**《材料热膨胀仪校准规范》**

**试验报告**

（报批稿）

2021.9.1

**一、实验目的**

为了验证《材料热膨胀仪校准规范》中校准方法的准确性和可靠性，同时也为了验证技术指标的可行性，选择有代表性厂家生产的仪器进行试验，对材料热膨胀仪测量不同热膨胀系数材料的示值误差和示值重复性等指标进行检验。

**二、实验方法**

1、方法描述

规范引用文件如下：

GB/T 4339-2008 金属材料热膨胀特征参数的测定

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）

本规范适用于被测对象为固体材料的热膨胀仪的校准。

2、规范技术指标

材料热膨胀仪测量不同膨胀系数材料的示值误差、示值重复性的技术指标见表1。

表1 规范计量特性

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 石英标准器 | | | | | 蓝宝石标准器 | | | | |
| 样品(mm) | 20.02 | 升温速率(K/min) | | 2 | 样品(mm) | 20.00 | 升温速率(K/min) | | 2 |
| 样品温度（℃） | 膨胀系数示值误差 | | 示值重复性 | | 样品温度（℃） | 膨胀系数示值误差 | | 示值重复性 | |
| -20 | -1.3E-08 | | 2.02E-08 | | / | / | | / | |
| -10 | -1.4E-08 | | 1.34E-08 | | / | / | | / | |
| 0 | -1.1E-08 | | 7.13E-09 | | / | / | | / | |
| 50 | 1.5E-09 | | 1.76E-08 | | / | / | | / | |
| 100 | -2.3E-10 | | 1.45E-08 | | 100 | -4.8E-07 | | 3.4E-08 | |
| 150 | 6.0E-09 | | 8.25E-09 | | 150 | -6.7E-08 | | 1.0E-08 | |
| 200 | 1.1E-08 | | 3.31E-09 | | 200 | 1.1E-07 | | 3.4E-08 | |
| 250 | 1.8E-08 | | 6.96E-09 | | 250 | 1.3E-07 | | 3.4E-08 | |
| 300 | 2.1E-08 | | 9.38E-09 | | 300 | 1.5E-07 | | 0.0E+00 | |
| 350 | 2.1E-08 | | 1.26E-08 | | 350 | 1.1E-07 | | 3.4E-08 | |
| 400 | 1.9E-08 | | 1.43E-08 | | 400 | 1.5E-07 | | 3.4E-08 | |
| 450 | 1.4E-08 | | 1.54E-08 | | 450 | 7.0E-08 | | 0.0E+00 | |
| 490 | 1.4E-08 | | 1.60E-08 | | 490 | 1.0E-07 | | 3.4E-08 | |

注：以上技术指标不用于合格性判定，仅供参考。

# 

# 3、环境条件要求

（1）环境温度：（20±5）℃。

（2）相对湿度：不大于80%。

（3）仪器周围的振动不应超过2Hz。

（4）仪器周围不得有冷热源影响,仪器周围不应有明显震动。

4、标准器

中国计量科学研究院

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准器编号 | SRM-17 | 证书编号 | CDlz2021-10546 | 证书有效期 | 2022-05-10 |

5、校准步骤及结果计算

校准步骤详见规范6.1和6.2。

**三、实验结果**

1、委托机构：中国计量科学研究院，实验日期：2021.6.20

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 设备名称 | | 材料热膨胀仪 | | | | | | |
| 型号 | | L75 | | | 序列号 | | A6465/7130/14 | |
| 制造厂 | | LINSEIS | | | 校准地点 | | 北京市朝阳区 | |
| 环境温度/℃ | | 20 | | | 相对湿度/% | | 65 | |
| 标准器编号 | SRM-17 | | 证书编号 | CDlz2021-10546 | | 证书有效期 | | 2022-05-10 |

1. 为样品在20℃环境下恒温2小时后测量的长度。

*U*=0.02 *k=2*

1. 膨胀系数计算所选取的归一化温度点为20℃。
2. 温度为*t*时，热膨胀系数计算公式如下所示
3. 样品在-20℃环境下恒温20分钟后，以2K/min升温速率，升温至490℃。

参考值为俄罗斯计量院出具的证书，样品在20~800℃范围内的膨胀系数测量不确定度为5E-8/K，*k*=2。

在测量温区-20℃~490℃范围内，均匀选取9个温度点的热膨胀系数，重复测量三次，取三次平均值，与标准器的参考值进行比较，计算示值误差，以及示值重复性。分别使用仪器示值和参考值进行三阶多项式曲线拟合，观察两条曲线之间的偏差最大值。

