

# HOTDISK 在低导热材料测试中的重复性分析

辛春锁 何小瓦

(航天材料及工艺研究所, 北京 100076)

**摘要** HOTDISK 在工程材料导热系数测试中有着广泛应用。通过用 HOTDISK 对气凝胶粉体、保温毯和保温绝热板的测试, 对比了不同时间段测试结果的波动情况, 根据数据波动规律给出了测试过程中需要注意的事项和相应的改进建议。

**关键词** 重复性 瞬态平面热源法 测试

## Analysis on Repeatability of Measuring the Material with Low Thermal Conductivity By the HOTDISK

XIN Chun-suo HE Xiao-wa

(Aerospace research institued of materials & processing technology, Beijing 100076)

**Abstract** HOTDISK is widely used in thermal conductivity measurements of engineering materials. A series of homogeneous materials with a low thermal conductivity, such as aerogel powder, insulation blanket and insulation board, are measured with HOTDISK. Measuremet results at different times are compared with each other, compounding cautions and advises based on data varied with time are given.

**Key words** Repeatability Transient plane source method Measurement

## 1 引言

HOTDISK 瞬态平面热源法是一种绝对测量方法, 在试样尺寸满足测试方法规定的边界条件基础上, 理论上可以达到很高的测量准确度。因此, 对于均质材料, 采用 HOTDISK 瞬态平面热源法不失为一种操作简便和测量准确度高的有效方法<sup>[1]</sup>。但在用这种方法测量低导热材料时, 测量结果重复性差的问题却较为突出。本文用 HOTDISK 不间断重复测量了气凝胶粉体、阿斯彭超临界气凝胶 P 型保温

毯和真空加热板三种低热导率材料在室温下的热导率, 对比了不同时间段测试结果的波动情况, 根据数据波动规律给出了测试过程中需要注意的事项和相应的改进建议。

## 2 HOTDISK 瞬态平面热源法简介

HOTDISK 瞬态平面热源法是将一个可同时作为加热源和温度传感器的 Hot Disk 探头固定在两块固体样品之间, 在试样和探头温度恒定后, 根据温度

收稿日期: 2012-10-16, 修回日期: 2013-01-28

作者简介: 辛春锁(1977-), 男, 博士, 主要研究方向: 材料的热物理性能测试技术。

变化曲线即可计算出被测样品的热物性参数。由于 HOTDISK 瞬态平面热源法在均质材料热导率测量方面的准确性和实用性, HOTDISK 瞬态平面热源法在各种材料的热导率测量中获得了广泛的应用, 并制订了相应的测试方法标准: ISO/DIS 22007 - 2. 2 《Plastics-Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity-Part 2: Transient plane heat source (Hot Disk) method》。对于粉末样品, 测试时只需将 Hot Disk 探头插到材料中即可。

### 3 测试试样

为了更好地说明问题, 选用粉体、毡类和板类三种形态的低导热材料进行测试, 具体包括:

(1) 气凝胶粉体, 包括 A 粉、B 粉和 E 粉。

(2) 阿斯彭超临界气凝胶 P 型保温毯, 又称 C 垫, 它由气凝胶和超细玻璃纤维组合有效结合而成, 有较低的热导率。

(3) 真空绝热板

如图 1 所示, 真空绝热板主要由芯部的隔热材料、气体吸附材料和封闭的隔气薄膜三个部分组成, 是真空保护表层内填充芯材, 抽真空后再热封而成的一种板材, 是低导热材料。

为了起到良好的密封作用, 真空绝热板一般采用金属薄膜作为真空密封用的高热阻薄膜(如图 2 所示)。但在实际测试过程中, HOTDISK 薄膜探头发出的热量会沿着金属薄膜表面进行面内扩散, 使得测试无法正常进行。因此, 一般会采用保护热板、在常压下用 HOTDISK 探头直接测量真空绝热板芯部材料热导率的方法以及在不同大气压力环境下用 HOTDISK 探头测试芯部材料热导率的方法测量这种材料的热导率。本文采用的是第二种方法。

