

## 平均线热膨胀系数测定法

### Pingjunxianrepengzhangxishu Cedingfa

### Tests for Coefficient of Mean Linear Thermal Expansion

本法规定了远低于转变温度的弹性固体玻璃的平均线热膨胀系数的测定方法。

本法适用于各种材质药用玻璃平均线热膨胀系数的测定。

#### 定义

(1) 平均线热膨胀系数  $a(t_0; t)$

在一定的温度间隔内，供试品的长度变化与温度间隔及供试品初始长度之比。用式(1)表示：

$$a(t_0; t) = \frac{l}{L_0} \times \frac{L - L_0}{t - t_0} \quad (1)$$

式中： $t_0$ —— 初始温度或基准温度，℃；

$t$ —— 供试品实际温度，℃；

$L_0$ —— 试验时玻璃供试品在温度  $t_0$  时的长度，mm；

$L$ —— 供试品在温度  $t$  时的长度，mm。

本法规定标称基准温度  $t_0$  是 20℃，因此平均线热膨胀系数表示为  $a(20^\circ\text{C}; t)$ 。

(2) 转变温度  $t_g$

该温度表示了玻璃由脆性状态向粘滞状态的转变，它相应于热膨胀曲线高温部分和低温部分两切线交点的温度。

#### 仪器

(1) 测量供试品的长度装置，精度为 0.1%。

(2) 推杆式膨胀仪(水平或垂直)，能测出  $2 \times 10^{-5} L_0$  的供试品长度变化量(即  $2\mu\text{m}/100\text{mm}$ ) 测长计的接触力不应超过 1.0N。这个力通过平面与球面的接触起作用，球面的曲率半径不应小于供试品的直径，在一些特殊的装置中需要平行平面。

承载供试品装置应确保供试品安放在稳固的位置上，在整个试验过程中供试品要与推杆轴在同一轴线上，防止有任何微小改变。

若承载供试品装置是用石英玻璃制造，见结果表示(2)中给出的注意事项。

应采用标准材料进行仪器性能试验，方法见仪器性能试验。

(3) 加热炉

加热炉应与膨胀仪装置相匹配，其温度上限要比预期的转变温度高 50℃左右，加热炉相对于膨胀仪的工作位置在轴向和径向上应具有 0.5mm 以内的重现性。

在试验温度范围内(即上限温度比最高的预期的转变温度  $t_g$  低 150℃并至少为 300℃)，在整个供试品长度区间，炉温应能恒定在  $\pm 2^\circ\text{C}$  之内。

(4) 炉温控制装置应符合升降速率为  $5^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}/\text{分钟}$  控制要求。

(5) 温度测量装置

在  $t_0$  和  $t$  温度范围内，能准确测定供试品的温度，误差应小于  $\pm 2^\circ\text{C}$  之内。

#### 供试品

(1) 形状和尺寸

供试品通常为棒状，其形状取决于所用膨胀仪的类型，长度  $L_0$  至少应为膨胀仪测长装置的测长分辨率的  $5 \times 10^4$  倍。

注：例如，供试品可以是直径为 5mm 的圆棒，也可以是截面为 5mm×5mm、长度为 25~100mm 的正方形棒，在某些情况下，横截面为 100mm<sup>2</sup> 更为方便。

### (2) 制备

供试品在试验前应退火：将供试品加热到比转变温度高大约 30℃，然后以 2℃/分钟的速率将供试品冷至比转变温度低大约 150℃，在无通风的条件下将供试品进一步冷却至室温。

### (3) 数量

每次试验测定两个供试品，见结果表示 (4)。

## 测定法

### (1) 试验范围的选择

基准温度 ( $t_0$ ) 为 20℃ (可在 18~28℃ 之间)，终点温度 ( $t$ ) 300℃ (可在 290~310℃ 之间)。

### (2) 基准长度的测定

在基准温度  $t_0$  时，测定退过火的供试品的基准长度  $L_0$ ，其精度为 0.1%，然后放供试品在膨胀仪内，稳定 5 分钟。

### (3) 升温试验

在初始温度为  $t_0$  时确定膨胀仪的位置，并将这个读数作为将要测量的未校正的长度变化量  $\Delta L_{meas}$  的零点，然后将炉温控制装置调到所需的加热程序开始升温。记录温度  $t$  和相应的长度变化量  $\Delta L_{meas}$  直到达所需要的终点温度。除另有规定外，升温速率不应超过 5℃/min。

因为在温度由  $t_0$  到  $t$  的升温期间，记录的膨胀的读数  $\Delta L_{meas}$ ，由于热电偶的热接点和试验供试品之间存在温差，所以试验供试品的表观温度应加上修正值。

注：此修正值的大小，依赖于温度变化速率和加热炉与供试品之间热交换的速率。从根本上说来，修正值是要与恒温试验相比较而确定的。

### (4) 恒温试验

在初始温度为  $t_0$  时确定膨胀仪的位置，并将这个读数作为将要测量的未校正的长度变化量  $\Delta L_{meas}$  的零点，然后加热使炉温达到所选择的终点温度  $t$ ，并保持炉温恒定到  $\pm 2^\circ\text{C}$ ，20min 后从膨胀仪上读取  $\Delta L_{meas}$  的值。

