



## (12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109060876 B

(45) 授权公告日 2021.07.16

(21) 申请号 201811115590.7

(22) 申请日 2018.09.25

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 109060876 A

(43) 申请公布日 2018.12.21

(30) 优先权数据

62/597451 2017.12.12 US

(73) 专利权人 香港理工大学

地址 中国香港九龙红磡香港理工大学

(72) 发明人 姚海民 郭镇斌 沙文浩

(74) 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司 11227

代理人 张雪娇 赵青朵

(51) Int.Cl.

G01N 25/20 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 101470088 A, 2009.07.01

CN 103308550 A, 2013.09.18

CN 107144597 A, 2017.09.08

CN 1685224 A, 2005.10.19

UA 101979 U, 2015.10.12

EP 0347571 A2, 1989.12.27

RU 2328724 C1, 2008.07.10

JP H08211000 A, 1996.08.20

任成伟等. 铝基覆铜板导热系数测试方法. 《测控技术》. 2017, 第36卷(第10期), 第24-27页.

审查员 田冲冲

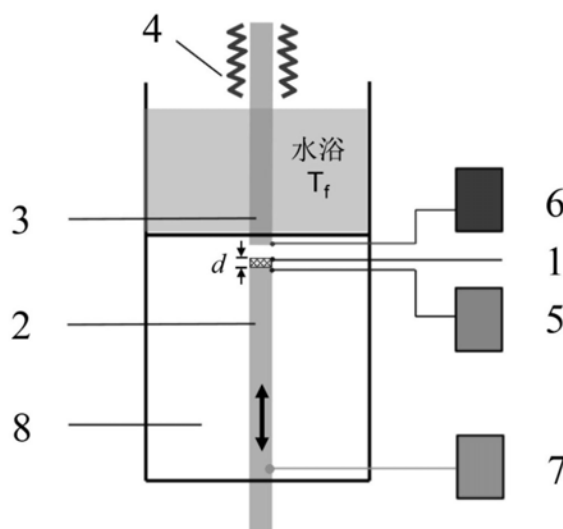
权利要求书2页 说明书9页 附图3页

(54) 发明名称

一种测量热导率的方法及设备

(57) 摘要

本发明提供了一种测量热导率的方法, 包括: S1) 将待测样品放置于参考材料的一端, 待测样品的初始温度为 $T_0$ ; S2) 加热待测样品不与参考材料接触的一端, 加热的温度为 $T_f$ ; S3) 监测待测样品与参考材料相接触位置温度的变化, 记录从某一温度 $T_1$ 增加到另一温度 $T_2$  ( $T_0 \leq T_1 < T_2 \leq T_f$ ) 所需的时间为 $\Delta t$ ; 根据 $\Delta t$ 、待测样品的厚度、参考材料的热扩散率及参考材料的热导率得到待测样品的热导率。与现有技术相比, 本发明利用已知性质的参考材料量化温度场的增加速率, 以还原待测样品的热性质, 因此本发明可用于测量具有小尺寸(毫米及亚毫米级)的待测样品, 还可用于测量未知其他性质如密度和热容量的待测样品的热导率, 且制备测量方法简单, 待测样品无需经特殊处理, 成本较低。



1. 一种测量热导率的方法,其特征在于,包括:

S1) 将待测样品放置于参考材料的一端,所述待测样品的初始温度为 $T_0$ ;

S2) 加热待测样品不与参考材料接触的一端,加热的温度为 $T_f$ ;

S3) 监测待测样品与参考材料相接触位置温度的变化,记录从温度 $T_1$ 增加到另一温度 $T_2$ 所需的时间 $\Delta t$ , $T_0 \leq T_1 < T_2 \leq T_f$ ;根据 $\Delta t$ 、待测样品的厚度、参考材料的热扩散率和热导率反求待测样品的热导率;

所述步骤S3)中通过归一化的式(I),得到待测样品和参考材料中的瞬态温度场:

$$\begin{cases} \bar{T}(\bar{x}, \bar{t}) = \sum_{n=0}^{\infty} \beta^n \left\{ \operatorname{erfc} \left[ \frac{(2n+1) + \bar{x}}{2\sqrt{\bar{\alpha}\bar{t}}} \right] - \beta \cdot \operatorname{erfc} \left[ \frac{(2n+1) - \bar{x}}{2\sqrt{\bar{\alpha}\bar{t}}} \right] \right\}, & (-1 < \bar{x} < 0) \\ \bar{T}(\bar{x}, \bar{t}) = (1 - \beta) \sum_{n=0}^{\infty} \beta^n \cdot \operatorname{erfc} \left[ \frac{(2n+1) + \bar{x}\sqrt{\bar{\alpha}}}{2\sqrt{\bar{\alpha}\bar{t}}} \right], & (\bar{x} > 0) \end{cases} \quad \text{式(I);}$$

其中,  $\beta = \frac{\sqrt{\bar{\alpha}} - \bar{k}}{\sqrt{\bar{\alpha}} + \bar{k}}$ , 式(I)中归一化方案为  $\bar{T} = \frac{T - T_0}{T_f - T_0}$ ,  $\bar{x} = \frac{x}{d}$ ,  $\bar{t} = \frac{\alpha_R t}{d^2}$ ,  $\bar{\alpha} = \frac{\alpha_s}{\alpha_R}$ ,  $\bar{k} = \frac{k_s}{k_R}$ ;

$k_s$ 为待测样品的热导率,  $k_R$ 为参考材料的热导率,  $\alpha_s$ 为待测样品的热扩散率,  $\alpha_R$ 为参考材料的热扩散率,  $d$ 为待测样品的厚度,  $x$ 为以待测样品与参考材料界面处为参考点的位置坐标,  $t$ 为从步骤S2加热时算起的时间;

由式(I)可得到 $x=0$ 处温度随时间的演变,再根据 $\bar{\rho}\bar{C}$ 与 $\bar{k}$ 的函数关系,得到待测样品的热导率,  $\bar{\rho}\bar{C}$ 为归一化的体积热容量;

$$\bar{\alpha} = \frac{\alpha_s}{\alpha_R} = \frac{k_s}{\rho_s C_s} \frac{\rho_R C_R}{k_R} = \frac{\bar{k}}{\bar{\rho}\bar{C}};$$

$\rho_s$ 为待测样品的密度,  $\rho_R$ 为参考材料的密度,  $C_s$ 为待测样品的热容量,  $C_R$ 为参考材料的热容量,  $\bar{\rho}\bar{C}$ 为归一化的容积热容量,  $\bar{k}$ 为归一化的热导率。

