

JJF

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF XXXX-XXXX

材料热膨胀仪校准规范

Calibration Specification for Dilatometers

(报批稿)

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局发布

材料热膨胀仪校准规范
Calibration Specification for
Dilatometers

⌈ = = = = = = = = = = = = = =
|| JJF ××××-××××××
⌋ = = = = = = = = = = = = = =

归口单位： 全国新材料与纳米计量技术委员会

主要起草单位：

参与起草单位：

本规范委托全国新材料与纳米计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

参加起草人：

目 录

引 言.....	II
1 范围.....	3
2 引用文件.....	3
3 概述.....	3
4 计量特性.....	4
5 校准条件.....	5
5.1 环境条件.....	5
5.2 标准器的要求.....	5
6 校准项目和校准方法.....	6
6.1 校准前检查和校准前准备.....	6
6.2 校准过程.....	6
6.2.2 材料热膨胀仪膨胀系数示值误差及示值重复性的计算.....	7
6.3 采用.....	8
6.4 恒温实验.....	9
7 校准结果表达.....	9
8 复校时间间隔.....	9
附录 A.....	10
附录 B.....	12
附录 C.....	14

引言

本规范依据JJF1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》、JJF1071-2010《国家计量校准规范编写规则》编制。

本规范参考ASTM E228《基于顶杆法热膨胀仪的固体材料热膨胀系数标准测试方法（Standard Test Method for Linear Thermal Expansion of Solid Materials With a Push-Rod Dilatometer）》和GB/T 4339-2008《金属材料热膨胀特征参数的测定》编制而成，仅适用于被测对象为固体材料的热膨胀仪的校准。

本规范为首次发布。

材料热膨胀仪校准规范

1 范围

本规范适用于被测对象为固体材料的热膨胀仪的校准。

2 引用文件

本规范引用下列文件：

JJF1001-2011 《通用计量术语及定义》

JJF1059.1-2012 《测量不确定度评定与表示》

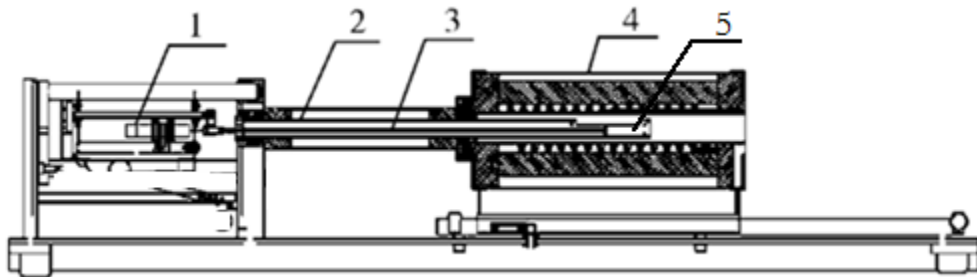
JJF1071-2010 《国家计量校准规范编写规则》

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（也包括所有的修改单）适用于本规范。

3 概述

材料热膨胀仪是指在一定的温度程序下，测量样品的尺寸变化随温度或时间变化的关系，从而获得材料热膨胀系数随温度变化关系的仪器。

按照被测样品是横向放置还是竖向放置的不同，材料热膨胀仪分为卧式热膨胀仪和立式热膨胀仪。按测量原理的不同，材料热膨胀仪分为：相对法热膨胀仪（如顶杆法热膨胀仪）、绝对法热膨胀仪（如激光干涉法热膨胀仪）。材料热膨胀仪的主要组成部分包括：带温度控制功能的控温炉体，温度测量系统，长度变化测量系统，样品支架，计算机控制系统等。典型的卧式顶杆法热膨胀仪如图 1 所示。



