

热分析测试技术应用——Application Note: 007

两种相变材料热性能 标准测试方法比较

Comparison of Two Methods for Measuring Thermal
Performance of Phase Change Materials



上海依阳实业有限公司

www.eyoungindustry.com

摘要：本文针对相变材料热性能测试的两个国际标准测试方法，ASTM C1784 和 RAL-GZ 896，对这两种方法的进行了简述来和比较，使得对相变材料热性能测试评价有更深刻的了解，以便在实际应用中做出更合理的选择和应用。

关键词：相变材料、热性能、标准测试方法

1. 引言

对于相变材料热性能测试，目前国际上有两个机构分别颁布了相应标准测试方法，一个是美国材料与试验协会 ASTM (American Society for Testing and Materials)，另一个是相变材料质量协会 (Quality Association PCM)。

美国 ASTM 是一个众所周知的标准化组织机构，在 2013 年针对相变材料热性能测试评价颁布了标准测试方法 ASTM C1784-13 “Standard Test method for Using a Heat Flow Meter Apparatus for Measuring Thermal Storage Properties of Phase Change Materials and Products”。

为了制订相变材料性能要求和合适的质量保证规范，2004 年国际上一些公司机构成立了相变材料质量协会 (Quality Association PCM)，2006 年德国质量保证与认证研究院 (RAL) 接受了该协会制订的相变材料质量和测试规范 (Quality and Testing Specifications for PCM : RAL-GZ 896)，并允许使用 RAL 质量标志授予高质量的相变材料产品。

对于相变材料热性能的测试评价，主要包括以下几方面的内容：

(1) 储热量：相变材料可以再次吸收和释放的热量，一般是越多越好。

(2) 相变温度：相变材料吸收和释放热量的温度范围定义，一般应该是尽可能的狭窄和恒定。

(3) 导热性能：导热系数应尽可能高，以便能够快速完整地传输热量。

(4) 稳定性：使用寿命尽可能长并没有明显的性能损失。

目前国际上针对相变材料的这两个标准测试方法，在热性能测试评价上各有侧重。本文将通过对这两种方法的

简述来对这两种方法进行比较，使得对相变材料热性能测试评价有更深刻的了解，以便在实际应用中做出更合理的选择和应用。

2. 相变材料热性能标准测试方法

(1) RAL-GZ 896

RAL-GZ 896 包括了三个标准测试方法，分别用于相变温度和蓄热、导热系数以及循环稳定性的测试，所对应的标准测试方法分别为 DSC 法、T-History 法和多层量热计法。

(2) ASTM C1784

ASTM C1784 是基于 ASTM C518 稳态热流计法传热性能测量装置所建立的测试方法，除了可以测量相变材料的相变温度和蓄热量之外，自然也可以测量相变材料的导热系数和循环稳定性。

