试方法一起形成有效的补充和相互对比，甚至可以用于校准其它测试方法。

2. HOTDISK 瞬态平面热源法简介

由于 HOTDISK 瞬态平面热源法在均质材料热导率测量方面的准确性和实用性，HOTDISK 瞬态平面热源法在各种材料的热导率测量中获得了广泛的应用，并制订了相应的测试方法标准：ISO/DIS 22007-2.2【Plastics - Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity - Part 2: Transient plane heat source (Hot Disk) method】

HOTDISK 瞬态平面热源法的特点是测试便捷，只需要简单地将一个 Hot Disk 探头固定在两块固体样品之间，探头同时作为热源和温度传感器，在试样和探头温度恒定后，测试过程迅速。对于液体、凝胶和粉末样品，测试时只需将 Hot Disk 探头简单地插到材料中或将材料涂到探头两边。

HOTDISK 瞬态平面热源法的最新特点是测试时间提高到了 1 秒，这表明温度测试记录最小间隔可达到 5 毫秒。由于这一进展，理论上可以测试热导率高达 400 的材料。此外，较短的测试间隔对一些粘度极小的液体如甲苯和乙醇等的测试带来了便利。

依据瞬态平面热源法进行测量的典型仪器是瑞典凯格纳斯公司的 HOTDISK 热常数分析仪，型号为 TPS2500S，整个测试仪器外观如图 2-1 所示。有关 HOTDISK 试验研究都将采用此仪器开展工作。



图 2-1 HOTDISK 热常数分析仪

3. 测试试样

在对低导热材料测试过程中，选用了多种不同热导率的材料进行了测试：

(1) 气凝胶粉体：A 粉、B 粉和 E 粉。

(2) C 垫（阿斯彭超临界气凝胶 P 型保温毡），如图 3-1 所示。超临界气凝胶保温毡由气凝胶和超细玻璃纤维组合有效结合而成，有较低的热导率。其主要技术参数：最高使用温度 650℃、密度 180 kg/m³。

(3) 真空绝热板：

真空绝热板（Vacuum Insulation Panel，简称 VIP）是真空保护表层内填充芯材，抽真空后再热封而成的一种

板材。由于它有效地避免空气对流传热，因此可大幅度降低热导率。

VIP 主要由三个部分组成，如图 3-2 所示：芯部的隔热材料（Insulating material 玻璃纤维）、气体吸附材料（Getter 对气体和水分具有高吸附性）和封闭的隔气薄膜（Barrier 四层结构）。一般真空绝热板的技术指标为使用温度-170~70℃；整体密度 240~314 kg/m³；压缩强度 50~80kPa。



图 3-1 阿斯彭超临界气凝胶 P 型保温毯

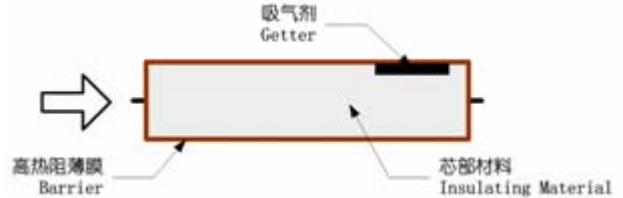


图 3-2 真空绝热板结构

真空绝热板为了起到良好的密封作用，一般采用金属薄膜作为真空密封用的高热阻薄膜，如图 3-3 所示。但在实际测试过程中，HOTDISK 薄膜探头发出的热量会沿着金属薄膜表面进行面内扩散，使得测试无法正常进行。



