



中华人民共和国国家标准

GB/T 4339—2008

代替 GB/T 4339—1999、GB/T 10562—1989

金属材料热膨胀特征参数的测定

Test methods for thermal expansion characteristic
parameters of metallic materials

2008-10-10 发布

2009-05-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 符号和说明	2
5 方法综述	2
6 测试装置及要求	2
7 试样制备	3
8 装置校正	4
9 测试程序	7
10 计算	8
11 精度和偏差	8
12 试验报告	9
附录 A (资料性附录) 本标准章条编号与 ASTM E 228-06 章条编号对照	10
附录 B (资料性附录) 本标准与 ASTM E 228-06 技术性差异及其原因	13
附录 C (规范性附录) 热膨胀测试的补充规定	14
附录 D (资料性附录) 金属材料超低膨胀系数测量方法 光干涉法	15

前 言

本标准修改采用 ASTM E 228-06《用推杆法测量刚性材料线性热膨胀的试验方法》。

为了方便比较,在附录 A 中列出了本标准章条编号和 ASTM E 228-06 章条编号的对照一览表。

考虑到我国国情,在采用 ASTM E 228-06 时进行了修改。这些技术性差异用垂直单线标识在它们所涉及的条款的页边空白处。在附录 B 中给出了技术性差异及其原因的一览表以供参考。

本标准代替 GB/T 4339—1999《金属材料热膨胀特征参数的测定》和 GB/T 10562—1989《金属材料超低膨胀系数测量方法 光干涉法》。

本标准与 GB/T 4339—1999 相比,在技术内容上主要有如下变化:

- 修改了标准的适用范围(GB/T 4339—1999 的第 1 章);
- 修改了规范性引用文件(GB/T 4339—1999 的第 2 章);
- 修改了定义及符号(GB/T 4339—1999 的第 3 章);
- 将“原理”修改为“方法综述”,并增加了关于“TMA”的内容(GB/T 4339—1999 的第 4 章);
- 删除了对载体和推杆进行处理的规定(GB/T 4339—1999 的 5.1.2);
- 增加了对参照材料 W、Cu 热膨胀数据的有关规定(GB/T 4339—1999 的 7.1.4);
- 修改了对校正常数的规定并补充了常用的透明石英的平均线膨胀系数值(GB/T 4339—1999 的 7.4.2);
- 删除了“校正适用范围”的规定(GB/T 4339—1999 的 7.5);
- 删除了试样热膨胀计算公式(5),并将原公式(6)中的 B 改为 A(GB/T 4339—1999 的 9.1);
- 删除了用长度和温度的测量精度进行热膨胀测量精度估算的规定(GB/T 4339—1999 的 11.3);
- 增加了 2 000 ℃以下测量精度估算的规定并删除了相应的“注”(GB/T 4339—1999 的 11.5);
- 增加附录 D《金属材料超低膨胀系数测量方法 光干涉法》。

本标准附录 A、附录 B 和附录 D 均为资料性附录;附录 C 是规范性附录。

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归口。

本标准起草单位:北京北冶功能材料有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:李丽敏、李昕、冯超、任翠英。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 4339—1984、GB/T 4339—1999;
- GB/T 10562—1989。

金属材料热膨胀特征参数的测定

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、测试装置及要求、试样制备、装置校正、测量程序、测量结果计算、试验报告、精度与偏差等。

本标准规定了用推杆式膨胀仪检测刚性固体材料的线性热膨胀,这适用于借助由同种熔融石英载体与推杆构成的组件,在 $-180\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度范围内,检测金属材料试样的线性热膨胀,也适用于对陶瓷、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,检测温度范围可扩大至 $1\ 600\text{ }^{\circ}\text{C}$;改用各向同性的石墨,则可扩大至 $2\ 500\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 8170 数值修约规则

JJG 141 工作用贵金属热电偶检定规程

JJG 229 工业铂、铜热电阻检定规程

JJG 351 工作用廉金属热电偶检定规程

3 术语和定义

3.1

线性热膨胀

$\Delta L/L_0$

与温度变化相应的试样单位长度上的长度变化,以 $\Delta L/L_0$ 表示;其中 ΔL 是从起始温度 t_0 至所需温度 t 间观测到的长度变化, L_0 是环境温度 t_0 下的试样的原始长度。热膨胀常以百分率或百万分之几(10^{-6})表示。

一般以 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 为基准起始温度;若采用的温度不同于 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$,在报告中应予注明。

3.2

平均线膨胀系数

α_m

在温度 t_1 和 t_2 间,与温度变化 $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 相应的试样长度的相对变化,以 α_m 表示:

$$\alpha_m = (L_2 - L_1) / [L_0(t_2 - t_1)] = (\Delta L/L_0) / \Delta t (t_1 < t_2) \dots\dots\dots (1)$$

