

瞬态平面热源法测试技术应用——Application Note: 002

瞬态平面热源法导热系数测试中 测头漏热现象研究



摘要：针对瞬态平面热源法热导率测试中的漏热问题，采用透红外材料和红外热像技术开展了相应的研究工作。通过采用透红外的玻璃类材料、塑料类材料和蓝宝石材料作为被测试样，结合红外热像技术，完美的证明了瞬态平面热源法在对热导率大于 $0.1 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ 以上的塑料类材料测试过程中，可以完全不用考虑探头漏热所带来的影响。而对于热导率小于 $0.1 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ 以下的低导热材料或热导率小于 $0.03 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ 的超低导热材料，瞬态平面热源法测试过程中的漏热问题还需要开展进一步的研究和验证试验。

1. 背景

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 ($-196^{\circ}C \sim 200^{\circ}C$)，这种方法可以作为一种标准方法来使用，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。

任何方法都有其自身的局限性，瞬态平面热源法也是如此。在 ISO/DIS 22007-2.2 Plastics - Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity - Part 2: Transient plane heat source (Hot Disk) method 中就明确把瞬态平面热源法归结到塑料材料，也是考虑到瞬态平面热源法的局限性问题。

塑料类材料的一般特征是热导率在 $0.1 \sim 10 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ 范围并呈现各项同性，因此使用瞬态平面热源法对塑料类材料的测试可以得到很精确的测试结果。瞬态平面热源法是一种绝对方法，在理论上可以测量热导率很低的材料，并已经在隔热类材料的热导率测量中逐渐得到应用。但在低导热（热导率 $0.03 \sim 0.1 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ ）甚至超低导热（热导率小于 $0.03 W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ ）类材料的测试过程中，测试中的一些边界条件制约了测量精度的提高，特别是在超低热导率测试过程中，施加在测量探头上的加热功率非常小，基本为毫瓦量级，这时探头引线传热所引起的漏热问题就显着非常凸出。

对于瞬态平面热源法测试过程中的探头引线漏热问题，国内外几乎没有开展过相应的研究工作，只有美国橡树岭国家实验室的 Hsin Wang 等人与瑞典 HOTDISK 公司的创始人 Gustavsson 先生合作开展了比较详细的研究，研究报道发表在 2006 年的 Thermal Conductivity 28/ Thermal Expansion 16 会议文集中。

本文将详细介绍 Hsin Wang 等人的研究工作，并提出相应的问题，指出今后瞬态平面热源法测试过程中漏热问题的研究内容。

2. 漏热现象研究试验设计

在瞬态平面热源法测试过程中，测量探头被两个被测试样夹在中间，因此很难评价探头引线对测试的影响。为了深入了解探头引线对测试的影响，总的研究思路是：根据温度与红外线的关系，采用透红外被测试样进行测试。在测试过程中测量探头通电加热会使探头的温度上升，如果有引线漏热现象发生，引线的温度也会随之上升。那么采用红外探测设备就可以穿过透红外被测试样观测到探头和引线的温度变化情况，由此来研究探头的漏热现象。

在本漏热现象研究过程中，透红外材料（ $3 \sim 5 \mu m$ 波长范围）选择了 Zeon 玻璃、Robax 玻璃和蓝宝石，红外探测装置则采用了红外热像技术，即高灵敏度红外相机来直接观察探头和引线的温度变化。

采用红外热像技术可以获得二维平面温度场随时间变化的整个过程，并由此可以验证加热线的温度均匀性和对称性，同时还可以确定被测试样的有效体积。采用红外热像技术，还可以对探头的尺寸、设计以及引线进行研究。

在瞬态平面热源法测试方法中，虽然已经考虑了探头热容的影响并进行了适当修正，但因为有很大的技术难度，所以并没有考虑为探头提供加热电流和测量探头电压的引线所带来的影响。因此，非常有必要研究探头引线是如何对探头的温度场产生影响。

在此瞬态平面热源法漏热研究试验中，采用了三种 Kapton 聚酰亚胺探头，探头半径分别为 2.001mm、3.189mm 和 6.403mm。被测试样分别是两块 Zeon 玻璃盘、一块 Robax 玻璃盘（由 Schott 生产的高温陶瓷玻璃窗口材料）和一块蓝宝石盘，直径都是 100mm。其中 Robax 玻璃盘和蓝宝石盘分别与塑料盘构成试样进行测试。这些试样在中红外波段内呈现透明或半透明状态。在上面一块试样的边缘处进行加载使得探头与试样有良好的热接触，探头的上方空间预留出来以使用红外相机进行观测。整个观测装置的结构如图

