

JJF（有色金属）XXX—XXXX
热膨胀仪校准规范(编制说明)

预审稿

2024-4

热膨胀仪校准规范

编制组

主编单位： 国标（北京）检验认证有限公司

一、 工作简况

1 立项目的

热膨胀系数是材料的一个重要的热物理性能参数，在航空航天、新材料开发等高新技术领域，及石油化工、建筑节能、制冷空调等领域都有明显的科学意义和重要的工程应用价值，是科学研究的基础。利用热膨胀仪，可以测量材料的线膨胀与收缩、玻璃化转变温度、软化点温度、相变温度，研究烧结过程，优化烧结工艺，作反应动力学研究等。

目前用于测量热膨胀系数的方法主要有顶杆式间接法、望远镜直读法和激光测量法。顶杆法是一种经典方法，采用机械测量原理，即将试样的一端固定在支持器的端头上，另一端与顶杆接触，试样、支持器和顶杆同时加热，试样与这些部件的热膨胀差值被顶杆传递出来，并被测量。这类仪器由于试样位置(立式或卧式)、膨胀量的测量方法(直接测量、电子或光学方法)而区分成多种型号的仪器。

目前膨胀仪常用的传感器 LVDT 为位移传感器，其上连有推杆，通过与样品的接触获取样品长度的变化信号。其中推杆对样品的作用力很小，原则上对样品无影响，可忽略。样品则处于可控温的炉体中。在程序温度（线性升温、降温、恒温及其组合等）过程中，由于顶杆和支持器尺寸较长，高温炉的加热条件难于使温度分布均匀一致，顶杆和支持器之间的膨胀量难以相互抵消，使用 LVDT 监测到长度变化实际上是试样、推杆和试样载体的热膨胀矢量和。如何准确地采用顶杆法测试出试样的线膨胀系数，就需要通过标准物质进行校准以扣除支架与推杆系统长度变化所引起的系统误差，以保证结果的准确一致及可溯源。

目前，国内外尚无热膨胀仪的检定校准规程或规范等指导性文件用于评定热膨胀仪的示值误差和确保测量值准确。因此，有必要制定《热膨胀仪校准规范》，为指导、有效开展对热膨胀仪的校准工作提供详细的校准程序及技术指标，保证量值的准确。

2 任务来源

随着工业的发展，材料线膨胀系数对材料研发、结构设计的影响越来越被重视，促使热膨胀仪的生产单位和使用单位越来越多，热膨胀仪生产企业包括德国耐驰、德国林赛斯、美国 TA、日本理学、国产有冠测、柯锐欧等仪器厂家。使用单位包括很多第三方检测机构，例如：国标（北京）检验认证有限公司、北京理化检测中心、中国中检检验认证有限公司等。如何保证材料热膨胀仪的量值统一和测试结果准确可靠、互认，建立统一的热膨胀仪的校准方法，实现对热膨胀仪进行定期校准的有据可依就变得至关重要。

工业和信息化部以工厅科[2023]476号文下达了《工业和信息化部办公厅关于印发2023计量规范制修订计划的通知》，其计划号为：JJFZ(有色金属)007-2023，计划完成年限为2025年。

3 项目编制组单位简况

3.1 编制组成员单位

3.1.1 本标准的编制组单位为：国标（北京）检验认证有限公司、北京航空航天大学测试中心、耐驰科学仪器商贸（上海）有限公司。编制组成员单位均是我国有色金属行业的主要计量及科研研制单位。

3.2 主编单位简介

3.2.1 国标（北京）检验认证有限公司

国标（北京）检验认证有限公司是我国有色行业的材料研究和材料检测的权威机构。该公司运行着国家有色金属质量监督检验中心，于 1985 年开始筹建并承担检验任务。1990 年通过国家技术质量监督检验检疫总局的审查认可，2001 年通过实验室“三合一”认可。是我国有色行业金属材料检测的权威机构。中心拥有雄厚的技术力量，先进的仪器，齐全的分析方法，以及与国际接轨的质量管理体系（ISO/IEC 17025），承接了国家质量监督抽查、实施生产许可证产品的质量检验、方圆产品认证检验、产品质量鉴定、质量评价和仲裁检验等任务。同时，研究开发新的检验技术和方法；培训检验人员和技术咨询；承担和参加国家标准、行业标准的制定和修订工作，负责和参与起草制订国家标准 150 余项，行业标准 70 余项。

