

## МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЯ КОЭФФИЦИЕНТА ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ

*Жагора Н.А.<sup>1</sup>, Серенков П.С.<sup>2</sup>, Фуфаева О.В.<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>Белорусский государственный институт метрологии, г. Минск, Республика Беларусь

<sup>2</sup>Белорусский национальный технический университет, г. Минск, Республика Беларусь

*Разработана и реализована двухэтапная методика внутрилабораторного исследования характеристик точности метода измерения коэффициента теплопроводности. Сформулирован критерий, определяющий необходимость подключения второго этапа исследований для достижения поставленной цели. Методика позволяет объективно выявлять источники, влияющие на результат измерения коэффициента теплопроводности, а также управлять характеристиками метода (прецизионности). На основании проведенного исследования разработаны рекомендации по исследованию Национального эталона единицы теплопроводности. (E-mail: olga\_kisel89@mail.ru)*

**Ключевые слова:** *измерение коэффициента теплопроводности.*

### Введение

В последнее время значительно повысился интерес к энерго- и ресурсосбережению. В рамках Республиканской программы энергосбережения на 2011–2015 гг. запланирована активизация работ по созданию новых энергосберегающих материалов. Это, в свою очередь, предусматривает необходимость измерения и контроля их характеристик, основной из которых является коэффициент теплопроводности.

Потребность в измерении коэффициента теплопроводности различных материалов существует практически в любых областях науки и промышленности. Особенно это актуально в строительстве, энергетике, металлургии, материаловедении, авиации, космонавтике, электронике, машиностроении и др.. Необходимость технологического контроля и сертификации по теплопроводности возникает при производстве и эксплуатации новых материалов различного назначения, а также при испытаниях на соответствие требованиям нормативных документов наиболее важных элементов сложных инженерных объектов, таких, например, как ограждающие конструкции отапливаемых зданий и сооружений. Поэтому важным направлением деятельности метрологических институтов становится обеспечение единства измерений коэффициента теплопроводности новых материалов и конструкций с

теплофизическими свойствами, недостаточно хорошо описываемыми существующими методами исследований. Это особенно важно для материалов, коэффициент теплопроводности которых является сертифицируемым параметром.

На сегодняшний день наблюдается постоянное увеличение числа потребителей, которым необходимы рабочие средства измерений, по точностным характеристикам замыкающиеся непосредственно на эталон. Преимущественно это относится к рабочим средствам измерений, обеспечивающим выполнение значительно повысившихся в последние годы требований по энергоэффективности и теплозащите в высокотехнологичных отраслях промышленности.

В связи с этим в БелГИМ ведутся работы по созданию Национального эталона единицы теплопроводности. На данный момент закуплены эталонная установка А-1 для воспроизведения коэффициента теплопроводности в диапазоне от 0,02 Вт/(м·К) до 0,2 Вт/(м·К) и эталонная установка А-2 для воспроизведения коэффициента теплопроводности в диапазоне от 0,02 Вт/(м·К) до 5 Вт/(м·К). Для сокращения сроков подготовки эталона к межлабораторным сличениям необходимо провести внутрилабораторное исследование характеристик эталона, а для минимизации затрат целесообразно провести исследование на базе прототипа, что в дальнейшем позволит сократить и время, и расходы, связанные с выполнением аналогичных работ.

**Внутрилабораторное исследование по оцениванию характеристик точности метода измерения коэффициента теплопроводности**

Разработана и реализована методика внутрилабораторного исследования характеристик точности метода измерения коэффициента теплопроводности (далее –  $\lambda$ ), включающая следующие этапы:

- выявление источников изменчивости, оказывающих влияние на результаты измерений  $\lambda$ ;

- определение степени влияния источников изменчивости на результат измерения;
- установление возможности управления характеристиками метода;
- разработка рекомендаций по исследованию Национального эталона единицы теплопроводности (далее – эталон).

Объектом исследований выступал стандартный метод измерения  $\lambda$ , реализуемый с помощью прибора типа HFM 436, выступающего в качестве прототипа эталона. Схема прибора HFM 436 представлена на рисунке 1.

