

稳态热流计法测试技术应用——Application Note: 004

热流计法测试低密度刚性隔热瓦 高温有效导热系数

Effective Thermal Conductivity Measurements of Low Density
Thermal Insulation Rigid Tiles Using Heat Flux Method



上海依阳实业有限公司

www.eyoungindustry.com

摘要：为了准确测试低密度刚性隔热瓦的高温导热系数，首先采用瞬态平面热源法进行了常温常压下的导热系数测量，同时瞬态平面热源法也采用美国 NIST 标准参考试样 SRM 1453 进行了测量准确性的考核和验证。然后采用高温热流计法导热系数测试系统对低密度刚性隔热瓦进行了试样热面温度 200℃~1000℃ 的导热系数测量，得到了一条完整的导热系数随温度变化结果曲线。

1. 低密度刚性隔热瓦试样

送样单位送来的低密度刚性隔热瓦试样拆封前后图片如图 1-1 和图 1-2 所示。



图 1-1 包装试样

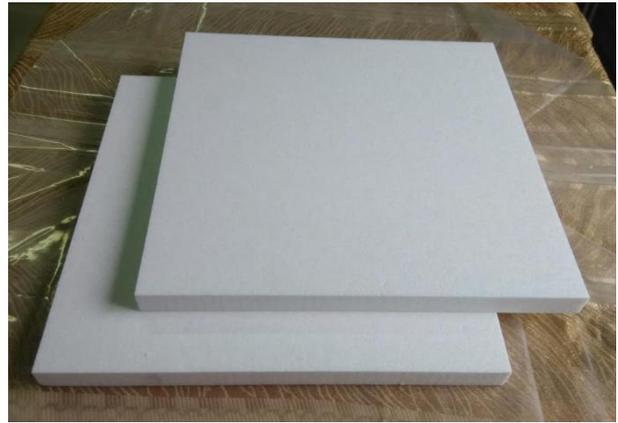


图 1-2 拆封试样

分别对两块试样进行编号和尺寸及密度测量。

图 1-3 所示为 1 号试样,长宽厚分别为 300×300×19.71mm,重量 435g,密度 0.25g/cm³。

图 1-4 所示为 2 号试样,长宽厚分别为 300×300×16.82mm,重量 445g,密度 0.25g/cm³。

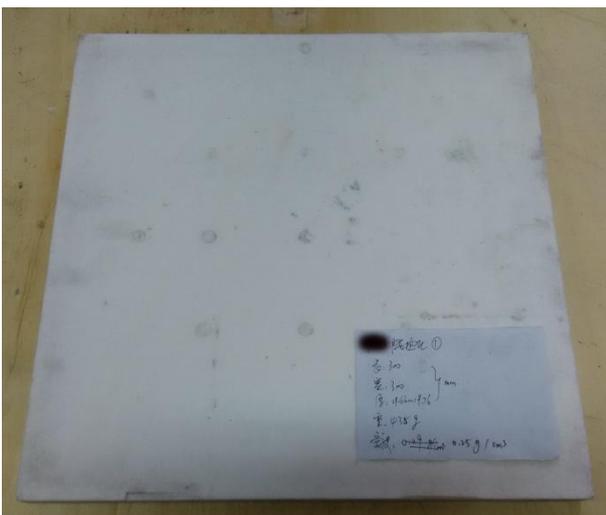


图 1-3 低密度刚性隔热瓦 1 号试样

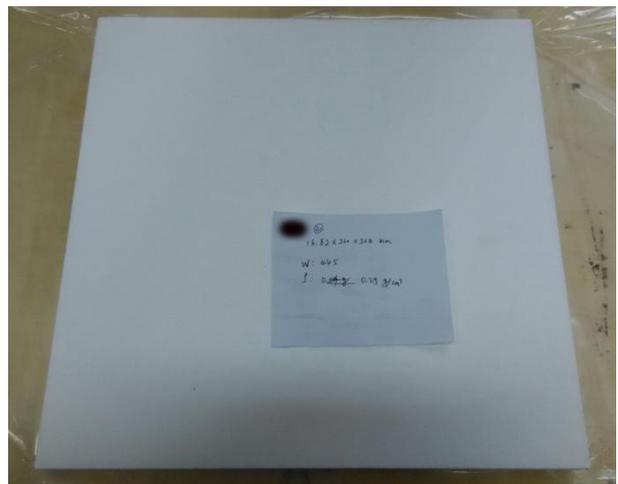


图 1-4 低密度刚性隔热瓦 2 号试样

其中 1 号试样是经过 1000℃ 高温试验后的尺寸和密度测量数据,与 2 号未经高温试验的密度相比,高温试验前后的密度基本未发生改变。

2. 瞬态平面热源法测试

为了验证和考核低密度刚性隔热瓦导热系数测试的准确性，首先在常温常压下采用 ISO 22007-2-2008 塑料-热传导率和热扩散率的测定.第 2 部分瞬时平面热源法，对导热系数与低密度刚性隔热瓦同量级的美国 NIST 标准参考材料 SRM 1453(发泡聚苯乙烯板)进行测试，以期实现以下目的：

(1) 评测和验证瞬态平面热源法导热系数测试系统的测量准确性，重点验证低导热材料（导热系数 0.03W/mK 左右）测量的准确性，以保证低密度刚性隔热瓦常温常压下导热系数测量的准确性。

