

瞬态平面热源法热物理性能测量准确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

何小瓦 黄丽萍

(航天材料及工艺研究所, 北京 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, 并由此考察这种测试方法和测试装置的测量准确度。

关键词 瞬态平面热源法 热物理性质 导热性 热扩散系数

Verification of the Measurement Accuracy and Application Range for Thermophysical Properties of Transient Transient Plane Source (TPS) Method Using Standard Material Pyroceram 9606 at Room Temperature

HE Xiao-wa HUANG Li-ping

(Aerospace Research Institute of Materials and Processing Technology, Beijing 100076)

Abstract Transient Plane Source (TPS) is one of the thermophysical properties measurement methods, confirming the test range, accuracy and parameters is the precondition of its application and evaluation. Introduces the measurement method and apparatus of TPS, describes the influence of the test parameters in measurement using the standard material Pyroceram 9606 and verifies the test accuracy.

Key words Transient plane source Thermophysical property Thermal conductivity Thermal diffusivity

1 引言

随着材料科学的飞速发展,各种新型材料已经从实验室小批量研制转向大规模多批量生产,相应的质量控制也越来越得到重视,由此对材料的热物理性能测试技术提出了更高的要求。例如,在飞机刹车片、炼钢高炉碳砖和各种保温材料等材料的生产过程中,热导率和热扩散率参数是材料性能的关键技术指标。目前,国内外在这些材料的热导率和热扩散率测试过程中,普遍采用护热板稳态测试方法,测试周期长,特别是对于隔热材料的测试,由于温度传感器的散热影响和试验取样的代表性要求,使得试样直径必须大于 200 mm 以上,这样造成测试周期更长,并且测试系统庞大,测试样品制作复杂。另外,对于不同形态和不同热物理性能的材料,一般需要采用不同的测试方法和手段来进行表征。很少有一类方法可以尽可能覆盖从金属至非金属、液体、气体和固体类材料的热物理性能测试。

为了满足工业生产对热物理性能测试的进一步要求,在保证测量准确度的前提下,如何提高测试效率就成为最近几年来热物理性能测试技术领域内的重要研究方向之一,其中非稳态热物理性能测试技术就是一个研究热点,而瞬态平面热源技术则是众多非稳态法中研究和应用相对比较多的方法,并有许多相关的文献^[1~2]报道。

尽管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的报道,目前还极为鲜见。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标定是十分必要的。

本文详细描述在常温(27℃±0.5℃)常压下,采用瞬态平面热源法和相应测试系统对热物性标准材料 Pyroceram 9606 进行了各种不同试验参数条件下的测试,列出了与标准数据的对比结果。

2 瞬态平面热源(TPS)法测试原理

这种 TPS 测试方法在实际测量过程中,采用了

一种如图 1 所示的薄膜式传感器,在传感器中有电热金属镍经刻蚀处理后形成的连续双螺旋结构薄膜,并采用几十微米厚的两片 Kapton 薄膜将此金属圆盘层压在中间以起到电绝缘和保护作用。传感器中的电热金属薄膜除了具有通电发热功能以外,还同时作为测量温度变化的传感器。

测试时,TPS 传感器被夹在两块同质的被测材料中间,形成如图 2 类似三明治的夹芯结构。在传感器上通过恒定输出的直流电,由于温度的增加,探头的电阻发生变化。通过记录一段时间内传感器上的电压和电流变化,可以较为精确地得到 TPS 传感器和被测材料中的热物理性能信息。

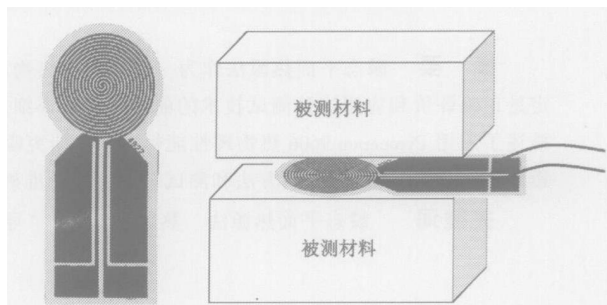


图 1 TPS 传感器示意图

图 2 测量时 TPS 传感器放置于样品中间形成的夹芯结构

假设此薄膜传感器平面表示坐标系的 $Y-Z$ 面,那么对传感器通电后将产生热量,其单位面积所产生的热量用 Q 表示,那么由于此热量 Q 所引起 $Y-Z$ 平面上任意一点处经过时间 t 后的升温可以用下面公式^[3]进行描述

$$\Delta T(y, z, \tau) = \frac{1}{4\pi^{3/2}a\lambda_0} \int_0^\tau \frac{d\sigma}{\sigma^2} \int_A dy' dz' \times Q \left[y' z' t - \frac{\sigma^2 a^2}{\kappa} \right] \exp \left[\frac{-(y-y')^2 - (z-z')^2}{4\sigma^2 a^2} \right] \quad (1)$$

式中: $\sigma^2 a^2 = \kappa(t-t')$; $\theta = a^2/\kappa$; $\tau = [t/\theta]^{1/2}$; a ——发热面的半径,即金属薄膜总体图案的半径值; t ——测量时间; θ ——特征时间; σ ——常数; λ ——被测材料的热导率, W/mK; κ ——被测材料的热扩散率, m^2/s 。

由于传感器通过电流后引起的温度变化 $\Delta T(y, z, t)$ 将使得传感器自身的电阻值 $\Delta R(t)$ 也

同时发生改变,它们之间的关系如下式所示

$$\Delta R(t) = \alpha R_0 \Delta \overline{T(\tau)} \quad (2)$$

式中: R_0 ——TPS 传感器在进行瞬态测量前的电阻值; α ——TPS 传感器的电阻温度系数 (TCR); $\Delta \overline{T(\tau)}$ ——TPS 传感器温度随时间变化的平均值。

由于在瞬态测量过程中,TPS 传感器内部的不同心金属薄膜具有不同的半径尺寸和放置在不同的环境温度下,所以 $\Delta \overline{T(\tau)}$ 是通过温度的增加值取平均计算获得的^[3]

$$\Delta \overline{T(\tau)} = \frac{P_0}{\pi^{3/2} a \lambda} D_S(\tau) \quad (3)$$

$$D_S(\tau) = [m(m+1)]^{-2} \int_0^\tau \sigma^{-2} d\sigma \left[\sum_{l=1}^m l \sum_{k=1}^m k \exp\left(-\frac{(l^2+k^2)}{4m^2\sigma^2}\right) I_0\left(\frac{lk}{2m^2\sigma^2}\right) \right] \quad (4)$$

