广东省特种设备行业协会团体标准

《石墨烯粉体导热系数的测定》

编制说明

《石墨烯粉体导热系数的测定》标准编制小组

二O二O年三月

**广东省特种设备行业协会团体标准《石墨烯粉体导热系数的测定》编制说明**

**一**、**标准制定的目的和意义**

在2015年11月20日我国国家发改委、工业和信息化部、科技部等三委印发科技部等三委印发《关于加快石墨烯关于加快石墨烯产业创新发展的若干意见》（工信部联原[2015]435号），提出了将石墨烯打造为先导产业，在2020年形成完善的石墨烯产业体系，实现石墨烯标准化、系列化和低成本等要求。

石墨烯材料是继碳纳米材管之后的又一大导热性能优异的材料，其导热性能甚至超过碳纳米管，在电子产品、UPS、电动车和新能源汽车、电容器的储能应用等领域有着诸多应用且应用前景广阔。而导热系数的测定是鉴别石墨烯导热材料的首要核心指标。因无法有效解决其快速散热及表征导热问题，发生热失衡而导致爆炸等安全事故频发，在芯片、OLED、柔性电子屏等电子通信零部件及终端制造领域，导致其性能提升严重受限；那么如何、准确地检测导热性能是促进新材料、新技术研发的关键导热是5G、智能制造的关键技术之一。而石墨烯这类高导热材料检测评价技术的缺失阻碍新材料研发和产品质量控制。目前国内外尚未有统一的检测石墨烯粉体的标准。因此石墨烯粉体导热系数标准的制定，对石墨烯及其应用行业的健康、快速和规范发展具非常重要的现实意义。对测试及表征石墨烯粉体和运用石墨烯粉体来制备石墨烯散热材料与导热材料具有指导意义，推进石墨烯粉体标准化工作，促进行业发展。

目的：石墨烯粉体材料以其高热导率、单原子层厚、高强度、高韧性等特性作为导热材料应用前景广阔。近来被提倡用于热管理强化、散热膜的制备、复合材料的添加剂来提高其热性能。石墨烯粉体的导热系数反映其的传热能力，是表征其热学性能最关键最基础的性能指标，只要将材料应用于传热与散热，其导热系数就是必测指标。本标准采用保护热流计法导法和激光闪射法来测量石墨烯粉体的导热系数，为石墨粉体导热系数的测试提供了一套科学可靠的方法。旨在能提供石墨烯粉体导热系数测试方法标准。与石墨烯散热材料的产业化发展相配合，为石墨烯散热与传热材料的质量检验以及技术交流提供的科学、统一、广泛的技术交流方法，对于提升广东省石墨烯产业具有重要作用，将会带来巨大的社会效益和经济效益。

**二、标准的任务来源及参与单位**

2020年1月，广州特种承压设备检测研究院向广东省特种设备行业协会提出了制定广东省特种设备行业协会团体标准《石墨烯粉体导热系数的测定》的项目申请，同时开始该标准的研究制定工作，在组织上拟定了相关的措施，在技术方面进行了前期的准备。

2020年3月，广东省特种设备行业协会下达了该项目的制定计划任务，详见《广东省特种设备行业协会团体标准<散热膜导热散热性能的测定>等立项公告》（粤特协[2020]11号）。

本标准由广州特种承压设备检测研究院、沃特世科技（上海）有限公司、广州新天地科技有限公司、广东锋尚智能光电股份有限公司等单位联合提出和起草，由广东省特种设备行业协会归口。

