



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104215654 A

(43) 申请公布日 2014. 12. 17

(21) 申请号 201410458647. 9

(22) 申请日 2014. 09. 11

(71) 申请人 中国科学院地球化学研究所
地址 550002 贵州省贵阳市南明区观水路
46 号

(72) 发明人 李瑞 王世杰 李雄耀

(51) Int. Cl.
G01N 25/18 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书4页 附图4页

(54) 发明名称

一种变温变压条件下测量微量粉末样品导热系数的新方法

(57) 摘要

本发明属于矿物岩石材料领域,特别涉及一种微量(克级)矿物岩石粉末样品在真空环境里,测量其在变温变压条件下的导热系数的新方法。所述微量粉末样品,其在测试时所需体积在 $1.0\text{cm}^3\sim 20.0\text{cm}^3$ 范围内。所述方法在真空条件下进行,其测试步骤为:(1)样品前处理。根据自己的需要将样品制备成颗粒粒径不大于 1mm 的粉末样,确保样品混合均匀,测量前对样品进行烘干处理。(2)样品安装。根据样品量的多少选择不同大小容积的样品池,将经过前处理的样品及测试探头放入样品池中并加以固定,最后将样品池置入冷冻干燥机的真空腔体内。(3)样品测试。对冷冻干燥机的真空腔进行抽真空处理,压强可调范围为 $1\text{Pa}\sim 1.013\times 10^5\text{Pa}$,并可同时调节腔内温度,温度可调范围为 $-190^\circ\text{C}\sim 200^\circ\text{C}$ 。待压强和温度达到指定值后,通过对热导仪相关软件的操作来获得样品在指定测试条件下的导热系数值。

1. 一种在真空环境下测量微量粉末样品在不同温度、压强条件下的导热系数的新方法。
2. 其特征在于测量步骤如下：(1) 测量前将样品制备成颗粒状，并对其进行烘干处理；(2) 将粉末样品和探头放入指定规格的样品池后，将样品池放入冷冻干燥机的真空腔内；(3) 对冷冻干燥机的真空腔进行抽真空处理，并同时调节腔内温度和压强，待参数达到设定值后，通过对热导仪相关软件的操作来获得样品在指定测试条件下的导热系数值。
3. 根据权利要求 1 所述的测量粉末材料导热系数的方法，其特征在于所述测量的整个过程均在真空条件下进行测试工作。
4. 根据权利要求 1 所述的测量粉末材料导热系数的方法，其特征在于该方法可同时调控温度和压强两个参数，可测量粉末样品在不同温度或不同压强条件下的导热系数。
5. 根据权利要求 1 所述的测量粉末材料导热系数的方法，其特征在于该材料在测试时所需的粉末样品体积在 $1.0 \text{ cm}^3 \sim 20.0 \text{ cm}^3$ 范围内，其粉末的颗粒粒径不大于 1 mm 。
6. 根据权利要求 1 所述的测量粉末材料导热系数的方法，其特征在于所述样品池为专属研制，样品池由不锈钢材质制成，且为探头提供了专门的插口，样品池的体积规格可根据需求定制，其容量体积范围在 $1.0 \text{ cm}^3 \sim 20.0 \text{ cm}^3$ 内。
7. 根据权利要求 1 或要求 3 所述的测量方法，其特征在于所述温度范围为 $-190^\circ\text{C} \sim 200^\circ\text{C}$ 。
8. 根据权利要求 1 或要求 3 所述的测量方法，其特征在于所述压强范围为 $1 \text{ Pa} \sim 1.013 \times 10^5 \text{ Pa}$ 。

