

气压对材料热导率测试影响的试验研究



上海依阳实业有限公司

www.eyoungindustry.com

1. 前言

隔热材料经过多年的研究已经初步具备了比较成熟的各种模拟、测试和表征技术，但随着新型高效隔热材料技术的发展，特别是多种阻断传热技术的应用以及低气压使用环境，使得新型绝热材料及元件的热导率更低。如何准确测试评价这些隔热材料在 1000℃ 以上高温和 100Pa 以上气压环境条件下的有效热导率就成为了目前国内外的一个技术难点。

由于新型高温隔热材料的传热形式是固体导热、气体导热和对流换热以及热辐射等多种形式的耦合传热，传热形式十分复杂，通过理论分析计算获得的有效热导率计算结果往往与实验结果存在很大的偏差，因此对于新型隔热材料的有效热导率测试主要还是依据实验测试结果。

纵观国内外对高温隔热材料有效热导率测试所采用的测试方法基本都集中在稳态热流计法，这主要是因为它是目前可以实现 1000℃ 以上有效热导率测试的唯一成熟有效的技术。美国兰利研究中心 1999 年研制了一套变气氛压力高温有效热导率测试系统[1]，测试中采用了薄膜热流计测试流经试样的热流密度，试样的冷面温度为室温，试样热面最高温度可达 1800°F (约 982℃)，环境气压控制范围为 $1 \times 10^{-4} \sim 760 \text{ torr}$ ，正方形试样最大尺寸为边长 8 in (约 203 mm)。整个测量装置的有效热导率测量不确定度范围为 5.5%~9.9%，在常压环境下对 NIST 标准参考材料测试的不确定度在 5.5% 以内。美国兰利研究中心的这篇研究报告给出了几种典型材料随温度和气压变化的有效热导率测试结果，证明了在不同气氛压强范围内对热导率的影响程度的不同。

通过美国兰利研究中心的研究工作从试验上证明了气压对材料热导率有明显的影响，所以在材料热导率测试中要对气压进行准确控制。由此，这就在稳态热流计法热导率测试过程引入了两个控制变量，即除了达到温度恒定条件外，还需要达到气压压强的稳定。

因为温度和气压之间存在相互影响，一般情况下是气压随着温度升降而升降，同时气压下降使得被测试样热导率降低而延长了达到热平衡所需时间，这样就造成整个稳态法热导率测试过程中参数控制的复杂性。

由此可见，在稳态法热导率测量过程中，需要对气压控制的稳定性进行试验研究，摸清气压波动对温度恒定的影响，确定气压的恒定控制精度，并在可易实现的气压控制精度条件下尽可能的缩短气压对温度稳定周期的影响。

我们所研制的热流计法隔热材料高温热导率测试系统就是一个可在变温和变气压环境进行隔热材料热导率测试的设备，可以对温度和气压压强进行控制，因此针对气压对材料热导率测试的影响进行了研究。在气压波动性对材料热导率测试影响方面国内外几乎没有研究工作报道，在我们开展此工作的后期，美国 NIST 的 Zarr 等发表了一篇会议论文[2]，文中介绍了 NIST 在开展直径 500mm 高温保护热板法热导率测试系统研制过程中所进行的一些气压对热导率影响方面的工作。

本文将对 NIST 和我们的研究工作做一介绍，尽管两者研究工作的技术指标要求有很大不同，但通过这些研究可以获得很多的借鉴。另外，气压对热导率影响的试验研究，也可以作为其它热导率影响因素(如湿度)测试研究的技术借鉴。

2. 美国 NIST 在气压对材料热导率测试影响方面的研究工作

2.1. 美国 NIST 护热板法热导率测试系统简介

美国 NIST 多年来一直进行着护热板法热导率测试技术的研究工作，并研制了多套不同尺寸和不同测试温度的护热板法热导率测试系统。最近的研究工作是研制变温变气压环境下试样直径 500mm 的护热板法高温热导率测试系统，测试系统已经研制完成，如图 2-1 所示，正开展一系列的设备考核和试样测试评价工作。

在图 2-1 所示的 NIST 试样直径 500mm 的护热板法高温热导率测试系统中，热板 (1) 和冷板 (2) 由一个圆筒状护热装置 (3) 包裹，这些部件都悬挂在一个悬臂支撑结构 (A) 上，整个热导率测量装置放置在一个气氛压强可控的真空试验腔内，真空试验腔体包括一个直立式焊接基座 (C) 和放置在滚轮支撑架上的一个卧式圆筒腔体 (B)，(D) 为扩散泵，整个测试系统的试验温度范围为 280K~340K，真空试验腔的气压控制范围为 4Pa 至 100.4kPa (1 个大气压)。NIST 研制此设备的目的是用于对低热导率标准参考材料进行校准测试。

