瞬态平面热源法测试技术应用——Application Note：003

低温变真空条件下隔热材料导热系数测试方案研究

依阳实业 EYOUNG INDUSTRY

上海依阳实业有限公司

www.eyoungindustry.com

摘要：针对气凝胶类超低导热系数隔热材料，按照特定要求在不同温度和不同真空度条件下进行导热系数测试方案的制定。详细描述了测试方案的初步内容和相关验证试验。

1. 项目内容

测试气凝胶类隔热材料在不同温度和不同真空度条件下的导热系数。具体测试条件如下：

（1）材料导热系数约 0.015W/mk；

（2）测试环境气压范围 200~1400pa；测试温度范围-80~25℃；

（3）测试环境气体成分分别是氮气和二氧化碳气体。

1.1. 测试方案和相关设备

1.2. 测试方案

（1）针对项目中的低温环境，拟采用现有的低温热辐射和导热系数测试系统来实现。

（2）针对项目中的气压恒定控制，拟借用相应的高精度真空度控制系统来实现。

（3）针对项目中低导热材料，拟采用瞬态平面热源法导热系数测试系统进行测试。

1.2.1. 相关试验装置

低温变真空环境下材料导热系数测试主要采用了低温热辐射与导热系数测试系统。对于低温导热系数测试，所涉及的装置有低温真空腔体、真空度控制系统和瞬态平面热源法导热系数测试系统。

1.2.2. 低温真空腔体

低温真空腔体是低温热辐射系数测试系统中的一套非标定制设备，为热辐射系数和导热系数测试提供低温和真空环境，整个测试系统如图 1-1 所示，低温真空腔体如图 1-2 所示。

低温真空腔体的低温实现采用了大功率低温制冷机，制冷机冷头温度最低可以达到-230℃，真空腔体内部热沉在空载情况下最低温度可以达到-200℃。

图 1-1 低温热辐射与导热系数测试系统

低温真空腔体的高真空实现采用了干泵和低温泵两级真空系统，在空载情况下最高真空度可以达到10^{-6} *Pa* 量级。

由此可以实现液氮温区空间环境的地面模拟，为空间环境下的热物理性能测试提供地面模拟试验环境。

图 1-2 低温真空腔体

1.2.3. 真空度控制系统

低温真空腔体的高真空实现采用了干泵和低温泵两级真空系统，在空载情况下最高真空度可以达到10^{-6} *Pa* 量级。

由此可以实现液氮温区空间环境的地面模拟，为空间环境下的热物理性能测试提供地面模拟试验环境。

按照项目技术要求，需要在 200-1400Pa 范围内测试低温隔热材料导热系数随真空度的变化规律。因此，采用了上海依阳实业有限公司的高精度压强控制系统（真空度控制系统）装配在低温真空腔体真空管路上，实现低温真空腔体高精度真空度恒定控制。

高精度真空度控制系统是一种高度智能化的真空测量仪器和控制设备，采用了人工智能 PID 控制技术，可与国内外各种型号的真空度传感器和调节阀连接，实现高精度真空度定点和线性控制，为可控气氛环境的实现提供了有效可靠技术手段。 高精度真空度控制系统如图 1-3 所示。具体技术指标如下：

- 真空度控制范围：1Pa~133322Pa（根据真空计测量范围确定）
- 模拟量输入：0-10 V；模拟量输出：0-10 V
- 压强传感器的扫描速率： 毫秒
- 控制精度： ±1%；计算机接口形式：RS232C 或 RS485。

