



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 16535—2008  
代替 GB/T 16535—1996

## 精细陶瓷线热膨胀系数试验方法 顶杆法

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics)—  
Test method for linear thermal expansion of monolithic ceramics by push-rod  
technique

(ISO 17562:2001, MOD)

2008-09-18 发布

2009-05-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布

## 前 言

本标准修改采用 ISO 17562:2001《精细陶瓷(先进陶瓷,先进技术陶瓷)——块体陶瓷线热膨胀系数试验方法 顶杆法》(英文版)。

本标准在采用 ISO 17562:2001 时,做了以下技术性修改:

- a) 扩大了标准的使用范围,允许“其他无机非金属材料也可参考使用”;
- b) 引用标准 ISO 3611 和 ISO 6906 改为引用 GB/T 1216 和 GB/T 21389;
- c) 删除引用标准 ISO 7991 和 IEC 60584-1;
- d) 10.2 中的标定仪器改为“符合 GB/T 1216 要求的千分尺”;
- e) 增加了附录 A 中的氧化铝的线热膨胀率参考数据和相应的参考文献。

本标准还做了以下编辑性修改:

- a) 用小数点‘.’代替作为小数点的逗号‘,’;
- b) 删除国际标准的前言;
- c) 3.3 的公式中  $t_2$  和  $t_1$  改为  $T_2$  和  $T_1$ ,原文有误;
- d) 删除 5.6 的注,原文重复;
- e) 修改了表 1 的格式,使其更容易理解。

本标准代替 GB/T 16535—1996《工程陶瓷线热膨胀系数试验方法》。

本标准与 GB/T 16535—1996 相比主要变化如下:

- a) 标题“工程陶瓷”修改为“精细陶瓷”;
- b) 适用温度范围增大到“近液氮温度到最高温度 1 500 °C 范围”(见 1);
- c) 增加了规范性引用文件(见 2);
- d) 增加了“术语和定义”(见 3);
- e) 增加了不确定度的期望数值(见 8);
- f) 增加了仪器标定(见 10);
- g) 增加附录 A、附录 B 和附录 C。

本标准附录 A 和附录 B 是规范性附录,附录 C 是资料性附录。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国工业陶瓷标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:中国科学院上海硅酸盐研究所。

本标准参加起草单位:耐驰科学仪器商贸(上海)有限公司、中国建筑材料科学研究总院、宁波韵升光通信技术有限公司、郑州玉发集团。

本标准主要起草人:蒋丹宇、于惠梅、包亦望、朱国强、高建华、齐玲均、冯涛、黄德信、徐兵、徐海芳、李雨林、石南云、徐梁、张红。

本标准于 1996 年首次发布。

# 精细陶瓷线热膨胀系数试验方法

## 顶杆法

### 1 范围

本标准规定了从近液氮温度到最高温度 1 500 °C 范围内精细陶瓷线热膨胀率和线热膨胀系数的试验方法的原理、仪器设备、试样、试验步骤和结果计算等。

本标准适用于块体精细陶瓷,其他无机非金属材料也可参考使用。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准。然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 1216 外径千分尺

GB/T 16839.1—1997 热电偶 第 1 部分:分度表 (IEC 584-1:1995, IDT)

GB/T 21389 游标、带表和数显卡尺

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

#### 3.1

**线热膨胀率 linear thermal expansion**

在温度  $T_1$  和  $T_2$  之间的线热膨胀率为  $\Delta L/L_0$ 。

其中:  $\Delta L = (L_2 - L_1)$ ,  $L_0$  是室温下的试样长度。

注:假设当温度从  $T_1$  变到  $T_2$  时,试样长度从  $L_1$  变到  $L_2$ 。

#### 3.2

**平均线热膨胀系数 mean linear thermal expansion coefficient**

$\bar{\alpha}$

在温度  $T_1$  和  $T_2$  间的平均线热膨胀系数  $\bar{\alpha}$  为  $\Delta L/(L_0 \times \Delta T)$ , 其中:  $\Delta T = (T_2 - T_1)$ 。

