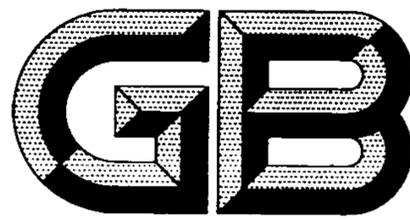


ICS 91.120.10
Q 25



中华人民共和国国家标准

GB/T 10295—2008/ISO 8301:1991(E)
代替 GB/T 10295—1988

绝热材料稳态热阻及有关特性的测定 热流计法

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

2008-06-30 发布

2009-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准等同采用 ISO 8301:1991(E)《绝热——稳态热阻及有关特性的测定——热流计法》。

本标准代替 GB/T 10295—1988《绝热材料稳态热阻及有关特性的测定——热流计法》。

本标准与 GB/T 10295—1988 相比主要变化如下：

——将国际标准中的引言列为本标准的引言；

——第 1 章概述中增加了部分术语定义，增加了符号、物理量和单位说明，增加了影响热性能的因素、取样、精确度和重现性、校验步骤、仪器和试件的限制等内容；

——规范性引用文件是 ISO 8301:1991(E)中所引用的国际标准；

——删除了原标准“第 5 章装置的技术要求”中对热流计装置的标准尺寸的建议；

——修改部分仪器和试验参数，主要有：

a) 原标准 5.2.5 规定“热电偶的直径应小于 0.2 mm”改为“热电偶的直径不大于 0.2 mm”；

b) 原标准 6.2.1 规定“不平度小于 30 μm ”改为“不平度小于 25 μm ”；

c) 原标准 7.2.2 建议的调湿环境温度“293 \pm 1 K”改为“296 K \pm 1 K”；

——按照 ISO 8301:1991(E)重新编写了附录；

——增加了附录 NA。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B、附录 C、附录 D、附录 E 和附录 NA 为资料性附录。

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利，本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国绝热材料标准化技术委员会(SAC/TC 191)归口。

本标准负责起草单位：南京玻璃纤维研究设计院。

本标准主要起草人：张剑红、戴自祝、曹声喆、曾乃全。

本标准所替代标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 10295—1988。

引 言

0.1 标准结构

本标准分为三个章节,叙述了使用和设计热流计装置所需要的所有信息:

- 1 概述;
- 2 装置与标定;
- 3 试验过程。

使用本方法时,如果只是以测试为目的,使用者可能只关注第3章。但为了获得准确的结果,还需要熟悉其他两章内容。使用者必须对概述的要求有较深刻的认识。第2章直接针对装置的设计者,但为了制造出好的装置,使用者同样必须熟悉其他章的内容。

0.2 热传递和测试性能

大量测试是对低密度多孔材料进行的。这种情况下材料内部的实际传热包括以下不同方式的复杂组合:

- 辐射;
- 固相和气相内的传导;
- 对流(在某些操作条件下);

以及三者之间的相互作用和传质,尤其是在含湿材料的情况。对于这些材料,通过测量热流量、温度差及尺寸,利用公式计算得到的试件的传热性质(常误称为导热系数),可能并不是材料自身的固有性质。根据ISO 9288,该性能应被称作“传递系数”,因为它可能取决于测试条件(传递系数在其他地方被称为表观导热系数或有效导热系数)。在相同的测试平均温度下,传递系数可能在很大程度上取决于试件的厚度或温差。

辐射传热是传递系数受试件厚度影响的首要因素。因此,不仅试件本身性质会影响试验结果,而且与试件接触的表面的热辐射特性亦会影响试验结果。因此如果提供了表面的相关信息,热阻就能较好地描述试件的热性能。

当试件中存在有对流的可能性时(如低温下轻质的矿物棉材料),装置的方向、试件的厚度和温差都可能影响传递系数和热阻。对于这种情况,虽然试验步骤中提供的内容不会提供详细的测试条件,但至少应详细说明试件的几何形状和边界条件。另外,评估测量结果时,尤其在实际应用测量结果时应有足够的相关知识。

在测量过程中试件含湿量对传热的影响也是一个复杂的因素。因此,干燥试件仅需根据本标准程序进行试验。对于含湿材料的试验,需要其他注意事项,本标准不包括这些内容。

当按本标准方法确定的传热性质用于预测实际使用情况下的特定材料的热品质时,尽管其他因素如施工工艺会产生影响,但掌握物理原理也是十分重要的。

0.3 所需背景

为了得到正确的结果,热流计装置的设计和正确操作,以及试验结果的解释是一项复杂的工作,需要格外引起注意。建议热流计装置的设计者、操作者、试验结果的使用者应对被评估的材料、制品和系统内的传热机理应有完整的知识,并有相关的电气和温度测量经验,特别是对弱电信号测量有一定的了解。也应具备良好的实验室实践技能。

设计者,操作者和数据的使用者对上述各领域知识要求的深度可能不同。

0.4 设计、尺寸和国家标准

世界各地存在着符合各自国家标准的很多不同的热流计装置设计,并且不断研究、发展以提高设备

和测量技术。因此,要求一种特定设计或尺寸的装置是不切实际的,尤其是当总体要求可能相差很大时。

0.5 指南

由于发现不同形式的装置得到可比较的结果,本标准给新装置的设计者提供的温度和几何尺寸的范围都足够大。建议新装置的设计者仔细、全面地阅读附录 E 中的参考文献。在新装置完工后,建议采用一个或几个不同可测热阻范围的参考材料进行试验以检验装置。为了获得正确的结果,本标准仅对设计和操作热流计装置提出必要的强制性要求。附录 A 列出了本标准阐述的装置性能和试验条件的极限数值。本标准还包含推荐的操作程序和实践知识,以及建议的试件尺寸,这些会提高一般测量水平,有助于改善实验室间对比和合作测量程序。

绝热材料稳态热阻及有关特性的测定

热流计法

1 概述

1.1 范围

1.1.1 本标准规定了使用热流计装置测定板状试件稳态传热性质的方法和传热性质的计算。

本方法是根据被测试件与标准试件热阻相比较而得出的一种间接或相对的方法。

符合本标准试验方法的报告,试件的热阻应大于 $0.1 \text{ m}^2 \cdot \text{K}/\text{W}$,且厚度满足 1.7.2 的要求。

1.1.2 如果试件满足 1.8.1 的要求,结果应表述成试件的热导率和热阻。

1.1.3 如果试件满足 1.8.2 的要求,结果应表述成试件的平均导热系数。

1.1.4 如果试件满足 1.8.3 的要求,结果可表述成材料的导热系数或表观导热系数。

1.2 规范性引用文件

下列标准包含条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

ISO 7345:1987 绝热——物理量和定义

ISO 8302:1991 绝热——稳态热阻及有关特性的测定——防护热板法

ISO 9229:1991 绝热——材料、产品和体系——词汇

ISO 9251:1987 绝热——传热条件和材料性能——词汇

ISO 9288:1989 绝热——辐射传热——物理量和定义

ISO 9346:1987 绝热——传质——物理量和定义

1.3 术语和定义

ISO 7345 或 ISO 9251 确立的以及下列术语和定义适用于本标准:

| 物 理 量 | 符 号 | 单 位 |
|--------------------|-----------|--|
| 热流量 | Φ | W |
| 热流密度 | q | W/m^2 |
| 热阻 ¹⁾ | R | $\text{m}^2 \cdot \text{K}/\text{W}$ |
| 热导率 | Λ | $\text{W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$ |
| 导热系数 ²⁾ | λ | $\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ |
| 热阻系数 | γ | $\text{m} \cdot \text{K}/\text{W}$ |
| 孔隙率 | ξ | — |
| 局部孔隙率 | ξ_p | — |

1) 某些情况下,可能需要考虑温差被热流量除,没有特殊的符号来表示此物理量,有时也被称为阻值。

2) 在大多数情况下,热流 \vec{q} 和温度梯度 $\text{grad } T$ 的方向不同($\vec{\lambda}$ 不是由单一常数 λ 确定,而是由常数矩阵确定);此外,试件内部位置变化、温度变化以及时间变化都会引起导热系数的变化。

多孔体 porous medium

均质体 homogeneous medium

均质多孔体 homogeneous porous medium

非均质体 heterogeneous medium

各向同性体 isotropic medium

各向异性体 anisotropic medium

稳定体 stable medium

1.3.1

热均质体 thermally homogeneous medium

导热系数 $\vec{\lambda}$ 不是物体内部位置的函数,但可以是方向、时间和温度的函数。

1.3.2

热的各向同性体 thermally isotropic medium

导热系数 $\vec{\lambda}$ 不是方向的函数,但可以是物体内部位置、时间和温度的函数,每一点的 $\vec{\lambda}$ 由单一的 λ 值确定。

1.3.3

热稳定体 thermally stable medium

导热系数 λ 或 $\vec{\lambda}$ 不是时间的函数,但可以是物体内的坐标、温度和方向的函数。

1.3.4

试件的平均导热系数 mean thermal conductivity of a specimen

由热均质和各向同性(或具有垂直于表面的对称轴的各向异性)的、在测量的精度和测量时间内是热稳定的、且导热系数 λ 或 $\vec{\lambda}$ 为常数(或与温度成线性函数关系)的材料制成由两个平行的等温表面和与表面垂直的边缘形成的板状物体,在边缘绝热的边界条件下,在稳定状态下确定的传热性质。

1.3.5

试件的传递系数 transfer factor of a specimen

传递系数 $T = \frac{qd}{\Delta T} = \frac{d}{R}$, 单位为 $W/(m \cdot K)$ 。它取决于试验条件,表征试件与传导和辐射复合传热的关系。也常被称为试件的测量等效、表观或有效导热系数。

1.3.6

材料的表观导热系数 thermal transmissivity of a material

表观导热系数 $\lambda_t = \frac{\Delta d}{\Delta R}$, 单位为 $W/(m \cdot K)$ 。这里 $\Delta d/\Delta R$ 与厚度 d 无关。它与试验条件无关,表征绝热材料与传导和辐射复合传热的关系。表观导热系数可看作是在传导和辐射复合传热情况下,传递系数在厚试件中达到的极限值,也常被称为材料的等效或有效导热系数。

1.3.7

稳态传热性质 steady-state heat transfer property

与下列性能之一有关的通用术语:热阻、传递系数、导热系数、热阻系数、表观导热系数、热导率和平均导热系数。

1.3.8

室温 room temperature

通用术语,指人在该环境的温度下感到舒适的测量平均试验温度。

1.3.9

环境温度 ambient temperature

通用术语,指试件边缘或整个装置周边的温度。对于封闭装置为箱内温度,不封闭的装置则为实验室温度。

1.3.10

操作者 operator

指负责热流计装置试验操作并且出具结果报告的人。

1.3.11

数据使用者 data user

应用和解释测量结果以判定材料或系统性能的人。

1.3.12

设计者 designer

为满足装置在指定试验条件下要求的预定性能,研究装置的构造细节和为验证装置的预期准确度而确定试验程序的人。

1.4 符号和单位(见表 1)

