

用闪光法测定不良导体的热导率

测固体材料热导率的方法大体有两类：一类是稳态法，另一类是非稳态法。由于式样的性质、形状、测试温度范围、加热方式以及测定传递热量的方法各不相同又有许多不同的具体方法，非稳态法用的是非稳态导热微分方程，测量的量是温度随时间的变化关系，得到的是热扩散率，利用材料的已知密度和比热容，可以求得导热率。

【目的要求】

1. 测定不良导体热导率；
2. 了解一种测定材料热物性参数的方法；
3. 了解热物性参数测量中的基本问题；
4. 学习正确使用高压脉冲光源和光路调节技术以及用微机控制实验和采集处理数据。

【仪器用具】

闪光法热导仪（包括高压脉冲灯和光源，光学调节系统，待测样品（酚醛胶布板、大理石、瓷砖各一片），P-N 结温度传感器，放大电路，AD/DA 卡，微机，软件等）。

【原 理】

热传导是指发生在固体内部或静止流体内部的热量交换过程。其微观机制是，由自由电子或晶格振动作为载体进行热量交换的过程。宏观上是由于物体内部存在温度梯度，发生从高温区向低温区域传输能量的过程。

1822 年傅里叶首次在他的著作《热的理论分析》中阐述了导热热流和温度梯度的正比关系。傅里叶导热定律，用热流密度的矢量形式表示为

$$q = -\lambda \text{grad}T,$$

其中 q 为热流密度矢量，表示在单位等温面上沿温度降低方向单位时间内传递的热量； λ 是热导率，显然是反映物质导热能力的重要参数，其物理含义是：每单位时间内，在每单位长度上温度降低 1K 时，每单位面积上通过的热量。在 1994 年实施的国家标准《量和单位》一书中定义热导率为面积热流除以温度梯度，单位为 $W/(m \cdot K)$ 。

近年来，由于测量技术的进步，非稳态法因其测量时间短而得到大力发展。采用非稳态法测不良导体热导率在科研和生产中已有应用。本实验采用闪光法，它是测定热扩散率最常用的一种方法。采用圆形薄试样，其一面有一个脉冲型的热流加热，根据另一方面温度随时间的变化关系，可确定热扩散率 a ，进而由公式

$$\lambda = apc,$$

可以得到热导率 λ ，其中 p 和 c 分别为材料的比热容和密度。原理示意图 1。假设有一束能量为 Q 的脉冲在 $t=0$ 时刻照射在试样表面（试样为薄片状，脉冲光沿垂直于圆面的轴线方向辐照），且被试样均匀吸收，可以认为在距表面的微小距离 l 内样品温升为

$$\begin{aligned} T(x,0) &= Q/\rho cl & (0 < x < l), \\ T(x,0) &= 0 & (l < x < L), \end{aligned} \quad (1)$$

其中 Q 为单位面积吸收的能量， L 为样品厚度 ($L \ll l$)。当试样周围热损很小以至可以忽略

$$\left. \frac{\partial T}{\partial x} \right|_{x=0} = 0,$$

时，可以认为侧面绝热 $\frac{\partial T}{\partial x}|_{x=L} = 0$ 可用一维导热微分方程

$$\frac{\partial T(x,t)}{\partial t} = \alpha \frac{\partial^2 T(x,t)}{\partial x^2} \quad (0 < x < L) \quad (2)$$

来描述其物理过程，其中 α 就是试样材料的热扩散率。由式 (1) 所列的边界条件和初条件，

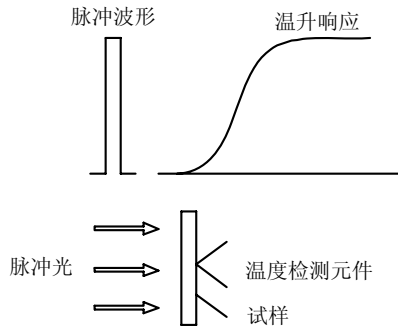


图 1

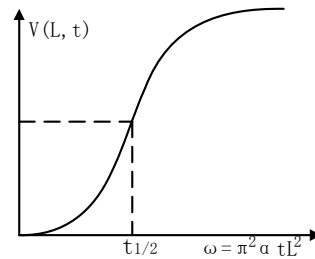


图 2

方程 (2) 的解

$$T(x,t) = \frac{Q}{\rho c L} \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \cos \frac{n\pi x}{L} \cdot \frac{\sin(n\pi l / L)}{(n\pi l / L)} \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2}{L^2} \alpha t\right) \right] \quad (3)$$