#### 3.3

**瞬时线热膨胀系数 instantaneous linear thermal expansion coefficient**

$\alpha$

瞬时线热膨胀系数  $\alpha$  为  $T_2$  趋近于  $T_1$  时的平均线热膨胀系数,

即:  $\alpha = \lim_{T_2 \rightarrow T_1} [\bar{\alpha}]$ 。

### 4 原理

在特定气氛下,施加一很小的载荷于已知尺寸的试样上,以一定的升降温速率加热或冷却试样至设定的温度,测量试样的长度变化,记录温度变化,计算试样线热膨胀系数及特定温度下的瞬时线热膨胀系数。

## 5 仪器设备

### 5.1 千分尺

符合 GB/T 1216 要求的千分尺或符合 GB/T 21389 要求的游标类卡尺, 20 °C 下的不确定度为 0.1%。

### 5.2 位移测量装置

用于测量温度变化时试样长度的变化, 灵敏度为  $1 \times 10^{-5} \times L_0$  (见 6.1)。顶杆对试样的接触力范围在 (0.1~1.0) N。

### 5.3 试样支架系统

为了保证整个测量过程中的机械稳定性, 试样支架系统应能在不超过 1 N (见 7c) 的接触力的作用下使试样紧固。

### 5.4 加热或冷却设备

在整个试样长度范围内, 能够保证试样的温度均匀性, 在 1 000 °C 下偏差为  $\pm 2$  °C, 1 000 °C~1 500 °C 下偏差为  $\pm 5$  °C。

### 5.5 温度控制设备

在整个测量过程中, 试样的温度可以控制, 以不超过 5 °C/min 的速率加热或冷却试样或是进行步进升降温控制 (见 7e)。

注: 液氮是最常用的冷却剂。

### 5.6 温度测量设备

能够保证热电偶顶端与试样足够接近, 保证在整个测量温度范围内试样温度的测量不确定度小于 2 °C。热电偶种类参照 GB/T 16839.1—1997。

## 6 试样

### 6.1 测试试样

测试试样尺寸和形状由试样支架系统确定。形状通常为方柱或圆柱。方柱的宽度和厚度约为 5 mm, 圆柱的直径约为 5 mm。无论方柱或圆柱, 柱长应大于位移测量装置灵敏度的  $1 \times 10^5$  倍 (见 5.2)。例如在设备灵敏度为 0.1  $\mu$ m 的情况下, 测试试样长度应大于 10 mm, 数量不少于 2 个 (见 7g)。

### 6.2 参比试样

在试验温度范围内, 参比试样的线热膨胀系数应已知, 如果没有, 也可用附录 A 所列的高纯 (99.99%) 材料来做参比试样。这些材料是立方晶系, 热膨胀各向同性, 形状和尺寸应与试验用试样的尺寸大致相近。

## 7 试验步骤

下面的试验步骤针对单顶杆膨胀仪, 方括号中的内容针对双试样差示热膨胀仪。

- a) 用 5.1 规定的千分尺测量试样 [参比试样] 长度  $L_0$ , 20 °C 下测量值精确到 0.1%。
- b) 除去支架系统和试样 [参比试样] 表面的污染物, 把试样 [参比试样] 放入到试样支架中并确保其稳固。
- c) 小心地把顶杆顶到试样的顶端 [参比顶杆顶到参比试样顶端] 并施加 0.1 N~1 N 的载荷。
- d) 测试环境为空气时应采用静态或固定流量的空气。可采用氮气、惰性气体或真空以避免试样氧化反应影响测试。
- e) 使用温控装置 (5.5), 控制温度以不超过 5 °C/min 的速度变化。或采用设定步进温度增量的

方式控温。

- f) 用位移测量装置(5.2)和温度测量装置(5.6),连续记录整个试验过程中对应温度  $T$  下试样的长度变化[或试样和参比试样的长度差值]。
- g) 测量应在不移动测试试样的情况下进行至少两次,并至少测量两个试样(见 6.1)。
- h) 所有的热膨胀测量试验(试样测量、参比试样测量和基线变化测量)应在相同的环境下进行。

## 8 不确定度的期望数值

当  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  温度区间的线热膨胀系数为  $2 \times 10^{-5}\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$  时,若不确定度期望值为  $2 \times 10^{-7}\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ ,则温度和长度测量的不确定度要求如表 1。