2-1 所示。

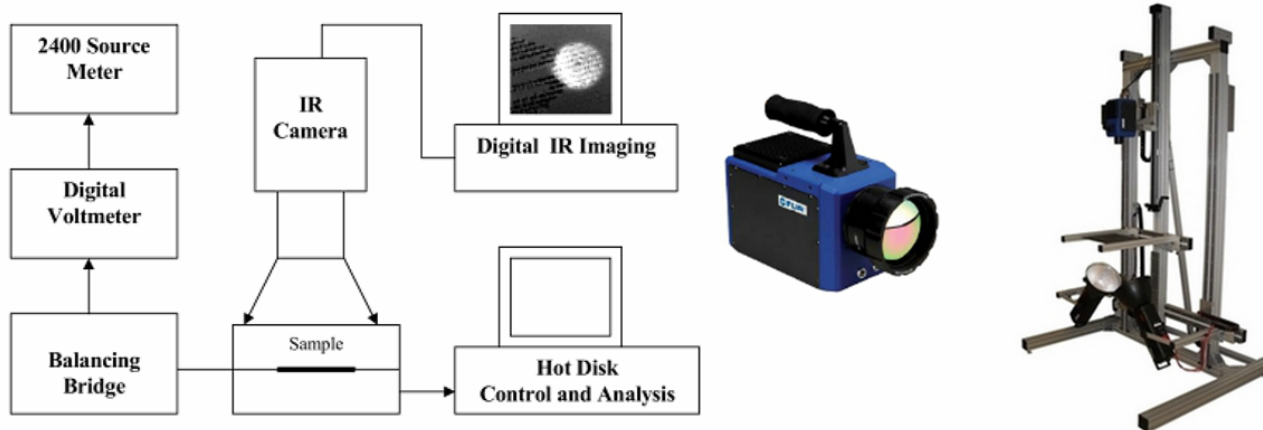


图 2-1 红外相机观测瞬态平面热源法试验过程的装置结构图

实际测试中，两块 Zeon 玻璃盘组成 1 号试样，一块 Robax 玻璃盘和一块塑料盘组成 2 号试样，一块蓝宝石盘和一块塑料盘组成 3 号试样。观测中并没有进行热导率计算和红外强度与温度的校准，这是因为这项试验不关心这方面的内容。

红外观测装置与瞬态平面热源法测量装置非接触且独立的安装在被测试样的正上方。红外观测装置采用了 Indigo System 的中红外相机 Phoenix™，像素为 320×256。红外相机可以以每秒 345 张图片的速度记录变化过程，室温下的温度分辨率为 0.016K。在测试开始前，先几秒钟启动红外相机开始记录，在测试完成后，过几秒钟后停止红外相机记录，由此可以保证记录整个试验过程。

3. 试验结果和讨论

3.1. 1 号试样观测结果

对于 1 号试样，采用 6.403mm 半径的探头进行了测量，测试时间设置为 160s、0.05W。探测热图和温度轮廓线如图 3-1 所示。1 号试样是一种热导率较低的聚合物并在中红外波段几乎全透明。然而在探测过程中的不加热阶段，从红外图像中几乎看不清探头，这是由于探头自身几乎不反射和吸收红外信号，这时的红外图像就是接触面透过半透明材料的温度图像。