(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，所以这种材料的导热系数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 的导热系数，评估瞬态平面热源法导热系数测试系统测量极低导热系数（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 1E-04~1E+03Torr 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 在不同真空度下的导热系数，得到一条导热系数随真空度变化的完整曲线，以期获得导热系数随真空度变化的规律。

2.1. 测试美国 NIST 标准参考材料 SRM 1453

2.1.1. 美国 NIST 标准参考材料 SRM 1453

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 2-1 所示。

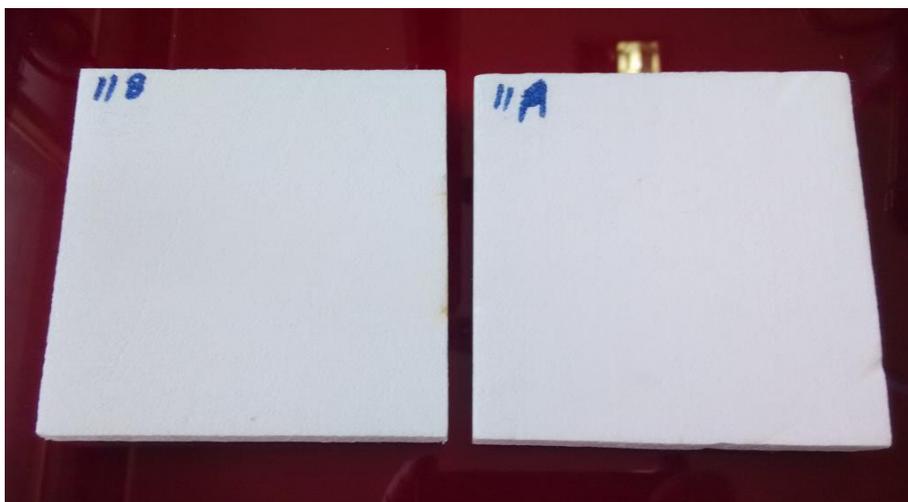


图 2-1 NIST 标准材料材料 SRM 1453

2.1.2. 美国 NIST 标准参考材料 SRM 1453 导热系数标准数据

美国 NIST 标准参考材料 SRM 1453（发泡聚苯乙烯板）导热系数数据不仅与温度有关，而且会随材料的密度发生变化，这里仅给出导热系数与温度和密度的关系式：

$$\lambda = 0.00111 - 0.0000424\rho + 0.000115T_m$$

式中： ρ 表示体积密度，单位 kg/m^3 ； T_m 表示整个体积密度和温度范围内的测试平均温度，密度范围为 $37 \sim 46kg/m^3$ ，温度范围为 $281 \sim 313K$ 。

2.1.3. 瞬态平面热源法测试 SRM 1453 导热系数

测试试样和测试卡具整体放置在如图 2-2 所示的真空腔内，如图 2-3 所示将被测的 NIST 标准材料 SRM 1453 放入测试卡具内，如图 2-4 所示试样和探测器压紧后关闭真空腔，然后进行真空度控制和导热系数测试。



