



北京市地方计量技术规范

JJF (京) XXXX-XXXX

石墨烯散热片热扩散系数校准规范

Calibration Specification for Thermal diffusion coefficient
of graphene heat sink

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

北京市市场监督管理局 发布

石墨烯散热片热扩散系数 校准规范

JJF(京) XX-XXXX

Calibration Specification for Thermal diffusion
coefficient of graphene heat sink

归口单位：北京市市场监督管理局

主要起草单位：北京市计量检测科学研究院

参加起草单位：北京市科学技术研究院分析测试研究所

(北京市理化分析测试中心)

本规程委托 X X X X 负责解释

目 录

1 范围.....	1
2 引用文件.....	1
3 名词术语.....	1
3.1 热扩散系数.....	1
4 概述.....	1
5 计量特性.....	2
5.1 外观.....	2
5.2 技术指标.....	2
6 校准条件.....	2
6.1 环境条件.....	2
6.2 测量标准.....	2
7 校准项目和校准方法.....	3
7.1 校准项目.....	3
7.2 校准方法.....	3
7.3 数据处理.....	4
8 校准结果表达.....	5
9 复校时间间隔.....	6
附录 A.....	7
附录 B.....	9
附录 C.....	10

引 言

本规范参照了国家计量技术规范 JJF1001—2011《通用计量术语及定义》,JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》以及 JJF1071—2010《国家计量校准规范编写规则》中规定的相关术语定义和编写规则。本规范采用了GB/T 22588-2008《闪光法测量热扩散系数或导热系数》, GJB 1201.1A-2021《固体材料高温热扩散率试验方法 第1部分:激光脉冲法》, GB/T 2421.1-2008 以及《电工电子产品环境试验 概述和指南》中规定的相关术语定义和技术内容。

本规范为首次发布。

石墨烯散热片热扩散系数校准规范

1 范围

本规范适用于闪光法测定石墨烯散热片（石墨烯导热膜）热扩散系数的校准方法。本规范适用于测试温度在 $-100^{\circ}\text{C}\sim 500^{\circ}\text{C}$ 范围内、热扩散系数在 $(0.01\sim 1000)\text{mm}^2/\text{s}$ 范围内，石墨烯材料及石墨烯薄膜材料的热扩散系数的测试和导热系数的计算。

2 引用文件

JJF 1001—2011 通用计量术语及定义

JJF 1059.1—2012 测量不确定度评定与表示

GB/T 22588-2008 闪光法测量热扩散系数或导热系数

GJB 1201.1A-2021 固体材料高温热扩散率试验方法 第1部分：激光脉冲法

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

GB/T 2421.1-2008 电工电子产品环境试验 概述和指南

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 术语

3.1 热扩散系数 thermal diffusivity

又称导温系数，是表征非稳态导热过程中温度传播能力的物理参数，单位为平方毫米每秒（ mm^2/s ）。

3.1.1 面内热扩散系数 Thermal diffusion coefficient in-plane

薄层材料中，热量沿材料表面并且平行于材料表面传递的快慢。

3.1.2 面外热扩散系数 Thermal diffusion coefficient out of plane

薄层材料中，热量沿垂直于材料表面，在材料中传递的快慢。

4 概述

闪光法是一种通过直接测量材料的热扩散系数，从而计算导热系数的方法。在某一设定的温度下，光源在瞬间发射一束脉冲，均匀照射在石墨烯散热片的下表面，使其表层吸收能量后温度瞬时升高。此表面作为热端将能量以理想一维热传导的方式向冷端（上表面）

传播，用红外检测器连续记录石墨烯散热片上表面中心部位的相应升温过程，得到温度 T 随时间 t 的变化关系及石墨烯散热片上表面温度升高到最大值 T_M 的一半时所需要的时间 $t_{1/2}$ （半升温时间），根据Fourier传热方程计算材料的热扩散系数。