在铝及铝合金材料的监督检验方面，该公司具备深厚的基础，承担了大量的分析检测任务和标准起草制定工作。实验室配备有 ICP-MS、ICP-ES、GD-MS、光谱仪、氧氮氢测定仪等一系列化学分析仪器，可对铝及铝合金材料进行全元素定性和定量分析。实验室配备了万能材料试验机及相关配套设备，可进行高低室温下的拉伸、压缩、剪切等力学性能试验，以及弯曲、扩口、压扁、杯突等工艺性能的检测、配备有高周、低周和弯曲疲劳试验机及高、低温环境箱，可进行高、低、室温下的高周疲劳和弯曲疲劳性能，以及室温下的低周疲劳、裂纹扩展速率、断裂韧性、腐蚀疲劳等性能的检测。配备了多种硬度检测设备，可进行布氏、洛氏、维氏、韦氏等硬度检测。另外还可开展铝及铝合金的应力腐蚀、剥落腐蚀、盐雾腐蚀等抗腐蚀性能的检测，以及持久蠕变试验、冲击试验、热分析、粗糙度、电性能、密度、涂层性能等参数的检测，基本涵盖了铝及铝合金产品监督检验的领域范围。

本单位积极组织编制组各次工作会议，开展相关的校准，有效组织参编单位多次对标准的各版《征求意见稿》进行认真的讨论和审议，提出大量有益的意见和建议，在编制组中发挥了牵头作用。

3.3 成员单位简介

3.3.1 耐驰科学仪器商贸（上海）有限公司

德国耐驰（NETZSCH），总部位于德国 Selb，是热分析、热物性测量与旋转流变仪器的专业厂商，致力于研发多功能、高灵敏度、高可靠性的热分析仪器与流变仪，广泛适用于材料研发、质量控制、失效分析等。德国耐驰在全球 37 个国家设立了 130 个销售和制造中心，超过 3000 名员工保证为客户提供及时快捷的专业服务。现拥有多项专利技术，多次获得全球重大科学技术革新大奖。

进入中国二十多年来，耐驰在上海、北京、广州、成都等多个城市设立了分支机构和技术服务中心，并且在上海设立了应用实验室以及备件仓库，为客户提供强大的技术支持和完善的售后服务。除丰富的产品外，耐驰还为中国用户定制了中文版的操作和分析软件、中文操作说明书以及中文应用资料。耐驰的技术专家每年定期举办用户交流会和技术讲座，并根据用户需求提供定制化高级应用培训。迄今，耐驰仪器在国内已拥有数千用户，遍布工业领域的研发及质量检验部门，各知名高校研究所，国家权威产品检验部门及国防前沿材料研究领域的国家重点实验室等。

3.3.2 北京航空航天大学分析测试中心

北京航空航天大学分析测试中心（The Analysis & Testing Center, Beihang University）成立于 2022 年 11 月，定位为校级公共服务支撑平台，在资产与实验室管理处的业务指导和协调支持下，负责校内公共平台的运行、维护和开放共享，是一个集约化公共服务平台为中心、多个协同测试平台为支撑的综合测试服务平台。

中心位于沙河校区四号楼，建筑面积约 3350 m²，下设专家委员会、责任教授和 7 个分室（电镜中心、物理性能、化学分析、力学性能、原子尺度原位制备、分子尺度原位反应、极端条件表征分析）及 1 个综合服务办公室。中心在建设专班领导下开展日常运行服务，设有专职实验技术人员和运行管理人员 30 人。

