

HotDisk 2500s 试训材料

一、 HotDisk 测量原理

HotDisk 采用瞬态平面热源法（TPS）测量材料的热物性，它的原理是在给定温度下，样品在一个包含有可忽略热容量的内嵌式 TPS/HD 探头内达到平衡，通过探头的电流产生活跃的温度场，这个温度场在样品内部产生一个阶梯形式的热脉冲。探头上温度的增加可以作为时间 t 的函数。探头作为温度探头，与热源是一体的（即自加热探头）。依据探头的特殊模型和假定的边界条件来分析，根据样品的几何结构和来源、产生温度场的平均值可以同时或分别地获得样品的一个或多个热参数。下图是测量装置示意图。

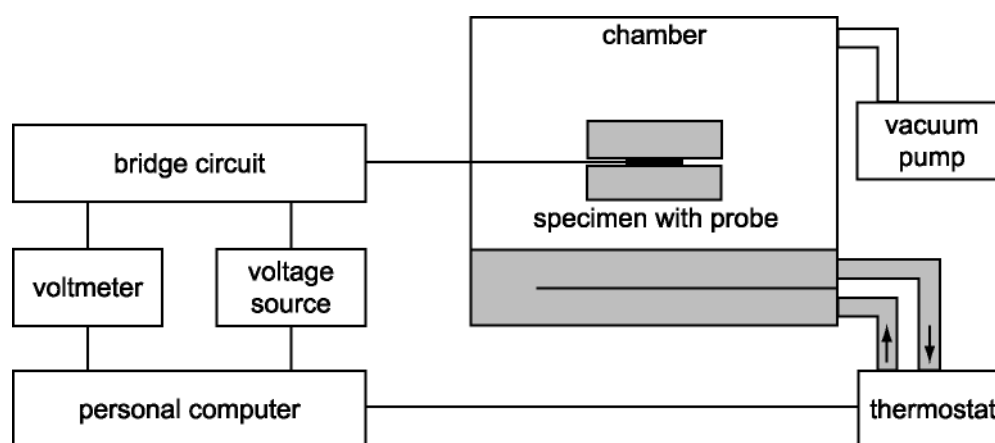


图 1 HotDisk 测量装置示意图

基于暂态平板热源技术，Hot Disk 热常数分析仪采用一个双螺旋形状的传感器组件，如图2所示。这个Hot Disk 传感器既作为增加温度的热源和记录温度随时间升高的热流电阻计。在大多数情况下，传感器是一个 $25\ \mu\text{m}$ 厚的镍金属双螺旋，具有严格设计的尺寸（宽度，绕组的数目和它们的半径）。支持此螺旋的材料可以保护其特定的形状，给其机械强度和保持电气绝缘。聚酰亚胺“Kapton”是这样的材料，可用于从10K 至500K 的整个工作温度范围。云母材质也可作为支持/绝缘材料，在这种情况下，上限温度范围延长至1000K。（达到更高温度的新材料和新技术正在研发）。封装的镍螺旋传感器作为夹心放入两片样品（固体样品）之间，或嵌入样品（粉末，液体）中。在一段预先设定的时间内，200 个电阻被记录下来，由这些数据可以建立时间和温度的关系。一些参数，如“输出功率”以增加螺旋的温度，记录200 点的“测量时间”和传感器的大小用来优化实验设置，可以测量 0.005W/mK 至 500W/mK 的热导率。

