

石墨烯纤维轴向热扩散系数测试的方法开发

(激光闪射法)

刘嘉成¹, 水晓雪²

(1.中国科学院宁波材料技术与工程研究所, 宁波 315000; 2.中国科学院宁波材料技术与工程研究所, 宁波 315000)

摘要: 石墨烯纤维是一种高强度的导热材料, 在军用领域, 如船舶、飞机、人造卫星等所有需要轻质、高强度和高导热的结构支撑的零件都可以用到石墨烯纤维, 而热扩散系数是石墨烯纤维导热能力的重要计算参数之一, 常规块体样品采用激光导热仪测试, 而纤维样品由于尺寸不规则、纤维间隙大导致透光等因素在仪器测试上受限, 文中设计并实施了一种石墨烯纤维的制样方法、定制了低导热系数遮光环, 从而对石墨烯纤维进行塑形且排除样品透光对实验结果造成干扰, 准确地测得石墨烯纤维的热扩散系数, 该方法对纤维样品(激光闪射法)测试热扩散系数具有指导借鉴意义。

关键词 石墨烯纤维; 激光闪射法; 热扩散系数; 导热

中图分类号: (TH89)

文献标识码:

Development of a method for measuring the axial thermal Diffusivity of graphene fibers (laser flash method)

Liu Jiacheng¹, Shui Xiaoxue²

(1.Ningbo Institute of Materials Technology & Engineering ,Chinese Academy of Sciences,Ningbo 315000, China ;2. Ningbo Institute of Materials Technology & Engineering ,Chinese Academy of Sciences,Ningbo 315000, China)

Abstract: Graphene fiber is a high-strength thermal conductivity material that can be used in military applications, such as ships, aircraft, artificial satellites, and other parts that require lightweight, high-strength, and high thermal conductivity structural support. The thermal diffusivity is one of the important calculation parameters for the thermal conductivity of graphene fiber. Conventional bulk samples are tested using laser flash thermal conductivity apparatus , while fiber samples are limited in instrument testing due to factors such as irregular size and large

fiber gaps leading to light transmission In this paper, a sample preparation method for graphene fibers was designed and implemented, and a low thermal conductivity shading ring was customized to shape the graphene fibers and eliminate interference from sample light transmission on the experimental results. The thermal diffusivity of graphene fibers was accurately measured, which has guiding significance for testing the thermal diffusivity of fiber samples (laser flash method).

Keywords: Graphene fiber; Laser flash method; thermal diffusivity; thermal conductivity

1 背景

激光导热仪^{[1][2]}是一类针对高导热样品的测试仪器,具有测试速度快,准确性高的优点。其测试原理为:试样受高强度短时能量脉冲辐射,试样正面吸收脉冲能量使背面温度升高,记录试样背面温度的变化,根据试样厚度和背面温度达到的最大值的一半所需时间计算出试样的热扩散系数,见公式(1)

$$\alpha = 0.13879 \frac{d^2}{t_{1/2}} \quad \text{-----公式(1)}$$

α : 热扩散系数

d : 试样厚度

$t_{1/2}$: 温度最大值一半的时间

由公式(1)可知,符合测试要求的样品需具备两个条件:一、厚度均一;二、整体不透光。而纤维样品形状无法固定且由于纤维之间间隙较大必然导致样品透光,基本无法满足激光导热仪的测试要求^[3],若不经特殊处理,往往会得到错误的结果。因此,国内学者尝试用其他方法测试纤维的热扩散系数,王钰婷^[4]等采用瞬态电热技术对碳纳米管纤维进行热扩散系数测试,但是该方法对纤维的导电能力具有一定要求且接触端的接触热阻往往会影响测试结果的准确性。冯浩^[5]等采用激光导热仪对强制组装碳纤维导热复合材料进行测试,所得常温热扩散系数均低于 $1 \text{ mm}^2/\text{s}$,说明有机物的引入会极大地减小碳纤维的导热能力。因此,笔者为准确获得纤维轴向方向的热扩散系数,通过长期摸索,对激光导热仪测量纤维轴向热扩散系数的制样方式做出一定的改进,报告如下。

2 材料和仪器

2.1 实验样品

石墨烯纤维（杭州高烯科技有限公司），均来自于测试中心对外服务过程中的样品。

2.2 主要实验材料

聚酰亚胺胶带（嵩立电子科技有限责任公司）、石墨喷罐（耐驰科学仪器商贸有限公司）、裁刀、砂纸。

2.3 主要实验仪器

激光导热仪 LFA467（德国耐驰仪器）。

2.4 定制碳化硅遮光环

考虑到扎紧的石墨烯纤维可能存在中间紧实边缘松散的情况或者其直径无法准确达到支架适配的 12.7 mm，故需要选择一种能解决以上问题且不影响石墨烯纤维本征热扩散系数测试的材料。碳化硅陶瓷是一种耐热且化学稳定的材料，其热扩散系数远低于石墨烯纤维，不会对样品的测试结果造成干扰，适合样品在不同温度下的导热测试，除此之外，耐驰仪器公司另一款高温激光导热仪（LFA457）配备的正是碳化硅材质的支架和炉体。因此，实验室定制了外径 12.7 mm，内径 10 mm 的碳化硅遮光环备用。