式中: P_0 ——总输出功率; $D_S(\tau)$ ——修正后的贝赛耳方程。

为了能探测 TPS 传感器上的温度变化,需要精确测量 TPS 传感器电阻值的变化。电阻的测量一般可以采用以下两种方法:

(1) 根据电阻的四线制测试方法,设定并恒定流经 TPS 传感器的电流,通过测量传感器两端的电压变化,根据欧姆定律计算出传感器的电阻值变化;

(2) 为了精确测量电阻的变化,还可以采用桥路的方法进行测量。

以上两种方法最终都要归结到电压信号的测量,而这些电压随温度的变化信号在测量过程中常常也仅有毫伏量级甚至更小。本文仅简单介绍较复杂的桥路测试方法,其测试电路如图 3 所示。

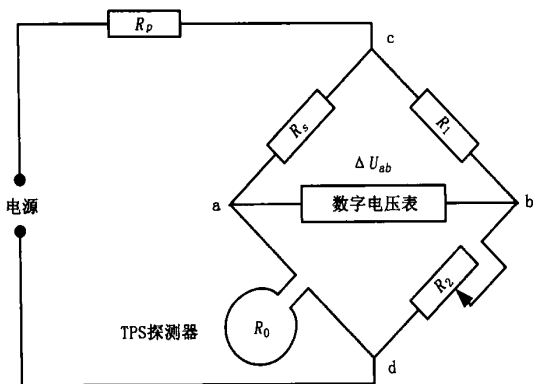


图3 TPS方法测试电路装置示意图

假如电阻的变化对应的电位差为 $\Delta U(t)$, 此电位差可以通过桥路中的电压表进行测量, 那么对桥路分解后, TPS 探测器上的电压变化就可以表达为

$$\begin{aligned} \Delta E(t) &= \frac{R_S}{R_S + R_0} I_0 \Delta R(t) \\ &= \frac{R_S}{(R_S + R_0)} \frac{I_0 \alpha R_0 P_0}{\pi^{3/2} a \lambda} D_S(\tau) \end{aligned} \quad (5)$$

$$\Delta E(t) = \Delta U(t) [1 - C \cdot \Delta U(t)]^{-1} \quad (6)$$

$$C = \frac{1}{R_S I_0 \left[1 + \frac{\gamma R_P}{\gamma (R_S + R_0) + R_P} \right]} \quad (7)$$

式中, 各个电阻的定义如图 3 所示。 R_P 是一个引导电阻, R_S 是一个标准电阻, 其通过电流的额定值远大于 I_0 , 而 I_0 为流经桥路中含有 TPS 探测器的桥路臂时的初始化加热电流。 γ 是桥路中两个参比桥臂的电阻比值。

通过公式 (3) 可以看出, 只要对测试数据进行线性拟合所得到的斜率即为被测材料的热导率 λ 。通过直线拟合还可以获得的 τ 值, 根据前面的 τ 值定义公式就可以计算出被测材料的热扩散率 k 。根据公式 $k = \lambda / \rho C_P$, 以及已知的被测试样的密度 ρ , 同时也可以计算出被测试样的比热容。

由于 TPS 测试的物理模型是表面通过恒定热流的无限厚板, 所以要求测试时间 t 要比特征时间 θ 短很多。根据公式 $\tau = (t/\theta)^{1/2}$, 在满足以上要求时, 要求 $\tau < 0.5$, 同时 $\sqrt{k/\lambda} = \sqrt{\lambda/\rho C_P}$ 公式成立。当测试时间 t 要比特征时间 θ ($\tau > 2$) 长很多时, 只能得到热导率, 此时的数学模型接近于一个无限大固体被一个点热源在内部加热的情况。因此, 为了在测试时同时得到热扩散系数和热导率, 必须选择合适的参数, 测试时间不能过于偏离特征测试时间。

3 标定试验

3.1 测试试样

为了对瞬态平面热源法进行准确的评价, 被测试样选用美国 Corning Inc. 生产的 Pyroceram 9606。其基本的成分含量为: 56.8% SiO_2 , 19.4% Al_2O_3 , 13.9% MgO , 8.8% TiO_2 , 0.08% K_2O , 0.4% As_2O_3 , 0.04% Fe_2O_3 , 0.04% SnO_2 , 0.2% CaO 和 0.2% Na_2O 。

试样尺寸为 $\Phi 50.8\text{ mm}\times 12.7\text{ mm}$ 。

Pyroceram 9606 是目前国际上公认的热物理性能标准参考材料之一,许多文献报道了采用不同测试方法对这种标准材料的测试研究工作^[4~8]。美国材料测试学会(ASTM)新型玻璃标准参考材料分会 C14.91 和英国国家物理实验室(NPL)都在国际范围内对 Pyroceram 9606 进行过各种测试方法的对比测试,并给出了相应的标准数据^[9]。在室温~800℃范围内,Pyroceram 9606 的热物理性能参数和多项式拟合公式系数如表 1 和表 2 所示。

表 1 标准材料 Pyroceram 9606(2 560 kg/m³~2 600 kg/m³)热物理性能数据

温度 <i>t</i> /℃	热导率 $\lambda/(W^{\circ}mK^{-1})$	热扩散率 $\kappa/(mm^2s^{-1})$	比热容 $C_p/(J^{\circ}g^{-1}K^{-1})$
25	4.06	1.93	0.821
50	3.92	1.77	0.851
100	3.71	1.60	0.902
200	3.42	1.36	0.982
300	3.23	1.23	1.038
400	3.10	1.14	1.079
500	3.00	1.07	1.110
600	2.92	1.02	1.135
700	2.86	0.972	1.156
800	2.81	0.938	1.177

表 2 标准材料 Pyroceram 9606 热物理性能数据多项式拟合公式系数

系数	热导率/ λ	热扩散率/ κ	比热容/ C_p
<i>a</i>	4.214 904 3	2.093 438 4	0.789 129 91
<i>b</i>	-0.006 781 131 1	-0.007 647 157 9	0.001 337 127 3
<i>c</i>	2.1402055E-005	3.4636609E-005	-2.2458006E-006
<i>d</i>	-4.8986919E-008	-1.0273832E-007	1.8992601E-009
<i>e</i>	7.0347431E-011	1.7709537E-010	3.0447484E-013
<i>f</i>	-5.5473001E-014	-1.596285E-013	-1.8973141E-015
<i>g</i>	1.8185492E-017	5.785303E-017	1.0683169E-018

