

# 塑料导热系数和热扩散率的测定—瞬变平面热源法 (Hot Disk)

## 内容

简介.....	V
1. 范围.....	1
2. 参考文献.....	1
3. 专业术语.....	1
4. 原理.....	2
5. 装置.....	3
6. 测试样品.....	5
7. 测试步骤.....	7
8. 热物理性能计算.....	9
9. 方法与装置校准.....	13
10. 报告.....	14
11. 精度与偏差.....	14
12. 参考书目.....	15

## 前言

国际标准化组织 (ISO) 是由各国标准化团体 (ISO 成员团体) 组成的世界性的联合会。制定国际标准工作通常由 ISO 的技术委员会完成。各成员团体若对某技术委员会确定的项目感兴趣, 均有权参委员会的工作。与 ISO 保持联系的各国国家组织 (官方的和非官方的) 也可参加有关工作。ISO 与国际电工委员会 (IEC) 在电工技术标准化方面保持密切合作的关系。

国际标准是根据 ISO 或 IEC 提出的指导进行制定的。见第二部分。

ISO 技术委员的主要任务是起草国际标准。在技术委员通过的国际标准草案要移交给各 ISO 成员组织投票评审。只有获得 75% 以上的投票支持的国际标准才能出版。

该文件的一些内容是受专利保护的。任何需征得专利所有者允许的行为必须向 ISO 提交申请。

ISO/CD2200 文件是由 ISO /TC61 技术委员会起草的, 而“塑料”是由塑料标准委员会 SC5 起草完成。

ISO22007 的标题为: 塑料导热系数和热扩散率的测定—瞬变平面热源法 (Hot disk) 由以下几部分组成:

- 1 基本原理
- 2 瞬变平面热源法
- 3 温度波长分析法
- 4 激光闪光法

## 简介

- 0.1 随着新材料以及改性材料在物理、化学、生物及医药等领域应用的不断增多，迫切需要采取标准的热性能测量方法得到更真实、可靠的实验数据。简单，快捷而精确的测量方法成为科研、工程领域的首选[1]。
- 0.2 大量接触瞬态平面热测量技术已经得到发展，少数能自动测量的技术已经得到商业推广，这些技术已经在世界范围内广泛应用在不同的材料上。在许多测量中，已经可以同时或分别测量物质的几种不同性质[2,3]。
- 0.3 这类方法的另一个优点是它能够反应出材料的真实热性能，消除了探头与样品的接触热阻[4,5,6,7]。

## 塑料导热系数和热扩散率的确定—瞬变平面热源法（Hot Disk）

### 1. 范围

采用该方法能够确定物质的导热系数、热扩散率以及单位体积的比热容。通过实验设计可以满足不同尺寸的样品，测试不仅可以在空气、真空介质中完成，还可以在不同的压力和温度下进行。

该方法不仅可以测量各向同性材料，还可以测量各向异性的固体材料。一般的，材料导热系数测量范围为  $0.01 < \lambda < 500 \text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ ，热扩散率范围为  $10^{-8} \leq a \leq 10^{-4} \text{m}^2\text{s}^{-1}$  范围，温度测量范围为  $50 < T < 1000 \text{K}$ 。

**【注意】：**单位体积的热容（C）是通过导热系数和热扩散率的比值来计算的，公式： $C = \lambda / a$ ，单位体积的热容的范围大致在  $0.05 < C < 5 \text{MJm}^{-3}\text{K}^{-1}$

液体的热传递性质可以同过尽量减少热对流来测定

### 2. 参考文献

下面的标准中包含的规定均参考国际标准中的规定，所有条款都服从国际条款的修改，鼓励基于国际标准的条约当事人使用如下所示最新版本的规范文档。国际电工委员会（IEC）和国际标准组织（ISO）的成员来更新国际标准最新的注册者的有效性。

ISO 472 1999, Plastic-Vocabulary

ISO 291, Plastics-Standard atmospheres for conditioning and testing

ISO 22007-1, Thermal Conductivity and Thermal Diffusivity-General Principles

ISO “Guide to the expression of uncertainty in measurements”- Corrected and reprinted edition, 1995, International Organization for Standardisation, Geneva, Switzerland

### 3. 专业术语

本国际标准中的一些术语和定义出现在 ISO 22007 第一部分和下面的介绍中。

时间窗口

时间窗口是指用来计算材料导热系数和热扩散率所用总时间 $[t_{\min}, t_{\max}]$ 。

[注意]：操作者应根据注意（1）中的 7.5 条款的推荐来选择测量时间。在条款 8.1.4 中描述了重复的具体步骤。操作者应该在图上找出时间窗口来计算热传导参数。通常情况下去掉实验开始和结束时的实验点，这意味着用来计算热传导参数的实验必须能够重复。选择正确的测量时间的标准一般是总的测量时间的 50%到 100%。Fig4 中时间窗口是指被标记的黑点，总的测量时间是 20s， $t_{\max} = 10.5\text{s}$

探测深度( $\Delta P$ )

探测深度是指能检测到的从热源任何一个方向传出的热流距离，定义为 $\Delta P = K\sqrt{a \cdot t_{\max}}$ ，其中， $t_{\max}$ 是指时间窗口中最大时间， $a$ 是指测试样品的热扩散率， $K$ 是指基于温度记录灵敏度常数。本标准文件中假定采用瞬态平面热源法（Hot Disk）（TPS/HD）中 $K=2$ 。

灵敏度系数

灵敏度系数的定义是：
$$\beta_p = p \frac{\partial(\Delta T(t))}{\partial p}$$

其中 $P=\lambda$ ， $a$ 或 $C$ ， $\Delta T(t)$ 代表探头温度增加的平均值，灵敏度系数要根据导热系数、热扩散率和单位体积的比热容确定。

