

基于 Hot Disk 方法测量热导率的影响因素

王 强¹, 戴景民¹, 何小瓦²

(1. 哈尔滨工业大学自动检测与过程控制系统研究所, 哈尔滨 150001;

2. 航天材料及工艺研究所, 北京 100076)

摘要: 基于 hot disk 方法测量材料的热导率时, 探头热容及时间延迟的存在会直接影响热导率测量的准确度. 为了有效地评估这种影响的程度, 本文基于探头表面平均温升理想模型提出了一种可实现热容补偿及时间补偿的修正模型, 并利用 hot disk 热物性分析仪的数据采集系统分别搭载两个不同半径的探头对 Pyroceram 9606 标准材料在常温常压条件下的热导率进行了测量. 实验结果表明, 对于测试时间比较短的情况, 对理想模型进行探头热容补偿及时间补偿能够较大幅度地提高热导率的测量准确度, 并且与 hot disk 热物性分析仪的测量结果非常接近, 探头四线电阻散热的影响是造成差距的主要原因.

关键词: 材料检测与分析; 热导率; 瞬态平面热源法; 热物性; hot disk 法

中图分类号: TB942

文献标志码: A

文章编号: 0493-2137(2009)11-0970-05

Influence Factors Analysis of Thermal Conductivity Measurement with Hot Disk Technique

WANG Qiang¹, DAI Jing-min¹, HE Xiao-wa²

(1. Department of Automation Measurement and Control Engineering, Harbin Institute of Technology,

Harbin 150001, China;

2. Aerospace Research Institute of Materials and Processing Technology, Beijing 100076, China)

Abstract: The effects of the heat capacity of a hot disk probe and the time delay of the hot disk thermal constants analyser on thermal conductivity measurement were investigated theoretically and experimentally in this paper. Based on the ideal model of the transient plane source technique, a model for correcting the effects of heat capacity and time delay was presented. The thermal conductivity of Pyroceram 9606 standardized material at normal temperature and pressure was measured and analyzed by using the developed model and the hot disk analyser data acquisition system with two different radius probes. The results clearly demonstrate that the thermal conductivity measurement accuracy is improved, and the results obtained agree with the hot disk measurement results well. The estimated relative error caused by heat capacity and time delay is sensitive to different choices of test parameters, and is mainly influenced by the length of measuring time. It is possible to conclude that the elimination of heat from the four wire resistance is the main reason for accuracy disparity with the hot disk analyser, and it is essential to implement heat capacity and time delay bias for short time measurement situation.

Keywords: materials examination and analysis; thermal conductivity; transient plane source method; thermo-physical properties; hot disk technique

传统的材料热物性测试方法, 通常对试样尺寸要求较高, 测量过程比较费时并且测试装置过于复杂, 已逐渐不能满足实际生产和质量监控的需求, 因此出现了各种更加方便实用的非稳态测量方法.

瞬态平面热源法^[1]是非稳态测量方法中的一个重要分支. 其中的 hot disk 法即热盘法可以适用于多种不同类型的材料, 如金属、非金属、液体、粉末等块状或薄膜状材料, 材料可以是各向同性的、也可以是

收稿日期: 2008-11-21; 修回日期: 2009-01-12.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50336010).

作者简介: 王 强(1978—), 男, 讲师.

通讯作者: 王 强, hityyq@hit.edu.cn.

各向异性的,并可通过一次测量同时得到多个热物性参数.适用温度范围从 10~1 000 K,热导率测量区间从 0.005~500 W/(m·K),适用范围非常广泛.目前国内外出版的很多文献已报道了其在材料测试及性能评价方面的应用^[2-6],但从理论以及实验角度对实际测量过程中所涉及到的探头热容、时间延迟、四线电阻散热等等因素对热导率测量影响方面的探讨还极为鲜见.

笔者基于 hot disk 法探头平均温升理想模型,针对探头存在热容以及测量系统的软硬件时间延迟会对热导率测量造成影响的实际问题,提出了一种可对探头热容及时间延迟进行修正的模型,并以此为基础来考察探头热容及时间延迟的存在对热导率测量的影响程度及变化规律.