表 1 温度、长度测量的不确定度要求

因素	要求的测量不确定度
温度测量	$2\text{ }^{\circ}\text{C}$
测量装置灵敏度( $L_0$ : $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时试样长度)	$1 \times 10^{-5} L_0$

附录 A 列出了线热膨胀率的参考数据。附录 B 所示是线热膨胀率的计算方法。附录 C 所示是线膨胀仪测量装置。

## 9 结果计算

在  $(T_1, T_2)$  温度区间线热膨胀率和平均线热膨胀系数按照式(1)、式(2)计算:

$$\frac{\Delta L_{sp}}{L_0} = \frac{\Delta L_{sp,m} - \Delta L_{ref,m} + \Delta L_{ref}}{L_0} \dots\dots\dots(1)$$

$$\bar{\alpha} = \frac{\Delta L_{sp,m} - \Delta L_{ref,m} + \bar{\alpha}_{ref}}{L_0 \Delta T} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$\Delta L_{sp}$ ——在  $T_1$  和  $T_2$  温度区间试样的长度变化;

$L_0$ ——试样在室温时的长度;

$\Delta L_{sp,m}$ ——试样测试时位移测量装置在  $T_1$  和  $T_2$  温度所显示数值的差值;

$\Delta L_{ref,m}$ ——参比试样测试时位移测量装置在  $T_1$  和  $T_2$  温度所显示数值的差值;

$\Delta L_{ref}$ ——参比试样在  $T_1$  和  $T_2$  温度区间的长度变化的计算值;

$\bar{\alpha}$ ——试样在  $T_1$  和  $T_2$  温度区间的平均线热膨胀系数,单位为每摄氏度( $^{\circ}\text{C}^{-1}$ );

$\Delta T$ ——试样温度变化  $T_2 - T_1$ ,单位为摄氏度( $^{\circ}\text{C}$ );

$\bar{\alpha}_{ref}$ ——参比试样在  $T_1$  和  $T_2$  温度区间的平均线热膨胀系数( $^{\circ}\text{C}^{-1}$ )的计算值;

表 A.1 列出了参比试样线热膨胀推荐值  $\Delta L_{ref}$ ,平均线热膨胀系数  $\bar{\alpha}_{ref}$  可由  $\Delta L_{ref}$  计算得到。附录 B 描述了公式 1 和公式 2 的推导方法。

通过多次测量计算测量值的平均偏差和标准偏差。如果平均偏差远大于标准偏差,应找出原因并重复测量。

## 10 仪器标定

### 10.1 概述

测量仪器应定期进行标定以确保测试系统功能正常和测量的精度。仪器零配件更换后也应进行仪器标定。

### 10.2 标定位移测量装置

位移测量装置应使用符合 GB/T 1216 要求的千分尺进行标定。

### 10.3 标定温度测量装置

热电偶应定期标定或更换。

## 11 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 试样和实验条件的详细描述；
- b) 试样形状、尺寸和数量；
- c) 使用的测试仪器型号；
- d) 测试条件(温度变化类型—固定加热速率或步进升降温,加在试样上的载荷,实验气氛及其流量)；
- e) 参比试样的尺寸、形状和线热膨胀率或平均线热膨胀系数；
- f) 在测试温度区间的线热膨胀率  $L/L_0$ , 平均线热膨胀系数  $\bar{\alpha}$ , 或瞬时线热膨胀系数  $\alpha$ , 包括各自的不确定度；
- g) 热膨胀曲线；
- h) 测试日期；
- i) 与测试及其结果相关的备注。

附 录 A  
(规范性附录)

线热膨胀率的参考数据

表 A.1 所示为下列材料线热膨胀率的推荐值(或文献值):硅(空气下到 700 ℃,惰性气氛下到 1 000 ℃),钨(空气下到 300 ℃,惰性气氛下到 1 500 ℃),铂(空气或惰性气氛下到 1 300 ℃),铜(空气下到 300 ℃,惰性气氛下到 800 ℃)。表 A.1 计算的不确定度为±1%,数据源于参考文献中所列的文献。

表 A.1 线热膨胀率的参考数据(单位:10<sup>-6</sup>)