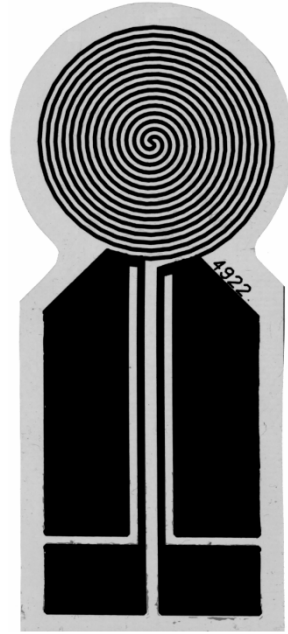


图2 双螺旋结构的探头作为加热和传感元件。针对不同的样品尺寸探头半径从4—60mm

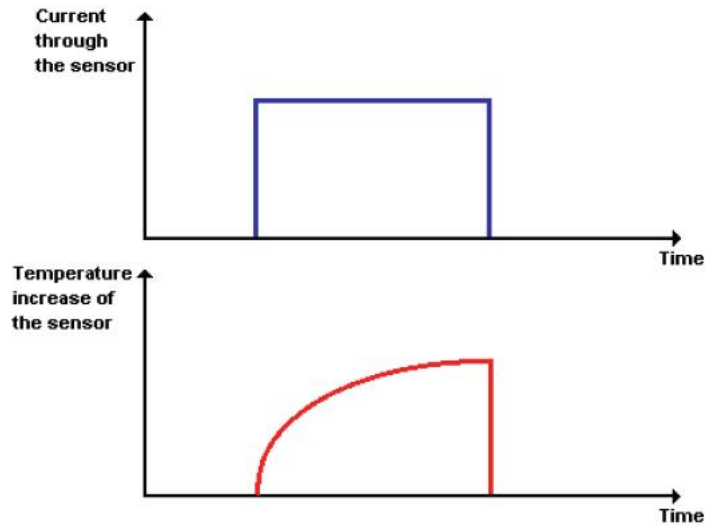


图 3 传感器周围材料的热传导性能瞬态记录

为了从理论上描述Hot Disk 如何工作，热导率方程的解基于如下假设：Hot Disk 包括一定数量的同心圆热源位于无限大样品内。

如果Hot Disk 被电加热，电阻升高随时间的方程如下：

$$R(t) = R_0 \left\{ 1 + \alpha \cdot [\Delta T_i + \Delta T_{ave}(\tau)] \right\} \quad (1)$$

R_0 是传感器被加热前的电阻，或者 $t=0$ 时。 α 是电阻温度系数 (TCR)， ΔT_i 是覆盖Hot Disk传感器材料（镍）绝缘薄层的温度差分。此绝缘层使Hot Disk 成为一个方便的传感器。 $\Delta T_{ave}(\tau)$ 是样品表面绝缘层另一面与面对Hot Disk 传感器（双螺旋）一面的温度升高。

从方程 1 我们得到传感器记录的温度增加：

$$\Delta T_{ave}(\tau) + \Delta T_i = \frac{1}{\alpha} \cdot \left(\frac{R(t)}{R_0} - 1 \right) \quad (2)$$

其中， ΔT_i 是传感器与样品表面之间“热接触”的测量值，其数值为 0 时代表通过沉积（PVD或CVD）薄膜或使用电绝缘样品实现了理想“热接触”。

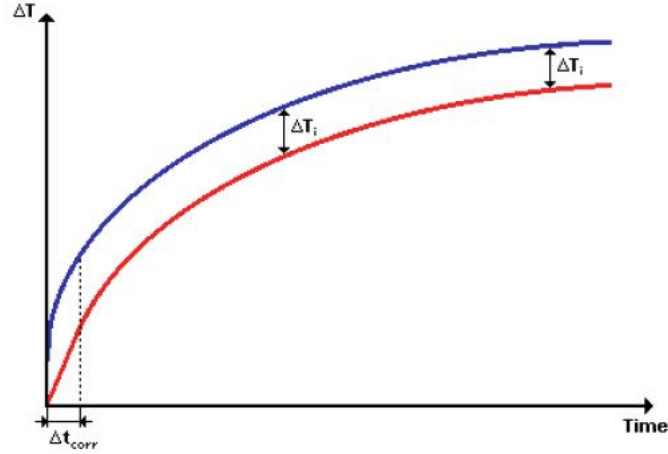


图 4 蓝线代表传感器本身的温度增加，红线代表样品表面温度如何增加 ΔT_i 在极短时间 Δt_i 后变为常熟，可以估计如下：

$$\Delta t_i = \frac{\delta^2}{\kappa_i} \quad (3)$$

其中， δ 是绝缘层厚度，而 κ_i 是绝缘层材料的热扩散系数。

基于时间的温度升高由下式给出：

$$\Delta T_{ave}(\tau) = \frac{P_0}{\pi^{3/2} \cdot a \cdot \Lambda} \cdot D(\tau) \quad (4)$$

其中 P_0 是传感器功率总输出， a 是传感器盘的半径， Λ 是测试样品的热传导率，而 $D(\tau)$ 是与尺寸无关的时间依赖方程，其中：

$$\tau = \sqrt{\frac{t}{\Theta}} \quad (5)$$

方程中 t 是瞬态记录开始的时间测量值，而 Θ 是特征时间，定义为：

$$\Theta = \frac{a^2}{\kappa} \quad (6)$$

其中 κ 是样品的热扩散系数。

现在利用记录的温度升高对时间曲线 $D(\tau)$ ，我们得到一条直线，截距为 ΔT_i ，斜率为 $\frac{P_0}{\pi^{3/2} \cdot a \cdot \Lambda}$ ，使用的试验时间长于 Δt_i 。

由于 κ 和 Θ 是试前并不知道，可以通过反复迭代推导出热导率的最终直线得到热扩散系数。因此通过一次瞬态记录就可以同时得到热导率和热扩散系数。

其中我们要特别指出两个概念，这连个概念是确定测试时间和样品大小的主要原则：

(1) 测试时间与特征时间的比值，大量的实验证明：

$$0.3 \leq t/\Theta \leq 1.0, \text{ 换算后的不等式为: } 0.3 \leq t \cdot \kappa / r^2 \leq 1.0$$

其中 t 是指测试时间, κ 为样品的热扩散系数, r 是探头的半径。根据预估的样品热扩散系数可以确定选定探头所对应的测试时间。

(2) 探测深度(ΔP)

探测深度是指能检测到的从热源任何一个方向传出的热流距离, 定义为

$\Delta P = 2\sqrt{\kappa \cdot t}$, 其中, t 是指测试时间, κ 是指测试样品的热扩散率。根据预估的样品热扩散系数及由1.1 推出的测试时间可以估算测试深度, 由测试深度与样品大小的示意图可以推出最小样品的尺寸。

