

绝热材料稳态热阻及有关特性的测定

热 流 计 法

GB 10295—88

Thermal insulation—Determination of steady-state thermal resistance and related properties—Heat flow meter apparatus

本标准等效采用国际标准ISO/DIS 8301《绝热——测定稳态热阻和有关特性——热流计装置》。

试件的热性质可能受材料性能和成分的可变性、含湿率、平均温度、温差、经历的热状态等因素而变化。因此不应将测试值不加修改地应用于使用情况。

材料的热性质需要有足够数量的测试数据。只有样品能代表材料,且试件又能代表样品时,才能用一个试件的测量结果来确定材料的热性质。

测试结果的准确度除与装置的设计、所用测量仪表以及试件类型有关外,还与参比材料和标定过程有关。

保持在装置中的试件,不改变测定条件、多次进行测定的重复性一般远优于 $\pm 1\%$ 。参比试件重新安装后测试的重复性一般优于 $\pm 1\%$ 。这是鉴定测定方法误差所必需的。

室温接近测定平均温度时,热流计装置的标定准确度一般在 $\pm 2\%$ 以内。

热流计装置测定的准确度主要取决于测量参比材料热性质的准确度(防护热板装置的准确度)。因此,当室温接近测定平均温度时,本方法的测定准确度可达 $\pm 3\% \sim \pm 5\%$ 。

第一篇 概 述

1 主题内容与适用范围

本标准规定了使用热流计装置测定板状试件稳态热性质的方法和对装置的要求。

本方法适用于测定干燥试件。试件的热阻应大于 $0.1\text{m}^2 \cdot \text{K}/\text{W}$ 。

本方法适用于测定匀质材料,非匀质材料应按附录A(补充件)估测本方法的适用性。

本方法的测定结果为在给定平均温度和温差下试件的热阻。

如试件为热匀质体,且在任何平均温度下试件的热阻与温差无关,则测定结果可表达为在给定平均温度下的试件的可测导热系数。

除满足上述条件外,且试件能代表整体材料、试件的厚度大于可确定材料导热系数的试件最小厚度时,测定结果可表达为被测材料的导热系数。如不知道材料可确定导热系数的试件最小厚度时,可按附录B(补充件)测定。

2 引用标准

GB 4132 绝热材料名词术语

GB 10294 绝热材料的稳态热阻及有关特性的测定 防护热板法

3 术语、符号

3.1 本标准中下列术语定义按GB 4132:

- a. 热流量 Q , W;
- b. 热流密度 q , W/m²;
- c. 热阻 R , m²·K/W;
- d. 热导率 $C\lambda$, W/(m²·K);
- e. 导热系数 λ , W/(m·K);
- f. 匀质材料;
- g. 孔隙率 ξ , %;
- h. 各向同性体。

3.2 本标准中其他术语的定义如下:

- a. 热阻系数 r ; K·m/W为grad, $T = -r\vec{q}$ 定义的值。
- b. 多孔体: 由明显区分为固相和空隙组成的非匀质介质。
- c. 匀质多孔体: 局部空隙率与计算体积的部位无关的物体。
- d. 热稳定体: 物体的导热系数 λ 或 $[\lambda]$ 不是时间的函数, 但可是物体中位置、方向和温度的函数。

4 原理

热流计装置的典型布置如图1所示。当热板和冷板在恒定温度的稳定状态下, 热流计装置在热流传感器中心测量部分和试件中心部分建立类似于无限大平壁中存在的单向稳定热流。假定测量时具有稳定的热流密度为 q 、平均温度为 T_m 和温差为 ΔT 。用标准试件测得的热流量为 Q_s 、被测试件测得为 Q_u , 则标准试件热阻 R_s 和被测试件热阻 R_u 的比值为:

$$\frac{R_u}{R_s} = \frac{Q_s}{Q_u} \dots\dots\dots (1)$$

如果满足确定导热系数的条件, 且试件厚度 d 为已知, 可算出试件的导热系数。

由于侧向热损, 不可能在试件和热流传感器的整个面积上建立一维热流。因此在测试时要特别注意通过试件和热流传感器边缘的热损失。边缘热损失与试件的材料和尺寸以及装置的构造有关。因此要注意标准试件与被测试件的热性能和几何尺寸(厚度)的差别、防护热板装置测定标准试件与用标准试件标定热流计装置时温度边界条件的差别对标定的影响。

第二篇 装置及标定

5 装置的技术要求

装置由加热单元、一个(或两个)热流传感器、一块(或两块)试件和冷却单元组成。图1a为单试件不对称布置, 热流传感器可以面对任一单元放置。图1b为单试件双热流传感器对称布置。图1c为双试件对称布置。其中两块试件应该基本相同, 由同一样品制备。亦可在加热单元的另一侧面另加热流传感器和冷却单元构成双向装置(见图1d和图1e)。如果满足本标准的要求, 各种布置均将得到相同的结果。