表 1

| 符 号 | 物 理 量 | 单 位 |
|------------------------|---------------------------------|--------------------|
| A | 在选定的等温面上测量面积或计量区域面积 | m^2 |
| c_s | 比热容 | $J/(kg \cdot K)$ |
| d | 被测试件垂直于等温面的厚度 | m |
| d', d'' | 双试件装置中每一块试件的厚度 | m |
| d_m | 双试件的平均厚度 | m |
| d_1, d_2, \dots, d_5 | 指定试件 s_1, s_2, \dots, s_5 的厚度 | m |
| D_t | 测试中冷热板间允许的最大距离 | m |
| e | 热流计输出 | mV |
| f | 热流计的标定系数 | $W/(mV \cdot m^2)$ |
| L | 热流计的边长 | m |
| L_m | 热流计量量区域的边长 | m |
| m_c | 状态调节后相对质量变化 | — |
| m_d | 干燥后状态调节产生的相对质量变化 | — |
| m_r | 干燥后相对质量变化 | — |
| m_w | 试验后试件的相对质量变化 | — |
| M_1 | 来样时试件质量 | kg |
| M_2 | 干燥后的试件质量 | kg |
| M_3 | 状态调节后的试件质量 | kg |
| M_4 | 试验后的试件质量 | kg |
| M_5 | 试验前,试件经干燥或状态调节后的质量 | kg |
| q | 热流密度 | W/m^2 |
| q', q'' | 双试件装置中通过每一个试件的热流密度 | W/m^2 |
| γ | 热阻系数 | $m \cdot K/W$ |
| γ_{avg} | 双试件装置中的平均热阻系数 | $m \cdot K/W$ |
| R | 热阻 | $m^2 \cdot K/W$ |
| R_s | 标准试件的热阻 | $m^2 \cdot K/W$ |

表 1 (续)

| 符 号 | 物 理 量 | 单 位 |
|---|-------------------------------|---|
| R_u | 未知试件的热阻 | $\text{m}^2 \cdot \text{K}/\text{W}$ |
| R_t | 双试件装置中的总热阻 | $\text{m}^2 \cdot \text{K}/\text{W}$ |
| s_1, s_2, \dots, s_5 | 一套厚度不同的试件 | — |
| T | 试件的传递系数 | $\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ |
| $T_m = (T_1 + T_2)/2$ | 平均温度 | K |
| T'_1, T''_1 | 双试件装置中试件的热板温度 | K |
| T'_2, T''_2 | 双试件装置中试件的冷板温度 | K |
| T'_m | 双试件装置中试件(')的平均温度 | K |
| T''_m | 双试件装置中试件(')的平均温度 | K |
| V | 体积 | m^3 |
| Δd | 厚度的增量 | m |
| $\delta d = (d' - d'')/2$ | 双试件装置中试件(')和试件(')的平均厚度差 | m |
| $\delta \lambda$ | 试件(')和试件(')在 T_m 温度下导热系数的差值 | $\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ |
| $\delta T_m = (\Delta T'_m - \Delta T''_m)/2$ | 试件(')和试件(')在平均温度 T_m 时温度的差值 | K |
| $\delta T = (\Delta T' - \Delta T'')/2$ | 试件(')和试件(')冷热板温差的差值 | K |
| ΔR | 热阻的增量 | $\text{m}^2 \cdot \text{K}/\text{W}$ |
| $\Delta T = T_1 - T_2$ | 温差 | K |
| $\Delta T', \Delta T''$ | 双试件装置中试件(')和试件(')各自的冷热板温差 | K |
| $\frac{\Delta e}{\Delta q}$ | 热流计的灵敏度系数 | $\text{mV}/(\text{W} \cdot \text{m}^2)$ |
| Φ | 热流量 | W |
| Φ_u | 未知试件的热流量 | W |
| Φ_s | 标准样或参考样的热流量 | W |
| λ | 导热系数 | $\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ |
| λ', λ'' | 双试件装置中试件(')和试件(')的导热系数 | $\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ |
| $\dot{\lambda}(T)$ | $\lambda(T)$ 对温度的一阶导数 | $\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K}^2)$ |
| $\ddot{\lambda}(T)$ | $\lambda(T)$ 对温度的二阶导数 | $\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K}^3)$ |
| λ_{avg} | 双试件装置中的平均导热系数 | $\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ |
| λ_m | 试件平均导热系数或在平均温度 T_m 的导热系数 | $\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ |
| λ_M | 防护热板法中试件(')和试件(')的平均导热系数 | $\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ |
| λ_t | 材料的表观导热系数 | $\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ |
| Λ | 热导率 | $\text{W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$ |
| ρ_d | 被测干燥材料密度 | kg/m^3 |
| ρ_s | 状态调节后的密度 | kg/m^3 |
| $\rho \cdot c_s$ | 试件密度与比热容乘积 | $\text{J}/(\text{m}^3 \cdot \text{K})$ |
| ξ | 孔隙率 | — |
| ξ_p | 局部孔隙率 | — |
| ('), (') | 双试件装置中第一块和第二块试件的标记 | — |

1.5 意义

1.5.1 影响传热性质的因素

试件的传热性质可能会：

- 由于材料或样品成分的改变而改变；
- 受含湿量和其他因素影响；
- 随时间而改变；
- 随平均温度而改变；
- 取决于以前的热经历。

因此必须认识到，在特定应用下选用代表材料传热性质的典型数值时，应考虑以上影响因素。不应未作任何变化而应用到所有使用情况。

例如，使用本试验方法得到的是经干燥处理试件的热性能，然而实际使用时可能是不现实的。更基本的是材料的传热性质与许多因素如平均温度和温度差有关。这些关系应在典型使用条件下，测量或者试验。

1.5.2 取样

确定材料的传热性质需要有足够的信息。只有样品能代表材料，且试件又能代表样品时，才能用单次测量来确定材料的传热性质。

选择样品的步骤一般应该在材料规范中规定。试件的选择也可在材料规范中做部分规定。

由于取样超出本方法范围，所以当材料规范没有涉及到该问题时，应参考适合的文件。

1.5.3 准确度和重复性

评价本方法的准确度和重复性是十分复杂的，因为它不仅与装置的设计、相关仪表有关，还与被测试件的类型有关。准确度和标定是参考材料的函数。

1.5.3.1 保持在装置中的试件，不改变测试条件，随后进行测定的重复性一般远优于1%。同一参考试件重新安装后测试的重复性一般优于±1%。前后数据差距主要是测试条件的微小变化造成的，如试件和热流计之间的压力（会影响接触热阻）、试件周围空气的相对湿度（会影响试件的湿度）。该重复性水平是鉴定测定方法误差所必须的，同时也是在质量控制应用中所期望的。

1.5.3.2 当试验平均温度接近室温时，热流计装置的标定准确度一般在±2%以内。当测定参考材料热性质时，标定准确度主要取决于防护热板法的准确度。

1.5.3.3 因此，当试验平均温度接近室温时，本方法的测定准确度在±3%以内。

1.5.4 标定步骤

应遵循下列方法之一：

1.5.4.1 试验装置应该在试验前后24 h内用公认的标准实验室所发行的校验标准进行标定。校验标准的稳定性取决于材料的类型。虽然一些校验标准已成功运用了二十多年，但仍建议每五年检查一次。出具数据的试验和装置标定试验应在官方校正标准时使用的冷、热面温度近似的温度下进行。

1.5.4.2 在热流计的长期和短期稳定性证明优于±1%时，标定的时间间隔可以更长些，如15 d~30 d。只有在标定完成后且该标定结果与前面的测试结果变化小于1%时，该测试结果才可报出。以两次标定的平均作为标定系数，用此值测定试件。当标定的变化大于±1%时，这段时间内的测试结果应视为无效，然后按步骤1.5.4.1重新测试。

1.6 原理

1.6.1 当热板和冷板在恒定温度和恒定温差的稳定状态下，热流计装置在热流计中心测量区域和试件中心区域建立一个单向稳定热流密度，该热流穿过一个（或两个）热流计的测量区域及一个（或两个接近相同）的试件的中间区域。

1.6.2 本方法是间接或相对的方法，由测试试件的热阻和标准试件热阻比值而得。标准试件的热阻必须用ISO 8302防护热板法测定。

1.6.3 在试件和热流计的整个区域内无法获得理想的单向热流密度。因此,必须给出下列注意事项:

- a) 试件和热流计边缘热损失问题;
- b) 标准试件和被测试件的热性能和几何尺寸(厚度)的差别;
- c) 防护热板法测定标准试件热阻和用标准试件标定热流计装置之间(如果有)温度边界条件的差异。

1.6.4 假定测量区域具有稳定的热流密度,并有稳定的温差 ΔT 和平均温度 T_m 。用标准试件测得的热流量为 Φ_s 、被测试件测得的热流量为 Φ_u ,则标准试件热阻 R_s 和被测试件热阻 R_u 的比值为:

$$\frac{R_u}{R_s} = \frac{\Phi_s}{\Phi_u}$$

从上式可计算出 R_u 。

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

1.6.6 本方法的应用受以下因素的限制:一、仪器产生单向稳定热流密度的能力;二、测量温度、厚度和热流计产生的电动势等数据的准确度。

1.6.7 此外,试件也限制了本方法的使用,如试件的厚度不完全相同(在双试件装置中)或试件表面不够平坦、平行等。

1.7 装置的限制

装置的使用受到许多有关标定和试件厚度因素的限制。

1.7.1 有关标定的限制

装置不应在标定温度以外的其他温度使用。如果在某个温度范围内建立了标定曲线,就不允许使用外推法。

在使用装置测量与标定时差不多的热流密度时要特别注意,它不仅与被测材料的类型有关,还与试件厚度和试验温差有关。

1.7.2 试件厚度的限制

1.7.2.1 总则

为了限制边缘热损失的影响,试件的组合厚度,即热流计和试件的厚度或冷热板间的距离应该受到限制。由于防护热板法的边缘热损失已经估算出,因此必须根据防护热板法中试件的几何尺寸选择本方法中试件的几何尺寸。

边缘绝热材料及试件周围环境温度对边缘热损失也有影响。

1.7.2.2 冷热板间的最大间距

热板和冷板间允许的最大间距为 D_c ,该值与热流计一边的长度 L 、热流计测量区域的长度 L_m 、非测量区域的宽度 $(L-L_m)$ 、热流计的结构和被测试件的性能都有关。目前还没有合适的理论依据预测试件允许的最大厚度,因此用防护热板法的分析结果作指导是必要的。

文献[19]和文献[23]关于防护热板法的分析以及附录 C 都可以为该值的估计提供一些参考。

在单试件对称方案中(见 2.1 和图 1),试件厚度的最大值增加 50%,和双试件的对称方案一致。

如果试件厚度超过装置极限,那么就on应该用装有更大的板的装置或防护热箱法做试验。

1.7.2.3 最小厚度

试件的最小厚度由 1.7.3 中的接触热阻决定。在要求导热系数或热阻系数时,试件最小厚度也受厚度测量仪器准确度的限制。

1.7.3 接触热阻的限制

当测试硬质试件时,如试件的材料较硬,冷、热板间的压力不能使试件产生很好的形变而导致试件与冷热板不能很好地接触,甚至试件和装置面板(表面不是十分平)表面的微小不均匀都会造成试件和冷热板、热流计的工作表面之间的接触热阻不均匀分布。