【注意】在瞬态实验中，温度的增加值 $\Delta T(t)$ 是时间 $t$ 的函数，而在数学表达式中是导热系数方程的微分结果，常数 $P=\lambda$ ， $a$ 和 $C$ 也同时出现。需要一个实验的灵敏度系数来确定导热系数和热扩散率的时间窗口，本理论采集了大量实验的数据，认为常数 $P$ 是变量，采用这个灵敏度系数的理论，大量的实验证明：

$$0.3 \leq t_{\max} \cdot a/r^2 \leq 1.0$$

其中 $t_{\max}$ 是指时间窗口的上限， $r$ 是探头的半径。如果假定 $K=2$ ，上式可变为：

$$1.2r \leq \Delta P \leq 2r$$

其中 $\Delta P$ 是指探测深度。

#### 4. 原理

在给定温度下，样品在一个包含有可忽略热容量的内嵌式 TPS/HD 探头内达到平衡，通过探头的电流产生活跃的温度场，这个温度场在样品内部产生一个阶梯形式的热脉冲。探头上温度的增加可以作为时间 $t$ 的函数。探头作为温度探头，与热源是一体的（即自加热探头）。依据探头的特殊模型和假定的边界条件来分析，根据样品的几何结构和来源、产生温度场的平均值可以同时或分别地获得样品的一个或多个热参数。

【注意】：其他形式的热传递（如热辐射、热对流，质量传递）有时会出现，在这种情况下测量得到的热参数可作为表观的或有效的热参数来做参考，例如有效导热系数、有效热扩散率。

#### 5. 装置

Fig1 是 Hot Disk 的探头。探头是双螺旋结构，由 $10 (+/-2) \mu\text{m}$ 厚的金属薄片刻蚀而成，边缘为 $7-100 \mu\text{m}$ 的绝缘薄膜。由于镍、钼具有相对较高热系数和电阻，以及良好稳定性而被用作探头的金属薄片。根据不同的使用的温度，聚酰亚胺、云母、氧化铝和氧化铝都可作为绝缘薄膜。双螺旋结构的圆形探头的宽度为 $0.2 (+/-0.03)$ ，其半径为 $15\text{mm}$ 或更小；宽度为 $0.35 (+/-0.05)$ 的探头有更大的半径。

通过调节电桥平衡来跟踪探头温度随时间的变化，能确保测量精确可靠。如 Fig2 所示。

这使得从迭代直线（8.1 中的试验数据处理）上得到的温度偏离低于或好于 $50 \mu\text{K}$

这种设计将探头与电阻器直接串联，探头的电阻在整个瞬态测量中保持恒定。这两个元件与一个精密电位仪组合在一起，电位仪的电阻约是探头与电阻器串联电阻的 $100$ 倍。电桥被连接电源上，可以提供 $20\text{V}$ 电压、最大 $1\text{A}$ 电流。用于记录电压变化的数字电压表在 $1\text{PLC}$ （power line cycle）的整合时间中的分辨率为 $6.5$ 。串联电阻器的电阻（ $R_s$ ）和探头引线的初始电阻（ $R_o+R_L$ ）非常接近，目的是为了在测量过程中尽量保持探头上的输出功率为常数（Fig2）。