那么在常温(27℃±0.5℃)和常压下,可以根据拟合公式计算出 Pyroceram 9606 的热物理性能参数分别为: $\rho=2.627\times 10^{-3}\text{ g/mm}^3$, $\lambda=4.05\text{ W/mK}$, $\kappa=1.910\text{ mm}^2/\text{s}$, $C_p=0.824\text{ J/(g}\cdot\text{K)}$ 。

3.2 TPS 探测器

本文所描述的测量是采用图 1 所示的 TPS 探测器类型。TPS 探测中的金属薄膜带是由 20 μm 厚的镍制成,金属薄膜两侧的 Kapton 绝缘膜总厚度为 50 μm,TPS 探测器的总厚度为 70 μm。对于采用这种厚度的 TPS 所进行的测量,由于绝缘层的影响,测量过程中前几秒的探测数据可以不予考虑。由于 TPS 探测器加热面积的因素,试验的特征时间是比较长,以至于可以完全忽略掉前几秒所采集的电位差数据。

如图 3 中所示的探测器接头和连接导线不会对测量带来任何影响。这些接头与 TPS 探测器中的金属膜具有相同的厚度。在室温环境下,每个 TPS 探测器的电阻值约为 3.26 Ω,TCR 的数值大概为 4.6×10⁻³K⁻¹。

在每个 TPS 探测器的设计制作过程中,对其外形的一个非常重要要求是在绝缘层包裹的有效探测器热面区域内尽可能用金属薄膜组成的图案覆盖。在实际测试过程中,经过一个很短的瞬态时间后,绝缘层上的温度分布可以被认为是常数。

从 TPS 测试原理可知,测试过程需要在 TPS 产生的热量到达被测试样的外边界前结束,因此,在被测试样尺寸和热物理性能参数确定的前提下,需选择合适的 TPS 探测器尺寸、加热时间和加热功率。为了在这三个参数之间进行正确的选择,采用一个探测深度 *D* 变量来进行确定,也就是说 TPS 探测器上任意点到被测试样外边界上的最短距离必须大于探测深度 *D*。探测深度 *D* 的定义为

$$D=2\sqrt{kt}$$
 (8)

式中:*t*——测试时间,s;*k*——被测试样的热扩散率,mm²/s。

探测深度确定的同时,还可以确定被测试样的最小宽度(或最小直径),如下式所示

最小宽度=2×探测深度+TPS 探测器直径

由于测试时间不能过于偏离特征测试时间, TPS 探测器相对于被测试样的热容限制了 TPS 探测器尺寸的选择。一般根据下式来确定 TPS 探测器尺寸

$$0.3 < \frac{kt}{a^2} < 1 \quad (10)$$

式中: a —— 发热面的半径, 即金属薄膜总体图案的半径值。

3.3 测试仪器

在实际测试中, 采用两块相同尺寸 ($\Phi 50.8 \text{ mm} \times 12.7 \text{ mm}$) 的 Pyroceram 9606 标准材料作为被测试样, 如图 2 和图 4 所示用两块试样将 TPS 探测器夹在中间, 并通过垫块和压紧螺栓使得被测试样与探测器紧密接触。

由于 TPS 技术的原理是电阻变化的测量, 而电阻的测试方式也分为几种。所以, 根据不同的加热功率、测量准确度和应用范围, TPS 测试系统主要包括三套测量装置, 即低加热功率 TPS 测量装置、大功率 TPS 测量装置和高精度桥路 TPS 测量装置, 这三套测量装置可以根据不同的测试对象来进行单独使用, 并且各自都与计算机数据采集和控制系统相联。TPS 测试系统整体结构如图 4 所示。

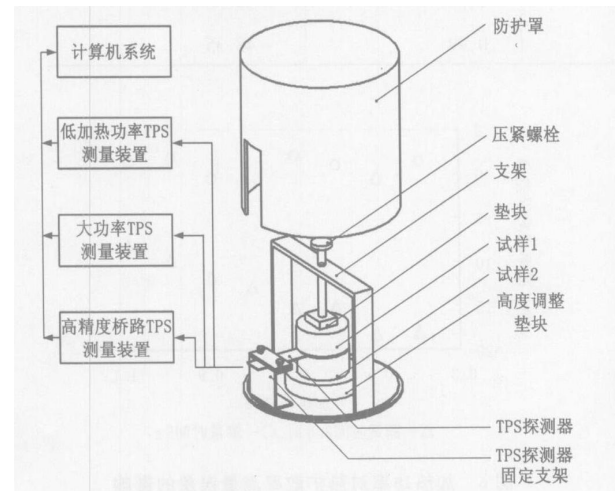


图4 TPS测试系统结构示意图

4 测试结果和讨论

对于 TPS 测试系统中的三套测量装置, 分别采用了半径分别为 9.719 mm, 6.403 mm, 3.189 mm 和

2.001 mm 的四种 TPS 探测器对 Pyroceram 9606 标准材料在常温 ($27^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$) 常压下进行测试, 每套测量装置针对于每种尺寸的 TPS 探测器至少进行 10 次以上的重复性测量, 以此来考察不同测试装置和不同 TPS 探测器的重复性测试精度。

由于 TPS 技术在测试过程中, 需要对加热功率、测量时间和数据点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, 在选取不同的加热功率、测量时间和数据点选取范围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精度所产生的影响。

4.1 采用 2.001 mm 半径 TPS 探测器

针对所采用的 2.001 mm 半径 TPS 探测器, 分别通过低加热功率 TPS 测量装置、大加热功率 TPS 测量装置和高精度桥路 TPS 测量装置进行了测试, 并分别选取了不同的试验参数, 测试结果如下。

4.1.1 低加热功率测量装置的测量

对于这种半径只有 2.001 mm 的 TPS 探测器, 采用低加热功率测量装置进行测量时, 只有选择 0.1 W 的加热功率和 5 s 测试时间才能获得有效的测量结果, 并且数据段的截取区间只能在第 10 ~ 105 个点的范围内。如果要获得更合理的试验参数, 必须减少测试时间。如若选取小于 5 s 以下的测试时间 (2.5 s), 低加热功率测量装置已经无法分辨如此短时间内 TPS 探测器很微小的温度变化, 因此在测量热导率较大的材料时, 最好不采用低加热功率测量装置。

4.1.2 大加热功率 TPS 测量装置的测量

采用大加热功率 TPS 测量装置进行测量, 试验参数有了更多的选择范围。在这项测试中, 将加热功率、测量时间和数据处理区间作为需要变化的试验参数, 分别选取不同的试验参数, 由此来研究这些试验参数对测量误差的影响。