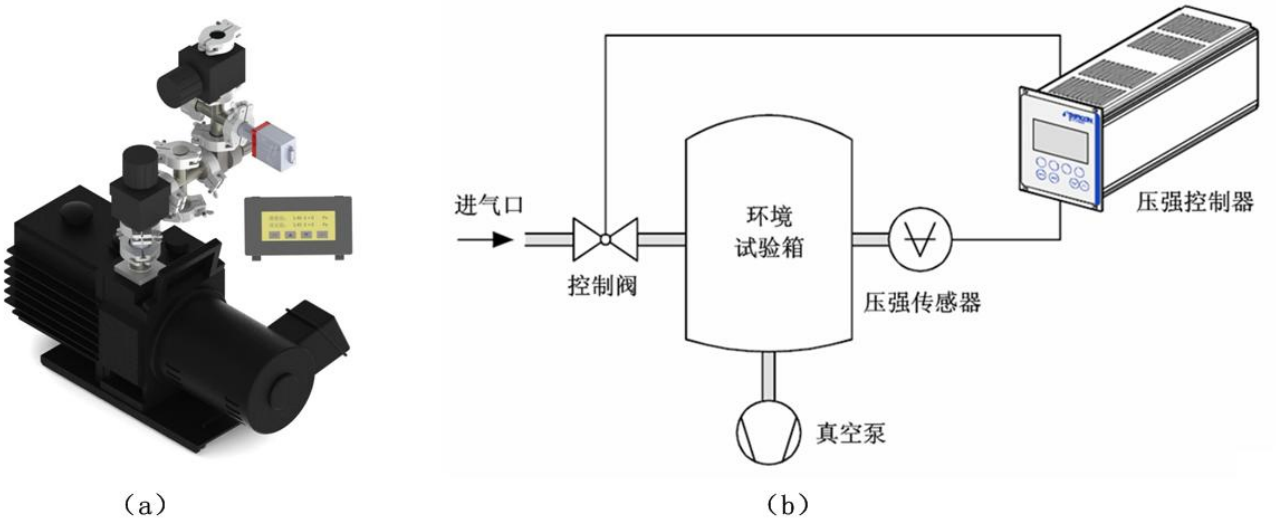

图 1-3 高精度真空度控制系统：（a）控制系统；（b）真空度控制模式

1.2.4. 导热系数测试系统

按照项目要求，所测试材料属于超低导热材料，其导热系数一般比空气还低。因此导热系数测试采用了上海依阳实业有限公司出品的瞬态平面热源法导热系数测试系统，整个导热系数测试系统如图 1-4 所示。

图 1-4 瞬态平面热源法导热系数测试系统

瞬态平面热源法作为一种导热系数绝对测量方法，在理论上可以达到很高测量精度。在被测试样尺寸和其它要素满足测试方法规定的边界条件时，导热系数的测量范围理论上可以没有限制，特别适合超低导热系数材料的测试。因此，对于均质材料，采用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（-269℃~200℃），这种方法可以作为一种标准方法来使用，并与其它导热系数测试方法一起形成有效的补充和相互比对，甚至可以用于校准其它测试方法。

瞬态平面热源法已具有国际标准测试方法，即 ISO 22007-2:2008 Plastics-Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity-Part 2: Transient plane heat source (Hot Disk) method。

瞬态平面热源法导热系数测试系统，是一种多功能测试设备，具有测试块状和分体材料以及薄膜材料的功能，同时还配备了真空腔装置、循环油浴温度控制系统、气体压强控制系统和多通道扫描开关装置，从而实现了在不同温度和气氛压力下对多个试样同时进行测量。测试系统的技术指标如下：

- 温度变化范围：-269℃~200℃（依据所用温度环境装置）。
- 试样形式和尺寸：最大试样尺寸为 60mm × 60mm × 20mm~40mm。
- 试样形式：固体、粉体、膏状物。
- 导热系数测量范围：0.005~500W/mK。
- 导热系数测量精度：优于 ± 5%。
- 导热系数测量重复性：优于 ± 7%。

2. 方案可行性试验

2.1. 400~1400Pa 范围内的真空度控制试验

按照按照项目要求，真空度控制范围为 200~1400Pa。但在实际控制过程中，由于目前只有 1000Torr 和 1Torr 两个量程的真空计，这两个真空计在 200Pa 左右无法覆盖并存在较大误差，因此只进行了 400~1400Pa 范围内的真空度定点控制。为了避免控制点切换过程中的过冲，按照低真空至高真空的顺序进行真空度控制，以 200Pa 为间隔，实际控制曲线如图 2-1 所示。

