

石墨材料中温导热系数测定方法

Method for the determination of thermal conductivity
of graphite materials at median temperature

本标准适用于 100~800℃ 石墨制品导热系数的测定。

1 方法原理概要

采用直接通电纵向热流法。圆柱状试样通过直流电时,产生的热量主要沿试样纵向向两端传导,达热稳定状态后,认为试样上是一维纵向热流,对试样和侧向环境热交换予以修正。

2 仪器设备

2.1 仪器

2.1.1 千分尺:精度 0.01 mm。

2.1.2 游标卡尺:精度 0.02 mm。

2.1.3 镍铬-镍硅铠装热电偶:裸露式。热偶丝直径 0.4~0.5 mm,其性能符合 GB 2614—85《镍铬-镍硅热电偶丝及分度表》的规定,并按标准热电偶进行修正。

2.1.4 精密数字温度显示器:分辨率 0.1℃,精度±1.3%。

2.1.5 直流数字电压表:分辨率 0.001 mV,精度±0.006%。

2.1.6 定值分流器:500 A/75 mV,0.2 级,配以相应精度直流毫伏表,或 2.1.6 条中规定的数字电压表。

2.2 设备

2.2.1 对开管式防热炉:炉膛规格为直径 50±2 mm,长度 135~140 mm,炉内加相应尺寸的金属均热管,厚度为 0.8~1.5 mm,其上纵向温度应接近二次抛物线分布,均热管横断面上各点间温差小于 5℃;

均热管和试样之间填充软质绝热材料,如硅酸铝纤维毡等。

2.2.2 精密温度控制仪:控温精度±1℃。

2.2.3 试样加热供电设备

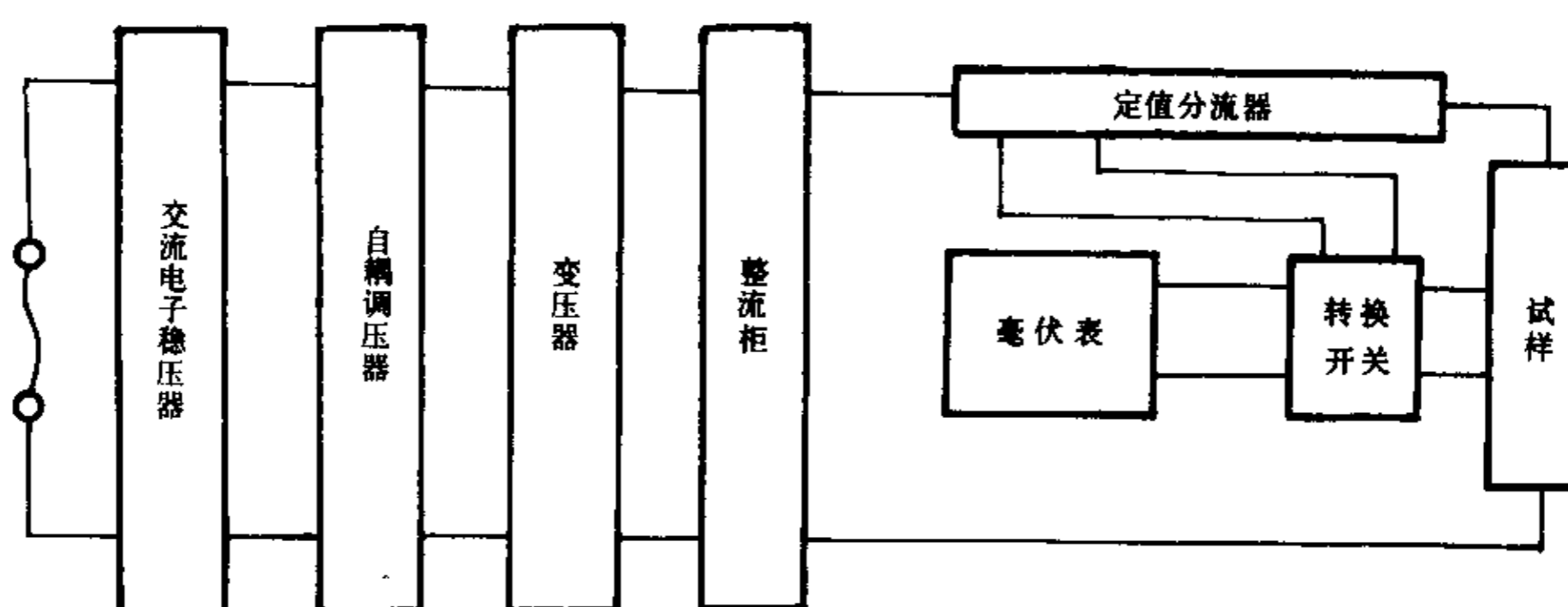
2.2.3.1 电子交流稳压器:5 kVA。

2.2.3.2 自耦调压器:5 kVA。

2.2.3.3 变压器:初级 220 V/23 A,次级 12 V/411 A。

2.2.3.4 整流柜:最大电流 500 A,经滤波的电流波纹因数小于 0.65%,电流稳定度大于±0.3%。

2.2.3.5 试样加热和测量装置如下图所示:



2.2.4 真空系统:包括真空泵、扩散泵和真空炉罩,其真空度为 0.133 Pa。

2.2.5 无电动势转换开关。

3 试样

3.1 取样:按 GB 1427—88《炭素材料取样方法》中 1.1.3 条规定进行,但试体长度不小于 190 mm。

3.2 规格:直径 $16^{+0.06}_0$ mm,长度 160 ± 1 mm,要求试样表面无刀痕。

3.3 试样工作区间:30.6~40 mm。

3.4 在同一轴剖面上钻 3 个直径 1.5 mm,深 1 mm 测温小孔,同时要求两端孔到中心孔距离之差小于 0.3 mm。

3.5 数量:按炉头、炉中、炉尾各取 1 个。

4 试验条件

4.1 当试样温度在 5 min 内变化不大于 2°C 时,认为被测系统达到了热稳定状态,此时测得的数据有效。

4.2 通过试样电流大小应使试样中点的温度接近防热炉的中点温度,保证使标志试样和侧向环境温度差的函数的绝对值小于 5°C 。

4.3 通过调带试样两端水冷电极的冷却水流量,使试样两端温差相接近,并使试样中点与两端平均温度差不低于 9°C ,不高于 120°C 。

5 试验步骤

5.1 装样:要求试样与水冷电极紧密接触。

5.2 测量试样温度的热电偶插入测温小孔,使其接触电阻尽量相一致。同时调整测量侧向环境温度的热电偶位置与之相对应,其热点插入绝热层约 5 mm,它到试样轴心线距离为 18~22 mm。

5.3 整个试验真空度保持在 13.3 Pa 以上。

5.4 将防热炉通电,当被测系统达热平衡后,测量并记录试样和侧向环境温度。然后试样通电加热到相应温度,当再次达热平衡后,测量并记录各点温度和通入试样的电流、工作区间电压。

5.5 每次测量重复 3~5 次,取其平均值进行计算。

6 试验结果的计算

6.1 试样导热系数(λ)按下式计算:

$$\lambda = 6.36 \times \frac{IVL}{d^2(\Delta_1 - eN)} \times 10^{-3} \dots\dots\dots(1)$$

式中： λ ——试样的导热系数， $J/(cm \cdot s \cdot ^\circ C)$ ；
 L ——试样工作区间平均长度， mm ；
 I ——通入试样的电流， A ；
 V ——试样工作区间平均电压降， mV ；
 d ——试样直径， mm ；
 Δ_1 ——试样工作区间中点和两端点间的平均温度差， $^\circ C$ ；
 ε ——反映侧向热交换大小的系数；
 N ——标志试样和侧向环境温度差的函数， $^\circ C$ ；
 Δ_1, ε, N 由下列各式计算：

$$\Delta_1 = t_2 - \frac{t_1 + t_3}{2} \dots\dots\dots (2)$$

$$\Delta_2 = t'_2 - \frac{t'_1 + t'_3}{2} \dots\dots\dots (3)$$

$$N = t'_2 - t_2 + \frac{\Delta_1}{6} - \frac{\Delta_2}{6} \dots\dots\dots (4)$$

$$\Delta_1^0 = t_{02} - \frac{t_{01} + t_{03}}{2} \dots\dots\dots (5)$$

$$\Delta_2^0 = t'_{02} - \frac{t'_{01} + t'_{03}}{2} \dots\dots\dots (6)$$

$$N_0 = t'_{02} - t_{02} + \frac{\Delta_1^0}{6} - \frac{\Delta_2^0}{6} \dots\dots\dots (7)$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta_1^0}{N_0} \dots\dots\dots (8)$$

式中： t_1, t_2, t_3 ——试样通电时试样端点、中点、另一端点的温度， $^\circ C$ ；
 t'_1, t'_2, t'_3 ——试样通电时侧向环境端点、中点、另一端点的温度， $^\circ C$ ；
 t_{01}, t_{02}, t_{03} ——试样不通电时试样端点、中点、另一端点的温度， $^\circ C$ ；
 $t'_{01}, t'_{02}, t'_{03}$ ——试样不通电时侧向环境温度端点、中点、另一端点的温度， $^\circ C$ ；
 Δ_1^0 ——试样不通电时试样中点和两端点间的平均温度差， $^\circ C$ ；
 Δ_2^0 ——试样不通电时侧向环境中点和两端点间的平均温度差， $^\circ C$ ；
 Δ_2 ——试样通电时侧向环境中点和两端点间的平均温度差， $^\circ C$ ；
 N_0 ——试样不通电时标志试样和侧向环境温度差的函数， $^\circ C$ ；

试样平均温度(t)，由下式确定：

$$t = t_2 - \frac{\Delta_1}{3} \dots\dots\dots (9)$$

6.2 将测得的平均值，分别代入(1)~(9)式，则得各实验点实测导热系数。

6.3 根据各温度下导热系数的实测值，用作图法求出温度与导热系数的关系，并由此关系得对应于一定温度下的导热系数值，作正式结果发出报告。

7 实验误差

实验误差： $\pm 6\%$ 。

8 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a. 委托单位；
- b. 试验名称及编号；

- c. 试验结果;
 - d. 试验单位;
 - e. 试验人员;
 - f. 试验日期。
-

附加说明:

本标准由吉林炭素厂起草。

本标准主要起草人夏树勋。

本标准于1988年2月22日首次发布。