

瞬态平面热源法测试技术应用——Application Note: 007

采用瞬态平面热源法测量 NIST 标准参考材料 SRM 1453 热导率随真空度的变化

Vacuum Depended Thermal Conductivity Measurement of NIST
SRM 1453 Using Transient Plane Source



摘要：采用低温变真空环境材料热物理性能测试系统和瞬态平面热源法对 NIST 标准参考 SRM 1453 在常温下进行了不同真空度环境下的热导率测试。通过测试评测和验证了瞬态平面热源法热导率测试系统的测量准确性，重点验证低导热材料（热导率 0.03W/mK 左右）测量的准确性。通过真空控制和真空腔提供变真空测试环境，在 $1\text{E}-04\sim 1\text{E}+03\text{Pa}$ 覆盖七个数量级的真空度变化范围内，测试了 SRM 1453 在不同真空度下的热导率，得到一条热导率随真空度变化的完整曲线，以期获得热导率随真空度变化的规律，同时也评估了瞬态平面热源法热导率测试系统测量极低热导率（小于 0.03W/mK ）的能力。

1. 测试目的

美国国家标准与技术研究院（NIST）出品的标准参考材料泡沫聚苯乙烯板 SRM 1453 主要用于 281 至 313 K 温度范围内各种热导率测试仪器和设备的标定和校准，是目前国内外各种低热导率测试方法（稳态保护热板法和稳态热流计法）热导率测试的计量溯源，同样此标准参考材料也可以用于瞬态平面热源法热导率测试的标定和校准，以验证测试方法和测试设备的测量准确性。

为此，采用上海依阳公司出品的瞬态平面热源法热导率测试系统对 NIST SRM 1453 标准参考材料进行热导率测试，以期实现以下目的：

(1) 评测和验证上海依阳公司瞬态平面热源法热导率测试系统的测量准确性，重点验证低导热材料（热导率 0.03W/mK 左右）测量的准确性。

(2) NIST 标准参考材料 SRM 1453 是一种典型的泡沫聚苯乙烯板，由于低密度和具有一定气孔率，所以这种材料的热导率会随真空度增高而减小。因此希望通过在不同真空度下测试 SRM 1453 的热导率，评估上海依阳公司瞬态平面热源法热导率测试系统测量极低热导率（小于 0.03W/mK ）的能力。

(3) 通过真空控制和真空腔提供变真空测试环境，在 $1\text{E}-04\sim 1\text{E}+03\text{Pa}$ 覆盖七个数量级的真空度变化范围内，测试 NIST 标准参考材料 SRM 1453 在不同真空度下的热导率，得到一条热导率随真空度变化的完整曲线，以期获得热导率随真空度变化的规律。

2. 低温变真空瞬态平面热源法热导率测量系统

瞬态平面热源法热导率测量系统是依阳公司低温变真空环境热物理性能测试系统的一部分，采用 HOTDISK 公司配套产品进行热导率测试，配套主机如图 1 所示。

选择 HOTDISK 公司的这台测量装置进行配套，主要考虑了以下几方面因素：

(1) 在采用瞬态平面热源法测试过程中，只需要简单地将探头固定在两块被测试样之间，在试样和探头温度恒定后，测试过程迅速。这样使得与试样直接发生关系的相关装置非常简单，便于对被测试样加载各种环境条件，这非常有助于进行低温和真空环境的材料热导率测试。



图 1 瑞典 HOTDISK 公司热常数分析仪

(2)瞬态平面热源法的热导率测试范围宽泛,基本可以覆盖绝大多数材料的热导率测试。有此采用一台这种测试仪器就可以实现金属和非金属的热导率测试,特别是低温和深低温环境下多涉及隔热材料和金属结构材料,以往至少需要两套大型测试设备才能分别实现隔热材料和金属材料的热导率测试,现在可以通过一套设备完美的解决热导率测试问题。

