

闪光法块体材料热扩散系数测量仪校准规范
(征求意见稿)

Calibration Specification for Thermal Diffusivity Measurement

Apparatus for Bulk Materials by Flash Method

编制说明

闪光法块体材料热扩散系数测量仪校准规范编制工作组

2025 年 1 月

目 录

一、目的和意义.....	1
二、工作简况.....	2
1 任务来源.....	2
2 编制和协作单位.....	2
3 工作过程.....	2
三、编制原则.....	3
四、确定规范主要内容的依据.....	3
1 范围.....	6
2 计量特性.....	6
3 校准条件.....	7
4 校准项目和校准方法.....	8
5 测量不确定度评定.....	17
五、与国内外同类校准规范水平对比情况.....	20
六、与有关的现行法律、法规和强制性标准的关系.....	20
七、重大分歧意见的处理经过和依据.....	20
八、贯彻规范的要求和措施建议.....	21
九、废止现行有关规范的建议.....	21
十、其他应予说明的事项.....	21

闪光法块体材料热扩散系数测量仪校准规范

编制说明

一、目的和意义

材料的导热系数是衡量材料热传导能力的重要物理参数,是材料的重要热物理性能之一,也是新材料表征与研究的基本参数之一。闪光法块体材料热扩散系数测量仪(亦称闪光法导热仪、闪射法导热仪、激光闪射法导热仪或激光导热仪)是一种利用闪光灯或激光闪射原理测量瞬时导热系数或热扩散系数的仪器,是目前世界上应用最广泛、最先进的测量仪器。据统计,全世界范围内超过 80% 的热扩散系数的测量数据采用了闪光法原理。目前,闪光法块体材料热扩散系数测量仪在冶金、地质、有色、建材、航空航天、核电、高分子等行业领域尤其是新材料领域应用广泛,是我国各大科研院所、高校、第三方检测机构、企事业单位等必不可少的热物性研究设备,国内保有量超过 1000 台,且逐年攀升。

目前 ISO、ASTM 等国际标准组织以及国内标准组织(国家标准、地方标准和团体标准)已颁布多项闪光法测量材料热扩散系数或导热系数的方法标准。但是针对商用闪光法块体材料热扩散系数测量仪的校准规范尚未发布,校准规范的制定迫在眉睫,以衡量闪光法块体材料热扩散系数测量仪的计量性能,确保测量量值统一和数据准确可靠,建立国家的热导系数量值溯源体系,以及为仪器的定期校准和核查提供了依据,具有十分重要的经济和社会效益。

表 1 国内外闪光法测量材料热扩散系数或导热系数的方法标准(部分)

	标准编号和名称
国际/国外标准	ASTME1461-2013 用闪光法测定热扩散率的标准试验方法
	ISO 22007-4:2017 塑料.热传导率和热扩散率的测定.第 4 部分:激光闪光法
	ISO 18755:2022 精细陶瓷(高级陶瓷、高级工业陶瓷).用闪光法测定整体陶瓷的热扩散率
	JIS R1611-2010 激光闪烁法测定精细陶瓷的热扩散率、比热容量、热传导率试验方法
	DIN EN 821-2-1997 高级陶瓷.整体陶瓷.热物理性能.第 2 部分:用激光闪光法(或热能脉冲)测定导热能力
国内标准	GB/T 22588-2008 闪光法测量热扩散系数或导热系数
	GB/T 42919.4-2023 塑料 导热系数和热扩散系数的测定 第 4 部分:激光闪光法

	GB/T 39862-2021 高热导率陶瓷导热系数的检测
	GB/T 35807-2018 硫化橡胶 热扩散系数的测定 闪光法
	GB/T 3651-2008 金属高温导热系数测量方法
	DB32/T 4026-2021 石墨烯粉体材料热扩散系数测定 激光闪射法
	DB32/T 3596-2019 石墨烯材料 热扩散系数及导热系数的测定 闪光法
	DB13/T 2768.5-2018 石墨烯粉体材料检测方法 第 5 部分：热扩散系数的测定 闪光法

二、工作简况

1 任务来源

项目名称：激光闪射法导热仪校准规范

任务来源：2022年国家计量技术规范制修订计划项目。

牵头起草单位：中国计量科学研究院

归口单位：全国温度计量技术委员会（MTC12）

2 编制和协作单位

中国计量科学研究院（以下简称“中国计量院”）成立于 1955 年，隶属国家市场监督管理总局，是国家最高的计量科学研究中心和国家级法定计量技术机构，属社会公益型科研单位。建院以来，中国计量院瞄准国际计量科学前沿，在国家经济建设、社会发展和科技进步中发挥了重要的支撑作用。中国计量院现有国家计量基准 128 项，标准 359 项，有证标准物质 1603 项，国际计量局（BIPM）公布的国际互认的校准和测量能力 1574 项，国际排名第三、亚洲排名第一。随着技术能力的持续提升，中国计量院的服务水平不断增强。2018 年，中国计量院为社会提供 30 余万台/件仪器的量值传递与溯源服务。国家计量院作为国家最高计量科学研究中心和国家级法定计量技术机构，担负着确保国家量值统一和国际一致、保持国家最高测量能力、支撑国家发展质量提升、应对新技术革命挑战等重要而光荣的使命。自 1955 年成立以来，国家计量院在推动我国科技创新、经济社会发展和满足国家战略需求方面做出了重要贡献。

3 工作过程

2021 年 11 月，组建了规范起草工作组，由中国计量科学研究院的技术人员组成。工作组讨论了具体的工作过程、拟定了相应的工作计划。

2021 年 12 月至 2022 年 4 月，起草工作组进行激光闪射法导热仪校准的市场调研。

2022 年 5 月至 2022 年 6 月，起草工作组进行规范立项答辩准备。

2022 年 7 月至 2022 年 8 月，规范在全国温度计量技术委员会立项。

2022 年 9 月至 2023 年 10 月，起草工作组进行规范编制；电解铁热扩散系数标准物质均匀性、稳定性的检验，计划多家比对定值；日本计量院热扩散系数有证标准物质的校准实验验证，结果分析和不确定度评定。

