

文件编号：Q/WU FLHA19050021R

版本号：V1.0

受控状态：

分发号：

物质科学公共实验平台

质量管理文件

低温闪射法导热仪（LFA 467-LT） 标准操作规程

2020 年 月 日发布

年 月 日实施

物质科学公共实验平台 发布

修订页

[illegible]

目录

1. 目的.....	1
2. 范围.....	1
3. 职责.....	1
4. 性能测试实验室安全管理规范.....	1
5. 性能测试实验室仪器设备管理规范.....	1
5.1. 低温闪射法导热仪使用制度.....	1
5.2. 预约制度及培训考核制度.....	2
6. 实验内容.....	2
6.1. 基本原理和系统组成.....	2
6.2. 样品制备.....	4
6.2.1 样品尺寸.....	4
6.2.2 样品表面处理.....	5
6.3. 实验测试.....	5
6.3.1 测试准备.....	5
6.3.2 测试设置.....	9
6.3.3 开始测量.....	14
6.4 数据处理.....	15
7. 相关/支撑性文件.....	20
8. 记录.....	20

1. 目的

建立低温闪射法导热仪标准操作规程, 使其被正确、规范地使用。

2. 范围

本规程适用于所有使用低温闪射法导热仪(LFA 467-LT)的用户。

3. 职责

3.1. 用户: 严格按本规程操作, 发现异常情况及时汇报实验室技术员。

3.2. 实验室技术员: 确保操作人员经过相关培训, 并按本规程进行操作。

4. 性能测试实验室安全管理规范

4.1. 严格遵守性能测试实验室的各项安全注意警示标识。

4.2. 实验室通道及消防紧急通道必须保持畅通, 所有实验人员应了解消防器具与紧急逃生通道位置。

4.3. 严禁戴手套接触门把手。禁止随意丢弃实验废弃物。禁止将锐器、玻璃等丢弃在常规垃圾箱中。

4.4. 实验室应保持整洁, 禁止携带食物饮品等与实验不相关物品进入实验室。严禁在实验室进食与抽烟。严禁动物进入实验室。

4.5. 实验室内存放的药品、试剂、废液应标签、标识完整清晰。

4.6. 实验室内均为大型科研设备, 有专人负责管理, 未经培训人员, 不得擅自上机使用; 经过培训的用户, 需使用预约系统, 使用本人的账号进行登录使用。在仪器使用期间, 使用人承担安全负责责任。

4.7. 非常规实验测试须经设备管理员同意并指导方可进行。个人 U 盘、移动硬盘等易带入病毒的存储设备不得与仪器电脑连接。

4.8. 实验过程中如发现仪器设备及基础设施发生异常状况, 需及时向该实验室技术员反馈。严禁擅自处理、调整仪器主要部件, 凡自行拆卸者一经发现将给予严重处罚。

4.9. 为保持实验室内环境温度及湿度, 保持实验室门窗关闭。实验结束后, 实验人员必须进行清场。最后离开实验室人员需检查水、电、门窗等。

5. 性能测试实验室仪器设备管理规范

5.1. 低温闪射法导热仪使用制度

该仪器遵从学校“科研设施与公共仪器中心”对大型仪器设备实行的管理办法和“集

中投入、统一管理、开放公用、资源共享”的建设原则，面向校内所有教学、科研单位开放使用；根据使用机时适当收取费用；并在保障校内使用的同时，面向社会开放。

低温闪射法导热仪样品测试方案分为四类：

- (1) 培训测试：用户提出培训申请，技术员安排培训。培训内容包括：低温闪射法导热仪的原理、构造及各部分的功能；样品制样、仪器的标准操作流程、数据处理及测试注意事项等。
- (2) 自主测试：用户在培训考核合格后在预约时间段内，独立完成样品的制备、测试、数据分析及数据上传等；
- (3) 送样测试：用户提供样品的准确信息及测试要求；技术员负责装样、操作仪器进行测试并做基本的数据处理；
- (4) 维护/开发测试：技术员定期维护仪器及其配套附属设备，检测仪器性能；基于用户的特殊测试需求，开发新方法/技术；

该仪器的使用实行预约制度，请用户在西湖大学“大型仪器共享管理系统”（以下简称大仪共享）进行预约，并按照要求登记预约信息。

5.2. 预约制度及培训考核制度

为充分利用仪器效能、服务全校科研工作，性能测试实验室制定了低温闪射法导热仪 7*24 小时预约制度。校内教师、学生均可提出培训申请，由技术员安排时间进行培训，技术员考核培训者达到相应级别的独立操作水平后，给予培训者授权在相应级别所允许的可操作实验范围内独立使用仪器。如果在各级别因为人为操作错误导致仪器故障者，除按要求承担维修费用之外，给予降级重考惩罚、培训费翻倍。实验开始时务必在实验记录本上登记，结束时如实记录仪器状态。

6. 实验内容

6.1. 基本原理和系统组成

闪射法导热仪直接测量的是材料的热扩散系数，其基本原理为：在炉体控制的一定温度下，由氙灯源发射光脉冲均匀照射在样品下表面，使样品检测区域均匀加热，通过红外检测器连续测量样品上表面相应温升过程（如图 6-1 所示），得到温度（检测器信号）升高和时间的关系曲线，如图 6-2 所示。