温 度		材料(纯度 99.99%)				
℃	K	从 20 ℃到对应温度的 $\Delta L/L_0$				
		硅	钨	铂	铜	氧化铝
-233	40	-217	-875		-3 235	
-213	60	-223	-850		-3 158	
-193	80	-232	-811		-3 018	
-173	100	-240	-760		-2 829	
-153	120	-244	-700		-2 605	
-133	140	-242	-633		-2 353	
-113	160	-232	-560		-2 080	
-93	180	-214	-482		-1 792	
-73	200	-190	-401		-1 492	
-23	250	-101	-189		-707	
0	273	-49	-88		-331	
20	293	0	0	0	0	0
50	323	80	134	266	500	192.59
100	373	229	359	720	1 354	548.29
150	423	564	814	1 652	2 228	912.78
200	473	564	814	1 652	3 121	1 285.95
250	523	744	1 045	2 128	4 033	1 674.84
300	573	930	1 278	2 610	4 961	2 073.73
350	623	1 122	1 515	3 097	5 907	2 474.89
400	673	1 317	1 754	3 589	6 870	2 875.42
450	723	1 516	1 996	4 087	7 852	3 274.2
500	773	1 718	2 240	4 591	8 853	3 672.49
600	873	2 131	2 733	5 617	10 919	4 488.18
700	973	2 554	3 232	6 674	13 072	5 371.19
800	1 073	2 987	3 736	7 766	15 323	6 272.48
900	1 173	3 427	4 250	8 896	17 688	7 192.01

表 A.1 (续)

温 度		材料(纯度 99.99%)				
℃	K	从 20 ℃ 到对应温度的 $\Delta L/L_0$				
		硅	钨	铂	铜	氧化铝
1 000	1 273	3 875	4 775	10 063		8 156.53
1 100	1 373		5 311	11 264		9 093.15
1 200	1 473		5 858	12 500		10 076.09
1 300	1 573		6 415	13 777		11 056.38
1 400	1 673		6 984	15 111		12 009.57
1 500	1 773		7 571	16 507		13 058.72
1 600	1 873		8 183			14 065.18
1 700	1 973		8 803			15 007.96



附录 B  
(规范性附录)

单顶杆或差示热膨胀仪测量原理公式 1 和公式 2 的推导方法

当试样温度变化为  $\Delta T = T_2 - T_1$  时,位移测量装置  $\Delta L_{sp,m}$  的值由下式计算。

对单顶杆热膨胀仪:

$$\Delta L_{sp,m} = \Delta L_{sp} - \Delta L_{holder} + \Delta L_{bl} \dots\dots\dots(B.1)$$

对差示热膨胀仪:

$$\Delta L_{sp,m} = \Delta L_{sp} - \Delta L_{ref} + \Delta L_{bl} \dots\dots\dots(B.1')$$

式中:

$\Delta L_{sp}$  —— 试样长度变化;

$\Delta L_{holder}$  或  $\Delta L_{ref}$  —— 试样支架系统(或参比试样)因温度变化导致的长度变化;

$\Delta L_{bl}$  —— 基线偏差。

为了得到支架系统的长度变化和基线偏差,把参比试样放在待测试样的位置。采用与测量待测试样相同的测试条件,测量对应温度变化  $\Delta T$  下仪器装置的位移变化值。

$\Delta L_{ref,m}$  示值可用下式表示:

对单顶杆热膨胀仪:

$$\Delta L_{sp,m} = \Delta L_{ref} - \Delta L_{holder} + \Delta L_{bl} \dots\dots\dots(B.2)$$

对差示热膨胀仪:

$$\Delta L_{sp,m} = \Delta L_{bl} \dots\dots\dots(B.2')$$

从公式(B.1)和式(B.2),或(B.1')和式(B.2'),线热膨胀率由下式表示:

$$\frac{\Delta L_{sp}}{L_0} = \frac{\Delta L_{sp,m} - \Delta L_{ref,m} + \Delta L_{ref}}{L_0} \dots\dots\dots(B.3)$$

如果以平均线热膨胀系数来表示,则得下式:

$$\begin{aligned} \bar{\alpha} &= \frac{\Delta L_{sp}}{L_0 \Delta T} \\ &= \frac{\Delta L_{sp,m} - \Delta L_{ref,m} + \Delta L_{ref}}{L_0 \Delta T} + \bar{\alpha}_{ref} \dots\dots\dots(B.4) \end{aligned}$$