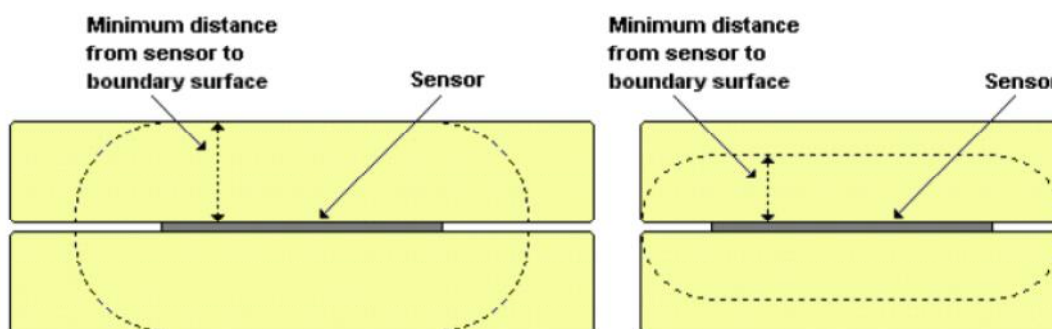


图 5 样品测试范围示意图

在基本模块中将探测深度公式代入 (1) 所示的不等式中, 可得出:

$$1.2r \leq \Delta P \leq 2r$$

因此最小样品尺寸为厚度大于 $1.2r$, 直径大于 $2.4r$ 。

二、 仪器介绍

工程与材料科学实验中心热物性分析仪是瑞典 HotDisk 公司的 HotDisk 2500s, 通过国家计量认证, 具体仪器功能和参数如下:



图 6 HotDisk 2500s

仪器功能: 利用瞬变平面热源技术 (Transient Plane Sources, TPS) 测试固体、液体、粉末以及薄膜样品的导热系数、热扩散率和体积热容。具体测量模块有块

状低导材料测试(导热系数 $<10\text{ W/mK}$)、薄板高导材料测试(导热系数 $>10\text{ W/mK}$)、薄膜材料测试、质量比热测试、材料各向异性测试、单面测试等。

仪器参数: $0.005\text{--}500\text{ W/mK}$, 导热系数测量精度 $\pm 3\%$, 热扩散率测量精度 $\pm 5\%$, 比热测量精度 $\pm 7\%$ 。

样品要求: $\Phi 50\text{mm}\times 20\text{mm}$ (固体) 两块, 导热系数 $<10\text{ W/mK}$
 $\Phi 80\text{mm}\times 0.2\text{--}8\text{mm}$ (固体) 两块, 导热系数 $>10\text{ W/mK}$
 $\Phi 30\text{mm}\times 0.01\text{--}0.5\text{mm}$ (薄膜)

三、 样品及放置要求

HotDisk 2500s 可以测试低导材料导热系数、高导材料导热系数、薄膜材料导热系数、材料质量比热以及材料的各向异性, 不同测量模块对样品尺寸有不同的要求。总体来说, 所测样品应保证表面光滑, 以确保实验结果的可重复性。具体各模块要求如下:

对于低导固体样品, 要求表面光滑, 厚度大于探头直径, 样品截面直径大于探头直径的 3 倍, 同一材料两个样品, 导热系数测量范围: 0.005W/mK 到 10 W/mK 。

对于只能提供一个样品的材料, 可以采用单面法测试, 除材料个数外其余要求同低导固体样品的测试要求。

对于高导样品, 表面光滑, 厚度 $0.2\text{mm}\text{--}7\text{mm}$, 厚度与探头半径之比在 0.03125 与 0.79836 之间, 样品截面直径大于 60mm , 同一材料两个样品, 且两个样品厚度一致或接近, 导热系数测量范围: 10W/mK 到 500 W/mK 。

对于测量质量比热的样品, 通常直径 10mm , 厚度 5mm , 同一材料一个样品。

对于测量各向异性的样品, 需要已知样品的比热, 测试时样品要求与固体样品相同。

对于薄膜样品, 薄膜材料面积大于探头面积(704mm^2), 薄膜材料要求厚度 $10\sim 500$ 微米, 同一材料两个样品, 导热系数测量范围: 0.05W/mK 到 2W/mK 。

(1) 固体材料

测试过程中, Hot Disk 探头被放置在两块平展的样品中间(图12)。这项技术的理论是假定探头放置在一个无限大的样品中进行的。基于此, 被测样品应该有足够大的尺寸来保证测试的有效性。定义样品尺寸的一个简单方法是根据探测深度。有关两块样品平展面(与探头接触面), 样品表面的粗糙度应该与探头圆盘半径接近或者是更小。根据此测试平均粒度为 3mm 的粉末样品的热传导性质需要探头的半径为 30mm , 对于高密度样品, 最好应该事先使用砂轮机或据条对样品进行处理。