2023 年 11 月至 2024 年 2 月，起草工作组修改规范并形成征求意见稿。

2024 年 2 月，规范征求意见稿在前沿中心学术小组征求意见，并在热工所学术小组审查。

2024 年 3 月至 2024 年 11 月，热扩散系数标准物质校准不同品牌和型号仪器国内比对，电解铁标准物质定值。

2025 年 2 月，规范征求意见稿通过热工所学术小组审查，修改完善后准备征求意见。

三、编制原则

规范中相应的部分	依据的规范/标准编号	依据的规范/标准名称
规范的结构	JJF 1071-2010	《国家计量校准规范编写规则》
规范的主体内容	JJF 1001-2012	《通用计量术语及定义》
	GB/T 6425	热分析术语
	GB/T 22588	闪光法测量热扩散系数或导热系数
不确定度	JJF1059-2012	《测量不确定度评定与表示》

四、确定规范主要内容的依据

闪光法原理如图 1 所示：一定温度下，在绝热环境中，用高强度短时能量脉冲对试样进行辐照，试样正面吸收能量使背面温度升高，记录试样背面温度 T 随温升时间 t 的变化。根据试样厚度 L 和背面温度 T 达到最大值的某一百分比所需时间计算试样的热扩散系数 α 。

闪光法物理模型：初始条件是在恒定温度下，其正面受到一个瞬间能量脉冲

的作用，该模型假设：

- 一维传热；
- 试样表面无热量损失；
- 正面均匀吸收脉冲；
- 脉冲的作用时间无限小；
- 能量的吸收是在表面非常薄的层内；
- 均匀各向同性的材料。

在满足闪光法物理模型条件下，热扩散系数 α 的数学表达式：

$$T(x,t) = \frac{1}{L} \int_0^L T(x,0) dx + \frac{2}{L} \sum_{n=1}^{\infty} \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2 \alpha t}{L^2}\right) \cdot \cos \frac{n\pi x}{L} \int_0^L T(x,0) \cos \frac{n\pi x}{L} dx \quad (1)$$

式中 α 为材料的热扩散系数。当一个能量辐射脉冲 (Q) 瞬间射入试样正面 ($x=0$) 并被均匀吸收，吸收层深度为 g ，此时的温度分布为：

当 $0 < x \leq g$ 时，

$$T(x,0) = \frac{Q}{\rho \cdot C \cdot g} \quad (2)$$

当 $g < x < L$ 时，

$$T(x,0) = 0 \quad (3)$$

由此初始条件，公式 (1) 可以写为：

$$T(x,t) = \frac{Q}{\rho C L} \left[1 + 2 \cos \frac{n\pi x}{L} \frac{\sin \frac{n\pi g}{L}}{\frac{n\pi g}{L}} \cdot \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2 \alpha t}{L^2}\right) \right] \quad (4)$$

式中 ρ 为密度， C 为比热。对不透光材料而言， g 非常小，因此：

$$\sin \frac{n\pi g}{L} \approx \frac{n\pi g}{L} \quad (5)$$

在背面，即 $x = L$ 处，温度随时间的变化过程可用下式表示：

$$T(L,t) = \frac{Q}{\rho \cdot C \cdot L} \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2 \alpha t}{L^2}\right) \right] \quad (6)$$

两个无量纲参数 V 和 ω 定义如下：

$$V(L,t) = \frac{T(L,t)}{T_M} \quad (7)$$

$$\omega = \frac{\pi^2 \alpha t}{L^2} \quad (8)$$

T_M 为试样背面的最高温度，得：

$$V(L, t) = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp(-n^2 \omega) \quad (9)$$

当 $V=0.5$ ， $\omega=1.38$ 时，即试样背面温度达到最大温升的一半时，其热扩散系数为：

$$\alpha = \frac{0.13879 L^2}{t_{1/2}} \quad (10)$$

式中 $t_{1/2}$ 为半温升时间。

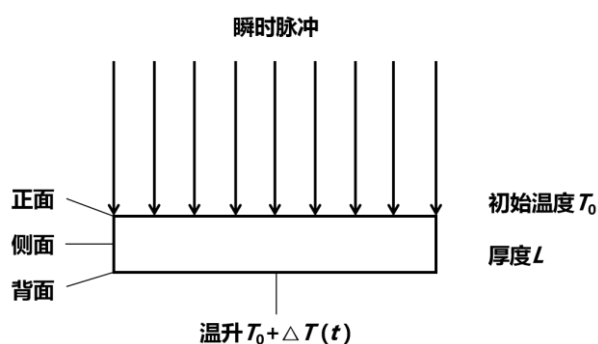
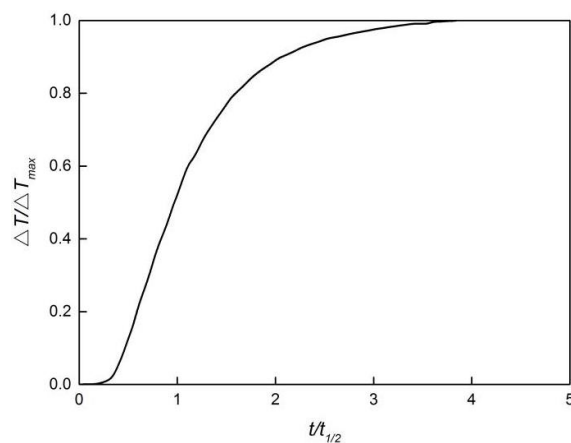