**三、标准的编制过程**

2018年6月广州特种承压设备检测研究院成立石墨烯粉体导热系数的测定研究小组对石墨烯粉体导热系数检验方法进行开发，开展了相关预研工作。经过广泛收集整理有关的国内外标准信息和文献资料，召开多次讨论会，深入进行探讨，初步形成了标准的大纲，广州特种承压设备检测研究院成立标准编制起草小组，并召开第一次工作会议，进行标准逻辑结构进行分析并确定标准框架；对本标准及所需涵盖涉及的要素及其内容相关方面展开讨论，对本标准实施的可能性进行分析，确定了工作进度时间表，并对标准起草的任务进行分工。2020年3月，广东省特种设备行业协会下达了该项目的立项公告，详见《广东省特种设备行业协会团体标准<散热膜导热散热性能的测定>等立项公告》（粤特协[2020]11号）

（1）2018年3月～2018年6月，起草小组进行了技术论证和技术规范内容探讨，确定了制定计划、制定原则、标准框架、标准基本内容等，初步完成了表征草案第一稿。

（2）2018年6月～2019年3月，起草小组对全省石墨烯上游企业石墨烯性能测定情况进行了全面的调研，走访了石墨烯生产单位、大专院校以及仪器厂家实验室，收集了物理性能测定有关技术资料，加学术会议（第一届热物性学术会议、2019军民两用热管理新材料及应用技术论坛等），同时采用激光导热仪、保护热流计法导热仪进行石墨烯粉体样品导热系数测试、比对试验（国家节能传热及隔热产品质量监督检验中心、中国科学院上海硅酸盐研究所、清华大学深圳研究生院等单位比对试验）等方式确定了标准研究路线。随后，起草小组安排人员到进行了调研，掌握了石墨烯粉体导热系数测定方法基本程序和需要注意的问题，确立了标准的内容的基本原则和内容，完成了标准的草案第二稿。

（3）2019年4月～2019年11月，起草小组成员对标准进行实践，研究各个要素要求是否能达到、满足，形成标准草案第三稿。

（3）2019年12月～2020年1月，起草小组专门组织召开了有关标准初稿研讨会，结合征求意见情况对标准进行了修改完善。

（4）2020年3月，广东省特种设备行业协会下达了《石墨烯粉体导热系数的测定》项目的制定计划任务，详见《广东省特种设备行业协会团体标准<散热膜导热散热性能的测定>等立项公告》（粤特协[2020]11号）。起草小组完成征求意见稿并提交征求意见稿和编制说明等材料，申请广泛征求意见。

**四、标准的编制原则**

本标准的编制遵循以下原则：

1）保持标准的先进性

结合我国国情积极采用国际标准和国内先进标准，在充分调查研究的基础上，认真分析国内外同类技术标准的技术水平，在预期可达到的条件下，积极地把先进技术纳入标准，提高标准技术水平。在制定本标准时，参考了NB/SH/T 0632-2014 《比热容的测定 差示扫描量热法》（该标准修改采用ASTM E 269-2011《示扫描量热仪测定比热容试验方法》（英文））、GB/T 22588-2008《闪光法测定热扩散系数试验方法》（该标准等同采用ASTM E 1461-2001《闪光法测量热扩散系数或导热系数》（英文））有关内容，同时充分参考了ISO(国际标准)、ASME（美国标准）等的材料导热系数的检测标准，体现了标准的技术性、科学性和先进性。

2）保证标准的适用性

充分考虑我国石墨烯行业的现状和现有的分析条件、技术水平、可能达到的程度进行制订，以便使标准更具有可操作性。结合广东石墨烯粉体导热系数测定方法的现状和现实情况，石墨烯粉体材料导热系数检测方法基本满足市面上的石墨烯粉体材料的检测以及研发需求。

本标准检测方法参考GB/T 22588-2008《闪光法测量热扩散系数或导热系数》（等同采用ASTM E146-2001《闪光法测定热扩散系数试验方法》（英文））以及ASTM E1530-2011《保护热流计方法材料热传递阻力测定的标准试验方法》（英文）。这两个标准均是比较成熟的标准，具有较好的适用性与可操作性。10年实践证明，该标准为导热性能的检测发挥了重要的作用。鉴于此，在新制订的标准中予以采纳保留部分可用于石墨烯粉体检测的内容。此外，标准直接面向石墨烯生产单位以及使用单位在检验，对量化、检验、监测等各环节的质量标准和流程依照理论和实践来进行限定，用于指导实践，保证实用性和可操作性。