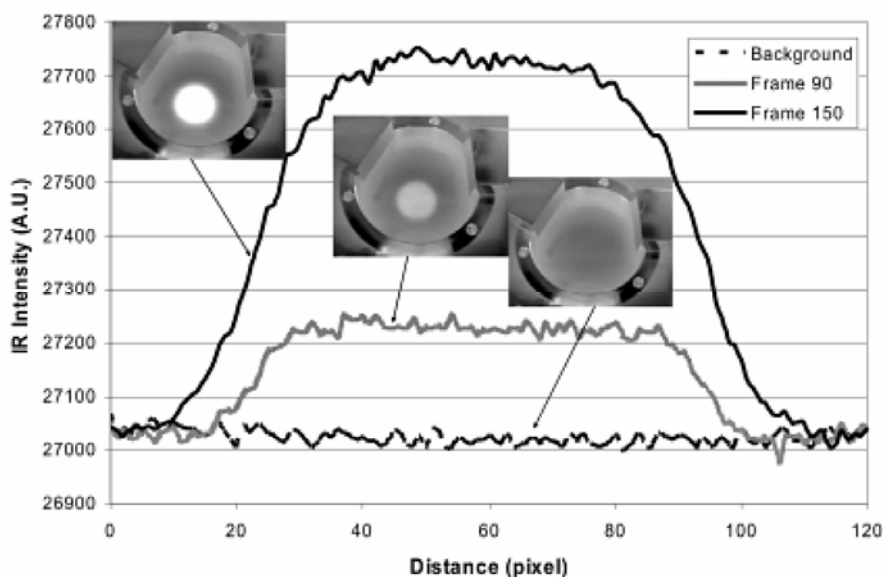


图 3-1 1 号试样测试过程中 HOTDISK 探测器的红外热象图和温度轮廓线（从左到右）

在开始加热前（作为背景），温度基线很平坦。随着加热开始开始采集红外图像，基本上是在第 90 张

图像时 (3s) 开始看到探测器轮廓。在采集到第 150 张图片时 (5s), 热图变得明亮和巨大。采用一条横跨探头的温度轮廓线来描述, 加热量 (光亮度) 和伸展度 (宽度) 都显示出对称的图形。探头的连接引线 (在图像的下方) 对加热过程并没有影响。如果从引线有热量泄露, 热图像和温度轮廓线就会以偏移的方式被扭曲, 并且会产生非圆形对称的温度分布。这点非常重要的证明了 HOTDISK 测试过程中探头引线是“冷”的, 因此在测试模型的假设中认为探头是圆形加热形状非常正确。

3.2. 2 号试样观测结果

2 号试样中的 Robax 玻璃在 $3 \sim 5\mu\text{m}$ 波段内属于半透明性质, 它常被用来作为高温红外窗口材料用于观察 $600^\circ\text{C} \sim 700^\circ\text{C}$ 范围内的金属锻造过程。2 号试样测试也采用了相同的试验参数, 即采用 6.403mm 半径的探头进行了测量, 测试时间设置为 160s、 0.05W 。2 号试样的红外探测结果如图 3-2 所示。2 号试样是由一块 $100 \times 100\text{mm}$ Robax 玻璃盘和一块具有相同尺寸已知热导率的塑料盘构成, 其中塑料盘放置在下方作为探测器的支撑。2 号试样的测试采用了瞬态平面热源法中的单面测试形式 (single-side measurement), 但整个观测只关心探头的加热效应和试样中的温度分布。

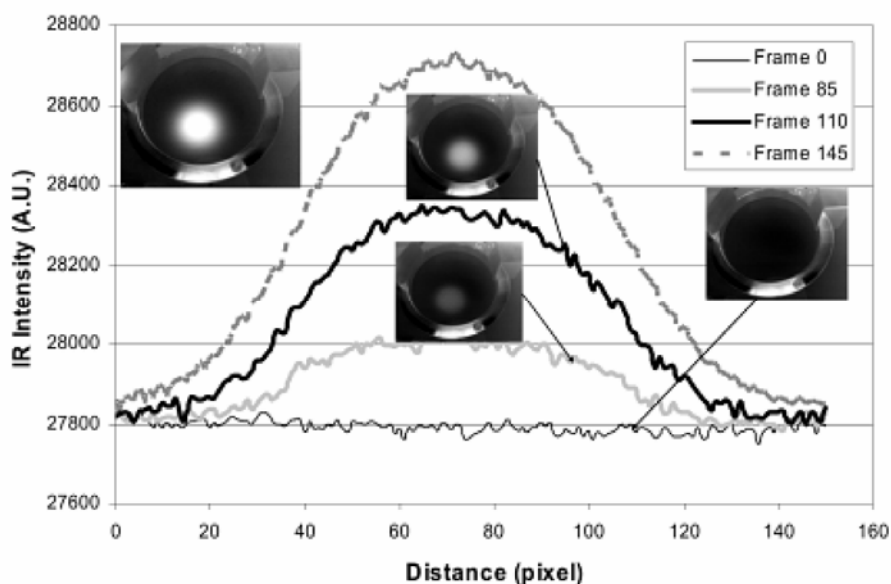


图 3-2 2 号试样测试过程中 HOTDISK 探测器的红外热象图和温度轮廓线 (从左到右)

