



中华人民共和国国家军用标准

FL 6200

GJB 1201.1A-2021

代替 GJB 1201.1-1991

固体材料高温热扩散率试验方法 第1部分：激光脉冲法

Test method for thermal diffusivity of solid materials at high temperature

Part 1: Laser pulse method

2021-07-06 发布

2021-09-01 实施

中央军委装备发展部 颁布

前 言

本标准代替 GJB 1201.1-1991《固体材料高温热扩散率试验方法 激光脉冲法》。

本标准与 GJB 1201.1-1991 相比,主要有以下变化:

- a) 修改了标准适用的温度范围,并修改了热扩散率范围。
- b) 将测试设备中的三大部分:激光器、真空加热炉和背温采集系统修改为激光光源、环境炉、试样架、背面温升探测器、信号采集与处理系统。激光光源部分新增了传输光纤;环境炉的窗口材料选择与背面温升探测器类型相配;试样架、背面温升探测器、信号采集与处理系统进行了相应修改。
- c) 将试样尺寸由直径 10mm、厚度 1mm~3mm 修改为直径 8mm~18mm、厚度 1mm~6mm;试样要求和加工精度也进行了相应的修改。
- d) 修改了试验设备的校验和试验程序。
- e) 对数据处理进行了修改,增加了背温曲线判定、Clark 和 Taylor 模型修正。
- f) 删除了附录 A 和附录 B。

本标准由中国航天科技集团有限公司提出

本标准起草单位:航天材料及工艺研究所。

本标准主要起草人:何凤梅、刘晓龙、辛春锁、陈聪慧、杨景兴。

GJB 1201.1 于 1991 年 10 月首次发布。

固体材料高温热扩散率试验方法

第1部分：激光脉冲法

1 范围

本标准规定了采用激光脉冲法测试固体材料高温热扩散率的试验设备、试样、校验、试验程序、数据处理、精密度等。

本标准适用于温度在 283K~3070K、热扩散率在 $2.0 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s} \sim 4.0 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$ 范围内的固体材料的热扩散率测试。其他温度范围的固体材料热扩散率测试可参照使用。

2 引用文件

下列文件中的有关条款通过引用而成为本标准的条款。凡注日期或版次的引用文件，其后的任何修改单(不包括勘误的内容)或修订版本都不适用于本标准，但提倡使用本标准的各方探讨使用其最新版本的可能性。凡未注日期或版次的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 22588-2008 闪光法测量热扩散系数或导热系数

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1 热扩散率 thermal diffusivity

热扩散系数

表征非稳态导热过程中温度传播速率的物理参数。

3.2 热导率 thermal conductivity

导热系数

表征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。热导率和热扩散率的换算关系见公式(1)。

$$\lambda = \alpha \cdot C_p \cdot \rho \dots \dots \dots (1)$$

式中：

λ ——热导率，W/(m·K)；

α ——热扩散率， m^2/s ；

C_p ——定压比热容，J/(kg·K)；

ρ ——密度， kg/m^3 。

4 试验原理

一个均质(或视为均质)、不透光的片状试样，其正面受到短时、均匀的激光脉冲能量加热，在绝热条件下产生向试样背面的一维热流，由此引起背面温升随时间的变化(如图1所示)。该背面温升与其最大背面温升的比值随时间的变化与试样厚度、热扩散率存在定量关系，见公式(2)和公式(3)。

$$\frac{T(t)}{T_m} = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp(-n^2 \pi^2 \omega) \dots \dots \dots (2)$$

$$\omega = \frac{\alpha t}{\delta^2} \dots \dots \dots (3)$$

式中:

$T(t)$ ——不同时间下的试样背面温升, K;

T_m ——试样最大背面温升, K;

n ——以 1 为间隔递增的正整数, 即 $n=1, 2, 3, \dots, \infty$;

ω ——傅立叶数;

t ——时间, s;

δ ——试样厚度, m。

当 $T(t)/T_m=0.5$ 时, 热扩散率可按公式(4)计算。

$$\alpha = \frac{\omega_{0.5}^2 \delta^2}{t_{0.5}} \dots \dots \dots (4)$$

式中:

$\omega_{0.5}$ —— $t_{0.5}$ 时的傅立叶数;