图 1 闪光法原理示意图



说明： $\Delta T / \Delta T_{max}$ —某时刻 t 时的温升值与最大温升值的比值；

$t / t_{1/2}$ —某一时刻 t 与半温升时间的比值。

图 2 试样背面温升曲线

仪器基本结构如图 3 所示，主要包括闪光灯、加热炉、温度探测器、信号处理系统、数据采集系统等。

闪光灯 闪光灯可以是激光脉冲、闪光灯或者是其他能形成短周期高能量脉冲的装置。该能量脉冲的周期应小于 $t_{1/2}$ 的 2%。照射在试样表面的脉冲强度要均匀。为减小脉冲宽度对温升曲线的影响,需进行脉冲宽度修正。

加热炉 加热炉可为试样测试提供必要的温度环境,控温精度优于 0.1℃且稳定性好。同时,炉体可为测试提供气氛环境或真空条件,真空度优于 1 Pa。

温度探测器 测量试样温升的探测器可以是热电偶、红外探测器、光学高温计或者其他对微小温度变化能够提供线性电信号输出的器件。探测器应能探测试样初始温度以上 0.05℃的变化,探测器及其放大器的响应时间应小于 $t_{1/2}$ 的 2%。

信号处理系统 信号处理系统包括读取试样温度与环境温度之差的电子回路、脉冲峰过滤器、扩大器和模拟-数字变换器。

数据采集系统 数据采集系统应有足够快的速度,采样频率应小于 $t_{1/2}$ 的 1%。

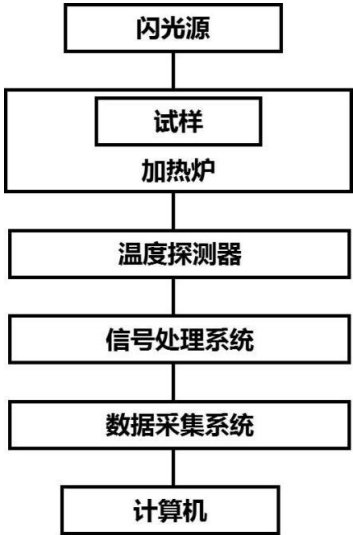


图 3 闪光法块体材料热扩散系数测量仪系统示意图

1 范围

本规范适用于闪光法块体材料热扩散系数测量仪热扩散系数的校准,热扩散系数测量范围 2 mm²/s~102 mm²/s, 温度范围 27℃~1200℃。

2 计量特性

商用闪光法块体材料热扩散系数测量仪是光、机、电等综合的高度集成化的测量仪器,且在应用中多为气氛保护。以德国耐驰公司 LFA 系列闪光法导热仪为例,其作为主流商用测量仪器,占据市场份额超 80%。耐驰 LFA 系列仪器主要由闪光灯、加热炉、红外检测器、信号处理系统等组成(图 4)。

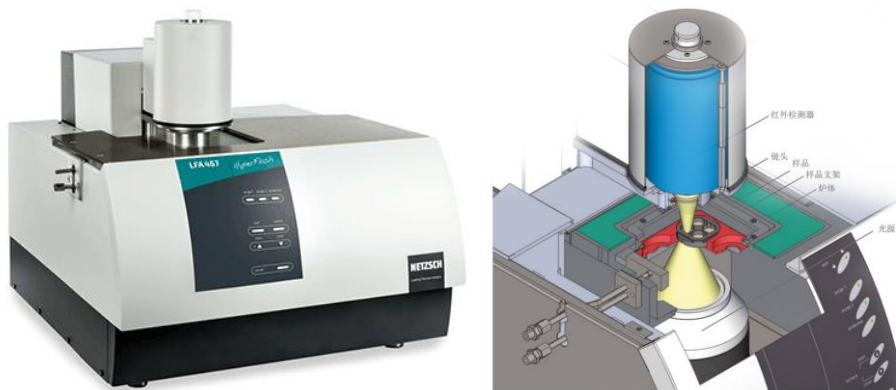


图 4 耐驰闪光法导热仪

耐驰 LFA 系列仪器为高度集成化的材料热扩散系数测量仪器，其样品腔（图 5）内部空间狭小且密闭，仪器的测温热电偶内置于样品腔内部，因而仪器温度无法直接校准。此外，仪器的数据采集模块也为内置部件，无法直接校准。



图 5 耐驰闪光法导热仪样品腔

仪器采用热扩散系数有证标准物质进行校准。因此，标准物质是主要的计量标准器和技术关键要素。校准项目为热扩散系数测量重复性和热扩散系数测量相对示值误差。

闪光法块体材料热扩散系数测量仪的计量特性如表 2 所示。

表 2 闪光法块体材料热扩散系数测量仪的计量特性

校准项目	技术指标
热扩散系数测量重复性	0.2 mm ² /s
热扩散系数测量相对示值误差	±15% (27 °C~200 °C)
	±10% (200 °C~1200 °C)

注：以上指标不作为符合性判定标准，仅供参考。

3 校准条件

3.1 环境条件

3.1.1 环境温度：（20±5）℃。

3.1.2 相对湿度：≤ 85%。

3.1.3 其他：校准地点附近无强气流及腐蚀性气体、无强电磁场干扰、无振动。

3.2 测量标准

3.2.1 热扩散系数标准物质：热扩散系数标准物质：适用温度范围包含本规范温度范围，厚度 1 mm~4 mm，热扩散系数相对扩展不确定度≤9%（k=2）。

3.2.2 千分尺：用于测量标准物质的厚度，分辨力 0.001 mm，最大允许误差不超过±0.004 mm。

4 校准项目和校准方法

4.1 外观检查

通过目视检查，闪光法块体材料热扩散系数测量仪（以下简称被校仪器）应有仪器名称、型号、出厂编号、生产单位等信息。

4.2 厚度测量重复性

采用千分尺测量热扩散系数标准物质的厚度，选择中心和周围均匀分布位置重复测试不少于 5 次，取算术平均值。按照公式（11）计算标准物质厚度重复测量的标准偏差，即厚度测量重复性。标准物质厚度测量重复性不大于 0.004 mm。

$$S_L = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (L_{im} - \bar{L}_m)^2}{n-1}} \quad (11)$$