由式(1)可见, α_m 是线性热膨胀($\Delta L/L_0$)除以温度变化(Δt)所得的商,单位名称为每摄氏度,它一般以 $10^{-6}\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ 为单位表达。

3.3

瞬间线膨胀系数

α_t

在温度 t 下,与温度变化 $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 相应的线性热膨胀值,以 α_t 表示,其定义见公式(2):

$$\alpha_t = \frac{1}{L_t} \lim_{t_2 \rightarrow t_1} \frac{L_2 - L_1}{t_2 - t_1} = (dL/dt) / L_t (t_1 < t_2 < t_2) \dots\dots\dots (2)$$

亦被称为“热膨胀率”，一般以 $10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ 为单位表达。

4 符号和说明

A ——校正常数,无量纲;

L_0 ——环境温度 t_0 下试样的原始长度,单位为毫米(mm);

L_1 ——温度 t_1 下试样的试样长度,单位为毫米(mm);

L_2 ——温度 t_2 下试样的试样长度,单位为毫米(mm);

L_i ——指定温度 t_i 下的试样长度,单位为毫米(mm);

ΔL ——温度 t_1 和 t_2 间试样长度的变化,单位为微米(μm);

$(\Delta L)_a$ ——位移传感器示出的试样长度变化值,单位为微米(μm);

α_m ——平均线膨胀系数,常用 $10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ 表示,单位为每摄氏度($^\circ\text{C}^{-1}$);

α_t ——温度 t 下的热膨胀率,常用 $10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ 表示,单位为每摄氏度($^\circ\text{C}^{-1}$);

t_0 ——与原始长度 L_0 对应的温度,单位为摄氏度($^\circ\text{C}$);

t_1, t_2 ——测量中选取的两个温度($t_1 < t_2$),单位为摄氏度($^\circ\text{C}$);

Δt —— t_2 和 t_1 间的温度差($t_1 < t_2$),单位为摄氏度($^\circ\text{C}$)。

5 方法综述

5.1 采用步进式变温方式或缓慢恒速变温方式对温度进行控制,利用推杆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。

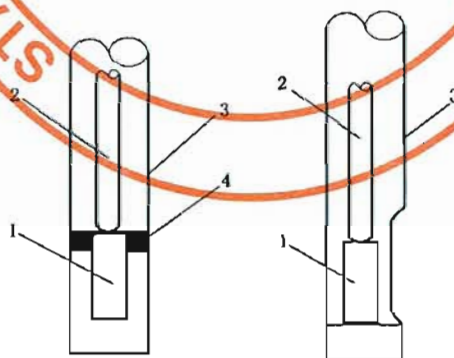
5.2 以基本组态区分,常有各类变体,包括采用模拟测温的、被称为“示差膨胀仪”等测试装置,对这些装置的基本要求与本标准的规定相同。

5.3 热机械分析仪(TMA)多半具有膨胀仪的功能,它具有自动化程度高、试样尺寸较小的优点;但如果采用小尺寸的试样,从测量精度考虑,则一般只能检测聚合物等高膨胀材料。

6 测试装置及要求

6.1 试样载体与推杆或管

6.1.1 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

6.1.2 试样载体和推杆应由同牌号的透明石英制成,两者热膨胀特征参数间的差异应在±1%以内。

6.2 炉子、恒温器和槽

6.2.1 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℃。

6.2.2 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的条件下进行: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)。

6.3 膨胀位移测量系统

6.3.1 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、光信号;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25mm、平均线膨胀系数 $1.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 试样的检测精度好于 $\pm 0.1 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$,所用位移传感器的测量不确定度应好于±85nm(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。

6.3.2 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导致试样产生压痕。本方法所用平直圆形截面推杆的直径为2mm~5mm。

6.3.3 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 $0.3 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 。

6.4 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优于±0.5℃或不大于整个温度范围的±1%。

6.4.1 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、JJG 351检定规程校正的丝状($\phi 0.5$ mm或更细的丝)、箔状热电偶,以及JJG 229规程校正的丝状电阻温度计。

6.4.2 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型、S型及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受到污染或排除因接点处合金组元的迁移而产生的相变。

6.4.3 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℃。

6.4.4 精密测量时温度检测的附加注意事项见附录C中的C.4。

6.5 长度检测量具

用来测定试样原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±25μm。

7 试样制备

7.1 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产生可见的影响。

7.2 试样长度 L_0 应服从热膨胀 $\Delta L/L_0$ 检测精度的需要,依目前商品仪器的水平,推荐试样的最小长度应为25mm±0.1mm,横向尺寸在3mm~10mm。