1 测试原理及方法

应用 hot disk 法进行测试时,需要将探头紧密夹持在两块待测试样的中间(固体)或浸没其中(液体粉末)并需要根据待测材料大小及导热性能的差异,合理选择测量参数,包括输出功率测、试时间以及探头尺寸等.对探头通以恒定的加热功率,由于温度的升高,探头的阻值将发生变化.阻值的变化会被精确记录下来,并根据电热金属丝阻值变化与温度之间的关系建立起测试期间探头表面的温度响应变化曲线.通过所记录的温度响应曲线对传热过程物理模型进行回归拟合,就可实现对材料热导率的测量.hot disk 测量系统如图 1 所示^[7].

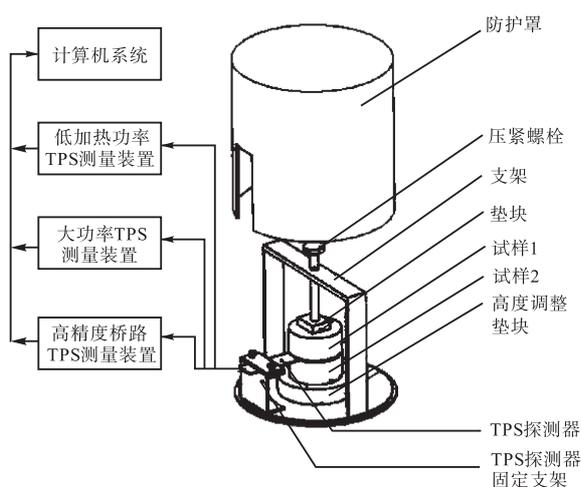


图 1 Hot disk 测试系统结构示意图
Fig.1 Structure of hot disk measuring system

Hot disk 法所采用的一种如图 2(a)所示的薄膜式探头,探头由光刻蚀处理的双螺旋结构金属镍丝构

成,两侧被聚酰亚胺薄膜封装,能够同时用于金属及非金属材料热导率的测量.

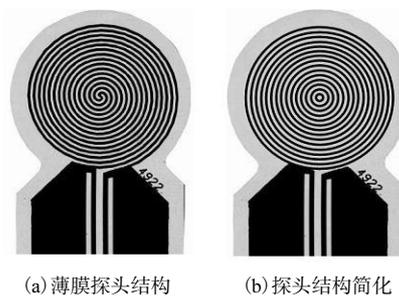


图 2 Hot disk 探头结构及简化
Fig.2 Normal and simplified model of hot disk probe

为便于理论分析,将探头结构简化为如图 2(b)所示的等间距同心圆环组,假设薄膜探头位于直角坐标系 $y-z$ 面内,探头中心位于原点,并做如下假设:

- (1) 忽略探头厚度和热容;
- (2) 探头均匀发热且功率保持不变;
- (3) 与探头相比,试样均匀且无限大;
- (4) 试样热导率在测试过程中看作常量.

测量过程中探头单位长度的热丝所产生的热量用 Q_0 表示,那么由热量 Q_0 所引起的 $y-z$ 面内任意一点经过时间 t 后的温升描述公式^[8]为

$$\Delta v(y, z, \tau) = \frac{1}{4\pi^{3/2} aK} \int_0^{\tau} \frac{d\sigma}{\sigma^2} \int_A d y' d z' \cdot Q_0 \left(y' z' t - \frac{\sigma^2 a^2}{\kappa} \right) \exp \left(\frac{-(y-y')^2 - (z-z')^2}{4\sigma^2 a^2} \right) \quad (1)$$

式中: a 为环形热源组最外侧热环的半径; t 为测量时间; κ 为被测材料的热扩散率, m^2/s ; τ 为无量纲特征时间,且有 $\tau = \sqrt{\kappa t} / a$; σ 为积分变量, $\sigma^2 = \kappa(t-t') / a^2$; K 为待测材料热导率, $W/(m \cdot K)$.

