

doi: 10.11823/j.issn.1674-5795.2019.03.11

固体材料热扩散率测量系统研究

周杨, 吕国义, 杨新圆, 金振涛, 唐亚曼

(航空工业北京长城计量测试技术研究所, 北京 100095)

摘要: 研制了基于激光闪光法的热扩散率测量装置, 利用机械泵和分子泵对炉内抽真空, 之后对炉膛进行加热, 采用大功率脉冲激光仪激励被测样品, 样品受激光照射的面温度升高, 热量开始传导向另一面, 红外探测器实时记录此温升变化过程, 温升信号经放大器放大后转换成电压信号输入至采集卡, 采集卡与电脑软件进行通讯, 自行编写的测量软件实时计算处理数据, 分析得到样品的热扩散率值。利用该系统对标准样品在 300 ~ 1300 °C 温度范围内进行了实验, 测量重复性小于 0.85%。

关键词: 热扩散率; 激光闪光; LabVIEW

中图分类号: TB94

文献标识码: A

文章编号: 1674-5795(2019)03-0060-05

Research on Thermal Diffusion Rate Measurement System of Solid Materials

ZHOU Yang, LYU Guoyi, YANG Xinyuan, JIN Zhentao, TANG Yaman

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

Abstract: A device for measuring thermal diffusivity based on laser flash method is developed. The furnace is vacuum-pumped by a mechanical pump and a molecular pump, then heated. The measured sample is stimulated by high-power pulsed laser instrument. The temperature of the sample increases on the laser irradiation surface, and the heat begins to transmit to the other side. The infrared detector records the temperature rise process in real time and converts it into electrical signal to input in an amplifier. After amplification, the voltage signal is input to the acquisition card and communicates with the computer software. The self-compiled measurement software calculates and processes the data in real time, and then gets the thermal diffusivity value of the sample. The system is used to test the standard sample in the temperature range of 300 ~ 1300 °C. The repeatability of the measurement is less than 0.85%.

Key words: thermal diffusion rate; laser flash; LabVIEW

0 引言

热扩散率是表征材料内部非稳态导热过程的重要热物理参数之一, 热扩散率的准确测量对新型材料的开发及应用具有重大意义。目前, 我国针对中低温范围的热扩散率测量技术已经相对成熟, 但是高温(900 °C 以上)热扩散率测量技术尚处于起步阶段, 国外文献中 Parker 和 Jenkins 提出了基于激光脉冲理论模型的固态材料热扩散率测量方法^[1-2], 但是此方法存在一定的不稳定性, 因为在高温条件下, 随温度的升高材料表面发射率减小, 反射率增大, 信噪比大幅度减小, 导致信号识别难度增大, 在很大程度上影响热扩散率的测量准确性。针对此问题, 本文开展了涵盖 300 ~ 1300 °C 温度范围的固体材料热扩散率测量系统的研究。

1 激光脉冲法的原理^[3-4]

利用可忽略脉宽的激光激励被测样品正面后, 热

量会迅速在样品内部扩散, 使背面温度迅速上升。经过一段时间后, 样品背面温度不再升高, 达到热平衡状态。在假设样品形状均匀、绝热、不透光、正面加热均匀且脉宽趋于零的条件下, 根据一维热传导方程

$$\frac{\partial^2 \theta}{\partial X^2} = \frac{1}{\alpha} \frac{\partial \theta}{\partial t} \quad (1)$$

可得无量纲温升 T 与傅里叶数 F_0 的关系为

$$T = \frac{\theta}{\theta_{\lim}} = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \cos(n\pi X) \exp(-n^2 \pi^2 F_0) \quad (2)$$