(3)瞬态平面热源法热导率测试核心装置比较小,所需试样尺寸也不大,这就为多试样同时测量提供了可能。

低温变真空环境材料热物理性能测试系统如图 2 所示,这套系统除了可以进行热导率测试能力之外,主要功能是模拟空间低温高真空环境,测试空间材料的低温热辐射性能。



图 2 低温变真空环境材料热物理性能测试系统

低温变真空瞬态平面热源法热导率测量系统主要技术指标如下:

- (1) 温度范围: $-200^{\circ}\text{C} \sim 200^{\circ}\text{C}$ (任一点可控)。
- (2) 真空度范围: $1 \times 10^{-6} \sim 1 \times 10^5 \text{ Pa}$ (可控制范围 $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^5 \text{ Pa}$)。

(3) 热导率测试范围：400W/mK 以下。

3. 试样和测试卡具

将购置的 NIST 标准材料材料 SRM 1453 切割成 100mm 见方的正方形，如图 3 所示。

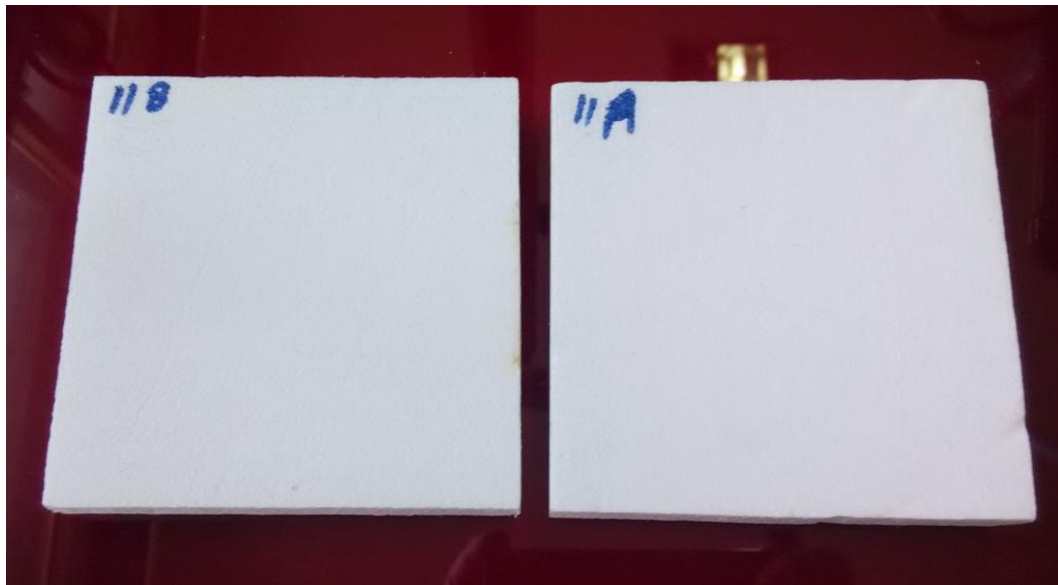


图 3 NIST 标准材料材料 SRM 1453

测试试样和测试卡具整体放置在如图 4 所示的真空腔体内，如图 5 所示将被测的 NIST 标准材料材料 SRM 1453 放入测试卡具内，如图 6 所示试样和探测器压紧后关闭真空腔，即可进行真空度的控制和热导率测试。



