

中华人民共和国国家标准

金属材料超低膨胀系数测量方法 光干涉法

UDC 669:620
.179.7

GB 10562—89

Metallic material—Standard test method for the
extra-low expansion coefficient—Light interferometer method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用光干涉法测定金属材料在 -195°C 至 $+100^{\circ}\text{C}$ 间超低膨胀系数的样品制备、测量装置、测量步骤、结果计算及实验报告的要求。

本标准主要适用于具有超低膨胀特性的金属材料的平均线膨胀系数的测量。

2 术语、定义及符号

2.1 线性热膨胀

与温度变化相应的样品单位长度上的长度变化称为“线性热膨胀”，用符号 $\Delta L/L_0$ 表示，其中 ΔL 是从基准温度 20°C (t_0)至所需温度 t 间观测到的样品长度变化， L_0 是温度 t_0 时的样品长度。线性热膨胀常以百分率表示(参见附录A)。

2.2 平均线膨胀系数

在温度 t_1 至 t_2 间的平均线膨胀系数 α_{t_1, t_2} 的定义是：

$$\alpha_{t_1, t_2} = (L_2 - L_1) / [L_0 \cdot (t_2 - t_1)] = \Delta L / (L_0 \cdot \Delta t) \dots\dots\dots (1)$$

式中： α_{t_1, t_2} ——温度 t_1 至 t_2 间单位温度下的线性热膨胀；其单位名称为每摄氏度，单位符号为 $(^{\circ}\text{C})^{-1}$ ，也常以每度百万分之一作单位；

L_2 ——温度 t_2 时的样品长度，mm；

L_1 ——温度 t_1 时的样品长度，mm。

2.3 瞬间线膨胀系数

在温度 t 时的瞬间线膨胀系数 α_t 的定义是：

$$\alpha_t = \lim_{t_1 \rightarrow t_2} (L_2 - L_1) / [L_0(t_2 - t_1)] = dL/L_0 dt \dots\dots\dots (2)$$

式中： α_t ——样品在温度 t 时的瞬间线膨胀系数；其单位名称及符号与 α_{t_1, t_2} 相同。

3 样品制备

3.1 本标准选用化学纯的铂与无氧铜(含铜量99.97%以上)为标准样品。

3.2 在严格的检测中，要求在被检材料的不同部位取样，加工成所需尺寸的样品。样品为棒状(或管状)。以同一部位制取的三支样品为一组。在一般检测中，对同一炉号材料只需一组样品。