其中

$$X = \frac{x}{L} \quad (3)$$

$$F_0 = \frac{\alpha t}{L^2} \quad (4)$$

$$\theta_{\lim} = \frac{Q}{\rho CL} \quad (5)$$

式中: t 为时间, s; θ 为样品在 x 处的温升, °C; $\theta_{\lim}$ 为

样品受激光激励后背面的最大温升,℃; L 为样品厚度, m; x 为距样品正面的距离, m; a 为热扩散率, cm^2/s ; Q 为样品吸收的激励能量, J/m^2 ; ρ 为样品密度, kg/m^3 ; C 为样品比热, $\text{J}/(\text{kg} \cdot ^\circ\text{C})$ 。

因此, 在 $X=L$ 处

$$T = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp(-n^2 \pi^2 F_0)$$

(6)

可以得出最常用的热扩散率计算公式

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

(7)

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

2 标准装置的组成

热扩散率标准装置主要包括脉冲激光器、真空加热炉、光学系统(含光电触发系统)、信号测量系统、标准温度测量系统、控温系统、真空系统、冷却系统、控制平台等。标准装置模型如图 1 所示, 炉体为立式圆柱形, 安装在竖直位移机构上, 可沿竖直方向移动。光学系统与信号测量系统位于真空加热炉两侧(含外罩), 实现快速激光激励与实时信号采集。红外探测器安装在炉体顶部, 并可随炉体移动。真空系统密封性好, 保证了测量的稳定性。控制平台操作方便快捷, 智能化程度高。装置的结构如图 2 所示, 测量原理如图 3 所示。

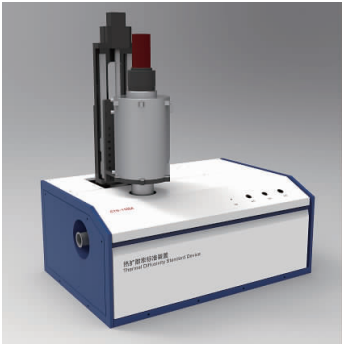


图 1 标准装置模型

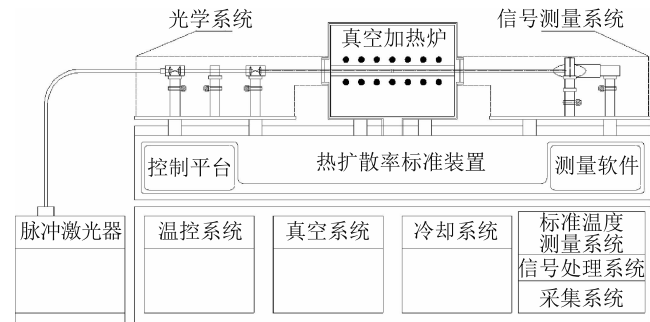


图 2 标准装置结构

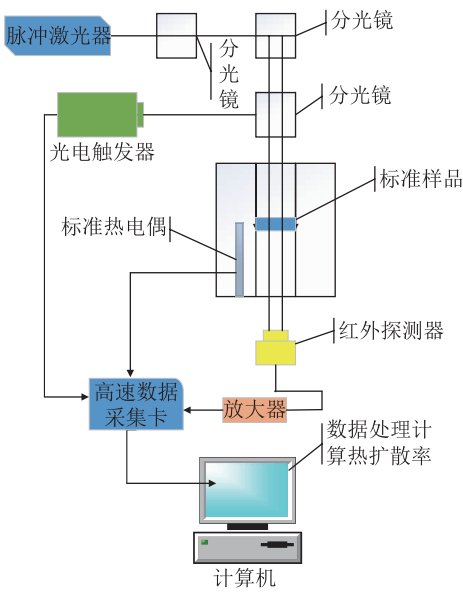


图 3 标准装置测量原理图

3 温升信号测量系统

温升信号测量系统负责信号的采集与处理。其中, 信号采集系统包括聚焦透镜、红外探测器、调节机构以及高速采集卡; 信号处理系统包括微弱信号放大调理电路和测量软件。

3.1 仿真实验

选择不锈钢为实验材料, 对其内部温度变化情况进行仿真。设定条件: 激光能量为 20 J, 激光持续时间为 3 ms, 初始炉温为 1100 ℃, 发射率为 1。仿真结果如图 4 和图 5 所示。