1—长度变化测量系统；2—样品支架；3—推杆；4—控温炉体；5—被测样品。

图 1 卧式顶杆法材料热膨胀仪结构示意图

4 计量特性

4.1 示值误差

利用有证标准样品对热膨胀仪进行校准时，热膨胀仪测得的温度点 $t^{\circ}\text{C}$ 时的热膨胀系数值与有证标准样品在该温度点的热膨胀系数真值之差。

4.2 示值重复性

利用有证标准样品对热膨胀仪进行校准时，在温度点 $t^{\circ}\text{C}$ 的多次热膨胀系数测量结果的最大值与最小值之差。

4.3 长度测量精度

热膨胀仪中，用于测量长度变化的测量单元的测量精度。

4.4 温度测量精度

热膨胀仪中，用于测量温度变化的测量单元的测量精度。

4.5 恒温保持精度

热膨胀仪中，利用控制单元设定炉体保持在某一温度点时，炉体实测温度的变化量。

材料热膨胀仪的计量特性主要有：示值误差与示值重复性，技术指标见表1。而温度测量系统的测量精度、长度变化测量系统的测量精度，及炉体恒温保持精度的校准可用于热膨胀仪单项参数的校准，及其综合计量特性失准时的原因分析。

表1. 热膨胀仪校准项目和标准器及其它设备

序号	校准项目	标准器及其它设备
1	示值误差*	热膨胀系数标准样品
2	示值重复性*	热膨胀系数标准样品
3	长度测量精度	满足热膨胀仪中测长系统精度校准需求的长度计量设备
4	温度测量精度	满足热膨胀仪中测温系统精度校准需求的温度测量设备
5	恒温保持精度	满足热膨胀仪中测温系统精度校准需求的温度测量设备
6	游标卡尺或其他 长度测量器具	三等量块、测长机
注：*为基本校准项目		

为更好地反映热膨胀仪的计量特性，应根据热膨胀仪的精度指标至少采用两种以上不同热膨胀系数量级的标准样品对热膨胀仪进行校准，如膨胀系数量级约为 $1 \times 10^{-7} \text{CTE/K}$ 、 $1 \times 10^{-6} \text{CTE/K}$ 、 $1 \times 10^{-5} \text{CTE/K}$ 的相关标准样品。从而准确确定材料热膨胀仪在测量不同量级材料时的计量特性，见表2。

表2 计量特性

样品类型	$1 \times 10^{-7} \text{CTE/K}$ 量级标准样品		$1 \times 10^{-6} \text{CTE/K}$ 量级标准样品		$1 \times 10^{-5} \text{CTE/K}$ 量级标准样品	
	样品 L_0 (mm)		样品 L_0 (mm)		样品 L_0 (mm)	
温度(°C)	升/降温速率 (K/min)		升/降温速率 (K/min)		升/降温速率 (K/min)	
	膨胀系数示值 误差	示值重 复性	膨胀系数示值 误差	示值重 复性	膨胀系数示值 误差	示值重 复性
-150						
-100						
-50						
0						
50						
100						
150						
200						
...						

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 环境温度：(20±5) °C

5.1.2 相对湿度：不大于80%。

5.1.3 仪器周围不得有明显冷热源影响。

5.1.4 仪器周围不应有明显震动；如有，振动不应超过2Hz。

5.2 标准器的要求

5.2.1 为保证量值统一需要，标准器应经过国家级法定计量技术机构校准。

5.2.2 标准器的长度：为 $\varnothing 6 \times 20\text{mm}$ 或 $\varnothing 6 \times 25\text{mm}$ ，最大长度允差不超过 $10\mu\text{m}$ 。