在测量过程中,探头表面的平均温升是通过测量镍金属丝的电阻变化实现精确测量的.金属丝阻值与温升的关系为

$$R = R_0 [1 + \alpha \Delta \bar{v}(t)] \quad (2)$$

式中: R_0 为初始阻值; α 为电阻的温度系数; $\Delta \bar{v}(t)$ 为探头表面平均温升值,可通过对式 (1) 温升表达式在探头热金属丝总长度上取平均值得到^[9],即

$$\Delta \bar{v}(\tau) = \frac{1}{L} \int_0^{2\pi} \Delta v(r, \tau) \sum_{k=1}^m \delta \left(r - \frac{k}{m} a \right) r d\theta = \frac{1}{(m+1)\pi a} \frac{P_0}{2\pi^{3/2} a m(m+1)K} \int_0^{\tau} \frac{d\sigma}{\sigma^2} \sum_{k=1}^m \frac{ka}{m} \sum_{l=1}^m I_0 \left(\frac{kl}{2m^2 \sigma^2} \right) 2\pi \quad (3)$$

式中: L 为环形热源总长度; m 为环热源个数; P_0 为探头的发热功率, W, 且 $P_0=LQ_0$; I_0 为第一类零阶修正贝塞尔函数; $\delta(x)$ 为狄拉克分布函数. 令

$$D(\tau) = \frac{1}{m^2(m+1)^2} \int_0^\tau \frac{d\sigma}{\sigma^2} \sum_{k=1}^m k \cdot \sum_{l=1}^m l e^{-((k^2+l^2)/m^2)/4\sigma^2} \cdot I_0\left(\frac{kl}{2m^2\sigma^2}\right) \quad (4)$$

则式(3)简化为

$$\Delta\bar{v}(\tau) = \frac{P_0}{\pi^{3/2}aK} D(\tau) \quad (5)$$

式(5)即 hot disk 法探头表面平均温升的理想模型, 热导率 K 通过斜率 $P_0/(\pi^{3/2}aK)$ 计算得到.

2 理想模型的修正

式(5)是目前国内外研究文献所广泛引用的平均温升理想模型. 然而, 实际测量时, 探头存在热容、hot disk 热物性分析仪软硬件测量系统都将不可避免地存在时间延迟, 但这些影响并未在式(5)中有所体现, 目前国内外文献还鲜见有此方面的研究报道. 为实现热导率的准确测量, 必须要基于理想模型对探头热容及时间延迟等实际影响因素加以补偿, 并提出探头表面平均温升的修正模型.

在满足探头温度均匀分布的假设下, 考虑探头热容的影响, t 时刻探头对试样的实际加热量为

$$P(t) = P_0 - C \frac{\partial \Delta\bar{v}}{\partial t} \quad (6)$$

式中 C 为实际测量中探头的热容, J/K.

为便于数值运算, 式(6)由中心差分表示为

$$P(t_i) = P_0 - C \frac{\Delta\bar{v}(t_{i+1}) - \Delta\bar{v}(t_{i-1}))}{t_{i+1} - t_{i-1}} \quad (7)$$

式(7)即为考虑探头热容后加热功率的修正项. 考虑时间延迟时, 若 t_d 代表延迟时间, 则时间补偿后各测量点对应的时间为

$$t'_i = t_i - t_d \quad (8)$$

此时, 式(5)可以改写为

$$\Delta\bar{v}(\kappa, t_i) = \frac{P_0}{\pi^{3/2}aK} D(\kappa, t_i) \quad (9)$$

其中 $D(\kappa, t_i) = \frac{1}{m^2(m+1)^2} \int_0^{\sqrt{\frac{\kappa t_i}{a}}} \frac{d\sigma}{\sigma^2} \sum_{k=1}^m k \cdot \sum_{l=1}^m l e^{-((k^2+l^2)/m^2)/4\sigma^2} \cdot I_0\left(\frac{kl}{2m^2\sigma^2}\right) \quad (10)$

由于存在延迟时间 t_d , 则探头在 t_i 时刻测出的实际温

升应该表示成

$$\Delta\bar{v}(t_i) = \Delta T_d + \frac{P_0}{\pi^{3/2}aK} D(\kappa, t'_i) \quad (11)$$

其中 ΔT_d 代表由于时间延迟造成的温升, 且有

$$D(\kappa, t'_i) = \frac{1}{m^2(m+1)^2} \int_0^{\sqrt{\frac{\kappa t'_i}{a}}} \frac{d\sigma}{\sigma^2} \sum_{k=1}^m k \cdot \sum_{l=1}^m l e^{-((k^2+l^2)/m^2)/4\sigma^2} \cdot I_0\left(\frac{kl}{2m^2\sigma^2}\right) \quad (12)$$

在 t'_i 时刻, $Fo(t'_i) = \frac{\kappa t'_i}{a^2} = \left(\frac{i}{200} - \frac{t_d}{t}\right) Fo$, 令 $\tau_d = t_d/t$, 则 $Fo(t'_i) = \left(\frac{i}{200} - \tau_d\right) Fo$. 当 $i=1$ 时, 由 $Fo(t'_i) \geq 0$ 且 $Fo > 0$, 得 $0 \leq t_d \leq 0.005t$.

