

doi: 10.11823/j.issn.1674-5795.2019.02.05

# 基于激光闪光法的立式热扩散率测量装置研究

杨新圆, 吕国义, 刘彦军, 杨永军, 唐亚曼, 周杨, 金振涛, 李超赢

(航空工业北京长城计量测试技术研究所, 北京 100095)

**摘要:** 介绍了基于激光闪光法的立式热扩散率测量装置, 利用脉冲激光对样品进行均匀加热, 使样品内部产生一维热流, 并通过红外探测器测量样品温升信号, 采用立式真空加热炉控制测量温度环境, 实现室温至 1600℃ 的热扩散率测量。用该装置测量厚度为 1.1 mm, 直径为 10 mm 的不锈钢样品, 测量结果与 PTB 参考数据的偏差小于 1%。

**关键词:** 热扩散率; 激光闪光法; 立式装置; 不确定度; 不锈钢

**中图分类号:** TB9

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1674-5795(2019)02-0022-04

## Development of Vertical Thermal Diffusivity Measurement Device Based on Laser Flash Method

YANG Xinyuan, LYU Guoyi, LIU Yanjun, YANG Yongjun,

TANG Yaman, ZHOU Yang, JIN Zhentao, LI Chaoying

(Changcheng Institute of Metrology &amp; Measurement, Beijing 100095, China)

**Abstract:** A vertical thermal diffusivity measuring device based on laser flash method is introduced. The device uses pulsed laser to uniformly heat the sample, which generates one-dimensional heat flow inside the sample. The temperature rise signal of the sample is measured by infrared detector. The temperature environment is measured by vertical vacuum heating furnace, and the thermal diffusivity is measured from room temperature to 1600 °C. A stainless steel sample with a thickness 1.1 mm and a diameter of 10 mm is measured using this device. The deviation between the measurement results and PTB reference data is less than 1%.

**Key words:** thermal diffusivity; laser flash method; vertical device; uncertainty; stainless steel

## 0 引言

材料的热扩散率是描述物体受热升温直至内部温度均匀能力的参数, 是表征材料热物理性质的重要特征量<sup>[1-2]</sup>。高超音速飞行器与航空航天发动机在发射、入轨、飞行等过程中, 经受不同程度非稳态的动加热阶段, 必须采取有效的热控技术进行隔热和防热。热扩散率的准确测量是飞行器热障材料选取的重要依据, 要求所选材料的热扩散率较低, 从而减缓气动加热过程中高温对飞行器主体材料和零部件的冲击<sup>[3-10]</sup>。高超音速飞行器前缘材料的热障涂层使用陶瓷基复合 CMC 材料, 该材料的热扩散率范围为  $(0.06 \sim 0.12) \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$ 。(在室温至 1000 °C 范围内, 热扩散率随着温度升高而降低; 当高于 1600 °C 时, 热扩散率的变化小于  $0.005 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$ 。)针对高超音速飞行器武器装备对热扩散率测量的需求, 开展了室温至 1600 °C 材料热扩散率测量装置的设计和研究。

## 1 测量原理

采用激光闪光法测量材料热扩散率, 测量原理如图 1 所示。在一个四周绝热厚度为  $L$  的薄圆片样品的正面, 辐射一个垂直于样品正面的均匀激光脉冲  $Q$ , 一维热流条件下测得样品背面温度随时间变化的曲线  $T(L, t)$ , 计算温度变化到最大值的时间, 从而求出其热扩散率。

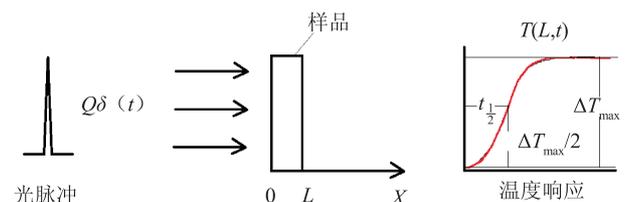


图 1 激光闪光法测量材料热扩散率原理模型

热扩散率计算公式为

$$a = \frac{1.38 \cdot L^2}{\pi^2 \cdot t_{\frac{1}{2}}} \quad (1)$$

式中： $L$ 为样品的厚度； $t_{\frac{1}{2}}$ 为样品背面温度达到最大值的二分之一时所需的时间。

## 2 测量装置

热扩散率测量装置实物如图2所示，主要由脉冲加热光路、信号测量系统、立式真空加热炉、样品支架、脉冲激光器、真空系统、冷却系统等部分组成。



图2 热扩散率测量装置实物图

真空加热炉为立式管状，圆片状固体样品水平放置于真空加热炉内，脉冲激光从装置底部竖直打到样品下表面，信号测量系统从样品上方测量温升信号。真空加热炉可随升降台升降，安装样品方便快捷。样品支架竖直安装，防止高温形变带来的影响。采用红外辐射测温方式测量温升信号，避免了接触测温方式容易损坏样品的弊端。