这将导致试件内的热流分布不均匀,从而产生热场变形;如果没有专业技术支持,将难以精确地测

量表面温度。

1.8 试件的限制

1.8.1 热阻、热导率或传递系数

1.8.1.1 试件的均匀性

测量非均质试件热阻或热导率时,试件内和测量区域表面的热流密度可能既非单向又不均匀,试件中的热场扭曲会导致严重误差。试件中靠近计量区域的部分,尤其在这个区域边缘的不均匀性影响最大,因此很难给出在这种情况下本方法适用性的指南。最大的风险是由于热流计中温度分布不均产生的边缘热损失误差会随着试件中不均匀性的位置变化以不能预料的方式变化,从而导致 3.4 中提出的所有检查可能受到系统误差的影响,而这些系统误差掩盖了不同测定的真实差别。

在某些试件中,在微小距离上可能会出现结构变化。许多绝热材料都是这样。

在另一些试件中,试件与冷、热板接触的表面及试件与热流计接触的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被低热阻通道连接时,影响最大。

1.8.1.2 温差的影响

热阻或热导率可能是试件两面温差的函数。在报告中必须说明报告值可应用的温差范围或者清楚地注明报告值用单一温差测定的。

1.8.2 试件的平均导热系数

为了测定试件的平均导热系数或热阻系数(或表观导热系数)(见 1.3.4),应满足 1.8.1 的要求。试件应是 ISO 9251 中定义的热均质体或均质多孔体。均质多孔体是指任何非均质部分的尺寸小于试件厚度的 1/10,另外,在任意平均温度,热阻都与试件温差无关。

材料的热阻取决于所有相关的热传递过程。热传导、辐射和对流是主要机理。然而,这三者之间相互作用会产生非线性影响。因此,尽管人们对最基本的机理研究理解得十分透彻,但实际分析或测量时仍很困难。

热传递过程的程度取决于试件两侧的温差。对于许多材料、产品和系统,在典型使用的温度差时会发生复杂的关系。此时,使用平均导热系数并且确定其在一定温差范围内的近似关系是比较合适的。

还有一些试件虽然满足均质要求,但却是各向异性的,如平行于试件表面方向与垂直于试件表面方向两者测得的导热系数不同。这可能会导致较大的不平衡和边缘热损失。

1.8.3 材料的导热系数、热阻系数和表观导热系数

1.8.3.1 总则

为了测定材料的导热系数或热阻系数,应满足 1.8.2 的要求。另外,必须有足够的抽样以保证材料是均质或均质多孔的,这样测量才具有代表性。试件厚度必须大于某一厚度,该厚度是指当材料、产品或系统的厚度增加时,其传递系数增加不会超过 2% 所对应的厚度。

1.8.3.2 与试件厚度的关系

试件中包含的传热过程中,只有传导产生的热阻与试件的厚度成正比,其他传热过程的关系较复杂。试件越薄、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。

对于这类材料,测定应用条件下的热阻是合适的。可以认为所有材料都存在厚度的下限,低于该厚度时,试件有独特的热性能而不是材料的热性能。因此需要通过测量获得这个最小厚度值。

1.8.3.3 测定材料传热性能定义的最小厚度

如果不知道能够确定材料表观导热系数的试件最小厚度,就需要估计该厚度。可按 3.4.2 列举的粗略过程进行估计。

要区别由于冷、热板面或热流计表面下放置热电偶所产生的附加热阻、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两种传热模式所起作用而产生的热阻变化。它们以相同的方式影响测量结果,并且经常是叠加的。

2 装置和标定

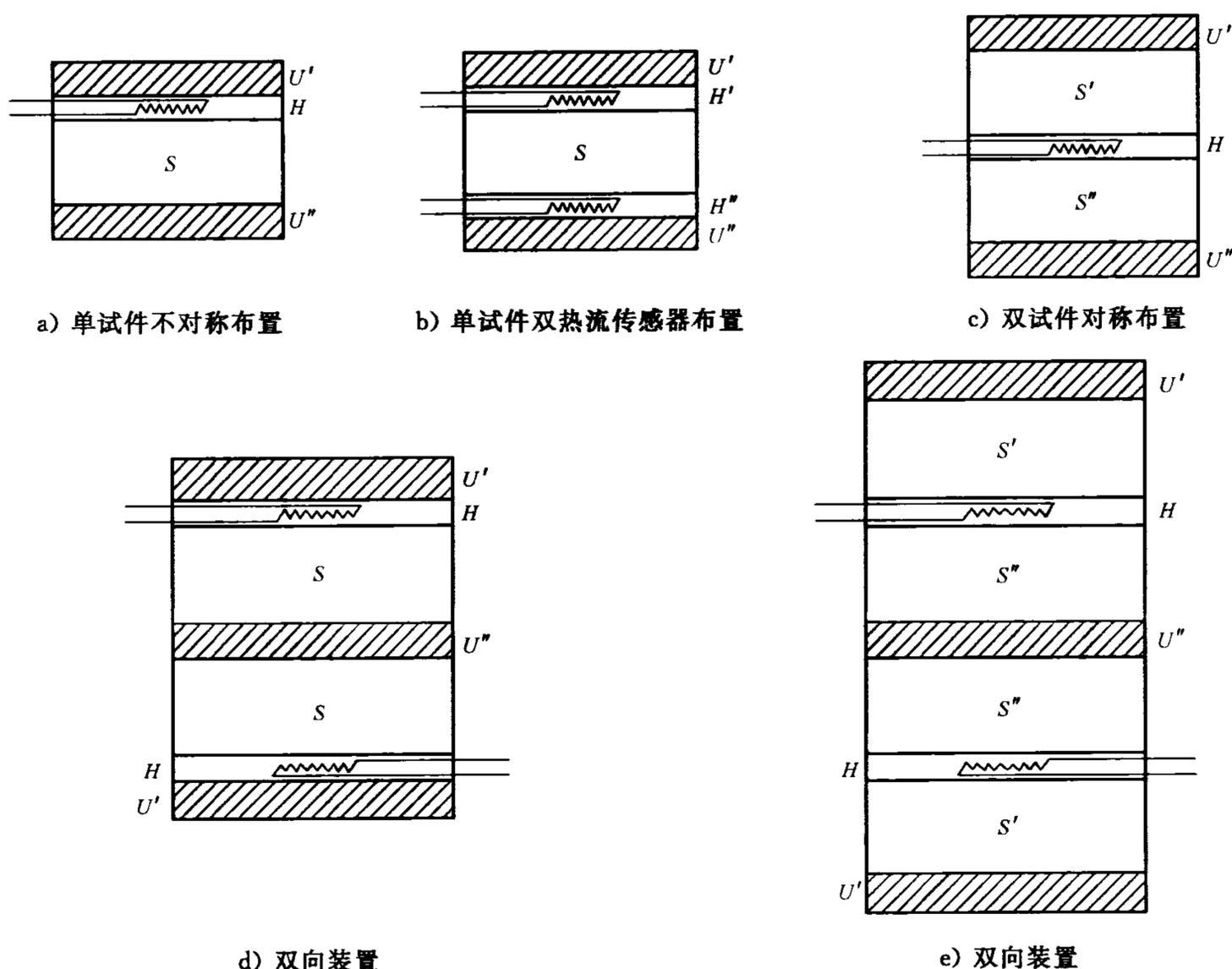
2.1 总述

本试验方法的使用者应全面地理解装置的结构指导方针。虽然在制造装置时,指导方针成为强制性条款,必须严格遵守,但使用者还应证明设备是符合本规范要求的。如果忽视了这点,就可能导致测量上的严重误差。

图1为热流计与试件的典型布置图。可以看出装置由加热单元、一个(或两个)热流计、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,热流计可以面对任一单元放置。图1b)为单试件双热流计对称布置。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。

如果满足本标准的要求,各种布置均将得到相同的结果。附录B简单讲述了热流计。需要用一个以上热流计装置时,可在加热单元的另一边增加一个热流计和冷却单元构成双向热流计装置。

在文献[2]~[7]和文献[16]中有单、双热流计的例子;也可见图1d)和1e)。



U', U'' ——冷却和加热单元;
 H, H', H'' ——热流计。

图1 热流计装置的典型布置图

2.2 装置

加热单元、冷却单元及热流计的工作表面(即与试件接触的表面)应该涂漆或进行其他处理,以满足在工作温度下其总半球辐射率大于0.8的要求。

2.2.1 加热和冷却单元

2.2.1.1 总述

加热和冷却单元的工作表面应是等温表面。这可通过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,也可二者结合使用或使用其他方法,见文献[2]。在设计时,液体加热金

属板需要特别注意。首先确定最不利情况下的热载荷,然后暂定流体流量,通过估计板进口和出口处流体的温差来检查流量是否正确。对大多数流体布置来说,该温差比板的任何温度不均匀性大。最理想的是双螺旋的逆向流方式(见图 2)。然而,这种情形流体和金属间的热阻必须足够大,否则板温度不均匀性可能比板进口和出口间流体的温差还大。为了获得流体冷却或流体加热金属板的正确设计,可参见文献[9]或文献[14]。热流计中加热或冷却单元工作表面温度的均匀性可能比防护热板法中更重要,因为一些热流计可能对主表面的温差更敏感(见 2.2.2.3)。

加热和冷却单元的工作表面应该由导热系数高的金属组成,并且工作表面的平整度应在 0.025% 以内。

冷却单元的工作表面应是等温面,其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。

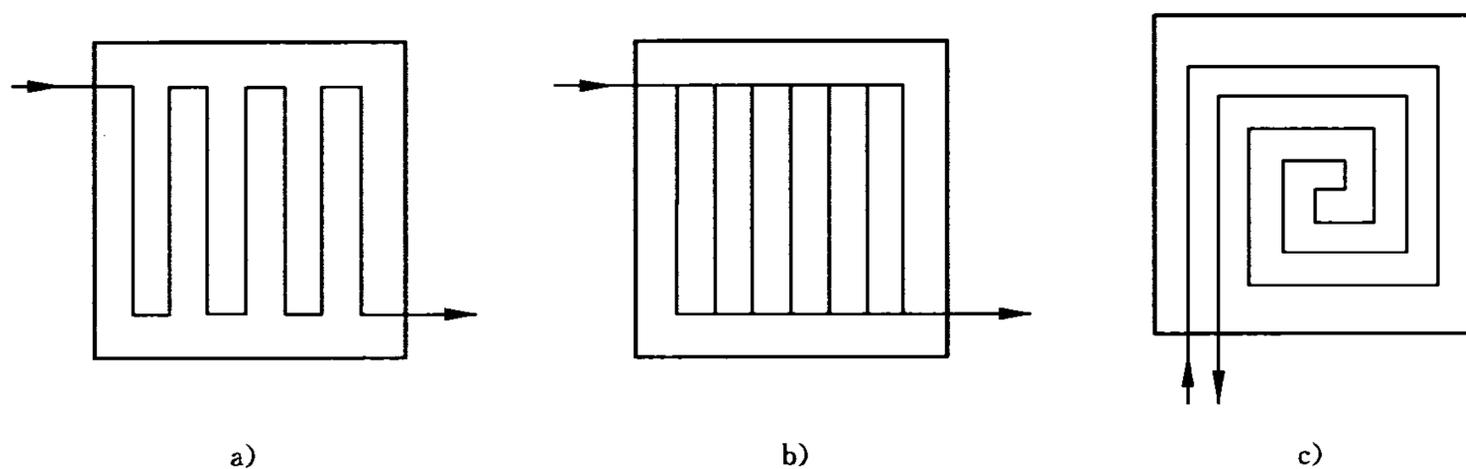


图 2 在使用外加恒温流体时,加热单元设计示意图例

2.2.1.2 温度要求

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%。

如果热流计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,应保证热流量测量误差小于 0.5%。

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%。另外热流计与试件接触的表面,其温度波动应小于试件温差的 0.5%,见附录 B。热流计由于表面温度波动引起的输出波动应不大于 2%,这些波动是由于自动控制系统质量较差加上热流计的热容而产生的,必要时可在热流计与加热或冷却单元的工作表面间插入薄层绝热材料作阻尼。

