

用变长度“T”形法测量单根纤维热导率

王建立¹, 顾明¹, 马维刚¹, 张兴¹, 宋燕²

(¹热科学与动力工程教育部重点实验室, 清华大学工程力学系, 北京 100084

²中国科学院山西煤炭化学研究所, 山西太原 030001)

(电话: 010-62772668, Email: x-zhang@tsinghua.edu.cn)

摘要: 本文在不改变“T”形法中纤维与热线之间接触节点的前提下, 测量了同一根纤维不同长度对应的表观热阻。由表观热阻与长度拟合直线的斜率得到纤维真实热导率, 拟合直线的截距得到节点的接触热阻。热阻分析表明, 热线热阻是纤维表观热阻 4 倍时, 测量灵敏度最大; 纤维长度变化所引起的热线平均温升的变化必须大于热线温度测量的不确定度, 才能保证测量的准确性。测量得到沥青基碳纤维的平均热导率为 $1010 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, 不确定度在 10% 以内。

关键词: 接触热阻, 变长度“T”形法, 单根纤维, 热导率

0 前 言

“T”形法是张兴教授等^[1]提出并成功用于单根纤维热导率测量的实验方法。该方法测试过程简单, 可用于测量所有包括导电、非导电材料的热导率, 具有很大通用性。2005 年 Fujii 教授等^[2]采用“T”形法测量了多壁碳纳米管热导率, 得到热导率随直径减少而增大的实验现象。“T”形法是目前能有效测量单根碳纳米管热导率的仅有的几种方法之一^[3-6]。

图 1 显示室温下测量得到的碳纳米管热导率随着管径的变化关系。从图中可以看出, 不同方法测量得到的热导率结果存在很大差异, 除材料本身结构、制备方法等差异以外, 接触热阻是各个测量方法中普遍存在的问题。Yu 等^[7]在悬空微器件中通过在待测纳米线两端沉积铂 (Pt) 金属层, 发现沉积 Pt 层后, 纳米线热阻明显下降。但是微器件等测量方法均不能消除接触热阻的影响。到目前为止, “T”形法是唯一可能解决接触热阻问题的实验方法。

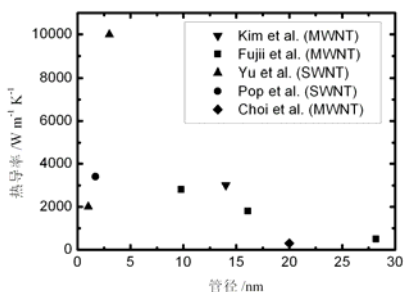


图 1 碳纳米管室温热导率的测量结果

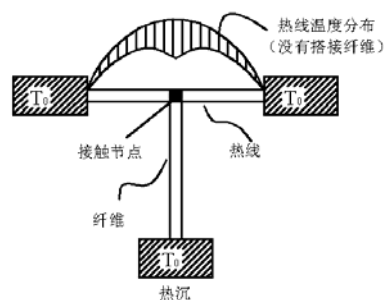


图 2 单长度“T”形法测量原理

为了解决“T”形法中的接触热阻问题，本文提出了不改变待测细丝与热线接触节点的前提下，改变细丝长度的变长度“T”形法，并用该方法测量得到了单根沥青基碳纤维的真实热导率。

1 测量原理

传统“T”形法只测量单长度细丝样品(以纤维为例)，其原理如图2所示。在“T”形法中，热线两端都搭接在热沉上。热线通入直流电加热，沿热线长度方向将产生一个抛物形温度分布；当搭接纤维以后，由于部分热量沿纤维方向传导，热线温度将发生变化。通过测量搭接纤维前后热线电阻就求出热线平均温升的变化，从而得到纤维的热导率。文献^[1]对该方法已经进行了详细介绍。