一种变温变压条件下测量微量粉末样品导热系数的新方法

[0001] 李瑞,王世杰,李雄耀,金宏,刘连银,莫冰

技术领域

[0002] 本发明属于矿物岩石材料领域,特别涉及一种微量的矿物岩石粉末样品材料在真空环境里,测量其在变温变压条件下的导热系数的新方法。

背景技术

[0003] 近几十年来,随着各种材料在和热相关的领域应用范围的不断扩大,导热系数(或热导率)常被用来衡量材料的导热性能和保温性能,是材料的一个重要参数。了解材料的导热系数,是测量其热物理性质的关键。导热系数值越小,材料的绝热性能越好。由于导热系数的大小取决于被测物的结构组成、平均温度、含水率、传热时间、两侧温差等诸多因素,一般要通过实验确定。材料导热系数的测定方法现已发展了多种,它们有不同的适用领域、测量范围、精度、准确度和试样尺寸要求等,不同方法对同一样品的测量结果可能会有较大的差别,因此选择合适的测试方法是首要的。

[0004] 导热系数的测量方法主要有稳态和动态两种方法。稳态法原理简单清晰,精确度高,但测量时间较长,对环境条件要求较高。其中热流计法是一种比较法,是用校正过的热流传感器测量通过样品的热流,得到的是导热系数的绝对值。但其缺点在于测量材料的导热系数范围比较窄,温度范围有限,只能测量低导热系数材料和绝热保温材料。护热平板法其工作原理和热流法相似,是目前公认的准确度最高的方法,可用于基准样品的标定和其他仪器的校准。但其缺点在于,测量时间长,仪器价格高昂,并且不能研究湿材料的热传导性能,不能用于薄膜、涂层等厚度小的样品。动态法是最近几十年内开发的新方法,用于研究高导热系数材料,或在高温条件下进行测量。其中,热线法是应用比较多的方法,优点是产品价格便宜,测量速度快,对样品尺寸要求不太严格。缺点是分析误差比较大,一般为5%~10%。激光闪射法的测量范围很宽,但测得的是材料的热扩散系数,还需要知道试样的比热和密度,才能通过计算得到导热系数,而测定热态下的导热系数还需要膨胀系数的数值,只适用于各向同性、均质、不透光的材料。瞬变平面热源法是在试件上贴上探头,通过多元函数对试样表面温度的响应进行拟合后便可计算出材料的导热系数,适用广泛,快捷,但精确度不一定高。

[0005] 原则上来讲,稳态法是一种基准方法,最开始是用于检测其他方法精度的依据。但是实际上,稳态法能准确测量的影响因素较多,例如材料属性、形貌、规格等,而且操作不方便,需要操作人员具有比较强的专业知识,所以研究瞬态法是近年来的趋势。然而国内市场上现有的基于瞬态法的仪器也存在一定问题,例如无法避免大气湿度对样品自身物性的影响,微量粉末样品无法精准测量等,尤其对于行星科学领域的研究更具有局限性。以月球为例,月表实际环境是在超高真空下,昼夜温差较大,尤其是夜间温度较低。而当前普遍使用的热导仪,均无法同时具备真空环境下控温控压的测试条件,从而对地外模拟样品的分析造成了一定的阻碍。

发明内容

[0006] 本发明的目的在于提供一种在真空环境下测量微量粉末样品在变温变压条件下的导热系数的新方法。所述方法适用于绝大多数材料,特别是微量(克级)矿物岩石的粉末样品;所述方法不受大气影响,在真空环境下进行测量;并且可实时改变温度和压强等测量参数,其可控性好,精准度高。该测量方法尤其对于月球科学与比较行星学的科研工作更具优势,可以提供相关模拟样品的实验数据支撑。

[0007] 本发明提供的微量粉末样品,其在测试时所需体积在 $1.0\text{ cm}^3\sim 20.0\text{ cm}^3$ 范围内。

[0008] 本发明所述的在真空环境中测量微量样品在变温变压条件下的导热系数的新方法,测量步骤如下:

(1)样品前处理。根据自己的需要将样品制备成颗粒粒径不大于 1mm 的粉末样,确保样品混合均匀,测量前对样品进行烘干处理。

[0009] (2)样品安装。根据样品量的多少选择不同容积大小的样品池,将经过前处理的样品及测试探头放入样品池中并加以固定,最后将样品池置入冷冻干燥机的真空腔体内。