式中：

S_L —厚度重复测量标准偏差，mm；

L_{im} —厚度测量值，mm；

\bar{L}_m —厚度平均值，mm；

n —测量次数， $n \geq 5$ 。

4.3 热扩散系数测量重复性和相对示值误差

4.3.1 标准物质表面处理

采用薄而均匀的石墨或其他高辐射率涂层对热扩散系数标准物质的上下表面进行处理。可采用喷雾、涂抹和喷射等方法处理标准物质表面,提高吸收能量的能力。若标准物质说明无需高辐射率涂层，可参照说明执行。

4.3.2 标准物质装载要求

标准物质装入样品支架后，应保证位于支架中心，水平无倾斜。

4.3.3 热扩散系数测试步骤

a) 参照仪器说明书开机并预热不少于 1 h，确保仪器运行正常；

b) 按照 7.3.1 的要求处理标准物质，并按照 7.3.2 的要求装载标准物质。仪器填写标准物质厚度值。调节氮气（或其他惰性气体）流量至仪器推荐值（一般惰性气体流量可设置（20~60）mL/min）；

c) 选择 27 °C、仪器或本规范适用的最高温度等 2 个温度点，以及适用温度范围内均匀分布的至少 3 个温度点，进行热扩散系数测量。每个温度点重复测量次数不少于 5 次，每次测量闪射次数不少于 3 次，取算术平均值作为该次测量值。不同适用温度范围仪器的建议测量温度点如表 3 所示。其他适用温度范围仪器可参照表 3 选择测量温度点。

表 3 闪光法块体材料热扩散系数测量仪的测量温度点

测量仪适用温度范围	建议温度点（不少于 5 个）
≤500 °C	27 °C, 100 °C, 200 °C, 300 °C, 500 °C
≤1250 °C	27 °C, 200 °C, 600 °C, 1000 °C, 1200 °C

d) 在保证可测温升的前提下，应选用尽可能低的能量脉冲，以确保探测器在其线性范围内工作（特别是在低温测试时）。脉冲发出后，监控初始的或处理过的温度曲线以确定合适的能量范围。

e) 在测试前或是测试过程中，应手动或自动校验温升信号基线的稳定性，确保其在最大温升的 4% 以内。在基线稳定的情况下，采用选定的能量进行测试，并采集基线和瞬时温度升高及冷却数据。

热扩散系数测量的有效性可由温升曲线上除半温升时间外的至少两个点按公式（12）的计算结果进行验证：

$$\alpha = k_x L^2 / t_x \quad (12)$$

式中：

α —热扩散系数，mm²/s；

k_x —与 t_x 对应的常数，见表 4；

L —试样厚度，mm；

t_x —温度升高至 ΔT_{max} 的 x （%）所需要的时间。

表 4 不同百分比温升下常数 k_x 的值

$x/\%$	k_x	$x/\%$	k_x
10	0.066 108	60	0.162 236
20	0.084 251	66.67	0.181 067
25	0.092 725	70	0.191 874
30	0.101 213	75	0.210 493
33.33	0.106 976	80	0.233 200
40	0.118 960	90	0.303 520
50	0.138 790

理想情况下，不同的 x （%）值计算得到的 α 值应该是相同的。如果 x （%）值为 25%、50%、75% 时计算的 α 值误差控制在 $\pm 2\%$ 以内，那么在半温升时间处测试的整体误差将在 $\pm 5\%$ 以内。如果 α 值在此范围之外，则应对响应曲线进行进一步分析，以确定是否存在有限脉冲时间效应、辐射热损失或非均匀加热。推荐的方法是绘制一条 $\Delta T/\Delta T_{max}$ 关于 $t/t_{1/2}$ 的曲线，同时在该图中添加数学模型理论曲线（部分数据见表 5）。将试验数据进行归一化，所有归一化试验曲线应经过点 $\Delta T/\Delta T_{max}=0.5$ 和 $t/t_{1/2}=1.0$ 。计算中需包含 25%~35% 及 65%~80% 范围内的点，以便将试验数据和理论曲线进行对比。

表 5 理论模型作图用温度时间数值

$\Delta T/\Delta T_{max}$	$t/t_{1/2}$	$\Delta T/\Delta T_{max}$	$t/t_{1/2}$
0	0	0.7555	1.533 1
0.011 7	0.292 0	0.778 7	1.606 1
0.124 8	0.511 0	0.799 7	1.679 1
0.181 4	0.584 0	0.818 7	1.752 1
0.240 9	0.657 0	0.835 9	1.825 1
0.300 6	0.730 0	0.851 5	1.898 1
0.358 7	0.803 0	0.865 6	1.971 1
0.414 0	0.876 0	0.890 0	2.117 1
0.466 0	0.949 0	0.909 9	2.263 1
0.500 0	1.000 0	0.926 2	2.409 1
0.558 7	1.095 1	0.945 4	2.628 1
0.599 5	1.168 1	0.966 9	2.993 1
0.636 9	1.241 1	0.986 5	3.650 2
0.670 9	1.314 1	0.9950	4.380 2

0.701 9	1.387 1	0.998 2	5.110 2
0.730 0	1.460 1

理想情况下，试样背面温升的归一化试验曲线中，试验结果曲线与数学模型曲线具有较好的一致性，如图 6 所示。然而，在实际测试过程中，经常出现有限脉冲时间效应、辐射热损失或非均匀加热等情况（图 7 和图 8），试验数据的修正在 4.3.3.1 至 4.3.3.3 予以说明。