将纤维热阻定义为：

$$R_f = \frac{l_f}{\lambda_f S_f}. \quad (1)$$

其中 λ_f 表示纤维热导率， l_f 和 S_f 分别表示纤维的长度和截面积。由于纤维两端分别搭接在热线和热沉上，其表观热阻可以表示为：

$$\chi(l_f) = R_t + R_f + R_{rs}, \quad (2)$$

其中 R_t 和 R_{rs} 分别表示纤维与热线的节点接触热阻以及纤维与热沉之间的热阻。根据点接触热阻理论^[8]，有效接触面积越大接触热阻越小。由于纤维与热沉之间的接触面积比节点大2个量级，所以表观热阻可以简化为：

$$\chi(l_f) \approx R_t + R_f. \quad (3)$$

假设纤维搭接在热线中点位置，单长度“T”形法中测量得到的表观热阻表达式为

$$\chi(l_f) = \frac{R_h}{16} \left[\frac{36\Delta T_L}{IVR_h - 12\Delta T_L} - 1 \right], \quad (4)$$

其中 R_t 表示热线热阻， I 和 V 分别为加热电流和热线两端电压； ΔT_L 表示热线平均温度。

由式(1)，(3)和(4)可以发现，在节点热阻保持不变的前提下，改变纤维热阻，就可以通过测量不同长度下的纤维表观热阻来分别得到节点接触热阻和纤维的真实热导率。最简单改变纤维热阻的方式是改变纤维的有效长度，如图3所示的是变长度“T”形法的测量原理。当热线加热功率一定，不改变热线与纤维的接触节点，纤维由 l_{f1} 缩短至 l_{f2} ，测量对应的热线平均温升 $\Delta T_{L,1}$ 和 $\Delta T_{L,2}$ ，可以得到纤维的真实热导率：

$$\lambda_f = \frac{l_{f1} - l_{f2}}{[\chi(l_{f1}) - \chi(l_{f2})] S_f}. \quad (5)$$

其中

$$\chi(l_{f1}) - \chi(l_{f2}) = \frac{9}{4} \frac{(\Delta T_{L,1} - \Delta T_{L,2}) IVR_h^2}{(IVR_h - 12\Delta T_{L,1})(IVR_h - 12\Delta T_{L,2})}, \quad (6)$$

为了提高测量准确性，实验测量了四段不同的纤维长度，然后用表观热阻与纤维长度的线性拟合得到的斜率确定纤维热导率，拟合得到的截距得到节点的接触热阻。

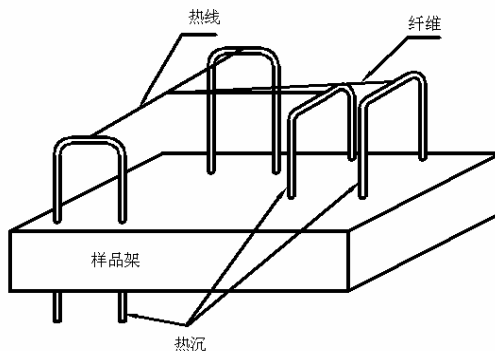


图3 变长度“T”形法测量原理

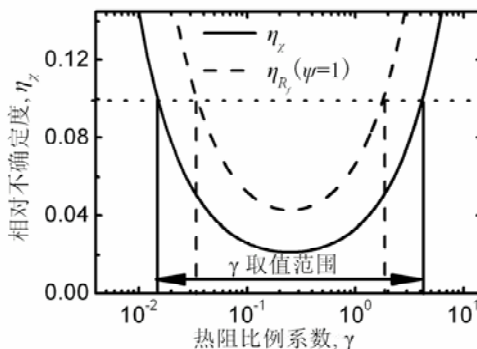


图4 表观热阻测量不确定度随着热阻比例系数的变化关系（实线），
虚线表示 $\psi=1$ 时，热阻的相对不确定度

2 热阻匹配条件

在变长度“T”形法测量纤维热导率过程中，为了提高测量精度需要满足以下两个条件：提高每段纤维对应表观热阻的测量精度；改变纤维长度所引起的热线平均温升的变化尽量明显。对于第一个条件，需要保证热线热阻，纤维热阻以及接触热阻之间尽量匹配。为了研究热阻之间的匹配关系，引入两个热阻比例系数 γ 和 ψ ：

$$\gamma = \frac{\chi(l_f)}{R_h}, \quad (7)$$

$$\psi = \frac{R_f}{R_T}. \quad (8)$$

结合引入纤维前后热线平均温升的表达式，表观热阻的相对不确定度可以通过

$$\eta_{\chi} = \frac{\delta\chi(l_f)}{\chi(l_f)} = \frac{\delta(\Delta T_{L,f})}{\Delta T_L} \frac{(1+4\gamma)^2}{3\gamma}. \quad (9)$$