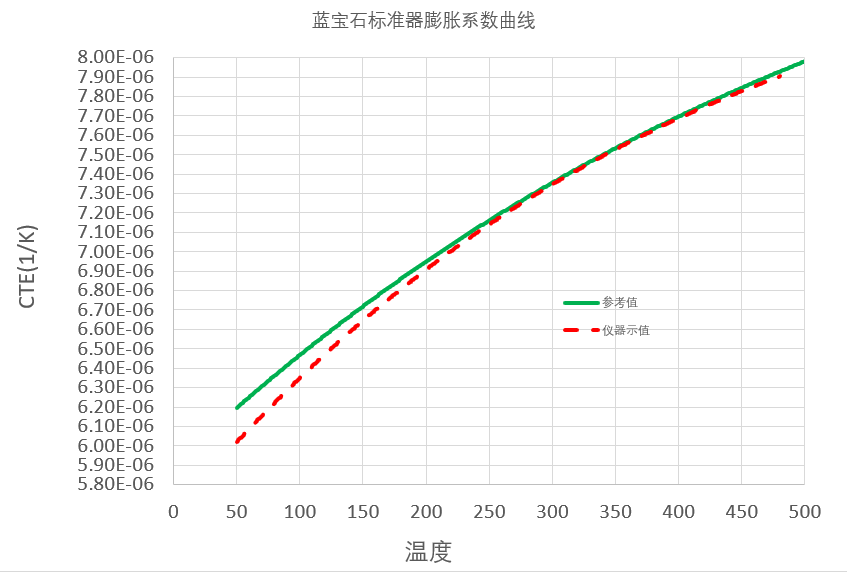
多次重复实验数据结果如下表所示

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 温度(℃) | 参考值(CTE/K) | TEST-01 | TEST-02 | TEST-03 | 仪器示值(CTE/K) | 示值误差 |
| 50 | 6.22E-06 | 6.02E-06 | 6.03E-06 | 6.02E-06 | 6.02E-06 | -1.97E-07 |
| 100 | 6.46E-06 | 6.34E-06 | 6.35E-06 | 6.35E-06 | 6.34E-06 | -1.17E-07 |
| 150 | 6.69E-06 | 6.64E-06 | 6.64E-06 | 6.64E-06 | 6.64E-06 | -5.00E-08 |
| 200 | 6.93E-06 | 6.91E-06 | 6.92E-06 | 6.92E-06 | 6.92E-06 | -1.35E-08 |
| 250 | 7.16E-06 | 7.14E-06 | 7.14E-06 | 7.14E-06 | 7.14E-06 | -1.75E-08 |
| 300 | 7.37E-06 | 7.35E-06 | 7.35E-06 | 7.35E-06 | 7.35E-06 | -2.39E-08 |
| 350 | 7.55E-06 | 7.53E-06 | 7.52E-06 | 7.53E-06 | 7.53E-06 | -2.35E-08 |
| 400 | 7.71E-06 | 7.69E-06 | 7.68E-06 | 7.68E-06 | 7.68E-06 | -2.59E-08 |
| 450 | 7.85E-06 | 7.83E-06 | 7.83E-06 | 7.83E-06 | 7.83E-06 | -2.19E-08 |

按照规范附录C计算示值误差不确定度及示值重复性。

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 温度  （℃） | 参考值 | 参考值不确定度*k*=2 | 仪器示值  （CTE/K） | 示值误差 | 示值重复性 | 示值误差不确定度  *k*=2 |
| 50 | 6.22E-06 | 5.0E-8 | 6.02E-06 | -1.97E-07 | 5.9E-09 | 5.1E-08 |
| 100 | 6.46E-06 | 5.0E-8 | 6.34E-06 | -1.17E-07 | 4.6E-09 | 5.1E-08 |
| 150 | 6.69E-06 | 5.0E-8 | 6.64E-06 | -5.00E-08 | 3.1E-09 | 5.0E-08 |
| 200 | 6.93E-06 | 5.0E-8 | 6.92E-06 | -1.35E-08 | 3.3E-09 | 5.0E-08 |
| 250 | 7.16E-06 | 5.0E-8 | 7.14E-06 | -1.75E-08 | 1.9E-09 | 5.0E-08 |
| 300 | 7.37E-06 | 5.0E-8 | 7.35E-06 | -2.39E-08 | 7.1E-10 | 5.0E-08 |
| 350 | 7.55E-06 | 5.0E-8 | 7.53E-06 | -2.35E-08 | 2.2E-09 | 5.0E-08 |
| 400 | 7.71E-06 | 5.0E-8 | 7.68E-06 | -2.59E-08 | 1.4E-09 | 5.0E-08 |
| 450 | 7.85E-06 | 5.0E-8 | 7.83E-06 | -2.19E-08 | 8.3E-10 | 5.0E-08 |