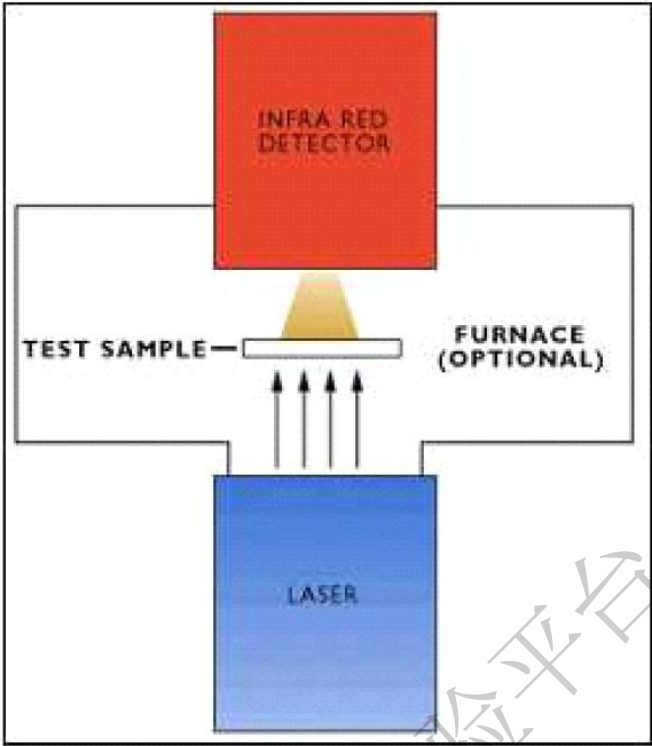


图 6-1

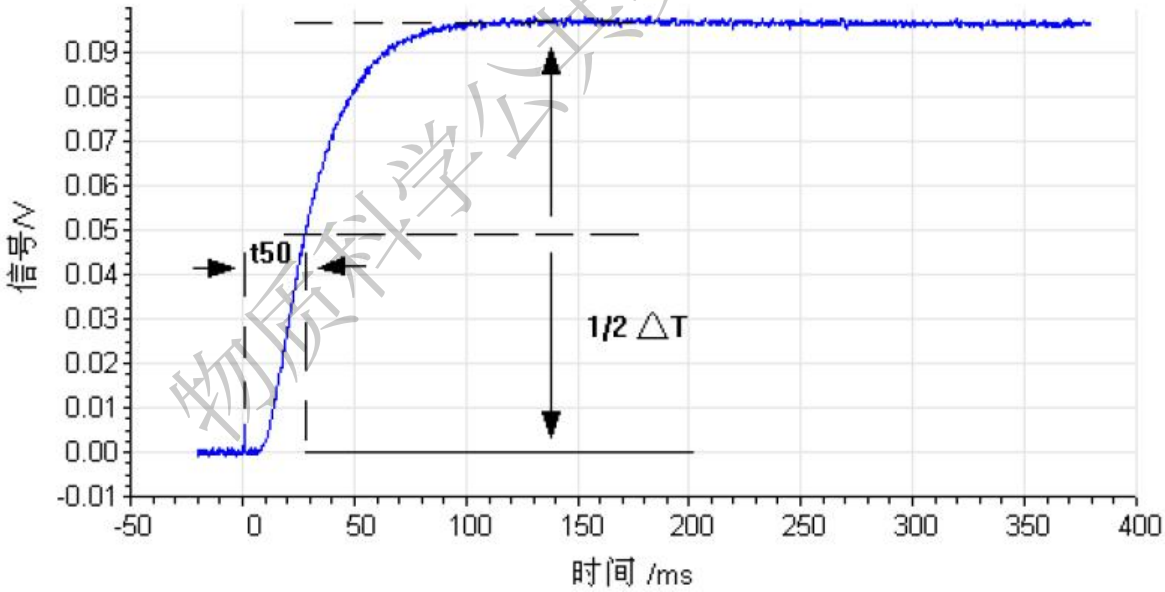


图 6-2

应用计算机软件的数学模型对理论曲线和实验温度上升曲线进行计算修正，从而得出样品的热扩散系数。具体为：若光脉冲宽度接近于无限小或相对于样品半升温时间近似可忽略，热量在样品内部的传导过程为理想的由下表面至上表面的一维传热、不存在横向热流，且外部测量环境为理想的绝热条件，则通过计量图中所示的半升温时间（在接收光脉冲照射后样品上表面温度（检测器信号）升高到最大值的一半所需的时间） t_{50}

(或称 $t_{1/2}$)，由下式：

$$\alpha = 0.1388 * d^2 / t_{50}$$
 (d: 样品的厚度) (1)

即可得到样品在温度 T 下的热扩散系数 α 。

仪器可根据比热已知的标样，测试并利用数学模型计算出样品的比热，软件根据样品热扩散系数、密度和比热容计算出导热系数。

低温闪射法导热仪由仪器主机、水浴和电脑控制系统三部分组成。

6.2. 样品制备

6.2.1 样品尺寸

本仪器配备的样品支架为：

表6-1

	样品形态	尺寸
低温闪射法 导热仪	固体	6mm×6mm； 10mm×10mm； Φ8mm； Φ10mm； Φ12.7mm； Φ25.4mm
	低粘度液体	/
	薄膜样品	不小于Φ20mm
	层叠状样品	/

对样品厚度的建议值如下：

- (1) 高导热材料，热扩散系数>50mm²/s（如金属单质、石墨、部分高导热陶瓷等）：建议厚度2~5mm。
- (2) 中等导热材料，热扩散系数在5~50mm²/s 之间（如陶瓷、合金等）：建议厚度1~3mm。
- (3) 低导热系数，热扩散系数< 5mm²/s（如塑料、橡胶、玻璃、陶瓷等）：建议厚度0.5~2mm。
- (4) 薄膜样品厚度不小于0.01mm。

以上各范围只是经验值，掌握其总体原则（高导热样品制的厚一些，低导热样品制的薄一些）即可，不必严格恪守其具体范围值。

样品厚度方向上的两个平面尽量平行且光滑。使用千分尺**准确测量厚度**。

样品横截面的大小形状须按照仪器配套样品夹具的尺寸规格而定。例如：配套支架为Φ12.7mm圆，则样品一般制成Φ12.2~12.7mm 左右的圆片，在尺寸精度方面允许有一定的误差，但以能稳定地放入夹具的凹槽、不致漏光为准。

另, 若要在此闪射法导热仪上进行比热测试, 标准样品选择时需注意:

- (1) 样品与参比标样的表面形状与尺寸原则上尽量一致;
- (2) 样品与参比标样的厚度尽量接近;
- (3) 样品与参比标样在热物性, 特别是热扩散系数方面相差不太大;
- (4) 样品表面光滑;

(5) 为保证样品与参比标样表面的光学特性一致, 通常建议对样品与参比标样同时进行石墨喷覆 (正反面均需喷覆);

(6) 部分夹具样品与参比放入支架后, 加上相同规格的遮光片 (进一步确保两者采样面积的一致);

6.2.2 样品表面处理

将制好的样品表面擦洗干净, 随后使用石墨喷罐进行表面涂覆, 充分摇匀喷罐, 涂覆时建议将喷罐持于距样品20~30mm 高处, 揿动喷口。一般视喷在样品表面的石墨分散液的湿度与遮覆情况在样品的每一个面上喷涂2~3 次 (每喷一次须等其干燥后再喷下一次), 以使石墨干燥后在样品表面形成均匀致密的一层薄膜 (遮光目的)。

注意: 对于高导热而又较薄的样品, 石墨不可涂覆太厚, 否则可能会降低测得的热扩散系数。

6.3. 实验测试

6.3.1 测试准备

(1) 为红外检测器填充液氮 (红外检测器需在负温工作), 图 6-3 所示。

- ① 取下塞在红外检测器小孔上的塞子。
- ② 将配套的塑料漏斗插在小孔中, 排气孔不要朝向人站立的方向。
- ③ 缓慢多次灌入约500ml 液氮, 如液氮气化较剧烈, 等待气体逸出后再灌入。加入直至液氮溢出, 随后盖上塞子。

注意: 操作时需戴好安全眼镜!

