

摘要：欧盟 Hi-TRACE 项目将建立新的方法来表征高达 3000°C 的任何固体材料的热物理性质，并建立一个可供工业使用的参考装置和材料网络。通过支持可靠的测量方法，该项目将提高对高温材料的理解，并使航空航天和能源等行业能够开发新颖和创新材料。

1. 概述

在航天、航空、核能和玻璃等许多行业中各种设备都在 1500°C 以上的高温环境下运行，为了优化工艺和提高竞争力，这些行业正在开发能够在更高温度下工作的新材料。该项目的总体目标是建立一个由各种参考装置组成的计量基础装置，以便为各行业提供高达 3000°C 下任何固体材料可追溯的热物理特性数据。该项目的产出将使欧洲各行业能够显著提高能效、减少气体排放、提高安全性并提高关键应用的可靠性。

2. 需求

近年来，安全关键应用中的加工厂或部件的操作温度已经升高到更高的温度，例如 1500°C 以上。

(1) 在空间应用中，空间模块在高达 2500°C 的温度下需要可靠的热物理特性数据（热扩散率、比热、发射率和熔化温度），以优化再入飞行器设计。ArianeGroup 已经表明，数值模型可能会将再入飞行器的防护罩温度高估 600°C。为了实现更好的预测，需要采用合适的模型和精确的热物理特性数据。

(2) 在核应用中，使用当前的锆基合金制造燃料包壳是非常普遍的。碳化硅基复合材料被认为是一种很有前途的事故容忍燃料的替代品，因为它们的氧化温度远远高于锆基合金（约 2000°C 对 1200°C）。了解这些三维非均匀复合材料的热扩散率和比热对于预测它们在工业条件下的行为至关重要。

(3) 在燃气轮机中，许多设计因素会影响整体效率，但在使用热障涂层时，通

过将发动机温度提高 7%，已经取得了重大进展。然而，对于这些涂层，结合状态（影响界面间的热阻）对其可操作性非常关键，因为所用材料接近其温度极限，几度的差异会显著改变燃气轮机的可操作性。

在上述例子中，在非常高的温度下（1500°C以上），不存在可追踪的热物理性质测量值，以评估测量值的不确定度。为了填补这一空白，有必要开发基于参考装置及其相应不确定度预算的计量工具，并使用参考材料和与参考装置的比较来验证新的测量技术。

3. 目标

该项目的目标是通过参考装置、新设备、校准方法、不确定度预算和参考材料，增加在非常高的温度下热物理特性测量的可追溯性。

Hi-TRACE 项目的具体目标是：

(1) 建立一个基于激光闪光法的参考装置，可追溯测量固体材料在 1500°C 和 3000°C 之间的热扩散率，并确定不确定度预算。

(2) 开发经过验证的方法并建立参考装置（基于下落式量热法或激光闪光法），用于 1500°C 至 3000°C 之间固体材料比热的可追溯测量。目标不确定度为 1000°C 以下 0.5%，以上 1.5%。

(3) 建立一个参考装置，用于基于辐射或量热方法对 1500°C 以上固体材料发射率进行可追溯测量。目标不确定度低于 1000°C 为 0.5%，高于为 1.5%。此外，开发有效的方法来测量高达 3000°C 的材料熔化温度

(4) 开发有效的方法，通过接触热阻量化固体材料（尤其是功能层）在 1000°C 以上的热防护或侵蚀防护中的机械附着力。

(5) 促进标准开发组织和最终用户采用项目中开发的技术和测量基础装置。

4. 项目进程



图 4-1 Hi-TRACE 启动

该项目始于 2018 年 7 月在法国 LNE 举行的启动会议。Hi-TRACE 项目正在寻找工业利益相关者参加咨询委员会，每年一次。



图 4-2 Hi-TRACE 第一次会议

Hi-TRACE 联合体于 2019 年 4 月在贝尔格莱德(塞尔维亚) VINCA 举行会议，讨论项目进展，并为下一个工作周期制定详细的工作计划。此外，还组织了咨询委