根据仪器示值与参考值进行曲线拟合，如下图所示



由上图可以看出仪器示值与参考值在（50~500）℃温区内最大偏差不超过/K。

2、委托机构：中国计量科学研究院，实验日期：2021.6.25

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 设备名称 | | 材料热膨胀仪 | | | | | | |
| 型号 | | L75 | | | 序列号 | | A6699 | |
| 制造厂 | | LINSEIS | | | 校准地点 | | 北京市朝阳区 | |
| 环境温度/℃ | | 20 | | | 相对湿度/% | | 65 | |
| 标准器编号 | SRM-17 | | 证书编号 | CDlz2021-10546 | | 证书有效期 | | 2023-06-01 |

标准器SRM-17

1. 为样品在20℃环境下恒温2小时后测量的长度。

*U*=0.02 *k=2*

1. 膨胀系数计算所选取的归一化温度点为20℃。
2. 温度为*t*时，热膨胀系数计算公式如下所示
3. 样品在-20℃环境下恒温20分钟后，以2K/min升温速率，升温至490℃。

参考值为俄罗斯计量院出具的证书，样品在（20~800）℃范围内的膨胀系数测量不确定度为5E-8/K，*k*=2。

在测量温区-20℃~490℃范围内，均匀选取8个温度点的膨胀系数，重复测量三次，取三次平均值，与标准器的参考值进行比较，计算示值误差，以及示值误差不确定度。分别使用仪器示值和参考值进行三阶多项式曲线拟合，观察两条曲线之间的偏差最大值。

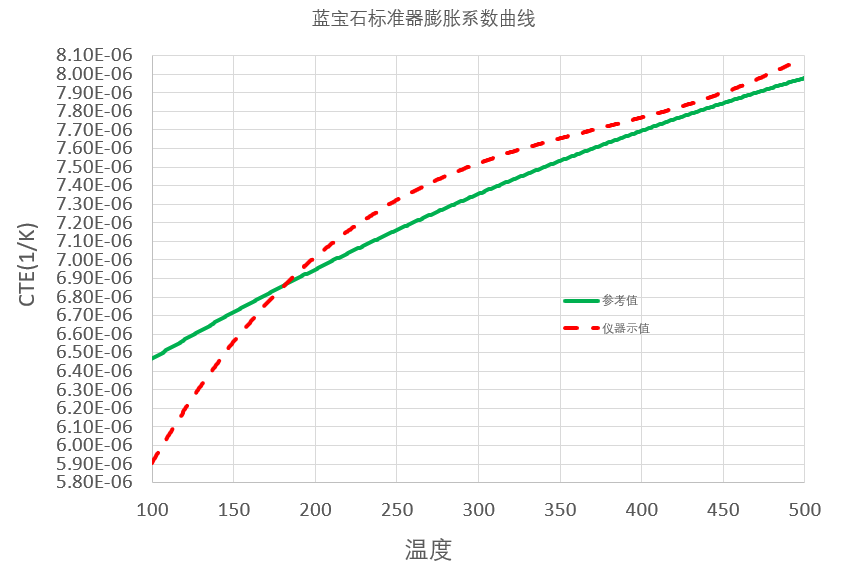
多次重复实验数据结果如下表所示.