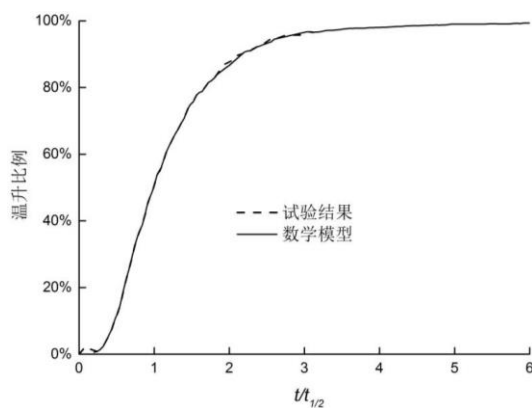


图 6 无量纲温度曲线与数学模型的对比

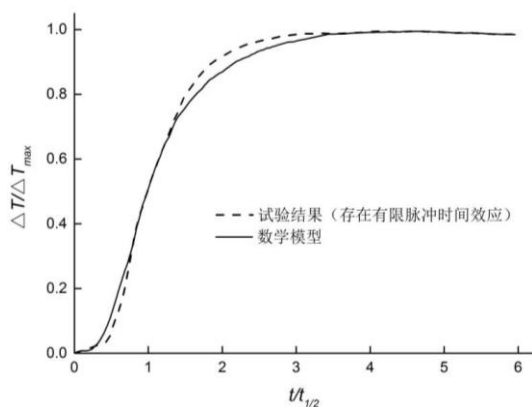


图 7 归一化背面温升曲线：试验结果（存在有限脉冲时间效应）和数学模型（无有限脉冲时间效应）的对比

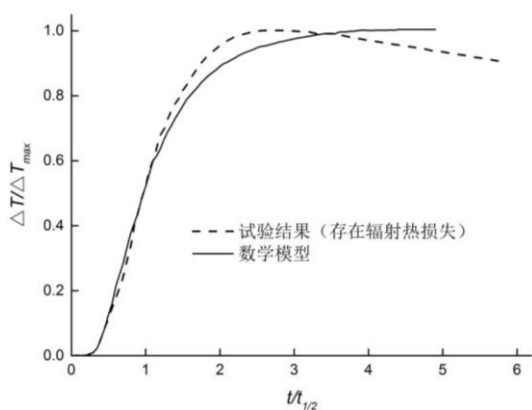


图 8 归一化背面温升曲线：试验结果（存在辐射热损失）和

4.3.3.1 有限脉冲时间的修正

一般地，可以使用公式（13）对热扩散系数进行修正：

$$\alpha = K_1 L^2 / (K_2 t_x - \tau) \quad (13)$$

式中：

α —热扩散系数， mm^2/s ；

K_1, K_2 —常数；

L —试样厚度， mm ；

t_x —温度升高至 ΔT_{max} 的 x （%）所需要的时间；

τ —脉冲宽度， s 。

脉冲强度的变化以脉冲宽度 τ 和达到最大强度的时间 $\beta\tau$ 的三角形表示，如图 9 所示。激光能量脉冲的形状可以使用光学检测器来确定。从脉冲的形状可以得到 β 和 τ 。与 β 值对应的用于修正 α_x 的常数 K_1 和 K_2 的值见表 6。

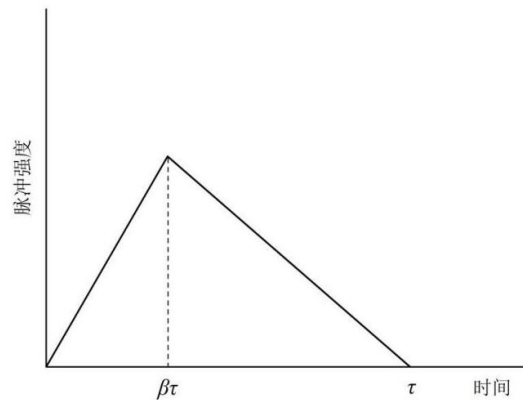


图 9 激光脉冲形状

表 6 有限脉冲时间因子

β	K_1	K_2
0.15	0.348 44	2.510 6
0.28	0.315 50	2.273 0
0.29	0.311 10	2.245 4
0.30	0.306 48	2.237 5
0.50	0.270 57	1.949 6

4.3.3.2 热损失的修正

Clark 和 Taylor 方法

用 Clark 和 Taylor 曲线数据对升温阶段热损失进行修正。依据温度升高至 $75\% \Delta T_{max}$ 的时间除以升高至 $25\% \Delta T_{max}$ 的时间，即 $t_{0.75}/t_{0.25}$ ，其理论值为 2.272。通过试验数据得到 $t_{0.75}/t_{0.25}$ ，根据公式（14）计算修正因子 K_R ：

$$K_R = -0.3461467 + 0.361578(t_{0.75}/t_{0.25}) - 0.06520543(t_{0.75}/t_{0.25})^2 \quad (14)$$

修正后的热扩散系数根据公式（15）计算，也可以使用其他不同比值进行修正。

$$\alpha_{corr} = \alpha_{0.5} K_R / 0.13885 \quad (15)$$

式中：

α_{corr} ——修正后的热扩散系数， mm^2/s ；

$\alpha_{0.5}$ ——由半温升时间 $t_{1/2}$ 计算得到的未修正的热扩散系数， mm^2/s 。

Cowan 方法

用 Cowan 曲线数据对冷却阶段热损失进行修正。采用 5 倍 $t_{1/2}$ 和 10 倍 $t_{1/2}$ 时的净温升与 $t_{1/2}$ 时的净温升的比值，比值分别为 Δt_5 和 Δt_{10} 。如果没有热损失，则 $\Delta t_5 = \Delta t_{10} = 2.0$ 。 $5t_{1/2}$ 和 $10t_{1/2}$ 的修正因子 K_C 根据公式（16）计算：

$$K_C = A + B(\Delta t) + C(\Delta t)^2 + D(\Delta t)^3 + E(\Delta t)^4 + F(\Delta t)^5 + G(\Delta t)^6 + H(\Delta t)^7 \quad (16)$$

