

LFA447 测量向导

1. 样品制备

根据样品的导热性能与仪器配套样品托盘的尺寸，结合考虑样品材料的机械强度与加工可能性，制备一定厚度与尺寸形状样品。

对样品厚度的建议值如下：

- a. 高导热材料，热扩散系数 $>50\text{mm}^2/\text{s}$ （如金属单质、石墨、部分高导热陶瓷等）：建议厚度 $2\sim 4\text{mm}$ 。
- b. 中等导热材料，热扩散系数在 $1\sim 50\text{mm}^2/\text{s}$ 之间（如大部分陶瓷、合金等）：建议厚度 $1\sim 2\text{mm}$ 。
- c. 低导热系数，热扩散系数 $<1\text{mm}^2/\text{s}$ （如塑料、橡胶、玻璃等）：建议厚度 $0.1\sim 1\text{mm}$ 。

以上各范围只是个大致值，掌握其总体原则（高导热样品制的厚一些，低导热样品制得薄一些）即可，不必恪守其具体范围值。

样品厚度方向上的两个平面尽量平行且光滑。

样品横截面的大小形状须按照仪器配套样品托盘的尺寸规格而定。如配套托盘的样品位为 $\phi 12.7\text{mm}$ 圆，则样品亦须制成 $\phi 12.7\text{mm}$ 的圆形，偏差一般应小于 $\pm 0.1\text{mm}$ 。

另如果需要在 LFA 上进行比热测试，则样品尺寸应按所选标准样品的尺寸而定，一般横截面大小形状需与标样相同，厚度需相近。

2. 样品表面处理

将制好的样品表面抛光并擦洗干净，随后使用配套的石墨喷罐进行表面涂覆，涂覆时建议将喷罐持于距样品 $20\sim 30\text{mm}$ 高处，掀动喷口，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 $2\sim 4$ 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。

注意：

- (1). 如果进行比热测试，比热标样需与待测的一个或多个样品放在一起同时喷覆（若标样原已喷过石墨，需先擦去再喷），注意各样品表面的石墨遮覆情况需尽量一致。
- (2). 对于高导热而又较薄的样品，注意石墨不可涂覆太厚，否则可能会降低测得的热扩散系数。

3. 仪器操作

(1). 打开 LFA447 主机、水浴与计算机电源。打开 Nanoflash 测试软件。

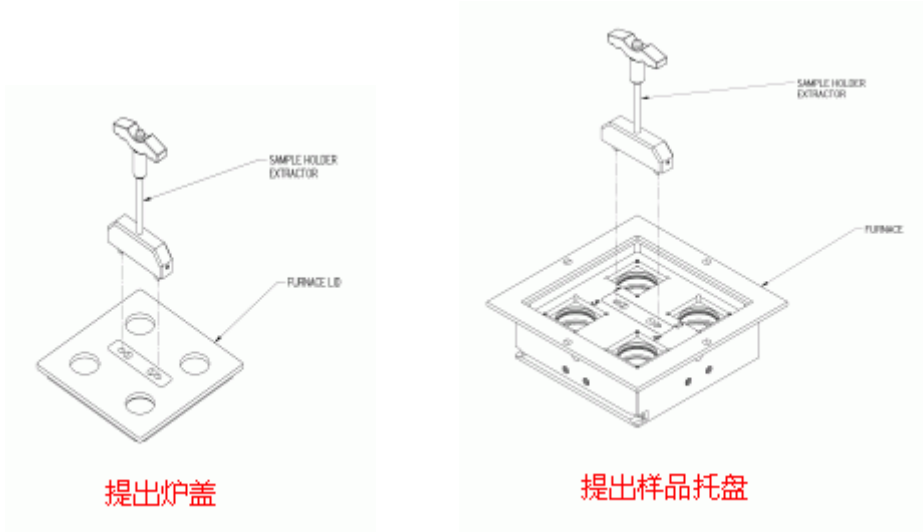
(2). 打开仪器顶盖，取下塞在红外检测器小孔上的塞子，将配套的塑料漏斗插在小孔中，缓慢地倒入液氮直至液氮溢出。此处检测器内处于快速冷却中，液氮气化较剧烈，等待约一两分钟，待最后一股气化液氮从小孔中喷出，再次加入液氮直至溢出，随后盖上塞子与仪器顶盖。



