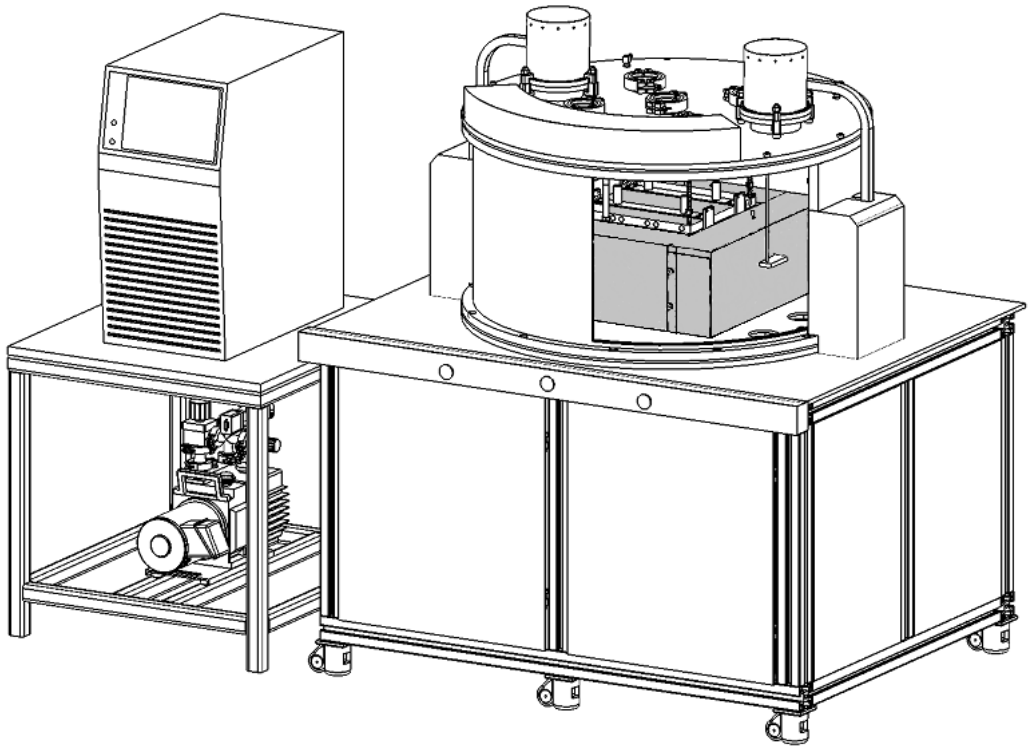
稳态热流计法测试技术应用——Application Note：008

碳纤维隔热保温材料在真空和惰性气体环境下高温导热系数测试技术

Test Technique for Thermal Conductivity of Carbon Fiber Insulator in High Temperature Vacuum and Inert Gas Environment



依阳实业 EYOUNG INDUSTRY

上海依阳实业有限公司

www.eyoungindustry.com

摘要：针对碳纤维隔热保温材料这种在高温真空和惰性气体环境下的唯一一类耐高温隔热保温材料，本文介绍了碳纤维隔热保温材料高温导热系数测试中的特点，以及国内外针对碳纤维隔热保温材料导热系数测试技术的发展现状，并详细介绍了国外碳纤维保温材料导热系数测试结果，以及上海依阳公司采用稳态热流计法对国产石墨硬毡导热系数的测试结果。

1. 碳纤维隔热保温材料及其导热系数测试特点

碳纤维隔热保温材料是一种碳纤维与一定比例粘结剂成型制得的软毡材料，在软毡材料基础上通过碳化、石墨化、机加工制成硬质碳纤维隔热保温材料。评价这类材料隔热保温性能的一个重要指标为导热系数，而在导热系数测试中存在着与其他类型隔热材料不同的特点：

（1）测试温度高：最高至 1000～2000℃以上；

（2）惰性气体环境；真空、氮气、氩气、氦气等；

（3）两种温度分布形式：温度均匀和大温度梯度；

（4）两类材料形式：柔性和刚性；

（5）材料导电性：导电材料。

2. 隔热材料高温导热系数国内外常用测试方法

对于低导热系数的隔热材料，常用的导热系数测试方法主要分为以下三类：

序号	测试方法	仪器	最高温度	气氛环境
1	稳态保护热板法	德国耐驰	600℃	真空、惰性气体
2	稳态热流计法	洛耐院、美国Orton	1500℃	大气环境
		美国NASA、上海依阳	1000℃	真空、惰性气体
3	瞬态热线法	美国TA、德国Netzsch	1500℃	大气环境

图 2-1 三类导热系数常用测试方法

从以上列表可以看出，目前国内外可满足碳纤维隔热保温材料导热系数测试的商品化设备只有德国耐驰公司的稳态保护热板法导热仪和上海依阳实业有限公司的稳态热流计法导热仪，可实现在真空和惰性气体环境下对碳纤维隔热败落材料导热系数进行测试，而美国 NASA 的稳态热流计法导热仪则是非标自制的非商品数测试仪器。

2.1. 稳态保护热板法

依据的标准为：ASTM C177 和 GB/T 10294，测量原理如图 2-2 所示。

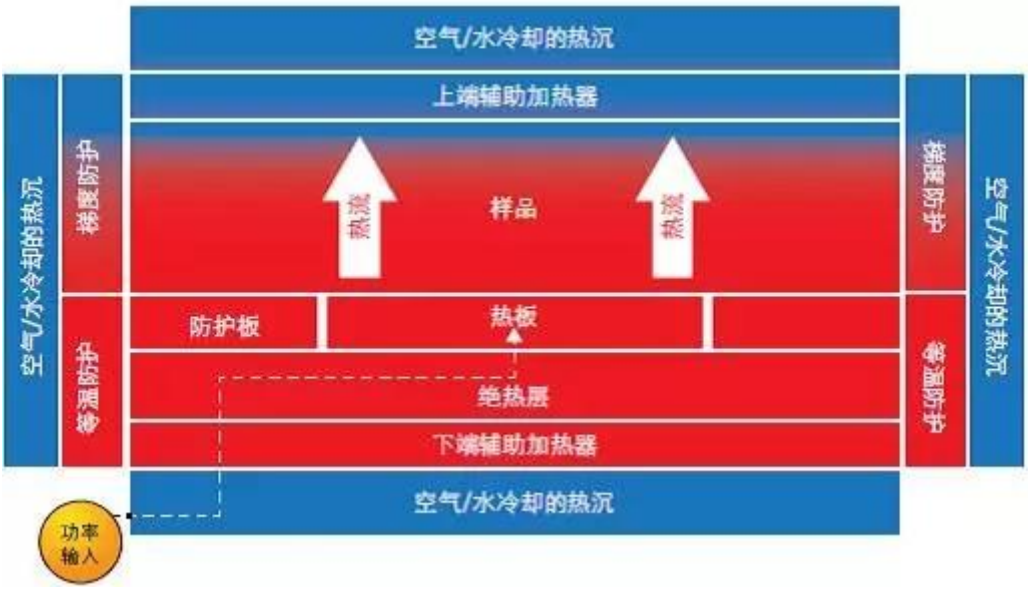


图 2-2 单样品形式稳态保护热板法测量原理图

对于稳态保护热板法导热系数测试仪器，目前国内外具有在高温和真空条件下进行导热系数测试能力的设备只有德国耐驰公司生产的商品化设备和美国 NIST 自制的标准化测试设备，如图 2-3 和图 2-4 所示。

