**《材料热膨胀仪校准规范》**

（征求意见稿）

**编制说明**

**2021.8.30**

一、任务来源

2008年起中国计量科学研究院建立了长度实物标准器热膨胀系数国家最高校准装置，测量范围50-1000mm；线膨胀系数测量不确定度为。该装置主要用于量块实物标准器的线膨胀系数校准。2015年以来，陆续建立了基于激光干涉法材料热膨胀系数测量装置和基于顶杆法材料热膨胀系数测量装置。在材料热膨胀系数的测量及热膨胀仪的校准方面积累了大量的经验。

近年来，随着工业生产技术水平的不断进步和生产质量水平的不断提升，材料的热膨胀系数变得越来越重要，越来越多的商用材料热膨胀仪涌入市场。为满足社会需求和工业生产需要，保证热膨胀系数测量量值统一和传递准确可靠，中国计量科学研究院联合新疆维吾尔自治区计量测试研究院、河南省计量科学研究院及辽宁省计量科学研究院起草了材料热膨胀仪校准规范。

二、目的及意义

近年来随着工业的发展，材料热膨胀系数对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，如何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，实现对材料热膨胀仪进行定期校准的有据可依就变得很重要了。

热膨胀系数应用领域非常广泛。在核电工业领域，反应堆材料在工作时由于温度升高，燃料棒和控制棒都会随温度变化产生长度变化，如何控制棒体伸缩量从而控制反应堆功率，棒体材料本身的热膨胀系数就至关重要了。

在航空领域，铝的应用是非常广泛的，作为地球上储量最丰富的一种金属，铝合金因其良好的刚性、韧性和耐温性能，被广泛应用于飞机制造领域，但铝合金膨胀系数相对较大，飞机在万米高空飞行时机外温度达-50℃，在地面停机状态下机表温度又最高可达40℃，较大的温差会使飞机机翼和机身发生膨胀，如何精确控制金属膨胀对飞机结构强度乃至整机质量的影响，以及金属膨胀对飞机各部分控制性能的影响，精确获得机身铝合金材料的热膨胀系数，减小材料膨胀对机体的影响，从而提高飞行安全，保证旅客生命安全就很重要了。

在航天领域，气象卫星以及侦察卫星的大口径镜片，在宇宙空间工作时，本身也会受太阳热辐射的影响，镜片及镜体结构随温度变化，产生热胀冷缩效应，这些变化会影响到光学系统焦距的变化，最终导致成像不清晰，获得相应材料的热膨胀系数，通过补偿计算及焦距控制，保证成像清晰，可避免国防及科研领域大的损失。

同样在光刻机领域，为了精确控制光学系统对纳米级工艺的硅片加工质量，生产出功耗更低、密集度更高的芯片，就需要获得材料热膨胀系数进行辅助计算，辅助控制。

目前国内材料热膨胀仪测量的温区范围可覆盖（-180~2400）℃。测量方法有激光干涉法，顶杆法，光学影像法等。测量原理都是通过精确控温，及精确采集被测样品温度及样品长度变化量，通过计算得到材料的热膨胀系数。

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。

三、编制依据

在本规范编制过程中，重点参照了以下计量技术规范及标准：

JJF 1001-2011 通用计量术语及定义

JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示

JJF 1071-2010 国家计量校准规范编写规则

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）》。

四、编制内容

1 范围

本规范适用于被测对象为固体材料的材料热膨胀仪的校准。

2 计量特性

本规范主要考查了仪器的综合性能指标：示值误差、示值重复性。

2.1示值误差

示值误差表征的是，被校准仪器测量同一标准器时测量值与标准器的真值之间的一致程度，体现了被校准仪器测试结果的准确程度。

2.2示值重复性

示值重复性表征的是，被校准仪器在相同测量条件下多次重复测量同一标准器时所得结果之间的一致程度，体现了测试结果的离散程度。

2.3 长度测量精度

长度测量精度表征的是被校准仪器的长度测量单元的长度测量精度。

2.4 温度测量精度

温度测量精度表征的是被校准仪器的温度测量单元的温度测量精度。

2.5 恒温保持精度

炉体恒温保持精度表征的是仪器在设定好的温度点进行长时间等温，测量炉体内温度在该温度点变化的极差，用来评价炉体在不同温度点的恒温波动性。

3 校准条件

3.1 环境条件

本规范对校准实验室环境温度和湿度作了限定，要求实验环境温度在（20±5）℃，相对湿度不大于80%。

仪器周围不应有明显震动；如有，振动不应超过2Hz。

此外，还要求仪器周围不得有其他冷热源影响。

3.2 测量标准及其他设备

本规范要求采用热膨胀系数标准样品对材料热膨胀仪进行校准，要求所用热膨胀系数标准样品由更高等级的国家级法定计量技术机构进行校准赋值。

游标卡尺是校准辅助设备，要求所使用的游标卡尺最大允许误差不超过0.01mm。

4 校准项目和相关指标

4.1 外观检查及校准前准备

待校准仪器必须配件齐全，需要参比样品进行曲线校正的，应随机附带参比校正样品。

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，各旋钮及按键应能正常工作，无影响使用性能的缺陷。配套电脑及软件正常工作。

