

Ненад М. Сивџанић, Ненад Д. Милошевић
Институт за нуклеарне науке „Винча”, Београд, Србија

Одређивање топлотне проводности слабопроводних чврстих материјала методом заштићене топле плоче у Институту за нуклеарне науке „Винча”

Оригинални научни рад
UDC: 536.21:621.362.1
BIBLID: 0350-218X, 34 (2008), 1, 55-68

У овом раду је представљена метода заштићене топле плоче за одређивање топлотне проводности слабопроводних материјала. Описана је апаратура која се користи у Лабораторији за термотехнику и енергетику Института за нуклеарне науке „Винча”, постојећи мерења, обрада података, као и постојећи за израчунавање мерне несигурности. Као пример коришћења методе, приказане су експерименталне вредности одређивања топлотне проводности стандардног референтног материјала за топлотну проводност од 1 W/mK.

Кључне речи: топлотна проводност, референтна метода, метода заштићене топле плоче, стандардни референтни материјали

Увод

Метода заштићене топле плоче је стандардна експериментална метода за одређивање топлотне проводности топлотно-изолационих чврстих материјала у опсегу од 0,01 до 10 W/mK, као што су полимери, керамике, материјали биолошког порекла и др., и примењује се у температурном опсегу од 80–1200 K [1, 2]. Принцип методе се заснива на стационарном једнодимензионалном преносу топлоте кондукцијом кроз испитивани материјал. На основу Фуријеовог закона, топлотна проводност је директна функција топлотног флукса и градијента температуре који се мере.

Предности методе су једноставан математички модел и директно мерење дужине, електричне снаге и температуре које као резултат даје релативно малу проширену мерну несигурност резултата (испод 4%). С друге стране, неопходно је вршити корекцију на топлотне губитке услед неидеалности претпостављених граничних услова што мерење чини сложеним и дуготрајним.

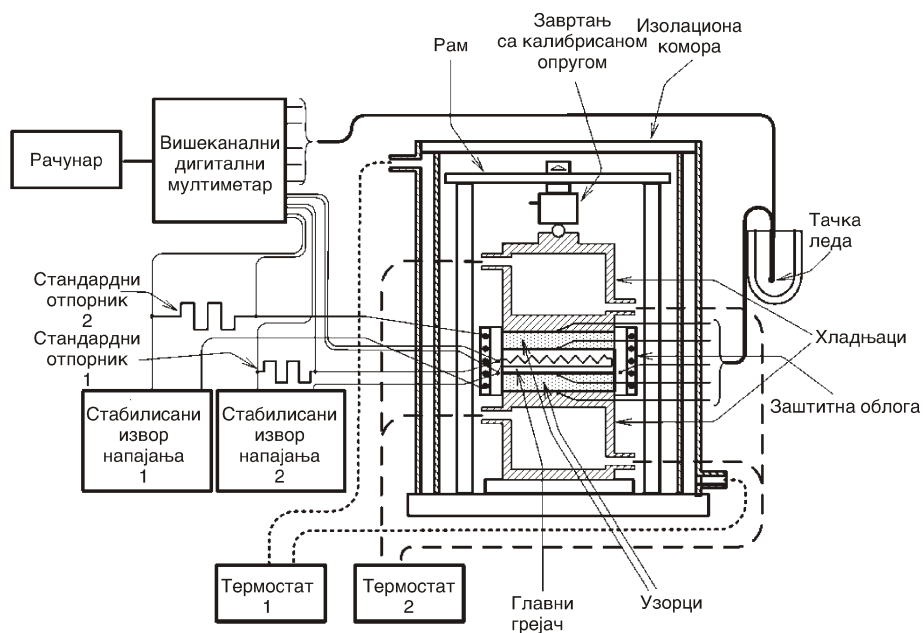
У Институту за нуклеарне науке „Винча” метода заштићене топле плоче се примењује већ од краја 60-тих година [3]. Развијено је више одговарајућих апаратура, а једна од првих је „диск” апаратура са којом се топлотна проводност слабопроводних чврстих материјала може одређивати у опсегу од 0,15–2 W/mK и у температурном опсегу од 20–90 °C. Узорци испитиваних материјала су облика диска пречника 75 mm и дебљине од 3–15 mm. У последњих неколико година, апаратура је унапређена аутоматском аквизицијом и континуалним праћењем промене сигнала температуре и снаге чиме је побољшана детекција достигнутог стационарног стања и смањена укупна мерна несигурност резултата.

Као пример рада новог система за аквизицију сигнала изведен је експеримент одређивања топлотне проводности узорака од стандардног референтног материјала стакла произвођача ILFORD. Приказани су резултати мерења са укупном мерном несигурношћу одређеном према Приручнику за изражавање несигурности мерења (GUM) [4].

