固体材料热物性参数智能测试系统设计与研制

陈清华 程 刚 庞 立 董长帅 王开松 (安徽理工大学机械工程学院,淮南 232001)

文 摘 为实现厚度较薄固体板状材料热物性的准确测试。基于平行热线法基本原理,将温度测点由原 来与热线平行布置,改为试样厚度方向布置,并考虑热穿透效应的影响,利用数值解法结合计算机编程直接测 算材料热导率及热扩散率。研制了热物性智能测试系统,对硼硅玻璃、石棉、硅藻土耐火砖等进行热物性测试 实验,结果表明与国家标准测试方法测试值和文献值较为吻合。考虑热穿透效应的影响,通过适当的数据处理 手段,不用通过熔融加厚也可实现薄固体板状材料热物性的准确测试,有效拓展了热线法应用范围。

关键词 固体材料,热物性参数,智能测试系统,热穿透效应,有效数据判别 中图分类号:TK124 DOI:10.3969/j.issn.1007-2330.2016.02.013

Design and Development of Intelligent Testing System of Solid Material's Thermal Physical Properties

CHEN Qinghua CHENG Gang PANG Li DONG Changshuai WANG Kaisong (School of Mechanical Engineering, Anhui University of Science and Technology, Huainan 232001)

Abstract In order to realize the accuracy of the thermal property of thin sheet materials. Based on the basic principle of parallel hot wire technique, temperature measuring points are arranged at direction of thickness of the specimen instead of the original direction which is arranged parallel to hotline, and consider the impact of heat pene-tration effect. The directly measured coefficient of thermal conductivity and thermal diffusivity using numerical method combined with computer programming material. The intelligent test system about thermal properties is developed. The objects of the thermal property test experiment are glass, asbestos, diatomite refractory brick, and so on. The results agree well with national standard test method for test values and literature values. Considering the impact of heat penetration effect, it can also accurately achieve thermo-physical properties of thin solid plate by controlling the effective testing time, need not melt sample, through which the application range of the hot wire method is effectively expanded.

Key words Solid material, Thermal physical properties, Intelligent testing system, Thermal penetration effect, Valid data distinguish

0 引言

随着材料科学的快速发展和对材料热物理性能 要求的不断提高,材料热物性参数测试方法方面的研 究方兴未艾^[1-5]。而非稳态热线法因具有测试时间 短、测试精度高等优点,已在材料热物性测试中得到 广泛应用^[6-9],并被作为耐火材料和非金属固体材料 热导率的标准测定方法^[10-11]。由于热线法原理模型 假设固体介质无限大,为在实验测试中避免热穿透效 应的影响,现有热线法测试标准对试样厚度有严格要 求,一定程度上限制了其适用范围。本文基于非稳态

收稿日期:2015-09-09

基金项目:安徽省自然科学基金资助项目(1408085ME107);中国博士后科学基金资助项目(2014M561807);安徽省高校优秀青年人才支持计 划重点项目(gxyqZD2016087)

作者简介:陈清华,1978年出生,教授,主要从事材料热物性测试、多孔介质传热传质学研究。E-mail:ahhnds@163.com

平行热线法基本原理,考虑热穿透效应结合有效数据 判据,不用采取熔融加厚手段,即可实现对薄固体板 状材料热物性的准确测试,并研制了智能热物性测试 系统。最后利用普通浮法玻璃、标准材料硼硅玻璃 (Pyrex7740)和不锈钢(304L)等进行热物性测试实 验,验证了测试方法的准确性。

1 测试原理

均匀各向同性固体介质中有一恒功率线热源,设 其热导率 λ 及热扩散率 α 均为常数,则介质中各处 的温度变化规律可用圆柱坐标下导热微分方程及相 应的初始边界条件表示^[12]:

$$\frac{\partial\theta(\tau)}{\partial\tau} = \alpha \left(\frac{\partial^2\theta(\tau)}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \cdot \frac{\partial\theta(\tau)}{\partial r} \right)$$
(1)

$$\tau = 0, \theta(\tau) = 0 \tag{2}$$

$$r = r_0, q = -2\pi\lambda r_0 \frac{\partial\theta(\tau)}{\partial r} = \text{const}$$
 (3)

采用分离变量法,可得式(1)在初始条件(2)和 边界条件(3)下的解析解为:

$$\theta(\tau) = \frac{q}{4\pi\lambda} \cdot \left[-E_i \left(\frac{-r^2}{4\alpha\tau} \right) \right]$$
(4)

