



中华人民共和国国家标准

GB/T 8722—2019
代替 GB/T 8722—2008

炭素材料导热系数测定方法

Test method for thermal conductivity of carbon materials

2019-12-10 发布

2020-07-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 8722—2008《石墨材料中温导热系数测定方法》，本标准与 GB/T 8722—2008 相比，主要技术内容变化如下：

- 增加了术语和定义(见第 3 章)；
- 增加了纵向热流法试样取样方向(见 4.4.1)；
- 修改了纵向热流法试验测定次数(见 4.5.6, 2008 年版的 6.6)；
- 增加了闪光法(见第 5 章)；
- 修改了试验报告内容(见第 6 章, 2008 年版的第 9 章)。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本标准起草单位：中钢集团新型材料(浙江)有限公司、中国平煤神马集团开封炭素有限公司、常州鑫能材料检验检测有限公司、山西晋阳碳素有限公司、大同宇林德石墨新材料股份有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人：黄岱、杨辉、郑景须、徐建平、毛玉珍、陈文来、万建民、吴建国、张惠兵、康进才、赤义德、段学良、杨吉庆。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 8722—1988、GB/T 8722—2008。

炭素材料导热系数测定方法

1 范围

本标准规定了炭素材料导热系数术语和定义、原理、仪器设备、试样要求、试验步骤、结果计算、试验报告等。

本标准适用于炭素材料导热系数的测定。

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 1427 炭素材料取样方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

导热系数 thermal conductivity

λ

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,用于表征材料导热能力。

4 方法一:纵向热流法

4.1 范围

适用于块状炭素材料 100 °C ~ 800 °C 导热系数的测定。

4.2 原理

采用直接通电纵向热流法。圆柱试样通过直流电时,产生的热量主要沿试样纵向向两端传导。达热稳定状态后,认为试样上是一维纵向热流,对试样和侧向环境热交换予以修正。

4.3 仪器设备

4.3.1 千分尺:量程为 0 mm ~ 25 mm,精度 0.01 mm。

4.3.2 游标卡尺:精度 0.02 mm。

4.3.3 镍铬-镍硅铠装热电偶:裸露式。热电偶丝直径 0.4 mm ~ 0.5 mm。

4.3.4 精密数字温度显示器:分辨率 0.1 °C,精度 ± 1.3%。

4.3.5 直流数字电压表:分辨率 0.001 mV,精度 ± 0.006%。

4.3.6 定值分流器:500 A/75 mV,0.2 级,配以相应精度直流毫伏表。或 4.3.5 中规定的数字电压表。

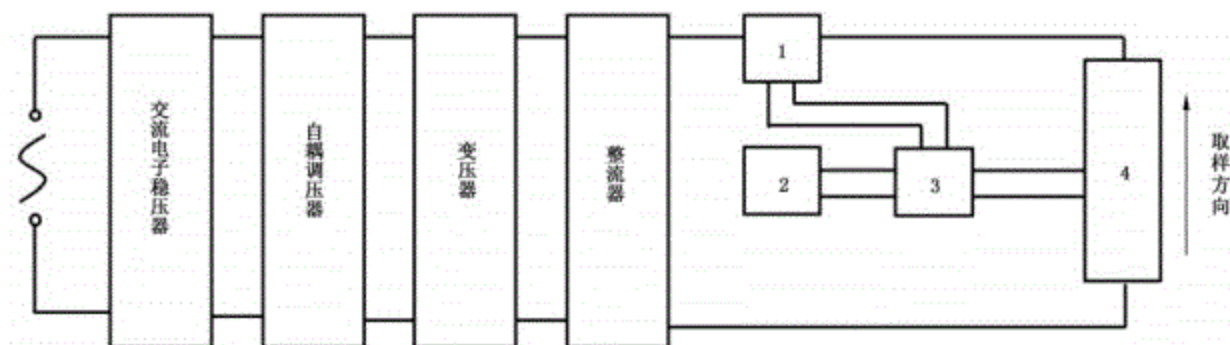
4.3.7 对开式防热炉：炉膛规格为直径 50 mm±2 mm，长度 135 mm~140 mm。炉内加相应尺寸的金属均热管，厚度为 0.8 mm~1.5 mm，其上纵向温度接近二次抛物线分布，均热管横断面上各点间温差小于 5 ℃。均热管和试样之间填充软质绝热材料，如硅酸铝纤维毡等。

4.3.8 精密温度控制仪：控温精度±0.1 ℃。

4.3.9 试样加热供电设备：

- 电子交流稳压器：5 kVA；
- 自耦变压器：5 kVA；
- 变压器：初级 220 V/23 A，次级 12 V/411 A；
- 整流柜：最大电流 500 A，经滤波的电流波纹因数小于 0.65%，电流稳定度大于±0.3%。

