JJF (浙)

# 浙 江 省 地 方 计 量 技 术 规 范

JJF（浙）1175—2021

# 导热系数测定仪（热流计法）校准规范

**Calibration Specification for Thermal Conductivity Tester（Heat Flow Meter Method）**

2021—03—05 发布　　2021—06—05 实施

浙江省市场监督管理局 发布

# 导热系数测定仪（热流计法）校准规范

JJF（浙）1175−2021

Calibration Specification for Thermal Conductivity Tester
（Heat Flow Meter Method）

归　口 单 位：浙江省市场监督管理局

主要起草单位：浙江省计量科学研究院

嘉兴市计量检定测试院

武义县检验检测研究院

参加起草单位：浙江省方正校准有限公司

浙江振申绝热科技股份有限公司

本规范委托浙江省计量科学研究院负责解释。

**本规范主要起草人：**

余时帆　　浙江省计量科学研究院

沈　伟　　嘉兴市计量检定测试院

潘　浩　　武义县检验检测研究院

**参加起草人：**

陈奕豪　　浙江省方正校准有限公司

王文林　　浙江省计量科学研究院

崔　超　　浙江省计量科学研究院

张永福　　浙江振申绝热科技股份有限公司

# 目　　录

引 言 ..... I
1 范围 ..... 1
2 引用文件 ..... 1
3 术语和计量单位 ..... 1
3.1 导热系数 Thermal conductivity ..... 1
3.2 热流密度 Heat flux ..... 1
3.3 导热系数参考板 Thermal conductivity reference material ..... 1
4 概述 ..... 1
5 计量特性 ..... 3
6 校准条件 ..... 3
6.1 环境条件 ..... 3
6.2 供电电源条件 ..... 3
6.3 测量标准及其他设备 ..... 3
7 校准项目和校准方法 ..... 3
7.1 校准项目 ..... 3
7.2 校准方法 ..... 4
8 校准结果表达 ..... 5
9 复校时间间隔 ..... 6
附录 A 导热系数测定仪校准原始记录参考格式 ..... 7
附录 B 导热系数测定仪校准证书内页参考格式 ..... 8
附录 C 导热系数测定仪示值误差测量不确定度评定示例 ..... 9
附录 D 导热系数参考板的使用和保存 ..... 12

# 引 言

本规范依据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》、JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》编制。参照GB/T 10295-2008《绝热材料稳态热阻及相关特性的测定 热流计法》制定本规范。

本规范为首次制定。

# 导热系数测定仪（热流计法）校准规范

## 1 范围

本规范适用于导热系数测量范围为（0.002～1）W/(m·K)、温度范围为（0～80）℃的热流计法导热系数测定仪的校准。

其他相近测量范围的导热系数测定仪也可参照本规范进行校准。

## 2 引用文件

本规范引用了下列文件

JJF 1007-2007 温度计量名词术语及定义

GB/T 10295-2008/ISO 8301：1991（E） 绝热材料稳态热阻及相关特性的测定 热流计法

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 术语和计量单位

3.1 导热系数 Thermal conductivity

在单位时间、单位温度梯度、单位面积所通过的热量，单位为 W/(m·K)。

［来源：JJF 1007-2007，3.38］

注：导热系数又称热导率，是表征物质热传导性能的物理参量。

3.2 热流密度 Heat flux

单位时间内通过单位面积的热量（或称热通量），单位为 W/m²。

［来源：GB/T 10295-2008，1.3］

3.3 导热系数参考板 Thermal conductivity reference material

物理性质稳定且足够均匀、用于记录（或传递）导热系数值的物质。

## 4 概述

导热系数测定仪（热流计法）的工作原理是在两端为平行平面的试样内建立一维稳态传热过程，通过测量试样的热流密度、两表面温差和厚度而得到试样导热系数。通常由加热单元、冷却单元、防护部分、功率测量部分和电源控制部分组成，用于对样品材料的导热性能进行测量，根据其基本结构可以分为单试样导热系数测定仪和双试样导热系数测定仪，典型结构如图 1 所示。

