



中华人民共和国工业和信息化部
有色金属计量技术规范

JJF（有色金属）XXXX—20XX

激光导热仪校准规范
(预审稿)

Calibration Specification for Laser Flash Diffusivity Apparatus

20xx-xx-xx 发布

20xx-xx-xx 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

激光导热仪校准规范

Calibration Specification for
Laser Flash Diffusivity Apparatus

JJF（有色金属）XXXX—
20xx

归口单位：中国有色金属工业协会

主要起草单位：国标（北京）检验认证有限公司

参加起草单位：

本规范委托有色金属行业计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

参加起草人：

目录

引 言	II
1 范围	1
2 引用文件	1
3 概述	1
4 计量特性	2
5 校准条件	2
5.1 环境条件	2
5.2 测量标准	2
6 校准项目和校准方法	3
6.1 校准项目	3
6.2 校准方法	3
7 校准结果表达	5
8 复校时间间隔	5
附录 A 激光导热仪校准记录参考格式	6
附录 B 激光导热仪校准证书内页参考格式	7
附录 C 激光导热仪热扩散系数校准的测量结果不确定度评定示例	8

引 言

JJF 1071《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001《通用计量术语及定义》和JJF 1059.1《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑校准规范制修订工作的基础性系列规范。

本规范的制定参考了JJG 936《示差扫描热量计》、GB/T 22588《闪光法测量热扩散系数或导热系数》。

本规范为首次发布。

激光导热仪校准规范

1 范围

本规范适用于温度范围从室温到 1000℃的激光导热仪（亦称激光闪射导热仪，简称 LFA）的校准。

2 引用文件

无

3 概述

激光导热仪的基本构成包括激光系统、样品池、加热炉、信号放大器及数据采集系统等，如图 1 所示。

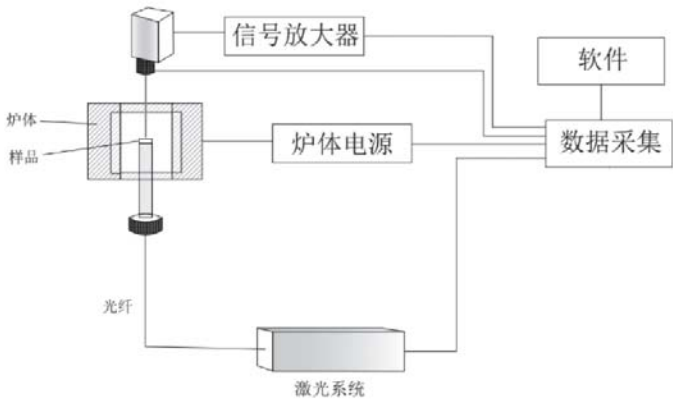


图 1 激光导热仪的设备示意图

激光导热仪工作原理是：样品在一定的设定温度下，由激光源在瞬间发射一束光脉冲，均匀照射在样品的一面，使其吸收光能后温度升高，并向冷端（另一面）传播。利用检测器连续测量另一面的温度升高过程，得到温度升高对时间的关系曲线，基于温升过程的测试曲线，获得半温升时间，进行热扩散系数计算。其工作原理图如图 2 所示。