式中, $\theta(\tau)$ 为 τ 时刻距离热线源 r 处的过余温度,K; λ 为固体介质的热传导率; α 为固体介质的热扩散 率; r_0 线热源的半径;q为单位长度线热源的功率,而 E_i 为指数积分。

令
$$p = \frac{r}{2\sqrt{\alpha\tau}}$$
,则式(4)可改写为:
 $\theta(\tau) = \frac{q}{2\pi\lambda} \int_{p}^{\infty} \frac{1}{u} \cdot e^{-u} du = \frac{q}{2\pi\lambda} \Omega(p)$ (5)

式中,
$$u = \frac{r}{4\alpha\tau}$$
,则有:

$$f(p) = \frac{\theta(\tau)}{\theta(2\tau)} = \frac{-E_i\left(\frac{-r^2}{4\alpha\tau}\right)}{-E_i\left(\frac{-r^2}{8\alpha\tau}\right)} = \frac{\Omega(p)}{\Omega(\frac{\sqrt{2}}{2}p)}$$
(6)

式中, **Ω**(p)可展开成以下形式^[13]:

$$\Omega(p) = -\frac{1}{2}E(-p^{2}) = \frac{1}{2}(-0.57721 - \ln p^{2} - \sum_{n=1}^{+\infty} \frac{(-1)^{n} p^{2n}}{n \cdot n!})$$
(7)

式(7)包含无穷级项,因属于超越方程,从而无 法准确求解。但试算表明,取公式前6项计算误差即 可忽略。,从而可借助计算机编程近似解算。显然测 得 θ(τ),利用式(5)可得到热导率λ,而进一步测得 θ(2τ),可通过式(6)算得热扩散率 α,进而可求得比 热容 C_{po} 、图1给出了 p^{2} 与 f(p)之间的关系,横坐标 p^{2} 的取值范围为[0.001,2.900],f(p)的取值范围为 [0.2720,∞]。可以看出,f(p)与 p^{2} 之间却并非单调 递增或递减变化关系,而是先单调递减再单调递增, 也即对特定的 f(p)有两个 p与之对应,从而需要进 行判断,去除一个无效 p 值。本文自动判别无效 p, 以确定有效计算结果。



2 系统硬件设计

根据测试原理,设计并制作了固体材料热物性测 试系统,结构原理如图2所示。系统由直流稳压电源 供电,试样中的温度变化由测温热电偶检测,并利用 数据采集模块采集传输入计算机主机。如图3所示, 原标准方法温度测点与热线平行布置[图3(a)],而 本文装置温度测点则位于热丝正上方位置[图3 (b)],试样实物图如图3(c)所示。加热系统主要包 括加热丝、稳压电源等。加热丝由直径0.1 mm 的镍 铬电阻丝制作,被同样厚度的试样夹在中间,为降低 接触热阻,试样与热丝间隙间填有试样粉末,降低了 实验操作难度。设试样厚度为δ,由于热丝与试样尺 寸相比较小,从而可认为热丝在试样底部加热,也即 可将温度测点与热丝距离r记为2δ。

测试系统实物照片如图 4 所示,主要结构包括试 样盒、控制箱和上位机,试样盒用于盛放被测试样,外 壳为不锈钢内衬绝热材料。控制箱内有稳压电源、数 据采集模块等,上位机则根据采集到的温度信号,结 合程序化的公式计算试样热导率及热扩散率。



— 58 —



(c) 试样与温度测点布置实物照片

(b) 热线安装位置示意图

图 3 原标准方法与本文方法试样布置结构对比比

Fig. 3 Contrast between existing method and this method



图 4 测试系统实物照片

Fig. 4 Photo of the measurement system

3 关键技术

3.1 热穿透效应及有效测试时间

由于试样厚度有限,当其内部存在热源时,热穿 透效应客观存在,且热源加热功率越高、试样厚度越 薄穿透时间越短。热穿透效应会造成试样表面温升 与理论计算值存在误差,且随着加热时间的延长,误 差越来越大。

图 5 为厚度 6 mm 的石棉板,热线功率分别为 30 和 10 W/m 时,表面温升实测与理论计算变化情况。 如图 6 为 6 mm 厚石棉板[λ=0.113 W/(m·K)]、10 mm 厚硅藻土耐火砖[λ=0.211 W/(m·K)]和 10mm 厚硅砖[λ=1.012W/(m·K)],热线功率为48.67 W/