在试样背面 $x=L$ 处温升可表示为

$$T(L,t) = \frac{Q}{\rho c L} \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2}{L^2} \alpha t\right) \right] \quad (4)$$

当 $t \rightarrow \infty$ 时， $T(L,t)$ 达到最大，有

$$T_m = \frac{Q}{\rho c l}$$

为了测量、计算方便起见，可对上式归一化，即定义 $V(L,t) = \frac{T(L,t)}{T_m}$ ， $\omega = \pi^2 \alpha t / L^2$ ，则

$$V = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \cdot \exp(-n^2 \omega) \quad (5)$$

将 (5) 式作图表示，见图 2。

令 $V=1/2$ ，求得 $\omega=1.38$ 。将对应的时间记为 $t_{1/2}$ ，可得扩散率

$$\alpha = 1.38 L^2 / \pi^2 t_{1/2} \quad (6)$$

进而有热导率

$$\lambda = 1.38 \rho L^2 / \pi^2 t_{1/2} \quad (7)$$

上述处理过程要满足的条件是：试样面积 \gg 厚度，则侧面散热可忽略，可视为一维热流；试样温升小，则向环境的散热可忽略不计；试样材料均匀，各向同性；试样一面受光辐照，在极薄层内吸收并转化为热量；光辐照时间远远小于热量在试样内传播的时间，等等。闪光法也可用来测量试样的比热容。具体方法是用一个已知比热容的试样作为参考样

品，使它和待测样品的表面都涂有吸收率相同的极薄涂层（一般用胶体石墨），分别进行两次同样的闪光加热，测出两次实验的最大温升及表征激光能量大小的信号，可得待测样品比热容

$$c_x = c_r \frac{M_t \Delta T_{r,m} Q_x}{M_x \Delta T_{r,m} Q_r}, \quad (8)$$

式中 c_x , c_r 分别为待测和已知（参考）比热容， M 为质量， $\Delta T_{x,m}$, $\Delta T_{r,m}$ 分别为待测和已知是最大温升值， Q_x , Q_r 是表征闪光能量大小的信号。

本系统用于测定不良导体的热导率，还可以同时测定不良导体的热扩散率和比热容。此方法特点是：试样尺寸可以做得很小（如直径为1cm）；测量周期短（约十至几十秒）；待测温度为相对测量的量，故测温仪器不需做绝对定标；测温元件灵敏度高，响应时间短；处理数据方法简便，使用危机采集和处理数据快捷。

【仪器描述】

本实验装置分为三部分，装置框图见图3所示。

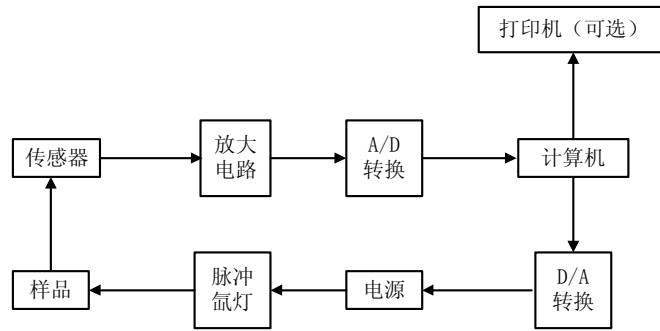


图 3 测量系统示意框图

1. 光学系统

包含高压脉冲氙灯、氙灯电源、椭球反光镜、样品和样品盒、氙灯及样品的三维调节装置。实验所用的高压脉冲氙灯形状为直管式，如图4所示。当电极两端加高压600~1000V，极间放电发出耀眼的白光（切勿用肉眼直视）。本实验利用氙灯的瞬间放电对试样进行加热。闪光脉冲宽度约为0.2ms，脉冲能量最高达150J/次（电源电压为1.0kV，加300μF电容时），氙灯寿命达10⁵次（工作电压高，则氙灯寿命变短）。高压脉冲电源输出电压可调范围为0~1.0kV（因实验电压无须太高，故实验室对电源输出电压做了限制，在0.8kV以内）。椭球反光镜的作用是聚集氙灯发出的光线，提高对样品的辐照效率，其光路图如图5所示。椭球反光镜由玻璃制成，内表面镀铝薄层，铝层表面是SiO₂膜，起保护作用。椭球镜的大口直径为77.8mm，小口直径20.0mm，深度为52mm，第一焦点F₁距小口15.0mm，第二焦点F₂距大口