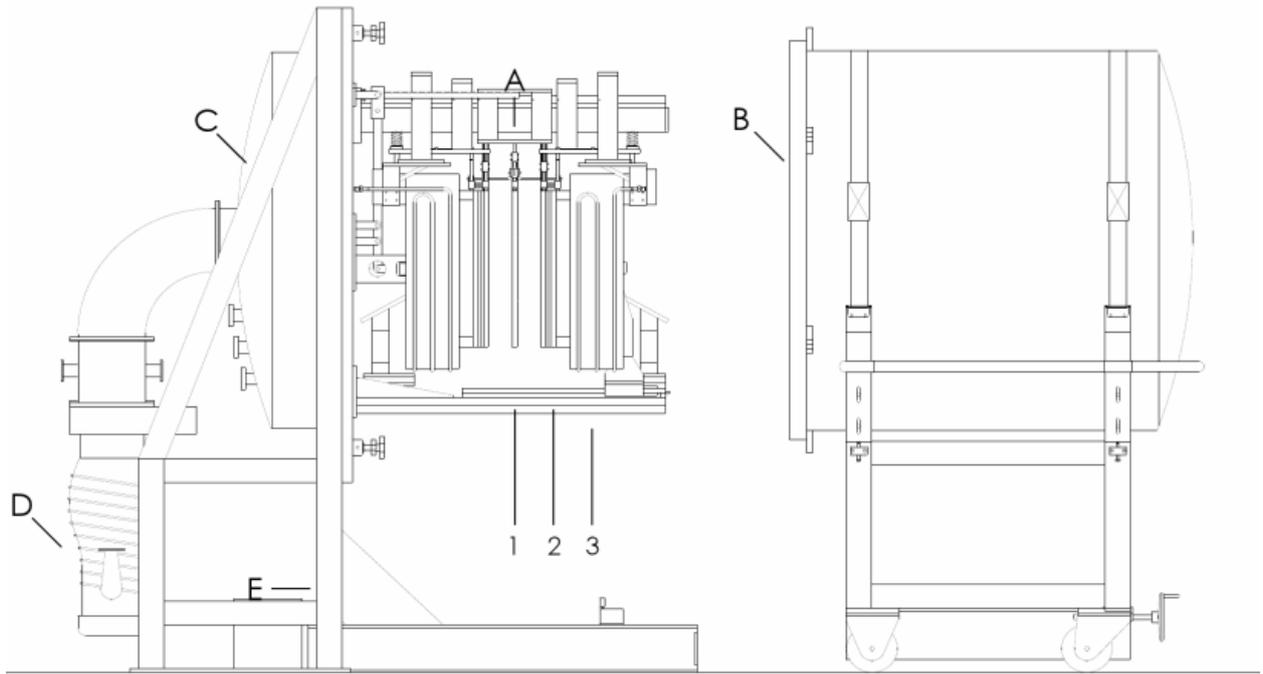


图 2-1 美国 NIST 500mm 保护热板法热导率测试系统

2.2. 气压控制系统

图 2-2 所示的热导率测量装置气压控制系统包含的主要部件有：(a) 干燥空气净化发生器（供气系统）；(b) 真空腔；(c) 三个独立可控真空泵系统（11 油扩散泵、13 机械泵和 15 隔膜泵）。每个真空泵都由独立的计算机串口控制（推荐使用标准 RS232 串口）。

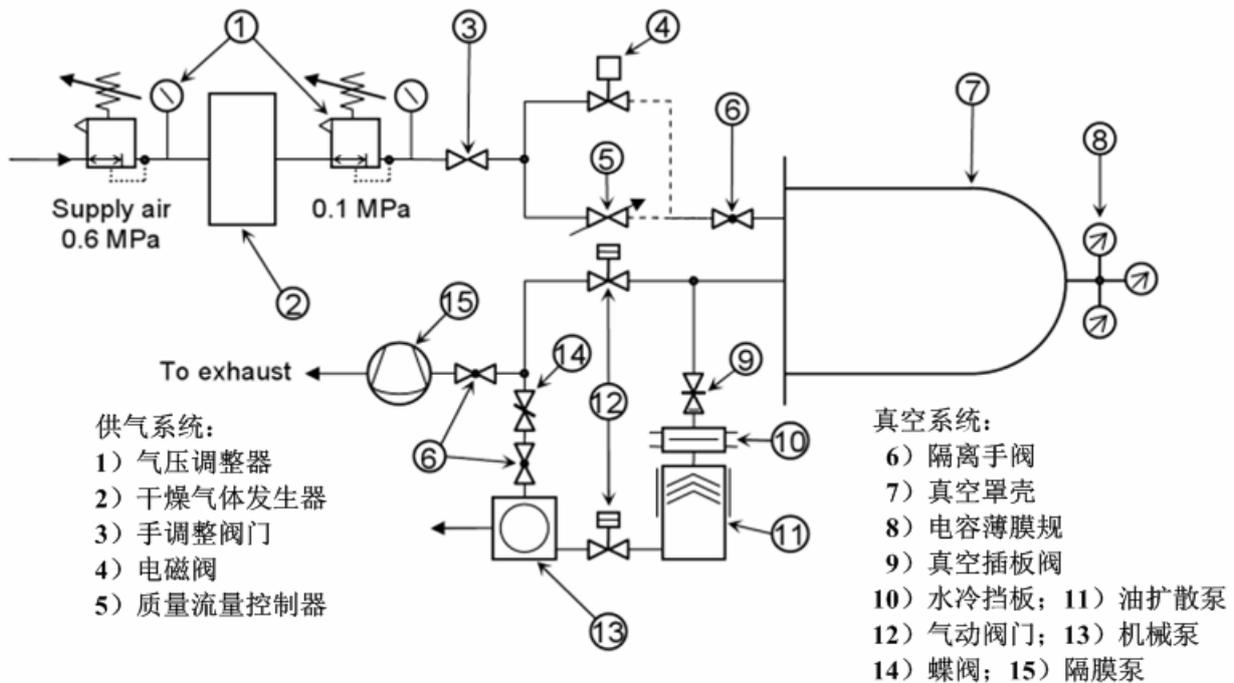


图 2-2 NIST 测试试样直径 500mm 护热板法热导率测量装置气压控制结构示意图。虚线表示人工连接到两个输入真空阀门其中一个时连接软管

图 2-2 中的净化气体发生器提供干燥的气体（当测量温度接近露点温度 213K 时），干燥气体以固定速率连续的被注入到真空腔体内。通过一个手动控制阀或质量流量控制器来恒定气流速度，恒定气流速度主

要是用来提供一个恒定输入的气流以便于真空泵的控制，同时也为了避免在较低的温度下湿度所带来的影响。

真空系统中采用了三个机械泵来覆盖不同的气压压强范围。在 NIST 的这套测量装置中，并没有使用到用于超低气压控制的第三级泵（扩散泵）。根据气压范围，真空腔内的气压测量采用了 3 个薄膜电容规（CDGs）。这些电容薄膜规的三个基本量程为：133kPa（1000torr）、1.33kPa（10torr）和 0.0133kPa（0.1torr）。

(1) 中等气压：指 3.3kPa~107kPa（25torr ~ 800torr）气压范围，可通过采用一个可变速隔膜泵和一个专用控制器将真空腔内的气压控制在此气压范围内。使用隔膜泵将不会使用到气源。

(2) 低气压：指 0.004kPa~3.3kPa（0.03torr ~ 25torr）气压范围，可通过采用一个机械泵（叶片旋转泵）和一个专用 PID 控制蝶阀以下游控制形式将真空腔内的气压控制在此气压范围内。

(3) 超低气压：指低于 0.004kPa（0.03torr）的气压范围，可通过采用一个扩散泵/初级泵系统和一个专用 PID 控制插板阀以下游控制形式将真空腔内的气压控制在此气压范围内。

