



中华人民共和国国家计量技术规范

JJF XXXX—202X

闪光法块体材料热扩散系数测量仪 校准规范

Calibration Specification for Thermal Diffusivity Measurement

Apparatus for Bulk Materials by Flash Method

（征求意见稿）

202×-××-××发布

202×-××-××实施

国家市场监督管理总局 发布

闪光法块体材料热扩散 系数测量仪校准规范

Calibration Specification for
Thermal Diffusivity Measurement
Apparatus for Bulk Materials
by Flash Method

JJF XXXX—202X

归口单位：全国温度计量技术委员会
主要起草单位：中国计量科学研究院
参与起草单位：

本规范委托全国温度计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

XXX

XXX

参加起草人：

XXX

XXX

目 录

引 言	II
1 范围	1
2 引用文件	1
3 术语和计量单位	1
4 概述	1
5 计量特性	3
6 校准条件	3
7 校准项目和校准方法	4
8 校准结果表达	6
9 复校时间间隔	6
附录 A 校准原始记录（推荐）格式样式	7
附录 B 校准证书内页（推荐）格式样式	9
附录 C 热扩散系数相对示值误差测量不确定度评定示例	11
参考文献	20

引 言

JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》和 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本规范制定工作的基础性系列规范。

本规范主要参考了 GB/T 22588-2008《闪光法测量热扩散系数或导热系数》和 ASTM E 1461《Standard Test Method for Thermal Diffusivity by the Flash Method》的有关内容。

本规范为首次发布。

闪光法块体材料热扩散系数测量仪校准规范

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 $2 \text{ mm}^2/\text{s} \sim 102 \text{ mm}^2/\text{s}$ ，温度范围 $27 \text{ }^\circ\text{C} \sim 1200 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

2 引用文件

本规范引用下列文件：

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

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

GB/T 6425 和 GB/T 22588 中界定的及以下术语和定义适用于本规范。

3.1 热扩散系数 α thermal diffusivity

反映物质内部热量传播速度的快慢，热扩散系数越大，物质内热量传播越快。

4 概述

闪光法原理如图 1 和 2 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 。

在满足闪光法物理模型条件下，试样背面温度 T ，试样厚度 L ，温升时间 t 与热扩散系数的 α 的数学关系式如公式（1）所示。

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

式中：

T —试样的背面温度， $^\circ\text{C}$ ；

α —热扩散系数， mm^2/s ；

t —温升时间， s ；

L —试样的厚度，mm；

Q —脉冲能量，J/mm²；

ρ —试样的密度，g/mm³；

C —试样的比热，J/(g·℃)。

根据试样厚度 L 和背面温度上升到最大值 ΔT_{max} 的一半所需要的时间，计算试样的热扩散系数 α ，如公式 (2) 所示。

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

式中：

α —热扩散系数，mm²/s；

$t_{1/2}$ —半温升时间，s；

L —试样的厚度，mm。

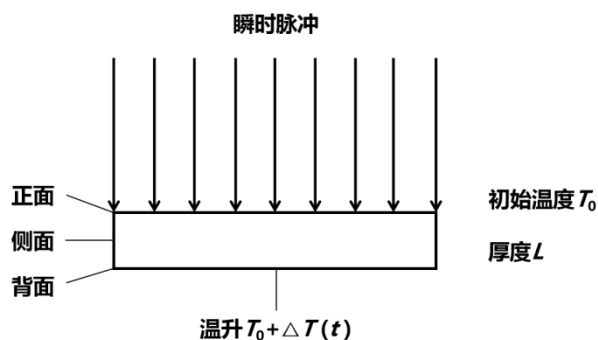
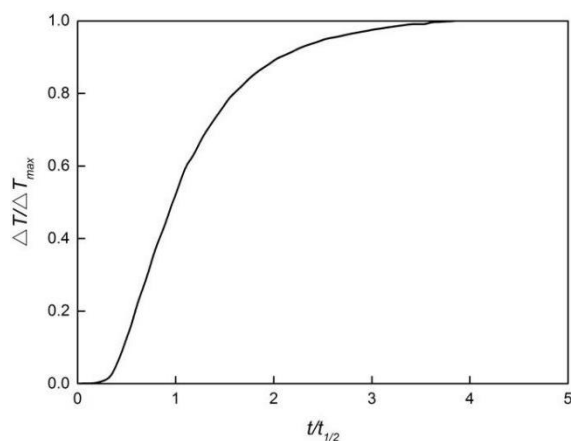