3）注重标准的经济性和社会效益

编写标准草案时从实际需要出发，不追求高指标，避免造成标准要求太高，成本太高，可操作性不强。

**五、标准的整体结构**

本标准内容主要6个部分：范围、规范性引用文件、术语与定义、保护热流计法、激光闪射法、试验报告。

**六、标准的主要内容及条款解析**

（1）范围

对本标准的的适用范围作了描述，明确其适用于导热系数范围为0.1W/(m·K)~2000W/(m·K)的石墨烯粉体以及含有石墨烯的粉体材料（参照执行）。本标准规定的了保护热流计法和激光闪射法的测定石墨烯粉体导热系数的适用范围：保护热流计法适用于导热系数范围为0.1W/(m·K)~40W/(m·K) 的石墨烯粉体，激光闪射法适用于导热系数范围为0.1W/(m·K)~2000W/(m·K) 的石墨烯粉体。

（2）规范性引用文件

本标准的规范性地引用了以下文件：GB/T 22588-2008《闪光法测量热扩散系数或导热系数》、NB/SH/T 0632-2014 《比热容的测定 差示扫描量热法》。其中本标准引用GB/T 22588-2008是对激光闪射法测量石墨烯粉体导热方系数方法中的热扩散系数的测定所使用的仪器相关规定进行采纳。

（3）术语与定义

对适用于本标准的有关术语进行了定义，包括比热容、导热系数及热扩散系数。

（4）保护热流计法

1）保护热流计法原理



1. 1为热流方向，2为保护炉，3为加热单元或温度传感器，4为测试样品，5为△T热流计，6为散热单元，7为热流，8为试样上表面温度，9为试样热阻与接触热阻之和，10为试样下表面温度（参比热流计上表面温度），11为参比热流计热阻，12为参比热流计下表面温度。
2. 保护热流计法基本原理示意图

本标准给出了保护热流计法测定导热系数的基本原理的示意（如图1所示），且给出了相关的方法原理提要：保护热流计法测定导热系数的基本原理示意图如图1所示，被测试的试样保持在具有可重复的压缩载荷的两个表面之间，且试样周围有一个防护装置，能够保持两个板的平均温度一致，以减少试样的横向热流的损耗和增益，每个表面分别控制在不同的温度下，当热量从上表面通过试样传递到下表面，就会形成一个轴向温度梯度。在稳定状态下，通过嵌入在试样表面的温度传感器，以及高频傅里叶变换的电输出，测量试样接触表面之间的温差。该输出(电压)与通过试样的热流、高频傅里叶变换以及试样与仪器之间的界面成正比。这种比例情况可以通过在相同条件下用已知热阻的试样对系统进行预先校准得到，从而使表面的接触热阻具有可再现性，从而得到接触热阻。在已知厚度的情况下，通过测量整个试样的温度差以及热通量，以及接触热阻，最终得出试样的导热系数。”

由傅里叶热流方程，有：

  (1)

  (2)

将式（1）与式（2）联立，得到：

  (3)

  (4)