(1) 数据段起始点的选择对测量误差的影响

在数据段选取过程中, 固定终止点的位置, 从第 10 个数据点之后依次选择不同的数据点作为起始点进行数据处理, 热导率的相对误差基本保持不变, 但在起始点超过 40 以后, 测试误差突然增大。因此, 在数据区间的选择过程中, 原则上选取起始点时

不能丢弃太多的起始数据,一般在 10~20 之间,其目的是为了消除掉 TPS 探测器与被测试样之间接触热阻的影响。

(2)数据段终止点的选择对测量误差的影响

在此项试验中,选择加热功率为 0.5 W,测量时间为 2.5 s。在确定数据处理区间过程中,固定起始点为第 10 个数据点,在测试结果完全有效的前提下,

从整个数据采集的最后一个数据(第 200 个数据点)开始,依次向前选择不同的数据点作为终止点进行试验数据处理,结果如表 3 所示。从结果可以看出,热导率的相对误差由正向负、逐渐变小的方向变化,而热扩散率的相对误差则趋于更大。同时,随着数据区间的变小,意味着探测时间的缩短,探测深度自然会逐渐降低。

表 3 不同终止点处的相对误差和探测深度(两种测量时间)

起始点位置		终止点位置		探测深度 mm		热导率相对误差 %		热扩散率相对误差 %	
2.5 s	5 s	2.5 s	5 s	2.5 s	5 s	2.5 s	5 s	2.5 s	5 s
10	10	180	105	4.58	4.53	4.00	-3.33	-20.36	-0.84
10	10	170	95	4.47	4.34	3.95	-3.41	-21.04	-2.09
10	10	160	85	4.34	4.12	3.90	-3.48	-21.30	-2.72
10	10	150	75	4.21	3.82	3.88	-3.26	-21.66	-0.47
10	10	140	65	4.10	3.57	3.70	-3.31	-23.60	-0.84
10	10	130	55	3.97	3.30	3.58	-3.48	-25.07	-1.99
10	10	120	45	3.84	2.94	3.41	-3.06	-26.79	0.94
10		100		3.53		3.19		-28.41	
10		80		3.19		2.81		-31.08	
10		60		2.85		1.65		-39.56	
10		55		2.81		0.49		-48.35	

(3)加热功率变化对测量误差的影响

对于半径为 2.001 mm 的 TPS 探测器,它的额定输出功率不超过 1.11 W。在测试中,选取测量时间为 2.5 s,以 0.1 W 为步长,选择不同的加热功率分别进行测量。测量结果如图 5 和图 6 所示。

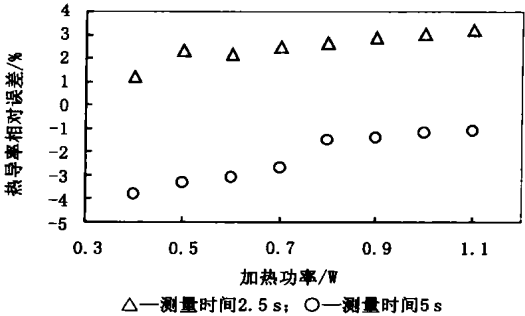


图 5 加热功率对热导率测量误差的影响

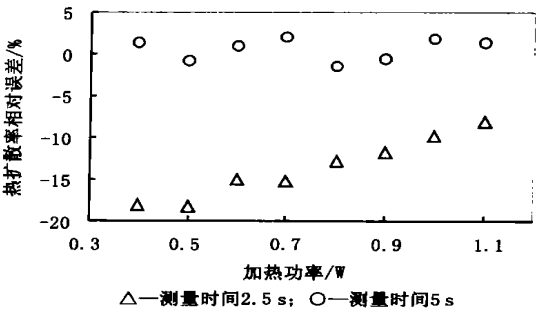


图 6 加热功率对热扩散率测量误差的影响

从测量结果可以看出,随着加热功率的递增,热扩散率的相对误差显著变小。热导率的相对误差虽然也逐渐增大,而增幅很小,在±4%以内。

(4)测量时间变化对测量误差的影响

大加热功率测量装置采用 2.001 mm 的 TPS 探

测器进行测量时,只有 2.5 s 和 5 s 两个测量时间档可以获得有效的测量结果。所以,在此次试验中,选取测量时间为 5 s。为了便于比较,加热功率还选用 0.5 W。测量结果如表 3 所示。

从测量结果可以看出,测量时间的延长对热导率的测量误差基本没有多少影响,但使得热扩散率的测量精度大幅度提高。同时,数据处理区间的变化对热导率和热扩散率的测量误差也不产生影响。

(5)讨论

从以上各个试验参数对测量误差影响的试验结果可以看出,为了获得较低的测量误差,在测量结果的有效性和样品尺寸允许的基础上,尽可能增大加热功率和测量时间。对于 2.001 mm 的 TPS 探测器,当选取最大的加热功率(1.1 W)和最长的测量时间(5 s)时,热导率和热扩散率的测量误差都是最低的。同时,数据选择区间的大小对测量误差不产生影响,因此加热功率和测量时间是试验的两个关键试验参数。但应注意的是,通过实际测试确定的试验参数并不符合公式 10 所规定的原则。

4.1.3 采用高准确度桥路 TPS 测量装置

采用高准确度桥路 TPS 测量装置进行了测量,在试验参数的选择上,在有效数据的前提下,也是只有 2.5 s 和 5 s 两种测量时间可供选择。在这项测试中,分别选取不同的测量时间和加热功率,由此来研究这些试验参数对测量误差的影响。图 7 和图 8 为测量结果。

