激光导热仪校准规范

编制组

主编单位：国标（北京）检验认证有限公司

 JJF（有色金属）XXX—XXXX

激光导热仪校准规范(编制说明)

1. 工作简况
	1. 立项目的

热扩散系数是评价材料传导性能的重要参数，对于非稳态热流情况下材料，如电子封装材料、热防护材料、热交换材料等新材料的应用设计、安全操作温度的确定、过程控制及质量保证，热扩散系数是关键指标参数。

激光闪射法（Flash Method，也称闪光法）因其要求的样品尺寸较小，测量速度快，精度高，测量范围宽，能够覆盖从较低导热系数的聚合物到超高导热的金刚石的宽广的测量范围，尤其适合于中高导热系数材料的测量，激光闪射得到了快速发展，也受到国际热物理学界普遍承认。激光导热仪是基于激光闪射原理开发的测量热扩散系数和导热系数的重要测试仪器，在电子信息、航空航天、核电等重要领域已成为重要的通用检测设备，其量值的准确性对于材料的设计、研发、生产和应用具有重要意义。

激光导热仪测量热扩散系数的过程中具有随机和系统误差，设备性能应进行定期校准和校验，评估这些误差影响数据的程度。目前，国内外尚无激光导热仪的检定校准规程或规范等指导性文件用于评定激光热导仪的示值误差和确保测量值准确。激光导热仪相关计量规范的缺失对于设备在使用中风险的控制、校准工作的有效开展实施造成了较大的难度。因此，有必要制定《激光导热仪校准规范》，为指导、有效开展对激光导热仪的校准工作提供详细的校准程序及技术指标，保证量值的准确。

* 1. 任务来源

为保证和提升我国激光导热仪的准确性产品质量，适应我国热性能试验行业的快速发展和满足国内外市场的需要，工业和信息化部以工厅科[2023]476号文下达了《工业和信息化部办公厅关于印发2023计量规范制修订计划的通知》，其计划号为：JJFZ（有色金属）006-2023，计划完成年限为2025年。

* 1. 项目编制组单位简况
		1. 编制组成员单位

本标准的编制组单位为：国标（北京）检验认证有限公司、。编制组成员单位均是我国有色金属行业的主要计量及科研研制单位。

* + 1. 主编单位简介
			1. 国标（北京）检验认证有限公司

国标（北京）检验认证有限公司是我国有色行业的材料研究和材料检测的权威机构。该公司运行着国家有色金属质量监督检验中心，于1985年开始筹建并承担检验任务。1990年通过国家技术质量监督检验检疫总局的审查认可，2001年通过实验室“三合一”认可。是我国有色行业金属材料检测的权威机构。中心拥有雄厚的技术力量，先进的仪器，齐全的分析方法，以及与国际接轨的质量管理体系（ISO/IEC 17025），承接了国家质量监督抽查、实施生产许可证产品的质量检验、方圆产品认证检验、产品质量鉴定、质量评价和仲裁检验等任务。同时，研究开发新的检验技术和方法；培训检验人员和技术咨询；承担和参加国家标准、行业标准的制定和修订工作，负责和参与起草制订国家标准150余项，行业标准70余项。

在铝及铝合金材料的监督检验方面，该公司具备深厚的基础，承担了大量的分析检测任务和标准起草制定工作。实验室配备有ICP-MS、ICP-ES、GD-MS、光谱仪、氧氮氢测定仪等一系列化学分析仪器，可对铝及铝合金材料进行全元素定性和定量分析。实验室配备了万能材料试验机及相关配套设备，可进行高低室温下的拉伸、压缩、剪切等力学性能试验，以及弯曲、扩口、压扁、杯突等工艺性能的检测、配备有高周、低周和弯曲疲劳试验机及高、低温环境箱，可进行高、低、室温下的高周疲劳和弯曲疲劳性能，以及室温下的低周疲劳、裂纹扩展速率、断裂韧性、腐蚀疲劳等性能的检测。配备了多种硬度检测设备，可进行布氏、洛氏、维氏、韦氏等硬度检测。另外还可开展铝及铝合金的应力腐蚀、剥落腐蚀、盐雾腐蚀等抗腐蚀性能的检测，以及持久蠕变试验、冲击试验、热分析、粗糙度、电性能、密度、涂层性能等参数的检测，基本涵盖了铝及铝合金产品监督检验的领域范围。

