

# 中华人民共和国国家军用标准

FL 0143

GJB 332A-2004  
代替 GJB 332-1987

## 固体材料线膨胀系数测试方法

Test method for coefficient of linear thermal expansion of solid materials

2004-09-01 发布

2004-12-01 实施

国防科学技术工业委员会 发布

## 前 言

本标准代替 GJB 332-1987《刚性固体平均线膨胀系数测试方法》。

本标准与GJB 332-1987相比主要有以下变化：

- 对标准名称进行了修改，将原标准名称《刚性固体平均线膨胀系数测试方法》改为《固体材料线膨胀系数测试方法》。
- 增加了方法原理、石英组件的材质要求和退火工艺要求；
- 对石墨组件的测试要求进行了详细的规定，包括保护气氛、伸长计、加热炉、测温装置、控制部分及数据采集处理系统、测试程序、测试系统的校正和测试结果的处理；
- 扩大了温度适用范围和性能测试的范围，原标准的测试温度范围为室温至 900℃，修订后的标准适用于-196℃~2500℃；原标准只能测试平均线膨胀系数，修订后的标准可以测试线性热膨胀、平均线膨胀系数和热膨胀率。

本标准中的附录 A 为规范性附录。

本标准由中国航天科技集团公司提出。

本标准由中国航天标准化研究所归口。

本标准起草单位：中国航天科技集团公司第一研究院第七〇三研究所。

本标准主要起草人：何凤梅，丁坤和。

本标准于1987年5月首次发布，本次是第一次修订。

# 固体材料线膨胀系数测试方法

## 1 范围

本标准规定了顶杆法测试固体材料线膨胀系数包括线性热膨胀、平均线膨胀系数和热膨胀率的试样、测试装置、测试程序和测试结果的计算等要求。

本标准适用于 $-196^{\circ}\text{C}\sim 2500^{\circ}\text{C}$ 的温度范围内,测定各种固体材料如金属、陶瓷、玻璃和复合材料等的线膨胀系数。其中在 $-196^{\circ}\text{C}\sim 1000^{\circ}\text{C}$ 的温度范围内,采用石英示差组件;在室温 $\sim 2500^{\circ}\text{C}$ 的温度范围内,采用石墨示差组件。

## 2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

### 2.1

#### 线性热膨胀 linear thermal expansion

与温度变化相对应的试样单位长度的长度变化,以 $\Delta L/L_0$ 表示,其中 $\Delta L$ 是测得的长度变化, $L_0$ 是试验起始温度 $T_0$ 下的试样长度。线性热膨胀常以 $10^{-3}$ 或 $10^{-6}$ 表示,且一般以 $15^{\circ}\text{C}\sim 25^{\circ}\text{C}$ 为试验起始温度。

### 2.2

#### 平均线膨胀系数 mean coefficient of linear thermal expansion

在温度区间 $T_1$ 和 $T_2$ 内,温度每变化 $1^{\circ}\text{C}$ ,试样单位长度变化的算术平均值。计算公式如下:

$$\alpha_m = \frac{L_2 - L_1}{L_0(T_2 - T_1)} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\alpha_m$ ——平均线膨胀系数,单位为每摄氏度( $^{\circ}\text{C}^{-1}$ ),常用( $10^{-6}\text{C}^{-1}$ )表示;

$L_1$ ——温度 $T_1$ 下的试样长度,单位为毫米(mm);

$L_2$ ——温度 $T_2$ 下的试样长度,单位为毫米(mm);

$T_1, T_2$ ——测量中选取的两个温度,单位为摄氏度( $^{\circ}\text{C}$ )。

### 2.3

#### 热膨胀率 thermal expansivity

在温度 $T$ 下,与温度变化 $1^{\circ}\text{C}$ 相应的线性热膨胀值。计算公式如下:

$$\alpha_T = \frac{1}{L_T} \frac{dL}{dT} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\alpha_T$ ——温度 $T$ 下的热膨胀率,单位为每摄氏度( $^{\circ}\text{C}^{-1}$ ),常用( $10^{-6}\text{C}^{-1}$ )表示;