提供一套数据自动收集、分析和显示系统，此系统包含实验操作软件和与相对应温度函

数模型 (cf.8.) 的实验结果瞬态曲线的分析。

样品分析环境：恒温，样品分析时温度变化控制在 $\pm 0.1\text{K}$ 。

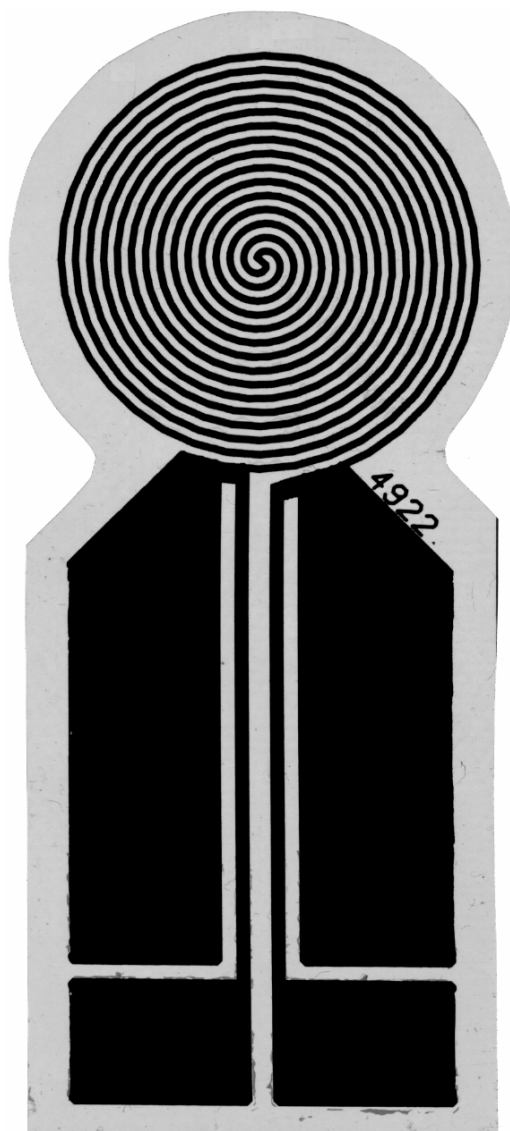


Fig1: 双螺旋结构的探头作为加热和传感元件。针对不同的样品尺寸探头半径从4—60mm

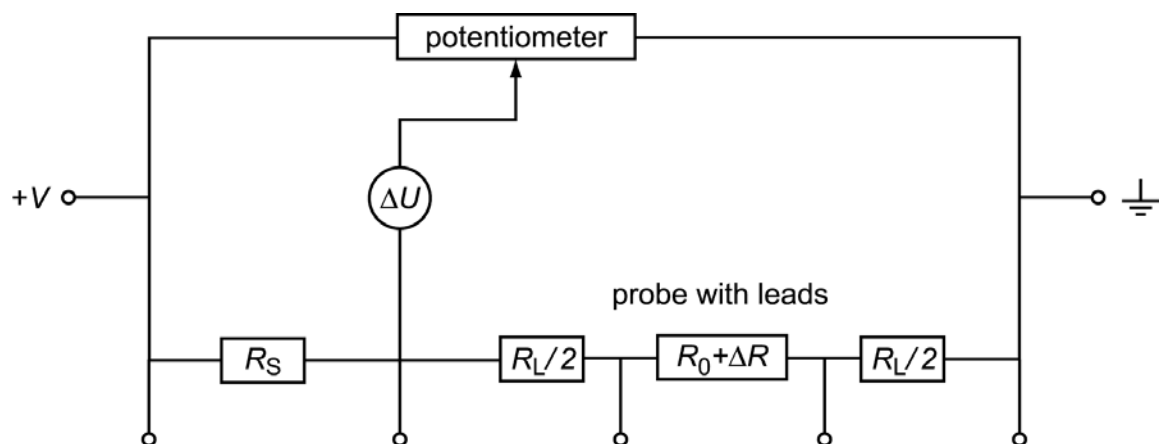


Fig2: 不平衡电桥用来记录探头电阻增加值的电路图。R<sub>s</sub> 代表串联电阻，R<sub>L</sub> 是探头引线的总电阻，R<sub>0</sub> 是探头瞬态加热前的电阻， $\Delta R$  是探头在瞬态加热时的电阻增加值， $\Delta U$  是由

于探头电阻增加而产生的不平衡电压。

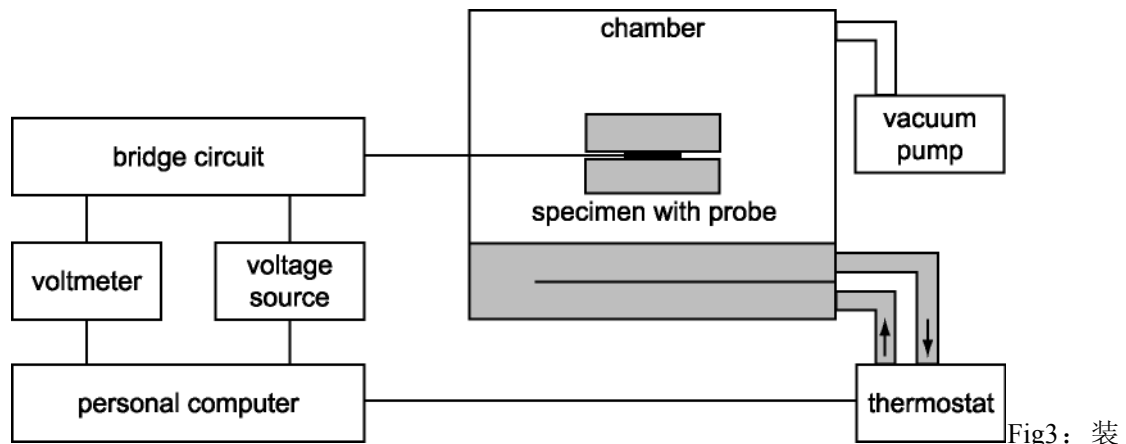


Fig3: 装置的基本示意图。采用 Slab 测量方法时须将腔室内抽空。

## 6. 测试样品

### 块体样品的测试

样品的形状可以为圆柱形、正方形、长方形，无须用车床将样品加工成不同的形状，只需要测试的两个样品面对探头的一面是平整的就可以了。探头的尺寸需要满足在 3.2, 3.3, 8.1.4 的定义。探测深度由样品的热扩散率决定，在测量前并不知道，这意味着在初始实验完成以后探测深度才可以计算。如果探测深度超出 8.1.4 的范围，则需要通过调整测量时间来重新进行实验，直到找到满足的条件。

样品的最小体积应至少大于任何不同组成或者多相性材料的特征尺寸的 20 倍，例如，如果样品是粉末，其中颗粒的平均直径即为材料的特征尺寸。

样品尺寸的选择必须保证样品的外表面在测量过程中不受任何影响。按照这个原则，样品的尺寸将是 TPS/HD 双螺旋结构探头任何一部分到最外层任何一部分的距离，这一距离比双螺旋结构探头的平均半径 (cf.8.1.4) 要大。在双螺旋结构以外样品多余的距离对提高测量的准确度没有帮助。

由于样品的表面与探头直接接触，必须注意测试样品的制备以尽量减少接触热阻。通常采用比较平整的表面进行测量 (粗糙度小于 0.01mm)，不建议采用抛光的表面。如果可能的话，在 TPS/HD 双螺旋结构探头两端的样品用夹子紧紧固定。

**【注意】**：不主张采用使用粘接剂，原因是：(a) 要提高热接触，仅仅靠一层薄膜是非常困难的。(b) 粘接剂会显著增加绝缘层的热容量，减缓了在传感材料和样品表面上的恒定温度差异的形成。(c) 在探头两边要得到相同厚度的粘接剂涂层，从而使得通过绝缘层的热流从传感材料到两边样品的具有一致性是非常困难的，