平展的样品应保证将探头牢牢的夹紧, 避免在样品和探头之间产生任何可能的气泡。

尽管一般情况下, 我们没有必要重复瞬态测试, 但是用其来评价测试的精度还是很有意义的。我们假定样品出在一个温度相对稳定的热稳态状态下, 我们需要等待多长时间来重复这个测试呢? 针对这个问题, 我们首先需要在测试结束后

了解温度分布的状况。根据我们给出的温度分布的半径公式 $= 6(kt)^{1/2}$, 我们推荐: 重新回到平衡的时间大约是等于测试时间的 36 倍。

(2) 粉末和液体材料

使用 Hot Disk 探头测试粉末或液体样品时, 应让探头放置于样品中, 保证

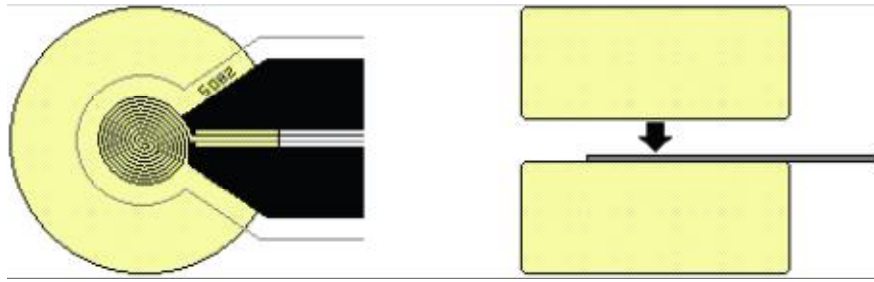


图 传感器在样品片之间的安放位置

样品平展。测试粉末时相对较为容易，只需将探头置于样品中，然后使粉末样品填满容器就可以了。

当测试液体时，使用两到三个细线将探头悬挂在样品内（图14），保持探头平展并完全浸没在液体样品中。在测试液体样品时一定要避免自然的对流，有两种方法：一种方法就是减少瞬态测试时间，以减少任何液体内的活动，因为在探头上施加这样功率，不可能被仪器检测到。由于测试时间的限制，我们推荐使用半径尽可能小的探头。Hot Disk 有限公司提供经过特殊设计的专为测试液体的样品支架，允许探头的最大半径为3.2mm。液体样品支架将探头垂直固定，有一个小洞可以保证液体进出。

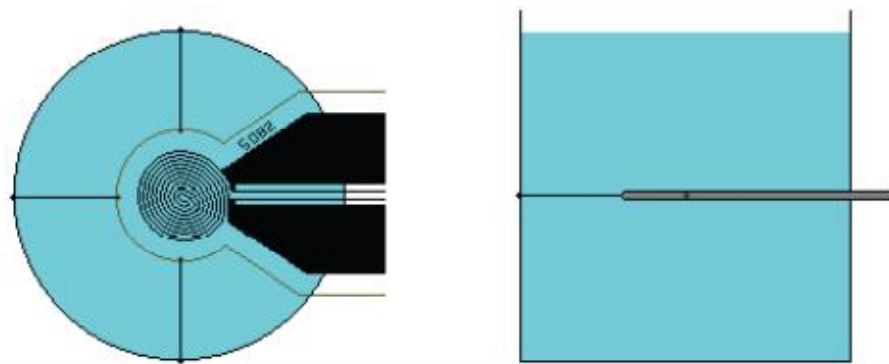


图 传感器在液体样品中的放置建议

四、 HotDisk 硬件介绍

1、 HotDisk 探头

Hot Disk 传感器包括刻蚀成双螺旋形状的导电镍箔。选择镍箔是因为它具有众所周知的高电阻温度系数。导电双螺旋两边通过薄层电绝缘材料支撑。

金属镍作为传感材料具有相当宽的温度范围，从30K 至接近其熔点。迄今开展的试验中，它被用于从30K 至1000K。然而，在此温度区间内不能使用相同的绝缘材料来支撑镍螺旋。从低温至大约500K，使用厚度 $12.7\ \mu\text{m}$ 或 $25\ \mu\text{m}$ 的聚亚酰胺（Kapton）薄膜。这种情况下传感器的总厚度在 $60\ \mu\text{m}$ 和 $25\ \mu\text{m}$ 之间（包括粘结剂的厚度）。对于500K 到1000K 的测量，使用特制的云母绝缘材料。这种绝缘材料稍厚（0.1mm左右），由此采用云母的传感器总厚度为0.25mm。

如果超过上文给出的采用两种不同绝缘材料的传感器的温度极限，存在永久性损坏传感器的危险。

不推荐在温度低于500K 的情况下使用云母绝缘的传感器，因为较厚的绝缘产生较低的灵敏度和准确性。

鉴于聚亚酰胺材料的机械性能，采用此种绝缘材料的传感器非常脆弱。但是

如果操作得当，这种传感器可以多次使用。另一方面，采用云母绝缘的传感器寿命相对较短，特别是在高温下使用时。因此，使用云母绝缘的传感器时一定要小心对待—尤其是想要多次使用时。