式中：

*Rs*——试样热阻，m2·K/W；

$R\_{int}$*Rint*——接触热阻，m2·K/W；

$R\_{int}$*RR*$R\_{R}$——参比热流计热阻，m2·K/W；

*TU* ——试样上表面温度，℃；

*TM* ——试样下表面温度（参比热流计上表面温度），℃；

*TL* ——参比热流计下表面温度，℃；

*A* ——是热流通过的横截面，m2；

*Q* ——通过横截面A的热流量，W；

*ΔTs*——$∆T\_{s}=T\_{u}–T\_{m}$*ΔTs=Tu-Tm* 试样上表面与下表面的温差，℃；

*ΔTr*——$∆T\_{s}=T\_{u}–T\_{m}$*ΔTr=Tm-TL* 参比热流计上表面与下表面的温差，℃；

*λ*$λ$——导热系数，W/(m·K)。

 以式（3）为基础，选用不同的标样，在同一温度下做测试，得到Rs与（ΔTs/ΔTr）的数据，并进行线性拟合，得到$R\_{int}$RR$R\_{R}$和$R\_{int}$Rint，再将$R\_{int}$RR$R\_{R}$和$R\_{int}$Rin*t*的值代入式（3）得到待测试样的Rs，最后将$R\_{s}$*Rs*代入式（4）得到导热系数λ$λ$。

2）保护热流计法试验仪器与设备

对测定中需要的仪器的关键性指标作了要求，包括保护热流计法导热仪的组成部分结构原理和精度灵敏度、游标卡尺的精确度、烘箱的温度范围、压片机的模具和压力范围、分析天平的感量。

3）保护热流计法试验环境

本标准规定了试验环境的温湿度。温度23℃±2℃，相对湿度50%±5%。

4）保护热流计法试样

本标准分别给出了保护热流计法测定导热系数的试样要求。包含了试样的预处理条件、制备粉末压片的条件、试样的规格尺寸以及表面平整度等。

预处理条件：“4.4.1试样预处理，试样在105℃±5℃下烘干至恒重，备用。”经TGA如图1 所示分析，石墨烯粉体材料的分解温度远远大于110℃，将试样在105℃±5℃下烘干能够是使试样快速脱去水分，提高试样导热系数测定的准确性。



图2 石墨烯样品TGA样品图谱

试样制备要求如下：“4.4.2试样制备，将4.00g~20.00g烘干后的试样在5MPa的压力下，压制成厚度为1mm~25mm、直径为50.8mm±0.28mm、表面平整无缺陷的片块状试样。”说明：一般的保护热流计法导热仪对试样尺寸要求：试样直径为50.8mm±0.28mm，厚度不大于25mm；石墨烯粉体压片若太薄不易成型，可操作性差，且石墨烯导热系数较大，若压制厚度小于1mm，其热阻也会较小，易超出市面上主流热流计法导热仪的传感器测定范围，故压制的厚度应不小于1mm；试样表面应尽可能平整无缺陷，是为了尽可能减小试样与仪器传感器表面之间的接触热阻，以提高检测的准确性。

5）保护热流计法试验步骤

这一部分为保护热流计法测粉体导热系数的主要部分，从试样厚度测定、试样安装以及仪器控制要求，均进行了的阐述。

“4.5.1用游标卡尺测量粉末压片试样厚度，厚度测量5次，记录其算术平均值，精确到0.01 mm。” 说明：试样为厚度1mm~25mm，直径50.8mm±0.28mm的圆柱，使用精度为0.01mm的游标卡尺测量其厚度精度足够。

“4.5.2在试样上、下表面分别均匀的涂膜上薄薄的一层导热硅脂，并将试样安装于仪器的下板正中央，设置上板施加于试样的最小载荷不得低于0.07MPa（10psi）”说明：在试样的上表面、下表面涂抹一层薄的导热硅脂和在试样上施加0.07MPa以上的压力，均是为了增强试样与仪器的上板（加热单元）、下板（传感器）之间的热传导以及减小除接触热阻的测试结果的影响。

“4.5.3将防护炉置于试样周围，按仪器使用说明设置试验参数，输入试样厚度，设置测量温度，选择标准曲线文件。”说明： 在测试过程中防护炉的温度与设置的测试温度是一致了，防护炉可以很好减少测试过程中热量于试样横向方向传递，尽可能保证热量沿着试样轴向传递，提高测量准确性；测试样品的热阻需在选择标的准曲线范围内，可以更好地降低试样表面的接触热阻。图3为本标准试验数据的校正文件（标准曲线）图。



