

前 言

本标准非等效采用美国材料与试验学会 ASTM E 228—1995《用透明石英膨胀仪检测固体材料线性热膨胀的标准方法》，对 GB/T 4339—1984《金属材料热膨胀特性参数测量方法》进行修订。在范围、定义及符号、测试装置、技术要求、操作要点、数值计算与精度分析方法等方面与 ASTM E 228—1995 基本相同。在引用标准、试样尺寸、位移与温度传感器选择与使用等方面与 ASTM E228—1995 有差异。考虑到 TMA 式膨胀计已成为商品仪器中的主要类型之一，本标准增加了 ASTM E831—1993《用热机械分析仪检测固体材料线性热膨胀的标准方法》中有关 TMA 仪的使用规定。由于现代位移传感器的精度可达很高的水平，本标准对膨胀系数的检测范围以及 TMA 法的适用范围不做限定。

本标准此次修订在以下方面进行了修改：

——增加了原理、引用标准、符号定义、石英组件的材质要求和退火工艺及清洗、推杆的形状和尺寸要求及施加在推杆上的力的限定、标准试样数据表、TMA 仪在膨胀测试中的使用方法和精度与偏差等章节及内容；

——扩大了温度适用范围、试样制备、测试装置校正等内容；

——对“测量步骤与变温程序”一节进行了简化整理，侧重于与自动测量有关的规定，并就用 TMA 仪完成膨胀材料检测时，必须进行基线修正；特别是检测低膨胀材料时，对一种材料应至少测试三支试样的明确规定；

——删改了“膨胀仪结构示意图”、“伸长计”、“误差”等过时部分；

——在仪器的选择与校正、精度计算等方面较以前严格。

本标准自实施之日起，代替 GB/T 4339—1984《金属材料热膨胀特性参数测量方法》。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由国家冶金工业局提出。

本标准由冶金信息标准研究院归口。

本标准起草单位：首钢总公司冶金研究院、广州有色金属研究院。

本标准主要起草人：王丽云、李书文、李 昕。

本标准 1984 年 4 月首次发布。

金属材料热膨胀特征参数的测定

GB/T 4339—1999

代替 GB/T 4339—1984

Testing method for thermal expansion characteristic parameters of metallic materials

1 范围

本标准规定了金属材料及其他相关固体材料热膨胀特征参数测量方法的定义及符号、原理、测试装置与要求、试样制备、膨胀仪校正、测量程序、测量结果计算、试验报告、精度与偏差等。

本标准适用于借助由同种熔融石英载体与推杆构成的组件,在-180~900℃温度范围内,检测金属材料试样的线性热膨胀,也适用于陶瓷、耐火材料、玻璃、岩石等具有刚性固体特征的试样的线性热膨胀的检测;若改用高纯度氧化铝的组件,温度范围可扩至1600℃;改用各向同性的石墨,则可扩至2500℃。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 8170—1987 数值修约规则
GB/T 10562—1989 金属材料超低膨胀系数测量方法 光干涉法
JJG 141—1988 工业用铂铑10(铂铑13)-铂热电偶检定规程
JJG 229—1987 工业用镍铬-镍硅、镍铬-考铜热电偶检定规程
JJG 351—1984 工业用铂-铜热电阻检定规程

3 定义及符号

3.1 线性热膨胀

与温度变化相应的试样单位长度上的长度变化,以ΔL/L0表示;其中ΔL是测得的长度变化,L0是基准温度t0下的试样长度。热膨胀常以百分率或百万分之几(10^-6)表示。

一般以20℃为基准温度。

3.2 平均线膨胀系数

在温度t1和t2间,与温度变化1℃相应的试样长度相对变化的均值,以αm表示:

αm = (L2 - L1) / [L0(t2 - t1)] = (ΔL/L0) / Δt (t1 < t2) (1)

由式(1)可见,αm是线性热膨胀(ΔL/L0)除以温度变化(Δt)所得的商,它一般以10^-6℃^-1为单位表达。

3.3 热膨胀率

在温度t下,与温度变化1℃相应的线性热膨胀值,以αt表示:

αt = 1/Li lim (L2 - L1) / (t2 - t1) = (dL/dt) / Li (t1 < ti < t2) (2)