7.3 试样应轴向均匀,其端面(与载体、推杆间的接触面)的粗糙度 R_a 应不大于 $10\ \mu\text{m}$,端面间的不平行度应小于 $25\ \mu\text{m}$ (见图 2)。

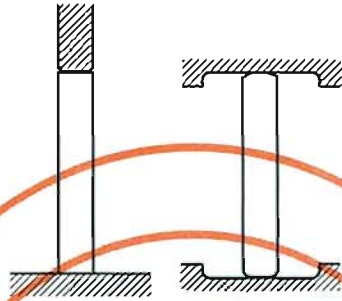


图 2 试样与推杆端部的示意图

不应采用具有尖端的试样,它在试验中易产生变形。

7.4 增大试样的横截面积有助于防止升温时试样的非弹性蠕变。

7.5 应控制长试样中的温度梯度,保证试样上的温度不均匀性在 $\pm 2\ ^\circ\text{C}/50\ \text{mm}$ 。

8 装置校正

8.1 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。

8.2 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。

8.3 温度测量系统的校正

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

8.3.2 对 TMA 的温度校正应优于 $\pm 1\ ^\circ\text{C}$,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 $5\ \text{cN}$ 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
Pb	327.5
Zn	419.6
Al	660.4

8.4 热膨胀测试系统校正

8.4.1 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 给出了校正用标准参照材料的热膨胀值,表 2 列出可满足一般使用的要求的、工业用参照材料的膨胀值。其中,铂的数据可用至 $1\ 300\ ^\circ\text{C}$;钨的数据,在空气中用至 $300\ ^\circ\text{C}$,在惰性气体中为 $1\ 500\ ^\circ\text{C}$;铜的数据,在空气中用至 $300\ ^\circ\text{C}$,在惰性气体中为 $800\ ^\circ\text{C}$ 。应依据具体检测要求,参照表 1 或表 2 选取可利用的材料。

表 1 标准参照材料的热膨胀

温度 $t/^\circ\text{C}$	不锈钢(SRM738)		熔融石英(SRM739)	
	线性热膨胀 $(\Delta L/L_0)/10^{-6}$	热膨胀率 $\alpha_t/(10^{-6}^\circ\text{C}^{-1})$	线性热膨胀 $(\Delta L/L_0)/10^{-6}$	热膨胀率 $\alpha_t/(10^{-6}^\circ\text{C}^{-1})$
-193			-1	-0.07
-173			-13	-0.53
-153			-22.5	-0.53
-133			-28.5	-0.38
-113			-32	-0.24
-93			-32.5	-0.10
-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 工业用参照材料线性热膨胀值

温度 $t/^\circ\text{C}$	钨 $(\Delta L/L_0)/10^{-6}$	铂 $(\Delta L/L_0)/10^{-6}$	铜 $(\Delta L/L_0)/10^{-6}$	铝 $(\Delta L/L_0)/10^{-6}$
-233	(-875)		(-3 235)	
-213	(-850)		(-3 158)	
-195		-1 756.66		
-193	(-811)		(-3 018)	
-173	(-760)		(-2 829)	
-153	(-700)		(-2 605)	
-150		-1 420.60		-3 430
-133	(-633)		(-2 353)	
-113	(-560)		(-2 080)	
-100		-1 024.09		-2 550
-93	(-482)		(-1 792)	
-73	(-401)		(-1 492)	
-50		-607.96		-1 550
-23	(-189)		(-707)	
0	(-49)	-176.2	(-331)	-460
20	0	0 (0)	0	0
50	(134)	286.06 (266)	(500)	710
100	(359)	722.38 (720)	(1 354)	1 900
150	(814)		(2 228)	
200		1 654.60 (1 652)	(3 121)	4 450
250	(1 045)		(4 033)	
300	(1 278)	2 612.01 (2 610)	(4 961)	7 130
350	(1 515)		(5 907)	
400	(1 754)	3 692.18 (3 590)	(6 870)	10 050
450	(1 996)		(7 852)	
500	(2 240)	4 596.55 (4 591)	(8 853)	13 230
600	(2 733)	5 628.65 (5 617)	(10 919)	16 760
700	(3 232)	6 692.81 (6 674)	(13 072)	
800	(3 736)	7 793.27 (7 766)	(15 323)	
900	(4 250)		(17 688)	
1 000	(4 775)		(10 063)	
1 100	(5 311)		(11 264)	
1 200	(5 858)		(12 500)	
1 300	(6 415)		(13 777)	
1 400	(6 984)		(15 111)	
1 500	(7 571)		(16 507)	
1 600	(8 183)			
1 700	(8 803)			

