



# 北京市地方计量技术规范

JJF (京) XXXX-XXXX

## 推杆式热膨胀仪校准规范

Calibration Specification of Push-rod Dilatometers

(征求意见稿)

20xx-xx-xx发布

20xx-xx-xx实施

北京市市场监督管理局 发布

推杆式热膨胀仪校准规范  
Calibration Specification of Push-rod  
Dilatometers

JJF (京) xxx—xxx

归口单位：北京市市场监督管理局  
主要起草单位：钢研纳克检测技术股份有限公司  
北京市计量检测科学研究院  
北京市科学技术研究院分析测试研究所  
(北京市理化分析测试中心)

本规范委托 XXXXXXXX 负责解释

# 目 录

引言 .....	( II )
1 范围 .....	( 1 )
2 引用文件 .....	( 1 )
3 概述 .....	( 1 )
4 计量特性 .....	( 1 )
5 校准条件 .....	( 2 )
6 校准项目和校准方法 .....	( 2 )
7 校准结果表达 .....	( 3 )
8 复校时间间隔 .....	( 4 )
附录 A 热膨胀系数计算 .....	( 5 )
附录 B 校准原始记录格式 .....	( 6 )
附录 C 校准证书内页格式 .....	( 8 )
附录 D 示值误差校准结果不确定度评定示例 .....	( 9 )

## 引 言

JJF 1071—2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001—2011《通用计量术语及定义》和 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》共同构成本规范制定的基础性系列规范。

本规范参考了 JJF 2069—2023 《静态热机械分析仪校准规范》、GB/T 4339—2008 《金属材料热膨胀特征参数的测定》、GB/T 16535—2008 《精细陶瓷线性热膨胀系数试验方法 顶杆法》、ASTM E228—2022 《用推杆热膨胀仪测量固体材料线性热膨胀的标准试验方法》、ASTM E831-2019 《热机械分析法测量固体材料线性热膨胀的标准实验方法》和 ASTM E289-2017 《用干涉仪测量刚性固体线性热膨胀的标准实验方法》的相关内容。

本规范为首次发布。

## 推杆式热膨胀仪校准规范

### 1 范围

本规范适用于推杆式热膨胀仪的校准。

### 2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 2069—2023 静态热机械分析仪校准规范

GB/T 4339—2008 金属材料热膨胀特征参数的测定

ASTM E228—2022 用推杆热膨胀仪测量固体材料线性热膨胀的标准试验方法

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范。

### 3 概述

推杆式热膨胀仪（又称顶杆法热膨胀仪，简称热膨胀仪）是一种相对法测量固体材料线性热膨胀系数的热物性分析仪器，测量原理是样品被顶杆夹具固定后（横向或纵向），随着温度的改变，其在固定方向上的长度变化值与其初始长度（一般为 20℃或其他初始设定温度）的比值，即表示为线性热膨胀系数（单位  $K^{-1}$ 或 $^{\circ}C^{-1}$ ）。按照计算方式不同，线性热膨胀系数分为瞬时线性热膨胀系数和平均线性热膨胀系数（计算过程见附录 A）。除非特别说明，本规范出现的热膨胀系数指的是平均线性热膨胀系数。

热膨胀仪主要由推杆、炉体、样品支架、温度测量传感器、长度测量传感器及控制系统等组成。

### 4 计量特性

热膨胀仪的计量特性见表 1。

表 1 计量特性

计量特性	技术要求
热膨胀系数示值误差	不大于±8%
热膨胀系数测量重复性	≤4%

注：以上计量性能要求仅供参考，不作为判定依据。

## 5 校准条件

### 5.1 环境条件

5.1.1 环境温度：（15~25）℃；相对湿度：不大于 80%；

5.1.2 电源电压：（220±22）V；频率：（50±0.5）Hz；

5.1.3 仪器周围无影响正常工作的机械振动和电磁干扰，无易燃易爆和强腐蚀性气体、气流或试剂等干扰因素。

### 5.2 测量标准

5.2.1 热膨胀系数有证标准物质，热膨胀系数相对扩展不确定度不大于 5%（ $k=2$ ）。

5.2.2 数显千分尺或其他长度测量设备，测量范围不小于 30mm，最大允许误差±25μm。

## 6 校准项目和校准方法

### 6.1 校准前准备

按仪器说明书要求开机预热，调整至正常工作状态。或按仪器说明书校正基线，根据使用温度范围选择合适的校正样品和夹具，升温速率设置为 2℃/min 或 5℃/min，设置保护气体流速 50m/min。

