

# 团体标准

T/GDASE 0007—2020

---

## 石墨烯粉体导热系数的测定

Determination of thermal conductivity of graphene powder

2020 - 06 - 01 发布

2020 - 06 - 01 实施

---

广东省特种设备行业协会 发布







# 目 次

|                |    |
|----------------|----|
| 前言.....        | II |
| 1 范围.....      | 1  |
| 2 规范性引用文件..... | 1  |
| 3 术语和定义.....   | 1  |
| 4 保护热流计法.....  | 1  |
| 5 激光闪射法.....   | 3  |
| 6 试验报告.....    | 5  |

## 前 言

本标准按照GB/T1.1—2009给出的规则起草。

本标准由广州特种承压设备检测研究院提出，由广东省特种设备行业协会归口。

本标准起草单位：广州特种承压设备检测研究院、沃特世（上海）科技有限公司、广州新地科技有限公司、华南理工大学、广东锋尚智能光电股份有限公司。

本标准主要起草人：尹宗杰、何立粮、王兴良、王伟雄、吉英爱、王素清、楚双印、刘斌、黎佩珊、熊磊、黄国家、李爽、王禹舟、伍振凌。

本标准为首次发布。

# 石墨烯粉体导热系数的测定

## 1 范围

本标准规定了石墨烯粉体导热系数保护热流计法和激光闪射法的测定方法,含有石墨烯的粉体材料参照执行。

本标准规定的保护热流计法适用于导热系数范围为 $0.1 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})\sim 40 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ 的石墨烯粉体;本标准规定的激光闪射法适用于导热系数范围为 $0.1 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})\sim 2000 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ 的石墨烯粉体。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 22588-2008 闪光法测量热扩散系数或导热系数

GB/T 30544.13-2018 纳米科技 术语 第13部分:石墨烯及相关二维材料

NB/SH/T 0632-2014 比热容的测定 差示扫描量热法

## 3 术语和定义

GB/T 30544.13-2018 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**定压比热容** specific heat at constant pressure

在压强不变的情况下,单位质量的物质升高或降低单位温度所需要的热量,以 $c_p$ 表示,单位为 $\text{J}/(\text{kg}\cdot\text{K})$ 。

### 3.2

**导热系数** thermal conductivity

又称热导率,是表示单位时间内在单位温度梯度下沿热流方向通过材料单位面积传递的热量。以 $\lambda$ 表示,单位为 $\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ 。

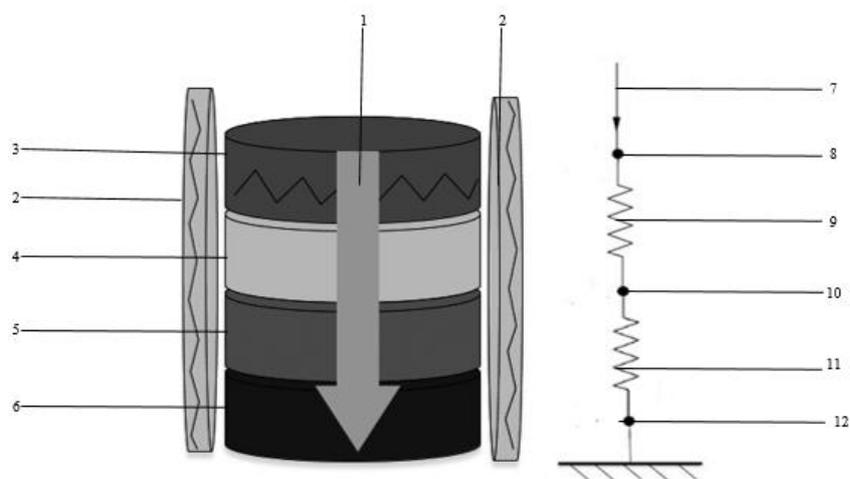
### 3.3

**热扩散系数** thermal diffusivity

又称导温系数,是材料的导热系数与定压比热容和密度的乘积之比。以 $a$ 表示,单位为 $\text{m}^2/\text{s}$ 。

## 4 保护热流计法

### 4.1 原理



1—热流方向，2—保护炉，3—加热单元或温度传感器，4—测试样品，5— $\Delta T$ 热流计，6—散热单元，7—热流，8—试样上表面温度，9—试样热阻与接触热阻之和，10—试样下表面温度（参比热流计上表面温度），11—参比热流计热阻，12—参比热流计下表面温度

图 1 保护热流计法基本原理示意图

保护热流计法测定导热系数的基本原理如图1所示，被测试的试样保持在压缩载荷的两个表面之间，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，可计算得出试样的导热系数。

## 4.2 试验仪器与设备

4.2.1 保护热流计法导热仪。试验用仪器包含加热单元、温度传感器、保护炉、 $\Delta T$ 热流计、散热单元，测试原理符合 4.1。其中，加热单元温度控制精度 $\leq 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，温度传感器的灵敏性 $\leq 0.05\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.2.2 游标卡尺，最小刻度 0.01 mm，最大量程为 300 mm。

4.2.3 烘箱，控温范围为室温~200  $^{\circ}\text{C}$ 。

4.2.4 压片机，配备直径为 50.8 mm 圆形的模具，最大压力不小于 15 MPa。

4.2.5 分析天平，感量 0.0001 g，最大量程为 200 g。

## 4.3 试验环境

温度 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度 $50\%\pm 5\%$ 。

## 4.4 试样

### 4.4.1 试样预处理

试样在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘干至恒重，备用。

### 4.4.2 试样制备

通过压片机将4.00 g~20.00 g的干燥试样在4 MPa的压力下，保压5 min，压制厚度为1 mm~25 mm，直径为 $50.8\text{ mm}\pm 0.28\text{ mm}$ ，表面平整无缺陷的片块状试样。