图 2-2 高真空试验腔体

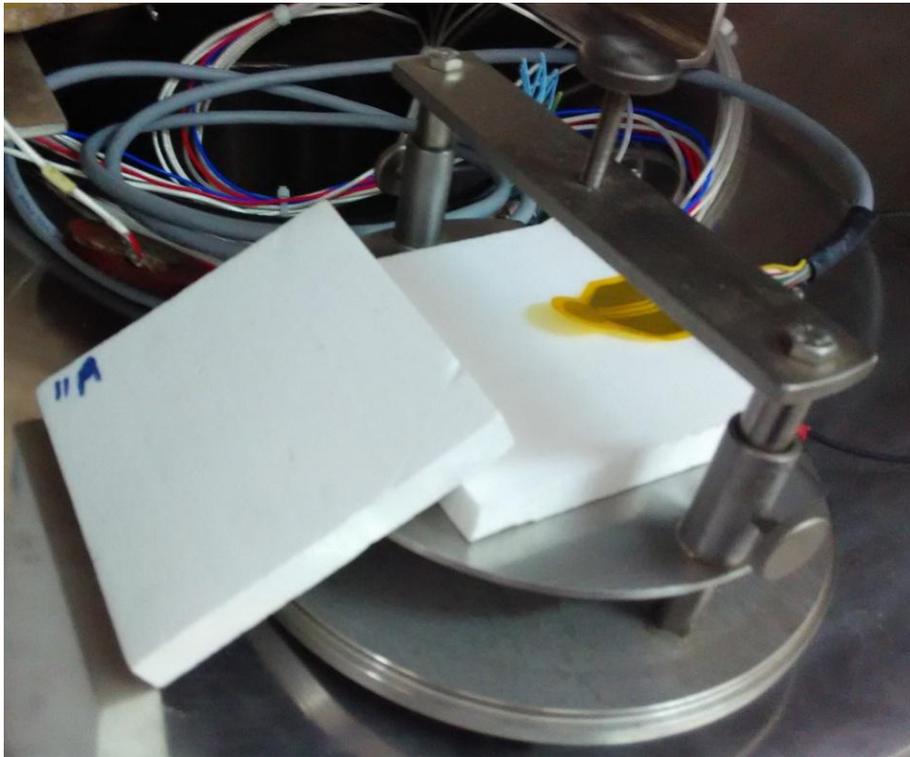


图 2-3 测试试样和测试卡具

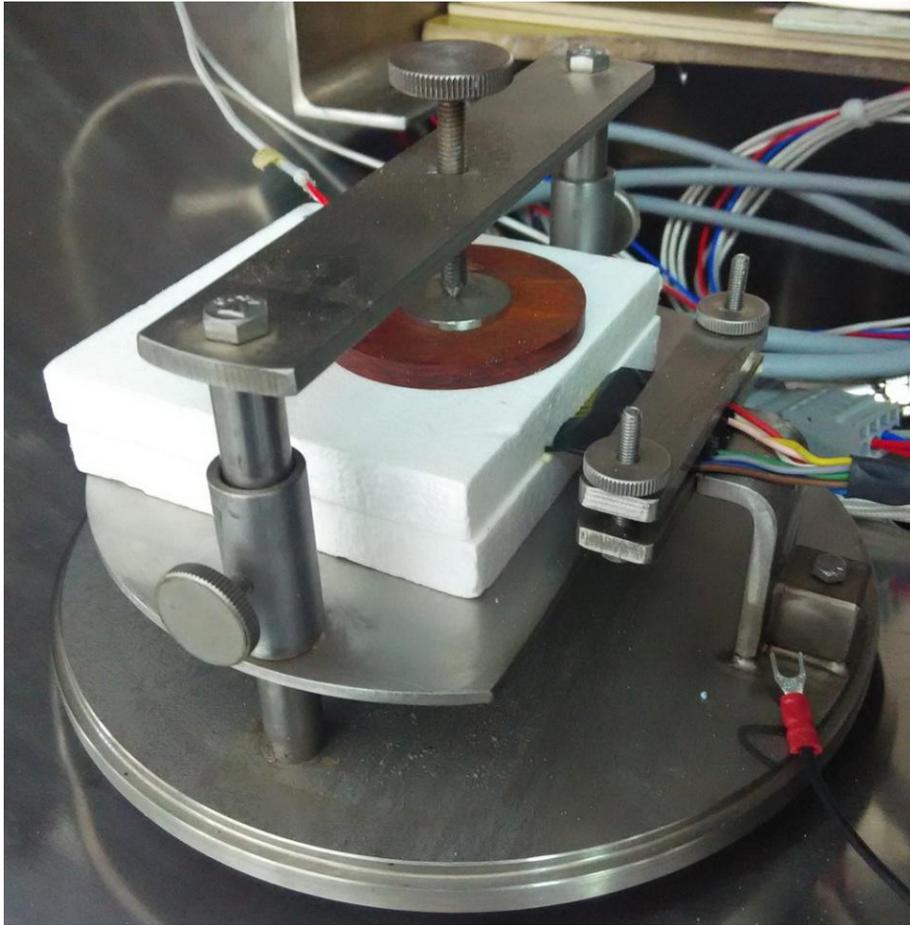


图 2-4 试样安装完毕后的待测状态

在 NIST 标准参考材料 SRM 1453 不同真空度下导热系数测试过程中,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导热系数测量,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) | 导热系数 (W/mK) | 试验参数 (mW, s) | 真空度 (Torr) | 导热系数 (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、纵坐标为导热系数的对数坐标曲线，如图 2-5 所示。