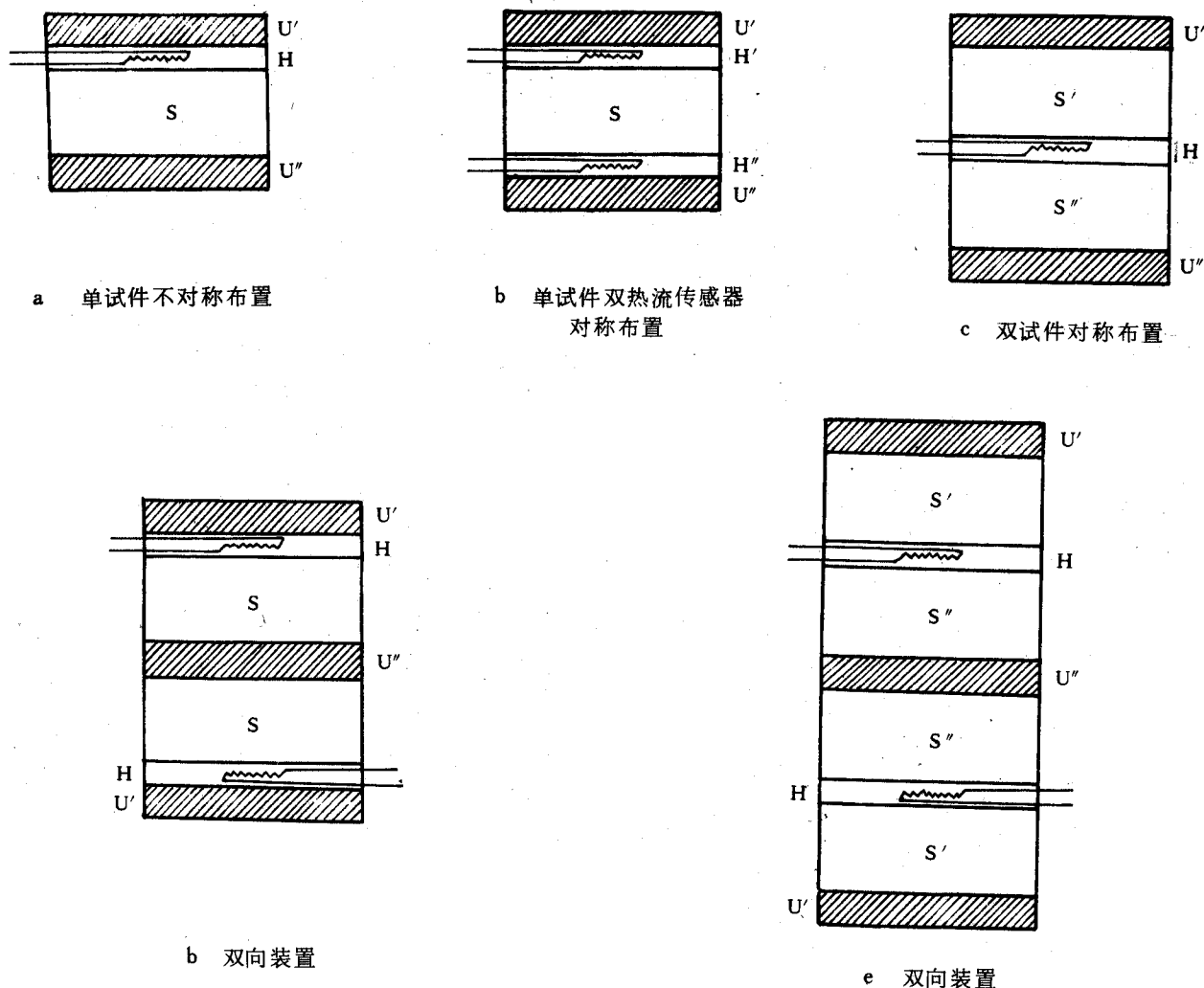


图 1 热流计装置的典型布置图

U' , U'' —冷却和加热单元; H , H' , H'' —热流传感器

加热单元和冷却单元以及热流传感器的工作表面（与试件接触的表面）的平面度应优于0.025%，并处理到在工作温度下的总半球辐射率大于0.8。

为便于在实验室之间比较，建议热流计装置的标准尺寸如下：

- 边长（或直径）为0.3m；
- 边长（或直径）为0.5m；
- 如果仅测定均匀材料，则边长（或直径）为0.2m；
- 如果试件厚度大于0.5m，装置允许的测定厚度采用边长（或直径）为1m。

5.1 加热和冷却单元

加热和冷却单元的工作表面上温度不均匀性应小于试件温差的1%。如果热流传感器直接与加热或冷却单元工作表面接触，并且热流传感器对沿表面的温差敏感，则温度均匀性要求更高，应保证热流密度测量误差小于0.5%，可用在两块金属板中放置均匀比功率的电热丝或在板中通以恒温的流体

来达到,也可二者结合使用。冷却单元等温面尺寸至少和加热单元的工作表面一样大,冷却单元可以和加热单元相同。

测定时工作表面温度的波动或漂移应不超过试件温差的0.5%。热流传感器由于表面温度波动引起的输出波动应小于 $\pm 2\%$,必要时可在热流传感器与加热或冷却单元的工作表面间插入绝热材料作阻尼。

5.2 热流传感器

5.2.1 热流传感器是利用在具有确定热阻的板材上产生温差来测量通过它本身的热流密度的装置。热流传感器的类型列于附录D(参考件)。

热流传感器是由芯板、表面温差检测器、表面温度传感器和起保护及热阻尼作用的盖板组成。可利用金属板(箔)做均温板以改善或简化测量。但是不应设置在会使热流传感器的输出受影响的地方。

5.2.2 芯板应由不吸湿的、热匀质的、各向同性的、长期稳定和硬的(可压缩性较小的)材料制作。在使用温度下以及正常的装卸后,材料性质不应发生有影响的变化。软木复合物,硬橡胶——塑料,陶瓷,酚醛层压板和环氧或硅脂填充的玻璃纤维织品等可用于制作芯板。芯板的两个表面应平行,以保证热流均匀垂直于表面。

5.2.3 热电堆。应采用灵敏和稳定的温差检测器测量芯板上的微小温差。常用多接点的热电堆,其类型如图2所示。热电堆的热电势 e 与流过芯板的热流密度 q 有关。 $q = f \cdot e$,其中 f 称为标定常数。它与温度有关,在一定程度上还与热流密度有关。热电堆的导线直径宜小于0.2mm。建议用产生热电势高,导热系数低的热电元件。

如果热流不是垂直通过热流传感器的主表面,热流传感器的主表面上就有温度梯度。应避免用图2a所示的热接点布置,它对沿垂直和平行于热流传感器主表面的温差都很敏感。

必须采取措施防止输出导线的热流对输出的影响。

当热流传感器输出小于200 μV 时,必须采取特殊技术,消除导线、测量线路和热流传感器本体中附加热电势对测量的影响。

温差检测器应均匀分布在热流传感器最中心区域,其面积为整个表面积的10%~40%。或者集中布置在不小于10%的区域内,并且这个区域在热流传感器中心的40%范围内。

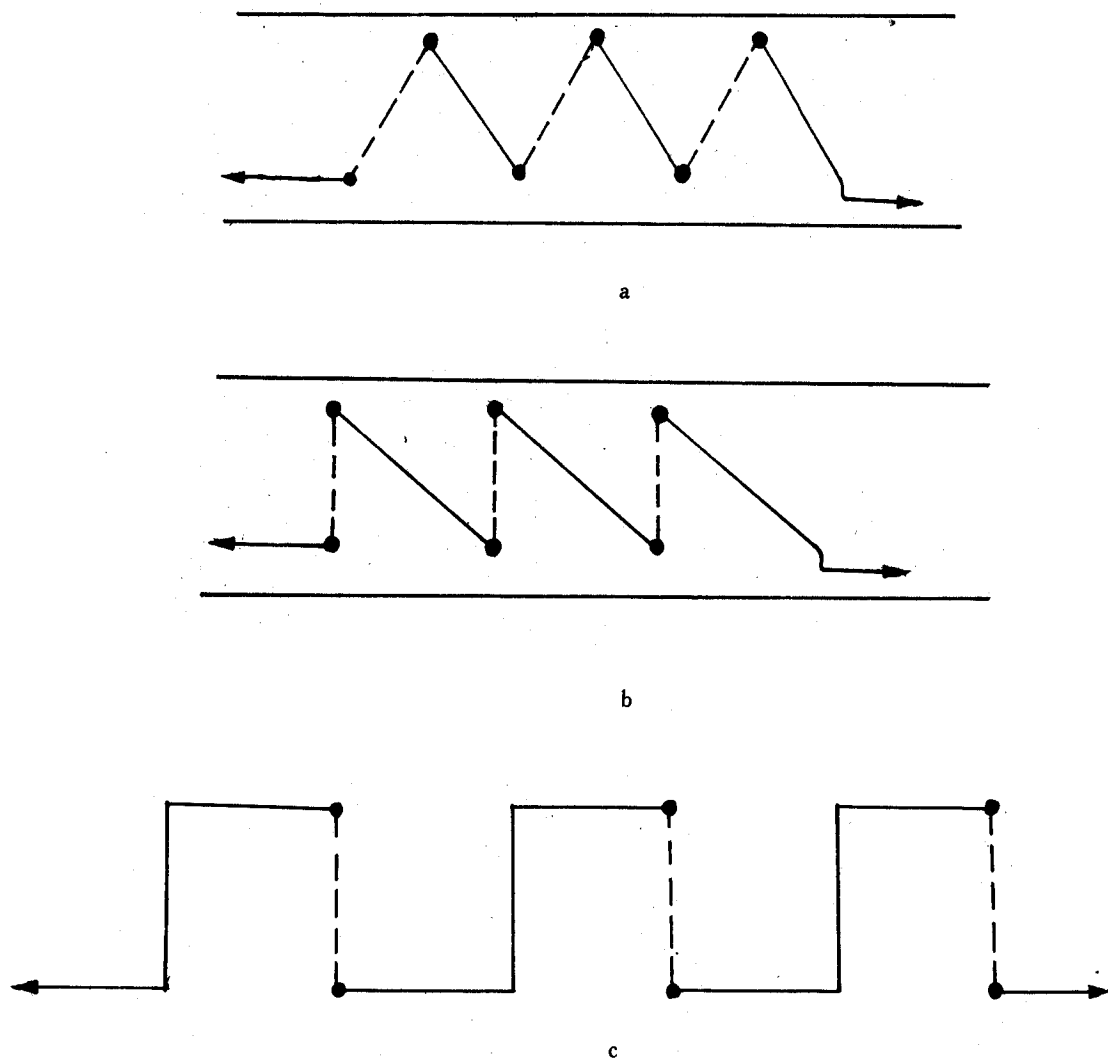


图 2 热电堆设计示意图

-----金属 A；——金属 B；·—热结点

5.2.4 表面板

热流传感器的两个表面应于以覆盖。表面板的厚度在满足防止温差检测器导线分流的前提下，应尽量薄。正确设计的热流传感器，在试件的热导率大幅度变化时，其灵敏度应与试件的热导率无关。表面板亦可起阻尼作用减少温度波动。表面板应采用与芯板类似的材料，用粘合剂或易熔材料等方法粘合到芯板上。