2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述参考材料选自铜或金。

3. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述待测样品的厚度和直径小于或等于1mm。

4. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,

使用测量热导率的设备测量,所述设备包括:

参考材料,所述参考材料的端部为样品台;

与参考材料相连的移动装置;

与样品台相对的可控温探针;

用于加热可控温探针的加热装置;

与样品台相接触的第一测温装置。

5. 根据权利要求4所述的方法,其特征在于,所述加热装置为液体加热装置。

6. 根据权利要求4所述的方法,其特征在于,还包括第二测温装置;所述第二测温装置与可控温探针相接触。

7. 根据权利要求4所述的方法,其特征在于,还包括真空测量室;所述样品台设置于真

空测量室中。

8. 根据权利要求4所述的方法, 其特征在于, 还包括第三测温装置; 所述第三测温装置与参考材料相接触。

## 一种测量热导率的方法及设备

[0001] 本申请要求于2017年12月12日提交美国专利局、申请号为62/597451、发明名称为“Method and Device to Measure Thermal Conductivity of Materials with Limited Size”的美国专利申请的优先权,其全部内容通过引用结合在本申请中。

### 技术领域

[0002] 本发明属于测量技术领域,尤其涉及一种测量小体积(毫米及亚毫米)材料热导率的方法及设备。

### 背景技术

[0003] 热导率是材料重要的物理性质之一,目前已经开发了多种技术用来测量材料的热导率,例如稳态法、 $3\omega$ 法、光声光热法、扫描热显微镜法和调制与时间分辨的热反射技术、瞬态热带法、显微拉曼光谱等。然而,这些方法具有各种各样的局限性,例如,稳态法和 $3\omega$ 法两者均需要在测量的样品上沉积金属层,这可能会影响样品的测量的性质;光声光热法需要在数据分析方面投入大量工作量;热显微镜法使用探针作为关键部件,探针的制造非常复杂且昂贵;瞬态热带技术虽然提供了用于测量固体、液体和气体的热导率的有效途径,然而,常规的瞬态热带实验需要在范围从10毫秒至几秒的时间窗内的大样本,并不适合小样品;而显微拉曼测量方法实验要求高且昂贵。

[0004] 由此可见,本领域需要具有一种易于实现并且使得能够测量具有小尺寸样品(毫米及亚毫米级)的热导率的技术。

### 发明内容

[0005] 有鉴于此,本发明要解决的技术问题在于提供一种测量热导率的设备及方法,该设备可用来测量小体积样品(毫米及亚毫米)的热导率。

[0006] 本发明提供了一种测量热导率的方法,其特征在于,包括:

[0007] S1) 将待测样品放置于参考材料的一端,所述待测样品的初始温度为 $T_0$ ;

[0008] S2) 加热待测样品不与参考材料接触的一端,加热的温度为 $T_f$ ;

[0009] S3) 监测待测样品与参考材料相接触位置温度的变化,记录从温度 $T_1$ 增加到另一温度 $T_2$ 所需的时间 $\Delta t$ ,  $T_0 \leq T_1 < T_2 \leq T_f$ ;根据 $\Delta t$ 、待测样品的厚度、参考材料的热扩散率和热导率反求待测样品的热导率。

[0010] 优选的,所述参考材料选自铜或金。

[0011] 优选的,所述步骤S3)中通过归一化的式(I),得到待测样品和参考材料中的瞬态温度场:

$$[0012] \quad \begin{cases} \bar{T}(\bar{x}, \bar{t}) = \sum_{n=0}^{\infty} \beta^n \left\{ \operatorname{erfc} \left[ \frac{(2n+1) + \bar{x}}{2\sqrt{\bar{\alpha}\bar{t}}} \right] - \beta \cdot \operatorname{erfc} \left[ \frac{(2n+1) - \bar{x}}{2\sqrt{\bar{\alpha}\bar{t}}} \right] \right\}, & (-1 < \bar{x} < 0) \\ \bar{T}(\bar{x}, \bar{t}) = (1 - \beta) \sum_{n=0}^{\infty} \beta^n \cdot \operatorname{erfc} \left[ \frac{(2n+1) + \bar{x}\sqrt{\bar{\alpha}}}{2\sqrt{\bar{\alpha}\bar{t}}} \right], & (\bar{x} > 0) \end{cases} \quad \text{式 (I)};$$

$$[0013] \quad \text{其中, } \beta = \frac{\sqrt{\bar{\alpha}} - \bar{k}}{\sqrt{\bar{\alpha}} + \bar{k}}, \text{式 (I) 中归一化方案为 } \bar{T} = \frac{T - T_0}{T_f - T_0}, \bar{x} = \frac{x}{d}, \bar{t} = \frac{\alpha_R t}{d^2}, \bar{\alpha} = \frac{\alpha_s}{\alpha_R},$$

$\bar{k} = \frac{k_s}{k_R}$ ;  $k_s$  为待测样品的热导率,  $k_R$  为参考材料的热导率,  $\alpha_s$  为待测样品的热扩散率,  $\alpha_R$  为参考材料的热扩散率,  $d$  为待测样品的厚度,  $x$  为以待测样品与参考材料界面处为参考点的位置坐标,  $t$  为从步骤 S2 加热时算起的时间。

[0014] 优选的, 由式 (I) 可得到  $x=0$  处温度随时间的演变, 再根据  $\bar{\rho}\bar{C}$  与  $\bar{k}$  的函数关系, 得到待测样品的热导率,  $\bar{\rho}\bar{C}$  为归一化的体积热容量。

[0015] 优选的, 所述待测样品的厚度和直径小于或等于 1mm。

[0016] 本发明还提供了一种测量热导率的设备, 包括:

[0017] 参考材料, 所述参考材料的端部为样品台;

[0018] 与参考材料相连的移动装置;

[0019] 与样品台相对的可控温探针;

[0020] 用于加热可控温探针的加热装置;

[0021] 与样品台相接触的第一测温装置。

[0022] 优选的, 所述加热装置为液体加热装置。

[0023] 优选的, 还包括第二测温装置; 所述第二测温装置与可控温探针相接触。

[0024] 优选的, 还包括真空测量室; 所述样品台设置于真空测量室中。

[0025] 优选的, 还包括第三测温装置; 所述第三测温装置与参考材料相接触。

[0026] 本发明提供了一种测量热导率的方法, 包括: S1) 将待测样品放置于参考材料的一端, 待测样品的初始温度为  $T_0$ ; S2) 加热待测样品不与参考材料接触的一端, 加热的温度为  $T_f$ ; S3) 监测待测样品与参考材料相接触位置温度的变化, 记录从某一温度  $T_1$  增加到另一温度  $T_2$  ( $T_0 \leq T_1 < T_2 \leq T_f$ ) 所需的时间为  $\Delta t$ ; 根据  $\Delta t$ 、待测样品的厚度、参考材料的热扩散率及参考材料的热导率得到待测样品的热导率。与现有技术相比, 本发明利用已知性质的参考材料量化温度场的增加速率, 以还原待测样品的热性质, 因此本发明可用于测量具有小尺寸 (毫米及亚毫米级) 的待测样品, 还可用于测量未知其他性质如密度和热容量的待测样品的热导率, 且制备测量方法简单, 待测样品无需经特殊处理, 成本较低。