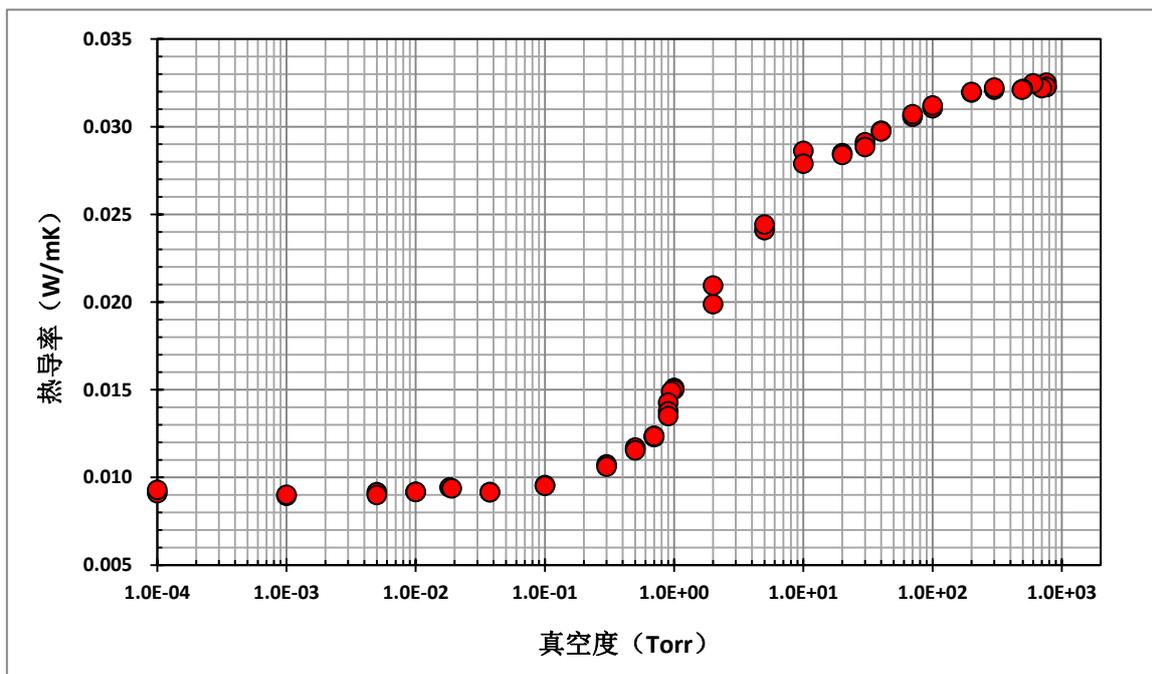


图 2-5 美国 NIST 标准参考材料 SRM 1453 常温不同真空度下的导热系数测试结果

2.1.4. 分析与结论

按照 NIST 所提供的 SRM 1453 导热系数标准数据，在常温 22℃ 的常压环境下，导热系数标准数据为 0.03348W/mK。

按照上述的测试结果，在常温 22℃ 的常压环境下，多次导热系数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 2-2 所示的测试结果可以看出，整个真空度变化范围内的导热系数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，导热系数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，导热系数几乎不再

发生变化，这完全符合气体热传导的规律。这也就意味着，这种材料的纯固体导热系数为 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导热系数测试误差完全达到小于 $\pm 5\%$ 的设计指标。

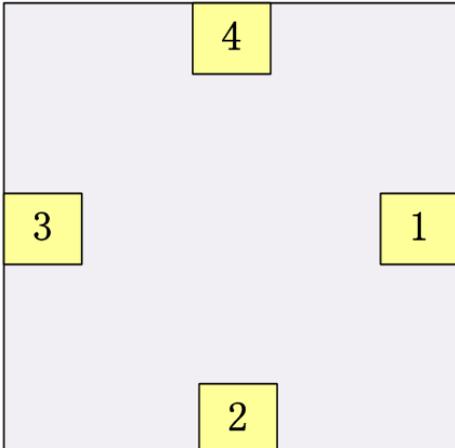
(2) 整个测试系统空间环境的模拟，在 $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^5 \text{ Pa}$ 真空度范围内真空度可以精确定点控制在 $\pm 1\%$ 波动范围内。

(3) 特别是通过真空环境下材料极低导热系数的测试，证明瞬态平面热源法完全具备超低导热系数测试能力，再一次验证了以往瞬态平面热源法隔热材料导热系数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导热系数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，真实的导热系数结果应该比测试结果还要略微偏大一些。

2.2. 常温常压下测试低密度刚性隔热瓦

将 $300 \times 300\text{mm}$ 见方的 1 号和 2 号低密度刚性隔热瓦试样夹持住瞬态平面热源法探头并采用两个铜块压紧。采用 C5501 探头进行测量，功率 7mW ，加热时间 40s ，室温 22°C 。探头分别放置在如图 3-3 所示试样上的四个边缘位置进行测量，每个位置重复测量 2 次，由此获得试样不同位置处的导热系数，取平均后得到这两个试样的导热系数平均值，测试结果如图 2-6 所示。



| 位置 | 热导率测量值 | 热导率平均值 | 偏差 |
|----|--------|--------|-------|
| | (W/mK) | (W/mK) | (%) |
| 1 | 0.0699 | 0.0681 | 0.7% |
| 1 | 0.0698 | | 0.7% |
| 1 | 0.0690 | | 0.4% |
| 2 | 0.0653 | | -1.2% |
| 2 | 0.0659 | | -0.9% |
| 3 | 0.0675 | | -0.3% |
| 3 | 0.0675 | | -0.2% |
| 4 | 0.0691 | | 0.4% |
| 4 | 0.0693 | | 0.5% |

图 2-6 低密度刚性隔热瓦试样不同测试位置示意图和导热系数测试结果

3. 高温热流计法测试

将被测试样放入高温热流计法导热系数测试系统中，如图 3-1 所示。

针对低密度刚性隔热瓦 1 号试样进行测试。首先进行试样热面温度为 300 、 500 、 700 、 900 和 1000°C 共 5 个温度点下的常压下导热系数测试，水冷板由油浴恒定控制在 10°C 。但由于 1000°C 试验未完成，仅得到 300 、 500 、 700 和 900°C 下的测试结果，图 3-2 ~ 图 3-4 分别对应的热面温度、冷面温度和热流密度测试结果曲线。