图 1 闪光法原理示意图



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

$t/t_{1/2}$ —某一时刻 t 与半温升时间 $t_{1/2}$ 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。



图 3 闪光法块体材料热扩散系数测量仪系统示意图

5 计量特性

闪光法块体材料热扩散系数测量仪的计量特性如表 1 所示。

表 1 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。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度：(20±5) °C。

6.1.2 相对湿度：≤ 85%。

6.1.3 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。

6.2 测量标准和其他设备

校准时采用的测量标准和其他设备见表 2。

表 2 测量标准和其他设备

序号	名称	技术要求	备注
1	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 $\leq 9\%$ （ $k=2$ ）。	/
2	千分尺	分辨力 0.001 mm，最大允许误差不超过 ± 0.004 mm。	用于测量标准物质的厚度。

7 校准项目和校准方法

7.1 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。

7.2 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（3）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。

$$s_L = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (L_{im} - \bar{L}_m)^2}{n-1}} \quad (3)$$

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， $n \geq 5$ 。

7.3 热扩散系数测量重复性和相对示值误差

7.3.1 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。

7.3.2 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。

7.3.3 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 2 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 仪器的测量温度点

测量仪适用温度范围	建议温度点（不少于 5 个）
$\leq 500\text{ }^{\circ}\text{C}$	27 °C，100 °C，200 °C，300 °C，500 °C
$\leq 1250\text{ }^{\circ}\text{C}$	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。

7.3.4 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（4）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。

$$s_{\alpha} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\alpha_{im} - \bar{\alpha}_m)^2}{n-1}} \quad (4)$$

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 ；

$\bar{\alpha}_m$ —热扩散系数平均值， mm^2/s ；

n —测量次数， $n \geq 5$ 。

按照公式（5）计算热扩散系数测量相对示值误差。

$$\Delta\alpha_m = \frac{\overline{\alpha_m} - \alpha_s}{\alpha_s} \times 100\% \quad (5)$$

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 。

热扩散系数相对示值误差测量不确定度评定见附录 C。

8 校准结果表达

经校准的闪光法块体材料热扩散系数测量仪出具校准证书，证书应至少包括以下内容：

- 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) 校准证书的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
- e) 客户的名称和地址；
- f) 被校仪器的描述和明确标识（如型号、产品编号等）；
- g) 进行校准的日期；
- h) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
- i) 本次校准所用测量标准的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；
- l) 对校准规范的偏离的说明；
- m) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识；
- n) 校准人和核验人签名；
- 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

复校时间间隔由使用者根据仪器使用情况、仪器本身性能等因素自行决定，推荐复校时间间隔不超过 1 年。

附录 A

校准原始记录（推荐）格式样式

校 准 记 录													
受检单位				器具名称				型号规格					
制造厂商				出厂编号				设备编号					
准确度等级				地点		<input type="checkbox"/> 本院实验室 <input type="checkbox"/> 现场		校准日期		年 月 日			
温度	℃	湿度	%RH	依据的技术文件									
使用的主要计量标准器具		测量范围		不确定度/准确度等级/最大允许误差		器具编号		有效期至					
一、厚度测量重复性													
测量值（mm）					平均值（mm）		测量重复性（mm）						
1	2	3	4	5									
二、热扩散系数测量重复性：													
温度（℃）										平均值（mm²/s）		测量重复性（mm²/s）	
测量值（mm²/s）													
	1	2	3	4	5								
闪射点 1													
闪射点 2													
闪射点 3													
温度（℃）										平均值（mm²/s）		测量重复性（mm²/s）	
测量值（mm²/s）													
	1	2	3	4	5								
闪射点 1													
闪射点 2													

校 准 记 录

温度（℃）										平均值 （mm ² /s ）	测量重复性 （mm ² /s）		
测量值（mm ² /s）													
	1		2		3		4		5				
闪射点 1													
闪射点 2													
闪射点 3													

温度（℃）										平均值 （mm ² /s ）	测量重复性 （mm ² /s）		
测量值（mm ² /s）													
	1		2		3		4		5				
闪射点 1													
闪射点 2													
闪射点 3													

温度（℃）										平均值 （mm ² /s ）	测量重复性 （mm ² /s）		
测量值（mm ² /s）													
	1		2		3		4		5				
闪射点 1													
闪射点 2													
闪射点 3													