3 实验部分

3.1 待测样品的制备

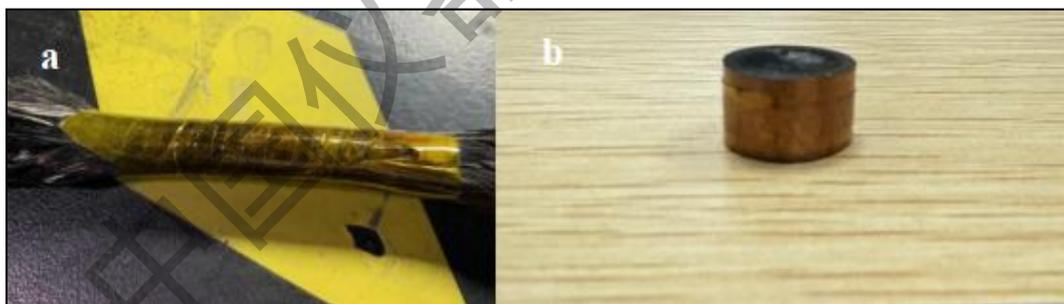


图1 石墨烯纤维

取一定量石墨烯纤维沿长度（轴向）方向排列，用聚酰亚胺胶带扎紧，见图 1a，使用裁刀小心截取中间紧实部分约 8 mm，截取样品后用砂纸打磨抛光纤维面，直至其两端面平行且平整，见图 1b，并用螺旋测微器量取样品的准确厚度。

3.2 石墨烯纤维热扩散系数测试

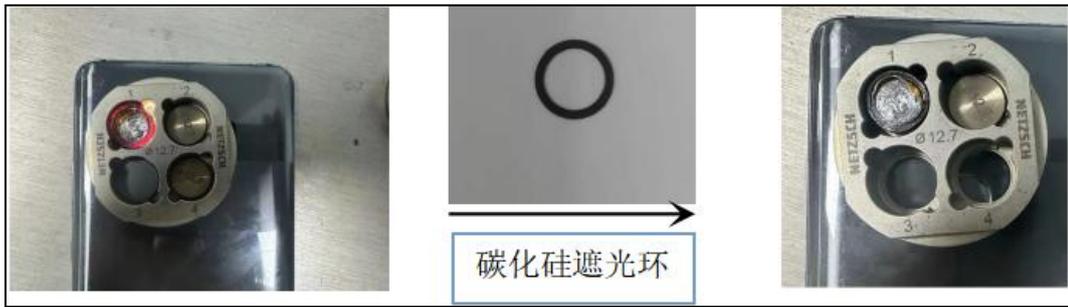


图2 样品与支架

将样品放置于直径 12.7 mm 的样品支架内，可用手电筒验证样品是否透光，见图 2，如果边缘透光，可使用碳化硅遮光环。按照仪器操作规程设置激光电压、脉冲宽度、采样面积等参数，设置完毕后开始测试。