[0010] (3)样品测试。对冷冻干燥机的真空腔进行抽真空处理,压强可调范围为 $1\text{ Pa} \sim 1.013\times 10^5\text{ Pa}$,并可同时调节腔内温度,温度可调范围为 $-190^\circ\text{C} \sim 200^\circ\text{C}$ 。待压强和温度达到指定值后,通过对热导仪相关软件的操作来获得样品在指定测试条件下的导热系数值。

[0011] 本发明具有以下有益效果:

1、本发明提供的测量方法,对样品的需求量要求较低,测量时其样品体积范围在 $1.0\text{ cm}^3\sim 20.0\text{ cm}^3$ 内,大大减少了样品量,并且对粒径小于 1mm 的粉末样品没有损害。尤其对稀少的地外粉末样品(例如月尘、月壤),不仅用量少,测试完成后能原样回收,而且还能更精准的测量该样品的导热系数。

[0012] 2、本发明提供的装样容器,不仅可以按照样品量的需求选择不同容积规格的样品池,而且该样品池设有专门的探头插口,简化操作,提高效率。

[0013] 3、本发明提供的测试条件,可以同时控制温度和压强两个参数,有利于系统地多方位地对粉末样品的导热系数进行深入地研究。尤其是,可通过测量月尘及月壤导热系数与温度、压强的关系曲线,推测空间环境月尘、月壤在不同温度、压力下的实际导热系数,对探月工程、载人登月、建立月球基地等工程有较大的指导意义。

[0014] 4、本发明提供的测试环境均在真空环境下,有利的排出了外界环境的不利影响,例如大气湿度、大气对流等。

附图说明

[0015] 图 1 是本发明所述在真空环境中测量微量粉末样品在变温变压条件下的导热系数的设备示意图;

图 2 是样品池的设计示意图;

图 3 是实施例 1 测量辉石样品前,探头的温漂图表。测量的探头在加热前的温升会有小小的波动。为确保数据的可靠性要求在样品等温而且没有温度漂移的情况下执行实验。

[0016] 图 4 是测试辉石样品在某特定条件下的分析结果,打开 Hot Disk 软件中 calculate 键,去掉开头和结尾一些误差较大的点进行分析计算,得出测试样品的热导系

数,热扩散系数和热容等。

[0017] 图 5 是测试方法改进前在常温常压下测量辉石粉末样品的导热系数图;

图 6 是测试方法改进后,也即是本发明所述方法,实施例 1 在真空环境中测量辉石粉末样品在常温常压下的导热系数图;

图 7 是实施例 1 辉石粉末样品的导热系数随温度和压强变化的趋势图。

[0018] 图 8 是实施例 3 模拟月壤样品的导热系数在常压下随温度变化的趋势图。

[0019]

具体实施方式

[0020] 下面结合实施例对本发明所述在变温变压条件下测量微量样品导热系数的新方法作进一步说明。下述各实施例中所使用材料均为粉末,粉末粒径均不大于 1 mm;样品池为专属研制;导热仪由 Hot Disk 公司生产,型号为 TPS 2500S;冷冻干燥机由北京四环科学仪器厂有限公司制造,型号为 LGJ-10D;机械泵由上海慕泓真空设备有限公司生产,型号为 DM2。

[0021] 实施例 1

(1)测试方法改进前,样品前处理。根据自己的需要将辉石样品制备成颗粒粒径不大于 1mm 的粉末样,确保样品混合均匀,测量前对样品进行烘干处理。

[0022] (2)测试方法改进前,样品安装。选择 13.0 cm^3 的样品池,将按照步骤(1)所述的经过前处理的辉石粉末样品及测试探头放入样品池,并将样品池固定在热导仪原配的测样腔中。

[0023] (3)测试方法改进前,样品测试。在常温常压条件下测量辉石粉末样品的热导系数,数据分析见图 5。从图 5 中可见,同一样品分别选择不同时间测量,其导热系数受环境影响导致数据波动较大,偏差较大。

[0024] (4)测试方法改进后,样品前处理方法如步骤(1)所述。

[0025] (5)测试方法改进后,样品安装。选择 13.0 cm^3 的样品池,将按照步骤(4)所述的经过前处理的辉石粉末样品及测试探头放入样品池中并加以固定,最后将样品池置入冷冻干燥机的真空腔体内。