$t_{0.5}$ ——试样背面温升达到最大背面温升 T_m 一半所需的时间, s。

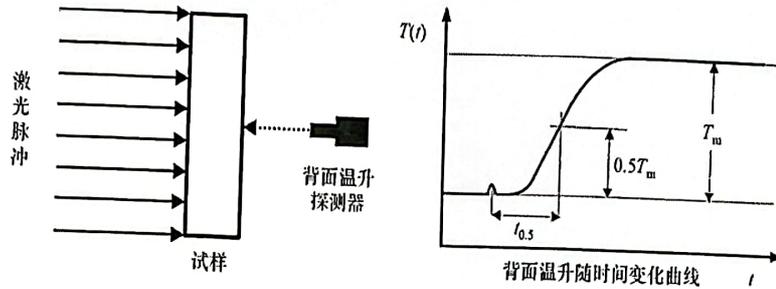


图 1 激光脉冲法试验原理图

5 试验设备

5.1 概述

试验设备的基本构成见图 2, 包括激光光源、环境炉、试样架、背面温升探测器、信号采集与处理系统。

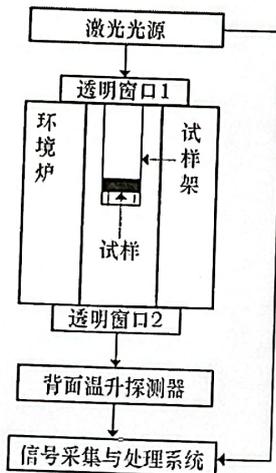


图 2 试验设备基本构成示意图

5.2 激光光源

5.2.1 宜采用钨玻璃激光器或红宝石激光器, 也可采用经严格聚焦的氙灯光源。

5.2.2 激光脉冲光斑直径应不小于试样外径, 单个激光脉冲能量宜不低于 30 J 且可调。

5.2.3 激光脉冲时间宽度 τ 应小于试样背面温升达到最大背面温升 T_m 所需时间的 0.5%，推荐 τ 值不大于 0.5 ms。

5.2.4 宜配置 He-Ne 激光或激光二极管等共轴调整装置及带有光路调节机构的阶跃式 Si 型光纤，用于调节激光脉冲光斑的位置、大小及能量密度均匀性。

5.2.5 激光光斑应能完全覆盖试样表面。激光光斑能量密度均匀性宜采用已完全曝光相片纸或具有类似功能的其他物品进行测试，目测范围内应无明显差异。

5.3 环境炉

5.3.1 环境炉用于为试样提供恒定的高温环境。

5.3.2 环境炉应具有气密性，必要时可在真空或保护性气氛下工作。

5.3.3 环境炉采用卧式或立式均可，外表面宜开透明窗口 1 和透明窗口 2。透明窗口 1 的材料宜选石英玻璃或蓝宝石，透明窗口 2 的材料应与背面温升探测器的类型匹配。

5.3.4 环境炉应配有试验温度测控装置，用于试验温度的实时测量和控制。试验温度的测量可选用热电偶、红外探测器或光学高温计。当选用热电偶时，热电偶应置于试样附近，且不宜与试样接触。

5.3.5 当试验温度较高时，环境炉宜配备必要的安全运行保障设施，如风冷、水冷、保护气、计量与安全警示装置等。

5.4 试样架

5.4.1 环境炉内应配有试样架，试样架与试样不宜紧密耦合，以减少试样边缘热损失，宜保证试样背面温升达到最大背面温升 T_m 后，在 5 倍的 $t_{0.5}$ 时间内背面温升变化不大于 4%。试样架可选用单试样架或多试样架，若为提高测试效率，推荐采用多试样架。

5.4.2 在测试温度范围内，试样架与试样不应发生化学反应。

5.5 背面温升探测器

5.5.1 背面温升探测器用于探测试样背面温升随时间变化的信号。

5.5.2 背面温升探测器宜采用热电偶、红外探测器或其他对微小温度变化可以提供线性电输出的器件，其温度分辨率应优于 0.05 K。

5.5.3 当采用热电偶时，有关热电偶的安装方法及响应时间修正应按照 GB/T 22588-2008 中附录 B 的规定执行。

5.5.4 当采用红外探测器时应至少满足以下要求：

- a) 红外探测器中的探头传感器应对准试样背面中心，并配置合适的滤光镜或光栏，避免激光光斑反射或者透过试样边缘到达探头传感器；
- b) 试验温度在 773 K 以下宜采用 MCT(碲镉汞)探头传感器，473K 以上宜采用 InSb(碲化铟)探头传感器。

5.6 信号采集与处理系统

5.6.1 信号采集与处理系统用于实现对试验温度、背面温升随时间变化曲线(简称背温曲线)及激光脉冲真实波形的采集与数据处理。

5.6.2 背温曲线的采样频率宜不低于 20 kHz，幅值分辨率应不大于最大背面温升 T_m 的 1%。

5.6.3 采集背温曲线时，应能精确定位激光脉冲的时间零点，即电容放电的开始时刻、光电二极管触发时刻或激光脉冲能量的中心点。

6 试样

6.1 试样宜选用圆片状，直径 8mm~18mm；必要时也可选用正方形，但需另配可放置正方形试样的转换附件，试样边长宜取 8 mm~10mm。

6.2 试样厚度应满足 $\tau/t_c \leq 0.02$ ，宜在 1mm~6mm 之间。特征温度传播时间 t_c 宜选在 15ms~600ms 之间，并按公式(5)估算试样厚度。

$$\delta = \pi \sqrt{t_c \alpha_1} \dots \dots \dots (5)$$

式中:

t_c ——特征温度传播时间, s;