3.3 推荐样品长度为50 mm。过短时测量灵敏度降低，过长时样品轴向温度不均匀性加大。

3.4 当样品长度取50 mm时，直径应取3 mm至3.5 mm。样品一端为平头，另一端为圆头，见图1。

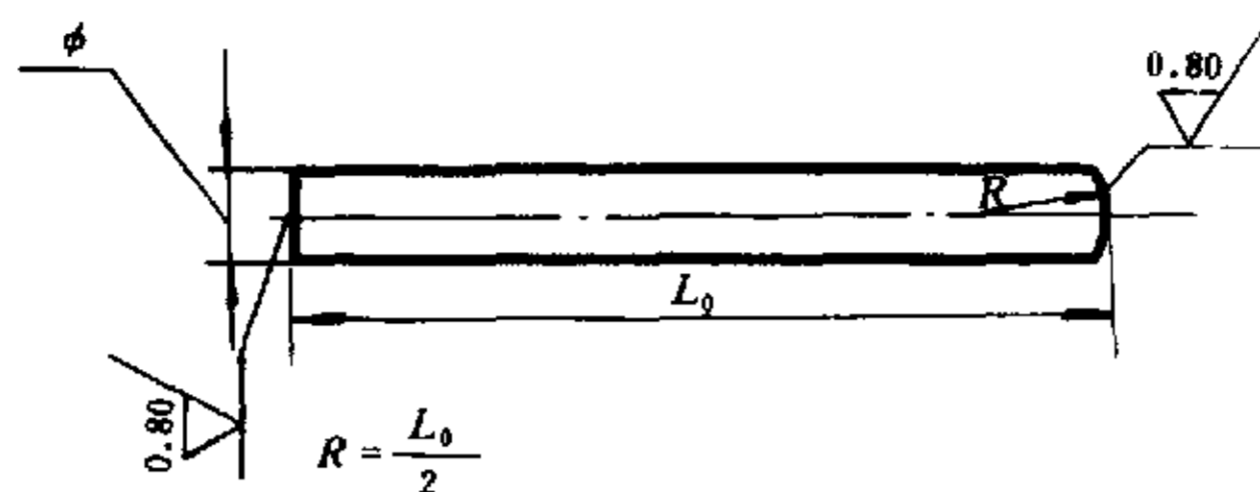


图 1 样品的形状

3.5 为获得可复现的测量结果,应消除与热膨胀行为无关的可导致长度附加变化的影响因素。为此,测试前对样品进行稳定化处理是必要的(参见附录 B2)。

4 测量装置

4.1 长度测量装置

4.1.1 使用卧式测长仪或游标卡尺等可满足要求的量具,测量基准温度 t_0 时的样品长度 L_0 ,其最小分度应不大于 0.01 mm。

4.1.2 推荐使用菲索干涉仪测量样品随温度变化而产生的长度变化。干涉仪的光学平板由具有光学品质的透明石英制成,平板应抛光到可见光的十分之一波长,顶板与底板间应有 $15' \pm 5'$ 的夹角,顶板的下表面应经过研磨以消除反射,底板的上表面和顶板的下表面可涂敷以得到条纹的最佳能见度。使用波长已知的单色光源,推荐使用氦氖激光光源。可用游丝测微计或条纹记录器测量干涉条纹的移动,应读到二十分之一条纹间距。干涉仪的工作原理如图 2 所示。