用数显千分尺测量热膨胀系数标准物质在 20℃或室温下的长度，一般测量 3 次取平均值。

### 6.2 热膨胀系数示值误差

根据仪器实际测量要求设置温度范围，设置升温速率 2℃/min 或 5℃/min，设置保护气体流速 50ml/min，匹配 6.1 的校正基线。选择适合的热膨胀系数标准物质（可选择 1 个温度范围或多个温度范围区间具备热膨胀系数标称值的标准物质）放入推杆夹具并加紧，程序升温，测量初始温度  $t_0$  至设定温度  $t$  区间内的热膨胀系数（其中  $t_0$  可根据标准物质标称值设置）。

按以上测量方法再重复测量 1 次，按照式（1）计算热膨胀系数的平均值，按照式（2）计算热膨胀系数示值误差。

$$\bar{\alpha}_t = \frac{\alpha_{t1} + \alpha_{t2}}{2} \quad (1)$$

$$\Delta\alpha_t = \frac{\bar{\alpha}_t - \alpha_{ts}}{\alpha_{ts}} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

$\bar{\alpha}_t$ ——温度区间  $t_0$  至  $t$  间，热膨胀系数平均值， $^{\circ}\text{C}^{-1}$  或  $\text{K}^{-1}$ ；

$\alpha_{t1}$ ——温度区间  $t_0$  至  $t$  间，第 1 次热膨胀系数测量值， $^{\circ}\text{C}^{-1}$  或  $\text{K}^{-1}$ ；

$\alpha_{t2}$ ——温度区间  $t_0$  至  $t$  间，第 2 次热膨胀系数测量值， $^{\circ}\text{C}^{-1}$  或  $\text{K}^{-1}$ ；

$\alpha_{ts}$ ——温度区间  $t_0$  至  $t$  间热膨胀系数标准值， $^{\circ}\text{C}^{-1}$  或  $\text{K}^{-1}$ ；

$\Delta\alpha_t$ ——热膨胀系数示值误差，%

### 6.3 热膨胀系数测量重复性

选择 6.2 中的测量结果，按照式 (3) 计算热膨胀系数测量重复性。

$$S_t = \frac{|\alpha_{t1} - \alpha_{t2}|}{\alpha_t} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

$S_t$ ——温度区间  $t_0$  至  $t$  间，热膨胀系数测量重复性，%。

### 7. 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映。校准证书应至少包括以下信息：

- a) 标题：“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点（如果与实验室的地址不同）；
- d) 证书的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
- e) 客户名称和地址；
- f) 被校仪器的制造单位、名称、型号及编号；
- g) 进行校准的日期，如果与校准结果的有效性和应用有关时，应说明被校对象的接收日期；
- h) 如果与校准结果的有效性应用有关时，应对被校样品的抽样程序进行说明；
- i) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
- k) 校准环境的描述；
- l) 校准结果及其测量不确定度的说明；
- m) 对校准规范的偏离的说明（如有）；
- n) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识；

- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明;
- p) 未经实验室书面批准, 不得部分复制证书的声明。

## 8. 复校时间间隔

仪器复校时间间隔建议为 1 年。由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的, 因此, 送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。