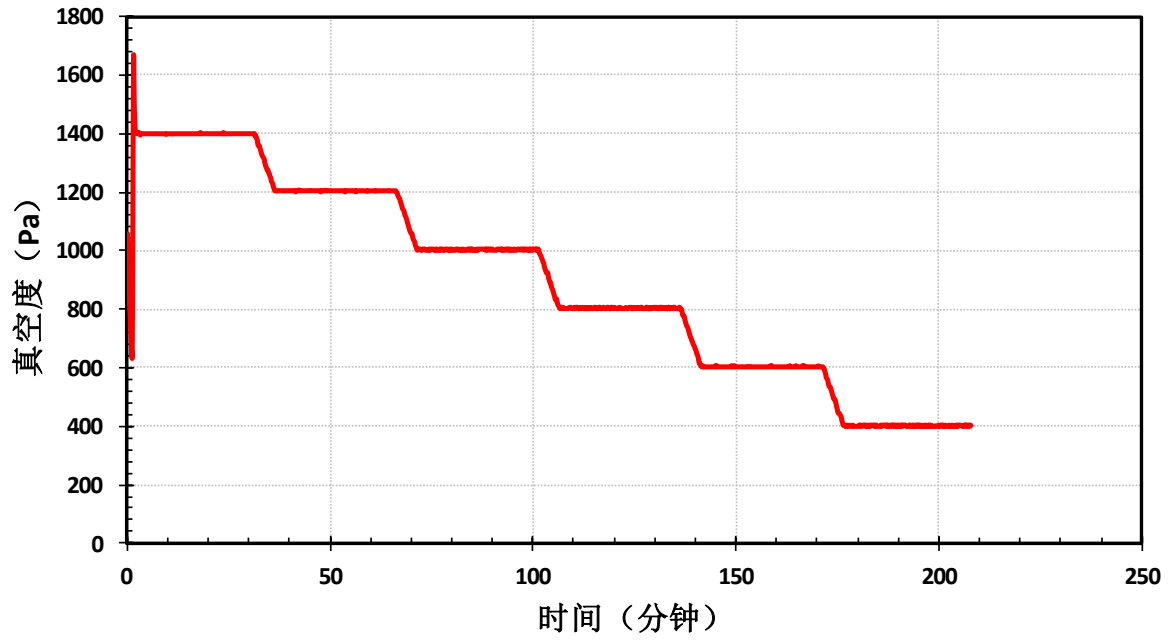

图 2-1 真空度定点控制结果

在 400~1400Pa 范围内共进行了 6 个真空度点的定点恒定控制，恒定控制的波动如表 2-1 所示，由真空度测试数据可以看出此真空度控制系统的恒定控制精度很高，在 400~1400Pa 范围最大波动率为 ± 0.7%，这非常有利于测试中试样温度和试样导热系数的稳定。

表 2-1 真空度定点控制精度

设定点	恒定平均值	波动最大值	波动最小值	最大波动率
400	399	402	397	±0.7%
600	601	605	601	±0.7%
800	803	805	801	±0.3%
1000	1003	1005	1000	±0.3%
1200	1205	1207	1201	±0.3%
1400	1400	1404	1398	±0.3%

2.2. 常温和不同真空度下硬质聚氨酯泡沫塑料导热系数测试试验

在不同恒定真空度下对硬质聚氨酯泡沫塑料的导热系数进行测试，测试试样和测试装置如图 2-2 和图 2-3 所示，其中试样尺寸为 60×60×20mm。测试装置借用了配套的常温测试装置，整个装置整体放置在低温真空腔内。