基于 ASTM C1784 方法测量装置结构如图 2-1 所示。

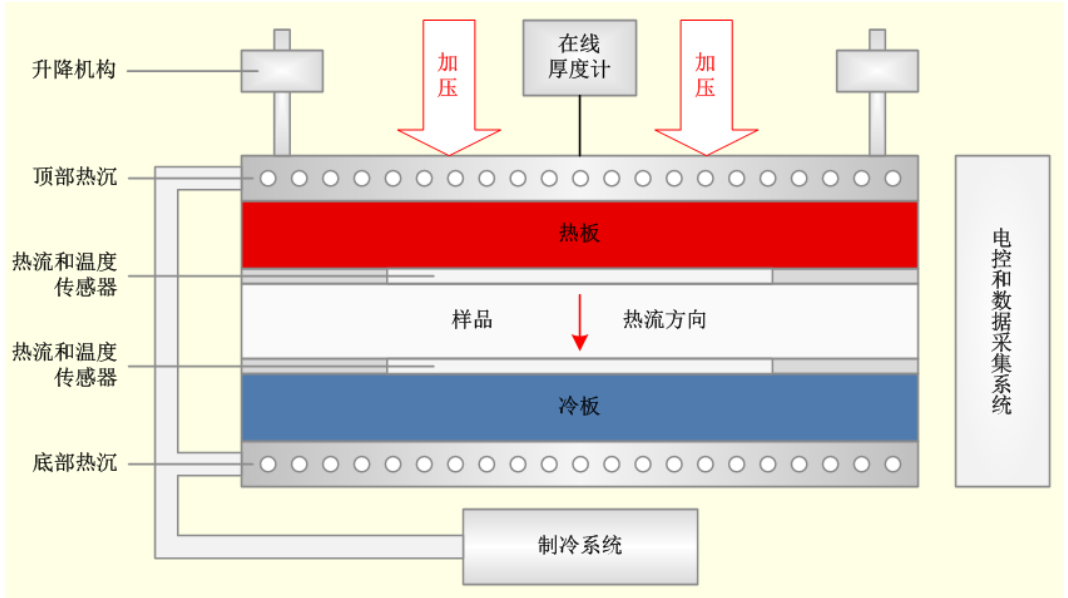


图 2-1 热流计法热性能测量装置结构示意图

3. 两种测试方法的共性

(1) 相变材料 (PCM) 的分类：

- RAL-GZ 896：PCM、PCM 复合材料、PCM 构件、PCM 系统
- ASTM C1784：PCM 构件 \rightarrow PCM 产品

(2) 测试结果描述

- RAL-GZ 896：以热焓随温度变化 (H/T) 关系图描述，如图 3-1 所示。
- ASTM C1784：箱形关系图描述， ≤ 1 K 步长，如

图 3-2 所示。

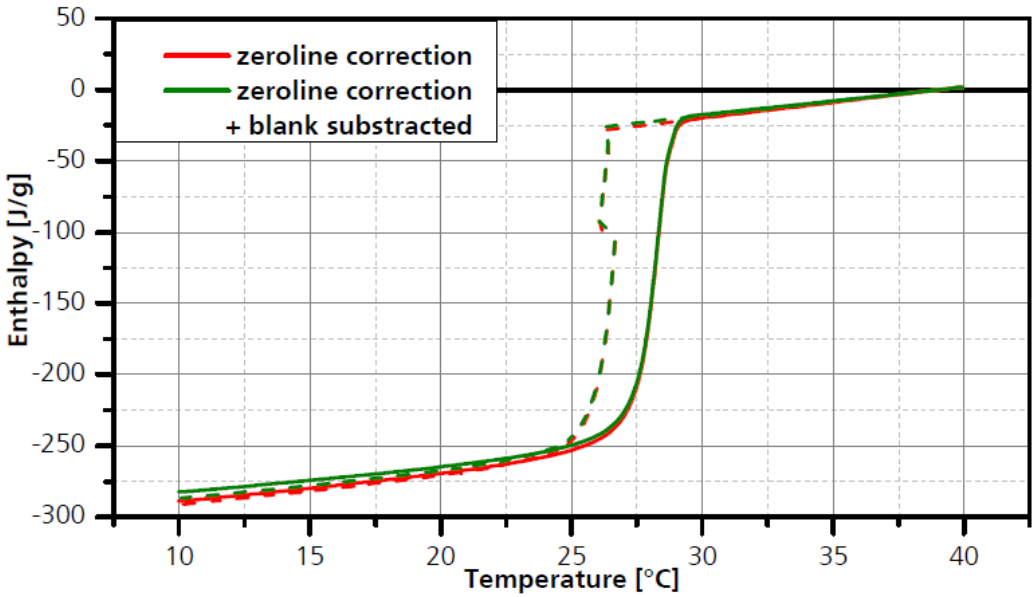


图 3-1 热焓-温度关系图