5.2.5 表面温度传感器

应测量热流传感器靠试件一侧表面的平均温度。 $80\mu\text{m}$ 的铜箔能平均热流传感器计量区域的表面温度，箔片应该超出该区域大约等于热流传感器的厚度。箔片能够作为铜-康铜热电偶的一部分或者用于安装铂热电阻。热电偶的直径应小于 0.2mm ，康铜丝焊在箔片中心，而铜线焊在靠近边缘的某一点。应清除热电偶丝焊接的焊锡球，保证表面平整。

注：热流计装置中所用的热流传感器与现场热流测量所用热流传感器的要求不尽相同，一般不宜直接采用。

5.3 其他测量装置

5.3.1 温度

5.3.1.1 装置的温度：测量加热和冷却单元（或热流传感器）工作表面间的温度差应准确到 $\pm 1\%$ 。

加热和冷却单元工作表面的温度可用永久安装在槽内或直接装在工作表面之下的热电偶测量。当采用双试件对称布置时,置于加热和冷却单元的工作表面上的温度传感器可用差动连接。此时温度传感器必须与板电气绝缘,建议绝缘电阻应大于 $1\text{ M}\Omega$ 。

每一表面上温度传感器的数量应不小于 $10\sqrt{A}$ 或2(取大)个,其中 A 是测量区域面积(m^2)。如热电偶经常更换或经常标定,对于面积小于 0.04 m^2 的板,每个面上可只用一个热电偶。新建立的装置至少需要两支热电偶。

5.3.1.2 试件上的温差:

a. 热阻大于 $0.5\text{ m}^2\cdot\text{K}/\text{W}$,且表面能很好贴合到工作表面的软质试件,通常采用固定在加热、冷却单元或热流传感器的工作表面上的温度传感器进行测量。

b. 硬质试件由于受工作表面与试件之间的接触热阻的影响,需采用特殊的方法;已证实可用于硬试件的一种方法是在试件和工作表面之间插入适当的均匀材料的薄片,然后用装在试件表面上或埋入试件表面的热电偶来测定试件的温差,均匀布置的热电偶数量参见5.3.1.1。此法也可与试件和工作表面间插入低热阻材料的薄片结合使用。

5.3.1.3 温度传感器

使用热电偶作温度传感器时,装在加热和冷却单元表面上的热电偶直径应不大于 0.6 mm ,小尺寸装置宜小于 0.2 mm 。装在试件表面或埋入试件表面的热电偶直径应小于 0.2 mm 。热电偶应采用经过标定的偶线制成。

采用其他温度传感器如铂热电阻,必须具有相当的准确度、灵敏度和稳定性。由于温度传感器周围的热流歪曲、温度传感器的飘移等引起的温差测量的总误差应小于 $\pm 1\%$ 。

5.3.2 电气测量系统

装置的整个测量系统(包括计算电路)应满足下列要求:

5.3.2.1 灵敏度、线性、准确度和输入阻抗应满足测量试件温差小于 $\pm 0.5\%$,测量热电堆热电势的误差小于 $\pm 0.6\%$ 。

5.3.2.2 灵敏度高于温差检测器最小输出的 0.15% 。

5.3.2.3 在温差检测器预期输出范围内非线性误差小于 $\pm 0.1\%$ 。

5.3.2.4 由于输入阻抗引起的读数误差应小于 $\pm 0.1\%$ 。一般大于 $1\text{ M}\Omega$ 可满足要求。

5.3.2.5 稳定性应满足在两次标定之间或30天内(取大者)读数变化小于 $\pm 0.2\%$ 。

5.3.2.6 在温差和热电堆输出中,噪声电压的有效值应小于 $\pm 0.1\%$ 。

注:测量系统计算并显示出热阻、热导率或导热系数时,可最好地发挥热流计装置快速测量的优点。

5.3.3 厚度测量

测量厚度的误差应小于 $\pm 0.5\%$ 。建议在装置中,在测试的温度和压力条件下测量试件的厚度。使用电子式传感器时,必须定期检查,检查间隔应小于一年。

5.4 机械装置

框架应能在一个或几个方向固定装置。框架上应设置施加可重复的恒定压紧力的机构,以保证良好的热接触或者在冷、热板表面间保证准确的间距。稳定的压紧力可用恒力弹簧、杠杆系统或恒重产生,对试件施加的压力一般不大于 2.5 kPa 。测定易压缩材料时,必须在加热和冷却单元的角或边缘上使用小截面的低导热系数的支柱限制试件的压缩。

5.5 边缘绝热和边缘热损失

5.5.1 热流计装置应该用边缘绝热材料、控制周围空气温度或者同时使用两种方法来限制边缘损失的热量。尤其在测定平均温度与试验室空气温度有显著差异时,应该用箱体或外壳包围热流计装置,保持箱内温度等于试件的平均温度。

5.5.2 边缘热损失

所有布置形式的边缘热损失灵敏度与热流传感器对沿主表面温差的灵敏度有关。因此,只有用实验才能检查边缘热损失对测量热流密度的影响。单试件双热流传感器对称布置的装置可通过比较两个

热流传感器的读数来估计边缘热损失的误差。边缘热损失的误差应小于 $\pm 0.5\%$ 。

为得到较小的边缘热损失误差,通过边缘的热流量应小于通过试件的热流量的20%。

6 标定和检验

6.1 标定

装置必须用与欲测材料具有类似热性质的材料来标定。校正试件要覆盖欲测定的范围,避免用外推法。校正试件必须经防护热板法等绝对法测定。若防护热板装置为双试件结构,应选用尽可能相同的一对试件〔见附录F(参考件)〕。

6.1.1 单试件不对称布置

首先将防护热板装置测定过的一对试件中第一块试件放在热流计装置上测得 e' 、 T_1' 和 T_2' ,然后同样测第二块试件得 e'' 、 T_1'' 和 T_2'' ,其中 e' 和 e'' 是热流传感器的输出。

$$\text{设: } C' = \lambda_m / d' \quad C'' = \lambda_m / d''$$

$$q' = e' \cdot f \quad q'' = e'' \cdot f$$

其中: λ_m ——防护热板装置标定的一对试件的平均导热系数;

f ——热流计装置的标定系数;

T_1' 、 T_2' ——分别为第一块试件的热面和冷面温度;

T_1'' 、 T_2'' ——分别为第二块试件的热面和冷面温度;

C' 、 C'' ——分别为第一块和第二块试件的热导率;

d' 、 d'' ——分别为第一块和第二块试件的厚度。

利用 $q = \frac{q' + q''}{2}$ 可由式(2)推导出标定系数 f :

$$f = \frac{2}{\frac{e'}{C' \Delta T'} + \frac{e''}{C'' \Delta T''}} \left\{ 1 + \frac{2\ddot{\lambda}(T)}{3! \lambda_m} (\Delta T'^2 + \Delta T''^2) \right\} \dots\dots\dots (2)$$