试样加热的测量示意图如图 1 所示。



说明：

- 1——定值分流器；
- 2——毫伏表；
- 3——转换开关；
- 4——试样。

图 1 纵向热流法试样加热测量示意图

4.3.10 真空系统：包括真空泵，扩散泵和真空炉罩，其真空度为 0.133 Pa。

4.3.11 无电动势转换开关。

4.4 试样要求

4.4.1 取样：按 GB/T 1427 的规定进行，但试体长度不小于 190 mm，注明取样方向。

4.4.2 规格：直径 16 mm±0.06 mm，长度 160 mm±1 mm，要求试样表面无明显刀痕。

4.4.3 试样工作区间：30.6 mm~40 mm。

4.4.4 在同一轴剖面上钻三个直径 1.5 mm、深 1 mm 的测温小孔，同时要求两端孔到中心孔距离之差小于 0.3 mm。

4.5 试验步骤

4.5.1 试验条件：当试样温度在 5 min 内变化不大于 2 ℃时，认为被测系统达到了热稳定状态，此时测得的数据有效。通过试样电流大小应使试样中点的温度接近防热炉的中点温度，保证使试样和侧向环境温度差的函数的绝对值小于 5 ℃。通过调节试样两端水冷电极的冷却水流量，使试样两端温差相接近，并使试样中点与两端平均温度差不低于 9 ℃，不高于 120 ℃。

4.5.2 装样：要求试样与水冷电极紧密接触。

4.5.3 测量试样温度的热电偶插入测温小孔，使其接触电阻尽量保持一致。同时调整测量侧向环境温

度的热电偶位置与之相对应。共热点插入绝热层约 5 mm,它到试样轴心线距离为 18 mm~22 mm。

4.5.4 整个试验真空度低于 13.3 Pa。

4.5.5 将防热炉通电,当被测系统达热平衡后,测量并记录试样和侧向环境温度,然后试样通电加热到相应温度,当再次达热平衡后,测量并记录各点温度和通入试样的电流,工作区间电压。

4.5.6 每次测量重复不少于 3 次,取其平均值进行计算。

4.6 结果计算

4.6.1 试样导热系数(λ)按式(1)计算,保留小数点后 1 位,数值修约按 GB/T 8170 的规定。

$$\lambda = 0.636 \times \frac{IVL}{d^2(\Delta_1 - \epsilon N)} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

λ ——试样的导热系数,单位为瓦每米开尔文[W/(m·K)];

I ——通入试样的电流,单位为安培(A);

V ——试样工作区间平均电压降,单位为毫伏(mV);

L ——试样工作区间平均长度,单位为毫米(mm);

d ——试样直径,单位为毫米(mm);

Δ_1 ——试样工作区间中点和两端点间的平均温度差,单位为摄氏度(°C);

ϵ ——反映侧向热交换大小的系数;

N ——试样和侧向环境温度差的函数,单位为摄氏度(°C)。

Δ_1 、 ϵ 、 N 由下列各式计算:

$$\Delta_1 = t_2 - \frac{t_1 + t_3}{2} \quad \dots\dots\dots(2)$$

$$\Delta_2 = t'_2 - \frac{t'_1 + t'_3}{2} \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$N = t'_2 - t_2 + \frac{\Delta_1}{6} - \frac{\Delta_2}{6} \quad \dots\dots\dots(4)$$

$$\Delta_1^0 = t_{02} - \frac{t_{01} + t_{03}}{2} \quad \dots\dots\dots(5)$$

$$\Delta_2^0 = t'_{02} - \frac{t'_{01} + t'_{03}}{2} \quad \dots\dots\dots(6)$$

$$N_0 = t'_{02} - t_{02} + \frac{\Delta_1^0}{6} - \frac{\Delta_2^0}{6} \quad \dots\dots\dots(7)$$

$$\epsilon = \frac{\Delta_1^0}{N_0} \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

t_1 、 t_2 、 t_3 ——试样通电时试样端点、中点、另一端点的温度,单位为摄氏度(°C);

t'_1 、 t'_2 、 t'_3 ——试样通电时测向环境端点、中点、另一端点的温度,单位为摄氏度(°C);

t_{01} 、 t_{02} 、 t_{03} ——试样不通电时试样端点、中点、另一端点的温度,单位为摄氏度(°C);

t'_{01} 、 t'_{02} 、 t'_{03} ——试样不通电时测向环境端点、中点、另一端点的温度,单位为摄氏度(°C);

Δ_1^0 ——试样不通电时试样中点和两端点间的平均温度差,单位为摄氏度(°C);

Δ_2^0 ——试样不通电时侧向环境中点和两端点间的平均温度差,单位为摄氏度(°C);

Δ_2 ——试样通电时侧向环境中点和两端点间的平均温度差,单位为摄氏度(°C);