$L_T$ ——温度 $T$ 下的试样长度,单位为毫米(mm)。

## 3 方法原理

本标准采用单推杆式或单推管式示差膨胀仪,借助于由同种稳定材质的载管与顶杆构成的组件,测量温度变化时固体材料试样相对于其载管的长度变化。推杆或推管将试样长度的变化传输至传感器上,推杆的形状和尺寸应保证将载荷作用到试样上。

## 4 试样

4.1 在测试过程中,因试验装置对被测试样施加的应力而产生的蠕变或弹性变形应小至可以忽略不计,

即对试样长度变化测试精度的影响可以忽略，且在测试过程中试验装置不应产生压痕。

4.2 试样长度应大于 2mm，推荐试样长度为 15mm~70mm。试样长度方向上的横截面可以是圆形、矩形或正方形，且应是等截面，截面面积可在  $10\text{mm}^2\sim 100\text{mm}^2$  之间。

4.3 试样的两端面应平行并与轴线垂直，不平行度和垂直度不宜大于 0.02。

4.4 吸湿性较强的试样在测试前宜在干燥器中放置不少于 24h。

4.5 每组试样数量应不少于三个。

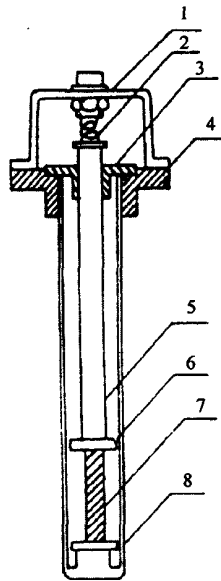
## 5 测试装置及测试程序

### 5.1 石英示差膨胀仪

#### 5.1.1 石英示差组件

5.1.1.1 石英示差组件是石英示差膨胀仪的重要部分，其适用的测试温度范围为  $-196^\circ\text{C}\sim 1000^\circ\text{C}$ 。

5.1.1.2 石英示差组件主要由高纯度的透明熔融石英载管和顶杆组成立式或卧式结构。本标准推荐采用图 1 所示的立式结构。



1—支架；2—弹簧；3—石墨小套筒；4—石墨大套筒；5—石英顶杆；6—石英垫片；7—试样；8—石英载管

图 1 立式石英示差组件

5.1.1.3 未经退火加热的石英在  $800^\circ\text{C}$  以上将产生粘性流变。因此，推荐按照下述工艺对石英组件中的石英载管、石英顶杆及石英标准样品、垫片进行退火：

- a) 以  $100^\circ\text{C}/\text{h}$  加热到  $1200^\circ\text{C}$ ；
- b) 在  $1200^\circ\text{C}$  下保温 2h；
- c) 以  $60^\circ\text{C}/\text{h}$  冷却到  $1000^\circ\text{C}$ ；
- d) 以  $120^\circ\text{C}/\text{h}$  冷却到  $600^\circ\text{C}$ ；
- e) 以  $200^\circ\text{C}/\text{h}$  冷却到室温。

#### 5.1.2 伸长量测试装置

伸长量测试装置简称伸长计。用伸长计测试试样长度的变化，测试范围为  $0\text{mm}\sim 3\text{mm}$ ，分辨率应不大于  $0.001\text{mm}$ 。常用的伸长计有千分表、差动变压器及高精度高分辨率的光栅数字位移计。差动变压器和光栅数字位移计应有稳定的零位示值，在实验室温度变化不超过  $3^\circ\text{C}$  的情况下，在 4h 有效工作时间内，零位示值的变化应不大于  $0.001\text{mm}$ 。

### 5.1.3 升降温装置

5.1.3.1 无论采用何种升温或降温方式，都应对温度进行控制。

5.1.3.2 无论是升温装置还是降温装置，都应具有大于试样长度的均温区，均温区内最大温度差不大于 $2^{\circ}\text{C}$ 。

5.1.3.3 当测试温度低于 $100^{\circ}\text{C}$ 时，宜使用恒温液体槽浸泡。选用的液体应保证被测试样在浸泡测试期间，液体和试样不应发生反应，且浸泡液体不应侵入试样并引起试样长度变化。恒温液体槽的温度波动范围应在 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 之内。