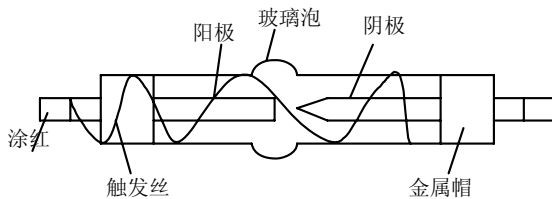


图 4 脉冲氙灯示意图

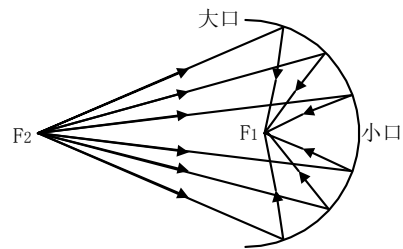


图 5 椭球反光镜的光路图示意图

106.6 mm, 椭圆度误差 <0.5 mm。氙灯三维微调架沿氙灯轴线方向调节范围 0~30 mm, 上下、左右调节范围各为 0~5 mm。

2. 测温系统

包括PN结温度传感器 (BTS202, 粘贴在试样背面)、测温电路板 (插于微机主机中)、试样等。传感器 2 只, 均为 1 级互换水平。灵敏度为 -2 mV/C, 响应时间 $\ll 0.1$ s。它的作用是将其对温度变化的响应以电压形式输出。为了能被微机识别, 需将输出信号放大。两只温度传感器的作用分别是作为测温元件和用于补偿电路中。放大电路中所用放大器为低噪声场效应运算放大器, 其信噪比高, 放大两只温度传感器的作用分别是作为测温元件和用于补偿电路中。倍数在 $1\sim 10^2$ 之间可调。试样为酚醛胶布板、大理石、瓷砖, 形状为薄圆片, 尺寸为直径约 14 mm, 厚度分别为酚醛树脂胶布板 (3.01 ± 0.01) mm、大理石 (2.94 ± 0.02) mm、瓷砖 (2.92 ± 0.02) mm。 $C_{胶布}=0.25\text{cal/g}\cdot\text{c}^{\circ}$, $C_{大理石}=0.16\text{cal/g}\cdot\text{c}^{\circ}$, $C_{瓷砖}=0.17\text{cal/g}\cdot\text{c}^{\circ}$

3. 数据采集和处理系统

包括微机、多通道高速 AD/DA 转换卡、软件等。本实验测量样品温度随时间变化的规律全过程仅十几秒, 时间短, 使用微机能快速进行数据采集和处理。本实验对微机要求为 80486 以上, 考虑到一机多用, 选用了 Intel800MHzCPU, 128MB 内存, 20GB 的硬盘和 40 倍速的光驱。

使用 AD/DA 转换卡, A/D 功能是将模拟量 (即电压信号, 它来自放大电路的输出电压) 转换为数字量, 使微机能识别, 其分辨率有 12 位数, 增益为 15 倍 (以调好), 转换时间为 $10\mu\text{s}$, 输入电压幅度可达 10V。此 AD/DA 转换卡为 16 路多路转换, 用这个卡可以实现多路信号采集, 还可以做其他实验用, 做到一卡多用。D/A 转换功能用于输出 5V 电压去触发高压脉冲电源, 使氙灯极间放电发出闪光。实验中利用 D/A 转换功能触发光脉冲, 同时用 A/D 转换功能采集由 PN 结温度传感器接受到的样品背面的温升信号, 由微机屏幕显示出温升曲线。软件为自编软件 (见本实验附录), 操作系统是 Windows95/98, 用于数据采集和处理的全过程。

【实验内容】

1. 认识和调节测量系统

(1) 识测量系统: 先不动手, 认真仔细观察测量系统的每个部分, 考虑清楚各部分的作用以及使用注意事项后方可进行实验内容 (2)。

(2) 调节光学系统: 实验室已组装好光路的光学系统。

(a) 调节氙灯的三维微调架上有刻线, 以便较快调节光学元件的共轴, 使氙灯的电极中心位置在距反光镜底口约 15 mm 处。(光学架装有标尺, 光学元件已基本调好并用螺丝固定, 可先使用, 待熟练后再自行调节。)