αt亦被称为“瞬间线膨胀系数”,一般以10^-6℃^-1为单位表达。

3.4 符号与单位

- α_m ——平均线膨胀系数, $^{\circ}\text{C}^{-1}$, 常用 $10^{-6}^{\circ}\text{C}^{-1}$;
 α_t ——温度 t 下的热膨胀率, $^{\circ}\text{C}^{-1}$, 常用 $10^{-6}^{\circ}\text{C}^{-1}$;
 L_0 ——温度 t_0 下试样的初始长度, mm;
 L_1 ——温度 t_1 下的试样长度, mm;
 L_2 ——温度 t_2 下的试样长度, mm;
 L_i ——指定温度 t_i 下的试样长度, mm;
 ΔL ——温度 t_1 和 t_2 间试样长度的变化, μm ;
 $(\Delta L)_a$ ——位移传感器示出的试样长度变化值, μm ;
 t_0 ——与初始长度 L_0 对应的温度, $^{\circ}\text{C}$;
 t_1, t_2 ——测量中选取的两个温度 ($t_1 < t_2$), $^{\circ}\text{C}$;
 Δt —— t_2 和 t_1 间的温度差 ($t_1 < t_2$), $^{\circ}\text{C}$;
 m ——测量参照材料膨胀测量值, μm ;
 t ——参照材料真实的或被证实的膨胀值, μm ;
 s ——膨胀仪的熔融石英组件采用的膨胀值或已知膨胀值, μm ;
 A, B ——校正常数, 无量纲。

4 原理

4.1 本测试方法是用单推杆式或管式熔融石英膨胀仪检测作为温度函数的固体材料试样相对于其载体的长度变化。以基本组态区分, 常有各类变体, 包括采用模拟测温被称为“示差膨胀仪”等测试装置, 这些装置的基本使用要求与本标准的规定相同。

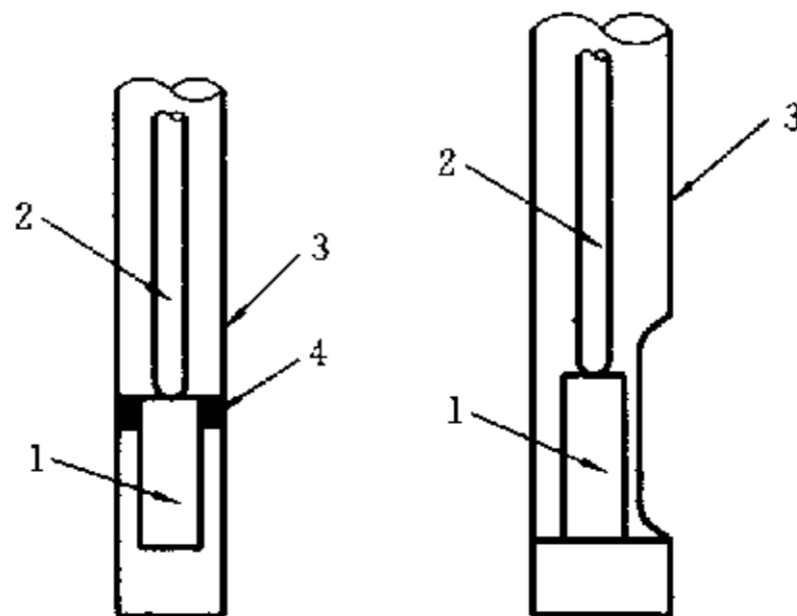
4.2 在整个测试过程中, 无论是采用步进式变温方式, 还是缓慢恒速加热或冷却方式, 都应对温度进行控制。

4.3 据记录的数据完成对线性热膨胀或线膨胀系数的计算。

5 测试装置

5.1 试样载体与推杆或管

5.1.1 试样的载体与推杆或管均由退火的熔融石英构成, 它们将试样长度上的变化传输至传感器上; 推杆的形状和尺寸应保证将载荷作用到试样上而又不需在需要的温度范围内在试样上产生压痕。图 1 示出管与杆的典型形状。



1—试样; 2—透明石英推杆; 3—透明石英外管; 4—适宜的间隙

图 1 试样载体与推杆及试样接触面的典型形状

5.1.2 未经退火加热的熔融石英在 800℃ 以上将产生粘性流变,其热膨胀值会随时间而变化,此种变化的大小将因熔融石英材料的类别而不同。为此推荐下述工艺对膨胀仪的组件及相应的、作为基准用的熔融石英参照试样进行退火,以减小线性热膨胀数据组间的明显差异:

- a) 以 100℃/h 加热到 1 200℃;
- b) 在 1 200℃ 下保温 2 h;
- c) 以 60℃/h 冷却到 1 000℃;
- d) 以 120℃/h 冷却到 600℃;
- e) 以 200℃/h 冷却到室温。