宇航材料工艺 http://www.yhclgy.com 2016 年 第2期

m时的表面实测温升与理论计算温升对比。可以看 出热线功率越大,热穿透效应对表面温升造成的影响 越早体现出来。而同样加热条件下,导热性能差的材 料热穿透效应更为明显。

值得注意的是,热线加热开始一段时间内实验测 试温升与理论计算温升误差并不大,如热线功率为 10 W/m时石棉上表面测试温升与理论值在140 s范 围内最大误差仅2.47%,而热线功率为30 W/m时, 在60 s之前表面温升测试值与理论值误差也小于 3%,该段时间可称为"有效测试时间"。利用有效测 试时间段内的实验数据计算材料热物性参数可符合 精度要求。

— 59 —









3.2 有效测试数据判别

不同测试条件和不同试样的有效测试时间无法 提前预知,从而只能采取事后判别方法。即先不考虑 有效测试时间,在设定时间 τ_{set} 内测得一组热物性参 数 λ_n 、 C_{pn} (n = 0, 1, ..., k, k 为测得的热物性参数个 数),然后对 k 组热物性参数进行有效性判别,具体判 别步骤如下:

加热丝加热至某时刻 τ ,试样上表面处可测得有 效的温升数据,记为 $Y(\tau)$,2 τ 时刻的温升则记为 Y (2τ) ,进而由式(5)和(6)可计算出试样的 $\lambda_{,C_{p}}$ 等热 物性参数,利用多个不同时刻 τ 的温升值可计算得到 多组热物性参数值数 $\lambda_{n},C_{pn}(n=0,1,..k)$ 。理论上, 有效测试时间段内的热物性参数测算值在一定误差 范围内应是相等的。考虑到相比于热扩散率和比热 容,热导率 λ 测试精度较高,从而以其为判别对象。 设测算时间间隔 $\Delta \tau$,时间 τ_{set} 被分割为 n+1 段,比较 相邻时刻热物性测算值 λ_{m} 和 $\lambda_{m+1}(m=0,1,...,n-1)$,用相对偏差 $\Delta \lambda_{dm}$ 恒量两对象间的数值偏差,设 λ_{m} 和 λ_{m+1} 的算术平均为 $\overline{\lambda_{m}}, \lambda_{dm}$ 则为单个对象 λ_{m} 与 $\overline{\lambda_{m}}$ 的差值:

$$\Delta \lambda_{\rm dm} = \lambda_{\rm dm} / \overline{\lambda_m} \times 100\% \tag{8}$$

则如
$$\Delta \lambda_{dm}$$
满足卜列条件:

$$\lambda_{dm} < \varepsilon$$
 (9)

可认为热物性测算值 λ_m 和 λ_{m+1} 均为有效结果, 否则为无效结果,且后面的数据也被认为无效。最终 可得到 p 个有效数据,取平均值作为最终热物性测试 结果。如图 7 为有效测试结果数据判别流程。

Δ.



图 7 有效计算结果判别流程

Fig. 7 Discrimination process of effective calculating results

宇航材料工艺 http://www.yhclgy.com

-60 -

4 系统应用分析

4.1 玻璃热物性测试应用分析

选用厚度3.5 mm的某类型浮法玻璃进行实验, 密度 2 530 kg/m³,环境温度 300 K。首先将其加工成 若干 300 mm×300 mm 的试样块,热线放置于两块叠 放的试样上,左右用两块试样包夹,缝隙用磨细的玻 璃粉末填充,然后再覆盖一块试样块。测温热电偶布 置于热丝正上方试样块的上表面处,热丝加热功率 48.67 W/m,设定 ε 为 3,温度采样周期 Δτ 为 6 s,根 据采集到的温度数据,首先利用式(6)式(7)计算得 到热扩散率 α ,然后利用式(5)计算热导率 λ 。分别 根据 p_1^2 和 p_2^2 可计算得到相应的热物性参数值,但由 于根据 P,2计算的值明显不符合实际,从而只取根据 *p*₁²计算得到的热导率和热扩散率值作为测算结果。 热线开始加热后,从18 s开始检测到温升变化,取24 s以后数据进行热物性参数计算,实验共进行了200 s,结果见表1。由表中数据可以看出,热导率 λ 和热 扩散率 α 计算结果在 96 s 前相对较为稳定,之后开 始逐渐减小。