2.2.2 热流计

2.2.2.1 目的

热流计是利用穿过试件和热流计的热流而产生温差来测量通过试件的热流密度的装置。2.2.2.6 中描述了热流计的类型。

热流计是由均质芯板、表面温差传感器和表面温度传感器组成。测量区域是芯板,温差传感器就位于此处。在此可用盖板起保护及热阻尼作用。有时使用金属板(箔)做成的均温板来改善或简化测量,但是不应设置在使热流计的输出会受试件热性能影响的地方。

2.2.2.2 芯板

应由不吸湿、热均质、各向同性、长期稳定和硬质的(可压缩性较小的)材料制作。在使用的温、湿度条件下及正常的装卸后,芯板材料的性质不会发生有影响的变化。软木复合物、硬橡胶—塑料、陶瓷、酚醛层压板、环氧或硅酮填充的玻璃纤维布等可用于制作芯板。芯板的两个表面应平行,以保证热流均匀垂直于表面。

2.2.2.3 热电堆

应采用灵敏且稳定的温差检测器测量芯板上的微小温差(见附录 B)。常用多接点的热电堆,其中一些类型如图 3 所示。接点位于热流计芯板表面,可测量通过芯板的温差。

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。

为了避免沿元件一面到另一面热传导的影响, 热电堆导体的横截面宜小于 0.2 mm 直径导线的横截面。

建议用产生热电势高、导热系数低的热电元件。经证明, 带状和板状的热电偶在某些设计中表现出很多优势。经证明, 镀金属和光刻技术也已成功运用, 见参考文献[16],[24]和[25]。假定热流计主表面是等温的, 热流将垂直于主表面。如果主表面不是等温的, 那将会有一部分热流分量平行于热流计主表面。对该热流分量的敏感性取决于热电堆接点分布。图 3b)和图 3c)对沿热流计主表面的温差不敏感, 而图 3a)则对沿垂直和平行于热流计主表面的温差都很敏感, 所以应尽量避免图 3a)的设计。必须采取适当措施防止通过导线的热流对温差检测器的输出产生影响。

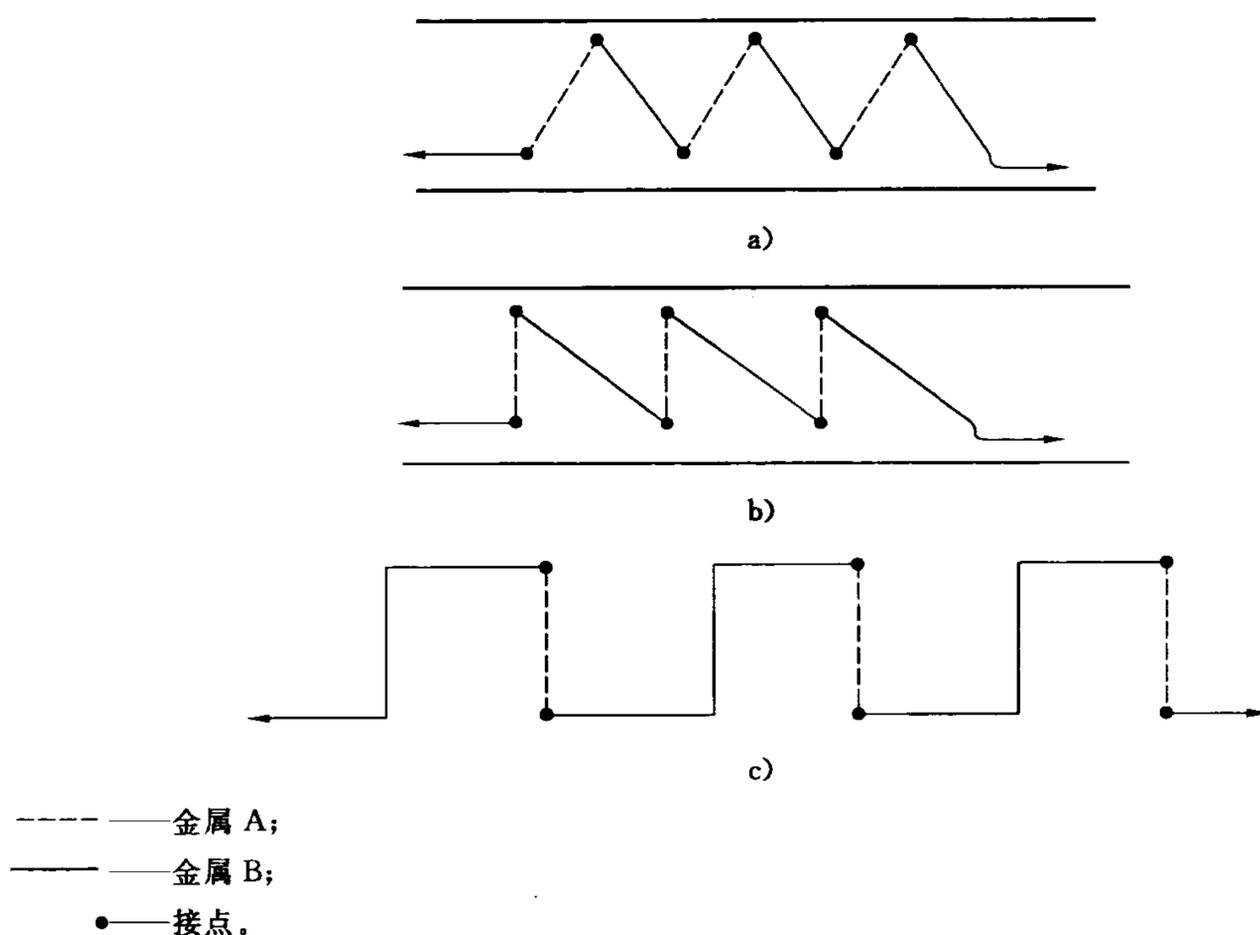


图 3 热电堆设计示意图

当热流计输出小于 200 μV 时, 必须采取特殊技术, 消除导线、测量线路和热流计本体中附加热电势对测量的影响。用几个不同方向的热流, 一半一个方向, 另一半反方向, 检查热流计输出与热流密度的关系, 其连线应通过原点。

为了确保热流计内均匀的热阻, 温差检测器应:

- a) 均匀分布在热流计测量区域, 其面积为整个表面积的 10%~40%, 或者
- b) 集中布置在不小于 10% 的整个区域内, 并且这个区域在热流计中心的 40% 范围内。

2.2.2.4 表面板

为了防止温差检测器的损坏而影响标定, 热流计的两个表面应予以覆盖。在满足防止温差检测器导线热分流的前提下, 覆盖材料应尽量薄。正确设计的热流计, 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, 用胶膜或易熔材料等方法粘合到芯板上。热流计的测量区域应确保平整度在 0.025% 以内。

2.2.2.5 表面温度传感器

应采用适当装置来测量热流计靠试件一侧表面的平均温度。可用粘在表面板上的 80 μm 铜箔来平均热流计计量区域的表面温度, 箔片应该超出该区域大约等于热流计的厚度。箔片可作为铜—康铜热电偶电路的一部分或者配置一个铂电阻传感器。铜和康铜丝的直径应不大于 0.2 mm, 穿过表面板

后附在芯板上。康铜丝焊在箔片中心,而铜线焊在靠近一边缘处。应清除热电偶丝焊接的焊锡球,保证表面平整。表面板应经打磨,去除隆起。为了确保表面光滑平整,对于没有覆盖金属箔的热流计,其表面应覆盖一层 $80\ \mu\text{m}$ 厚的非金属薄片。热电偶应满足 2.2.3.1.3 的要求。

2.2.2.6 热流计的类型

有几种类型的热流计。本标准中所描述的为温度梯度型热流计。这种热流计由板材制成芯板,通过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。

通常热流计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。热流计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。这种热流计的特点是温降大、用较小接点的热电堆就有足够的灵敏度、制造容易、灵敏度与被测试件性质的关系小。

低热阻型热流计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,表面材料就是绝缘膜和金属片。这种热流计的特点是温降小、足够的或高的灵敏度,但设计和制造需要特殊的技术,见文献[24]和[25]。

2.2.3 其他测量装置

2.2.3.1 温度

2.2.3.1.1 装置的温度

测量加热和冷却单元(或热流计)工作表面间的温度差应准确到 1%,对于热流计表面温度的测量见 2.2.2.5。

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,金属板应接地,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 $0.04\ \text{m}^2$ 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。对于某些类型的材料,由于传感器和试件表面的热阻,上述步骤可能会产生测量上的误差,见文献[10]。如果出现这种情况,参考 2.2.3.1.2。

2.2.3.1.2 试件上的温差

2.2.3.1.2.1 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、冷却单元或热流计的工作表面上的温度传感器进行测量。

2.2.3.1.2.2 在某些情况下,试件和装置工作表面之间接触热阻可能产生影响。如某些硬质材料,冷、热板与试件间不能很好地接触,试件和装置面板(表面不是十分平)微小的不均匀性会产生接触热阻,它不能均匀地分布在试件和冷热板、热流计的工件表面。此时需要采用一些特殊方法。已证实对于硬质材料可在试件和工作表面间插入适当的均匀材料的薄片(薄片热阻不能大于试件热阻的十分之一),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。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。

2.2.3.1.3 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 $0.6\ \text{mm}$,小尺寸装置宜不大于 $0.2\ \text{mm}$ 。

