

上海依阳瞬态平面热源法导热系数测试系统

1. 简介

低温/深低温导热系数测试系统采用的是瞬态平面热源法，瞬态平面热源法作为一种导热系数测量方法，与经典的稳态保护热板法一样，是一种绝对测试方法，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。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。由于测试探头采用的是金属和聚酰亚胺复合层压膜，因此测试不会很高（200℃以下），但在低温和深低温条件下则非常的适合。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对比，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。

在标准测试方法方面，除 ISO22007-2:2008 标准外，国内相关的标准也正在建立之中，其中建筑材料导热系数和热扩散系数瞬态平面热源测试法已送审，正等待最终的批准。

依阳公司生产的系列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，以标准的瞬态平面热源法测量装置为测试主机，增加了真空腔装置、循环油浴温度控制系统、低温环境系统、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，大大拓展了瞬态平面热源法的应用范围。

2. 瞬态平面热源法基本原理

瞬态平面热源法 (Transient Plane Source Method, TPS) 是由瑞典 Chalmers 理工大学的 Silas Gustafsson 教授在热线法和热带法的基础上发展起来的一项专利技术，在过去 20 多年中，瞬态平面热源技术被越来越多地被研究人员应用于各种不同类型材料的热物性的测试。

瞬态平面热源法测量导热系数过程中，使用了一个薄层圆盘形的温度依赖电阻作为样品探头，如图 2-1 所示。这个探头既作为增加温度的热源，同时又作为记录温度随时间升高的电阻温度计。在大多数情况下，探头是一个 25 μm 厚的镍金属双螺旋，具有严格的设计尺寸（宽度，绕组的数目和它们的半径）。支持此螺旋的材料可以保护其特定的形状，给其机械强度和保持电气绝缘。聚酰亚胺“Kapton”是这样的材料，可用于从 10K 至 500K 的整个工作温度范围。

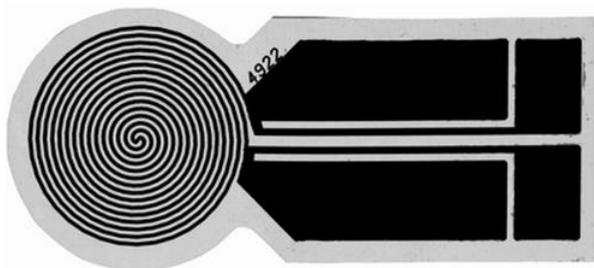


图 2-1 连续双螺旋结构的圆盘型平面热源探头

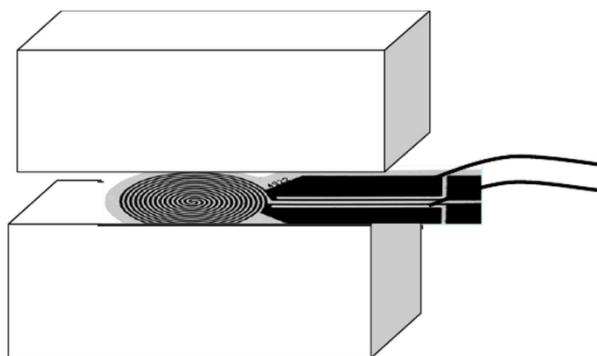


图 2-2 探头放置于样品中间形成三明治结构

封装的镍螺旋传感器作为夹心放入两片样品（固体样品）之间，如图 2-2 所示，或嵌入样品（粉末，液体）中。在一段预先设定的时间内，给探头加载一定大小的电流，并同时记录 200 个代表探头温度变化的电阻值，如图 2-3 和图 2-4 所示。由这些数据可以建立时间和温度的关系，并根据测量参数，如“输出功率”以增加螺旋的温度，记录 200 点的“测量时间”和传感器的大小用来优化实验设置，可以测量 0.005W/mK 至 500w/mk 的导热系数。

为了从理论上描述瞬态平面热源法如何工作，导热系数方程的解基于如下假设：即认为探头包括一定数量的同心圆热源位于无限大样品内。

如果探头被电加热，探头电阻升高随时间的方程如下：

$$R(t) = R_0 \{1 + \alpha [\Delta T_i + \Delta T_{ave}(\tau)]\} \quad (2.1.1)$$

R_0 是传感器被加热前 (或者 $t = 0$) 的电阻, α 是电阻温度系数 (TCR), ΔT_i 是覆盖探头材料 (镍) 与试样表面之间温差, $\Delta T_{ave}(\tau)$ 是样品表面绝缘层另一面与面对探头 (双螺旋) 一面的温度升高。

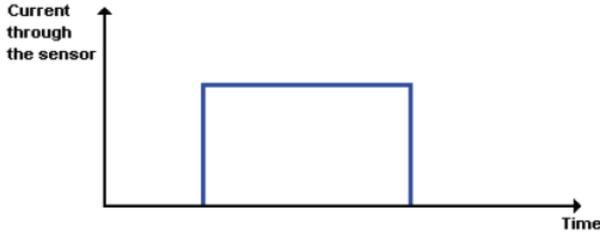


图 2-3 加载在探头上的电流

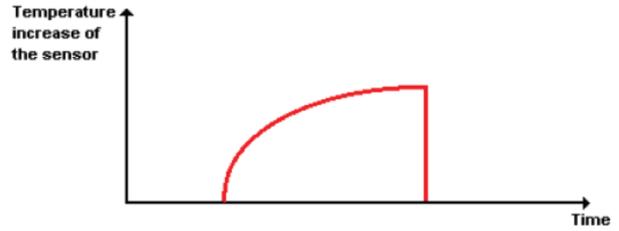


图 2-4 探头的温度变化曲线

从方程(2.1.1)可以得到探头的温度增加:

$$\Delta T_{ave}(\tau) + \Delta T_i = \frac{1}{\alpha} \cdot \left(\frac{R(t)}{R_0} - 1 \right) \quad (2.1.2)$$

其中, ΔT_i 是探头与样品表面之间“热接触”的温度差, 其数值为 0 时代表通过沉积 (PVD 或 CVD) 薄膜或使用电绝缘样品实现了理想“热接触”。 ΔT_i 的变化曲线如图 2-5 所示。