5.1.3.4 当需要低温试验时，可采用液氮、干冰酒精或冰水混合液作为致冷剂。当测试温度为 $-196^{\circ}\text{C}$ 时，宜使用液氮直接浸泡。

### 5.1.4 测温装置

可选用镍铬-镍铝(K型)热电偶测试试样室温至 $1000^{\circ}\text{C}$ 的温度，可选用铜-康铜(T型)热电偶或铂电阻温度计测试室温至 $-196^{\circ}\text{C}$ 。以冰-水槽或等效系统使热电偶以 $0^{\circ}\text{C}$ 为参考点，在整个测试过程中，应保持参考点的温度不变，与热电偶配合使用的二次仪表的精度应不低于 $1^{\circ}\text{C}$ 。

### 5.1.5 测试程序

5.1.5.1 测量试样的初始长度，精确到 $0.02\text{mm}$ 。

5.1.5.2 将试样装入石英示差组件内，并使试样和石英载管处于同一轴线上，将热电偶的接点嵌入或紧贴在试样中点处。

5.1.5.3 安装伸长计，使其与顶杆接触良好，记下指示读数和试验室的温度。

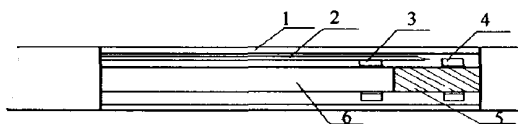
5.1.5.4 将装好试样的石英示差组件放入升降温装置中，启动温度控制器。根据所测材料选取适宜的升(降)温速率和均温时间，非金属材料宜选 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，金属材料宜选 $3^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，升(降)温速率应不超过 $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，记录温度及对应温度下伸长计的读数。当采用步进式控温方式，且 $5\text{min}\sim 10\text{min}$ 内温度波动在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 之内，以及伸长计读数变化的绝对值小于 $0.5\%$ 时，读取温度和伸长计的数值。

## 5.2 石墨示差膨胀仪

### 5.2.1 石墨示差组件

5.2.1.1 石墨示差组件是石墨示差膨胀仪的重要部分，可用于测试室温 $\sim 2500^{\circ}\text{C}$ 温度范围内的线膨胀系数。

5.2.1.2 石墨示差组件由高纯度的各向同性石墨载管及顶杆组成。可采用如图2所示的卧式结构。



1—石墨载管；2—热电偶；3—石墨顶杆支座；4—石墨样品支座；5—样品；6—石墨顶杆

图2 石墨示差组件

### 5.2.2 伸长计

采用差动变压器作为伸长计，测试范围为 $0\text{mm}\sim 5\text{mm}$ ，分辨率应不大于 $0.0001\text{mm}$ 。差动变压器应有稳定的零位示值，并将其头部用金属外壳包裹屏蔽。金属外壳应具有双层结构，夹层内通恒温水，恒温水的温度由恒温水浴控制，并将其控制在比室温高 $5^{\circ}\text{C}$ ，且波动范围在 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 之内。

### 5.2.3 加热炉

加热炉应具有抽真空和通保护气功能，炉温可在室温至 $2500^{\circ}\text{C}$ 的范围内任意设定。加热炉沿轴向均温区的长度应大于试样长度，均温区内最大温度差不大于 $5^{\circ}\text{C}$ 。

### 5.2.4 测温装置

可选用钨-铼(W型)热电偶测试室温至 $2000^{\circ}\text{C}$ ；当测试温度超过 $2000^{\circ}\text{C}$ 时，宜选用比色高温计。