三、热扩散系数相对示值误差：

温度（℃）	标准值（mm ² /s）	测量值（mm ² /s）	相对示值误差

附录 B

校准证书内页（推荐）格式样式

校准证书第 2 页

证书编号: XXXX-XXXX

校准机构授权说明				
校准所依据/参照的技术文件（代号、名称）				
校准环境条件及地点：				
温度： ℃		相对湿度： %		
地点：		其它：		
校准使用的计量基（标）准装置（含标准物质）/主要仪器				
名称	测量范围	不确定度/准确度等级 /最大允许误差	证书编号	有效期至

第 x 页 共 x 页

证书编号：XXXX-XXXX

校准结果

校准结果如下表：

校准项目	测量结果			备注
厚度测量重复性	厚度测量值 (mm)	测量重复性 (mm)		
热扩散系数测量重复性	温度 (℃)	测量值 (mm ² /s)	测量重复性 (mm ² /s)	
热扩散系数相对 示值误差	温度 (℃)	相对示值误差		扩展不确定度 (<i>k</i> =2)

以下空白

声明：1、本单位仅对加盖“×××校准专用章”的完整证书负责。
2、本证书的校准结果仅对所校准器具有效。

校准员：

核验员：

附录 C

热扩散系数相对示值误差测量不确定度评定示例

C.1 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

C.1.1 测量方法

采用千分尺测量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 C.1 所示。

表 C.1 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	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，测量标准物质在 27 °C，100 °C，300 °C，500 °C 和 700 °C 等 5 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 C.2 所示。

表 C.2 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

C.1.2 测量模型

热扩散系数相对示值误差测量模型如公式 (C.1) 所示。

$$\Delta\alpha_m = \frac{\bar{\alpha}_m - \alpha_s}{\alpha_s} \times 100\% \quad (\text{C.1})$$

式中：

$\Delta\alpha_m$ —热扩散系数测量相对示值误差；

$\bar{\alpha}_m$ —热扩散系数平均值，mm²/s；

α_s —热扩散系数标准值, mm^2/s 。

因而, 仪器在 27 °C, 100 °C, 300 °C, 500 °C 和 700 °C 等 5 个温度点的热扩散系数相对示值误差如表 C.3 所示。

表 C.3 仪器的热扩散系数相对示值误差

温度 (°C)	热扩散系数平均值 $\overline{\alpha_m}$ (mm^2/s)	热扩散系数标准值 α_s (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%

C.1.3 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 。

C.1.4 不确定度分量的评估

C.1.4.1 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_{aL} 和热扩散系数测量重复性引入的不确定度分量 u_s 。

C.1.4.1.1 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_{aL}

根据热扩散系数测量模型, 采用相对标准不确定度 u_{acrel} 进行计算, 如公式 (C.2)。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。

$$(u_{acrel})^2 = (2 \times u_{Lrel})^2 + (u_{trel})^2 \quad (\text{C.2})$$

公式 (C.2) 简化为公式 (C.3)。

$$\frac{u_{ac}}{\alpha} = 2 \times \frac{u_L}{L} \quad (\text{C.3})$$

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 (C.4) 计算。

$$u_L = \sqrt{(u_{L1})^2 + (u_{L2})^2} \quad (\text{C.4})$$

$$= \sqrt{(0.001)^2 + (0.0005)^2}$$

$$= 0.0011 \text{ mm}$$

27 ℃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 ℃，300 ℃，500 ℃和 700 ℃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 $u_{aL}(100)=0.01 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_{aL}(300)=0.01 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_{aL}(500)=0.01 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_{aL}(700)=0.01 \text{ mm}^2/\text{s}$ 。

C.1.4.1.2 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.5) 计算。

$$s_\alpha = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\alpha_{im} - \bar{\alpha}_m)^2}{n-1}} \quad (\text{C.5})$$

因而，在 27 ℃，100 ℃，300 ℃，500 ℃和 700 ℃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 (C.6)。

$$u_1 = \sqrt{(u_{aL})^2 + (u_s)^2} \quad (\text{C.6})$$

因而，在 27 ℃，100 ℃，300 ℃，500 ℃和 700 ℃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 $u_1(27)=0.04 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_1(100)=0.04 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_1(300)=0.01 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_1(500)=0.01 \text{ mm}^2/\text{s}$ ， $u_1(700)=0.01 \text{ mm}^2/\text{s}$ 。