从以上不同试验参数所获得的测试结果可以看出,采用高准确度桥路 TPS 测量装置所进行的测量,为了获得较低的测量误差,在测量结果的有效性和

样品尺寸允许的基础上,尽可能缩短测量时间,加热功率也不是越大越好,同时,数据选择区间的大小对测量误差所产生的影响不大。

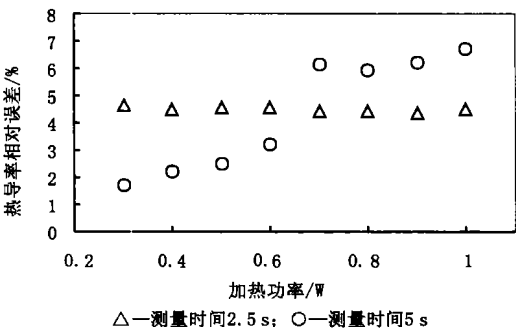


图 7 加热功率对热导率测量误差的影响

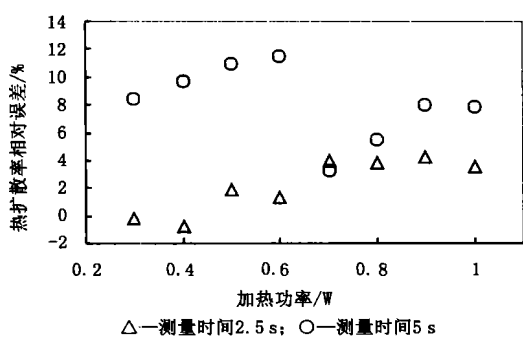


图 8 加热功率对热扩散率测量误差的影响

4.1.4 采用 2.001 mm 半径 TPS 探测器的重复性测量结果

根据以上的测试结果,选择合适的测试参数,分别采用三套测试装置,并结合 2.001 mm 半径 TPS 探测器进行了 10 次重复性测量,测量结果如表 4 所示。

表 4 采用半径 2.001 mm TPS 探测器的重复性测量结果

测量装置	低加热功率 TPS 测量装置	大加热功率 TPS 测量装置	高准确度桥路 TPS 测量装置
加热功率/W	0.1	1.1	0.3
测试时间/s	5	5	2.5
热导率平均值/(W·MK ⁻¹)	3.94	4.08	3.86
热扩散率平均值/(mm ² ·s ⁻¹)	1.99	1.88	1.90
探测深度平均值/mm	4.5	4.5	4.6
拟合偏差平均值	7.431×10 ⁻⁴	1.542×10 ⁻²	5.19×10 ⁻³
热导率最大相对误差/%	3.52	—1.06	4.86
热扩散率最大相对误差/%	—6.59	3.92	1.62

4.1.5 采用 2.001 mm 半径 TPS 探测器测试结果讨论

从以上的测试结果可以看出,在数据分析处理时,数据选择区间的大小对测量误差所产生的影响不大,但对于不同的测量装置,加热功率和测试时间的不同选择会带来完全不同大小的测量误差,这容易在对未知材料的实际测试过程中造成参数选择的盲目性。但为了保证测量的尽可能准确,最好选择使用高精度桥路 TPS 测量装置,这样能至少保证对于任何有效的试验参数,热导率测量误差在 $\pm 7\%$ 以内,热扩散率测量误差在 $\pm 12\%$ 以内。

4.2 采用 3.189 mm 半径 TPS 探测器

针对所采用的 3.189 mm 半径 TPS 探测器,分别通过低加热功率 TPS 测量装置、大加热功率 TPS 测量装置和高准确度桥路 TPS 测量装置进行了标定测试,并分别选取不同的试验参数进行了各种测试,测试结果如下。

4.2.1 低加热功率测量装置的标定

在能获得有效测量结果的前提下,分别采用不同的加热功率和测量时间分别进行了测量。在这种试验条件下,加热时间仅 5 s 和 10 s,加热功率在 0.2 W ~ 0.9 W 能获得有效的测试结果,测量结果如图 9 和图 10 所示。

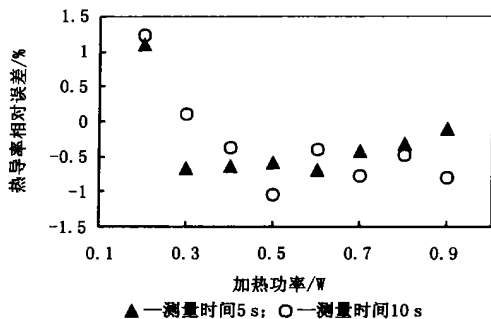


图 9 加热功率对热导率测量误差的影响

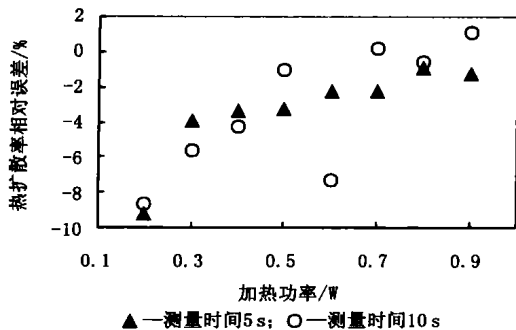


图 10 加热功率对热扩散率测量误差的影响

从以上测试结果可以看出,随着加热功率的增大,热导率和热扩散率的相对误差逐渐减小。而测试时间对相对误差的影响不大。

4.2.2 采用大加热功率 TPS 测量装置

在能获得有效测量结果的前提下,分别采用不同的加热功率和测量时间分别进行了测量。在这种试验条件下,加热时间仅 2.5 s 和 5 s,加热功率在 0.2 W ~ 1.7 W 能获得有效的测试结果,测量结果如图 11 和图 12 所示。

从测试结果可以看出,对于大加热功率 TPS 测量装置,随着加热功率的增大,热导率和热扩散率的相对误差逐渐减小。采用较短测试时间(2.5 s)的热导率测试误差要略低于采用较长的测试时间(5 s),而对于热扩散率测试误差的影响恰恰相反。

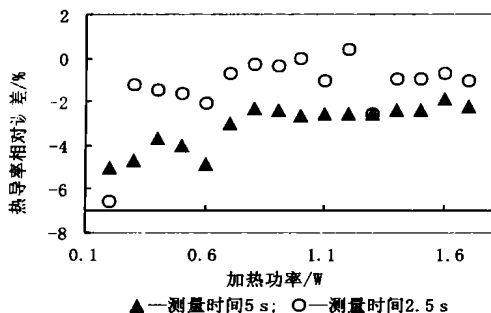


图 11 加热功率对热导率测量误差的影响

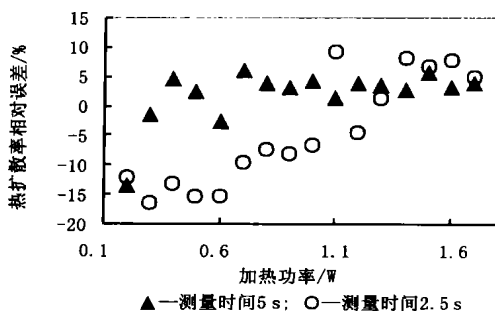


图 12 加热功率对热扩散率测量误差的影响

4.2.3 采用高准确度桥路 TPS 测量装置

在能获得有效测量结果的前提下,可选择的加热时间为 2.5 s, 5 s 和 10 s 三档,加热功率在 0.1 W ~ 1.6 W 之间。采用不同的加热功率和测量时间分别进行了测量,测量结果如图 13 和图 14 所示。表 5 为分别采用三套测试装置并选择合适的试验参数所