α_1 ——试样的估计热扩散率, m^2/s 。

6.3 试样上、下表面应平整且厚度误差宜控制在试样厚度的 0.5% 以内。

6.4 试样不应有偏离材质本身的裂纹和孔洞, 且试验过程中不应出现相变、软化和熔融等物态物相变化。对多孔试样, 试验前宜进行干燥处理。

6.5 试样数量宜不少于三个。

7 校验

7.1 标准试样主要用于校验试验设备的准确度。

7.2 校验时机如下:

a) 规定的校验周期;

b) 试验设备大修后;

c) 试验设备拆迁后;

d) 试验结果出现不明原因的异常时。

7.3 宜根据试验温度甄选不同的标准试样校验试验设备。应采用标准试样与推荐的标准数据进行校验, 如纯铁、石墨、耐热玻璃、耐热陶瓷或氧化铝标样等。若试验结果在 $\pm 5\%$ 的误差范围内, 表明所校验的试验设备合格。

8 试验程序

8.1 用千分尺测量试样厚度, 精确至 0.001mm, 至少选择三个不同位置进行测量, 取其算术平均值。

8.2 对于透明、半透明试样宜在其上下表面沉积一层很薄的不透明材料, 如金、铂、铝、镍、银等金属膜; 高反射率试样宜表面拉毛和喷涂石墨涂层, 涂层厚度不宜超过试样厚度 1%, 并将喷至环向的涂层清除干净。

8.3 开启环境炉, 检查环境炉各窗口的清洁度, 必要时进行清洁处理。将试样装入试样架内, 观察激光脉冲光斑是否全部覆盖试样表面, 否则需要进行调整。

8.4 关闭环境炉炉门, 必要时抽真空置换环境炉内气氛, 以保证试验后由氧化导致的试样质量变化不大于 0.5%。如无特殊要求, 宜使用高纯氩气(纯度 > 99.999%) 或高纯氮气(纯度 > 99.999%) 作为惰性保护气氛。

8.5 当采用红外探测器测量试样背面温升时, 将液氮灌注于背面温升探测器的杜瓦瓶内。

8.6 开启信号采集与处理系统并达到稳定工作状态, 必要时开启安全运行保障设施。

8.7 设置试验温度、激光脉冲能量、开启试验温度测控装置, 升温至试验温度恒定。

8.8 触发激光脉冲, 激光脉冲能量设定宜保证最大背面温升 T_m 不大于 5K。采集记录试验温度、背温曲线等; 在激光脉冲宽度 τ 不可忽略的情况下, 宜记录激光脉冲真实波形。每个试样的每个试验温度宜重复试验 2 次~3 次, 当试验结果标准差超过 3% 时, 宜增加重复试验次数。

8.9 改变试验温度, 重复试验程序 8.7~8.8。

9 数据处理

9.1 背温曲线的判定

9.1.1 依据记录的背温曲线, 分别确定试样背面温升达到最大背面温升的 0.25、0.5 和 0.75 时所需的时间 t_x , 按公式(6) 分别计算热扩散率 α , 保留三位有效数字。

$$\alpha = \frac{k_x \delta^2}{t_x} \dots \dots \dots (6)$$

式中:

k_x ——与 x 对应的常数, 见表 1;

t_x ——背面温升至最大背面温升 T_m 的 x 倍时所需要的时间, s。

表 1 温升时不同百分比 x 对应的 k_x 常数值

x	k_x	x	k_x
0.1	0.0661	0.6	0.16213
0.2	0.0842	0.7	0.1919
0.25	0.0927	0.75	0.2105
0.3	0.1012	0.8	0.2332
0.4	0.1190	0.9	0.3035
0.5	0.1388	—	—

9.1.2 当计算获得的热扩散率 α 相对于算术平均值的最大偏差在 $\pm 2\%$ 以内时, 取其算术平均值作为该次背温曲线热扩散率的测试值。否则进行热损失和不均匀加热效应修正。

