

JJF（有色金属）XXX—XXXX
激光导热仪校准规范(编制说明)

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

一、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导热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。

2 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。

3 项目编制组单位简况

3.1 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。

3.2 主编单位简介

3.2.1 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。

3.3 成员单位简介

3.3.1 中国国检测试控股集团股份有限公司

中国国检测试控股集团股份有限公司（股票简称“国检集团”，英文简称 CTC，股票代码 603060）起源于 20 世纪 50 年代中国建材总院检验认证业务板块，经过 70 载不懈努力与执着追求，形成检验检测、认证评价、检测仪器及智能制造、计量校准、科研及技术服务五大业务平台，致力于为客户提供质量、环保、绿色、安全、健康、节能等领域的检验检测、认证评价、鉴定、咨询、培训、仪器装备等技术服务及综合性解决方案。

国检集团总部位于北京，在全国 22 个省、市、自治区设有 60 余个法人机构、34 个国家及行业产品质检中心，5700 余名优秀员工，服务能力覆盖建筑材料与建设工程、环境、智能制造、轨道交通、医学健康、食品及农产品、化妆品及日化用品、地质矿产等行业的设计、研发、生产、使用、物流、消费各个环节。

国检集团坚持创新发展，近年来累计完成与在研省部级以上科研项目 200 余项；主持发布与在研 ISO、IEC 国际标准 16 项，国家、行业、地方标准 700 余项，获授知识产权 1500 余项；积极践行央企责任与担当，成为奥运工程、上合峰会、APEC 会议、金砖会议等国家重点工程唯一环境质量控制服务商；服务国家“双碳”目标，为全国 20 多个省市，近 3000 家企业提供技术服务。

3.3.2 德国耐驰

德国耐驰（NETZSCH），总部位于德国 Selb，是热分析、热物性测量与旋转流变仪器的专业厂商，致力于研发多功能、高灵敏度、高可靠性的热分析仪器与流变仪，广泛适用于材料研发、质量控制、失效分析等。德国耐驰在全球 37 个国家设立了 130 个销售和制造中心，超过 3000 名员工保证为客户提供及时快捷的专业服务。现拥有多项专利技术，多次获得全球重大科学技术革新大奖。

进入中国二十多年来，耐驰在上海、北京、广州、成都等多个城市设立了分支机构和技术服务中心，并且在上海设立了应用实验室以及备件仓库，为客户提供强大的技术支持和完善的售后服务。除丰富的产品外，耐驰还为中国用户定制了中文版的操作和分析软件、中文操作说明书以及中文应用资料。耐驰的技术专家每年定期举办用户交流会和技术讲座，并根据用户需求提供定制化高级应用培训。迄今，耐驰仪器在国内已拥有数千用户，遍布工业领域的研发及质量检验部门，各知名高校研究所，国家权威产品检验部门及国防前沿材料研究领域的国家重点实验室等。

3.3.3 北京航空航天大学

北京航空航天大学分析测试中心（The Analysis & Testing Center, Beihang University）成立于 2022 年 11 月，定位为校级公共服务支撑平台，在资产与实验室管理处的业务指导和协调支持下，负责校内公共平台的运行、维护和开放共享，是一个集约化公共服务平台为中心、多个协同测试平台为支撑的综合测试服务平台。

分析测试中心拥有 120 余台套仪器设备，资产总值约 3.3 亿元。分测中心按照“共建共享、发挥效益、有偿服务”的原则，分成“集约服务平台”和“协同服务平台”运行管理，通过建立物联网智能管理模式，对实验仪器进行购置、更新、保养、维护、使用的全生命周期管理，实现面向校内外用户的开放共享。集约服务平台放置通用分析测试设备，共有 80 余台套，其中单价 500 万以上仪器设备 11 台套，单价 1000 万以上仪器设备 2 台套，目前有场发射扫描透射电镜、双束显微镜、硬 X 射线近常压 XPS、无损亚微米 X 射线分析仪、脉冲波谱仪、纳米飞行时间二次离子质谱仪、超高分辨率多级环形离子淌度质谱系统、极低温强磁场综合测量系统、超高分辨激光共聚焦荧光光谱仪等。协同服务平台由学院与分析测试中心协同建设和管理运行，放置特色专业分析测试设备，约有 40 台套，目前有双球差矫正透射电镜、原子分辨透射电镜、场发射电子探针显微分析仪、激光共焦拉曼光谱仪等。

4 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

2023年8月成立了校准规范编制组，明确了编制组成员格子的工作内容和任务。

2023年9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。

2024年4月，在湖南长沙召开了规范的讨论会，经现场讨论，会上对《激光导热仪校准规范》进行了讨论，会上有来自不同单位的计量委员会委员、专家、代表就《激光导热仪校准规范》等提出来修改建议和意见，修改后形成了规范的征求意见稿。

2024年5月，中国有色金属工业协会发文《关于对〈铝及铝合金压滤法测渣仪校准规范〉等13项有色金属行业计量技术规范征求意见的函》（中色协科综字（2024）7号），向社会广泛征求意见。

2024年11-12月，由国标检验、国检集团和德国耐驰完成了试验验证工作，形成校准报告/测试报告。由于国检集团和德国耐驰不具备校准能力，因此提供测试报告。

2024年12月在重庆举行有色金属计量技术规范研讨会，会上对《激光导热仪校准规范》进行了预审，会上有来自不同单位的计量委员会委员、专家、代表对《激光导热仪校准规范》提出了修改建议和意见。修改后形成《激光导热仪校准规范-送审稿》。

二、规范编制原则和确定主要内容

（一） 编制原则

- 第一、保证有色行业的特殊性和适用性
- 第二、保证校准规范的规范性
- 第三、保证校准规范的可操作性

（二） 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

阐述激光导热仪的设备构成与工作原理。

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：

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：

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、震动等提出具体要求：温度：（15~30）℃；湿度：不大于 85%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。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。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。

6 测量标准

规定了激光导热仪校准使用的测量标准。

编制理由：

对测量标准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

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标准	20℃	76.2 mm ² /s	热扩散系数
	227℃	43.7 mm ² /s	
	1027℃	15.1 mm ² /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。

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。

7.2.2 热扩散系数的校准

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。

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 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：

$$\alpha = 0.1388 \times d^2 / t_{50}$$

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。

7.2.2.3 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，按照下述公式计算示值重复性相对误差。

$$b = \frac{\alpha_{\max} - \alpha_{\min}}{\alpha} \times 100\%$$

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，mm²/s；

$\alpha_{\min}$ —校准点*i*在*n*次测量中的最小值，mm²/s。

7.2.2.4 热扩散系数示值误差

$$q = \frac{\overline{\alpha_i} - \alpha}{\alpha} \times 100\%$$

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，mm²/s；

$\overline{\alpha_i}$ —校准点*i*在*n*次测量中的平均值，mm²/s。

三、 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。

四、 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。

五、 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。

六、 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。

七、 重大分歧意见的处理经过和依据

（无）。

八、 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。

九、 废止现行有关规范的建议

（无）。

十、 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。