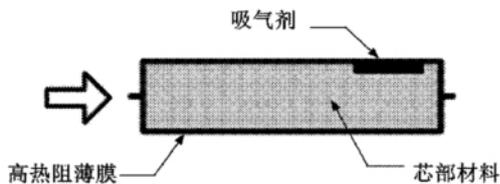


图 1 真空绝热板结构图

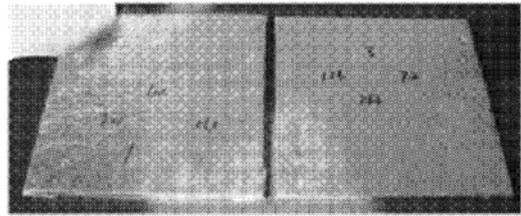


图 2 金属薄膜密封的真空绝热板图

### 4 测试装置

本文有关 HOTDISK 试验研究工作都是通过瑞典凯格纳斯公司生产的 TPS2500S 型 HOTDISK 热常数分析仪(如图 3 所示)进行的。按照仪器厂家推荐, 测量低导热材料应选用较大的探头, 所以本文选用 C4921 探头, 测试粉体材料和板材时使用的试验卡具分别如图 4 和图 5 所示。



图 3 HOTDISK 热常数分析仪图

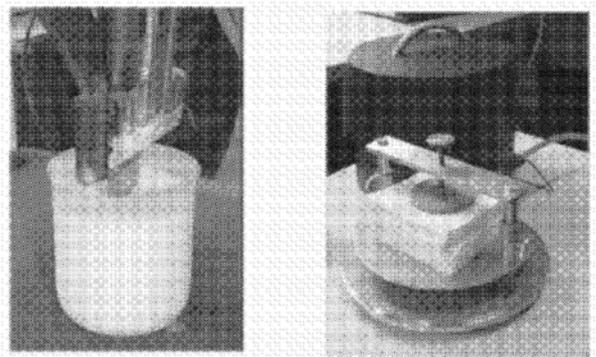


图 4 粉体测试装置图

图 5 材料测试装置图

### 5 试验结果和分析

#### 5.1 气凝胶测试结果

采用 HOTDISK C4921 探头在常温下对气凝

胶 A 粉进行了 20 次连续重复性测试,测试间隔为 60min,每次测量的加热功率都为 4mW、持续时间 320s。测试结果如图 6 所示。为了便于分析,将测试原始数据列出,如表 1 所示。从这些重复性测试结果可以看出,全部测试周期内测试结果有较大波动,最大平均值偏差甚至达到了 18.5%。这种大波动测试结果不仅再现了低导热材料测试结果重复性差这一现象,也表明如果在现有测试仪器状态下,单一热导率测试数据往往会有很大的偏差。此外,也可看出这种波动性有明显的时间段。尤其是在晚上 9 点至早晨 6 点这段时间内测试结果的最大平均偏差不超过 1.5%。初步分析造成这种现象的原因可能是电源波动、环境磁场、环境温度和气流的影响等,这种波动影响因素需要进一步试验研究确认和消除。但由于进行了 20 次的重复性试验,测试时间跨度大,因此可以认为测量结果平均值即为用 HOTDISK C4921 探头测得的气凝胶 A 粉的热导率数据。此外,鉴于该测量结果平均值与夜间无波动时获得的测量结果十分近似,因此也可考虑用夜间测试结果作为 HOTDISK C4921 探头测试结果真实值。