探测器冷却后稳定需 5 分钟。

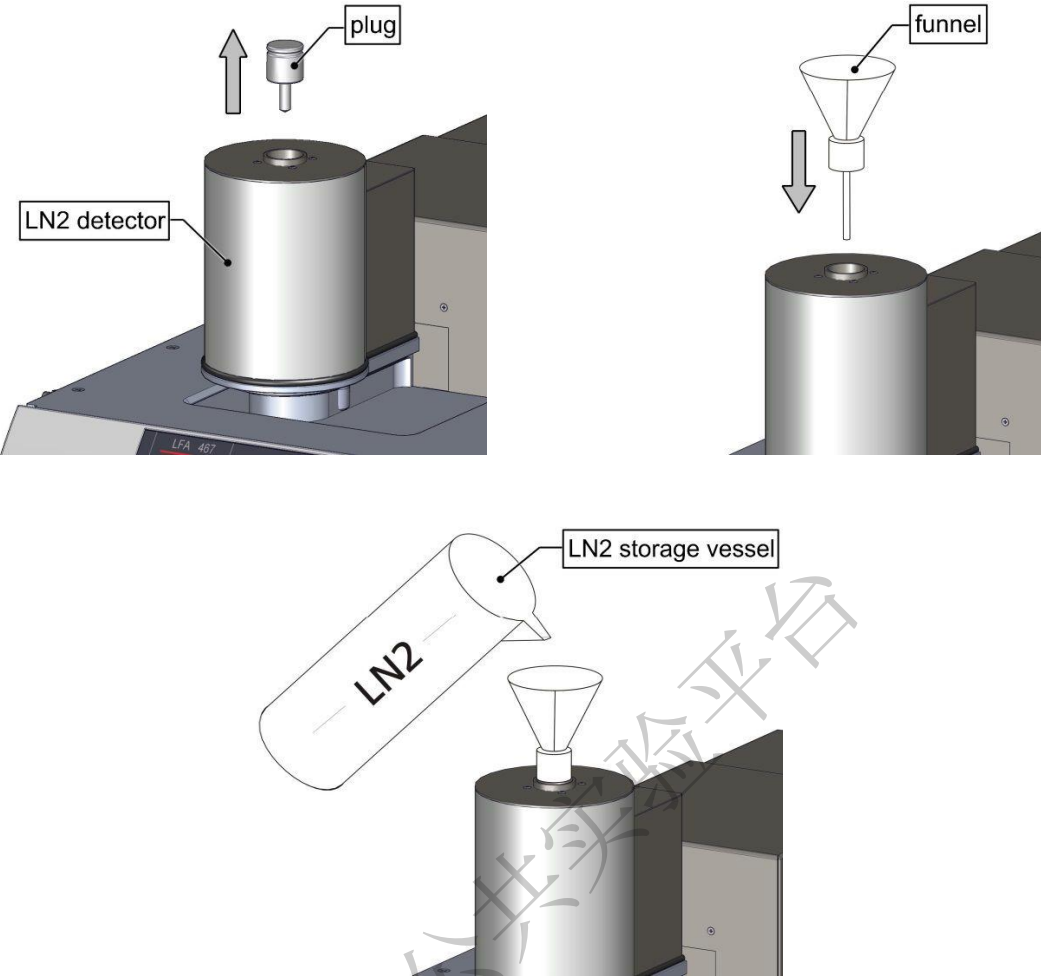


图 6-3

(2) 打开水浴。依次打开上下两个开关，随后按“OK”键，水浴开启。

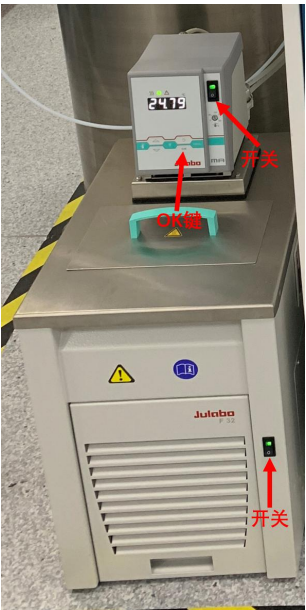


图 6-4

(3) 打开 LFA467-LT 主机（开关位于仪器背面右上部）；

(4) 同时按住close+safety 键，仪器复位，待close灯长亮后，即可松手。

注：仪器和水浴若处于开机状态，且close灯已长亮，则步骤（2）~（4）可省略。

(5) 同时按住 open+safety 键使检测器单元移至后终止位置，样品放置位置出现（当到达后终止位置时 open 按钮的绿色指示灯由闪烁状态变为常亮状态）。

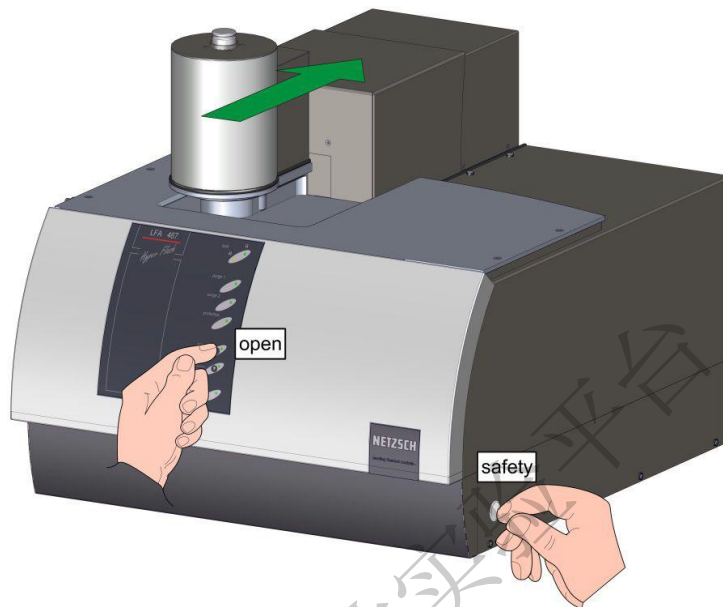


图 6-5

(6) 按下提取器上方的按钮，将提取器完全插入炉体上窗口的孔内，松开按钮，垂直向上用力，将上窗口取出，如图6-6所示，将其放置在顶盖（防滑板）上以防摔坏或其它损伤。

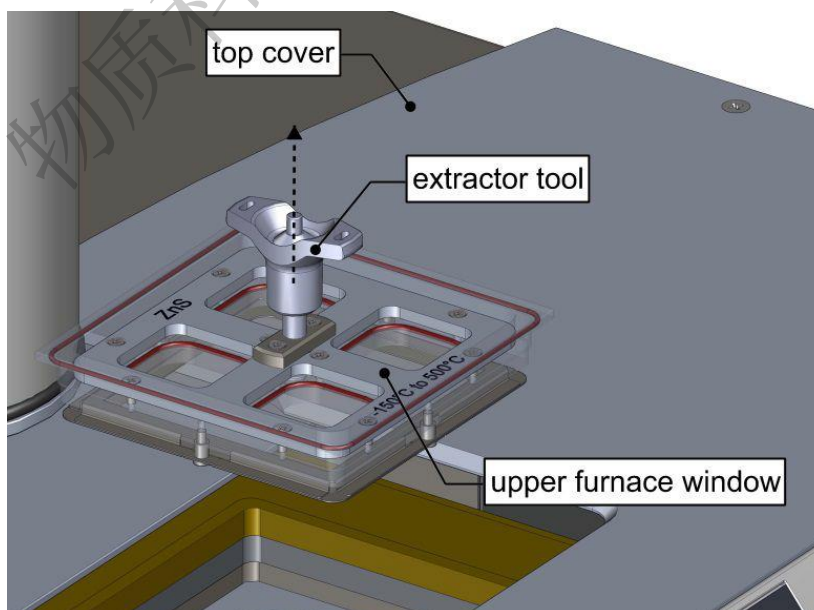


图 6-6

(7) 将样品放入合适规格样品夹具内的相应位置，注意放置平整。同一夹具内，未

放置样品的位置处需要相应规格的盖子盖住, 防止漏光。 $\Phi 8\text{mm}$ 样品和 $6\text{mm}\times 6\text{mm}$ 样品夹具还需要在样品上方盖上遮光片。