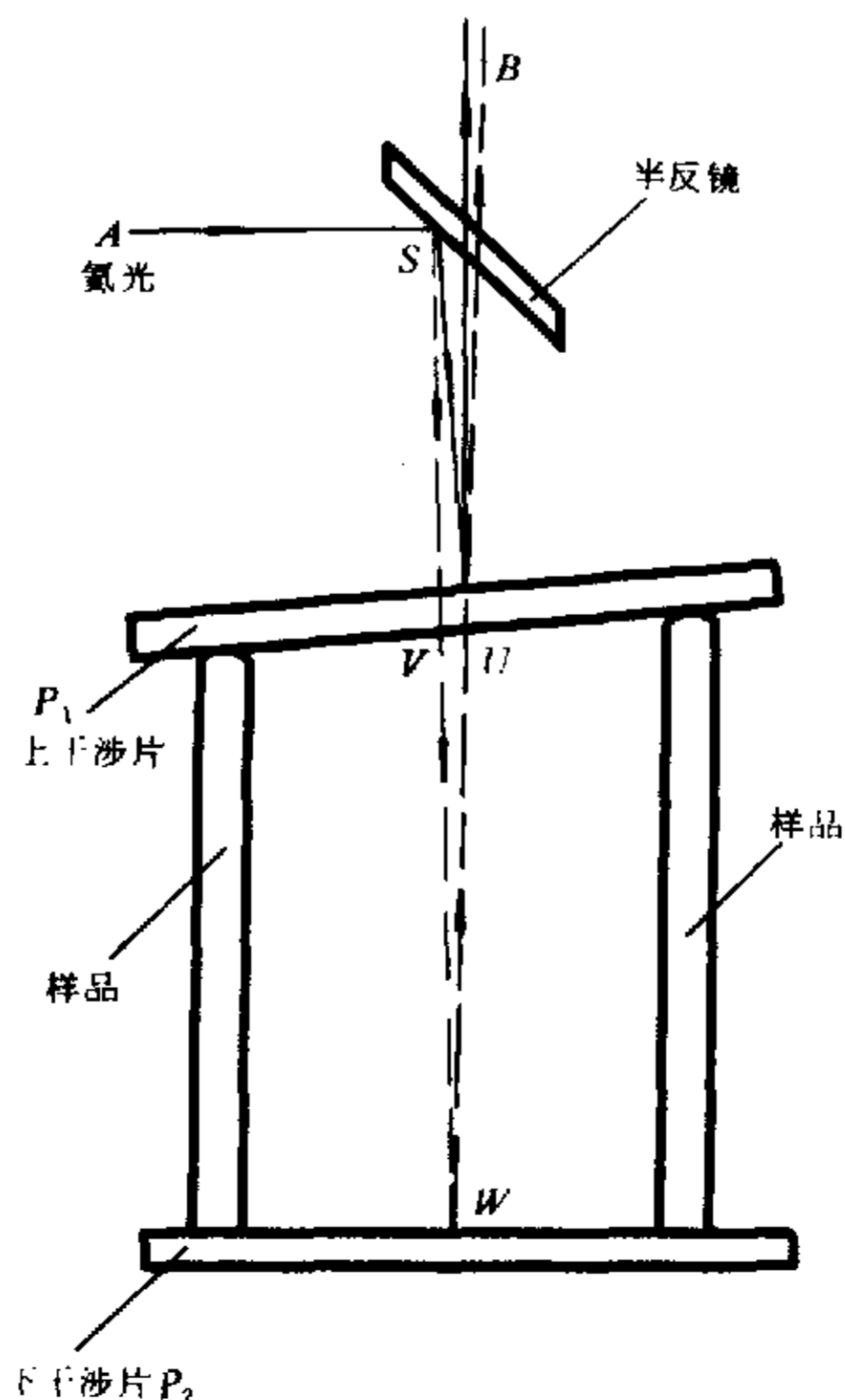


图 2 菲索干涉仪工作原理图

4.2 温度测量装置

4.2.1 用铂电阻温度计测量样品的温度,其测温灵敏度应好于 0.03C 。

4.2.2 变温用恒温槽如图3所示,用电阻丝加热,用液氮或液氮致冷。在样品区内,横向温度的最大偏差应不大于 0.3C ,纵向温度的最大偏差应不大于 0.5C 。恒温槽的控温水平应不大于 $\pm 0.2\text{C}$ 。