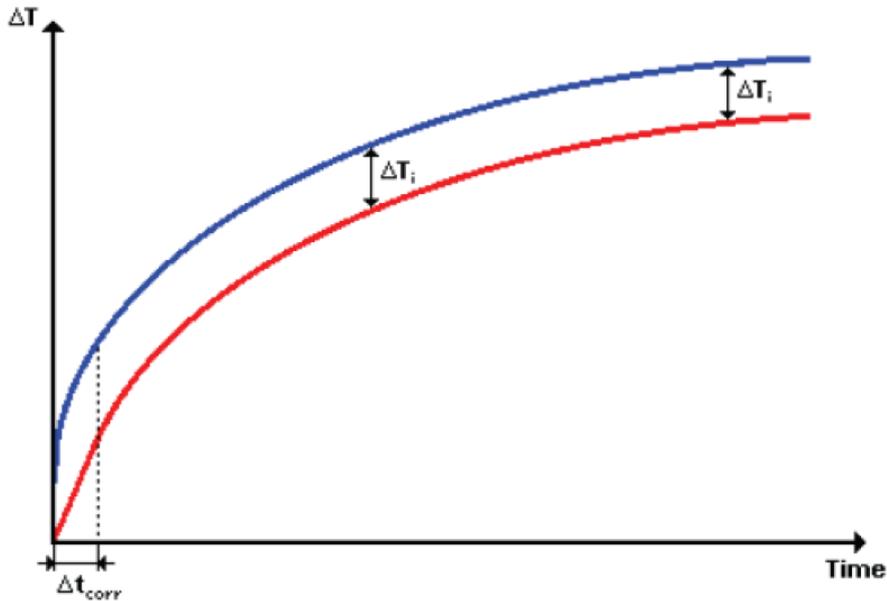


图 2-5 蓝线代表传感器本身的温度增加, 红线代表样品表面温度如何增加 ΔT_i 在极短时间 Δt_i 后变为常数, 可以估算为:

$$\Delta t_i = \frac{\delta^2}{\kappa_i} \quad (2.1.3)$$

其中, δ 为绝缘层厚度, 而 κ_i 是绝缘层材料的热扩散率。

基于时间的温度升高可以描述为:

$$\Delta T_{ave}(\tau) = \frac{P_0}{\pi^{3/2} \cdot a \cdot A} \cdot D(\tau) \quad (2.1.4)$$

其中 P_0 为探头总的加热功率, a 为探头圆盘的半径, A 为被测试样的导热系数, 而 $D(\tau)$ 是与尺寸无关的时间依赖方程, 其中:

$$\tau = \sqrt{t/\Theta} \quad (2.1.5)$$

方程中 t 是瞬态记录开始的时间测量值, 而 Θ 是特征时间, 定义为:

$$\Theta = \frac{a^2}{\kappa} \quad (2.1.6)$$

其中 κ 是样品的热扩散率。

现在利用记录的温度随时间变化曲线 $D(\tau)$ ，可以得到一条直线，截距为 ΔT_i ，斜率为 $P_0 / (\pi^{3/2} \cdot a \cdot A)$ ，使用的试验时间长于 Δt_i 。

由于 κ 和 Θ 是未知量，但可以通过反复迭代计算出导热系数和热扩散率，这样通过一次瞬态记录就可以同时得到导热系数和热扩散率。

3. 瞬态平面热源法测量导热系数的特点

瞬态平面热源法导热系数测量装置主机如图 3-1 所示，



图 3-1 HOTDISK 热常数分析仪

瞬态平面热源法的特点是测试便捷，只需要简单地将一个探头固定在被测之间，探头同时作为热源和温度传感器，在试样和探头温度恒定后，测试过程迅速。对于液体、凝胶和粉末样品，测试时只需将探头简单地插到材料中或将材料涂到探头两边。

瞬态平面热源法的最新特点是测试时间提高到了 1 秒，这表明温度测试记录最小间隔可达到 5 毫秒。由于这一进展，就可以测试导热系数高达 400W/mK 的高导热材料。此外，较短的测试间隔对一些粘度极小的液体如甲苯和乙醇等的测试带来了便利。总之，瞬态平面热源法导热系数测试具有以下特点：

- 瞬态快速测量，直接测量热传导，节约时间。
- 测试范围宽，精度高，导热系数测试范围为 0.005 至 400W/mK。
- 不会受到接触热阻的影响（区别静态法）
- 只需平整的样品表面，无须特别的样品制备，
- 可用于固体、粉末、涂层、薄膜、液体、各向异性材料等的测定
- 标准方法：ISO22007-2.2

4. 依阳公司瞬态平面热源法中温导热系数测试系统

依阳公司生产的系列瞬态平面热源法导热系数测试系统，是在标准的瞬态平面热源法测量装置基础上发展起来的多功能测试设备，增加了真空腔装置、循环油浴温度控制系统、低温环境系统、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，大大拓展了瞬态平面热源法的应用范围。

依阳公司瞬态平面热源法中温导热系数测试系统，型号 TC-HOTDISK-MT，主要有以下特点：

4.1. 变温测试

采用冷热循环油浴增压泵流出的硅油作为加热介质流经装载有试样的真空腔体壁，真空腔体放置在厚实的隔热材料套中，使得被测试样可以精确的按照循环油浴温度进行恒温控制，充分利用了循环油浴 $\pm 0.05^{\circ}\text{C}$ 的高精度温度控制功能，保证了试样温度的均匀性和稳定性。并且，可以通过计算机控制循环油浴的设定温度来自动实现不同温度下的试样导热系数测量。试样温度变化范围取决于恒温油浴的温度变化范围，一般温度变化范围为 -40°C 至 250°C 。



图 4-1 依阳公司瞬态平面热源法中温导热系数测试系统

4.2. 变气压测试

工程材料，特别是孔隙率较大的低密度材料，它们所处的气氛压强会严重影响材料的导热系数。同时，空气中的水份也会使得材料的导热系数发生改变。所以，为了准确测量材料的导热系数，所有导热系数测试方法都对被测试样的气氛环境有严格规定，通常要求是一个标准大气压下的高燥空气环境。另外，在宇航空间用工程材料中，距离地球表面不同高度时气氛压强的不同也会导致材料不同的导热系数。