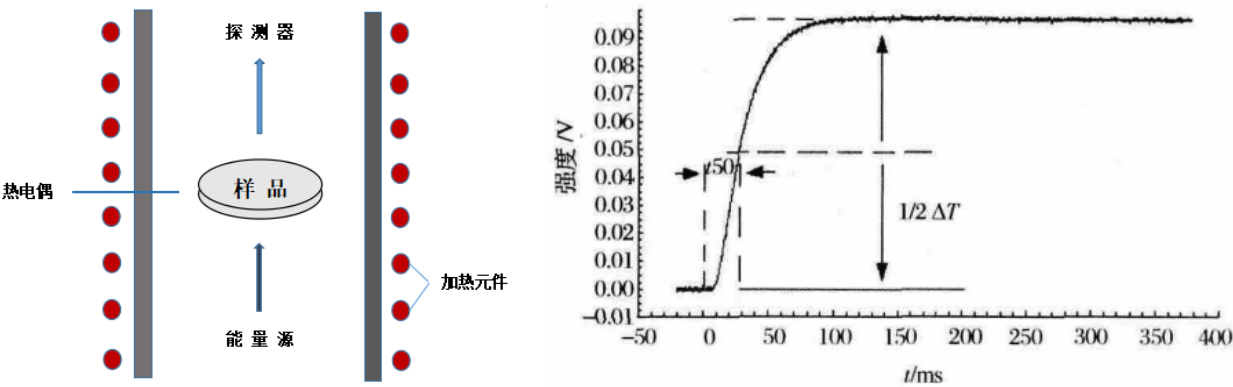


图 2 激光导热仪的原理图

4 计量特性

表 1 热扩散系数的允差

热扩散系数	最大允差/%
示值误差	±5%
示值重复性误差	3%

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 环境温度应为（15~30）℃。

5.1.2 相对湿度不大于 85%RH。

5.1.3 仪器应放置于稳固的工作台上，无影响仪器正常工作的震源。

5.1.4 场所应通风良好，无热辐射影响，无易燃、易爆物及腐蚀性气体。

5.2 测量标准及其他设备

5.2.1 量块

标称长度：（1~5）mm 的量块，标称长度的不确定度满足 3 等量块的要求。

5.2.2 千分尺

测量范围不小于 10mm，最大允许误差±25μm。

5.2.3 热扩散系数测量标准

校准时使用的测量标准应为国家有证标准物质或标准样品，推荐的测量标准见表 2。

表 2 测量标准

测量标准	温度	特征值	校准项目
蓝宝石热扩散系数测量标准	500℃	2.574 mm ² /s	热扩散系数
IN600 热扩散系数测量标准	25℃	3.458 mm ² /s	热扩散系数
	100℃	3.563 mm ² /s	
	200℃	3.947 mm ² /s	
	300℃	4.264 mm ² /s	
	500℃	4.783 mm ² /s	
	800℃	5.392 mm ² /s	
	1000℃	5.863 mm ² /s	
石墨热扩散系数测量	20℃	76.2 mm ² /s	热扩散系数
	227℃	43.7 mm ² /s	

标准	1027℃	15.1 mm ² /s	
----	-------	-------------------------	--

5.2.4 保护气体

氮气、氩气或氦气，纯度大于等于 99.9%。

6 校准项目和校准方法

6.1 校准项目

激光导热仪校准项目见表3。

表3 激光导热仪校准项目

序号	校准项目
1	热扩散系数

6.2 校准方法

6.2.1 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。

开机并开启水浴装置后保持30min以上，使设备处于稳定状态之后才能进行校准工作。

为红外检测器充填液氮，保证检测器在零下温度工作。

6.2.2 热扩散系数校准

采用激光导热仪将测量标准进行一系列温度点的热扩散系数测量，测量标准的选取原则为大致覆盖仪器常用测量温度。

6.2.2.1 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。

6.2.2.2 测量热扩散系数

（1）采用千分尺对测试标准的厚度进行准确测量，测试标准厚度方向的两个平面应尽量平行且光洁；

（2）对测试标准采用石墨喷灌进行表面涂覆以增加样品表面对光能的吸收比与红外发射率，覆层应均匀致密，厚度应适度，在保证材料表面有效遮覆的同时不应过厚；

（3）将试样放入合适尺寸的样品托盘，托盘孔的直径（实际检测直径）应小于样品直径，建议两者比例约为70%；

(4) 试样应在保护气氛下进行测试, 建议采用氮气或者氩气等惰性气体进行保护, 500℃以上建议采用氩气进行保护;

(5) 输入测试标准的名称、厚度;

(6) 按照6.2.2.1的要求设置测试温度点;

(7) 对测试标准进行预闪射, 获取电压、脉冲宽度、时间等参数信息;

(8) 依据预闪射获得的参数对测试参数进行尝试和调整后进行测量;

