

采用 HOTDISK 测量材料导热系数的实验研究

黄犇子^{1,2}, 樊栓狮^{2*}

(1. 中国科学技术大学热科学和能源工程系, 合肥, 230036

2. 中国科学院广州能源所气体水合物实验室, 广州, 510640.)

摘要 本文使用 HotDisk 热分析仪进行材料导热系数测量的实验研究。通过对不锈钢标准件, 冰和多孔介质的导热系数测量, 证明该分析仪器能够适应不同材料的热物性测试。对冰的测量结果与文献值的最大相对误差仅为 0.324%, 对不锈钢标准件测量结果与标准值一致, 在室温 (22°C) 左右为 14.07W/mK。对建筑用砂与空气、水和冰组成的饱和多孔介质的有效导热系数测量结果表明: 砂的颗粒粒径大小对材料的有效导热系数影响很大, 这种影响主要是接触热阻和连续相相对体积大小相互作用的结果。

关键词: Hotdisk, 导热系数, 瞬态板热源法, 热物性

中图分类号: O551.3 O482.2

文献标识码: A

Experimental study of thermal conductivity measurement with

HOTDISK

Huang Du-zi^{1,2}, Fan Shuang-shi²

(1. Department of Thermal Science & Energy Engineering, USTC, Hefei, China, 230036;

2. Gas Hydrate Laboratory, Guangzhou Institute of Energy Conversion, CAS, Guangzhou, China, 510640)

Abstract By measuring the thermal conductivity of standard stainless steel, ice and construction sand porous media with HotDisk thermal constant analyzer, it indicates HotDisk could be used to measure the thermal conductivity of different forms of material. The experimental result of standard stainless steel fits well with literature, which is 14.07W/mK under room temperature (22°C). And the experimental results of ice only have a maximal relative error 0.324 per cent. The measurement of dry sand, water saturated sand and ice saturated sand show the diameter of sand sphere has a key effect on the effective thermal conductivity of porous media. And the effect comes from the mutual reaction of the contact heat resistance and the relative volume of continuous phase.

Key words: Hotdisk, thermal conductivity, transient plane source, thermal physical properties.

1 引言

材料的导热性能主要是通过材料的导热系数来表现的。导热系数关系到材料在各个领域内的应用, 在空间、能源、材料以及微电子和计算机技术中伴随着能量在材料中的输运, 其测量尺度即物体的导热系数的精确值越来越为人们所关心。热物性测量技术和测量理论已经成为当今各国关心的焦点, 新的测试技术和测试理论也越来越完善。导热系数的测量主要分为: 稳态法和非稳态法^[1]。在稳态测试方法中, 试样内的温度分布是不随时间而变化的稳态温度场, 当试样达到热平衡以后, 借助测量试样每单位面积的热流速率和温度梯度, 就可直接测定试样的导热系数。在非稳态测试方法中, 试样内的温度分布是随着时间而变化的非稳态温度场, 借助测试试样温度变化的速率, 就可以测定试样的热扩散率, 从而得到材料的导

黄犇子, 1976年生, 男, 安徽安庆人, 中国科学技术大学博士生, 现在中科院广州能源所从事天然气水合物热物性研究的博士论文工作。

国家自然科学基金重点资助项目(59836230)(50176051); 国家基础研究规划基金资助项目(G2000026306)

* 联系人 hydrate@ms.giec.ac.cn, 020-87057705.

热系数。因为稳态测量法需要较长的时间来达到稳态温度场，所以应用受到一定的限制。而非稳态方法是一种瞬态测试方法，适合测量的材料导热系数的范围较广、测量时间也比较短。目前常用的非稳态导热系数测试方法主要有：热线法，瞬态热带法及瞬态板热源法^[1]。热线法及其随后发展的探针法主要用来测量松散介质的导热系数，不适于测量大块固体和液体介质，并且测量存在一定的误差，测量结果受接触热阻影响；热带法是基于热线法发展起来的测试方法，其原理和热线法基本相同，只是将线热源压扁成带状从而扩大热源和介质的接触面积，减少接触热阻；瞬态板热源法在热带法和热线法的基础上进一步发展，将原本拉直的热源弯曲成螺旋状，形成平板热源，在更小的空间内获得更大的接触面，并且采用新的数学模型来描述热传输过程。本文所使用的热物性测量仪器 HotDisk 就是由瑞典 HotDisk AB 公司生产的，基于瞬态板热源法的测试仪。