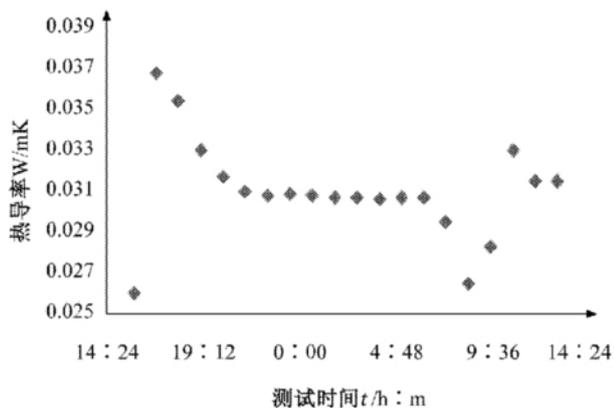


图 6 气凝胶 A 粉 20 次重复性测量结果图

对气凝胶 B 粉和 E 粉同样采用了大尺寸的热导率探头在常温下进行了 20 次连续重复性测试,测试间隔为分别为 2h 和 1h,每次测量的加热功率都为 4mW、持续时间 320s。测试结果如图 7 和图 8 所示。将 B 粉和 E 粉的测试原始数据列出,如表 2 所示。

从气凝胶 B 粉和 E 粉的测试结果中可以看出,上述气凝胶 A 粉测试中所表现出的现象,在气凝胶 B 粉和 E 粉的测试结果中都同样重复出现,其中 B

粉热导率的最大平均偏差为 -11.6%,E 粉热导率的最大平均偏差为 -7.3%,只是波动幅度较 A 粉测量小一些。另外,通过对 B 粉进行间隔两个小时历经两个昼夜的重复性测试后,如图 7 所示,更明确的证明了夜间时间段的测试结果波动性很小。并且在夜间波动较小的情况下,B 粉的热导率测试结果的重复性也有明显改善<sup>[4]</sup>。

表 1 气凝胶 A 粉热导率测试原始数据及平均偏差

A 粉 C4921 探头重复测量结果			
测试时间	温度 /℃	热导率 / (W · mK <sup>-1</sup> )	热导率平均偏差 × %
2011-10-24 15:47	24	0.026 0	-16.1
2011-10-24 16:54	24	0.036 8	18.5
2011-10-24 18:01	24	0.035 4	14.0
2011-10-24 19:09	24	0.033 0	6.4
2011-10-24 20:16	24	0.031 7	2.3
2011-10-24 21:23	24	0.031 0	0.0
2011-10-24 22:30	24	0.030 8	-0.5
2011-10-24 23:37	24	0.030 9	-0.4
2011-10-25 0:44	24	0.030 8	-0.6
2011-10-25 1:51	24	0.030 7	-1.0
2011-10-25 2:59	24	0.030 7	-1.1
2011-10-25 4:06	24	0.030 6	-1.3
2011-10-25 5:13	24	0.030 7	-0.9
2011-10-25 6:20	24	0.030 7	-0.8
2011-10-25 7:27	24	0.029 5	-4.8
2011-10-25 8:34	24	0.026 5	-14.5
2011-10-25 9:41	24	0.028 3	-8.9
2011-10-25 10:49	24	0.033 0	6.4
2011-10-25 11:56	24	0.031 5	1.7
2011-10-25 13:03	24	0.031 5	1.7
平均值:		0.031 0	