(b) 样品已被事先装入样品架内, 调样品架位置距反光镜大口距离约为 96.6 mm, 则样品位置距反光镜大口 106.6 mm。(实际由于很难准确调节氙灯发光部位在反光镜的第一焦点上, 往往需要进行实验去找到样品实际接受最大光强处。用软件中的“模拟聚焦”功能可知, 偏离焦点微小距离可造成反光镜会聚光线位置的极大改变。)

(c) 高压脉冲电源已由实验室接通氙灯阴、阳极。测量时先开启微机, 开启电源开关, 用面版上的多圈电位器将高压调到 600V 左右。按下“触发”钮, 此时氙灯会打火并闪光。如有可能, 可以使用感光纸或热敏纸找到一个被氙灯辐照能量最大的位置 (通过调节光学系统), 将样品置于此位置。若无上述条件, 则判断光路调节的好坏就要依据实测样品温升的结果了。

(3) 实验电路已由实验室事先连接好, 放大电路板及 AD/DA 卡都已置入微机中。同学们

只需将测温二极管与补偿二极管用专用线接入放大电路。

(4) 了解数据采集的过程：在桌面上找到“TC-II 闪光法热导仪实验系统”点击两下，则进入程序。从主菜单中选“文件”，在“文件”菜单中选“新建”项，则当前屏幕的主窗口中新开一个子窗口，包括数据区和图像区。再选择主菜单中“数据”项中的“选项”，设置 AD/DA 卡参数，再选择“采集与报警”，确定后，再打开主菜单中“数据”，点击“开始采集”项，则窗口中显示出实时采集的“温升-时间”图像。若在“采集与报警”中设置“外触发脉冲”为“5V”，高压脉冲电源将自动触发氙灯打火辐照样品，同时采集一幅“温升-时间”图像，这就是由样品背面采集的温升曲线。

2. 测量待测样品的温升曲线，每隔 10 分钟测一次，共测 3 次，求出值。样品的厚度已在前面给出（因样品已固定于样品架中，不易取出测量），计算试样材料的热导率。密度和比热容可利用厂家给出的材料样品自己进行测量，实验室提供测量装置如天平、尺、量热气、温度计等。

3. 对同一样品在不加热的情况下取其“温升-时间”曲线（此曲线为“本底”），观察由于环境温度的波动、二极管本身的热噪声等因素对测量结果的影响，给出评价。

4. 请你设计用常规方法测定试样的密度和比热容。

5. 取一参考样品（已知比热容），用比较法测定待测试样比热容。

（4.5 依据教师要求确定是否选做）。

【注意事项】

1. 实验室电网地线接地要良好，否则噪音较大。

2. 高压脉冲电源接线柱的裸露部分及氙灯电极**不能用手触摸**。未接氙灯时**不要按“触发”**，否则损坏电源!!! 使用完毕将电源开关关闭。

3. 安装和调节光学系统时，动作要轻，要小心，氙灯易碎，旋紧或旋松螺丝时要特别小心，避免由于氙灯管受力不均而破碎；椭球镜为玻璃材料，内表层镀铝，表面最外层为保护层，为保证反光良好，请勿用手或其他材料触摸；氙灯触发丝一端接阳极，另一端接阴极金属帽 1 以上，否则极间放电时金属丝与阴极金属帽导通，氙灯不工作。更换待测样品簇插拔样品盒时小心，不要触碰灯管以免损坏氙灯或触电。

4. 样品加热前，先看样品的本底温升，最好在 0℃ 附近（微机机箱后面版设有电位器可调零点，仪器出厂前已基本调到 0℃ 附近，在加温测量以后就不要再调零，以免引起超量程）。

5. 每一次测量后最好等 10 分钟，待样品温度下降后再进行下一次测量，避免超量程（温升 $\pm 1.67\text{C}$ ），避免测温温度传感器噪声的影响；以及由于样品温度升高，热损不能忽略，造成对测量结果的较大影响。

6. 温度传感器表面没有封装（为减小传感器本身热容），引线极易折断，实验中若样品脱落，需要重新安装时，注意温度传感器引线根部不被扭折。

7. 由于本实验使用高压脉冲电源，电源线（棕色）尽可能远离测量专用线（黑色），不可交叠，测量线本身也要理顺，否则将给测量带来较大噪声。

8. 不要带电插拔连接到微机上的任何信号电缆。

【数据处理要求】

1. 直接从微机屏幕上用光标读取 T_0 （样品初始温度）和 T_m （样品最大温升），算出 $(T_m + T_0)/2$ ，再用光标读取对应的 $t_{1/2}$ 。