2 测试原理及方法

2.1 探头结构

基于瞬态平板热源的技术理论，HotDisk 采用了双螺旋探头结构，如图 1 所示。

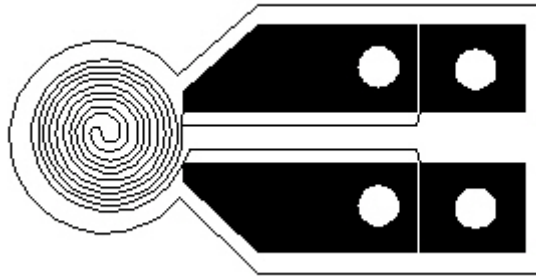


图 1 HotDisk 探头结构

Figure 1. The structure of HotDisk probe

该探头在测试过程中起到两个作用，它既是一个用来加热样品的热源，又是一个用来记录温度随时间升高的阻值温度计。通常探头是由 10 微米厚的镍金属按双螺旋线布置的，其宽度、圈数及其半径都是经过精密设计的。这种螺旋结构由外部薄膜材料保护起来，该材料一方面提供探头一定的机械强度，另一方面保证探头在使用中的电绝缘性。在 10K~500K 的测试范围内，使用的外部护层材料为聚酰亚胺，而在 500K~1000K 范围中使用护层材料为云母。

2.2 测试方法

在测试材料的导热系数时，被膜装的镍螺旋探头夹于两块样品之中（固体）或浸没其中（粉末、液体）。在测试时间内，探头的阻值变化将被一一记录下来，基于阻值的大小系统建立起测试期间探头所经历的温度随时间变化关系。需要注意的是根据不同材料的导热系数大小，系统要选择不同的测试参数，包括：输出功率，测试时间以及采用探头的尺寸等，大体上对于导热系数较小的材料选取低的输出功率和较长的测试时间，而对于导热系数较大的材料选取高的输出功率和较短的测试时间。通过调节测试参数可以测量的样品导热系数从 0.01W/mK 到 400W/mK。

2.3 测试原理

HotDisk 在测试时假设样品是无限大的，而探头是由一定数目的同心环状热源形成的。当探头通电加热时，其阻值随时间的变化可表示为^[2]：

$$R(t) = R_0(1 + \alpha(\Delta T_i + \Delta T_{ave}(\tau))) \quad (1)$$

式中 t 代表时间， τ 的表达式见式 (5)， R_0 为 $t=0$ 时镍盘的阻值， α 是镍电阻的温度系数， ΔT_i

是护层薄膜两边的温度差, ΔT_{ave} 是与探头接触侧的试样温升。由 (1) 式可得:

$$\Delta T_{ave}(\tau) + \Delta T_i = \frac{1}{\alpha} \left(\frac{R(t)}{R_0} - 1 \right) \quad (2)$$

这里 ΔT_i 表示试样和探头之间的热接触度, 当 $\Delta T_i = 0$ 时表示试样与探头之间的完美接触。通常经过一个很短的时间 Δt_i 之后, ΔT_i 是一个常量。这端时间可以表示为^[3]:

$$\Delta t_i = \frac{\delta^2}{\kappa_i} \quad (3)$$

δ 表示绝缘层的厚度, κ 是护层材料的热扩散系数。而 ΔT_{ave} 可以表示为:

$$\Delta T_{ave}(\tau) = \frac{P_0}{\pi^{\frac{3}{2}} \cdot a \cdot \lambda} \cdot D(\tau) \quad (4)$$

P_0 是从探头输出的总功率, a 是探头的半径, λ 是被测材料的导热系数, $D(\tau)$ 是无量纲时间函数:

$$\tau = \sqrt{\frac{t}{\Theta}} \quad (5)$$

t 是测试时间, Θ 是特征时间:

$$\Theta = \frac{a^2}{\kappa} \quad (6)$$

通过运算得到 ΔT_{ave} 随 $D(\tau)$ 变化曲线为一条直线, 其截距为 ΔT_i , 而斜率为 $\frac{P_0}{\pi^{\frac{3}{2}} \cdot a \cdot \lambda}$ 。需要

