

# 低温用绝热材料热性能测试方法介绍

## Introduction to Thermal Performance Testing Methods of Thermal Insulation Materials for Low Temperature

摘要：本文针对低温用绝热材料/系统的热性能测试，基于ASTM C1774标准指南，综合目前国际上基于低温稳态护热技术的文献报道和测试设备，介绍了各种低温绝热材料热性能的测试方法和相应测试设备，为今后国内相应低温绝热材料热性能测试方法和测试设备的建立和改进提供参考。

### 一、概述

低温用绝热材料/系统的热性能测试，要比其他材料的热性能测试复杂的多，这主要是由以下几方面的因素引起：

(1) 材料形式多样：低温用绝热材料/系统的一般形式为散装颗粒和粉末、毯子、分层、面板、以及多层复合系统。材料的例子包括泡沫（闭孔或开孔）、纤维绝热产品、气凝胶（毯子或散装或包装）、多层绝热系统、多孔玻璃泡沫复合板、聚合物复合材料或量散装料，如珍珠岩粉和玻璃泡。

(2) 热导率变化范围大：低温用绝热材料/系统的使用环境通常是从真空到常压，在此真空压力范围内，低温绝热材料的热性能可以有四个数量级的变化，有效热导率范围为 $0.010\text{mW/mK}$ 至 $100\text{mW/mK}$ 。绝热材料和系统热性能的主要控制因素是使用和测试环境的真空压力，高真空的有效热导率通常在 $0.010\text{mW/mK}$ 到 $2\text{mW/mK}$ 范围内，非真空时通常在 $10\text{mW/mK}$ 到 $30\text{mW/mK}$ 范围内，软真空时通常介于这两个极端之间。

(3) 环境压力范围大：对于低温用绝热材料的真空压力范围，按照ASTM标准指南分为三个区间：高真空（HV，即小于 $1\text{mTorr}$ ）、软真空（SV，即约 $100\text{mTorr}$ ）和无真空（NV，即1个大气压或约 $760\text{Torr}$ ）。

(4) 大温差：低温绝热材料/系统的主要功能是提供高水平的绝热性能并保持较大温差，如对于液氮、液氢和液氮制冷剂，低温绝热材料的冷面就会是 $4\text{K}$ 、 $20\text{K}$ 和 $77\text{K}$ ，而热面则为 $293\text{K}$ 的室温，由此形成 $200\text{K}$ 以上的大温差。

综上所述，为了评价低温绝热材料/系统的热性能，关键是需要有代表性和可重复的条件下进行测试，需模拟出材料实际组合和使用方式，在被测样品上建立大温差和特定残余气体的真空压力环境，并使用灵敏的技术手段检测出透过绝热材料的微小热流。除此之外，还需面对包括材料冷收缩后的厚度测量和表面接触热阻等因素的挑战。

由于低温用绝热材料的热导率普遍较低，且在材料内存在巨大温差，目前的绝热材料低温热导率测试只能基于传统的稳态法。另外，由于在使用和测试过程中的穿过低温用绝热材料的热流密度极小，通常在 $1\text{W/m}^2$ 以下，这已远超现有热流传感器的探测能力，因此传统的大温差稳态热流计法无法使用，绝热材料低温热导率测试方法完全基于稳态护热技术。

本文针对低温用绝热材料/系统的热性能测试，基于ASTM C1774标准指南，综合目前国际上基于稳态护热技术的文献报道和测试设备，介绍低温绝热材料热性能的测试方法，为今后国内相应低温绝热材料热性能测试设备的建立和改进提供参考。

## 二、低温绝热材料热性能测试方法分类

低温绝热材料热性能测试的核心是要在大温差和特定真空压力环境下检测出流经被测样品厚度方向上一维热流。为了减少侧向热损，低温绝热材料热性能的各种测试方法基本都基于稳态护热技术，被测样品有圆筒状和平板状两种。对于圆筒状样品，测试方法借鉴了ASTM C335“管状绝热材料稳态传热性能测量的标准试验方法”；对于平板状样品，借鉴了ASTM C177“采用防护热板装置进行稳态热流密度和传热性能测量的标准试验方法”。