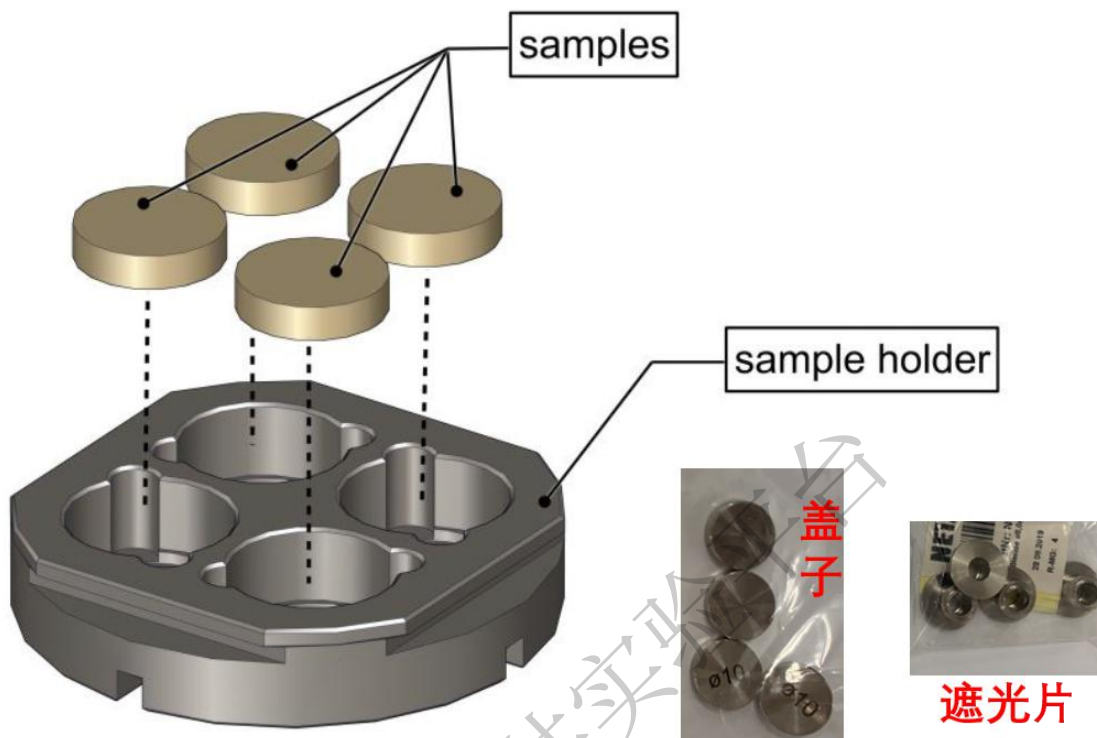


图6-7

(8) 用配套的镊子将样品托盘(带样品)放入样品托盘座, 将上窗口盖回。

注意: 一定要确保上窗口四周与炉体紧密贴合。

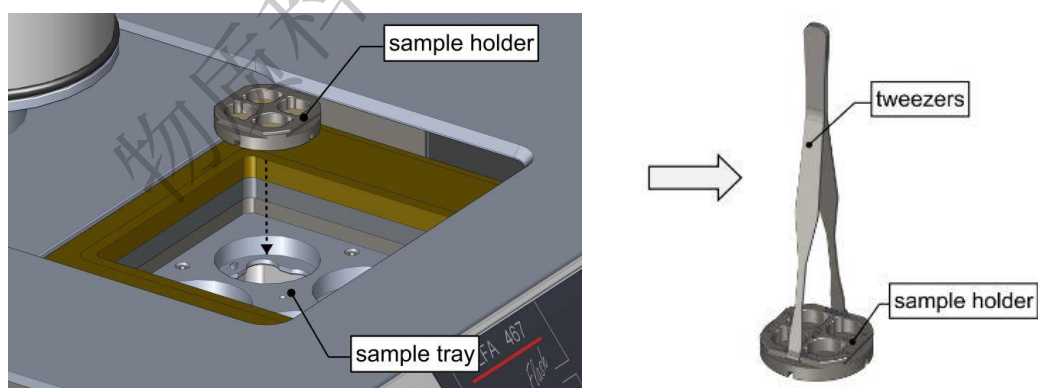


图 6-8

(9) 同时按住close + safety 键使探测器单元移至前终止位置(当到达前终止位置时close 绿色LED灯常亮)

(10) 打开气瓶阀门, 调节减压阀压力约为 0.05MPa 。

6.3.2 测试设置

(1) 输入大型仪器共享管理系统预约账号密码后登录电脑。打开软件，双击桌面上的

 NETZSCH-Proteus 图标组，找到  LFA 467 on USBc 1，双击打开，等待30s左右，软件会自动连接仪器。

(2) 新建/打开数据库。

Netzsch LFA Proteus 的测量数据使用 .mdb 数据库的形式进行保存与管理。在开始测量之前，首先要选择测量数据保存在哪一数据库中。

如需将测量数据保存于新的数据库中，可点击“文件”下的“新建数据库”，设定文件名，以创建新的数据库（以课题组为单位建立文件夹，以实验用户或PI名建立数据库）。

如需将测量数据保存于已存在的数据库中，假设该数据库不是当前正打开的数据库文件，则可点击“文件”下的“打开数据库”，打开该数据库文件，后续测试结果将保存（添加）于该数据库中（不影响原有结果）。

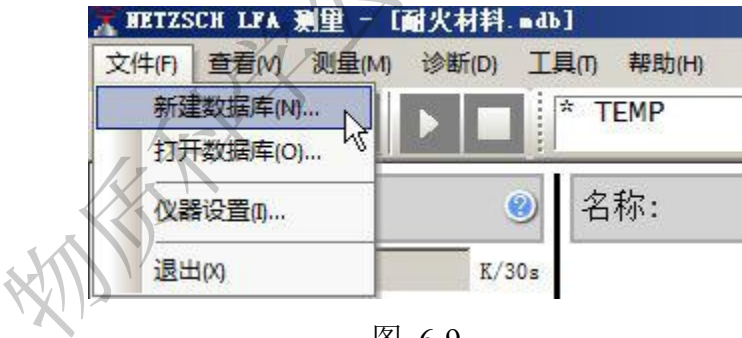


图 6-9

(3) 新建测量

点击如下工具栏图标，新建一个测试，弹出“测量设定”对话框。

注：若需要重复先前已完成的测试，或在原有测试数据基础上修改参数重新测试，也可点击“测量”菜单下的“打开”，打开一个现有的测量数据，并进行编辑。



图 6-10

- (4) 测量的参数设定界面包含以下几项：
- ① 仪器设置：仪器信息，无需任何操作。



图 6-11

- ② “常规” 页面：
- 包括编号、操作者、客户、实验室等相关信息，其中编号为必填项，其余为选填。



图6-12

- ③ “炉体” 页面：
- 定义测试采用的样品托盘。在窗口右侧找到测试所用的样品托盘类型，按住鼠标左键，将其拖动到窗口左侧合适的样品位（A、B、C 或 D）。最多可同时为四个样品位定义相应的样品托盘。
- 样品托盘共分为三大类。其中单样品位托盘（即每个托盘装1个样品）、四样品位托盘（即每个托盘最多可装4个样品），这两种都是常规托盘，用于测试垂直方向导热；特殊类型的样品托盘，如Laminate 、In-plane（用于测试水平方向导热）等。

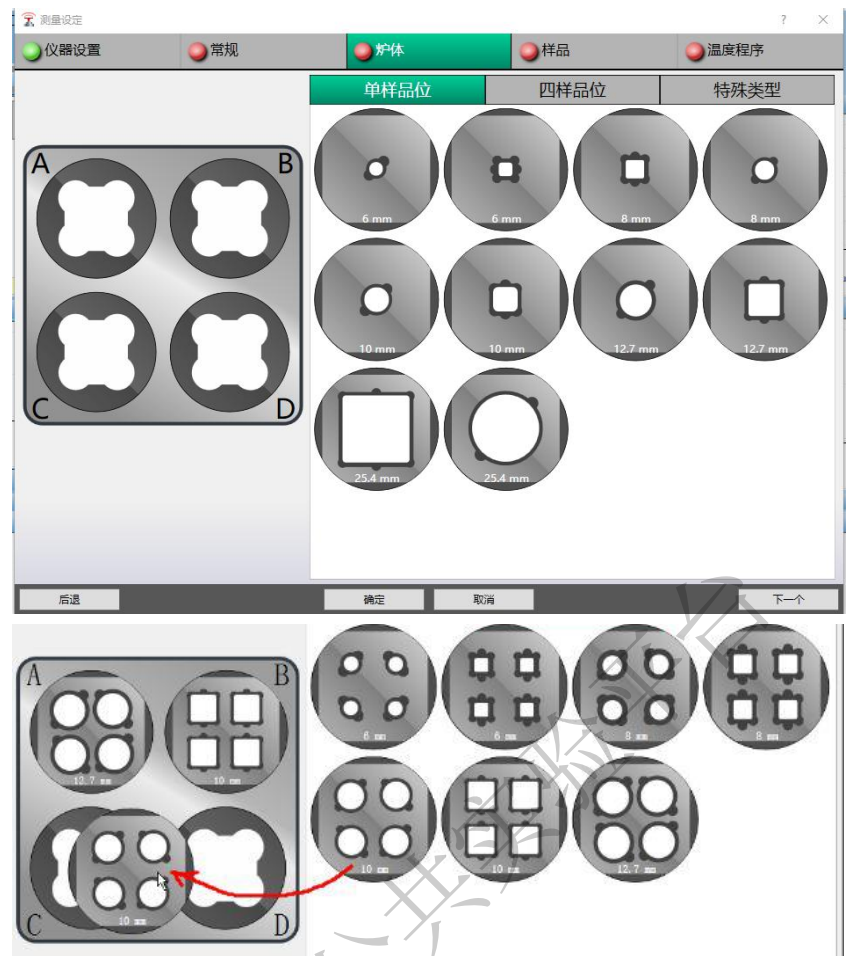


图 6-13

④ “样品” 页面：

点击窗口左侧样品托盘示意图中的某个样品位置（下图A1位置为被选中状态），在窗口右侧进行相关的样品信息设定：



图6-14

a、样品属性：包括样品名称（必填）、涂层类型（石墨、金或铂；如无涂层，可不选）、尺寸会根据所选夹具类型自动生成。

b、检测面积：采用默认值，无需更改。

c、层的性质：

样品类型：可选择单层（常用）、双层或三层，此处以单层为例。

材料属性：对于标准样品，可在下拉框中直接选择；如果此数据库中之前设置过此材料的信息，直接在下拉框中选择相应的材料即可；对于新材料，此处通常保持默认的自动状态，后续在分析软件中设置。