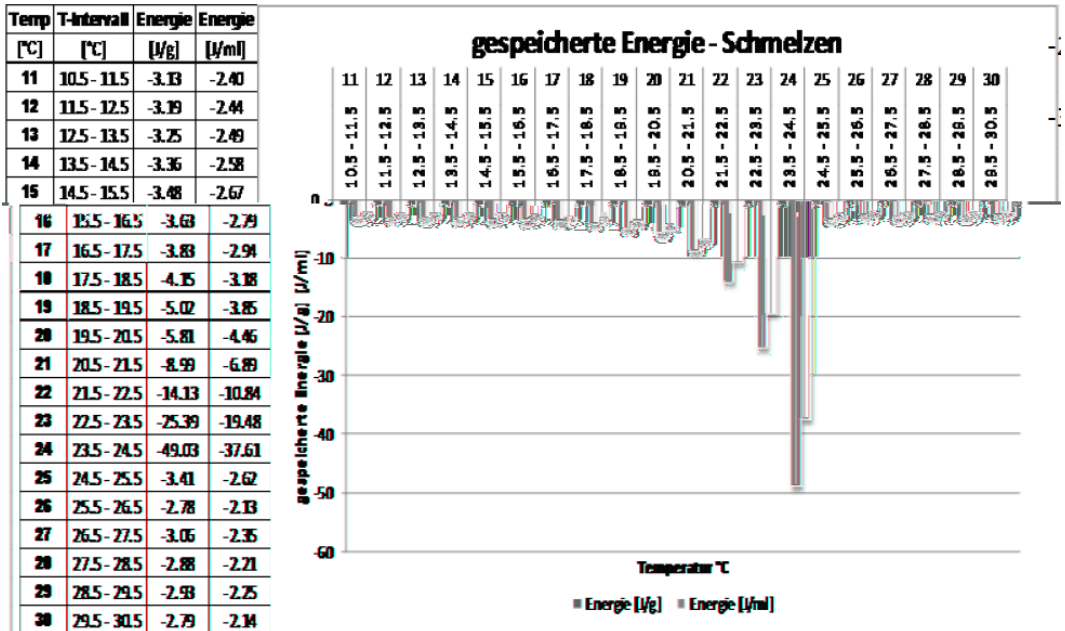


图 3-2 箱形关系图

(3) 重复性测量：

- 两种测试方法都要求每个样品至少进行 3 次重复测量。

4. 校准方法

(1) RAL-GZ 896：没有规定⇒生产厂商推荐⇒项目 42/29。

(2) ASTM C1784 热焓校准：

- 热容和温度取决于热流计偏差的因素需要进行考虑。
- 还需考虑附加材料层（如用于改善样品和冷热板热接触的材料）

(3) 温度校准依据 ASTM E967。

5. 校准和试验过程

5.1. ASTM 校准步骤

(1) 至少采用 2 个已知小热容的样品（不同厚度）进行校准。

(2) 整个试验温度范围要横跨相变温度范围两端各 10°C 左右。

(3) 在步进温度差分割的时间内对热流进行积分。

(4) 绘制热流积分与不同样品厚度的关系图，如图 5-1 所示。