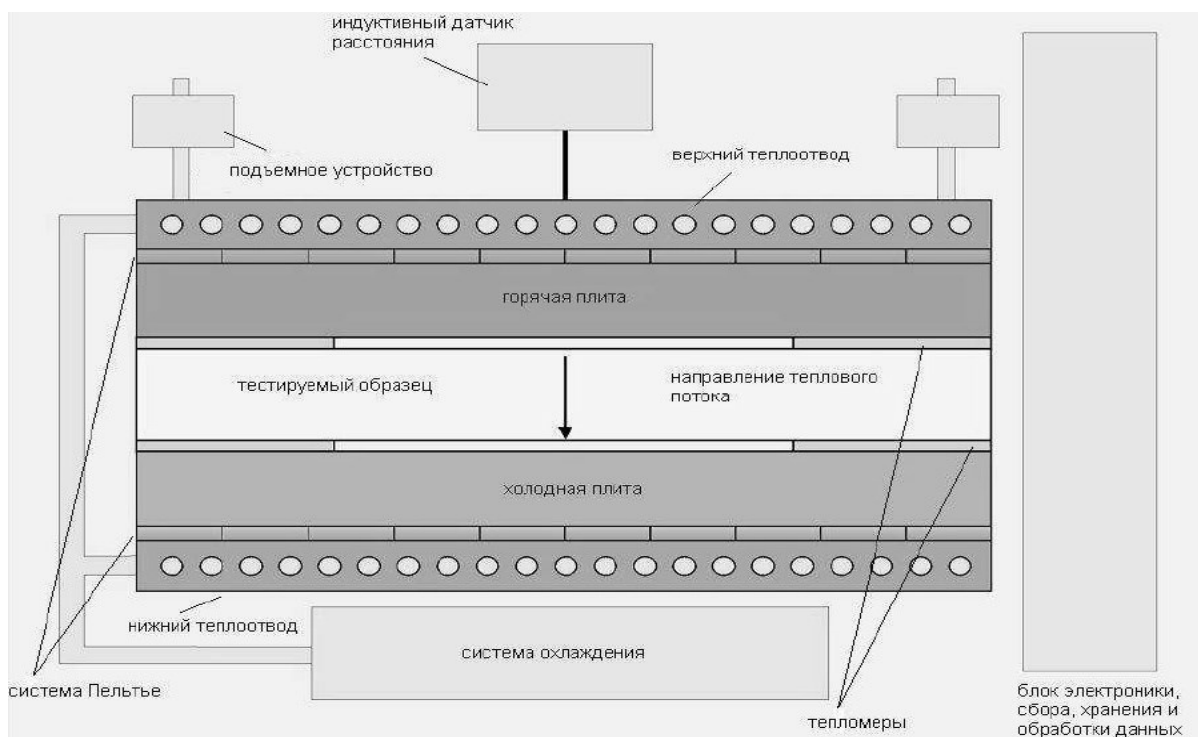


Рисунок 1 – Схема прибора для измерения коэффициента теплопроводности HFM 436

Принцип его действия состоит в следующем: образец помещается между двумя нагреваемыми плитами, для которых установлена разная температура. Таким образом, создается стационарный тепловой поток, проходящий через образец и направленный перпендикулярно к его лицевым граням. Для определения  $\lambda$  измеряют тепловой поток, температуру противоположных лицевых граней и толщину образца.

Метод измерения  $\lambda$  может быть представлен формулой

$$\lambda = N \cdot \frac{V \cdot x}{\Delta T}, \tag{1}$$

где  $N$  – коэффициент калибровки, показывающий отношение теплового потока через образец к сигналу датчика теплового потока,  $\frac{Вт}{В}$ ;  $V$  – сигнал датчика теплового потока, В;  $x$  – толщина образца, м;  $\Delta T$  – разность температуры в образце, К.

В процессе предварительных исследований возникла необходимость оценивания точности метода в два этапа. На первом этапе рекомендуется использовать базовую статистическую модель по оценке точности результатов измерения, описанную в серии стандартов [1].