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。

4.2 仪器清洁

在装载标准器前，应保证标准器端面清洁，应使用无水乙醇进行清洁，同时清洁材料热膨胀仪的样品顶杆端面以及载物端面。

4.3示值误差

示值误差指的是连续测量标准样品多次所得结果的算术平均值与样品真值之间的差值。

这里引用三组顶杆法测量蓝宝石标准样品膨胀系数的数据计算推杆法材料热膨胀系数的示值误差，如下表所示。

表1 材料热膨胀仪示值误差

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 蓝宝石标准样品 | | | | | | |
| 温度（℃） | Test-01 | Test-02 | Test-03 | 平均值 | 参考值 | 示值误差 |
| 100 | 5.90E-06 | 5.80E-06 | 5.90E-06 | 5.87E-06 | 6.35E-06 | -4.8E-07 |
| 150 | 6.60E-06 | 6.50E-06 | 6.80E-06 | 6.63E-06 | 6.64E-06 | -6.7E-09 |
| 200 | 7.10E-06 | 7.00E-06 | 7.00E-06 | 7.03E-06 | 6.92E-06 | 1.1E-07 |
| 250 | 7.30E-06 | 7.20E-06 | 7.30E-06 | 7.27E-06 | 7.14E-06 | 1.3E-07 |
| 300 | 7.50E-06 | 7.50E-06 | 7.50E-06 | 7.50E-06 | 7.35E-06 | 1.5E-07 |
| 350 | 7.70E-06 | 7.60E-06 | 7.60E-06 | 7.63E-06 | 7.52E-06 | 1.1E-07 |
| 400 | 7.90E-06 | 7.80E-06 | 7.80E-06 | 7.83E-06 | 7.68E-06 | 1.5E-07 |
| 450 | 7.90E-06 | 7.90E-06 | 7.90E-06 | 7.90E-06 | 7.83E-06 | 7.0E-08 |
| 490 | 8.10E-06 | 8.00E-06 | 8.00E-06 | 8.03E-06 | 7.93E-06 | 1.0E-07 |

以上数据仅供参考，仪器示值误差满足仪器生产商出厂所规定的最大允许误差即可。

4.4示值重复性

示值误差主要反应仪器在相同条件下，对同一被测样品进行连续多次测量所得测量结果之间的一致性，可反映设备的测量性能。

这里引用三组激光干涉法测量蓝宝石标准样品的测量数据，使用极差法计算重复性，计算结果如下表所示。

表2 材料热膨胀仪重复性表示

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 温度(℃) | Test-01 | Test-02 | Test-03 | 重复性 |
| -150.06 | 3.93E-06 | 3.94E-06 | 3.93E-06 | 8.99E-09 |
| -100.04 | 4.58E-06 | 4.58E-06 | 4.59E-06 | 4.20E-09 |
| -49.97 | 5.15E-06 | 5.16E-06 | 5.16E-06 | 5.27E-09 |
| 0.00 | 5.65E-06 | 5.65E-06 | 5.66E-06 | 8.99E-09 |
| 50.04 | 6.02E-06 | 6.03E-06 | 6.02E-06 | 5.92E-09 |
| 99.98 | 6.34E-06 | 6.35E-06 | 6.35E-06 | 4.56E-09 |
| 150.00 | 6.64E-06 | 6.64E-06 | 6.64E-06 | 3.14E-09 |
| 200.02 | 6.91E-06 | 6.92E-06 | 6.92E-06 | 3.31E-09 |
| 250.04 | 7.14E-06 | 7.14E-06 | 7.14E-06 | 1.89E-09 |
| 300.00 | 7.35E-06 | 7.35E-06 | 7.35E-06 | 7.10E-10 |
| 349.96 | 7.53E-06 | 7.52E-06 | 7.53E-06 | 2.19E-09 |
| 400.03 | 7.69E-06 | 7.68E-06 | 7.68E-06 | 1.36E-09 |
| 450.03 | 7.83E-06 | 7.83E-06 | 7.83E-06 | 8.28E-10 |
| 480.00 | 7.90E-06 | 7.91E-06 | 7.91E-06 | 2.60E-09 |

仪器重复性指标由设备生厂商在出厂时给出。

4.5 炉体恒温稳定性

炉体恒温稳定性是指炉体在设定温度点进行等温实验，记录炉体温度波动性，评价炉体恒温性能。

这里引用一组炉体在52℃时的炉体温度随时间变化数据，如下图所示。

图表, 折线图

描述已自动生成

5 不确定度评定

在附录C中给出了样品测量时的材料热膨胀仪示值误差测量不确定度评定示例。