分析测试中心拥有 120 余台套仪器设备，资产总值约 3.3 亿元。分测中心按照“共建共享、发挥效益、有偿服务”的原则，分成“集约服务平台”和“协同服务平台”运行管理，通过建立物联网智能管理模式，对实验仪器进行购置、更新、保养、维护、使用的全生命周期管理，实现面向校内外用户的开放共享。

集约服务平台放置通用分析测试设备，共有 80 余台套，其中单价 500 万以上仪器设备 11 台套，单价 1000 万以上仪器设备 2 台套，目前有场发射扫描透射电镜、双束显微镜、硬 X 射线近常压 XPS、无损亚微米 X 射线分析仪、脉冲波谱仪、纳米飞行时间二次离子质谱仪、超高分辨率多级环形离子淌度质谱系统、极低温强磁场综合测量系统、超高分辨激光共聚焦荧光光谱仪等。

协同服务平台由学院与分析测试中心协同建设和管理运行，放置特色专业分析测试设备，约有 40 台套，目前有双球差矫正透射电镜、原子分辨透射电镜、场发射电子探针显微分析仪、激光共焦拉曼光谱仪等。

分析测试中心以显微结构分析、化学成分与结构分析、基础物理性能分析、材料力学

性能分析等分析测试业务为核心，以新材料原位生长/超高时空分辨原位表征、多场环境下物理化学性质的分子级精准原位表征、极端条件物理特性分析表征等为特色，为学校物理、化学、材料、环境、电子、生医、医工、空环、机械、航空、宇航、力学、交通、能源动力、仪器光电、集成电路等学科，提供委托测试、协同测试和自行测试等多样化分析测试服务，同时面向全校学生开展实验类课程的实训及虚拟类实验课程、科研课堂、科普教学以及技能培训设计与开发。此外，中心定期组织学术交流活动，促进学校学科交叉融合。分析测试中心规划通过三年时间逐步建设、建成、建好，将是学校本科生及研究生的教学实践平台，是本科生实验类课程、科研课堂、毕业设计、学科竞赛、课外科技活动的重要基地。

4 主要工作过程

4.1 预研阶段

编制组内部经实地调研，就规范包含的内容、主要技术指标等问题进行了讨论，确定规范起草的主导思想和起草原则，对起草组人员的工作进行了分配，并对制定规范的技术指标及拟使用的方法进行现场验证。了解使用单位需求情况并进行测试试验，选取有代表性的仪器品牌并对其分类，收集相关技术材料。

4.1.1 规范内容的确认

通过本实验室使用以及参考市场常用设备，如德国耐驰、德国林赛斯、美国TA、日本理学、国产有冠测、柯锐欧等仪器厂家，目前实验室常用设备为耐驰DIL402型号的石英推杆适用范围为-150℃~500℃的热膨胀仪。经调研和自己使用发现发现，目前热膨胀仪对设备校准的参数需求多为零位示值变化、升温速率示值误差、平均线膨胀系数示值误差和重复性误差，所以确认以上几项参数为主要校准项目。

4.2 立项阶段

预研工作完成后，由国标（北京）检验认证有限公司提交项目申请书等材料，工业和信息化部以工厅科[2023]476号文下达了《工业和信息化部办公厅关于印发2023计量规范制修订计划的通知》，其计划号为：JJFZ(有色金属)007-2023，计划完成年限为2025年。

4.3 起草阶段

4.3.1 任务讨论会

2023年12月~2024年4月，由国标公司编制组对规范进行起草。经过多次的讨论，现场试验和数据采集后，完成了规范的讨论稿。

2024年4月25日，在长沙召开规范研讨会，此次会议有色金属行业10余家企事业单位20余名代表参加，与会专家对此标准讨论稿进行了热烈的讨论，并对规范讨论稿提出了修改意见，对次规范的术语定义、关键技术指标、校准方法进一步讨论和明确，具体意

见见表 1。在会议上进行了本规范的任务落实，会上确定了耐驰科学仪器商贸（上海）有限公司、北京航空航天大学分析测试中心为参与单位，并明确了本规范的工作安排及时间节点。