2.3. 控制稳定性

整个热导率测试系统的控制稳定性是通过图形分析量热计板温度响应来进行考察。图 2-3 和图 2-4 分别绘出了量热计板温度和真空腔气压随时间的变化曲线，其中左边 Y 轴为温度坐标轴，右边 Y 轴为气压坐标轴，X 轴表示经历时间（以小时计），图 2-3 和图 2-4 所示的图中选定了相同的 X 时间轴（50h）以便于观察对比，量热计温度和真空腔气压的数据采集间隔时间为 60s，

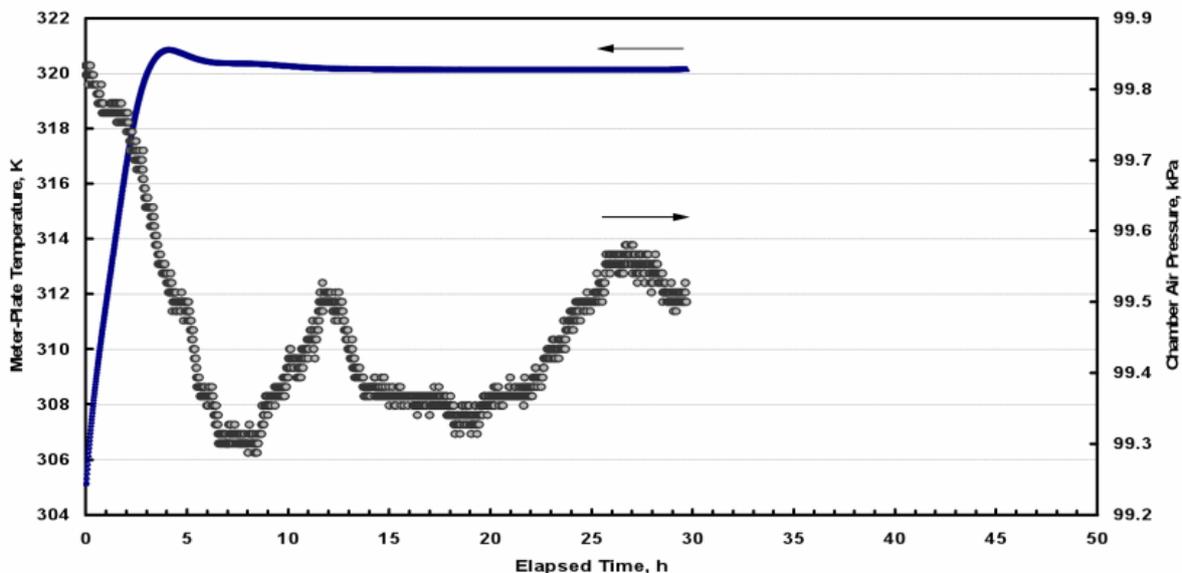


图 2-3 未进行压强控制情况下，量热计板温度从设定点 305.15K 控制到 320.15K 时的量热计板温度响应曲线

量热计板的温度测量采用扩展不确定度 ($k=2$) 为 0.001K 的长杆标准铂电阻温度计 (SPRT)，真空腔气压测量采用 133kPa 或 1.33kPa 量程的薄膜电容规。铂电阻温度计和薄膜电容规以及相应的数据采集系统都分别经过了 NIST 温度和气压计量部门的校准。

图 2-3 显示了从初始温度 305.15K（前一个试验温度）到当前控制温度 320.15K 整个过程中温度随时间的变化过程和稳定性。从图 2-3 中可以看出，约在 4 小时处，在经历一个约 0.9K 的轻微过冲和近 10 小时的单调降温过程后，在经历了总共约 15 个小时后量热计温度达到稳定。在量热计温度稳定测量阶段，即从第 24 小时到第 28 小时期间，量热计温度的波动范围为 320.1474K~320.1524K，波幅为 0.005K，此期间的温度平均值为 320.1497K。

在图 2-3 中所显示的真空腔气压是未经控制的环境大气气压，从图中可以看出气压有很小的变化。在量热计温度达到稳定测量阶段后，真空腔内的气压平均值为 99.53kPa，气压波动范围为 99.46kPa~99.58kPa，波幅为 0.12kPa。

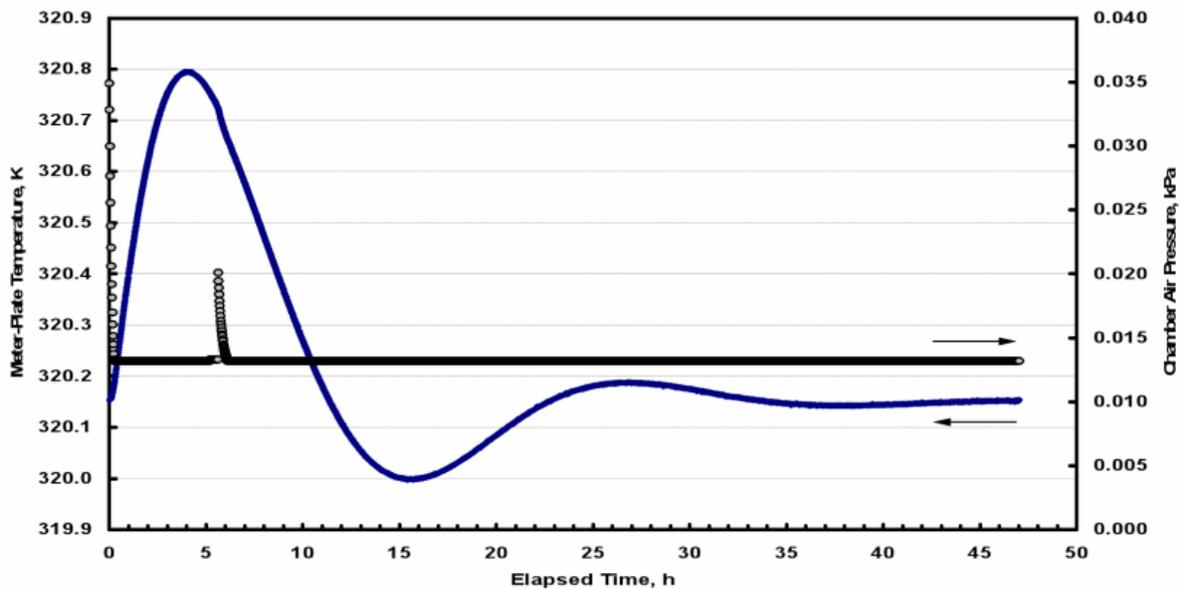


图 2-4 在控制设定点温度为 320.15K，气压从 0.035kPa 控制到 0.013kPa 过程中量热计板温度的响应曲线

图 2-4 显示了当真空腔气压从前一试验气压突然降低到低气压后整个的量热计温度相应过程和控制稳定性，图中所示的量热计温度控制设定点未发生改变一致控制在 320.15K。在开始测试的初期，真空腔气压被抽取到一个固定值 0.013kPa，用时 15 分钟。