5.1.3 试样载体和推杆应由同牌号的透明石英制成。

5.2 炉子、恒温器和槽

5.2.1 用于在所关心的温度范围内以受控速率均匀加热或冷却试样,低温可达 -180℃,高温可达 900℃。

5.2.2 为保证试样温度的均匀性符合要求,放置试样的炉子或变温室均匀区的长度应大于试样长度。试样中的温度梯度依赖于其长度与直径的比值和炉子的热绝缘质量;调整炉子加热绕组的位置,使其由中心区移向试样端部,可使梯度减小。此外,对于高温下的试验,推荐使用重金属套管或辐射屏。温度控制最好在这样条件下进行:保证控温传感元件有与被测试样相同的温度(辐射加热炉),或使其很靠近加热元件(电阻加热炉)。

5.3 膨胀位移测量系统

5.3.1 由位移传感器将试样与其载体间的膨胀位移的差值转换为适宜输入到数据处理-记录仪的电信号;可有各种类型,如数字编码器、差动的或指针式的转换器等;其精度应满足性能检测要求。例如,在 20~100℃ 温度间隔内,要保证对长度 25 mm、线膨胀系数 $1.0 \times 10^{-6}/\text{℃}$ 试样的检测精度好于 $\pm 0.1 \times 10^{-6}/\text{℃}$,所用位移传感器的测量不确定度应好于 $\pm 85 \text{ nm}$ (见 11.3)。

位移传感器应受到保护,须保证因试验所致传感器中温度的最大变化对其示值无可见影响。

5.3.2 推杆的形状和尺寸应保证将载荷作用到试样上而又不致在需要的温度范围内引致试样产生压痕。本方法所用平直圆形截面推杆的直径为 2~5 mm。

5.3.3 由位移传感器、数据处理-记录仪、试样载体和推杆组成的膨胀位移测量系统应有稳定的零位示值;在系统使用的温度范围内,对与试样载体同质的参照试样测得的表观平均线膨胀系数绝对值应不大于 $0.3 \times 10^{-6}/\text{℃}$ 。

5.4 温度测量系统

此系统由校正了的温度传感器件或器件组与人工的、电子的或其他等效的读出装置构成,要求被检温度示值的不确定度好于 $\pm 0.5 \text{ ℃}$ 。

5.4.1 由于本试验方法涉及的温度范围广,依温度区间的不同,可使用不同类型的传感器件;一般采用 JJG 141 或 JJG 351 检定规程校正的丝状(32 AWG 或更细的丝)或箔状热电偶,以及 JJG 229 规程校正的丝状电阻温度计。

5.4.2 在 190~350℃ 范围内推荐使用 E 型或 T 型热电偶,在 0~900℃ 范围内推荐使用 K、S 及 N 型热电偶;热电偶应定期进行校正检验,以保证在使用过程中不致发生污染或因接点处合金组元的迁移而产生的相变。

5.4.3 当使用热电偶时,应借助冰水槽或不受周围环境温度变化影响的、等效的电子基准装置来保证其参照端为 0℃。

5.4.4 精密测量时温度检测的附加注意事项见附录 A 中的 A4。

5.5 长度检测量具

用来测定试样初始与最终长度的指针式千分尺或卡尺(或其他等效器件),应保证测量不确定度不大于 $\pm 25 \text{ μm}$ 。

6 试样制备

6.1 要求被检试样具有刚性固体特征,即在试验温度和仪器所予应力下,试样的蠕变或弹性应变速率是可忽略的,或者说不会对热长度变化的测量精度产生可见的影响。

6.2 试样长度应服从热膨胀 $\Delta L/L$ 检测精度的需要,最小长度可达 2 mm;依目前商品仪器的水平,推荐试样的最小长度应为 $25 \text{ mm} \pm 0.1 \text{ mm}$,横向尺寸在 3~10 mm 之间。

6.3 试样应轴向均匀,其端面(与载体、推杆间的接触面)的粗糙度应好于 $10 \mu\text{m}$,端面间的不平行度应小于 $25 \mu\text{m}$ (见图 2)。不要采用具有尖端的试样,它在试验中易产生变形。