(3). 掀下面板上的“interlock”按钮，同时将顶盖往后推开。



使用提出器将炉体的盖子提出并搁放在仪器顶盖边上的防擦板上。
使用提出器提出样品托盘，同样将其搁放在防擦板上。

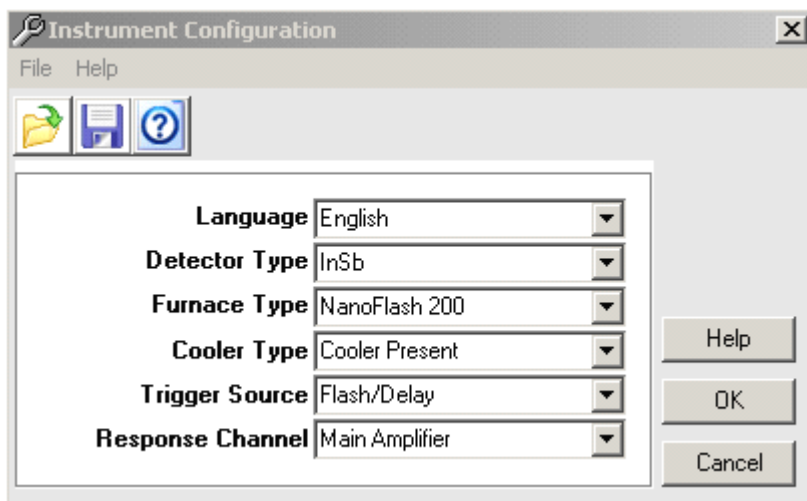


将样品放入样品托盘相应位置。
将样品托盘放回样品架，盖上炉体盖子。
按住“interlock”按钮，同时将顶盖拉回原位。

4. 仪器设置

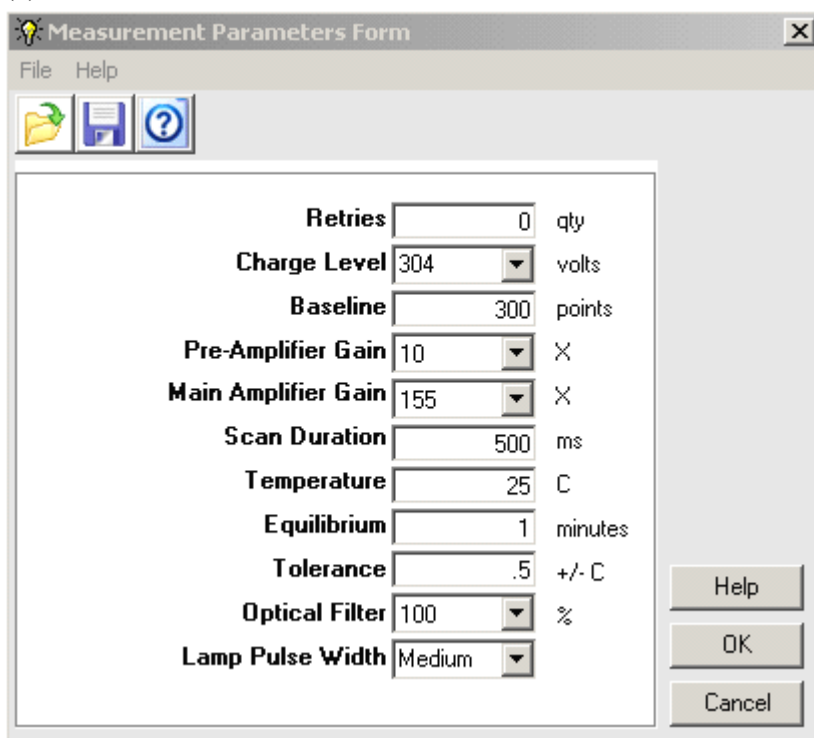
Nanoflash 测量程序安装后，需要先进行一下设置。

(1). “File” → “Instrument configuration” 中的设置界面如下：



其中需要设置的是 Detector Type、Furnace Type 与 Cooler Type 三项，根据当前仪器配置来设定：
 Detector Type: 检测器类型，包括 MCT、InSb、TEC 三项，一般均为 InSb
 Furnace Type: NanoFlash RT、200、300，根据仪器的温度范围来设定
 Cooler Type: No Cooler 与 Cooler Present，配有水浴的话请选 Cooler Present