## 附图说明

[0027] 图1为本发明提供的测量热导率设备的结构示意图;

[0028] 图2为本发明提供的测量热导率方法基于一维热传导模型;

[0029] 图3为本发明实施例1、实施例2中热导率与容积热容量的阿什比图; 其中, 所有值以铜的性质为参考值进行了归一化;

[0030] 图4为本发明实施例1中针对 $\bar{\rho C}$ 值范围内的关于 $\bar{k}$ 和 $x=0$ 处的温度从 $\bar{T}=0.1$ 增加到 $\bar{T}=0.3$ 所用的时间关系图;

[0031] 图5为本发明实施例2中针对 $\bar{\rho C}$ 值范围内的关于 $\bar{k}$ 和在 $x=0$ 处的温度从 $\bar{T}=0$ 增加到 $\bar{T}=0.1$ 所用的时间关系图。

### 具体实施方式

[0032] 下面将结合本发明实施例,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述。显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0033] 本发明提供了一种测量热导率的设备,包括:

[0034] 参考材料,所述参考材料的端部为样品台,用于放置待测样品;

[0035] 与参考材料相连的移动装置;

[0036] 与样品台相对应的可控温探针;

[0037] 用于加热可控温探针的加热装置;

[0038] 与样品台相接触的第一温度计。

[0039] 参见图1,图1为本发明提供的测量热导率设备的结构示意图,其中1为待测样品,2为参考材料,3为可控温探针,4为加热装置,5为第一温度计,6为第二温度计,7为第三温度计。

[0040] 本发明提供的测量热导率的设备包括参考材料,所述参考材料的端部为样品台,用于放置待测样品;所述参考材料为本领域技术人员熟知的已知性质的材料即可,并无特殊的限制,本发明中优选为比待测样品热导率至少大一个数量级的材料,更优选为比待测样品热导率大一个数量级的材料,再优选为比待测样品热导率大一个数量级的已知热扩散率及热导率的固体材料,更优选为铜或金;所述参考材料沿样品台垂直方向的长度优选比待测样品的厚度大于或等于2~3个数量级,即测量具有小尺寸(毫米及亚毫米级)的待测样品,所述参考材料沿样品台垂直方向的长度优选为大于或等于10cm。

[0041] 所述样品台连接有第一测温装置,用于监测待测样品与参考材料接触部位的变化;所述第一测温装置为本领域技术人员熟知的灵敏测温装置即可,并无特殊的限制,本发明中优选为热电偶温度计。

[0042] 与样品台相对应的为可控温探针,所述可控温探针和可移动样品台共同作用夹紧待测样品,为待测样品提供恒温热源;所述可控温探针的材料为本领域人员熟知的材料即可,并无特殊的限制,本发明中优选为与参考材料相同。

[0043] 所述可控温探针上设置有加热装置,用以加热可控温探针;所述加热装置为本领域技术人员熟知的加热装置即可,并无特殊的限制,本发明中优选为液体加热装置,以为实验提供稳定的温度;所述液体加热装置中的液体优选为具有高比热容的液体,更优选为水;在本发明中,所述液体加热装置优选包括控温系统、加热线圈与液体;所述加热线圈可直接用来加热探针,再以液体保温,还可用来直接加热液体,再以液体使探针升温,并无特殊的限制;所述可控温探针位于液体中,且所述参考材料并不与液体相接触。

[0044] 按照本发明,优选还包括第二测温装置;所述第二测温装置优选与可控温探针相接触,更优选与可控温探针与待测样品相接触的端部相接触,以检测可控温探针加热待测样品的温度。

[0045] 按照本发明,为减少测量误差,使测量更准确,优选还包括真空测量室,所述样品台置于真空测量室中,更优选所述参考材料位于真空测量室中。

[0046] 按照本发明,优选还包括第三测温装置;所述第三测温装置与参考材料相接触,更优选与位于真空测量室中远离样品一端的参考材料相接触。通过监测测量过程中第三测温装置的温度是否始终保持在初始温度 $T_0$ ,以确保整个测量过程的测量条件符合预期热传导条件。如果第三测温装置探测到的温度超过 $T_0$ ,说明热量已经传导到参考材料底端,不符合测量条件,需改变 $T_1$ 、 $T_2$ 重新测量。

[0047] 本发明还提供了一种测量热导率的方法,该方法使用上述的设备,包括:S1)将待测样品放置于参考材料的一端,所述待测样品的初始温度为 $T_0$ ;S2)加热待测样品不与参考材料接触的一端,加热的温度为 $T_f$ ;S3)监测待测样片与参考材料相接触位置温度的变化,记录从温度 $T_1$ 增加到 $T_2$ 的时间为 $\Delta t$ ;  $T_0 \leq T_1 < T_2 \leq T_f$ ,根据 $\Delta t$ 、待测样品的厚度、参考材料的热扩散率及参考材料的热导率得到待测样品的热导率。

[0048] 参见图2,图2为本发明提供的测量热导率方法基于的一维热传导模型,其中厚度为 $d$ 的待测样品与沿 $x$ 方向具有无限尺寸的参考材料接触。

[0049] 其中,本发明对所有原料的来源并没有特殊的限制,为市售或自制均可;所述参考材料为本领域技术人员熟知的参考材料即可,并无特殊的限制。

[0050] 将待测样品固定与参考材料的一端,所述待测样品的初始温度为 $T_0$ ;所述 $T_0$ 优选为 $10 \sim 30^\circ\text{C}$ 。

[0051] 加热待测样品不与参考材料接触的一端,优选利用可控温探针加热待测样品,更优选先将可控温探针加热,检测其温度,当其温度稳定为 $T_f$ 再加热待测样品;所述 $T_f$ 优选为 $30 \sim 90^\circ\text{C}$ 。

[0052] 监测待测样片与参考材料相接触位置温度的变化,记录从温度 $T_1$ 增加到 $T_2$ 的时间为 $\Delta t$ ;  $T_0 \leq T_1 < T_2 \leq T_f$ ,根据 $\Delta t$ 、待测样品的厚度、参考材料的热扩散率及参考材料的热导率得到待测样品的热导率。