5.2.3 标准器的测量端面的平行度不超过 $10\mu\text{m}$ 。

5.2.4 如有其他特殊长度要求，可在参考本规范的前提下，相关各方另行商定。

5.3 热膨胀仪随机配套的校准基线用标准器

热膨胀仪随机配套的校准基线用标准器应满足5.2中的各要求。

5.4 热膨胀仪随机配的卡尺等长度测量器具的测量不确定度应小于 $10\mu\text{m}$ 。

6 校准项目和校准方法

6.1 校准前检查和校准前准备

6.1.1 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。

6.1.2 校准前准备

A) 开机

打开仪器主机、循环水浴和计算机电源等各测试用设备。开机完成预热时间后，可开始测试。

若有激光测长系统，还应注意激光器信号强度及确认信号稳定后再进行测量。

B) 测量标准器长度

将标准器置于 $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ 环境下恒温2小时后，使用满足测量要求的、经校准的长度计量仪器测量标准器长度 L_0 并记录。

C) 装载标准器

将标准器两端用无水乙醇擦拭干净，同时清洁支架端面，用镊子将标准器安全放置在样品支架上，调节各项设置到最佳测量状态。

D) 校准基线

如有必要，在正式校准前应根据实验条件，提前做好仪器的测量基线。

注：对激光绝对法热膨胀仪没有基线校准的要求。

6.2 校准过程

6.2.1 校准步骤

A) 设置温度变化速率

为保证校准量值的统一，规定升温速率为2K/min；降温速率为5K/min。对于热膨胀仪长时间搁置后的首次使用，应让仪器先按校准温度的上下限运行一次。

考虑重新装载标准器后，顶杆和标准器端面会粘有粉尘颗粒，会影响测量结果。可让炉体温度从室温升至300℃，在300℃恒温20min，通过高温，使端面粉尘颗粒被压扁，使标准器与顶杆端面贴合，从而去除对实验结果的影响。

B) 设定控温程序

确认装载好标准器，按照仪器有效温度测量区间设置校准过程的温度最低限、最高限、温度采样间隔等，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_i 。

C) 膨胀系数计算

测量过程完成后，可以进行材料热膨胀系数的计算。

在校准过程中记录温度为 t ℃时样品长度变化量 ΔL 。

根据式（1）计算材料热膨胀系数：

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

式中：

α_t ——温度为 t ℃时材料的热膨胀系数；

L_0 ——样品在20℃时的长度；

ΔT ——为温度 t ℃时与归一化温度20℃之间的差值，即 $\Delta T = t - 20$ ；

ΔL ——为样品在 t ℃时的长度与样品在20℃环境下的长度 L_0 之间的差值；

D) 重复性实验

按照设定好的控温程序，重复进行实验共三次，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，计算得到三组热膨胀系数测量结果。

6.2.2 材料热膨胀仪膨胀系数示值误差及示值重复性的计算

根据三组测量结果，计算出温度为 t ℃时的标准器的热膨胀系数的算术平均值，

按公式 (2) 计算出标准器的热膨胀系数的示值误差 $\Delta\alpha_t$ 。

$$\Delta\alpha_t = \overline{\alpha_t} - \alpha_{SRMt} \quad (2)$$

式中：

$\overline{\alpha_t}$ ——温度为 $t^\circ\text{C}$ 时，三组材料膨胀系数的算术平均值；

α_{SRMt} ——标准器在温度为 $t^\circ\text{C}$ 时的热膨胀系数真值；

按公式 (3) 计算材料热膨胀仪示值重复性 δ ，即取三次测量示值的最大值与最小值之差。

$$\delta = \max(\overline{\alpha_{t1}}, \overline{\alpha_{t2}}, \overline{\alpha_{t3}}) - \min(\overline{\alpha_{t1}}, \overline{\alpha_{t2}}, \overline{\alpha_{t3}}) \quad (3)$$

6.3 采用不同热膨胀系数的标准器进行测试

6.3.1 不同热膨胀系数标准器的测量组合

热膨胀仪在测量样品的热膨胀系数时，不同材料在相同温度变化条件下的长度变化量不同，变化量从纳米量级到微米量级不等 (20mm 长度样品上)，因此，热膨胀仪的测量精度不但受仪器校准曲线补偿精度、温度测量精度等因素的影响，还受仪器的微位移测量精度的影响。