4 结果分析

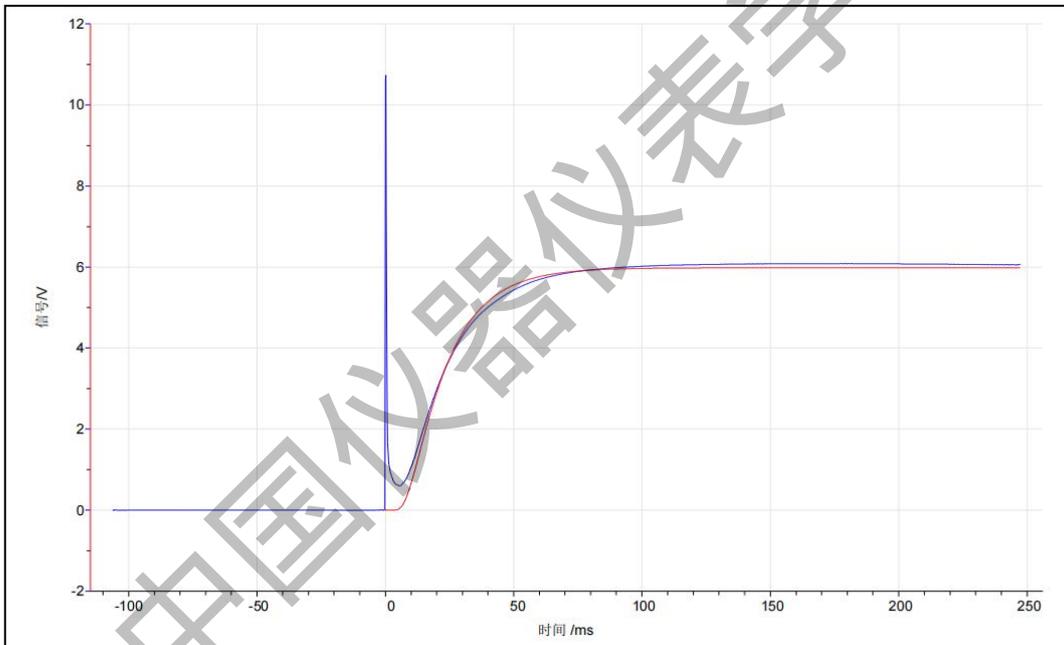


图3 未放置遮光环的样品热扩散测试温升信号曲线

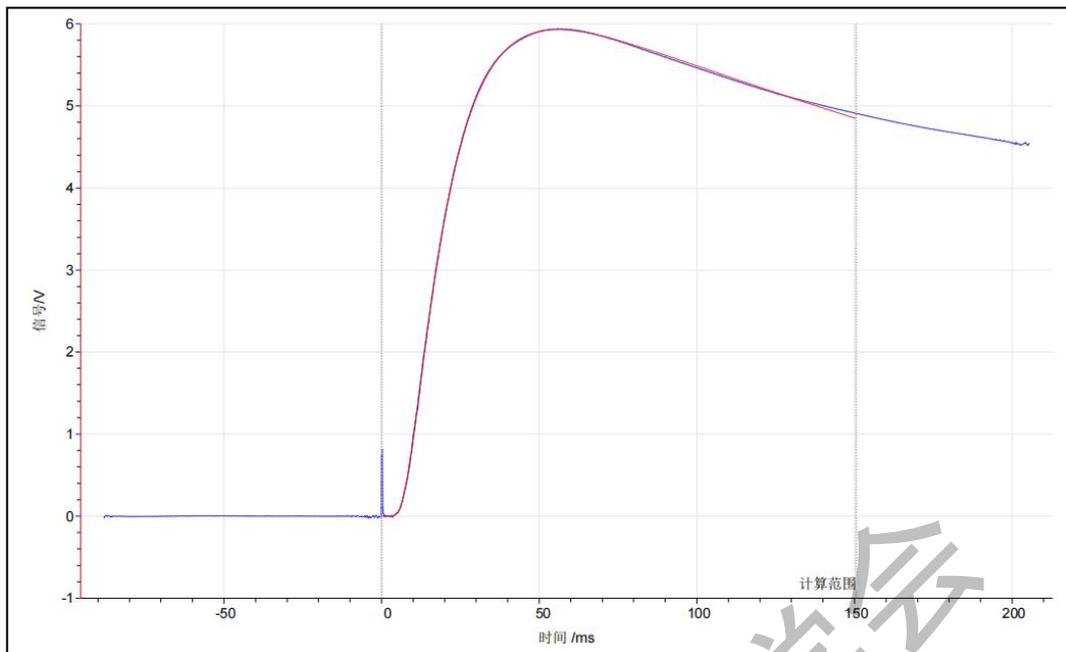


图4 放置遮光环后的样品热扩散测试温升信号曲线

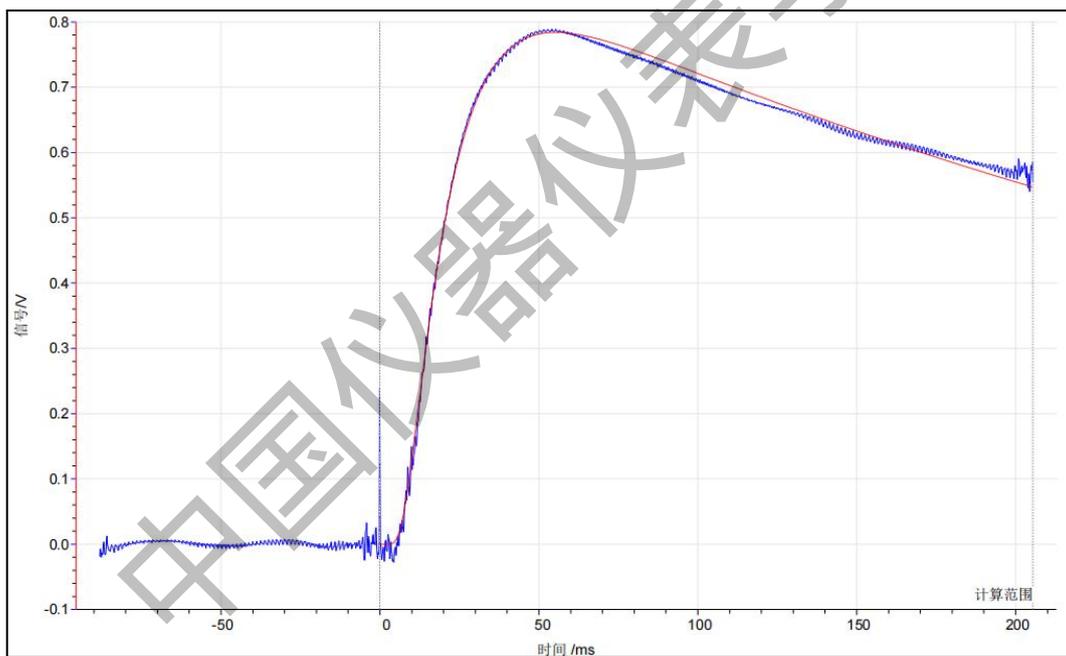


图5 放置遮光环并减小测试脉冲宽度后的样品热扩散测试温升信号曲线

笔者分别对未放置遮光环的样品、放置遮光环后的样品以及放置遮光环并减小测试脉冲宽度后的样品进行实验，所得温升信号曲线分别见图3、图4、图5，所得热扩散系数结果见表1。在温升信号曲线中蓝色曲线代表实际测试曲线，红色曲线代表数据库拟合曲线，两者重合度越高，相应结果准确度越高。图3中由于样品边缘透光，在脉冲结束后信号未到达基线位置就已经上升，导致初始位置拟合度不佳，结果误差变大，且透光导致温升信号曲线全程能量较高，未出现后期因非绝热环境引起的曲线下降；在放置遮光环后，温升信号曲线

从基线位置上升, 曲线重合度较高, 故所得结果准确, 见图 4; 样品的热扩散系数理论上在一定范围内不会因为参数的变化而改变, 故对于这种高导热材料, 不改变其他测试参数仅降低测试的脉冲宽度后, 所得温升信号曲线见图 5, 由于脉冲的大幅降低样品接收的能量减少, 故温升曲线的初始段实测曲线不够平滑, 但是初始温升仍是从基线开始上升, 满足测试要求。从表 1 的结果可知, 更改测试的脉冲宽度前后, 石墨烯纤维热扩散系数均在 474 mm 附近, 说明此结果相对准确, 且一定范围内更改测试的脉冲宽度对实验结果影响较小, 而未放置遮光环直接测试石墨烯纤维样品结果偏差 9%左右, 说明样品透光对实验的准确测试会造成较大干扰。