[0026] (6)测试方法改进后,样品测试。对冷冻干燥机的真空腔进行抽真空处理,压强可调范围为 $1\text{Pa} \sim 1.013 \times 10^5 \text{ Pa}$,并可同时调节腔内温度,温度可调范围为 $-190^\circ\text{C} \sim 200^\circ\text{C}$ 。每次测量选定一个压强和温度,待压强和温度达到指定值后,监控温度漂移的情况(见图 3),确保在样品等温而且没有温度漂移的情况下执行测试实验。通过对热导仪的相关软件的操作来获得样品在指定测试条件下的导热系数值(见图 4)。在真空环境中测量辉石粉末样品在常温常压下的导热系数,数据分析见图 6。与测试方法改进前的数据相对比,该组数据偏差范围更小,测量结果更稳定,更精准。

[0027] (7)重复步骤(6),保证其他参数不变的情况下,改变温度值,每隔半小时测量一组数据,即可得到辉石样品的导热系数随温度变化的趋势图,见图 7(纵向对比)。从图 7 中可得,辉石的导热系数随温度的升高而增大。

[0028] (8)重复步骤(6),保证其他参数不变的情况下,改变压强值,每隔半小时测量一组数据,即可得到辉石的导热系数随压强变化的趋势图,见图 7(横向对比)。从图 7 中可得,

辉石的导热系数随压强的增大而增大。

[0029] 实施例 2

该实施例 2 均在测试方法改进后的条件下进行相关测试工作。

[0030] (1) 样品前处理。根据自己的需要将橄榄石样品制备成颗粒粒径不大于 1mm 的粉末样,确保样品混合均匀,测量前对样品进行烘干处理。

[0031] (2) 样品安装。选择 4.7 cm³ 的样品池,将按照步骤(1)所述的经过前处理的橄榄石粉末样品及测试探头放入样品池中并加以固定,最后将样品池置入冷冻干燥机的真空腔体内。

[0032] (3) 样品测试。对冷冻干燥机的真空腔进行抽真空处理,压强可调范围为 1Pa~ 1.013×10^5 Pa,并可同时调节腔内温度,温度可调范围为 -190℃~200℃。每次测量选定一个压强和温度,待压强和温度达到指定值后,监控温度漂移的情况(见图 3),确保在样品等温而且没有温度漂移的情况下执行测试实验。通过对热导仪相关软件的操作来获得样品在指定测试条件下的导热系数值(见图 4)。

[0033] (4) 重复步骤(3),保证其他参数不变的情况下,改变温度值,每隔半小时测量一组数据,即可得到橄榄石的导热系数随温度变化的趋势图,其结果类似于图 7。

[0034] (5) 重复步骤(3),保证其他参数不变的情况下,改变压强值,每隔半小时测量一组数据,即可得到橄榄石的导热系数随压强变化的趋势图,其结果类似于图 7。

[0035] 实施例 3

该实施例 3 均在测试方法改进后的条件下进行相关测试工作。

[0036] (1) 样品前处理。根据自己的需要将模拟月壤样品制备成颗粒粒径不大于 1mm 的粉末样,确保样品混合均匀,测量前对样品进行烘干处理。

[0037] (2) 样品安装。选择 1.0 cm³ 的样品池,将按照步骤(1)所述的经过前处理的模拟月壤粉末样品及测试探头放入样品池中并加以固定,最后将样品池置入冷冻干燥机的真空腔体内。

[0038] (3) 样品测试。对冷冻干燥机的真空腔进行抽真空处理,压强可调范围为 1Pa~ 1.013×10^5 Pa,并可同时调节腔内温度,温度可调范围为 -190℃~200℃。每次测量选定一个压强和温度,待压强和温度达到指定值后,监控温度漂移的情况(见图 3),确保在样品等温而且没有温度漂移的情况下执行测试实验。通过对热导仪相关软件的操作来获得样品在指定测试条件下的导热系数值(见图 4)。