对于液体而言，要有良好密封性，合适的薄壁容器。要避免气泡和液体的蒸发。

**【注意】**：对于液体中的可溶解性气体，例如水中的空气，在样品分析之前要煮沸。密封性良好的容器可以防止液体的挥发。

对于一些软质材料和在遇热后 (在测量时超出温度范围) 由于热膨胀、相变、相转移等而有明显大小尺寸改变的材料，测量时必须当心以确保在采用 TPS/HD 探头放置样品的时候，不要加上过大的负荷，以免影响样品的尺寸。这是因为探头记录的是其周围材料的热参数。当研究软质材料时，夹具的压力如果使样品受到挤压，会改变它的热传导性质。而对于硬质材料，夹具需要相对紧固。

对于一些多孔、纤维状的材料，应当选取有代表性的样品尺寸进行测量。

条件——要根据适用于材料类型和特殊用途的标准规格来选择测量的条件。

### 各向异性样品

如果材料是各向异性，需要将样品切割或采取其他的预处理方法保证探头能正好与样品的主方向一直（即纤维增强材料的纤维的方向，多层结构的主方向，晶体的主轴）。材料的取向在[4.7]中可以查到。

各向异性样品的尺寸要根据 8.1.4 的要求来决定。

### 薄片样品

Slab 测试方法适用于二维薄片状的样品，厚度明确但有限，约在 1—10mm 之间。Slab 测试样品的已知厚度的精度至少为 0.01mm。

样品表面的尺寸要根据 8.1.4 的要求来决定。

### 薄膜样品

Thin Films 测试方法适用于纸张、织物、高聚物薄膜或沉积薄膜（如陶瓷的油漆），其厚度在 0.01—10mm[10]

薄膜样品的厚度的精度至少是 $\pm 1\mu\text{m}$ ，或好于 1%。

## 7. 测试步骤

将探头放置于两片样品平整面之间，即可测得材料的热性能。

**【注意】**：1. 当研究液体时，只需要将探头浸没在被测液体中，并保持探头水平即可。

2. 通常情况下，被测样品的温度增加值少于 2K，这意味着在整个测试过程材料的热力学性质几乎不会发生改变，可以认为是在实验进行前的平衡温度下进行。由于可以在材料降解之前得到可靠的数据，因此还可以研究组分的改变、化学反应、相变以及衰变。这项技术可用于生产和制造过程的在线检测，采用毫米尺寸的 TSD/HD 探头，可将该技术应用于原位测试。

7.2 将样品/探头用夹具固定。

7.3 整个测试系统应放置在恒温的样品腔内，温度的稳定性定义在 5.4

7.4 实验前，先平衡电桥。探头的初始电阻在 1—50 欧姆，通过平衡电桥的电压确保电流不超过 1mA。

7.5 在预先确定的测量时间内，在样品上施加热脉冲并记录温度

**【注意】**：1. 下面是参考实验参数，依据不同导热系数范围的材料选择不同的探头半径、测试时间、输出功率。

	<b>Metal Alloy</b>	<b>Dense Ceramic</b>	<b>Steel</b>	<b>Ceramic</b>	<b>Poly-mer</b>	<b>Insulation material</b>
导热系数 [W/mK]	<b>170</b>	<b>40</b>	<b>14</b>	<b>1,5</b>	<b>0,19</b>	<b>0,028</b>
热扩散率 [mm <sup>2</sup> /s]	<b>69</b>	<b>11</b>	<b>3,7</b>	<b>0,96</b>	<b>0,11</b>	<b>0,75</b>
温度变化 [K]	<b>0,3</b>	<b>0,5</b>	<b>1,0</b>	<b>0,8</b>	<b>1,3</b>	<b>2,5</b>
探头半径 [mm]	<b>14,7</b>	<b>6,4</b>	<b>6,4</b>	<b>6,4</b>	<b>6,4</b>	<b>14,7</b>

样品尺寸* [mm/mm]	30/90	30/70	20/60	15/50	10/40	30/90
测试时间 [s]	5	20	10	40	160	160
输出功率 [W]	4	3	2	0,5	0,25	0,1

第一个数据是样品的厚度，第二个数据是等效半径

2. 用 NOTE1 提供的数值来进一步确定输出功率和测量时间

3. 值得注意的是，在研究高导热材料时，当输出功率增大（相应地电流也增大），温度记录的灵敏度会提高。

7.6 偏离平衡的电压以适当的时间间隔进行扫描，并在整个测试过程中被采集和连续记录下来。

7.7 系统的分辨率好于 0.001K。在测试过程中采集数据的频率应至少在 100 个数据点以上。如果用该方法来测量液体的热传导性能，测试时间应限制在 1s 内以确保在整个测试过程中不产生对流，对流会严重影响测量结果。

7.8 根据电压的读数，利用下面的表达式，可计算温度的增值  $\Delta U(t)$ ：

$$\Delta T(t) = (R_s + R_L + R_o) \Delta U(t) [J_o R_s - \Delta U(t)]^{-1} (a R_o)^{-1}$$

其中  $R_L$  代表串联电阻， $R_s$  是 5.2.2 中的串联电阻， $R_o$  是探头初始的电阻， $a$  是探头的温度热阻系数（TCR）， $J_o$  是瞬态加热时通过探头的电流。 $J_o$  能够通过测量热电流停止之前，瞬态加热后通过电桥的电压除以  $(R_s + R_L + R_o)$  得到。

**【注意】：**可以使用没有电桥的装置，然而在此标准中为获得良好的精确度和准确度，强烈推荐使用电桥。

7.9 连续改变测试温度，以便覆盖到样品测量所需的理想温度，并确保在每一个温度点上达到温度的平衡。

**【注意】：**1. 在相同的实验条件下进行多次测量，至少三次。每次实验都应在测量系统在选定温度下稳定后进行。达到热平衡的时间取决于被测样品的尺寸、形状和热特性。

2. 在最高温度下完成实验后，可以在一个或更多低温下的重复测量。由此可以研究在温度持续升高的过程中可能发生的降解。

7.10 样品的导热系数与测量条件如温度、压力有关。材料组分的改变、当样品为各向异性时，需要考虑样品的轴向和取向。

## 8. 热性能的计算

### 固体样品

导热系数方程在假定 TPS/HD 探头被放置在一个无限的样品中成立。为了能够根据一个瞬态记录同时确定导热系数和热扩散率，必须满足 8.1.4 的条件。利用与传导系数（cf3.3）相关的灵敏系数可以推导此条件。样品的最小尺寸直接关系到 TPS/HD 探头加热/探测螺旋结构的半径。