表 1 石墨烯纤维热扩散系数测试结果

样品标识	热扩散系数/mm ² /s	脉冲宽度/ μ s
未放置遮光环的样品	432	300
放置遮光环后的样品 1	476	300
放置遮光环后的样品 2	472	40

5 结语

在长期对外服务的测试工作中, 针对纤维样品的热扩散系数测试(激光闪射法)笔者总结以下经验:

一、测试前需要将纤维塑形, 将无规线团塑形为规则形状, 针对软质纤维可用塑形能力强的聚酰亚胺胶带捆扎, 针对硬质纤维可用氧化铝夹具夹持等, 然后将纤维多余部分裁剪平整, 以达到厚度均一的样品。

二、部分纤维测试前透光可选用导热系数或热扩散系数远低于被测样品的遮光环挡光, 避免干扰, 使数据库的分析模型更加准确地分析实测样品曲线。

参考文献:

- [1]张振威,蒋锐,朱宇瑾,郭维敏,赵洁,陈耘,李雨蕾,丁博远.基于激光闪射法测量 Zr 基非晶合金的导热系数[J].中国材料进展,2023,42(02):181-184.
- [2]张宝鹏,朱申,高峰阁,孙娅楠,杨小健,刘伟,陈智武.高导热沥青基碳纤维及热疏导 C/SiC-ZrC 复合材料的微观结构与导热性能研究[J].高科技纤维与应用,2023,48(03):20-26
- [3]张嘉芮,张圣梓,刘晓萌,汪洪军,张舸.激光闪光法测量固体材料热扩散率的研究进展[J].计量学报,2023,44(02):203-210.

[4]王钰婷,冠爱静,林欢,张满,徐岫,董华.碳纳米管纤维导热性能的实验研究[J].热科学与技术,2022,21(03):252-259.

[5]冯浩,郑秀婷,吴大鸣,刘颖,许红,赵中里,黄尧.强制组装法制备碳纤维导热复合材料及其性能[J].塑料,2017,46(06):1-4.

中国仪器仪表学会