(2). “Measurement” → “Parameters” 中的设置界面如下：



其中需要设置的是 Baseline、Equilibrium、Tolerance 三项：

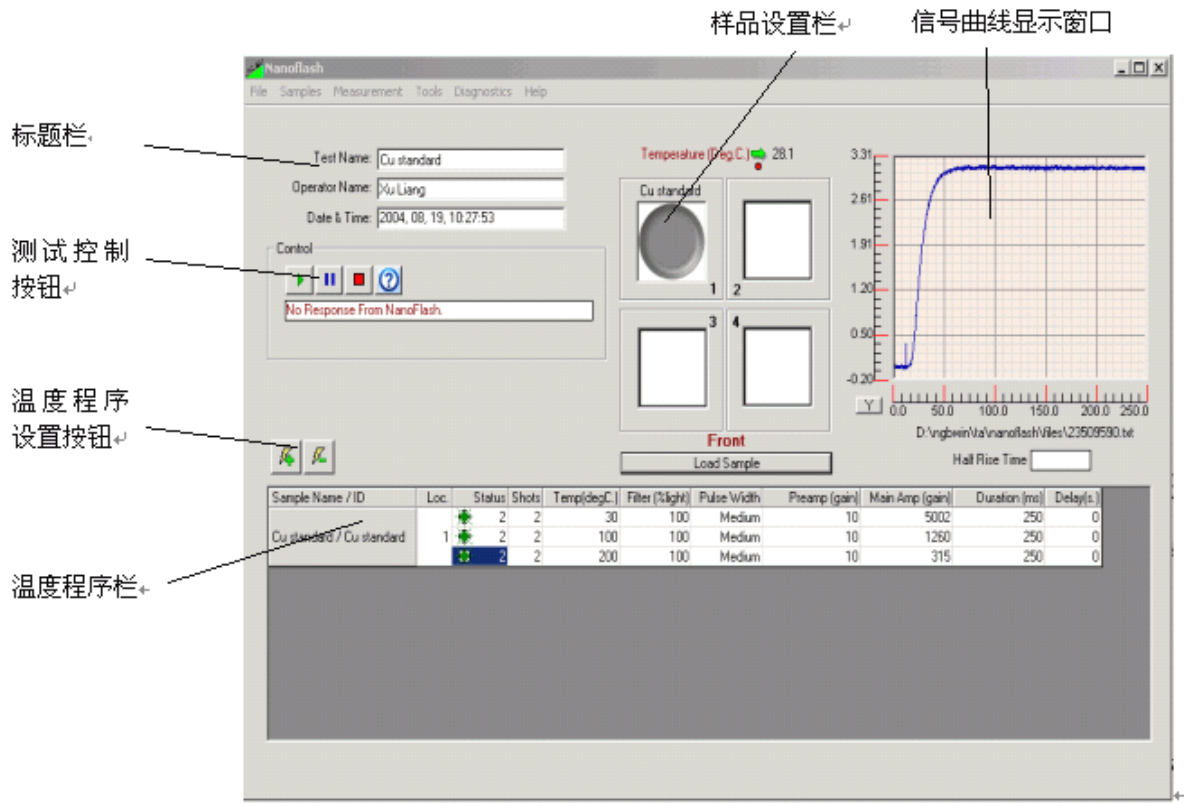
Baseline: 在脉冲之前的基线部分所使用的采样点数。建议值为 300。

Tolerance: 温度控制偏差值。可根据测量所需要的控温精度而定。一般建议值为 0.5℃，即温度达到设定值 ±0.5℃ 范围内，软件认为已达到设定温度。

Equilibrium: 温度达到设定值之后的平衡时间。可根据实际情况而定。一般的建议值为 1min，即温度达到设定值 ±Tolerance 范围内后，平衡 1min，随后自动开始测量。如果在同一温度上有多个 shot 的话，每个 shot 结束后等待 1min 再进行下一个 shot。