5 计量特性

5.1 外观及尺寸

石墨烯散热片外观应光洁、无锈斑及裂痕。

面外测量。典型的石墨烯散热片直径为（10.0~25.4）mm，厚度（0.100~3.000）mm。若采用其他石墨烯散热片尺寸，最小直径与厚度的比值不低于3。

面内测量。典型的石墨烯散热片直径为25.4mm，石墨烯散热片厚度（0.010~0.500）mm。若石墨烯散热片厚度较厚，且温升曲线形态无法满足拟合要求，则需要转换装样方式进行测量。此时的石墨烯散热片尺寸为11.0mm×（3.0~5.0）mm×石墨烯散热片厚度。

5.2 技术指标

5.2.1 温度测量范围

石墨烯散热片温度测量范围应满足（-100~500）℃。

5.2.2 热扩散系数

石墨烯散热片的热扩散系数应满足（0.01~1000）mm²/s。

5.2.3 热扩散系数重复性

面外热扩散系数重复性应小于5%；

面内热扩散系数重复性应小于8%。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度：（15~35）℃；环境湿度：（25~75）%RH。

6.2 测量标准

6.2.1 热扩散系数标准器及配套设备

表1 标准器及配套设备

序号	设备名称	技术要求	用途
1	热物理参数测试仪/ 闪射法导热仪（温升 检测器频率不能低于 2MHz）	热扩散系数：（0.01~1000）mm ² /s 热扩散系数准确度：±3% 热扩散系数重复性：±2%	热扩散系数标准器
2	数显千分尺	准确度：0.001mm	测量石墨烯散热片厚 度

7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

校准项目包括石墨烯散热片的热扩散系数示值误差。

7.2 校准方法

7.2.1 外观检查

目测检查石墨烯散热片的外观是否符合 5.1 的要求。

7.2.2 热扩散系数的校准

7.2.2.1 校准前的准备

a) 开启仪器主机电源、水浴电源和电脑；拧开气体控制阀门，调整气流分压；将水浴温度设置为比室温低（2~3）℃，稳定十分钟或满足其使用说明书的要求；

b) 测试温度低于 25℃或者高于 100℃时，需抽真空通入高纯惰性气体或直接通入高纯惰性气体；

c) 将石墨烯散热片均匀分为四个取样区域，如图 1 所示，在其中 3 个区域选择不少于 2 个取样点制样。

1	2
3	4

图 1 石墨烯散热片取样区域示意图

7.2.2.2 校准过程

a) 厚度测量。应使用数显千分尺测量石墨烯散热片中心位置的厚度，取三次测量的算术平均值作为输入到测试软件中的石墨烯散热片的厚度值。

b) 喷涂石墨。面外测量，需对石墨烯散热片上下表面喷涂石墨，喷涂石墨的标准是薄而匀，以遮住石墨烯散热片表面光泽为准，不能喷涂过厚。面内测量，不需要喷涂石墨。

c) 参数设置。温升曲线高度应在(3~10)V范围内，最低3V；采样时间应设置为 $t_{1/2}$ 的(10~12)倍。面外热扩散系数测量时，电压设置应与石墨烯散热片的厚度成正相关，石墨烯散热片越厚，电压应设置得越高；脉冲宽度应小于散热片半升温时间的2%。在保证温升曲线高度、信噪比、拟合度的情况下，在此范围内脉冲宽度尽量设小。面内热扩散系数测量时，电压应设置为最大值，保证温升曲线高度、信噪比、拟合度的情况下，增益应尽量设大，脉冲宽度应尽量设小。

d) 测量及计算。在选取的三个区域中，每一个设置闪射点个数不少于5个，去掉第一个闪射点数据，将剩下的4至5个闪射点数据按照大小排序，选择中间范围的3个数据求算术平均值，即为散热片的热扩散系数测量值。

e) 应测量3区域中的平行样。

7.3 数据处理

7.3.1 石墨烯散热片厚度

应记录每片石墨烯散热片，每次的厚度测量值，记为 L_1 、 L_2 、 L_3 。取三次厚度测量值的算术平均值 L 作为厚度值。

$$L = \frac{L_1 + L_2 + L_3}{3} \quad (1)$$

7.3.2 石墨烯散热片的热扩散系数计算

根据式(1)计算出石墨烯散热片的热扩散系数。见式(1)