6.4 增大试样的横截面积有助于防止升温时的试样非弹性蠕变。

6.5 应小心控制长试样中的温度梯度。

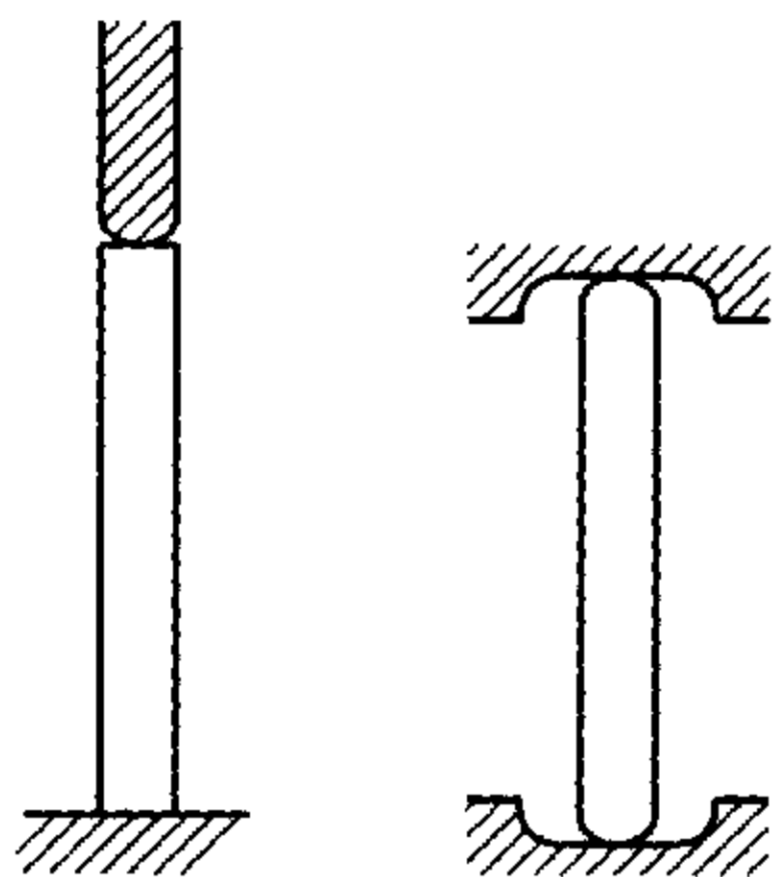


图 2 试样与推杆端部的示意图

7 膨胀测试装置校正

7.1 检测前的准备

检测前,确定测试装置的换算当量或校正常数是完成检测任务的前提条件。

7.2 位移传感器的校正

借助检测一组由精密螺旋测微器确定的位移、一组量块或其他等效的装置来完成位移传感器的校正;对于诸如数字编码器类绝对的传感器可略去此步骤。

7.3 温度测量系统的校正

7.3.1 按照 JJG 141、JJG 229 或 JJG 351 规定的方法完成温度传感器的校正。

7.3.2 对 TMA 的温度校正应达到 $\pm 1^\circ\text{C}$,为此应将一种晶态材料以膨胀检测中所用的速率加热通过其熔点,通过观察施加 5 cN 负载的推杆产生压痕时的温度完成校正;可使用下述高纯度($>99\%$)材料制作的试样:

参比物	熔点, $^\circ\text{C}$
In	156.6
Sn	232.0
Pd	327.5
Zn	419.6
Al	660.4

7.4 热膨胀测试系统的校正

7.4.1 对于整个系统的校正,应至少测量其膨胀值已知、且与被测试样材料尽可能接近的一种参照材料。表 1 和表 2 载有校正用标准参照材料的热膨胀值,表 3 列出可满足一般使用要求的,工业用参照材

料的热膨胀值,应依据具体检测要求,参照表 1 至表 3 选取可利用的材料。

表 1 各种标准参照材料的热膨胀

温度 t °C	SRM738(不锈钢)		SRM739(熔融石英)	
	线性热膨胀 $\Delta L/L_{20}10^{-6}$	热膨胀率 $\alpha_t, 10^{-6} \text{°C}^{-1}$	线性热膨胀 $\Delta L/L_{20}10^{-6}$	热膨胀率 $\alpha_t, 10^{-6} \text{°C}^{-1}$
-193	—	—	-1	-0.07
-173	—	—	-13	-0.53
-153	—	—	-22.5	-0.38
-133	—	—	-28.5	-0.24
-113	—	—	-32	-0.10
-93	—	—	-32.5	0.02
-73	—	—	-31	0.13
-53	—	—	-27.5	0.23
-33	—	—	-22	0.32
-13	—	—	-14	0.39
7	—	—	-6	0.45
20	0	9.76	0	0.48
27	69	9.81	—	—
47	—	—	13.5	0.53
67	466	10.04	24.5	0.56
107	872	10.28	47.5	0.60
147	1 288	10.52	72	0.62
187	1 714	10.76	97	0.63
227	2 149	11.00	122	0.63
267	2 593	11.23	—	—
287	—	—	159	0.61
307	3 408	11.47	—	—
327	—	—	183	0.59
347	3 511	11.71	—	—
367	—	—	206	0.56
387	3 984	11.95	—	—
407	—	—	228	0.54
427	4 467	12.19	—	—
447	—	—	249	0.51
467	4 959	12.42	—	—
487	—	—	269	0.49
507	5 461	12.66	—	—
527	—	—	288	0.47
567	—	—	307	0.44
607	—	—	324	0.42
647	—	—	340	0.40
687	—	—	356	0.38
727	—	—	371	0.37