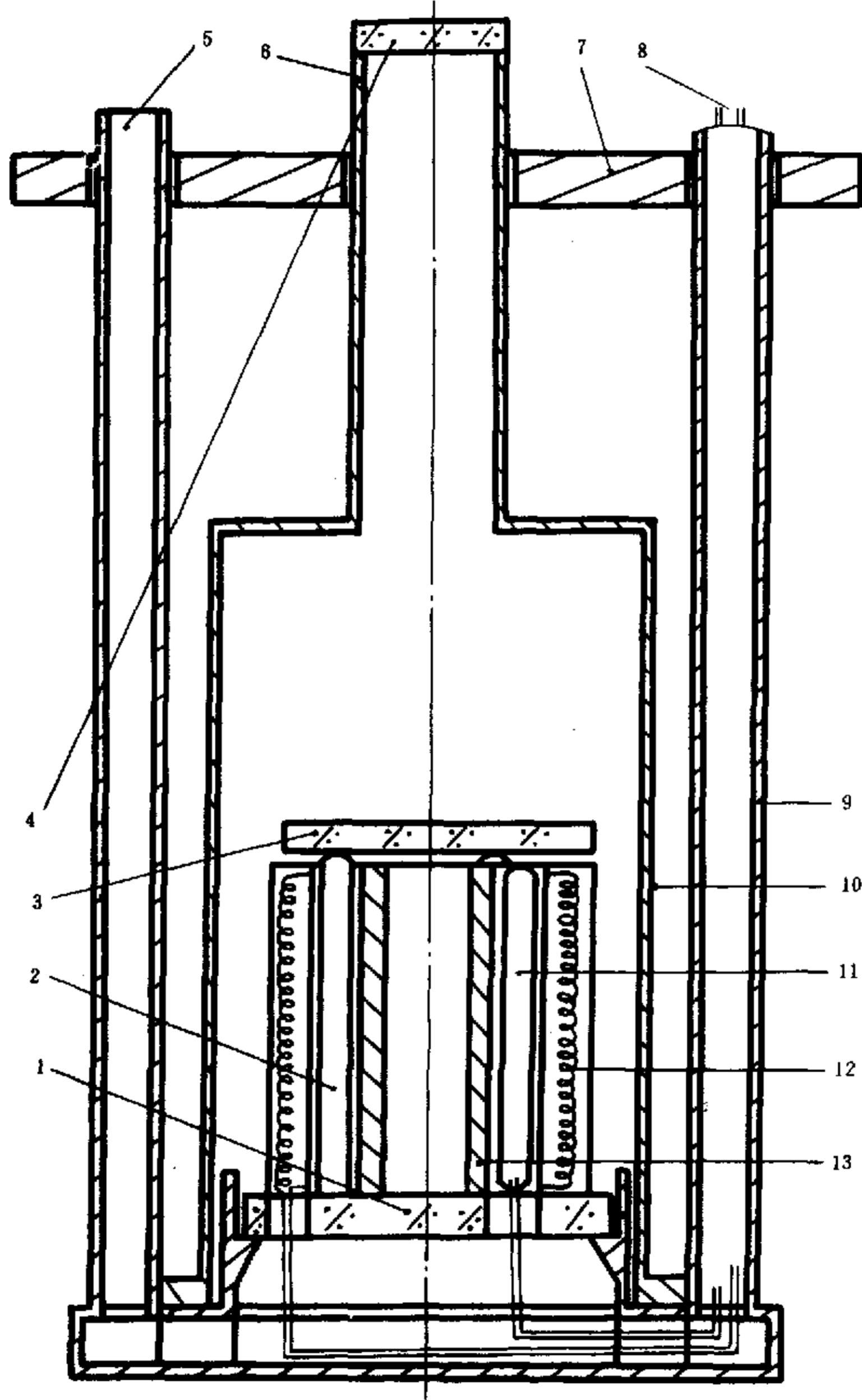


图 3 含有干涉具的恒温槽示意图

干涉具部分:1—下干涉片;2—样品三支;3—上干涉片;4—透光玻璃

其他部分:5—抽真空口;6—真空密封筒;7—支架;8—测温及控温引线;9—恒温槽吊杆;