### 2.1 脉冲加热光路

脉冲加热光路组件包括：脉冲激光器、准直调节器、光斑形状调节器、半透半反镜片、触发探测器，如图3所示。

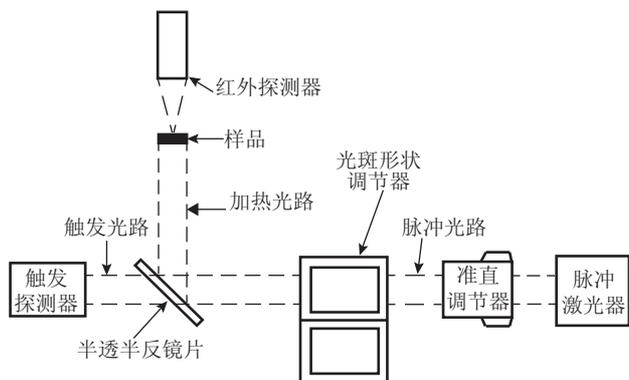


图3 光路原理图

图3中，脉冲激光器水平射出激光，经过准直调节和形状调节后，入射到半透半反镜片，90%的能量

反射并竖直打到样品上，对样品进行脉冲加热；10%的能量经透射后，打到触发探测器上，形成触发信号。利用准直调节器调节光斑大小，以满足不同直径圆片样品的测量要求，样品处的光斑直径调节范围为3~20 mm。光斑形状调节器可产生六角形、三角形、正方形等规则形状的光斑，以满足不同形状的样品测量要求。采用的脉冲激光器激光能力调节范围为0~20 J，脉宽调节范围0.5~20 ms。

### 2.2 测量系统

采用红外辐射测温方式测量样品温升信号，避免了接触测温方式可能会破坏样品表面的弊端，为未来标准样品的测量提供了保障。测量系统包括红外探测器、信号放大器、高速采集器、触发探测器、触发电路、测量软件等，如图4所示。

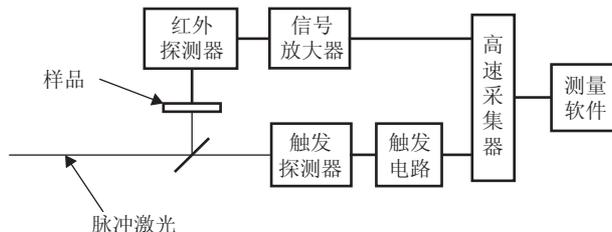


图4 测量系统原理图

测量温度范围为室温至1600℃，样品辐射功率范围为 $3.89 \sim 2.94 \times 10^5$  W，计算得出探测器接收能量功率为 $2 \times 10^{-6} \sim 2.35 \times 10^{-2}$  W，探测器的分辨力小于 $2 \times 10^{-10}$  W。为保证探测器信号接收和输出的准确性，设计信号放大器的放大倍数范围为 $10^2 \sim 10^5$ ，响应频率大于10 kHz。信号放大器设计框图如图5所示。

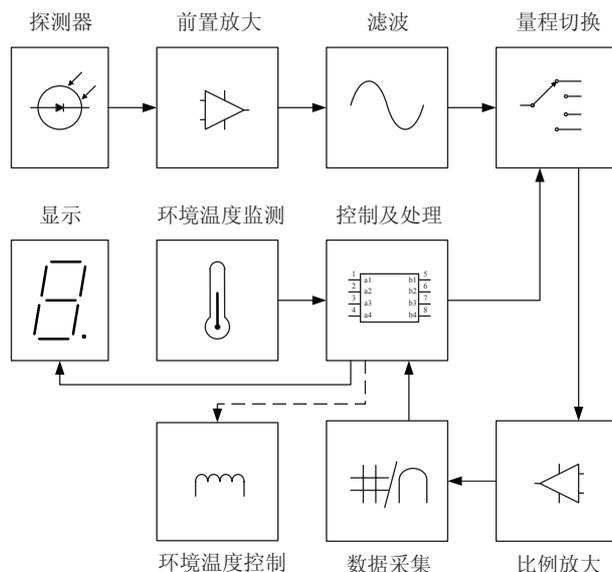


图5 放大电路设计框图

### 2.3 立式真空加热炉设计

立式真空加热炉为热扩散率样品测量提供稳定的温度环境，并对样品进行保护。样品处于温度波动环境中，当炉温波动为  $0.2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  时，样品本身的温度波动低于炉温波动，影响热扩散率的不确定度小于 1%。例如，奥氏体不锈钢的热扩散率范围为  $0.04 \times 10^{-4} \sim 0.06 \times 10^{-4}\text{ m}^2/\text{s}$ ，对应半时间数范围为  $70 \sim 110\text{ ms}$ ，测量过程中样品温升变化设定为  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ （测量时一般将被测样品温升控制在  $10 \sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}$  范围内），温升一半为  $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。当炉温波动为  $0.2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  时，假设样品本身温度波动与炉温波动一致，按照在温升时间内最大同向（一直升温，降温同理）波动  $0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，即实测温差  $10.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，温升一半为  $5.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，根据温升斜率，温度变化  $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，时间变化  $0.6\text{ ms}$ ，约占半时间数的 1%，最终影响热扩散率小于 1%。