本单位积极组织编制组各次工作会议，开展相关的校准，有效组织参编单位多次对标准的各版《征求意见稿》进行认真的讨论和审议，提出大量有益的意见和建议，在编制组中发挥了牵头作用。

* + 1. 成员单位简介
			1. 北京航空航天大学
	1. 主要工作过程

4.1 预研阶段

编制组内部经实地调研，就规范包含的内容、主要技术指标等问题进行了讨论，确定规范起草的主导思想和起草原则，对起草组人员的工作进行了分配，并对制定规范的技术指标及拟使用的方法进行现场验证。了解使用单位需求情况并进行测试试验,选取有代表性的仪器品牌并对其分类，收集相关技术材料。

4.1.1 规范内容的确认

通过参考市场常用设备，如型号为LFA-467HT的耐驰激光导热仪等，对规范的校准项目及参数进行了调研。经调研发现，目前激光导热仪试验机对设备校准的需求为采用标准样品进行校准，所以采用标准器进行校准为本项目的主要研究内容。

4.1.2 技术指标的确认

通过参考GB/T 22588对主要技术指标进行查询，并与专业热分析实验室进行技术讨论，最终确认了校准项目的测量范围和误差范围。

4.2 立项阶段

预研工作完成后，由国标（北京）检验认证有限公司提交项目申请书等材料，于2023年，工业和信息化部以工信厅科函[2023]476号文下达了《工业和信息化部办公厅关于印发2023年行业计量技术规范制修订计划的通知》，其申报号为：JJFZ(有色金属) 006-2023，计划完成年限为2025年。

4.3 起草阶段

4.3.1 任务讨论会

2023年8月~2024年3月，由国标公司编制组对规范进行起草。经过多次的讨论，现场试验和数据采集后，完成了规范的讨论稿。

1. 规范编制原则和确定主要内容
	1. 编制原则
2. 保证有色行业的特殊性和适用性
3. 保证校准规范的规范性
4. 保证校准规范的可操作性
	1. 确定主要内容

1 范围

本校准规范适用于激光导热仪（以下简称试验机）的校准。

编制理由：

1）目前没有对激光导热仪进行校准的规范性文件。

2）为满足热扩散系数试验方法中对试验机的校准要求。

3）通过对激光导热仪进行校准，提高对新材料的质量把控及溯源性。

2 规范性引用文件

（无）。

3 概述

阐述激光导热仪的工作原理及分类。

4 计量特性

根据激光导热仪方法中的主要试验参数规定了激光导热仪的计量特性。

编制理由：

1）激光导热仪的热扩散系数测量是主要参数，本规范对主要参数的技术指标做出规定。

5 校准条件

规定了激光导热仪校准的环境条件。

编制理由：

1. 对校准的环境条件作出说明，对显著影响校准结果的环境要素温湿度、气压、供电电源等提出具体要求：温度：（20±5）°C，校准期间温度变化范围不超过2°C；湿度：不大于80%RH；设备周围应无强烈振动及腐蚀性气体存在，应避免其他冷、热源影响。周围无影响校准工作的电磁干扰和机械振动。实际工作中，环境条件还应满足测量标准器正常使用的要求。

6 测量标准

规定了激光导热仪校准使用的标准器。

编制理由：

对标准器的技术指标作出说明，为实现计量工作正常有效开展，保证设备正常工作、实现量值统一、建立计量溯源性提供依据。测量标准器温度范围应满足校准布点要求，具体的测量标准技术指标见表1。

