

中华人民共和国国家标准

GB/T 43881—2024

低膨胀玻璃线热膨胀系数试验方法 激光干涉法

Test method for linear thermal expansion of low-expansion glass—
Laser interferometry

2024-04-25发布

2024-11-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 1

5 试验装置 1

6 试样 3

7 试验条件 3

8 试验步骤 3

9 数据处理 4

10 试验报告 4

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国建筑材料联合会提出。

本文件由全国工业玻璃和特种玻璃标准化技术委员会(SAC/TC447)归口。

本文件起草单位：中国建筑材料科学研究总院有限公司、彩虹集团(邵阳)特种玻璃有限公司、蚌埠中光电科技有限公司、中国国检测试控股集团股份有限公司、北京空间机电研究所、中建材衢州金格兰石英有限公司、北京中材人工晶体研究院有限公司。

本文件主要起草人：聂兰舰、张辰阳、回爽、薛新建、曹志强、孙世君、张泽敏、陈亚新、符博、王京侠、刘瑞旺、周建欣、范仕刚、杨学东、秦建鸿、邵竹锋、王慧、王蕾、贾亚男、沈玉国、李娜、王宏杰、花宁、隋镁深。

低膨胀玻璃线热膨胀系数试验方法

激光干涉法

1 范围

本文件规定了激光干涉法测试低膨胀玻璃线热膨胀系数试验方法的原理、试验装置、试样、试验条件、试验步骤、数据处理、试验报告。

本文件适用于线热膨胀系数不大于 $10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ 量级的低膨胀玻璃(例如低膨胀石英玻璃、低膨胀微晶玻璃和高纯石英玻璃等)线热膨胀系数的测试,其他线热膨胀系数的材料参考使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 1216 外径千分尺
- GB/T21389 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文件。

3.1

低膨胀玻璃 low-expansion glass

在某一温度范围内(本文件按照最高温度不超过 500°C)平均线热膨胀系数不大于 $10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ 量级的玻璃。

4 原理

基于低膨胀玻璃试样和参比物在受热条件下,应用迈克尔逊激光干涉热膨胀仪对低膨胀玻璃试样进行测量,根据干涉条纹变化量计算出试样的长度变化量,然后根据温度范围及瞬时温度求出平均线热膨胀系数或特定温度下的瞬时线热膨胀系数。