[0053] 最初,待测样品与参考材料整个系统的温度是均匀的并等于 $T_0$ ,在时间 $t=0$ 时,待测样品表面的温度立即增加到 $T_f$ 并且一直保持,由于热传导,待测样品与参考材料中的温度降增加。温度的增加速率取决于待测样品和参考材料的热性质,包括它们的热导率和热容量。对于具有已知性质的参考材料,可通过量化温度场的增加速率,进而还原待测样品的热性质。

[0054] 按照本发明,优选通过归一化的式(I),得到待测样品( $-1 < \bar{x} < 0$ )和参考材料( $\bar{x} > 0$ )中的瞬态温度场:

$$[0055] \quad \begin{cases} \bar{T}(\bar{x}, \bar{t}) = \sum_{n=0}^{\infty} \beta^n \left\{ \operatorname{erfc} \left[ \frac{(2n+1) + \bar{x}}{2\sqrt{\alpha \bar{t}}} \right] - \beta \cdot \operatorname{erfc} \left[ \frac{(2n+1) - \bar{x}}{2\sqrt{\alpha \bar{t}}} \right] \right\}, & (-1 < \bar{x} < 0) \\ \bar{T}(\bar{x}, \bar{t}) = (1 - \beta) \sum_{n=0}^{\infty} \beta^n \cdot \operatorname{erfc} \left[ \frac{(2n+1) + \bar{x}\sqrt{\alpha}}{2\sqrt{\alpha \bar{t}}} \right], & (\bar{x} > 0) \end{cases} \quad \text{式(I);}$$

[0056] 其中,  $\beta = \frac{\sqrt{\bar{\alpha}} - \bar{k}}{\sqrt{\bar{\alpha}} + \bar{k}}$ , 式 (I) 中归一化方案为  $\bar{T} = \frac{T - T_0}{T_f - T_0}$ ,  $\bar{x} = \frac{x}{d}$ ,  $\bar{t} = \frac{\alpha_R t}{d^2}$ ,  $\bar{\alpha} = \frac{\alpha_s}{\alpha_R}$ ,

$\bar{k} = \frac{k_s}{k_R}$ ;  $k_s$  为待测样品的热导率,  $k_R$  为参考材料的热导率,  $\alpha_s$  为待测样品的热扩散率,  $\alpha_R$  为参考材料的热扩散率,  $d$  为待测样品的厚度,  $x$  为从待测样品与参考材料接触部位开始沿参考材料方向的长度,  $t$  为时间, 从可控温探针开始加热待测样品算起。

[0057] 其中, 热扩散率  $\alpha$  为热导率  $k$ 、密度  $\rho$  和热容量  $C$  的函数,  $\alpha_s = \frac{k_s}{\rho_s C_s}$ ,  $\alpha_R = \frac{k_R}{\rho_R C_R}$ 。

[0058] 更具体地,  $x=0$  处的温度演变为下面式 (II) 所示:

$$[0059] \quad \bar{T}_{|x=0}(\bar{t}) = (1 - \beta) \sum_{n=0}^{\infty} \beta^n \cdot \operatorname{erfc} \left[ \frac{(2n+1)}{2\sqrt{\bar{\alpha}\bar{t}}} \right] \quad \text{式 (II)}$$

[0060] 由于  $\bar{\alpha} = \frac{\alpha_s}{\alpha_R} = \frac{k_s}{\rho_s C_s} \frac{\rho_R C_R}{k_R} = \frac{\bar{k}}{\bar{\rho}\bar{C}}$ , 因此通过式 (II) 给出的温度随时间的变化仅取决于归一化的容积热容量  $\bar{\rho}\bar{C}$  和归一化的热导率  $\bar{k}$ 。也就是说, 该处温度从某温度  $T_1$  上升到  $T_2$  的时间也可以从式 (II) 计算得到 ( $T_0 \leq T_1 < T_2 \leq T_f$ )。这个时间间隔  $\Delta t$  或其归一化值

$\Delta \bar{t} = \frac{\alpha_R \Delta t}{d^2}$  是归一化容积热容量  $\bar{\rho}\bar{C}$  和归一化的热导率  $\bar{k}$  的函数。如果  $\Delta \bar{t}$  刚好位于对容积热容量  $\bar{\rho}\bar{C}$  不敏感的区域, 就可以直接从  $\Delta \bar{t}$  计算得到相对应  $\bar{k}$ , 则样品的真实热导率为  $\bar{k}k_R$ ; 如

获得的  $\bar{k}$  位于容积热容量敏感区域, 则热导率是不确定的, 因为该热导率对待测样品的未知的容积热容量也是敏感的。(实施例1中以  $\bar{k} = 0.1$  为界线, 实施例2中以  $\bar{k} = 0.01$  为界线) 更具体地, 上述式 (I) 与式 (II) 的具体理论推导过程如下:

[0061] 最初, 整个系统的温度场均匀地等于  $T_0$ 。在时间  $t=0$  时, 待测样品表面 ( $x=-d$  或者  $\bar{x}=-1$ ) 处的温度瞬间增加到  $T_f$  并且一直保持。由于没有内部热源, 因此温度场  $T(x, t)$  的演变应当满足通过以下给出的控制方程:

$$[0062] \quad \begin{cases} \frac{\partial T}{\partial t} = \alpha_s \frac{\partial^2 T}{\partial x^2}, & (-d \leq x \leq 0) \\ \frac{\partial T}{\partial t} = \alpha_R \frac{\partial^2 T}{\partial x^2}, & (x \geq 0) \end{cases} \quad \text{(A1)}$$

[0063] 其中,  $\alpha_s = \frac{k_s}{\rho_s C_s}$  和  $\alpha_R = \frac{k_R}{\rho_R C_R}$  分别是待测样品和参考材料的热扩散率。  $k$ 、 $\rho$ 、 $C$  分别是热导率、密度和热容量。

[0064] 引入  $\bar{T} = \frac{T - T_0}{T_f - T_0}$ 、 $\bar{x} = \frac{x}{d}$ 、 $\bar{t} = \frac{\alpha_R t}{d^2}$ 、 $\bar{\alpha} = \frac{\alpha_s}{\alpha_R}$ , 可以将式 (A1) 归一化为:



$$[0065] \quad \begin{cases} \frac{\partial \bar{T}}{\partial \bar{t}} = \bar{\alpha} \frac{\partial^2 \bar{T}}{\partial \bar{x}^2}, & (-1 \leq \bar{x} \leq 0) \\ \frac{\partial \bar{T}}{\partial \bar{t}} = \frac{\partial^2 \bar{T}}{\partial \bar{x}^2}, & (\bar{x} \geq 0) \end{cases} \quad (A2)$$