表1测量标准

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 设备名称 | 温度 | 特征值 | 校准项目 | 备注 |
| 蓝宝石热扩散系数标准样品 | 500℃ | 2.571 mm2/s不确定度：0.028 | 热扩散系数 | / |
| IN600热扩散系数标准样品 | 25℃ | 3.458mm2/s | 热扩散系数 | / |
| 100℃ | 3.563mm2/s | / |
| 200℃ | 3.947mm2/s | / |
| 300℃ | 4.264mm2/s | / |
| 500℃ | 4.783mm2/s | / |
| 800℃ | 5.392mm2/s | / |
| 1000℃ | 5.863mm2/s | / |
| 石墨热扩散系数标准样品 | 20℃ | 76.2mm2/s | 热扩散系数 | / |
| 227℃ | 43.7mm2/s | / |
| 1027 | 15.1mm2/s | / |

7 校准项目和校准方法

对校准项目及操作方法作出说明。校准的项目为热扩散系数的校准。规定了校准时的布点范围、数据采集规则、操作步骤和数据处理过程。

7.1 校准项目

激光导热仪校准项目

|  |  |
| --- | --- |
| 序号 | 校准项目 |
| 1 | 热扩散系数 |

7.2 校准方法

7.2.1 校准前的准备工作

校准前应进行外观检查，检查仪器名称、型号、出厂编号和制造厂名。仪器外观整洁，控制面板所有开关和按键均工作正常，显示屏的信息显示清晰。

7.2.2 热扩散系数的校准

将一系列热扩散系数标样采用激光导热仪进行热扩散系数测试，标样的选取原则为大致覆盖仪器常用测量温度。常用校准用标准样品为蓝宝石、镍基合金、石墨等。

7.2.2.1 校准点的选择

热扩散系数校准点的选择建议不少于5个点，一般按照量程的20%、40%、60%、80%、100%选择校准点，也可按照客户需求进行取点。

7.2.2.2 热扩散系数重复性误差

计算每个校准点3次测量的算术平均值，按照公式（1）计算示值重复性相对误差。

 （1）

式中：

—热扩散系数的重复性相对误差；

—校准点i在n次测量中的最大值，mm2/s；

—校准点i在n次测量中的最小值，mm2/s。

7.2.2.3 热扩散系数示值误差

 （2）

式中：

*q*—热扩散系数的重复性相对误差；

—热扩散系数标准样品的特征值，mm2/s；

—校准点i在n次测量中的平均值值，mm2/s。

1. 实践检测情况

国标（北京）检验认证有限公司根据本规范对激光导热仪进行了全计量特性的校准，内容详见校准报告。

1. 标准水平分析

 本规范的制定填补了有色金属行业用激光导热仪的校准空白，属于国内首创。

1. 与现行相关法律、法规、规章及相关规范，特别是规范的协调性

本规范所引用的规范及规范均为我国现行有效的计量规范及规范，是本标准的一部分，引用这些规范及规范后，使本规范的要求与现行的相关法律、法规、规章及相关规范规范的关系不矛盾、不冲突，其相互关系非常协调。

1. 标准中涉及的专利或知识产权说明

本标准不涉及任何专利或知识产权。

1. 重大分歧意见的处理经过和依据

（无）。

1. 贯彻规范的要求和措施建议

本规范发布后，中国有色金属行业协会和有色金属行业计量技术委员会应加强本规范的宣传力度，促进激光导热仪生产厂家按照设备使用情况合理选用校准规范，以促进我国企业的技术进步和产品质量，提高我国产品在国际、国内市场的竞争能力，走出国门践行“一带一路”，有效地化解我国的有色金属产能过剩，促进有色金属加工产业的质量提升。

1. 废止现行有关规范的建议

（无）。

1. 产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果

本规范发布后将在我国有色金属行业得到广泛的应用，使用该设备的生产厂家众多，使用厂家也多，且随着我国“城市改造、城市建设、城市绿化，保护环境”、“一带一路”和“中国制造2025”战略的实施，随着工程建筑行业的科技进步和快速发展。本规范的顺利制定将进一步推动产品的质量提升，市场潜力巨大，经济效益巨大。