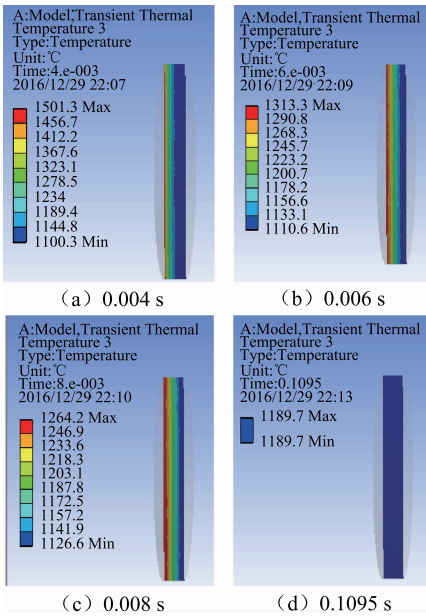


图 4 不同时间下的温度分布

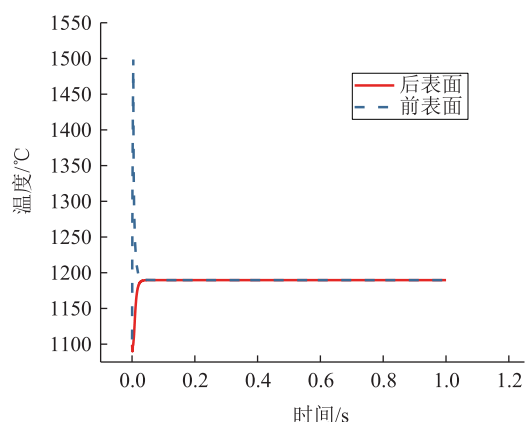


图5 理想状态下样品前后表面温度随时间的变化趋势

通过仿真实验得出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 ~ 110 ms。用同样的方法可得出刚玉的热扩散率范围为 $(0.01 \times 10^{-4} \sim 0.02 \times 10^{-4}) \text{ m}^2/\text{s}$, 对应半时间数范围为 200 ~ 400 ms; 紫铜的热扩散率约为 $(1.2 \times 10^{-4}) \text{ m}^2/\text{s}$, 对应半时间数为 28 ms。通过仿真结果可以看出, 不同材料的半时间数差异很大。为了保证半时间数的测量准确性, 采集卡的采集速率和运行效率需要满足较高要求。

3.2 红外探测器

装置的温度范围为 RT ~ 1300 °C, 根据维恩位移定律, 波长测量范围为 1.5 ~ 14 μm 。由于样品辐射功率范围为 $(3.89 \sim 2.94 \times 10^5) \text{ W}$, 计算得出探测器接收能量功率为 $(2 \times 10^{-6} \sim 2.35 \times 10^{-2}) \text{ W}$, 故探测器的分辨力应小于 $2 \times 10^{-10} \text{ W}$ 。根据测量要求, 选择探测器技术指标如表 1 所示。

表1 探测器技术指标

项目	指标
测量波长	1.0 ~ 14 μm
响应率	3 A/W
带宽	5 ~ 50 kHz
噪声	$(1 \times 10^{-11} \sim 2 \times 10^{-10}) \text{ W/Hz}$
视野范围	60°
测试窗口位置	底部
探测器型号	2 mm diaInSb Photodiode, 2 mm × 2 mm MCT12 detector

