

瞬态平面热源法热物理性能测量准确度和适用范围标定

——常温下标准材料 VespeITM SP1的热物理性能对比测试

何小瓦 黄丽萍

(航天材料及工艺研究所, 北京 9200信箱 73分箱 15号 100076)

摘 要 瞬态平面热源法作为一种非稳态热物理性能测试技术, 其测量范围、测量准确度和试验参数的确定是正确评价和应用这种测试技术的前提条件。详细描述了采用瞬态平面热源法测量装置对热物理性能标准材料 VespeITM SP1所进行的比对测试, 并由此考察这种测试方法和测试装置的测量准确度和适用范围。

关键词 瞬态平面热源法 热物理性质 热导性 标准材料 测量准确度

Verification of the Measurement Accuracy and the Test Range of Thermophysical Properties of Transient Plane Source (TPS) Method

HE Xiao-wa HUANG Li-ping

(Aerospace Research Institute of Materials and Processing Technology, Beijing 9200-73-15 100076)

Abstract Transient plane source (TPS) is one of the transient thermophysical properties measurement method. Confirming the test range, accuracy and Test parameters is the precondition of its application and evaluation. Describes the measurement results of standard materials VespeITM SP1 using TPS apparatus, and verifies the test accuracy and measurement range.

Key words Transient plane source Thermophysical property Thermal conductivity Standard material Measurement accuracy

1 引 言

近二十年来, 随着各种新材料和改良材料在物理、化学、生物及医疗领域获得迅速发展与广泛应用, 同时也导致了材料热性能数据的巨大需求。

而传统的热性能测试方法, 由于要求大尺寸的试样、测量过程比较费时或者装置过于复杂, 已不能满足这种需求, 正是在这样的背景下, 研究者们开发出各种实用的接触式非稳态测量方法 (Contact Transient Methods), 也可称作瞬态法或动态法。非稳态法具有快速、准确等许多优点, 一次测量可同时得到多

个参数, 方式灵活多样, 测试范围可覆盖多种材料、较宽的温度和参数区间。

非稳态测试仪器应该使用标准材料试样进行标定和验证。另外, 实验方法及数据处理方法也应当规范和标准化, 以便尽可能地控制测量结果的偏差和不一致性。所以, 建立国际上通用的非稳态法测量标准就显得尤为迫切和重要。2002年, 在英国召开的第 16 届欧洲热物性会议上 (ECTP2002), 第一个专题研讨会的议题就是关于非稳态测量方法标准的建立。

瞬态平面热源技术作为非稳态测量方法的一个分支得到了越来越多的研究和应用, 很多文献报道了瞬态平面热源测试方法在许多材料性能测试评价方面的应用, 但对于瞬态平面热源测试方法的准确性和适用范围, 目前还很少有文献对这方面的研究工作进行过详细的报道。为了对瞬态平面热源测试方法进行准确的评估以及对这项技术的深入了解和合理运用, 对这种测试方法的测量准确度和适用范围进行研究是十分必要的。

在此项内容的前期研究工作报道中^[1], 详细介绍了瞬态平面热源法的测量原理以及常温下的测量装置, 描述了采用 Pyroceram 9606 热物理性能标准材料研究瞬态平面热源法在实际测试中各种试验参数对测量准确度的影响, 并最终确定选用高准确度桥路 TPS 测量装置做为标准的测量装置。在前期研究工作的基础上, 采用此高准确度桥路 TPS 测量装置对标准材料 VespeITM SP1 进行了对比测试, 本文将给出这些测试结果的详细描述, 并给出瞬态平面热源法的测量准确度和适用范围。

2 标定试验

2.1 标准材料 (VespeITM SP1)

