

瞬态平面热源技术 (Transient Plane Source Method, TPS) 在 固体材料热物性测试中的应用

作者 : T. Log, S. E. Gustafsson

译自 Fire and Materials, Vol.19, 43-49(1995)

摘要

本文应用瞬态平面热源技术 (Transient Plane Source Method, TPS) 对热导率范围从 0.028-166W/mK 之间的几个标准样品进行了测试, 得到的数据与采用其他标准方法得到的数据非常吻合。实验结果表明, TPS 技术非常适合于测试固体材料的热扩散系数和热导率。它不需特别的样品制备, 与其他方法相比, 不仅精度较高, 而且测试速度更为快捷。

关键字 瞬态平面热源技术 (Transient Plane Source Method, TPS), 热导率, 热扩散系数

简介

众所周知, 固体材料的热导率和热扩散系数随着材料的结构、密度、多孔性、导电性的不同而变化。通常, 这些性能也受到温度和压力的影响。由于材料热物理性能的不同, 对应于不同的材料和不同的实验条件, 近年来, 发展了大量不同的实验技术。瞬态平面热源技术(Transient Plane Source Method, TPS) 是由瑞典 Chalmer 理工大学的 Silas Gustafsson 教授在热线法的基础上发展起来的一项专利技术, 在过去 20 年中, 瞬态平面热源技术被越来越多地被研究人员应用于各种不同类型材料的热物性的测试^[1-10]。

本文中我们采用 TPS 技术对常见的一些固体材料进行了测试, 所涉及的样品是压延聚苯乙烯($k=0.19$ W/mK), Ceorite 130P($k=1.45$ W/mK), NIST 不锈钢($k=14.24$ W/mK)和铝块($k=166$ W/mK)。

原理

本文中使用了一个薄层圆盘形的温度依赖电阻作为样品探头(见图 1), 探头系由导电金属镍经刻蚀处理后形成的连续双螺旋结构的薄片, 外层为双层 Kapton 保护层。外层的 Kapton 保护层的厚度只有 0.025 mm, 它令探头具有一定的机械强度, 同时保持探头与样品之间的电绝缘性。与热线法 (Hot Wire) 和热带法(Hot Strip)一样, 由于采用具有热阻性的材料同时作为热源和温度传感器, 瞬态平面热源技术能够覆盖较大的热导率范围, 因而可以同时适用于各种不同类型的材料。

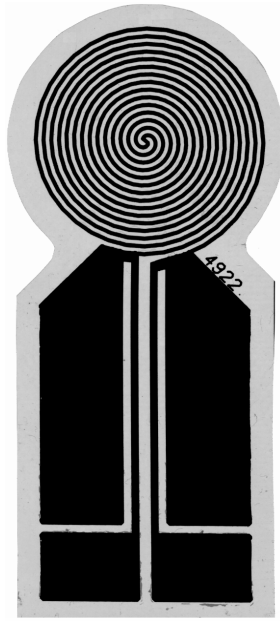


图 1 连续双螺旋结构的圆盘型平面热源探头

测试时，探头被夹在两片样品中间，形成类似三明治的结构（见图 2），在探头上通过恒定输出的直流电，由于温度的增加，探头的电阻发生变化，从而在探头两端产生电压下降，通过记录在一段时间内电压和电流的变化，可以较为精确地得到探头和被测样品中的热流信息。