注：与括号内数据相应的试样的化学纯度为 99.99%。

8.4.2 应使用公式(3)中的校正常数:

$$A = (\Delta L/L_0)_i - (\Delta L/L_0)_m \dots\dots\dots(3)$$

式中:

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

$(\Delta L/L_0)_m$ ——由膨胀仪测得的标准参照材料的热膨胀。

在 20 °C 至 700 °C 间,透明石英平均线膨胀系数 $\alpha_m = (0.52 \pm 0.02) \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$,其他见表 3。

表 3 透明石英的平均线膨胀系数

温度范围/°C	α_m 数值/ $10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
20~100	0.54
20~200	0.57
20~300	0.58
20~400	0.57

8.4.3 校正膨胀仪使用的试验条件和程序应与检测试样时相同,例如:试样长度、温度历程、环境气氛等都应尽可能相同。

8.4.4 显示试样与载体和推杆间热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。

9 测试程序

9.1 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作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精密测量方法。

9.2 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。

9.3 测试前的清洗

9.3.1 在 500 °C 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,建议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。

9.3.2 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。

9.4 测试前的准备

9.4.1 在室温下,测量试样热膨胀检测方向上的原始长度 L_0 。

9.4.2 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。

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

9.4.4 确保位移传感器、推杆、试样间有可靠的接触。

9.4.5 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。

9.4.6 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,这个力一般应在 0.1 N~1 N 之间;如果可能减小,推荐取 30 mN~50 mN。为标示零负载,应采用精密地逐渐增加载荷的操作方法,并将施加的力注在报告上。

9.4.7 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。

9.5 自动测量

9.5.1 在整个需要的温度范围内测量试样的膨胀(收缩)值,直至最高温度。

9.5.2 可采用速率不大于 5 °C/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 °C/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的校正过,测得的试样的膨胀值仍是准确的。应连续记录温度和长

度的变化值。

9.6 精密测量

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 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,试样内的温度梯度不得超过 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{cm}$;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 和试样变化了的相应长度 L_i 。

9.7 试验结束后,如果试样长度与其原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录这个永久变形。

9.8 热机械分析仪(TMA)应用

9.8.1 采用热机械分析仪(TMA)进行测试前,在不装入试样的条件下,据上述9.4.4~9.4.7,采用所选定的试验参数运行,检测并记录测量仪器的基线;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。

9.8.2 当以热机械分析仪(TMA)完成低膨胀材料的检测时,对一种材料一般应至少测试3个试样;仅对标准参照试样可重复检验。

10 计算

10.1 计算试样线性热膨胀的公式如公式(4)所示:

$$\Delta L/L_0 = (\Delta L/L_0)_0 + A \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$\Delta L/L_0$ ——指定温度范围内试样的热膨胀;

$(\Delta L/L_0)_0$ ——指定温度范围内膨胀仪的热膨胀测量值;

A——由公式(3)确定的校正常数。

10.2 线性热膨胀的计算值除以相应的温度差 $\Delta t = t_2 - t_1$ 得到的平均系数[见公式(1)]:

$$\alpha_m = (\Delta L/L_0)/\Delta t \quad \dots\dots\dots(5)$$

10.3 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;这个斜率可根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)]:

$$\alpha_t = (1/L_i)dL/dt \quad \dots\dots\dots(6)$$

10.4 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,一般以3位有效数字报出。

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(见附录D);它通常用于线膨胀系数不小于 $0.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 的材料检测;如果传感器的精度及装置的稳定性满足要求,亦可用本方法检测低膨胀材料。

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

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 系统偏差较大并有多种来源,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少随机因素的影响,而系统偏差只能借助对各独立组元及对整个系统的认真校正来消除或减小。

11.3 平均线膨胀系数检测精度的估算值可由式(7)得出:

$$\frac{\delta\alpha_m}{\alpha_m} = \left(\frac{\delta(\Delta L/L_0)}{\Delta L/L_0} + \frac{\delta t}{\Delta t} \right) \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

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；

$\Delta L/L_0$ ——热膨胀值，无量纲；

δt ——温度传感器检测不确定度，单位为摄氏度(°C)；

Δt ——测量温度范围，单位为摄氏度(°C)。

11.4 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 °C ~ 400 °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%。

11.5 基于本标准规定的技术要点，采用氧化铝或石墨为推杆和载体的高温膨胀仪，在 2 000 °C 以下，可获得相近的精度和偏差。

11.6 要确定热膨胀测量值的精度，必须用热膨胀值已知的、可再现的参照材料对膨胀仪进行校正。

12 试验报告

如需要，试验报告应包括下述内容：

- a) 关于制造者、材料化学成分及受热、加工历程的描述；
- b) 试样的制备方法，各向异性的轴向方向以及试样所经热的、机械的、湿度或其他处理的细节；
- c) 试样的形状和尺寸，包括原始长度和基准温度；
- 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) 列出使用的参照材料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 $(\Delta L/L_0)-t$ 、 α_m-t 、 α_t-t 的描绘曲线，其中 α_m 是根据通用的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试验结果而需要加以说明的因素；
- i) 满足被检材料特殊要求的任何附加信息。