其他方法如埋在薄片里的热电偶需要特别注意以减少低热阻试件表面温度的测量误差。装在试件表面或埋入试件表面的热电偶直径应不大于 $0.2\ \text{mm}$ 。

对于低热阻试件,建议热电偶应尽可能地放在试件表面内,否则应使用直径较小的热电偶。用于测

量试件表面温度的热电偶应经过标定或能提供如表 D.1 误差的证明。

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

2.2.3.2 电气测量系统

2.2.3.2.1 总述

测量系统的设计取决于温度传感器的类型和热电堆或温差传感回路的灵敏度。输出范围随装置的操作范围而不同。在各种可能的情况下,输出范围将变化几个数量级。高度线性、宽范围(多位数的)或低线性、多范围测量仪表成为必要。而这个选择将由用户总的要求来决定。热流计装置快速测量的能力在测量系统计算并显示热阻、热导或导热系数时能最好地得到运用。然而,测量系统应该提供监督每一个的温度传感器的手段。计算线路可以是数字或模拟的。若是数字的,不需增加任何明显的误差或限制,若是模拟的,就会降低长、短期的稳定性、线性和精确度,同时降低灵敏度。在鉴定测试中,必须把计算线路看作是测量系统的一部分,而且整个系统都应满足 2.2.3.2.2 要求。在模拟计算线路中,长期稳定性始终是一个问题。在每一次报告中必须做特定的检测。如果要获得可靠的测量结果,2.2.2 中所有的因素都应仔细考虑到。

2.2.3.2.2 高水平性能及报告的测量系统要求

当装置用于测量高水平性能及报告时,测量系统(包括计算电路)应满足下列要求:

- a) 灵敏度、线性、准确度和输入阻抗应满足测量试件温差的误差小于 $\pm 0.5\%$,测量热电堆热电势的误差小于 $\pm 0.6\%$ 。
- b) 灵敏度高于温差检测器最小输出的 0.15% 。
- c) 在温差检测器预期输出范围内非线性误差小于 0.1% 。
- d) 由于输入阻抗引起的读数误差应不大于 0.1% 。一般 $1\text{ M}\Omega$ 足以满足要求。
- e) 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 0.2% 。
- f) 在温差和热电堆输出中,噪声电压的有效值应小于 0.1% 。

2.2.3.3 厚度测量

测量厚度的误差应小于 $\pm 0.5\%$ 。由于试件厚度随试验温度及冷、热板压力变化而变化,因此建议在测试的温度和压力条件下测量试件的厚度。可用装在板四角或边缘中心的垂直于板面的测量针或测微螺栓测量试件厚度。有效厚度由试件在装置内和不在装置内时(板用相同的力相对紧压)测得距离的差值的平均值确定。

使用电子式传感器时,必须定期检查传感器的线性和电路,线性检查至少一年一次。

2.2.4 机械装置

2.2.4.1 框架

框架应能在一个或几个方向固定装置。

2.2.4.2 夹紧力

框架上应设置施加可重复的恒定夹紧力的机构,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。稳定的夹紧力可用恒力弹簧、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。也可用其他方法控制两工作表面间的距离;对于这种测试,不需要恒压。

2.2.5 边缘绝热和边缘热损失

2.2.5.1 总述

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。

作为温度控制系统一部分的冷却器应提供一个比冷却单元至少低 5 K 的露点温度,以防止水汽凝

结和试件吸湿。

2.2.5.2 测试结构类型的影响

2.2.5.2.1 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,因此热流计装置的边缘热损失比防护热板装置影响更大。

2.2.5.2.2 双试件对称布置:对热流计本身的边缘热损失很敏感,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。

2.2.5.2.3 单试件双热流计对称布置:如果以两个热流计输出的平均值作为通过试件的热流量,这种装置对边缘热损失最不灵敏。如果两个热流计相同,并且工作表面是等温表面,这样布置可容易地估计边缘热损。

2.2.5.3 边缘热损失估算

所有布置形式的边缘热损失灵敏度与热流计的灵敏度和沿主表面的温差都有关。因此,只有用实验才能检查边缘热损失对测量热流量的影响。所有情况对试件厚度的限制条件必须满足 1.7.2。此时,边缘热损失的误差应小于 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%。

完整的边缘热损失分析在参考文献[19]和 ISO 8302 中给出。

2.3 装置的设计指南

2.3.1 要求的性能

开始设计热流装置时,必须预定下列性能要求:

- a) 试件的最大和最小厚度;
- b) 试件的最大和最小热阻;
- c) 试件上最大和最小的温差;
- d) 冷却单元的最低温度;
- e) 加热单元的最高温度;
- f) 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);
- g) 周围环境;
- h) 热流计装置的类型;
- i) 热流计的灵敏度系数 $\frac{\Delta e}{\Delta q}$, mV/(W·m⁻²)。

2.3.2 装置尺寸的试验选择

初步设定热流计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 8 倍。

2.3.3 加热和冷却单元

以试件的热阻为最小,试件上温差为最大计算穿过试件的最大热流。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。

2.3.4 热流计

设计时必须保证热流计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计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计芯板上产生横向热流。否则热电堆输出不与通过试件的热流量成正比。

2.3.5 详细设计

较好的装置尺寸首先应满足以下参数:

- 根据试件最小厚度定义表面误差。
- 选择辐射率大于或等于 0.8 的表面(在室温下,金属氧化表面或涂层可满足该要求)。

- 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自动控制系统。
- 根据要求的环境条件、稳定性和漂移的需要,选择环境调节系统保持边缘热损失误差在要求值内。
- 选择热流计的类型及其特性(参见附录 B)。

2.4 标定

热流计的标定是十分重要的,由于侧向热损失或热吸收不是自动控制的,而是由防护区和边缘绝热材料的尺寸来保证的,因此热损失或热吸收达到最小值都是无法保证的。为了确保装置对于各种不同热阻的材料能准确测试,装置必须用与欲测材料具有类似传热性质的材料来标定。如果校正试件覆盖了欲测定的范围,就不允许使用外推法。

校正试件必须经防护热板法等绝对法测定。

2.4.1 总述

标定热流计装置的试件应尽可能与防护热板法所测试件相同。为了正确地理解标定过程,必须先分析防护热板装置中对两块试件的测试结果,然后分析热流计装置对同一试件测量结果。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,即导热系数或表观导热系数是正确的。

上角标(')用以表示第一块试件的性质,上角标('')用以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:

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

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 的偏差以及每块试件的温差与 ΔT 的偏差。在理想的防护热板装置中,

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

设在平均温度下,两块试件分别具有导热系数:

$$\begin{aligned} \lambda' &= \lambda_m + \delta\lambda \\ \lambda'' &= \lambda_m - \delta\lambda \end{aligned}$$

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 $\lambda(T)$ 、 $\dot{\lambda}(T)$ 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 K~40 K 时, λ_M 可以表达如下:

$$\lambda_M = \frac{\lambda_m}{1 - \left(\frac{\delta d}{d_m}\right)^2} \left\{ 1 - \frac{\delta \lambda}{\lambda_m} \left(\frac{\delta d}{d_m} - \frac{2\delta T}{\Delta T} \right) - \frac{\delta d}{d_m} \times \frac{2\delta T}{\Delta T} + \frac{\bar{\lambda}(T)}{3!\lambda_m} \times \left(\frac{\Delta T}{2} \right)^2 \right\} \dots\dots\dots(2.1)$$

如果 $\delta d=0$, 则

$$\lambda_M = \lambda_m \left[1 + 2 \frac{\delta T}{\Delta T} \times \frac{\delta \lambda}{\lambda_m} + \frac{\bar{\lambda}(T)}{3!\lambda_m} \times \left(\frac{\Delta T}{2} \right)^2 \right] \dots\dots\dots(2.2)$$

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%。

2.4.2 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'' 是热流计的输出。 d' 和 d'' 是已知的。 T_m 、 T'_m 、 $\Delta T'$ 、 $\Delta T''$ 和 δT_m 意义如上所述, 因此:

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

其中: T_m 是两次测试的平均温度;
 $\Delta T'$ 和 $\Delta T''$ 是两次测试的温差;
 δT_m 是每次测试的平均温度与 T_m 的温差。

如果测试是在理想状态下进行, 则有 $\delta T_m=0$, $\Delta T'=\Delta T''$ 。

假设: $\Lambda' = \lambda_m/d'$ $\Lambda'' = \lambda_m/d''$
 $\lambda'_m = \lambda_m + \delta \lambda$ $\lambda''_m = \lambda_m - \delta \lambda$

利用 $q' = e' \times f$ 、 $q'' = e'' \times f$ 及 $q = \frac{q'+q''}{2}$, 可推导出标定系数 f :

$$f = \frac{2}{\frac{e'}{\Lambda' \Delta T'} + \frac{e''}{\Lambda'' \Delta T''}} \left\{ 1 + \frac{2\bar{\lambda}(T)}{3!\lambda_m} (\Delta T'^2 + \Delta T''^2) \right\} \dots\dots\dots(2.3)$$

式(2.3)中 Λ' 和 Λ'' 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。
 标定应该进行, 直到括号内项目的值与 1 的差小于 0.2%。

2.4.3 单试件双热流计对称布置

每个热流计的标定与单试件不对称布置时标定一样。有与式(2.3)类似的两个方程式, 标定两个热流计的 f' 和 f'' 。 f' 、 f'' 、 e' 和 e'' 应为热流计在各自平均温度下的值。

2.4.4 双试件对称布置

利用公式(2.3), 式中 e' 与 e'' 用热流计输出 e 代替, $q' = q'' = ef$, δT_m 接近等于 $\Delta T'/2$ 和 $\Delta T''/2$ 。

注 1: 这是假定在 2.4.2 及 2.4.3 情况, 可与此处同样使用式(2.3)以单试件(防护热板法中测定的双试件之一)操作的可能性。

2.4.5 标定曲线

大多数热流计对平均温度很敏感, 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计的极限安全温度, 可将试件置于热流计与热板之间。

为检查热流计输出 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。如果曲线 $q=f(e)$ 不是线性,那么标定系数 f 可能随 q 变化。在检查出非线性原因后,应考虑到这个实际情况。

可以通过防护热板法装置(单试件装置)初步研究热流计装置中热流计的灵敏度和非线性。

2.5 装置的检查

2.5.1 几何形状

工作表面的平面度用钢直尺检查,将尺棱对着表面,在尺背面用光源照射棱线进行观察。尺的长度应大于工作表面的宽度或直径。如表面的不平度为 $25\ \mu\text{m}$ 可直接观察到,不平度大于 $25\ \mu\text{m}$ 的可用薄垫片或纸片测量。

2.5.2 计算电路

当配置直接读数装置时,应单独对模拟电子回路进行校验。用具有校正值的隔离电压源(或相当的)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),并用高品质的开关接入线路。检查标定时应提供两套测试线路,分别检查量程的 $0\sim 10\%$ 和 $90\%\sim 100\%$ 范围。直接读数的装置应在出报告试验之前和之后进行检查。应按第 3 章要求出具结果报告。

2.5.3 热流计

2.5.3.1 检查

任何新的热流计或改进过的热流计必须进行下列检查。

2.5.3.1.1 零点偏移。

如果有零点偏移,可能是由于:

- 1) 热电堆与输出端连接不好:由于这种偏移是温度敏感型的,所以可以通过改善连接效果来消除这类问题。
- 2) 对冷、热板温度不均匀极为敏感:检查温度均匀性,在操作过程中应该满足本标准的要求。两种情况均不容许修正。