员会 2019 年 12 月的下一次会议。仍然欢迎感兴趣的公司加入咨询委员会并参加会议。



图 4-3 Hi-TRACE 第二次会议

Hi-TRACE 联合体 2019 年 12 月在英国伦敦举行会议，讨论项目进展。此外，为了有效地考虑项目内的工业需求，同时在英国国家物理实验室（NPL）成立了一个咨询委员会。

5. 超越现有技术的进步

一些国家计量和指定机构运行固体材料（合金、聚合物、复合涂层等）热物理性能测试设备，以便为行业提供具有相关不确定度的认证值。比热、热导率和光谱发射率的测量最高可达 1000°C ，有时最高可达 1500°C 。在之前的项目中，已经开发了一些参考装置，并以 2000°C （热扩散率的情况）为计量标准进行了表征。与此同时，设备制造商和学术实验室已经开发并扩展了高达 3000°C 的新测量方法。该项目将进一步开发这些特性的参考装置，以获得 1500°C 至 3000°C 的固体材料参考值，并为工业和学术用户提供可追溯性，以验证其他新方法。

已知很多材料的熔化温度高达几千摄氏度，这些数值要么是由学术机构获得的，要么是由行业本身获得的。然而到目前为止，温度在 1500°C 以上的参考材料和参考装置都不存在，这意味着这些测量是在不可追溯的情况下进行的。该项目将提出测量高达 3000°C 的耐火材料熔化温度的不确定度预算方法

以前已经研究过应用在涡轮叶片上的隔热层的脱粘现象，通过使用光学或红外辐射来量化粘附状态的非接触和无损技术的现有方法还是无法令人满意，并且没有得到验证。该项目将超越现有技术水平，提供经过验证的接触热阻测量设备、专用人工参考制品和数字工具，用于表征从室温到 1000°C 以上温度下的脱粘状态。

6. 结果

6.1. 在超高温 3000°C 下建立热扩散率测量的可追溯性。

通过改进所使用的感应炉（高频发生器的改进）和实施校准温度高达 3000°C 的新型双色辐射温度计，两个现有的激光闪光法装置已被改进为在非常高的温度下工作。

通过对石墨样品进行热扩散率测量，对其中一种设备的性能进行了测试。在第一步中，使用由改进的感应炉然后由电阻炉加热的相同样品进行比较热扩散率测量，电阻炉用于在中等温度范围内进行测量的参考装置中，因为它比感应炉具有更好的温度均匀性。在这两个炉子的共同工作温度范围（从 500°C 到 800°C）内，获得的结果非常一致（偏差小于 1%）。第二步，在感应炉中测量这种材料的热扩散率，最高可达 2995°C

辐射温度计的现场校准方法是通过使用金属-碳低共熔高温固定点（HTFPs）来开发的，该固定点位于炉中样品的位置。钨-碳（1492°C）、铂-碳（1738°C）和铱-碳（2290°C）定点单元的不同几何形状已被设计并用于测试所提出的校准方法。就不确定度而言，与样品具有相同形状和尺寸的单元给出最佳结果。

6.2. 建立超高温 3000°C 比热容测量的可追溯性

基于不同技术解决方案的两种下落法量热仪正在开发中。

在第一种情况下，由两个热电堆组成的热流式量热仪被集成在一个位于感应炉下方的等温块中。为了限制热辐射从炉子进入热电堆，在炉子和量热仪之间安装了一个活门系统。为了提高加热区的温度均匀性，已经对炉中的样品位置进行了优化。通过修改熔炉的冷却回路，增强了基线的稳定性（试样下落前热电堆发出的信号）。

该量热仪的热流校准是通过电气替代来执行的，这是由于坩埚配备有特定的加热器，该加热器安装为 4 线制电阻，并放置在热电堆中。在每个样品下落后，通过焦耳效应散发的能量与样品下落后在量热仪中释放的能量大致相同，从而对热电堆进行校准。通过电校准对热电堆灵敏度的首次测定显示，相对于消耗的电能，线性度良好。用于测量样品下落前温度的辐射温度计的原位温度校准程序与热扩散率测量中描述的程序相同。第一次比热测量是在钨样品上用这种下落法量热仪进行的，温度高达 2000°C。

