

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

二〇二〇年三月

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 and 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

对本标准的适用范围作了描述, 明确其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 $0.1\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})\sim 40\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ 的石墨烯粉体, 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

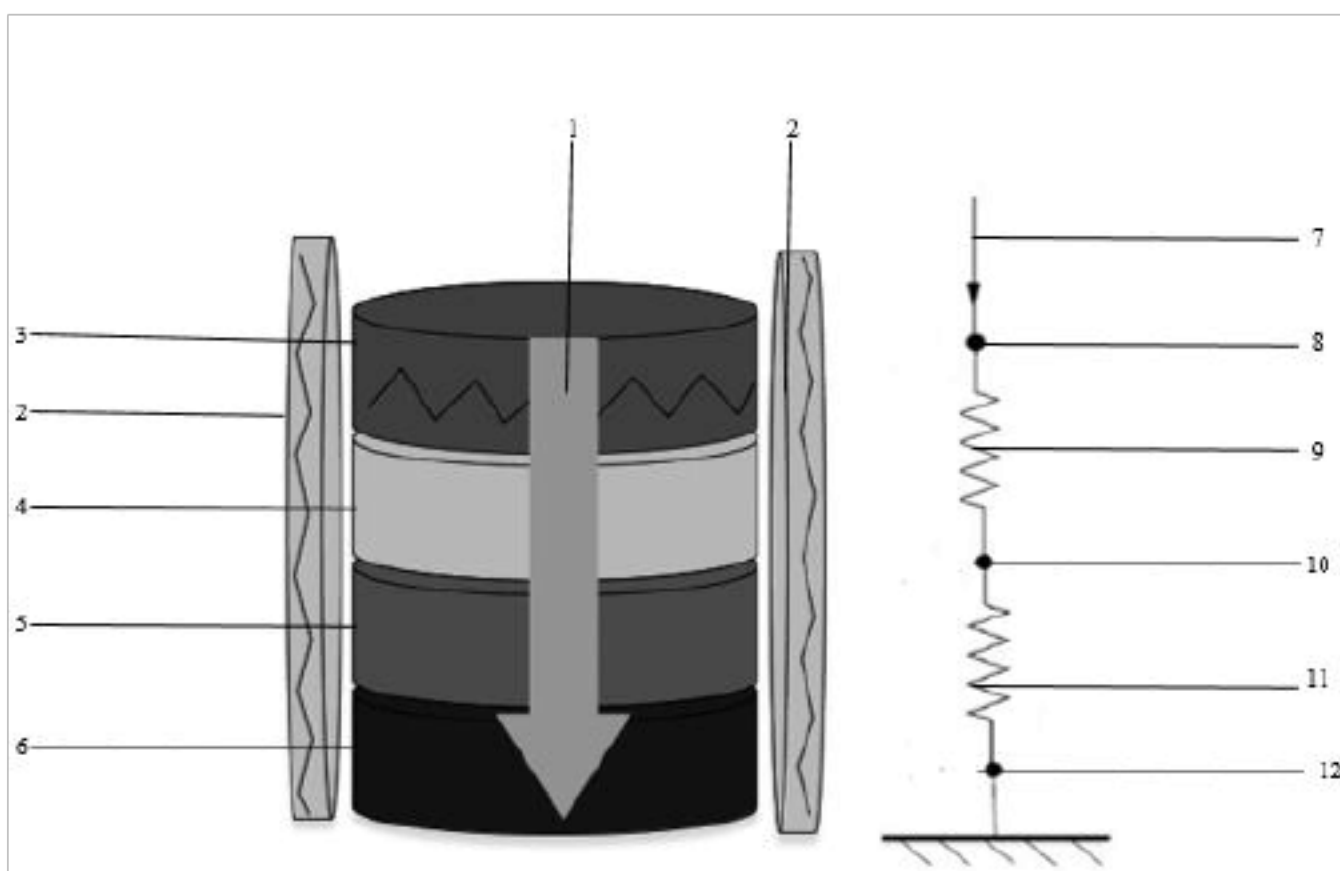
本标准的规范性地引用了以下文件：GB/T 22588-2008《闪光法测量热扩散系数或导热系数》、NB/SH/T 0632-2014《比热容的测定 差示扫描量热法》。其中本标准引用GB/T 22588-2008是对激光闪射法测量石墨烯粉体导热系数方法中的热扩散系数的测定所使用的仪器相关规定进行采纳。

(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



注：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 ΔT 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。