对于探头温度少量的增加，我们采用：

$$R(t) = R_o [1 + a \Delta T(t)] \quad (2)$$

其中  $\Delta T(t) = T(t) - T_o$  是探头温度增加的平均值， $R_o$  是探头在  $T_o$  温度时的初始电阻， $a$  是探头温度热阻系数，温度的增加值可以看作两部分，一部分代表通过绝缘层温度变化，另一部分代表在瞬态测量过程中温度的增加值，表示如下：

$$\Delta T(t) = T_i(t) - T_s(t) \quad (3)$$

其中  $T_i(t)$  探头通过绝缘层温度变化， $T_s(t)$  代表样品表面温度的增加。

假定双螺旋结构探头是由大量圆形等间距圆环热源组成，导热系数的方程式可写成如

下:

$$\Delta T_s(\tau) = P_o(\pi^{3/2}r\lambda)^{-1}D(\tau) \quad (4)$$

其中  $P_o$  是探头的输出功率,  $r$  是环形热源的最外层半径,  $\lambda$  是样品的导热系数,  $\tau$  根据一下定义:

$$T = (t/\theta)^{1/2}, \quad \theta = r^2/a \quad (5)$$

$D(\tau)$  是无量纲的特征时间函数, 定义如下:

$$D(\tau) = [m(m+1)]^{-2} \int_0^\tau \frac{d\sigma}{\sigma^2} \left[ \sum_{l=1}^m l \sum_{k=1}^m k \exp\left(\frac{-(l^2+k^2)}{4m^2\sigma^2}\right) I_0\left(\frac{lk}{2m^2\sigma^2}\right) \right] \quad (6)$$

其中  $m$  是圆形热源的总环数,  $\sigma$  是整合变量,  $I_0$  是修正 Bessel 函数。  $D(\tau)$  的典型值在 Fig5 中给出。

校正时间  $t_c$  的引入是因为不可避免的硬件或软件时间延迟, 这意味着探头上功率的完全输出和  $t=0$  时是不一致的, 据此引入了校正时间  $t_c$ , 所以在方程 (4) 中用  $\tau_c$  来代替  $\tau$ :

$$\tau_c = [(t-t_c)/\theta]^{1/2} \quad (7)$$

典型的校正时间是几分之几秒, 小于总测量时间的 0.5% (见 8.1.3)。

**【注意】:** 1. 如果绝缘层的厚度很薄, 在很短时间内  $\Delta T_i(t)$  就会恒定, 输出功率也会是一个常数。到达这一常数的值所需的时间取决于驰豫时间  $\delta^2/a_i$ ; 其中  $\delta$  是绝缘层的厚度,  $a_i$  是热扩散率。对于典型的绝缘探头, 驰豫时间少于 10ms, 到达恒定温度差异的时间少于 100ms。

2. 在实验过程中, 通过初始温度的变化  $\Delta T_i(t)$  可以确定接触热阻, 这可以用来确定样品真实的本体特性。

3. 若热扩散率、校正时间已知(cf.8.1.3), 那么温度的增加  $\Delta T_s(t)$  和  $D(\tau)$  成线性关系(cf. Fig4 中间的图), 在这个例子中  $\Delta T_i = 0.6566$ ,  $\Delta T_s(t) = 1.894 D(\tau)$

8.1.3 通过反复迭代热扩散率、 $a$  和校正时间来优化变量, 可以计算导热系数和热扩散率, 通过拟合建立  $\Delta T_s(t)$  和  $D(\tau)$  的线性关系 (通过最小二乘法拟合), 通过最终的拟合可以得到扩散率和校正时间。最后通过这条直线的斜率来确定导热系数  $\lambda$  (cf.Eq(9.0) and Eq(5))。

8.1.4 初始时间窗口的选择 (cf.6.1.1) 可能会导致实验点偏离直线 (cf.Fig4 中图), 去掉一些异常点, 可为分析获得正确的时间窗口。剩余数据的曲线 (cf.Fig4 底图) 可清楚看到偏离点。

**【注意】:** 1. 要限制样品的尺寸, 因为一段时间后样品的边缘会影响温度的增加, 这个偏离将会与剩余数据的曲线平行 (cf.Fig4 底图)。如果异常点出现在瞬态测量的后面, 也应该删除。

2. 探测深度 (cf.3.3 款的注意事项) 的统计表达式表明, 为了从一个瞬态记录数据同时得到导热系数和热扩散率, 探测深度应当介于双螺旋结构的半径和直径之间。