在第二种情况下，量热仪原型的不同元件（装有热敏电阻的铜块、快门系统、感应炉、高温计等）已经组装好了。落样机构及其控制（电子、软件）正在建设中。此外，还进行了数值模拟，以评估样品在感应炉加热后自由下落过程中散失的热量。

针对光谱发射率已知的样品，提出了基于激光闪光技术的动态比热测量的理论概念。使用沉积在钨样品上的石墨涂层对其进行了实验测试，并建立了初步的不确定度预算。

亚秒脉冲加热装置已被改进，用于测量温度高于 1500°C 时的比热。首次高温脉冲加热测量已使用该装置在 2300°C 以下的纯钨样品上进行，这些初步结果与文献中的比热数据吻合良好。

6.3. 建立发射率测量可追溯性，改进 3000°C 以下熔化温度的计量

在先前项目中开发的基于量热法的计量参考装置正在进行改造，以便能够在非常高的温度下对法向光谱发射率进行可追踪的测量。已经研究了适用于样品架的材料，认为候选材料是氮化硼、石墨和钨。由于氮化硼样品架在目前的设计中很难安装，所以只设计了石墨和钨样品架。已经进行了朝向更高温度的加热过程的有限元模拟，目前测试的最高工作温度为 1700°C

基于辐射测量方法的其他三个现有装置的升级正在进行中，这些辐射测量系统将通过实验室间比对与参考系统进行比较。

联盟选择了固体均质材料，用于本项目第二部分组织的三个实验室间热扩散率、比热和发射率测量的比较。所选材料（钼、钨和各向同性石墨 IG210）因其熔点高而被选中，可作为激光闪光装置、量热仪和发射率测量装置在极高温下校准的候选参考材料。三个实验室间比较所需的样品（每种材料约 75 个样品）已在相同的钼、钨和各向同性石墨块中加工，以根据每个合作伙伴在尺寸和几何形状方面的要求限制潜在的不均匀性影响。在这些同质固体材料上获得的结果将在一个资源库中提供，并可由学术界和工业界的最终用户下载和重复使用。

在这些实验室间的比较之后，合作伙伴将描述“工业”材料（复合材料和金属合金）在超高温下的热物理特性（热扩散率、比热和发射率），这些材料将由参与项目的工业合作伙伴或利益相关者咨询委员会提供。

6.4. 建立高温下（1000°C以上）量化脱粘的方法

激光闪光装置适用于通过测试样品正面和背面的温度测量来测量多层系统中的接触热阻。基于控制体积法的数值模型预测了激光闪光实验中温度场随时间的发展，并得到了验证。用另一种装置（基于热成像测量）对具有特定缺陷的样品进行测量，以找到一种有效的方法来检测机械脱粘。

已经编写了一份报告，介绍了为项目制作相关多层的可行性，并提出了潜在的多层系统。双层和三层系统以及部分脱粘的双层和三层系统的开发和表征正在进行中。潜在的候选多层材料系统的初步测试已经在 4 个系统上进行：碳化硅-瓷土-莫来石、氧化铝-玻璃陶瓷、氮化硅-烧陶瓷-氮化硅和氧化铝-铝箔-氧化铝。基于这些初步测试，碳化硅-瓷土-莫来石已被推荐用于详细表征。

因此，在室温下对碳化硅-瓷土-莫来石系统的双层和三层样品进行了激光闪光试验，并利用建立的反向传热模型计算了它们的界面热阻值（没有部分脱粘）。

7. 影响

Hi-TRACE 项目的活动和早期成果已在国家和国际会议上通过 13 次投稿（口头介绍或海报）进行了介绍。该项目已提交给 2019 年 4 月在意大利举行的 EURAMET 测温技术委员会。该委员会由欧洲国家计量研究所的温度或热物理特性实验室的代表组成。2019 年 12 月编写了一份通讯，并放在项目网站上，一篇文章已提交给核能领域的行业刊物。

