

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101949873 A

(43) 申请公布日 2011. 01. 19

(21) 申请号 201010502257. 9

(22) 申请日 2010. 10. 11

(71) 申请人 华东师范大学

地址 200062 上海市普陀区中山北路 3663
号

(72) 发明人 孙新形 孙卓 潘丽坤 张明昌
陈晓红 郭平生

(74) 专利代理机构 上海麦其知识产权代理事务
所(普通合伙) 31257

代理人 董红曼

(51) Int. Cl.

G01N 25/20(2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 5 页 附图 4 页

(54) 发明名称

一种固体材料导热系数的测量装置

(57) 摘要

一种固体材料导热系数的测量装置,其中包括密闭的真空腔,真空腔通过抽气管与外部抽真空装置相连;设置在真空腔内的加热源;分别紧贴所述加热源两侧的第一金属块和第二金属块;第三金属块和第四金属块,所述第一金属块与第三金属块之间形成一置物空间,所述第二金属块与第四金属块之间形成另一置物空间,置物空间用来放置待测量固体材料;设置在第三块金属块和第四块金属块外侧的冷却装置;温度测量器,所述温度测量器设置在各金属块上,用来测量金属块的温度。本发明的装置能更精确地获得测量值,可提高最终测量精度。

1. 一种固体材料导热系数的测量装置,其中包括密闭的真空腔,所述真空腔通过抽气管与外部抽真空装置相连;设置在真空腔内的加热源;分别紧贴所述加热源两侧的第一金属块和第二金属块;第三金属块和第四金属块,所述第一金属块与第三金属块之间形成一置物空间,所述第二金属块与第四金属块之间形成另一置物空间,所述置物空间用来放置待测量固体材料;设置在第三块金属块和第四块金属块外侧的冷却装置;温度测量器,所述温度测量器设置在各金属块上,用来测量金属块的温度。

2. 如权利要求1所述的固体材料导热系数的测量装置,其特征在于:所述真空腔侧面设置有开口,待测量固体材料通过所述开口被放置到所述置物空间内,所述开口由侧盖封闭。

3. 如权利要求1所述的固体材料导热系数的测量装置,其特征在于,所述温度测量器通过输出导线,与真空腔外的数据采集系统连接。

4. 如权利要求1所述的固体材料导热系数的测量装置,其特征在于,所述加热源是电加热源,进一步包括:云母板或云母片及缠绕在其上的电阻发热丝,以及作为支架保护外壳的金属板;所述加热源以云母板或云母片为骨架和绝缘层,所述金属板为镀锌板或不锈钢板,所述金属板为板状、片状、圆柱状、圆锥状、筒状、圆圈状。

5. 如权利要求1所述的固体材料导热系数的测量装置,其特征在于,其中所述金属块的表面被抛光。

6. 如权利要求1所述的固体材料导热系数的测量装置,其特征在于,其中所述金属块的表面涂覆有防辐射涂层。

7. 如权利要求1所述的固体材料导热系数的测量装置,其特征在于,
用绝热材料制造的固定装置,将所述热源、铜块、冷却装置紧固在真空腔内,所述绝热材料为复合硅酸铝镁化合物,陶瓷或气凝胶材料。

8. 如权利要求1所述的固体材料导热系数的测量装置,其特征在于,所述冷却装置为半导体制冷装置、风扇或水循环制冷装置中的一种或几种。

9. 如权利要求1所述的固体材料导热系数的测量装置,其特征在于,所述各金属块具有相同的横截面积。

10. 如权利要求1所述的固体材料导热系数的测量装置,其特征在于,所述温度测量器为热电偶或数字式温度传感器。

一种固体材料导热系数的测量装置

技术领域

[0001] 本发明是涉及一种导热系数的测量装置,特别涉及测量具有不良导热系数的固体材料的导热系数的测量装置。

背景技术

[0002] 材料的导热系数是研究材料物理性能的一个重要参数指标,在科研,教学,生产等部门都要求对材料的导热系数进行预测或实测。导热系数是反映材料导热性能的物理量,它不仅是评价材料的热学性的依据,而且是材料在应用时的一个设计依据,所以在科学实验和工程技术中对材料的导热系数的测定成为开发新材料的关键。