厚度：输入准确的样品厚度值。为必填项，且十分重要。

d、测量模板：根据热扩散系数大小，有低、中、高三类可选；根据样品厚度，有薄、厚两种可选；面内水平方向为In-plane。

用户也可以为自己的样品创建测试参数模板，点击“浏览—新建”，输入名称、电压、脉冲宽度、前级增益、主增益和期望热扩散系数值后，点击“保存”，新建的模板将出现在原来列表的下方，可直接调用（不经常使用）。

e、热物理性质：在涉及比热测试的情况下，对于比热参比样品，勾选此处的“Cp-参比”（在样品托盘示意图中相关的样品位将变为紫色）：



图 6-15

对于待测试比热的样品，则在“参比位置”下拉框中选择使用哪一样品位的样品作为参比（选择之后，参比样品的电压、脉冲宽度、滤光片等相关参数将自动复制到待测试样品的“测量模板”中。若后续对参比样品的这些参数作了修改，待测样品的这些参数也将自动进行更新。

⑤ “温度程序” 页面

设置测试温度点。若各温度点间隔相同，可在输入起始温度、终止温度和 ΔT 之后，点击“产生”，软件可自动生成如下所示温度程序。

测量设定

仪器设置

常规

炉体

样品

温度程序

向导

起始温度 /℃

终止温度 /℃

ΔT /K

创建

初始条件

类型

自动真空循环

AC

真空

0

测量步骤

类型	温度 /℃	闪射点数目	AC	P2: N2 / (ml/min)	Pg: N2 / (ml/min)	真空
1	25.0	3		20	20	
2	100.0	3		20	20	
3	200.0	3		20	20	
4	300.0	3		20	20	
5	400.0	3		20	20	

最终

类型	紧急温度 /℃	AC	P2: N2 / (ml/min)	Pg: N2 / (ml/min)	真空
	410.0		0	0	

添加

插入

删除

删除全部

排序

后退

确定

取消

完成

图 6-16

若各温度点间隔没有规律性，可以点击“添加”逐行手动添加温度点，并在列表中手动修改测试温度。

选择某个温度点后，点击“删除”可删除此温度点，点击“插入”可在此温度上方插入新的温度点。

点击“删除全部”，则可删除列表中的所有温度点。若输入的几个温度点非按温度由低到高排列，点击“排序”可按温度由低到高自动排序。

通常使用的吹扫气和保护气为 N₂，即设置 P2:20ml/min、Pg: 20ml/min。

低温测试需用液氮制冷，请确认液氮是否充足，必要时进行充填。

以上“测量设定”对话框中的五个页面全部设置完成后，点击“确定”。至此，参数设置完成。

6.3.3 开始测量

(1) 样品试测与参数调整

测试开始之前，为了检查预设模板所用的参数是否合适，可在测量界面中对待测的样品进行试测。选中某一个样品后，该样品周围会出现一圈黄色(如下图中的 A1 样品)，左侧显示的是它对应的测试参数。

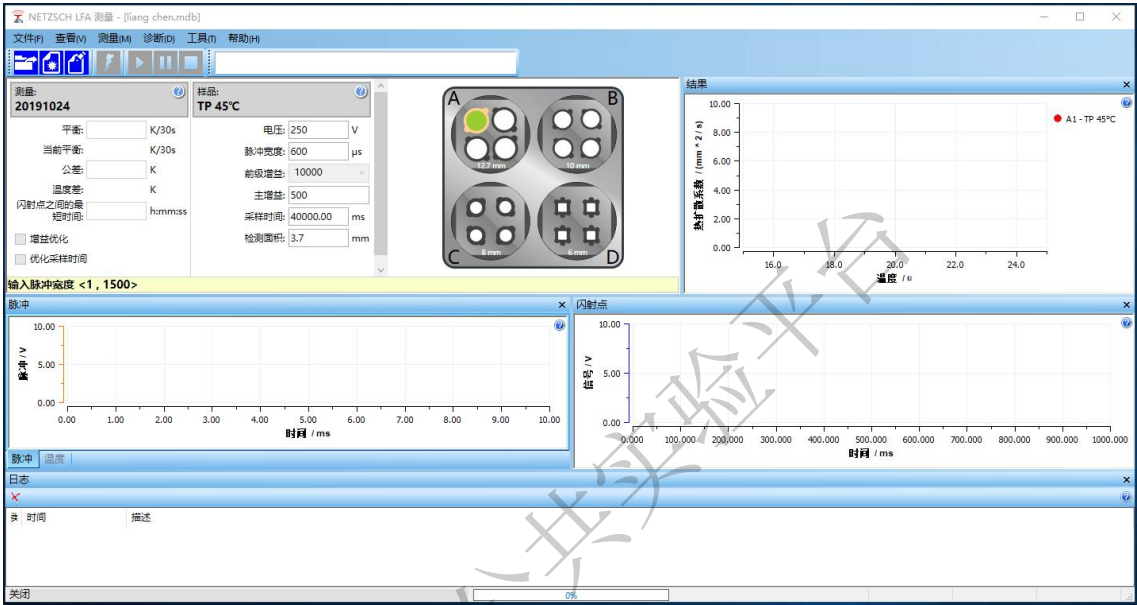


图 6-17

点击工具栏上的,即可开始依照当前参数进行试测。根据试测的结果曲线，对测量参数进行调整（在左侧可直接修改参数，完成后点击应用，后续测试将使用修改后的参数）。可调整的参数包括电压、脉冲宽度、主增益、持续时间（后两者也可让软件自动调节）。调整的目标则在于信号高度合理（通常控制在 1~10V，或更佳的是 2~6V 范围内）、采样时间合理（脉冲照射后的采样时间为 t_{50} 的 10~12 倍左右），同时对于传热较快的样品，脉冲与传热信号不致有明显重叠。

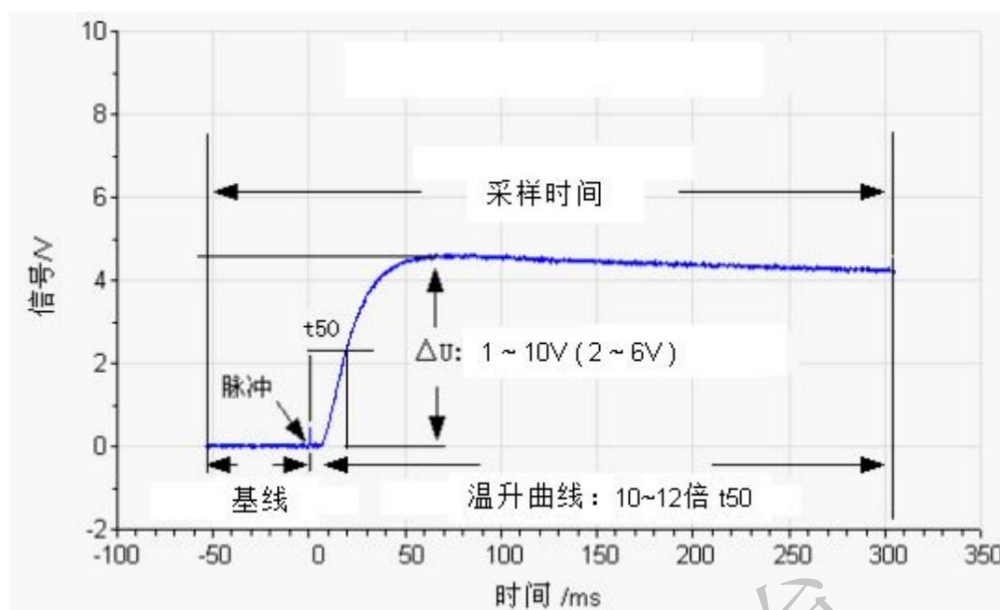


图 6-18

此步骤为选做，一般对于新的未知样品，若不确定相关参数设置是否合适，可以进行这一尝试性测试与调整。对于熟悉的同类样品，若确定之前的参数设置不会有问题，可跳过这一步骤，直接进行测试。