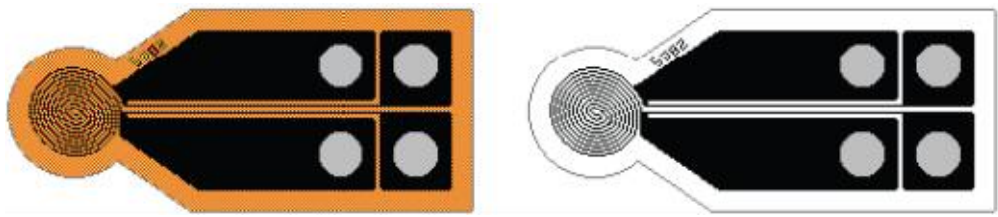


图. Hot Disk 传感器带有聚亚酰胺绝缘（左）和云母绝缘（右）

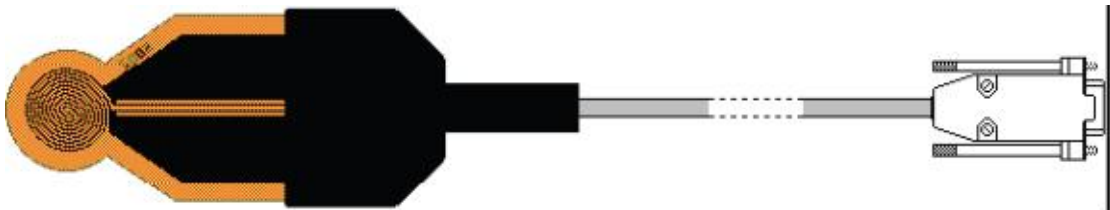


图. 带室温导线延长线的聚亚酰胺绝缘Hot Disk 传感器

Design	Radius [mm]	Kapton	Mica
7531	0.526	X	N/A
7577	2.001	X	N/A
5465	3.189	X	X
5501	6.403	X	N/A
5082	6.631	N/A	X
4921	9.719	X	X
8563	9.868	X	N/A
4922	14.610	X	X
8562	14.725	X	N/A
5599	29.52	X	X

现有的Hot Disk传感器半径

对一个实验，如何选择传感器直径非常重要。自然的，如果材料不致密的或非同性，传感器半径必须总是大于样品的孔或空洞结构。对于同性材料，如普通金属，结构不同体现在原子或分子水平，半径约从3.2mm 至15mm 的传感器可以使用。对于结构空洞处于mm 级的材料，如粉末，玻璃纤维等，适于使用最大的传感器（半径30mm）。

虽然原则上可以对金属材料使用一个小的传感器，但很重要的一点是注意在计算过程的基本前提是认为在热扩散系数，测量时间和传感器半径之间存在一定关系（这就是所谓的总的特征时间，下文做了进一步解释）。Hot Disk TPS2500 的采样率是这样的最短实验时间不应少于一秒。不过，对于高导电材料，为了得到热导率和热扩散系数两者的良好结果，标准方法的测量时间不应少于5 秒。因此，最好尽可能使用大半径传感器，并紧记样品尺寸和必要的探测深度或热穿透深度—更详细地讨论在第5 部分。

2、 样品支架

室温样品支架包括样品支架和不锈钢材质的传感器支架（图10），专用于聚亚酰胺绝缘传感器。样品架可以容纳高为40mm，直径70mm 尺寸的样品。

室温样品的支架还包括一个圆筒形抛光不锈钢盖，高度为150 毫米，直径170 毫米。此盖设计作为瞬态记录过程中的一种保护，避免空气流对样品温度的干扰。这种干扰可能会相当显著的影响实验结果。

当使用室温测试样品支架时，应遵循以下要点：

1. 将聚亚酰胺绝缘传感器放置在专门的支架上，使双螺旋直接处在钢架中心的夹紧螺栓下，并用提供的夹子和螺栓将传感器固定紧。
2. 将一片样品放置在三个螺栓支撑的钢“桌”上，并升高样品，使样品片上表面出于样品相同的水平。
3. 第二片样品放置在传感器上面。在夹紧两件样品片之前-传感器位于两者之间-在钢桥中心使用夹紧螺栓，必要的话用一片金属将传感器覆盖。应该与支架一起提供的方形金属块，以确保有限的夹紧压力基本上是单向的。
4. 将圆柱形盖子放在样品上，使传感器的电缆从侧面的切断槽通过。