2.5.3.1.2 热流计由于材料老化或分层引起的漂移。

2.5.3.1.3 标定系数的温度系数

这主要取决于温度传感器的类型(热电堆中所用热电偶材料)和测量区域所用的材料。

2.5.3.1.4 通过引线的热流,这可能会发生。

2.5.3.1.5 试件导热系数对标定系数(热流计的线性范围)的影响

热电堆的金属线圈间低热阻和通过线圈的热会使得元件间产生热短路,这会改变热流计的标定系数。

2.5.3.1.6 压力对标定系数的影响(参见附录 B, B.1)。

2.5.3.1.7 检测器输出的非线性,这可能会发生。

2.5.3.2 校正

在工作范围内变化大于 1% 时,必须作校正,建议变化为 0.3% 时作校正。

2.5.4 标定漂移

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。从对标准试件进行标定之日起应建立一个连续的标定记录,该记录也可显示装置随时间的可重复性。如果标定标准件热阻偏差大于 $\pm 1\%$,应检查装置的各控制系统。必要时重新测定标定系数和公式。一般情况下标定曲线的形状不会改变,但曲线的位置可能全变动。

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,应对任何进行性漂移进行细致研究,找出并消除原因。

2.5.5 总体性能检验

只有在装置的使用范围已知的情况下,本方法的测试结果才有保证。为了建立使用范围,采用与被测材料的传热性质类似的试件对比确认装置的品质。

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

2.5.5.2 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。

3 测定过程

3.1 概述

低热导率材料热传递性能的测定可根据第1章和第2章的要求进行。假定操作者熟悉前面所述热传递基本原理和热流计装置的设计与操作,同时他还可以与别人讨论特定材料或对试验有特定要求的材料、产品或系统对测量的影响。

在此基础上,任一试验之前必须对材料的欲测性能(如导热系数或热阻)或测定性能间的关系(如导热系数是温度的函数或在一定温度下导热系数是密度的函数)作出决定。

上述决定特别受以下条件的影响:

- a) 可提供的或必须的装置的尺寸和形式。一个特定尺寸的装置也许不能满足对所有厚度的试件进行试验以直接测定或者从直到它的最大极限厚度的测量值中内插得到所有要求的传热特性(见3.4.2)。与此类似地,可提供的或必须的温度和环境条件的范围也许不可能满足直接或从装置提供的范围内的测量值中插值得到所要求的数据。
- b) 试件尺寸、数量和形式。这将取决于特定样品或材料的最终要求。如果材料、产品或系统是极度各向异性,应首先确定热流计法对该试件测试的可能性。
- c) 在试件和装置间插入低热阻薄片和在试件上安装热电偶的必要。这些技术是为了消除接触热阻可能的影响,正确测量低热阻试件和/或硬质材料试件的温差。
- d) 包封试件的防水材料的必要。这项技术是为了防止经过干燥的试件返潮或经状态调节后含湿量发生变化。
- e) 固定试件厚度或对试件施压的必要。

操作者还必须意识到以确定在第1章中定义的稳态传热性质之一为目的和材料的产品标准所要求的两种测量之间的差别,后者可能按产品标准中抽样计划的要求抽取试件,而不符合本标准叙述的所有要求。典型的情况是试件不够平,不能很好地接触装置,或没有3.2.2要求的那么平行,或测试时厚度与实际使用情况相差很大。因此,这些试验的数字结果必须认为仅是接受或拒绝特定的材料批的常规手段,而不一定作为材料的有意义的传热性质。

3.2 试件

3.2.1 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,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计的工作表面,并且应具有实际使用的厚度,或者足以确定被测材料平均热性质的厚度。它们应满足1.7和1.8的要求,被测试件的厚度应严格按照1.7.2的要求。

3.2.2 制备和状态调节

3.2.2.1 概述

试件的制备和状态调节应按相应的产品标准要求进行,当没有相应的标准要求时,可按以下方法进行。

3.2.2.2 所有材料的指南(不包含松散材料)

3.2.2.2.1 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样品厚度的 $\pm 2\%$ 之内。

当试件是用硬质材料制成的,并且(或者)热阻小于 $0.1 \text{ m}^2 \cdot \text{K}/\text{W}$ 时,应按 2.2.3.1.2 中指出的,插入薄片或采用在试件上的热电偶测量试件的温差。当插入薄片时,薄片的热阻应不大于试件热阻的十分之一。对于复合结构(薄片/硬质试件/薄片)的热阻,可用永久安装在热板和冷板上的热电偶测量其温降来获得。试件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)。如果分别使用多个热偶,试件的有效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。热电偶的类型见 2.2.3.1。

3.2.2.2.2 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、空气流动的控制环境下,调节到恒定的质量。如果有吸收剂或吸附剂,体系可以是封闭的。例如在 330 K~335 K 温度下封闭的干燥器内保持空气流动就可对某些泡沫塑料进行状态调节。

通过试件干燥前后质量的变化可以算出相应的质量损失。如果测量传热性质所需要的时间比试件从实验室的空气中吸收大量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中(温度: $296 \text{ K} \pm 1 \text{ K}$;相对湿度: $50\% \pm 10\%$)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。在试验时,试件应取出称重,放入装置中立即测试。为了缩短测试时间,试件应在调节到合适的平均温度后立即放入装置之中。

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。如果封套产生的热阻不可忽略,封套的热阻应按与测试硬质试件所用薄片类似的方法(见 2.2.3.1.2.2)进行单独测定。

3.2.2.3 松散材料指南

测定松散材料时,试件的厚度至少应为松散材料中颗粒物直径的 10 倍,甚至是 20 倍,颗粒物如珠子、颗粒、薄片等。最苛刻的条件是这些材料是硬质的。当条件不能满足时,就应考虑用防护热板法或热箱法。为了制备试件,建议从样品中取出比试验所需的量稍多的有代表性的试件,然后在状态调节前后称量质量。

根据这些质量可计算出质量损失率。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让其与标准实验室的空气达到平衡。

当使用方法 A 或方法 B,盖子的热阻可忽略时,试件表面的温度应该和与其接触的冷、热板和热流计的温度相等。

3.2.2.3.1 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冷、热板的外侧,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、装填或压紧每一份样品,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。

3.2.2.3.2 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薄壁盒子。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等于或大于 0.8,如果盖板和底板的热阻不可忽略,应单独测量其热阻。

某些材料,因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盒和盖板的质量,以计算测试时的材料密度。

3.3 试验方法

3.3.1 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。

3.3.2 厚度和密度

测试件的厚度是开始测定时测得的试件的厚度或者是板和热流计间隙的尺寸,试件厚度可按 2.2.3.3 测量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。由上述数据和 3.3.1 测定的质量,可算出试件的密度。

毯或毡型的材料通常按强制厚度进行试验,因为许多材料规范都规定了材料的厚度。而对于某些材料(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传热性质之间的关系。在可能时,测定要监视厚度。当按 2.2.3.1.2.2 步骤进行时,用于估算传热性能的厚度应根据热电偶的位置作相应调整。

注 2: 计算体积时,可根据材料规范描述的试验方法或其他适当的给出与厚度测量相同准确度的方法来测量尺寸。

3.3.3 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:

- a) 按材料产品标准的要求。
- b) 按所测试件或样品的使用条件。如果温差较小,温差测量的准确度就会降低;如果温差较大,就不能预测误差,因为理论估算是假定试件的导热系数与温度无关的。
- c) 在测定未知的温度和传热性质关系时,温差应尽可能小,如(5 K~10 K)。
- d) 按温差测量所需要的准确度选择匹配的最低温差,这样可使试件中的传质现象减至最小。但这可能与本标准不一致,将在报告中注明(见 3.6.19)。

3.3.4 环境条件

根据装置的类型和测定温度,按 2.2.5 要求施加边缘绝热和(或)规定的环境条件。

3.3.5 热流量和温度测量(过渡时间及测量)

3.3.5.1 观察热流计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。

3.3.5.2 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 B)。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。

3.3.5.3 监视热流计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。如果热流计的输出变化大于平均值的 $\pm 1.5\%$,操作者应研究并找出原因。

3.3.5.4 在达到平衡以后,测量试件热、冷面的温度。当应用 2.2.3.1.2.2 方法时,测定安装在试件表面上的热电偶的温度。

3.3.6 最终质量和厚度的测量

在完成 3.3.5 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,强烈建议与试验开始时同样测量厚度。报告中应标明试件任何的体积变化。

3.4 选择性测量的步骤

3.4.1 评定试件均质性的步骤

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边缘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。

当在微小距离上出现结构变化,可切取比板和热流计尺寸大的试件进行测定。

试件被测两次,每次测定试件都要仔细定位,以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,以减少暴露部分的热损失。

试件的尺寸和厚度影响着结构中变量的尺寸。试验区域越大,对结果的影响越小。试件的厚度对热流歪曲的影响可能增加或减少。

试件与板(或热流计)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 0.002 m(或更厚)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±1%,应用较厚的垫片再作测量。

通过分析和计算手段也可以估算出热场歪曲的影响。具体方法的资料或测定这些影响因素的方法应在报告中给出。传热性能测量的差异在 2%以内在本标准中可视为合理的。

3.4.2 可确定材料传热性质的最小厚度的测定步骤

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。

对于存在辐射和传导热传递并证实没有对流存在低密度材料,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。该斜率的倒数是较大厚度试件的表观导热系数。

在相同的平均温度和温差条件下测量 s_1 、 s_3 和 s_5 的厚度和热阻,给出热阻与厚度的曲线。如果三个值偏离直线小于±1%,计算直线的斜率。如果偏差大于 1%,再对 s_2 和 s_4 进行同样测量,检查是否存在一个厚度,超过此厚度,热阻与直线的差别不大于 1%。

如果存在此厚度,计算直线的斜率。并按 $\lambda_t = \Delta d / \Delta R$ 计算材料表观导热系数 λ_t 。

对不同的平均温度,这个最小厚度随材料的密度、类型和形状而变。

表观导热系数代表了超过最小厚度的材料、制品和体系的特性,此时 λ_t 与传递系数之差小于 2%。

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。

最小厚度可能与试件温差有关。就本标准而言,如在典型的操作温差下进行上述测定,能确定热阻与厚度的关系。

3.4.3 测定温差的关系

如果不知道材料热传递性能与温差的关系,就需要至少三次不同温差的测量。如果是简单的线性关系,就只需要测量两次。对特定的试件可以采用该方法建立起线性关系。

3.5 计算

3.5.1 密度和质量变化

3.5.1.1 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:

$$\rho_d = M_2/V$$

$$\rho_s = M_3/V$$

式中:

ρ_d ——测定时的干试件的密度,单位为千克每立方米(kg/m^3);

ρ_s ——在更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,单位为千克每立方米(kg/m^3);

M_2 ——经干燥后的试件质量,单位为千克(kg);

M_3 ——更复杂的状态调节过程之后试件的质量,单位为千克(kg);

V ——试件在干燥或状态调节之后所占据的体积,单位为立方米(m^3)。

3.5.1.2 质量变化

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

$$m_r = (M_1 - M_2)/M_2$$

$$m_c = (M_1 - M_3)/M_3$$

式中:

M_1 ——试件在收到状态下的质量,单位为千克(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 :

$$m_d = (M_3 - M_2)/M_2$$

试件在测定时相对质量增加的计算如下:

$$m_w = (M_4 - M_5)/M_5$$

式中:

m_w ——试件在测定时的相对质量增加,单位为千克(kg);

M_4 ——在测定后立即测量的试件质量,单位为千克(kg);

M_5 ——在临测定前测量的干燥过的或调节过的试件的质量,单位为千克(kg)。

3.5.2 传热性质

利用观察到的稳态数据的平均值进行所有的计算。应以 3.3.5 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。

3.5.2.1 单试件布置

3.5.2.1.1 不对称布置

试件的热阻 R 按下式计算:

$$R = \frac{\Delta T}{f \cdot e}$$

式中:

f ——热流计的标定系数,单位为瓦每平方米伏 [$\text{W}/(\text{m}^2 \cdot \text{V})$];

e ——热流计的输出,单位为伏(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 γ :

$$\lambda = \frac{1}{\gamma} = f \cdot e \times \frac{d}{\Delta T}$$

式中:

d ——试件的平均厚度。

3.5.2.1.2 双热流计对称布置

仍用 3.5.2.1.1 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计(其表面温度也分别是 T_1 和 T_2)。

3.5.2.2 双试件布置

计算总热阻 R 如下:

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

如果可以,则按下式计算平均导热系数 λ_{avg} 或热阻系数 γ_{avg} :

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

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)。

3.6 试验报告

如果按本标准测定得到的结果要出具报告,则应满足所有相关条件。如果条件不满足,就须按 3.6.19 要求增加符合性声明。

测定报告应包括下列各项(报告的数值:双试件装置应为两块试件平均值,单试件装置应为单试件的值)。

- 3.6.1 材料的名称、标志和物理性能。
- 3.6.2 操作员对试件的描述和对试件与样品关系的描述。与可适用的材料规范的一致性。松散试件的制备方法,并说明容器盖材料的测得热阻。
- 3.6.3 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。
- 3.6.4 状态调节的方法和温度。
- 3.6.5 测定时试件的密度。
- 3.6.6 在干燥或状态调节时的相对质量变化。
- 3.6.7 在测定时的相对质量变化,并观察厚度和体积变化。
- 3.6.8 根据冷热板温度计算试件平均温差及其测量方法。
- 3.6.9 测定的平均温度,K 或摄氏度。
- 3.6.10 平衡时的热流密度, W/m^2 。
- 3.6.11 试件的热阻, $(\text{m}^2 \cdot \text{K})/\text{W}$ 。可应用时,给出热阻系数、导热系数以及这些数值可用的厚度范围。
- 3.6.12 所用热流计装置的类型(一块或两块试件)。减少边缘热损失的方法、测定时板周围的环境温度及热流计的数量、位置。
- 3.6.13 装置取向:垂直、水平或其他方向。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:顶部、底部或其他位置。
- 3.6.14 对于试验中需在试件与装置面板之间插入薄片材料或需使用防水汽封套的情况,应说明薄片材料或防水汽封套的性质和厚度。如果用温度传感器测定试件温差,应给出测定方法。
- 3.6.15 测定日期、最后一次标定装置的日期及所用材料的类型。
- 3.6.16 如果有助于解释结果,应提出整个试验和试验中稳态持续的时间。
- 3.6.17 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。
- 3.6.18 建议在报告中说明所测定传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。
- 3.6.19 因情况(或要求)不能完全满足本标准所叙述的测定过程时,可以作出商定的例外声明。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(包括日期和线性符合要求的说明)。

附录 A

(规范性附录)

装置性能和试验条件的极限值

| 章条 | 描述 | 值 |
|-------------|--|------------------------------------|
| 1.1.1 | 热流计法可测量的最小热阻 | $0.1 \text{ m}^2 \cdot \text{K/W}$ |
| 1.5.3.1 | 保持试件不动,预期的重复性 | 优于 1% |
| 1.5.3.1 | 取出试件并重新安装后,预期的重复性 | 优于 $\pm 1\%$ |
| 1.5.3.2 | 热流计法(当测试平均温度接近室温时)标定的预期准确度 | $\pm 2\%$ |
| 1.5.3.3 | 热流计法(当测试平均温度接近室温时)的预期准确度 | $\pm 3\%$ |
| 1.5.4.1 | 建议检验标定标准稳定性的时间期限 | 5 年 |
| 1.5.4.2 | 建议热流计法标定的时间间隔 | 试验前后 24 h |
| 1.5.4.2 | 如果热流计法的短期或长期稳定性优于 $\pm 1\%$,所推荐的标定时间间隔 | 15 d 或 30 d |
| 1.5.4.2 | 标定稳定性的上限 | 1% |
| 1.8.2 | 试件内非均质部分的最大尺寸 | $\frac{1}{10}d$ |
| 1.8.3.1 | 为确定材料的导热系数或表观导热系数,传递系数随厚度变化的最大值 | 2% |
| 2.2;2.3.5 | 与试件接触的任一表面最小的半球热辐射率 | 0.8 |
| 2.2.1.1 | 冷热板工作表面平面度的最大偏离值 | 0.025% |
| 2.2.1.2 | 加热单元表面温度不均性应小于试件温差的百分数 | 1% |
| 2.2.1.2 | 热流计与冷板或热板接触时,测量热流量的最大误差 | 0.5% |
| 2.2.1.2 | 测试时冷热板工作表面温度的稳定性不应超过试件温差的 | 0.5% |
| 2.2.1.2 | 与试件接触的热流计表面的稳定性与试件温差 | 不小于 0.5% |
| 2.2.1.2 | 与热流计表面温度波动有关的热流计输出最大波动 | 2% |
| 2.2.2.3 | 热电堆导线的最大直径 | 0.2 mm |
| 2.2.2.3 | 不须采用特殊技术来消除导线、测量线路和热流计本身等产生的附加热电势对测量的影响的最小热流计输出值 | 0.000 2 V |
| 2.2.2.3 | 测量区域和热流计总面积之比 | $10\% < A < 40\%$ |
| 2.2.2.4 | 热流计测量区域平面最大不平度 | 0.025% |
| 2.2.2.5 | 用于覆盖测量区域的金属或非金属膜的厚度 | 80 μm |
| 2.2.2.5 | 用作热流计表面温度传感器的热电偶直径 | 0.2 mm |
| 2.2.3.1 | 与试件接触的冷却、加热单元的温差测量准确度 | 1% |
| 2.2.3.1.1 | 加热和冷却单元每个工作表面的温度传感器的最少数量 | $10\sqrt{A}$ 或 2 |
| 2.2.3.1.1 | 热偶和装置金属板间的绝缘热阻最小值 | 1 M Ω |
| 2.2.3.1.2.1 | 固定在冷却、加热单元工作表面的温度传感器测温时,非硬质试件的最小热阻 | $0.5 \text{ m}^2 \cdot \text{K/W}$ |
| 2.2.3.1.3 | 固定在冷却、加热单元工作表面测温差的热电偶的最大直径 | 0.6 mm |
| 2.2.3.1.3 | 小尺寸装置用于上述同目的的热电偶的最大直径 | 0.2 mm |

表(续)

| 章条 | 描 述 | 值 |
|-----------|---------------------------------------|------------------------|
| 2.2.3.1.3 | 安装在试件表面热电偶最大直径 | 0.2 mm |
| 2.2.3.1.3 | 由于温度传感器周围的热流歪曲、温度传感器的漂移等引起的温差测量总误差 | 小于1% |
| 2.2.3.2.2 | 测量试件温差的误差范围 | ±0.5% |
| 2.2.3.2.2 | 测量热流计电动势输出的误差范围 | ±0.6% |
| 2.2.3.3 | 试件厚度的测量误差范围 | ±0.5% |
| 2.2.4.2 | 加在试件上的最大压力 | 2.5 kPa |
| 2.2.5.1 | 空气露点与冷却单元温差不小于 | 5 K |
| 2.2.5.3 | 边缘热损失误差的最大值 | ±0.5% |
| 2.3.2 | 热流计测量区域的边长与试件最大厚度之比 | 4 |
| 2.3.2 | 热流计外边长与试件最大厚度之比 | 8 |
| 3.2.1 | 双试件装置中两块试件的厚度的最大差异 | 2% |
| 3.2.2.2.1 | 试件表面的最大不平行度(相对于试件厚度) | ±2% |
| 3.2.2.2.1 | 用薄片或固定在试件上的温度传感器测量硬质材料的温差,硬质材料的热阻不得大于 | 0.1 m ² K/W |
| 3.2.2.2.1 | 插入薄片的热阻与试件热阻的最大比值 | 0.1 |
| 3.2.2.2.1 | 试件每一表面设置的热电偶最小数量(取大者) | 10 \sqrt{A} 或2 |
| 3.2.2.3 | 建议试件厚度与珠、颗粒、薄片的平均尺寸之间的最小比例 | 10,20 更好 |
| 3.2.2.3.2 | 用方法 B测定松散填充材料时,塑料薄片的最大厚度 | 50 μ m |
| 3.2.2.3.2 | 在操作温度下,从试件角度看表面整个半球辐射率 | 0.8 或更大 |
| 3.3.1 | 测定试件质量要求的准确度 | 0.5% |
| 3.3.3 | 测定温度和传热性质关系时,温差最小值 | 5 K |
| 3.3.3 | 测定温度和传热性质关系时,温差最大值 | 10 K |
| 3.3.5.2 | 达到稳定状态时,连续5次观察热阻变化率不大于 | 1% |
| 3.3.5.2 | 热流计输出的变化不能大于平均值的 | 1.5% |
| 3.4.1 | 如果试件阻的变化大于该值,则用较厚的垫片测量 | 1% |
| 3.4.1 | 如果试件是非均质材料所允许的性能测量最小差异 | 2% |
| 3.4.2 | 当值偏离热阻-厚度曲线小于该范围,可计算直线斜率 | 1% |
| 3.4.2 | 不同厚度测量热传递系数的最大差异 | 2% |

附 录 B
(资料性附录)
热 流 计

B.1 热流计方程

大多数梯度型的热流计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电势对温度的导数为函数的幂级数形式表示,再考虑热流计的机械压缩,最后能够写出公式:

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

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,热流计的厚度;

n ——热电堆的接点数量;

$\Delta\theta$ ——接点温度与热流计的平均温度的差;

p ——热流计受压时的压力;

E ——芯板材料的弹性模量;

α ——热流计受压时, $\lambda_f(T_0)$ 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(B.1)有助于设计新的热流计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 0.000 1,甚至当 $\Delta\theta$ 大到 5 K(热电堆上温差为 10 K)时也是这样。

$\ddot{\lambda}_f(T) \times \Delta\theta^2 / [3! \cdot \lambda_f(T_0)]$ 这一项通常小于 0.01 并且经常小于 0.001,甚至当 $\Delta\theta$ 达到 10 K 时也是这样。公式(B.1)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。

B.2 热流计的响应

高热阻温度梯度型热流计适合于单试件的布置。无论有无阻尼板,它都相当接近单元的温度。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。