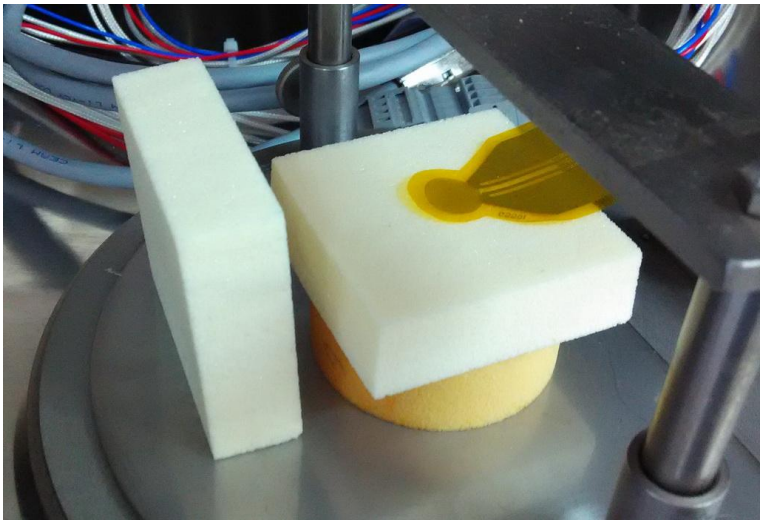

图 2-2 硬质聚氨酯泡沫塑料试样和探测器及试样卡具

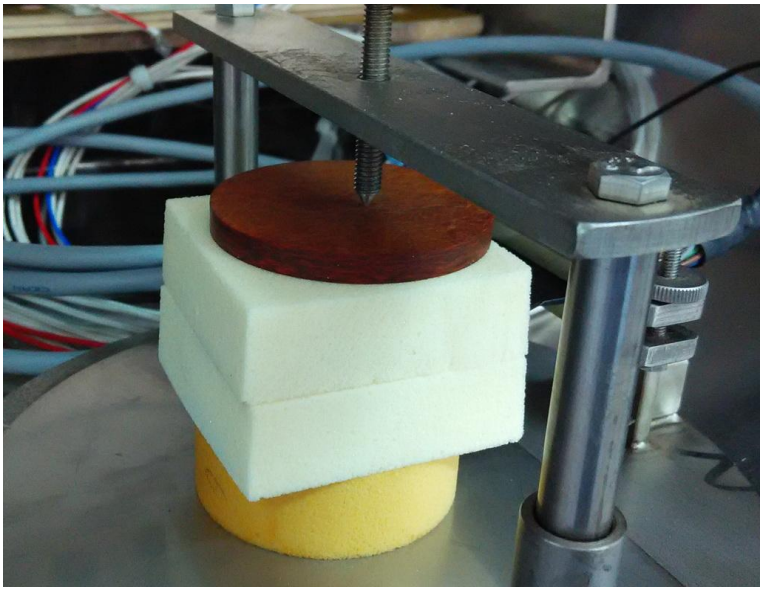

图 2-3 测试状态下的试样及试样架

在 5Pa 至 1 个大气压的真空度范围内共进行了 14 个真空度下的常温导热系数测试，每个真空度下进行两次重复性测试，整个测试过程进行了四天，测试结果如表 2-2 所示。

表 2-2 硬质聚氨酯泡沫塑料导热系数测试数据

真空度	真空度	真空计电压	测试温度	导热系数	导热系数平均值
Pa	Torr	V	℃	W/mK	W/mK
5	0.0375	0.375	22.5	0.0338；0.0337	0.0337
10	0.075	0.750	23.8	0.0355；0.0352	0.0354
17.6	0.1322	1.3254	23.8	0.0362；0.0364	0.0362
400	3.0	0.030	24.7	0.0414；0.0413	0.0413
600	4.5	0.045	24.6	0.0428；0.0427	0.04275
800	6.0	0.060	24.6	0.0434；0.0435	0.0434
1000	7.5	0.075	24.7	0.0436；0.0439	0.0437
1200	9.0	0.090	22.1	0.0435；0.0431	0.04330
1400	10.5	0.105	22.1	0.0430；0.0430	0.0430
2000	15.0	0.150	22.3	0.0430；0.0432	0.0431
5000	37.5	0.375	22.6	0.0435；0.0436	0.0435
10000	75.0	0.750	22.8	0.0440；0.0441	0.0440
50000	375.0	3.750	22.9	0.0444；0.0444	0.0445
133322	常压		23.7	0.0446；0.0448	0.0447

为了直观观察硬质聚氨酯泡沫塑料试样的导热系数随真空度的变化规律，将上述测试数据分别用十进制坐标和对数坐标两种形式进行绘制，如图 2-4 和图 2-5 所示。从图 2-5 所示对数坐标结果中可以更直观的看出变化规律。