式中: $\lambda(T)$ ——材料导热系数对温度的二阶导数。

注: 式(2)中 C' 和 C'' 不是两块试件的实际热导率(一般不知道),而是用 d' 、 d'' 和 λ_m 计算求得的。

6.1.2 单试件双热流传感器对称布置

每个热流传感器的标定和在单试件不对称布置时标定一样。有与式(2)类似的两个方程式,标定两个热流传感器的 f' 和 f'' 。不过 f' 、 f'' 、 e' 、 e'' 应为热流传感器在各自平均温度下的值。

6.1.3 双试件对称布置

利用公式(2),式中 e' 与 e'' 用热流传感器输出 e 代替。

6.1.4 标定曲线

大多数热流传感器对平均温度很敏感,标定系数随平均温度而改变。因此标定应在热流计装置工作温度范围内,不同平均温度下重复进行。作出标定曲线或公式(标定系数对平均温度)。

如果测定时加热单元的温度高于热流传感器极限安全温度,可将试件置于热流传感器与热板之间。

为检查热流传感器输出 e 与 q 的关系,标定必须至少用两个、最好用三个热阻显著不同的试件进行。

曲线 $q = f(e)$ 不一定是直线。标定系数 f 可能随 q 变化。

6.2 装置的检查

6.2.1 几何形状。工作表面的平面度用四棱尺(或钢直尺)和塞规检查。尺的长度应大于工作表面的宽度或直径。如表面的不平度小于 $30\mu\text{m}$ 时,将尺棱对着表面,在尺背面用光源照射棱线进行观察。

6.2.2 计算电路。当配置直接读数装置时,用具有校正值的隔离电压源代替热电堆,温度传感器和厚

度传感器（当后者为有源输出时）校正电子线路。应提供两套测试线路，分别检查量程的0~10%和90%~100%范围。

6.2.3 热流传感器检查。任何新的热流传感器或改进过的热流传感器必须进行下列检查。

6.2.3.1 零点偏移。用几个不同方向的热流（一半为一个方向，另一半为另一方向）检查热流传感器输出与热流密度的关系，其连接直线应通过原点。

6.2.3.2 热流传感器由于材料老化或分层引起的漂移。

6.2.3.3 标定系数的温度系数。

6.2.3.4 通过引线的热流。

6.2.3.5 试件导热系数对标定系数和热流传感器线性范围的影响。

6.2.3.6 压力对标定系数的影响（参见附录D第D2章）。

6.2.3.7 温差检测器输出的非线性。

6.2.4 在工作范围内校正值变化大于 $\pm 1\%$ 时，必须重新校正，建议变化为 $\pm 0.3\%$ 时作校正。

6.3 标定飘移

新的热流计装置至少每周进行一次标定。当多次连续标定满足时，可减少标定次数。如果标定标准试件热性质的偏差大于 $\pm 1\%$ ，应检查装置的各控制系统。必要时测定新的标定系数和公式。

当装置用于绝热材料产品在恒定平均温度下的日常质量控制时，增加取自相同产品的二次标准试件进行日常标定能获得可靠的数据。

在所有情况下，应对任何进行性飘移进行细致研究，找出并消除原因。

6.4 总体性能检验

为确定装置的使用范围必须与防护热板装置的测定结果比较。对比试件应该用与欲测材料热性质类似的材料制作。

6.4.1 一个参考点可能导致严重的误差，最好选用热性能包括所有欲测范围的多种材料对比。

6.4.2 当欲测试件的厚度大于参比试件的厚度时，必须进行一系列的测定，证明边缘热损失不会引起过大的误差。一种简单的方法是在各绝缘材料层之间插入对辐射不透明的薄片进行测试。材料层应先单独测试热阻。如果没有误差，并没有红外再发射，则材料层的平均热阻值应该等于单独绝热材料层测得的热阻的平均值。

第三篇 测定过程

7 试件

7.1 选择和尺寸

根据装置的类型从每个样品中选择一或两块试件，当需要两块试件时，两块试件的厚度差应小于2%。

试件的尺寸应能完全覆盖加热和冷却单元及热流传感器的工作表面，并且应具有实际使用的厚度，或者大于可确定被测材料热性质的试件的最小厚度。

7.2 制备和状态调节

7.2.1 准备

试件表面应该用适当的方法加工平整，使试件和工作表面之间获得紧密的接触。对于硬质材料，试件的表面应该做得和与它接触的工作表面一样平整，并且在整个表面上不平行度应在试件厚度的 $\pm 2\%$ 之内。

当试件是用硬质材料制成的，并且（或者）热阻小于 $0.1 \text{ m}^2 \cdot \text{K/W}$ 时，应按5.3.1.2b中指出的，采用在试件上的热电偶测量试件的温差，试件的厚度应取两侧热电偶中心之间垂直于试件表面的平均距离。

7.2.2 状态调节

在测定试件的质量之后, 必须在对试件合适的或被测材料的产品标准中规定的温度下, 把试件放在干燥器中或者通风烘箱中调节到恒定的质量。热敏感材料不应暴露在会改变试件性质的温度下。如试件在给定的温度范围内使用, 则应在这个温度范围的上限、空气流动控制的环境下, 调节到恒定的质量。

如测量热性质所需要的时间比试件从实验室的空气中吸收有意义量的水汽所需要的时间短时(如混凝土试件), 建议在干燥结束时, 很快就把试件放入装置中以防止吸收水汽。反之(例如低密度的纤维材料或泡沫塑料试件), 建议把试件留在标准的实验室空气($293 \pm 1\text{ K}$; $50 \pm 10\% \text{ RH}$)继续调节, 与室内空气平衡(恒定质量)。中间情况(例如, 高密度的纤维材料)的调节过程取决于操作者的经验。

把试件调节到恒定质量之后, 试件应冷却并贮存在封闭的干燥器或者封闭的部分抽真空的聚乙烯袋中, 在试验前, 试件应取出称重并立即放入装置中。

为了防止在测定时试件吸(或排)湿, 可将试件封闭在防水汽的封套中。如封套的热阻不可忽略, 封套的热阻必须单独测定。

注: 松散材料的试件制备见附录C(补充件)

8 测定过程

8.1 测量质量

测定试件的质量, 准确到 $\pm 0.5\%$ 。测定后, 应立即把试件放入装置内。

8.2 测量厚度和密度

试件测定时的厚度是测定时测得的试件的厚度或为板和热流传感器间隙的尺寸, 或者在装置之外利用能重现在测试时对试件施加压力的装置进行测量的厚度。

某些材料(例如低密度纤维材料), 测量由计量区域所包围的部分试件的密度可能比测量整个试件的密度更准确, 这样可得到较正确的密度和测量的热性质之间的关系。在可能时, 测定时要监视厚度。

8.3 温差的选择

传热过程与试件上的温差有关, 应按照测定目的选择温差:

- 按材料产品标准的要求;
- 按所测试件或样品的使用条件;
- 在测定温度和热性质关系时, 温差应尽可能低($5 \sim 10\text{ K}$);
- 当要求试件中的传质现象最小时, 按温差测量所需要的准确度选择最低的温差。

8.4 环境条件

根据装置的类型和测定温度, 按在5.5条要求施加边缘绝热和(或)环境的特殊条件。

周围环境温度控制系统中常设置致冷器, 以维持封闭空气的露点温度至少比冷却单元温度低 5 K , 防止冷凝和试件吸湿。

8.5 热流和温度测量(过渡时间及测量)