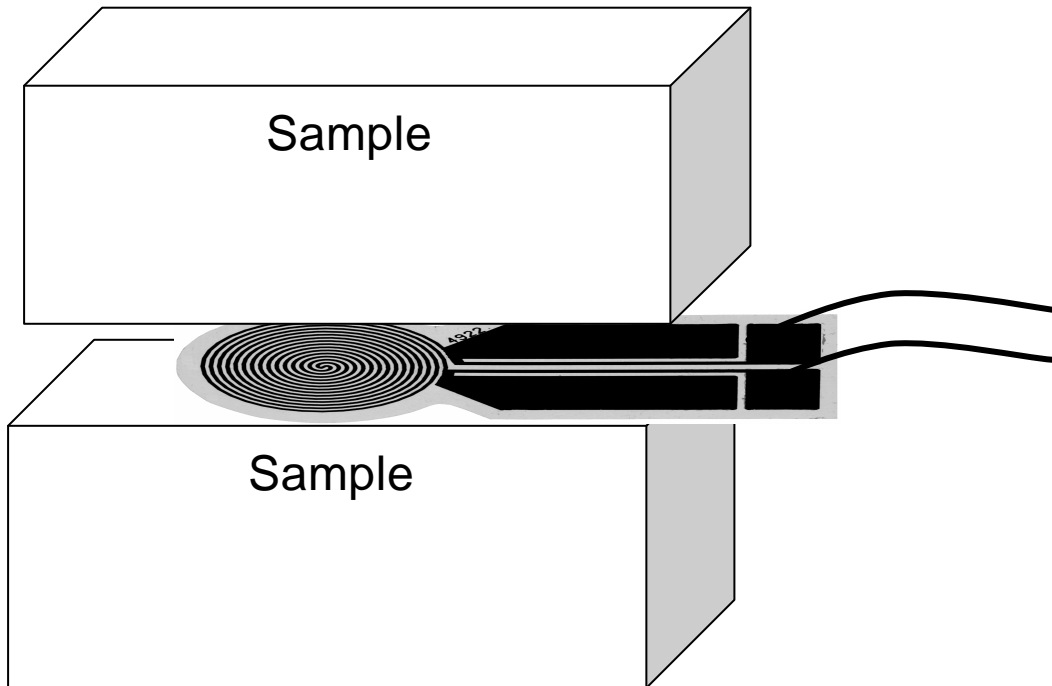


图 2 平面热源探头放置于样品中间形成三明治结构

初始测试时，在绝缘性的 Kapton 涂层上会产生很小的温度下降，经过很短的一个初始化

过程，由于输出功率是恒定的，温度的下降将保持恒定。探头的电阻变化可以用下式表示：

$$R(t) = R_0 [1 + \alpha \Delta T_i + \overline{\Delta T(t)}] \quad (1)$$

R_0 是探头在瞬态记录前的电阻， α 是热阻系数 (TCR)， $\overline{\Delta T(t)}$ 是假设探头和被测样品完全接触时的平均温度上升值。

$$\overline{\Delta T(t)} = \frac{P_0}{\Pi^{3/2} r k} D(t) \quad (2)$$

在方程式 2 中， P_0 是探头释放的热， k 是被测样品的热导率， r 是探头的半径， τ 可以由下式得到：

$$t = \frac{\sqrt{at}}{r} = \sqrt{\frac{t}{\Theta}} \quad (3)$$

a 是被测样品的热扩散系数， t 是测试时间， Θ 是特征测量时间 ($\Theta = r^2/a$)。将 2 式代入 1 式，并设 $R^* = R_0 [1 + \alpha \Delta T_i]$ 和 $C = \frac{a R_0 P_0}{\Pi^{3/2} r k}$ ，1 式可以写成

$$R(t) = R^* + CD(t) \quad (4)$$

将测得的电阻 $R(t)$ 对 $D(\tau)$ 作图应当得到一条直线。通过反复变换 Θ 进行拟合，寻找到正确的 Θ 数值，使 $R(t)$ 对 $D(\tau)$ 的直线相关性达到最大。热扩散系数可以由 $a = r^2/\Theta$ 得到，热导率由直线的斜率 C 计算得到。

当测试时间比特征测量时间 Θ ($\tau < 0.5$) 短得多时，只有当参数 $\sqrt{a}/k = \sqrt{krC_p}$ 时上述计算成立，此时的数学模型接近于表面通过恒定热流的无限厚板的情况。当测试时间比特征测量时间 Θ ($\tau > 2$) 长得多时，只能得到热导率，此时的数学模型接近于一个无限大固体被一个点热源在内部加热的情况。因此，为了在瞬态测试时同时得到热扩散系数和热导率，必须选择合适的参数，测试时间不能过于偏离特征测试时间。

实验

为了测试较大范围的热导率，我们选定了以下五种样品，从绝缘材料到导热材料，热导率的范围为 0.02-200 W/mK，样品的尺寸和它们的热性能如表 1 所示。

(1) 压延聚苯乙烯 (ASTM C 578 Round Robin)^[11]

(2) PMMA (Perspex, ICI, Inc.)