需要注意的是在 6 小时处的气压有一个扰动，但这个气压扰动对量热计温度的影响很小。另外还需要注意的是图 2-4 的左边 Y 坐标轴，与图 2-3 相比，图 2-4 中放大了温度差，由此可以更清晰的观察量热计温度的变化。

随着气压的突然降低，由于空气导热的减小，通过被测试样的热流量也随之降低，由此造成量热计温度逐渐升高并约在 4 小时后达到最高点 320.8K，这与图 2-3 中的温度过冲相似。随后，量热计温度在一个约为 22 小时的时段内发生了围绕设定点 320.15K 附近的收敛式振荡，这种振荡现象有些令人惊讶。在 43 小时到 47 小时时间段内达到了热平衡，这比图 2-3 中所达到的热平衡时间段晚了近 20 小时。在稳态测量时间范围内，量热计温度的波动范围为 320.1476K~320.154K，波幅为 0.006K，此期间的温度平均值为 320.1506K。

3. 依阳公司在气压对材料热导率测试影响方面的研究工作

依阳公司的热导率测试系统采用的是稳态热流计法，试样的热面温度最高为 1000℃，试样的冷面温度最低为 20℃，气压控制范围为 6Pa 至 100.4kPa (1 个大气压)。依阳公司的热流计法热导率测试系统主要应用于防隔热材料在高温和高空环境下的等效热导率测试评价。

在各种稳态法热导率测试设备中会经常用到冷却液冷却的冷板，如果冷板温度低于环境温度，且环境湿度比较大，则会在冷板上形成冷凝水，这将会严重的影响热导率的测量。因此，对于稳态法热导率测量装置来说，不论是不是需要进行气氛压力控制，试验环境中必须是干燥气体则是一个必要试验条件。

3.1. 气压控制系统

在依阳公司的热流计法热导率测试系统的气压控制系统中，气压控制系统的整体设计思路与 NIST 的完全相同，但还是有以下三方面的微小区别：

(1) 气压控制范围为 6Pa 至 100.4kPa (1 个大气压)，所以采用了 INFICON 公司的两个薄膜电容规气压传感器来覆盖这个气压范围，一个覆盖 0.133~133.3Pa，另一个覆盖 133.3Pa~133.3kPa。而不是像 NIST 那样采用了三个气压传感器。

(2) 这两个传感器连接到一个 INFICON VCC500 真空控制器上控制一个数字真空阀 INFICON VDE016，数字真空阀与干燥气体系统连接，根据不同的要求自动选择传感器进行气压的定点控制。而不是像 NIST 那样采用多路控制器进行控制。由于 INFICON VCC500 真空控制器在定点精确控制上有明显不

足，气压控制波动较大，后改用自行研制的气压控制器。

(3) 抽气系统仅仅采用了一个机械泵，真空腔体的极限真空度可以达到 6Pa，并没有像 NIST 那样采用了隔膜泵和机械泵。

3.2. 气压控制

3.2.1. 极限真空时的真空试验腔体的漏率

真空腔空载情况下开启机械泵，约 15 分钟后真空腔体内的气压从大气常压降低到 6Pa 左右后将不再改变。达到极限气压后，此时关闭抽气管路并关闭机械泵，使得真空腔体处于自然状态，同时用数字真空计系统检测真空腔体内真空度的变化情况，由此来确定和考核真空腔体的漏率，检测结果如图 3-1 所示。

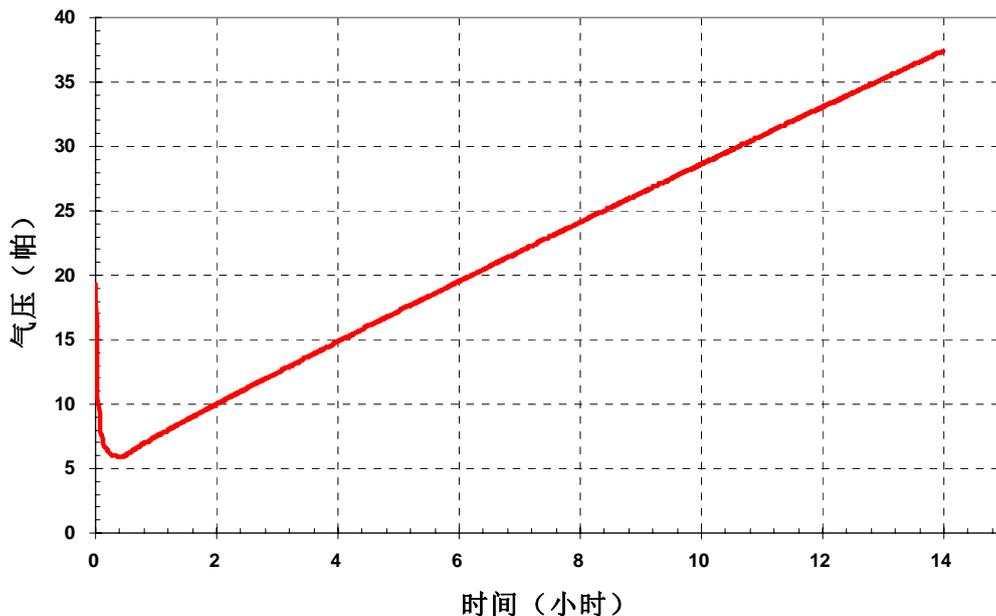


图 3-1 停止抽气后真空腔体内的气压变化

从图 3-1 所示的测试结果可以看出，关闭抽气管路后腔体内的气压基本按照线性规律缓慢上升，上升的速度为 2.28Pa/h，经过 14 小时后腔体内的气压从 6Pa 左右上升到了 38Pa 左右，整个真空腔体的漏率为 $0.59 m^3 Pa / h$ 。