图 4 低温高真空腔体

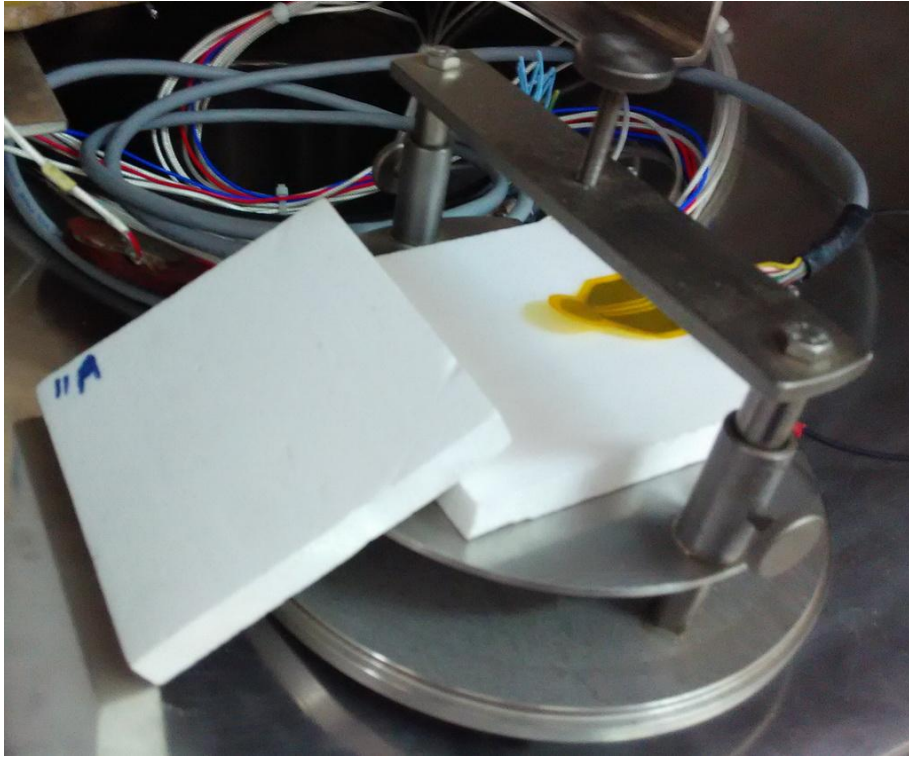


图 5 测试试样和测试卡具

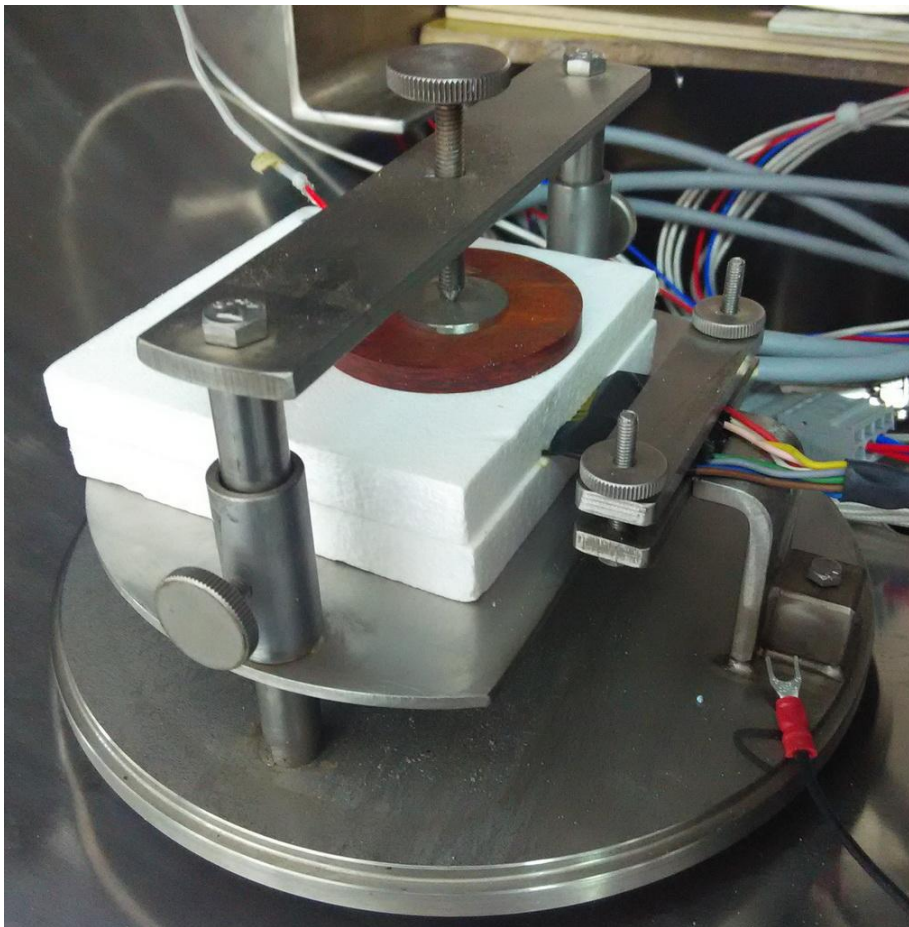


图 6 试样安装完毕后的待测状态

4. 测试结果

在 NIST 标准参考材料 SRM 1453 不同真空度下热导率测试过程中,首先在常温常压下进行测试,然后再逐渐提高真空度并进行真空度控制,真空度控制精度达到 5%,稳定性优于 1%。每个真空度至少恒定半小时后再开始热导率测量,每个真空度下进行 2 次重复性测量,任何 2 次测量间隔至少 30 分钟以上。由于 NIST 标准参考材料 SRM 1453 比较薄,厚度为 14mm,由此在测试中采用了小尺寸的探头,编号 C5501。整个测试过程中,试样温度保持在室温范围内,温度范围为 22℃~23℃。为了便于测量控制及描述,真空度单位采用 Torr,测试结果如下表所示。表中的试验参数表示测试过程中的探头加热功率(毫瓦)和测试时间(秒)。

真空度 (Torr)	热导率 (W/mK)	试验参数 (mW, s)	真空度 (Torr)	热导率 (W/mK)	试验参数 (mW, s)
760	0.03251	40s, 2mW	1	0.01510	80s, 4mW
760	0.03226	40s, 2mW	1	0.01501	80s, 4mW
760	0.03227	40s, 2mW	0.95	0.01491	80s, 4mW
700	0.03220	40s, 3mW	0.9	0.01426	80s, 4mW
600	0.03247	40s, 3mW	0.9	0.01377	80s, 4mW
500	0.03215	40s, 3mW	0.9	0.01350	80s, 4mW
491	0.03211	40s, 3mW	0.7	0.01237	80s, 2mW
300	0.03211	40s, 4mW	0.7	0.01231	80s, 2mW