[0003] 目前测量材料的导热系数主要有以下三种方法:

一、激光闪射法。该方法采用的是瞬态法,原理是一束激光打在样品上表面,用红外检测器测试下表面的温度变化,实际测得的数据是样品的热扩散率,通过与标准样品的比较同时得到样品的密度和比热,通过公式可计算得到样品的导热系数。该方法优点是测量快速,采用非接触法,适合高温,高导热的样品,但不适合多层结构、涂层、泡沫、液体、各向异性材料等。原因是激光法测试的是热扩散率,数学模式建立在各向同性材料的基础上。另外,还需要用其他方法测得密度,才能折算为导热系数,增加了误差的来源。关于此方法有关专利或文献是这样介绍的,如:“用激光脉冲法测量石墨材料的导热系数”,(杨洪利,甘肃冶金,1998年1期第39-44页),论述了通过用激光脉冲法测石墨材料导热系数,并对激光脉冲法测石墨材料导热系数仪器设备进行了调试和实测数据分析。

[0004] 二、导热系数法(Hot Disk (TPS 技术))该方法采用的同样是瞬态法,原理是利用热阻性材料——镍做成一个平面的探头,同时作为热源和温度传感器。镍的热阻系数与温度和电阻的关系呈线性关系,即通过了解电阻的变化可以知道热量的损失,从而反映样品的导热性能。通过记录温度与探头的响应时间,材料的这些特性可以被计算出来。由数学模型可以直接得到导热系数和热扩散系数,两者的比值得到体积比热。优点是快速,便捷,无须特别的样品制备,可用于原位/单面测试,适用于固体、粉末、液体、涂层、蜂窝材料等多种类型的样品,但受探头表面涂层的限制,温度范围只能到 700°C ,且探头成本较高,设计复杂,不能有效推广。关于此方法有关专利或文献是这样介绍的:“智能式热线导热系数测量仪”1988年7月27日公告的中国专利第87213622号,根据热线法测定材料导热系数的方法是将一根由镍铬构成的热阻丝,设置在被测试的材料内,然后通电加热,通过焊在被测试材料内的热阻丝上的热电偶取出被测试材料的温度信号,然后输入给信号处理,最终测得材料的导热系数。

[0005] 三、温度梯度法。该方法是将待测样品置于一热源与一低温制冷装置之间,测量其间形成的温度梯度,从而计算出材料的导热系数。

[0006] 理想状态下,热源的所有热量通过待测样品传递至低温制冷端,但实际上会不可避免的有一部分热量从其它方向散出,从而导致测量误差,降低测量的准确度。因此,此种方法的测量精度主要取决于如何降低热量在传递过程中从其它方向散出,一般会使用绝热

材料做为绝热层用以将热源与外界隔绝,尽量减少热量的损失,但是仍会有部分热量向外传导。关于此方法有关专利或文献是这样介绍的:“测量导热系数的装置”,2005年8月24日公告的中国专利申请号 200410015458.0,依据温度梯度原理,利用抽真空系统将内部气体排出,又利用碳纳米管径向不导热的特性,使得热量只能向预定方向传递。又如“一种良导体导热系数测量仪”2008年6月11日公告的中国专利号 200720063809.4,其装置是将待测材料的热端装有加热器,冷端紧贴冷却装置,可用设定调节旋钮用以控制热源或冷端温度。

[0007] 鉴于此,本发明针对现有技术的不足,设计一种新的固体材料导热系数测量装置,克服上述方法中误差大、操作复杂、准确度低以及成本高等缺点。

发明内容

[0008] 本发明的目的是提供一种易操作、低成本、稳定性好,绝热性优良,可准确测量固体或胶状样品的固体材料导热系数测量装置,用于对固体材料的导热系数进行精确测量。