В [1] любой результат измерений рассматривается как сумма трех компонентов

$$y = m + B + e, \quad (2)$$

где  $m$  – общее среднее значение, которое зависит от «истинного значения» и метода измерений;  $B$  – лабораторная составляющая смещения согласно условиям повторяемости;  $e$  – погрешность, имеющая место при каждом измерении согласно условиям повторяемости.

Так как  $m$  в данном случае представляет собой результат косвенных измерений, оценивание вклада метода проведено с использованием модельного подхода. После применения к формуле (1) метода относительных неопределенностей получено

$$u_m = \lambda \cdot \left( \frac{\delta N}{N} + \frac{\delta V}{V} + \frac{\delta x}{x} - \frac{\delta T}{T} \right) = \frac{\lambda}{N} \cdot \delta N + \frac{\lambda}{V} \cdot \delta V + \frac{\lambda}{x} \cdot \delta x - \frac{\lambda}{T} \cdot \delta T. \quad (3)$$

В свою очередь

$$\delta x = \delta x_{изм} + \delta x_{x_1, x_2}, \quad (4)$$

$$\delta T = \delta T_{изм} + \delta T_{T_1, T_2}. \quad (5)$$

В результате неопределенность общего среднего значения результата измерения может быть представлена, как

$$u_m = \frac{\lambda}{N} \cdot \delta N + \frac{\lambda}{V} \cdot \delta V + \frac{\lambda}{x} \cdot \delta x_{изм} + \frac{\lambda}{x} \cdot \delta x_{x_1, x_2} - \frac{\lambda}{T} \cdot \delta T_{изм} - \frac{\lambda}{T} \cdot \delta T_{T_1, T_2}, \quad (6)$$

где поправки обусловлены:  $\delta N$  – точностью определения коэффициента калибровки,  $\frac{Вт}{В}$ ;

$\delta V$  – точностью определения теплового потока, мкВ;  $\delta x_{изм}$  – точностью определения толщины образца, м;  $\delta x_{x_1, x_2}$  – влиянием толщины образца, м;  $\delta T_{изм}$  – точностью определения разности температур горячей и холодной плит прибора, К (°С);  $\delta T_{T_1, T_2}$  – влиянием средней температуры поверхностей образца  $\frac{T_2 + T_1}{2}$ , К (°С).

Ни одна из указанных выше величин не рассматривается коррелированной с другой

величиной в какой-нибудь значительной степени.

Суммарная стандартная неопределенность результатов измерений вычисляется по формуле

$$u_m = \sqrt{c_{\delta V}^2 u(\delta V) + c_{\delta x_{изм}}^2 u(\delta x_{изм}) + c_{\delta x_{x_1, x_2}}^2 \times u(\delta x_{x_1, x_2}) + c_{\delta T_{изм}}^2 u(\delta T_{изм}) + c_{\delta T_{T_1, T_2}}^2 u(\delta T_{T_1, T_2})}. \quad (7)$$

На рисунке 2 представлена диаграмма влияния входных величин на суммарную стандартную неопределенность результатов измерений. Из диаграммы видно, что наибольший вклад в общее среднее значение  $m$  вносит составляющая, обусловленная точностью измерения температуры.

Для исследования вклада лабораторной составляющей  $B$  и составляющей  $e$  (формула 2) был использован эмпирический подход. При исследовании вклада лабораторной составляющей  $B$  оцениванию подлежало влияние следующих факторов:

- А: оператор;
- В: время, проходящее между измерениями.

Оценка вклада факторов осуществляется с помощью дисперсионного анализа ANOVA. По результатам анализа получают абсолютное значение вклада  $uB$ .

Измерительный эксперимент осуществлялся в условиях промежуточной прецизионности. В результате реализации плана (рисунок 3) проведено восемь опытов по пять измерений в каждом.

В данном случае для оценивания вклада повторяемости  $e$  рассчитывается стандартное отклонение среднего арифметического значения в каждой группе полученных результатов по формуле

$$ue_j = \sqrt{\left( \frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (y_{ij} - \bar{y}_j)^2 \right)}, \quad (8)$$

где  $y_{ij}$  –  $i$ -й результат измерений в  $j$ -м опыте;  $\bar{y}_j$  – среднее значение результатов измерений в  $j$ -м опыте;  $n$  – количество повторных измерений в опыте.