图 3-3 金属薄膜密封的真空绝热板

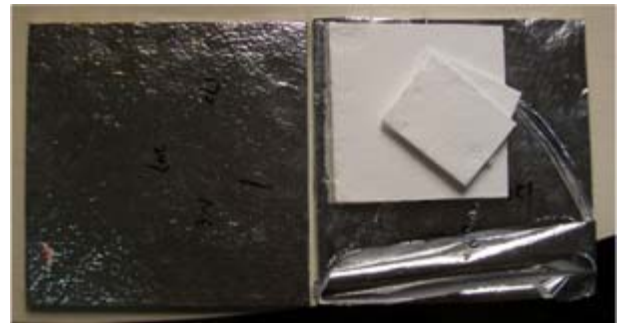


图 3-4 剖开金属密封膜后的真空绝热板芯部材料

因此，对于真空绝热板热导率测量，一般会采用以下三种方式：

- 采用保护热板法使得热流在厚度方向上流经真空绝热板，直接测量厚度方向上的热导率。
- 如图 3-4 所示，剖开真空绝热板的真空密封金属膜，采用 HOTDISK 探头，在常压下直接对真空绝热板的芯部材料进行热导率测量。
- 把芯部材料放置在一大气压力可控的容器内，采用 HOTDISK 探头，在不同大气压力环境下测试芯部材料热导率的变化。



图 3-5 粉体测试卡具

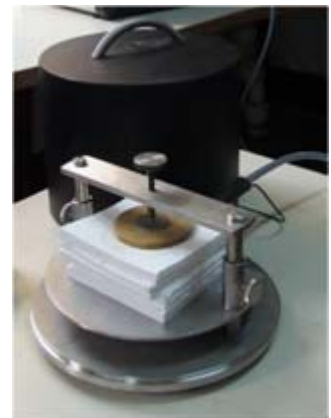


图 3-6 板材测试卡具

4. 试验卡具

对于气凝胶粉体和板状材料的测试采用了不同的试验卡具，如图 3-5 和图 3-6 所示。

5. 试验结果

5.1. 气凝胶粉体测试结果

(1) 气凝胶 A 粉测试结果

首先采用 HOTDISK C5501 探头在常温下进行了 20 次连续重复性测试，测试间隔为 40 分钟，每次测量的加热功率都为 5 豪瓦 160 秒。测试结果如图 5-1 所示。

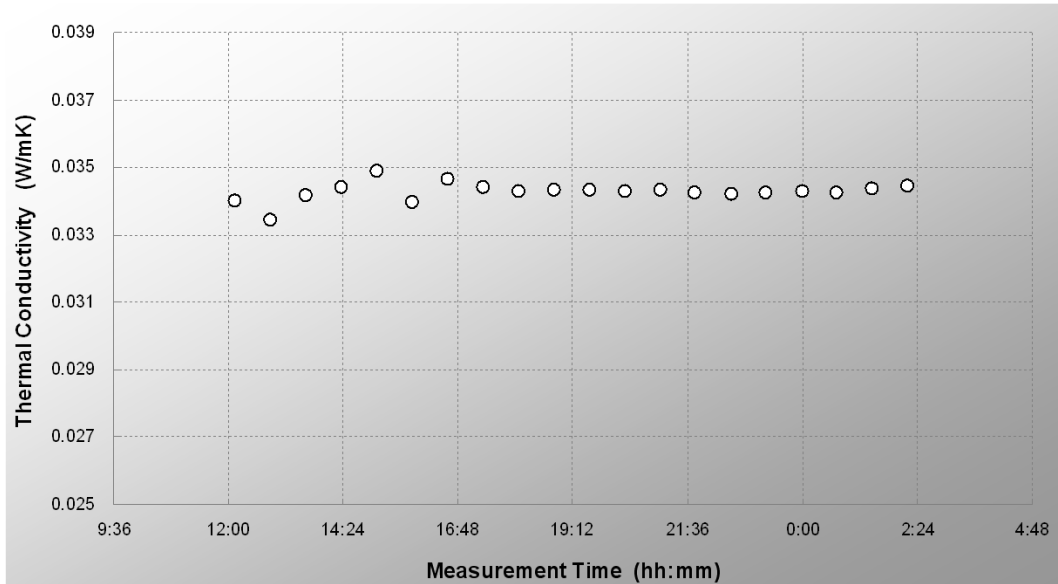


图 5-1 气凝胶 A 粉 20 次重复性测量结果 (C5501 探头、间隔 40 分钟、5 豪瓦 160 秒)