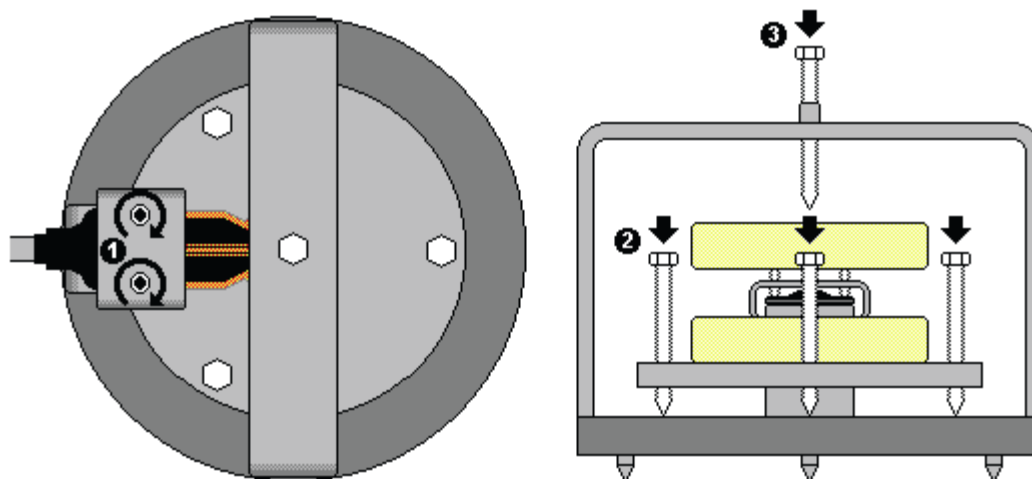


图 室温样品托架

五、 HotDisk 测量操作

下面分五部分详细讲解基本模块、薄板模块、薄膜模块、比热模块以及各向异性模块的测量操作，各部分间相同的部分略去。

1、 基本模块测量操作

(1) 打开在Hot Disk主机的后面板的开关，启动仪器。通常，在测试样品前，仪器需至少预热30分钟；

(2) 打开计算机；

(3) 双击桌面的Hot Disk图标，进入软件界面，如图7所示；

(4) 将Kapton探头固定在样品架上，将两块样品分别放置于探头两边，然后用样品夹具固定，使探头与样品之间没有空隙，以保证探头产生的所有热量均为样品所吸收；

注，导热系数的大小与温度有关，因此，样品在测试前应有一定的稳定时间，以保证其温度与室温一致，不存在内部温度梯度。正确的Temperature Drift vs Time图是散点分布，表明样品内部的温度是均一的。通常，过快的连续测试会使样品局部过热，如出现图8的趋势，则表明需要等待一定时间。

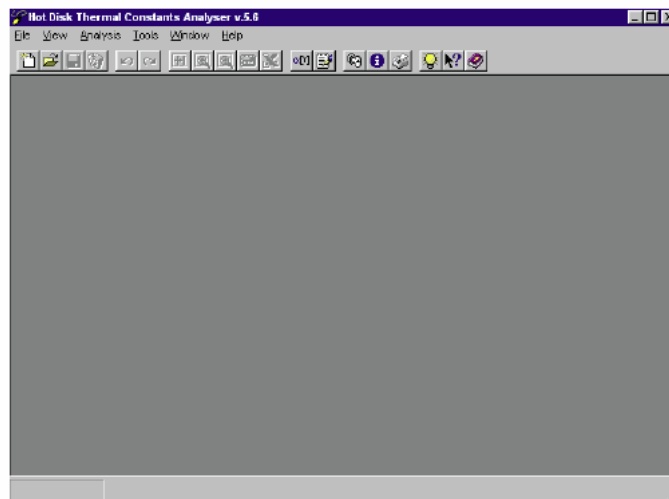


图 7

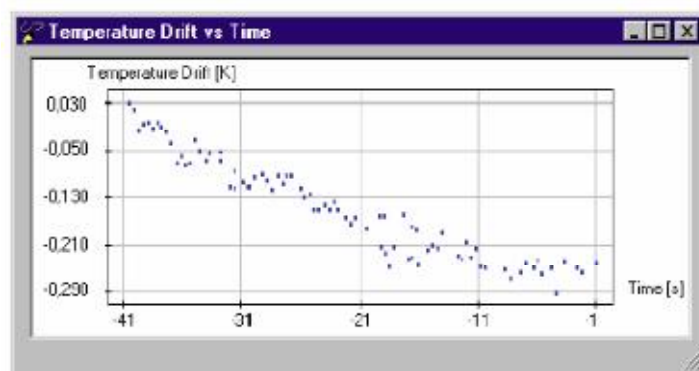


图 8

(5) 从“File”选择“New Experiment”，如图9所示；

(6) 选择“Standard”，然后点OK，出现图10；

(7) 选择实验参数：

1) Sample identity: 样品名称

2) Available Probing Depth: 样品可检测深度

3) Initial Temperature: 温度

注：以上三项只作为实验记录，对结果无影响

4) Disk Type: 探头类型，选Kapton

5) Radius of Disk: 探头半径，根据使用的不同型号，具体见探头上的标注

注：探头的半径小于样品厚度和半径，即样品的尺寸越大，可选择的探头范围越宽

6) TCR: 热阻系数，根据不同温度进行选择，如0.0047 K⁻¹ (20° C)，

7) “Output of Power”和“MeasuringTime”：输出功率和测试时间是测试的关键参数。通常，导热系数越高，输出功率大，测试时间短；导热系数越小，输出功率小，测试时间长