从红外热图和温度线轮廓的圆形对称中, 可以对探头引线的影响进行评价。同样, 从这些评价中并没有观察到明显的热损。从第 110 和 145 张热图可以看出, 图中的灰度等级显示出很完美的圆环, 并没有任何变形。

3.3. 3 号试样观测试结果

3 号试样中的蓝宝石在中红外波段是全透明。蓝宝石试样尺寸为 $\phi 50 \times 4\text{mm}$ 。3 号试样中的另一材料是 100mm 直径的塑料盘, 塑料盘放置在探测器下方作为支撑。测量采用的是半径 2.001mm 的聚酰亚胺探头, 在未开始加热阶段, 可以从红外图片中清晰的看到探测器轮廓, 如图 3-3 所示。

从热图中可以看出, 探头薄膜好像并不是非常平整, 可以明显看出探头薄膜上很小的褶皱起伏和镍加热线的热反射效应。测试中采用了 1W 的加热功率, 加热时间为 10s 。

在加热过程中, 既可以看到探头区域, 也可以看到一些来自塑料板的红外信号。这是由于除了蓝宝石全透明外, 蓝宝石的热导率为 $37\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, 比塑料盘的热导率大了将近 100 倍。由此可以认为在探头表面与蓝宝石表面之间有一个温度差, 这是因为有接触热阻, 并且相对于塑料衬底材料, 会有一个相对较大的热流 (大约占总热量的 $98 \sim 99\%$) 流向蓝宝石。

从图 3-3 中所显示的温度轮廓线可以看出, 在加热前热图有一个很大分散信号, 这是因为探头表面上的热辐射系数不同所造成。在第 150 张 (5s) 和第 300 张 (10s) 热图中, 探测器和下面的塑料盘都被加热。温度轮廓线显示了与螺旋镍线具有相同的周期图案。当探头被加热后, 全透明的蓝宝石使得可以第一

手的观察到测试过程中的探头，可以观测到探头中的一些发散信号。如果加载的力度不够，还可以观测到温场的非均匀性。然而，探头表面热辐射系数差别的影响尽管不能从非均匀温场中扣除，但盘式图形上的皱褶波纹和薄膜的弹性可以使得探头在一定加载时与试样具有很好的热接触。从热图中可以直接观察到引线的四线连接，但在试验中并没有看到明显的热损现象。

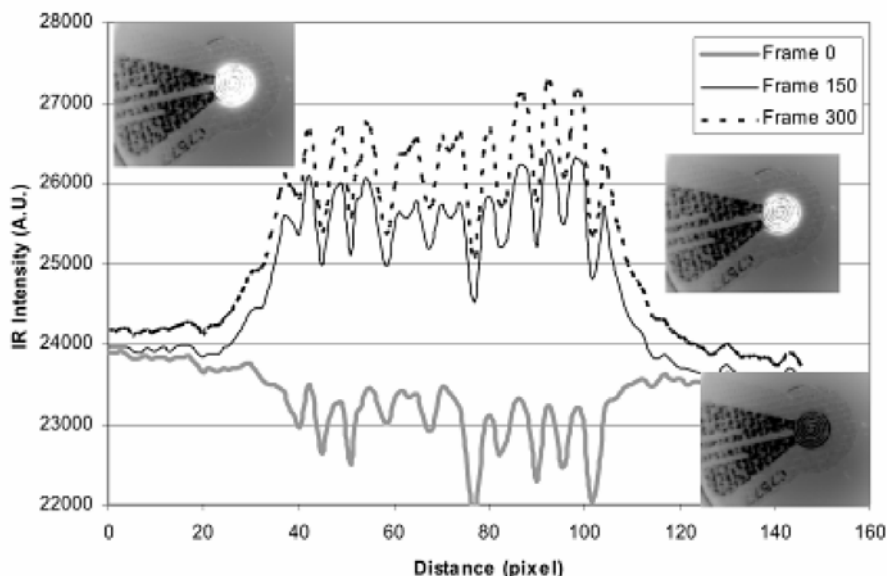


图 3-3 采用 2mm 半径探头进行 3 号试样测试过程中的红外热图和温度轮廓线

图 3-4 为采用一个更大些探头（半径 3.189mm）进行观察的结果。在背景热图中（Frame 0），探头的轮廓和探头薄膜的皱褶波纹更加明显。与小尺寸探头清晰类似，红外信号主要来自于探头和衬底塑料盘。