为了规范测试气氛环境和模拟出准确的所需气氛压强，导热系数测试系统配备了依阳公司自主研发的具有人工智能的高精度气氛压强控制系统，使得放置试样的真空腔内的气压精确恒定在所需的气压设定点上，实现了不同气体成分在不同气压下的实验环境模拟。试样环境气氛可以是空气和其他任何气体，采用机械泵时气压控制范围为 3Pa 至 1 个标准大气压，气压的波动率全量程范围内都小于 $\pm 1\%$ 。

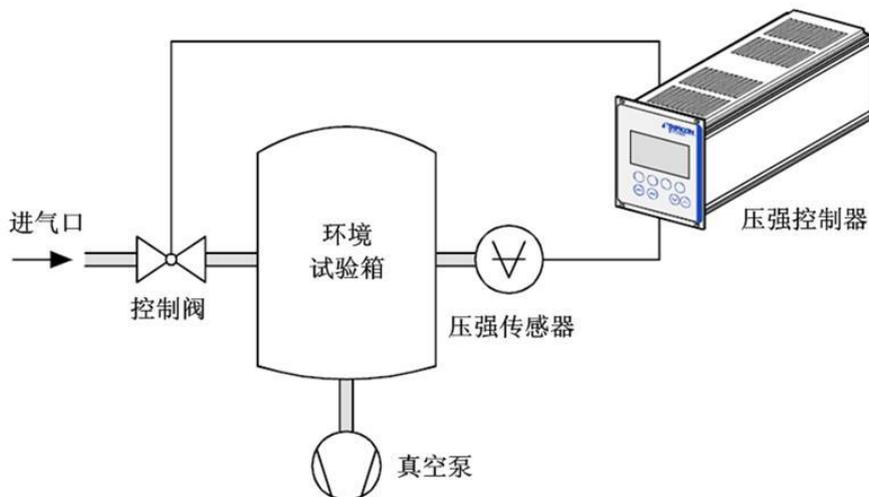


图 4-2 气压控制方式示意图

(3) 多试样同时测量

瞬态平面热源法作为一种非稳态法，在理论上有很快的测试时间，但这里所谓的测试时间是指纯粹的通电测试时间，并不包括达到测试模型边界条件要求（被测试样温度均匀）所需要的时间。被测试样导热系数越小，试样达到温度均匀所需要的时间越长。在瞬态平面热源法导热系数测试过程中，两次测试的时间间隔至少是测量时间的 36 倍。如果测量低导热材料（导热系数约为 0.03 的隔热材料），通常的测试时间为 180 秒以上，那么重复性测试的时间间隔至少要 108 分钟。这就意味一个完整的测试过程至少需要近 2 个小时，而大部分时间是在等待试样温度达到稳定，这还不包括变温过程中温度控制时的恒温时间。由此可见，在测量较低导热系数材料过程中，整个测试过程和测试效率并不是很高，与其它稳态法旗鼓相当。

为了进一步提高瞬态平面热源法的测试效率，我们增加了一个程序控制的多通道扫描开关，即采用多探头多试样同时测量技术，充分利用试样温度稳定这段等待时间，既保证了每个独立试样的有效测试时间间隔，又能最大限度提高样品测试数量，提高测试效率。