## 附录 A

## 热膨胀系数计算

## A.1 平均线热膨胀系数

某一温度区间，单位长度被测样品在被测方向上的长度变化量与温度变化量之比，单位为每开尔文，符号为  $K^{-1}$  或  $^{\circ}C^{-1}$ 。

平均线性热膨胀系数计算公式：

$$\alpha_t = \frac{1}{L_0} \times \frac{\Delta L}{\Delta T} \quad (\text{A.1})$$

式中：

$\alpha_t$ ——温度  $t^{\circ}C$  时样品的平均线性热膨胀系数,  $K^{-1}$  或  $^{\circ}C^{-1}$ ；

$L_0$ ——样品在室温下的长度, mm；

$\Delta T$ ——温度  $t^{\circ}C$  与测试初始温度  $t_0^{\circ}C$  之间的差值,  $^{\circ}C$ ；

$\Delta L$ ——样品在  $t^{\circ}C$  时的长度  $L_t$  与  $L_0$  之差, mm；

## A.2 瞬时线性热膨胀系数

某特定温度时，单位长度被测样品在被测方向上长度随温度的瞬时变化量，单位为每开尔文，符号为  $K^{-1}$  或  $^{\circ}C^{-1}$ 。

瞬时线性热膨胀系数计算公式：

$$\alpha_{t_i} = \frac{1}{L_0} \lim_{t_2 \rightarrow t_1} \frac{L_2 - L_1}{t_2 - t_1} = (dL / dt) / L_0 \quad (t_1 < t < t_2) \quad (\text{A.2})$$

式中：

$\alpha_{t_i}$ ——温度为  $t^{\circ}C$  时样品的瞬时热膨胀系数,  $K^{-1}$ ；

$L_0$ 、 $L_1$ 、 $L_2$ ——样品分别在初始温度  $t_0$ 、温度  $t_1$ 、温度  $t_2$  时的长度, mm

## 附录 B

## 校准原始记录格式

证书编号：

原始记录编号：

送校单位：		校准地点：		
制造厂商：	仪器型号：		仪器编号：	
环境温度：	环境湿度：		校准依据：	
校准日期：	校准员：		核验员：	
计量器具/标准物质	型号/编号	不确定度/准确度/最大允许误差	有效期	溯源单位/生产厂家

## 一 外观检查

## 二 热膨胀系数示值误差及重复性

## 2.1 实验条件

标准物质长度/mm	
仪器校正样品及夹具	
升/降温速率, °C/min	
初始设置温度, °C	

## 2.2 示值误差及重复性

温度区间	标准值, °C <sup>-1</sup>	测量值, °C <sup>-1</sup>		测量平均值, °C <sup>-1</sup>	示值误差, %	重复性, %	扩展不确定度, $k=2$

## 附录 C

## 校准证书内页格式

证书编号: ××××—××××

## 校准结果

## 一、热膨胀系数示值误差及重复性

温度区间	标准值	测量平均值	示值误差, %	重复性, %	扩展不确定度, $k=2$

## 二、仪器测量条件

升温速率:

标准物质长度:

## 附录 D

## 热膨胀系数示值误差测量不确定度评定示例

## D.1 概述

## D.1.1 测量过程

依据本规范 6.2 进行热膨胀系数示值误差的校准。

## D.1.2 标准物质及计量器具：

热膨胀系数标准物质。

## D.1.3 被校准设备：推杆式热膨胀仪

## D.1.4 环境温度：室温 21℃，相对湿度 51%。

## D.2 不确定度评定

## D.2.1 测量模型

$$\Delta\alpha_t = \frac{\overline{\alpha_t} - \alpha_{ts}}{\alpha_{ts}} \times 100\% \quad (\text{D.1})$$

式中：

$\overline{\alpha_t}$ ——温度区间  $t_0$  至  $t$  间，热膨胀系数平均值， $^{\circ}\text{C}^{-1}$ ；

$\alpha_{ts}$ ——温度区间  $t_0$  至  $t$  间热膨胀系数标准值， $^{\circ}\text{C}^{-1}$ ；

$\Delta\alpha_t$ ——热膨胀系数示值误差，%

## D.2.2 不确定度传播率

各分量均彼此不相关，则：

$$u^2(\Delta\alpha_t) = c_1^2 u(\overline{\alpha_t})^2 + c_2^2 u(\alpha_{ts})^2 \quad (\text{D.2})$$

灵敏系数：

$$c_1 = \frac{\partial \Delta\alpha_t}{\partial \overline{\alpha_t}} = \frac{1}{\alpha_{ts}}; \quad c_2 = \frac{\partial \Delta\alpha_t}{\partial \alpha_{ts}} = -\frac{\overline{\alpha_t}}{\alpha_{ts}^2}$$