按照仪器厂家推荐，对于较低热导率测试宜使用较大的 C4921 探头，分析的原因可能是由于低热导率测试过程中探头漏热会产生较大影响，而采用较大尺寸探头可以削减漏热影响（漏热影响今后将专门进行研究）。采用 HOTDISK C4921 探头在常温下进行了 20 次连续重复性测试，测试间隔为 60 分钟，每次测量的加热功率都为 4 豪瓦 320 秒。测试结果如图 5-2 所示。

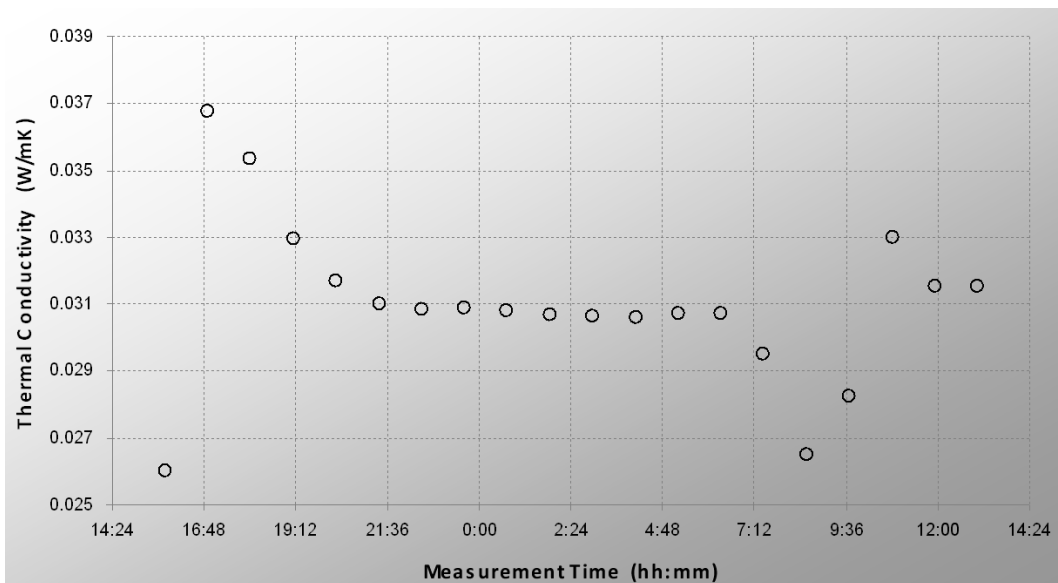


图 5-2 气凝胶 A 粉 20 次重复性测量结果 (C4921 探头、间隔 40 分钟、4 豪瓦 320 秒)

为了便于分析，将测试原始数据列出，如表 5-1 所示。

以上所进行的重复性测试要感谢新型号 HOTDISK 热常数分析仪 TPS2500S 增加的测试软件功能，新版测试软件可以按照设定好的试验参数控制测试仪器进行自动测量，通过这种自动测试功能可以发现以往未曾发现的试验现象和问题，有利于确定合理的试验参数，提高测试的准确性。从以上重复性测试结果可以看到以下几方面的现象：

- 两种不同尺寸探头测量的热导率相差较大，其中小尺寸探头 C5501 测试结果为 0.0343 W/m.K，大尺寸

探头 C4921 测试结果为 0.0310 W/m.K, 两者相差近 10%。这种差别可能是由于小尺寸探头漏热影响相对比较严重, 使得温升变化幅度要比实际温升幅度低, 造成测量结果偏大。这种不同尺寸探头测量结果的不同还需要进一步试验研究确认。