立式真空加热炉（如图 6 所示）采用硅钼材料为发热元件，单个发热元件为 U 型设计，整个炉体采用 4 个 U 型发热元件，均匀布置在同心圆上，保证中央炉膛受热均匀。为了消除发热元件的高温径向变形，炉体采用立式结构，固定 U 型发热元件上端，使其自然下垂，高温下轴向自由伸缩。经实验测得，温度范围为室温至  $1600\text{ }^{\circ}\text{C}$  时，温度波动小于  $0.2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

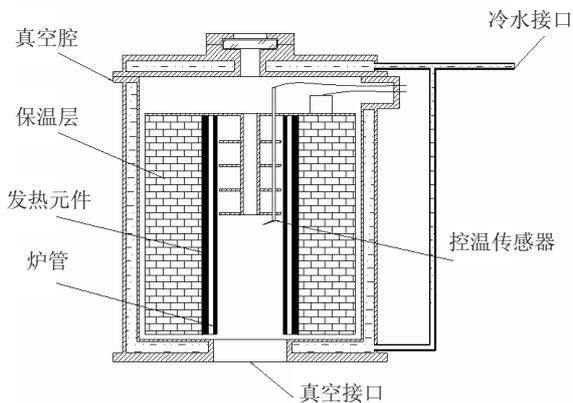


图 6 真空加热炉设计图

### 2.4 样品支架设计

样品支架用于圆片样品的固定，为竖直管状设计，包括样品池、紧固冒、连接管、底座等部分，材料选择耐高温的刚玉、石墨。样品支架立式固定，防止高温下径向变形导致样品位置偏移。样品支架支撑管采用镂空设计，减小导热截面。样品支架结构如图 7 所示。

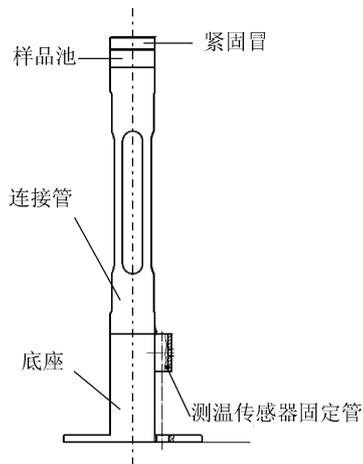


图 7 样品支架结构图

## 3 验证试验

### 3.1 试验过程

在室温下测量样品的厚度，然后将被测样品安装在支架上，并放置于炉膛中心位置，之后进行抽真空处理。当真空度达到  $10^{-3}\text{ Pa}$  量级时，设定测试温度，调节脉冲激光器的能量，对样品进行脉冲加热，通过测量系统采集温升信号并记录，利用测量软件处理数据，计算样品的热扩散率。

### 3.2 数据处理

图 8 为测量数据温升曲线，横轴为时间（0 s 至 5 s 取 2018 年 12 月 4 日 15:03:18.109 至 2018 年 12 月 4 日 15:03:23.109），纵轴为温升电信号幅值，图中竖线为脉冲加热的触发信号，标记脉冲加热起始时刻，即为数据的时间起点，然后找到温升信号最大值所在的区域，将有限区域内的数据进行平均作为最大值，计算出最大值的一半，在温升曲线中找出这个值或者最接近的值对应的时刻，作为时间终点，计算出半时间数。最终将测量的样品厚度值和半时间数带入公式（1），计算样品的热扩散率值。

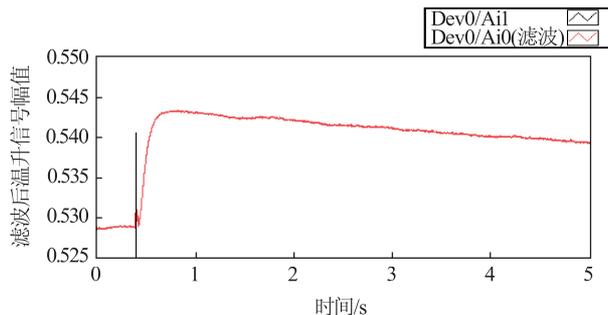


图 8 测量数据温升曲线

### 3.3 样品测试

验证试验采用直径 10 mm，厚度 1.1 mm 的不锈钢作为样品，测试前样品在真空和高温环境下进行退火处理。在 200，400，600，800 °C 温度下进行测试，每个温度点测量 6 次，取平均值，之后进行膨胀修正、漏热修正，获得最终结果。将测量结果与 PTB 参考数据进行比较，偏差小于 1%。