进行的重复性测量结果。

从测试结果可以看出,对于高准确度桥路 TPS 测量装置,随着加热功率的增大,热导率和热扩散率

的相对误差逐渐增大。采用较长测试时间(5 s 和 10 s)的热导率测试误差要略小于采用较短的测试时间(2.5 s),而对于热扩散率测试误差没有明显的的影响。

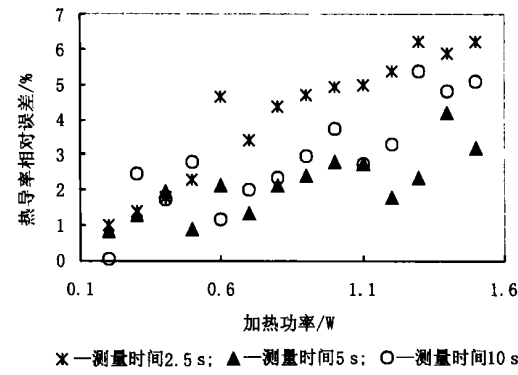


图 13 加热功率对热导率测量误差的影响

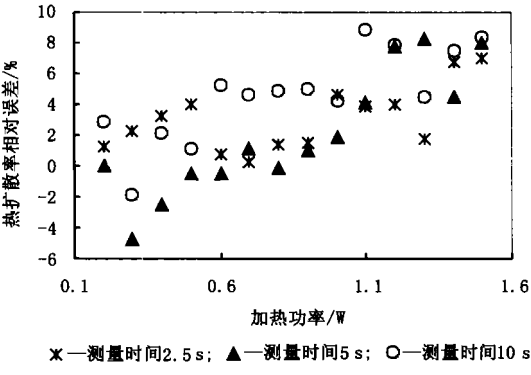


图 14 加热功率对热扩散率测量误差的影响

表 5 采用 3.189 mm 半径 TPS 探测器的重复性测量结果

测量装置	低加热功率 TPS 测量装置	大加热功率 TPS 测量装置	高准确度桥路 TPS 测量装置
加热功率/W	0.2	0.8	0.5
测试时间/s	5	5	5
热导率平均值/(W·MK ⁻¹)	4.06	4.10	3.95
热扩散率平均值/(mm ² ·s ⁻¹)	1.948	1.879	1.902
探测深度平均值(mm)	6.2	6.1	6.4
拟合偏差平均值	3.87×10 ⁻⁴	1.62×10 ⁻²	2.46×10 ⁻³
热导率最大相对误差/%	-0.86	-2.07	3.56
热扩散率最大相对误差/%	-4.71	-3.92	2.30
连续重复性测量次数	20	10	10

4.3 采用 6.403 mm 半径 TPS 探测器的测量

针对 6.403 mm 半径 TPS 探测器,分别采用低加热功率 TPS 测量装置、大加热功率 TPS 测量装置和高准确度桥路 TPS 测量装置对标准材料进行了测试,对于不同的试验参数,测试结果如下。

4.3.1 采用低加热功率测量装置

在能获得有效测量结果的前提下,分别采用不同的加热功率和测量时间分别进行了测量。在这种试验条件下,加热时间仅在 10 s 和 20 s,加热功率在 0.8 W~1.4 W 范围内能获得有效的测试结果,测量结果如图 15 和图 16 所示。

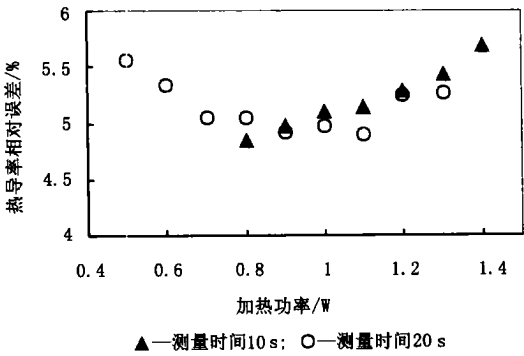


图 15 加热功率对热导率测量误差的影响

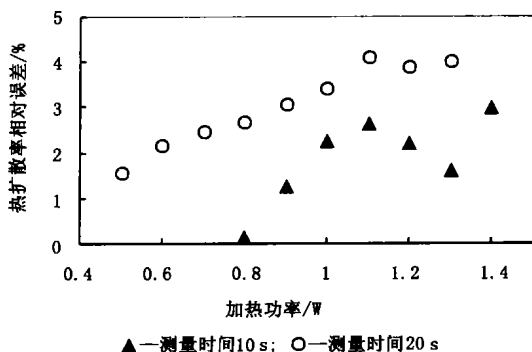


图 16 加热功率对热扩散率测量误差的影响

从以上测试结果可以看出, 测试时间和加热功率的变化对热导率的测试误差影响不大, 但对热扩散率的测试误差有比较明显的影响, 并随着加热功率的增大, 热扩散率的相对误差逐渐增大。

4.3.2 采用大加热功率 TPS 测量装置

在这种试验条件下, 加热时间仅 10 s 和 20 s, 加热功率在 0.3 W ~ 3.6 W 范围内能获得有效的测试结果, 测量结果如图 17 和图 18 所示。

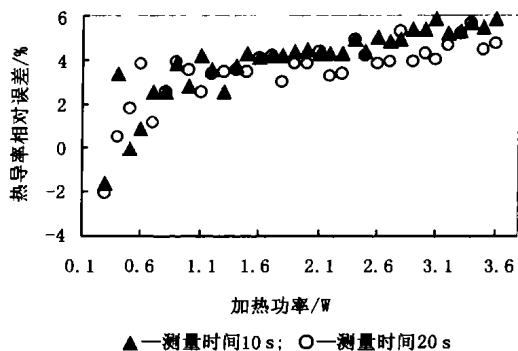


图 17 加热功率对热导率测量误差的影响

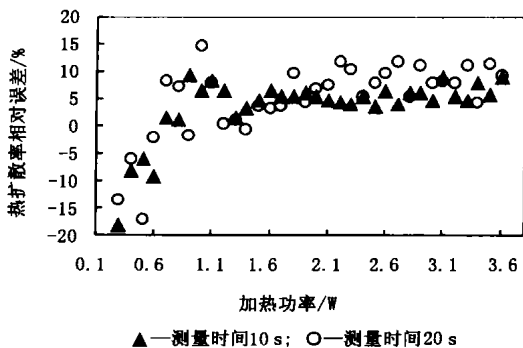


图 18 加热功率对热扩散率测量误差的影响

从测试结果可以看出, 对于大加热功率 TPS 测量装置, 随着加热功率的增大, 热导率和热扩散率的相对误差从负向偏差向正向偏差变化, 中间有一段误差最小区间。而测试时间对热导率和热扩散率测试误差则没有明显的的影响。