图 2-3 德国耐驰公司的稳态保护热板法导热仪

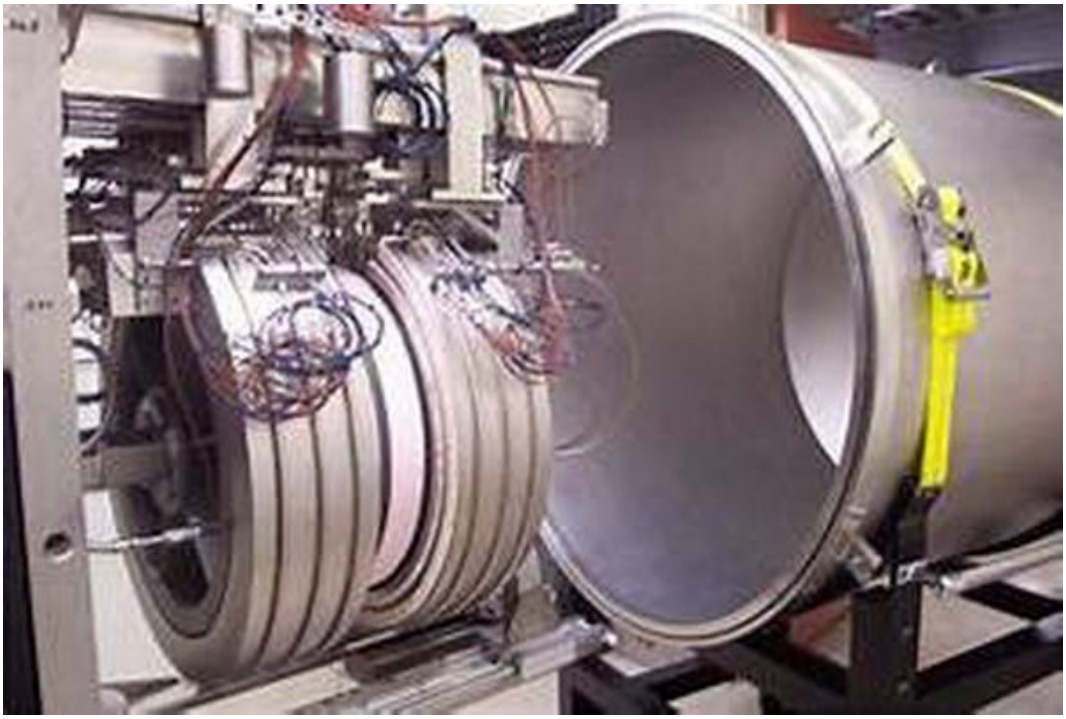


图 2-4 美国 NIST 稳态保护热板法导热仪

2.2. 稳态热流计法

依据的标准为：ASTM C201、GB/T 10295 和 YBT 4130-2005。其中 YBT 4130-2005 完全照搬了 ASTM C201，是一种采用水量热计法进行热流密度测量，也是一种热流计法。稳态热流计法的基本原理如图 2-5 所示。

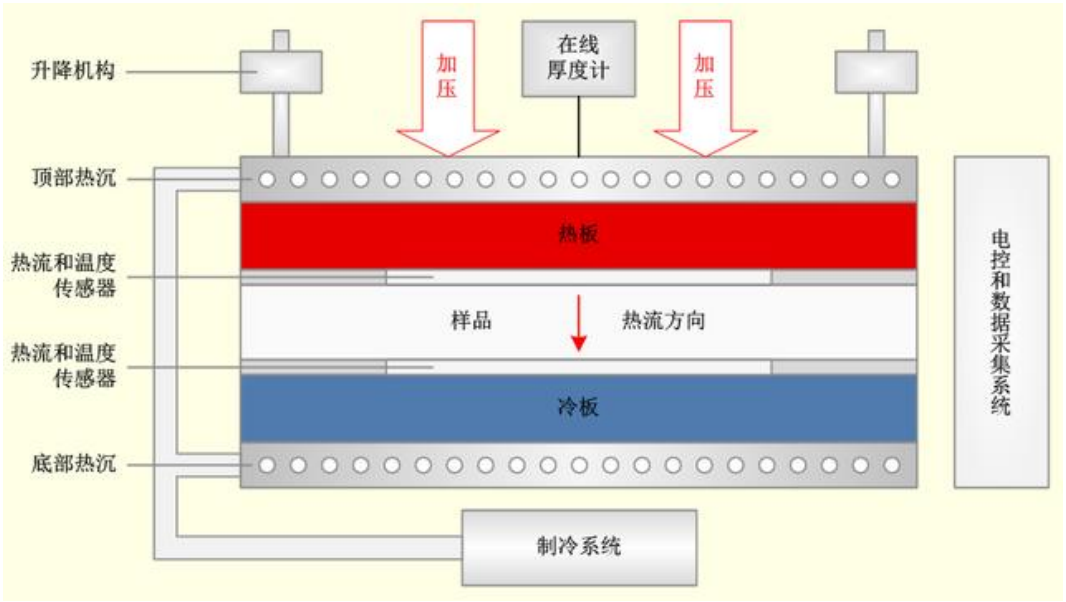


图 2-5 稳态热流计法测量原理图

对于稳态热流计法导热系数测试仪器，目前国内外具有在高温条件下进行导热系数测试能力的设备有以下四家机构的设备，如图 2-6 和图 2-7 所示，但只有美国 NASA 和上海依阳