表 1 有色金属计量技术规范研讨会会议纪要-长沙

参会单位及人员		具体见签到表扫描件/复印件			
拟参与编制单位		耐驰科学仪器商贸（上海）有限公司、北京航空航天大学分析测试中心			
时间节点安排		2025 年完成规范报批			
后续拟征求意见单位 (可包括编制组单位)					
序号	标准章 条 编号	意见内容	提出单位及 提出人 (可简写)	处理意见	备注
1	引言	删除被测对象为固体材料的限定	国标（北京） 樊志罡	全部采纳	
2	2 引用文件	修改为本规范没有引用文件	有色标准计 量质量研究 所 闫雁楠	全部采纳	
3	3.1 术语 定义	修改“基线”的定义	国标（北京） 樊志罡	全部采纳	
4	6.1.3 校 准条件	“仪器周围不应有影响明显震动”修改为“仪器周围不应有影响校准的震动”	有色标准计 量质量研究 所 闫雁楠	全部采纳	
5	7.3 升温 速率示 值误差	T ₁ 和 T ₂ 温度要列出具体多少度	国标（北京） 樊志罡	全部采纳	
6	7.4.2 平 均线膨 胀系数 示值误 差和重 复性误 差	ΔT 的解释需要进一步明确	国标（北京） 樊志罡	全部采纳	

下一步要求（讨论会）：2024 年 5 月 15 日之前应修改完成征求意见稿及编制说明，发相关的企事业单位广泛征求意见，不少于 1 个月。根据征求意见情况填写意见汇总处理表，并应于 2024 年 10 月 30 日之前根据征求意见情况修改完成预审稿及编制说明。

二、规范编制原则和确定主要内容

（一） 编制原则

- 第一、保证有色行业的特殊性和适用性
- 第二、保证校准规范的规范性
- 第三、保证校准规范的可操作性

（二） 确定主要内容

1 范围

本规范适用于被测材料为金属材料及其他固体材料的推杆式（石英支架）热膨胀仪在室温～500℃的校准，其他支架的膨胀仪例如氧化铝陶瓷、石墨支架其他温度范围的也可以参考本规范。

2 引用文件

本规范没有引用文件

3 术语

3.1 位移基线修正 baseline correction

在程序温度控制下，热膨胀仪由于自身系统部分（包括支架、推杆）随着温度升高引起的长度变化所引起的系统误差，需要在已知膨胀系数的标准样品测试曲线上予以扣除。

3.2 平均线膨胀系数 average linear expansion coefficient

平均线膨胀系数是表征物体热膨胀性质的物理量。当温度升高 ΔT 时，物体单位长度的变化。

4 概述

推杆式热膨胀仪是指位移传感器上连有推杆，通过与样品的接触获取样品长度的变化信号。其中推杆对样品的作用力很小，原则上对样品无影响，可忽略。样品则处于可控温的炉体中。在程序温度（线性升温、降温、恒温及其组合等）过程中，使用位移传感器监测连续测量样品的长度变化。其设备示意图如图1所示

加热炉

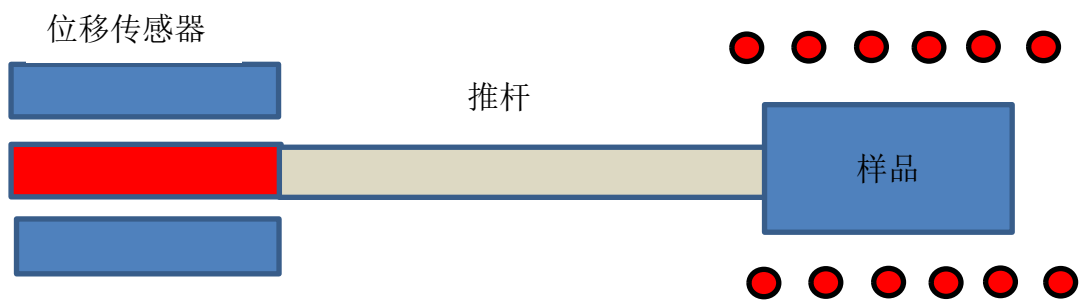


图1

5 计量特性

热膨胀仪的计量特性见表1。

表1

校准项目	技术指标
零位示值变化	$\pm 5\mu\text{m}$
升温速率示值误差	$\pm 0.5^\circ\text{C}/\text{min}$
平均线膨胀系数示值误差	$\pm 4\%$
平均线膨胀系数重复性误差	$\leq 3\%$