单试样导热系数测定仪导热系数计算式为:

$$\lambda = \frac{\phi \cdot d}{A(T_1 - T_2)} \tag{1}$$

式中：$\lambda$ ——试样导热系数， W/(m·K)；

$\phi$ ——通过试样的热流功率，W；

$A$ ——传热面积，$m^2$；

$d$ ——试样平均厚度，m；

$T_1$ ——试样热面温度平均值，K；

$T_2$ ——试样冷面温度平均值，K。

双试样导热系数测定仪导热系数计算式为:

$$\lambda = \frac{\phi \cdot d}{2A(T_1 - T_2)} \tag{2}$$

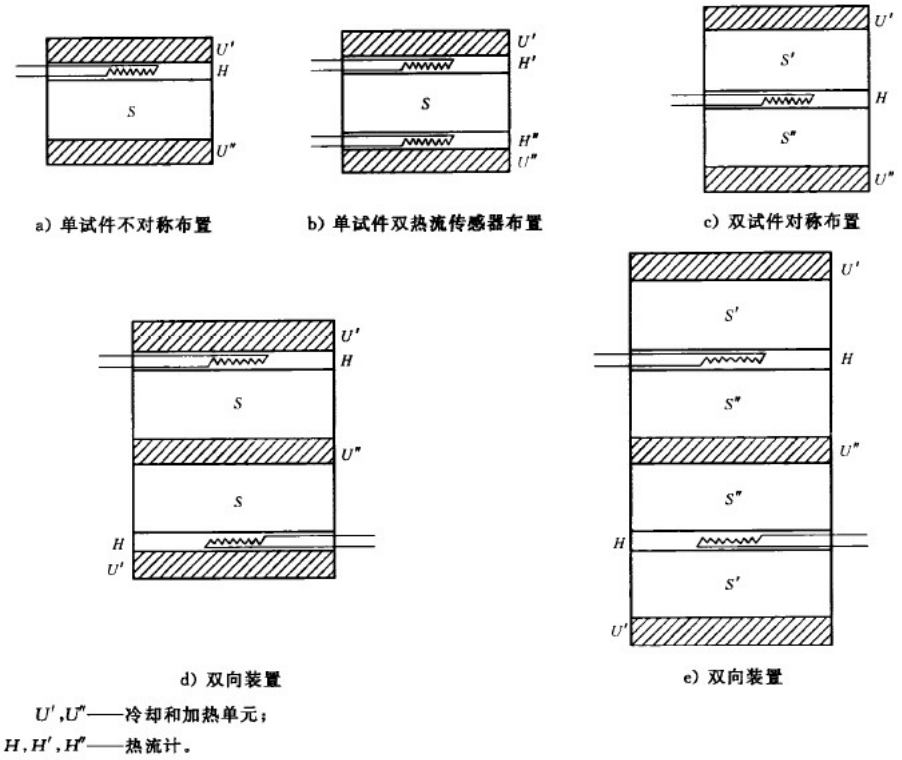


图 1 导热系数测定仪（热流计法）典型结构图

## 5 计量特性

导热系数测定仪示值误差应不超过±3%（或制造商规定的技术指标）。

## 6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度：（20～25）℃；

6.1.2 相对湿度：（40～60）%。

6.2 供电电源条件

6.2.1 电源电压：交流 220 V±11 V；

6.2.2 电源频率：50 Hz±1 Hz。

6.3 测量标准及其他设备

校准时由测量标准及其他校准设备引起的不确定度应尽可能小，测量标准及其他设备见表 1 所示。

表 1 测量标准及其他设备

| 序号 | 仪器设备名称 | 技术要求 | 用途 | 备注 |
|---|---|---|---|---|
| 1 | 导热系数参考板 | 导热系数参考板其使用的温度范围能覆盖所校准的导热系数测定仪工作温度范围，有证明其溯源性的标准样品证书，相同规格的参考板应不少于两套，导热系数参考板需提供导热系数与温度的线性拟合函数关系。参考板的扩展不确定应优于被校导热系数测定仪最大允许误差的 1/3。 | 测量标准 | 一般采用玻璃纤维棉板和有机玻璃作为参考板。 |
| 2 | 绝缘电阻表 | 直流电压：500 V，准确度等级不低于 10 级。 | 绝缘电阻检查 | / |
| 3 | 耐压测试仪 | 输出电压：交流（0～1500）V，频率：（45～55）Hz，输出功率：不低于 0.25 kW，准确度等级不低于 5 级。 | 绝缘强度检查 | / |

## 7 校准项目和校准方法

7.1 校准项目

校准项目包含：外观和功能性检查、绝缘电阻检查、绝缘强度检查、示值误差。

表 2 校准项目

| 项目 | 首次 | 复校 |
| --- | --- | --- |
| 外观和功能检查 | + | + |
| 绝缘电阻检查 | + | − |
| 绝缘强度检查 | + | − |
| 示值误差 | + | + |
| 注：“+”表示校准，“-”表示不校准。 | | |