图3 校正文件（标准曲线）

“4.5.4开始测试，测试结束后，记录导热系数，结果保留至小数点后两位” 说明：常规的保护热流计法导热仪分辨率为0.001 W/(m·K)，且石墨烯粉体材料导热系数一般来说都比较大，为了提高检测结果的准确性以及普适性，本标准中对导热系数的结果要求保留至小数点两位。

5）保护热流计法试验结果

本部分对导热系数的测定的平行试验次数及结果表示进行了规定。结果取两次测量的算术平均值，保留至小数点后两位。

6）保护热流计法测量结果精密度

本标准规定保护热流计法测定石墨烯粉体导热系结果的重复性和再现性，在95%的置信度下，试验结果之间的绝对差值不超过其平均值的5%。数据来源如下：

表1 保护热流计法试验结果重复性表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 试样编号 | 试样厚度/mm | 试样直径/mm | 导热系数λ，W/(m·K) | 重复性 |
| 第一次测量 | 第二次测量 | 第三次测量 |
| 1 | 10.27 | 50.22 | 4.20 | 4.20 | 4.12 | 1.19% |
| 2 | 10.70 | 50.10 | 2.58 | 2.53 | 2.59 | 1.25% |
| 3 | 10.75 | 50.12 | 3.60 | 3.58 | 3.55 | 0.65% |
| 4 | 10.70 | 50.18 | 5.68 | 5.80 | 5.77 | 1.08% |
| 5 | 10.5 | 50.05 | 5.78 | 5.78 | 5.78 | 0.02% |
| 6 | 10.45 | 50.21 | 3.61 | 3.54 | 3.60 | 1.07% |
| 7 | 10.45 | 50.08 | 4.12 | 4.11 | 3.99 | 1.75% |
| 8 | 10.40 | 50.01 | 4.11 | 4.12 | 4.20 | 1.13% |

图4保护热流计法重复性分析图

结合表1保护热流计法试验结果重复性表、图4保护热流计法重复性分析图、图6和表5~表8及考虑实际应用仪器条件不同，采用本方法测定石墨烯粉体材料导热系数的重复性及再现性优于5%。

（5）激光闪射法

1）激光闪射法原理

对激光闪射法测定石墨烯粉体导热系数的原理进行了说明。本标准规定的激光闪射法测定石墨烯粉体导热系数的是根据石墨烯材料的热扩散系数、体积密度及比热容三者计算材料的导热系数λ。

本标准亦给出了扩散系数的测定原理概要。绝热状态和一定温度下，由激光源在瞬间发射一束脉冲，均匀照射在试样的下表面，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一维热传导方式向冷端（上表面）传播。用红外检测器连续测量试样上表面中心部位的相应升温过程，得到温度T随时间t的变化关系以及试样上表面温度升高到最大值Tm的一半时所需要的时间t1/2（半升温时间），根据Fourier传热方程计算得到材料的热扩散系数，见式（1）。

  (1)

式中：

*α* ——热扩散系数，*m2/s*；

*L*——试样的厚度，*m*；

*t1/2*——半升温时间，*s*。

2）激光闪射法试验仪器与设备

对测定中需要的仪器的关键性指标作了要求，包括激光闪光热扩散系数测定仪的组成部分以及结构原理、差示扫描量热仪的灵敏度、真密度测试仪的样品池和精确度、烘箱的温度范围、压片机的模具和压力范围、分析天平的感量。

（6）激光闪射法试验环境

本标准规定了试验环境的温湿度。温度23℃±2℃，相对湿度50%±5%。

3）激光闪射法试样

本标准激光闪射法测定导热系数的试样要求。包含了试样的预处理条件、制备粉末压片的条件、试样的规格尺寸以及表面平整度等。

预处理条件：“5.4.1试样预处理，试样在105℃±5℃下烘干至恒重，备用。”经TGA(见图1)分析石墨烯粉体材料的分解温度远远大于110℃，将试样在105℃±5℃下烘干能够是使试样快速脱去水分，提高试样导热系数测定的准确性。