- 在图 5-1 和图 5-2 中, 特意采用了相同的纵坐标范围以便于观察和比较测试结果的波动性。从这些图中可以明显的看出小探头 C5501 测试结果波动较小、而大尺寸探头 C4921 测试结果波动性较大。从表 5-1 中的热导率平均偏差值中, 也可以看出这种波动性差别, 小探头 C5501 测试结果的最大平均值偏差为-2.5%, 而大探头 C4921 测试结果的最大平均值偏差甚至达到了 18.5%。这种大波动测试结果表明, 如果在现有测试仪器状态下, 测试出的热导率数据往往会有很大的偏差, 给材料评价带来误导。这也证明了以往采用 HOTDISK 瞬态平面热源法所做的热导率测试往往重复性差测试误差大而不知原因的根源所在。
- 从图 5-1 和图 5-2 中可以看出, 测试结果的波动性有明显的时间段。在晚上 9 点至早晨 6 点这段时间内, 波动性明显降低, 这在图 5-2 表现的十分明显, 这时段大探头 C4921 测试结果的最大平均偏差不超过 1.5%。初步分析造成这种现象的原因可能是电源波动、环境磁场、环境温度和气流的影响等, 这种波动影响因素需要进一步试验研究确认和消除。
- 由于进行了 20 次的重复性试验, 测试时间跨度大, 因此测量结果的平均值基本与夜间无波动时获得的测量结果十分近似。基本可以认为采用大探头 C4921 获得的测量结果平均值即为气凝胶 A 粉的热导率数据。

表 5-1 采用两种探头测量气凝胶 A 粉热导率测试原始数据及平均偏差

A 粉 C5501 探头重复测量结果				A 粉 C4921 探头重复测量结果			
测试时间	温度 (°C)	热导率 W/m.K	热导率平均偏差	测试时间	温度 (°C)	热导率 W/m.K	热导率平均偏差
2011-9-28 12:09	24	0.0340	-0.9%	2011-10-24 15:47	24	0.0260	-16.1%
2011-9-28 12:53	24	0.0334	-2.5%	2011-10-24 16:54	24	0.0368	18.5%
2011-9-28 13:38	24	0.0341	-0.5%	2011-10-24 18:01	24	0.0354	14.0%
2011-9-28 14:22	24	0.0344	0.3%	2011-10-24 19:09	24	0.0330	6.4%
2011-9-28 15:06	24	0.0349	1.7%	2011-10-24 20:16	24	0.0317	2.3%
2011-9-28 15:51	24	0.0340	-1.0%	2011-10-24 21:23	24	0.0310	0.0%
2011-9-28 16:35	24	0.0347	1.0%	2011-10-24 22:30	24	0.0308	-0.5%
2011-9-28 17:20	24	0.0344	0.3%	2011-10-24 23:37	24	0.0309	-0.4%
2011-9-28 18:04	24	0.0343	0.0%	2011-10-25 0:44	24	0.0308	-0.6%
2011-9-28 18:49	24	0.0343	0.1%	2011-10-25 1:51	24	0.0307	-1.0%
2011-9-28 19:33	24	0.0343	0.1%	2011-10-25 2:59	24	0.0307	-1.1%
2011-9-28 20:18	24	0.0343	-0.1%	2011-10-25 4:06	24	0.0306	-1.3%
2011-9-28 21:02	24	0.0343	0.1%	2011-10-25 5:13	24	0.0307	-0.9%
2011-9-28 21:46	24	0.0342	-0.2%	2011-10-25 6:20	24	0.0307	-0.8%
2011-9-28 22:31	24	0.0342	-0.3%	2011-10-25 7:27	24	0.0295	-4.8%
2011-9-28 23:15	24	0.0343	-0.1%	2011-10-25 8:34	24	0.0265	-14.5%
2011-9-29 0:00	24	0.0343	-0.1%	2011-10-25 9:41	24	0.0283	-8.9%
2011-9-29 0:44	24	0.0342	-0.2%	2011-10-25 10:49	24	0.0330	6.4%
2011-9-29 1:28	24	0.0344	0.2%	2011-10-25 11:56	24	0.0315	1.7%
2011-9-29 2:13	24	0.0344	0.4%	2011-10-25 13:03	24	0.0315	1.7%
平均值:		0.0343	W/m.K	平均值:		0.0310	W/m.K

通过以上测试结果表现出的现象和分析, 以上这种重复性测试方式仅仅是为了考核 HOTDISK 瞬态平面热源法测试仪器, 在实际常规测试中没有多少可行性, 不可能针对每个试样进行重复性测量以获得准确测试结果, 也不可能总把测试放在夜间进行, 因此必须首先解决测试结果波动性问题。