## 4.5 试验步骤

- 4.5.1 用游标卡尺测量压片后的试样厚度，测量5次，记录其算术平均值，精确到0.01 mm。
- 4.5.2 在试样上、下表面分别均匀涂抹导热硅脂，并将试样安装于仪器的下板正中央，设置上板施加于试样上的载荷不低于0.08 MPa。
- 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。
- 4.5.4 开始测试，测试结束后，记录导热系数。

## 4.6 试验结果

由傅立叶热流方程，有：

$$R_S = R_R(\Delta T_S / \Delta T_r) - R_{int} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $R_S$ ——试样热阻，(m<sup>2</sup>·K)/W；
- $R_{int}$ ——接触热阻，(m<sup>2</sup>·K)/W；
- $R_R$ ——参比热流计热阻，(m<sup>2</sup>·K)/W；
- $\Delta T_S$ ——试样上表面与下表面的温差，K；
- $\Delta T_r$ ——参比热流计上表面与下表面的温差，K。

$$\lambda = d / R_S \dots\dots\dots (2)$$

$\lambda$ ——导热系数，W/(m·K)

$d$ ——试样厚度，m。

以式(1)为基础，选用不同的标样，在同一温度下做测试，得到 $R_S$ 与 $(\Delta T_S / \Delta T_r)$ 的数据，并进行线性拟合，得到 $R_R$ 和 $R_{int}$ ，再将 $R_R$ 和 $R_{int}$ 的值代入式(1)得到待测试样的 $R_S$ ，最后将 $R_S$ 代入式(2)得到导热系数 $\lambda$ 。结果取两次测量的算术平均值，按照GB/T 8170-2008进行修约，结果保留至小数点后两位。

## 4.7 精密度

### 4.7.1 重复性

由同一操作者在同一实验室、同一试验设备及短间隔内对试样进行试验，在95%的置信度下，试验结果的相对标准偏差不超过5%。

### 4.7.2 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5%。

## 5 激光闪射法

### 5.1 原理

在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。用红外检测器或固体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 $T_m$ 的一半时所需要的时间 $t_{1/2}$ （半升温时间），通过计算可得到材料的热扩散系数，见式（3）。

$$\alpha = 0.13879 L^2 / t_{1/2} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$\alpha$ ——热扩散系数， $\text{m}^2/\text{s}$ ；

$L$ ——试样的厚度， $\text{m}$ ；

$t_{1/2}$ ——半升温时间， $\text{s}$ 。

根据石墨烯材料的热扩散系数、密度及定压比热容可计算材料的导热系数。

## 5.2 试验仪器与设备

5.2.1 激光导热仪，主要由激光发射光源、试样加热装置、数据采集记录装置和信号探测器组成。测试原理符合 GB/T 22588-2008 的第 7 章的要求。

5.2.2 差示扫描量热仪，灵敏度 $\leq 0.5 \mu\text{W}$ 。

5.2.3 烘箱，控温范围，室温 $\sim 200 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.2.4 压片机，配备直径 12.7 mm 的圆形模具，最大压力不小于 15 MPa。

5.2.5 千分尺，最小刻度 0.001 mm。

5.2.6 分析天平，感量 0.00001 g。

## 5.3 试验环境

温度 $23 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ ，相对湿度 $50\% \pm 5\%$ 。

## 5.4 试样

### 5.4.1 试样预处理

试样在 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ 下烘干至恒重，备用。

### 5.4.2 试样制备

通过压片机将 0.20 g~0.50 g 的干燥试样在 4 MPa 的压力下，保压 5 min，压制厚度为 1 mm~6 mm、直径为 $12.6 \text{ mm} \pm 0.1 \text{ mm}$ ，表面应平整，无表面缺陷（砂眼、划痕、条纹）的片块状试样。

## 5.5 试验步骤

5.5.1 试样密度 $\rho$ 的测量。采用分析天平称量试样质量，采用千分尺测量试样尺寸，计算试样体积，根据试样质量及体积计算试样的密度，结果保留至小数后三位。

5.5.2 定压比热容 $c_p$ 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定压比热容 $c_p$ ，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定压比热容计算需要。参照 NB/SH/T 0632-2014 执行。

5.5.3 热扩散系数 $\alpha$ 的测量。用千分尺测量试样的厚度，精确至 0.001 mm，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。

## 5.6 试验结果

### 5.6.1 结果计算

根据石墨烯材料的热扩散系数、密度及定压比热容按下式计算导热系数：

$$\lambda = \alpha \cdot \rho \cdot c_p \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$\lambda$ ——导热系数，W/(m·K)；

$\rho$ ——密度，kg/m<sup>3</sup>；

$c_p$ ——定压比热容，J/(kg·K)。

5.6.2 试样导热系数试验结果以2次测量结果的算术平均值表示，按照GB/T 8170-2008进行修约，结果保留至小数点后两位。

## 5.7 精密度

### 5.7.1 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，试验结果的相对标准偏差不超过10%。

### 5.7.2 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，试验结果之间的相对标准偏差不超过10%。

## 6 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 本标准编号；
- b) 导热系数的测定方法；
- c) 试样代号和标志；
- d) 送样单位和人员；
- e) 使用仪器型号及试验条件；
- f) 试验结果；
- g) 本标准未作规定的附加操作，以及能影响试验结果的任何其他因素；
- h) 试验人员及日期。