计算得到。可以发现，纤维热阻的相对不确定度可以表示为：

$$\eta_{R_f} = \frac{\delta R_f}{R_f} = \eta_{\chi} (1 + \psi^{-1}). \quad (10)$$

实验中用 30 μmPt 丝作为热线，采用两个高精度数字万用表（Keithley，8.5 位）分别读取电压和电流。经过对系统的校对，热线温度的测量不确定度为 0.02 $^{\circ}\text{C}$ 。假设热线平均温升为 5 $^{\circ}\text{C}$ ，可以分析得到如图 4 显示的纤维热阻测量的相对不确定度关于热阻比例系数 γ 的关系。从图中可以发现，当 $\gamma=0.25$ 时，相对不确定度最小；在一定不确定度要求下，图中以 10% 为例， γ 可取范围随着 ψ 的增加而减小。可见，选取的热线热阻为待测纤维热阻 4 倍左右，以及用热导率高的界面材料以降低 ψ ，都能提高测量准确。实验选用铂黑作为纤维与热线、热沉之间的填充材料。铂黑粉末平均粒径只有 0.5 μm ，纯度为 99.9%，能牢固粘结在 Pt 热线上，从而有效减小接触热阻。

在每段纤维长度测量满足热阻匹配的前提下，还需要使纤维长度变化能明显改变热线的平均温升。假设热线平均温升为 5 $^{\circ}\text{C}$ ，保证 10% 的测量不确定度前提下，当 $\psi=1$ 时，计算出热阻比例系数的可变范围为 $0.027 < \delta\gamma < 0.966$ 。由于实验过程中热线以及节点的热阻都保持不变，用热阻比例系数 γ 的变化就可以确定纤维的长度可变范围。

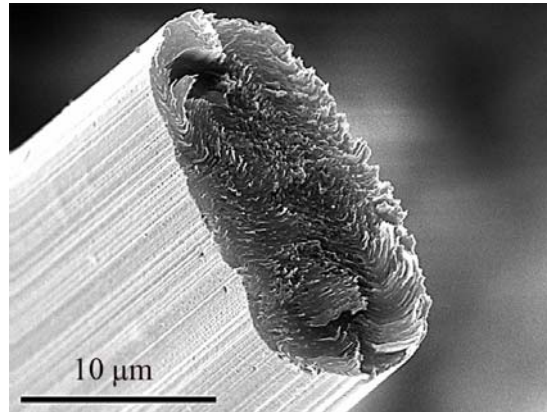


图 5 待测纤维的 SEM 截面图片

3 实验系统与测试

实验所用的样品是由中科院山西煤化所提供中间相沥青基碳纤维，如图 5 所示的是待测纤维截面的 SEM 照片，其中扫描电镜的最大分辨率为 3nm (JSM-6460LV)。通过测量大量纤维截面尺寸，测量得到的纤维平均截面积为 $1.60 \times 10^{-10} \text{m}^2$ 。

实验系统如图 6 所示。首先将作为热线 30 μmPt 丝的两端用精密点焊机焊接在两个直径约为 1mm 的铜柱上。铜柱则是固定在一个铜制的样品架上，样品架与铜柱之间用陶瓷管绝缘，同时用陶瓷胶加固，样品架的光学照片如图 7 所示。将样品架放入真空槽 (Oxford Instrument, Optistat DN-V) 中，用真空泵和分子泵 (Leybold, 72000rpm) 两级抽真空至 0.01Pa 以下。然后用电流源 (Advantest R6243) 给热线加热，两个高精度数字万用