[0009] 本发明提供一种固体材料导热系数的测量装置,其中包括密闭的真空腔,真空腔通过抽气管与外部抽真空装置相连;设置在真空腔内的加热源;分别紧贴所述加热源两侧的第一金属块和第二金属块;第三金属块和第四金属块,所述第一金属块与第三金属块之间形成一置物空间,所述第二金属块与第四金属块之间形成另一置物空间,置物空间用来放置待测量固体材料;设置在第三块金属块和第四块金属块外侧的冷却装置;温度测量器,所述温度测量器设置在各金属块上,用来测量金属块的温度。

[0010] 本发明提供一种固体材料导热系数的测量装置,真空腔侧面设置有开口,待测量固体材料通过开口被放置到置物空间内,开口由侧盖封闭。

[0011] 本发明提供一种固体材料导热系数的测量装置,温度测量器通过输出导线,与真空腔外的数据采集系统连接。

[0012] 本发明提供一种固体材料导热系数的测量装置,加热源是电加热源,进一步包括:云母板或云母片及缠绕在其上的电阻发热丝,以及作为支架保护外壳的金属板;加热源以云母板或云母片为骨架和绝缘层,金属板为镀锌板或不锈钢板,所述金属板为板状、片状、圆柱状、圆锥状、筒状、圆圈状。

[0013] 本发明提供一种固体材料导热系数的测量装置,其中金属块的表面被抛光。

[0014] 本发明提供一种固体材料导热系数的测量装置,其中金属块的表面涂覆有防辐射涂层。

[0015] 本发明提供一种固体材料导热系数的测量装置,用绝热材料制造的固定装置,将热源、铜块、冷却装置紧固在真空腔内,绝热材料为复合硅酸铝镁化合物,陶瓷或气凝胶材料。

[0016] 本发明提供一种固体材料导热系数的测量装置,冷却装置为半导体制冷装置、风扇或水循环制冷装置中的一种或几种。

[0017] 本发明提供一种固体材料导热系数的测量装置,各金属块具有相同的横截面积。

[0018] 本发明提供一种固体材料导热系数的测量装置,温度测量器为热电偶或数字式温度传感器。

[0019] 本发明的装置以热源为中心,呈上下完全对称型设计,使热量可以均衡的向带有

冷却装置的两端垂直扩散。从而可避免从单边或四周扩散,且更精确的获得测量值。又因该装置放置在真空系统内,利用抽真空系统将内部气体排出,可排除气体的不良影响,可提高最终测量精度。

[0020] 本发明与现有技术相比,具有操作方便,成本低的优点,稳定性好,绝热性优良,测试速度快,测量的导热系数范围广,可适用于固体或胶状样品的导热系数的准确测量。

附图说明

[0021] 图 1 为本发明实例中固体材料导热系数测量装置的立体示意图。

[0022] 图 2 为本发明实例中固体材料导热系数测量装置的内部结构示意图。

[0023] 图 3 为本发明实例中固体材料导热系数测量装置的金属块立体示意图。

[0024] 图 4 为本发明实例中固体材料导热系数测量装置的冷却装置立体示意图。

[0025] 图 5 为本发明实例中固体材料导热系数测量装置的加热片的结构示意图。

[0026] 图 6 为本发明实例中固体材料导热系数测量装置的测量系统示意图。

[0027] 图 7 为实例中固体材料导热系数测试仪的试样测试数据曲线图。

具体实施方式

[0028] 以下结合说明书附图及具体实施方式对本发明作进一步详细说明:

请参阅图 1,即本发明实例中固体材料导热系数的测量装置的立体示意图。该装置包括,真空腔 1,真空腔 1 为一圆柱形密封容器,其具有一可封闭真空腔 1 上开口 A (参看图 2)的侧盖 2,该侧盖 2 可打开或闭合,以便于将待测样品通过开口 A 放入真空腔 1 或从真空腔 1 中取出。另外,一抽气管 3 的一端延伸至真空腔 1 的内部空间,另一端与抽真空装置(图未示)相连。可将真空腔 1 内抽成真空,排除气体的不良影响,使得热量只能向预定方向传递。并利用 ZJ-32 型超高真空规管(B-A)裸规探测真空腔 1 内的真空度。