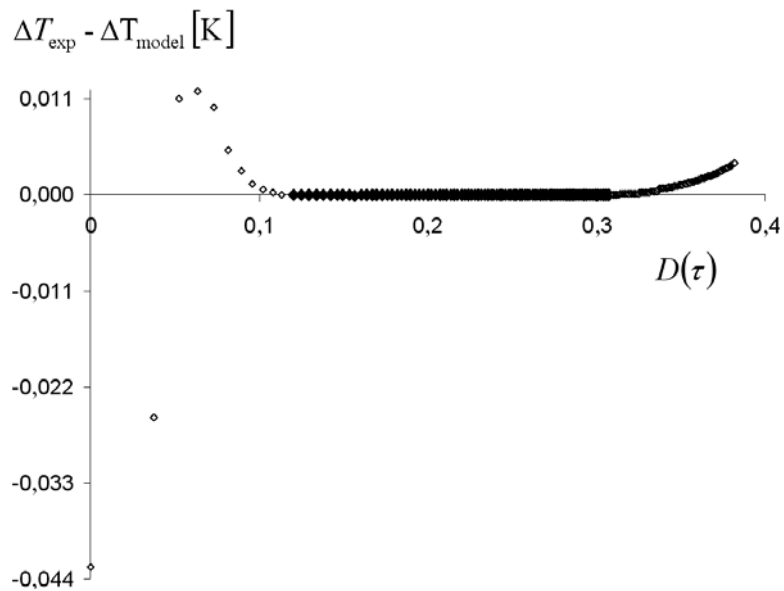
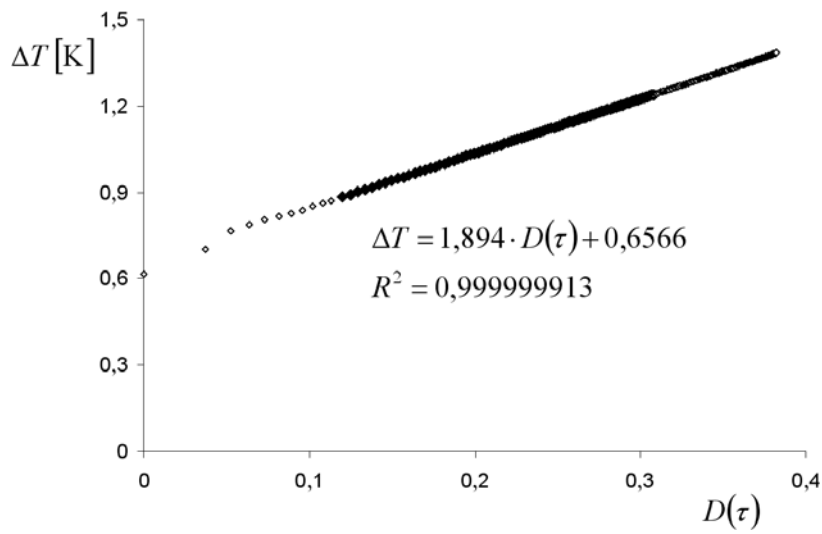
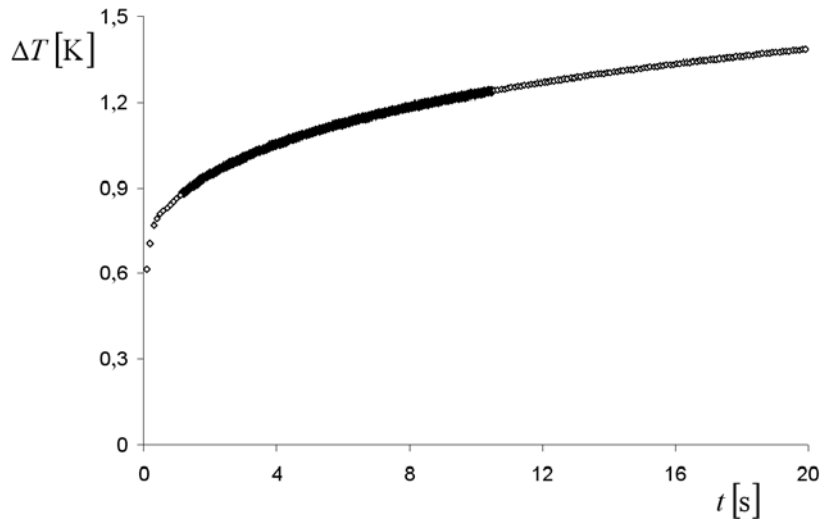


Fig. 4: 最上的图是温度随时间的变化曲线；中间的图是温度与  $D(\tau)$  的关系；最底下的图是温度差值与  $D(\tau)$  的关系；黑色的点由拟合模型给出。在拟合直线上的平均偏差是 30 $\mu$ K。

### 各向异性样品

对于各向异性的材料，本方法仅限于材料在 a、b 轴上的性质一致而 c 轴不同。确定材料在不同方向上的性质可以采用以下方法：(a) 探头的平面需放置在一个无方向性的一个平面上；

(b) 要完成一个瞬态记录，需要比热容和密度，因为单位体积的比热容量对于计算热物理性能是非常必要的。如果样品 a 轴和 b 轴的性质一样，而 c 轴上不同。则探头沿 a 轴和 b 轴方向可以应用以下公式来计算温度的增加：

$$\Delta T_s(\tau_a) = Po [(\pi^{3/2} r (\lambda_a \lambda_c)^{1/2})^{-1} D(\tau_a)] \quad (8)$$

其中， $\lambda_a$  是 a 轴上的导热系数， $\lambda_c$  是 c 轴上的导热系数；

$$\tau_a = (t/\theta_a)^{1/2}, \quad \theta_a = r^2/a_a \quad (9)$$

与上面讨论的一致，采用迭代法可得到 a 轴上的导热系数，单位体积的热容量已知，便可得出：

$$\lambda_a = Ca_a \quad (10)$$

根据(10)可以得出  $\lambda_a$ ，进而从(8)可得到斜率  $\lambda_a$ ，最后从标准关系中可得到 c 轴的热扩散率。

因此，通过一次瞬态测量就有可能得到单轴晶体材料在两个主方向上的导热系数和热扩散率。

### 薄片样品

将探头夹在两片厚度一样的薄片样品之间，背面用绝热材料隔热，可以用于测量此类薄片样品的导热系数和热扩散率。样品在探头平面的探测深度条件可以满足，但在垂直方向上无法满足。因此，这种方法尤其适用与导热系数高于  $100 \text{Wm}^{-1}\text{k}^{-1}$  的材料，也适用于导热系数低于  $10 \text{Wm}^{-1}\text{k}^{-1}$  的材料。我们假定在测量时样品边缘无热损失，利用数学上的映象法来解导热系数方程。温度的增加表示如下：