注意的是, 测试所用的时间必须远大于 Δt_i 。

然而在运算导热系数 λ 之前, 热扩散率 κ 也是未知的, 因此需要通过迭代运算来计算。如果在测试导热系数前, 给出样品的比热值, 系统将得到更为准确的材料导热系数数值。

3 实验装置及实验过程

本次实验使用 HotDisk 导热分析仪测定了冰 (本实验室自制) 和不锈钢标准件 (由 HotDisk AB 公司提供并校核) SIS2343。实验所用设备如图 2 所示:

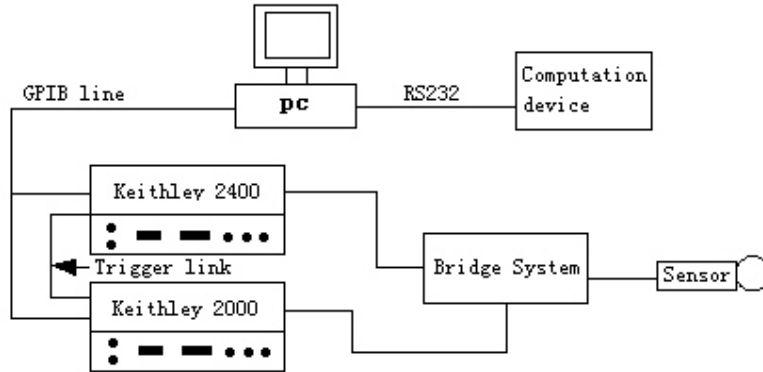


图 2 实验设备图

Figure 2. The HotDisk thermal constant analyzer system

图 2 中 Keithley 2400 是精密电源，Keithley 2000 是精密电阻仪，桥路系统用来平衡系统噪声产生的电势差。整个实验数据的运算过程由独立的运算器完成，该运算器通过 RS232 串行端口与计算机通讯。

如前所述 HotDisk 在测试样品时是假设探头置于无限大样品之中的，因此要求在测试时间内由探头所产生的热源不可以达到样品的外边界。而探头的设计结构要求样品（固体）是由两块形状大小相同的被测物材料构成，在测试时将探头夹在两块材料之中，因此也要求两块材料与探头的接触面比较平整。由传热学知识可知，即使是高精密的加工工艺也不能完全消除材料的接触热阻的存在。HotDisk 分析仪在测试过程中全程记录了探头镍金属的电阻变化（温差），因此整个测试的热流过程都被记录下来。这个过程无论长短在软件中由 200 个数据点记录。由于上面讨论的无限大样品要求和接触电阻存在等问题，通常在将数据点送往运算器前，排除掉最前面的 4~70 个数据点，因为这些点中包括探头护层本身的热容及接触热阻消耗掉的热量；而在样品过小，不能模拟无限大样品的情况下还要剔除数据点的后面部分。根据软件报道的探测深度和热流曲线，可以准确地选择描述热流经过被测物时的数据点。

如图 3 所示为本次实验探头在样品中的置放方法，

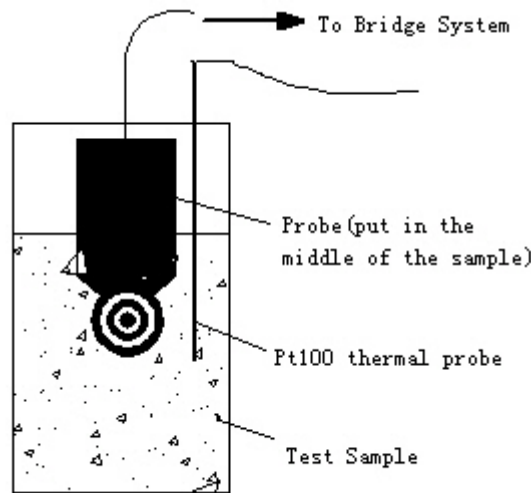


图 3 HotDisk 探头在样品中的置放方法

Figure 3. The experimental system of measuring thermal conductivity

容器的外径约为 5cm，探头置放在样品中，本次实验中样品为冰、建筑砂颗粒及含水、含冰建筑砂多孔介质。在测量冰的导热系数时，探头先放在蒸馏水中，然后将蒸馏水、探头和容器置于低温酒精浴中，将其冻成冰。容器中的温度变化由 Pt100 热电阻测量，容器所处的环境温度由低温酒精浴控制。容器内温度变化数据由与 Pt100 热电阻相连的 Agilent 34901A 数据采集仪记录并显示，因为材料的导热系数随温度变化，所以每次测量在温度曲线平稳后进行。