实业有限公司具有自制的标准化测试设备，如图 2-8 和图 2-9 所示。

图 2-6 国产水量热计法高温导热仪

图 2-7 美国 Orton 公司水量热计法高温导热仪

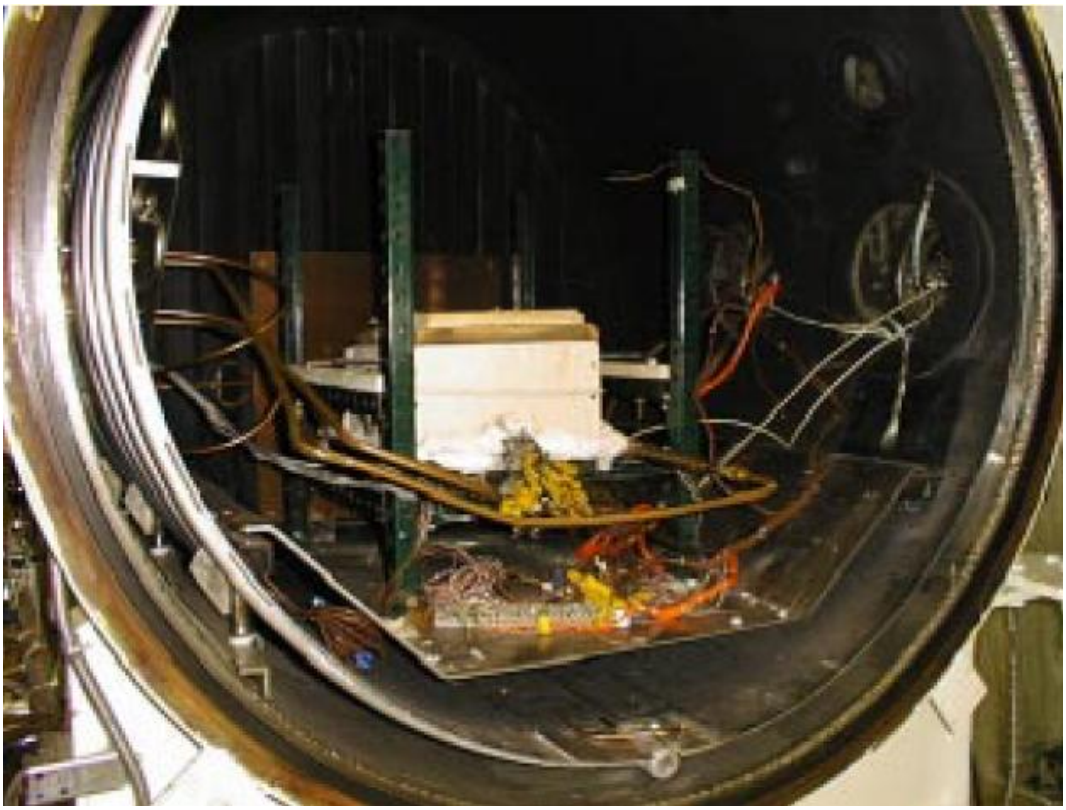


图 2-8 美国 NASA 稳态热流计法高温导热系数测试系统

图 2-9 上海依阳实业有限公司稳态热流计法高温导热系数测试系统

2.3. 瞬态热线法

依据的标准为：ASTM C1133 和 GB/T 5990。瞬态热线法的基本原理如图 2-10 所示。

对于瞬态热线法导热系数测试仪器，目前国内外具有在高温条件下进行导热系数测试能力的设备有以下两家公司的设备，如图 2-11 和图 2-12 所示。

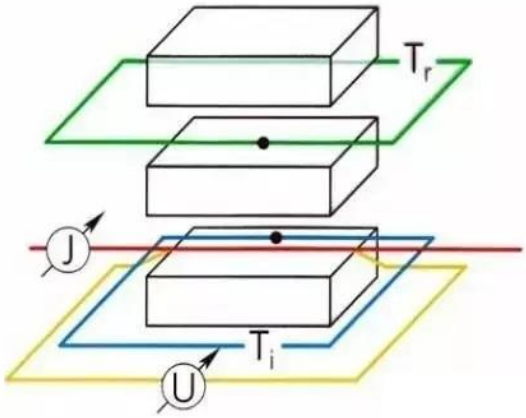


图 2-10 瞬态热线法导热仪原理图

图 2-11 美国 TA 公司热线法高温导热仪

图 2-12 德国 Netzsch 公司热线法高温导热仪

3. 碳纤维隔热材料测试技术现状

从以上三类隔热材料测试方法和相关导热系数测试设备可以看出，商品化设备仅有德国耐驰的保护热板法和上海依阳的热流计法设备可以满足碳纤维隔热材料在惰性气体环境下的测试要求。

国外对碳纤维隔热材料导热系数测试多为非标自制设备，文献和隔热材料厂家报道全部是热流计法和热线法设备。主要因为只有这两种方法可实现高温。

除了上海依阳实业有限公司之外，还未见到国内其他机构具有碳纤维隔热材料导热系数测试设备，也未见到相应的测试结果文献报道。

4. 碳纤维隔热保温材料导热系数的两种主要测试技术

从上述介绍可以看出，针对碳纤维隔热保温材料的导热系数测试，目前国内外只有稳态热流计法和瞬态热线法能实现高温条件下的测试。下面分别介绍这两种方法在导热系数具体测试中的特点。

4.1. 稳态热流计法高温导热系数测试

这是一种国内外隔热材料高温导热系数测试的主流方法，除可实现高温外，主要特点是模拟实际隔热时的大温差环境，可测量复合材料构件，并可测试不同方向上的导热系数。

可在真空和惰性气体控制气压环境下进行导热系数测试 ,美国 NASA 有过大量文献报道，技术非常成熟，几乎对所有航天用隔热材料都进行过测试评价。上海依阳也采用此技术，以满足国内航天高温隔热材料导热系数测试需求。

国外碳纤维隔热材料生产厂家的柔性和刚性隔热毡产品资料中也能看出采用的是稳态热流计法。

4.2. 瞬态热线法高温导热系数测试

在未出现稳态热流计法前，是隔热材料和碳纤维隔热材料的主流测试方法，以前多用于耐火材料导热系数测试中。

热线法导热系数测试设备结构简单，较易实现高温测试。

热线法导热系数测试设备特点之一是均温测试，得到的是真导热系数，而不是高温下具有大温差时辐射传热起主导作用的有效导热系数。

但对于碳纤维隔热材料这种导电材料，要设法解决热线高温绝缘难题。同时整个测试过程十分漫长，需要整个样品温度恒定。

4.3. 稳态热流计法与瞬态热线法测量结果的区别

稳态热流计法导热系数测试过程中，样品厚度方向上存在较大温差，在高温下会存在导热、对流和辐射传热等多种传热 形式，这时所测试得到的导热系数对应于等效导热系数。

瞬态热线法导热系数测试过程中，被测样品温度均匀无温差，测试过程中只存在固体和气体导热传热形式， 这时所测试得到的导热系数对应于真导热系数。

图 4-1 所示为两种不同低密度隔热材料中导热、对流和辐射传热时的相应导热系数随温度变化曲线，从曲线中可以明细看出，由于辐射传热的影响，会使得整体导热系数明显增加。