$$\Delta T_s(\tau) = Po(\pi^{3/2} r \lambda)^{-1} E(\tau) \quad (11)$$

其中：

$$E(\tau) = [m(m+1)]^{-2} \int_0^\tau \frac{d\sigma}{\sigma^2} \left[ \sum_{l=1}^m l \sum_{k=1}^m k \exp\left(\frac{-(l^2+k^2)}{4m^2\sigma^2}\right) I_0\left(\frac{lk}{2m^2\sigma^2}\right) \right] \left\{ 1 + 2 \sum_{i=1}^{\infty} \exp\left[-\frac{i^2}{\sigma^2} \left(\frac{h}{r}\right)^2\right] \right\} \quad (12)$$

$h$  是薄片样品的厚度， $\sigma$  是整合变量，无论在真空或空气中测试，必须满足样品边缘的热损失可忽略不计的条件。

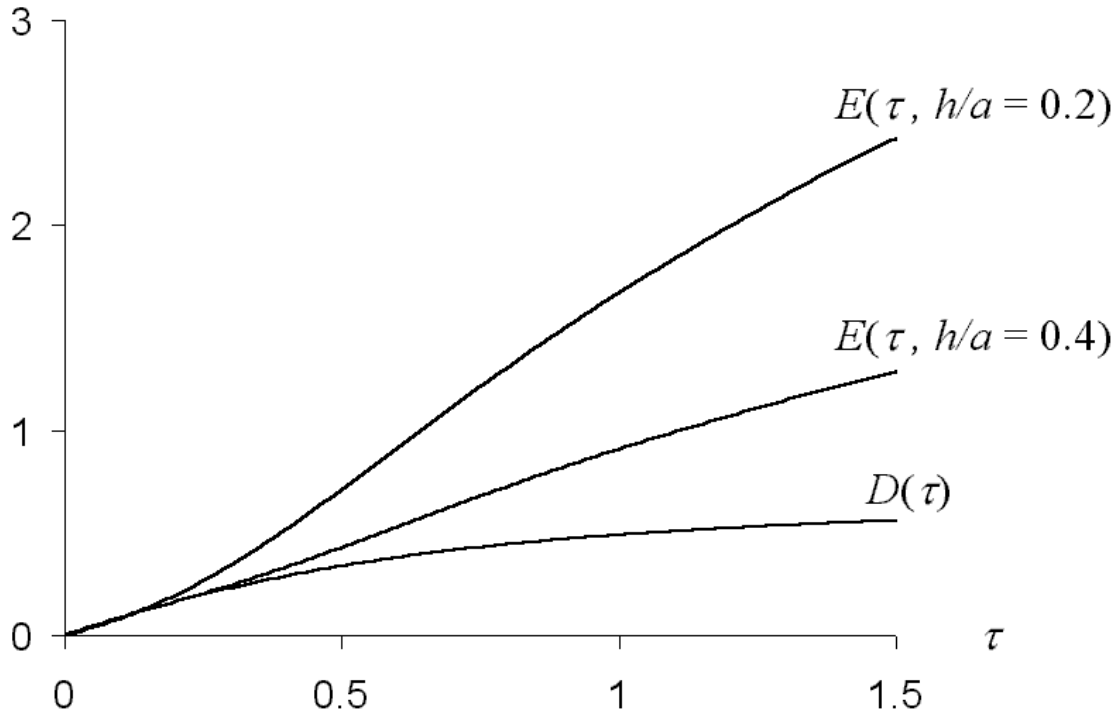


Fig5 描述了  $D(\tau)$  和  $E(\tau)$  函数的实例。  
 图 5 是  $D(\tau)$  和  $E(\tau)$  函数的曲线图， $\tau$  的值最大到 1.5。在上图三个实验中都是假设圆环形热源的环数为 10。

#### 8.4 薄膜样品

当用基本模块测试高热电导率材料时，初始温度迅速增加，而后是逐渐升高。在探头表面的绝缘保护层是引起初始温度迅速增加的原因。实验数据和计算机模拟均显示，绝缘层在短时间内初始温度迅速增加，而后变为一个常数，而且在整个实验过程中都保持不变。原因是在实验中输出总功率、传感材料面积和绝缘层厚度已知，且保持不变。如果探头上覆盖绝缘层的导热系数能通过单独的实验得到，采用样品材料的薄片在探头和搞导热系数材料之间的方式（类似一个无限大的固体或厚片）就可以测量薄膜材料的导热系数。（需要注意：测量薄膜材料的不同厚度进而从数学计算上消除接触热阻的影响）。

这一理论可直接从公式(2)和(3)中得到， $\Delta T_i(t)$  是通过绝缘层温度的增加，用外推法将迭代直线延长至 0 时间（初始时间），就可以得到  $\Delta T_i(t)$ 。从方程：

$$P_o = 2A\lambda_i(\Delta T_i/\delta) \dots \dots \dots (13)$$

其中  $A$  是探头的面积， $\delta$  是绝缘层的厚度，可以直接计算出绝缘层的导热系数  $\lambda_i$

### 9. 方法和仪器校正

TPS/HD 法是一种绝对测量方法，不需要任何校准。然而，为了确保测量的一致性，我们采用  $\lambda = C.a$ ， $C$  单位体积比热容量， $C$  的精度是 5-10%。如果校准时与期望值不一致，要检查探头的使用条件，接线是否松动，电源情况。