10—恒温槽壁;11—铂温度计三支;12—加热丝;13—圆筒状样品夹具

4.3 膨胀仪

4.3.1 推荐的菲索干涉膨胀仪如图4所示。

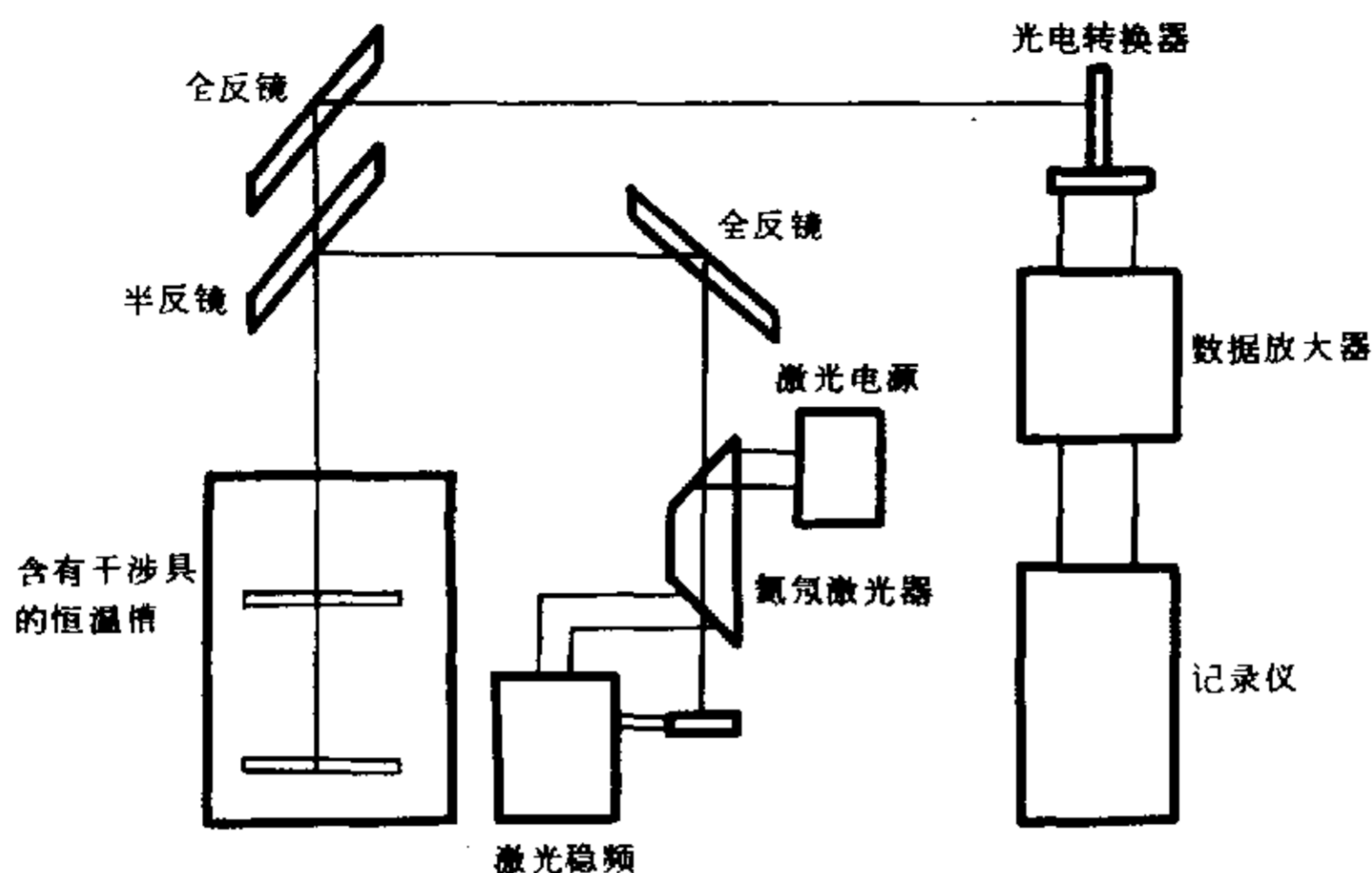


图 4 菲索干涉膨胀仪线路方框图

4.3.2 为保证测量条纹移动的偏差达到不大于±0.05个条纹的水平,光源的频率应稳定。

4.3.3 膨胀仪的校准是将标样放入图3所示干涉具内的装样夹具中,在需要的温度范围内将标样加热或冷却,将测量得出的计算值与标样的标称值比较,当测量的温度差为50℃时,平均线膨胀系数的最大偏差应不大于 $6 \times 10^{-8}(\text{C})^{-1}$,否则应进行维修。

5 测量步骤

- 5.1 修磨同组接近等长的三支样品,直至置入装样夹具后能产生最佳的干涉条纹为止。
- 5.2 在基准温度 t_0 下测量三支样品的长度 L_0 ,安装好样品。
- 5.3 抽真空,使真空度好于 $1.3 \text{ Pa} (1 \times 10^{-2} \text{ Torr})$ 。
- 5.4 调整好光接受仪器。
- 5.5 开始变温测量,变温速率应不大于 $3 \text{ C}/\text{min}$ 。