[0029] 请参阅图 2,是本发明实例中固体材料导热系数测量装置的内部结构示意图。在真空腔体 1 内,包括加热源 4,分别紧贴加热源 4 两侧的第一铜块 5 和第二铜块 6;第三铜块 7 和第四铜块 8,第一铜块 5 与第三铜块 7 之间形成放置待检测样品 9 的置物空间 9',第二铜块 6 与第四铜块 8 之间形成放置另一待检测样品 10 的置物空间 10';在第三铜块 7 和第四铜块 8 外侧各设置有作为冷却装置的冷却装置 11、12。在第一铜块到第四铜块 5,6,7,8 上各设置有温度测量器 13,用来测量金属块的温度。

[0030] 参阅图 5 为本实例中固体材料导热系数测量装置的加热片的结构示意图。在真空腔 1 中的加热源 4,是由电阻发热丝 21 缠绕绝缘性能和耐高温性能都良好的云母片 22,辅直径为 3cm 的圆圈状铜块作支持保护。如图 5 中所示,把云母片 22 剪成圆片,在其上绕电阻发热丝 21,电阻发热丝的直径为 0.5mm。上述结构被制成后,上下再用圆云母片 22 夹上,云母片厚度为 1mm,再用铜板夹上,最后用环氧树脂固封。加热片采用恒定的电压或恒定的功率。

[0031] 其中第一铜块到第四铜块 5、6、7、8 均以底面积直径为 3cm,高为 5mm 的圆柱形铜块。待检测样品 9、10 是底面积直径为 3cm,高为 1cm 的圆柱形固体材料。其中作为冷却装置的半导体制冷装置,其所用尺寸规格为长 3 cm×宽 3 cm×高 1 cm 的长方体。

[0032] 参阅图 3 为本实例中固体材料导热系数测量装置的铜块立体示意图。图 3 中的

铜块为第一铜块到第四铜块中的一块,其侧表面 14 上涂覆有防辐射涂层,可减少因热辐射造成的热量损失。铜块的上、下表面 15、16 经过抛光技术处理,使得铜块的上、下表面 15、16 更加光滑,在与其它组件接触时更紧密,减小界面热阻。

[0033] 图 4 为本实例中固体材料导热系数测量装置的冷却装置的立体示意图。冷却装置 11 可以采用了半导体制冷装置和风扇组成简易的散热系统,半导体与风扇之间用硅胶粘结。使真空腔体内的两端温度降低,且大大的减小了体积。

[0034] 如图 2 所示,其中各组件之间是紧密贴着的,11 的上表面 17 紧贴着真空腔体内上端的下表面。冷却装置 12 的下表面紧 18 贴着真空腔体内下端的上表面。

[0035] 当测试时,打开真空腔体 1 的侧盖 2,将两相同的待检测样品 9、10 通过开口 A 分别置于真空腔体 1 内的第一铜块 5 和第三铜块 7 之间的置物空间 9' 和第二铜块 6 和第四铜块 8 之间的置物空间 10'。盖上侧盖 2,开启抽真空装置,通过抽气管 3 将真空腔 1 内的空气抽到 $1 \times 10^{-4} \sim 1 \times 10^{-5}$ pa 范围的真空度。

[0036] 另外,在第一铜块到第四铜块 5、6、7、8 的一侧面贴近样品处,设置温度测量器 13 的探头,当传热达到稳定状态,所测得的温度分别为 T1、T2、T3、T4。此时第一铜块 5 和第三铜块 7 之间,第二铜块 6 和第四 8 之间应为等间距,且约为待测样品厚度 d。

根据热传导定律:

$$dQ = -k \left(\frac{dT}{dz} \right) dS \cdot dt \quad \Rightarrow \quad k = - \frac{dQ/dt}{(dT/dz)ds}$$

上式中 dS 为两相同待检测样品 9、10 的表面积, dQ/dt 表示在该处的传热速度即为加热源 4 的功率 P, 又因本装置加热源的热量是从结构上、下平均传递到两端的,故 $P = (U \times I) / 2$, dT/dz 表示在 Z 处的温度梯度即: $\frac{dT}{dz} = \frac{(T1 - T3) + (T2 - T4)}{2d}$ 。