试样制备要求如下：“将0.20 g~0.50 g烘干后的试样在5MPa的压力下，保压5 min，压制成厚度为1mm~6mm、直径为12.6mm±0.1mm圆片状试样，压制而成的试样表面应平整，不允许有任何表面缺陷（砂眼、划痕、条纹）。”说明：激光热扩散系数测定仪对试样尺寸要求：试样直径为12.6mm±0.1mm，厚度不大于6mm的圆片状，激光闪射法测量热扩散系数对样品的平整度要求较高，试样表面应平整，不允许有任何表面缺陷（砂眼、划痕、条纹）。

4）激光闪射法试验步骤

这一部分为保护热流计法测粉体导热系数的主要部分，从试样厚度测定、试样安装以及仪器控制要求，均进行了的阐述。

“5.5.1试样密度ρ的测量。按照仪器说明书用真密度测试仪测量并记录试样密度ρ。参照GB/T 10799-2008执行。” 说明：压片法制得的试样尺寸测量误差大，若通过质量体积法计算密度，结果误差大，故本标准采用真密度测试仪来测量试样的密度，以减小试验误差。

“5.5.2比热容cp的测量。按照仪器说明书使用差示扫描量热仪测定并记录试样比热容cp，样品在氮气气氛、下进行测试，测试温度范围需满足所需温度点的比热容计算需要。参照GB/T 13464-2008执行。”说明：一般的闪光法导热仪通过比较法测量比热。假设参比样和待测样处于同样的热环境，具有相似的热惯性，具有同样的脉冲能量和吸收率， 测量已知密度和比热的参比样品，已知密度的待测样品的温度升高，比较得出待测样品的比热；然而闪光法对试样表面要求严格不允许有任何表面缺陷( 砂眼、划痕、条纹) ，且对试样测量环境要求高。导致测量结果误差较大，因此本标准规定测量试样的比热容采用更加准确的差示量热扫描仪，且对其测量方法做了规定。

“5.5.3热扩散系数α的测量。用游标卡尺测量试样的厚度，将试样架固定在激光导热仪的试样架上，并保持一个平面与框架平面平行，输入试样厚度，设置测量温度，测定并记录热扩散系数α。”说明：石墨烯粉体结果压片法制得的片状试验厚度为1mm~6mm，采用最小刻度为0.01 mm足够满足测量需求；放置试验时需确保试样的一个平面与框架平面平行，减小测量误差。激光法导热仪应进行定期核查，测量试样前应对仪器的性能进行确认，可通过测量工业纯镍等标样进行性能确认，工业纯镍的热扩散系数参考如表2所示。

表2 工业纯镍的热扩散系数

|  |  |
| --- | --- |
| 温度（℃） | 热扩散系数（×10-4 m2/s） |
|  -50 | 0.288 |
| 0 | 0.245 |
| 50 | 0.216 |
| 100 | 0.196 |
| 150 | 0.180 |
| 200 | 0.164 |

按本标准规定的测试方法，在室温下对石墨粉体进行了密度、比热容及面内热扩散系数试验，部分测量结果如表2所示。在面内热扩散系数试验过程中石墨烯粉体压片试样背面典型温升曲线和拟合曲线拟合程度高，测量准确可靠，且试验涵盖石墨烯粉体种类多，方法适用性广。