4.3.3 采用高准确度桥路 TPS 测量装置

在能获得有效测量结果的前提下, 可选择的加热时间为 10 s 和 20 s 两档, 加热功率在 0.3 W ~ 2.4 W 之间。采用不同的加热功率和测量时间分别进行了测量, 测量结果如图 19 和图 20 所示。

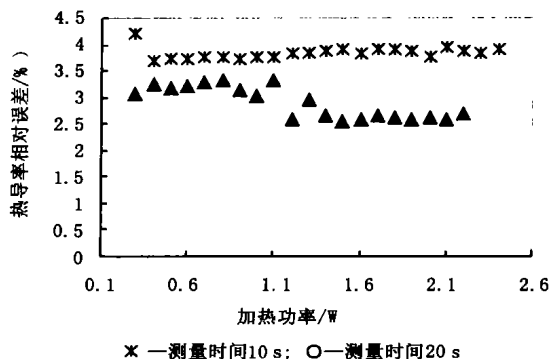


图 19 加热功率对热导率测量误差的影响

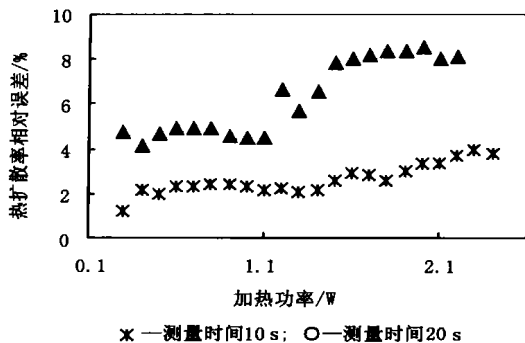


图 20 加热功率对热扩散率测量误差的影响

从测试结果可以看出, 对于高准确度桥路 TPS 测量装置, 随着加热功率的增大, 热导率的测量相对误差基本保持不变, 而热扩散率的测量相对误差随着加热功率的变大而增大。采用较长测试时间 (20 s) 的热导率测试误差要略低于采用较短的测试时间 (10 s), 而采用较短测试时间 (10 s) 的热扩散率测试误差要略优于采用较长的测试时间 (20 s)。

表 6 标定 6.403 mm 半径 TPS 探测器的重复性测量结果

测量装置	低加热功率 TPS 测量装置	大加热功率 TPS 测量装置	高精度桥路 TPS 测量装置
加热功率/W	1.0	2	1.0
测试时间/s	10	10	10
热导率平均值/(W·MK ⁻¹)	3.89	3.93	3.93
热扩散率平均值/(mm ² ·s ⁻¹)	1.918	1.894	1.879
探测深度平均值/mm	8.7	8.7	8.7
拟合偏差平均值	2.045×10 ⁻⁴	9.227×10 ⁻³	8.57×10 ⁻⁵
热导率最大相对误差/%	4.88	4.46	3.87
热扩散率最大相对误差/%	2.26	4.62	3.75
连续重复测量次数	10	10	10

4.4 采用 9.719 mm 半径 TPS 探测器的标定

针对 9.719 mm 半径 TPS 探测器, 分别采用低加热功率 TPS 测量装置、大加热功率 TPS 测量装置和高准确度桥路 TPS 测量装置对标准材料进行了测试。

对于不同的试验参数, 测试结果表明, 对于如此热导率量级材料的测量, 9.719 mm 半径探测器不适用于低加热功率 TPS 测量装置。这是因为低加热功率 TPS 测量装置所提供的有限加热功率在探测器上引起的温度变化过小而造成低加热功率 TPS 测量装置探测不到。同理, 对于采用大加热功率 TPS 测量装置和高准确度桥路 TPS 测量装置所进行的测量, 试验参数可选择的范围很小, 加热时间为 20 s、加热功率在 0.3 W~2.0 W 范围内能获得有效的测试结果, 测量结果如图 21 和图 22 所示。

从以上测试结果可以看出, 大功率测量装置的测量误差好像要比高准确度桥路测量装置的, 但其测量误差的波动性很大, 远没有高准确度桥路测量装置的测量结果稳定。另外, 加热功率的变化对热导率和热扩散率的测试误差影响不是很大。从测试结果可以看出, 高准确度桥路测量装置对热扩散率测量的稳定性明显高于大功率测量装置。

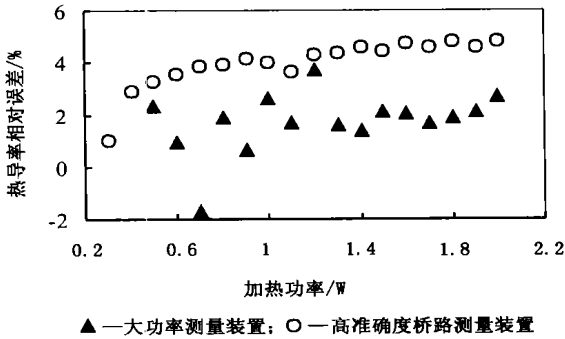


图 21 加热功率对热导率测量误差的影响

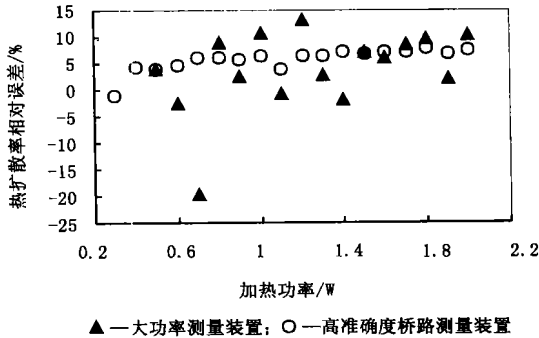


图 22 加热功率对热扩散率测量误差的影响

表 7 采用 9.719 mm 半径 TPS 探测器的重复性测量结果

测量装置	低加热功率 TPS 测量装置	大加热功率 TPS 测量装置	高精度桥路 TPS 测量装置
加热功率/W	0.8	0.8	0.4
测试时间/s	20	20	20
热导率平均值/(W·MK ⁻¹)	3.96	4.13	3.98
热扩散率平均值/(mm ² ·s ⁻¹)	1.943	1.959	1.874
比热容平均值/(J·(g·K) ⁻¹)	2.041	2.117	2.126
探测深度平均值/mm	11.8	12.1	11.9
拟合偏差平均值	1.43×10 ⁻⁴	2.22×10 ⁻³	1.10×10 ⁻⁴
热导率最大相对误差/%	2.94	-6.05	2.69
热扩散率最大相对误差/%	-4.29	-27.7	4.76
比热容最大相对误差/%			
备注	12 次重复测量	11 次重复测量	10 次重复测量