(9) 设置测量次数大于等于4次, 去掉第一次预散射结果, 获得至少3个有效数据;

(10) 到达各温度点时, 重复第(9)步操作;

(11) 数据处理, 激光闪射法测量热扩散系数 α 可通过下列公式进行计算:

$$\alpha = 0.1388 \times d^2 / t_{50} \quad (1)$$

式中:

d : 样品的厚度; t_{50} : 半升温时间, 即样品接收到光脉冲照射后样品另一面表面温度升高到最大值的一半所需的时间。

6.2.2.3 热扩散系数重复性误差

计算每个校准点多次测量的算术平均值, 按照下述公式计算示值重复性相对误差。

$$b = \frac{\alpha_{\max} - \alpha_{\min}}{\alpha} \times 100 \% \quad (2)$$

式中:

b —热扩散系数的重复性相对误差;

$\alpha_{\max}$ —校准点*i*在*n*次测量中的最大值, mm^2/s ;

$\alpha_{\min}$ —校准点*i*在*n*次测量中的最小值, mm^2/s 。

6.2.2.4 热扩散系数示值误差

$$q = \frac{\overline{\alpha_i} - \alpha}{\alpha} \times 100\% \quad (3)$$

式中:

q —热扩散系数的重复性相对误差;

α —热扩散系数标准样品的特征值, mm^2/s ;

$\overline{\alpha_i}$ —校准点*i*在*n*次测量中的平均值, mm^2/s 。

7 校准结果不确定评定

热扩散系数示值误差不确定度评定见附录C。

8 校准结果表达

经校准的激光导热仪应出具校准证书，校准证书至少应包括以下信息：

- a) 标题：“校准证书”；
- b) 实验室的名称和地址；
- c) 实施校准活动的地点，包括客户设施、实验室固定设施以外的地点；
- d) 证书的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
- e) 客户的名称和联络信息；
- f) 被校对象的描述和明确标识；
- g) 进行校准活动的日期，如果与校准结果的有效性和应用有关时，应说明被校对象的接收日期和证书发布日期；
- h) 对校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
- i) 本次校准所用的测量标准和溯源性及有效性说明；
- j) 校准环境的描述；
- k) 校准结果及其测量不确定度的说明（给出整个测量范围校准结果测量不确定度的最大值）；
- l) 校准证书签发人的签名、职务或等效标识，以及签发日期；
- m) 校准人和核验人签名；
- n) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- o) 未经校准实验室书面批准，不得部分复制校准证书的声明。

校准原始记录参考格式见附录A，校准证书参考格式见附录B。

8 复校时间间隔

复校时间间隔的长短取决于其使用情况，使用单位可根据实际使用情况自主决定复校的时间，建议复校时间间隔为1年。

附录 A

激光导热仪校准记录参考格式

证书编号:

接收日期:

校准日期:

发布日期:

委托单位:

校准依据:

被校设备信息						
器具名称				出厂编号		
型号/规格				设备编号		
制造厂				环境条件	°C	%RH
校准地点						
测量标准信息						
名称	型号	证书编号	编号	准确度等级/ 最大允许误差 /不确定度	有效期	
校准结果						
热扩散系数 (mm ² /s)						
校准点	1	2	3	平均	示值误差%	示值重复性%
扩展不确定度:						

校准人:

核验人:

附录 B

激光导热仪校准证书内页参考格式

证书编号:

校准结果					
热扩散系数（mm ² /s）					
校准点	1	2	3	平均值	示值误差%
扩展不确定度:					
备注:					

附录 C

激光导热仪

热扩散系数校准的测量结果不确定度评定示例

C.1 概述

C.1.1 评定依据

本规范。

C.1.2 测量标准

标准样品：蓝宝石，500℃，不确定度±0.03。

C.1.3 被测对象

激光导热仪：型号：LFA-467HT

C.1.4 测量方法

对测量标准进行厚度测量后放入设备腔体，设置试验温度为500℃，选取合适的能量脉冲，获得检测器信号升高对时间的关系曲线，获得半温升时间 t_{50} ，采用6.2.2.2所述公式计算获得热扩散系数 α 。重复测量3次，计算平均值。