附 录 A
(资料性附录)

本标准章条编号与 ASTM E 228-06 章条编号对照

表 A.1 给出了本标准章条编号与 ASTM E 228-06 章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准章条编号与 ASTM E 228-06 章条编号对照

本标准章条编号	对应 ASTM E 228-06 章条编号
1	1、1.1、1.2
2	2
3	3
3.1	3.3.1
3.2	3.3.2
3.3	3.3.3
4	3.2
5	4
5.1	4.1
5.2	4.2
5.3	—
6	7
6.1	7.1
6.1.1	7.1.1
6.1.2	7.1.1
6.2	7.1.2.1
6.3	7.1.3
6.3.1	7.1.3.1、7.1.3.2、7.1.3.3、7.1.3.4
6.3.2	—
6.3.3	6.2.6
6.4	7.1.4、7.1.4.1
6.4.1	7.1.4.1
6.4.3	注 5
6.5	7.2
7	8
7.1	8.2.4、8.2.5
7.2	8.1
7.3	8.2.1
7.4	6.2.1
7.5	8.1

表 A.1 (续)

本标准章条编号	对应 ASTM E 228-06 章条编号
8	9
8.1	—
8.2	9.1
8.3.1	9.2
8.3.2	—
8.4	9.4
8.4.1	X1.1
8.4.2	9.4.2
9.4.1	10.1
9.4.2	10.2
9.4.4	10.3
9.4.5	10.4
9.4.7	10.5
9.5.2	10.6.2
9.6	10.6.1
9.7	10.7
10	11
10.1	11.1
10.2	11.2
10.3	11.3
10.4	11.4
11	13
11.1	13
11.2	13.1
11.2.1	13.1.1
11.2.2	13.1.2
11.4	13.3
11.5	13.4
11.6	5.3
12	12
—	12.1
a)	12.1.1
b)	12.1.2
c)	12.1.3
d)	12.1.4

表 A.1 (续)

本标准章条编号	对应 ASTM E 228-06 章条编号
e)	12.1.5
f)	12.1.6
g)	12.1.7
h)	12.1.8
i)	12.1.9
附录 A	—
附录 B	—
附录 C	—
附录 D	—

附录 B
(资料性附录)

本标准与 ASTM E 228-06 技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 ASTM E 228-06 技术性差异及其原因的一览表。

表 B.1 本标准与 ASTM E 228-06 技术性差异及其原因

本标准的章条编号	技术性差异	原因
1	增加了“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、测试装置及要求、试样制备、装置校正、测量程序、测量结果计算、试验报告、精度与偏差等”及“若改用高纯度氧化铝的组件,检测温度范围可扩大至 1 600 ℃;改用各向同性的石墨,则可扩大至 2 500 ℃”等内容	使对材料的要求和方法技术内容的描述更为明确、严谨
4.3	将关于 TMA 的 3.3.4.1 并入本标准的“方法综述”部分	对热机械分析仪的应用作了规定,与后续内容呼应
5	修改了 ASTM E 228-06 第 7 章的相应内容:增加“一般采用 JJG 141、JJG 351 检定规程校正的丝状(φ0.5 或更细的丝)、箔状热电偶,以及 JJG 229 规程校正的丝状电阻温度计”和“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 型、S 型及 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受到污染或排除因接点处合金组元的迁移而产生的相变”等内容	适应国情,对测试装置的内容描述更明确
6.2、6.3	修改了 ASTM E 228-06 8.1 中关于试样尺寸的规定	满足国内不同测试设备的需要
7.4.1	补入了参照材料 W、Cu 热膨胀的数据	为高温测量结果的精度和偏差提供依据
7.4.2	补入了关于透明石英平均线膨胀系数的数据	为膨胀仪的校正提供依据
8.5.2	修改了 ASTM E 228-06 10.6.2 中关于加热速率的规定	满足国内实际测试需要

附 录 C
(规范性附录)
热膨胀测试的补充规定

C.1 基准温度

C.1.1 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 , 则两者关系为:

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

式中:

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

C.1.2 生产检验中, 可忽略室温变化对试样长度值的影响。

C.2 试样

C.2.1 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。

C.2.2 当以热电偶进行测温时, 若对执行 8.4 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 mm~1.5 mm 的孔, 其深度应不小于试样半径, 以便插入热电偶。