为全面地、准确地评价热膨胀仪的计量特性，需用不同热膨胀系数量级的标准样品对热膨胀仪进行测试。综合美国、俄罗斯和我国相关标准，推荐组合为石英标准样品、 Al_2O_3 标准样品、不锈钢或铜合金标准样品。石英标准样品的膨胀系数大约为 $5 \times 10^{-7}/\text{K}$ ， Al_2O_3 标准样品的膨胀系数大约为 $6 \times 10^{-6}/\text{K}$ ，不锈钢标准样品的膨胀系数大约为 $1.2 \times 10^{-5}/\text{K}$ ，铜合金标准样品的膨胀系数大约为 $1.6 \times 10^{-5}/\text{K}$ 。对三种不同材质的标准器分别重复 6.2 中的校准过程后，再分别出相应的测量结果。

注：针对 (500~2400) $^\circ\text{C}$ 的炉体，受限石英标准样品的耐温性能，可用石墨或其他相应的标准器进行替代。

6.3.2 不同膨胀系数材料的升温速率

材料不同，其热传导性也不同。除非特殊约定，建议采用前述变温速率。

在需分析热传导性对热膨胀系数的影响的情况下，相关各方可约定变温速

率，如：石英标准样品升温速率为1K/min， Al_2O_3 标准样品升温速率为2K/min，不锈钢或铜合金标准样品升温速率为5K/min。

6.4 恒温实验

材料热膨胀仪的恒温性能将直接反映炉体在 $t^{\circ}C$ 下测得的膨胀系数是否准确。因此，如有必要，可增加对炉体恒温性能的评估以及测温传感器的校准。以 $(-180\sim 500)^{\circ}C$ 炉体为例，可选择在 $(-150、-100、-50、0、20、100、200、300、400、500)^{\circ}C$ 温度点进行恒温，每个温度点恒温10分钟，记录炉体温度变化数据，跟据式(4)计算各温度点的恒温参数 T_{HOLD} 。

$$T_{HOLD} = t_{max} - t_{min} \quad (4)$$

t_{max} —— $t^{\circ}C$ 时的炉体温度最大值；

t_{min} —— $t^{\circ}C$ 时的炉体温度最小值；

注：由于软件的设置，部分厂商的设备无法输出炉体温度随时间变化数据，因此恒温实验可选做。

7 校准结果表达

经校准的材料热膨胀仪出具校准证书。校准证书包括的信息应符合JJF 1071的要求。原始记录格式参考附录A，校准证书格式参考附录B，不确定度评估参考附录C。

8 复校时间间隔

建议复校时间间隔不超过12个月。

由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸多因素所决定的，因此送校单位根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

附录 A

原始记录参考格式

校准证书编号		原始记录编号	
委托单位			
仪器名称		型号	
制造厂		出厂编号	
校准地点			
校准日期		环境温度/℃	
相对湿度/%		其它	
依据技术文件			
校准员		核验员	

标准器型号/编号	标准器长度
膨胀系数计算归一化温度点	
升温速率	
测试温区下限	
测试温区上限	

材料热膨胀仪测得膨胀系数随温度变化曲线图及标准器参考曲线



表 A.1 标准器 1

样品 L_0 (mm)		升温速率 (K/min)					
样品温度 (°C)	膨胀系数 参考值	仪器示值 CTE(1/°C)			示值 误差	长度变化 量(μm)	测量不确定 度($k=2$)
		Test-01	Test-02	Test-03			

表 A.2 标准器 2

样品 L_0 (mm)		升温速率 (K/min)					
样品温度 (°C)	膨胀系数 参考值	仪器示值 CTE(1/°C)			示值 误差	长度变化 量(μm)	测量不确定 度($k=2$)
		Test-01	Test-02	Test-03			