故可以根据温度测量器 13 所实时测得的数据 T1、T2、T3、T4 及已知量,可代入上面公式求得待测固体材料的导热系数。

[0037] 参阅图 6 为本发明实例中固体材料导热系数测量装置的测量系统示意图。在真空腔 1 中的加热源 4,冷却装置 11 及温度测量器 13,通过屏蔽电缆总线 21 传送给控制器 22。控制器 22 可根据温度测量器 13 实测数据在其显示面板 23 上直接显示测度温度和供及冷却装置 11、加热源 4 的实际功率数值。此时也可通过控制器上的按键 24 进行功能切换,并利用按键 24 输入真空系统导热装置的常量,控制器就会根据输入值,进行计算并显示被测试样品的导热系数。

[0038] 根据我们设计实例装置可以有效区分不同导热系数的样品,所测试样品得到的数据如图 7 所示。通过观测曲线本装置在一定数量级上数据准确,但具体针对高导热材料如金刚石、银等,以及低导热系数如硫化橡胶、冕玻璃等,在实际测量过程中仍存在误差,原因分析如下:

1、当样品导热系数很大时，铜块与被检测样品的接触热势差起重要作用，此处我们用硅胶连接铜块和被测样品作了对比。

[0039] 2、当样品导热系数很小时，热源与气流接触热散失起主要作用。

[0040] 散热有三种形式：

(1) 传导，接触面积大，传走的热量就多。

[0041] (2) 辐射，热量用光线(主要是人眼看不出的远红外)的形式向四周传递热能，这部分在散热中占的比例不大。

[0042] (3) 由空气流通产生的对流散热，这在中央散热中是主要的。空气对流散热又分强制通风与自然通风，模具散热属自然通风。大多数情况下又属层流自然通风散热。

基于这两个要点我们以以下公式作拟合：

$$\lambda = \frac{UI - \alpha}{\pi R^2 \left(\frac{t_2 - t_1 - \beta_1}{h_1} + \frac{t_1 - t_0 - \beta_2}{h_2} \right)} \approx \frac{UI - \alpha}{\pi R^2 (\Delta T - \beta)}$$

[0043] 上述公式中 U、I 分别为供给热源的电压和电流，h₁、h₂ 分别指上、下样品的高度，R 为待测样品的半径，α、β 为误差校正系数，λ 为导热系数。可以作这样一个假设：因为我们用的加热线 4 功率一定，所以只与表面的粗糙程度有关，我们暂且把它定为一个常数。对于不同的样品，热源的温度变化不大，因此也近似为常数(=8.11993, =34.19589)。

[0044] 在本发明实例中的固体材料导热系数的测量装置，也可以采用其他方式，将待检测样品放入到置物空间中，而不需要在真空腔 1 上开设开口 A 以及封闭该开口 A 的侧盖 2。

[0045] 温度测量器 13 可以通过通讯导线，与真空腔 1 外部的数据采集系统相连，在测量的同时，从外部直接获得数据，方便读取。

[0046] 加热线也可以是其他结构的电加热线。本实例中的加热片 4 中用来作支持保护的金属块可以是镀锌板，不锈钢板等，或铜块等，其形状可做成板状、片状、圆柱状、圆圈状等。

[0047] 上述实施例中，将加热线、第一到第四金属块、冷却装置依次以加热线为中心，铜块、冷却装置上下对称排布，用绝热材料制成的固定装置(图中未显示)紧固于真空腔中。绝热材料可以是如复合硅酸铝镁化合物，陶瓷，气凝胶等。