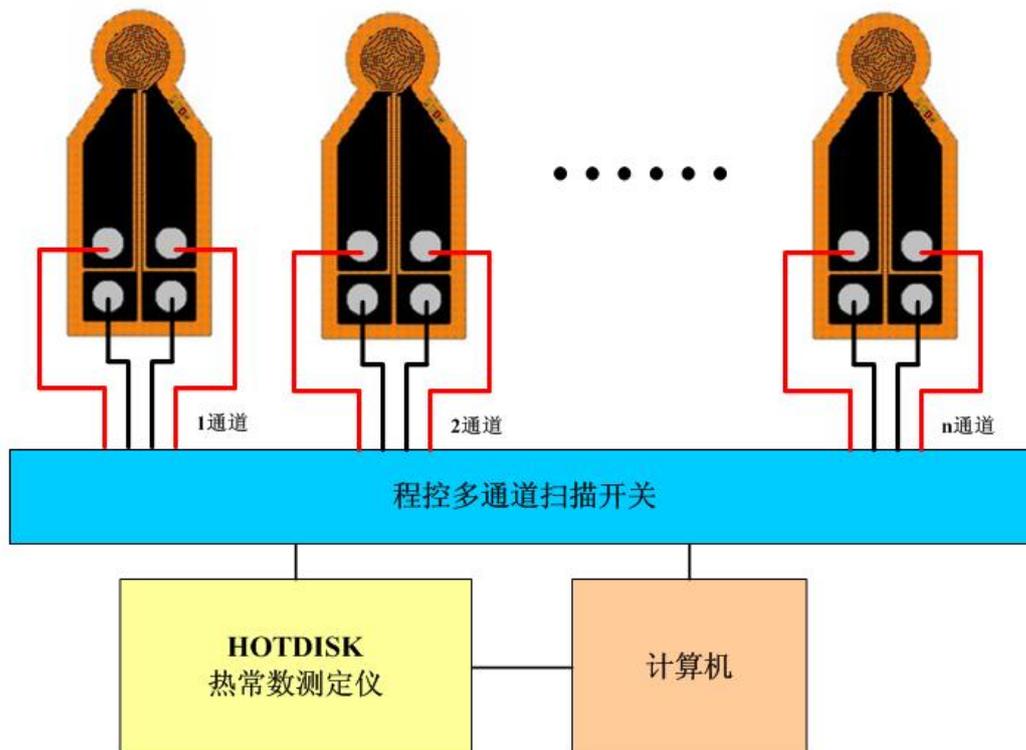


图 4-3 多试样测量原理示意图

(4) 试样多样化安装

为了满足固体、粉体和膏状等不同形式材料的导热系数测量，瞬态平面热源法导热系数测试系统配备了专门设计的试样容器。

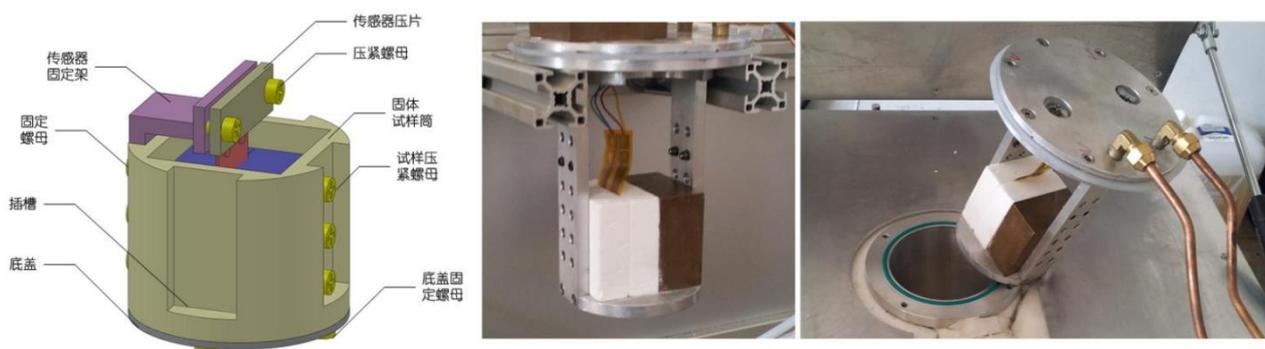


图 4-4 试样安装图

5. 依阳公司在低温导热系数测试方面所做过的工作

5.1. 早期的液氮温度下的探头考核试验和导热系数测试试验

初期采用瞬态平面热源法进行液氮温度下导热系数测试所开展的验证性试验。主要考核聚酰亚胺探头的低温稳定性、液氮温度下的试验参数、低温绝对效果和液氮消耗量、低温导热系数测量重复性等。