表 2 Kieselglas K001 标准参照材料的热膨胀

温度 t C	线性热膨胀 $\Delta L/L_0, 10^{-6}$		热膨胀率 $\alpha_t, 10^{-6} \text{C}^{-1}$		平均线膨胀系数 $\alpha_m, 10^{-6} \text{C}^{-1}$	
-170	-2.16	±0.67	-0.565	±0.019	0.013	±0.004
-160	-7.35	±0.55	-0.475	±0.016	0.046	±0.003
-140	-15.15	±0.44	-0.300	±0.011	0.108	±0.003
-120	-19.80	±0.43	-0.160	±0.007	0.165	±0.004
-100	-21.67	±0.43	-0.030	±0.005	0.217	±0.004
-80	-21.09	±0.43	0.085	±0.004	0.264	±0.006
-60	-18.36	±0.41	0.185	±0.004	0.306	±0.007
-40	-13.76	±0.38	0.272	±0.004	0.344	±0.010
-20	-7.57	±0.36	0.346	±0.005	0.378	±0.019
-10	-3.94	±0.34	0.379	±0.005	0.394	±0.038
0	0.00	±0.34	0.409	±0.005	—	—
10	4.23	±0.33	0.436	±0.005	0.423	±0.038
20	8.71	±0.33	0.46	±0.004	0.436	±0.019
40	18.38	±0.35	0.504	±0.004	0.459	±0.010
60	28.81	±0.37	0.538	±0.004	0.480	±0.007
80	39.86	±0.39	0.565	±0.003	0.498	±0.006
100	51.37	±0.41	0.585	±0.003	0.514	±0.005
120	63.22	±0.43	0.599	±0.003	0.527	±0.004
140	75.31	±0.44	0.608	±0.003	0.538	±0.004
160	87.52	±0.44	0.612	±0.003	0.547	±0.003
180	99.78	±0.45	0.613	±0.003	0.554	±0.003
200	112.01	±0.45	0.610	±0.004	0.560	±0.003
220	124.16	±0.45	0.605	±0.004	0.564	±0.002
240	136.18	±0.46	0.567	±0.004	0.567	±0.002
260	148.03	±0.47	0.588	±0.004	0.569	±0.002
280	159.68	±0.48	0.577	±0.004	0.570	±0.002
300	171.10	0.50	0.565	0.004	0.570	±0.002

表 3 (铂与铝的)线性热膨胀值

温度 t C	铂 $\Delta L/L_0, 10^{-6}$	铝 $\Delta L/L_0, 10^{-6}$
-195	-1 756.66	—
-150	-1 420.6	-3 430
-100	-1 024.09	-2 550
-50	-607.96	1 550
0	-176.2	-460
20	0	0
50	286.06	710
100	722.38	1 900
200	1 654.6	4 450
300	2 612.01	7 130
400	3 692.18	10 050
500	4 596.55	13 230
600	5 628.65	16 760
700	6 692.81	—
800	7 793.27	—

7.4.2 可使用下面两个校正常数中的一个:

$$A = [(\Delta L/L_0)_t - (\Delta L/L_0)_s]/(\Delta L/L_0)_m \quad \dots\dots\dots(3)$$

或

$$B = (\Delta L/L_0)_t - (\Delta L/L_0)_m \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: $(\Delta L/L_0)_t$ ——标准参照材料真实或被证实的热膨胀;

$(\Delta L/L_0)_m$ ——由膨胀仪测得的标准参照试样的热膨胀;

$(\Delta L/L_0)_s$ ——膨胀仪试样载体已知的热膨胀。

7.4.3 校正膨胀仪时用的试验条件和程序应与检测试样时的相同,例如,试样长度、温度历程、环境气氛等都应尽可能相同。

7.4.4 显示试样载体与推杆间膨胀差值的观测值应予修正;对于 TMA 仪,此值被作为基线值或基线变化值,它可由不装设试样时的空白运行获得,最好由装入与推杆同质的试样的测量运行中获得。

7.5 校正适用范围

采用本标准规定的校正方法,在 900℃以下,采用不同组件可获相同的精度;但在 900℃以上,由于缺少性能可靠的参照材料及实验室数据间的比较,难以确定测试装置在总的温度范围内的精度和偏差。