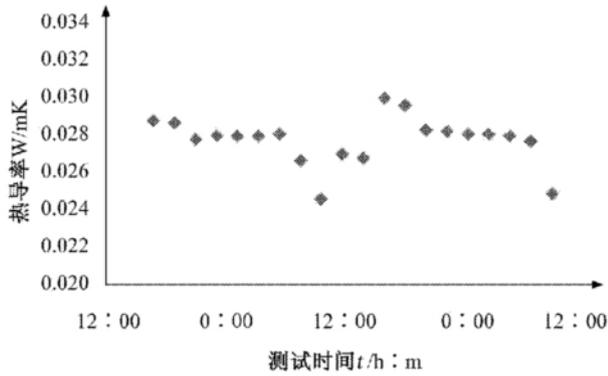


图 7 气凝胶 B 粉 20 次重复性测量结果图

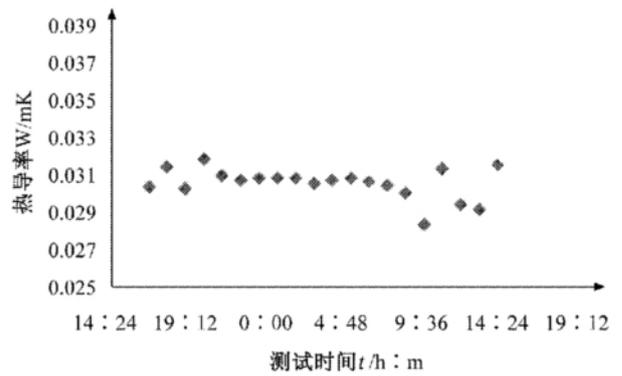


图 8 气凝胶 E 粉 20 次重复性测量结果图

表 2 气凝胶 B 粉和 E 粉热导率测试原始数据及平均偏差

B 粉 C4921 探头重复测量结果				E 粉 C4921 探头重复测量结果			
测试时间	温度 / °C	热导率 / (W · mK <sup>-1</sup> )	热导率平均偏差 × %	测试时间	温度 / °C	热导率 / (W · mK <sup>-1</sup> )	热导率平均偏差 × %
2011 - 10 - 14 16 51	24	0.028 7	3.5	2011 - 10 - 25 16 41	24	0.030 3	-0.5
2011 - 10 - 14 18 58	24	0.028 6	3.2	2011 - 10 - 25 17 48	24	0.031 4	2.8
2011 - 10 - 14 21 06	24	0.027 7	-0.1	2011 - 10 - 25 18 55	24	0.030 2	-0.9
2011 - 10 - 14 23 13	24	0.027 9	0.6	2011 - 10 - 25 20 02	24	0.031 8	4.4
2011 - 10 - 15 1 20	24	0.027 9	0.7	2011 - 10 - 25 21 09	24	0.030 9	1.2
2011 - 10 - 15 3 27	24	0.027 9	0.6	2011 - 10 - 25 22 17	24	0.030 7	0.5
2011 - 10 - 15 5 35	24	0.028 0	1.0	2011 - 10 - 25 23 24	24	0.030 8	1.0
2011 - 10 - 15 7 42	24	0.026 6	-4.0	2011 - 10 - 26 0 31	24	0.030 8	0.9
2011 - 10 - 15 9 49	24	0.024 5	-11.6	2011 - 10 - 26 1 38	24	0.030 8	0.9
2011 - 10 - 15 11 56	24	0.026 9	-3.0	2011 - 10 - 26 2 45	24	0.030 5	0.1
2011 - 10 - 15 14 04	24	0.026 7	-3.8	2011 - 10 - 26 3 52	24	0.030 7	0.7
2011 - 10 - 15 16 11	24	0.029 9	7.9	2011 - 10 - 26 5 00	24	0.030 8	1.0
2011 - 10 - 15 18 18	24	0.029 5	6.4	2011 - 10 - 26 6 07	24	0.030 6	0.4
2011 - 10 - 15 20 25	24	0.028 2	1.8	2011 - 10 - 26 7 14	24	0.030 4	-0.3
2011 - 10 - 15 22 32	24	0.028 1	1.6	2011 - 10 - 26 8 21	24	0.030 0	-1.5
2011 - 10 - 16 0 39	24	0.028 0	1.0	2011 - 10 - 26 9 29	24	0.028 3	-7.3
2011 - 10 - 16 2 46	24	0.028 0	0.9	2011 - 10 - 26 10 36	24	0.031 3	2.5
2011 - 10 - 16 4 54	24	0.027 9	0.5	2011 - 10 - 26 11 43	24	0.029 4	-3.5
2011 - 10 - 16 7 01	24	0.027 6	-0.4	2011 - 10 - 26 12 50	24	0.029 1	-4.5
2011 - 10 - 16 9 08	24	0.024 8	-10.3	2011 - 10 - 26 13 57	24	0.031 5	3.3
平均值:		0.027 7		平均值:		0.030 5	