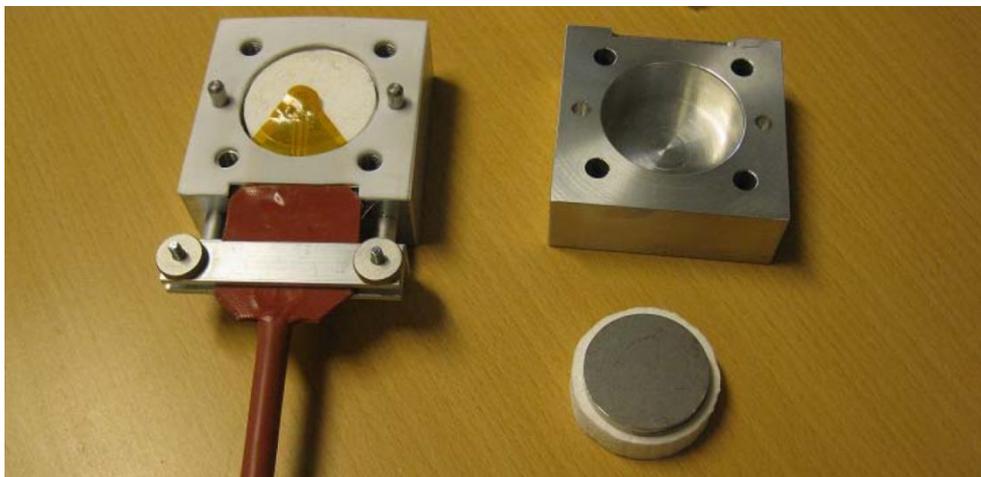


图 5-1 样品放置在样品架内

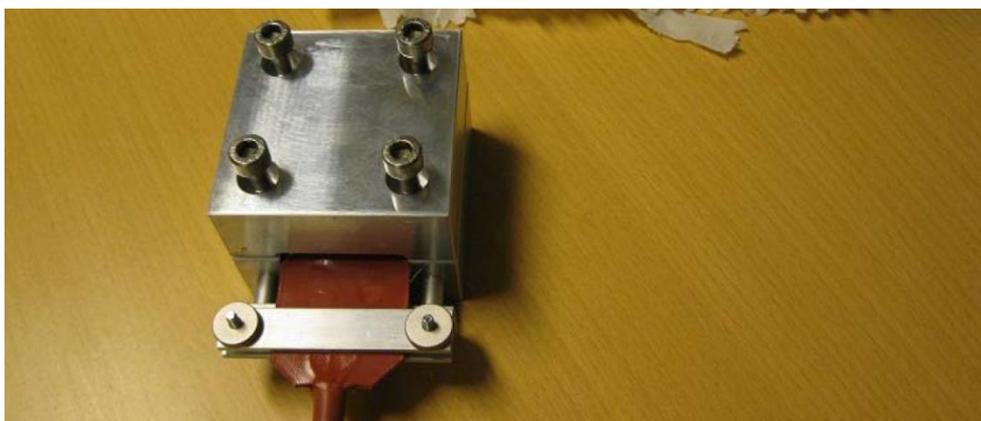


图 5-2 组装样品架

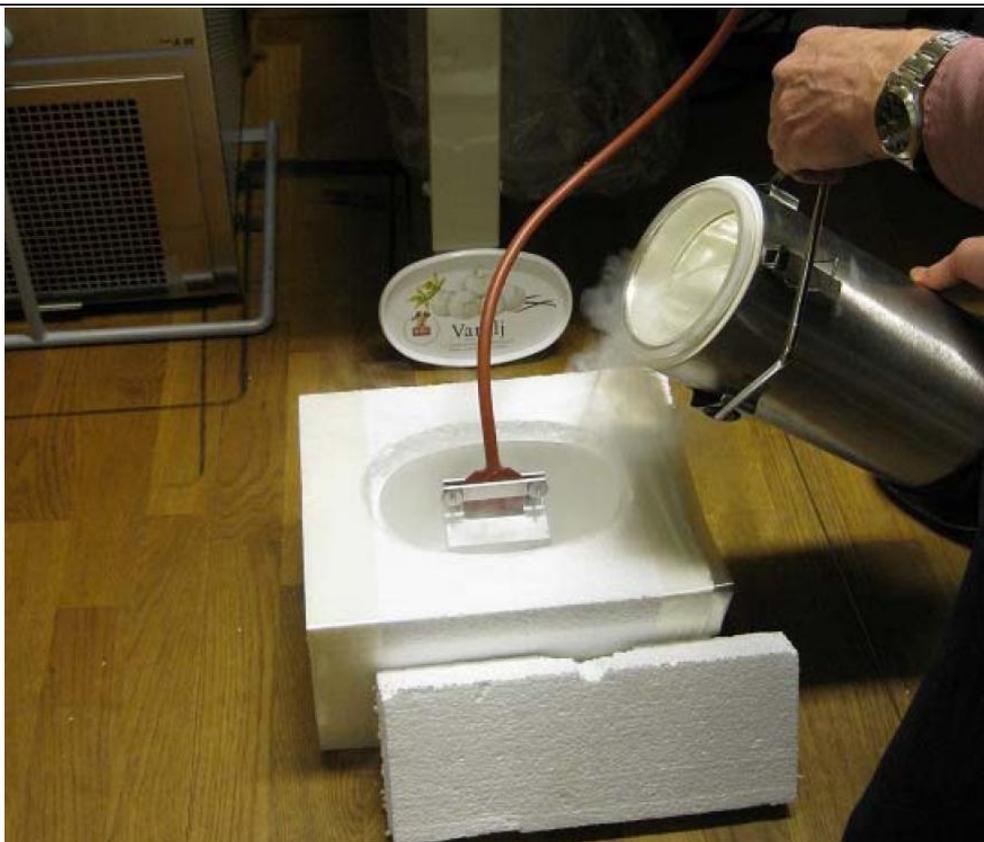


图 5-3 在容器中倒入液氮控温



图 5-4 温度稳定后进行测试

5.2. 液氮浸泡式低温导热系数测试系统

用户：中科院上海技术物理研究所和上海交通大学

试样尺寸最大为正方形边长或直径 60mm，试样放置在真空腔内，真空腔浸泡在液氮中，用于测量液氮温度下的导热系数，整个测量装置如图 5-5 所示。

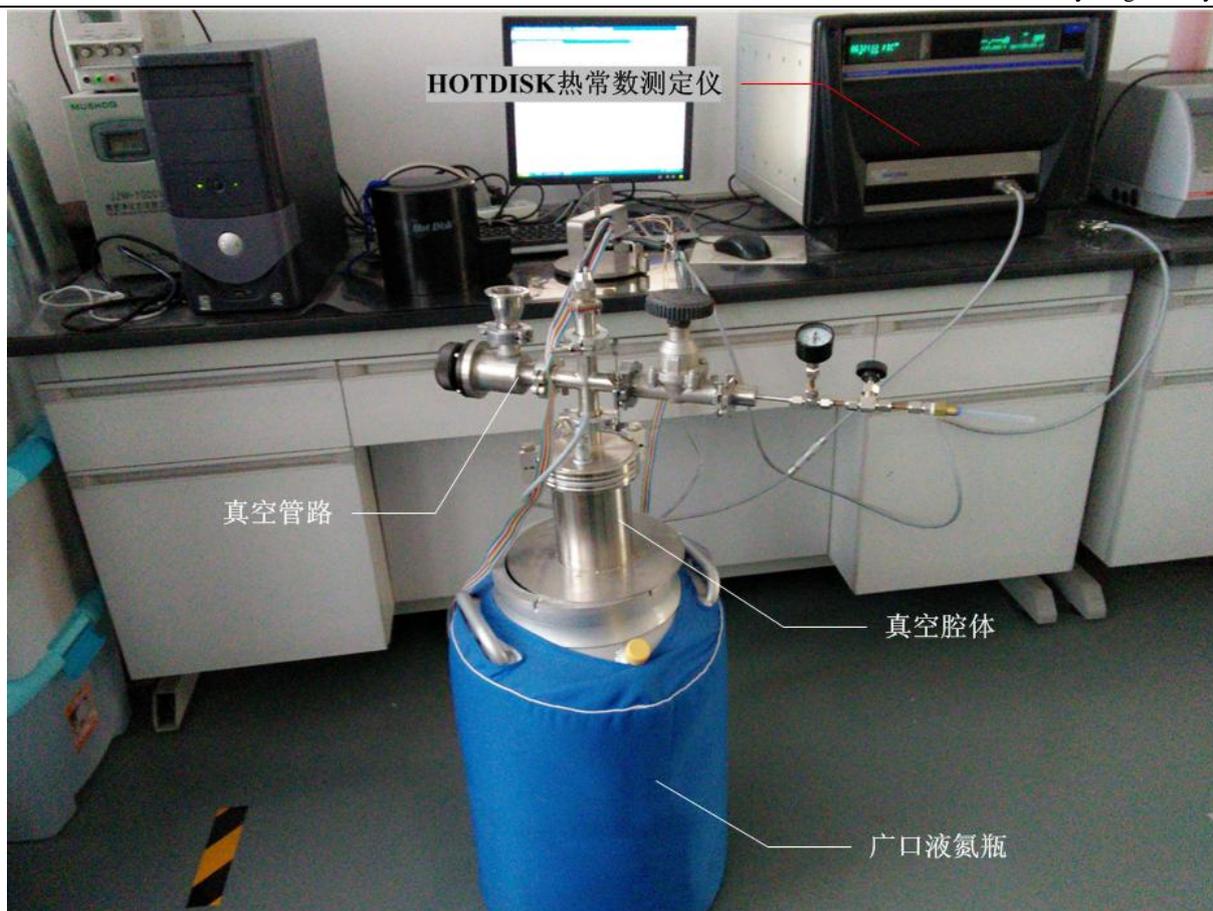


图 5-5 低温导热系数测量装置

真空腔体的内部如图 5-6 所示，真空腔内部配置了薄膜加热装置，可以进行任意点下的恒温控制。真空腔内部的真空度也可以定点进行控制。

采用此设备曾经对玻璃棉材料进行了测试，玻璃棉的密度为 $35 \text{ kg} / \text{m}^3$ ，测试过程中的真空度始终保持在 0.1 Pa 。玻璃棉的低温导热系数测试结果如图 5-7 所示。