[0039] (4) 重复步骤(3),保证其他参数不变的情况下,改变压强值,每隔半小时测量一组数据,即可得到模拟月壤的导热系数随压强变化的趋势图,其结果类似于图 7。

[0040] (5) 重复步骤(3),在常压条件下保证其他参数不变,改变温度值,每隔半小时测量一组数据,即可得到模拟月壤的导热系数随温度变化的趋势图(图 8)。

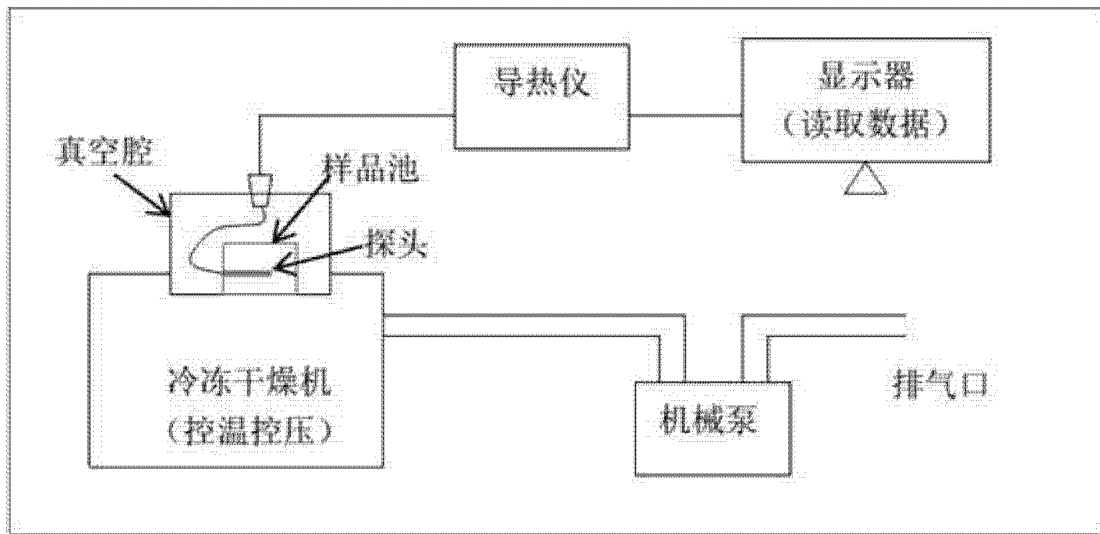


图 1

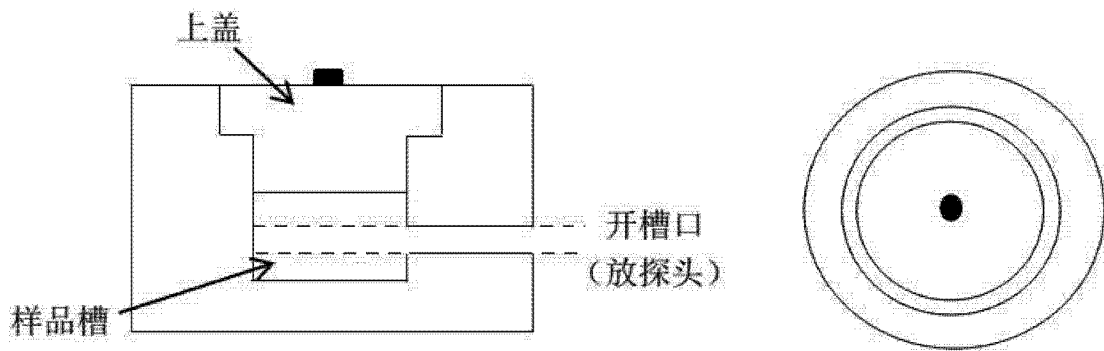


图 2