8 测试程序

8.1 测试方法

可采用任何与本标准所描述的装置等效的、以计算机及电子仪器为基础的设备与数据分析系统进行检测;当有争议时,采用本标准所描述的人工测量方法。

8.2 测试步骤

依赖于所用装置及测量要求的不同,下述步骤可能不都是或不总是需要的。

8.3 测试前的清洗

8.3.1 在 500℃以上受热的熔融石英将会因遭受碱性化合物的污染而产生晶化;为防止此种现象的发生,在每次测试前,应以下述工艺对熔融石英组件进行清洗:在 10%的氢氟酸水溶液中浸泡 1 min,然后用蒸馏水彻底漂洗。

8.3.2 为防止再受碱性化合物的污染,在测量结束前不得用手触及清洗后的熔融石英组件。

8.4 热膨胀测试前的准备

8.4.1 在室温下,测量试样热膨胀检测方向上的初始长度。

8.4.2 在确认试样表面不受其他物质污染的前提下,将其置入膨胀仪,保证其位置稳定。

8.4.3 将温度传感器置于试样中部位置,应使其尽可能逼近试样,又不致影响试样在其载体中的运动。

8.4.4 确保位移传感器、推杆、试样间有可靠的接触。

8.4.5 将装配好的膨胀测量系统放入炉子、恒温器或它们的组合体中,使试样温度与其环境温度相平衡。

8.4.6 应将适当的微量载荷作用在推杆上,以保证它与试样间的接触。依赖试样的可压缩性与温度范围的不同,这个力应在 1~100 mN 之间,推荐取 30~50 mN。为标示零负载,应采用精密地逐渐增加载荷的测量操作,并将施加的力注在报告上。

8.4.7 记录温度传感器的初始读数 t_0 和与 L_0 相应的位移传感器的初始读数。

8.5 自动测量

8.5.1 在整个需要的温度范围内测量试样的膨胀(收缩),直至最高温度。

8.5.2 亦可采用速率不大于 5℃/min 的恒速加热或冷却的测量程序;在高精度的测试中,这个速率的上限值应为 3℃/min。变温测量时试样中的平均温度一般与测得的温度不同(加热时低些,冷却时高些),但如果系统已用参照材料正确地校正过,测得的试样的膨胀值仍是准确的。应连续记录温度和长度变化的读数。

8.5.3 试验结束后,如果试样长度与其初始值间的相对变化可能影响测量结果的报出,应考虑重新检验,亦可在报出膨胀值时记入这个永久变形。

8.6 精密测量

8.6.1 精密测量一般这样操作:采用阶梯式升温(或冷却)方式,各点保温时间由位移传感器达到示值稳定的时间决定,保温过程中的温度变化不得大于 $\pm 2^\circ\text{C}$,试样内的温度梯度不得超过 $0.5^\circ\text{C}/\text{cm}$;这个保温时间是膨胀测试装置与试样总的热质量(热容)的函数,并因温度的不同而变化。在每个恒定的温度下,读取并记录温度 t_i 和试样变化了的长度 L_i 。

8.7 TMA 仪应用

8.7.1 采用 TMA 仪进行测试前,在不装入试样的条件下,据上述 8.4.4~8.4.7,采用所选定的试验参数,检测测量仪器的基线;特别在低膨胀试样的检验中,对试样 ΔL 的测量值一般必经仪器基线修正。

8.7.2 当以 TMA 仪完成低膨胀材料的检测时,对一种材料应至少测试三个试样;仅对参照试样可重复检验。

9 测量结果计算

9.1 依赖于所使用的校正常数的不同,计算试样线性热膨胀的公式分别为:

$$\Delta L/L_0 = A(\Delta L/L_0)_a + (\Delta L/L_0)_s \quad \dots\dots\dots(5)$$

或

$$\Delta L/L_0 = (\Delta L/L_0)_a + B \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中: $\Delta L/L_0$ ——指定温度范围内试样的热膨胀;

$(\Delta L/L_0)_a$ ——指定温度范围内膨胀仪的热膨胀测量值;

$(\Delta L/L_0)_s$ ——指定温度范围内膨胀仪载体已知的热膨胀;

A——由(3)式确定的校正常数;

B——由(4)式确定的校正常数。

在一般检验中,推荐按式(5)报出结果。

9.2 线性热膨胀的计算值除以相应的温度差 $\Delta t = t_2 - t_1$ 得到平均系数(见式(1)):

$$\alpha_m = (\Delta L/L_0)/\Delta t \quad \dots\dots\dots(7)$$

9.3 由指定温度下试样长度变化与温度关系曲线上的斜率 dL/dt 来确定热膨胀率;这个斜率可据作图法由标绘图确定,亦可由数据的拟合方程算出(见式(2)):

$$\alpha_t = (1/L_t)dL/dt \quad \dots\dots\dots(8)$$

9.4 在相关量的计算中,应保持所有参与运算的参量的位数,测量的精度水平由最终结果体现并以三位有效数字报出。

10 试验报告

报告应包括下述内容:

- a) 关于制造者、材料化学成分及其受热、加工历程的描述;
- b) 试样的制备方法,各向异性材料的轴向方向以及试样所经受的热的、机械的、湿度的或其他处理的细节;
- c) 试样的形状和尺寸,包括初始长度 L_0 和基准温度 t_0 ;
- d) 所用装置的简明描述,包括膨胀位移和温度测量系统、精度估算、加热与冷却速率、温度控制和气氛;
- e) 列出使用的参照物质及对包括膨胀位移传感器、温度传感器在内的整个膨胀测试系统的校正方法;
- f) 在指定的温度区间内,展示线性热膨胀、测量温度及平均线膨胀系数的数据表;

- g) 关于 $(\Delta L/L_0)$ 对 t 、 α_m 对 t 、 α_t 对 t 的标绘曲线,其中 α_m 是据通用参照温度或基准温度算出的;
- h) 关于试样异常现象的完整描述,诸如:试验后在参照温度下试样显示的永久变形、过度氧化、起皮、变色、形变、裂纹、开裂等所有可能影响对试验结果说明的因素;
- i) 满足被检材料特殊要求的任何附加信息。

11 精度和偏差

11.1 本标准规定的测量方法属于比较法,其测量精度低于属于绝对法的光干涉法(见 GB/T 10562 规定的方法);它通常用于线膨胀系数不小于 $5 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ 的材料检测;如果传感器的精度及装置的稳定性满足要求,亦可用此法检测低膨胀材料。

11.2 热膨胀和平均线膨胀系数的精度和偏差,与温度和长度相对变化的测量同时性有关。

11.2.1 测量不确定度一般由长度和温度重复测量中的精度和偏差构成,但也可能涉及可干扰测量的其他因素,例如试样位置可重现性的变化、施加到传感器上的电压波动等。

11.2.2 系统偏差通常较大并可能有多种来源,这包括长度与温度测量的准确度、试样平均温度与温度传感器指示温度间的偏差、由位移传感器的非线性所致的偏差、试样载体与推杆间及其与试样间的温度差异、熔融石英膨胀的假定值与实测值间的偏差以及试样与推杆间附加的表面接触的影响等。对于选定的位移传感器和温度传感器,可通过提高操作质量来减小随机误差,而系统误差只能借助对各独立组元及对整个系统的认真校正来减小。

11.3 可从对长度和温度的测量精度估算出以熔融石英膨胀测试装置重复测量多种材料线性热膨胀时 $(\Delta L/L_0)$ 的不确定度,这种估算方法是:

$$\delta(\Delta L/L_0) = \pm 2[(\delta E)^2 + (\alpha_t L_0 \delta t)^2]^{1/2}/L_0 \quad \dots\dots\dots(9)$$

- 式中: $\delta(\Delta L/L_0)$ ——热膨胀测量不确定度,无量纲;
- δE ——膨胀位移传感器检测不确定度,mm;
- δt ——温度传感器检测不确定度, $^\circ\text{C}$;
- α_t ——温度 t ($^\circ\text{C}$)下的热膨胀率, $^\circ\text{C}^{-1}$;
- L_0 ——试样初始长度,mm。

由于对 L_0 的测量不确定度一般足够小,可略此项。示例:

$$L_0 = 0.025 \text{ m}, \delta E = \pm 85 \text{ nm}, \alpha_t = 1.0 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}, \delta t = 0.5^\circ\text{C}$$

时检测 $(\Delta L/L_0)$ 的不确定度估计值为:

$$\delta(\Delta L/L_0) = \pm \frac{2}{0.025} [(85 \times 10^{-9})^2 + (1 \times 10^{-6} \times 0.025 \times 0.5)^2]^{1/2} = 6.9 \times 10^{-6} \dots\dots\dots(10)$$

据式(9)可得出重复检测中测量值之间最大差异的估计值为:

$$\delta(\Delta L/L_0)_{\max} = \pm \frac{2}{L_0} (\delta E \alpha_t L_0 \delta t) \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中各量同(9)式。

11.4 平均线膨胀系数检测精度的估算值可由下式得出:

$$\frac{\delta \alpha_m}{\alpha_m} = \left(\frac{\delta(\Delta L/L_0)}{\Delta L/L_0} + \frac{\delta t}{\Delta t} \right) \times 100\% \quad \dots\dots\dots(12)$$