图 3-1 装入高温热流计法导热系数测试系统中的被测试样

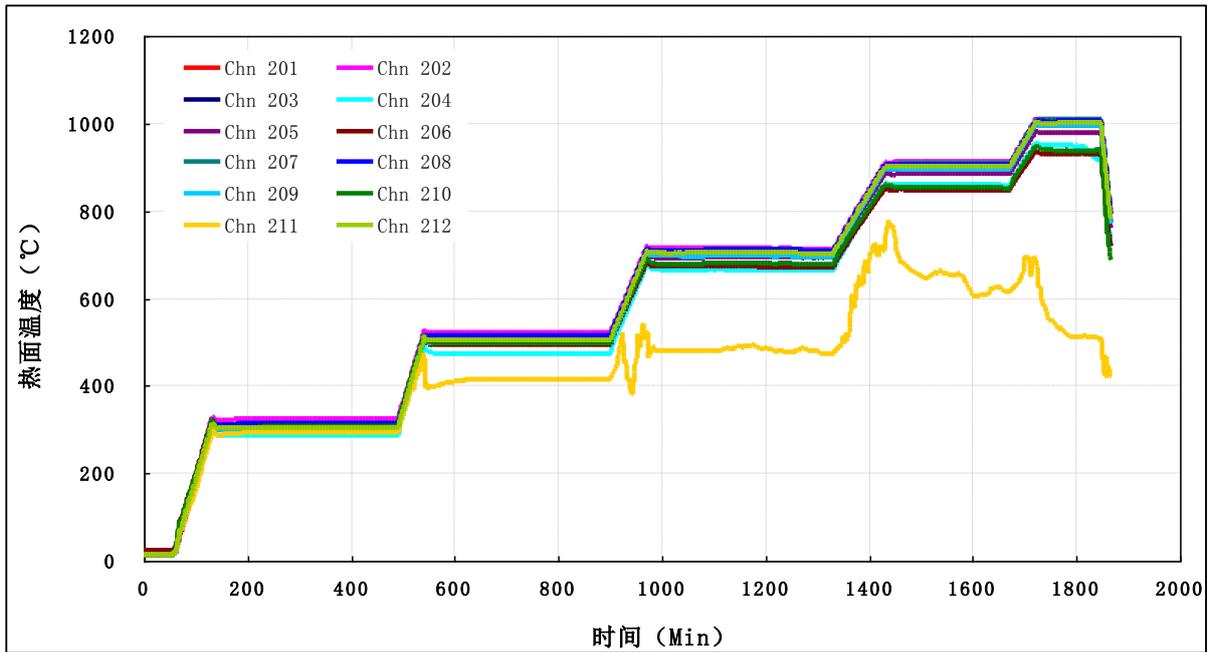


图 3-2 整个试验过程中的试样热面温度随时间变化曲线

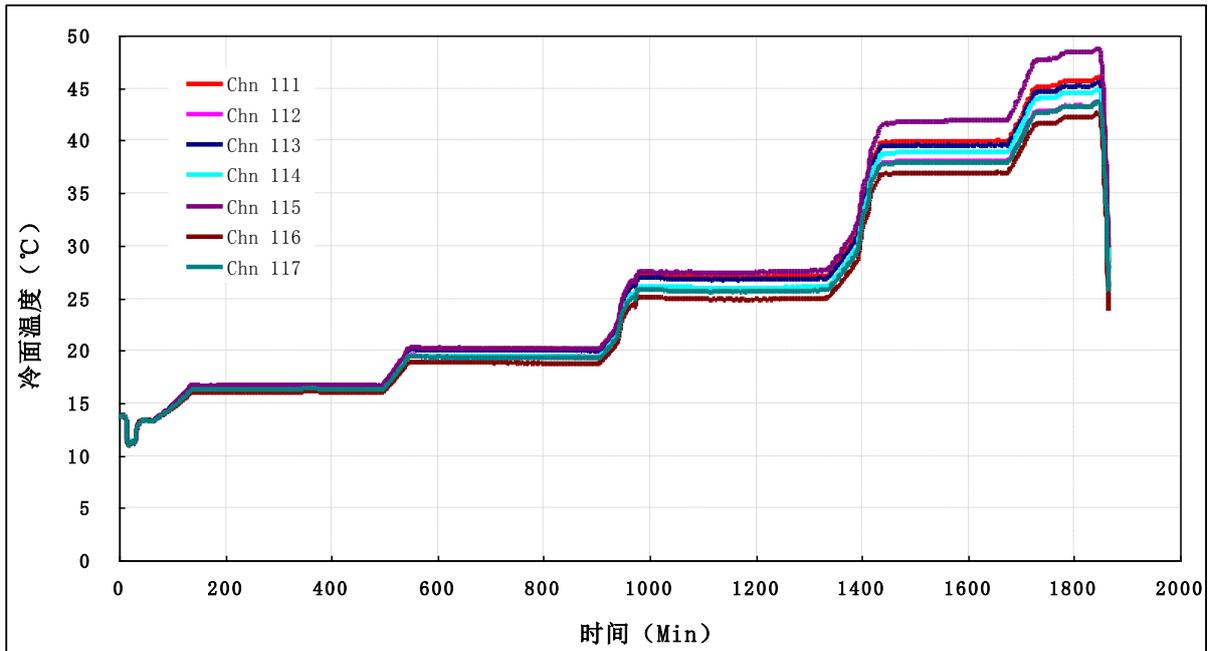


图 3-3 整个试验过程中的试样冷面温度随时间变化曲线

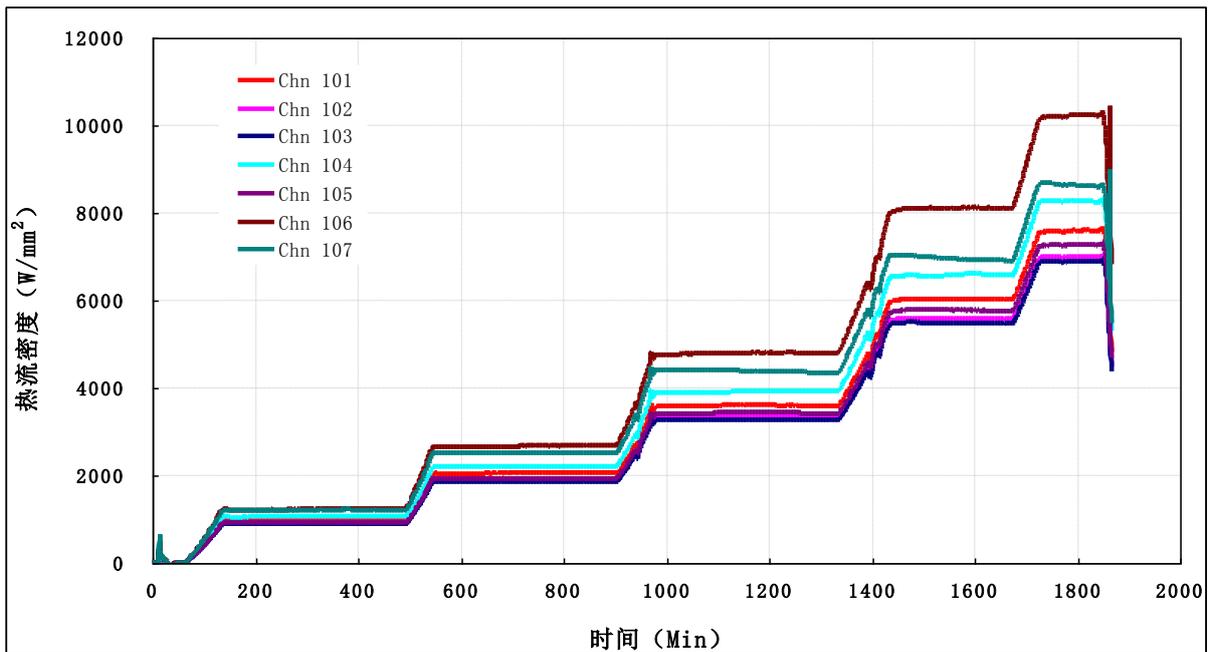


图 3-4 整个试验过程中的试样厚度方向热流密度随时间变化曲线

下表是 300、500、700 和 900℃ 下的试验结果列表：

| | | | | |
|---------------|--------|---------|---------|---------|
| 热面温度 (°C) | 307.05 | 507.46 | 707.05 | 907.88 |
| 冷面温度 (°C) | 16.65 | 20.09 | 27.09 | 39.97 |
| 热流密度 (W/mm²) | 998.89 | 2055.18 | 3594.87 | 6028.79 |
| 冷热面温差 (°C) | 290.40 | 487.37 | 679.96 | 867.92 |
| 平均温度 (°C) | 161.85 | 263.77 | 367.07 | 473.93 |
| 有效导热系数 (W/mK) | 0.0684 | 0.0839 | 0.1052 | 0.1382 |

针对低密度刚性隔热瓦 1 号试样进行测试，再进行试样热面温度为 200、400、600、800 和 1000℃ 共 5 个温度点在常压下有效导热系数测试，在测试过程中水冷板由油浴始终恒定控制在 10℃，图 3-5 ~ 图 3-7 分别对应的热面温度、冷面温度和热流密度测试结果曲线。