4 结果和讨论

对标准不锈钢件 SIS2343 导热系数的测定结果如表 1 所示：

表 1 标准不锈钢件 SIS2343 在室温（24°C）下的导热系数测量值

Table 1. The experimental results of standard stainless steel's thermal conductivity under room temperature (24°C)

	1	2	3	4	5	6	平均
λ (W/mK)	14.060	14.050	14.063	14.054	14.097	14.099	14.071

这组测试的平均值为 14.071W/mK，而这个不锈钢件的标准值（22°C，由 HotDisk AB 公司在瑞典标定）为 14.07W/mK。在相近的温度点两者相当一致，并且由两组实验可见测试结果

对同一材料有着很好的可重复性。

对冰的导热系数的测定结果如图 4 所示：

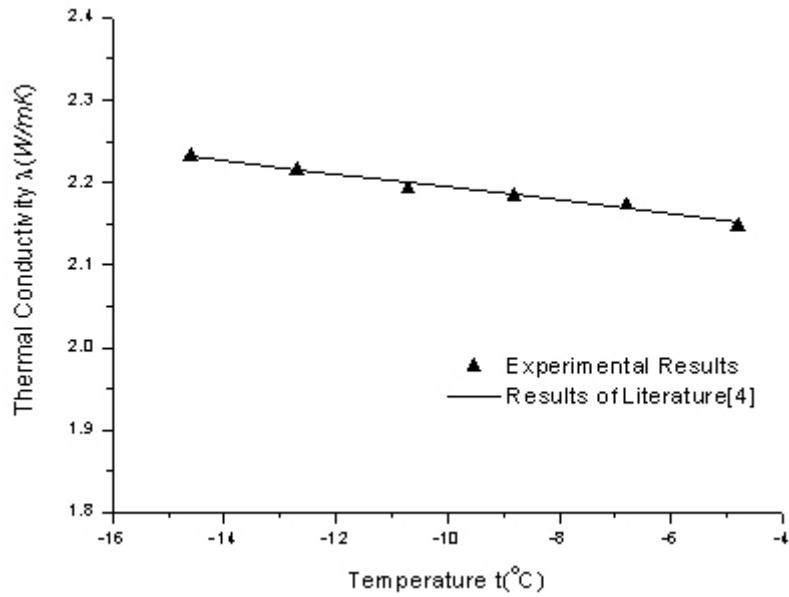


图 4 冰的导热系数随温度变化关系的实验值与文献值[4]比较

Figure 4. The experimental results of ice thermal conductivity and its comparison with the results of literature

由此可见这个误差是十分小的，其最大相对误差为 0.324%。本次实验在测量冰的时候没有考虑冰晶体物性的各向异性是因为，六角形的冰结构其 $O-O$ 距离在四个不同键上基本相同，这就是说导热系数的各向异性很小^[5]。