在众多的工程应用材料中, 很多材料的热导率处在 $(0.1 \sim 1) \text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ 范围内, 如各种塑料、玻璃钢和高分子类等材料。为保证在此区间热物理性能参数的测量准确性, 就需要相应能覆盖此区间热物理性能的标准材料。目前, 国际上公认的能覆盖此区间热物理性能的标准材料之一是美国杜邦公司生产的 SP1 级的纯聚酰亚胺 (VespeITM SP1)。

VespeITM SP1 材料具有很强的耐磨性, 可以在室温 $\sim 288^\circ\text{C}$ 的范围内长期使用, 同时还具有出众的长期尺寸稳定性和热稳定性, 并且像金属铜一样具有很好的可加工性。鉴于 VespeITM SP1 材料物理性

能的出色稳定性和各向同性性, 使得它成为目前国际上公认的热物理性能标准材料之一^[2]。

标定测试所采用的试样尺寸为 $\Phi 50.8 \text{ mm} \times 19.1 \text{ mm}$ 。由于在工程材料性能测试中, 很多时候取样尺寸不能太大, 因此在此次标定测试中, 还采用了更小尺寸的 VespeITM SP1 标准材料, 两种不同厚度的试样尺寸分别为 $\Phi 25.4 \text{ mm} \times 3.17 \text{ mm}$ 和 $\Phi 25.4 \text{ mm} \times 9.50 \text{ mm}$, 以此来标定试样厚度对试验参数选取的影响。在室温 $\sim 300^\circ\text{C}$ 范围内, VespeITM SP1 的热物理性能参数如表 1 所示。

表 1 标准材料 VespeITM SP1 热物理性能参数
随温度变化的标准数据

温度 / $^\circ\text{C}$	热导率 $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	热扩散率 $\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
20	0.378	0.265
50	0.384	0.249
100	0.394	0.227
150	0.404	0.211
200	0.414	0.199
250	0.424	0.189
300	0.434	0.180

2.2 测试仪器

在前期的标定工作中 (1), 已得出高准确度桥路 TPS 测量装置比较适用于高准确度测量的结论。因此, 在今后的标定测试中将仅采用高准确度桥路 TPS 测量装置, 并分别采用半径分别为 $R2.001 \text{ mm}$, $R6.403 \text{ mm}$ 和 $R9.719 \text{ mm}$ 的三种 TPS 探测器进行标定测试。有关测试仪器和相应的探测器, 都在前期工作的介绍中做了详细阐述。

3 测试结果和讨论

由于 TPS 技术在测试过程中, 需要对加热功率和测量时间的选取范围这些试验参数进行初步的判断和尝试, 即测试结果不是唯一确定的, 选择不同的试验参数会得出不同的测试结果。因此, 本文描述了每一种尺寸的 TPS 探测器在选取不同加热功率和测量时间时所获得的测量结果, 由此来确定这些

不同的试验参数对测量准确度所产生的影响。同时,在标定测试中,还考虑了试样尺寸对试验参数选取的各种影响因素。

在以下测试数据表中,▲表示热导率标定测量的相对误差数据,○表示热扩散率标定测量的相对误差数据。

3 1 采用 R2 001 mm TPS探测器的标定测量结果

此种小尺寸的探测器,由于其热容小,测量时所需要的加热功率和测量时间都比较小,所以常用于测量液体(甚至失重状态下液体)的热性能参数。

3 1 1 Φ50.8 mm×12.7 mm 试样尺寸

对于 R2 001 mm 的 TPS 探测器和此种尺寸大小的标准材料,在能获得有效试验数据的前提下,仅有 10 s和 20 s两种测量时间可供选择。在标定测试中,选择不同的测量时间和加热功率来标定这些试验参数变化对测量误差的影响。图 1和图 2为测量结果。

表 2 采用 R2 001 mm TPS探测器的重复性测量结果

测量参数	测量结果
加热功率 /W	0.34
测试时间 /s	10
热导率平均值 /W·m ⁻¹ ·K ⁻¹	0.397
热扩散率平均值 /mm ² ·s ⁻¹	0.251
探测深度平均值 /mm	3.2
温度增益平均值 /℃	3.85
特征时间平均值	0.467
拟合偏差平均值	4.84×10 ⁻⁴
热导率相对误差范围	4.6% ~ 5.0%
热扩散率相对误差范围	-3.8% ~ -5.3%