5. 输入测量项目与操作者信息

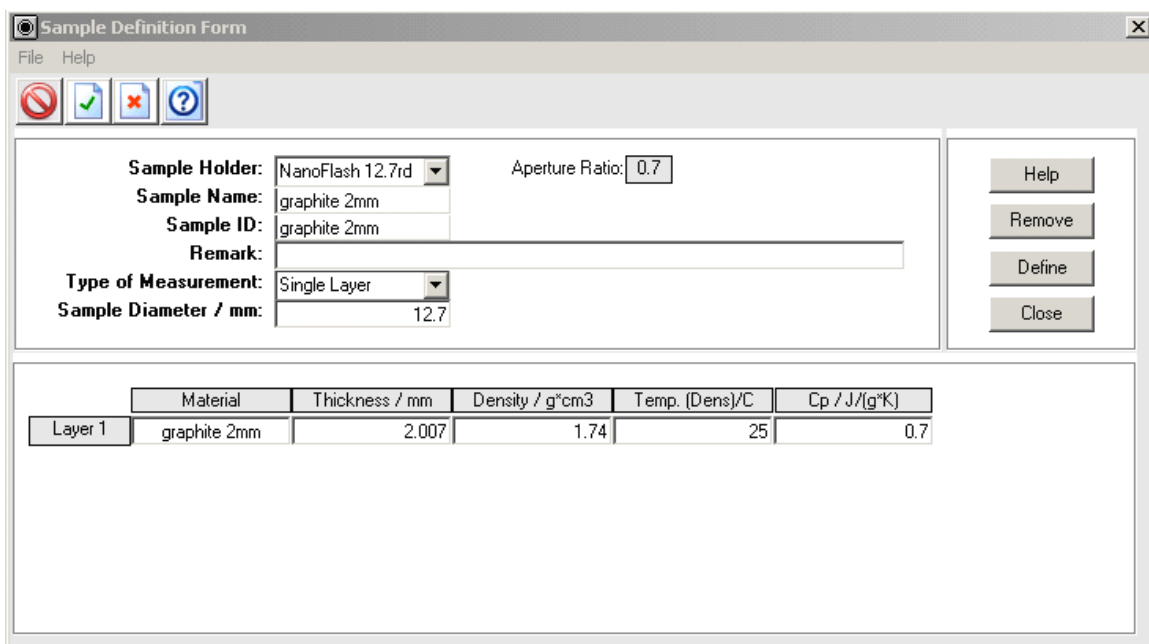
Nanoflash 测试窗口的几个组成部分如图 2-1 所示：



在“标题栏”中可输入 Test Name（测量项目名称）与 Operator Name（操作者）信息。

6. 样品属性设置

视仪器具体配置“样品设置栏”可能有两个样品位，也可能有四个。用鼠标点击“样品设置栏”中相应样品的位置，弹出如下设置对话框：



在“Sample Holder”中选择样品托盘的规格，Sample Name 与 Sample ID 中输入样品的名称与编号，Type of Measurement 中选择测量类型（单层模式、双层模式、三层模式、In-Plane 模式），Sample Diameter 中输入样品直径（或边长）。

如果是单层模式，Layer 列表中有 Layer 1 一层，填入相应的 Material（材料名称）、Thickness（厚度）、Temp（参照温度）、Density（参照温度下的密度）与 Cp（参照温度下的比热。此项不重要，填 1 即可，具体比热表可在分析软件中链接。因比热是一个随温度而变的参数，一般不能用室温下的单一值简单代替）。

如果是多层模式，例如下图：

	Material	Thickness / mm	Density / g*cm3	Temp. (Dens)/C	Cp / J/(g*K)	Diffusivity / mm2/s
Layer 3	Al	0.295	2.696	25	0.882	87
Layer 2	pure water	0.593	0.998	25	4.18	
Layer 1	Al	0.25	2.696	25	0.882	87

Layer 列表中有多个层的属性定义，对每一层均须设定 Material、Thickness、Temp、Density 与 Cp，另对于已知层，填入相应的 diffusivity（热扩散系数，此项也可暂填 1，具体表格可在分析软件中链接）

如果是 In-Plane 模式，则除在 Layer1 中填入样品各项属性外，另需填入 Inplane Sample Mask 的三个 Diameter 参数：

	Material	Thickness / mm	Density / g*cm3	Temp. (Dens)/C	Cp / J/(g*K)
Layer 1	graphite	0.482	1.74	25	0.7


Diameter 1 / mm	Diameter 2 / mm	Diameter 3 / mm
5.05	10.13	12.71


样品属性设定完成后点击“Define”按钮结束设置，回到测试窗口。

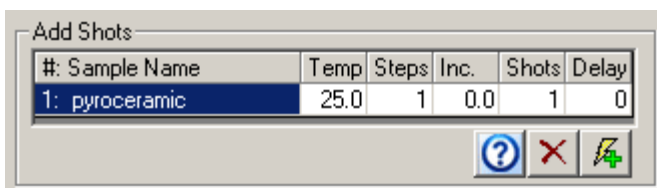
如果有多个样品，按照上述方法逐个点击各样品位进行设置；如果要删除某个样品位的设置，点击出现上面的对话框后，点击“Remove”按钮。