[0066] 边界条件表明：

$$[0067] \quad \bar{T}(-1, \bar{t}) = 1, \bar{T}(\infty, \bar{t}) = 0,$$

[0068] 而初始条件要求：

$$[0069] \quad \bar{T}(\bar{x}, 0) = 0, (\bar{x} > -1)。$$

[0070] 在待测样品与参考材料的界面上，具有：

$$[0071] \quad \bar{k} \frac{\partial \bar{T}(0^-, \bar{t})}{\partial \bar{x}} = \frac{\partial \bar{T}(0^+, \bar{t})}{\partial \bar{x}}, \quad \bar{T}(0^-, \bar{t}) = \bar{T}(0^+, \bar{t})$$

[0072] 这里， $\bar{k} = \frac{k_s}{k_R}$ 。对式 (A2) 的两侧均进行拉普拉斯变换，产生：

$$[0073] \quad \begin{cases} \frac{\partial^2 \tilde{T}}{\partial \bar{x}^2} = \frac{s}{\bar{\alpha}} \tilde{T} & (-1 \leq \bar{x} \leq 0) \\ \frac{\partial^2 \tilde{T}}{\partial \bar{x}^2} = s \tilde{T}, & (\bar{x} \geq 0) \end{cases} \quad (A3)$$

[0074] 这里， $\tilde{T}(\bar{x}, s)$ 指的是 $\bar{T}(\bar{x}, \bar{t})$ 的拉普拉斯变换。具体定义如下：

$$[0075] \quad \tilde{T}(\bar{x}, s) = L[\bar{T}(\bar{x}, \bar{t})] = \int_0^\infty \bar{T}(\bar{x}, \bar{t}) e^{-s\bar{t}} d\bar{t}。$$

[0076] 式 (A3) 的通解被给出为：

$$[0077] \quad \begin{cases} \tilde{T}(\bar{x}, s) = A e^{\bar{x} \sqrt{\frac{s}{\bar{\alpha}}}} + B e^{-\bar{x} \sqrt{\frac{s}{\bar{\alpha}}}} & (-1 \leq \bar{x} \leq 0) \\ \tilde{T}(\bar{x}, s) = C e^{-\bar{x} \sqrt{s}} & (\bar{x} \geq 0) \end{cases} \quad (A4)$$

[0078] 经拉普拉斯变换的边界条件和连续性条件被给出为：

$$[0079] \quad \begin{cases} \tilde{T}(0^-, s) = \tilde{T}(0^+, s) \\ \bar{k} \frac{\partial \tilde{T}(0^-, s)}{\partial \bar{x}} = \frac{\partial \tilde{T}(0^+, s)}{\partial \bar{x}} \\ \tilde{T}(-1, s) = 1/s \end{cases} \quad (A5)$$

[0080] 将式 (A4) 代入式 (A5)，得到：

$$[0081] \quad \begin{cases} A + B = C \\ \bar{k} (A \sqrt{s/\bar{\alpha}} - B \sqrt{s/\bar{\alpha}}) = -\sqrt{s/\bar{\alpha}} C \\ A e^{-\sqrt{s/\bar{\alpha}}} + B e^{\sqrt{s/\bar{\alpha}}} = 1/s \end{cases} \quad (A6)$$

[0082] 针对未知数A、B、C对式 (A5) 进行求解，得到：

$$[0083] \quad \begin{cases} A = \frac{-\beta}{s} \left( e^{\sqrt{s/\bar{\alpha}}} - \beta e^{-\sqrt{s/\bar{\alpha}}} \right)^{-1} \\ B = \frac{1}{s} \left( e^{\sqrt{s/\bar{\alpha}}} - \beta e^{-\sqrt{s/\bar{\alpha}}} \right)^{-1} \\ C = \frac{1-\beta}{s} \left( e^{\sqrt{s/\bar{\alpha}}} - \beta e^{-\sqrt{s/\bar{\alpha}}} \right)^{-1} \end{cases} \quad (A7)$$

[0084] 其中,  $\beta = \frac{\sqrt{\bar{\alpha}} - \bar{k}}{\sqrt{\bar{\alpha}} + \bar{k}}$ 。由于对于  $|x| < 1$  的任何  $x$ ,  $\frac{1}{1-x} = 1 + x + x^2 + \dots = \sum_{n=0}^{\infty} x^n$ , 因此有:

$$[0085] \quad \frac{1}{e^{\sqrt{s/\bar{\alpha}}} - \beta e^{-\sqrt{s/\bar{\alpha}}}} = \frac{e^{-\sqrt{s/\bar{\alpha}}}}{1 - \beta e^{-2\sqrt{s/\bar{\alpha}}}} = \sum_{n=0}^{\infty} \beta^n e^{-(2n+1)\sqrt{s/\bar{\alpha}}} \quad (A8)$$

[0086] 将式 (A8) 代入式 (A7) 中, 得到:

$$[0087] \quad \begin{cases} A = \frac{-\beta}{s} \cdot \sum_{n=0}^{\infty} \beta^n e^{-(2n+1)\sqrt{s/\bar{\alpha}}} \\ B = \frac{1}{s} \cdot \sum_{n=0}^{\infty} \beta^n e^{-(2n+1)\sqrt{s/\bar{\alpha}}} \\ C = \frac{1-\beta}{s} \cdot \sum_{n=0}^{\infty} \beta^n e^{-(2n+1)\sqrt{s/\bar{\alpha}}} \end{cases}$$

[0088] 因此, 式 (A4) 可以被改写为:

$$[0089] \quad \begin{cases} \tilde{T}(\bar{x}, s) = \sum_{n=0}^{\infty} \beta^n \left[ \frac{1}{s} \cdot e^{-\frac{\sqrt{s}}{\bar{\alpha}}[(2n+1)+\bar{x}]} - \frac{\beta}{s} \cdot e^{-\frac{\sqrt{s}}{\bar{\alpha}}[(2n+1)-\bar{x}]} \right] & (-1 \leq \bar{x} \leq 0) \\ \tilde{T}(\bar{x}, s) = \frac{1-\beta}{s} \sum_{n=0}^{\infty} \beta^n e^{-\frac{\sqrt{s}}{\bar{\alpha}}[(2n+1)+\bar{x}]\sqrt{\bar{\alpha}}} & (\bar{x} \geq 0) \end{cases} \quad (A9)$$