9.1.3 取重复试验次数的算术平均值作为该试样该温度点的热扩散率的测试值。

9.2 热损失和不均匀加热效应修正

9.2.1 概述

热损失和不均匀加热效应修正可以综合采用 Clark 和 Taylor 模型及 Cowan 模型。

9.2.2 Clark 和 Taylor 模型

9.2.2.1 Clark 和 Taylor 模型用于图 3 所示的背温曲线中试样最大背面温升 T_m 之前的热损失和不均匀加热效应的修正。

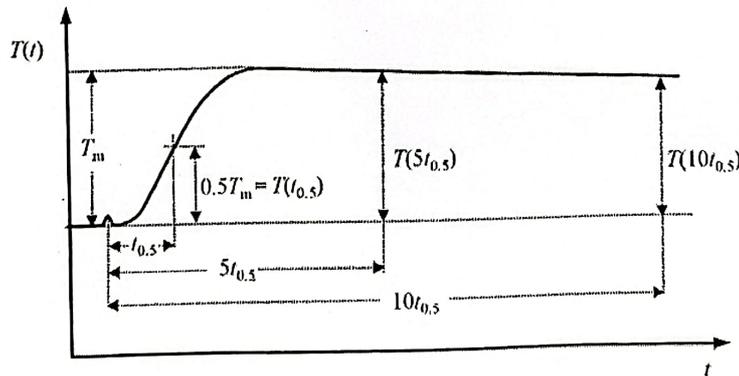


图 3 存在热损失时试验记录的背温曲线

9.2.2.2 计算 $t_{0.75}/t_{0.25}$, 按公式(7)计算修正因子 K_R 。

$$K_R = -0.3461467 + 0.361578(t_{0.75}/t_{0.25}) - 0.065205(t_{0.75}/t_{0.25})^2 \dots \dots \dots (7)$$

式中:

K_R ——Clark 和 Taylor 模型的修正因子。

9.2.2.3 按公式(8)计算修正后的热扩散率。

$$\alpha_{CT修正} = \frac{K_R \delta^2}{t_{0.5}} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

$\alpha_{CT修正}$ ——采用 Clark 和 Taylor 模型修正后的热扩散率, m^2/s 。

9.2.3 Cowan 模型

9.2.3.1 Cowan 模型用于图 3 所示的背温曲线中试样最大背面温升 T_m 之后的热损失修正。

9.2.3.2 依据图 3 所示的背温曲线, 按公式(9)和公式(10)分别计算比例因子 Δt_5 和比例因子 Δt_{10} 。

$$\Delta t_5 = \frac{T(5t_{0.5})}{T(t_{0.5})} \dots\dots\dots 9)$$

$$\Delta t_{10} = \frac{T(10t_{0.5})}{T(t_{0.5})} \dots\dots\dots (10)$$

式中:

Δt_5 ——Cowan 模型中 $5t_{0.5}$ 对应的背面温升与 $t_{0.5}$ 对应的背面温升的比值;

Δt_{10} ——Cowan 模型中 $10t_{0.5}$ 对应的背面温升与 $t_{0.5}$ 对应的背面温升的比值。

9.2.3.3 当 $\Delta t_5 \approx \Delta t_{10} \geq 1.98$ 时, 热损失可忽略不计, $\omega_{0.5} = 0.1388$, 热扩散率 α 按公式(4)计算。否则需要按公式(9)和公式(10)分别计算比例因子 Δt , 再按公式(11)计算修正因子 K_C 。如无特殊情况建议选比例因子 Δt_5 进行修正。

$$K_C = A + B(\Delta t) + C(\Delta t)^2 + D(\Delta t)^3 + E(\Delta t)^4 + F(\Delta t)^5 + G(\Delta t)^6 + H(\Delta t)^7 \dots\dots\dots (11)$$

式中:

K_C ——Cowan 模型的修正因子;

$A \sim H$ —— $A \sim H$ 为公式(11)中对应多项式系数, 见表 2。

表 2 Cowan 修正模型的多项式系数值

系数	Δt_5	Δt_{10}
A	-0.1037162	0.054825246
B	1.239040	0.16697761
C	-3.974433	-0.28603437
D	6.888738	0.28356337
E	-6.804883	-0.13403286
F	3.856663	0.024077586
G	-1.167799	0
H	0.1465332	0

9.2.3.4 修正后的热扩散率按公式(12)计算。

$$\alpha_{C修正} = \frac{K_C \delta^2}{t_{0.5}} \dots\dots\dots (12)$$

式中:

$\alpha_{C修正}$ ——采用 Cowan 模型修正后的热扩散率, m^2/s 。

10 精密度

不透明固体材料热扩散率测试结果的精密度为 6%。

11 试验报告

试验报告至少包括下列内容：

- a) 试样名称、尺寸、委托单位和日期；
 - b) 材料牌号、成分和状态；
 - c) 方法名称、试验结果及试验中异常情况；
 - d) 试验条件，数据处理采用的计算模型；
 - e) 试验人员、审核人员及日期。
-

中华人民共和国
国家军用标准
固体材料高温热扩散率试验方法
第1部分：激光脉冲法
GJB 1201.1A-2021

*

国家军用标准出版发行部出版
(北京东外京顺路7号)
国家军用标准出版发行部印刷车间印刷
国家军用标准出版发行部发行
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 21 千字
2021年8月第1版 2021年8月第1次印刷

*

军标出字第 13135 号