3.2.2. 真空腔气压控制

因为采用了两个薄膜电容规气压传感器来覆盖整个气压范围，一个覆盖 0.133~133.3Pa，另一个覆盖 133.3Pa~133.3kPa，所以针对不同的气压范围进行了相应的控制试验。但在实际压强控制过程中发现，INFICON 压强控制器的控制效果并不好，气压的波动性较大，因此最终我们采用了自行研制的压强控制系统来进行控制。

3.2.2.1. 低气压压强控制试验

(1) 采用英富康真空控制系统进行低气压压强控制

所谓低气压是指真空腔内的真空度小于 133Pa 以下的气氛环境，133Pa 也是其中一个电容薄膜真空计的最大真空度测量量程。整个低气压压强控制变化过程如图 3-2 所示。

试验开始阶段，首先全速抽真空，使得真空腔内的气压快速降低到 15Pa 左右，然后改变压强设定点为 20Pa，控制参数设置为 98，此时气压开始在 20Pa 上下大幅波动，后改变控制参数为 1，气压开始逐渐收敛并恒定到 20Pa 左右。

为了检验加载氮气后对气压控制的影响，当真空腔内气压控制到 20Pa 后在控制阀的进气口处加载输出的氮气，由于加载的氮气会产生带有一定的压力，减压阀门调整最小刻度，加载后真空腔内的气压在 20Pa 上下波动较大，无论如何改变控制参数也很难控制稳定。

去除掉加载的氮气后，从新进行恒定气压控制，气压设定点分别为 20Pa 和 10Pa，从图 3-2 中的控制曲线可以看出，真空腔内的气压在 20Pa 上下 0.5Pa 范围内波动，波动性较小，波动性基本在 $\pm 2.5\%$ 以内。通过以上试验可以说明为了达到很好的低气压控制的稳定性，加载的氮气压力越低越好。