3.3 位移调节机构

位移调节机构主要用于调整能量汇聚透镜(凸透镜)与红外探测器之间的距离, 使探测窗口处于汇聚透镜的焦点上。利用两个固定环压紧汇聚透镜避免晃动,

红外探测器上下位置可调, 便于聚焦。位移调节机构剖面图如图 6 所示。

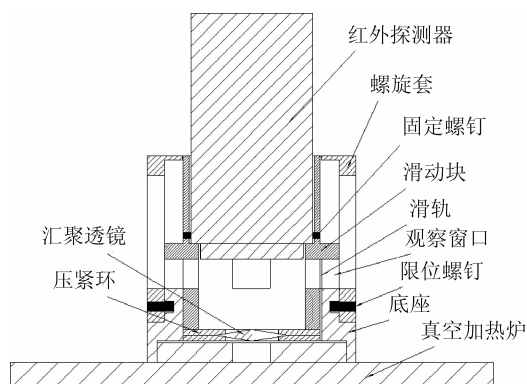


图6 位移调节结构剖面图

3.4 微弱信号放大调理

针对红外探测器输出信号微弱的特点, 设计微弱信号放大调理电路, 并对电路工艺进行设计, 使其能够将测量得到的 μA 级甚至 nA 级的微弱高频电流信号转化为电压信号并采集。本文研制的放大器不仅噪声较低、带宽范围较宽, 而且放大倍数选择范围更加广泛, 可设定为 50 ~ 2000 倍放大。各量程之间自动切换时, 为避免产生与电压和温度相关的增益误差、与漏电流相关的失调误差, 应用了开尔文开关技术, 即在各增益选择环路中引入两个开关, 一个用于将跨阻/运放输出连接到反馈网络, 另一个用于将反馈网络输出连接到下游元件, 开尔文开关电路原理图如图 7 所示。

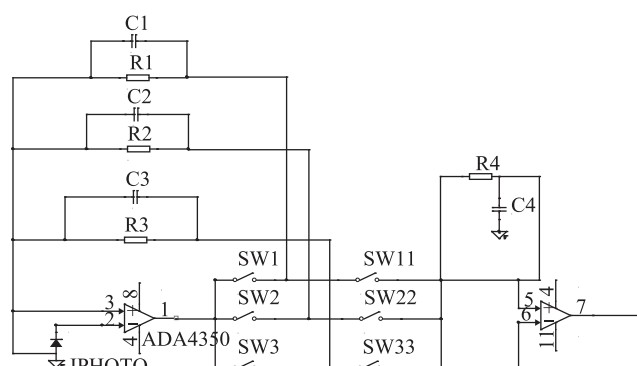


图7 开尔文开关选择增益

3.5 高速采集卡

根据仿真试验, 样品的升温时间分辨力要求达到 0.1 ms, 所以对采集卡的采样频率提出了较高要求。本套装置采集卡选用 NI MCC 高速采集卡, 采样性能可达 1 MHz, 16 bit, 并带有 16 M 数据缓存功能。该采集

卡可以同时读取温度传感器的温度信号和样品的温升电压信号。采集卡共4个通道,0通道采集装置内的温度信号,1通道作为有效信号模拟量的输入通道,2通道作为激光触发信号的输入通道。

3.6 高温条件下温升信号数据处理技术

1) 温升信号起点的确定

测量算法为:先监控真空炉内的标准温度,接近实验所需温度后,开始同时采集触发和温升两个通道的信号值,锁定触发信号最大值所对应的时间,将该时间作为温升信号的起点时间。实验测得的原始温升信号图如图8所示,经过滤波去噪处理后的温升信号图如图9所示。