C.3 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。

C.4 测温用热电偶

C.4.1 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。

C.4.2 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。

C.4.3 在 800℃ 以上不应使用镍铬-镍铝电偶, 建议用耐热玻璃焊封其接点, 以防止污染。

C.5 保护气氛

C.5.1 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。

C.5.2 当以 TMA 型装置进行测量时, 需以氮气或氩气等惰性气体作为净化试样环境的工具。

C.6 报告

C.6.1 测量结果报至 10^{-7} (单位: $^{\circ}\text{C}^{-1}$); 数字修约执行 GB/T 8170 中的有关规定。

C.6.2 依产品使用的要求, 可适当简化报告内容。

附录 D

(资料性附录)

金属材料超低膨胀系数测量方法 光干涉法

D.1 范围

本方法规定了用菲索光干涉法测定 $-195\text{ }^{\circ}\text{C}$ 至 $+100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 间金属材料的热膨胀特征参数;本方法的温度范围由设备条件和校正用参照试样的特征决定,可以扩大或缩小。

本方法的具体规定主要适用于具有低膨胀特性的金属材料的平均线膨胀系数的测量;作为热膨胀特征参数的绝对测量法,其测量精度显著高于推杆式膨胀仪、热机械分析仪等比较测量法,校正用参照材料的热膨胀特征参数测定是本方法的主要用途之一。

D.2 方法综述

D.2.1 通过观测与试样膨胀(收缩)相应的干涉条纹的变化,从而借助光的波长量度这种变化来完成测量,属于绝对测量法。

D.2.2 采用菲索光干涉法来完成测量:柱形试样的顶部和底部分置两块光学平板,称为“干涉片”,上下干涉片间有一定的夹角,投射的激光束经它们反射后发生干涉,形成干涉条纹;试样的膨胀或收缩引致光程差的变化,造成条纹移动,检测条纹的变化,并把它还原为长度变化,即可完成测量,见图 D.1。

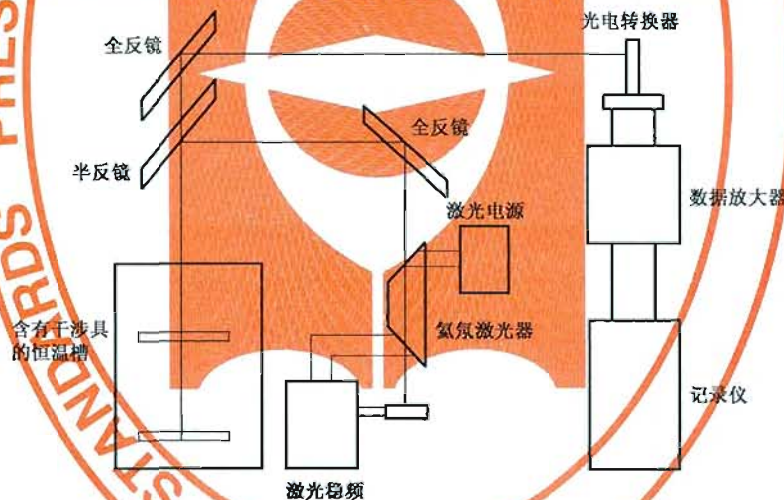


图 D.1 菲索干涉仪工作原理示意图

D.3 测试装置

D.3.1 长度测量装置

D.3.1.1 使用卧式测长仪或其他可满足要求的量具,测量环境温度 t_0 时的试样原始长度 L_0 ,其最小分度应不大于 0.01 mm 。

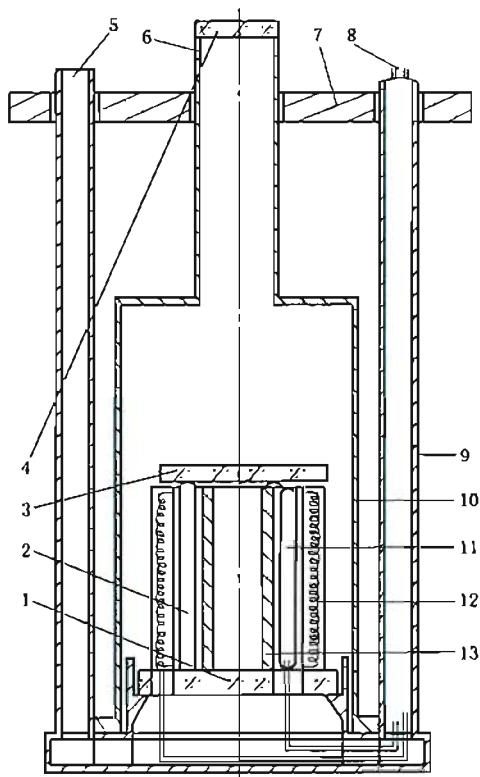
D.3.1.2 干涉仪的光学平板由具有光学品质的透明石英制成,平板应抛光到可见光的十分之一波长,顶板与地板间应有 $15'\pm 5'$ 的夹角,顶板的下表面应经过研磨以消除反射,底板的上表面和顶板的下表面可涂敷以得到条纹的最佳能见度。