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度： $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ ，相对湿度：不大于80%。

6.1.2 仪器周围不得有明显冷热源影响。

6.1.3 仪器应安放在稳固的实验台上，并调节至水平状态，仪器周围不应有影响校准的震动。在校准过程中不要触碰实验台，以消除干扰。

6.2 测量标准及其他设备

6.2.1 卡尺：测量范围不小于 10mm，最大允许误差 $\pm 25\mu\text{m}$ 。

6.2.2 电子秒表：分辨力不大于 0.01s

6.2.3 热膨胀系数标准物质

有证热膨胀系数石英标准物质，热膨胀系数不确定度不大于 3%。

7 校准项目和校准方法

7.1 校准前检查和准备

7.1.1 校准前检查

仪器应具有清晰、完整、准确的名称、型号、制造厂、出厂编号等标识。

仪器各部件齐全且连接良好，各旋钮、按键及相应软件应能正常工作，无影响使用性能的缺陷。

7.1.2 校准前准备

至少提前2~3h打开仪器循环水浴，提前1h打开设备主机和计算机电源等各测试用设备。随后检查样品支架和推杆是否保持清洁（如果发现有污染可通入空气气氛进行快速清洁模式进行空烧），打开高纯氩气或氮气，检查气源压力是否符合要求（气体流速一般为50~100mL/min）。

7.2 零位示值变化

热膨胀仪保持空载，氩气或氮气的流速设置为50mL/min，将顶杆顶到与支架右端接触，以获取位移传感器信号，负载设置为常用的200mN，程序运行后位移示值自动清零，在25℃恒温30min，待程序结束后，分析数据和图形，找出位移传感器信号变化的最大值dLmax。

7.3 升温速率示值误差

热膨胀仪保持空载，氩气或氮气的流速设置为50mL/min，将顶杆顶到与支架右端接触，以一定的升温速率 v_0 （一般为3~10℃/min）将热膨胀仪从温度 $T_1=25℃$ 升至温度 $T_2=500℃$ ，当温度传感器温度显示 T_1 时电子秒表开始计时，经历时间 t ，温度变为 T_2 ，按照公式(1)计算热膨胀仪升温速率示值误差 Δv

$$\Delta v = v_0 - \frac{T_2 - T_1}{t} \quad (1)$$

式中：

T_1 —升温开始温度为25℃；

T_2 —升温结束温度为500℃；

Δv —升温速率示值误差，℃/min；

t —计时时间间隔，min；

v_0 —升温速率设定值，一般为3~10℃/min。

注：如需校准其他支架类型的热膨胀仪的升温速率，可参照上述方法进行。

7.4 平均线膨胀系数示值误差和重复性误差

7.4.1 基线修正

根据热膨胀仪的特点，在升温测试中，其中除样品本身膨胀外，其余所有系统部分（包括支架、推杆，在某些情况下还包括置于样品两侧的垫片）也会发生膨胀，因此在正式校准前应根据实验条件，提前做好仪器的测量基线，即用卡尺测出石英热膨胀系数标准样品在环境温度（20±5）℃的初始长度 L_0 ，在样品支架内装入标准样品并稳定后，推杆的负载设置为常用的200mN，选择升温速率为3~5℃/min，温度范围设置为25~500℃，待设备稳定后进行试验，得到了对应的温度程序基线。

注：有多种标准样品（氧化铝、石英、蓝宝石）可供选择，用根据所校准设备的推杆类型选择一种标样进行校准测试（一般对于石英支架的校验使用石英标样，氧化铝支架的校验使用氧化铝标样）。