- (3) Cecorite 130P (Lafarge Company, France)^[12]
- (4) 不锈钢 (SRM 1462, NIST, Gaithersburg, MD, USA)^[13]
- (5) 铝 (Grade ALMG4.5MN (DIN.1745, DIN.59600), Nordisk Metal A/S, Haugesund, Norway)

Table 1. 样品尺寸及由其他测试方法得到的热物性值

样品名称	尺寸 (mm)	热导率 k (W/mK)	热扩散系数 a (mm ² s ⁻¹)
压延聚苯乙烯	100×100×50	0.028 ^[11]	0.75 ^a
PMMA	100×100×20	0.19 ^[16]	0.11 ^[16]
Cecorite 130P	31×35×20	1.45 ^[12]	0.96 ^[12]
不锈钢	Dia. 32, L 50	14.20 ^[13]	3.74 ^[17]
铝	100×100×30	166 ^b	68.5 ^c

- a. 由 $\rho=31 \text{ Kg m}^{-3}$, $C_p=1200 \text{ JKg}^{-1} \text{ K}^{-1}$ 计算得到^[16]
- b. 由扩散率测试法得到, $(\rho C_p)=2.43 \text{ M Jm}^{-3}$
- c. 由闪光法测得^[17]

由于测试时间不能过于偏离特征测试时间, 探头相对于被测样品的热容限制了探头尺寸的选择。目前我们实验室的电子数据采集系统可以每秒读数 20 次, 分辨率为 10^{-5} , 最小的检测时间是 5 秒。对于目前的几个样品我们所选用的探头半径和测试时间见表 2。

Table 2. 探头半径 r、测试时间 t、及材料所使用的 τ_{\max}

样品名称	半径 r (mm)	t (s)	τ_{\max}
压延聚苯乙烯	15.0	250	0.9
PMMA	10.0	500	0.7
PMMA	6.83	250	0.8
Cecorite 130P	10.0	30	0.5
不锈钢	6.83	12	1.0
铝	15.0	5	1.2

测试深度 Δ 是在实际测量过程中真正被涉及的样品深度, Gustafsson 等人^[14]定义测试深度为:

$$\Delta = 1.42\sqrt{at} \quad (5)$$

由于测试时间通常都接近于特征测试时间, 所以测试深度通常略小于或接近探头的直径。被测样品的厚度 (在 x 轴方向) 必须等于或大于测试深度。如果测试时间过长, 测试深度会超过样品的厚度。在本文中, 所有被测样品的厚度都大于 $1.6\sqrt{at}$ 。

本文所使用的电路是一个恒定的电压 (HP 6033A, Hewlett Packard, Boulder, CO), 探头的电阻与时间无关, 电路其他部分的电阻与 R_o 和 R_s 相比可以忽略不记。^[15]探头和电桥电阻上产生的压降采用两个精确的直流电压计精确地测得, 并传输入电脑进行数据压缩, 探头的电阻可

以通过电阻电桥的压降计算得到。在测试之初存在一个时间延迟，这是因为热流需要一定的时间通过探头传递到被测样品。

在 5-30°C 间，探头的温度和电阻存在以下函数关系：

$$R(T) = a + b \cdot T + c \cdot T^2 \quad (6)$$

温度与电阻的相关系数列于表 3。

表 3. 探头的温度和电阻之间的关系

半径 r (mm)	a (Ω)	b (Ω° C-1)	c (Ω° C-2)
6.83	4.5233	2.2452×10-2	2.7768×10-5
10.0	4.2120	2.1407×10-2	2.7253×10-5
15.0	9.7097	4.9416×10-2	6.2528×10-5

被测样品的温度通过方程式 (6) 计算得到，对于 6.83 mm 半径的探头，热阻系数是 $4.74 \times 10^{-3} \text{K}^{-1}$ ，对 10 mm 和 15 mm 的探头，20°C 时热阻系数为 $4.84 \times 10^{-3} \text{K}^{-1}$ 。