6 计算

6.1 在非索干涉膨胀仪中,热膨胀 $\Delta L/L_0$ 为:

$$\Delta L/L_0 = N\lambda/2L_0n_2 + (n_1 - n_2)/n_2 \dots\dots\dots (3)$$

式中: N ——温度由 t_1 变到 t_2 时,通过参考点读到的或条纹记录器收到的干涉条纹数(含小数部分);

λ ——产生条纹的光在真空中的波长(要求四位有效数字以上);

n_1 ——干涉具内气压为 P 的气体在 t_1 下的折射率;

n_2 ——干涉具内气压为 P 的气体在 t_2 下的折射率。

当气压 P 不大于 $1.3 \text{ Pa} (1 \times 10^{-2} \text{ Torr})$ 时,式(3)为:

$$\Delta L/L_0 = N\lambda/2L_0 \dots\dots\dots (4)$$

将式(4)及温度 t_1 和 t_2 代入式(1),即可得出平均线膨胀系数。

6.2 将样品长度对温度曲线上温度 t 处的斜率和样品长度 L_0 代入式(2),即可得出瞬间线膨胀系数。

可用数学分析或作图法得出 $L(t)$ 曲线的斜率。

6.3 测量结果报至 10^{-8} 位[单位为 $(\text{C})^{-1}$]。

7 报告

试验报告一般应包括下述内容：

- a. 对材料的描述。包括牌号、化学成分、加工的历史；
- b. 样品的制备方法。包括热加工、机加工及热处理工艺，若材料是各向异性的，则应列出样品的轴向方向；
- c. 样品的形状、尺寸及基准温度和相应的长度 L_0 ；
- d. 对测试全过程的简述。包括样品膨胀和温度测量系统、加热和冷却速度、温度控制方法、精度估算及环境条件等；
- e. 对测量结果所列表格。包括测量温度 t 、温度间隔 Δt 、所对应的膨胀量 ΔL 或线性热膨胀 $\Delta L/L_0$ 、平均线膨胀系数 α_{t_1, t_2} 、瞬间线膨胀系数 α_t ；
- f. 画出： $\Delta L/L_0$ 与 t 、 α_{t_1, t_2} 与 t 及 α_t 与 t 的关系曲线；
- g. 对样品测量前、后的所有可影响测量结果的异常行为都要进行完整描述；
- h. 由材料的特殊用途所需的任何附加情报。

附录 A
初始长度与起始温度
(补充件)

A1 初始长度的影响

一般以20℃做为基准温度 t_0 ，以 t_0 时的样品长度做为基准长度 L_0 。但在实际测量中，常以初始温度不等于20℃的 t_1 时的样品初始长度 L_1 代替 L_0 ，令此平均线膨胀系数为 α_{t_1, t_2}^1 ，它与式(1)所定义的 α_{t_1, t_2} 的关系为：

$$\alpha_{t_1, t_2} = \alpha_{t_1, t_2}^1 / [1 + \alpha_{t_1, t_0} (t_0 - t_1)] \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中： α_{t_1, t_0} —— t_1 至 t_0 间的平均线膨胀系数，(℃)⁻¹。

因为在实际生产检验中， $\alpha_{t_1, t_0} (t_0 - t_1)$ 远小于1，所以式(A1)中， $\alpha_{t_1, t_2} \approx \alpha_{t_1, t_2}^1$ 故在一般情况下，以 L_1 代替 L_0 是可以的，但在严格的检测中不应以 L_1 代替 L_0 。

