附件3：

**有色金属行业计量技术规范项目建议书**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 建议项目名称 | | 热膨胀仪校准规范 | | | | | |
| 制定或修订 | | ■制定 □修订 | | | 被修订计量技术规范号 | |  |
| 计量技术规范性质 | | □检定规程  ■校准规范 | | | 计量技术规范类别 | | □重点  ■基础 |
| 主要起草单位 | | 国标（北京）检验认证有限公司 | | | | | |
| 联系人 | | 金雨佳 | | | 联系电话 | | 13161787855 |
| 任务年限 | | 2023年-2025年 | | | 申请经费 | | 15万元 |
| 参加单位 | | 国合通用测试评价认证股份公司 | | | | | |
| 具备的特点 | | □安全 □节能 □环保 █自主创新 □其它 | | | | | |
| 目的、意义和  必要性 | | 热膨胀系数是材料的一个重要的热物理性能参数，影响材料的加工和应用。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，使用 LVDT 连续测量样品的长度变化。  热膨胀仪在测试材料的膨胀系数的过程中，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，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。 | | | | | |
| 范围和主要  计量特性 | | 1、本规范适用于行业热膨胀仪的校准，温度范围为30℃～150℃。  2、计量技术规范主要计量特性的技术指标  （1）平均线性热膨胀系数示值误差：≤±3%。  （2）平均线性热膨胀系数测量重复性：≤±1% | | | | | |
| 水平 | | □国际先进 ■国内先进 | | | | | |
| 国内外情况  简要说明 | | **1**.**热膨胀系数测量原理及装置**  线性热膨胀系数指温度每变化1℃材料长度的相对变化量，表示材料长度的膨胀或收缩的程度。样品的线性膨胀系数一般随着温度升高而增大，工业上常用平均线性热膨胀系数来表示材料的热膨胀特性，计算公式如式（1）所示。  (1)  式中，Δ*L*为*T*1和*T*2两个温度之间，试样在测量方向上长度的变化，µm；*L*0为室温*T*0下试样在测量方向上的初始长度，µm；Δ*T*为温度的变化量，即*T*2-*T*1，K；为平均线性热膨胀系数，K−1。  热膨胀法（Dilatometry，简称 DIL）为使样品处在一定的温度程序（升／降／恒温及其组合）控制下，在负载力可忽略不计的情况下测量样品在测试方向上的长度随温度或时间的变化过程。一般推杆式热膨胀仪的基本结构如下图所示：    现代的 DIL 仪器结构较为复杂，除了基本的加热炉体、样品支架、推杆与位移传感器外，还有电子控制部分、软件，以及一系列的辅助设备。。  **2.热膨胀仪国内外生产企业**  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。  **3.热膨胀系数标准样品/标准物质研制情况**  美国国家标准与技术研究院（NIST）现在在售的有2种热膨胀系数标准物质，分别是SRM 731硼硅玻璃材料的热膨胀系数标准物质，研制过SRM 736 铜热膨胀标样，SRM 732 单晶蓝宝石热膨胀标样， SRM 737 钨热膨胀标样，SRM 738 不锈钢热膨胀标样，SRM 739熔融石英玻璃热膨胀标样，这些标样研制年代较为久远，现在已不再售卖。中国计量科学研究院研制的GBW（E）130779铝热膨胀系数标准物质和GBW（E）130780聚醚醚酮热膨胀系数标准物质。其中，铝热膨胀系数标准物质测量范围为（50～150）℃，平均线性热膨胀系数为24.7×10-6 K-1；聚醚醚酮热膨胀系数标准物质测量范围为（30～100）℃，平均线性热膨胀系数为53.9×10-6 K-1。  **4.热膨胀仪校准规范研制情况及存在问题**  目前国内外尚无针对该仪器的相关检定规程或校准规范，在设备检定校准中通常采用测试方法标准中相关校准和校验部分的内容和要求进行检定。现有测试方法标准包含ASTM、ISO、EN、DIN及国家标准等，分别为：  ASTM E228-17 Standard Test Method for Linear Thermal Expansion of Solid Materials With a Pushrod Dilatometer  ISO 17562: Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) - Test method for linear thermal expansion of monolithic ceramics by push-rod technique  EN 103: "Ceramic Tiles: Determination of Linear Thermal Expansion"  DIN 51045 固体热膨胀的测定.  GB/T 4339 金属材料热膨胀特征参数的测定  GB/T 16535 精细陶瓷线热膨胀系数试验方法 顶杆法  GB/T 9966.16 天然石材试验方法 第16部分：线性热膨胀系数的测定  GB/T 7991.7 搪玻璃层试验方法 第7部分：平均线热膨胀系数的测定  GB/T 7320 耐火材料 热膨胀试验方法  GB/T 3074.4 石墨电极热膨胀系数（CTE）测定方法  GBJ 332A 固体材料线膨胀系数测试方法  这些标准都属于测试标准，目前，测量热膨胀系数的仪器还没有制定出国家检定规程或校准规范来进行校准。  以上标准中建议应定期校验设备性能和评估误差，校准方法为测量多种已知热膨胀系数的材料，对比热膨胀系数的偏差来实现，在GB/T 35807中额外提出了温度校正的方法。然而，相关内容对于技术指标、评价方法等均无具体要求，主要如下：  （1）相关方法标准中只对仪器性能及温度提出了校准建议，并没有详细说明仪器校准的步骤。  （2）标准建议，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。其中，GB/T 4339标准中引用了SRM 738和SRM739的校准用标准参照材料的热膨胀值以及工业用参照材料（钨、铂、铜、铝）的热膨胀值。GB/T 16535标准中引用了硅、钨、铂、铜、氧化铝的热膨胀值。ASTM E228标准中引用了SRM731、SRM 738和SRM739的校准用标准参照材料的热膨胀值，纯铂、纯铝的热膨胀值以及两家厂家生产的微晶氧化铝和微晶石墨材料的热膨胀值。  （3）标准中未提供采用热膨胀系数标准样品的测量不确定度计算模型和方法。  综上所述，需要起草热膨胀仪的校准规范，保证热膨胀仪测量平均线性热膨胀系数的数据准确。 | | | | | |
| 主要  起草单位 | （签字、盖公章）  月 日 | | 技术  委员  会 | （盖公章）  月 日 | | 部委托  支撑  单位 | （盖公章）  月 日 |

填写说明：1.表中第2，3，8行，请在选定的内容上填写 “█”的符号。

2.填写制定或修订项目中，若选择修订则必须填写被修订计量技术规范号。