7. 编制温度程序




点击温度程序设置按钮中的添加 () 按钮，逐个进行各样品温度程序的编制。

例如现有 pyroceramic (1#位) 与 graphite (2#位) 两个样品，分别测试其在 25°C、50°C、100°C、150°C 与 200°C 下的热扩散系数，每个温度点上打三个 shot 取平均，则先点击 ，在原按钮的地方出现了如下编辑界面：




在“Sample Name”中选择样品，Temp 中输入闪射点的温度、Steps 中输入温度台阶数、Inc 中输入各温度点之间的温差、Shots 中输入每一温度点上重复测试的 shot (闪射点) 数，Delay 中输入每个 shot 结束后额外的延迟时间 (一般设 0 即可)。例中先选择 1# 样品，在 Shots 中输入 3，点击  按钮退出；再次点击  进入后，在 Temp 中输入 50，Steps 中输入 4，Inc 中输入 50，Shots 中输入 3，点击  退出，则温度程序列表变为：

Sample Name / ID	Loc.	Status	Shots	Temp(degC.)	Filter (%light)	Pulse Width	Preamp (gain)	Main Amp (gain)	Duration (ms)	Delay(s.)
pyroceramic / pyroceramic	1		3	25	100	Medium	10	155	500	0
			3	50	100	Medium	10	155	500	0
			3	100	100	Medium	10	155	500	0
			3	150	100	Medium	10	155	500	0
			3	200	100	Medium	10	155	500	0

用同样的方法为 2# graphite 样品作设定 (点击 “” 后在 Sample Name 处选择 2: graphite 2mm)，最终的温度程序为：

Sample Name / ID	Loc.	Status	Shots	Temp(degC.)	Filter (%light)	Pulse Width	Preamp (gain)	Main Amp (gain)	Duration (ms)	Delay(s.)
pyroceramic / pyroceramic	1		3	25	100	Medium	10	155	500	0
graphite 2mm / graphite 2mm	2		3	25	100	Medium	10	155	500	0
pyroceramic / pyroceramic	1		3	50	100	Medium	10	155	500	0
graphite 2mm / graphite 2mm	2		3	50	100	Medium	10	155	500	0
pyroceramic / pyroceramic	1		3	100	100	Medium	10	155	500	0
graphite 2mm / graphite 2mm	2		3	100	100	Medium	10	155	500	0
pyroceramic / pyroceramic	1		3	150	100	Medium	10	155	500	0
graphite 2mm / graphite 2mm	2		3	150	100	Medium	10	155	500	0
pyroceramic / pyroceramic	1		3	200	100	Medium	10	155	500	0
graphite 2mm / graphite 2mm	2		3	200	100	Medium	10	155	500	0

温度程序设置好后，如果需要进一步添加温度点，可继续使用  按钮进行添加；如果需要删除列表

中的某一行，可选中该行后点击删除按钮

8. 设置温度程序区域的 Pulse Width、Filter、Preamp、Mainamp、Duration 等参数。

- Pulse Width: 激光脉冲宽度。分 long、middle、short 三档。
- Filter: 滤光片的滤光百分比。
- Preamp: 前级放大器增益。分 1 和 10 两档。
- Main amp: 主放大器增益。

以上四档均可用于调整信号的强度，增大任意一项的数字均会使信号增大，Pulse Width 与 Filter 决定了照射在样品表面的能量的大小，放大器增益则代表了信号的放大倍数，其数值则直接与信号高度成正比关系。对于大多数样品一般 Pulse Width 设为 middle，Filter 设为 100%，Preamp 设为 10，通过调节 Main amp 使信号窗口中显示的信号高度保持为一个适中的值（1<电压信号<10 较为合理。>10 会信号溢出，信号过小噪音会显得比较大）。对于未知的样品，可先编制一个简单的温度程序（如室温 25℃ 下打一个 shot）进行试射，根据试射点的信号高度对室温下的 Main Amp 作相应调整。由于随着温度的升高信号高度会增大，Main Amp 也要作相应调整，按照经验每 40℃ Main Amp 要降低一档，例如 25℃ 下的 Main Amp 是 2520，那么 60℃ 下应设为 1260，100℃ 下应设为 623。另对于较薄的样品在保证信号高度的情况下可考虑将 Pulse Width 或 Filter 适当降低，以防止在较强的照射能量下样品本身温度产生一定的偏离。若样品较厚导热性较差，在常规设置下单通过调节 Main Amp 已无法产生足够强的信号，也可将 Pulse Width 增大。