2018 年底，在欧洲计量技术中心组织的热计量暑期学校期间，向来自土耳其、斯洛伐克、希腊、波斯尼亚和黑塞哥维那、塞尔维亚和意大利的国家计量研究所和指定研究所的年轻研究人员提供了与热物理特性测量相关的专门培训课程。将于 2020 年 9 月在 ZAE（德国维尔茨堡）举办一次研讨会，介绍该项目的工作。

为了确保项目活动与利益相关者的需求保持一致，联合体已经建立了一个利益相关者咨询委员会。该委员会目前由六名成员组成，另外两名潜在候选人已确认希望成为成员。

继与 CEN TC 184 SC1 “复合陶瓷”公司建立联系之后，有人提议在针对先进技术陶瓷领域的研究、工业和科学界的“论坛研究和标准化”期间介绍 Hi-TRACE 项目的进展。该活动计划于 2020 年 9 月 10 日与 CEN/TC 184 会议同时举行，将提供一个机会，在 Hi-TRACE 项目框架内取得成果后，推进标准化的任何新要求，这些成果可被认可为标准化行动。

7.1. 对工业和其他用户群体的影响

欧洲共同体以及全世界的计量和科学界将受益于参考装置网络产生的高温下可靠的热物理特性数据，每个装置都将附有其不确定度预算、一些候选参考材料和校准程序。这将使 NMIs 和 DIs 能够准备商业报价，以便在项目结束后提议校准和测试服务。

可能直接受益于项目结果的主要工业领域作为利益相关者出现在项目中：航空航天工业、核工业和测量设备制造商，它们都配备了测量热扩散率、比热、熔化温

度和发射率的设备。

7.2. 对计量和科学界的影响

根据项目的结果，将发布一份通过激光闪光法测量 3000°C 以下热扩散率的良好实践指南。该指南将包含有关样品要求、测量方法和测量分析的信息，以获得热扩散率值。

该项目的科学成果将通过会议发言、出版物和培训会议传播。除此之外，还将确定在超高温下用于校准激光闪光装置、量热仪和发射率装置的材料。

7.3. 对相关标准的影响

核应用中新型陶瓷基复合材料的使用需要热物理测试标准，不仅要支持材料开发和性能数据库，还要支持设计规范和部件规范文件，以及核管理委员会关于核设计批准、认证和许可的规定。

这些标准经过全球专家的验证，将使人们对用这些“认可的”测试方法测量的热性能的可靠性以及用这些值建立的设计和论证文件充满信心。在该项目中，一个合作伙伴是 CEN/TC 184/SC 1 “先进技术陶瓷-陶瓷复合材料”的主席和国际标准化组织 TC206 WG4 的成员，并积极参与陶瓷性能测量领域标准的修订。计划利用该项目的结果提出发射率测量的新标准或更新现有的两个标准：ISO 19628 “精细陶瓷（先进陶瓷，先进技术陶瓷）——陶瓷复合材料的热物理性质——比热容的测定”和 ISO 19629 “精细陶瓷（高级陶瓷，高级技术陶瓷）——陶瓷复合材料的热物理性质——用闪光法测定一维热扩散率”。

7.4. 长期经济、社会和环境的影响

与通常的工业部门（炼铁、食品、电信等）相比，航天和核工业从事长期项目（通常为 10 至 20 年）。预期的长期效益是本项目中开发的材料的完整特性（热扩散率、比热、发射率、熔化温度），具有定量不确定度，甚至在可追溯性方面也没有校准证书。

航空部门将受益于使用新的实验工具和接触热阻测量模型来评估烧蚀现象的进展，例如，它有助于减少空间模块重量、耐火材料的可持续性以及延长燃气轮机寿命，从而减少浪费。