图1 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：

$$R_S + R_{int} = (T_U - T_m) / (Q / A) \dots\dots\dots(1) \dots\dots$$

$$R_R = (T_m - T_L) / (Q / A) \dots\dots\dots(2) \dots\dots$$

将式(1)与式(2)联立，得到：

$$R_S + R_R = (T_U / T_r) - R_{int} \dots\dots\dots(3) \dots\dots$$

$$d / R_S \dots\dots\dots(4) \dots\dots$$

式中：

R_S ——试样热阻， $m^2 K/W$ ；

R_{int} ——接触热阻， $m^2 K/W$ ；

R_R ——参比热流计热阻， $m^2 K/W$ ；

T_U ——试样上表面温度， $^{\circ}C$ ；

T_M ——试样下表面温度(参比热流计上表面温度)， $^{\circ}C$ ；

T_L ——参比热流计下表面温度， $^{\circ}C$ ；

A ——是热流通过的横截面， m^2 ；

Q ——通过横截面 A 的热流量， W ；

ΔT_S —— $\Delta T_S = T_U - T_m$ 试样上表面与下表面的温差， $^{\circ}C$ ；

ΔT_R —— $\Delta T_R = T_m - T_L$ 参比热流计上表面与下表面的温差， $^{\circ}C$ ；

λ ——导热系数， $W/(m \cdot K)$ 。

以式(3)为基础,选用不同的标样,在同一温度下做测试,得到 R_s 与 $(\Delta T_s / \Delta T_f)$ 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(3)得到待测试样的 R_s ,最后将 R_s 代入式(4)得到导热系数 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 $23\text{℃} \pm 2\text{℃}$,相对湿度 $50\% \pm 5\%$ 。

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试样预处理,试样在 $105\text{℃} \pm 5\text{℃}$ 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 $105\text{℃} \pm 5\text{℃}$ 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。

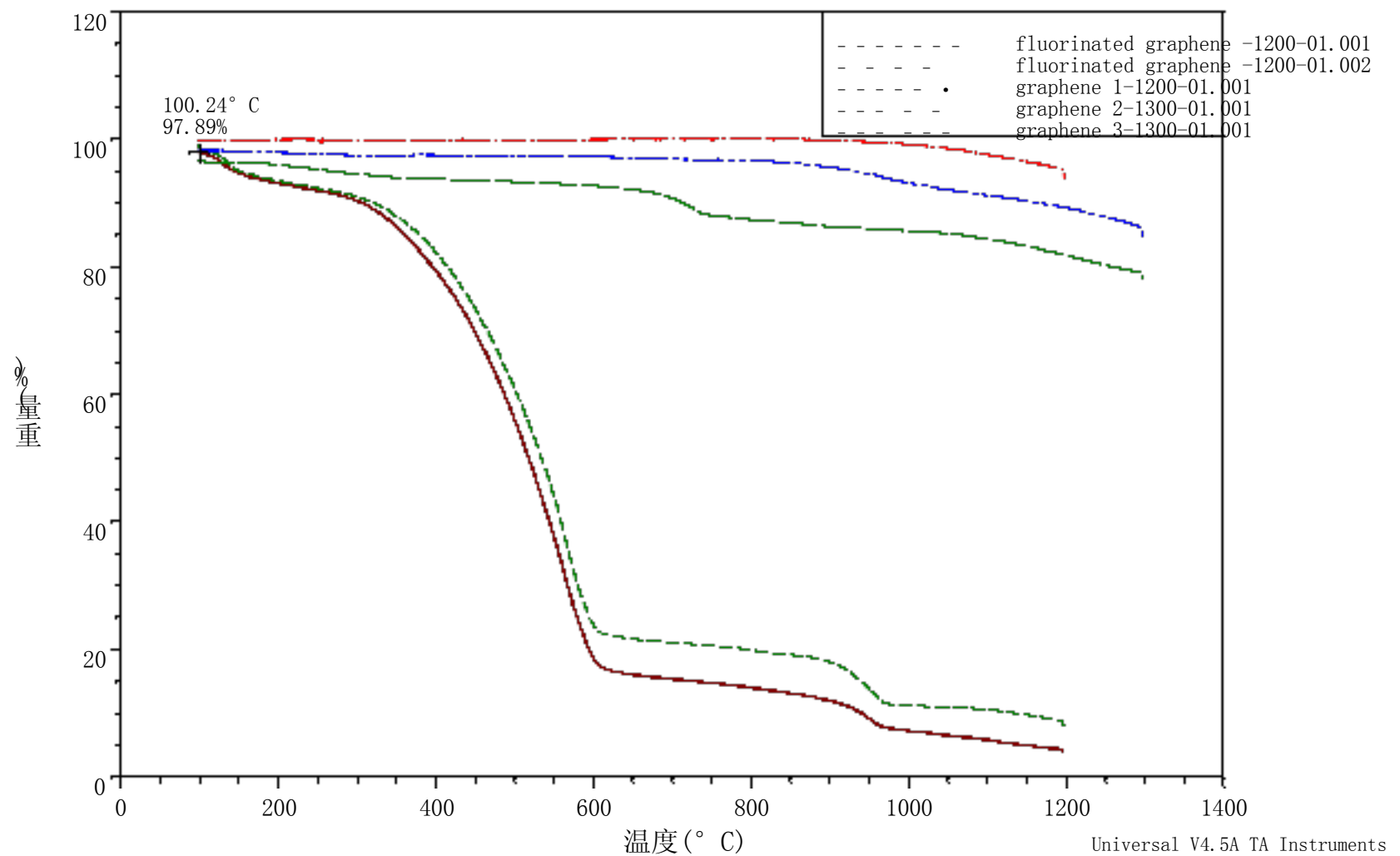


图 2 石墨烯样品 TGA 样品图谱

试样制备要求如下：“4.4 试样制备，将4.00g~20.00g烘干后的试样在5MPa的压力下，压制厚度为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。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/386031033201011005>