式中系数 A 到 H 的值见表 7。修正后的热扩散系数根据公式（17）计算：

$$\alpha_{corr} = \alpha_{0.5} K_C / 0.13885 \quad (17)$$

表 7 Cowan 修正的系数值

系数	Δt_5	Δt_{10}
A	-0.103 716 2	0.054 825 246
B	1.239 040	0.166 977 61
C	-3.974 433	-0.286 034 37
D	6.888 738	0.283 563 37
E	-6.804 883	-0.134 03286
F	3.856 663	0.024 077 586
G	-1.167799	0.0
H	0.146 533 2	0.0

Cape-Lehman 方法

将样品正面、背面、侧面的热损耗以及有限脉冲修正都加入考虑，样品背面温升可写作如公式（18）：

$$T(r, t) = T_{\infty} \sum_{m=0}^{\infty} C_m X_m \sum_{i=0}^{\infty} D_i(r, Y_r) \int_0^t d\tau W(\tau) \exp[\omega_{im}(t - \tau) / t_c] \quad (18)$$

式中：

$T(r, t)$ —样品背面温升；

$C_m X_m$ —表面热损耗的相关参数；

$W(\tau)$ —测试中所使用的脉冲形状；

Y_r —径向 Biot 系数，表征辐射热损失的大小；

D_i —柱状样品表面热损耗；

t_c —穿过样品厚度所需要的脉冲时间。

4.3.4 热扩散系数测量重复性和相对示值误差的计算

在选取的测试温度下，重复测试标准物质的热扩散系数不少于 5 次，取算术平均值。按照公式（19）计算标准物质热扩散系数重复测量的标准偏差，即热扩散系数测量重复性。

$$s_{\alpha} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\alpha_{im} - \overline{\alpha_m})^2}{n-1}} \quad (19)$$

式中：

s_{α} —热扩散系数重复测量标准偏差， mm^2/s ；

α_{im} —热扩散系数测量值， mm^2/s ；

$\overline{\alpha_m}$ —热扩散系数平均值， mm^2/s ；

n —测量次数， $n \geq 5$ 。

按照公式（20）计算热扩散系数测量相对示值误差。

$$\Delta \alpha_m = \frac{\overline{\alpha_m} - \alpha_s}{\alpha_s} \times 100\% \quad (20)$$

式中：

$\Delta \alpha_m$ —热扩散系数测量相对示值误差；

$\overline{\alpha_m}$ —热扩散系数平均值， mm^2/s ；

α_s —热扩散系数标准值， mm^2/s 。

4.3.4.1 氧化铝-碳化钛（ Al_2O_3 -TiC）陶瓷热扩散系数标准物质测量重复性和相对示值误差

采用千分尺测量氧化铝-碳化钛陶瓷热扩散系数有证标准物质的厚度，选择

中心和边缘均匀分布的 5 个位置，取算术平均值，计算厚度测量重复性。标准物质厚度测量结果如表 8 所示。

表 8 Al₂O₃-TiC 陶瓷热扩散系数标准物质厚度测量结果

测量值 (mm)					平均值 $\overline{L_m}$ (mm)	测量重复性 s_L (mm)
1	2	3	4	5	1.053	0.001
1.053	1.054	1.053	1.053	1.052		

采用闪光法块体材料热扩散系数测量仪，测量氧化铝-碳化钛陶瓷热扩散系数有证标准物质在 27 ℃~726 ℃的热扩散系数，选择 27 ℃，100 ℃，200 ℃，300 ℃，400 ℃，500 ℃，600 ℃和 700 ℃等 8 个温度点的热扩散系数，每个温度点闪射 3 次，取算术平均值作为一次测量结果。每个温度点重复测试 5 次，取算术平均值。仪器的热扩散系数测量结果和如表 9 所示。

表 9 仪器的热扩散系数测量结果

温度 (℃)	热扩散系数 (mm ² /s)					平均值 $\overline{\alpha_m}$ (mm ² /s)	测量重复性 s_α (mm ² /s)
	测量次数						
	1	2	3	4	5		
27	9.00	8.89	8.95	8.97	8.96	8.95	0.04
100	6.69	6.59	6.65	6.64	6.66	6.65	0.04
300	4.08	4.04	4.07	4.06	4.07	4.06	0.01
500	3.13	3.13	3.11	3.12	3.12	3.12	0.01
700	2.64	2.63	2.64	2.63	2.64	2.64	0.01

按照公式 (20) 计算氧化铝-碳化钛陶瓷热扩散系数有证标准物质热扩散系数测量相对示值误差，如表 10 所示。

表 10 闪光法块体材料热扩散系数测量仪热扩散系数测量相对示值误差 (Al₂O₃-TiC)

温度 (℃)	热扩散系数平均值 (mm ² /s)	热扩散系数标准值 (mm ² /s)	相对示值误差
27	8.95	9.50	-5.7%
100	6.65	6.43	3.4%
300	4.06	3.80	6.9%
500	3.12	3.01	3.6%
700	2.64	2.65	-0.4%

4.3.4.2 石墨热扩散系数标准物质测量重复性和相对示值误差

采用千分尺测量石墨热扩散系数有证标准物质的厚度，选择中心和边缘均匀分布的 5 个位置，取算术平均值，计算厚度测量重复性。标准物质厚度测量结果如表 11 所示。

表 11 石墨热扩散系数标准物质厚度测量结果

测量值 (mm)					平均值 \bar{L}_m (mm)	测量重复性 s_L (mm)
1	2	3	4	5	2.027	0.001
2.027	2.027	2.027	2.027	2.028		