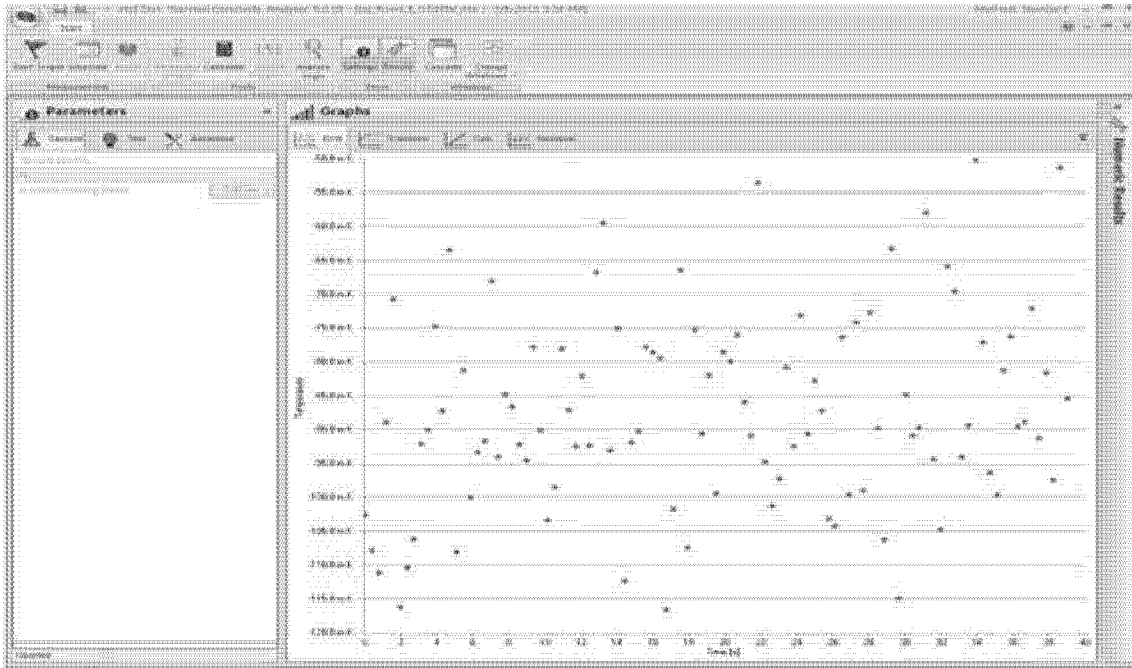


图 3

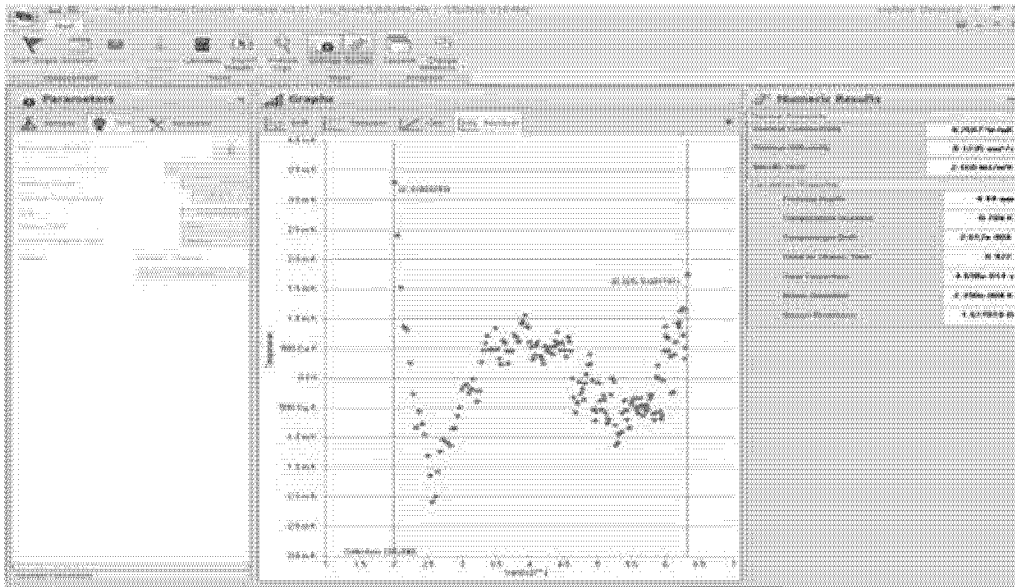


图 4

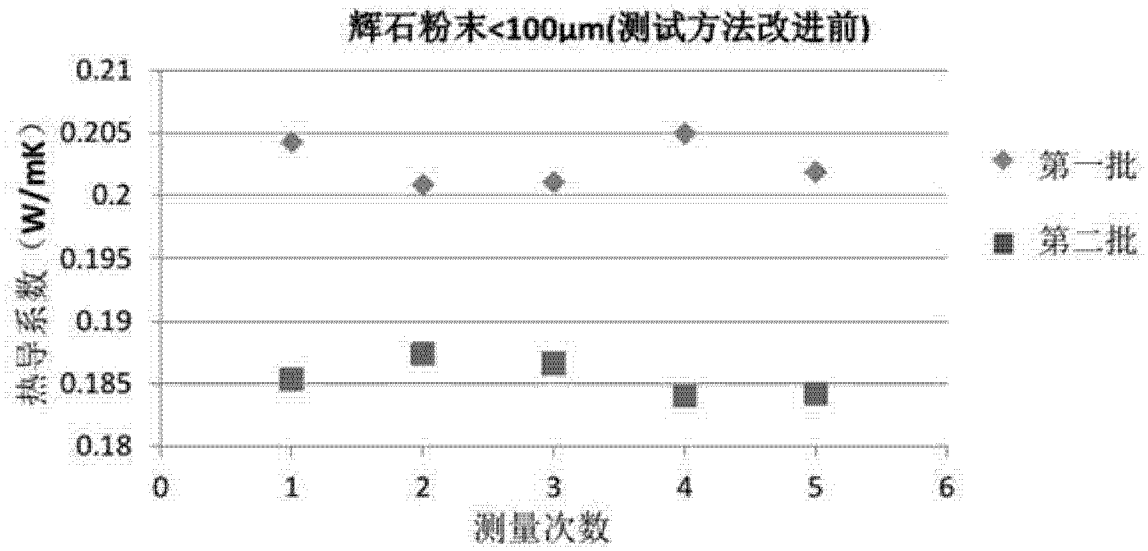


图 5