7.2 校准方法

7.2.1 外观和功能性检查。

外观检查：

目测检查导热系数测定仪有无下列标志和标识：名称、型号规格、器具编号和制造商等，以及是否有影响计量特性的缺陷。

功能性检查：

导热系数测定仪在通电状态下进行功能性检查，其显示的数字及图像应清晰无叠字无缺笔划现象，检查软件运行是否正常，机械、电控是否正常。

7.2.2 绝缘电阻检查

导热系数测定仪断开电源情况下，使用准确度等级为 10 级输出电压 500 V 的绝缘电阻表测量导热系数测定仪电源端子与外壳之间的绝缘电阻，不小于 20 MΩ。

7.2.3 绝缘强度检查

导热系数测定仪应能承受 1.5 kV 交流电压，历时 1 min，应无击穿和飞弧现象。

7.2.4 示值误差

7.2.4.1 校准前准备工作

应事先将导热系数参考板按要求进行处理后放置在密封防潮袋中，参考板的使用和保存见附录 D。校准前需整理和清洁导热系数测定仪样品测试室，开始校准前导热系数测定仪需通电预热至少 30 min，以保证与环境条件达到热平衡。

7.2.4.2 示值误差校准

根据客户的要求，确定导热系数测定仪校准温度点。按照导热系数测定仪使用操作说明将导热系数参考板放置在样品室中并保证处于正确可测试状态。根据参考板的导热系数标准值

对应的温度，设定被校导热系数测定仪的样品平均温度（通常导热系数测定仪热板与冷板的温差设定为 20 ℃，样品平均温度为热板温度和冷板温度的平均值）。启动运行后，导热系数测定仪测得参考板在设定的平均温度下的导热系数示值。完成一次测量后，取出参考板，待导热系数测定仪热板、冷板温度恢复到室温（附近）后，再次安装参考板，重复上一次测试步骤，得到参考物质在设定的样品平均温度的导热系数示值的重复测量结果。在相同的条件，重复测量参考板的导热系数至少 4 次，得到被校准导热仪测量参考板导热系数的示值和示值的平均值。

其他温度点的导热系数，可重复 7.2.4.2 的测量步骤，得到参考板在不同温度的导热系数测量结果。其他导热系数点的校准方法同 7.2.4.2 测量步骤。

根据导热系数参考板导热系数标称值 $\lambda_0$，导热系数测定仪的示值误差根据以下公式计算：

$$\delta = \frac{\overline{\lambda} - \lambda_0}{\lambda_0} \times 100\% \qquad (3)$$

式中：δ——导热系数测定仪示值误差，%；

$\overline{\lambda}$——导热系数测定仪测得的多次导热系数示值平均值，W/(m·K) ；

$\lambda_0$——参考板导热系数标称值，W/(m·K)。

7.2.5 数据处理原则

导热系数值可以采用科学计数法表示，其中参考板的标准值为四位有效数字；被校导热系数测定仪示值有效位数为小数点后五位；示值误差以百分比表示，小数点后保留 1 位小数；校准结果的不确定度以相对值表示。

## 8 校准结果表达

8.1 校准记录

校准记录参考格式见附录 A。

8.2 校准证书

校准结果应在校准证书（报告）上反映，校准证书（报告）应至少包括以下信息：

a）标题，如“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）证书或报告的唯一性标识（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和应用有关时，应对被校样品的抽样程序进行说明；

i）对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）被校温度计示值误差及其测量不确定度，以及其他检查结果的说明；

m）对校准规范的偏离的说明；

n）校准证书和校准报告签发人的签名、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，不得部分复制证书或报告的声明。

校准证书内页参考格式见附录 B，导热系数测定仪的示值误差测量不确定度评定示例见附录 C。

## 9 复校时间间隔

导热系数测定仪的校准时间间隔，根据使用情况、使用者、导热系数测定仪本身质量等因素所决定的，可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

为了确保导热系数测定仪在其规定的技术性能下使用，建议复校时间间隔一般不超过一年。

# 附录 A　　导热系数测定仪校准原始记录参考格式

委托单位：_____委托单位地址_____证书编号：_____

型号/规格_____测量范围_____最大允许误差_____器号_____制造单位：_____

校准前状态：_____ 校准后状态：_____环境温度：_____℃ 相对湿度：_____%

校准依据_____校准地点_____

一、校准所使用的主要计量器具：

| 名　称 | 型号/规格 | 准确度 | 仪器编号 | 证书编号 | 有效期 |
|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | |
| | | | | | |