[0090] 对式 (A9) 的两侧均进行拉普拉斯变换的反演, 得到:

$$[0091] \quad \begin{cases} \bar{T}(\bar{x}, \bar{t}) = \sum_{n=0}^{\infty} \beta^n \left\{ \operatorname{erfc} \left[ \frac{(2n+1)+\bar{x}}{2\sqrt{\bar{\alpha}\bar{t}}} \right] - \beta \cdot \operatorname{erfc} \left[ \frac{(2n+1)-\bar{x}}{2\sqrt{\bar{\alpha}\bar{t}}} \right] \right\}, & (-1 < \bar{x} < 0) \\ \bar{T}(\bar{x}, \bar{t}) = (1-\beta) \sum_{n=0}^{\infty} \beta^n \cdot \operatorname{erfc} \left[ \frac{(2n+1)+\bar{x}\sqrt{\bar{\alpha}}}{2\sqrt{\bar{\alpha}\bar{t}}} \right], & (\bar{x} > 0) \end{cases} \quad (A10)$$

[0092] 特别地, 在界面  $\bar{x} = 0$  处的温度  $\bar{T}$  (归一化) 随时间  $\bar{t}$  (归一化) 的演变由下式给出:

$$[0093] \quad \bar{T}_{|\bar{x}=0}(\bar{t}) = (1-\beta) \sum_{n=0}^{\infty} \beta^n \cdot \operatorname{erfc} \left[ \frac{(2n+1)}{2\sqrt{\bar{\alpha}\bar{t}}} \right] \quad (A11)$$

[0094] 本发明利用已知性质的参考材料量化温度场的增加速率, 以还原待测样品的热性质, 因此本发明可用于测量小尺寸的待测样品, 尤其是毫米级及亚毫米级的样品, 还可用于测量未知其他性质如密度和热容量的待测样品的热导率, 且制备测量方法简单, 待测样品无需经特殊处理, 成本较低。

[0095] 为了进一步说明本发明, 以下结合实施例对本发明提供的一种测量热导率的设备

及方法进行详细描述。

[0096] 以下实施例中所用的材料和部件均为市售。

[0097] 实施例1

[0098] 1.1将待测样品直径为3mm、厚度为1mm的商业产品310不锈钢圆片放置在直径为3mm的样品台(参考材料的端部,参考材料为铜,长度为10cm)上,样品台与第一测温装置(热电偶温度计)连接。

[0099] 1.2通过加热线圈来加热水浴,直到第二测温装置(热电偶温度计)上的读数达到所需温度 $T_f$ (例如75℃)为止。利用温度控制系统在整个测试时段期间保持该温度。

[0100] 1.3在初始温度 $T_0$ (例如,25℃)与最终温度 $T_f$ (例如,75℃)之间选择两个点用于进行时间间隔检查。例如,可以选择与归一化的温度 $\bar{T} = 0.1$ 和 $\bar{T} = 0.3$ 相对应的 $T_1 = 30^\circ\text{C}$ 和 $T_2 = 40^\circ\text{C}$ 。

[0101] 1.4升高样品台以使可控温探针与待测样品紧密接触。监测第一测温装置(热电偶温度计)上的读数的变化。记录第一测温装置(热电偶温度计)上温度从 $T_1 = 30^\circ\text{C}$ 增加到 $T_2 = 40^\circ\text{C}$ 需要的时间间隔( $\Delta t$ )。

[0102] 1.5计算归一化的时间间隔 $\Delta \bar{t} = \frac{\alpha_R \Delta t}{d^2}$ ,其中, $\alpha_R$ 是参考材料(铜)的热扩散率。通过将铜作为参考材料,一些具有代表性的材料的 $\bar{\rho C}$ 和 $\bar{k}$ 的值在图3中示出。对于大多数材料,归一化的容积热容量 $\bar{\rho C}$ 被估计为在从0.03至1.5的范围内。

[0103] 对于给定的 $\bar{\rho C}$ 和 $\bar{k}$ ,式(II)给出了 $x=0$ 处的温度随时间的演变,即可估计 $x=0$ 处的温度从一个值变化到另一个值所用的时间。例如,图4示出了针对 $\bar{\rho C}$ 值范围内的关于 $\bar{k}$ 和在 $x=0$ 处的温度从 $\bar{T} = 0.1$ 增加到 $\bar{T} = 0.3$ 所用的时间的关系。图4表明,在 $\bar{\rho C}$ (0.03~1.5)的合理范围内, $x=0$ 处的温度从 $\bar{T} = 0.1$ 增加到 $\bar{T} = 0.3$ 所用的时间间隔对 $\bar{\rho C}$ 值不敏感,尤其是当 $\bar{k}$ 小于0.1时。基于该特征,即使相关 $\bar{\rho C}$ 未知,也可以根据时间间隔 $\Delta \bar{t}$ 来确定未知样品的 $\bar{k}$ 值。

[0104] 1.6根据获得的 $\Delta \bar{t}$ ,通过使用图4来确定对应的 $\bar{k}$ 。

[0105] 1.7如果获得的 $\bar{k}$ 小于0.1,则待测样品的热导率为 $\bar{k}k_R$ ,其中, $k_R$ 为参考材料(铜)的热导率。否则,如果获得的 $\bar{k}$ 大于0.1,则热导率是不确定的,因为该热导率对样品未知的容积热容量也是敏感的。

[0106] 实施例2

[0107] 2.1将待测样品直径为3mm、厚度为0.8-1.2mm的实验室制备复合材料圆片放置在直径为3mm的样品台(参考材料的端部,参考材料为铜,长度为10cm)上,样品台与第一测温装置(热电偶温度计)连接。

[0108] 2.2通过加热线圈来加热水浴,直到第二测温装置(热电偶温度计)上的读数达到所需温度 $T_f$ (例如40℃)为止。利用温度控制系统在整个测试时段期间保持该温度。

[0109] 2.3在初始温度 $T_0$ (例如,20℃)与最终温度 $T_f$ (例如,40℃)之间选择两个点用于进行时间间隔检查。例如,可以选择与归一化的温度 $\bar{T} = 0$ 和 $\bar{T} = 0.1$ 相对应的 $T_1 = 20^\circ\text{C}$ 和 $T_2 =$

22℃。

[0110] 2.4升高样品台以使可控温探针与待测样品紧密接触。监测第一测温装置(热电偶温度计)上的读数的变化。记录第一测温装置(热电偶温度计)上温度从 $T_1=20^{\circ}\text{C}$ 增加到 $T_2=22^{\circ}\text{C}$ 需要的时间间隔( $\Delta t$ )。