3 1 2 Φ25.4 mm×6.38 mm 试样尺寸

由于很多实际工程材料的取样困难性限制了试样尺寸不能太大。针对这种情况,选取了尺寸更小 Φ25.4 mm×6.38 mm 的标准材料来对 R2 001 mm 的 TPS探测器进行标定,以确定此传感器测量小尺寸试样的准确性。

对于 R2 001 mm 的 TPS 探测器和此种尺寸大小的标准材料,在能获得有效试验数据的前提下,仅有 10 s和 20 s两种测量时间可供选择。在标定测试中,选择不同的测量时间和加热功率来标定这些试验参数变化对测量误差的影响。图 3和图 4为测量结果。

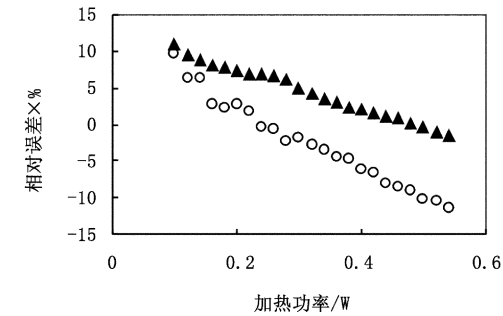


图 1 加热时间 10 s时标定测量的相对误差图

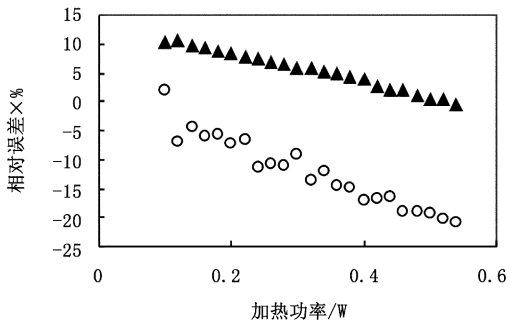


图 2 加热时间 20 s时标定测量的相对误差图

根据以上的标定测量结果,选择能达到最小测量误差的试验参数进行了 20次的重复性测量,测量结果如表 2所示。

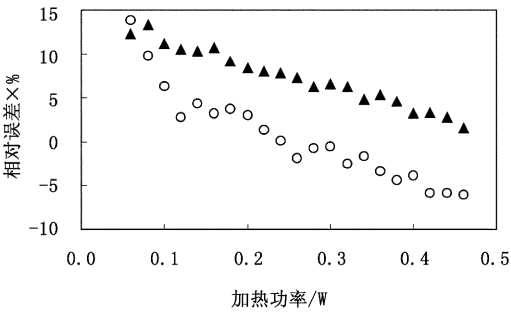


图 3 加热时间 10 s时标定测量的相对误差图

从此标定结果可以看出,10 s和 20 s加热时间对应的最大探测深度分别是 3.5 mm和 4.6 mm,所以对于厚度 6.38 mm 的小试样,采用 R 2 001 mmTPS探测器的测量准确度与对大尺寸试样的测试一致。因此,只要试样尺寸大于探测器的探测深度,试样尺寸的大小对测量准确度和试验参数的选