表1 热导率和热扩散率计算结果

Tab. 1Calculating results of thermal conductivity and
thermal diffusivity

时间	温升	<i>c(</i>)	р?	$\alpha / 10^{-7}$	λ	$\Delta \lambda_{dm}$
/s	/K	f(p)	P_1^2	$m^2 \boldsymbol{\cdot} s^{-1}$	$/W \cdot (m \cdot K)^{-1}$	/%
24	0.6	0.316	1.414	3.6	0.711	_
30	0.9	0.360	1.163	3.5	0.718	0.48
36	1.3	0.419	0.903	3.7	0.749	2.11
42	1.6	0.437	0.839	3.6	0.737	0.81
48	1.9	0.452	0.774	3.3	0.662	5.67
60	2.5	0.462	0.712	2.9	0.574	-
72	3.1	0.484	0.643	2.6	0.523	-
96	4.2	0.483	0.643	2.0	0.389	-
120	5.4	-	-	-	-	-
144	6.4	-	-	-	-	-
192	8.7	-	-	-	-	-

可看出 2τ 为 96 s 时, $\Delta\lambda_{dm}$ 超过了 ε 值,超过了 有效数据判别误差,此时有效数据个数 p=3,取平均 值作为最终测试结果,可得被测试样热导率 λ 和热 扩散率 α 分别为 0.729 W/(m·K)和 3.6×10⁻⁷ m²/s。

对于同一试样在相同条件下进行多次实验,以检 验测试系统可重复精度,此处用偏差衡量。偏差(*d*) 是指个别测定值 *X* 与 *n* 次测算值的算术平均 *X* 的差 值,此处采用相对偏差。即:

 $\Delta d = |d| / \bar{X} \times 100\% \tag{10}$

宇航材料工艺 http://www.yhclgy.com 2016 年 第2期

对玻璃试样共进行了三次实验测试,测试结果及 分析如表 2 所示。可以看出热导率可重复精度较高, 最大相对偏差 0.702%,热扩散系数可重复精度稍 差,最大有 3.67%,但均小于 5%,符合测试系统精度 要求。

表 2 测试结果可重复精度分析

Tab. 2	Repeatable	accuracy	analysis	of	testing	results
--------	------------	----------	----------	----	---------	---------

次数	$\lambda/$ W·(m·K) ⁻¹	Δd /%	$\bar{\lambda}/$ W·(m·K) ⁻¹	$a/10^{-7}$ m ² ·s ⁻¹	$\Delta d = \frac{\bar{a}}{m^2 \cdot s}$) ⁻⁷
1	0.7301	0.495		3.5	3.67	
2	0.7214	0.702	0.7265	3.6	0.908 3.63	33
3	0.7280	0.206		3.7	1.844	

参照耐火材料热导率测试国家标准(GB/T 5009—2006)^[10],另外搭建了热线法测试实验台,对 同种玻璃试样测热导率,并用差热分析仪测比热容, 测试结果分别为0.727 W/(m·K)和802 J/(kg·K), 换算出热扩散率为3.583×10⁻⁷ m²/s,与本文方法所 测结果也较为一致。

4.2 材料热物性测试综合应用分析

利用标准物质硼硅玻璃(Pyrex7740)、硅藻土耐 火砖、石棉和硅砖分别进行热物性测试实验,以进一 步验证装置的测试精度。硼硅玻璃规格为6 mm 厚, 长宽分别为200 mm×200 mm,密度2230 kg/m³;硅藻 土耐火砖长宽为230 mm×114 mm,厚度10 mm,密度 700 kg/m³;硅砖长宽为230 mm×173 mm,厚度为10 mm,密度1900 kg/m³;石棉板规格为6 mm 厚,长宽 分别为200 mm×200 mm,密度880 kg/m³。硅砖长宽 为230 mm×173 mm,厚度为10 mm,密度1900 kg/ m³。各试样均精磨若干粉末用以填充缝隙,然后按 照前述实验操作步骤进行热物性测试。首先采用国 家标准非稳态热线法和差热分析仪器测各试样热导 率及比热容,结果如表3 所示。

表 3 各试样国家标准热线法和差热分析仪热物性测试结果 Tab. 3 Measurement results of thermal-physical parameters various samples with standards hot-wired method and tacheometer instrument

** *1	$C_{ m p}$	λ	α	
17] 17-1	$/J \cdot (kg \cdot K)^{-1}$	$/W\boldsymbol{\cdot}(\boldsymbol{m}\boldsymbol{\cdot}\boldsymbol{K})^{-1}$	$/10^{-7} m^2 \cdot s^{-1}$	
硅藻土耐火砖	882	0.211	3.400	
硼硅玻璃	900	1.200	5.979	
石棉	800	0.113	1.560	
硅砖	850	1.012	6.250	