5 结束语

瞬态平面热源(TPS)技术是一种非稳态热物理性能测试技术,在理论上具有测试周期短的特点,但其理论模型对各种边界条件有严格的规定。体现在实际测试过程中,即为了获得准确的测量结果,必须要求被测试样的温度均匀和恒定,否则对测试结果的准确度影响很大,这点在常温以上温度的热物理性能测试过程中将尤为明显。而在常温以上条件下要求被测试样的整体温度均匀和恒定,无疑是要求被测试样的温度处于一种恒定的状态,对于热导率比较低的材料,这个温度恒定状态的达到就意味着需要很长的时间。从这点来说,实际测试中也验证了,在常温以上的热物理性能测试过程中,瞬态平面热源(TPS)技术在测试周期上与其它稳态法相比并没有绝对明显的优势。

另外,通过以上的标定测试,可以明显的看出对于不同尺寸的 TPS 探测器,在采用不同的测量装置进行测试过程中,试验参数的不同选择会带来完全不同大小的测量误差,同时也不存在普遍适用于各种 TPS 探测器和各种测量装置在测试过程中试验参数的选择规律,从而使得对未知材料的实际测试过程中产生参数选择的盲目性,并无法控制测量误差

的大小和范围。

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,由于其测试装置结构简单,对被测试样的尺寸要求不高,能覆盖较宽的热导率范围,并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 4 W/mK 左右的未知材料时,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±7%,热扩散率测试误差为±12%),测试过程中应注意以下几点:

- (1)选用高准确度桥路 TPS 测量装置。这样在使用各种尺寸 TPS 探测器时,各种不同的试验参数对测量误差不会产生严重的影响;
- (2)在数据分析处理时,数据选择区间的大小对测量误差所产生的影响不大;
- (3)桥路装置可以根据情况选用自动电桥和手动电桥,但手动电桥无法实现自动测量。另外桥路 TPS 测量装置和 TPS 探测器对电网的波动十分敏感,这在变温测试过程中尤为明显,有时在实际测量过程中需要停止加热进行测量;
- (4)在实际测试过程中,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,因为相邻的两次测试 (下转第 51 页)

6 结束语

参考文献

本文介绍 $0.6\mu\text{m}$ CMOS 工艺全定制方法设计的一种热释电红外传感器控制芯片, 实现对红外信号的接收、放大、处理、控制, 产生有效数字电平驱动继电器、可控硅等负载, 可应用于多种场合。该芯片结构简单, 对电源波动反应不敏感, 实现了一阶温度补偿, 并且进行了抗噪声、抗交流电源干扰处理。模拟电路和数字电路的仿真结果证明, 这种热释电红外传感器控制芯片满足了设计要求。在用该芯片制作热释电红外探测系统时, 注意以下几点: (1) 将热释电红外传感器尽量接近控制芯片, 减少干扰。(2) 热释电红外传感器外加菲涅耳透镜, 扩大探测视角和距离。(3) 可设置两路电源, 一路由市电经过全波整流、滤波、稳压后提供, 一路由备用直流电池提供。

- [1] 胡伟生, 方佩敏. 热释电红外探测器的元器件(一) 热释电红外探测器综述[J]. 电子世界, 2004(8): 52.
- [2] 陈永甫. 红外探测与控制电路[M]. 北京: 人民邮电出版社, 2004: 290~292.
- [3] 朱正涌. 半导体集成电路[M]. 北京: 清华大学出版社, 2001: 247~249.
- [4] Gray P R, Meyer R G. Analysis and Design of Analog Integrated Circuits[M]. (4nded) John Wiley & Sons, 2001: 299~327.
- [5] 张广发. 电路噪声的计算与测量(上、下)[M]. 长沙: 国防科技大学出版社, 1995: 17~32, 62~88.
- [6] 付文羽. 热释电红外传感器噪声特性分析[J]. 传感器技术, 2001(8): 25~27.

(上接第 42 页)

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] Gustafsson S E. Transient plane source technique for thermal conductivity and thermal diffusivity measurements of solid materials. Rev. Sci. Instrum. 1991(62): 797~804.
- [2] Joshi G P, Saxena N S and Mangal R. Temperature dependence of effective thermal conductivity and effective thermal diffusivity of Ni-Zn ferrites. Acta Materialia 2003(51): 2 569~2 576.
- [3] Carlaw H S and Jaeger J C. Conduction of heat in solids. New York: Oxford Univ. Press 1959: 510.
- [4] Suliyanti M M, Baba T and Ono A. Thermal Diffusivity Measurements of pyroceram 9606 by The Laser Flash Method, 22nd International Thermal Conductivity Conference, Tempe, Arizona, USA. 1993.

- [5] Tye R P and Salmon D R. NPL initiatives in the development of thermal properties reference materials. Fourteenth Symposium on Thermophysical Properties, June 2000(6): 25~30.
- [6] Assael I M J, Gialou I K, Kakosimos K and Metaxa I. Thermal Conductivity of Reference Solid Materials. Fifteenth Symposium on Thermophysical Properties, 2003(6): 23~27.
- [7] Akoshimal M and Baba I T. Thermal diffusivity measurements of candidate reference materials by the laser flash method. Fifteenth Symposium on Thermophysical Properties 2003(6): 23~27.
- [8] Slifka. A. J and Filla. B. J. Thermal Conductivity Measurements of Pyroceram 9606 Using a High-Temperature Guarded-Hot-Plate. International Thermal Conductivity Conference. 1997(10): 26~29.
- [9] Salmon D R, Tye R P and Lockmuller N. The NPL Measurements Contribution to the Certification of Pyroceram 9606 as a Reference Material for Thermal Properties. Fifteenth Symposium on Thermophysical Properties 2003(7): 23~27.