[0048] 冷却装置也可采用半导体制冷装置、风扇、水循环制冷装置等中的一种或几种。

[0049] 本实例中的第一金属块、第二金属块、第三金属块和第四金属块以及待检测样品都具有相同的横截面积，可以是铜块或其他金属制成。

[0050] 本实例中的温度测量器可以是热电偶或数字式温度传感器。

[0051] 本实施例的装置以热源为中心，呈上下完全对称型设计，使热量可以均衡的向带有冷却装置的两端垂直扩散。从而可避免从单边或四周扩散，且更精确的获得测量值。该装置中铜块侧表面敷有防辐射涂层，可减少因热辐射造成的热量损失；又因该装置放置在真空系统内，利用抽真空系统将内部气体排出，可排除气体的不良影响，使得热量只能向预定方向传递，可提高最终测量精度。该装置能够在短时间内测量从绝热材料到金属材料的导热系数，其测量的导热系数的范围为 0.01 ~ 400W·m⁻¹·K⁻¹，且所测量的导热系数的不确定度在 3% 以内。

[0052] 综上所述仅为本发明的较佳实施例，并非用来限定本发明的实施范围。即凡依本发明申请专利范围的内容所作的等效变化与修饰，都应属于本发明的技术范畴。

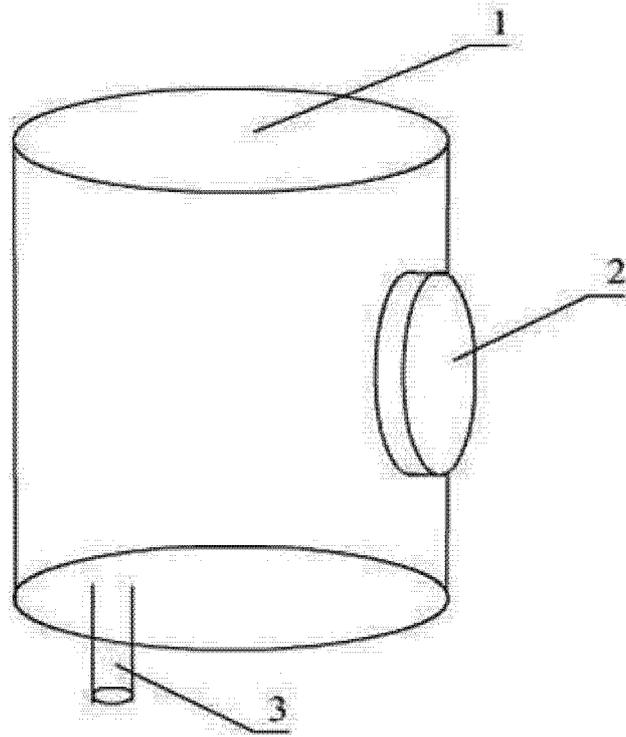


图 1