300	0.03223	40s, 4mW	0.7	0.01230	80s, 2mW
200	0.03195	40s, 7mW	0.7	0.01235	80s, 2mW
200	0.03198	40s, 4mW	0.5	0.01170	160s, 2mW
100	0.03105	80s, 4mW	0.5	0.01154	160s, 2mW
100	0.03121	40s, 7mW	0.3	0.01074	160s, 2mW
70	0.03057	40s, 3mW	0.3	0.01061	160s, 2mW
70	0.03071	40s, 3mW	0.1	0.009561	160s, 2mW
40	0.02977	40s, 3mW	0.1	0.009520	160s, 2mW
40	0.02973	40s, 3mW	0.0375	0.009158	160s, 2mW
30	0.02911	40s, 2mW	0.0375	0.009153	160s, 2mW
30	0.02884	40s, 3mW	0.0183	0.009425	160s, 2mW
20	0.02849	40s, 4mW	0.019	0.009374	160s, 2mW
20	0.02839	40s, 4mW	0.01	0.009172	160s, 1mW
10	0.02862	80s, 4mW	0.01	0.009171	160s, 1mW
10	0.02789	40s, 8mW	0.001	0.008949	160s, 1mW
5	0.0241	80s, 5mW	0.001	0.009006	160s, 1mW
5	0.02442	80s, 4mW	0.005	0.009158	160s, 1mW
2	0.02094	80s, 4mW	0.005	0.008996	160s, 1mW
2	0.01988	80s, 4mW	0.0001	0.009097	160s, 1mW