为了实现被测样品冷热面的大温差，各种测试方法或采用低温制冷剂（典型有液氮、液氢和液氦），或采用低温冷却器，给样品冷面提供制冷。

一维热流测量有采用高灵敏的蒸发量热技术，也有采用传统稳态护热法中的电功率测量技术，蒸发量热技术可以检测的漏热热流密度为 $0.1 \sim 500 \text{ W/m}^2$ ，电功率测量技术可以检测的漏热热流密度为 $1 \sim 1000 \text{ W/m}^2$ ，蒸发量热技术对于微小热流具有更强大的检测能力。

按照ASTM C1774“低温绝热系统热性能测试的标准指南”的规定，上述两种测试技术都可以设计制造为绝对法装置和比较法装置两类，但按照传统的测试方法分类，这两类测试技术都属于绝对法。这里的绝对法是通过测试设备和测试方法的集成设计基本消除了寄生漏热，测试腔室的寄生漏热接近于零。这里的比较法，是通过简单的部分防护，寄生热泄漏降低到可接受水平，还存在一定漏热，但整个测量装置变得比绝对法装置简单，相对简化的比较法仪器可用于大量样品、相似样品、质量控制测试和比较测试。

## 三、蒸发量热法

在蒸发量热法测试绝热材料热性能时，穿过被测样品的外界热量加热测试腔室内处于饱和状态下的低温液态制冷剂，测量制冷剂受热蒸发出的气体流量可以获得热泄露的热量，依此获得等效热导率和漏热热流密度。

### (1) 圆柱型蒸发量热计测量装置（绝对法）

典型的圆柱型蒸发量热计热性能测量装置如图1所示，测量装置中装有低温制冷剂的测试腔桶典型尺寸是外径为167mm、长度为900mm，可为厚度50mm的样品进行测试。测试室由同样装有低温制冷剂的上室和下室进行主动热保护，使测试腔桶上下两个方向的热泄露最小。外侧的电加热器组件为样品的热面温度恒定进行控制。

被测试样一般为柔性材料，如毯式、散装式、多层绝热材料。对于散装材料可以用薄铝制的黑色圆柱型套筒允许测试散装材料。

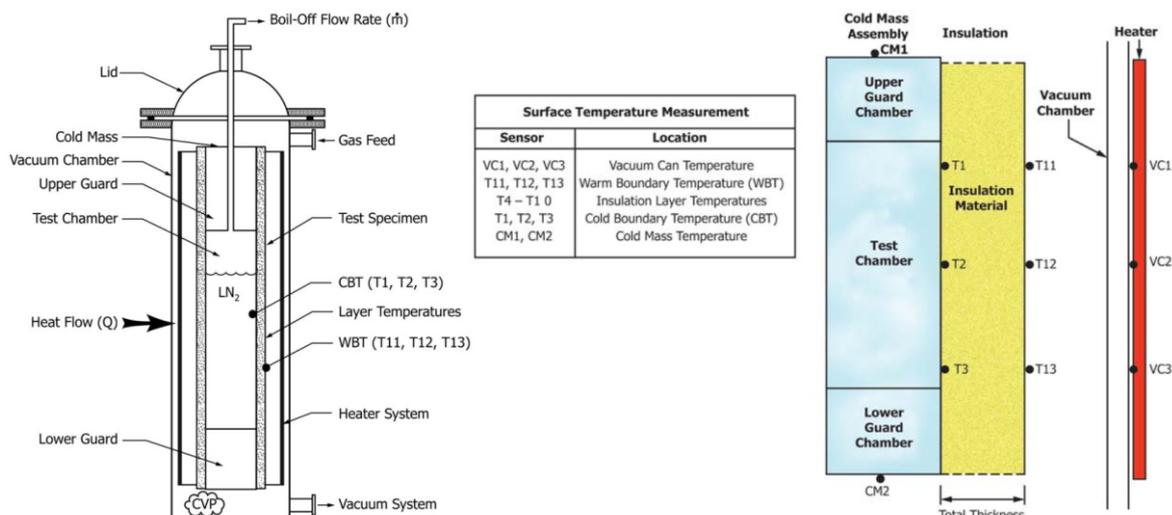


图1 圆柱型蒸发量热计测量装置（绝对法）：左图为总体结构示意图，右图为简化示意图

## (2) 圆柱型蒸发量热计绝热材料热性能测量装置 (比较法)

典型的圆柱型蒸发量热计热性能测量装置 (比较法) 如图2所示, 用于测量绝热试样的比较热性能。装有低温介质的测量腔筒典型尺寸是 132 mm 外径 × 500 mm 长, 可测试厚度达 50mm 的试样。