表 A.3 标准器 3

样品 L_0 (mm)		升温速率 (K/min)					
样品温度 (°C)	膨胀系数 参考值	仪器示值 CTE(1/°C)			示值 误差	长度变化 量(μm)	测量不确定 度($k=2$)
		Test-01	Test-02	Test-03			

表 A.4 炉体恒温数据

炉体恒温数据 (选测)	
设定温度 (°C)	T_{HOLD} (°C)

附录 B

证书内页参考格式

校准证书编号：

校准地点		环境温度/℃	
相对湿度/%		依据技术文件	
标准器 1 证书编号		标准器 1 证书有效期	
标准器 2 证书编号		标准器 2 证书有效期	
标准器 3 证书编号		标准器 3 证书有效期	

校准结果

标准器长度	
膨胀系数计算归一化温度点	
升温速率	
测试温区下限	
测试温区上限	

材料热膨胀仪测得标准器膨胀系数随温度变化曲线图及标准器参考值曲线



表B.1 标准器1校准结果

样品温度 (°C)	仪器示值 CTE (1/°C)	示值误差	示指误差重 复性	测量不确定 度 ($k=2$)

表B.2 标准器2校准结果

样品温度 (°C)	仪器示值 CTE (1/°C)	示值误差	示指误差重 复性	测量不确定 度 ($k=2$)

表B.3 标准器3校准结果

样品温度 (°C)	仪器示值 CTE (1/°C)	示值误差	示指误差重 复性	测量不确定 度 ($k=2$)

表B.4 材料热膨胀仪恒温结果 (选测)

炉体恒温数据	
设定温度 (°C)	T_{HOLD} (°C)

以下空白

附录 C

基于标准样品校准材料热膨胀仪的示指误差测量不确定度分析

C.1 测量方法

将标准样品置于材料热膨胀仪中，使用和基线校准时同样的温控程序（激光绝对法测量时不存在基线校准），测得样品在不同温度下的长度变化量，使用游标卡尺测量样品在 20℃ 环境下的归一化长度，根据热膨胀系数计算公式计算样品在不同温度点的热膨胀系数。

C.2 测量模型

根据热膨胀仪校测量原理、计算方法及校准过程，以平均热膨胀系数测量为例，其校准方法的数学模型如下：

$$\bar{\alpha}_t = \alpha_{0t} + \delta_{L0} \quad (5)$$

式中：

$\bar{\alpha}_t$ ——为标准样品在温度 t ℃ 时的热膨胀仪的测量值；

α_{0t} ——为标准样品在温度 t ℃ 时的热膨胀系数真值；

δ_{L0} ——为被测样品在 20℃ 的初始长度对热膨胀仪测量值的影响量；

C.3 灵敏系数

根据式 (5)，示指误差的测量不确定度模型是：

$$e = \bar{\alpha}_t - \alpha_{0t} - \delta_{at} - \delta_{L0} \quad (6)$$

则灵敏系数： $c_1 = \partial e / \partial \bar{\alpha}_t = 1$, $c_2 = \partial e / \partial \alpha_{0t} = -1$, $c_3 = \partial e / \partial \delta_{L0} = -1$

C.4 不确定度来源分析

标准不确定度是由校准误差源的不确定度构成的。校准误差源的不确定度如下。

C4.1 由仪器测量重复性引入的测量不确定度 u_1

这里我们引用中国计量院测量石英样品的 3 组数据作为示例，数据如表 C.1 所示。

表 C.1 石英标准样品的三次试验测量结果

样品温度 (℃)	第一组 α (CTE/K)	第二组 α (CTE/K)	第三组 α (CTE/K)	极差值 (CTE/K)	重复性 σ (CTE/K)
-48.9	3.2E-07	4.2E-07	4.0E-07	1.0E-07	5.9E-08
2.5	4.4E-07	5.2E-07	4.7E-07	8.0E-08	4.7E-08
20.0	\	\	\	\	\
51.3	5.9E-07	6.2E-07	6.0E-07	3.0E-08	1.8E-08