表2 激光闪射法试验结果汇总表

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 试样厚度/mm | 试样直径/mm | 热扩散系数α，(cm2/s) | 密度ρ， (g/cm3) | 比热容c，J/(g·K) | 导热系数λ，W/(m·K) |
| A1 | 1.45 | 12.7 | 0.0310 | 1.896 | 0.9207 | 5.41 |
| A2 | 1.76 | 12.7 | 0.0149 | 1.756 | 1.00725 | 2.64 |
| A3 | 1.10 | 12.7 | 0.0196 | 1.605 | 1.0354 | 3.26 |
| A4 | 1.68 | 12.7 | 0.0113 | 1.521 | 1.7587 | 3.02 |
| A5 | 1.94 | 12.7 | 0.076 | 1.317 | 1.253 | 12.55 |
| A6 | 2.98 | 12.7 | 0.1608 | 1.993 | 0.4717 | 15.12 |
| A7 | 1.64 | 12.7 | 0.1902 | 1.873 | 0.3325 | 11.85 |
| A8 | 1.65 | 12.7 | 0.1608 | 2.081 | 0.2723 | 9.11 |

5）激光闪射法试验结果

* + 1. 结果计算

根据石墨烯材料的热扩散系数、体积密度及比热容按下式计算导热系数：

  (6)

式中：

*λ* ——导热系数，W/(m·K)；

*cp*——比热容，J/(kg·K)；

*ρ ——*体积密度，kg/m3。

每种试样至少进行两次平行测定，结果取其算是平均值，保留至小数点后两位。

按本标准规定的测试方法，在室温下对厚度为0.0025cm的金属铜薄膜样进行了5次脉冲实验，得到的面内热扩散系数数据如表6；由表3可知，5次测量结果相对误差均小于1%，该方法测量结果准确性较高。

表3 室温下铜薄膜热扩散系数试验结果汇总

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 热扩散系数试验结果(cm2­­/ s) | 铜室温下热扩散系数文献(cm2­­/ s) | 相对误差 % |
| 1.1678 | 1.1644 | 0.29 |
| 1.1684 | 0.34 |
| 1.1700 | 0.48 |
| 1.1682 | 0.33 |
| 1.1740 | 0.82 |

（6）精密度

1）重复性

“由同一操作者在同一实验室、同一试验设备及短时间隔内对试样进行试验，在95%的置信度下，试验结果之间的绝对差值不超过其平均值的10%。”

表4 激光闪射法试验结果重复性表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 试样编号 | 导热系数λ，W/(m·K) | 重复性 |
| 第一次测量 | 第二次测量 | 第三次测量 |
| A1 | 5.41 | 6.13 | 5.86 | 6.27% |
| A2 | 2.64 | 2.34 | 2.83 | 9.48% |
| A3 | 3.26 | 3.15 | 3.42 | 4.15% |
| A4 | 3.02 | 3.11 | 2.96 | 2.48% |
| A5 | 12.55 | 12.34 | 12.88 | 2.16% |
| A6 | 15.12 | 15.92 | 14.89 | 3.54% |
| A7 | 11.85 | 11.29 | 12.35 | 4.48% |
| A8 | 9.11 | 9.23 | 9.29 | 1.00% |

图5 激光闪射法测定粉体导热系数重复性分析图

本标准规定激光法测定散热膜面内导热系数结果的重复性应优于8%。重复性计算数据来源如图5和表4。由图5可知，综合试样分别进行三次平行性测量，得出试验结果的重复性在1.00%~9.48%，故而规定本测试方法的精密度应优于10%。

2）再现性

“由不同的操作者在不同实验室内对同一试样进行试验，在95%的置信度下，试验结果的相对标准偏差不超过10%。”

表5 比对试验结果（中国科学院上海硅酸盐研究所）

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  测试项目样品编号 | 试样厚度/mm | 试样直径/mm | 热扩散系数α，(cm2/s) | 密度ρ， (g/cm3) | 比热容c，J/(g·K) | 导热系数λ，W/(m·K) | 备注 |
| GR0018030101  | 1.45 | 12.7 | 0.03900 | 1.8968 | 0.721 | 5.33 | 激光闪射法 |
| GR0018071801 | 1.37 | 12.7 | 0.17983 | 2.0692 | 0.668 | 24.86 | 激光闪射法 |
| GR0018062301 | 10.57 | — | — | — | — | 4.24 | 保护热流计法 |
| GR0018062302 | 10.38 | — | — | — | — | 3.20 | 保护热流计法 |