与绝对法不同的是, 为了简化测量装置, 比较法中的测量腔桶上下两个方向采用的是被动防护方式并装配为一体化结构的测量组件, 通过使用气凝胶材料和辐射屏组合件使得测量腔桶两个端部处的热泄露尽可能小, 但护热效果显然不如绝对法中的主动护热。同样, 外侧电加热器组件为样品的热面温度恒定进行控制。

这种简化后的比较法测量装置, 可以拆卸整体结构的测量组件来进行被测样品的安装和拆卸, 非常便于各种被测材料的拆装。

## (3) 平板型蒸发量热计绝热材料热性能测量装置 (绝对法)

平板型蒸发量热仪 (绝对法) 是一种用于测量绝热材料的绝对热性能的平底测试设备。典型结构如图3所示。允许接受直径200mm、厚达30mm的被测平板样品。除边界温度外, 温度传感器位于设备侧面。装有制冷剂的测试腔室由同样装有制冷剂的护热腔室进行主动热防护, 可将侧向热泄露降到最低。系统绝热材料为各种环境条件下的测试提供了额外的热稳定性。被测样品可以为刚性或柔性, 带或不带压缩载荷。

实际上, 这种平板型蒸发量热计热性能测试设备完全照搬了ASTM C177防护热板法的基本原理, 只是采用了低温制冷剂的蒸发原理替换了电功率测量, 也是最早用于低温绝热材料热性能测试的测试方法和设备。由于这种方法和设备的完备性, 使此方法被ASTM定为标准试验方法, 即ASTM C745 “使用保护平板蒸发量热计测量穿过真空绝热材料热流量的标准测试方法”。

需要注意的是, 由于这种方法和设备太过复杂, 需要保障的边界条件太多, 其复杂性和局限性削弱了其广泛使用, 目前C745方法已经废除, 替代标准是ASTM C1774, 并极大扩展了测试中对不同几何形状、环境、材料和方法的适用性, 但C1774还存在许多不可控因素, 多年来迭代改进也不多, 使得C1774一直未形成标准试验方法, 而仅仅是标准指南。

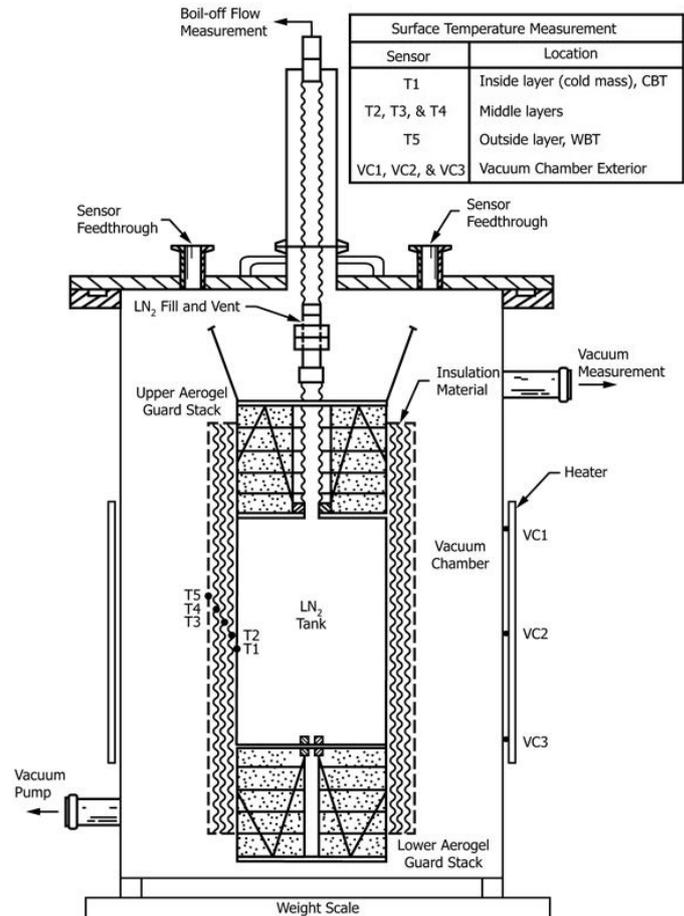


图2 圆柱型蒸发量热计测量装置 (比较法)