表分别读取热线和标准电阻(Yokogawa 2792)电压。实验通入 5 个不同的电流, 计算出不同加热功率下对应电阻的变化, 从而得到搭接纤维前的热线的平均温升。

然后将待测纤维搭接成如图 7 所示的“T”形结构。先将纤维搭接在离热线最远的热沉 1 上, 准确测量纤维的长度。然后再将样品放入真空槽, 用与测量热线时相同的电流加热, 测量得到引入纤维以后热线平均温升的变化。接着用同样的方法, 将纤维搭接在热沉 2 上, 铜柱 1 与 2 的高度相差小于 0.2mm。必须保证在改变纤维长度的时候, 纤维与热线的接触节点不发生变化。这样连续测量得到不同长度下对应的纤维表观热导率。

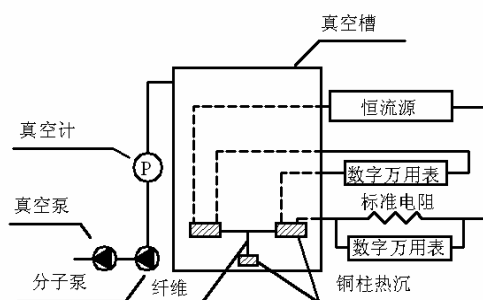


图 6 测量实验系统

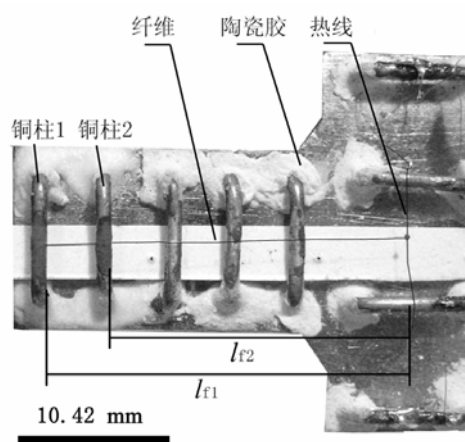


图 7 样品支架照片以及纤维长度测量方法示意图。图中加粗了纤维与热线, 使其能清楚显示。

为了保证纤维在热沉端温度恒定, 因此在热沉上覆盖了很大面积的铂黑, 从而导致单长度“T”形法中纤维有效长度难以准确测量。对于变长度“T”形法测量, 纤维真实热导率是与测量长度的改变量有关, 在热沉端的铂黑面积并不直接影响纤维长度的改变量, 从而能有效减少长度的测量误差。实验中长度测量如图 7 所示。

4 实验结果与讨论

为了验证方法的可行性, 用变长度“T”形法首先测量了 Pt 的热导率(参考热导率为 $71.6 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1[9]}$)。图 8 显示的是同一根 Pt 丝的测量结果。图 8a 显示热线电阻与加热

功率呈线性变化，通过拟合得到的截距测量得到热线的初始电阻约为 1.3Ω 。值得注意的是，在相同加热功率下热线电阻并不严格随着长度缩短而降低，比如 Pt 细丝长度为 18.49mm 时对应初始电阻为 1.28862Ω ，反而小于 13.97mm 长度对应的初始电阻 1.29140Ω ，这是由于在不同长度测量过程中，室温约有 2°C 左右的变化。但是计算得到的热线平均温升，如图 8b 所示，存在着明显的长度依赖：长度越小，热线平均温升越小。而且细丝长度越小，热线平均温升的变化（与没有搭接 Pt 细丝时的热线平均温升相比）随着功率的线性拟合斜率越大。根据式（4）可以计算得到待测 Pt 细丝对应长度下的表观热阻，图 8c 显示的是表观热阻与长度的变化关系。可以发现，表观热阻与长度基本呈线性。根据表观热阻定义，用直线拟合得到的斜率可以计算出 Pt 热导率为 $71.3\text{ W m}^{-1}\text{ K}^{-1}$ 。