结果与讨论

(1) 铝块

为了使测试深度比样品的厚度小 (30mm)，同时测试时间 τ_{\max} 不能太偏离特征测试时间，在检测时，我们只用了 5 秒的时间来测定样品的热导率和热扩散系数。初始电阻的变化是由于样品与探头的 Kapton 涂层之间的热传递，时间延迟为 0.06 秒，将电阻曲线外推得到 R^* 为 10.935Ω。由方程式 (4) 拟合得到参数 Θ 为 3.53 秒。代入方程式 (3) 得到热扩散系数为 $63.8 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ ，由直线的斜率得到，热导率为 159.1W/mK。由于温度的变化，从测试初期到结束，探头的电阻发生了 0.9% 的变化，而与此同时，探头两边的样品的温度变化为 0.39K。

若加热超过 6.5 秒，相应的测试深度 Δ 为 30mm，即超出了样品的边界，最终结果的误差会增大，最后得到的热扩散系数为 $38.7 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ ，热导率为 153.6 W/mK。

(2) 延压聚苯乙烯

由于探头的有限热容，与铝的测试曲线相比，在测试热绝缘材料时存在的时间延迟要大的多，为 4.84 秒，电阻与时间曲线外推得到 R^* 为 10.77。由方程 3 计算得到的热扩散系数为 $0.714 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ ，由直线的斜率得到相应的热导率为 0.0273 W/mK。