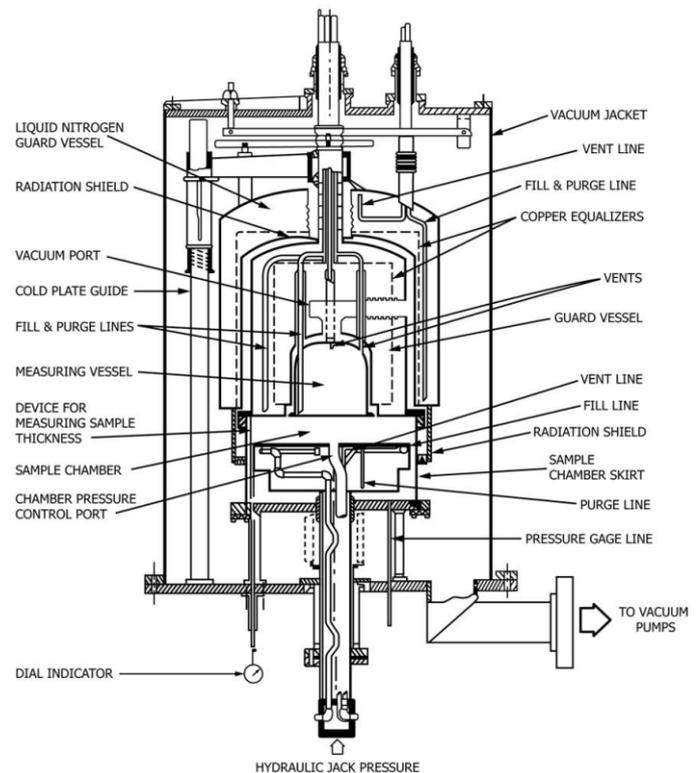


图3 平板型蒸发量热计测量装置 (绝对法)

#### (4) 平板型蒸发量热计绝热材料热性能测量装置 (比较法)

平板型蒸发量热计 (比较法) 是一种平板状样品测试设备, 用于测量绝热材料的低温热性能, 如图4所示。它可以接受直径200mm、厚达30mm的试样。测试中需要在设备上定位温度传感器, 两组辐射屏蔽环与散装气凝胶一起为冷质测试腔体侧面和顶部提供被动热防护。该量热计可用于各种材料和测试条件, 可对刚性和柔性材料进行测试, 带或不带压缩载荷。