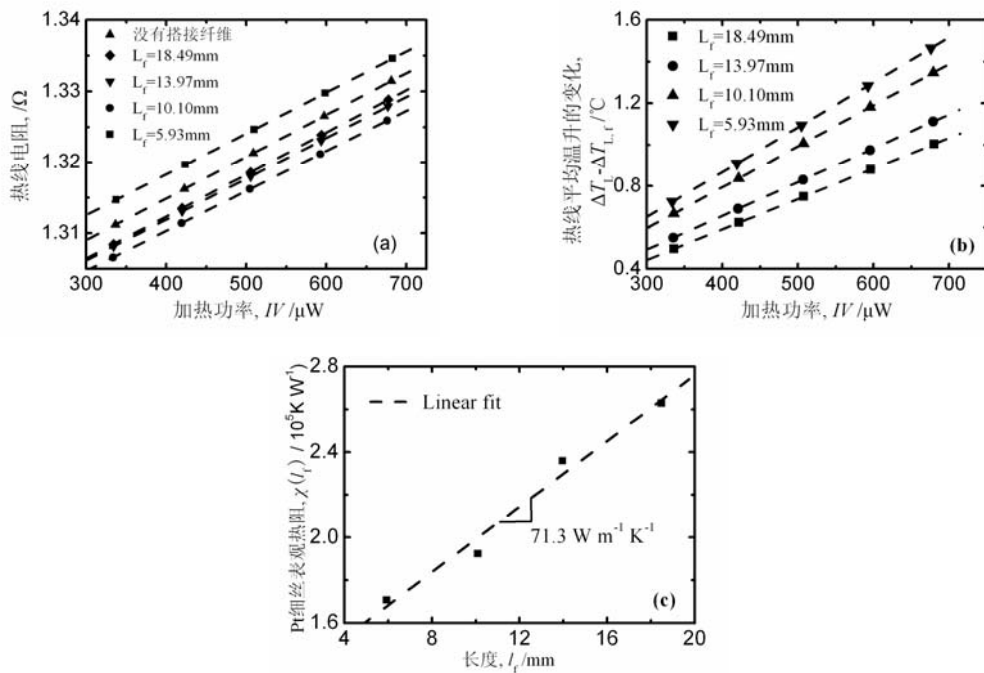


图 8 Pt 细丝的测量结果。(a) 不同 Pt 细丝长度对应的热线电阻随着加热功率的变化关系；(b) 不同 Pt 细丝长度对应热线平均温升的变化与加热功率的关系；(c) 对应 Pt 细丝表观热阻随长度的变化关系。

用同样的方法测量了三根沥青基碳纤维的热导率。测量得到的纤维表观热阻随着长度的变化关系如图 9 所示。从图中可以发现，三根纤维表观热阻与长度的拟合直线基本平行，表示这类纤维样品热导率大小相当；拟合直线的截距存在差距，表示接触节点对应不同的接触热阻。测量得到的真实热导率以及节点接触热阻如表 1 所示。其中与纤维样品 I, II 和 III 对应的节点被铂黑的覆盖面积分别为 70×10^{-9} , 23×10^{-9} 和 $29\times 10^{-9}\text{m}^2$ ，与接触热阻理论吻合，接触热阻随接触面积减小而增大。测量得到纤维的平均热导率为 $1010\text{ W m}^{-1}\text{ K}^{-1}$ ，各个测量之间偏差在 10% 以内，而纤维样品之间截面积的差异可能是导致测量偏差的主要原因。

根据以上分析，变长度“T”形法应用于纤维材料的热导率测量存在以下几个优势：适用性广，能同时测量高、低导热纤维，导电、非导电纤维等材料；变长度过程简单可

靠, 纤维材料径向韧性小, 在改变长度时, 节点很容易保持; 可靠性高, 排除了测量过程中节点接触热阻的影响, 同时减小了纤维长度测量误差; 热阻之间匹配容易实现, 以测量所用的沥青基碳纤维为例, 纤维表观热阻为 $1\sim 2\times 10^5 \text{ KW}^{-1}$, $30\mu\text{mPt}$ 热线热阻为 $1.8\times 10^5 \text{ KW}^{-1}$, 对应热阻比例系数 $0.5\sim 1.1$, 根据图 4 分析, 表观热阻的理论相对不确定小于 5%; 如果纤维长度每隔 4mm 改变一次, 对应热阻比例系数的变化 $\delta\gamma$ 约为 0.14, 满足长度的变化要求。