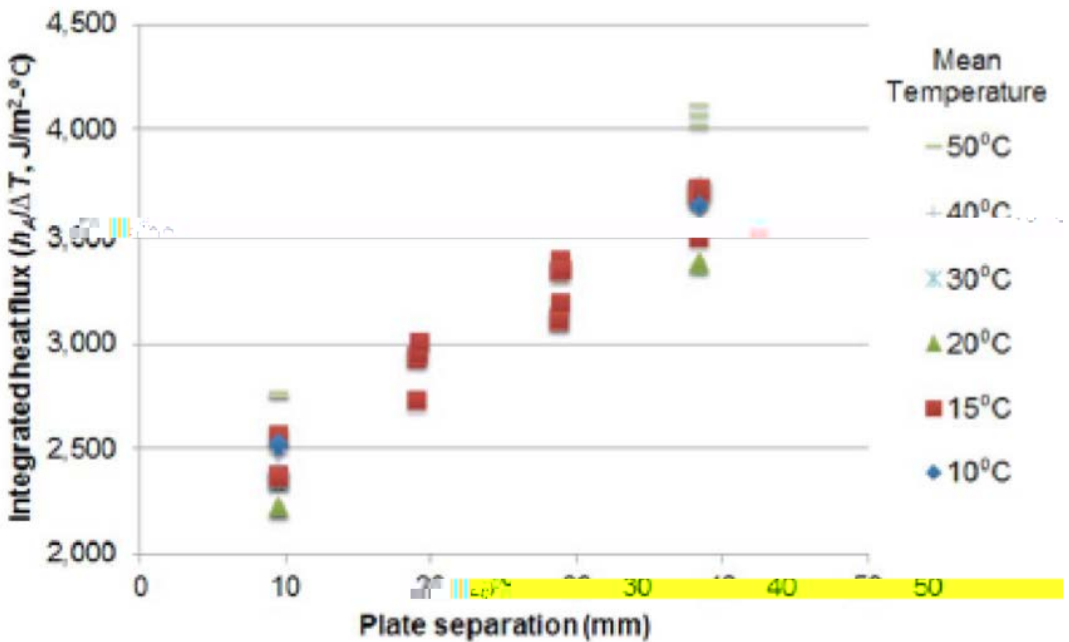


图 5-1 热流积分与不同样品厚度的关系图

(5) 对于每一个平均温度测量值都外推到 0 厚度。

(6) 绘制 0 厚度样品随平均温度的变化曲线得到随平板温度变化的热流计修正因子。如图 5-2 所示。

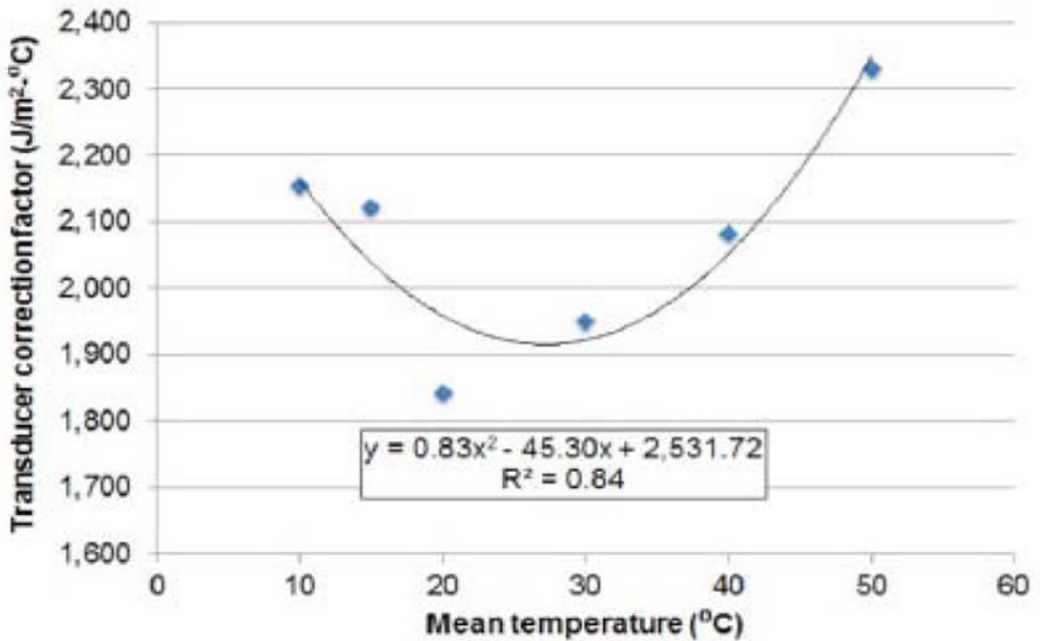


图 5-2 校准试验曲线

5.2. ASTM 中的测试参数确定

- (1) 从低于熔点 10°C 以下的温度起开始升温。
- (2) 温度变化步长 1.5 ± 0.5 K，每个步长加热过程的弛豫时间要大于 2 小时。
- (3) 加热结束：如果蓄能返回到一个很小值（ \Rightarrow 完全熔化）。
- (4) 对于冷却测量重复以上过程。