图 5 中显示了对干砂多孔介质有效导热系数随温度变化的测量结果，实验所用的干砂为建筑用砂，经过筛选分别制成不同粒径的样品。

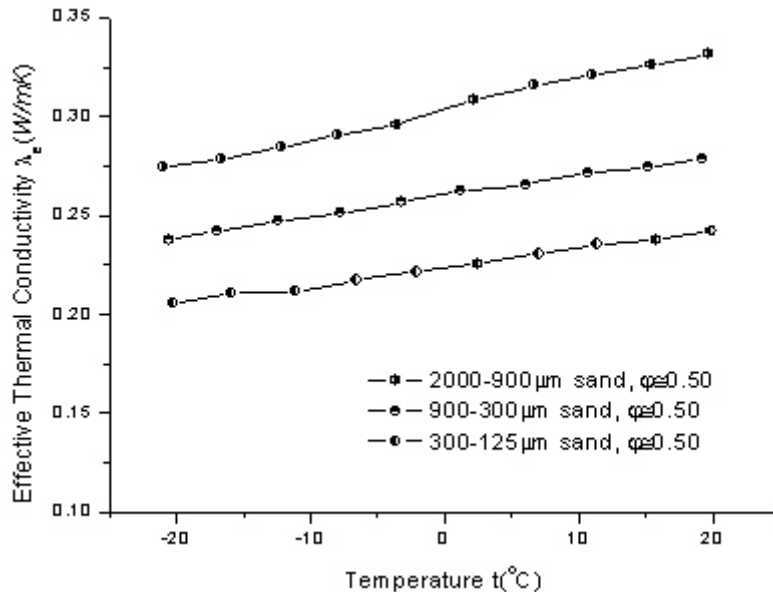


图 5 不同粒径干砂多孔介质的有效导热系数随温度变化实验值

Figure 5. The effective thermal conductivity of construction sand with different diameter
由图可知，随砂子粒径的增大，多孔介质有效导热系数增大，而三组样品的空隙率是大致相同的。对饱和水的砂子多孔介质的有效导热系数测量得出相近似的结果，如图 6 所示，

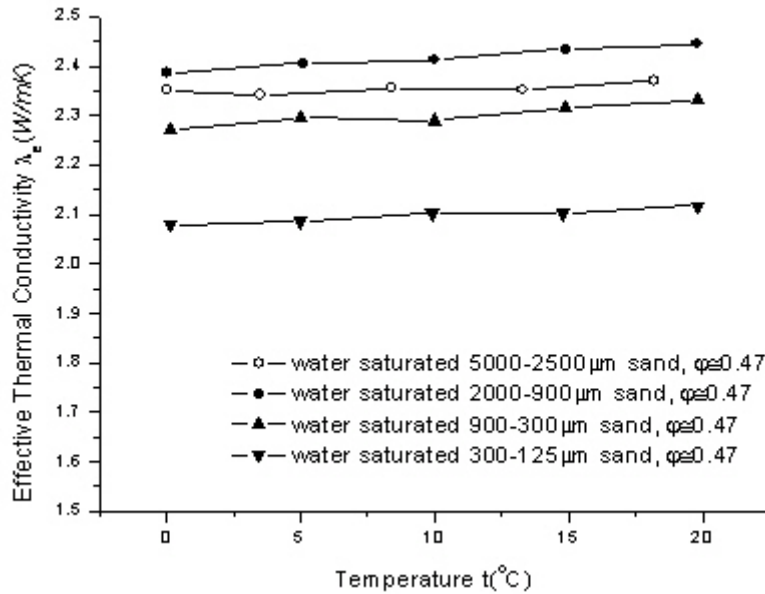


图 6 饱含水的不同粒径砂子多孔介质的有效导热系数随温度变化实验值

Figure 5. The effective thermal conductivity of water saturated construction sand with different diameter

这主要是因为随着砂子粒径的减小，多孔介质的有效比表面积增大，从而增加了材料内部的接触热阻。因此多孔介质内部固体颗粒点接触点的增多会导致有效导热系数的下降，然而这种关系在颗粒直径达到一定大小时发生变化。图 6 中 5000-2500 μm 砂子饱含水时，其有效导热系数随温度的变化趋势平缓，而且有效导热系数值小于相应的 2000-900 μm 砂子饱含水时的数值。这表明，虽然多孔介质的空隙度并没有发生改变，但是其中连续相（导热系数较低）对整体导热系数的影响增大。主要表现在连续相在多孔介质中的相对体积增大，热流经过连续相的机会增多，所以整体导热系数（有效导热系数）下降。图 7 显示了饱含水的多孔介质进入冰点后，有效导热系数的测量结果，