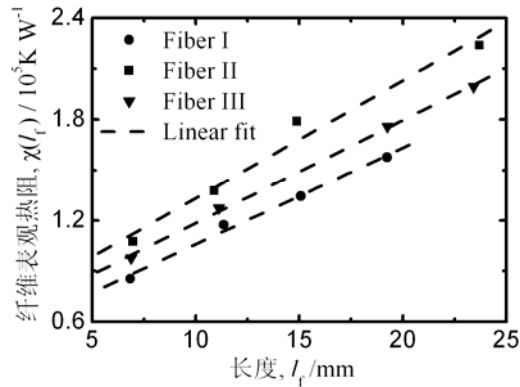


图 9 纤维表观热阻与长度的关系。

表 1 测量纤维热导率 (热线直径 $29.5 \mu\text{m}$, 长度 8.68 mm)

纤维样品	测量热导率, $\lambda_f / \text{W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$	平均热导率, $\lambda_f / \text{W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$	偏差, / %	接触热阻, $R_f / 10^5 \text{ K W}^{-1}$
I	1090	1010	7.9	0.5
II	910	1010	9.9	0.6
III	1030	1010	2.0	0.6

5 结 论

本文用变长度测量解决了“T”形法中的节点接触热阻问题, 并将变长度“T”形法应用于单根纤维材料的热导率测量。在不改变纤维与热线之间接触节点的前提下, 测量不同长度对应的纤维表观热阻, 由表观热阻与长度的拟合直线的斜率得到纤维真实热导率, 拟合直线的截距得到节点的接触热阻。为了提高测量准确性, 热线热阻、纤维热阻以及接触热阻之间需要满足匹配条件; 纤维长度变化所引起的热线平均温升的变化要求在热线温度测量的不确定度以内。测量得到沥青基碳纤维的平均热导率为 $1010 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, 不确定度在 10% 以内。

参考文献

- [1] Zhang X, Fujiwara S, Fujii M. Measurement of thermal conductivity and electrical conductivity of a single carbon fiber, *Int. J. Thermophysics*, 2000,21(4): 493-500
- [2] Fujii M, Zhang X, Xie H, et al. Measuring the thermal conductivity of a single carbon nanotube,

Physical Review Letters, 2005, 95, 065502

- [3] Kim P., Shi L., Majumdar A., et al. Thermal transport measurements of individual multiwalled nanotubes. *Physical Review Letters*, 2001. 87 (21):p. 215502.
- [4] Yu, C., Shi L., Yao Z., et al. Thermal Conductance and Thermopower of an Individual Single-Wall Carbon Nanotube. *Nano Lett.*, 2005. 5(9): p. 1842-1846.
- [5] Pop E., Mann D., Wang Q., et al. Thermal conductance of an individual single-wall carbon nanotube above room temperature. *Nano Lett.*, 2006. 6(1): p. 96-100.
- [6] Choi, T.Y., Poulidakos D., Tharian J., et al., Measurement of the thermal conductivity of individual carbon nanotubes by the four-point three-omega method. *Nano Letters*, 2006. 6(8): p. 1589-1593.
- [7] Yu, C., Saha S., Zhou J., et al., Thermal contact resistance and thermal conductivity of a carbon nanofiber. *Journal of Heat Transfer-Transactions of the Asme*, 2006. 128(3): p. 234-239.
- [8] Madhusudana CV. Thermal contact conductance. New York: Springer; 1996. p. 23.
- [9] Incropera FP, DeWitt DP. Fundamentals of heat and mass transfer. 5th ed. New York: Wiley; 2002. p. 907.