A2 起始温度的影响

当被测样品的长度与温度的关系 $L(t)$ 明显地偏离线性关系时，因 t_1 不同所测得的 α_{t_1, t_2} 彼此间将有明显差异。在生产检验中，此时或以20℃为 t_1 或依要求进行测量，否则应对测量结果进行修正。对于一个无明显相变点的热膨胀过程，任一起始温度 t_1 至温度 t_2 的 α_{t_1, t_2} 与由基准温度20℃至温度 t_2 测得的 α_{20, t_2} 之间的关系呈近似式：

$$\alpha_{t_1, t_2} - \alpha_{20, t_2} = \beta_0 (t_1 - 20) \quad \dots\dots\dots (A2)$$

式中： β_0 ——二次热膨胀常数，(℃)⁻²。

二次热膨胀常数 β_0 满足下述关系式：

$$L_t = L_0 [1 + \alpha_0 (t - t_0) + \beta_0 (t - t_0)^2] \quad \dots\dots\dots (A3)$$

式中： α_0 ——一次热膨胀常数，(℃)⁻¹。

可用最小二乘法拟合 $L(t)$ 曲线来得出 β_0 值。也可采用其他简化算法。

附录 B
标样特性及有关数据
(参考件)

B1 标样材料的热膨胀特性

表 B1 化学纯铂和高导电无氧铜线性热膨胀值

温度 t ℃	线性热膨胀，%	
	Pt	Cu
-195	-0.155 9	-0.269 6
-150	-0.125 6	-0.222 8
-100	-0.086 4	-0.155 5
-50	-0.044 2	-0.080 1
0	0.000 0	0.000 0

续表 B1

温度 t C	线性热膨胀, %	
	Pt	Cu
25	0.022 2	0.041 4
50	0.044 6	0.083 6
100	0.090 0	0.169 9

B2 部分材料的稳定化热处理工艺**B2.1 Fe-Ni36 合金**

Fe-Ni36 合金的稳定化热处理一般用三段处理。首先,将样品在空气中加热到 830℃ 保温 20 min, 淬水, 达到均匀化; 然后, 将样品在空气中加热到 310℃ 回火 1 h; 最后, 再将样品加热到 95~100℃ 稳定化时效 48 h。

Fe-Ni36 合金的稳定化热处理也可用消除应力处理。首先, 将样品加热到 310~350℃ 保温 1h, 空冷; 然后, 将样品加热到比样品同炉的产品最高使用温度高 10℃ 后, 再将样品冷却到比该产品最低使用温度低 10℃, 这样反复二至三次后冷却至室温。

Fe-Ni36 合金在上述两种处理中, 都应注意其在居里点 205℃ 附近应缓冷。

B2.2 Fe-Ni32Co4Cu 合金

Fe-Ni32Co4Cu 合金的稳定化热处理同 B2.1 的热处理工艺。

B2.3 Fe-Co54Cr9.5 合金

Fe-Co54Cr9.5 合金的稳定化、强化热处理工艺是: 900℃ 保温 1 h 冷至室温, 再 450℃ 保温 5 min。

B2.4 含铜量为 99.97% 的无氧铜稳定化热处理工艺是: 530~540℃ 退火。**B3 可测超低膨胀系数的部分伸长计特性**

表 B2

类型	制样	时间稳定性	近似灵敏度 mm	测得 α 的最大偏差, $10^{-8}(\text{C})^{-1}$
菲索干涉仪	较容易	好	2.5×10^{-5}	2~10
阿-普干涉仪	较复杂	好	2.5×10^{-5}	2~10
波来斯特干涉仪	较复杂	好	2.5×10^{-5}	2~10
电容法	—	差	高	—
频率法	—	稍好	高	—

注: ① 频率法和电容法测量装置均较复杂。

② 光学比较仪等其他仪器亦可能满足超低膨胀系数测量的要求。

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部情报标准研究总所提出。

本标准由东北工学院、首钢冶金研究院和中国测试技术研究院等单位负责起草。

本标准主要起草人刘庆国、李昕、刘成银等。