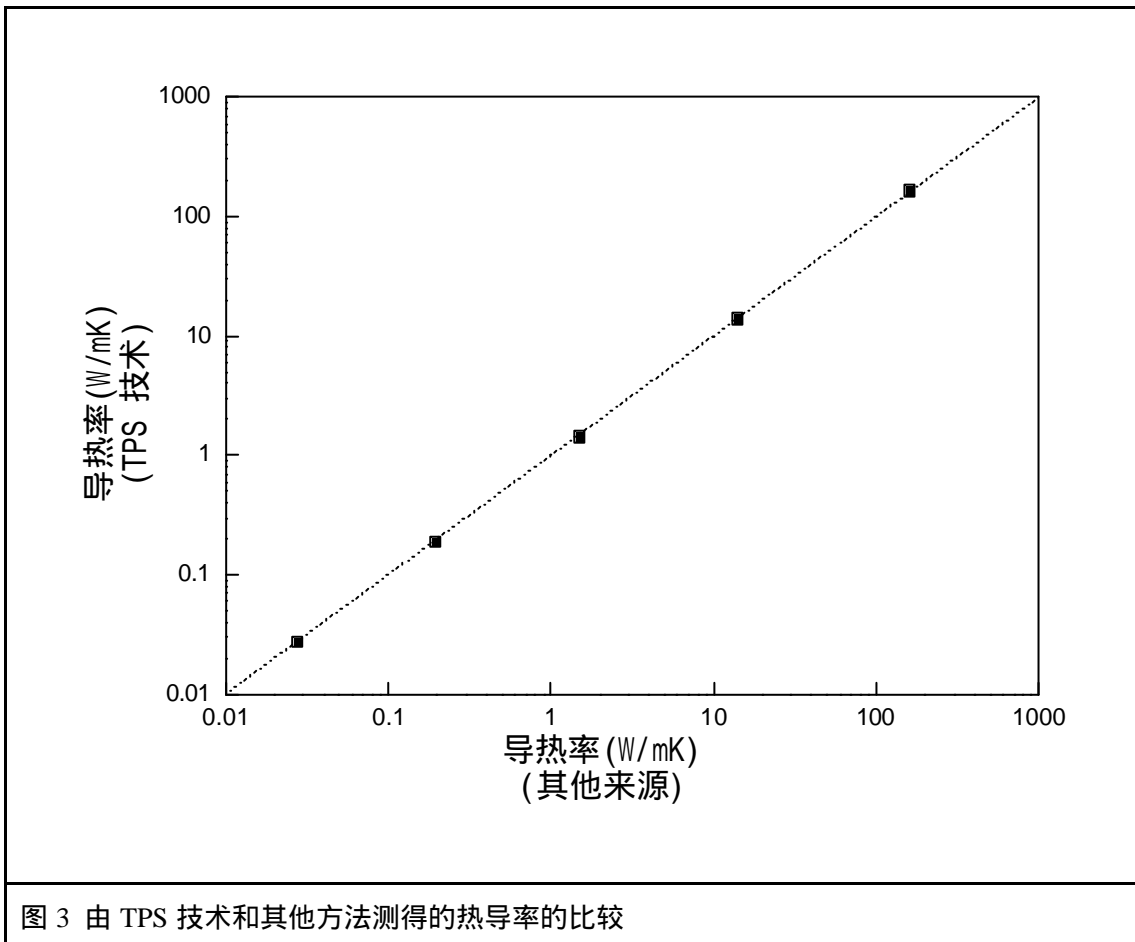
(3) 其他样品

其他几个样品的测试以相同方式进行。结果见表 4。其中，PMMA 的热传导性能同时用半径为 6.83 和 10 mm 的探头进行了检测，得到的结果相吻合。

表 4 由 TPS 技术测得的样品热物性值

样品名称	半径 r (mm)	热导率 k (W/mK)	热扩散系数 a (mm ² s ⁻¹)
PMMA	10.0	0.194	0.128
PMMA	6.83	0.196	0.127
Cecorite 130P	10.0	1.476	1.044
不锈钢	6.83	13.92	3.66

在本次工作中，所有材料得到的结果与其他方法得到的结果（见表一）都十分一致。热扩散系数和热导率的比较见图 3 和图 4。对 NIST 的压延聚苯乙烯样品的偏离为 4%，对 SRM 1642 不锈钢样品的偏离为 2%，对铝有 5% 的偏离，即 TPS 技术对热导率在 0.028-160 的范围内的精度在 5%。