Влияние факторов в эксперименте представлено в виде диаграммы (рисунок 4).

Из диаграммы видно, что наибольший вклад в суммарную неопределенность результатов измерений вносит составляющая метода  $m$ . В то же время вклад составляющей  $e$  больше вклада лабораторной составляющей  $B$ , а это означает, что в ходе исследования были выявлены не все факторы, влияющие на результат измерения  $\lambda$ , т.е. в данном случае предложенная в работе [1] статистическая модель результатов измерений является неадекватной и вместо нее имеет место модель следующего вида:

$$y = m + B + \sum_{i=1}^j C_i \cdot x_i + e, \quad (9)$$

где  $\sum_{i=1}^j C_i \cdot x_i$  – факторы, влияющие на результат измерений, неучитываемые в модели, представленной в [1].

Таким образом, появляется необходимость более глубокого исследования, т.е. появляется необходимость в проведении второго этапа исследований.

Это можно осуществить, к примеру, с помощью рекомендаций, изложенных в руководстве [2], применяемом метрологическими

службами организаций, внедривших СМК, которая в свою очередь соответствует требованиям [3]. Руководство [2] выделяет пять основных источников изменчивости (рисунок 5).

На основании рекомендаций, изложенных в [2] и [4], составлена диаграмма «причина-следствие» с источниками изменчивости, влияющими на результаты измерения  $\lambda$  (рисунок 6).

По результатам экспертного оценивания источников изменчивости для случая минеральной ваты значительно влияющим был признан источник, вызываемый *податливостью материала исследуемых образцов*, что искажает результаты измерений, так как приводит к уменьшению объемной доли воздуха между волокнами.

Для того, чтобы свести к минимуму влияние податливости материала образцов на результаты измерений, разработано несколько способов ее компенсации, один из которых предполагает предварительное измерение толщины образца, например, с помощью микрометра, и внесение значения толщины в память прибора НФМ 436, программируя его на перемещение плит на определенную величину (см. рисунок 1).

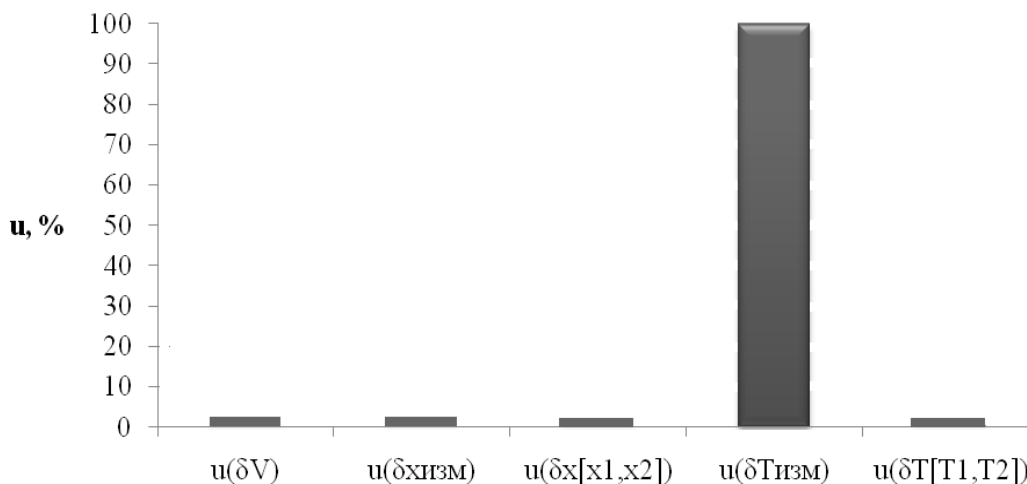


Рисунок 2 – Диаграмма влияния входных величин на суммарную стандартную неопределенность:  $\delta V$  – поправка, обусловленная точностью определения теплового потока, мкВ;  $\delta x_{изм}$  – поправка, обусловленная точностью определения толщины образца, м;  $\delta x_{x1,x2}$  – поправка, обусловленная влиянием толщины образца, м;  $\delta T_{изм}$  – поправка, обусловленная точностью определения разности температур горячей и холодной плит прибора, К (°C);  $\delta T_{T1,T2}$  – поправка, обусловленная влиянием средней температуры поверхностей образца, К (°C)