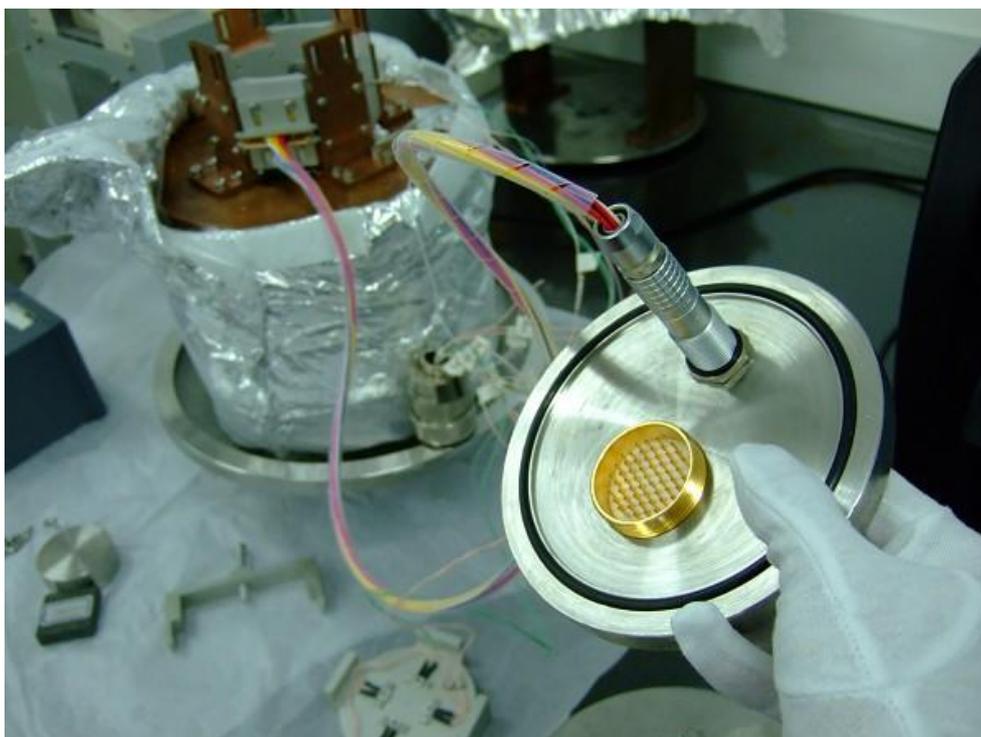


图 5-6 低温导热系数测量装置真空腔内部

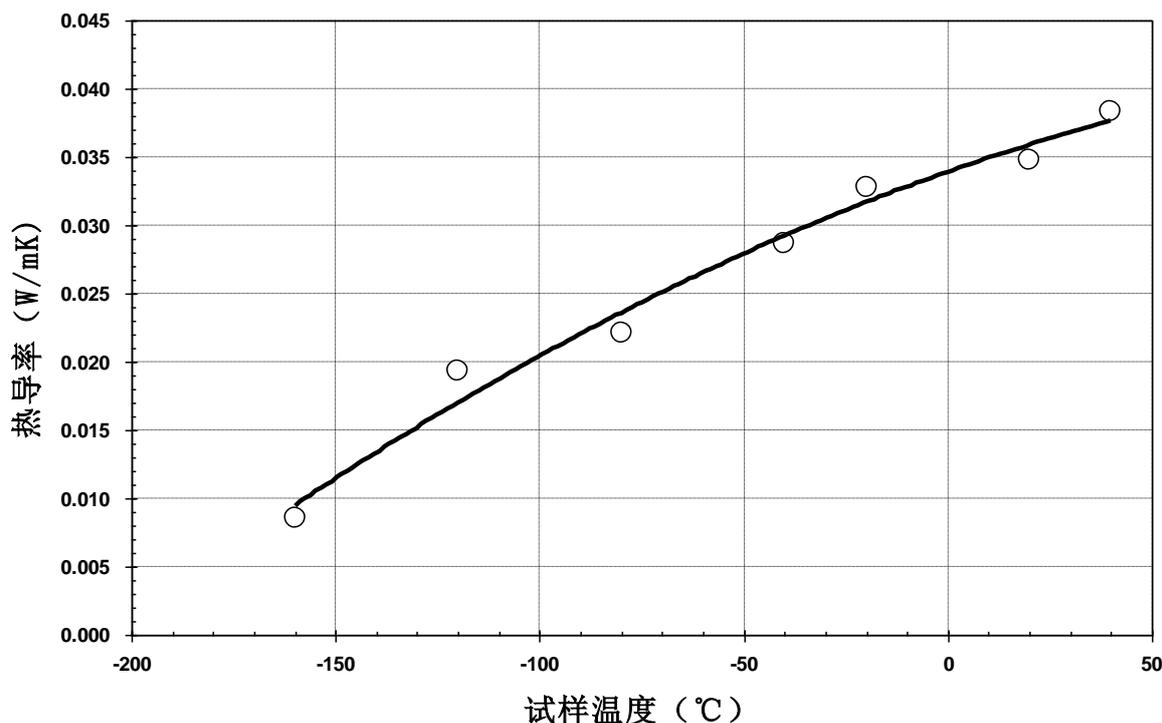


图 5-7 玻璃棉低温导热系数测量结果

5.3. 前期低温导热系数测试中的经验

通过前期的产品和工作的经验，发现采用液氮实现低温环境存在以下几方面的问题：

(1) 如果仅仅采用浸泡式方法进行单点温度下的导热系数测量，不进行任何形式的温度控制，试样温度最终稳定在浸泡在液氮中的温度，这时的试样温度很接近液氮温度，那么只需要灌装一次液氮即可。但如果需要进行高于液氮温度下测量，就需要进行温度控制，此时会非常消耗液氮，必须配备相应的液氮灌装设备，如果需要进行液氮自动灌装就需要配备复杂的自动灌装设备，否则就要人工监控液氮的消耗并进行补充，在整个低温热物性测试过程中，操作非常繁琐。唯一的优势就是液氮价格低廉。

(2) 在实际测试中发现，如果在测试过程中补充液氮，会对试样温度产生一定的影响，很多时候还需重新开始进行温度稳定，对于稳态法低温导热系数测试，这种影响尤为明显。

(3) 试样尺寸越大，相应的低温冷却装置的体积也就越大，消耗的液氮也就越多，在测试中需要随时观察液氮消耗情况并及时进行补充，使得低温测试过程非常繁琐。

(4) 采用液氮制冷方式，需要配备较大体积的液氮罐，特别是要配备带有自增压功能的大容量液氮罐，使得整个低温系统体积庞大，还要留出较大的人工操作空间，实验室占地面积较大。