101.3	5.8E-07	6.0E-07	6.2E-07	4.0E-08	2.4E-08
151.2	6.0E-07	5.9E-07	5.8E-07	2.0E-08	1.2E-08
201.0	6.1E-07	6.0E-07	6.0E-07	1.0E-08	5.9E-09
251.5	6.1E-07	6.0E-07	6.1E-07	1.0E-08	5.9E-09
302.1	6.1E-07	6.0E-07	6.0E-07	1.0E-08	5.9E-09

由于是三组数据， $n=3$ ，查表可知极差系数为 1.69，根据极差法即可计算出本次测量数据的重复性 σ 。

C4.2 由标准器引入的测量不确定度 u_2

这里我们所用的石英样品由中国计量科学研院校准，其校准不确定度为 $U=3.0\times 10^{-8}/K$ ， $k=2$ 。

$$\text{则 } u_2=1.5\times 10^{-8}/K。$$

C4.3 由样品长度 L_0 引入的不确定度 u_3

已知标准样品的长度由数显游标卡尺在 20°C 测量得到： $L_0=20.32\text{mm}$ 。根据校准证书，数显游标卡尺的扩展测量不确定度为 0.02mm ，则其标准不确定度为：

$$u = \frac{0.02}{\sqrt{3}} = 0.012\text{mm}$$

根据公式： $\alpha = \frac{\Delta L}{\Delta T} \times \frac{1}{L_0}$ ，则样品长度 L_0 引入的不确定度 u_3 为：

$$u_3 = \frac{\partial \alpha}{\partial L_0} = (-1) \times \frac{\Delta L}{\Delta T} \times \frac{1}{L_0^2} \times u$$

根据 ΔT 的不同， ΔL 也不同。以石英标准样品为例， $\Delta T = 50^\circ\text{C}$ ，对应名义 $\Delta L = 0.6\mu\text{m}$ ，则 $u_3 = 3.5\times 10^{-10} / K$ 。因此，本示例中以 50°C 为温度间隔时，该部分可忽略。

C.5 合成标准不确定度

由各标准不确定度来源引入的标准不确定度分量，如表 C.2 所示。

表 C.2 各标准不确定度分量一览表

序号	不确定度来源	不确定度分量	灵敏系数	标准不确定度量值
1	由仪器测量重复性引入的测量不确定度	u_1	1	见表 C.1
2	由标准器引入的测量不确定度	u_2	-1	$1.5\times 10^{-8}/K$
3	由样品长度 L_0 引入的不确定度	u_3	-1	0

根据合成标准不确定度公式：

$$u_c = \sqrt{(c_1 g_1)^2 + (c_2 g_2)^2 + (c_3 g_3)^2}$$

则，用石英标准样品对热膨胀仪校准的标准不确定度，如表 C.3 所示。

表 C.3 石英标准样品的合成标准测量不确定度

样品温度(°C)	$u(\alpha)$ (CTE/K)
-48.9	6.1E-08
2.5	4.9E-08
20	\
51.3	2.3E-08
101.3	2.8E-08
151.2	1.9E-08
201.0	1.6E-08
251.5	1.6E-08

C.7 扩展不确定度

根据扩展不确定度的计算公式： $U = k g u_c$ 。

取 $k=2$ ，则表 C.3 中数据对应扩展不确定度如表 C.4 所示。

C.4 石英标样膨胀系数扩展不确定度

样品温度(°C)	$u(\alpha)$ (CTE/K)	U $k=2$
-48.9	6.1E-08	1.2E-07
2.5	4.9E-08	9.9E-08
20	\	\
51.3	2.3E-08	4.7E-08
101.3	2.8E-08	5.7E-08
151.2	1.9E-08	3.8E-08
201.0	1.6E-08	3.2E-08
251.5	1.6E-08	3.2E-08