(2) 开始测试

在设置与调整完所有的样品参数后，点击工具栏上的  即可开始正式测试。

6.4 数据处理

测试完成后，显示“测量完成”。数据将自动保存于.mdb 数据库文件中。

(1) 打开分析软件 Proteus LFA Analysis。弹出数据库界面，可点击数据库—选择数据库找到打开所需的.mdb 数据库。弹出数据库管理窗口中，左上角显示当前数据库中的测量数据列表，双击打开测量。

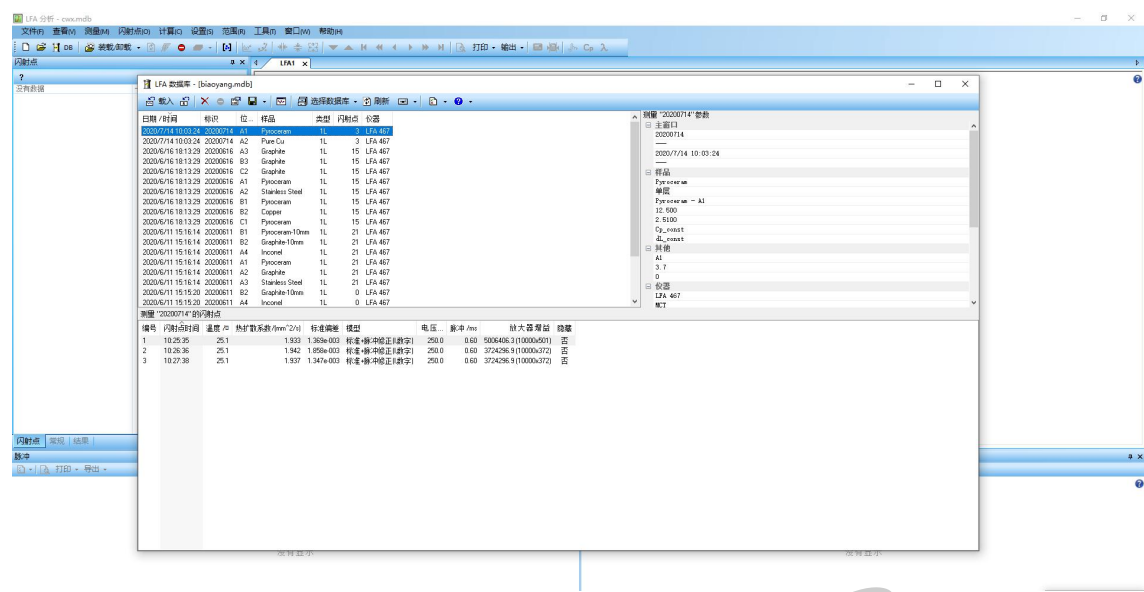


图 6-19

(2) 选中测试点，点击计算—计算热扩散系数。在弹出对话框中，可根据样品特点选择标准、透明、渗射三种模型，点击关闭并计算测量。

软件会自动计算出样品的热扩散系数。

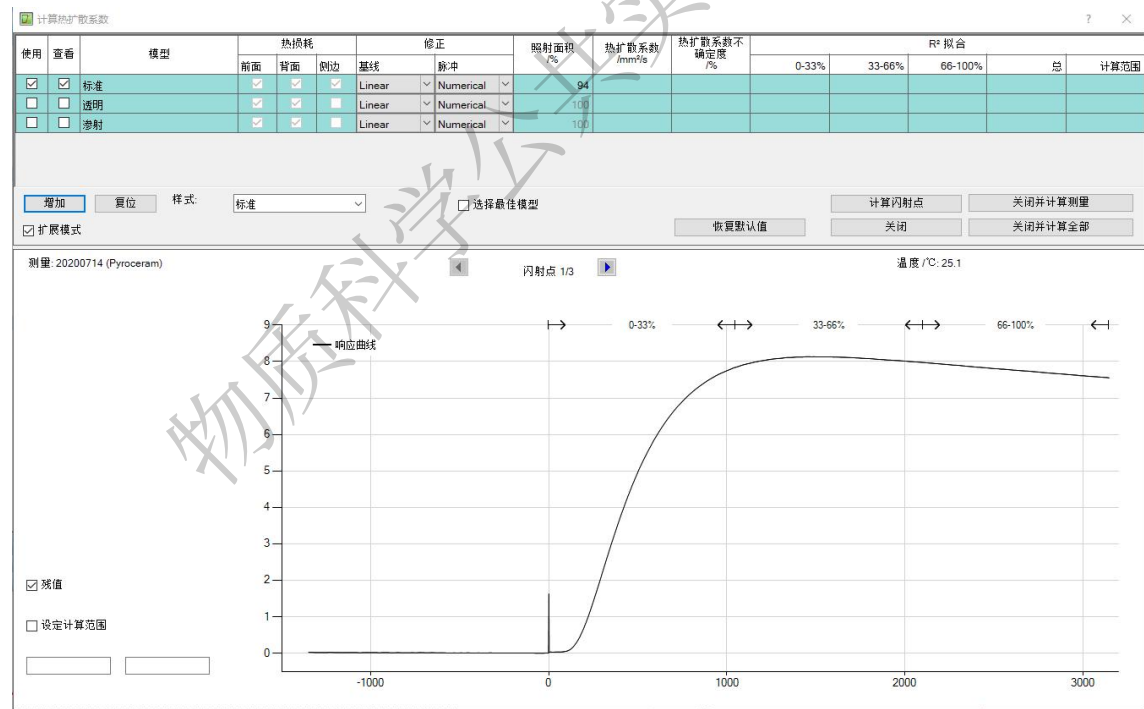


图 6-20

(3) 如涉及比热的测试和计算，首先保证材料选项中样品的参照温度和参照温度下的密度输入准确。点击计算—计算比热，弹出对话框选择“是”，软件可自动基于标样测试结果进行样品比热计算。选中计算后的某个比热数据，点击工具—保存比热表从—原始平均值。