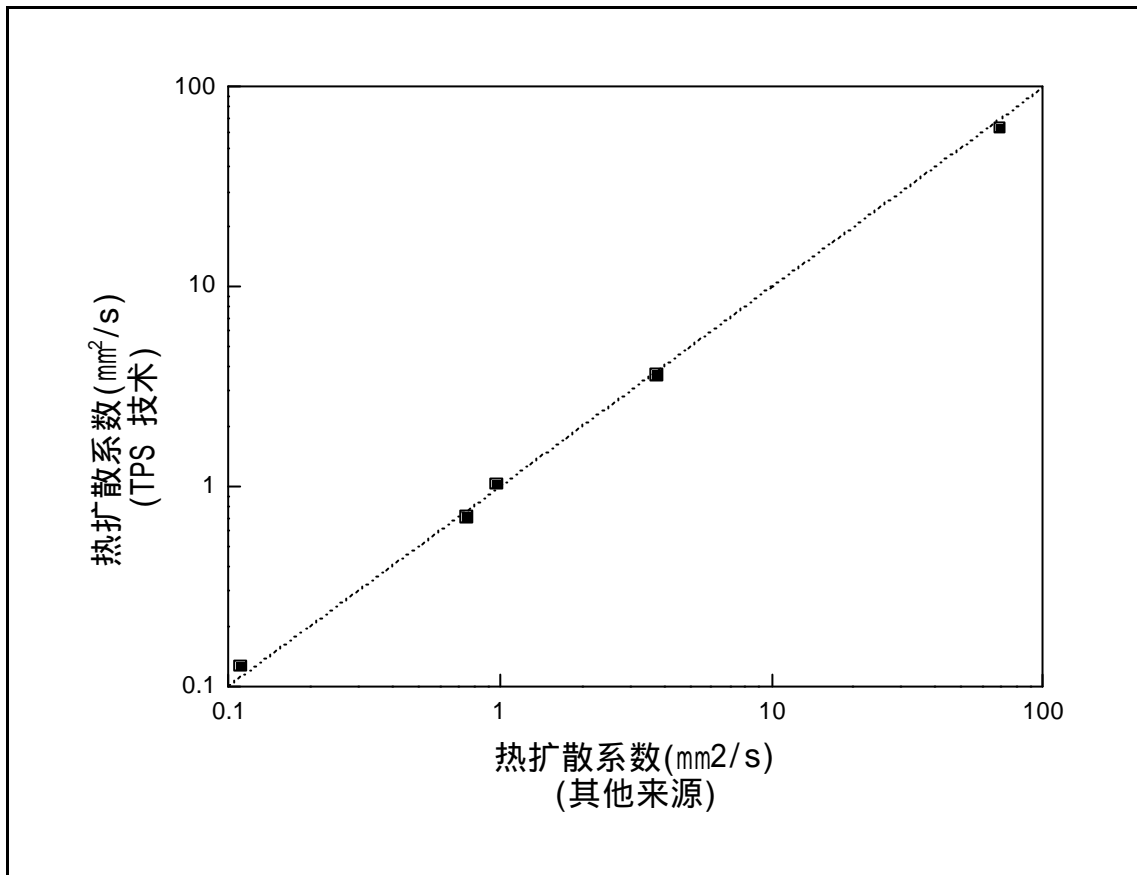


图 4 由 TPS 技术和其他方法测得的热扩散系数的比较

结论

本工作表明，TPS 技术非常适合于测试固体材料的热扩散系数和热导率。它不需特别的样品制备，与其他方法相比，测试速度非常快捷，在本次工作中，热导率在 0.028-160 的范围内的精度在 5%，热扩散系数的精度为 10%。

参考文献：

1. S E Gustafsson, E Karawacki, and M N Khan, Transient hot-strip method for simultaneously measuring thermal conductivity and thermal diffusivity of solids and fluids, J Phys D: Appl Phys 12, 1411 (1979).
2. S E Gustafsson, E Karawacki, and M A Chohan, Thermal transport studies of electrically conducting materials using the transient hot-strip technique, J Phys D: Appl Phys 19, 727 (1986).
3. N S Saxena, M A Chohan and S E Gustafsson, Interstitial air pressure dependence of effective thermal conductivity and diffusivity of Rajasthan desert sand using transient hot-strip method. Jap. Journ. Appl. Phys. 26, No 1, 51-54(1987)
4. K Bala, P R Pradhan, N S Saxena and M P Saxena, Effective thermal conductivity of copper powders, J. Phys. D: Appl. Phys. 22, 1068-1072(1989)

5. T Log, Transient hot-strip method for simultaneous determination of thermal conductivity and thermal diffusivity of refractory materials. *J. Am. Ceram. Soc.* 74(3), 650-53(1991)
6. T Log and M Metallinou, Thermal conductivity measurements using a short transient hot-strip method. *Rev. Sci. Instrum.* 63(8), 3966-3971(1992)
7. R Singh, N S Saxena and D R Chaudhary, Simultaneous measurement of thermal conductivity and thermal diffusivity of some building materials using the transient hot-strip method. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 18, 1-8(1985)
8. T Log, Transient hot-strip(THS) method for measuring thermal conductivity of thermally insulating materials. *Fire and Materials* 17, 131-138(1993)
9. S E Gustafsson: Transient plane source techniques for thermal conductivity and thermal diffusivity measurements of solid materials. *Rev. Sci. Instrum.* 62(3), 797 (1991).
10. S E Gustafsson, international Patent Application No. PCT/SE89/000137
11. R Zarr, Intra-laboratory comparison of a line-heat source guarded hot plate and heat-flow-meter apparatus. In *Insulation Materials: Testing and Applications, Volume 2, ASTM STP 1116*, ed. By R S Graves and D C Wysocki, American Society for Testing and Materials, Philadelphia(1991)
12. F Cabannes and M L Minges, Thermal conductivity and thermal diffusivity of a cordierite-based ceramic. Results of a CODATA measurement program. *High Temp. High Press.* 21, 69(1989)
13. J G Hust and A B Lankford, National Bureau of Standards Certificate, Standard Reference Materials 1460, 1461 and 1462, Washington, DC 202234, 14 May(1984)
14. S E Gustafsson, Transient hot-strip method for measuring thermal conductivity and specific heat of non-conducting solids and liquids. *Proc. Eighth Symp. Thermophys. Prop.* Volume 11, ed by J V Sengers, pp. 110-114. The Amer. Soc. Mechanical Engineers, New York(1982)
15. S E Gustafsson, E Karawacki and M A Chohan, Circuit design for transient measurements of electrical properties of thin metal films and thermal properties of insulating solids or liquids. *Rev. Sci. Instrum.* 55(4), 610-613(1984)
16. D Drysdale, *An Introduction to Fire Dynamics*. John Wiley, New York(1990)
17. T Log and T B Jackson, Simple and inexpensive flash technique for determining thermal diffusivity of ceramics. *J. Am. Ceram. Soc.* 74(5), 941-944(1991)