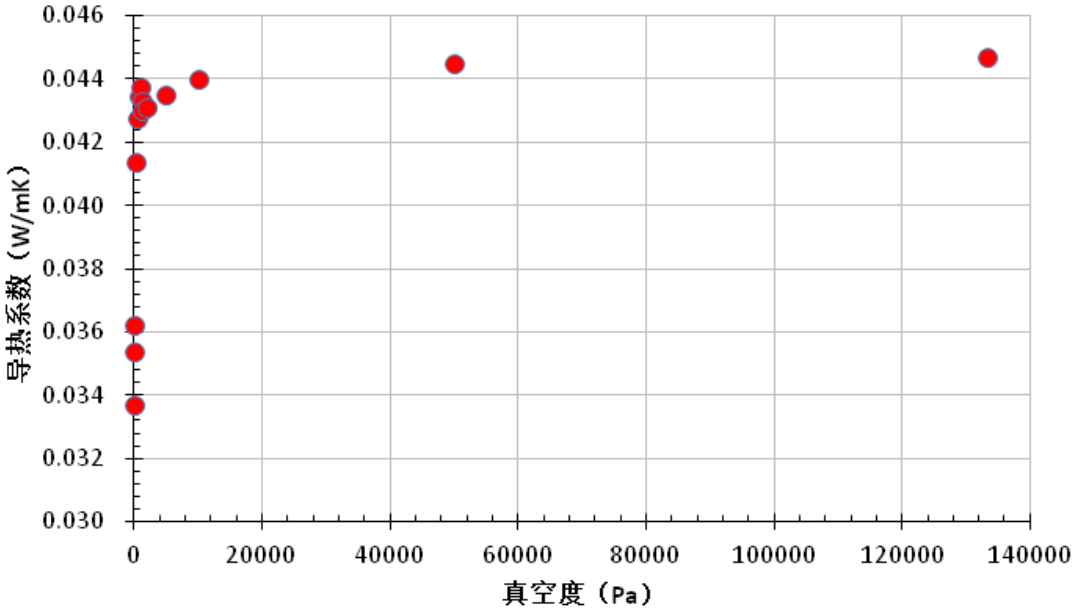

图 2-4 硬质聚氨酯泡沫塑料试样在不同真空度下的导热系数测试结果

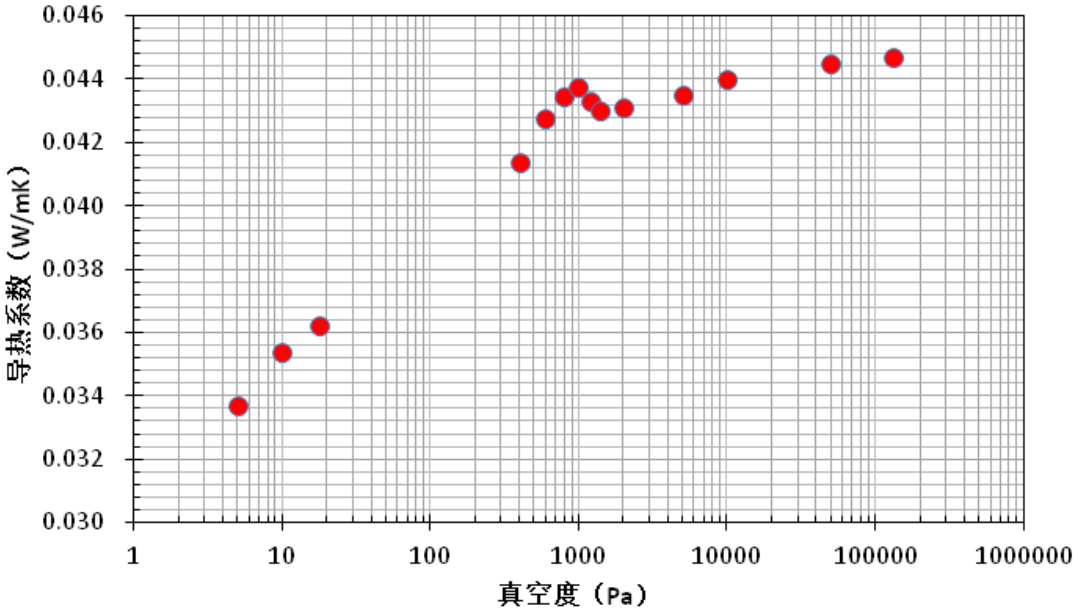

图 2-5 对数坐标下试样在不同真空度下的导热系数测试结果

从图 2-5 所示结果可以明显看出，在 1000Pa 附近导热系数有一个明显波动。由于整个试验是在四天中完成，整个测试过程并不是连续进行，这就容易造成真空控制气氛采用的室温空气具有不同的水分含量，空气中的水分在不同真空度下可能会造成测试结果的偏差，正常测试需要采用高压气瓶中的干燥气体。