(2) 气凝胶 B 粉和 E 粉测试结果

鉴于以上对气凝胶 A 粉的测试经验, 对于气凝胶 B 粉和 E 粉, 直接采用了大尺寸的 HOTDISK C4921 探头在常温下进行了 20 次连续重复性测试, 测试间隔为分别为 2 小时和 1 小时, 每次测量的加热功率都为 4 毫瓦 320 秒。测试结果如图 5-3 和图 5-4 所示。为了便于观察和比较波动性, 气凝胶粉体测试结果都采用了相同的纵坐标高度 (0.014 W/m.K)

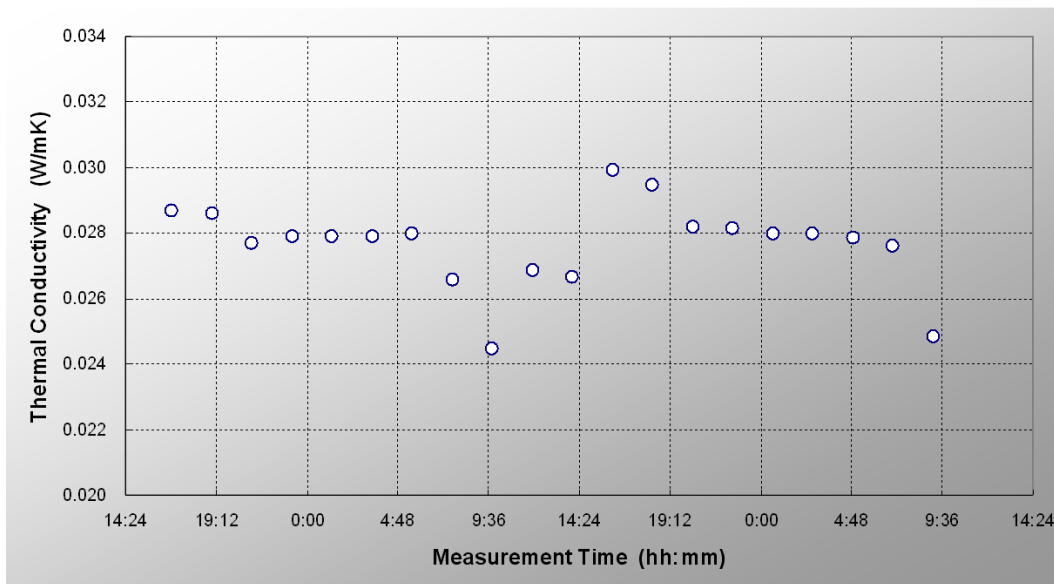


图 5-3 气凝胶 B 粉 20 次重复性测量结果 (C4921 探头、间隔 2 小时、4 豪瓦 320 秒)