表6 比对试验结果（国家节能传热及隔热产品质量监督检验中心（广东））

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  测试项目样品编号 | 试样厚度/mm | 试样直径/mm | 热扩散系数α，(cm2/s) | 密度ρ， (g/cm3) | 比热容c，J/(g·K) | 导热系数λ，W/(m·K) | 备注 |
| GR0018030101  | 1.39 | 12.7 | 0.0379 | 1.96 | 0.706  | 5.24 | 激光闪射法 |
| GR0018071801 | 1.41 | 12.7 | 0.1658 | 2.077 | 0.708 | 24.38 | 激光闪射法 |
| GR0018062301 | 10.57 | — | — | — | — | 4.35 | 保护热流计法 |
| GR0018062302 | 10.38 | — | — | — | — | 3.30 | 保护热流计法 |

表7 比对试验结果（清华大学深圳研究生院）

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  测试项目样品编号 | 试样厚度/mm | 试样直径/mm | 热扩散系数α，(cm2/s) | 密度ρ， (g/cm3) | 比热容c，J/(g·K) | 导热系数λ，W/(m·K) | 备注 |
| GR0018030101  | 1.39 | 12.7 | 0.03514 | 1.9604 | 0.71 | 4.89 | 激光闪射法 |
| GR0018071801 | 1.41 | 12.7 | 0.17099 | 2.0765 | 0.72 | 25.56 | 激光闪射法 |

表8 比对试验结果分析表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  分析项目样品编号 | 平均值W/(m·K) | 标准偏差 | 再现性 | 备注 |  |
| GR0018030101 | 5.065 | 0.247 | 4.9% | 激光闪射法 |  |
| GR0018071801 | 24.933 | 0.593 | 2.4% | 激光闪射法 |  |
| GR0018062301 | 4.295 | 0.078 | 1.8% | 保护热流计法 |  |
| GR0018062302 | 3.250 | 0.071 | 2.2% | 保护热流计法 |  |

图6 粉体导热系数再现性分析图（三家比对单位）

本标准规定激光法测定散热膜面内导热系数结果的再现性应优于10%。再现性计算数据来源如图6和表5~表8。由图6可知，综合中国科学院上海硅酸盐研究所、清华大学深圳研究生院、国家节能传热及隔热产品质量监督检验中心（广东）三家单位测量，得出试验结果的再现性在2.2%~4.9%，而比对试验采用的样品为优选品质高、均匀性好的样品再现性较优，结合试样重复性分析结果，本测试方法的再现性规定为优于10%。

（7）试验报告

本部分对试验报告需报告的内容进行了规定。

**七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性**

本标准符合国家相关法律、法规、规章及相关标准。本标准检测方法参考GB/T 22588-2008《闪光法测量热扩散系数或导热系数》以及ASTM E1530-2011《保护热流计方法材料热传递阻力测定的标准试验方法》（英文）。其中GB/T 22588-2008《闪光法测量热扩散系数或导热系数》，2008年颁布，本标准等同采用ASTM E146-2001《闪光法测定热扩散系数试验方法》（英文），其中作了一些编辑性修改。而ASTM E1530-2011《保护热流计方法材料热传递阻力测定的标准试验方法》（英文）代替ASTM E1530-2006《用保护的热流计技术评定材料耐传热性能的标准试验方法》。这两个标准均是比较成熟的标准，具有较好的适用性。

**八、重大分歧意见的处理经过和依据。**

本标准在起草过程中无重大意见分歧。

**九、贯彻标准的要求和措施建议**

标准颁布实施后一年内，建议组织对石墨烯生产单位、下游企业进行宣贯和培训，明确石墨烯粉体导热系数的测定方法、结果计算，并在石墨烯及功能产品质量监督检验工作中落实执行。