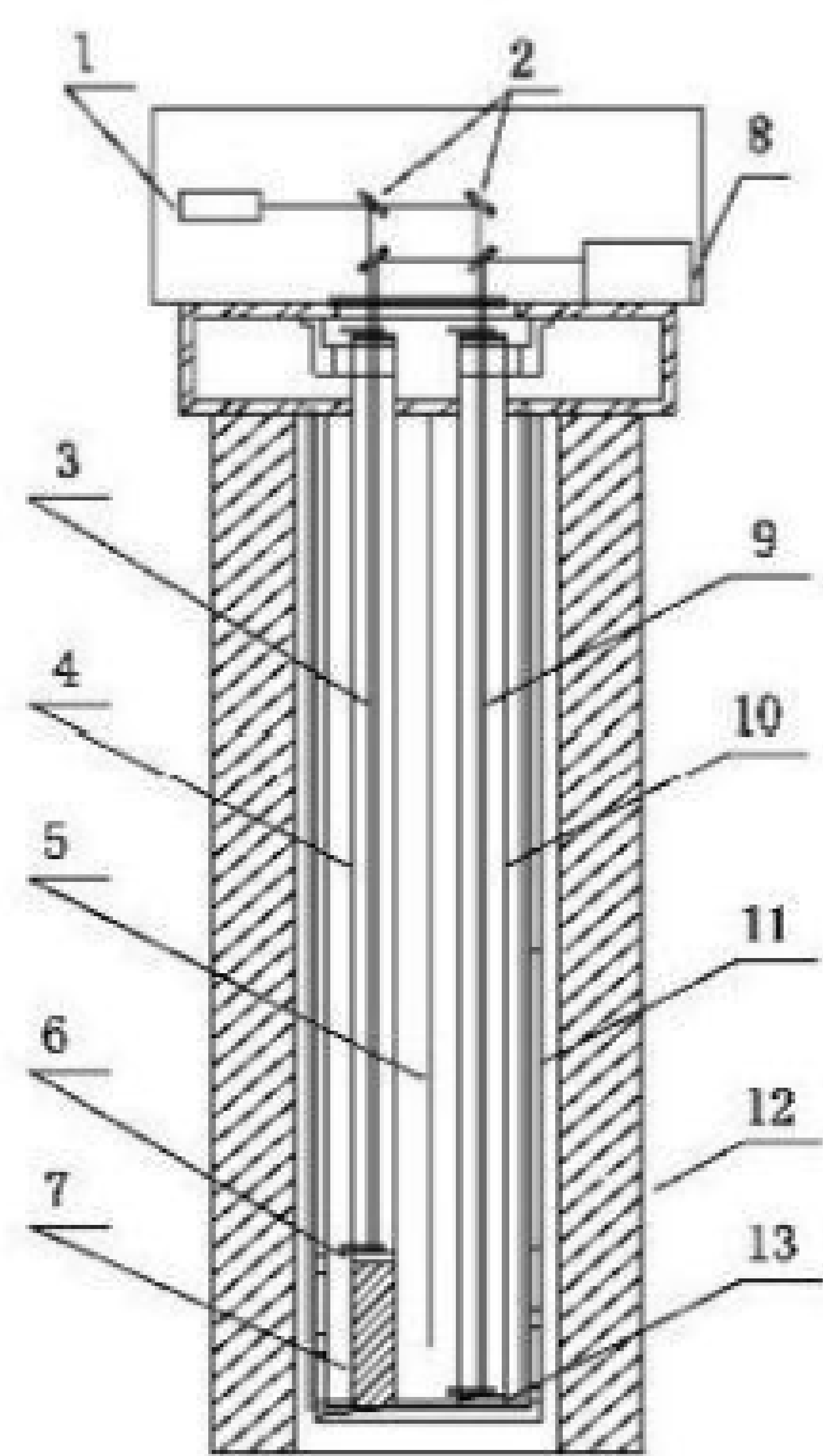
5 试验装置

5.1 迈克尔逊激光干涉热膨胀仪

5.1.1 样品支架、样品顶杆、参比顶杆

样品支架、样品顶杆、参比顶杆均由经退火处理的相同牌号石英玻璃制成。样品支架起支撑待测试样的作用。样品顶杆和参比顶杆均为中空结构,内部为真空状态,且在顶杆下端的内壁镀有反射层,用

于反射迈克尔逊激光干涉热膨胀仪的入射激光光束至探测器中。迈克尔逊激光干涉热膨胀仪如图1所示。



- 标引序号说明:
- | | |
|---------------------------|---------------------------|
| 1 ——激光器; | 8 ——探测器; |
| 2 ——镜片组; | 9 ——参比光路(包括参比顶杆的入射光和反射光); |
| 3 ——测量光路(包括样品顶杆的入射光和反射光); | 10——参比顶杆; |
| 4 ——样品顶杆; | 11——样品支架; |
| 5 ——热电偶; | 12——炉体; |
| 6 ——样品顶杆反射层; | 13——参比顶杆反射层。 |
| 7 ——待测试样; | |

图 1 迈克尔逊激光干涉热膨胀仪

5.1.2 迈克尔逊干涉法膨胀位移激光测量系统

图1中激光光源通过采用光纤传导的形式与传感器探头耦合，结合样品顶杆和参比顶杆上的反射层组成微型干涉仪。测试过程中将反射层的运动转换成相干的光学信号，这些光学信号被传送到信号处理模块进行处理，最终将试样的长度变化值转换为数字信号。

迈克尔逊干涉法膨胀位移激光测量系统包括激光器、镜片组、测量光路、参比光路和探测器，如图1所示。测试过程随着温度的上升或者下降，测量光路由于待测试样随着温度变化而引起试样发生形变，试样形变量促进样品顶杆发生移动进而引起测量光路光程发生变化，使干涉条纹移动，干涉条纹移动数目对应试样形变量。迈克尔逊干涉法膨胀位移激光测量系统对试样形变量的分辨力应不大于±0.3 nm。

5.1.3 炉体及升降温系统

该系统主要保证试样按照设定的升降温速率，在设定的温度区间内进行测试。试验升温过程通过炉体内部的电感发热体对试样进行加热。降温过程通过向炉体内部注入液氮实现冷却待测试样的目的。升降温系统的温度控制能力为：程序控温下能以0.1℃/min~10℃/min 的速率均匀地升降温，炉体均匀温度区应保证试样长度方向上的温差在±1℃范围内。

5.1.4 温度测量与控制系统

测量系统中热电偶置于待测试样和参比顶杆之间，深度置于试样高度的中间位置，能够确保整个测量过程待测试样温度的测量准确度小于1℃。热电偶获得的温度信号传递给温度控制器，进而自动调节电感发热体的输出功率或控制注入炉体内的液氮流量，以达到控制测量系统温度的目的。

5.2 量具

符合GB/T1216 要求的千分尺或符合 GB/T21389 要求的游标类卡尺，20 ℃的测量最大允许误差 不大于±10 μm。

5.3 仪器校准

每半年对迈克尔逊激光干涉热膨胀仪进行核查校准。

6 试样

除特殊要求外，试样满足以下要求：

- a) 试样制备时，应经过退火处理，退火后应力双折射值光程差应不大于10 nm/cm;
- b) 试样内应无肉眼可见条纹、气泡、结石等夹杂物;
- c) 试样宜为圆棒，规格尺寸为直径6 mm~7 mm, 长度20 mm±0.5 mm, 两端面精磨或抛光，其端面与试样主轴垂直，采用5.2规定的量具测量待测试样长度，测量点至少3个，计算3个测量值的最大差值作为长度差，长度差不大于20 μm。
- d) 试样数量应为2个。