(8) 点击“Single Measurement”，点击“Run Experiment”，开始实验；

(9) 仪器先对电桥进行平衡，然后记录40秒基线，最后开始检测样品。实验结束后，出现图11所示；

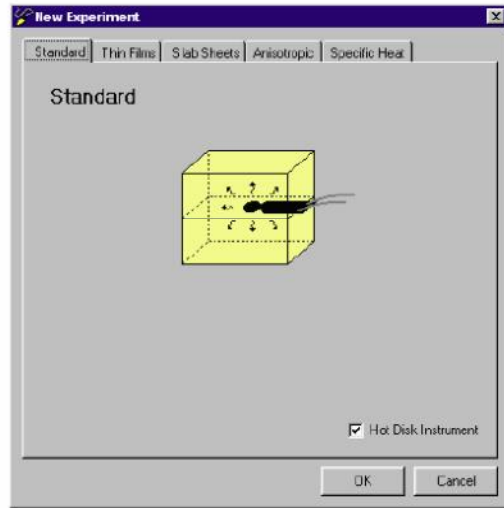


图 9

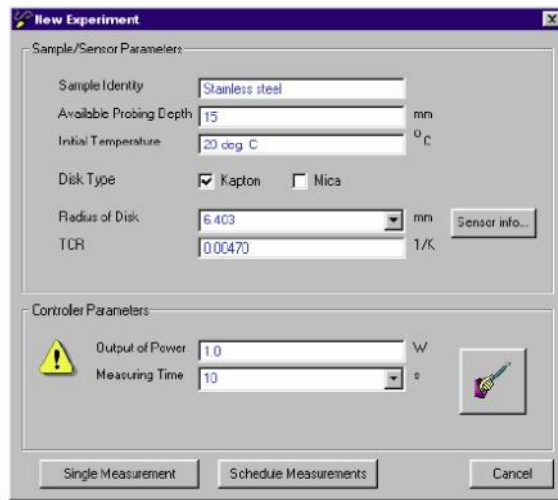


图 10

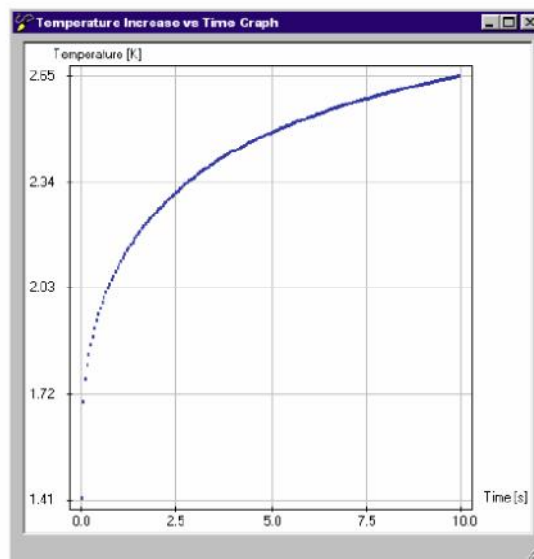


图 11

(10) 选择“Calculations”，然后出现图12

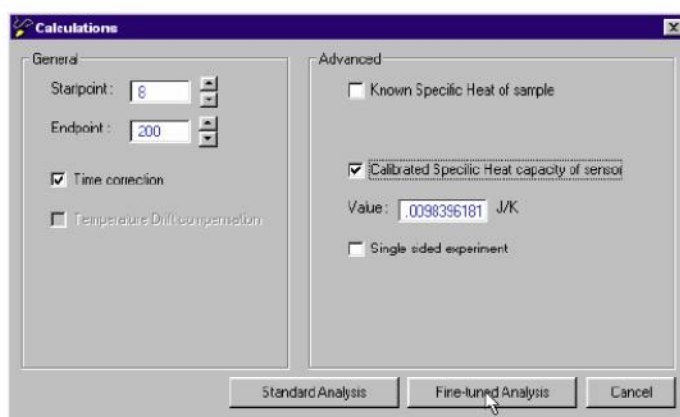


图 12

选择“Calibrated Specific Heat Capacity of Sensor”，补偿探头的热吸收，点击“Standard Analysis”。根据灯的颜色和直线的拟合情况调整数据选取或参数，最终可得到图13，即所需结果，此时，两个灯的颜色均为绿色

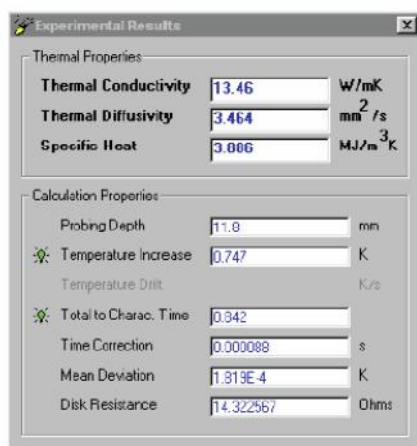


图 13

(11) 参数调整

“Temperature Increase”，正常为0.3-5K，过低或过高会显示黄灯或红灯。黄灯表示可接受，红灯则为错误。调整的方法是改变“Output of Power”。功率过大对探头有损害，甚至烧坏探头，建议调整是逐步增加，不要一下调得过高。