N_0 ——试样不通电时试样和侧向环境温度差的函数,单位为摄氏度(°C)。

试样平均温度 t , 由式(9)确定:

$$t = t_2 - \frac{\Delta_1}{3} \dots\dots\dots(9)$$

4.6.2 将测得的平均值,分别代入式(1)~式(9),则得各试验点实测导热系数。

4.6.3 根据各温度下导热系数的实测值,用作图法求出温度与导热系数的关系,并由此关系得出对应于一定温度下的导热系数值,作为正式结果发出报告。

4.7 试验误差

相对误差±6%。

5 方法二:闪光法

5.1 范围

闪光法适用于室温至2 500℃炭素材料导热系数的测定,热脉冲可直接从气孔物理穿过的多孔材料除外。

5.2 原理

薄圆片试样受高强度短时脉冲能量辐射,试样正面吸收脉冲能量使背面温度升高,记录试样背面温度的变化。根据试样厚度和背面温度达到最大值的某一百分率所需时间计算出试样的热扩散系数。由试样的热扩散系数、比热容及体积密度即可计算出导热系数。

5.3 仪器设备

5.3.1 激光导热仪:基本构成包括闪光源、试样支架、环境控制装置、温度探测器和记录装置。设备至少确保以下要求:试样装入试样支架后应与激光脉冲同轴、遮光圈和激光束覆盖试样、探测器和试样背面中心同轴、用安全连锁开关防止激光直接外漏或反射。

5.3.2 干燥箱:具有自动调温装置,能保持温度在105℃~115℃。

5.3.3 分析天平:精度0.1 mg。

5.3.4 千分尺:量程为0 mm~25 mm,精度0.01 mm。

5.3.5 干燥器,内装干燥剂。

5.3.6 无水乙醇(化学纯)。

5.3.7 去离子水。

5.4 试样要求

试样为薄圆片状,直径为10 mm~13 mm,厚度为2 mm~4 mm(选择试样厚度以确保达到最高温度的一半所需的时间在10 ms~1 000 ms)。推荐试验尺寸为直径12.5 mm±0.05 mm,厚度2 mm±0.02 mm,试样表面平行度小于或等于0.015 mm。在材料允许的情况下,试样粗糙度Ra小于或等于0.8 μm。

5.5 试验步骤

5.5.1 为排除试样制备过程中可能的污染,推荐先后使用无水乙醇、去离子水超声清洗样品表面。然后将试样放入110℃干燥箱内烘2 h取出,贮存于干燥器内冷却至室温备用。

5.5.2 用分析天平称量试样,精确至0.1 mg;用千分尺测量试样尺寸,直径测2次,厚度测4次,取平均值,计算得出体积密度。

5.5.3 将试样装入试样支架中,如需要则抽真空或充入惰性保护气体并升温。

5.5.4 测定试样的温度(如系统不能自动测定的话)。

- 5.5.5 脉冲发生后,监控初始的或处理过的温度曲线以确定合适的能量范围。
- 5.5.6 在所有情况下,应对温度的稳定性进行手动或自动校验,使其在规定范围内,不可在温度不稳定的情况下进行试验。
- 5.5.7 采集基线和瞬时温度升高及冷却数据,计算分析数据结果。
- 5.5.8 按要求改变或设定测定温度,重复数据采集过程,在不同温度下进行测试;如有必要,在每一测试温度下,对试样的冷却或重复升温过程进行循环测试。

5.6 结果计算

先确定基线和最高温升,得出温度变化 ΔT_{\max} ,再确定从起始脉冲开始到试样背面温度升至最高所需的一半时间 $t_{1/2}$,然后按式(10)计算热扩散系数 α 。

$$\alpha = 0.13879L^2/t_{1/2} \quad \dots\dots\dots(10)$$

导热系数(λ)计算见式(11):

$$\lambda = \alpha \cdot c_p \cdot \rho \quad \dots\dots\dots(11)$$

式(10)、式(11)中:

- L ——试样厚度,单位为米(m);
- λ ——导热系数,单位为瓦每米开尔文[W/(m·K)];
- α ——热扩散系数,单位为平方米每秒(m²/s);
- c_p ——比热容,单位为焦耳每千克开尔文[J/(kg·K)];
- ρ ——体积密度,单位为千克每立方米(kg/m³)。

热扩散系数及体积密度为试验测试所得,比热容可由测试所得,推荐石墨比热容见表1。

表1 推荐石墨比热容

$T/^\circ\text{C}$	$c_p/[\text{J}/(\text{kg}\cdot\text{K})]$	$T/^\circ\text{C}$	$c_p/[\text{J}/(\text{kg}\cdot\text{K})]$	$T/^\circ\text{C}$	$c_p/[\text{J}/(\text{kg}\cdot\text{K})]$
25	709	827	1 859	1 627	2 087
125	980	927	1 905	1 727	2 100
225	1 202	1 027	1 942	1 827	2 111
325	1 373	1 127	1 975	1 927	2 127
427	1 520	1 227	2 002	2 027	2 140
527	1 636	1 327	2 028	2 127	2 155
627	1 726	1 427	2 050	2 227	2 168
727	1 797	1 527	2 070

导热系数结果保留小数点后两位,热扩散系数结果保留小数点后三位,数值修约按 GB/T 8170 的规定进行。

6 试验报告

试验报告包括下列内容:

- 委托单位;
- 试样编号、名称、规格;
- 试验条件;
- 试验结果;

- e) 试验单位；
- f) 试验人员；
- g) 试验日期；
- h) 试验方法。