[0111] 2.5计算归一化的时间间隔 $\Delta \bar{t} = \frac{\alpha_R \Delta t}{d^2}$ ,其中, $\alpha_R$ 是参考材料(铜)的热扩散率。通过将铜作为参考材料,一些具有代表性的材料的 $\bar{\rho C}$ 和 $\bar{k}$ 的值在图3中示出。对于大多数材料,归一化的容积热容量 $\bar{\rho C}$ 被估计为在从0.03至1.5的范围内。

[0112] 对于给定的 $\bar{\rho C}$ 和 $\bar{k}$ ,式(II)给出了 $x=0$ 处的温度随时间的演变,即可估计 $x=0$ 处的温度从一个值变化到另一个值所用的时间。例如,图5示出了针对 $\bar{\rho C}$ 值范围内的关于 $\bar{k}$ 和在 $x=0$ 处的温度从 $\bar{T}=0$ 增加到 $\bar{T}=0.1$ 所用的时间的关系。图5表明,在 $\bar{\rho C}$ (0.03~1.5)的合理范围内, $x=0$ 处的温度从 $\bar{T}=0$ 增加到 $\bar{T}=0.1$ 所用的时间间隔对 $\bar{\rho C}$ 值不敏感,尤其是当 $\bar{k}$ 小于0.01时。基于该特征,即使相关 $\bar{\rho C}$ 未知,也可以根据时间间隔 $\Delta \bar{t}$ 来确定未知样品的 $\bar{k}$ 值。

[0113] 2.6根据获得的 $\Delta \bar{t}$ ,通过使用图5来确定对应的 $\bar{k}$ 。

[0114] 2.7如果获得的 $\bar{k}$ 小于0.01,则待测样品的热导率为 $\bar{k}k_R$ ,其中, $k_R$ 为参考材料(铜)的热导率。否则,如果获得的 $\bar{k}$ 大于0.01,则热导率是不确定的,因为该热导率对样品的未知的容积热容量也是敏感的。

[0115] 采用本发明的热导率测量仪和测量方法测量热导率的实施例1、实施例2的结果如表1所示。

[0116] 表1:实施例1、实施例2的测量结果

| 实施例   | 实施测得热<br>导率<br>(Min) | 实施测得热<br>导率<br>(Max) | Flashline 2000<br>热性能分析仪<br>测得热导率<br>(W/(m·K)) | 材料热容量<br>(J/(kg·K)) | 材料密度<br>(kg/m <sup>3</sup> ) |
|-------|----------------------|----------------------|------------------------------------------------|---------------------|------------------------------|
|       | (W/(m·K))            | (W/(m·K))            |                                                |                     |                              |
| 实施例 1 | 9.46                 | 10.54                | 11.25                                          | 431.5               | $7.75 \times 10^3$           |
| 实施例 2 | 1.62                 | 1.86                 | 1.90                                           | 1065                | $1.52 \times 10^3$           |

[0118] 本发明的实施例1和实施例2所测得的热导率略低于基于激光闪光法的商业Flashline2000热性能分析仪在实验室测得的热导率值,这是由于实施例的实际测试条件为非真空并伴有仪器本身的阶段性局限。另外使用基于激光闪光法的Flashline 2000热性能分析仪测量材料的热导率需要测量待测样品的热容量和密度,而本发明所提供的热导率测量方法不需要待测样品的其他材料信息,使得测量成本更低且更为简便。