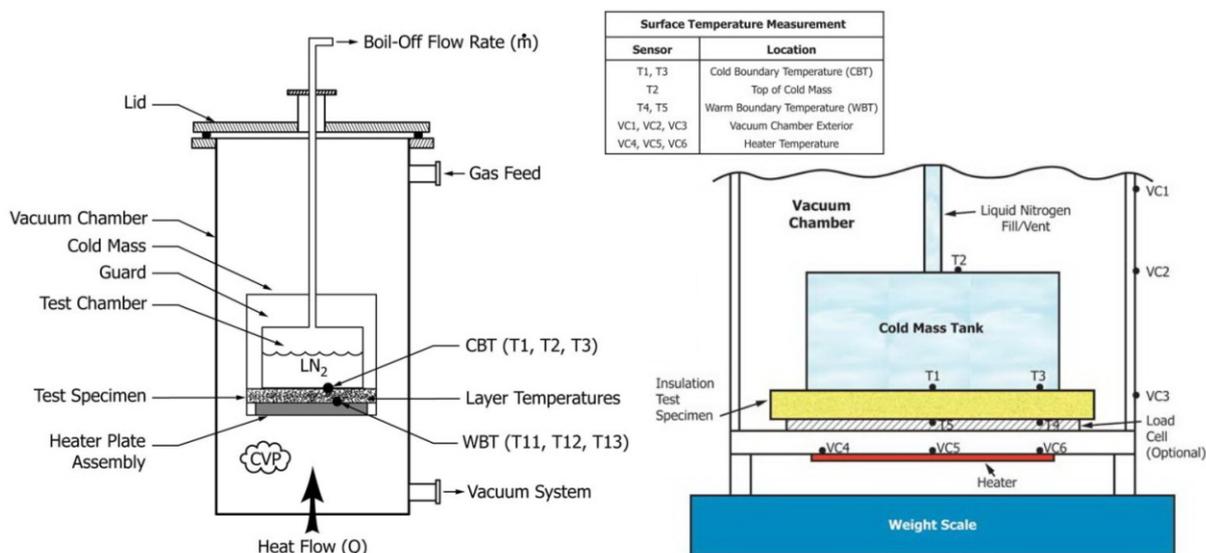


图4 平板型蒸发量热计测量装置 (比较法): 左图为总体结构示意图, 右图为简化示意图

## 四、电功率测量法

采用电功率测量法的测试设备主要有以下两种。

### (1) 低温恒温器电功率测试设备 (基于制冷剂)

基于低温制冷剂的低温恒温器电功率测试设备, 如图5所示, 包括一个由OFHC铜板 (典型值为6mm厚) 制成的等温样品盒。圆柱型外壳和底板全部用螺栓固定在一起, 在样品周围形成一个等温箱。顶板放在样品顶部, 柔性铜带将顶板连接到盒子以确保热平衡。热板通常配备两个温度传感器 (例如电阻温度传感器和硅二极管) 和一个电加热器。这三个部件都安装在一个小仪器盘内, 该盘完全安装在热板内。样品盒配有硅胶二极管温度计 (或其他合适的温度传感器) 和电加热器。热板加热器用于为热导率测量施加热量, 样品箱加热器有助于提高整体温度。该盒子热连接到一个等温 (OFHC铜) 真空密闭室, 它被悬挂在其中。该腔室进一步放置在真空罐内, 并配备有加热器和合适的温度传感器。

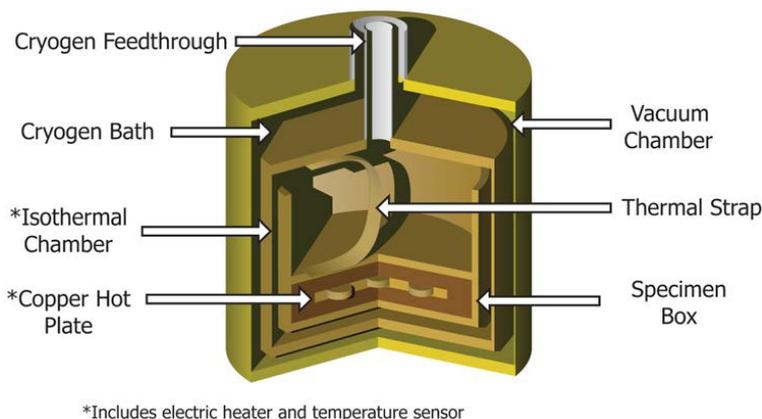


图5 低温恒温器电功率测试设备

如果需要，这种布置允许样品室及其内部温度变化远高于真空罐（液氮或液氦）周围的制冷剂的温度。已经建造了两个圆柱型盒子（通常直径为150和200mm）加上两个方形盒子，每个盒子都有一个相应的热板。为了将仪器从热板连接到外部端子，使用了四根铜线和十六根锰铜线。这些电线通常长0.8m，直径0.13mm，以螺旋状穿过样品，从加热板到达盒子外面的端子。

对每个样品一面的中心进行加工，为放置在两块样品之间的等温铜热板腾出空间，从而确保所有热量都通过样品，除了沿着加热线传导的热量泄露到制冷剂中。典型尺寸包括样品直径为152或203mm，高度为50mm，圆形热板的直径为140mm，厚度为9mm。圆形等温铜盒的内部接触样品夹层的外表面。