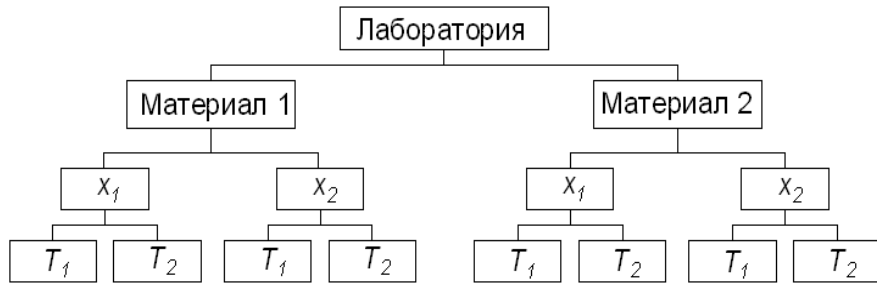


Рисунок 3 – План проведения измерительного эксперимента:  $x_1, x_2$  – толщина исследуемого образца ( $x_1 = 30$  мм,  $x_2 = 50$  мм);  $T_1, T_2$  – средняя температура поверхностей образца ( $T_1 = 10$  °С,  $T_2 = 25$  °С).

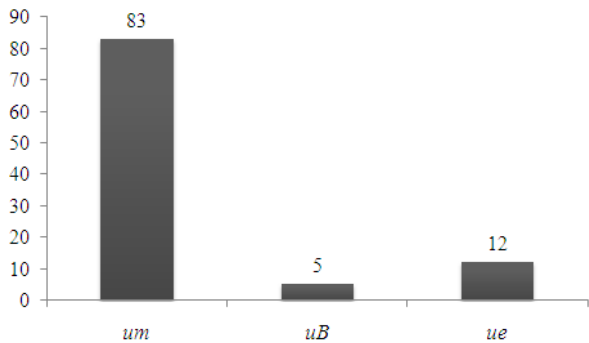


Рисунок 4 – Диаграмма вкладов составляющих неопределенности в суммарную неопределенность результатов измерения  $\lambda$  минеральной ваты:  $um$  – вклад составляющей метода;  $uB$  – вклад лабораторной составляющей;  $ue$  – вклад повторяемости

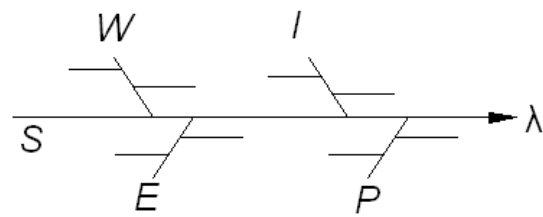


Рисунок 5 – Диаграмма «причина-следствие» с основными источниками изменчивости:  $S$  – эталон;  $W$  – деталь;  $I$  – измерительный прибор;  $P$  – оператор;  $E$  – окружающая среда



Рисунок 6 – Диаграмма «причина-следствие» с источниками изменчивости при измерении  $\lambda$  материалов с помощью прибора HFM 436

На рисунке 7 представлена диаграмма вкладов составляющих неопределенности в суммарную неопределенность результатов измерения  $\lambda$  минеральной ваты после применения компенсации влияния упругих свойств на результаты измерения приведенным выше способом.