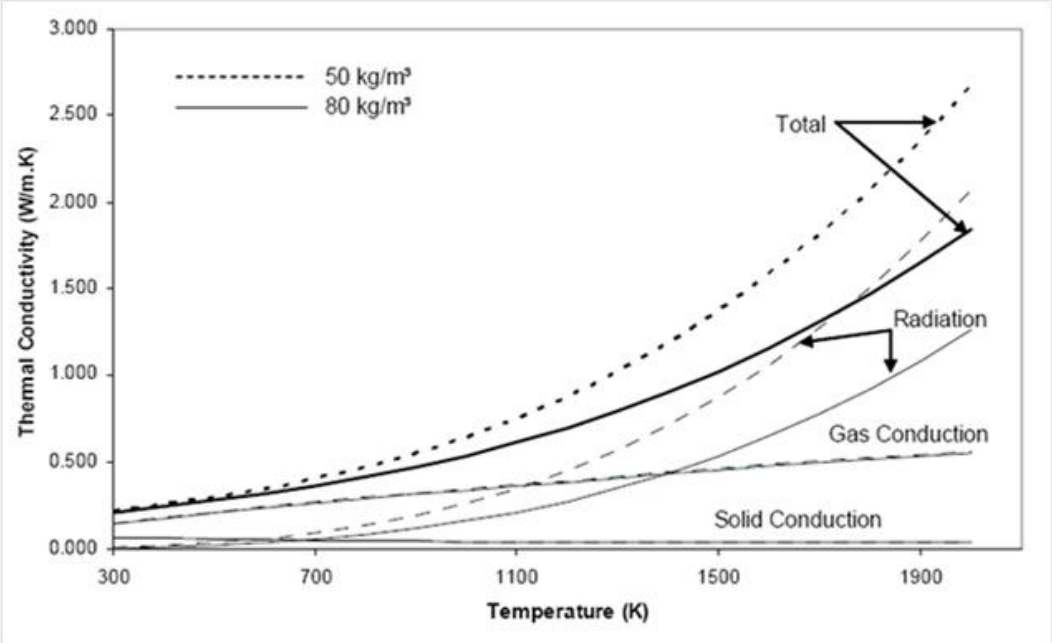


图 4-1 固体、气体和辐射传热对应的导热系数分量随温度变化曲线

另外，对同一样品用热流计法测试得到的等效导热系数都比瞬态法热线法测试得到的真导热系数大，如图 4-2 所示。

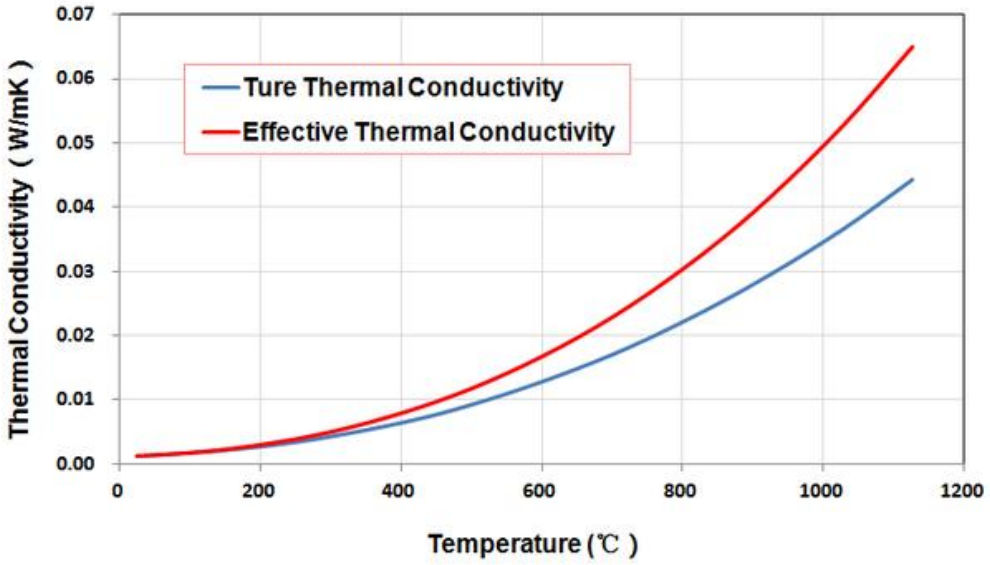


图 4-2 有效导热系数与真导热系数对比

5. 国外碳纤维隔热材料测试典型报道

5.1. 美国 NASA Langley Research Center 工作

美国 NASA Langley Research Center 研制的热流计法高温导热系数测试系统技术指标如下：

（1）被测对象：刚性和柔性片状材料；

（2）样品热面温度最高：1800℉；

（3）气压控制范围：0.0001 ~ 760 torr。

美国 NASA Langley Research Center 研制的热流计法高温导热系数测试系统结构如图 14 所示。

相关报道可参考以下文献：

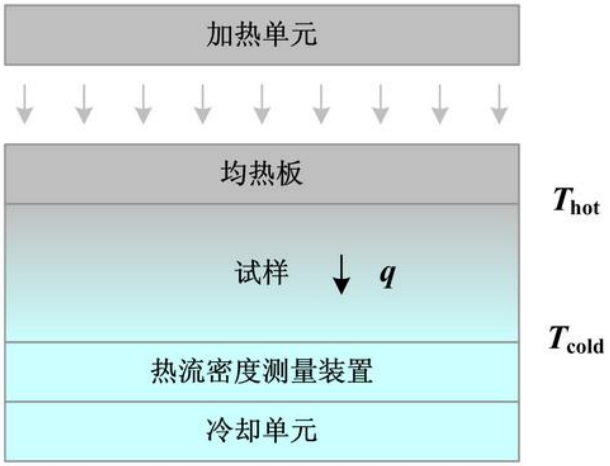


图 5-1 美国 NASA 和上海依阳稳态热流计法高温导热系数测试系统结构示意图

（1） Daryabeigi, Kamran. "Effective thermal conductivity of high temperature insulations for reusable launch vehicles." NASA/TM-1999-208972 (1999).

（2） Daryabeigi, Kamran, George R. Cunnington, and Jeffrey R. Knutson. "Combined heat transfer in high-porosity high-temperature fibrous insulation: Theory and experimental validation." Journal of thermophysics and heat transfer 25, no. 4 (2011): 536-546.