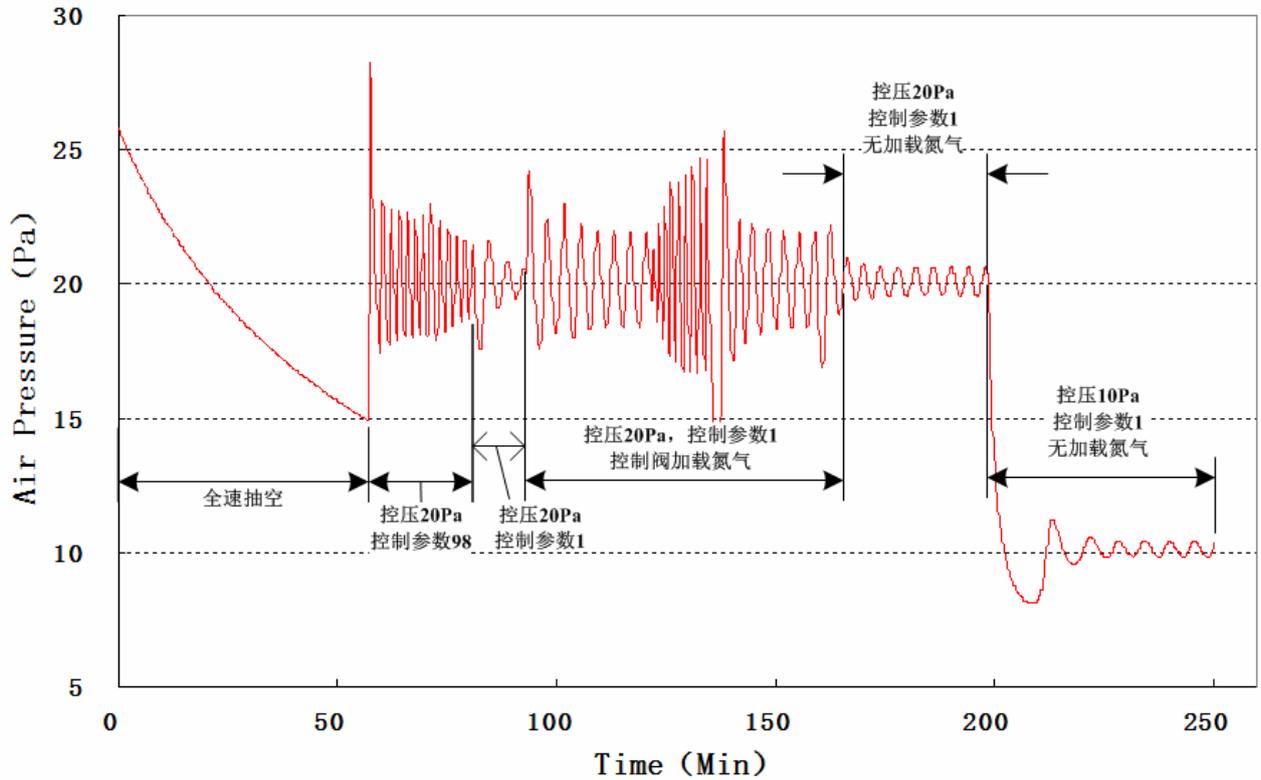


图 3-2 低气压 (100Pa 以下) 控压试验曲线

(2) 采用自制真空控制系统进行低气压压强控制

采用自制的真空控制系统进行了初步的气压压强控制试验以后，专门针对低气压（采用 1Torr 真空计）并接通氮气供气系统进行了进一步考核试验。

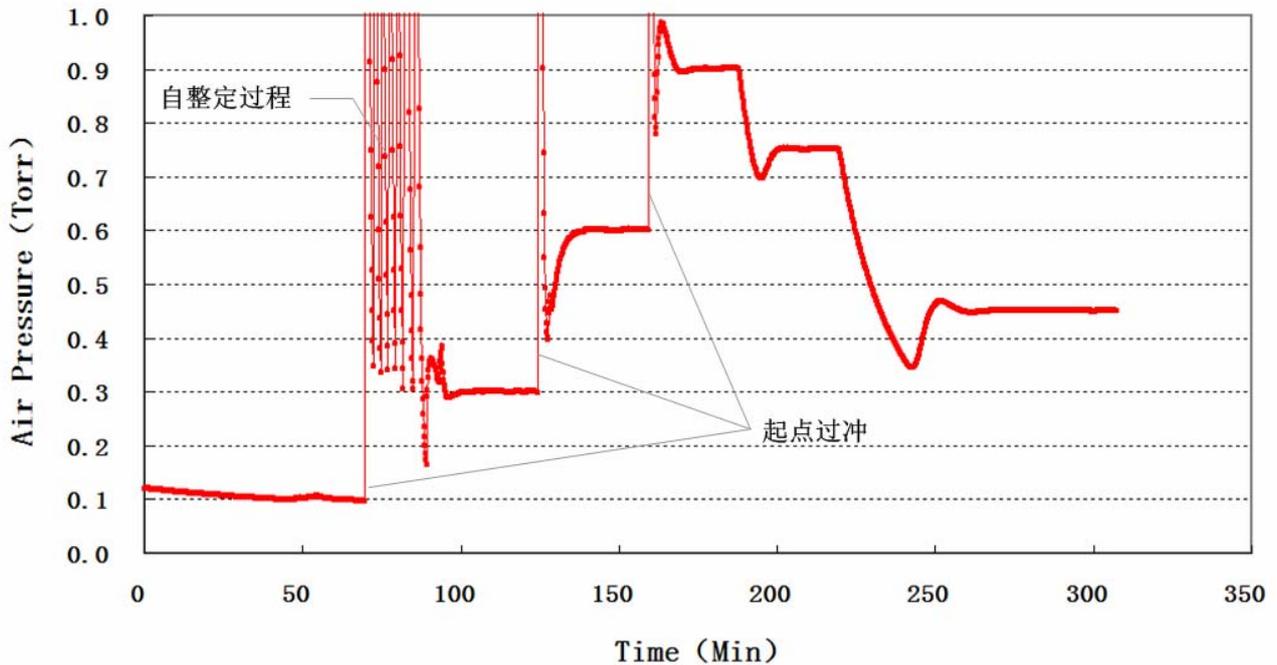


图 3-3 压缩氮气接通后的低气压恒定控制曲线

由于真空腔体的最低气压只能达到 0.1Torr 左右，所以设计了 0.1Torr、0.3Torr、0.6Torr 和 0.9Torr 四个气压控制点，整个气压控制过程如图 3-3 所示。

从图 3-3 所示的气压控制过程可以看出，气压从低点向高点进行恒定控制时，每次向上改变设定点时，都会由于充气使得气压产生超出量程范围的突变，然后再逐渐下降恒定在设定点上。这种现象的产生是由于导入的氮气为带有一定流量和压力的氮气，这个压力容易产生过量的氮气气体导入。

当气压恒定在 0.9Torr 后，逐渐向下设定气压控制点，气压向下恒定控制变化曲线如图 3-3 所示。

3.2.2.2. 高气压压强控制试验

(1) 采用英富康真空控制系统进行高气压压强控制

采用了全开式真空泵抽取外加控制阀控制气压方式，控制阀外接大气，气压控制设定点分别为 500Pa 和 300Pa，整个控制过程的气压变化曲线如图 3-4 所示。

从以上高气压控制试验可以看出，采用富士康的 VCC 500 真空度的控制是台阶式的变化，而且并不一定能恒定在设定点上，实际恒定点与设定点有一定的偏差，但恒定点的气压很稳定。这种现象需要在实际使用过程中注意。

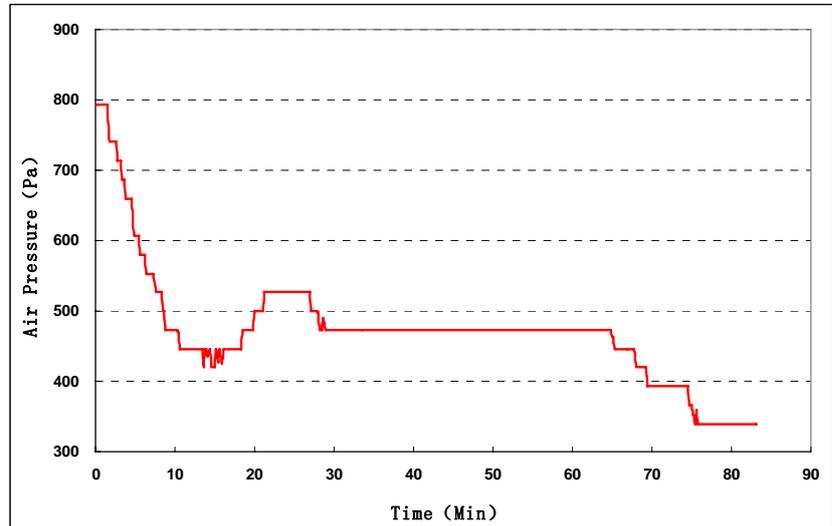


图 3-4 高气压压强控制试验曲线

(2) 采用自制真空控制系统首次进行各种气压压强控制试验

采用自制的压强控制器来控制气压变化，首先在控制器上设定 5.5Torr 进行了 PID 参数的自整定，自整定完成后分别对设定了 17Torr、50Torr、500Torr 和 100 设定点进行控制，整个控制过程中气压随时间变化曲线如图 3-5 所示，图 3-6 为局部放大后便于观察的变化曲线。