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

式(2)中:

L ——石墨烯散热片厚度，单位毫米(mm)；

α ——热扩散系数，单位为平方毫米每秒(mm^2/s)；

$t_{1/2}$ ——散热片上表面温度升高到最大值一半的时间。

7.3.2.1 面外热扩散系数的拟合计算。

在分析软件中选择“Cowan+脉冲修正”、“Cape-Lehman+脉冲修正”或“Standard+脉冲修正”拟合计算。

7.3.2.2 面内热扩散系数拟合计算。

厚度小于等于0.2mm的石墨烯散热片，应选用“各向同性+脉冲修正”模型拟合计算。厚度大于0.2mm的石墨烯散热片，应先测量面外方向热扩散系数，将此数值输入到分析软件的“材料属性”中，选择“各向异性+脉冲修正”模型重新拟合计算，得到面内热扩散系数。

7.3.3 热扩散系数的示值误差

三个石墨烯散热片平行样的热扩散系数测量值分别为 α_1 ， α_2 ， α_3 ，以三个热扩散系数测量值的算术平均值作为该石墨烯散热片的热扩散系数标准值 α （示值）。

$$\alpha = \frac{\alpha_1 + \alpha_2 + \alpha_3}{3} \quad (3)$$

根据石墨烯散热片的热扩散系数示值与标称值之差，得到热扩散系数的示值误差：

$$\delta = \alpha_0 - \alpha \quad (4)$$

式中， δ ——热扩散系数的示值误差，；

α ——石墨烯散热片测得热扩散系数示值， mm^2/s ；

α_0 ——石墨烯散热片热扩散系数的标称值， mm^2/s 。

8 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映。校准证书应至少包括以下信息：

- a) 标题：“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点（如果与实验室的地址不同）；
- d) 证书的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
- e) 客户的名称和地址；
- f) 被校对象的描述和明确标识；
- g) 进行校准的日期，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；
- h) 如果与校准结果的有效性应用有关时，应对被校样品的抽样程序进行说明；

- i) 校准所依据的技术规范的标识, 包括名称及代号;
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明;
- k) 校准环境的描述;
- l) 各校准项目检查结果的说明;
- m) 对校准规范的偏离的说明;
- n) 校准证书签发人的签名、职务或等效标识;
- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明;
- p) 未经实验室书面批准, 不得部分复制证书的声明。

9 复校时间间隔

复校时间的间隔是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的, 因此, 用户可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

建议复校时间间隔最长不超过 2 年, 使用特别频繁时应适当缩短。

附录 A

石墨烯散热片校准原始记录格式

记录编号:

委托单位:	样品名称:
制造厂:	型号规格:
环境 温度 °C 湿度 %RH	出厂编号:
校准地点:	外观检查:

主要计量标准器

名称	型号规格	最大允许误差/ 准确度等级/ 不确定度	仪器编号	证书编号及溯 源单位	有效期

1、厚度

厚度, mm				
次数 平行样	L ₁	L ₂	L ₃	平均值L
1				
2				
3				
厚度示值				

2. 面内/面外热扩散系数

热扩散系数, mm^2/s				
校准温度($^{\circ}\text{C}$)				
次数 平行样	1	2	3	平均值
1				
2				
3				
示值				
标称值		示值误差		

附录 B

校准证书内页格式

1. 面内/面外热扩散系数的示值误差（单位： mm^2/s ）

校准温度	示值误差	不确定度

复校时间间隔建议： 年

——（以下空白）——

附录 C

石墨烯散热片热扩散系数不确定度评定实例

C.1 概述

C.1.1 测量方法:

用闪光法导热仪作为标准器,校准石墨烯散热片的热扩散系数。操作本规范7.3.2的要求,选择25°C作为校准点,进行10次测量。

C.1.2 主要标准器:热物理参数测试仪/闪射法导热仪,千分尺。

C.1.3 被校对象:石墨烯散热片。

C.2 数学模型

$$\alpha = 0.13879L^2 / t_{1/2}$$

式中:

L——石墨烯散热片厚度,单位毫米(mm);