二、校准结果：

1、外观和功能性检查：

2、绝缘电阻检查：

3、绝缘强度检查：

4、示值误差：

<table>
<tr><td>设定平均温度</td><td colspan="2">℃</td><td>设定温差</td><td>℃</td></tr>
<tr><td colspan="3" rowspan="3">温度设定值（℃）</td><td>热板温度</td><td></td></tr>
<tr><td>冷板温度</td><td></td></tr>
<tr><td>平均温度</td><td></td></tr>
<tr><td rowspan="5">导热系数测定仪测量值 λ<br>W/(m·K)</td><td colspan="2">1</td><td colspan="2"></td></tr>
<tr><td colspan="2">2</td><td colspan="2"></td></tr>
<tr><td colspan="2">3</td><td colspan="2"></td></tr>
<tr><td colspan="2">4</td><td colspan="2"></td></tr>
<tr><td colspan="2">平均值</td><td colspan="2"></td></tr>
<tr><td colspan="3">参考板导热系数标称值 $\lambda_0$</td><td colspan="2">W/(m·K)</td></tr>
<tr><td colspan="3">导热系数测定仪示值</td><td colspan="2">W/(m·K)</td></tr>
<tr><td colspan="3">导热系数测定仪示值误差</td><td colspan="2">%</td></tr>
</table>

相对扩展不确定度：$U_r$＝　　%　，$k$＝2

校准人员：　　核验人员：　　校准日期：　　共　　页　第　　页

# 附录 B　　导热系数测定仪校准证书内页参考格式

校准结果：

1、 外观和功能性检查：

2、绝缘电阻检查：

3、绝缘强度检查：

4、示值误差：

| 温度（℃） | 导热系数标准值 W/(m·K) | 导热系数测定仪示值 W/(m·K) | 示值误差 % | 扩展不确定度 *k=2* |
|---|---|---|---|---|
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |

# 附录 C　　导热系数测定仪示值误差测量不确定度评定示例

## C. 1.测量模型

导热系数测定仪示值误差的计算公式为：

$$\delta = \frac{\overline{\lambda} - \lambda_0}{\lambda_0} \times 100\% \qquad (C1)$$

式中：$\delta$ ——导热系数测定仪的示值误差，%；

$\overline{\lambda}$ ——导热系数测定仪测得的试样平均导热系数示值，W/( m·K)；

$\lambda_0$——参考板导热系数标称值，W/( m·K)。

按照试样平均温度 298K，温差 20℃为例做导热系数测量结果不确定度分析。

导热系数计算公式：

$$\lambda = \frac{\phi \cdot d}{A(T_1 - T_2)} \qquad (C2)$$

式中:$\lambda$ ——试样导热系数，单位 W/(m·K)；

$\phi$ ——加热单元计量部分的平均加热功率，单位 W；

$A$ ——计量面积（双试样装置需乘以 2），单位 $m^2$；

$d$ ——试样平均厚度，单位 m；

$T_1$——试样热面温度平均值，单位 K；

$T_2$ ——试样冷面温度平均值，单位 K。

## C.2. 方差与灵敏度系数

式（C 1）中$\lambda$，$\lambda_0$ 相互独立，因而得

$$c_1 = \frac{\partial \delta}{\partial \lambda} = 1, c_2 = \frac{\partial \delta}{\partial \lambda_0} = -1 \qquad (C3)$$

$$u_c^2 = u^2(\lambda) + u^2(\lambda_0) \qquad (C4)$$

## C.3. 不确定度来源及分析

C.3.1 由输入量 λ 引入的标准不确定度$u_r$（$\lambda$）

由输入量 λ 引入的标准不确定度主要来源于导热系数测定仪测量的重复性和示值分辨力。

对导热系数参考板作 10 次独立重复测量，10 次独立测量数据见表 B1

表 B1

| 测量次数 | 样品平均温度<br>℃ | 冷热板温差<br>℃ | 样品厚度<br>cm | 样品导热系数<br>W/mK |
|---|---|---|---|---|
| 1 | 25.1 | 20.0 | 2.545 | 0.0325 |
| 2 | 25.1 | 20.1 | 2.539 | 0.0323 |
| 3 | 25.1 | 20.0 | 2.539 | 0.0325 |
| 4 | 25.0 | 20.0 | 2.539 | 0.0324 |
| 5 | 25.0 | 20.1 | 2.538 | 0.0324 |
| 6 | 25.0 | 19.9 | 2.540 | 0.0325 |
| 7 | 25.1 | 19.8 | 2.541 | 0.0325 |
| 8 | 25.0 | 19.8 | 2.540 | 0.0325 |
| 9 | 25.0 | 19.8 | 2.540 | 0.0324 |
| 10 | 25.2 | 19.8 | 2.541 | 0.0326 |
| 平均值 | 25.06 | 19.93 | 2.540 | 0.0325 |