C.2 测量模型

根据测量过程，其测量结果示值误差可从被测仪器和测量标准特征值的示值差得到，因此测量模型可写为：

$$\Delta\alpha = \overline{\alpha_i} - \alpha \quad (\text{C.1})$$

式中：

$\Delta\alpha$ —被测仪器的示值误差， mm^2/s ；

α —热扩散系数标准样品的特征值， mm^2/s ；

$\overline{\alpha_i}$ —校准点 i 在 n 次测量中的平均值， mm^2/s 。

C.2.1 灵敏系数

$$c_1 = \frac{\partial \Delta\alpha}{\partial \overline{\alpha_i}} = 1 \quad c_2 = \frac{\partial \Delta\alpha}{\partial \alpha} = -1 \quad (\text{C.2})$$

C.3 测量不确定度的来源

根据测量模型，激光导热仪示值误差测量结果的不确定度来源主要是：

1) 被校仪器的测量重复性引入的不确定度分量 $u(\alpha)$

2) 热扩散系数标准样品精度所引入的不确定度分量

C.4 测量不确定评定

C.4.1 被校仪器的测量重复性引入的不确定度分量 $u(\alpha)$

选择被测对象为蓝宝石，选取500℃作为测量点，连续测量10次，得到测量列见表C.1。

表C.1 500℃点测量列

测量次数	1	2	3	4	5	7	8	9	10
测量值 (mm^2/s)	2.569	2.580	2.576	2.581	2.573	2.566	2.568	2.563	2.575

由表C.1计算得出：标准偏差： $s = 0.008 \text{ mm}^2/\text{s}$ ；平均值： $\bar{\alpha} = 2.573 \text{ mm}^2/\text{s}$ 。

根据6.2.2得知，每次校准均对测量标准进行3次测量，则

$$u(\alpha) = \frac{s}{\sqrt{3}} = 0.0046 \text{ mm}^2/\text{s}$$

C.4.2 热扩散系数测量标准精度所引入的不确定度分量

输入量 $u(\bar{\alpha})$ 的不确定主要由热扩散系数测量标准的精度引入，根据测量标准证书可知，该测量标准不确定度为 $0.03 \text{ mm}^2/\text{s}$ 。采用B类不确定评定方法，假设为均匀分布，500℃校准点由测量标准所引入的标准不确定度 $u(\bar{\alpha})$ 为：

$$u(\bar{\alpha}) = 0.03 / \sqrt{3} = 0.017 \text{ mm}^2/\text{s}$$

C.5 合成标准不确定度计算

以上两个分量 α 和 $\bar{\alpha}$ 相互独立，相关系数为0，所以：

$$u_c(\Delta \alpha) = \sqrt{c_1^2 u^2(\alpha) + c_2^2 u^2(\bar{\alpha})} \quad (\text{C.3})$$

表C.2 测量不确定度来源汇总表

符号	不确定度来源	标准不确定度(mm^2/s)	灵敏系数
$u(\alpha)$	被校仪器测量重复性	0.0046	1
$u(\bar{\alpha})$	测量标准不确定度	0.017	-1
$u_c(\Delta \alpha)$	合成	0.018	-

C.6 扩展不确定度计算

取包含因子 $k = 2$ ，扩展不确定度的表达式为：

$$U = k \cdot u_c(\Delta \alpha) \quad (k = 2)$$

$$U = 2 \times 0.018 = 0.036 \text{ mm}^2/\text{s} \quad (k = 2) \quad (500^\circ\text{C})$$

C.7 相对扩展不确定度计算

因在校准仪器时, 判断仪器示值误差和示值重复性时, 均使用相对误差对仪器性能进行确认, 则

$$U = 0.036 \text{ mm}^2/\text{s} \quad (k = 2) \quad (500^\circ\text{C})$$

$$U_{\text{rel}} = \frac{0.036}{2.574} \times 100\% = 1.4\% \quad (k = 2)$$