由 $\sqrt{\frac{\kappa t'_i}{a}} = \sqrt{\left(\frac{i}{200} - \tau_d\right) Fo}$, 式(10)变为

$$D(i, Fo, \tau_d) = \frac{1}{m^2(m+1)^2} \int_0^{\sqrt{\left(\frac{i}{200} - \tau_d\right) Fo}} \frac{d\sigma}{\sigma^2} \sum_{k=1}^m k \cdot \sum_{l=1}^m l e^{-((k^2+l^2)/m^2)/4\sigma^2} \cdot I_0\left(\frac{kl}{2m^2\sigma^2}\right) \quad (13)$$

则此时式(11)改写为

$$\Delta\bar{v}(t_i) = \Delta T_d + \frac{P_0}{\pi^{3/2}aK} D(i, Fo, \tau_d) \quad (14)$$

式中 $0 \leq \tau_d \leq 0.005$.

式(14)即为考虑时间延迟后的温升修正模型.

3 实验结果及分析

3.1 实验材料标准参数

Pyroceram 9606 是目前国际上公认的热物性标准参考材料之一^[10], 常温常压条件下, 标准材料 Pyroceram 9606 的热物性参数: $\rho = 2.627 \times 10^{-3} \text{ g/cm}^3$, $K = 4.05 \text{ W/(m}\cdot\text{K)}$, $\kappa = 1.91 \text{ mm}^2/\text{s}$, $c_p = 0.824 \text{ J/(g}\cdot\text{K)}$. 本次实验所选用的试样尺寸为 $\Phi 50.8 \text{ mm} \times 12.7 \text{ mm}$.

3.2 测量参数的确定

基于已有文献[11]的研究结果, 选用高准确度桥路测量装置, 这样在使用各种尺寸 hot disk 探头时, 不同的实验参数对测量误差不会造成严重的影响.

为保证测试过程在产生的热量到达被测试样的外边界前结束, 在被测试样的尺寸和热物性参数确定的前提下, 需要选择合适的探头尺寸、加热时间以及加热功率. 为了正确选择这 3 个参数, 采用探测深度 D 来加以确定, 探测深度 D 定义为

$$D = 2\sqrt{\kappa t} \quad (15)$$

也就是说, 在测试过程中 hot disk 探头上任意点到被

测试样边界上的最短距离必须大于探测深度 D .

被测试样的最小尺寸要求如下：

$$\text{最小宽度} = 2D + \text{hot disk 探头直径} \quad (16)$$

另外,为了保证测试时间不会过于偏离特征时间,一般确定探头尺寸的公式为

$$0.3 < \kappa t / a^2 < 1 \quad (17)$$

在满足以上各项要求的前提下,采用半径分别为 3.189 mm 及 6.403 mm 2 个探头进行实验.

3.3 实验结果及分析

利用 hot disk 热物性分析仪数据采集系统,采集探头的温度响应数据.借助所得到的温度响应数据,分别应用已有的探头平均温升理想模型、本文所提出的热容修正模型及时间延迟修正模型在各种实验条件下计算 Pyroceram 9606 标准材料的热导率.得到的实验结果分别如图 3~图 8 所示.

针对图 3 和图 4 的实验结果发现：

(1)对同一探头,修正模型得出的热导率比理想模型得到的热导率相对误差小,二者差值在 1%以内.这表明,虽然探头的厚度仅有 60 μm ,且半径可以做得很小,但探头热容的存在的确会对热导率的测量准确度造成影响.

(2)对同一探头,当加热功率保持不变,测量时间增加或测量时间保持一致,加热功率增加时,由理论模型所得到的热导率相对误差都呈减小的趋势.