其中

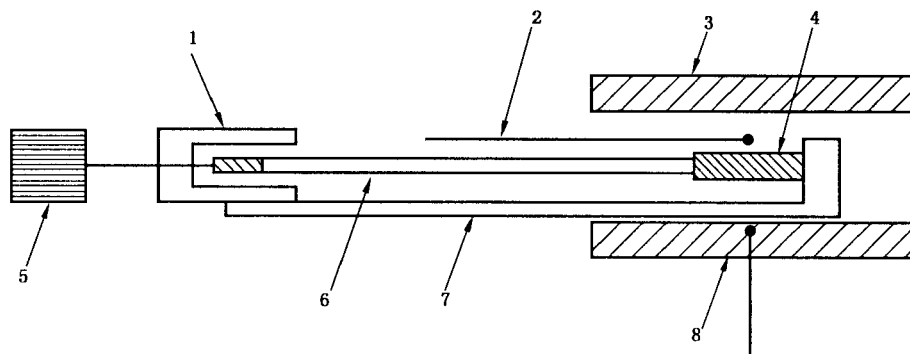
$$\bar{\alpha}_{ref} = \frac{\Delta L_{ref}}{L_0 \Delta T} \dots\dots\dots(B.5)$$

**附录 C**  
**(资料性附录)**  
**线膨胀仪测量装置**

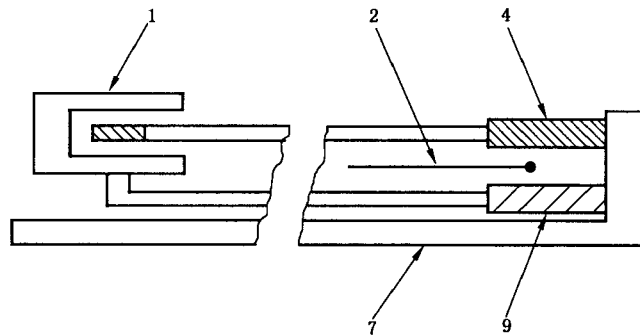
图 C.1 所示为膨胀测量装置及其组成。

单顶杆膨胀仪或差示膨胀仪的结构分别如图 C.1 a) 和 b) 所示。这里所示为水平类型仪器的测量装置, 垂直类型的仪器也同样适用。装置包括位移测量部分(通常是一个位移传感器), 试样支架系统(石英玻璃或氧化铝), 温度控制部分(加热炉或冷却设备), 温度测量部分(热电偶)和载荷控制部分。试样和试样支架系统(或参比试样)之间的相对变化可检测。

作为试样支架系统, 石英玻璃适合从室温到 1 000 °C 的测试。高纯氧化铝适合室温到 1 500 °C 的测试。石英玻璃在高于 800 °C 时可能会发生晶型转变, 导致其热膨胀率发生改变, 如果发生任何形式的变化, 应更换新的试样支架系统。



a) 单顶杆类型



b) 示差类型

- |            |           |
|------------|-----------|
| 1——位移测量装置; | 6——顶杆;    |
| 2——测量热电偶;  | 7——试样支座;  |
| 3——炉子/冷却器; | 8——控制热电偶; |
| 4——试样;     | 9——参比试样。  |
| 5——载荷控制装置; |           |

图 C.1 测试装置示意图

## 参 考 文 献

- [1] HAHN T. A. and KIRBY R. K. , *Thermal expansion of platinum from 293 to 1900K*, Proc. AIP Conference, 3(1972) 87-95
- [2] WHITE G. K. and MINGES M. L. (Eds. ), 1985. *Thermal Expansion of Cu, Si, W, and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>*, CODATA Bulletin, No. 59(1985), Chapter 3, 13-19(Pergamon Press)
- [3] WHITE G. K. and MINGES M. L. , *Thermophysical Properties of Some Key Solids*, Int. J. Thermophys. , 15-6(1994) 1333-1343
- [4] WHITE G. K. and MINGES M. L. , *Thermophysical Properties of Some Key Solids: An Update*, Int. J. Thermophys. , 18-5(1997) 1269-1327
- [5] DIN 51045-1 Determination of the thermal expansion of solids. Basic rules 固体热膨胀的测定方法 原理
-