5.2. 日本 NIPPON CARBON 公司产品性能

日本 NIPPON CARBON 公司的碳纤维隔热保温材料主要有 GF-F 软毡系列和 FGL 多层复合硬毡系列，如图 5-2 和图 5-3 所示。

图 5-2 Soft Felt GF-F Series

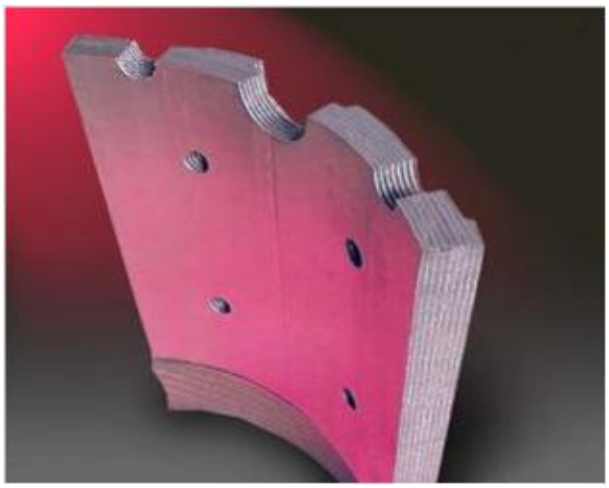


图 5-3 Felt Laminated FGL Series

对于这两类碳纤维隔热保温材料，日本 NIPPON CARBON 公司在其官网分别给出了高温导热系数测试结果，如图 17 和图 18 所示。

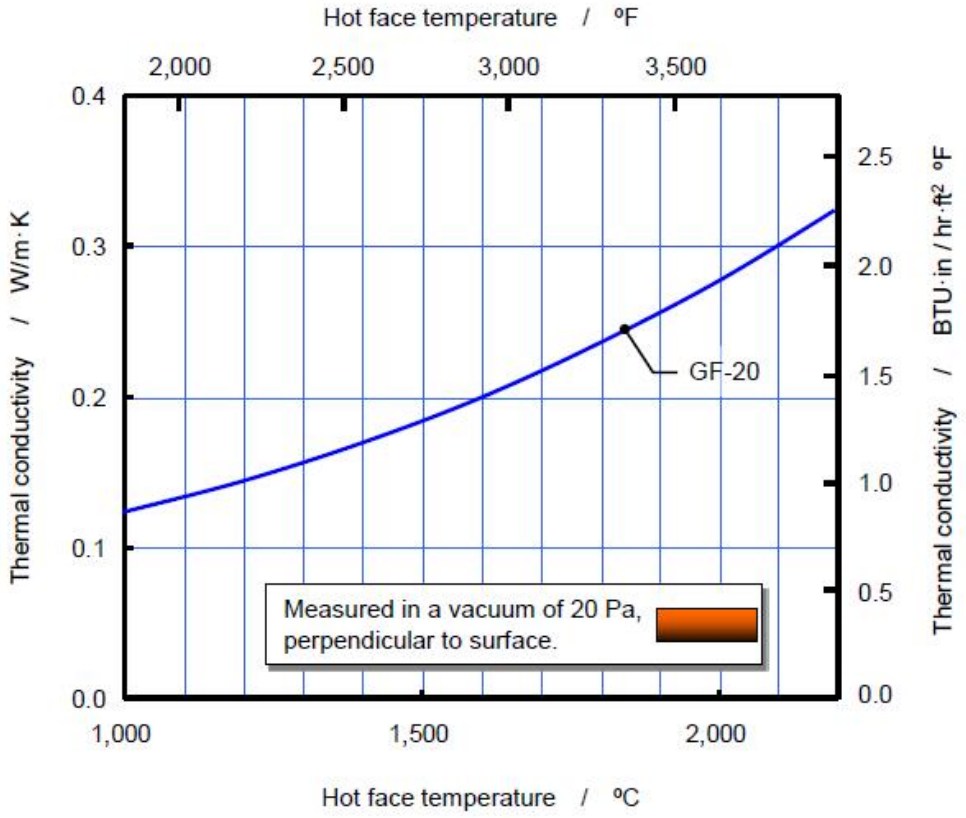


图 5-4 日本碳公司软毡高温导热系数测试结果

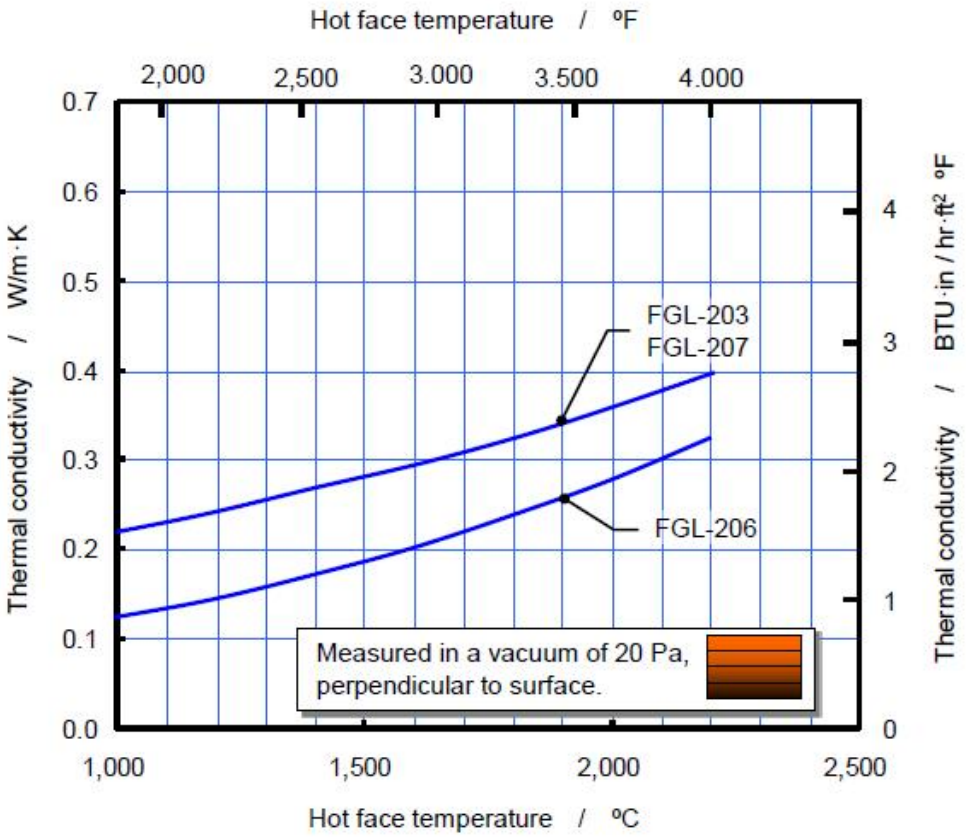


图 5-5 日本碳公司多层硬毡高温导热系数测试结果

从上述 NIPPON CARBON 公司给出的软毡和硬毡高温导热系数测试结果可以看出，导

热系数测试是在 20 Pa 的真空环境下进行，而且声明测试的是垂直于样品表面方向，这就代表了高温导热系数测试采用的稳态热流计法，因为只有稳态热流计法才有明确的方向性。

5.3. 日本吴羽株式会社 KRECA FR 石墨硬毡产品性能

日本吴羽株式会社的碳纤维隔热保温材料主要有 KRECA FR 石墨硬毡系列 ,如图 5-6 所示。

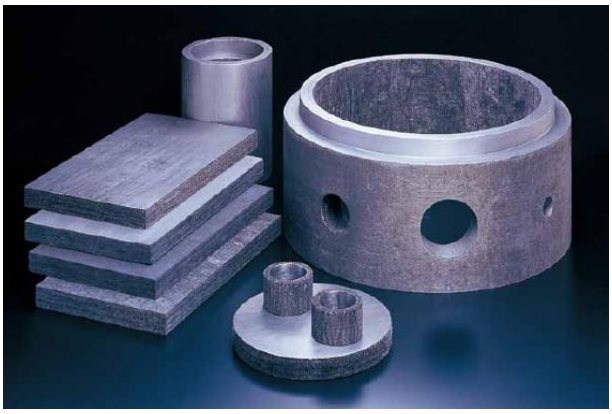


图 5-7 日本吴羽株式会社的 KRECA FR 石墨硬毡系列

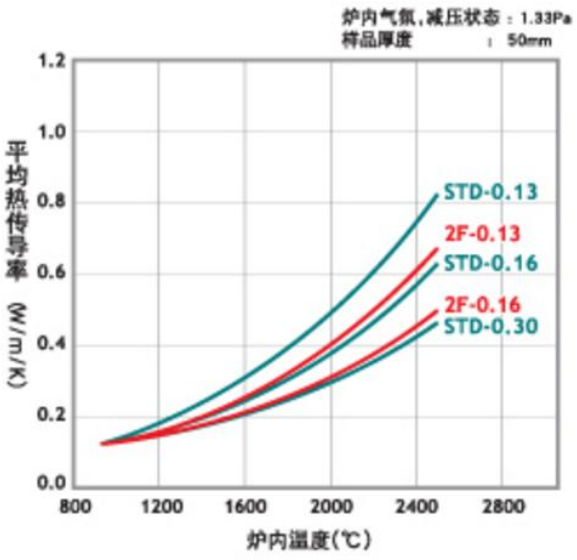


图 5-6 日本吴羽公司硬毡高温导热系数测试结果

对于 KRECA FR 石墨硬毡系列，日本吴羽株式会社在其中文官网上颁布的高温导热系数测试结果如图 5-7 所示。

从图 5-7 中可以看出，高温导热系数测试是在 1.33 Pa 的真空环境下进行，样品厚度为 50 mm。尽管日本吴羽株式会社并未标注导热系数测试方法，但从样品厚度来判断应该是稳态热流计法，因为热线法导热系数测试中样品厚度较大。

5.4. 美国 Carbon Composites 公司产品导热性能

美国 Carbon Composites 公司在其官网上颁布了其碳纤维隔热保温材料产品的高温导热系数在氩气和真空环境下的测量结果，如图 5-8 和图 5-9 所示。