将以上测试结果绘制成横坐标为真空度、纵坐标为热导率的对数坐标曲线,如图 7 所示。

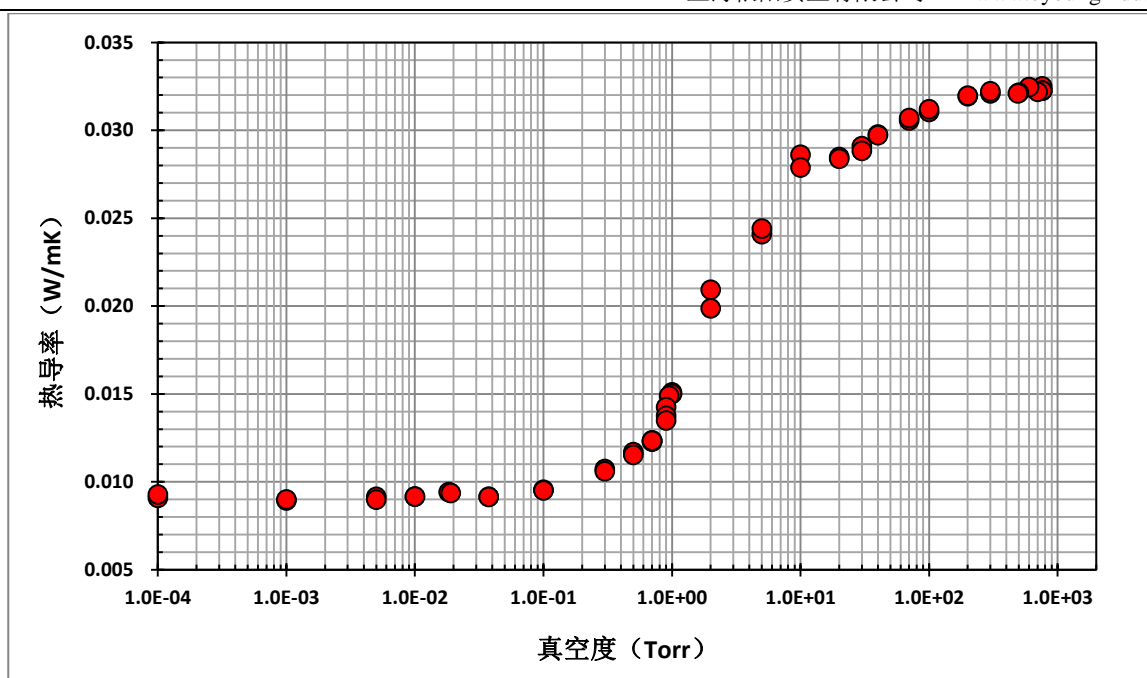


图 7 NIST 标准参考材料 SRM 1453 常温不同真空度下的热导率测试结果

5. 分析与结论

按照 NIST 所提供的 SRM 1453 热导率标准数据，在常温 22℃ 的常压环境下，热导率标准数据为 0.03348W/mK。

按照上述的测试结果，在常温 22℃ 的常压环境下，多次热导率重复性测量测试结果范围为 0.03226~0.03251 W/mK，偏差范围为 2.90%~3.65%，完全处于 ± 5% 的误差范围内。

另外，从图 7 所示的测试结果可以看出，整个真空度变化范围内的热导率测试结果随真空度的提高而下降，整体规律呈现出指数形式。即在 0.1~200Torr 范围内，热导率随真空度变成呈指数关系，而在大于 200Torr 和小于 0.1Torr 的真空度范围内，热导率几乎不再发生变化，这完全符合气体热传导的规律。这也就意味着，这种材料的纯固体热导率为 0.009W/mK 左右，而其它传热则都是气体热传导和接触热阻的贡献。

通过以上测试结果和分析，可以得出以下结论：

(1) 针对 NIST 标准参考材料 SRM 1453 的测试，验证了低温变真空材料热物理性能测试系统的热导率测试误差完全达到小于 ± 5% 的设计指标。

(2) 整个测试系统空间环境的模拟，在 $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^5 Pa$ 真空度范围内真空度可以精确定点控制在 ± 1% 波动范围内。

(3) 特别是通过真空环境下材料极低热导率的测试，证明瞬态平面热源法完全具备超低热导率测试能力，再一次验证了以往瞬态平面热源法隔热材料热导率测试结果经常比保护热板法偏大的原因，再一次证明国内绝大多数隔热材料超低热导率测试结果明显偏低很多，存在巨大的误差。

(4) 此次测量并未采取任何措施降低试样与探测器接触热阻，因此从理论上来说，真实的热导率结果应该比测试结果还要略微偏大一些。