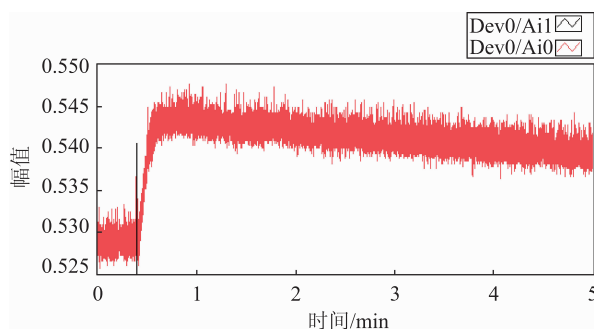


图8 原始温升信号图

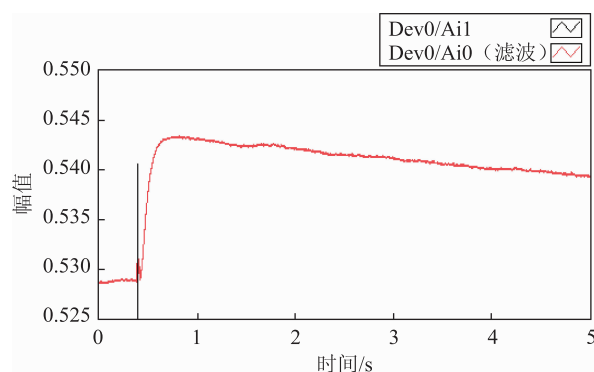


图9 经滤波去噪处理后的温升信号图

2) 温升信号滤波去噪

温升信号中的高频噪声会给测量结果带来较大误差,影响热扩散率测量的准确性。测得的原始信号频谱图中,噪声信号基本集中在大于等于25 Hz的频段,而且在30~60 Hz的频段有巨大的扰动。因此对原始信号进行了平滑滤波,之后对30~60 Hz的频段进行了带通滤波,最后进行了低通滤波。图10为原始温升信号的频谱图,图11为经滤波去噪后的频谱图,可以看出,此去噪方法消除了大部分的高频干扰,得到的温升曲线更平滑,更加接近理论曲线。

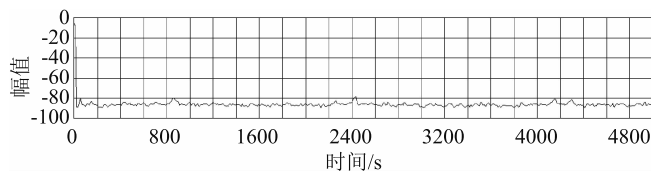


图10 原始温升信号功率谱

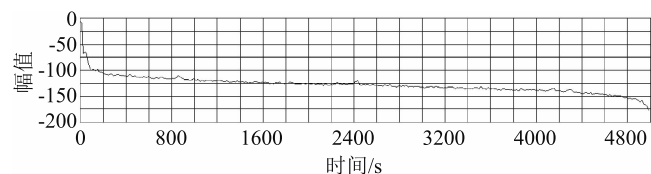


图11 滤波去噪后温升信号功率谱

3) 热扩散率的修正

激光闪光法利用的Paker模型是在热损失可以忽略不计的情况下建立的,然而实际过程中,热损失是不可避免的。因此,对热扩散率测量值进行合理修正是必要的。Cowan修正是一种根据冷却曲线数据进行修正的方法,是目前最常用的漏热修正方法之一,其公式为

$$a = \frac{w_{0.5} \times L^2}{t_{0.5}} \quad (8)$$

式中: $w_{0.5}$ 为修正系数,其值通过查表获得。

试样背面温升曲线如图12所示,根据此曲线分别求得 $t_{0.5}$, $T(5t_{0.5})/T(t_{0.5})$, $T(10t_{0.5})/T(t_{0.5})$ 的值。当 $T(10t_{0.5})/T(t_{0.5}) > 1.98$ 时,热损失可以忽略,此时取 $w_{0.5} = 0.139$,否则,查表获得 $w_{0.5}$ 的值,再依据式(8)对热扩散率进行修正。

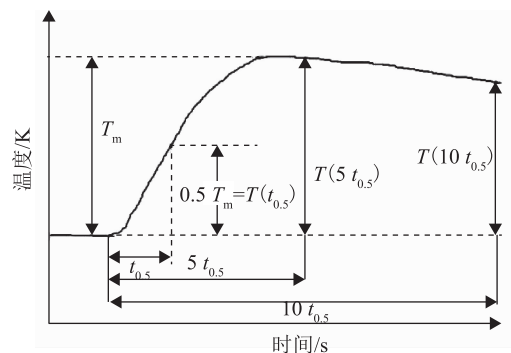


图12 试样背面温升曲线

3.7 测量软件

测量软件以LabVIEW为开发工具自行设计开发,与温度控制装置、标准温度测量模块、采集卡等实现通讯,自动化、智能化程度高,主要实现温度远程控制、标准温度自动读取、温升信号高速采集、数据计算及处理、结果分析存储等功能。控温系统的控温仪表采用SR23,信号传输方式为RS232,软件根据测量