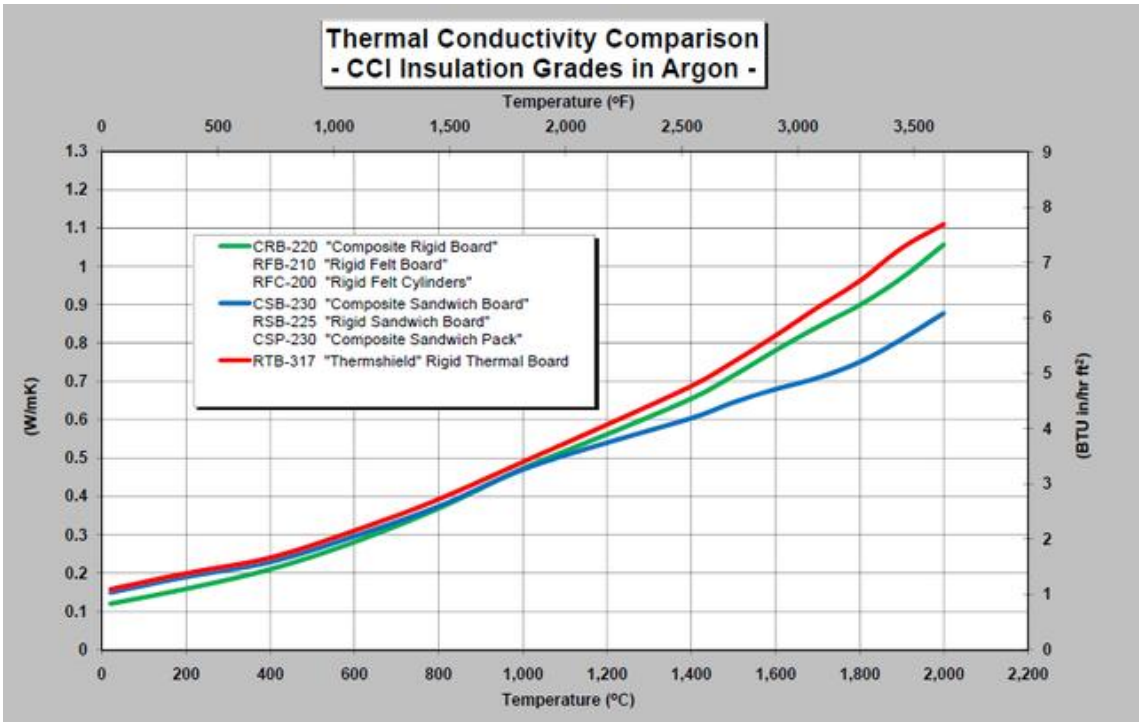


图 5-8 美国 CCI 公司碳纤维保温隔热材料产品导热性能对比（氩气气氛）

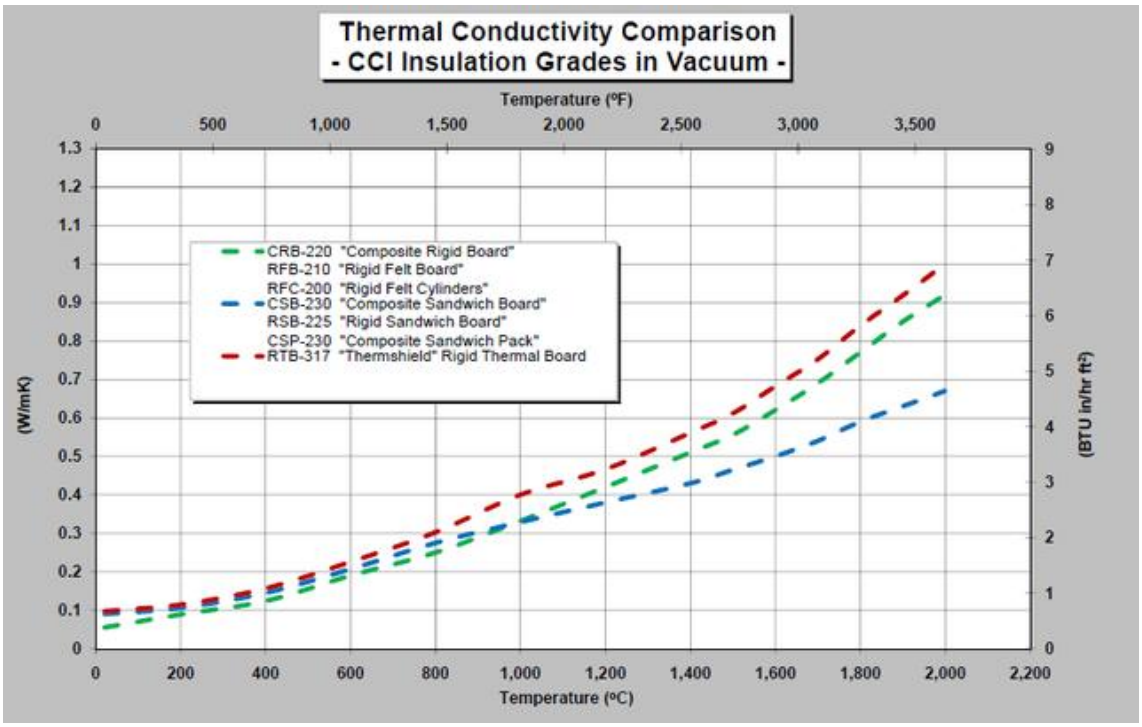


图 5-9 美国 CCI 公司碳纤维保温隔热材料产品导热性能对比（真空环境）

另外，从美国 CCI 公司官网的产品技术指标文件中，可以看到以上导热系数测量结果都有明显的导热系数方向性标识。尽管没有明确方向性标识，但只要是方向性标识就代表了采用的稳态热流计法。

5.5. 瞬态热线法石墨毡高温导热系数测试文献报道

澳大利亚 Chahine 等人在 2005 年报道了采用瞬态热线法对石墨毡高温导热系数进行了测量：

Chahine, Khaled, Mark Ballico, John Reizes, and Jafar Madadnia. "Thermal Conductivity of Graphite Felt at High Temperatures." In Australasian Heat & Mass Transfer Conference. Curtin University of Technology, 2005.

文中报道了采用热线法对 WDF 级石墨毡导热系数进行的测试，石墨毡的密度为 80 kg/m^3，石墨纤维直径在 7.0 ~12.5 μm 范围，平均直径为 10.5 ± 3.2 μm。测试分别在真空和氩气条件下进行，测量结果如图 5-10 所示。

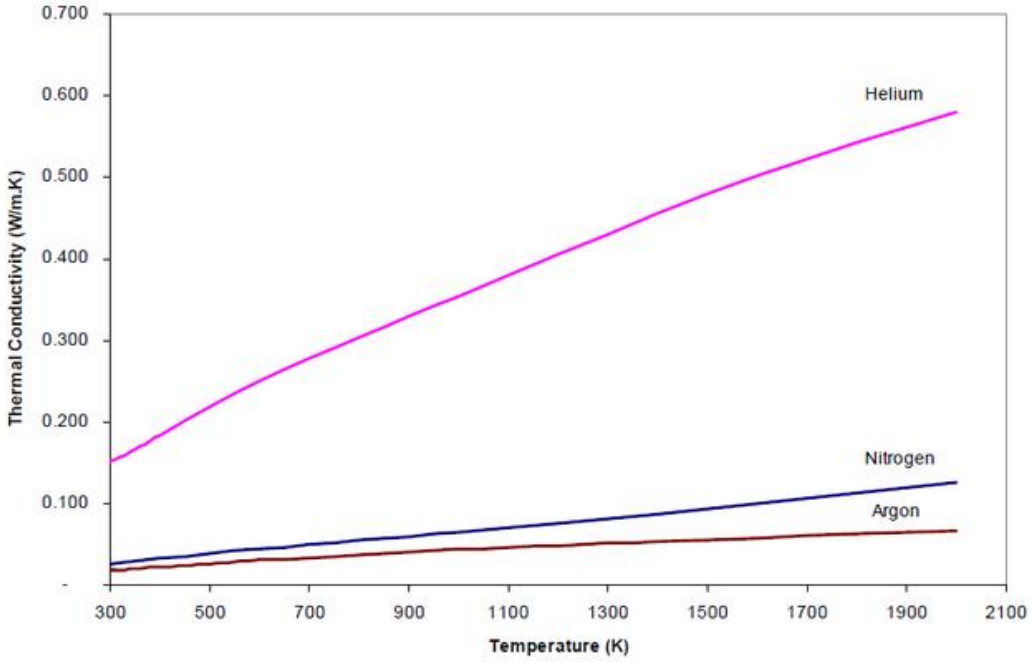


图 5-10 瞬态热线法在不同气氛环境下测量石墨毡高温导热系数结果

6. 上海依阳实业有限公司所做的工作

6.1. 测试仪器

针对碳纤维隔热保温材料，上海依阳实业有限公司采用自制的商品化热流计法高温导热仪（型号 TC-HFM-1000）和瞬态平面热源法导热仪（型号 TC-TPS 1010）分别进行了常温和高温下的导热系数测试，在国内首次得到了碳纤维隔热保温材料在不同真空度下室温～1000℃范围内的导热系数测试结果。瞬态平面热源法导热仪（型号 TC-TPS 1010）以及样品安装如图 6-1 和图 6-2 所示，热流计法高温导热仪（型号 TC-HFM-1000）和样品安装如图 6-3 和图 6-4 所示。