对整个控制过程数据进行分析后得到的结论是：在所有的的气压控制点上，气压波动性都小于 1% 以下。

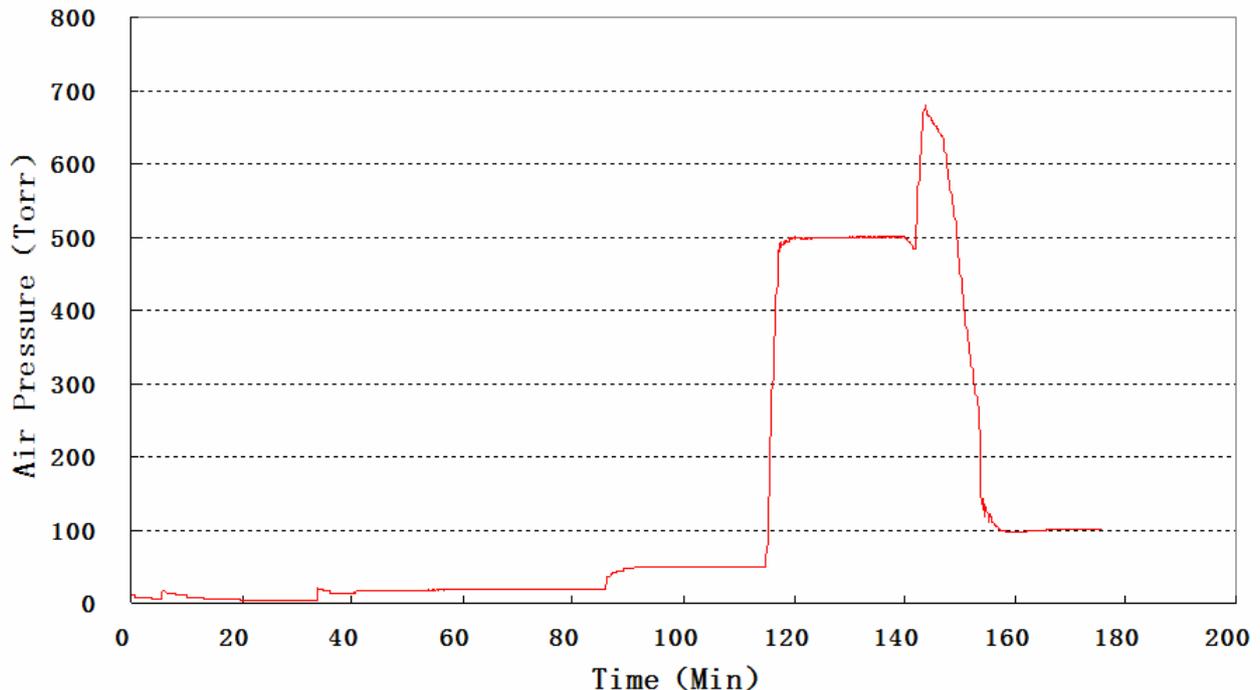


图 3-5 控制全过程中气压变化曲线

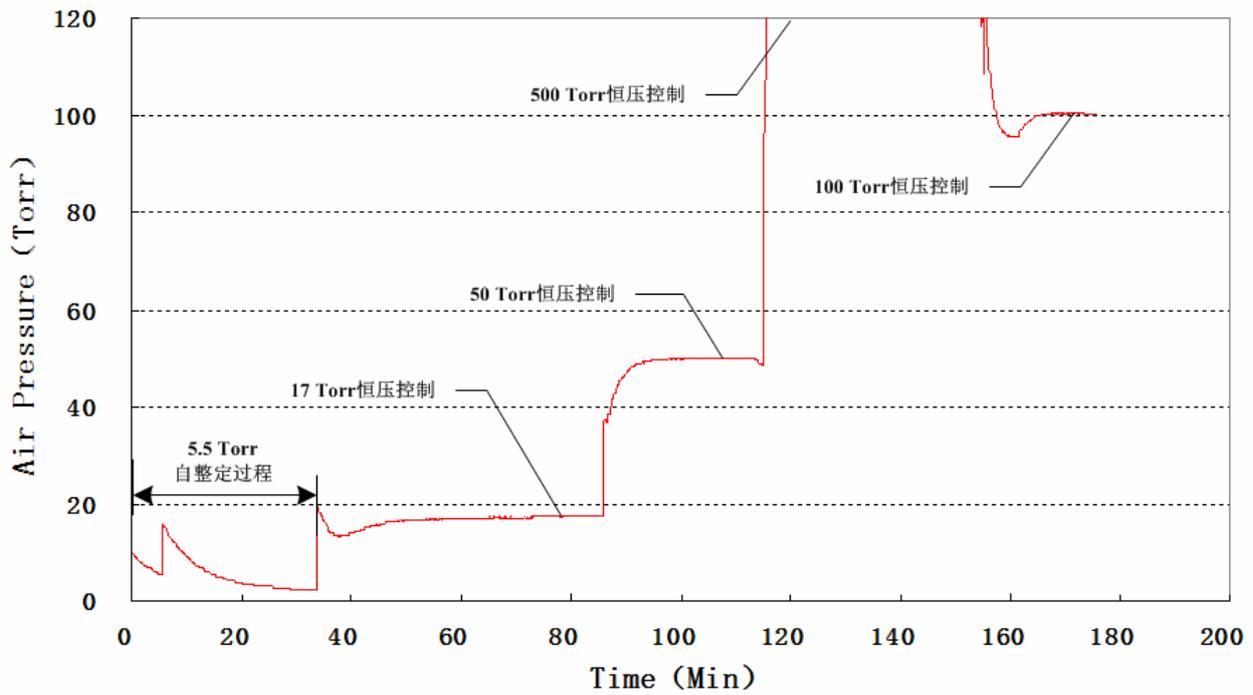


图 3-6 控制过程中部分气压变化曲线（纵坐标缩小后）

3.2.3. 热流计法高温热导率测试

为了研究气压波动性对热导率测试的影响，我们在热流计法热导率测试系统上进行了相应的考核试验。被测试样选用 $300\text{mm} \times 300\text{mm} \times 30\text{mm}$ 耐高温隔热材料，试样热面温度控制在 1000°C ，水冷板温度控制在 20°C ，真空腔内的气压控制在 50Pa 。试验过程中的各个测试参数的响应曲线如错误！未找到引用源。和错误！未找到引用源。所示。