8.5.1 观察热流传感器平均温度和输出电势、试件的平均温度以及温差来检查热平衡状态。

8.5.2 热流计装置达到热平衡所需要的时间与试样的密度、比热、厚度和热阻的乘积以及装置的结构密切相关。许多测定的读数间隔可能只需要上述乘积的十分之一, 推荐用实验对比确定(参见附录D第D3章)。在缺少类似试件在相同仪器上测定的经验时, 以等于上述乘积或 300 s (取大者)的时间间隔进行观察, 直到5次读数所得到的热阻值相差在 $\pm 1\%$ 之内, 并且不在一个方向上单调变化为止。

监测热流传感器输出随时间变化的过程能帮助检查平衡的稳定性, 尤其是在试验未知类型的材料或怀疑环境湿度对被测材料有影响时。如热流传感器输出的变化大于平均值的 $\pm 1.5\%$, 操作者应研究并找出原因。

8.5.3 在达到平衡以后, 测量试件热、冷面的温度。当应用5.3.1.2b方法时, 测定安装在试件表面

上的热电偶的温度。

8.6 最终质量和厚度的测量

在完成8.5条的观察之后, 立即测量试件的质量。在试件厚度不是由板的间隙确定时, 建议在试验结束时重复测量厚度。

9 计算

9.1 密度和质量变化

9.1.1 密度

经状态调节过的试件在测定时的密度 ρ_d 和 ρ_s 计算如下:

$$\rho_d = m_2 / V \quad \text{..... (3)}$$

$$\rho_s = m_3 / V \quad \text{..... (4)}$$

式中: ρ_d ——测定时干试件的密度, kg/m^3 ;

ρ_s ——在复杂的状态调节过程(经常是与标准的实验室空气达到平衡)之后的试件密度, kg/m^3 ;

m_2 ——经干燥后的试件质量, kg ;

m_3 ——复杂的状态调节过程之后试件的质量, kg ;

V ——试件在干燥或状态调节之后所占据的体积, m^3 。

9.1.2 质量变化

计算试件由于干燥或复杂的状态调节过程后的相对质量变化 m_r , m_c :

$$m_r = (m_1 - m_2) / m_2 \quad \text{..... (5)}$$

$$m_c = (m_1 - m_3) / m_3 \quad \text{..... (6)}$$

式中: m_1 ——试件在收到状态下的质量, kg 。

在产品标准要求或认为正确评价测定条件有用时, 除 m_c 外补充由于在干燥之后的状态调节引起的相对质量变化 m_d :

$$m_d = (m_3 - m_2) / m_2 \quad \text{..... (7)}$$

试件在测定时相对质量增加 m_w 计算如下:

$$m_w = (m_4 - m_5) / m_5 \quad \text{..... (8)}$$

式中: m_w ——试件在测定时的相对质量增加;

m_4 ——在测定后立即测量的试件质量, kg ;

m_5 ——在临测定前测量的干燥过的或处理过的试件的质量, kg 。

9.2 热性质

利用观察到的稳态数据的平均值进行所有的计算。应以8.5中所述的5次测量作为计算中的数据。只要与上述5个数据的差别不超过 $\pm 1\%$, 附加的测量数据也可以使用。

9.2.1 单试件布置

9.2.1.1 不对称布置

试件的热阻 R 按式(9)计算:

$$R = \frac{\Delta T}{f \cdot e} \quad \text{..... (9)}$$

式中: f ——热流传感器的标定系数, $\text{W}/(\text{m}^2 \cdot \text{V})$;

e ——热流传感器的输出, V 。

如满足确定导热系数的要求, 用下面公式计算导热系数 λ 或热阻系数 r :

$$\lambda = \frac{1}{r} = f \cdot e \times \frac{d}{\Delta T} \quad \text{..... (10)}$$

式中: d ——试件的平均厚度。

9.2.1.2 双热流传感器对称布置

仍用9.2.1.1中的所有规定, 只需把 $f \cdot e$ 用 $0.5 (f_1 \cdot e_1 + f_2 \cdot e_2)$ 代替, 这里下标1和2分别表示第一个和第二个热流传感器 (其表面温度也分别是 T_1 和 T_2)。

9.2.2 双试件布置

计算总热阻 R_t 如下:

$$R_t = \frac{1}{f \cdot e} (\Delta T' + \Delta T'') \dots\dots\dots (11)$$

如果可以, 则按式 (12) 计算平均导热系数 λ_{avg} 或热阻系数 r_{avg} :

$$\lambda_{avg} = \frac{1}{r_{avg}} = \frac{f \cdot e}{2} \left(\frac{d'}{\Delta T'} + \frac{d''}{\Delta T''} \right) \dots\dots\dots (12)$$

式中符号意义同上, 角标代表两个试件 (' 表示第一块试件, '' 表示第二块试件)。

10 测定报告

测定报告应包括下列各项 (双试件装置应为两块试件平均值)。

- 10.1 材料的名称、标志和物理性能。
 - 10.2 试件的制备过程和方法。
 - 10.3 测定时试件的厚度, 在双试件布置中为两块试件的总厚度。并注明厚度是强制的还是测量的。
 - 10.4 状态调节的方法和温度。
 - 10.5 测定时试件的密度。
 - 10.6 在干燥或状态调节时相对的质量变化。
 - 10.7 在测定时相对的质量变化和厚度变化。
 - 10.8 试件平均温差及其测量方法。
 - 10.9 测定的平均温度。
 - 10.10 热流密度。
 - 10.11 试件的热阻。当能使用时, 热阻系数、导热系数以及这些数值可用的厚度范围。
 - 10.12 所用热流计装置的类型 (一块或两块试件)、取向 (垂直、水平或任何其他方向, 单试件装置的试件不是垂直方向时, 应说明试件热侧的位置)、热流传感器数量及位置、减少边缘热损失的方法和在测定时板周围的环境温度。
 - 10.13 插入试件与装置面板之间的薄片材料或所用的防水汽封套及其热阻值。
 - 10.14 如果有助于解释结果, 应提出有关整个测定中稳态持续的时间。
 - 10.15 测定日期、最后一次标定装置的日期。
 - 10.16 在标定时所用的试件, 标明类型、热阻、试件鉴定日期、鉴定单位、鉴定的有效日期和鉴定试验的编号。
 - 10.17 建议在报告中说明所测定热性质的最大预计误差, 当本标准中某些要求没有满足时, 建议包括误差估算的报告。
 - 10.18 因情况 (或要求) 不能完全满足标准所叙述的测定过程时, 可以作出商定的例外。但是必须在报告中说明, 建议的语句是: “本测定除……之外, 完全符合GB 10295标准试验方法的要求。”
- 对于直接读数的装置, 还应有电子线路和设备的标定或符合标准的说明 (包括日期和线性度符合要求的说明)。

附录 A 本方法适用性的估测 (补充件)

A1 测量非匀质试件热阻时, 试件和热流传感器测量区域中的热流密度可能既不单向又不均匀, 试件中的热流场歪曲会导致严重误差。试件中靠近测量区域的部分, 尤其在这个区域边缘的不均匀性影响最大。由于边缘热损误差和不平衡误差(如果热流传感器分割成测量部分和防护环两部分)随着试件中不均匀性的位置变化以不能预料的方式变化, 很难给出在这种情况下本方法适用性的指南。下面提出的所有检查可能受到系统误差的影响, 系统误差掩盖不同测定的真实差别。