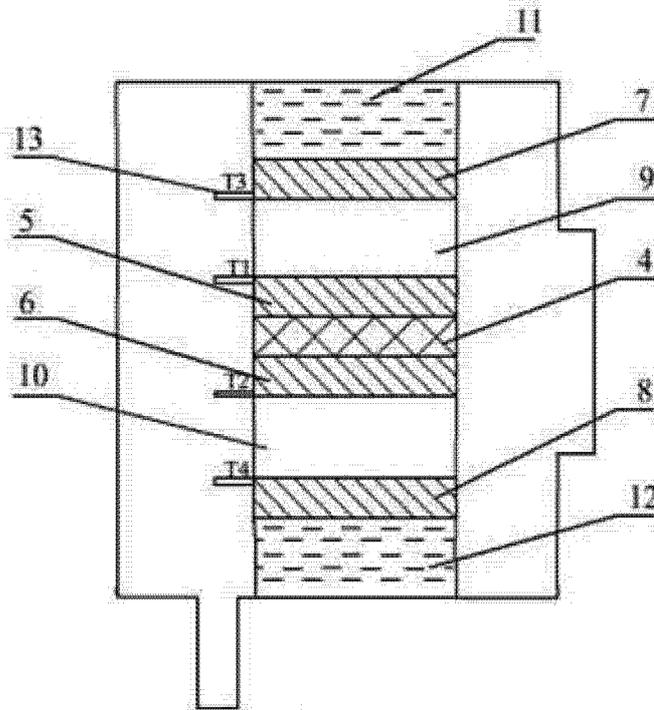


图 2

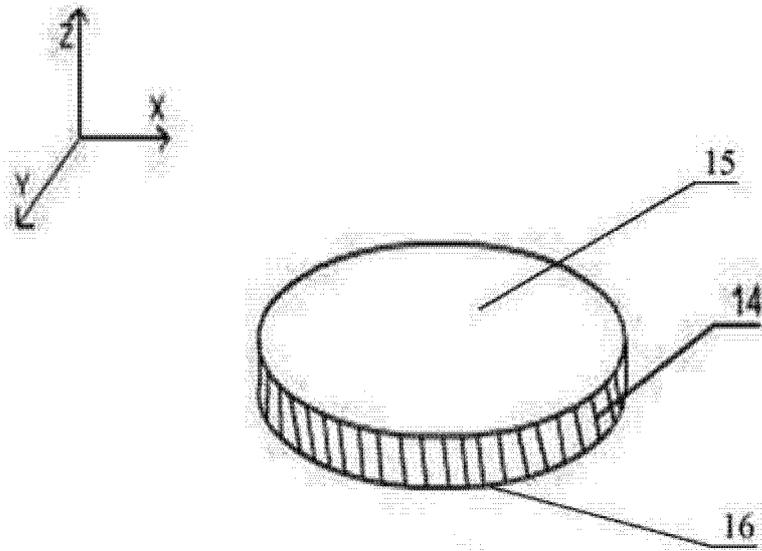


图 3

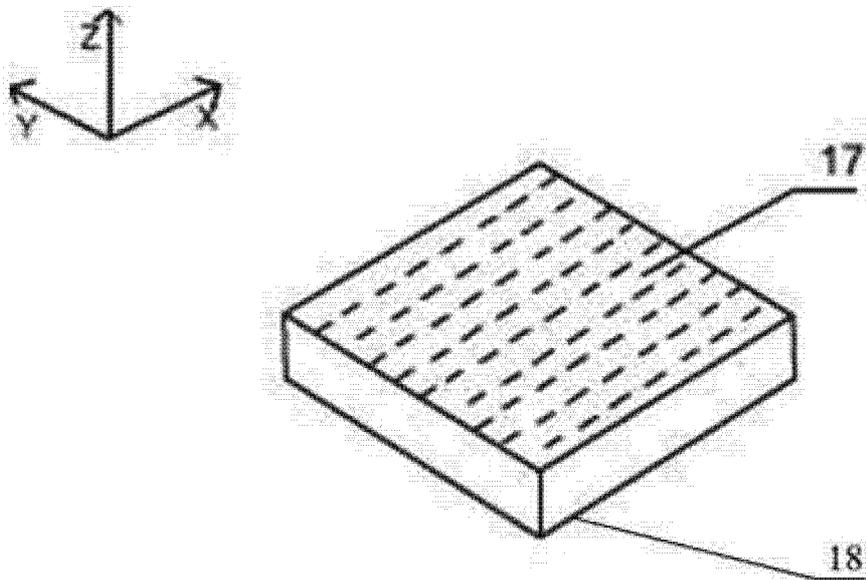


图 4

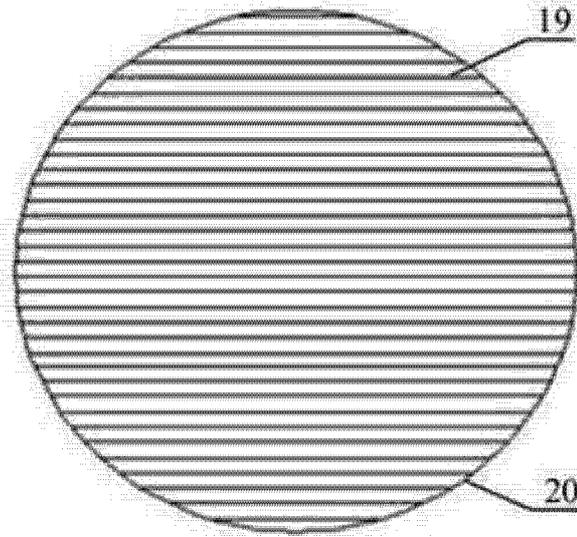


图 5

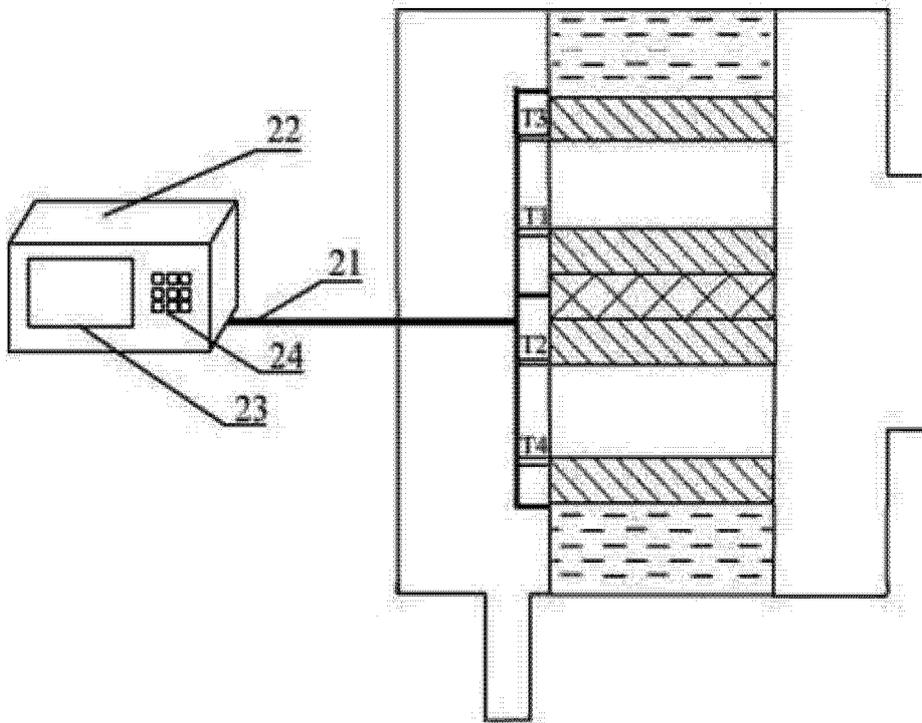


图 6

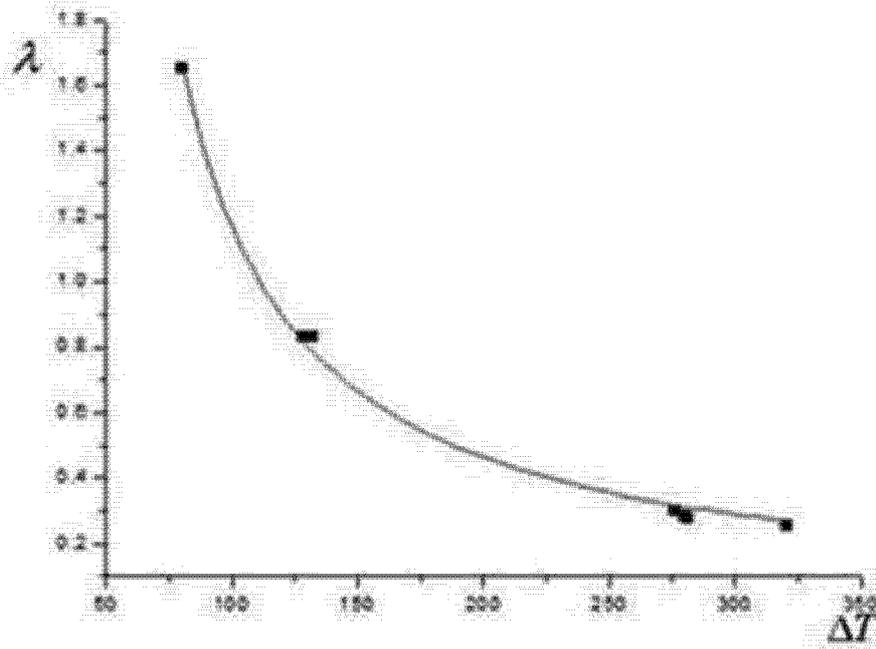


图 7