整个升降温试验过程中，升降温设定曲线、样品温度

变化曲线和热流变化曲线如图 5-3 所示。

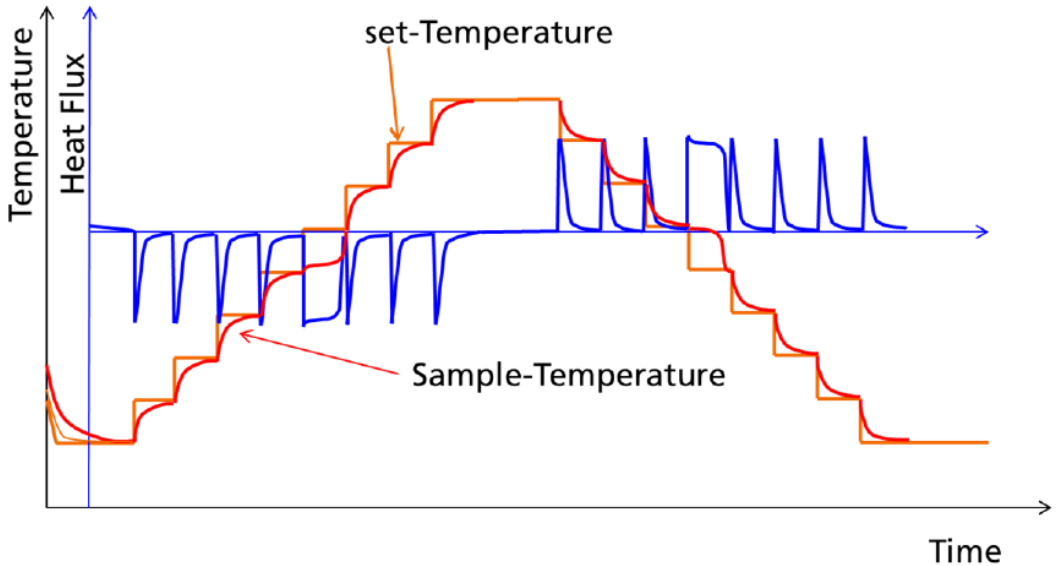


图 5-3 升降温曲线和热流变化曲线

需要注意的是：相变材料相变区间与温度步长大小及每一温度步长的弛豫时间有关。

5.3. RAL 中的测试参数确定

加热速度试验

- (1) 加热温度区间要覆盖整个熔化和结晶化过程。
- (2) 升降温速度的设置条件为：一是在两次加热速度下的温度峰值之差小于 0.2K，二是在相同升降温速度时峰值温度应小于 0.5K，如图 5-4 和图 5-5 所示。