当用于双试件布置时,高热阻的热流计上的温度降低的值可能大于所要求的值(总温降的 1%)。

低热阻、梯度型的热流计更适合双试件布置。通过低热阻热流计的温降很小,因此可以认为两块试件各是单试件的一半。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,见文献[2]。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时的平均温度时,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计是理想的,但是除非 U' 的温度控制得特别好,否则在热流计与板之间要求设置阻尼层,那么快速响应的优点就部分消失了,但是还是足够快。热流计能永久地固定

在这种结构上。

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。

对于特定的热流计,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,将它们每种都调节到平均测试温度后,在各种布置下试验。这样就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,上述每种试件必须在调节到高于和低于测定平均温度的条件下重复试验,与系数相关的结果按 3.3.5 要求记录。

附 录 C

(资料性附录)

热流计装置中试件最大厚度的估计指南

由于目前还没有理论分析包含所有的热流计装置,该装置的一般结构与防护热板法相似(如在中心和防护端两部分都是金属贴面),所以可根据 ISO 8302 附录 C 估计试件的最大厚度。

附录 D
(资料性附录)
热电偶

D.1 热电偶类型如下:

- B型:正极为铂(30%)铑合金,负极为铂(6%)铑合金;
- E型:正极为镍(10%)铬合金,负极为康铜;
- J型:正极为铁,负极为康铜;
- K型:正极为镍(10%)铬合金,负极为镍(5%)铝或硅合金(见表 D.1 的角注 1));
- R型:正极为铂(13%)铑合金,负极为铂;
- S型:正极为铂(10%)铑合金,负极为铂;
- T型:正极为铜,负极为康铜。

D.2 热电偶的误差极限(见表 D.1)

误差极限适用于直径在 0.25 mm~3 mm 的新的热电偶线,并且使用温度不超过表 D.2 推荐的极限。如在较高温度下使用,这些误差极限可能不适用。

误差极限适用于交付到使用者的新电热偶线,未考虑使用中的标定漂移。漂移的大小与热电偶线的尺寸、温度、暴露的时间和环境有关。

当误差极限以百分比的形式给出时,百分比用于以摄氏度表示的被测温度。

D.3 各种型号和直径热电偶的推荐使用温度上限列于表 D.2。这些极限适用于有保护的热电偶,即在常规的端部密封保护管子内的热电偶,不适用于以密实的矿物氧化物为绝缘的铠装热电偶。适当地设计和使用的铠装热电偶可以在高于表 D.1 和表 D.2 列出的温度中使用。

表 D.1 热电偶误差极限

| 热电偶类型 | 温度范围/ ℃ | 误差极限-参考点为 0 ℃ | |
|-----------------|------------|---------------|--------------|
| | | 标准(取大者) | 专用(取大者) |
| T | 0~360 | ±1 ℃或±0.75% | ±0.5 ℃或±0.4% |
| J | 0~750 | ±2.2 ℃或±0.75% | ±1.1 ℃或±0.4% |
| E | 0~900 | ±1.7 ℃或±0.5% | ±1 ℃或±0.4% |
| K | 0~1 250 | ±2.2 ℃或±0.75% | ±1.1 ℃或±0.4% |
| R 或 S | 0~1 450 | ±1.5 ℃或±0.25% | ±0.6 ℃或±0.1% |
| B | 800~1 700 | ±0.5% | -- |
| T ¹⁾ | -200~0 | ±1 ℃或±1.5% | — |
| E ¹⁾ | -200~0 | ±1.7 ℃或±1% | — |
| K ¹⁾ | -200~0 | ±2.2 ℃或±2% | — |

1) 热电偶和热电偶材料通常都能满足本表中 0 ℃以上温度的误差极限。然而,同样的材料可能不能满足本表第二部分给出的 0 ℃以下的误差极限。如果要求材料必须满足本表中 0 ℃以下的误差极限,在采购单中就必须注明。通常要求选择材质。

很少有关于 0 ℃以下专用误差极限的信息,以下是根据有限的经验对 E 型和 T 型热电偶建议的专用误差极限:

- E型: -200 ℃~0 ℃ ±1 ℃或±0.5%(取大者)
- T型: -200 ℃~0 ℃ ±0.5 ℃或±0.8%(取大者)

这些误差极限仅供采购者与供应商参考。

由于材料的特性,没有列出 0 ℃以下 J 型热电偶的误差极限和 0 ℃以下 K 型热电偶的专用误差极限。

表 D.2 保护型热电偶的推荐使用温度上限

| 热电偶类型 | 偶线不同直径下的温度上限/℃ | | | | | |
|-------|----------------|---------|---------|---------|---------|---------|
| | 3.25 mm | 1.63 mm | 0.81 mm | 0.51 mm | 0.33 mm | 0.25 mm |
| T | — | 370 | 260 | 200 | 200 | 150 |
| J | 760 | 590 | 480 | 370 | 370 | 320 |
| E | 870 | 650 | 540 | 430 | 430 | 370 |
| K | 1 260 | 1 090 | 980 | 870 | 870 | 760 |
| R 和 S | — | — | — | 1 480 | — | — |
| B | — | — | — | 1 700 | — | — |

附 录 E
(资料性附录)
参 考 文 献

- [1] GILBO, C. F. , Conductimeters, Their Construction and Use, ASTM Bulletin No. 212, February 1956, (TP56)p. 68.
- [2] LANG, D. L. , A Quick Thermal Conductivity Test on Insulating Materials, ASTM Bulletin No. 216, September 1956.
- [3] PELANNE, C. M. and BRADLEY, C. B. , A Rapid Heat Meter Thermal-Conductivity Apparatus, Materials Research and Standards, Vol. 2, No. 7, July 1962, p. 549.
- [4] ZABAWSKY, Z. , Construction and Calibration of a Heat Flow Meter for Thermal Conductivity Measurements, Paper No. 68-520, ISA.
- [5] FOURNIER, D. , ANDRÉ, G. and KLARSFELD, S. , Études récentes sur la conductivité thermique des isolants fibreux effectuées à l'aide d'un appareil de mesure rapide de la conductivité thermique en régime permanent Commission 2 ed I' I. I. F. , Trondheim 1966, Supplément au Bulletin de l'Institut International du Froid, Annexe 1966-2, pp. 163-174.
- [6] HOLLINGSWORTH, M. , Jr. , An Apparatus for Thermal Conductivity at Cryogenic Temperatures Using a Heat Flow Meter, Symposium on Thermal Conductivity Measurements of Insulating Materials at Cryogenic Temperatures, ASTM STP 411, 1967, p. 43.
- [7] KINZER, G. R. and PELANNE, C. M. , A Cryogenic Heat-Flow-Meter Apparatus, *ibid.* p. 1 IO.
- [8] SHIRTLIFFE, C. J. , Establishing Steady-State Thermal Conditions in Flat Slab Specimens, Heat Transmission Measurement in Thermal Insulations, ASTM STP 544, 1974, p. 13.
- [9] DE PONTE, F. and DI FILIPPO, P. , Design Criteria for Guarded Hot Plate Apparatus, Heat Transmission Measurements in Thermal Insulations, ASTM STP 544, 1974, p. 97.
- [10] MARÉCHAL, J. C. , Métrologie et Conductivité Thermique, Matériaux et Constructions, Janvier-Février 1974, No. 37, pp. 61-65.
- [11] CLULOW, A. and REES, W. H. , The Transmission of Heat through Textile Fabrics, Part III , A New Thermal Transmission Apparatus, Journal of the Textile Institute, 1968, pp. 286-294.
- [12] TYE, R. P. , Thermal Conductivity, Vols. I and II, Academic Press, London and N. Y. , 1969.
- [13] BAINES, D. J. , A Comparative Theoretical Evaluation of Five Commonly Used Types of Unsteady Heat Flux Sensor, Report HSA (prior to 1970), Dept. of Supply, Australian Defence Scientific Service, Weapons Research Establishment, Box 1424H, G. P. O. , Adelaide, South Australia.
- [14] DE PONTE, F. and DI FILIPPO, P. , Some Remarks on the Design of Isothermal Plates, IIR Bulletin, Annex 1973-4, pp. 145-155.
- [15] What Properly Do We Measure? Heat Transmission Measurements in Thermal Insulations, ASTM STP 544, 1974, p. 5.
- [16] DEGENNE, KLARSFELD, S. and BARTHE, Measurement of the Thermal Resistance of Thick Low-Density Mineral Fiber Insulation, ASTM STP 660, 1978, pp. 130-144.
- [17] PELANNE, C. M. , Does the Insulation Have a Thermal Conductivity? The Revised ASTM Test Standards Require an Answer. ASTM STP 660, 1978, pp. 60-70.
- [18] PELANEIE, CM. , Discussion on Experiments to Separate the "Effect of Thickness" from

Systematic Equipment Errors in Thermal Transmission Measurements, ASTM STP 718, 1980.

[19] BODE, K. M. . Wärmeleitfähigkeitsmessungen mit dem Plattengertit: Einfluß der Schutzringbreite auf die Meßunsicherheit, Int. J. Heat Mass Transfer , Vol. 23, pp. 961-970, 1980.

[20] DE PONTE, F. and MACCATO, W. , The Calibration of Heat Flow Meters, Thermal Insulation Performance, ASTM STP 718, 1980, pp. 231-254.

[21] BOMBERG, M. and SOLVASON, K. P. , Comments on Calibration and Design of Heat Flow Meter Apparatus, ASTM STP 879, 1985.

[22] TROUSSART, L. R. , Three-dimensional Finite Element Analysis of the Guarded Hot Plate Apparatus and its Computer Implementation, Journal of Thermal Insulation, Vol. 4, April 1981, pp. 225-254.

[23] Guarded Hot Plate and Heat Flow Meter Methodology, ASTM STP 879, 1985.

[24] Building Applications of Heat Flux Transducers, ASTM STP 885, 1985.

[25] THUREAU, P. Fluxmètres thermiques, Techniques de l'Ingénieur 1-1988, R 2900, 8pages.

附 录 NA
(资料性附录)
(补充说明)

ISO 7345、ISO 9229、ISO 9251、ISO 9288 和 ISO 9346 中有关的术语已转化在国家标准 GB/T 4132—1996 中,ISO 8302 已转化为国家标准 GB/T 10294,本标准使用者可参照使用。

中华人民共和国
国家标准
绝热材料稳态热阻及有关特性的测定
热流计法

GB/T 10295—2008/ISO 8301:1991(E)

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

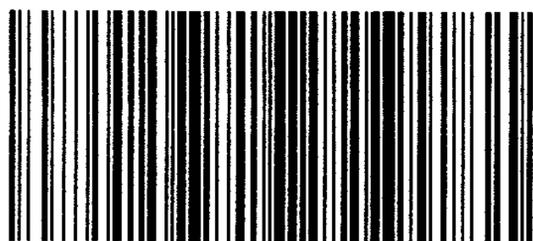
*

开本 880×1230 1/16 印张 2.5 字数 64 千字
2008年12月第一版 2008年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1-33527

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 10295-2008