将 B 粉和 E 粉的测试原始数据列出, 如表 5-2 所示。

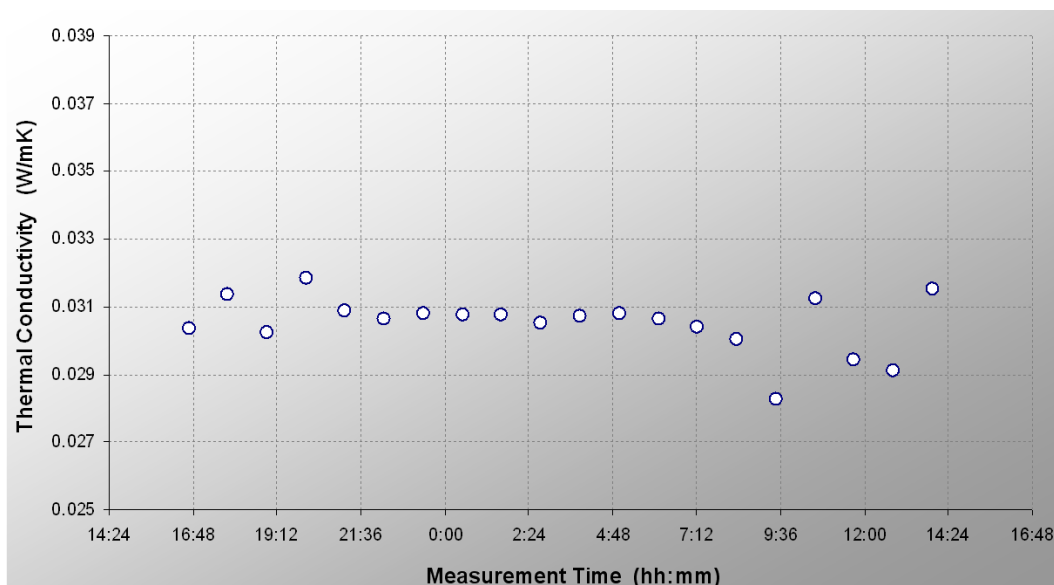


图 5-4 气凝胶 E 粉 20 次重复性测量结果 (C4921 探头、间隔 1 小时、4 豪瓦 320 秒)

从气凝胶 B 粉和 E 粉的测试结果中可以看出, 上述气凝胶 A 粉测试中所表现出的现象, 在气凝胶 B 粉和 E 粉的测试结果中都同样重复出现, 其中 B 粉热导率的最大平均偏差为-11.6%, E 粉热导率的最大平均偏差为-7.3%, 只是波动幅度较 A 粉测量小一些。另外, 通过对 B 粉进行间隔两个小时历经两个昼夜的重复性测试后, 如图 5-3 所示, 更明确的证明了夜间时间段的测试结果波动性很小。并且, 在夜间波动较小的情况下, B 粉的热导率测试结果重复的很好。

5.2. C 垫 (阿斯彭超临界气凝胶 P 型保温毯) 测试结果

对于 C 垫材料, 采用了大尺寸的 HOTDISK C4921 探头在常温下进行了 10 次连续重复性测试, 测试间隔为 2 小时, 每次测量的加热功率为 3 豪瓦 320 秒。测试结果如图 5-5 所示。同样, 为了便于观察和比较波动性, C 垫材料测试结果也采用了相同的纵坐标高度 (0.014 W/m.K)。

将 C 垫的测试原始数据列出, 如表 3 所示。

从测试结果可以看出, C 垫的热导率测试数据波动很大, 延续了气凝胶粉体测试过程中的波动规律。由于整个测试过程中波动较大, 如果测试结果直接取平均值, 测试结果将会有较大的偏差。因此, 为了准确获得 C 垫的热导率数据, 最好选取夜间的测试数据, 那么取夜间测试数据的平均值应该为 0.0306 W/m.K。比较整体平均值和夜间测试平均值, 两者相差近 5% 以上, 由此可见数据的有效选取非常重要。