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 温度（℃） | 参考值(CTE/K) | TEST-01 | TEST-02 | TEST-03 | 仪器示值（CTE/K） | 示值误差 |
| 100 | 6.46E-06 | 5.90E-06 | 5.80E-06 | 5.90E-06 | 5.87E-06 | -5.9E-07 |
| 150 | 6.69E-06 | 6.60E-06 | 6.50E-06 | 6.80E-06 | 6.63E-06 | -5.7E-08 |
| 200 | 6.93E-06 | 7.10E-06 | 7.00E-06 | 7.00E-06 | 7.03E-06 | 1.0E-07 |
| 250 | 7.16E-06 | 7.30E-06 | 7.20E-06 | 7.30E-06 | 7.27E-06 | 1.1E-07 |
| 300 | 7.37E-06 | 7.50E-06 | 7.50E-06 | 7.50E-06 | 7.50E-06 | 1.3E-07 |
| 350 | 7.55E-06 | 7.70E-06 | 7.60E-06 | 7.60E-06 | 7.63E-06 | 8.3E-08 |
| 400 | 7.71E-06 | 7.90E-06 | 7.80E-06 | 7.80E-06 | 7.83E-06 | 1.2E-07 |
| 450 | 7.85E-06 | 7.90E-06 | 7.90E-06 | 7.90E-06 | 7.90E-06 | 5.0E-08 |

按照规范附录C计算示值误差不确定度及示值重复性。

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 温度  （℃） | 参考值 | 参考值不确定度*k*=2 | 仪器示值  （CTE/K） | 示值误差 | 示值重复性 | 示值误差不确定度*k*=2 |
| 100 | 6.46E-06 | 5.0E-8 | 5.87E-06 | -5.9E-07 | 5.9E-08 | 7.7E-08 |
| 150 | 6.69E-06 | 5.0E-8 | 6.63E-06 | -5.7E-08 | 1.8E-07 | 1.8E-07 |
| 200 | 6.93E-06 | 5.0E-8 | 7.03E-06 | 1.0E-07 | 5.9E-08 | 7.7E-08 |
| 250 | 7.16E-06 | 5.0E-8 | 7.27E-06 | 1.1E-07 | 5.9E-08 | 7.7E-08 |
| 300 | 7.37E-06 | 5.0E-8 | 7.50E-06 | 1.3E-07 | 0.0E+00 | 5.0E-08 |
| 350 | 7.55E-06 | 5.0E-8 | 7.63E-06 | 8.3E-08 | 5.9E-08 | 7.7E-08 |
| 400 | 7.71E-06 | 5.0E-8 | 7.83E-06 | 1.2E-07 | 5.9E-08 | 7.7E-08 |
| 450 | 7.85E-06 | 5.0E-8 | 7.90E-06 | 5.0E-08 | 0.0E+00 | 5.0E-08 |

根据仪器示值与参考值进行曲线拟合，如下图所示



由上图可以看出仪器示值与参考值在（100~500）℃温区内最大偏差不超过/K。

3、委托机构：中国计量科学研究院，实验日期：2021.6.30

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 设备名称 | | 材料热膨胀仪 | | | | | | |
| 型号 | | L75 | | | 序列号 | | A6699 | |
| 制造厂 | | LINSEIS | | | 校准地点 | | 北京市朝阳区 | |
| 环境温度/℃ | | 20 | | | 相对湿度/% | | 65 | |
| 标准器编号 | SRM-06 | | 证书编号 | CDlz2020-02109 | | 证书有效期 | | 2022-05-10 |

标准器SRM-06

1. 为样品在20℃环境下恒温2小时后测量的长度。

*U*=0.02 *k=2*

1. 膨胀系数计算所选取的归一化温度点为20℃。
2. 温度为*t*时，热膨胀系数计算公式如下所示
3. 样品在-20℃环境下恒温20分钟后，以2K/min升温速率，升温至490℃。

参考值为中国计量科学研究院出具的证书，具体数据及测量不确定度如下表所示。

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 温度(℃) | 参考值(CTE/K) | 长度变化量（m） | 测量不确定度 *k*=2 |
| -20 | 2.95E-07 | -2.49E-07 | 5.95E-08 |
| -10 | 3.11E-07 | -1.96E-07 | 7.48E-08 |
| 0 | 3.26E-07 | -1.37E-07 | 1.04E-07 |
| 50 | 3.95E-07 | 2.46E-07 | 6.96E-08 |
| 100 | 4.43E-07 | 7.23E-07 | 2.79E-08 |
| 150 | 4.79E-07 | 1.27E-06 | 2.11E-08 |
| 200 | 5.07E-07 | 1.86E-06 | 2.09E-08 |
| 250 | 5.26E-07 | 2.47E-06 | 2.31E-08 |
| 300 | 5.39E-07 | 3.06E-06 | 2.60E-08 |
| 350 | 5.47E-07 | 3.65E-06 | 3.17E-08 |
| 400 | 5.51E-07 | 4.24E-06 | 3.44E-08 |
| 450 | 5.52E-07 | 4.81E-06 | 3.35E-08 |
| 490 | 5.50E-07 | 5.23E-06 | 3.17E-08 |