## (2) 电功率低温恒温器设备（基于低温制冷机）

基于低温制冷机的电功率恒温器测量法基本借鉴了经典防护热板法，不同之处在于采用了被动护热方式，在被测样品厚度方向上形成大温差，并在低温和真空压力环境下进行测量。

测试设备包括一个与适当的低温制冷系统热连接的测试腔室。用于测试204mm直径圆盘型样品的这种系统的一个示例如图6所示。该设计采用将平板样品夹在一对电加热板之间，底部电加热板接受已知加热功率控制样品热面温度，顶部加热板控制样品冷面温度，顶部加热板与制冷机连接。

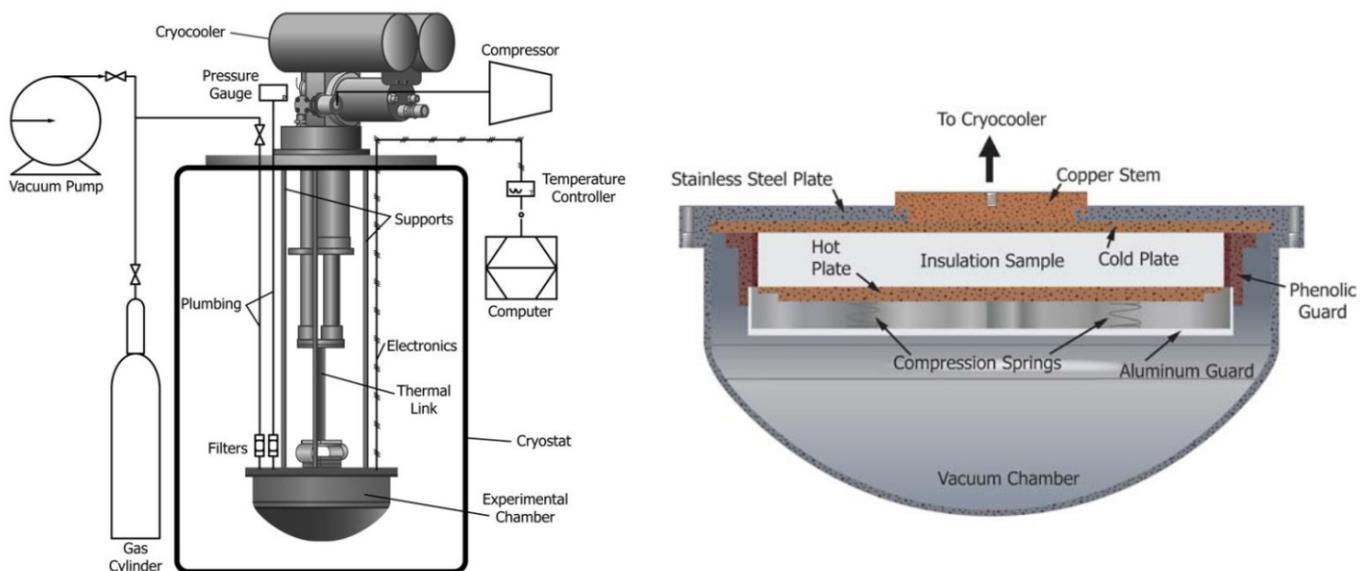


图6 电功率低温恒温器测试设备（基于低温制冷机）：左图为总体结构示意图，右图为测试腔室示意图

## 五、总结

综上所述，上述测试方法基本覆盖了低温用各种绝热材料热性能测试要求，对各种材料的几何形状、测试环境和材料类型等方面都有很好的适用性。美国NASA多年来已经采用蒸发量热计测试设备（包括绝对法和比较法）对各种柔性和刚性低温绝热材料进行了大范围的测试，并得到了大量材料的低温热性能测试结果。

从目前在用的低温绝热材料热性能测试标准ASTM C1774可以看出，此标准还处于标准指南阶段，说明上述测试方法还存在很多问题需要解决，特别是主动护热温度的精确控制、样品冷收缩后的厚度变化在线测量和修正，以及接触热阻和加载压力的影响等，这些都是今后工作需要面临的严峻挑战。