表 5-2 气凝胶 B 粉和 E 粉热导率测试原始数据及平均偏差

B 粉 C4921 探头重复测量结果				E 粉 C4921 探头重复测量结果			
测试时间	温度 (°C)	热导率 W/m.K	热导率平均偏差	测试时间	温度 (°C)	热导率 W/m.K	热导率平均偏差
2011-10-14 16:51	24	0.0287	3.5%	2011-10-25 16:41	24	0.0303	-0.5%
2011-10-14 18:58	24	0.0286	3.2%	2011-10-25 17:48	24	0.0314	2.8%
2011-10-14 21:06	24	0.0277	-0.1%	2011-10-25 18:55	24	0.0302	-0.9%
2011-10-14 23:13	24	0.0279	0.6%	2011-10-25 20:02	24	0.0318	4.4%
2011-10-15 1:20	24	0.0279	0.7%	2011-10-25 21:09	24	0.0309	1.2%
2011-10-15 3:27	24	0.0279	0.6%	2011-10-25 22:17	24	0.0307	0.5%
2011-10-15 5:35	24	0.0280	1.0%	2011-10-25 23:24	24	0.0308	1.0%
2011-10-15 7:42	24	0.0266	-4.0%	2011-10-26 0:31	24	0.0308	0.9%
2011-10-15 9:49	24	0.0245	-11.6%	2011-10-26 1:38	24	0.0308	0.9%
2011-10-15 11:56	24	0.0269	-3.0%	2011-10-26 2:45	24	0.0305	0.1%
2011-10-15 14:04	24	0.0267	-3.8%	2011-10-26 3:52	24	0.0307	0.7%
2011-10-15 16:11	24	0.0299	7.9%	2011-10-26 5:00	24	0.0308	1.0%
2011-10-15 18:18	24	0.0295	6.4%	2011-10-26 6:07	24	0.0306	0.4%
2011-10-15 20:25	24	0.0282	1.8%	2011-10-26 7:14	24	0.0304	-0.3%
2011-10-15 22:32	24	0.0281	1.6%	2011-10-26 8:21	24	0.0300	-1.5%
2011-10-16 0:39	24	0.0280	1.0%	2011-10-26 9:29	24	0.0283	-7.3%
2011-10-16 2:46	24	0.0280	0.9%	2011-10-26 10:36	24	0.0313	2.5%
2011-10-16 4:54	24	0.0279	0.5%	2011-10-26 11:43	24	0.0294	-3.5%
2011-10-16 7:01	24	0.0276	-0.4%	2011-10-26 12:50	24	0.0291	-4.5%
2011-10-16 9:08	24	0.0248	-10.3%	2011-10-26 13:57	24	0.0315	3.3%
平均值:		0.0277	W/m.K	平均值:		0.0305	W/m.K

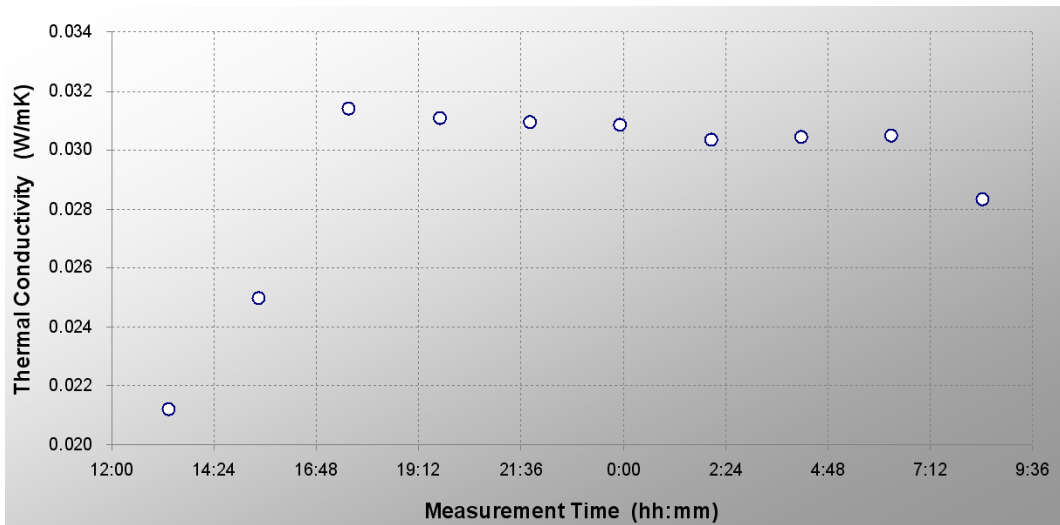


图 5-5 C 垫 10 次重复性测量结果 (C4921 探头、间隔 2 小时、3 豪瓦 320 秒)

表 5-3 C 垫热导率测试原始数据及平均偏差

测试时间	温度 (°C)	热导率 W/m.K	热导率平均偏差
2011-10-17 13:21	24	0.0212	-26.9%
2011-10-17 15:28	24	0.0250	-13.9%
2011-10-17 17:35	24	0.0314	8.3%
2011-10-17 19:43	24	0.0311	7.2%
2011-10-17 21:50	24	0.0309	6.6%
2011-10-17 23:57	24	0.0308	6.3%
2011-10-18 2:04	24	0.0303	4.5%
2011-10-18 4:11	24	0.0304	5.0%
2011-10-18 6:18	24	0.0305	5.0%
2011-10-18 8:26	24	0.0283	-2.3%
平均值:		0.0290 W/m.K	