### 5.2.5 控制系统

5.2.5.1 控制系统应能设置试验过程中的不同温度程序并能进行自动控制，升温速率宜在 5℃/min~10℃/min 之间选用，控温精度应不大于 2℃。

5.2.5.2 控制系统应能对测试系统的冷却水的流量和保护气的流量进行实时检测。当不能满足测试系统的要求时，控制系统应能自动断电。

5.2.6 数据采集处理系统

数据采集处理系统应能全过程连续自动采集测试温度和伸长计的数据，并能进行数据分析计算、绘图及修正。

5.2.7 测试程序

5.2.7.1 将恒温水浴的水温设定为比室温高 5℃，启动恒温水浴的温度控制程序。

5.2.7.2 开启测试系统电源进行预热，时间不少于 40min。

5.2.7.3 测试试样长度，精确到 0.02mm；

5.2.7.4 开启冷却水和保护气。如测试温度低于 2000℃，可用高纯氩气(纯度不小于 99.999%)进行保护，如测试温度高于 2000℃，应采用高纯氮气(纯度不小于 99.999%)进行保护。

5.2.7.5 将试样装入石墨示差组件内，并使试样和石墨顶杆处于同一轴线上。

5.2.7.6 关闭炉体系统，抽真空至炉体内部气体压强小于 1000Pa，通保护气至大于 0.1MPa。循环三次。

5.2.7.7 设置试验过程中的温度程序，启动控制系统和数据采集系统。

5.2.7.8 待试验完毕，保存测试结果。

6 测试系统的校正

6.1 计量仪器仪表的校验

无论是石英示差膨胀仪还是石墨示差膨胀仪，用于计量的传感器、仪器、仪表都应按规定定期校验，并在校验有效期内使用。

6.2 石英示差膨胀仪的校验

6.2.1 将一根与石英载管相同材质和相同热处理工艺的石英试样装入石英示差组件内，按相应的升温速率加热，观察伸长计的读数变化，其变化值(空白试验值)应不大于 0.001mm。如大于 0.001mm，应先观察是否因石英组件的析晶所致，如是应考虑更换新的石英示差组件。

6.2.2 用已知线膨胀系数的标准样品对整个测试系统进行测试，最大相对误差应不大于 4%。

6.3 石墨示差膨胀仪的校验

6.3.1 基线的测试

将一个与石墨载管相同材质的石墨试样装入石墨示差组件内，按相应的升温速率加热，记录温度与伸长计的读数并保存试验曲线。

6.3.2 标准样品的测试

选取与待测样品导热系数和长度接近的并具备已知数据的标准样品，如石墨材料、钨、氧化铝等，在与基线测试相同的试验条件下进行测试。

6.3.3 系统校正常数的计算

将标准样品的试验曲线调出后，根据公式(3)计算指定温度点的校正常数A。

$$A = (\Delta L / L_0)_i - (\Delta L / L_0)_m \dots\dots\dots (3)$$

式中：

A ——校正常数，无量纲；

(ΔL/L<sub>0</sub>)<sub>i</sub> ——标准样品在指定温度下，已知的线性热膨胀；

(ΔL/L<sub>0</sub>)<sub>m</sub> ——标准样品在指定温度下，由膨胀仪测得的线性热膨胀。

## 7 测试结果的计算

### 7.1 线性热膨胀的计算

#### 7.1.1 石英示差膨胀仪

$$\Delta L/L_0 = (\Delta L/L_0)_\alpha + (\Delta L/L_0)_{\text{SiO}_2} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$\Delta L/L_0$  —— 试样在指定温度下的线性热膨胀;

$(\Delta L/L_0)_\alpha$  —— 试样在指定温度下由膨胀仪测得的线性热膨胀;

$(\Delta L/L_0)_{\text{SiO}_2}$  —— 石英在指定温度下的线性热膨胀, 其值见附录 A 中的表 A.1。

#### 7.1.2 石墨示差膨胀仪

由6.3.3计算得到校正常数 $A$ , 再根据公式(5)计算样品的线性热膨胀。

$$\Delta L/L_0 = (\Delta L/L_0)_\alpha + A \dots\dots\dots (5)$$

### 7.2 平均线膨胀系数的计算

平均线膨胀系数 $\alpha_m$ 的计算是由相对应的线性热膨胀 $\Delta L/L_0$ 的计算值除以相应的温度差 $(T_2 - T_1)$ , 即按公式(6)进行计算。

$$\alpha_m = \frac{\Delta L/L_0}{T_2 - T_1} \dots\dots\dots (6)$$

### 7.3 热膨胀率的计算

热膨胀率 $\alpha_T$ 的计算宜采用不低于二次多项式对公式(2)的数据进行拟合。

### 7.4 修约

在所有相关量的计算中, 应保留三位有效数字。

## 8 试验报告

试验报告一般包括下述内容, 但也可依待测试样的实际需要进行适当的简化:

- a) 材料的名称、牌号、状态、用途、生产单位;
- b) 随炉试样应注明产品型号、产品名称、产品编号、产品图号和产品批次;
- c) 试验方法的标准编号、环境温度、送样日期及报告日期;
- d) 试样的编号、取样方向、数量;
- e) 试验结果及试验过程中的异常情况;
- f) 满足被测材料特殊要求的附加信息;
- g) 试验、校对和审批人签名。

附 录 A  
(规范性附录)  
标准样品的线性热膨胀

A.1 各种标准样品的线性热膨胀见表A.1。

表 A.1 各种标准样品的线性热膨胀

温度 T (°C)	石英 NBS 739/1971	纯钨 NBS 737/1976	氧化铝Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> DIN 51045/89	铂 DIN 51045/89
	线性热膨胀 $\Delta L/L_0(10^{-3})$	线性热膨胀 $\Delta L/L_0(10^{-3})$	线性热膨胀 $\Delta L/L_0(10^{-3})$	线性热膨胀 $\Delta L/L_0(10^{-3})$
-200	-0.0034	-0.8313	-0.7235	-1.8730
-150	-0.0237	-0.6901	-0.6266	-1.4570
-100	-0.0327	-0.5067	-0.5068	-1.0400
-50	-0.0269	-0.3025	-0.3421	-0.6168
0	-0.0091	-0.0879	-0.1133	-0.1799
50	0.0151	0.1334	0.1926	0.2698
100	0.0434	0.3593	0.5483	0.7201
150	0.0740	0.5886	0.9128	1.1760
200	0.1054	0.8204	1.2859	1.6400
250	0.1367	1.0542	1.6748	2.1110
300	0.1668	1.2904	2.0734	2.5900
350	0.1963	1.5276	2.4749	3.0760
400	0.2242	1.7678	2.8754	3.5700
450	0.2505	2.0092	3.2742	4.0710
500	0.2752	2.2520	3.6725	4.5800
550	0.2990	2.4970	4.0738	5.0960
600	0.3211	2.7440	4.4882	5.6200
650	0.3412	2.9925	4.9234	6.1510
700	0.3609	3.2422	5.3712	6.6900
750	0.3790	3.4944	5.8214	7.2370
800	0.3965	3.7488	6.2725	7.7900
850	0.4130	4.0053	6.7264	8.3460
900	0.4302	4.2637	7.1920	8.9100
950	0.4464	4.5242	7.6742	9.4860
1000	0.4626	4.7871	8.1569	10.0700
1100	0.4990	5.3210	9.0932	—
1200	—	5.8667	10.0761	—
1300	—	6.4249	11.0564	—
1400	—	6.9991	12.0096	—
1500	—	7.5911	13.0587	—
1600	—	8.2032	14.0652	—
1700	—	8.8378	15.0080	—



表A.1(续)

温度 T (°C)	石英 NBS 739/1971	纯钨 NBS 737/1976	氧化铝Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> DIN 51045/89	铂 DIN 51045/89
	线性热膨胀 $\Delta L/L_0(10^{-3})$	线性热膨胀 $\Delta L/L_0(10^{-3})$	线性热膨胀 $\Delta L/L_0(10^{-3})$	线性热膨胀 $\Delta L/L_0(10^{-3})$
1800	—	9.4981	15.9189	—
1900	—	10.1884	—	—
2000	—	10.9121	—	—
2100	—	11.6715	—	—
2200	—	12.4728	—	—
2300	—	13.3181	—	—
2400	—	14.2179	—	—