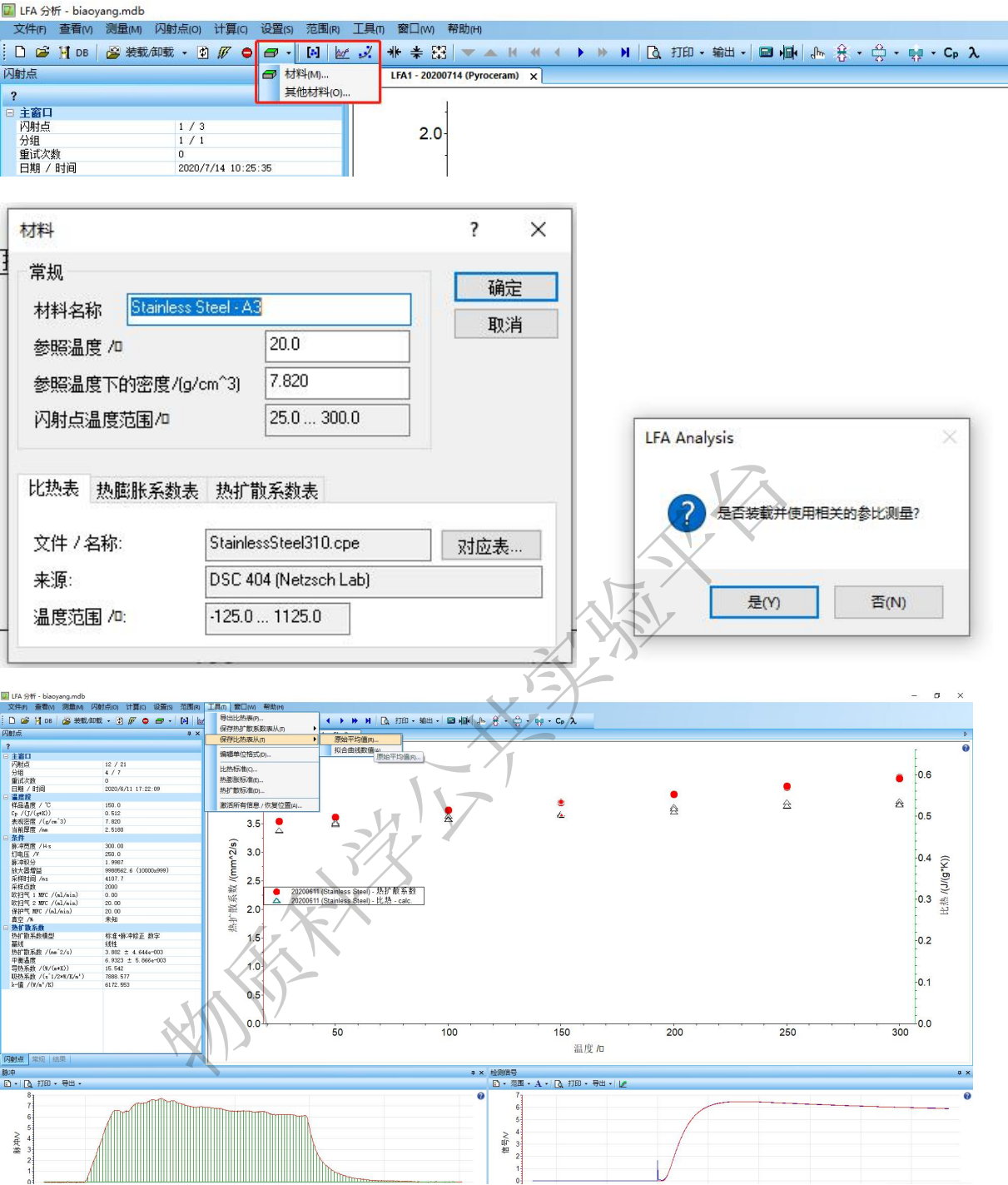


图 6-21

在弹出对话框中命名文件/名称，点击保存。可以看到已有的比热表中已多了一个比热表，在此选项前面打勾，点击“关闭”即可。

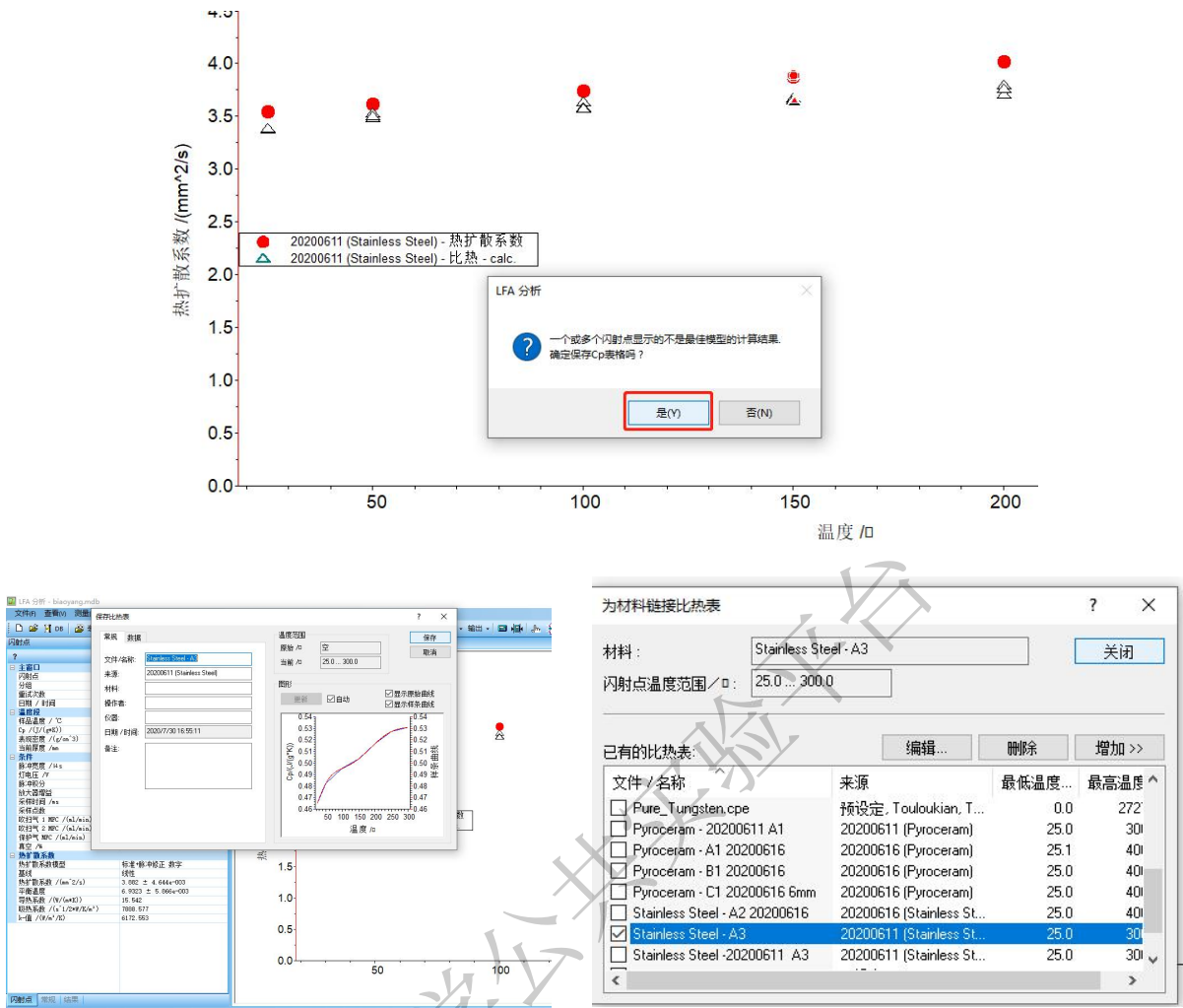


图 6-22

注：计算后的比热值必须经过此步骤链接到样品的材料属性表中。因最终在计算样品的导热系数时，软件仅使用材料属性表中链接的比热值（比热(tab.))进行计算，而非使用计算后的“临时值”（比热(calc.))。

（5）导热系数计算。选中某个点的热扩散数据，点击计算—计算导热系数，弹出的对话框中导热系数方框中打“√”（同时确认热扩散系数、比热方框中已打“√”），即可计算得到样品的导热系数值。