C.1.4.2 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 (C.7) 计算：

$$u_2 = \frac{U_{RM}}{k_{RM}} \quad (\text{C.7})$$

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 ℃，100 ℃，300 ℃，500 ℃和 700 ℃等 5 个温度点下，标准物质引入

的不确定度分别是 $u_2(27)=(9.50 \times 6.1\%)/2=0.29 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_2(100)=(6.43 \times 6.1\%)/2=0.20 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_2(300)=(3.80 \times 5.1\%)/2=0.10 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_2(500)=(3.01 \times 7.1\%)/2=0.11 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_2(700)=(2.65 \times 8.1\%)/2=0.11 \text{ mm}^2/\text{s}$ 。

C.1.5 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 (C.8)。

$$u_c = \sqrt{c_1^2 u_1^2 + c_2^2 u_2^2} \quad (\text{C.8})$$

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

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

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:

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

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

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

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

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

C.1.6 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 (C.9) :

$$U = k \cdot u_c = 2 \times u_c \quad (\text{C.9})$$

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扩展不确定度分别是 $U(27)=2.9\% \times 2=5.8\%$, $U(100)=3.2\% \times 2=6.4\%$, $U(300)=2.7\% \times 2=5.5\%$, $U(500)=3.7\% \times 2=7.4\%$, $U(700)=4.0\% \times 2=8.1\%$ 。

C.2 石墨热扩散系数标准物质相对示值误差测量不确定度评定

C.2.1 测量方法

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 C.4 所示。

表 C.4 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，测量标准物质在 27 °C，200 °C，400 °C，600 °C，800 °C，1000 °C 和 1200 °C 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 C.5 所示。

表 C.5 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

C.2.2 测量模型

热扩散系数相对示值误差测量模型如公式 (C.10) 所示。

$$\Delta\alpha_m = \frac{\bar{\alpha}_m - \alpha_s}{\alpha_s} \times 100\% \quad (\text{C.10})$$

式中：

$\Delta\alpha_m$ —热扩散系数测量相对示值误差；

$\bar{\alpha}_m$ —热扩散系数平均值，mm²/s；

α_s —热扩散系数标准值，mm²/s。

因而，仪器在 27 °C，200 °C，400 °C，600 °C，800 °C，1000 °C 和 1200 °C 等 7 个温度点的热扩散系数相对示值误差如表 C.6 所示。

表 C.6 仪器的热扩散系数相对示值误差

温度 (°C)	热扩散系数平均值 $\overline{\alpha_m}$ (mm ² /s)	热扩散系数标准值 α_s (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%

C.2.3 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 。

C.2.4 不确定度分量的评估

C.2.4.1 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_{aL} 和热扩散系数测量重复性引入的不确定度分量 u_s ;

C.2.4.1.1 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_{aL}

根据热扩散系数测量模型，采用相对标准不确定度 u_{acrel} 进行计算，如公式 (C.11)。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。

$$(u_{acrel})^2 = (2 \times u_{Lrel})^2 + (u_{trel})^2 \quad (C.11)$$

公式 (C.11) 简化为公式 (C.12)。

$$\frac{u_{ac}}{\alpha} = 2 \times \frac{u_L}{L} \quad (C.12)$$

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 (C.13) 计算。

$$u_L = \sqrt{(u_{L1})^2 + (u_{L2})^2} \quad (C.13)$$

$$= \sqrt{(0.001)^2 + (0.0005)^2}$$

$$= 0.0011 \text{ mm}$$

27 ℃时,标准物质厚度测量引入的热扩散系数不确定度分量 $u_{aL}(27)=u_{ac}(27)=101.35 \times 2 \times 0.0011/2.027=0.11 \text{ mm}^2/\text{s}$ 。因而, 200 ℃, 400 ℃, 600 ℃, 800 ℃, 1000 ℃和 1200 ℃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 $u_{aL}(200)=0.06 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_{aL}(400)=0.04 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_{aL}(600)=0.03 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_{aL}(800)=0.02 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_{aL}(1000)=0.02 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_{aL}(1200)=0.02 \text{ mm}^2/\text{s}$ 。

C.2.4.1.2 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。

$$s_\alpha = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\alpha_{im} - \bar{\alpha}_m)^2}{n-1}} \quad (\text{C.14})$$

因而, 在 27 ℃, 200 ℃, 400 ℃, 600 ℃, 800 ℃, 1000 ℃和 1200 ℃等 7 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 $u_s(27)=0.30 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_s(200)=0.09 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_s(400)=0.04 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_s(600)=0.06 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_s(800)=0.03 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_s(1000)=0.03 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_s(1200)=0.13 \text{ mm}^2/\text{s}$ 。