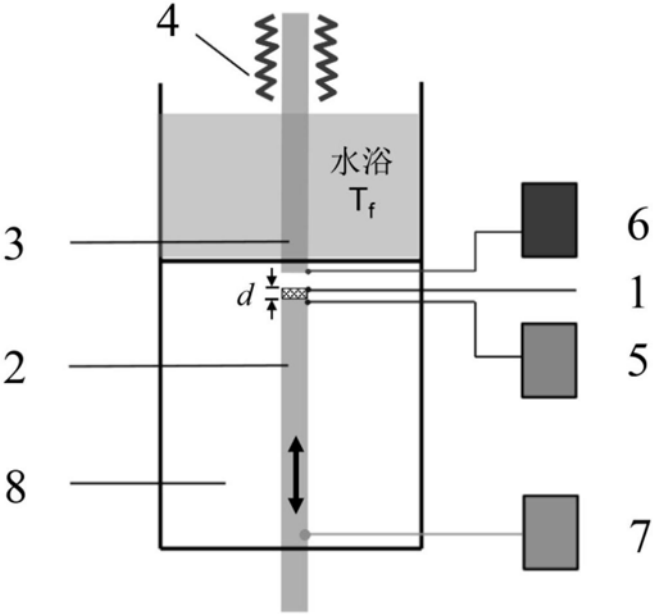


图1

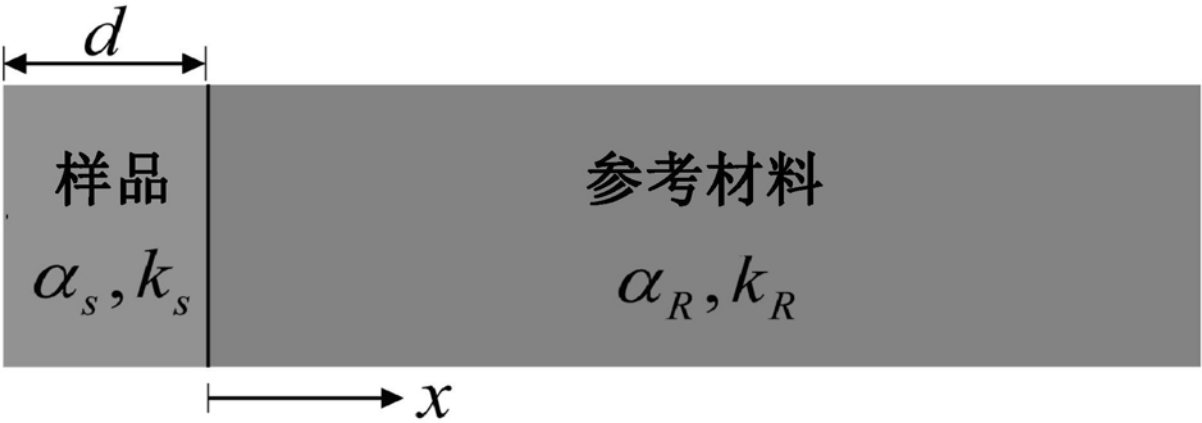


图2

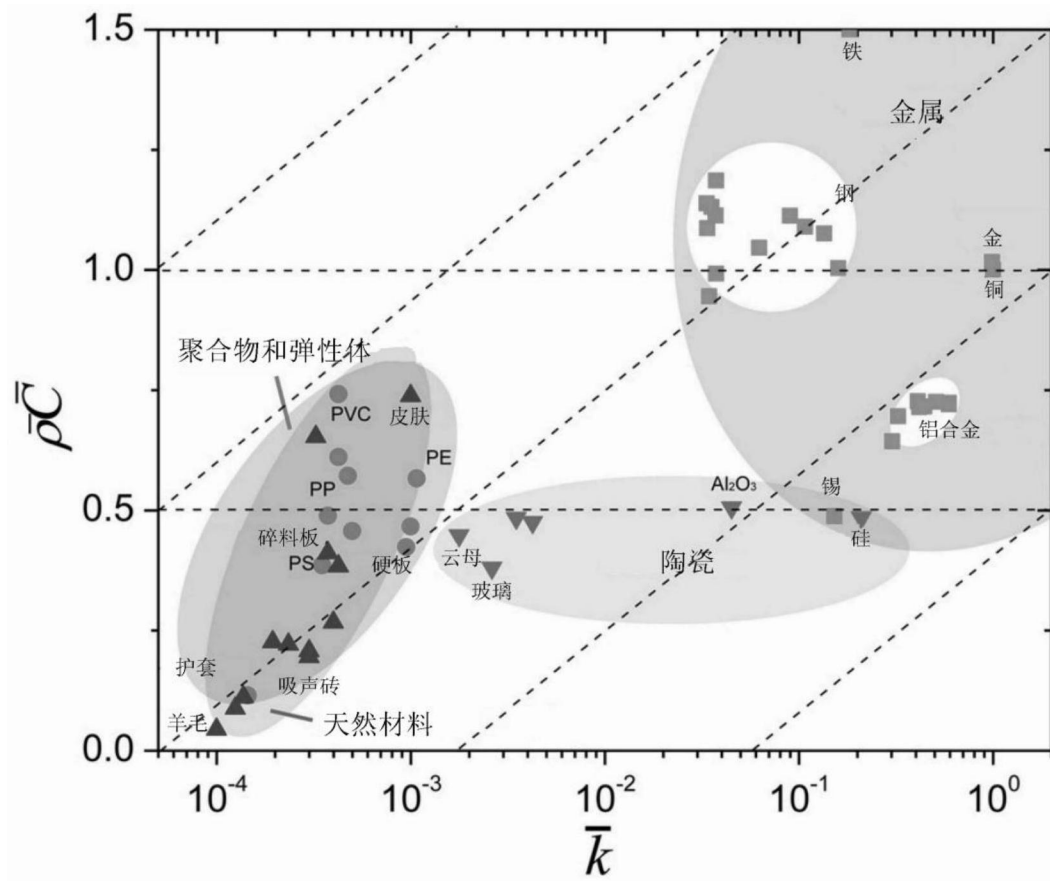


图3

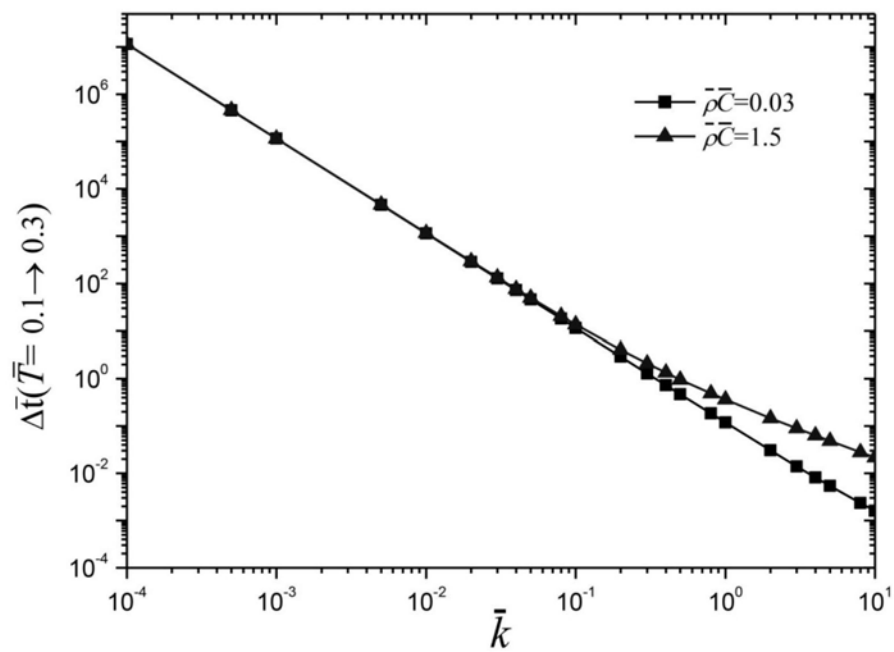


图4

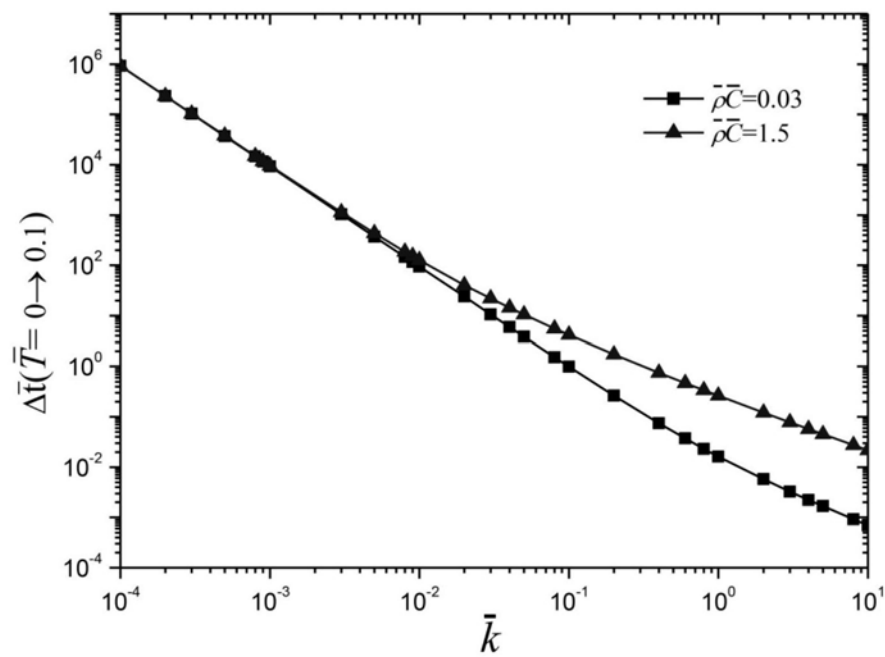


图5