图 6-1 上海依阳公司瞬态平面热源法导热仪

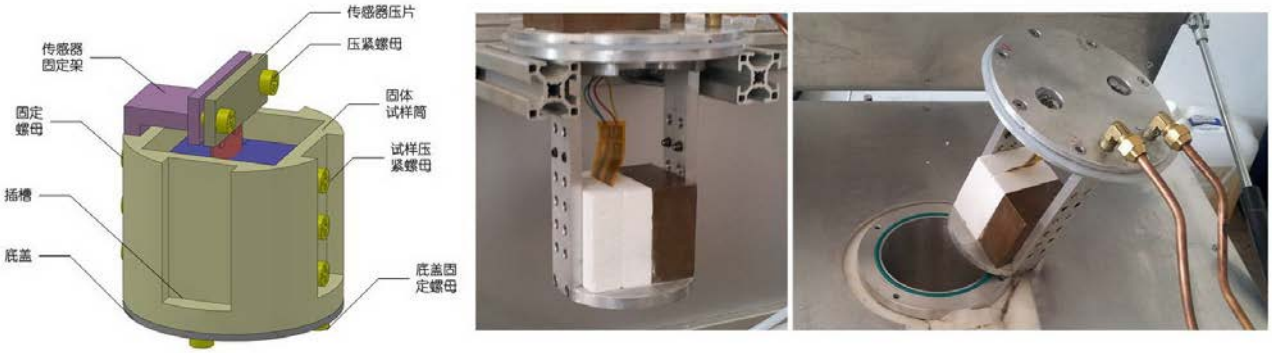


图 6-2 瞬态平面热源法导热仪测试样品安装

图 6-3 上海依阳公司真空型热流计法高温导热仪

图 6-4 热流计法高温导热仪样品安装

6.2. 真空型温热流计法高温导热仪技术指标

1) 被测对象：刚性和柔性片状材料；
2) 温度范围：100℃~1000℃（最高 1500℃） ；
3) 气压范围：10 Pa ~ 1 atm；
4) 导热系数测试范围：<5 W/mK；
5) 试样尺寸：正方形 300 × 300 mm；
6) 试样厚度范围：10 ~ 100 mm；
7) 温度测量精度：±1%；
8) 气压测量精度：±1%；
9) 导热系数测量精度：±5%。

6.3. 碳纤维隔热保温材料样品（石墨硬毡）

对国内厂家提供的碳纤维隔热保温材料样品（石墨硬毡）进行导热系数测试，厂家提供了两种尺寸规格但相同材料的石墨硬毡样品分别用于瞬态平面热源法和稳态热流计法测试，材料密度为 156 kg/m^3。其中一种样品规格为 50mm×50mm×40mm，如图 6-5 所示；另一种样品规格为 310mm×310mm×44.5mm，如图 6-6 所示。

图 6-5 石墨硬毡样品 50 mm×50 mm×40 mm

图 6-6 石墨硬毡样品 310 mm×310 mm×44.5 mm

6.4. 常温常压大气环境下瞬态平面热源法导热系数测试结果

采用瞬态平面热源法导热仪对石墨硬毡样品在常温常压大气环境下进行了 15 次的导热系数重复测量，测试结果如图 6-7 所示，导热系数测量平均值为 0.112±0.002 W/mK。

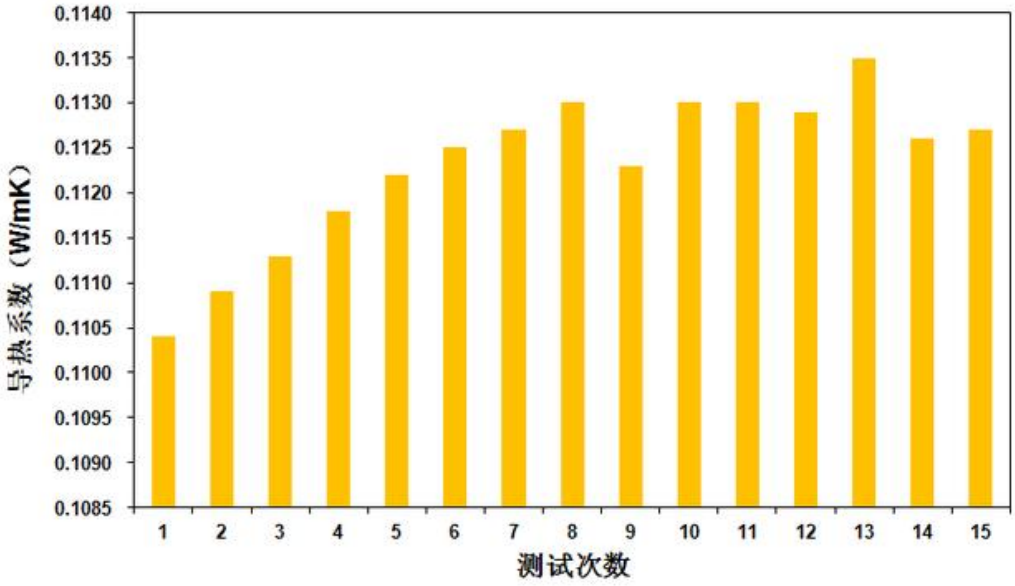


图 6-7 瞬态平面热源法常温常压下石墨硬毡导热系数多次测量结果

6.5. 常压氮气环境下热流计法导热仪测量石墨硬毡高温导热系数结果

针对碳纤维隔热保温材料的高温导热系数测量，首先在常压惰性气体（氮气）环境下进行了不同温度点下的高温导热系数测量，不同温度下导热系数测量数值如图 31 所示，用横坐标为样品热面温度、纵坐标为有效导热系数的图形表示如图 6-9 所示。

冷面温度（℃）	热面温度（℃）	平均温度（℃）	等效导热系数（W/mK）
16.0	99.8	57.9	0.106
19.0	399.8	209.4	0.140
22.4	600.3	311.4	0.169
27.3	804.1	415.7	0.213
33.9	1001.2	517.6	0.266

图 6-8 石墨硬毡样品测试参数和结果数值

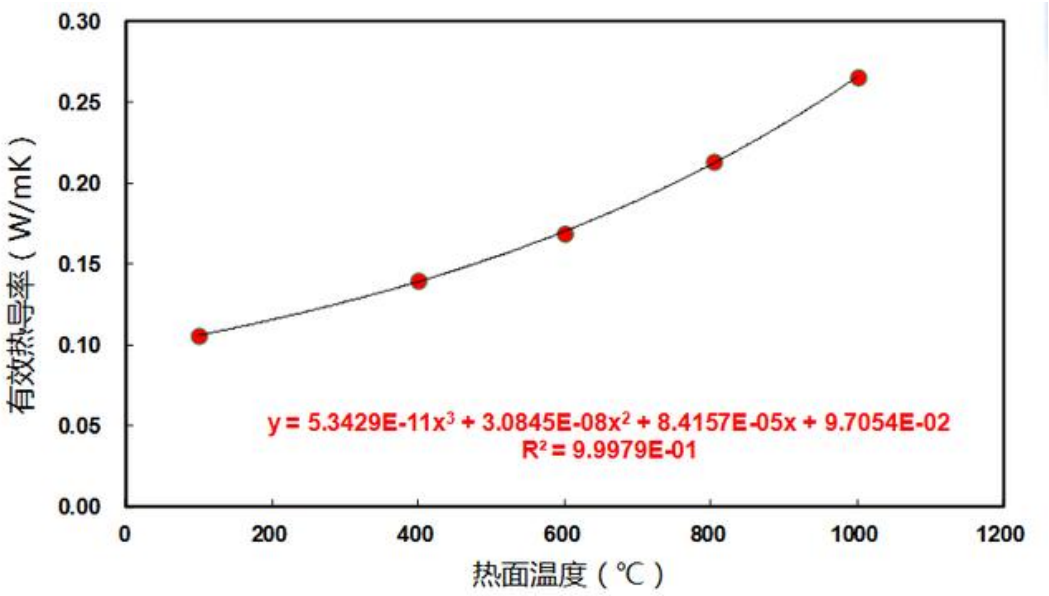


图 6-9 石墨硬毡有效导热系数随样品热面温度变化测量结果和拟合曲线

从图 6-9 所示的测量结果可以看出，拟合曲线为一条三次多项式公式，随着热面温度的增大曲线向上弯曲，这说明随着温度的升高，辐射传热的作用变得更加明显。

6.6. 不同真空度下热流计法导热仪测量石墨硬毡高温导热系数结果

为了测量不同氮气气压（真空度）下石墨硬毡样品的高温导热系数，分别将样品热面温度控制在 200、600 和 1000℃，如图 6-10 所示。在每个热面温度恒定控制过程中，再分别控制氮气气压（真空度）的变化，真空度设定值分别为 10、100、1000、5000 和 10000Pa，由此测量不同温度下和不同真空度下的有效导热系数，相应的有效导热系数测量结果数值如图 6-11 所示。