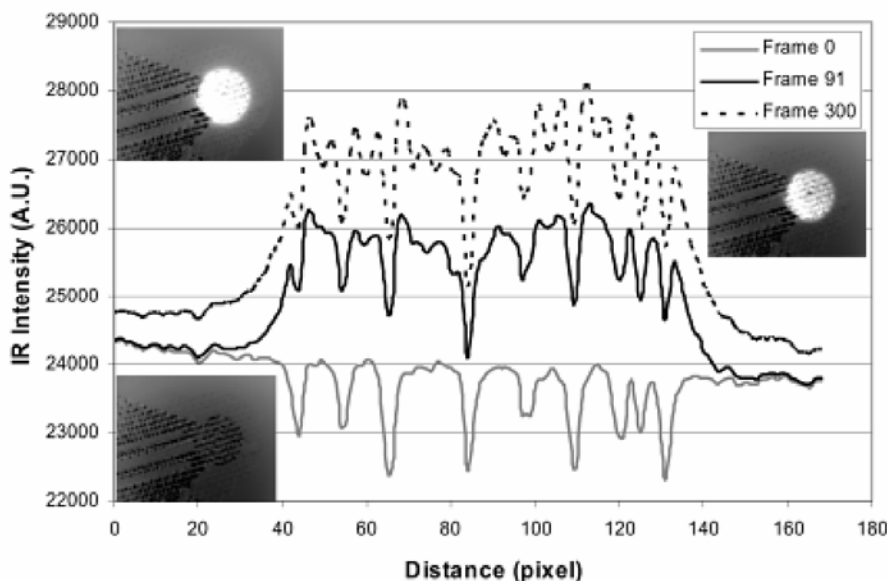


图 3-4 采用 3.189mm 半径探头进行 3 号试样测试过程中的红外热图和温度轮廓线

与 Zeon 和 Robax 玻璃相比，蓝宝石试样更便于观测 HOTDISK 探头。尽管蓝宝石试样会使得探头图案造成更多的红外信号干扰，但由此可以观测到加载过程所带来的更细微的影响。在 Zeon 和 Robax 玻璃探测时的完美圆形温度图形（尽管探测器不能清晰的观测到）表明很好的热接触可以使得试样内部具有规则均匀的加热效果。

为了比较瞬态平面热源法自身的测试信号和红外信号，图 3-5 中显示了温度随时间的变化曲线。通过在热图上选择一个与探头尺寸一样大的感兴趣区域，绘制出信号平均值与时间的变化曲线来代表红外信号。由于红外信号没有被校准，因此把这两种信号进行归一化处理，并将它们绘制在同一个坐标图形内。瞬态平面热源法测试信号采集持续了 10 秒，而红外信号采集持续了 20 秒。当两条曲线的起点重合时，两

条曲线显示出具有相同的热响应。虽然红外热图提供的是探头加热的可视图像，但它依然受到探头表面热辐射系数以及试样内部加热的影响。因此，通过电阻变化所进行的温度测量，与镍线的温度增益更直接相关。