由贝塞尔计算公式可以得到实验标准偏差为：

$$s_p=\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(\lambda_i-\overline{\lambda})^2}{n-1}}=8.4\times10^{-5}\ \mathrm{W/(m\cdot K)} \qquad (C5)$$

式中：$s_p$——实验标准偏差；

$\lambda_i$ ——第 i 次独立测量得到的材料导热系数；

$\overline{\lambda}$ ——n 次独立测量得到的材料导热系数的平均值；

n——独立测量次数，n =10。

实际测量时，取 4 次测量得到的材料导热系数的平均值作为检测报告中的最终导热系数值。因此，测量仪器测量重复性引入的相对标准不确定度分量$u_{r1}(\lambda)$为：

$$u_{r1}(\lambda)=\frac{8.4\times10^{-5}}{0.0325\times\sqrt{4}}\times100\%=0.129\% \qquad (C6)$$

测量仪器读数分辨力引入的相对标准不确定度$u_{r2}(\lambda)$

热流法导热系数测定仪的分辨力为 0.0001 W/(m·K)，按矩形分布估计，因此，测量仪器分辨力引入的相对标准不确定度分量$u_{r2}(\lambda)$为：

$$u_{r2}(\lambda)=\frac{0.0001}{0.0325\times2\sqrt{3}}\times100\%=0.089\% \qquad (C7)$$

导热系数测定仪测量的重复性和读数分辨力引入的相对标准不确定度分量取大者，因此：

$$u_r(\lambda)=0.129\% \qquad (C8)$$

C.3.2 由输入量$\lambda_0$引入的标准不确定度$u_r(\lambda_0)$

由输入量$\lambda_0$引入的标准不确定度主要来源于导热系数参考板示值、参考板导热系数与温度的线性拟合误差及参考板年稳定性引入的不确定度分量。

综合考虑以上因素，导热系数参考板引入的分量为 2%，按均匀分布估计，其相对标准不确定度分量$u_r(\lambda_0)$为：

$$u_r(\lambda_0)=\frac{2\%}{\sqrt{3}}=1.155\% \qquad (C9)$$

## C.4. 不确定度分量一览表

不确定度分量如表 B2 所示

表 B2 标准不确定度分量汇总表

| 标准不确定度 $u(x_i)$ | 不确定度来源 | 标准不确定度值（%） | 灵敏系数 $c_i$ | 不确定度分量 $\lvert c_i\rvert\cdot u(x_i)$ |
|---|---|---|---|---|
| $u_r(\lambda)$ | | | 1 | 0.129 |
| $u_{r1}(\lambda)$ | 导热系数测定仪测量的重复性 | 0.129 | | |
| $u_{r2}(\lambda)$ | 导热系数测定仪读数分辨力 | 0.089 | | |
| $u_r(\lambda_0)$ | | | -1 | 1.155 |
| | 导热系数参考板引入的分量 | 1.155 | | |

## C.5. 合成标准不确定度

$$u_c=\sqrt{u_r^2(\lambda)+u_r^2(\lambda_0)}=1.16\%$$

## C.6. 相对扩展不确定度

取包含因子 $k$=2，则

$$U_r=ku_c=1.16\%\times 2=2.4\%$$

## 附录 D　　导热系数参考板的使用和保存

导热系数参考板须定期在计量标准防护热板导热仪上测定导热系数，达到期间核查和保持量值稳定的目的。如果采用玻璃纤维棉板或多孔的绝热材料作为给定标准值的参考板，参比板应存放在室温通风干燥处，应防止损伤和曝晒，其他材料参考板存放按其技术说明书要求。参考板使用前在（70～80）℃干燥箱内干燥 48 小时以上,参考板质量恒定后才能使用。在校准导热系数测定仪前，参考板须在相对湿度为（40 %～60 %）的环境里放置 24 小时以上，与实验室环境条件达到热平衡后，如果在 24 小时内的两次测试相差不过 0.5 %，则认为达到平衡状态。

参考板的导热系数值的复查周期为 1 年，比较本次测定的参考板导热系数值与其上个周期的导热系数值的相对偏差，如果相对偏差大于± 0.8 %，则建议更换参考板。