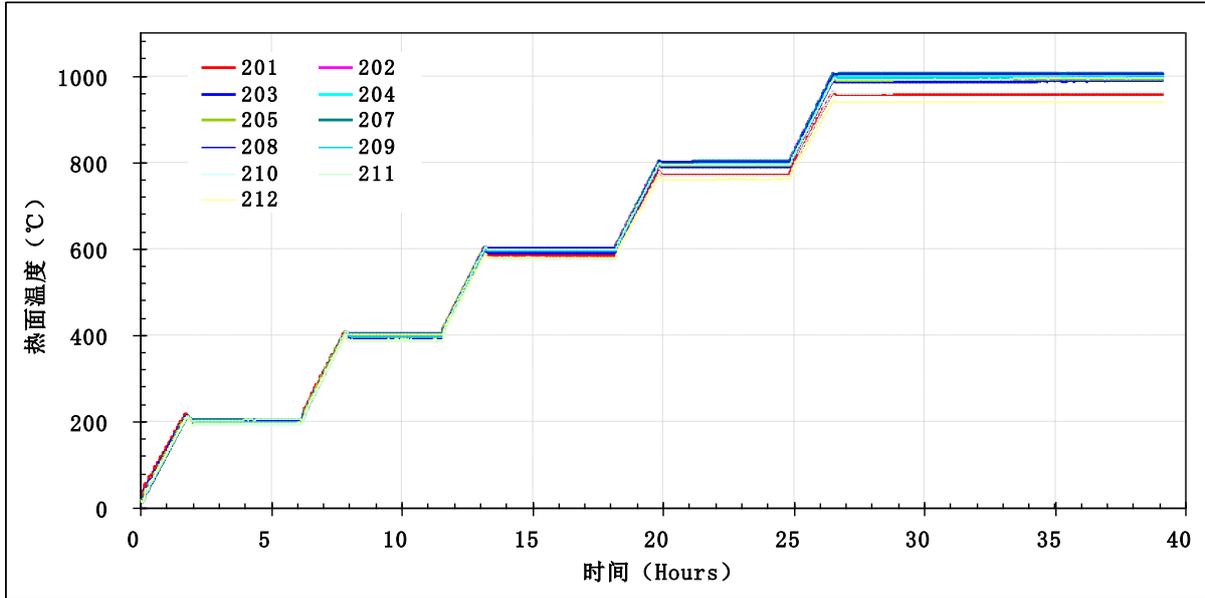


图 3-5 整个试验过程中的试样热面温度随时间变化曲线

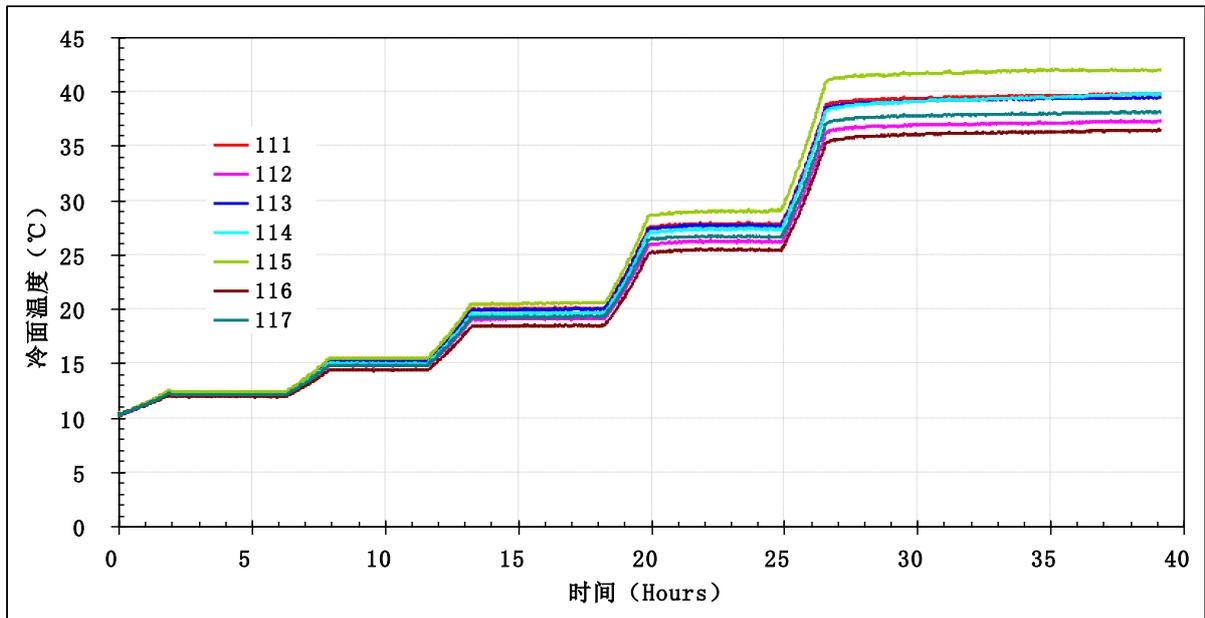


图 3-6 整个试验过程中的试样冷面温度随时间变化曲线

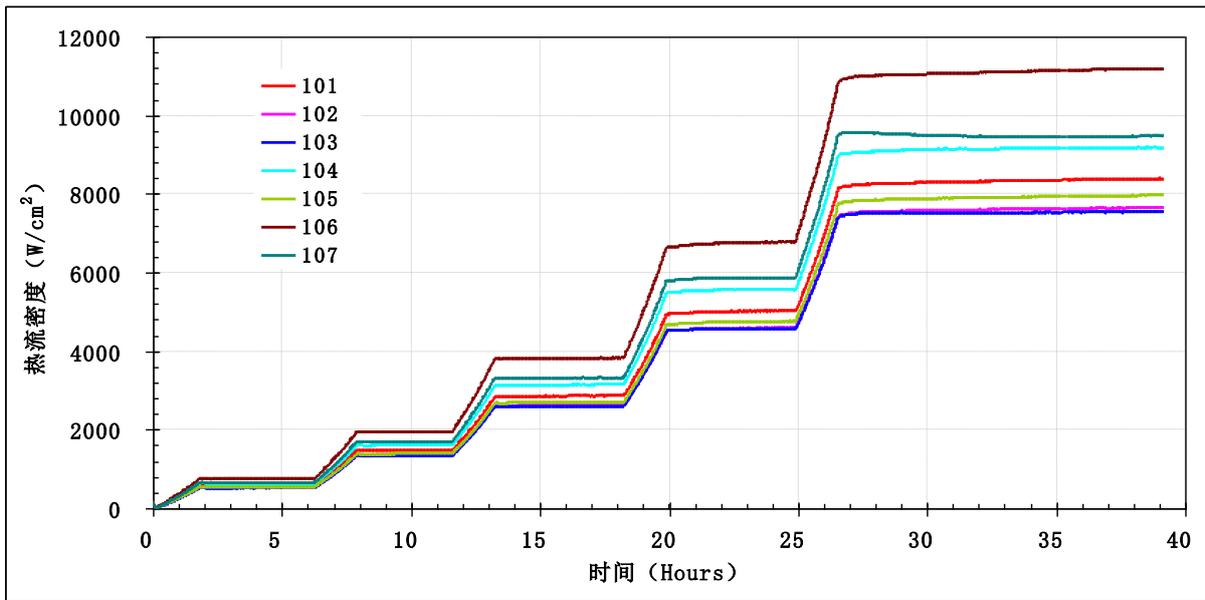


图 3-7 整个试验过程中的试样厚度方向热流密度随时间变化曲线

下表是 200、400、600、800 和 1000℃ 下的试验结果列表：

| | | | | | |
|---------------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 热面温度 (℃) | 204.2 | 402.3 | 600.2 | 801.2 | 1004.3 |
| 冷面温度 (℃) | 12.2 | 15.2 | 20.0 | 27.8 | 39.7 |
| 热流密度 (℃) | 580.1 | 1479.1 | 2859.8 | 5018.1 | 8375.7 |
| 冷热面温差 (℃) | 192.0 | 387.1 | 580.2 | 773.4 | 964.5 |
| 平均温度 (℃) | 108.2 | 208.8 | 310.1 | 414.5 | 522.0 |
| 有效导热系数 (W/mK) | 0.0601 | 0.0761 | 0.0981 | 0.1291 | 0.1728 |