(5) 在采用液氮进行变温控制过程中，变温控制过程中由于电加热会使得液氮产生大量的蒸发而形成液氮蒸汽，液氮蒸汽会产生一定的蒸汽压。如果对液氮蒸汽压控制和疏通不好，会发生很大的压力，给安全操作带来很大的隐患。

6. 低温/深低温导热系数测试系统技术方案

根据依阳公司以往低温性能测试的经验，热辐射测试系统投标项目中配套的低温导热系数测试系统将采用大功率低温制冷机技术来实现导热系数测试的低温环境，可以实现更接近工程实际使用温度下的低温导热系数测试。依阳公司的低温导热系数测试系统主要有六部分组成：

(1) 导热系数测量装置：采用瞬态平面热源法测量试样导热系数、热扩散率和比热容。

(2) 试样装置：用于固定被测试样、导热系数薄膜探头和温度传感器，并传递冷量使得被测试样温度达到导热系数测试设定温度，同时在试样热胀冷缩过程中始终将试样压紧。

(3) 低温真空试验腔：为样品提供至少 $10^{-3} Pa$ 的真空环境，同时腔体壁为真空壁起到绝热作用。

(4) 低温制冷和温控系统：为低温环境的维持提供连续冷量，并根据样品导热系数测试设定温度进

行定点控制。

(5) 真空和真空控制系统：真空试验腔高真空获取设备，同时根据真空度设定点进行定点控制。

(6) 电气控制和机架机柜系统：提供各种电路和气路的顺序触发控制和安全报警防护，相应的显示和开关布置，并支撑固定相应系统。

图 6-1 为依阳公司低温导热系数测试系统结构示意图。

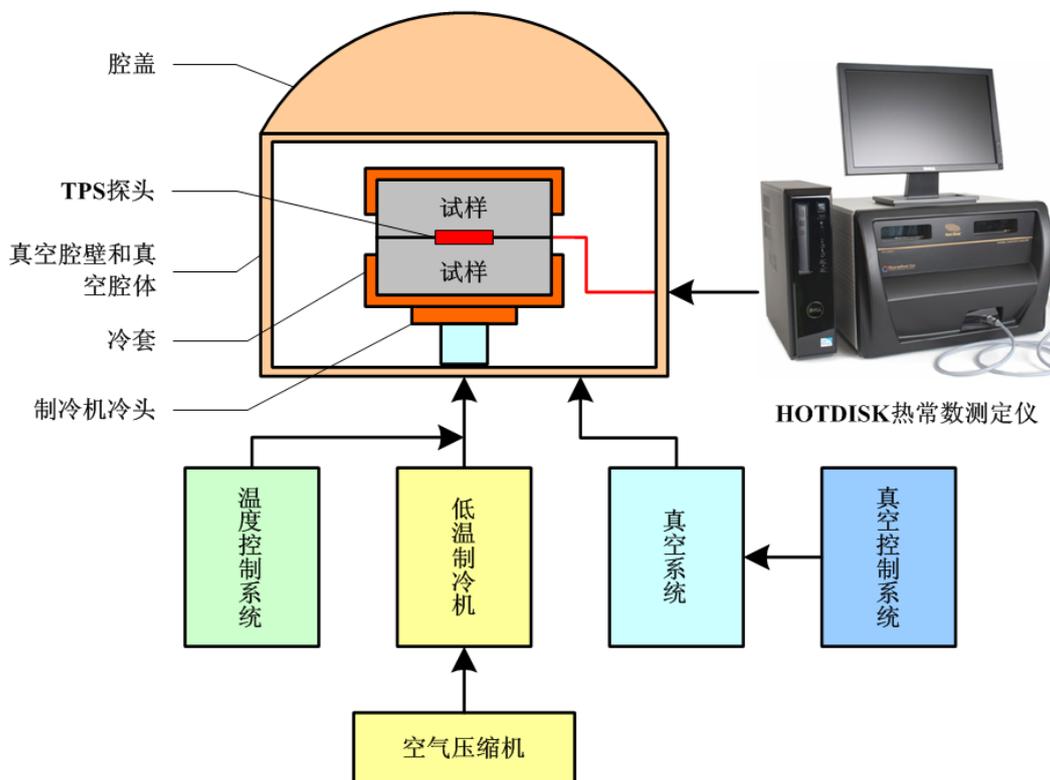


图 6-1 依阳公司低温导热系数测试系统结构示意图

6.1. 导热系数测量装置

采用标准的瞬态平面热源法热常数测定仪和相应测试软件模块，配备两种直径的测试探头以满足不同试样尺寸的要求，导热系数测试范围为 $0.005\sim 30\text{ W/(m}\cdot\text{K)}$ ，测试准确度优于 3%。同时此装置在测量导热系数的同时，还可以获得精度较差的热扩散率和比热容数据。

如果购置相应的选配件，还可以实现高导热金属材料的导热系数测量，可以覆盖绝大多数工程材料的低温导热系数测试评价。

6.2. 试样装置

试样装置主要由装配基座、试样套、柔性导热带、弹性压紧机构和信号线连接器等部件组成。

装配基座为可拆装式结构，可以方便拆装以用于不同尺寸和不同材料导热系数测试的需要。试样基座侧面装配一只可拆装式的铂电阻温度计用于基座温度测量，配置可拆装式铂电阻的目的是便于更换和校准。

试样套为两个高度为 15mm 单向开口的圆筒用于包裹住被测试样，以便于冷却或加热被测试样。试样套材质为紫铜，并配置两种直径尺寸，一种是直径 200mm，另一种是直径 50mm。

柔性导热带为无氧铜柔性编织带，用于将制冷机冷头与装配基座和试样套连接以形成导热回路，使得制冷机冷头的冷量快速传递给被测试样。

弹性压紧机构为一种弹性伸缩机构，在被测试样热胀冷缩过程中始终使得两个被测试样和探头相互压紧。根据以往的经验文献报道，低温绝热材料如聚氨酯泡沫塑料在低温下的收缩系数很大，从室温到 77K 长度收缩率可达 1.5% 左右，从室温到 20K 长度收缩率可达 1.8% 左右，比不锈钢和铜的收缩量大了一个数量级。因此，弹性压紧机构可以很好的消除试样低温收缩后带来的接触不良的影响。