表 1 不锈钢样品测量结果与 PTB 参考数据比较

测量温度/°C	热扩散率 / (m <sup>2</sup> · s <sup>-1</sup> )	PTB 参考数据 / (m <sup>2</sup> · s <sup>-1</sup> )	偏差/%
200	0.0397 × 10 <sup>-4</sup>	0.03951 × 10 <sup>-4</sup>	-0.5
400	0.0445 × 10 <sup>-4</sup>	0.04467 × 10 <sup>-4</sup>	-0.4
600	0.0495 × 10 <sup>-4</sup>	0.04996 × 10 <sup>-4</sup>	-0.9
800	0.0530 × 10 <sup>-4</sup>	0.05339 × 10 <sup>-4</sup>	-0.7

### 4 结束语

针对航空航天设备对材料热扩散率测量的需求，研制了基于激光闪光法的立式热扩散率测量装置。利用脉冲激光加热待测材料样品，通过红外探测器测量样品温升信号，采用立式真空加热炉控制测量温度环境，实现室温至 1600 °C 范围内的热扩散率测量。由于标准样品有限，本次实验仅对一种样品进行了比较测试，未来将在以下几个方面展开更加详细、深入的研究：①研究合理的拟合方式以便进行数据处理；②具体分析影响此装置不确定度评定的因素；③在温度更高的环境下对样品开展实验分析。

#### 参 考 文 献

[1] Touloukian Y S, Buyco E H. Thermophysical Properties of Matter - the TPRC Data Series. Volume 5. Specific Heat - Non-metallic Solids[J]. 1970.

[2] Parker W J, Jenkins R J, Butler C P, et al. Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity [J]. Journal of Applied Physics, 1961, 32 (9): 1679.

[3] 邱萍. 激光闪光法测量材料热扩散率标准装置的研制[J]. 计量学报, 2007, 28(S1): 82-85.

[4] 奚同庚. 无机材料热物性学[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1981.

[5] 孙建平, 刘建庆, 邱萍, 等. 激光闪光法测量材料热扩散率的漏热修正[J]. 计量技术, 2008(1): 23-25.

[6] 陈跃飞, 张金涛, 于帆, 等. 激光闪光法测量材料热扩散率国际比对的实验研究与分析[J]. 计量技术, 2008(12): 29-32.

[7] 张克, 孙建平, 邓建兵. 激光闪光法热扩散率测量仪温度测量系统抗干扰措施研究[J]. 计量学报, 2011, 32(s1): 70-73.

[8] 唐大伟, 荒木信幸. 应用激光闪光法测量薄膜材料的热扩散率[J]. 渤海大学学报(自然科学版), 2002, 23(1): 1-7.

[9] 方健文, 陈赵江, 杨朝霞, 等. 光热反射技术测量材料热扩散率的一种新方法[J]. 浙江师范大学学报: 自然科学版, 2007, 30(1): 6-10.

[10] 高椿明, 毕艳芳, 孙启明, 等. 压电技术测量热扩散率的精度分析[J]. 中国激光, 2009, 36(2): 426-429.

收稿日期: 2019-01-23

#### 作者简介



杨新圆(1980-), 男, 高级工程师, 硕士, 从事接触测温、热物性与热功率测量、湿度与水分测量、温度二次仪表等热学研究。

---

## 市场监管总局认可检测司举办国家质检中心发展研讨会

本刊讯 3月20日, 市场监管总局认可检测司在广州举办国家质检中心发展研讨会。来自市场监管系统内外的国家质检中心负责人, 广东省、广州市市场监管局代表共 60 余人参加会议。会议就国家质检中心定位、存在问题、改革方向等开展研讨, 围绕适应新形势, 服务经济发展、助推产业转型升级、维护市场公平竞争、营造良好市场环境等议题进行座谈。

3月21日至22日, 为了进一步推进检验检测机构整合工作, 认可检测司组织全国十余个省(市)质检机构负责人开展检验检测机构市场化集约化调研。调研组赴广州、深圳走访了广东质检院、广州质检院、广检集团、深圳市计量质量检测研究院等 4 家单位, 听取了 4 家单位关于改革发展实践经验的介绍, 围绕检验检测机构改革模式、政策支持、员工保障、构建现代化企业管理体系、存在困难和发展瓶颈等问题开展研讨, 为促进计量产业技术发展提供了有力支持。