7 试验条件

除特殊要求外，试验应在下述条件下进行：

- a) 环境温度为20℃±1℃；
- b) 试验温度范围为-150℃~+500℃，具体试验温度根据实际需求确定。

8 试验步骤

试验包括以下步骤。

- a) 在环境温度20℃±1℃的条件下，采用5.2 规定的量具测量待测试样长度，测量点至少3个，计算3个测量值的平均值作为长度Lo。
- b) 在环境温度20℃±1℃的条件下，将清洁后的试样装入石英玻璃样品支架内，使样品顶杆与待测试样同轴且紧密接触，推入样品支架至炉体规定位置，炉体密闭。
- c) 对炉体抽真空，当真空度不大于100 Pa时，停止抽真空，向炉体内通入氦气，当压力达到20 kPa 时，停止氦气通入。
- d) 重复 c)操作至少2次，将炉体内空气置换干净。
- e) 完成 d) 操作后，静置测量系统30 min, 以保证炉体内部温度的稳定。

- f) 设定测量过程的试验温度及升温速率。其中升温速率应不大于 $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 优选 $1^{\circ}\text{C}/\text{min} \sim 3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 进行缓慢连续升温。对于所需测试的起始温度(T_1) 小于 30°C 时, 需通入液氮进行

低温试验，控制液氮压力为0.2 MPa。

- g) 当炉体内达到所需测试的起始温度(T_1) 后，在 T_1 温度下使待测试样恒温静置30 min 以上，再将待测试样按照设定的升温速率连续加热至所需测试的终点温度(T_2)， 通过迈克尔逊激光干涉热膨胀仪连续记录温度 and 对应样品长度的变化值。
- h) 完成测试试验后，待测试样不动，炉体内温度达到所需测试的起始温度(T_1) 时，重复c)~g) 操作2次，计算每次测量值，每次测量值的标准偏差应不超过3%，否则应剔除异常值，取测量值 的平均值作为该试样的线热膨胀系数。
- i) 完成该试样的全部测试试验后，待炉体温度降低至20℃~30 ℃时，方可将试样从炉体中取出。
- i) 从炉体中取出试样，在环境温度 20℃±1 ℃的条件下放置30 min, 测量试样试验后的长度，以确定试样是否在试验过程中由于受到加热或冷却而发生任何永久性的长度变化。
- k) 按照 a)~j) 操作重复测试另外1个待测试样。2个试样的测试结果标准偏差应不大于3%，否则需重新制样并试验。

9 数据处理

9.1 平均线热膨胀系数(α_m)是试样在温度 T_1 和 T_2 范围内，单位温度变化时的试样长度变化率的平

均值，按公式(1)计算：

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

式中：

- a.—— 平均线热膨胀系数，单位为10⁻⁶ 每摄氏度(10⁻⁶/℃)；
- L₀ —— 环境温度下测量的试样长度，单位为毫米(mm)；
- L₁ —— 温度为 T_1 时的试样长度，单位为毫米(mm)；
- L₂ —— 温度为 T_2 时的试样长度，单位为毫米(mm)；
- ΔL——温度在 T_1 和 T_2 之间变化时，试样长度的平均变化量，单位为毫米(mm)；ΔT——温度 T_1 和 T_2 之间的温度变化量，单位为摄氏度(℃)。

取2个试样测试结果的平均值作为待测试样的平均线热膨胀系数。

9.2 瞬时线热膨胀系数(α_T) 是试样在某一特定温度 T 时，单位温度变化时的试样长度变化率，按公式(2) 计算：

$$\alpha_T = \frac{1}{L_i} \lim_{T_2 \rightarrow T_1} \frac{L_2 - L_1}{T_2 - T_1} = \frac{1}{L_i} \cdot \frac{dL}{dT} (T_1 < T_i < T_2) \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- α_T —— 瞬时线热膨胀系数，单位为10⁻⁶ 每摄氏度(10⁻⁶/℃)；
- L₁ —— 温度为 T_1 时的试样长度，单位为毫米(mm)；
- L₂ —— 温度为 T_2 时的试样长度，单位为毫米(mm)；
- L_i —— 温度在 T_1 和 T_2 之间时，某一特定温度下的试样长度，单位为毫米(mm)。

取2个试样测试结果的平均值作为待测试样的瞬时线热膨胀系数。

注：一般情况下，取 T_1 温度下的 L₁ 作为L₀。

10 试验报告

试验报告至少应包括以下内容：

- a) 采用的本文件名称及编号；
 - b) 试样名称、规格(包含直径、长度 L_0 和长度差)、数量、来源，及试样编号；
 - c) 试验温度；
 - d) 试验结果；
 - e) 试验地点、日期、试验仪器及试验人员签名。
-