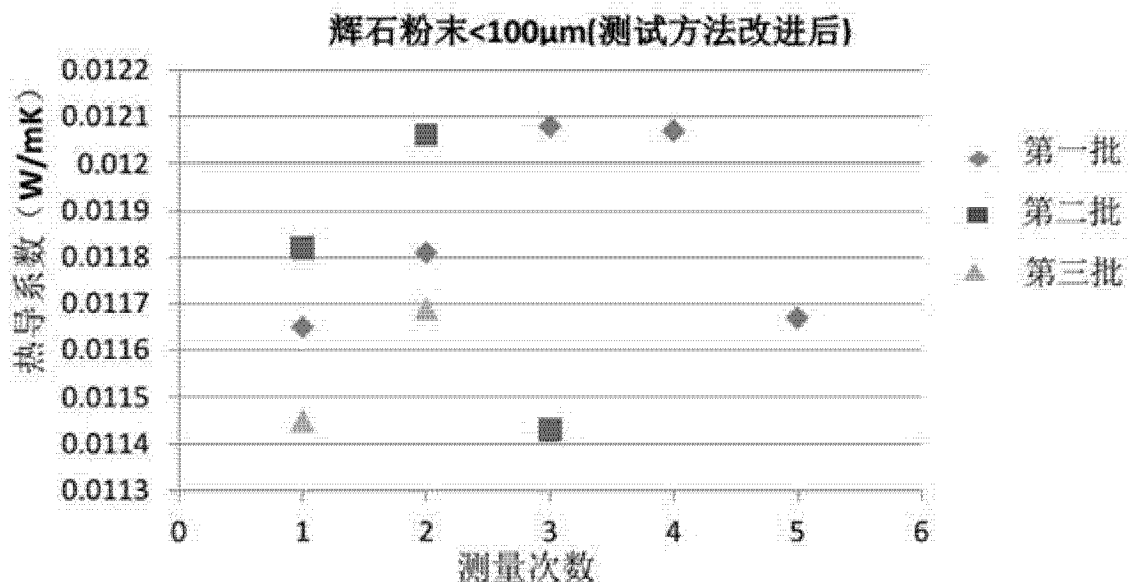


图 6

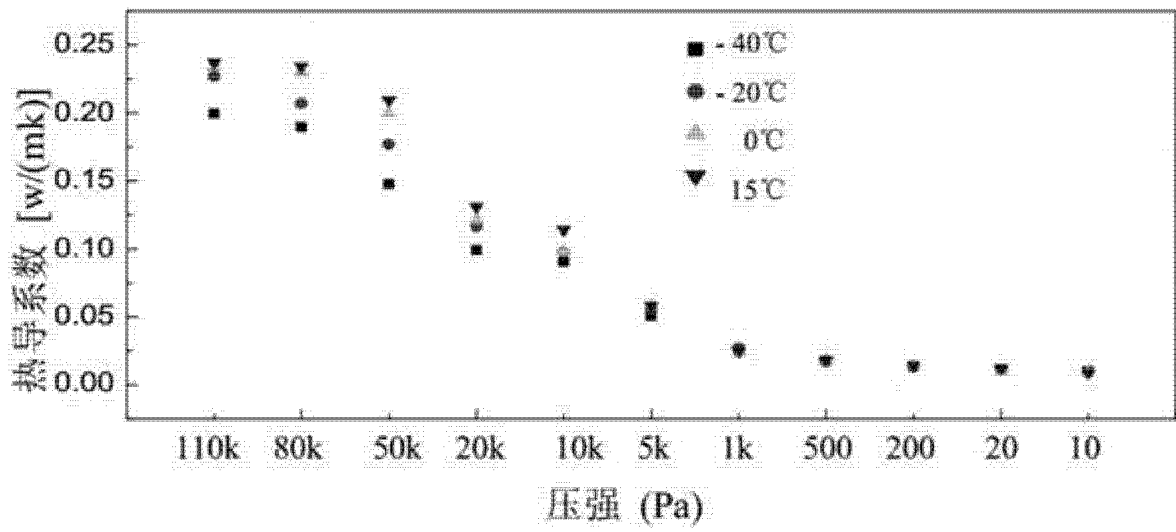


图 7

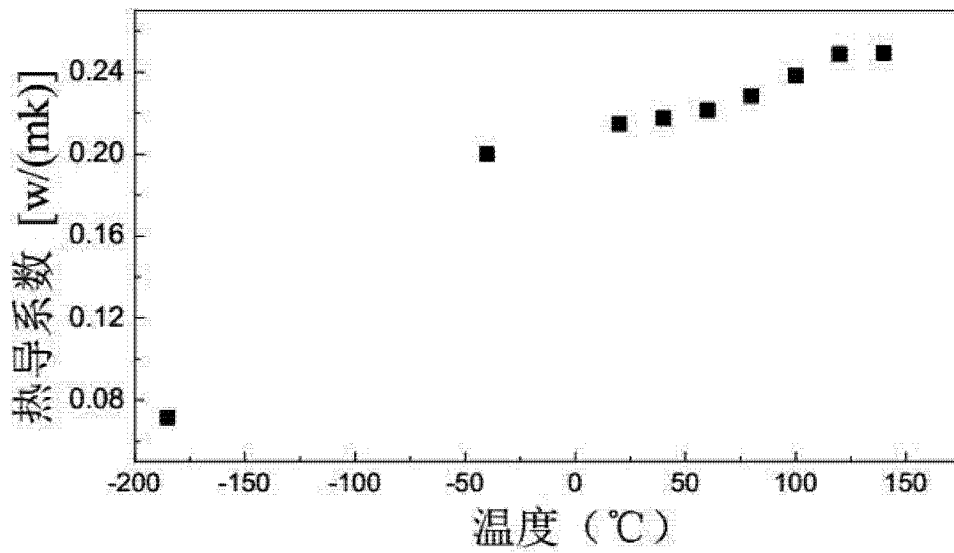


图 8