采用闪光法块体材料热扩散系数测量仪，测量石墨热扩散系数有证标准物质在 27 ℃~1200 ℃的热扩散系数，选择 27 ℃，200 ℃，400 ℃，600 ℃，800 ℃，1000 ℃和 1200 ℃等 7 个温度点的热扩散系数，每个温度点闪射 3 次，取算术平均值作为一次测量结果。每个温度点重复测试 5 次，取算术平均值。仪器的热扩散系数测量结果如表 12 所示。

表12 仪器的热扩散系数测量结果

温度 (℃)	热扩散系数 (mm²/s)					平均值 $\overline{\alpha_m}$ (mm²/s)	测量重复性 s_α (mm²/s)
	测量次数						
	1	2	3	4	5		
27	101.71	101.63	101.15	101.19	101.06	101.35	0.30
200	55.60	55.62	55.74	55.79	55.76	55.70	0.09
400	34.29	34.39	34.39	34.34	34.35	34.35	0.04
600	24.98	25.02	24.95	24.93	25.08	24.99	0.06
800	20.14	20.20	20.16	20.18	20.20	20.18	0.03
1000	17.35	17.34	17.38	17.42	17.36	17.37	0.03
1200	15.64	15.69	15.50	15.70	15.41	15.59	0.13

按照公式（20）计算氧化铝-碳化钛陶瓷热扩散系数有证标准物质热扩散系数测量相对示值误差，如表 13 所示。

表 13 闪光法块体材料热扩散系数测量仪热扩散系数测量相对示值误差（石墨）

温度 (℃)	热扩散系数平均值 (mm ² /s)	热扩散系数标准值 (mm ² /s)	相对示值误差
27	101.35	101.48	-0.1%
200	55.70	50.06	11.3%
400	34.35	32.00	7.4%

600	24.99	23.98	4.2%
800	20.18	19.49	3.5%
1000	17.37	16.63	4.4%
1200	15.59	14.65	6.4%

5 测量不确定度评定

热扩散系数相对示值误差测量模型如公式（20）所示。

$$\Delta\alpha_m = \frac{\overline{\alpha_m} - \alpha_s}{\alpha_s} \times 100\% \quad (20)$$

式中：

$\Delta\alpha_m$ —热扩散系数测量相对示值误差；

$\overline{\alpha_m}$ —热扩散系数平均值， mm^2/s ；

α_s —热扩散系数标准值， mm^2/s 。

5.1 不确定度来源

1) 热扩散系数重复测量引入的不确定度 u_1 ；

2) 标准物质引入的不确定度分量 u_2 。

5.2 不确定度分量的评估

以氧化铝-碳化钛陶瓷热扩散系数标准物质相对示值误差测量不确定度评定为例。

5.2.1 热扩散系数重复测量引入的不确定度 u_1

热扩散系数重复测量引入的不确定度 u_1 ，包括标准物质厚度测量引入的热扩散系数测量不确定度分量 $u_{\alpha L}$ 和热扩散系数测量重复性引入的不确定度分量 u_s 。

5.2.1.1 标准物质厚度测量引入的热扩散系数测量不确定度分量 $u_{\alpha L}$

根据热扩散系数测量模型，采用相对标准不确定度 $u_{\alpha rel}$ 进行计算，如公式（21）。其中，半温升时间的相对标准不确定度 u_{trel} 远小于厚度测量的相对标准不确定度 u_{Lrel} ，故忽略不计。

$$(u_{\alpha rel})^2 = (2 \times u_{Lrel})^2 + (u_{trel})^2 \quad (21)$$

公式（21）简化为公式（22）。

$$\frac{u_{\alpha c}}{\alpha} = 2 \times \frac{u_L}{L} \quad (22)$$

厚度测量的不确定度 u_L ，包括厚度重复测量的不确定度 u_{L1} 和千分尺的不确

定度 u_{L2} 。其中， $u_{L1} = s_L = 0.001 \text{ mm}$ ， $u_{L2} = U_L/k_L = 0.001/2 = 0.0005 \text{ mm}$ 。因此，厚度测量的不确定度 u_L 可由公式 (23) 计算。

$$\begin{aligned} u_L &= \sqrt{(u_{L1})^2 + (u_{L2})^2} \\ &= \sqrt{(0.001)^2 + (0.0005)^2} \\ &= 0.0011 \text{ mm} \end{aligned} \quad (23)$$

27 °C 时，标准物质厚度测量引入的热扩散系数不确定度分量 $u_{aL}(27)=u_{ac}(27)= 8.95 \times 2 \times 0.0011/1.053=0.02 \text{ mm}^2/\text{s}$ 。因而 100 °C，300 °C，500 °C 和 700 °C 等温度点下，标准物质厚度测量引入的热扩散系数不确定度分量分别为 $u_{aL}(100)=0.01 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_{aL}(300)=0.01 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_{aL}(500)=0.01 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_{aL}(700)=0.01 \text{ mm}^2/\text{s}$ 。

5.2.1.2 热扩散系数测量重复性引入的不确定度分量 u_s

热扩散系数测量重复性引入的不确定度分量 u_s ，即重复测量的标准偏差 s_α ，可由公式 (C. 14) 计算。

$$s_\alpha = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\alpha_{im} - \bar{\alpha}_m)^2}{n-1}} \quad (19)$$

因而，在 27 °C，100 °C，300 °C，500 °C 和 700 °C 等 5 个温度点下，热扩散系数测量重复性引入的不确定度分量分别为 $u_s(27)=0.04 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_s(100)=0.04 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_s(300)=0.01 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_s(500)=0.01 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_s(700)=0.01 \text{ mm}^2/\text{s}$ 。