D.3.1.3 使用波长已知的单色光源,推荐使用氦氖激光光源。可用游丝测微计或条纹记录器测量干涉条纹的移动,应读到二十分之一一个条纹间距。

D.3.2 温度测量装置

D.3.2.1 用铂电阻温度计测量试样的温度,其测温灵敏度应好于 $0.03\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

D.3.2.2 变温用恒温槽如图 D.2 所示,用电阻丝加热,用液氮或液氮制冷。在试样区内,横向温度的最大偏差应不大于 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$,纵向温度的最大偏差应不大于 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。恒温槽的控温水平应不大于 $\pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。



干涉具:

- 1— 下干涉片;
- 2— 试样(3支);
- 3— 上干涉片;
- 4— 透光玻璃。

其他部分:

- 5— 抽真空口;
- 6— 真空密封筒;
- 7— 支架;
- 8— 测温器具引线;
- 9— 恒温器吊杆;
- 10— 恒温槽壁;
- 11— 铂电阻温度计(3支);
- 12— 加热丝;
- 13— 圆筒状试样夹具。

图 D.2 含有干涉具的恒温槽示意图

D.3.3 膨胀仪

D.3.3.1 推荐的菲索干涉膨胀仪如图 D.3 所示。

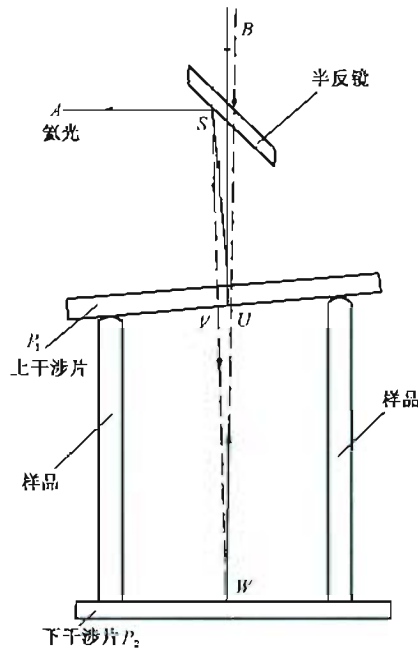


图 D.3 菲索干涉膨胀仪线路方框图

D.3.3.2 光源的频率应稳定,以保证测量条纹移动的偏差达到不大于 ± 0.05 个条纹的水平。

D.4 试样

D.4.1 在严格的检测中,要求在被检材料的不同部位取样,加工成所需尺寸的试样,试样为棒状(或管状),以同一部位制取的三支试样为一组,在一般的检测中,对同一炉号只需一组试样。

D.4.2 推荐试样长度为 50 mm。过短时测量灵敏度降低,过长时试样轴向温度不均匀性加大。

D.4.3 当试样长度取 50 mm 时,直径应取 3 mm 至 3.5 mm。试样一端面为圆头,见图 D.4。

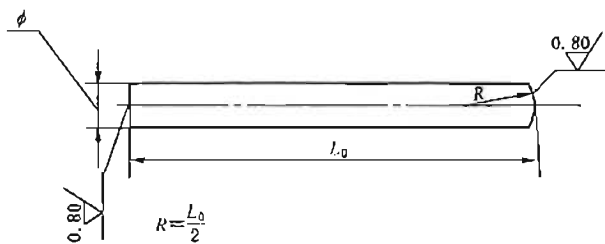


图 D.4 试样形状示意图

D.4.4 为获得可复现的测量结果,应消除与热膨胀行为无关的可导致长度附加变化的影响因素。为此,测试前对样品进行稳定化处理是必要的(见 D.9)。

D.5 校正

D.5.1 测试前,必须对所使用的膨胀仪进行校正。

D.5.2 校正用参照试样的物理特征参数应与待测试样尽可能接近,常用的参照材料热膨胀值见表 1 和表 2。

D.5.3 膨胀仪的校准是将标样放入图 D.3 所示干涉具内的装样夹具中,在需要的温度范围内将标样加热或冷却,将测量得出的计算值与标样的标称值比较,当测量的温度差为 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,平均线膨胀系数的最大偏差应不大于 $6 \times 10^{-8}\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$,否则应进行维修。