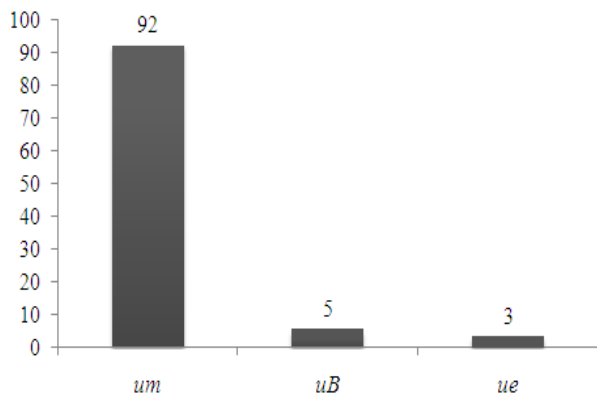


Рисунок 7 – Диаграмма вкладов составляющих неопределенности в суммарную неопределенность результатов измерения  $\lambda$  минеральной ваты после применения компенсации: *um* – вклад составляющей метода; *uB* – вклад лабораторной составляющей; *ue* – вклад повторяемости.

Очевидно, что вклад остаточной ошибки *ue* меньше вклада лабораторной составляющей *uB*. Можно теперь с уверенностью считать, что в ходе второго этапа исследований выявлены основные влияющие факторы.

В результате реализации приведенного комплекса исследований разработаны рекомендации по исследованию эталона, введение которого в действие предполагается в 2013 г:

- при исследовании образцов из материалов, для которых характерна податливость, необходимо перед их установкой на измерительную позицию прибора предварительно измерять толщину образца и затем произвести компенсацию;

- при исследовании вклада внутрилабораторной составляющей следует оценивать влияние следующих источников изменчивости:

- а) время, проходящее между измерениями;
- б) оператор;

- повторяемость необходимо реализовывать в полном объеме (8-10 измерений), так как она может быть соизмерима с внутрилабораторной составляющей;

- $\lambda$  материала следует оценивать для всего температурного диапазона, рекомендуемого

методикой выполнения измерений, так как он изменяется при изменении температуры;

- валидацию метода следует проводить как метод сравнения со стандартным образцом или путем межлабораторных сличений;

- для исследования точностных характеристик эталона следует использовать два подхода:

- а) методику, описанную в стандартах [1];

- б) рекомендации, изложенные в руководстве [2].

### Заключение

Разработана двухэтапная методика оценивания характеристики точности – прецизионности – результатов измерения коэффициента теплопроводности, в соответствии с которой на первом этапе рекомендуется использовать базовую статистическую модель, описанную в [1], а на втором – модель процесса измерений, изложенную в руководящем документе [2]. Необходимость подключения второго этапа исследований определяется

отношением  $\frac{ue}{uB} > 1$ . Предложенный подход

позволяет объективно выявлять источники, влияющие на результат измерения коэффициента теплопроводности, а также управлять характеристикой метода – прецизионностью. На основании проведенного исследования разработаны рекомендации по планированию исследований Национального эталона единицы теплопроводности.

### Список использованных источников

1. СТБ ИСО 5725-2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Части 1-6. – Введ. 09.12.2002. – № 54. – Минск : Госстандарт РБ.
2. Measurement Systems Analysis Reference Manual. – Daimler Chrysler Corporation, Ford Motor company, General Motors Corporation, 2002. – 217 p.
3. СТБ ISO/TS 16949-2010. Системы менеджмента качества. Особые требования по применению СТБ ISO 9001-2009 для организаций, производящих составные и запасные части, используемые в автомобилестроении. – Введ. 01.01.2011. № 36. – Минск : Госстандарт РБ.
4. Zarr, R. Robert. Assessment of uncertainties for the NIST 1016 mm Guarded-Hot-Plate apparatus: extended analysis for low-density fi-

brous-glass thermal insulation / Robert R. Zarr // Journal of research of the national insti-

tute of standards and technology. – 2010. – № 1. – С. 32–44.

---

Zhagora N.A., Serenkov P.S., Fufaeva O.V.

**Metrological maintenance of measurement of thermal conductivity parameters**

A two-stage method of intralaboratory research of characteristics of accuracy of the method of measurement of thermal conductivity was developed and implemented. The criterion determining the necessity of performing the second stage of research was formulated. The technique allows to identify sources influenced on the result of measurement of thermal conductivity, and also to control characteristics of the method (precision). Recommendations for research of the National reference unit of thermal conductivity were developed. (E-mail: olga\_kisel89@mail.ru)

**Key words:** the thermal conductivity.

*Поступила в редакцию 20.02.2013.*