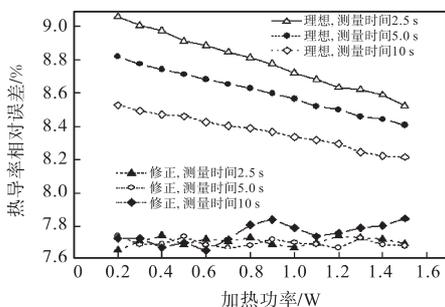


图 3 3.189 mm 探头热容补偿结果

Fig.3 Heat capacity bias measurement accuracy for the probe with a radius of 3.189 mm

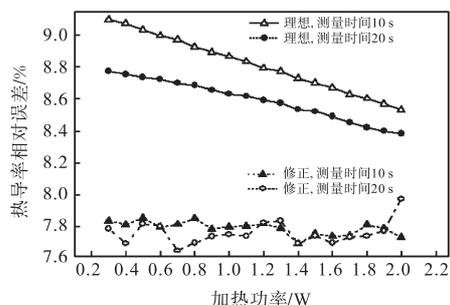


图 4 6.403 mm 探头热容补偿结果

Fig.4 Heat capacity bias measurement accuracy for the probe with a radius of 6.403 mm

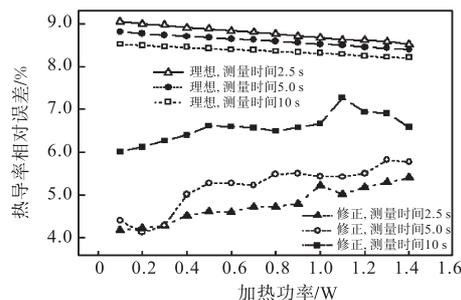


图 5 3.189 mm 探头时间补偿结果

Fig.5 Time bias measurement accuracy for the probe with a radius of 3.189 mm

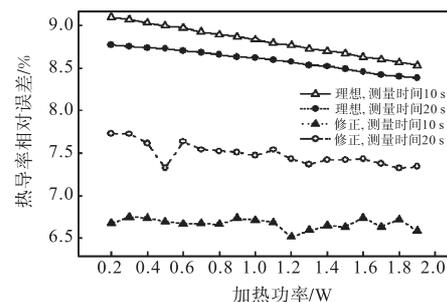


图 6 6.403 mm 探头时间补偿结果

Fig.6 Time bias measurement accuracy for the probe with a radius of 6.403 mm

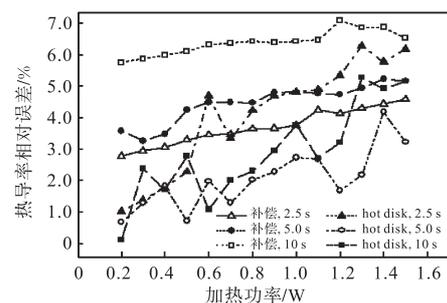


图 7 3.189 mm 探头补偿结果对照

Fig.7 Thermal conductivity measurement accuracy compare with hot disk for the probe with a radius of 3.189 mm

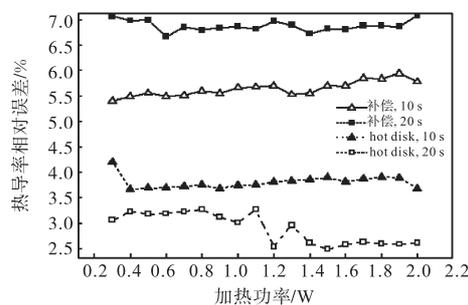


图 8 6.403 mm 探头补偿结果对照

Fig.8 Thermal conductivity measurement accuracy compare with hot disk for the probe with a radius of 6.403 mm

(3)对不同探头,在相同加热功率及测量时间的前提下,由理论模型计算小尺寸探头得到的热导率相

对误差相比大尺寸探头要小.

综合(2)与(3)发现,探头热容相对所输入的加热能量大小是决定热导率测量准确度的关键因素;修正模型由于对试样实际获得加热功率进行了修正,因而所得到的热导率相对误差比较稳定.

针对图 5 及图 6 发现:修正模型测得的热导率较不规则变化,这表明各次实验延迟时间的不规则性;对同一探头,修正模型得出的热导率比理想模型得到的热导率相对误差小,表明时间延迟对热导率测量准确度的确造成了影响;长时间测量情况,理想模型及修正模型所测得的热导率相对误差差值相对较小;对应短时间测量情况,理想模型及修正模型所测得的热导率相对误差差值较大,最大时接近 5%,表明短时间测量的准确度受延迟时间的影响相对较大.