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 (C.15)。

$$u_1 = \sqrt{(u_{aL})^2 + (u_s)^2} \quad (\text{C.15})$$

因而, 在 27 ℃, 200 ℃, 400 ℃, 600 ℃, 800 ℃, 1000 ℃和 1200 ℃等 7 个温度点下, 热扩散系数重复测量引入的不确定度分别为 $u_1(27)=0.32 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_1(200)=0.11 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_1(400)=0.06 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_1(600)=0.07 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_1(800)=0.04 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_1(1000)=0.04 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_1(1200)=0.13 \text{ mm}^2/\text{s}$ 。

C.2.4.2 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 (C.16) 计算:

$$u_2 = \frac{U_{RM}}{k_{RM}} \quad (\text{C.16})$$

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, 200 °C, 400 °C, 600 °C, 800 °C, 1000 °C 和 1200 °C 等 7 个温度点下, 标准物质引入的不确定度分量分别是 $u_2(27)=101.48 \times 3.1\%=3.15 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_2(200)=50.06 \times 2.2\%=1.13 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_2(400)=32.00 \times 2.2\%=0.70 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_2(600)=23.98 \times 2.6\%=0.62 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_2(800)=19.49 \times 3.1\%=0.60 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_2(1000)=16.63 \times 3.6\%=0.61 \text{ mm}^2/\text{s}$, $u_2(1200)=14.65 \times 4.4\%=0.64 \text{ mm}^2/\text{s}$ 。

C.2.5 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 (C.17)。

$$u_c = \sqrt{c_1^2 u_1^2 + c_2^2 u_2^2} \quad (\text{C.17})$$

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

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

因而, 在 27 °C, 200 °C, 400 °C, 600 °C, 800 °C, 1000 °C 和 1200 °C 等 7 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:

$$u_c(27) = \sqrt{\left(\frac{1}{101.48}\right)^2 \times 0.32^2 + \left(-\frac{101.35}{101.48^2}\right)^2 \times 3.15^2} = 3.1\%$$

$$u_c(200) = \sqrt{\left(\frac{1}{50.06}\right)^2 \times 0.11^2 + \left(-\frac{55.70}{50.06^2}\right)^2 \times 1.13^2} = 2.5\%$$

$$u_c(400) = \sqrt{\left(\frac{1}{32.00}\right)^2 \times 0.06^2 + \left(-\frac{34.35}{32.00^2}\right)^2 \times 0.70^2} = 2.4\%$$

$$u_c(600) = \sqrt{\left(\frac{1}{23.98}\right)^2 \times 0.07^2 + \left(-\frac{24.99}{23.98^2}\right)^2 \times 0.62^2} = 2.7\%$$

$$u_c(800) = \sqrt{\left(\frac{1}{19.49}\right)^2 \times 0.04^2 + \left(-\frac{20.18}{19.49^2}\right)^2 \times 0.60^2} = 3.2\%$$

$$u_c(1000) = \sqrt{\left(\frac{1}{16.63}\right)^2 \times 0.04^2 + \left(-\frac{17.37}{16.63^2}\right)^2 \times 0.61^2} = 3.8\%$$

$$u_c(1200) = \sqrt{\left(\frac{1}{14.65}\right)^2 \times 0.13^2 + \left(-\frac{15.59}{14.65^2}\right)^2 \times 0.64^2} = 4.7\%$$

C.2.6 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 (C.18)：

$$U = k \cdot u_c = 2 \times u_c \quad (\text{C.18})$$

因而，在 27 °C，200 °C，400 °C，600 °C，800 °C，1000 °C 和 1200 °C 等 7 个温度点下，仪器的相对示值误差的扩展不确定度分别是 $U(27) = 3.1\% \times 2 = 6.2\%$ ， $U(200) = 2.5\% \times 2 = 5.0\%$ ， $U(400) = 2.4\% \times 2 = 4.7\%$ ， $U(600) = 2.7\% \times 2 = 5.4\%$ ， $U(800) = 3.2\% \times 2 = 6.4\%$ ， $U(1000) = 3.8\% \times 2 = 7.6\%$ ， $U(1200) = 4.7\% \times 2 = 9.5\%$ 。

参 考 文 献

- [1] ASTM E 1461 Standard Test Method for Thermal Diffusivity by the Flash Method