5.3. 真空绝热板芯部材料测试结果

对于真空绝热板芯部材料，同样也采用了大尺寸的 HOTDISK C4921 探头在常温下进行了 12 次连续重复性测试，测试间隔为 1 小时，每次测量的加热功率为 7 毫瓦 160 秒。测试结果如图 5-6 所示。同样，为了便于观察和比较波动性，C 垫材料测试结果也采用了相同的纵坐标高度 (0.014 W/m.K)。

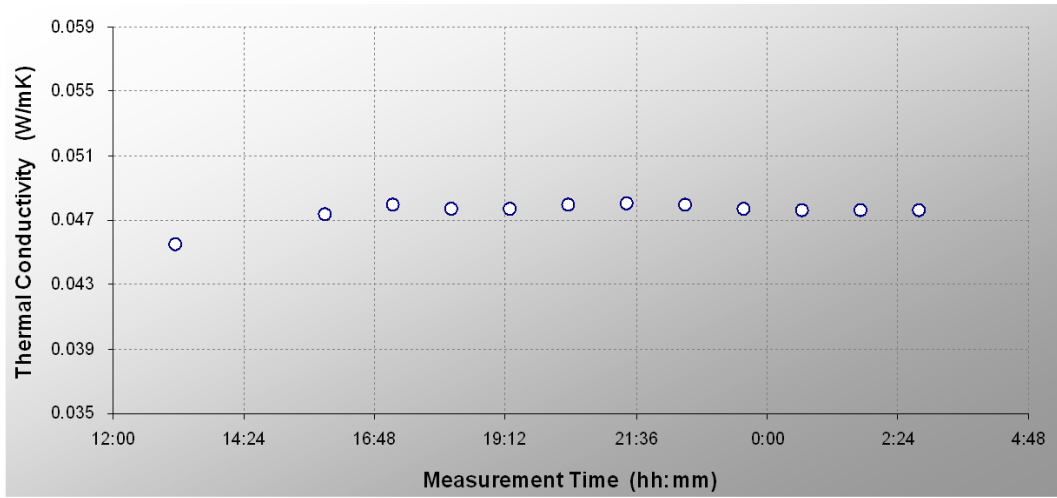


图 5-6 真空绝热板芯部材料 12 次重复性测量结果 (C4921 探头、间隔 1 小时、7 毫瓦 160 秒)

将真空绝热板芯部材料测试原始数据列出，如表 4 所示。

从测试结果可以看出，真空绝热板芯部材料的热导率测试数据波动较小，除了第一个测试数据因为试验参数选取不当外，整个测试结果非常稳定。对于测试结果的波动性问题，从上述各种材料的测试中获得了证明，根据对较大热导率材料的重复性测试也证明了波动性的存在，但这种波动性对于较大热导率材料的测量精度影响较小。

表 5-4 真空绝热板芯部材料热导率测试原始数据及平均偏差

测试时间	温度 (°C)	热导率 W/m.K	热导率平均偏差
2011-10-19 13:09	24	0.0455	-4.9%
2011-10-19 15:54	24	0.0474	-0.9%
2011-10-19 17:08	24	0.0480	0.3%
2011-10-19 18:13	24	0.0476	-0.3%
2011-10-19 19:17	24	0.0477	-0.3%
2011-10-19 20:22	24	0.0479	0.2%
2011-10-19 21:26	24	0.0480	0.5%
2011-10-19 22:31	24	0.0479	0.3%
2011-10-19 23:35	24	0.0477	-0.2%
2011-10-20 0:39	24	0.0476	-0.5%
2011-10-20 1:44	24	0.0476	-0.5%
2011-10-20 2:48	24	0.0476	-0.4%
平均值: 0.0478 W/m.K			

6. 结论

根据上述的试验结果和分析，获得了四类材料室温环境下的热导率测试结果，列表如下：

热导率 (W/mK)。				
A 粉。	B 粉。	E 粉。	C 垫。	芯部材料。
0.0310。	0.0277。	0.0305。	0.0306。	0.0478。