7.4.2 平均线膨胀系数示值误差和重复性误差

待炉温降至25℃以下时，确认在样品支架内平稳地装入标准样品后，按7.4.1的试验条件设置好试验程序后测试标准样品，在测量过程中按采样间隔记录各温度采样点时的样品长度变化量 ΔL 。测量过程完成后，可以进行标准样品的平均线膨胀系数的计算。

根据式（2）计算材料的平均热膨胀系数：

$$\alpha_t = \frac{1}{L_0} \times \frac{\Delta L}{\Delta T} \quad (2)$$

式中：

α_t —温度为区间 ΔT 时材料的平均热膨胀系数， K^{-1} ；

L_0 —样品初始长度，通常指在（20±5）℃时的长度，mm；

ΔT —温度测量区间，通常选取（50~100）℃；

ΔL —为样品在温度测量区间 ΔT 长度的变化量

按照上述试验方法再重复进行实验1次，变温速率与测量温区等各测量设定参数保持不变，记录测量数据，计算得到2组平均热膨胀系数测量结果。按照公式3计算材料的平均线膨胀系数误差。

$$q = \frac{\overline{\alpha_t} - \alpha_s}{\alpha_s} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

q —平均线膨胀系数的相对误差；

$\overline{\alpha}_t$ —2组材料平均线膨胀系数的算术平均值，K⁻¹；

α_s —标准样品在对应温度区间的平均线膨胀系数标准值，K⁻¹；

按公式（4）计算平均线膨胀系数示值重复性S，

$$S = \frac{|\alpha_{t1} - \alpha_{t2}|}{\overline{\alpha}_t} \times 100\% \quad (4)$$

式中：

S—平均线膨胀系数示值重复性误差；

$\overline{\alpha}_t$ —2组材料平均线膨胀系数的算术平均值，K⁻¹；

三、 实践检测情况

国标（北京）检验认证有限公司根据本规范对 DIL402 热膨胀仪进行了全计量特性的校准，内容详见校准报告。

四、 标准水平分析

本校准规范的制定将为我国材料热膨胀仪的量值统一提供方法保证，确保热膨胀系数测量结果准确、有效、可靠、互认，为在全国范围内建立材料热膨胀系数的量传溯源体系提供依据，为航空航天，芯片制造，核能源安全，医药生产中材料的正确使用提供技术支持。

五、 与现行相关法律、法规、规章及相关规范，特别是规范的协调性

本规范所引用的规范均为我国现行有效的计量规范及规范，是本标准的一部分，引用这些规范及规范后，使本规范的要求与现行的相关法律、法规、规章及相关规范规范的关系不矛盾、不冲突，其相互关系非常协调。

六、 标准中涉及的专利或知识产权说明

本标准不涉及任何专利或知识产权。

七、 重大分歧意见的处理经过和依据

（无）。

八、 贯彻规范的要求和措施建议

随着工业的发展热膨胀系数在产品质量的影响越来越大，因而越来越被重视，促使材料热膨胀仪的生产单位和应用企业越来越多，保证材料热膨胀仪的量值统一和数据准确可靠，统一材料热膨胀仪校准方法变得越来越重要。因此，本规范发布后，中国有色金属行业协会和有色金属行业计量技术委员会应加强本规范的宣传力度，促进第三方实验采用此标准对热膨胀仪按照测试标准的要求进行校准和使用，为我国航空航天、芯片制造，核能源安全材料的使用和提供支持。

九、 废止现行有关规范的建议

（无）。

十、 产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效益

本规范发布后将在我国有色金属行业得到广泛的应用，使用该设备的生产厂家众多，使用厂家也多，且随着我国“城市改造、城市建设、城市绿化，保护环境”、“一带一路”和“中国制造 2025”战略的实施，随着工程建筑行业的科技进步和快速发展。本规范的顺利制定将进一步推动产品的质量提升，市场潜力巨大，经济效益巨大。