则不确定度计算公式转化为 (D.3)：

$$u(\Delta\alpha_t) = \sqrt{\left(\frac{1}{\alpha_{ts}^2}\right)^2 u(\overline{\alpha_t})^2 + \left(-\frac{\overline{\alpha_t}}{\alpha_{ts}^2}\right)^2 u(\alpha_{ts})^2} \quad (\text{D.3})$$

式中： $u(\Delta\alpha_t)$ 、 $\overline{u(\alpha_t)}$ 、 $u(\alpha_{ts})$ 分别为热膨胀系数示值误差合成标准不确定度、测量平均值及标准物质引入的标准不确定度。

### D.2.3 不确定度评定

#### D.2.3.1 测量平均值的标准不确定度

由附录 A，测量平均值的不确定度由热膨胀系数测量重复性、长度初始测量，温度区间内温度差测量和膨胀量测量带来，其中温度差测量和膨胀量测量均是相对测量法，对不确定度的贡献较小，且已包含在热膨胀系数的测量重复性中，因此可以忽略不计。

##### D.2.3.1.1 热膨胀系数测量重复性引入的不确定度

设置初始温度 30℃，在 (30~200)℃ 的热膨胀系数的结果分别为 13.72 和 13.67 ( $10^{-6}\text{C}^{-1}$ )，平均值 13.70 ( $10^{-6}\text{C}^{-1}$ )，按极差计算重复性的相对标准不确定度：

$$u_r(\alpha_t) = \frac{R/C}{\alpha_t} = \frac{0.05/1.12}{13.70} = 0.326\%$$

##### D.2.3.1.2 长度测量引入的不确定度

数显千分尺测量标准物质长度的最大允许误差±25um，样品长度 25mm，按均匀分布，则长度测量引入的相对标准不确定度：

$$u_r(L_0) = \frac{u(L_0)}{L_0} = \frac{0.025/\sqrt{3}}{25} = 0.058\%$$

因此测量平均值引入的标准不确定度为

$$u(\overline{\alpha_t}) = \overline{\alpha_t} \cdot \sqrt{u_r^2(\alpha_t) + u_r^2(L_0)} = 0.045 (10^{-6}\text{C}^{-1})$$

##### D.2.3.2 标准物质引入的不确定

热膨胀系数标准物质在 (30~200)℃ 的标准值为 13.9 ( $10^{-6}\text{C}^{-1}$ )，扩展不确定度 0.3 ( $10^{-6}\text{C}^{-1}$ )， $k=2$ ，则标准物质引入的标准不确定度为：

$$u(\alpha_{ts}) = \frac{U(\alpha_{ts})}{2} = 0.15 (10^{-6}\text{C}^{-1})$$

### D.3 不确定度汇总

各分量不确定度汇总见表 D.4

表 D.4 不确定度分量汇总表

序号	不确定度分量	不确定度来源	标准不确定度 ( $10^{-6}\text{°C}^{-1}$ )	灵敏系数 ( $10^6\text{°C}$ )
1	$u(\overline{\alpha_t})$	测量平均值	0.045	$c_1=0.0719$
2	$u(\alpha_{ts})$	标准物质	0.15	$c_2=-0.0709$

## D.4 合成标准不确定度

按式 (D.3) 计算合成标准不确定度:

$$\begin{aligned}
 u(\Delta\alpha_t) &= \sqrt{\left(\frac{1}{\alpha_{ts}^2}\right) u(\overline{\alpha_t})^2 + \left(-\frac{\overline{\alpha_t}}{\alpha_{ts}^2}\right)^2 u(\alpha_{ts})^2} \\
 &= \sqrt{0.0719^2 \times 0.045^2 + (-0.0709)^2 \times 0.15^2} \\
 &= 1.1\%
 \end{aligned}$$

## D.5 扩展不确定度

取包含因子  $k=2$ , 则热膨胀系数扩展不确定度为:

$$U = 2 \times u(\Delta\alpha_t) = 2 \times 1.1\% = 2.2\%$$


---