2.3. 低温试验

按照项目要求的-80~25℃测试温度范围，首先采用进行了 10℃控温试验和 1400Pa 真空度控制试验。真空度很快就恒定在 1400Pa，但真空腔体内部热沉温度从室温降低到 10℃过程中，真空腔体外部很快就出现了冷凝，使得试验无法进行。由此可见直接采用目前的真空腔体无法进行项目中规定的低温和真空度范围试验。

3. 存在问题及解决方案

从以上方案可行性试验可以看出，现有的测试条件还无法完全满足低温和变真空环境下的导热系数测试，主要存在以下两方面问题：

（1） 现从上海依阳实业有限公司借用的真空度控制系统只包括 1000Torr 和 1Torr 两个量程的真空计，其中只有 1000Torr 真空计（英富康公司薄膜电容规真空计，型号 375-001）的测量范围 0.1~1000Torr（13.3~133322Pa）能满足试验要求。但在实际使用中发现，200~1400Pa 真空度范围已经处于此型号真空计的测量下限，在 600Pa 以下真空度测量误差较大，在 200Pa 时基本无法使用。因此，为了保证 200~1400Pa 范围真空度准确测量和控制，需要型号为 376-001 真空计，其测量范围为 1.33~13332Pa。

（2）如图 3-1 所示为低温真空腔体结构示意图。此低温真空腔主要用于使得筒状热沉至少要达到液氮温度，同时整个真空腔体内部达到10^{-6} *Pa* 真空度。由此使得筒状热沉内部形成低温高真空环境，这有用此内壁涂有黑漆的筒状热沉形成低温高真空黑体空腔，从而模拟空间低温高真空环境，同时高真空环境也起到隔热作用避免热沉上的冷量传递到真空腔体侧壁。而在此项目试验过程中，由于真空腔体内部真空度较低，在进行低于室温的低温降温过程中，制冷机冷头传递给热沉的冷量会通过腔体内部气体对流与热辐射形式快速传递给腔壁，造成真空腔体外壁出现冷凝，同时也无法形成更低温度环境。