在测量温区-20℃~490℃范围内，均匀选取13个温度点的计算示值误差。使用仪器示值和参考值的原始数据点进行三阶多项式曲线拟合，观察两条曲线之间的偏差最大值。

实验数据结果如下表所示

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 温度(℃) | 参考值(CTE/K) | 仪器示值(CTE/K) | 示值误差 |
| -20 | 3.0E-07 | 2.8E-07 | -1.3E-08 |
| -10 | 3.1E-07 | 3.0E-07 | -1.4E-08 |
| 0 | 3.3E-07 | 3.2E-07 | -1.1E-08 |
| 50 | 3.9E-07 | 3.9E-07 | 1.5E-09 |
| 100 | 4.4E-07 | 4.4E-07 | -2.3E-10 |
| 150 | 4.7E-07 | 4.8E-07 | 6.0E-09 |
| 200 | 5.0E-07 | 5.1E-07 | 1.1E-08 |
| 250 | 5.1E-07 | 5.3E-07 | 1.8E-08 |
| 300 | 5.2E-07 | 5.4E-07 | 2.1E-08 |
| 350 | 5.3E-07 | 5.5E-07 | 2.1E-08 |
| 400 | 5.3E-07 | 5.5E-07 | 1.9E-08 |
| 450 | 5.3E-07 | 5.5E-07 | 1.4E-08 |
| 490 | 5.3E-07 | 5.5E-07 | 1.4E-08 |

由于仅测量了一组实验数据，无法进行重复评价。

根据仪器示值与参考值进行曲线拟合，如下图所示

图表, 折线图

描述已自动生成

由上图可以看出仪器示值与参考值在（100~500）℃温区内最大偏差不超过/K。

不确定度评估，由于仅做了一组实验，当设备本身传感器无法进行校准时，可以采用比对的方式，计算En值对校准结果进行评价。计算方法按照式如下公式计算。



式中：

——仪器示值；

——标准器的参考值；

*k* ——覆盖因子，一般情况下*k*=2；

—— 标准器的合成标准不确定度；

—— 被测样品的合成标准不确定度

因此，仪器示值的测量结果评估如下表所示。

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 温度(℃) | 参考值(CTE/K) | 仪器示值(CTE/K) | 示值误差 | En值 |
| -20 | 3.0E-07 | 2.8E-07 | -1.3E-08 | 0.21 |
| -10 | 3.1E-07 | 3.0E-07 | -1.4E-08 | 0.18 |
| 0 | 3.3E-07 | 3.2E-07 | -1.1E-08 | 0.09 |
| 50 | 3.9E-07 | 3.9E-07 | 1.5E-09 | 0.05 |
| 100 | 4.4E-07 | 4.4E-07 | -2.3E-10 | 0.18 |
| 150 | 4.7E-07 | 4.8E-07 | 6.0E-09 | 0.13 |
| 200 | 5.0E-07 | 5.1E-07 | 1.1E-08 | 0.02 |
| 250 | 5.1E-07 | 5.3E-07 | 1.8E-08 | 0.15 |
| 300 | 5.2E-07 | 5.4E-07 | 2.1E-08 | 0.17 |
| 350 | 5.3E-07 | 5.5E-07 | 2.1E-08 | 0.09 |
| 400 | 5.3E-07 | 5.5E-07 | 1.9E-08 | 0.03 |
| 450 | 5.3E-07 | 5.5E-07 | 1.4E-08 | 0.18 |
| 490 | 5.3E-07 | 5.5E-07 | 1.4E-08 | 0.15 |

4、委托机构：中国计量科学研究院，实验日期：2021.7.20

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 设备名称 | | 材料热膨胀仪 | | | | | | |
| 型号 | | L75 | | | 序列号 | | A6465/7130/14 | |
| 制造厂 | | LINSEIS | | | 校准地点 | | 北京市朝阳区 | |
| 环境温度/℃ | | 20 | | | 相对湿度/% | | 65 | |
| 标准器编号 | SRM-739 | | 证书编号 | SRM-739 | | 证书有效期 | |  |