采用不同加热功率条件对硅藻土耐火砖(30 W/

m)、硼硅玻璃(48.67 W/m)、石棉板(10 W/m)和硅砖(48.67 W/m)分别进行热物性测试实验,各分别

做三次实验取平均值作为最终测试结果,与国家标准 热线法测试^[10]结果和文献[14]对比如表4所示。

Tab. 4 Comprehensive analysis of experimental results of four materials						
++ *1	α	λ	标准热线法	相对误差	文献[10,14]	相对误差
初科	$/10^{-7}m^2s^{-1}$	$/W \cdot (m \cdot K)^{-1}$	$\lambda / W \cdot (m \cdot K)^{-1}$	/%	$\lambda/W \cdot (m \cdot K)^{-1}$	/%
硅藻土耐火砖	3.260	0.220	0.211	4.09	0.227	3.18
硼硅玻璃	5.881	1.223	1.200	1.92	-	-
石棉	1.580	0.116	0.113	2.59	0.10-0.14	-
硅砖	6.320	1.035	1.012	2.22	1.051	1.55

表 4 四种材料测试结果综合分析 Tab. 4 Comprehensive analysis of experimental results of four materi

5 结论

基于平行热线法基本原理,在不进行模型简化的 情况下,借助数值算法可实现对固体材料热导率及热 扩散率的同时测算。但因试样厚度有限,测试过程中 的热穿透效应不容忽视,且会造成测点温升比实际要 高,从而给热物性测试结果带来误差。实验分析证 明,实验开始一段时间内热穿透效应影响较小,对测 试结果的影响可以忽略,称为有效测试时间。从而通 过调整热线加热功率和控制测试时间,结合有效数据 判别准则,可以基本消除热穿透效应的影响,保证参 数测试精度。设计与开发了智能热物性测试系统,通 过对标准物质硼硅玻璃、硅藻土耐火砖、石棉、硅砖等 材料进行热物性测试实验,表明热物性测试结果与标 准方法测试值和相关文献值较为吻合,可准确测量较 薄固体板状材料的热物性参数,拓展了传热热线法的 应用范围。

参考文献

[1]于帆, 张欣欣. 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):23-29.

[2] 肖红俊, 于帆, 张欣欣. 瞬态平面热源法测量材料 热导率[J]. 北京科技大学学报, 2012, 34(12): 1432-1436.

[3] 王军伟,王智平,路阳,等. 无机盐储热材料高温热 导率测量装置及方法[J]. 太阳能学报,2014,35(2):332-337.

[4] 丁树业,邓艳秋,王海涛,等. 固体绝缘材料热导率的热流法实验探究[J]. 哈尔滨理工大学学报,2014,19(4): 17-21. [5] 雒彩云,陶冶,杨莉萍,等. 热线法测试隔热耐火材 料高温热导率的实验研究[J]. 建筑节能,2014(10):49-53.

[6] Grace T C, Salvador C N, Francisco V. Rigid foam polyurethane(PU) derived from castor oil (Ricinus communis) for thermal insulation in roof systems [J]. Frontiers of Architectural Research, 2012, 4(1): 348-356.

[7] 张亚静, 孙萍. 含碳(或碳化硅)耐火材料热导率的 测试[J]. 耐火材料, 2007, 41(2): 156-158.

[8] KRICHLER M, ODERNBACH S. Thermal conductivity measurements on ferrofluids with special reference to measuring arrangement[J]. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2013,326(1):85-90.

[9] XIAO X, ZHANG P, LI M. Thermal characterization of nitrates and nitrates/expanded graphite mixture phase change materials for solar energy[J]. Energy Conversion and Management, 2013, 73(9): 86–94.

[10] 中华人民共和国质量监督检验检疫总局. GB/T 5009—2006,耐火材料热导率试验方法(热线法)[S].北京: 中国标准出版社, 2006.

[11] 国家质量技术监督局. GB/T 10297—1998,非金属 固体材料热导率的测定:热线法[S].北京:中国标准出版社, 1998.

[12] 杨世铭,陶文铨.传热学(第4版)[M].北京:高等 教育出版社,2006.

[13] 朱法银,梁碧芝. 井函数及其级数展开[J]. 大庆 石油学院学报,1994,18(1):114-116.

[14] 周孑民,朱再兴,谢东江,等.常功率平面热源法 测试耐火材料热物性的研究[J].中南大学学报(自然科学版),2011,42(5):1467-1472.

— 62 —