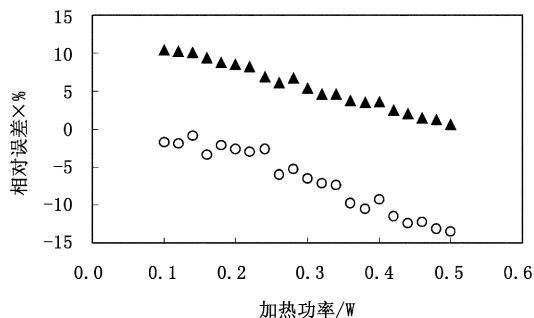


图 4 加热时间 20 s时标定测量的相对误差图

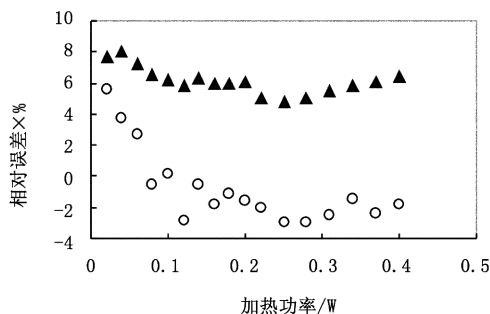


图 5 加热时间 80 s时标定测量的相对误差图

取就影响不大。

根据整个标定测试结果,采用 $R2\ 001\ \text{mm}$ 的 TPS 探测器,随着加热功率的增大,热导率的测量误差逐渐减小,但热扩散率的测试误差快速增大。测量时间的变化对热导率测量误差的变化影响不大,但对热扩散率测量误差带来较大的影响。因此,对于这种 $R2\ 001\ \text{mm}$ 的 TPS 探测器,如果仅仅是为了测量材料的热导率而不关心材料的热扩散率,测量中可以选择较大的加热功率。如果要同时准确测量在这个范围内的热导率和热扩散率两个参数,最好选择 10 s 测量时间和 0.3 W 左右的加热功率。这样,两个参数的测量误差都可以控制在 $\pm 6\%$ 以内。

通过以上小尺寸 TPS 探测器的标定,还揭示出一个实际测量中的问题。在对液体材料测量过程中,为了减少温度变化所引起的对流对测量的影响,一般都遵循一个原则,就是尽可能采用小尺寸的 TPS 探测器和尽可能低的加热功率。但在对小尺寸探测器标定时,为了达到满意的测量准确度,还必须采用较大的加热功率,而这恰恰是液体测量中所需避免的。因此,有关液体方面的准确测量,将需要开展专门的研究工作以解决这个矛盾。

3.2 采用 $R6\ 403\ \text{mm}$ 的 TPS 探测器的标定测量结果

对于 $R6\ 403\ \text{mm}$ 的 TPS 探测器,在能获得有效试验数据的前提下,仅有 80 s 和 160 s 两种测量时间可供选择。在标定测试中,选择不同的测量时间和加热功率来标定这些试验参数变化对测量误差的影响。图 5 和图 6 为测量结果。

从测试结果可以看出,采用 $R6\ 403\ \text{mm}$ 的 TPS 探测器,加热功率和测量时间的变化对热导率的测量误差影响不大,较短的加热时间 (80 s) 可以使得热扩散率的测试误差更小。因此,对于这种 $R6\ 403\ \text{mm}$ 的 TPS 探测器,各种试验参数的选择总能保证

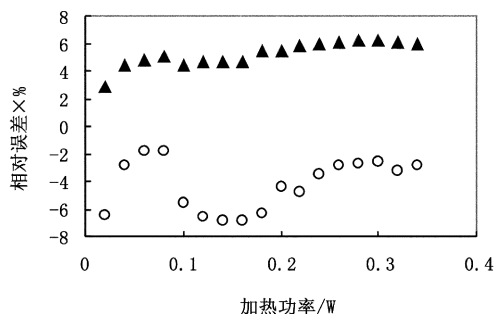


图 6 加热时间 160 s时标定测量的相对误差图

$\pm 8\%$ 以内的测量相对误差。

根据以上的标定测量结果,选择能达到最小测量误差的试验参数进行了 20 次的重复性测量,测量结果如表 3 所示。

表 3 采用 $R6\ 403\ \text{mm}$ TPS 探测器的重复性测量结果

测量参数	测量结果
加热功率 /W	0.25
测试时间 /s	80
热导率平均值 / $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	0.401
热扩散率平均值 / $\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$	0.251
探测深度平均值 /mm	8.9
温度增益平均值 / $^{\circ}\text{C}$	2.40
特征时间平均值	0.489
拟合偏差平均值	1.425×10^{-4}
热导率相对误差范围	5.3% ~ 6.4%
热扩散率相对误差范围	-2.4% ~ -7.2%