α ——热扩散系数,单位为平方毫米每秒(mm²/s);

$t_{1/2}$ ——散热片上表面温度升高到最大值一半的时间。

C.3 标准不确定度评定

C.3.1 厚度L引入的重复性不确定度(A类)

在常温下对待测石墨烯散热片厚度进行10次测量,所得结果如表C.1所示。

表C.1 石墨烯散热片厚度10次测量结果

i (次数)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
L/mm	1.51	1.52	1.50	1.52	1.49	1.50	1.49	1.51	1.50	1.51

由公式:

$$s(L) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (L_i - \bar{L})^2}{n-1}} = 0.0108 \text{ (mm)}$$

取10个石墨烯散热片厚度测量结果,厚度重复性测量的标准不确定度为:

$$u_{L1} = \frac{s(L)}{\sqrt{10}} = 0.003415 \text{ (mm)}$$

C.3.2 厚度L引入的计量不确定度(B类)

根据千分尺的检定证书,当置信水平为95%, $k=2$ 时,测量不确定度为0.01 mm,

所以，由千分尺测量样品厚度引入的不确定度为：

$$u_{L2} = \frac{0.01}{\sqrt{2}} = 0.00707(\text{mm})$$

因此，由厚度引入的标准不确定度为：

$$u_L = \sqrt{u_{L2}^2 + u_{L1}^2} = 0.00785(\text{mm})$$

相对不确定度为：

$$u_{Lrel} = \frac{0.00785}{1.5} = 0.52\%$$

C.3.3 标准器引入的重复不确定度（A类）

因为代表相应时间 $t_{1/2}$ 的仪表在标准器里面嵌入，因此 $t_{1/2}$ 引入的不确定度由标准器表示，在常温下对同一样片进行 10 次测量，所得结果如表 3 所示：

表C.2 石墨烯散热片热扩散系数 10 次测量结果

i (次数)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
热扩散系数 (mm^2/s)	896.2	894.4	887.3	892.1	892.5	889.5	889.8	885.1	889.4	894.2

由公式：

$$s(\alpha) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\alpha_i - \bar{\alpha})^2}{n-1}} = 3.4484 (\text{mm}^2/\text{s})$$

取10个石墨烯散热片厚度测量结果，厚度重复性测量的标准不确定度为：

$$u_{\alpha_1} = \frac{s(\alpha)}{\sqrt{10}} = 1.08(\text{mm}^2/\text{s})$$

C.3.4 标准器分辨率引入的不确定度（B类）

由于标准器热扩散系数最小计量单位为 $0.01 \text{ mm}^2/\text{s}$ ，假设为均匀分布，由此引入的标准不确定度为：

$$u_{a_2} = \frac{0.001}{\sqrt{3}} = 0.0006(\text{mm}^2/\text{s})$$

因此，由仪器分辨率引入的不确定度为：

$$u_a = \sqrt{u_{t1}^2 + u_{t2}^2} = 1.083(\text{mm}^2/\text{s})$$

相对标准不确定度为:

$$u_{\alpha rel} = \frac{\mu_{\alpha}}{\alpha} = \frac{0.0006}{801.43} = 2.55\%$$

C 3.5 校准器本身的不确定度

标准器校准时本身的不确定度为 2.5%，因此这个不确定度为:

$$u_{\text{标准器}} = 2.5\%$$

C 3.5 合成标准不确定度

将上述的相对标准不确定度标准进行合成，石墨烯散热片的热扩散系数 a 的相对不确定度为:

$$u(\alpha)_{rel} = \sqrt{u_{Lrel}^2 + u_{\alpha rel}^2 + u_{\text{标准器}}^2} = 2.553\%$$

C 3.6 标准不确定度

$$u(\alpha) = \bar{\alpha} \times u(\alpha)_{rel} = 801.43 \times 2.553\% = 20.46(\text{mm}^2 / \text{s})$$

C.3.5 扩展不确定度

在本次测量中，包含因子 $k=2$ ，扩展不确定度为:

$$U(\lambda) = 2 \times u(\alpha) = 40.9(\text{mm}^2 / \text{s})$$