注：虽然升温试验能够在试验进行中测定各种温度  $t$  的系数  $a(t_0; t)$ ，如果只要求一个终点温度  $t$  时，将优先采用恒温试验，因为这个试验能提供比较好的精度。

## 结果表示

### (1) 最终长度计算

由测得的长度变量  $\Delta L_{meas}$ ，计算温度为  $t$  时的修正后的长度  $L$  用式 (2)：

$$L = L_0 + \Delta L_{meas} + \Delta L_Q - \Delta L_B \quad (2)$$

式中修正项  $\Delta L_Q$  和  $\Delta L_B$  分别在下面 (2) 或 (3) 中解释。

### (2) 承载供试品装置膨胀 ( $\Delta L_Q$ ) 的计算

在单推杆式膨胀仪的情况下，(2) 式中的修正项  $\Delta L_Q$  是位于供试品近旁的承载供试品装置在温度为  $t_0$  时长度为  $L_0$  的那部分的热膨胀。

在差动式推杆膨胀仪的情况下，修正项  $\Delta L_Q$  是标准杆的热膨胀，标准杆与样品有相同的长度，在温度为  $t_0$  时长度为  $L_0$ 。

在任何一种情况下，修正项  $\Delta L_Q$  都用式 (3) 计算：

$$\Delta L_Q = L_0 a_Q(t_0; t) \quad (3)$$

在单推杆式膨胀仪的情况下， $a_Q$  是制作承载供试品装置所用材料的平均线热膨胀系数。

在差动式推杆膨胀仪的情况下， $a_Q$  是制作标准杆材料的平均线热膨胀系数。

如果承载供试品装置，推杆或标准杆是由基本上不含氢氧根的石英玻璃制作，可以使用表 1 中给出的  $a_Q$  值，膨胀仪的这些部件在第一次使用之前必须在 1100℃退火 7 小时，然后以 0.2℃/分恒定速率从 1100℃冷却至 900℃。

为了避免石英玻璃的失透，表面要保持清洁，建议用分析纯乙醇清洗两次，清洗后避免用手指接触表面。

表 1 石英玻璃的平均线热膨胀系数  $a_Q$  值

温度范围, °C	$a_Q$ 值, K <sup>-1</sup>
20~100	$0.54 \times 10^{-6}$
20~200	$0.57 \times 10^{-6}$
20~300	$0.58 \times 10^{-6}$
20~400	$0.57 \times 10^{-6}$

注：当系统加热到高于 700℃时，表中给出的  $a_Q$  值会有变化。

### (3) 膨胀仪修正值 ( $\Delta L_B$ ) 的测定

设置膨胀仪的修正项  $\Delta L_B$  是必要的，因为处于温度为  $t$  的供试品和处于环境温度的测长计之间的过渡区域内温度分布不均匀。膨胀仪修正项用空白试验测定。

使用单推杆式膨胀仪时，空白试验的供试品由与制造膨胀仪相同材料制作，如果空白试验供试品是由石英玻璃制作的则应该按照结果表示 (2) 退火。

使用差动式推杆膨胀仪时，允许使用由任何合适的材料制作的两个相同的样品。

空白试验应和玻璃的测定在相同的条件下进行，在每次按仪器性能试验进行仪器性能试验时要重复空白试验。

### (4) 平均线热膨胀系数的计算

为计算平均线热膨胀系数  $a(t_0; t)$ ，将  $L_0$  和  $\Delta L_{meas}$  的测量值，根据结果表示 (2) 和 (3) 确立的修正值， $t_0$  实测值及  $t$  值（如果是升温试验，用修正后的值）代入式 (4)：

$$a(t_0; t) = \frac{l}{L_0} \times \frac{\Delta L_{meas} + \Delta L_Q - \Delta L_B}{t - t_0} \quad (4)$$

计算两个供试品的  $a(20^\circ\text{C}; t)$ ，一般为  $a(20^\circ\text{C}; 300^\circ\text{C})$ ，也可根据需要分别测定出  $a(20^\circ\text{C}; 200^\circ\text{C})$ ， $a(20^\circ\text{C}; 100^\circ\text{C})$  或  $a(20^\circ\text{C}; 400^\circ\text{C})$ 。如果  $a(20^\circ\text{C}; t) < 10 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$  用两位有效数字，如果  $a(20^\circ\text{C}; t) \geq 10 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$  取三位有效数字。

如果两个供试品的结果偏差不大于  $0.2 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$  取算术平均值。否则，要用另外两个供试品重做试验。

### 仪器性能试验

为了核对整个试验装置是否在正常的运行，用标准品做样品，按试验步骤和结果表示的试验步骤进行试验和计算，标准品的平均线热膨胀系数值是已知的标准值。

建议使用下面的标准材料：

——国家计量单位认证的标准玻璃；

——美国标准参考材料 731

——按照结果表示 (2) 退过火的石英玻璃；

标准样品的形状和尺寸，应与通常在试验装置中进行试验的样品形状和尺寸相似。