将以上两次不同温度下的汇总后，得到 200~1000℃ 范围内有效导热系数，如下表所示：

| 热面温度 (℃) | 冷面温度 (℃) | 平均温度 (℃) | 冷热面温差 (℃) | 有效导热系数 (W/mK) |
|----------|----------|----------|-----------|---------------|
| 204.2 | 12.2 | 108.2 | 192.0 | 0.0601 |
| 307.1 | 16.7 | 161.9 | 290.4 | 0.0684 |
| 402.3 | 15.2 | 208.8 | 387.1 | 0.0761 |
| 507.5 | 20.1 | 263.8 | 487.4 | 0.0839 |
| 600.2 | 20.0 | 310.1 | 580.2 | 0.0981 |
| 707.1 | 27.1 | 367.1 | 680.0 | 0.1052 |
| 801.2 | 27.8 | 414.5 | 773.4 | 0.1291 |
| 907.9 | 40.0 | 473.9 | 867.9 | 0.1382 |
| 1004.3 | 39.7 | 522.0 | 964.5 | 0.1728 |

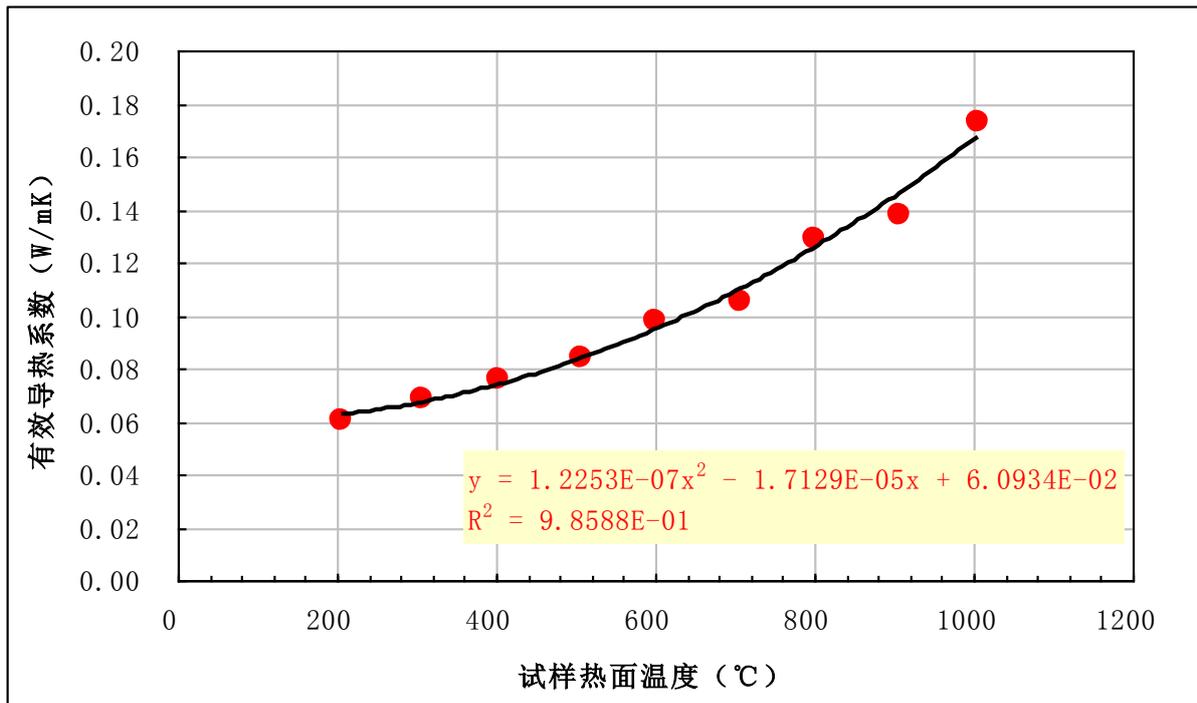


图 3-7 低密度刚性隔热瓦高温有效导热系数测试结果

4. 分析及结论

以上高温热流计法低密度刚性隔热瓦的导热系数测试是首次进行高温大温度梯度测试的结果，而且还是分为两次独立的升温过程进行测量。按照目前的测试程序，有可能会选择首先进行 100、300、500、700、900 和 1000℃ 的升温过程测试以及 800、600、400 和 200℃ 的降温过程测试，这样一个升降温过程可以得到一个完成的测试曲线，测试效率也较高。

对比图 2-5 和图 3-7 所示的瞬态平面热源法和高温热流计法测试结果，可以看出瞬态平面热源法的测试结果要比热流计法测试结果偏高约 16% 以上，这也是采用这两种方法测试其他隔热材料普遍存在的现象，分析可能是高温热流计法测试过程中，由于试样表面的不平整度和粗糙度造成测试过程中的接触热阻明显要比瞬态平面热源法测试中的要高，热流计法试样的测试结果中包含了试样的接触热阻，使得测试结果偏低。