试图估计误差的一种方法是: 从相同的样品中选择两块试件, 它们在靠近测量区域处有尽可能大的结构差别。比较它们的结果, 如果不能认为相同, 可能要测定一系列试件。某些材料可能在很小的距离上发生结构变化, 可用切得比板的尺寸大的一个试件进行两次测定。测定时试件要仔细定位, 使测量区域的边缘分别位于结构的两个极端处。比较两次测定结果, 其差异归结为热流歪曲影响, 两次测定时都应将试件突出装置的部分良好地绝热, 以减少暴露部分增加的热损失。

A2 试件与板(或热流传感器)接触的两个表面之间, 可能存在直接的热短路。当与试件表面接触的导热较快材料(如装置的面板)被低热阻通道连接时, 影响最大。可用切断热短路的方法判断其影响。用磨平的软木片(或类似绝热材料)做成0.002m(或稍厚)的垫片插入板或热流计与试件之间, 垫片必须磨得与板一样平。如果试件的热阻变化大于 $\pm 1\%$, 应用较厚的垫片再作测量。

附录 B 可确定材料热性质的试件最小厚度 (补充件)

试件中包含的传热过程中, 只有传导产生的热流与试件的厚度成比例, 其他传热过程的关系较复杂。试件越薄、材料的密度越小, 热阻越与传导以外的过程有关。因而测定结果与试件厚度有关, 不能满足导热系数和热阻系数定义的要求, 可以认为所有材料都存在厚度的下限。

如果不知道能够确定材料导热系数和热阻系数的试件最小厚度, 可按下面列举的粗略过程进行估计。要区别由于冷、热板面或热流传感器表面下放置热电偶以及试件表面不平所引起的附加热阻和试件内由于传导和辐射二种传热模式所起作用的变化而产生的热阻变化。它们以相同的方式影响测量结果, 并且经常是叠加的。

过程: 选择密度分布均匀的样品, 厚度等于欲测材料的最大厚度或装置允许测定的最大厚度。这个厚度定为 d_5 。从样品中切出五组试件, 厚度范围从实际使用的最小厚度起, 以大致相同增量增加, 其厚度分别为 d_1 到 d_5 。试件组的标号为 s_1 到 s_5 。密度非常低的材料, 由于样品本身自重可能存在密度梯度, 应检查密度均匀性。用相同的平均温度和温差测量 s_1 、 s_3 和 s_5 的厚度和热阻, 给出热阻与厚度的曲线, 有辐射和传导传热, 并证实没有对流存在的低密度材料, 热阻对厚度关系曲线的斜率在厚度小于1~2 cm时经常随着厚度增加而减小, 然后保持为常数。常数的倒数是材料的导热系数。

如果三个值偏离直线小于 $\pm 1\%$, 计算直线的斜率。如果偏差大于 $\pm 1\%$, 再对 s_2 和 s_4 同样进行测量, 检查是否存在一个厚度, 超过此厚度, 热阻与直线的差别小于 $\pm 1\%$ 。如果存在此厚度, 计算直线的斜率。并按 $\lambda_m = \Delta d / \Delta R$ 计算材料导热系数 λ_m 。

试件最小厚度随材料的容重、类型和形状以及平均温度而变。亦可能是温差的函数。就本标准而言, 如在典型的使用温度和温差下进行上述测定, 能确定热阻与厚度的关系。

解释测定结果时必须考虑测定误差, 拟合 R 和 d 关系的最小二乘法曲线可能有所帮助。要求较可靠的确定最小试件厚度时, 可测试大量试件。

附录 C 松散材料的试件制备 (补充件)

测定松散材料时, 试件的厚度至少应为松散材料中颗粒直径的10倍。称取调节过的材料, 按材料产品标准中规定的过程(无规定时, 按下述方法), 制作成要求的密度的一块或两块试件。然后根据前面所述将试件很快放到装置中或留下与标准实验室的空气达到平衡。

方法A

垂直工作的装置使用这种方法, 在两个(或四个)测量表面之间放入用低导热系数材料制成的小截面的支柱, 竖起热流计装置, 用适合封闭样品的低导热系数的薄片围绕热流计和板的外侧, 形成一个(或两个)盒子, 每个都在顶部开口。把称量过的调节好的材料分成四个(或八个)相等的部分(每块试件四份)。依次把每份放进试件空间中去, 在此空间中振动、装填、压紧每一份样品, 直到它占据了空间中相应的四分之一体积, 并且要注意保证试件具有均匀的密度。

方法B

水平工作的装置使用这种方法。使用一个(或两个)外部尺寸和加热单元相同的用低导热系数的材料做成的小截面盒子。盒子的深度等于要测试件的厚度。把用低导热系数材料做成的小截面支柱放在盒子的四角以保证盒子盖板间的空隙等于试验厚度。用不大于50 μm 厚的塑料片或耐热和不反射的片(石棉纸或其他适当的均匀材料片)制作盒子的盖和底板。用粘贴或其他的方法把底板固定到盒子的边缘上。把具有底板的盒子水平放在平整表面上, 在每个盒子内放上一份试样, 注意使两个试件具有相等并且均匀的密度。然后盖上盖板形成封闭的试件。放置可压缩材料时应抖松材料使盖板稍凸出, 这样盖板与装置的板有良好的接触。从试样方向看盖板和底板表面在工作温度下的半球辐射率应大于0.8, 如果盖板和底板具有可观的热阻, 应单独测量其热阻。

某些材料, 在准备试件时的材料损失, 可能要在测定之前重新称量质量, 在这种情况下, 测定后确定调节过的限制盒和盖板的质量, 以计算测试时的材料密度。

附录 D 热流传感器 (参考件)

D1 热流传感器类型

本标准中所描述的为温度梯度型热流传感器。这种热流传感器由板材制成芯板, 通过用热电堆测量芯板上的温度梯度, 它一般用于稳态或准稳态测量。

通常热流传感器分高阻型和低阻型两种。高阻型由软木等高热阻材料制作芯板, 芯板上有适当绕制的热电堆以检测温度差。热流传感器的每个表面上设置表面材料, 表面材料上装置一组(或一个)温度传感器及均温板。最外表罩上低渗透率的薄膜, 这种热流传感器的特点是温降大、用较少接点的热电堆就有适当的灵敏度、制造容易、灵敏度与被测试件性质的关系小。低热阻型热流传感器是用较低热阻的材料(如环氧或有机硅树脂填充的玻璃纤维布)制作芯板, 其上绕有非常灵敏的热电堆以测量温差, 每个面也放置表面材料。许多情况下, 表面材料简单地是绝缘膜和金属片。这种热流传感器

的特点是温降小、适当的或高的灵敏度,但设计和制造需要特殊的技术。

D2 热流传感器方程

大多数梯度型的热流传感器都利用热电堆测量芯板上的温差。

从指定的平均温度 T_0 开始,芯板材料的导热系数 $\lambda_f(T_0)$ 和热电堆的热电势 $e(T)$ 都可以用幂级数形式表示。

经计算,标定系数 $f(T)$ 可以用芯板材料的导热系数以及输出热电势对温度的导数为函数的幂级数形式表示,再考虑热流传感器的机械压缩,最后能够写出公式:

$$f(T) = \frac{\lambda_{fu}(T_0)}{d_u \cdot \dot{e} \cdot n} \left\{ 1 + (1 + \alpha) \frac{p}{E} + \left[\frac{\ddot{\lambda}_f(T)}{\lambda_f(T_0)} - \frac{\ddot{e}}{\dot{e}} \right] \times \frac{\Delta\theta^2}{3!} + \dots \right\} \dots\dots\dots (D1)$$

式中: $\lambda_{fu}(T_0)$ —— 不受压的芯板材料的导热系数级数表达式的第一项;