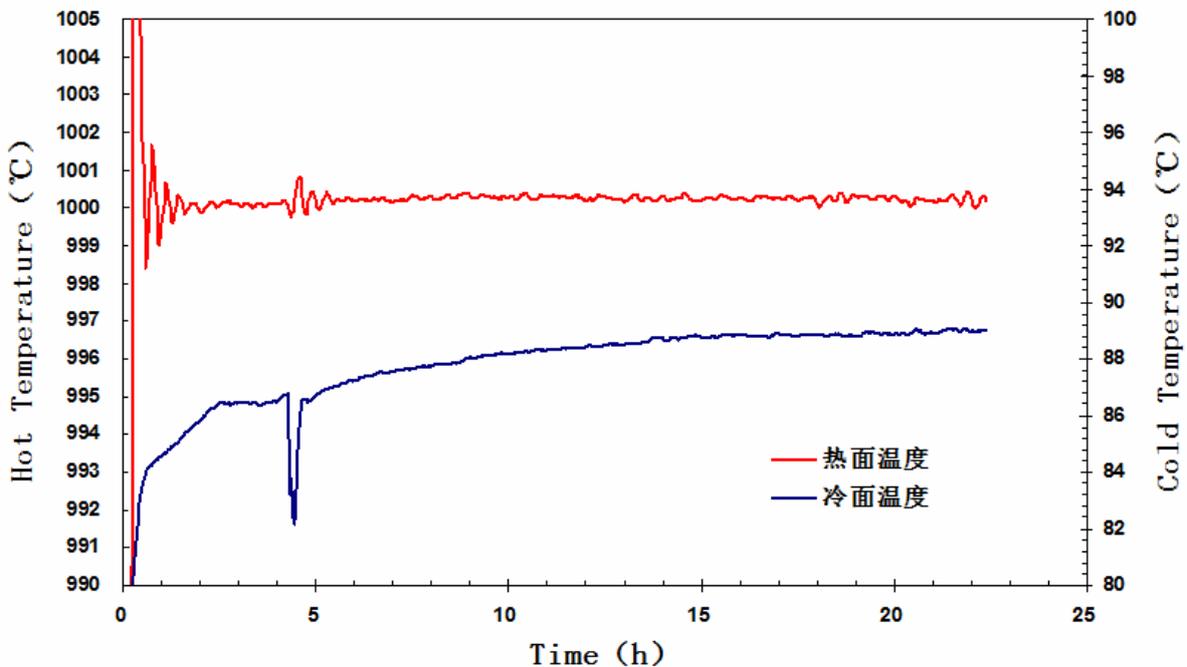


图 3-7 试样热面和冷面温度响应曲线

在试验的前 4 小时，试样热面温度处于恒定控制的初期还没有稳定，而腔体内部气压也没有处于稳定状态，在 4.5 小时时做了一次控制参数整定后，腔体内部气压很快进入恒定阶段，气压长时间的在 $50 \pm 0.5\text{Pa}$ 区间内波动，波动率为 $\pm 1\%$ 。

在控制参数整定过程中，气压波动剧烈，对冷面温度和热流密度的影响严重，从曲线中可以看到有明显的尖峰，但对试样热面温度影响并不大。

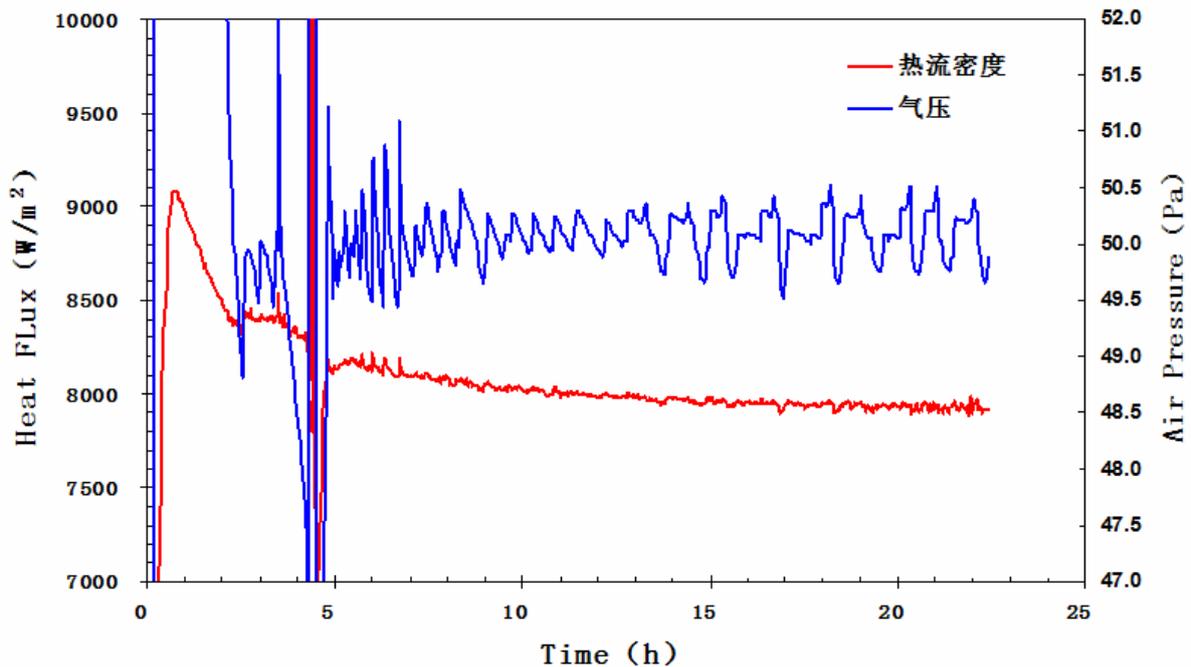


图 3-8 试样厚度方向热流密度和腔体气压响应曲线

在测试过程进入 19 个小时后，气压在 50Pa 处保持 $\pm 1\%$ 的波动，冷面温度和热流密度达到了稳定，这时试样的热面温度为 1000.2°C ，波动率小于 $\pm 0.1\%$ ；冷面温度为 88.9°C ，波动率小于 $\pm 0.5\%$ ；热流密度为 7928.3 W/m^2 ，波动率小于 $\pm 0.8\%$ ，计算获得的试样有效热导率为 0.2611 W/mK 。

4. 结论

通过以上试验可以得出以下结果：

- (1) 两个结构的气压控制研究和试验证明，气氛压强对材料的热导率性能会产生明显的影响。
- (2) 在变温和变真空测试过程中，优先控制的是热面温度，正确的操作顺序是先超过 100Pa 以上的气氛下将热面温度控制恒定在设定温度上，然后再进行不同气压设定下的测量。因为气压可以很快的达到平衡，如果在热面温度还未恒定前先恒定了气压，则热面温度的恒定会需要很长时间。
- (3) 将气压波动控制在 $\pm 1\%$ ，气压的波动将对材料的热导率影响不大，而且气压控制也不需要昂贵的控制设备。

5. 参考文献

- [1] Kamran Daryabeigi. Effective Thermal Conductivity of High Temperature Insulations for Reusable Launch Vehicles[R]. NASA/TM-1999-208972, 1999
- [2] R. R. Zarr and W. C. Thomas, Initial Measurement Results of the NIST 500mm Guarded-Hot-Plate Apparatus Under Automated Temperature and Pressure Control[M]. 31st International Thermal Conductivity Conference & 19th International Thermal Expansion Symposium, Proceedings: Thermal Conductivity 31/Thermal Expansion 19, pp. 195 - 204