D.6 测试程序

- D.6.1 修磨同组接近等长的3支试样,直至置入装样夹具后能产生最佳的干涉条纹为止。
- D.6.2 在基准温度 t_0 下测量3支试样的长度 L_0 ,安装好试样。
- D.6.3 抽真空,使真空度好于 $1.3 \text{ Pa}(1 \times 10^{-2} \text{ Torr})$ 。
- D.6.4 调整好光接收仪器。
- D.6.5 开始变温测量,变温速率应不大于 $3 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 。

D.7 计算

- D.7.1 在非索干涉膨胀仪中,热膨胀 $\Delta L/L_0$ 为:

$$\Delta L/L_0 = N\lambda/2L_0n_2 + (n_1 - n_2)/n_2 \quad \dots\dots\dots(\text{D.1})$$

式中:

- N ——温度由 t_1 变到 t_2 时,通过参考点读到的或条纹记录器收到的干涉条纹数(含小数部分);
- λ ——产生条纹的光在真空中的波长(要求4位有效数字以上);
- n_1 ——干涉具内气压为 p 的气体在温度 t_1 下的折射率;
- n_2 ——干涉具内气压为 p 的气体在温度 t_2 下的折射率。

注:在 288 K 、 100 kPa 的环境条件下,空气中氩的黄色光的折射率为 $1.000\ 277\ 1$,汞的绿色光的折射率为 $1.000\ 277\ 9$ 。当气压 p 不大于 $1.3 \text{ Pa}(1 \times 10^{-2} \text{ Torr})$ 时,式(D.1)为:

$$\Delta L/L_0 = N\lambda/2L_0 \quad \dots\dots\dots(\text{D.2})$$

将式(D.1)及温度 t_1 和 t_2 代入式(1),即可得出平均线膨胀系数 α_m 。

- D.7.2 将样品长度对温度曲线上温度 t 处的斜率和样品长度 L_0 代入式(D.2),即可得出瞬间线膨胀系数。可用数学分析或作图法得出 $L(t)$ 曲线的斜率。
- D.7.3 计算中对数字不取舍,以两位有效数字报出最终结果;在正常情况下,平均线膨胀系数的测量精度好于 $\pm 0.04 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ 。

D.8 试验报告

如需要,试验报告一般应包括下述内容:

- 对材料的描述,包括牌号、化学成分、加工的历史;
- 试样的制备方法,包括热加工、机加工以及热处理工艺;若材料是各向异性的,则应列出试样的轴向方向;
- 试样的形状、尺寸及环境温度和相应的长度;
- 对测试全过程的简述,包括试样膨胀和温度测量系统、加热和冷却速度、温度控制方法、精度估算及环境条件等;
- 对测量结果所列表格,包括测量温度 t 、温度间隔 Δt 、所对应的膨胀量 ΔL 或线性热膨胀 $\Delta L/L_0$ 、平均线膨胀系数 α_m 、瞬间线膨胀系数 α_t ;
- 画出 $\Delta L/L_0$ 与 t 、 α_m 与 t 及 α_t 与 t 的关系曲线;
- 对试样测量前、后的所有可影响结果的异常行为都要进行完整的描述;
- 对材料的特殊用途所需的任何附加信息。

D.9 部分材料的稳定化热处理参考工艺

D.9.1 Fe-Ni36 合金

Fe-Ni36 合金的稳定化热处理一般用三段处理。首先,将样品在空气中加热到 $830 \text{ }^\circ\text{C}$ 保温 20 min ,淬水,达到均匀化;然后,将样品在空气中加热到 $310 \text{ }^\circ\text{C}$ 回火 1 h ;最后,再将样品加热到 $95 \text{ }^\circ\text{C} \sim 100 \text{ }^\circ\text{C}$

稳定化时效 48 h。

Fe-Ni36 合金的稳定化热处理也可用于消除应力处理。首先,将样品加热到 310 ℃~350 ℃保温 1 h,空冷;然后,将样品加热到比样品同炉的产品最高使用温度高 10 ℃后,再将样品冷却到比该产品最低使用温度低 10 ℃,这样反复(2~3)次后冷却至室温。

Fe-Ni36 合金在上述两种处理中,都应注意其在居里点 205 ℃附近应缓冷。

D.9.2 Fe-Ni₃₂Co₄Cu 合金

Fe-Ni₃₂Co₄Cu 合金的稳定化热处理同 D.9.1 的热处理工艺。

D.9.3 Fe-Co₅₄Cr_{9.5} 合金

Fe-Co₅₄Cr_{9.5} 合金的稳定化、强化热处理工艺是:900 ℃保温 1 h 冷却至室温,在 450 ℃保温 5 min。

D.9.4 含铜量为 99.97% 的无氧铜稳定化热处理工艺是:530 ℃~540 ℃退火。