信号线连接器为一个快速插拔式结构电连接器，一方面用于固定探头，另一方面是连接探头的信号

线和铂电阻温度计信号线。由于考虑到今后的可扩展性，连接器为 30 路多通道结构。

6.3. 低温真空试验腔

真空试验腔为一个真空绝热容器，为低温物理参数系数测试提供真空度优于 $1 \times 10^{-3} Pa$ 的真空环境，同时作为容纳样品装置的场所。真空绝热容器为圆筒立式结构，直段为圆柱形，顶盖采用椭圆形封头结构，顶盖一端为手拉翻转铰链式，容器内安装试样装置和各种信号连接器等部件。

真空试验腔采用 0Cr18Ni9 不锈钢材料，筒体由不锈钢板卷焊，与封头、法兰之间氩弧焊接，密封件采用低出气率的氟橡胶。

真空试验腔底部设置设置制冷机安装接口和真空泵接口，背面设置两个真空计接口、充气接口和两个测量接口。

低温真空试验腔体采用中标项目低温热辐射测试系统中的超高真空试验腔体，热辐射系数和导热系数测试公用一个腔体。

6.4. 低温制冷和温控系统

低温制冷和温控系统主要由低温制冷机系统和温度测量和控制系统组成。

制冷机安装在真空试验腔的底部，冷头穿过外腔体底法兰伸入真空试验腔真空夹层内，冷头与试样装置之间通过铜编织带柔性连接，以避免安装过程中产生的刚性应力，同时也方便装配。

温度测量采用 PT1000 传感器，测温范围 $-200^{\circ}C$ 至 $+300^{\circ}C$ 。传感器为铠装，并标定，测温精度 $\pm 0.1^{\circ}C$ 。

采用多通道数据采集器采集铂电阻传感器的温度，并通过温控仪表控制温度。温控仪表自带 PID 调节，提供通断方式的加热控温，控温精度 $\pm 0.5^{\circ}C$ 。

制冷机冷头附近安装一只传感器和一只加热块，通过温控仪采集并控温。

6.5. 真空和真空控制系统

真空系统是为真空容器提供真空环境的真空获得设备，主要有分子泵机组、真空阀门、真空管道等设备组成。真空度测量采用高精度的薄膜电容规作为真空度传感器。

真空度控制采用高精度气氛压强控制系统，使得放置试样的真空腔内的气压精确恒定在所需的气压设定点上，实现不同气体成分在不同气压下的实验环境模拟。试样环境气氛可以是空气和其他任何气体，气压的波动率全量程范围内都小于 $\pm 1\%$ 。真空度控制系统结构如图 6-2 所示。

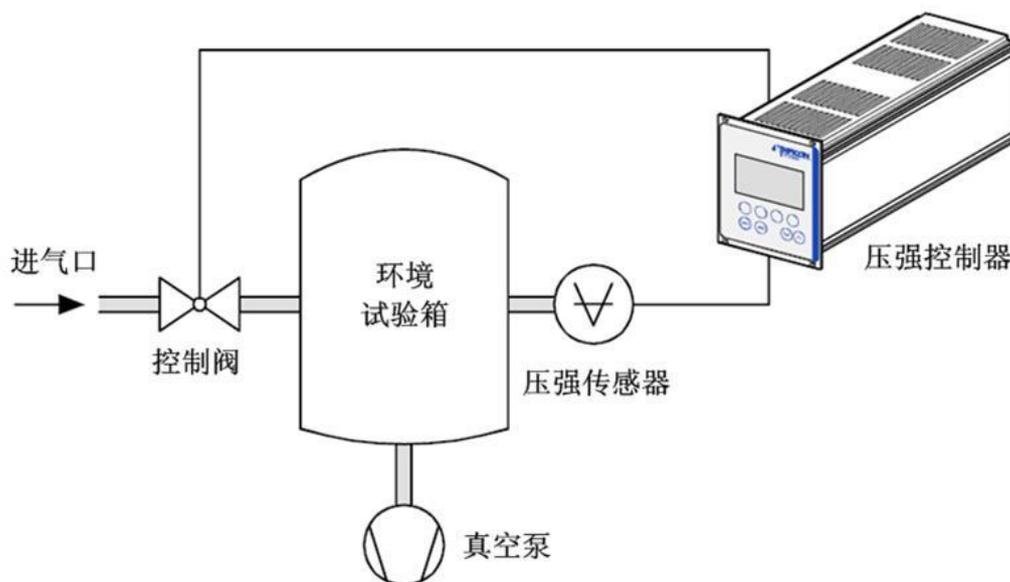


图 6-2 气压控制方式示意图

6.6. 电气控制和机架机柜系统

电气控制系统是一套以 PLC 为核心的测量控制系统,用于控制各个电气系统按照一定的顺序进行开启和关闭,同时对关键部位进行监控进行安全报警和防护。

机架机箱用于承载导热系数测量装置、试验腔和低温制冷系统,便于系统集成。机架采用 60 方型铝型材连接,机架四面及顶面安装可拆卸面板,面板喷塑处理。

6.7. 依阳公司低温导热系数测试系统特点

对照招标文件技术要求,依阳公司的低温导热系数测试系统有以下特点:

(1) 温度范围更宽泛,低温直接达到了液氮 ($-196^{\circ}\text{C}/77\text{K}$) 温区,高温达到了 150°C 。

(2) 导热系数测量覆盖的材料种类更多,标配的导热系数测量范围为 $0.005\sim 30\text{W/mK}$,被测试样可以是固体、粉体和膏状物。选购件扩展后的导热系数测量可以达到 400W/mK ,基本覆盖了绝大多数材料的低温导热系数测量。

(3) 可进行多个小尺寸试样导热系数的同时测量,大大提高测试效率。

(4) 真空度可精确控制,有效保证了低温导热系数测试的准确性和可重复性,同时还能满足用户模拟不用气压使用环境下低温隔热材料的导热系数测试。

(5) 可升级:留有未来升级的空间,以满足今后不同温度、不同试样尺寸、不同试样材料和多试样的导热系数测试。