标准器SRM-06

1. 为样品在20℃环境下恒温2小时后测量的长度。

*U*=0.02 *k=2*

1. 膨胀系数计算所选取的归一化温度点为20℃。
2. 温度为*t*时，热膨胀系数计算公式如下所示
3. 样品在-50℃环境下恒温20分钟后，以2K/min升温速率，升温至300℃。

参考值为美国计量院出具的证书，样品在（-50~300）℃范围内的膨胀系数测量不确定度为3E-8/K，*k*=2。

在测量温区-20℃~490℃范围内，均匀选取8个温度点的膨胀系数，重复测量2次，取2次平均值，与标准器的参考值进行比较，计算示值误差，以及示值误差不确定度。分别使用仪器示值和参考值进行三阶多项式曲线拟合，观察两条曲线之间的偏差最大值。

重复实验数据结果如下表所示

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 温度（℃） | TEST-01 | TEST-02 | 仪器示值（CTE/K） | 重复性 |
| -48.89 | 3.19E-07 | 4.20E-07 | 3.70E-07 | 8.94E-08 |
| 2.5 | 4.38E-07 | 5.16E-07 | 4.77E-07 | 6.90E-08 |
| 20 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 51.25 | 5.87E-07 | 6.16E-07 | 6.02E-07 | 2.57E-08 |
| 101.25 | 5.84E-07 | 5.95E-07 | 5.90E-07 | 9.73E-09 |
| 151.24 | 5.97E-07 | 5.92E-07 | 5.95E-07 | 4.42E-09 |
| 201.03 | 6.09E-07 | 5.97E-07 | 6.03E-07 | 1.06E-08 |
| 251.48 | 6.13E-07 | 6.00E-07 | 6.07E-07 | 1.15E-08 |
| 302.09 | 6.14E-07 | 6.01E-07 | 6.08E-07 | 1.15E-08 |

美国计量院参考数据如下表所示

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 温度（℃） | 参考值（CTE/K） | 不确定度 *k*=2 |
| -53 | 2.30E-07 | 3.00E-08 |
| -43 | 2.80E-07 | 3.00E-08 |
| -33 | 3.20E-07 | 3.00E-08 |
| -23 | 3.60E-07 | 3.00E-08 |
| -13 | 3.90E-07 | 3.00E-08 |
| 0 | 4.30E-07 | 3.00E-08 |
| 7 | 4.50E-07 | 3.00E-08 |
| 20 | 4.80E-07 | 3.00E-08 |
| 25 | 4.90E-07 | 3.00E-08 |
| 47 | 5.30E-07 | 3.00E-08 |
| 67 | 5.60E-07 | 3.00E-08 |
| 87 | 5.80E-07 | 3.00E-08 |
| 107 | 6.00E-07 | 3.00E-08 |
| 127 | 6.10E-07 | 3.00E-08 |
| 147 | 6.20E-07 | 3.00E-08 |
| 167 | 6.30E-07 | 3.00E-08 |
| 187 | 6.30E-07 | 3.00E-08 |
| 207 | 6.30E-07 | 3.00E-08 |
| 227 | 6.30E-07 | 3.00E-08 |
| 247 | 6.20E-07 | 3.00E-08 |
| 287 | 6.10E-07 | 3.00E-08 |

按照规范附录C计算不确定度及示值重复性。

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 温度  （℃） | 仪器示值  （CTE/K） | 示值重复性 | 示值误差不确定度  *k*=2 |
| -48.89 | 3.70E-07 | 8.9E-08 | 1.8E-07 |
| 2.5 | 4.77E-07 | 6.9E-08 | 1.4E-07 |
| 20 | 0 |  | 0 |
| 51.25 | 6.02E-07 | 2.6E-08 | 5.9E-08 |
| 101.25 | 5.90E-07 | 9.7E-09 | 3.6E-08 |
| 151.24 | 5.95E-07 | 4.4E-09 | 3.1E-08 |
| 201.03 | 6.03E-07 | 1.1E-08 | 3.7E-08 |
| 251.48 | 6.07E-07 | 1.2E-08 | 3.8E-08 |
| 302.09 | 6.08E-07 | 1.2E-08 | 3.8E-08 |

仪器示值误差通过曲线拟合的方式进行比较，如下图所示

图表

描述已自动生成

由上图可以看出仪器示值与参考值在（-50~0）℃温区内最大偏差不超过/K，在（0~300）℃温区内最大偏差不超过/K。