$\ddot{\lambda}_f(T)$ —— 上述级数中的二阶温度导数;

$\dot{e}$ 和 $\ddot{e}$ —— 热电堆接点输出电势的级数表达式中一阶和三阶温度导数;

d_u —— 不受压时,热流传感器的厚度;

n —— 热电堆的接点数量;

$\Delta\theta$ —— 接点温度与热流传感器的平均温度的差;

p —— 热流传感器受压时的压力;

E —— 芯板材料的弹性模量;

α —— 热流传感器受压时 $\lambda(T_0)$ 的百分变化与相应的密度百分变化之比。

如果芯板材料是硬的,在正常的使用条件下, p/E 常可以认为是零。

公式(D1)有助于设计新的热流传感器以及在给定的误差范围内规定它的工作范围。 $(\ddot{e} \cdot \Delta\theta^2 / \dot{e} \cdot 3!)$ 的值通常小于0.001,并且经常小于0.0001,甚至当 $\Delta\theta$ 大到5K(热电堆上温差为10K)时也是这样。

$\ddot{\lambda}_f(T) \cdot \Delta\theta^2 / [3! \cdot \lambda_f(T_0)]$ 这一项通常小于0.01并且经常小于0.001,甚至在 $\Delta\theta$ 达到10K时也是这样。公式(D1)中的大多数项都是与温度有关的。在标定热流计装置时,测量的平均温度改变,可引起系数 f 的变化,但是它可以用在很大的热流范围内,即装置在很大的温差范围内没有必要对温差进行标定。然而,确定温差会影响结果的点是明智的。

D3 热流传感器的响应

高热阻温度梯度型热流传感器适合于单试件的布置。无论有无阻尼板,它都相当接近临近单元的温度。当试件预热到试验的平均温度、单元的温度是可控的、且两个单元都具有加热和冷却试件的能力时,其响应是快的。

当用于双试件布置装置时,高热阻的热流传感器上的温度降可能大于所要求的值(总温降的1%)。

低热阻的温度梯度型热流传感器较适用于双试件的布置。低热阻热流传感器上的温度降很小,因此两块试件能够认为各是单试件的一半。当试件首先预热到测试的平均温度,并且两块试件相同时,响应相当快。可用于质量控制工作。

在能用正常试件的一半厚度时,它能与单试件布置一样快,只有在每块试件首先预热到它们在测定的平均温度时,才能比单试件布置快。如果图1a中的 U' 单元既能加热又能冷却,在单试件布置中使用低热阻的热流传感器是理想的,热流传感器能永久地固定在这种结构上。但是除非 U' 的温度控制得特别好,否则在热流传感器与板之间要求设置阻尼层,那么快速响应的优点就部分地消失了,但是还是足够快。

同样在图1a,单元 U' 如果只装有加热装置,如在双向装置中那样,这将导致响应变坏,尤其是试件预热到比热板的最终温度高时。

对于特定的热流传感器, 具有最快的响应、也就是最短的过渡时间的试验布置, 最好用实验来确定。用很不相同的各种绝热材料(如低导热系数的泡沫塑料, 泡沫橡胶, 各种密度的矿棉, 超细粉末绝热材料等)制作试件, 因而具有不同的热阻和热容。他们每种都处理到平均测试温度后, 在各种布置下试验。因此, 能确定各种不同布置的过渡时间的等效数。这些研究将有可能为每种类型的材料选择合适的布置, 或者选择兼顾各种材料的合理布置。

为了预见所有类型试件的稳定时间, 上述每种试验必须在试件预热到高于和低于测定平均温度的条件下重复试验。

附录 E 装置的设计指南 (参考件)

E 1 要求的性能

开始设计热流装置时, 必须预定下列性能要求:

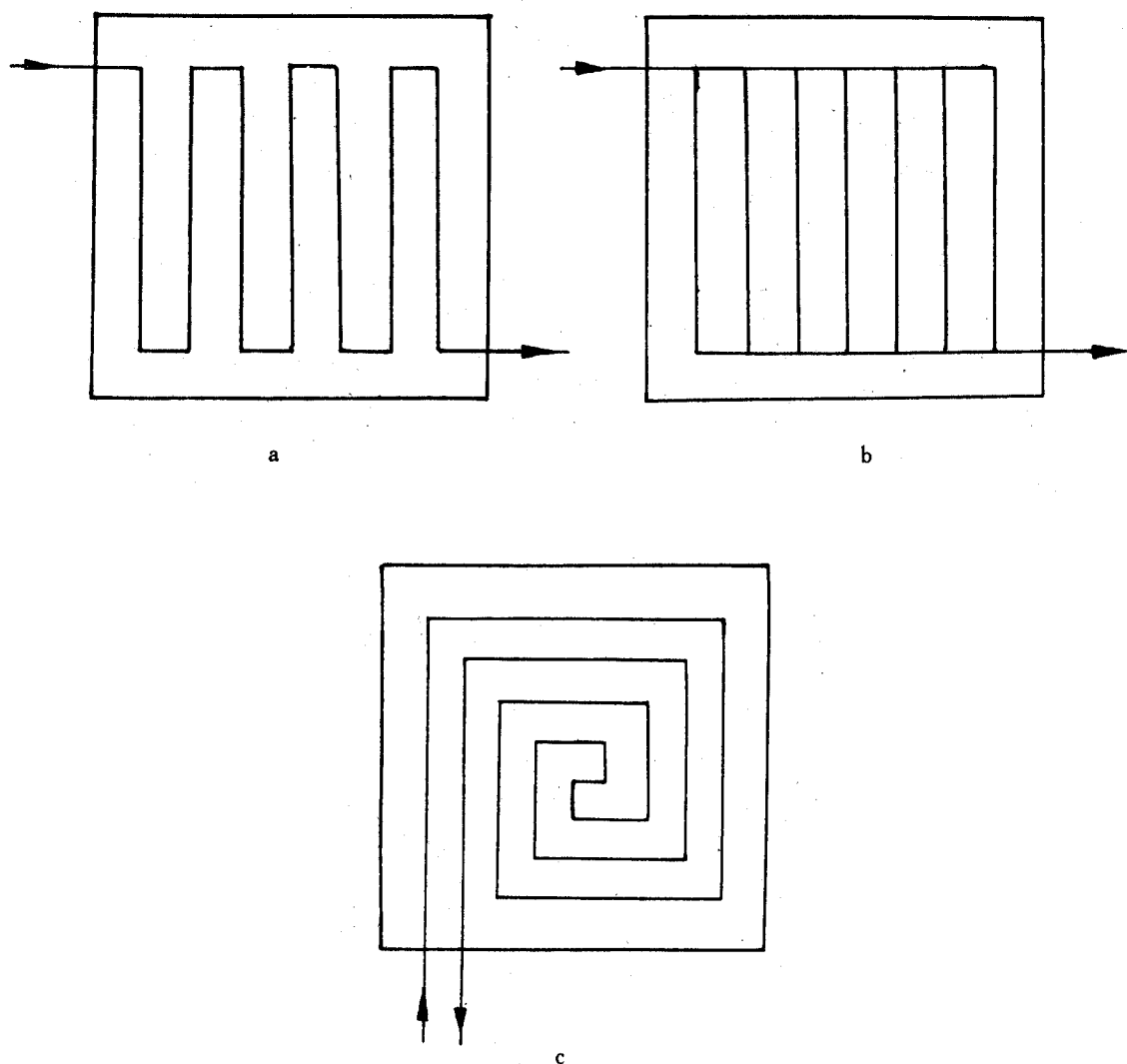
- 试件的最大和最小厚度;
- 试件的最大和最小热阻;
- 试件上最大和最小的温差;
- 冷却单元的最低温度;
- 加热单元的最高温度;
- 在最不利条件下, 测量结果可接受的最大误差(即装置的总体准确度和重复性);
- 周围环境;
- 热流计装置的类型;
- 热流传感器的灵敏度系数 $\frac{\Delta e}{\Delta q}$, mV/(W·m⁻²)。