从测试结果可以看出,真空绝热板芯部材料的热导率测试数据波动较小,除了第一个测试数据因为试验参数选取不当外,整个测试结果非常稳定。对于测试结果的波动性问题,从上述各种材料的测试中获得了证明,根据对较大热导率材料的重复性测试也证明了波动性的存在,但这种波动性对于较大热导率材料的测量准确度影响较小。

## 6 结束语

通过用 HOTDISK 瞬态平面热源法对三种不同形态低导热材料的长时间重复测试,再现了对低导热材料测试时重复性差这一现象,同时还发现测试结果的波动具有明显的时间段,尤其是从早晨6点至晚上9点这段时间内数据波动尤为明显。但对多次测试结果取平均值后发现,测量结果平均值与夜间的测量结果十分接近。以上这种长时间重复测试的目的是为了考核 HOTDISK 瞬态平面热源法测试

仪器测试的重复性,下一步工作将着重查找引起测试结果波动性的原因并予以解决,这样才能真正提高测试结果的重复性。

### 参考文献

- [1] JOSHI G P, SAXENA N S, MANGAL R. Temperature dependence of effective thermal conductivity and effective thermal diffusivity of Ni<sub>2</sub>Zn ferrites [J]. Acta Materialia, 2003 (51): 2569~2576.
- [2] AL-JILAN S A. Measurements of thermal properties of insulation materials by using transient plane source technique [J]. Applied Thermal Engineering, 2006(26): 2184~2191.
- [3] HUANG D Z, FAN S S. Thermal conductivity of the clathrate hydrate from 243K to 263K [J]. 化工学报, 2003, 54: 71~75.
- [4] HE Y. Rapid thermal conductivity measurement with a Hot disk sensor Part 1: theoretical considerations [J]. Thermo-Chimica Acta., 2005, 436: 1222129.

(上接第35页)

由式(8)得

$$\bar{\omega} = 1^{\circ}02'28''$$

由式(9)得

$$\bar{\omega} = 1^{\circ}02'28''$$

式(7)与式(8)之差  $\Delta_1$  为

$$\Delta_1 = 1^{\circ}03'15'' - 1^{\circ}02'28'' = 47''$$

式(7)与式(9)之差  $\Delta_2$  为

$$\Delta_2 = 1^{\circ}03'15'' - 1^{\circ}02'28'' = 47''$$

可见

$$0 < \Delta < 1'$$

在蔡司万工显上,控制中央显微镜立柱倾斜的转轴的分度值为6'(一格)。由经验得知,转动转轴后,如果与标准要求相差半格即3'时,其对影像的清晰程度(如半边出现重影)几乎毫无影响,可以忽略不计。因此,三种计算结果在实际应用中可以互相代替,从三种计算中任选一个都能满足计算平均螺旋升角的要求。而从计算过程的简洁、迅速来看,

尤以式(9)最佳。

## 4 结束语

通过分析式(7)~(9)与计算误差的关系后不难发现,若给定  $l_1, l_2$ , 计算误差  $\Delta$  随着圆锥斜角  $\varphi$  的增加而增加;若给定  $\varphi, l_1$ , 计算误差  $\Delta$  随着尺寸  $l_2$  的增大而增大。当  $\varphi$  或  $l_2$  增大到某一值(特别是非标准件)后  $\Delta$  值必然要超过3'。因此,从公式的使用范围出发,为了保证足够的测量准确度,笔者推荐使用公式(7)。

### 参考文献

- [1] 成熙治,孙昌秀等编.长度计量手册.北京:科学出版社,1979.
- [2] 航空工业检验员手册编写组.航空工业检验员手册.北京:国防工业出版社,1978.