综合考虑热容及时间延迟的影响,同时对热容及时间延迟进行补偿得到实验结果如图 7 和图 8 所示,发现热导率测量结果准确度有了较大的提升,尤其针对短时间测量的情况;但通过与 hot disk 热物性分析仪的测量结果对比发现,修正模型的测量准确度与 hot disk 热物性分析仪仍存在差距,造成差距的主要原因是由于没有考虑四线电阻散热所引起的.

4 结 论

(1) 探头热容对热导率测量准确度的影响会随探头半径、测量时间及加热功率等测量参数的不同而发生变化. 测试过程中,探头热容相对所输入的加热能量大小是影响热导率测量准确度的主要影响因素.

(2) 时间延迟对热导率测量准确度的影响同样会随测量参数的不同选择而发生变化. 短时间测量情况相比长时间测量情况更易受到时间延迟的影响,这是因为延迟时间相对测量时间份额较大,从而导致热导率测量准确度的下降.

(3) 对于短时间测试的情况,探头热容及时间延迟对热导率测量所造成的影响显著,此时进行热容及时间延迟补偿能够较大幅度地提高热导率的测量准确度,测量结果更接近 hot disk 热分析仪测量值.

参考文献:

- [1] Gustafsson S E. Transient plane source technique for thermal conductivity and thermal diffusivity measurements of solid materials[J]. *Rev Sci Instrum*, 1991, 62(3):797-804.
- [2] Joshi G P, Saxena N S, Mangal R. Temperature depend-

ence of effective thermal conductivity and effective thermal diffusivity of Ni-Zn ferrites[J]. *Acta Materialia*, 2003, 51(9):2569-2576.

- [3] Log T, Gustafsson S E. Transient plane source technique for measuring thermal transport properties of building materials[J]. *Fire and Materials*, 1995, 19(1):43-49.
- [4] Al-Jlilan S A. Measurements of thermal properties of insulation materials by using transient plane source technique[J]. *Applied Thermal Engineering*, 2006, 26:2184-2191.
- [5] Gustavsson M, Karawacki E, Gustafsson S E. Thermal conductivity, thermal diffusivity and specific heat of thin samples from transient measurements with hot disk sensors[J]. *Rev Sci Instrum*, 1994, 65(12):3856-3859.
- [6] 黄骥子, 樊栓狮. 采用 hot disk 测量材料导热系数的实验研究[J]. *化工学报*, 2003, 54(4):67-70.
Huang Duzi, Fan Shuanshi. Experimental study of thermal conductivity measurement with hot disk[J]. *Journal of Chemical Industry and Engineering*, 2003, 54(4):67-70 (in Chinese).
- [7] 于帆, 张欣欣, 何小瓦. 材料热物理性能非稳态测量方法综述[J]. *宇航计测技术*, 2006, 26(4):23-30.
Yu Fan, Zhang Xinxin, He Xiaowa. A review of the measurements of thermophysical properties of materials by transient method[J]. *Journal of Astronautic Metrology and Measurement*, 2006, 26(4):23-30 (in Chinese).
- [8] Carlaw H S, Jaeger J C. *Conduction of Heat in Solids*[M]. New York:Oxford University Press, 1959.
- [9] He Yi. Rapid thermal conductivity measurement with a hot disk sensor (Part 1):Theoretical considerations[J]. *Thermo Chimica Acta*, 2005, 36(4):122-129.
- [10] Salmon D R, Tye R P, Lockmuller N. The NPL measurements contribution to the certification of Pyroceram 9606 as a reference material for thermal properties[C]// *Fifteenth Symposium on Thermophysical Properties*. Bellingham WA, USA, 2003:23-27.
- [11] 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[J]. *宇航计测技术*, 2006, 26(4):31-51.
He Xiaowa, Huang Liping. Verification of the measurement accuracy and application range for thermophysical properties of transient plane source method using standard material Pyroceram 9606 at room temperature[J]. *Journal of Astronautic Metrology and Measurement*, 2006, 26(4):31-51 (in Chinese).