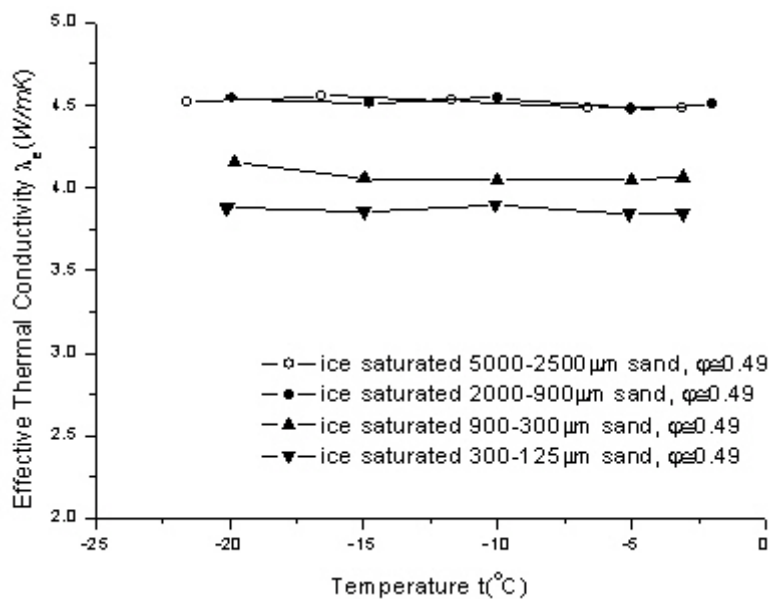


图 7 饱含冰的不同粒径砂子多孔介质的有效导热系数随温度变化实验值

Figure 5. The effective thermal conductivity of ice saturated construction sand with different diameter

实验结果显示, 在 $2000\mu\text{m}$ 以下, 有效导热系数随颗粒的粒径增大而增大, 在这之后再增加颗粒的粒径对多孔介质的有效导热系数并没有太大改变。图 7 中所示, 当砂子颗粒为 $5000\text{-}2500\mu\text{m}$ 时, 多孔介质的有效导热系数对应于 $2000\text{-}900\mu\text{m}$ 的颗粒几乎没有改变, 而这个值在连续相为水时有所降低。因为冰的导热系数为水的 5 倍左右, 因此接触热阻减小造成的有效导热系数增大和连续相相对体积的增大造成的有效导热系数的减小相互抵消, 表现为多孔介质有效导热系数改变很小; 而连续相为水时, 由于水的导热系数更小, 相互作用的结果使多孔介质有效导热系数值变小。

5 结论

(1) HotDisk 导热仪测试材料的导热系数能够克服接触热阻的干扰, 并且测试时间短, 测试过程简单, 测试结果准确。在室温下, 其测试标准件的结果与原件标定的结果一致, 都是 14.07W/mK 。对冰的实验测定值与文献值很接近, 最大相对误差为 0.324% 。

(2) HotDisk 可测定多孔介质的有效导热系数。对建筑砂多孔介质的有效导热系数测定显示了固体颗粒粒径对有效导热系数的影响。对于固体颗粒相相互接触的砂子多孔介质, 在粒径 $2000\mu\text{m}$ 以下, 材料的有效导热系数随砂子颗粒的粒径增大而增大; 当砂子粒径大于 $2000\mu\text{m}$ 时, 材料的有效导热系数随砂子颗粒粒径增大而下降。这是因为当砂子颗粒粒径减小时, 材料内部的接触热阻增大; 而当砂子颗粒粒径增大时, 颗粒空隙间的连续相介质对有效导热系数的影响增大。

参考文献

- [1] 杜洛金(美)原编著, 奚同庚编译. 固体热物理性质导论[M]. 北京: 中国计量出版社, 1987, 42.
- [2] Gustafsson S E, Karawacki E, Chohan M A. Thermal transport studies of electrically conducting materials using the transient hot-strip technique[J]. J. Phys. D: Appl. Phys., 1986, 19: 727-735.
- [3] Gustafsson S E, Karawacki E, Khan M N. Transient hot-strip method for simultaneously measuring thermal conductivity and thermal diffusivity of solids and fluids[J]. J. Phys. D: Appl. Phys., 1979, 12: 1411-1421.
- [4] 马庆芳, 方荣生, 项立成等编. 实用热物理性质手册[M]. 北京: 中国农业机械出版社, 1986, 834.
- [5] Slack G A. Thermal conductivity of ice[J]. Physical Review B, 1980, 22(6): 3067-3071.