### 10 报告

报告中包含以下基本内容：

- 10.1 材料的详细描述包括来源、是否热处理、样品尺寸、测量方向定位（如果是各向异性样品）等
- 10.2 装置的描述
- 10.3 以表格的形式给出在每个温度下每个热物理性能，是否直接测量或导出
- 10.4 有关 TPS/HD 探头的型号的详细信息。包括测量时间、输出功率、扫描速率以及分析实验数据的时间窗口。
- 10.5 测试过程中样品发生的任何物理和化学变化

## 11 精密度和偏差

- 11.1 在室温或接近室温下的测量，对于精度而言，导热系数为 2-5%，热扩散率为 5-10%；薄片测量或在较高温度下的测量估计分别在 5-7%或 7-11%。不确定度的范围与探头上聚酰亚胺绝缘层的厚度（厚度在 7-40 $\mu\text{m}$ ）、半径（2-30mm）和瞬态记录的时间长短（1-1000s）有关。
- 11.2 如果在相同的实验温度，采用同一探头和实验装置来重复实验，由于我们采用相同的 TCR、探头半径和输出功率，而且采用统一的瞬态测量的时间窗口对数据进行分析，因此与第一次测量的偏差很小。

【注意】1. 为了评估 TPS/HD 方法的精确性，我们以公式(4),(8)和(11)作为出发点。这就意味着导热系数的准确性直接依赖于输出功率、HD 探头半径以及温度增加直线的斜率（通过迭代法拟合的有关  $D(\tau)$ ,  $E(\tau)$ 的函数）。

2. 用于材料导热系数测量的模型并未保护所有实际实验的初始和边界条件，主要以下情况：

- (a) 有大量同心线圈的双螺旋结构的圈数不能少于 10，除非用外部等效线热源进行标定，
- (b) 根据探头的尺寸、传感材料（10 $\mu\text{m}$ ）和两个绝缘薄片（7-100 $\mu\text{m}$ ）的厚度可以估计探头的比热容，在一个时间为 10s，平均温度增加为 2K 的实验中，面积为 1 $\text{cm}^2$ 的探头的功率损失为 1mW
- (c) 通过假定探头在真空中，可以估算由双螺旋结构线导产生的热的影响。功率的损失依赖于导线的特殊设计。根据我们典型的设计，估计功率损失小于 1mW。
- (d) 薄片的测量需要计算外部绝热背景材料的热损失。实验中探头的半径是 10mm，探头在 1mm 薄片与聚苯乙烯绝缘层间，对于一个导热系数为 20 $\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ 的样品，热损失大约是 2%。最好是在真空中测试，这样可以大大降低功率损失。

3. 记录 100 个数据，计算温度的增加。为了完成计算，有必要分别提供三个电阻和 TCR。Rs 是串联电阻，通过与标准电阻做比较确定其阻值。其它的阻值在每一个实验中通过与串联电阻做对比确定其阻值。所有这些测量都是通过数字电压计确定的，不确定度可以忽略（指不确定度在 0.1%以下）。反之，在 TCR 中的不确定度大约是 2%，因为定量测量 TCR 需要电阻和温度（见公式(2)）。这就意味着在某一个参数测量的温度记录的精确度大约是 2%，然而，在相同温度、采用相同的 TCR 计算方法下重复实验，从一个实验到另一个实验的偏差是可以忽略的。

11.3 我们采用影响因子  $k=2$  来估计不确定度。

## 12 参考文献

- 13 S E Gustafsson: *Transient plane source techniques for thermal conductivity and thermal diffusivity measurements of solid materials. Rev. Sci. Instrum.* 62(3), 797 (1991).

- 14 *B M Suleiman, I UL-Haq, E Karawacki, A Maqsood and S E Gustafsson: Thermal conductivity and electrical resistivity of the Y- and Er-substituted 1:2:3 superconducting compounds in the vicinity of the transition temperature. Physical Review B, 48(6), 4095 (1993).*
- 15 *T Log and S E Gustafsson: Transient Plane Source (TPS) Technique for Measuring Thermal Transport Properties of Building Materials. Fire and Materials 19, 43 (1995).*
- 16 *D Lundström, B Karlsson and M Gustavsson: Anisotropy in Thermal Transport Properties of Cast g – TiAl Alloys. Z. Metallkd. 92 (11), 1203 (2001).*
- 17 *T Ericson, L Hälldahl and R Sandén: A Facile Method for Study of Thermal Transport Properties of Explosives. Eleventh symposium on chemical problems connected with the stability of explosives, Båstad, Sweden 1998.*
- 18 *H Nagai, Y Nakata, T Tsurue, H Minagawa, K Kamada, S E Gustafsson and T Okutani: Thermal Conductivity Measurement of Molten Silicon by a Hot-Disk Method in Short-Duration Microgravity Environments. Jpn. J. Appl. Phys. 39 (3A), 1405 (2000).*
- 19 *M. Gustavsson and S.E. Gustafsson: On the Use of Transient Plane Source Sensors for Studying Materials with Direction Dependent Properties. Proceedings of the International Thermal Conductivity Conference in Boston 2001.*
- 20 *V Bohac, M K Gustavsson, L Kubicar and S E Gustafsson: Parameter estimations for measurements of thermal transport properties with the hot disk thermal constants analyzer. Rev. Sci. Instrum. 71 (6), 2452 (2000).*
- 21 *M Gustavsson, E Karawacki and S E Gustafsson: Thermal conductivity, thermal diffusivity and specific heat of thin samples from transient measurements with hot disk sensors. Rev. Sci. Instrum. 65(12), 3856 (1994).*
- 22 *J S Gustavsson, M Gustavsson and S E Gustafsson: On the Use of the Hot Disk Thermal Constants Analyser for Measuring the Thermal Conductivity of Thin Samples of Electrically Insulating Materials. Thermal Conductivity 24 (1998) Technomic Publ. Co.*