温度设置控温仪表的 SV 值以及输出限制, 并且实时读取 PV 值, 读取周期与标准温度测量一致。并设置有紧急停止按钮, 避免出现突发危险。软件的数据处理模块对采集得到的温升信号数据进行计算与分析。

4 试验结果

选取不锈钢和石墨作为实验材料, 样品厚度分别为 1.7 mm 和 2.8 mm, 直径均为 10 mm。为增加不锈钢的发射率, 在其表面喷涂了一层厚度可忽略的水溶性黑漆。将样品放置在真空加热炉内密封, 用机械泵和分子泵将炉内抽真空, 当真空度达到 10^{-3} Pa 数量级后, 开始对炉内进行加热, 当真空炉内波动达到 $0.01 \sim 0.2$ °C/min 后, 开启大功率脉冲激光仪。样品受到外部热激励后, 受热面温度瞬时升高, 并开始纵向传导到样品的另一面。红外探测器实时记录温升变化情况, 温升信号经放大器放大后, 转换成电压信号输入至采集卡, 采集卡与电脑软件进行通讯, 实现对测量数据的实时处理, 计算得到样品的热扩散率值。

在软件内输入采样频率、采样个数、样品厚度、材料热膨胀系数、漏热修正类型等参数, 即可自动计算出材料的热扩散率。表 2 为测量系统的试验数据, 可以看出装置的重复性均小于 0.85%, 取得了良好的实验结果。

表 2 热扩散率试验数据

温度/°C	材料	热扩散率值 $/(cm^2 \cdot s^{-1})$	Cowan 修正值 $/(cm^2 \cdot s^{-1})$	重复性/%
300	奥氏体 不锈钢	0.4218	0.4088	0.14
400		0.4378	0.4299	0.31
500	石墨	0.2319	0.1883	0.35
800		0.1719	0.1583	0.38
1300		0.1285	0.1183	0.85

5 结论

本文研制的立式热扩散率标准装置外形美观、占地面积小、易操作、处理速度快, 智能化、信息化、自动化程度高, 解决了高温实验条件下传统方法因信

号识别不稳定导致的热扩散率测量不准确的难题, 经实验证明在 $300 \sim 1300$ °C 的温度范围内其测量重复性、准确性良好。未来将对更多种类的材料样品进行试验, 并在温度更高的环境下展开实验分析, 深入研究影响此装置不确定度评定的因素。

参 考 文 献

- [1] 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): 1679-1684.
- [2] Touloukian Y S, Buyco E H. Thermophysical Properties of Matter - the TPRC Data Series. [Z]. 1970.
- [3] 邱萍, 孙建平, 段宇宁. 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(z1): 82-85.
- [4] 薛健. 通用热扩散率测试技术的国际比对[J]. 粉末冶金材料科学与工程, 1998, 3(1): 65-66.
- [5] 刘建庆, 孙建平. 热扩散率测量中激光非均匀加热研究[J]. 计量技术, 2011, 11(2): 3-5.
- [6] 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.
- [7] 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.
- [8] 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.
- [9] 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.
- [10] 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.

收稿日期: 2018-12-23; 修回日期: 2019-02-12

作 者 简 介



周杨(1991-), 女, 助理工程师, 2015年毕业于中国地质大学(北京), 获工学学士学位; 2018年毕业于中国航空研究院, 获工学硕士学位。主要研究方向为热功率与热物性测量技术。