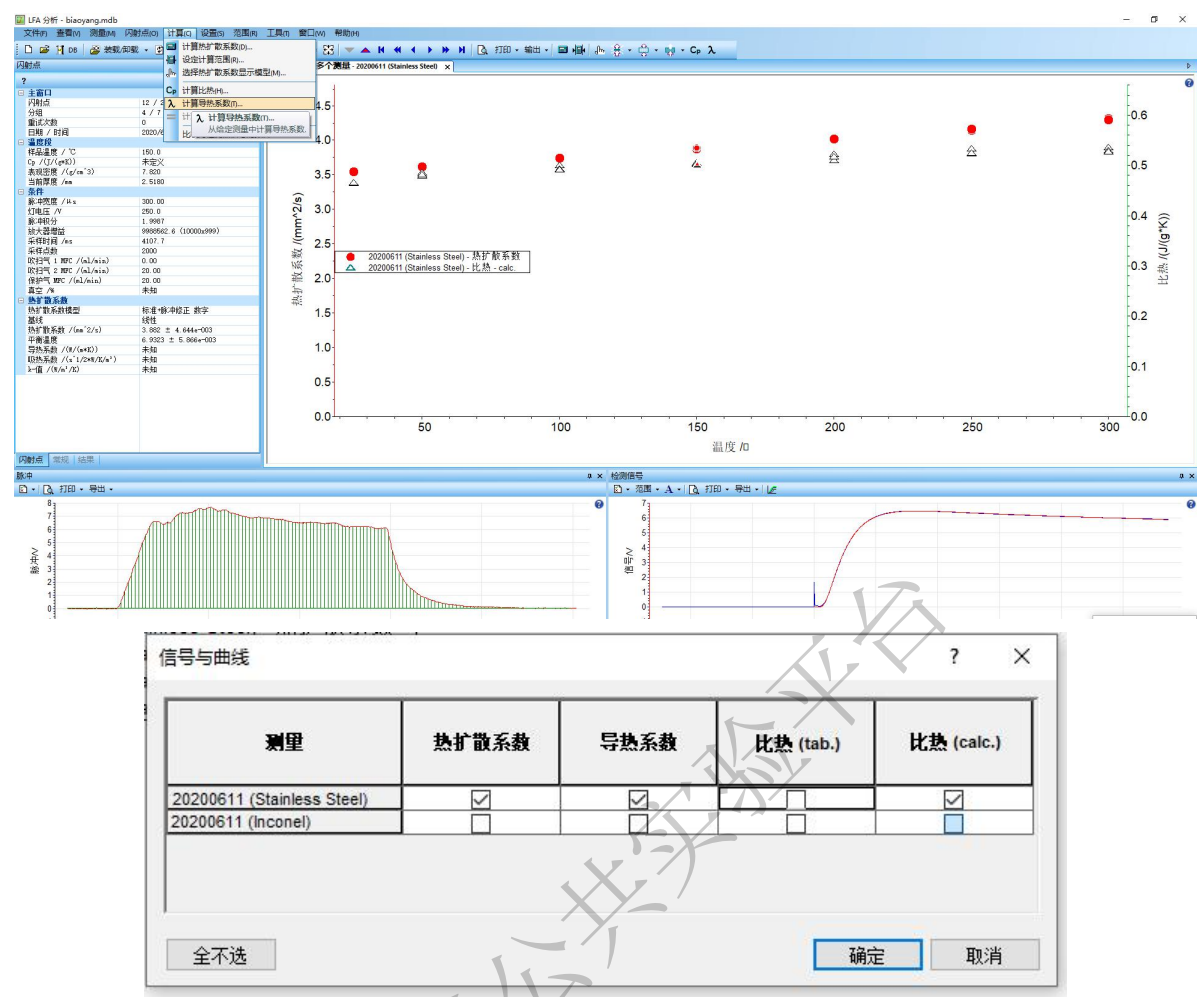
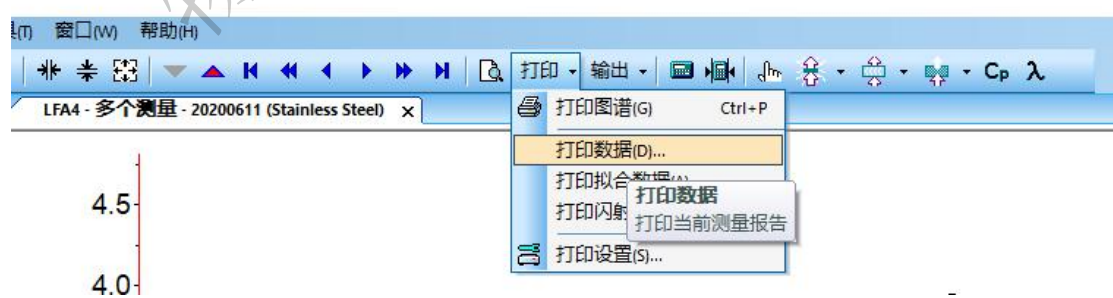


图 6-23

(6) 数据导出。点击“打印—打印数据”，弹出对话框选择“确定”，选择保存路径（数据均保存在 LFA 467 DATA 文件夹下），点击保存后可预览该数据文件(PDF 格式)。用户可通过 Winscp 软件中“7 LFA-LT”文件夹中下载实验数据。



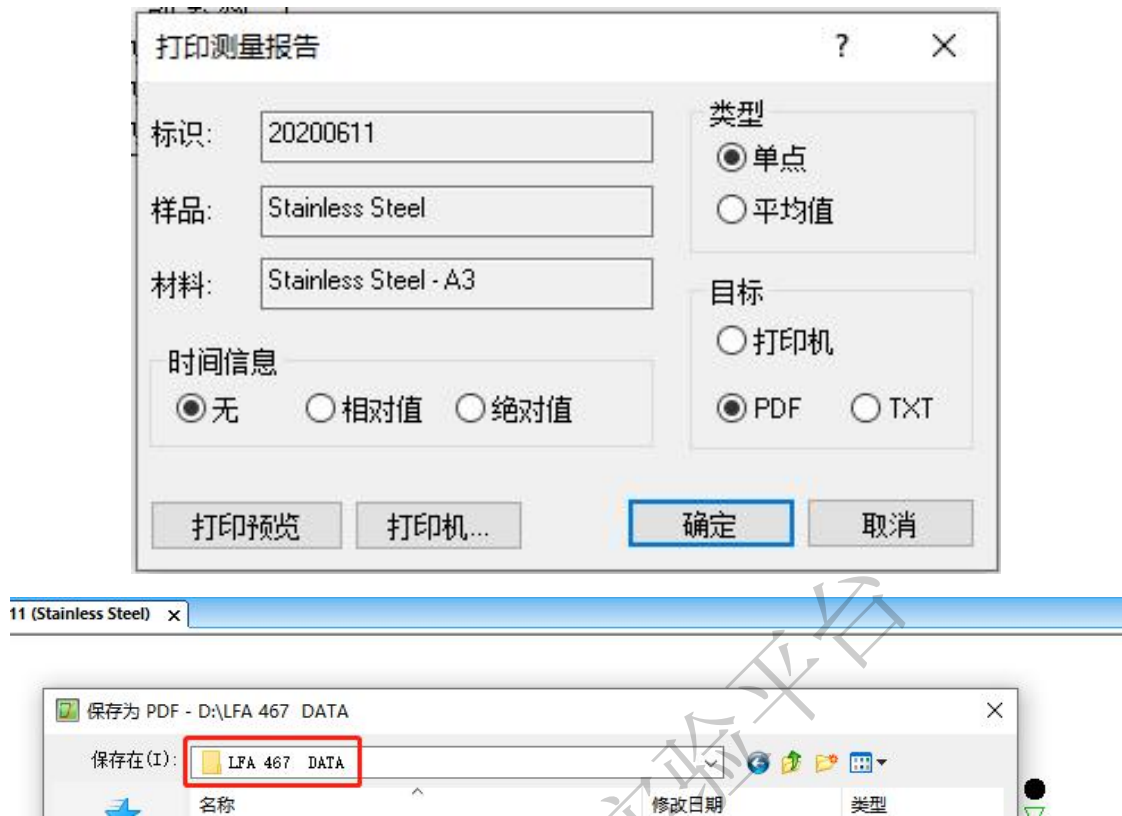


图 6-24

实验完成后，取出样品，仪器复位，不需要关闭仪器主机与水冷机。关闭气瓶，关闭软件，退出电脑登录界面。

7. 相关/支撑性文件

7.1. Q/WU FLHR001 文件编写规范

8. 记录

FLHS028 低温闪射法导热仪使用记录表 V1.0

仪器设备使用记录												
日期 年/月/日	使用人	课题组 导师	样品名称 或代号	检测方式(√)		实验内容	实验时间 (h)	样品数/ 温度点	文件名 导师名首字母-使用人名 首字母-日期-样品编号	仪器状态		备注
				送样	自主					正常	报错及问 题描述	

**请注意：使用前先检查仪器状况，一切正常方可操作；一旦开始实验，默认为使用前仪器状况正常；使用过程中出现问题须立即联系技术员。

内部文件，请勿随意转发、打印、复印