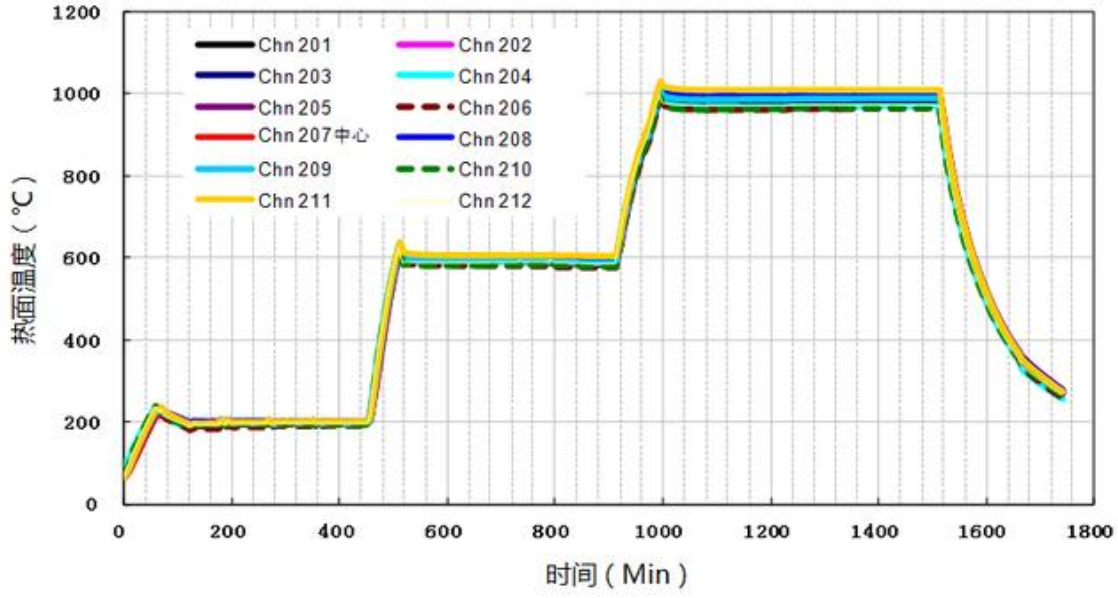


图 6-10 变真空测试过程中的样品热面温度变化曲线

真空度（Pa）	冷面温度（℃）	热面温度（℃）	平均温度（℃）	有效导热系数（W/mK）
10	15.95	199.57	107.76	0.0665
100	16.18	199.57	107.88	0.0856
1000	16.43	199.55	107.99	0.1076
5000	16.50	199.55	108.03	0.1130
10000	16.57	199.48	108.03	0.1153
10	19.39	599.63	309.51	0.1082
100	20.16	599.64	309.90	0.1268
1000	21.45	599.64	310.55	0.1556
5000	22.16	599.64	310.90	0.1700
10000	22.30	599.67	310.99	0.1732
18	27.64	999.93	513.79	0.1847
100	29.46	999.57	514.52	0.2129
1000	31.69	999.57	515.63	0.2384
5000	33.00	999.50	516.25	0.2523
10000	33.51	999.59	516.55	0.2568
20000	33.86	999.62	516.74	0.2605

图 6-11 石墨硬毡在不同温度和不同真空度下的有效导热系数测量结果数值

将图 6-11 得到的有效导热系数测量结果数值绘制成图形，如图 6-12 所示。从图中可以看出，在每个恒定温度下，有效导热系数都会随着气压的增大而增大，并在接近常压时导热系数变化趋于稳定，这完全符合低密度隔热材料导热系数随气压增大的变化规律。

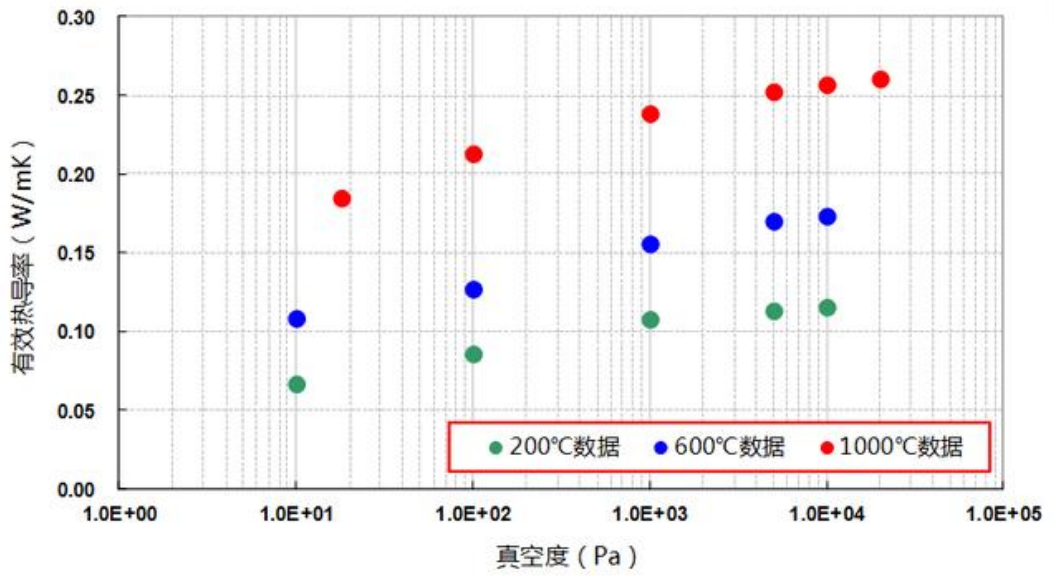


图 6-12 不同温度下石墨硬毡导热系数随真空度变化测量结果

通过以上采用上海依阳实业有限公司的导热系数测试设备进行的石墨硬毡高温变真空条件下的测试，首次在国内得到了石墨硬毡完整的隔热性能测试评价结果，这将有助于碳纤维隔热保温材料的研究、生产、质量控制和性能评价等方面的需要。

7. 稳态热流计法法导热系数测试更高温度（1500℃）测试系统方案

上海依阳实业有限公司现有测试设备已经证明完全可以满足1000℃以下碳纤维隔热材料的导热系数测试，若需要将测试温度提升到1500℃，需要进行以下改动，但不存在技术难度。

1) 更换加热方式，将金属发热体更换为石墨或碳/碳材料发热体，采用更大功率的低压大电流直流电源；
2) 碳纤维隔热材料导热系数一般偏高，样品冷面温度控制需更换为更大制冷功率的高精度冷却循环系统。
3) 温度测量采用更高使用温度的 S 型热电偶；
4) 加厚高温热防护装置以保证最高运行温度下的安全性；
5) 真空抽取根据真空度要求配备相应的真空系统。