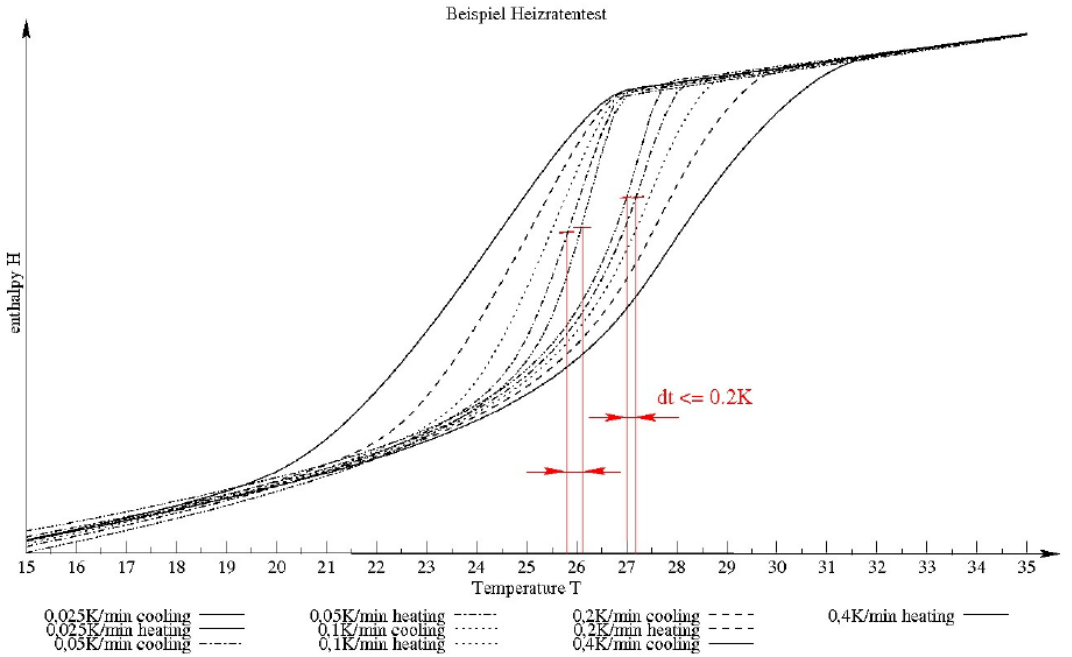


图 5-4 加热速率相差一半时加热冷却曲线峰值小于 0.2K

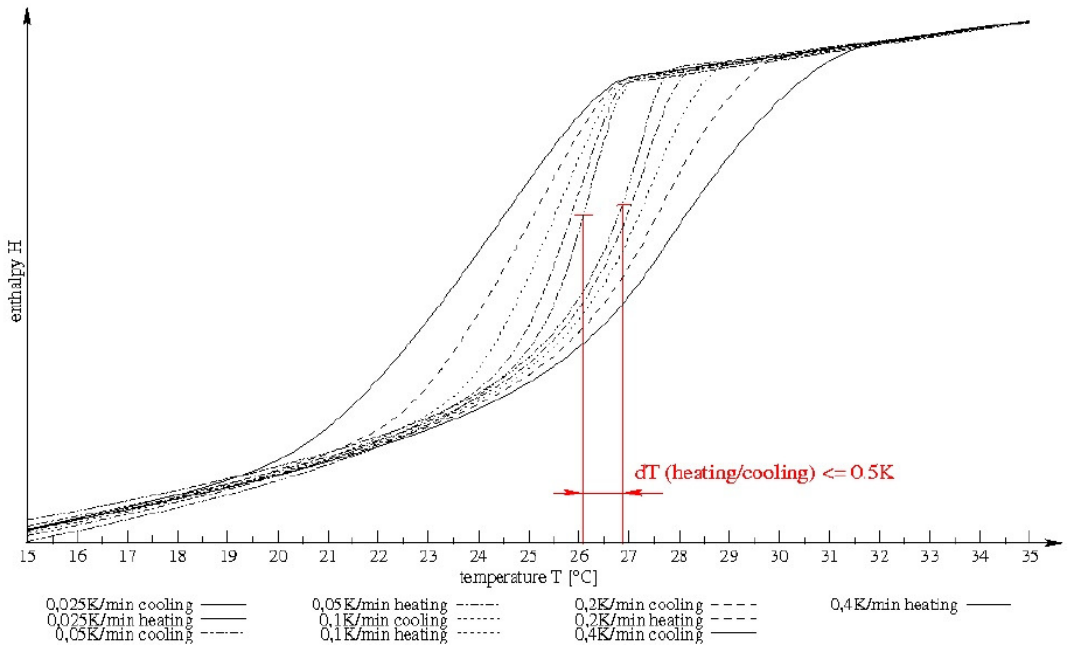


图 5-5 一种升降温速率时加热和冷却曲线峰值小于 0.5K

5.4. ASTM 中的样品测量和计算

(1) 起始温度和终止温度要与 PCM 活性区间的两端温度相差 10K 以上。

(2) 从三个不同起始温度点开始进行三次测量以增加测量精度。

确定 PCM 的活性区间。

5.5. RAL 中的样品测量和计算

最大加热速率的确定原则：

(1) 必须要对 3 个样品进行 6 次循环测量，温度区间必须大于熔化和结晶温度区间 $\pm 5K$ 。

(2) 前两次的循环测试（预熔化）可以快一些进行。

(3) 第三次循环确定相变温度和蓄热。

(4) 第 3 ~ 6 次循环测试用来确定最小成核温度。

6. 两种方法的主要差别

ASTM C1784	RAL-GZ 896
基于 ASTM C518 的改进和联用	DSC 法、T-History 法和多层量热计法联用
步进温度变化方式	动态方式 (也允许采用步进方式来确定成核循环的稳定性)
只能对定形类相变材料和构件进行测试, 样品尺寸较大, 典型截面积为 300mm×300mm	无法对定形类相变材料和构件进行测试, 样品尺寸较小, 多为粉末、液体和颗粒物
一台设备可以完成蓄热量、相变温度、导热系数和稳定性的热性能测量	需要多台设备和多个方法
标准化和商品化测试设备	还有非标设备