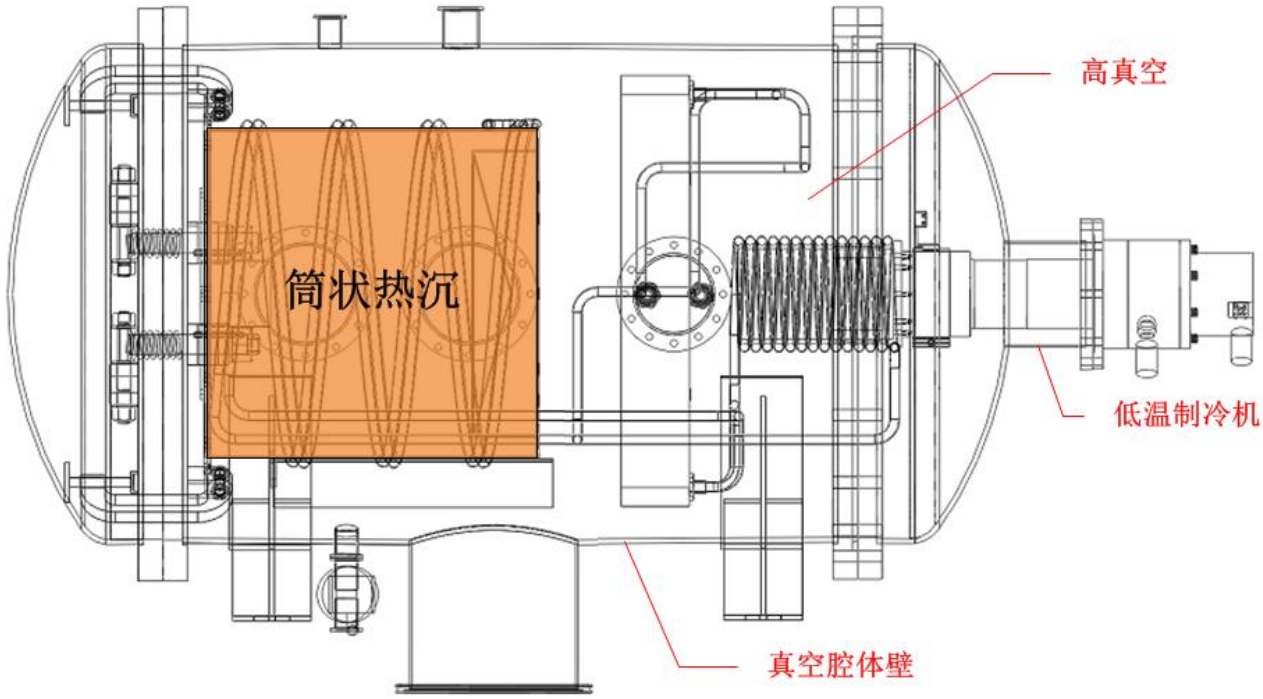

图 3-1 低温真空腔结构示意图

为了解决无法实现低温环境问题，计划在现有筒状热沉端面法兰上制作一个筒状真空腔体，腔体内安装有试样架用于固定被测试样，将此带有试样架的筒状真空腔体放入筒状热沉中，这样此筒状真空腔体形成一个独立的密闭环境用于进行真空度的单独控制，而此筒状真空腔体外部还保持原有的高真空度。

此带有试样架的筒状真空腔体结构设计如所示。

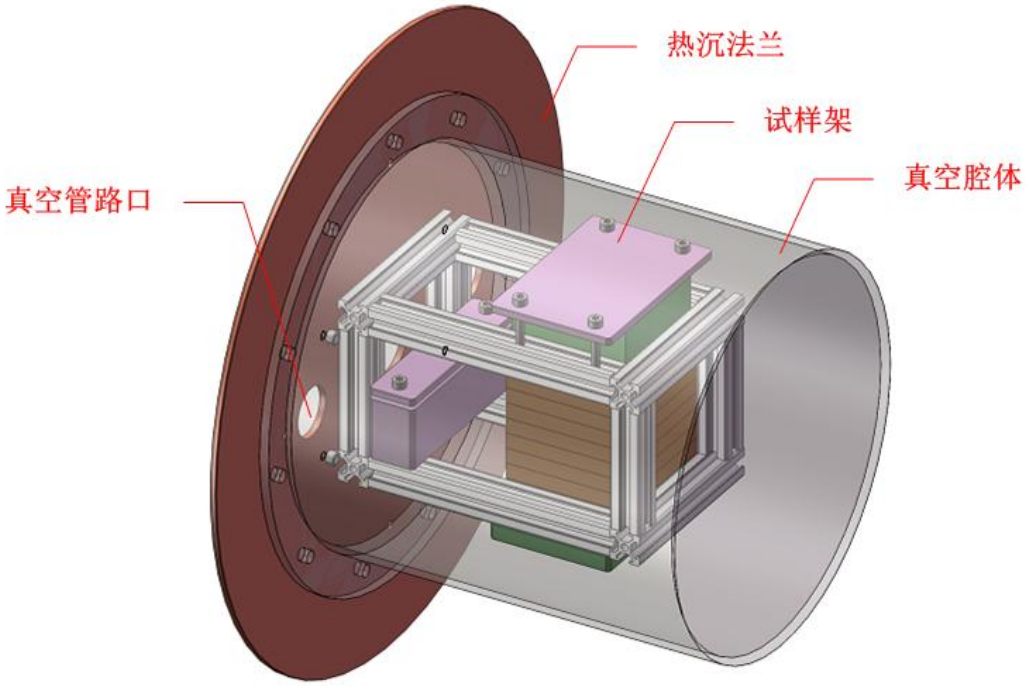

图 3-2 内置在热沉中带有试样架的筒状真空腔体