- Duration: 采样时间。

脉冲线后的采样时间应控制在 t50 的 10~16 倍范围内。采样时间过短，小于 t50×10，用于分析软件中模型拟合的“信息量”不足；采样时间过长，大于 t50×16，信号曲线的“后半截”都是无用的信息，反而对模型拟合造成干扰，另由于测量的采样点数是固定的，>t50×16 部分太长，<t50×16 部分的数据点就变“稀”了，这样计算出来的 t50 与热扩散系数都可能不准确。

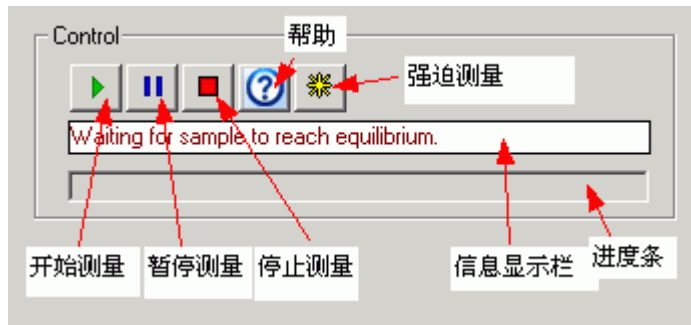
对于未知样品，duration 的设置同样可通过试射、并将试射数据导入分析软件中计算来确定。由于脉冲线前的“基线”部分还占有一定的采样时间，因此实际的 duration 一般建议设为 t50 的 18 倍左右。但需要注意的是若试射点的 duration 设得过大，超出 t50 的数十倍，这样计算出来的 t50 本身有较大误差，duration 调整后需要再次试射来确认。另对于大多数样品，热扩散系数随温度升高而降低，相应的 t50 随温度升高而会逐渐变大（具体变化幅度依样品而变），在高温下的 duration 需要按照经验设得比常温下大一些。

- Delay: 采样结束后的延迟时间。一般设为 0 即可。

参数设置实例见下图：

Sample Name / ID	Loc.	Status	Shots	Temp(degC.)	Filter (%light)	Pulse Width	Preamp (gain)	Main Amp (gain)	Duration (ms)	Delay(s.)
pyroceramic / pyroceramic	1		3	25	100	Medium	10	5002	5000	0
graphite 2mm / graphite 2mn	2		3	25	100	Medium	10	2520	120	0
pyroceramic / pyroceramic	1		3	50	100	Medium	10	2520	5200	0
graphite 2mm / graphite 2mn	2		3	50	100	Medium	10	1260	130	0
pyroceramic / pyroceramic	1		3	100	100	Medium	10	1260	5400	0
graphite 2mm / graphite 2mn	2		3	100	100	Medium	10	623	150	0
pyroceramic / pyroceramic	1		3	150	100	Medium	10	623	5700	0
graphite 2mm / graphite 2mn	2		3	150	100	Medium	10	315	170	0
pyroceramic / pyroceramic	1		3	200	100	Medium	10	315	6000	0
graphite 2mm / graphite 2mn	2		3	200	100	Medium	10	155	190	0

9. 编辑测试程序完毕，点击 Control（测试控制）栏中的“开始测量”按钮进行测试。如下图：



其中信息显示栏用来显示当前 shot 已进行至哪一阶段；“强迫测量”按钮平时隐藏，在温度调整与平衡段会出现，通过点击该按钮可跳过温度调整与平衡过程，强迫开始测量。

10. 测量后数据文件以“*.dat”形式自动保存于 ngbwin\ta\nanoflash\files 路径下，文件名为一串自动生成的八位数字。为便于数据分类管理，可将其拷贝至其它路径，并将其文件名修改为“样品名称.dat”的形式。随后即可在 LFA 分析软件中导入并进行计算分析。

耐驰仪器（上海）有限公司 应用实验室
徐梁
2005. 7.