2. 用“数据平滑”功能平滑曲线，用“数据拟合”功能对实验数据进行多项式拟合，从拟合曲线上求出 $t_{1/2}$ ，与上面直接读取的 $t_{1/2}$ 结果相比较。

3. 试从实验曲线估计试样对环境的散热给实验结果带来的影响，并取若干数据点实测散热速率并对实测曲线进行散热修正，与程序中自动进行“散热修正”的结果进行比较，读取 $t_{1/2}$ 修正值。

4. 由 $t_{1/2}$ 修正值及 ρ, c, L 计算 λ 。

5. 试分析热导率的测量误差，并评价测量结果的不确定度。

【附录】

1. 实验软件使用说明

软件名称：AD/DA 转换卡多通道数据采集系统

操作系统：Window95/98

安装程序：setup.exe

可执行文件：mdiapp.exe（注：如果程序提示 Windows 注册表有错，请执行 sd.reg 文件）

主菜单：

• 文件 (Alt-F)，编辑 (Alt-E)，数据 (Alt-D)，窗口 (Alt-W)，帮助 (Alt-H)

• 文件

新建 (Ctrl-N) 在当前主窗口中新开启子窗口，包括数据区和图像区。开始采集数据的同时显示图像；横坐标轴标号是时间，纵轴表示样品温升；鼠标移到图线上时，光标变成十字状，相应点的坐标在主窗口下的状态栏中显示。

打开 (Ctrl-O) 弹出一对话框，从中选择数据文件后，新建一子窗口，显示数据和图像。

关闭 (Ctrl-C) 关闭当前激活的子窗口。

关闭全部 (Ctrl-L) 将主窗口中所有子窗口关闭。

保存 (Ctrl-S) 将当前子窗口的数据保存在数据文件中，如果不存在已有文件，将弹出对话框，从中指定文件的路径和文件名。

退出 (X) 退出应用程序，关闭主窗口。

打印 (Ctrl-P) 将当前子窗口的数据曲线打印输出，

• 编辑

剪切 (Ctrl-X) 将当前数据区内选定内容剪切到剪贴板上，该区域清除。

复制 (Ctrl-C) 将当前数据区内选定内容复制到剪贴板上，该区域保留。

粘贴 (Ctrl-V) 将剪贴板上内容取代当前数据区内选定内容。

• 数据

开始采集 (F₂) 按系统设置中的采集参数进行数据采集，在当前子窗口的数据区和图像区中同时显示结果。

结束采集 (F₃) 结束正在进行的采集工作，而不论预定采集时间是否已到，在触发采集过程中按ESC键也可达到同一效果。

放大图像 (I) 将当前子窗口中的数据图像放大显示，纵坐标与横坐标同时放大。

缩小图像 (O) 将当前子窗口中的数据图像缩小显示，纵坐标与横坐标同时缩小。

刷新 (R) 将当前子窗口中的数据图像按相应数据重新绘制显示。

曲线平滑 (M) 将采集的数据曲线进行平滑。

数据拟合 (D) 弹出数据拟合对话框，对采集的数据进行能够指定次数的多

- 项式拟合。
- 散热修正 (I) 采用牛顿冷却定律，对采集的数据进行逐点修正，也可选择对平滑后或拟合后的数据进行逐点拟合。
- 模拟聚焦 (S) 弹出模拟聚焦对话框，演示灯丝偏离椭球镜焦点时的聚焦情况。
- 系统选项设置 弹出系统选项设置对话框，用于 AD/DA 转换卡参数、采集参数及图像的设置。
- 窗口
 - 平铺 将各子窗口在主窗口中依次平铺显示，彼此大小相等且互不重叠。
 - 重叠 将各个子窗口在主窗口中依次重叠显示，上面的窗口将遮住下面的窗口。
 - 图标 将所有子窗口缩小成图标在主窗口底下排列显示。

2. 放大电路图 (6)

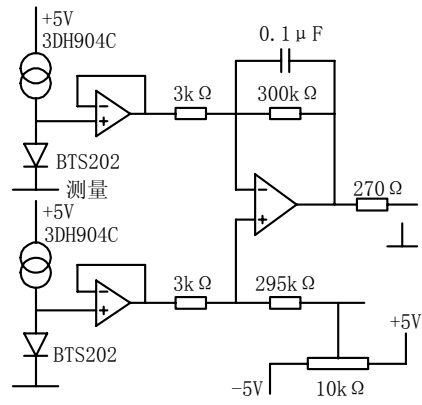


图 6 放大电路图