- 式中: $\delta \alpha_m/\alpha_m$ ——测量温度范围内平均线膨胀系数检测精度,%;
- $\delta(\Delta L/L_0)$ ——热膨胀测量不确定度,无量纲;(见式(10)或(11));
- $\Delta L/L_0$ ——热膨胀值,无量纲;
- δt ——温度传感器检测不确定度, $^\circ\text{C}$;
- Δt ——测量温度范围, $^\circ\text{C}$ 。

示例:继 11.2 中的例子,对 $\alpha_m = 1.0 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ 的试样,若测量温度范围为 $20 \sim 100^\circ\text{C}$,则 $\Delta t = 80^\circ\text{C}$,由于

$(\Delta L/L_0) = \alpha_m \Delta t = 1.0 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C} \times 80^\circ\text{C} = 80 \times 10^{-6}$, 已知 $\delta t = 0.5^\circ\text{C}$, 故代入(10)式数值后, 由式(12)算出测量精度为 10%。

11.5 采用符合本标准规定的、仔细校正的熔融石英膨胀测试装置, 在 $25 \sim 400^\circ\text{C}$ 温度范围内, 对硼硅酸盐玻璃、铜、钨线性热膨胀 95% 置信水平检测的精度可达 4%。

注: 900°C 以上, 由于缺少性能可靠的参照材料及各实验室数据间的比较, 难以确定测量系统在整个温度范围内的精度和偏差。

附录 A

(标准的附录)

热膨胀测试的补充规定

A1 基准温度

A1.1 一般以 20℃ 作为基准温度 t_0 , 以 20℃ 下的试样长度作为基准长度 L_0 。在实际测量中, 常以初始温度 t_1 下的长度 L_1 代替 L_0 , 若由此所得平均线膨胀系数为 α'_m , 则两者间的关系为:

$$\alpha_m = \alpha'_m / [1 + \alpha_{t_1, t_0}(t_0 - t_1)] \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中 α_{t_1, t_0} 为试样在温度 t_1 与 t_0 间的平均线膨胀系数。

A1.2 生产检验中, 可忽略室温变化对试样长度值的影响。

A2 试样

A2.1 为保证测量结果的重现性, 对试样的一般检测应在热的或机械的加工或处理之后进行; 对某些材料, 特别是复合材料, 在检测前, 试样应先经稳定化处理(预处理)以去除应力或畸变; 当不了解试样的原始状态时, 可在试样安装好后, 加热到最高测量温度, 保温 1 h, 炉冷到室温, 此后再进行热膨胀测量。

A2.2 当以热电偶进行测温时, 若对执行 8.5 条所获得的测量结果有疑问或为提高测温的准确性, 可在试样中点处打出直径 1.0~1.5 mm 的孔, 其深度应不小于试样半径, 以便插入热电偶。

A3 位移传感器

应依测量要求选择位移传感器的测量范围、最小分度及放大倍数; 放大倍数越大, 测量灵敏度越高, 但同时伴有数据的重现性下降。

A4 测温用热电偶

A4.1 当测量温度时, 即使温度传感器不与试样直接接触, 也应防止由于好的热交换所致的偏差; 这个偏差是由流出或流入试样及热电偶接点的热流产生的, 可通过减小接点附近热偶丝上的温度梯度来将这种热流减至最小。例如, 可在与试样温度相近的空间内将偶丝绕一圈或两圈, 此时将使温度梯度移至该区间内偶丝的中点至炉子边缘之间。

A4.2 当热电偶接点不与试样直接接触时, 将使加热或冷却过程中的温度测量不准确; 温度传感器的尺寸一般对温度的超前或滞后影响不大。这种温度偏差依赖于传感器与试样间的距离、试样尺寸、试样材料的辐射率和热扩散率以及所采用的加热或冷却速率。

A4.3 在 800℃ 以上不应使用镍铬-镍铝电偶; 此时可用铂-铂铑电偶, 建议用耐热玻璃焊封其接点, 以防止污染。

A5 保护气氛

A5.1 对于一般金属材料, 在 400℃ 以上的测量中, 应在加热炉中通入氩气或氮气; 除非事先做好细致的校正工作, 否则不应在真空中进行测量。

A5.2 当以 TMA 型装置进行膨胀测试时, 需以氮气或氩气等惰性气体作为净化试样环境的工具。

A6 报告

A6.1 测量结果报至 10^{-7} 位(单位: $^{\circ}\text{C}^{-1}$); 数字修约执行 GB/T 8170 中的有关规定。

A6.2 依产品使用要求, 可适当简化报告内容。