“Total to Character Time”，特征时间，正确的范围为0.3-1，过低或过高会显示黄灯或红灯。黄灯表示可接受，红灯则为错误。Total to Character Time= $H \cdot t / r^2$ ，t为测试时间，r为探头半径，调整的方法是改变t和r。

2、薄板模块测量操作

(1) 打开在Hot Disk主机的后面板的开关，启动仪器。通常，在测试样品前，仪器需至少预热30分钟；

(2) 打开计算机；

(3) 双击桌面的Hot Disk图标，进入软件界面；

(4) 选择两块厚度一致或接近的样品，用螺旋测微仪测试样品的厚度，并做记录。薄板样品的直径一般应大于50mm。每片样品的厚度可以从0.2mm至5mm

不等，取决于探头半径。

注，样品的厚度与结果成线性关系，因此需要非常准确的数值。

(5) 根据样品厚度，选择合适的Hot Disk探头，厚度除以探头半径的范围符合以下要求： $0.03125 < t/r < 0.79836$

t: 样品厚度 r: 探头半径

6 将Kapton探头固定在样品架上，将两块样品分别放置于探头与样品架两边，然后用样品夹具固定，使探头与样品之间没有空隙，以保证探头产生的所有热量均为样品所吸收；

7 从“File”选择“New Experiment”，如图14；

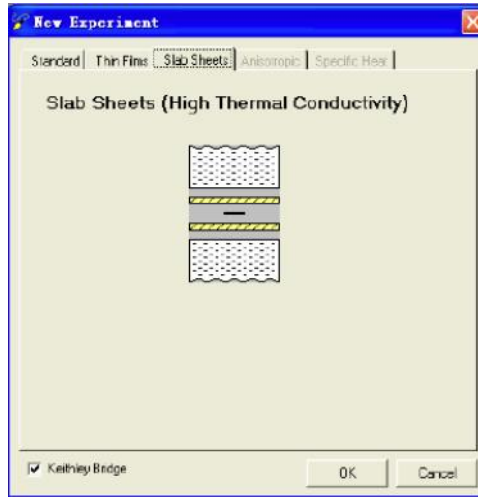


图 14

8 选择“Slab Sheets”，然后点OK，出现图15；

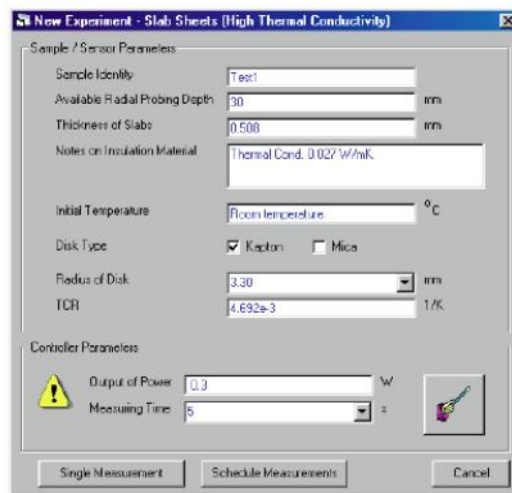


图 15

9 选择实验参数：

1) Thickness of slabs: 样品厚度，需要输入精确数值

2) Radius of Disk: 探头半径，根据使用的不同型号，具体见探头上的标注。由于样品的导热系数比较大，建议选用5501或更大的探头。

3) 其余参数设置同基本模块

10 点击“Single Measurement”，点击“Run Experiment”，开始实验；

11. 仪器先对电桥进行平衡，然后记录40秒基线，最后开始检测样品；

- 12 选择 “Calculations” ；
- 13 参数调整。

3、 薄膜模块测量操作

4、 比热模块测量操作

5、 各向异性模块测量操作

六、 HotDisk 测量参数选择参考

在HotDisk测试中，测试功率与测试时间的选择至关重要，在不了解样品热物性的情况下应先以低功率、低时间进行尝试，然后再根据测试结果调整功率和时间，以免过高功率烧坏传感器。下表是参考实验参数，依据不同导热系数范围的材料选择不同的探头半径、测试时间、输出功率。

表 1

	Metal Alloy	Dense Ceramic	Steel	Ceramic	Poly-mer	Insulation material
导热系数 [W/mK]	170	40	14	1,5	0,19	0,028
热扩散率 [mm ² /s]	69	11	3,7	0,96	0,11	0,75
温度变化 [K]	0,3	0,5	1,0	0,8	1,3	2,5
探头半径 [mm]	14,7	6,4	6,4	6,4	6,4	14,7
样品尺寸* [mm/mm]	30/90	30/70	20/60	15/50	10/40	30/90
测试时间 [s]	5	20	10	40	160	160
输出功率 [W]	4	3	2	0,5	0,25	0,1

1. 第一个数据是样品的厚度，第二个数据是等效半径
2. 用 NOTE1 提供的数值来进一步确定输出功率和测量时间
3. 值得注意的是，在研究高导热材料时，当输出功率增大（相应地电流也增大），温度记录的灵敏度会提高。

七、 HotDisk 测量实例