E 2 装置尺寸的试验选择

初步设定热流传感器的中心测量部分的边长为试件的最大厚度的四倍, 防护外圈的边长为试件最大厚度的八倍。

E 3 计算加热和冷却单元温度均匀性

以试件的热阻为最小, 试件上温差为最大计算通过试件的最大热流, 加上边缘热损引起的热流和单元与周围环境热交换的热流, 确定加热和冷却单元的最大热负荷。设定金属表面板的厚度以及冷却流体的质量流量。计算单元进出口间流体的温度差, 以检查液体的流量是否准确。许多液体槽板方案中, 进出口之间的温差即是板温度不均匀的上限(图E1a和图E1b)。用图E1c中螺旋形逆向流动的液体槽板可得到最好的结果。但是流体与金属板间的热阻应该足够高, 以避免在金属板主体中的单纯热传导, 否则温度不均匀性将没有上限了。



图E1 在使用外加恒温流体时, 加热单元设计示意图例

E 4 热流传感器

设计时必须保证热流传感器与试件接触的表面上温度均匀。这样在测定厚试件时较大的边缘热损失不会导致热流传感器边缘区域表面温度降低, 造成附加的热流场歪曲。同样重要的是不应在热流传感器芯板上产生横向热流。否则热电堆输出不与通过热流传感器的热流密度成正比。

E 5 不同结构形式的侧向热损

E 5.1 单试件不对称布置: 通过试件边缘的热损失与防护热板装置类似。由于与试件接触的表面上温度不均匀可能引起附加的误差, 因此热流计装置比防护热板装置影响更大。

E 5.2 双试件对称布置: 对热流传感器本身的边缘热损失很敏感, 从热流传感器边缘流出的热流会造成热流传感器表面不等温。如果热流传感器对沿主表面的温差敏感, 将会引起严重误差。因此, 装置周围的环境温度应维持在测定平均温度。试件中的热损失可看作类似于防护热板装置中试件边缘热损失。

E 5.3 单试件双热流传感器对称布置: 如果以两个热流传感器输出的平均值作为通过试件的热流密

度, 这种装置对边缘热损失最不灵敏。如果两个热流传感器相同, 并且工作表面是等温表面, 这样布置可容易地估价边缘热损。

E 6 详细设计

确定装置的所有细节如温度传感器的位置、安装方法, 加热器的布置、接线, 机械连接, 厚度测量装置……等。

根据冷却单元的最低温度和加热单元的最高温度选择冷却和加热系统。

根据装置可接受的温度漂移和波动选择温度控制系统。

根据要求的环境条件, 稳定性和飘移的需要, 选择环境调节系统以保持边缘热损失误差在要求值内。

选择热流传感器的类型及其特性 (参见附录D)。

附录 F

双试件防护热板装置测试结果的分析 (参考件)

为正确了解热流计装置的标定过程, 必须分析防护热板装置中对两块试件的测试结果。首先假定参比试件是均匀的, 并且稳态的热性能与厚度和温度梯度无关, 即导热系数是正确的。

上角标 (') 用于表示第一块试件的性质, 上角标 (") 用于表示第二块试件的性质。在防护热板装置上测试的试件, 其厚度为 d' 和 d'' , 导热系数为 λ' 和 λ'' , 热面温度为 T'_1 和 T''_1 , 冷面温度为 T'_2 和 T''_2 。平均厚度 $d_m = \frac{d' + d''}{2}$, 并定义厚度差 $\delta d = \frac{d' - d''}{2}$ 。因此, $d' = d_m + \delta d$, $d'' = d_m - \delta d$, 用相似的方法定义下列平均温度和温差:

$$\begin{aligned} T'_m &= \frac{T'_1 + T'_2}{2} & \Delta T' &= T'_1 - T'_2 \\ T''_m &= \frac{T''_1 + T''_2}{2} & \Delta T'' &= T''_1 - T''_2 \\ T_m &= \frac{T'_m + T''_m}{2} & \delta T_m &= \frac{T'_m - T''_m}{2} \\ \Delta T &= \frac{\Delta T' + \Delta T''}{2} & \delta T &= \frac{\Delta T' - \Delta T''}{2} \\ \delta_+ &= \delta T_m + \frac{\delta T}{2} & \delta_- &= \delta T_m - \frac{\delta T}{2} \end{aligned}$$

因此:

$$\begin{aligned} T'_1 &= T_m + \frac{\Delta T}{2} + \delta_+ & T'_2 &= T_m - \frac{\Delta T}{2} + \delta_- \\ T''_1 &= T_m + \frac{\Delta T}{2} - \delta_+ & T''_2 &= T_m - \frac{\Delta T}{2} - \delta_- \end{aligned}$$

其中: T_m 是平均温度; ΔT 是平均温差; δ_+ 和 δ_- 是考虑每块试件的平均温度与 T_m 以及温差与 ΔT 的偏差。在理想的防护热板装置中,

$$\delta_+ = \delta_- = 0$$

设在平均温度 T_m 下, 两块试件分别具有导热系数:

$$\lambda' = \lambda_m + \delta \lambda$$

和

$$\lambda'' = \lambda_m - \delta \lambda$$

其中: λ_m 是导热系数平均值, $\delta\lambda$ 是导热系数的偏差, 并且在 T_m 下, 两块试件的导热系数对温度的导数 $\dot{\lambda}(T)$ 、 $\ddot{\lambda}(T)$ 相同 [$\ddot{\lambda}(T)$ 和更高阶的导数忽略] 并且是已知的。忽略 δT 和 δT_m 乘积以及它们的乘方, 用级数形式计算通过两块试件中的每一块的热流密度 q' 和 q'' 。

从热流密度的平均值 $q = 0.5 (q' + q'')$, 在防护热板装置上测得的导热系数是:

$$\lambda_M = q \frac{d_m}{\Delta T}$$

当比值 $\frac{\lambda_m}{\lambda(T)}$ 较单位温差大得多, 并且当 ΔT 限于 20~40K 时, λ_M 可以表达如下:

$$\lambda_M = \frac{\lambda_m}{1 - \left(\frac{\delta d}{d_m}\right)^2} \left\{ 1 - \frac{\delta\lambda}{\lambda_m} \left(\frac{\delta d}{d_m} - \frac{2\delta T}{\Delta T} \right) - \frac{\delta d}{d_m} \times \frac{2\delta T}{\Delta T} + \frac{\ddot{\lambda}(T)}{3! \lambda_m} \times \left(\frac{\Delta T}{2} \right)^2 \right\} \dots \quad (F1)$$

如果 $\delta d = 0$, 则:

$$\lambda_M = \lambda_m \left[1 + 2 \frac{\delta T}{\Delta T} \times \frac{\delta\lambda}{\lambda_m} + \frac{\ddot{\lambda}(T)}{3! \lambda_m} \times \left(\frac{\Delta T}{2} \right)^2 \right] \dots \dots \dots (F2)$$

为了标定的目的, 如果 $\frac{\delta\lambda}{\lambda_m}$ 不知道, 可假定为 0.02, 并且 λ_M 与 λ_m 的差别应小于 0.2%。

附加说明:

本标准由河南建材研究设计院归口。

本标准由河南建材研究设计院和中国预防医学科学院卫生研究所负责起草。

本标准主要起草人曹声含、戴自祝。