各不确定度分量均不相关，则热扩散系数重复测量引入的不确定度 u_1 计算如公式 (24)。

$$u_1 = \sqrt{(u_{aL})^2 + (u_s)^2} \quad (24)$$

因而，在 27 °C，100 °C，300 °C，500 °C 和 700 °C 等 5 个温度点下，热扩散系数重复测量引入的不确定度分别为 $u_1(27)=0.04 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_1(100)=0.04 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_1(300)=0.01 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_1(500)=0.01 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_1(700)=0.01 \text{ mm}^2/\text{s}$ 。

5.2.2 标准物质引入的不确定度 u_2

根据标准物质证书提供的扩展不确定度 U_{RM} 和包含因子 k_{RM} ，标准物质引入的不确定度 u_2 根据公式 (25) 计算：

$$u_2 = \frac{U_{RM}}{k_{RM}} \quad (25)$$

式中：

u_2 —标准物质引入的标准不确定度， mm^2/s ；

U_{RM} —标准物质证书提供的扩展不确定度， mm^2/s ；

k_{RM} —标准物质证书提供的包含因子。

因而，在 27 °C，100 °C，300 °C，500 °C 和 700 °C 等 5 个温度点下，标准物质引入的不确定度分别是 $u_2(27)=(9.50 \times 6.1\%)/2=0.29 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_2(100)=(6.43 \times 6.1\%)/2=0.20 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_2(300)=(3.80 \times 5.1\%)/2=0.10 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_2(500)=(3.01 \times 7.1\%)/2=0.11 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_2(700)=(2.65 \times 8.1\%)/2=0.11 \text{ mm}^2/\text{s}$ 。

5.2.3 合成标准不确定度

各不确定度分量均不相关，则合成标准不确定度 u_c 计算如公式 (26)。

$$u_c = \sqrt{c_1^2 u_1^2 + c_2^2 u_2^2} \quad (26)$$

$$\text{其中， } c_1 = \frac{\partial \delta}{\partial \alpha_m} = \frac{1}{\alpha_s}$$

$$c_2 = \frac{\partial \delta}{\partial \alpha_s} = -\frac{\overline{\alpha_m}}{\alpha_s^2}。$$

因而，在 27 °C，100 °C，300 °C，500 °C 和 700 °C 等 5 个温度点下，仪器的相对示值误差的合成不确定度计算如下：

$$u_c(27) = \sqrt{\left(\frac{1}{9.50}\right)^2 \times 0.04^2 + \left(-\frac{8.95}{9.50^2}\right)^2 \times 0.29^2} = 2.9\%$$

$$u_c(100) = \sqrt{\left(\frac{1}{6.43}\right)^2 \times 0.04^2 + \left(-\frac{6.65}{6.43^2}\right)^2 \times 0.20^2} = 3.2\%$$

$$u_c(300) = \sqrt{\left(\frac{1}{3.80}\right)^2 \times 0.01^2 + \left(-\frac{4.06}{3.80^2}\right)^2 \times 0.10^2} = 2.7\%$$

$$u_c(500) = \sqrt{\left(\frac{1}{3.01}\right)^2 \times 0.01^2 + \left(-\frac{3.12}{3.01^2}\right)^2 \times 0.11^2} = 3.7\%$$

$$u_c(700) = \sqrt{\left(\frac{1}{2.65}\right)^2 \times 0.01^2 + \left(-\frac{2.64}{2.65^2}\right)^2 \times 0.11^2} = 4.0\%$$

5.2.4 扩展不确定度

对于正态分布，置信水平为 95% 时，包含因子 $k=2$ ，则扩展不确定度 U 的计算如公式（27）：

$$U = k \cdot u_c = 2 \times u_c \quad (27)$$

氧化铝-碳化钛陶瓷热扩散系数标准物质的相对示值误差的扩展不确定度结果如表14所示。

表 14 氧化铝-碳化钛陶瓷热扩散系数标准物质的相对示值误差的扩展不确定度

温度 (°C)	热扩散系数 平均值 (mm ² /s)	热扩散系数 标准值 (mm ² /s)	测量 重复性 (mm ² /s)	相对示值 误差	合成 不确定度 u_c	扩展 不确定度 $U(k=2)$
27	8.95	9.50	0.04	-5.7%	2.9%	5.8%
100	6.65	6.43	0.04	3.4%	3.2%	6.4%
300	4.06	3.80	0.01	6.9%	2.7%	5.5%
500	3.12	3.01	0.01	3.6%	3.7%	7.4%
700	2.64	2.65	0.01	-0.4%	4.0%	8.1%

石墨热扩散系数标准物质的相对示值误差的扩展不确定度结果如表15所示。

表 15 石墨热扩散系数标准物质的相对示值误差的扩展不确定度

温度 (°C)	热扩散系数 平均值 (mm ² /s)	热扩散系数 标准值 (mm ² /s)	测量 重复性 (mm ² /s)	相对示值 误差	合成 不确定度 u_c	扩展 不确定度 $U(k=2)$
27	101.35	101.48	0.30	-0.1%	3.1%	6.2%
200	55.70	50.06	0.09	11.3%	2.5%	5.0%
400	34.35	32.00	0.04	7.4%	2.4%	4.7%
600	24.99	23.98	0.06	4.2%	2.7%	5.4%
800	20.18	19.49	0.03	3.5%	3.2%	6.4%
1000	17.37	16.63	0.03	4.4%	3.8%	7.6%
1200	15.59	14.65	0.13	6.4%	4.7%	9.5%

五、与国内外同类校准规范水平对比情况

目前，国内外尚未发布有关闪光法块体材料热扩散系数测量仪的校准规范。

六、与有关的现行法律、法规和强制性标准的关系

本部分编制原则符合国家的有关法规法律，与强制性标准协调一致。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

暂无。

八、贯彻规范的要求和措施建议

暂无。

九、废止现行有关规范的建议

暂无。

十、其他应予说明的事项

暂无。