3.3 采用 $R9\ 719\ \text{mm}$ 的 TPS 探测器的标定测量结果

对于 $R9\ 719\ \text{mm}$ 的 TPS 探测器,在能获得有效

试验数据的前提下, 仅有 160 s 一种测量时间可供选择。在标定测试中, 选择不同的加热功率来标定这些试验参数变化对测量误差的影响。图 7 为测量结果。

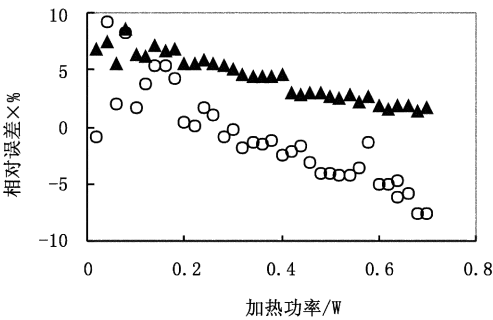


图 7 加热时间 160 s 时标定测量的相对误差图

从测试结果可以看出, 采用 R9 719 mm 的 TPS 探测器, 加热功率太小 (0.1 W 以下) 会对测量带来较大的影响。随着加热功率的增加, 热导率的测量准确度会缓慢的提高, 但热扩散率的测量误差会显著增大。因此, 对于这种 R9 719 mm 的 TPS 探测器, 加热功率最好选择在 (0.3~0.6) W 之间比较合适, 并保证 $\pm 8\%$ 以内的测量相对误差。

表 4 采用 R9 719mm 的 TPS 探测器的重复性测量结果

测量参数	测量结果
加热功率 /W	0.50
测试时间 /s	160
热导率平均值 / $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	0.401
热扩散率平均值 / $\text{mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$	0.255
探测深度平均值 /mm	12.7
温度增益平均值 / $^{\circ}\text{C}$	3.65
特征时间平均值	0.408
拟合偏差平均值	4.810×10^{-4}
热导率相对误差范围	4.5% ~ 7.3%
热扩散率相对误差范围	-6.5% ~ 0.4%

根据以上的标定测量结果, 选择能达到最小测量误差的试验参数进行了 20 次的重复性测量, 测量结果如表 4 所示。

4 结束语

瞬态平面热源 (TPS) 技术作为一种非稳态热物理性能测试技术和一种绝对测量方法, 由于其测试装置结构简单, 对被测试样的尺寸要求不高, 能覆盖较宽的测量范围, 能对各种材料形态进行测量, 具有可以实现现场测试的突出特点, 因此在工程实际应用中有很好的前景。

通过本文标定工作可以看出, 对测试热导率在 $0.4\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ 左右的未知材料, 为了保证测量误差达到基本的工程应用要求 (热导率测试误差为 $\pm 8\%$, 热扩散率测试误差为 $\pm 8\%$), 测试过程中一定要设法保证被测样品温度的恒定。由于 TPS 探测器本身在测试过程中会产生热量, 因而相邻的两次测试一定要间隔一定时间以等到被测样品温度趋于稳定。

参考文献

[1] 何小瓦, 黄丽萍. 瞬态平面热源法热物理性能测量精度和适用范围的标定——常温下标准 Pyroceram 9606 材料热物理性能测量. 宇航计测技术, 2006 26(4): 31 ~ 42

[2] R Fedore and D Stoe. Thermophysical Properties of VespeTM SP1. Proceedings of the 27th International Thermal Conductivity Conference and the 15th International Thermal Expansion Symposium, Knoxville, TN, USA 2003.