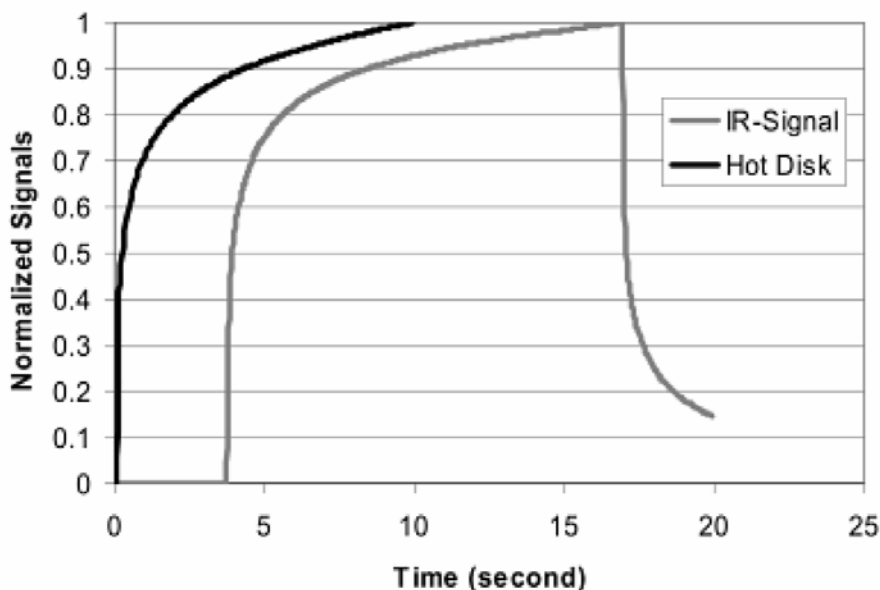


图 3-5 瞬态平面热源法测试信号和红外信号的归一化温度随时间的变化曲线（4 秒钟的偏移以便于观测）

通过红外热图证实了探头测试模型与原设计相符，也证实了探头引线并未产生热泄露和对数据分析带来影响。图 3-5 也显示了测试完成后温度下降的速度。通过指数式衰减可以大致预测出两次测试之间合理的时间间隔，提高重复性测试的效率。

4. 结果分析

通过以上的试验测试，Hsin Wang 等人在研究报道中得出的分析结论是：在用红外热像技术获得的热图中，所有测试中的温度场都是圆对称分布的，这说明探头引线没有破坏对称的温度场，并没有观察到引线对探头带来的影响，也没有观察到不规则的加热或热损失。通过热图，还进行了测试后试样和探测器温度的监控。通常在两次测试之间需要间隔一定的时间以使得试样温度达到平衡。红外热图可以提供接触面真实的时间温度图，这样可以有效的进行重复性测试。

针对以上的测试结果，确实能得出以上结论，但我们通过进一步的分析可以看出，在以上所做的三种不同试样的测试中，相对于低热导率和超低热导率来说，被测试样的热导率都比较大。1 号 Zeon 玻璃盘和 2 号中的 Robax 玻璃盘，都是典型的玻璃材料，热导率都在 $1W/mK$ 左右。2 号和 3 号试样中的塑料盘热导率则在 $0.4W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ 左右，而 3 号好试样中的蓝宝石热导率更大，为 $37W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ 。因此，通过分析我们可以从另外一个方面得到相应的如下结论：

(1) 以上测试确实更进一步的证明了瞬态平面热源法在塑料类材料的热导率测试中的准确性。即对于热导率在 $0.1 \sim 10W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ 范围的测试，确实不需要考虑引线漏热带来的影响。

(2) 从以上测试可以看出，以上测试的材料热导率都在 $0.4W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ 以上，施加在探头上的加热功率也都比较大，最小也有 $50mW$ 。而引线漏热相对于如此大的加热功率，几乎可以忽略不计，自然可以不用考虑漏热对测试的影响。

(3) 在瞬态平面热源法热导率中，热导率越大的试样传热速度越快、加热功率需要越大，而相应的温差变化（热盘温度与引线温度之差）相对较小。对于以上热图观测试验中很小的温差变化，热图像仪器几乎无法分辨出来，自然也就是没有漏热影响。

(4) 对于低导热（热导率 $0.03 \sim 0.1W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ ）甚至超低导热（热导率小于 $0.03W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ ）类材料的测试，加热功率一般都在 $1mW$ 左右甚至更低，而此时的引线漏热在 $1mW$ 的总加热量中所占得比例则就十分的大，自然漏热将会对测试带来影响。

(5) 对于低导热 (热导率 $0.03\sim 0.1\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) 甚至超低导热 (热导率小于 $0.03\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) 类材料的测试, 很小的加热功率往往会带来相对较大的温差 (热盘温度与引线温度之差)。因此, 只有观测到这种情况下的温度差是否发生了变化和热图的对称性, 才能最终确定漏热是否带来影响。

5. 结论

通过采用透红外的玻璃类材料、塑料类材料和蓝宝石材料作为被测试样, 结合红外热像技术, 完美的证明了瞬态平面热源法在对热导率大于 $0.1\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ 以上的塑料类材料测试过程中, 可以完全不用考虑探头漏热所带来的影响。

对于热导率小于 $0.1\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ 以下的低导热材料或热导率小于 $0.03\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ 的超低导热材料, 瞬态平面热源法测试过程中的漏热问题还需要开展进一步的研究和验证试验。