Опис апаратуре

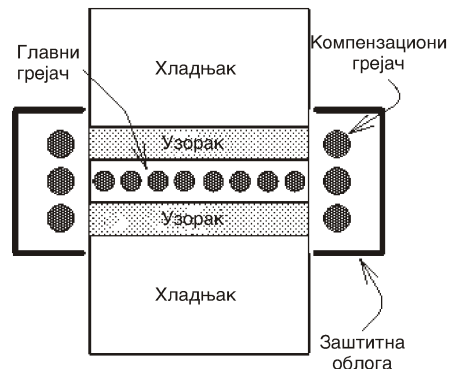
Шема апаратуре на којој се врше мерења методом заштићене топле плоче у Институту „Винча” дата је на сл. 1. Апаратура се састоји од централног дела, заштитне облоге, изолационе коморе, система за напајање и термостатирање и система за аквизицију.

Основу централног дела чине главни грејач, два узорка од истог материјала и истих димензија који се налазе испод и изнад главног грејача и два хладњака између



Слика 1. Шематски приказ апаратуре

којих се налазе грејач и узорци (сл. 2). Главни грејач представља извор топлоте, док се температура хладњака одржава константном уз помоћ термостатске течности која циркулише кроз њих. Централни део се налази у средини изолационе коморе унутар носећег рама и притегнут је завртњем посредством калибрисане опруге. Притисак се од опруге преноси на горњи хладњак преко челичне куглице, чиме је омогућено подешавање склопа и постизање равномерног притиска по површинама узорка (сл. 1). Тела главног грејача и хладњака су израђена од бакра чија је топлотна проводност многоструко већа од топлотне проводности испитиваног узорка.

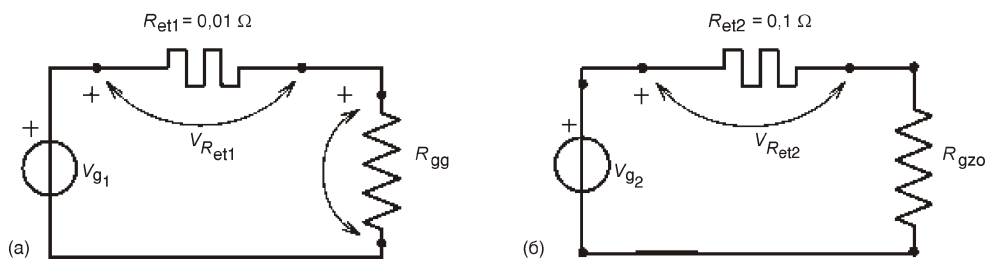


Слика 2. Уздужни пресек централног дела апаратуре и заштитне облоге

Заштитна облога је у облику дводелног прстена и састоји се од термоизолационог материјала (стаклене вуне) који потпуно окружује бочну страну грејача и узорка и спољњег металног оклопа. Унутар термоизолационог материјала се налази грејач са којим се постиже жељена температура облоге чиме се остварује минимална размена топлоте између бочних страна грејача и узорка и облоге. Под тим условима може се претпоставити да је пренос топлоте кроз узорак једнодимензионалан, од главног грејача ка хладњацима.

Изолациона комора у којој се налази централни део са заштитном облогом првенствено служи за отклањање утицаја услова просторије у којој се изводи мерење. Комора се такође одржава на константној температури ради смањења ефекта размене топлоте конвекцијом унутар коморе. Конвекција се може потпуно отклонити елиминацијом ваздуха из коморе коришћењем вакуумске пумпе.

Систем за напајање чине два високостабилисана извора једносмерног напона и еталон отпорници уз помоћ којих се мери струја грејача, односно ослобођена количина топлоте на грејачима. Електричне шеме кола за напајање главног и компензационог грејача су приказане на сл. 3. Главни грејач је у основи отпорник са четири извода. Један пар извода се користи за напајање, а други за мерење пада напона



Слика 3. Електрична шема кола за напајање (а) главног и (б) компензационог грејача

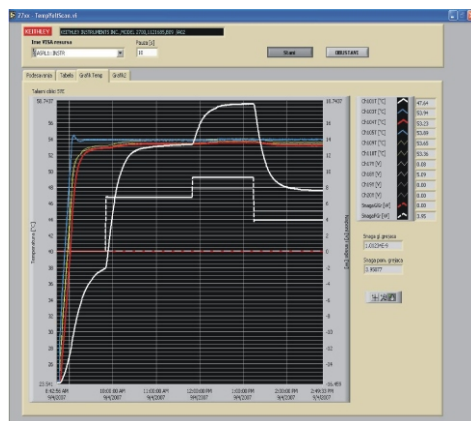
на грејачу. Струја кроз грејач се мери посредно – преко пада напона на еталон-отпорнику отпорности 10 m . Будући да је улазна отпорност мерача напона веома велика, оваквим мерењем се избегава грешка услед коначне отпорности водова. Слично се мери и снага компензационог грејача, с тим што се напон мери на излазу стабилног извора, а струја преко пада напона на еталон-отпорнику отпорности 100 m . Мерење напона на самом компензационом грејачу није неопходно, јер снага која се ослобађа на овом грејачу није од интереса за обраду резултата.

Кроз оба хладњака протиче течност (дестилована вода) жељене температуре која се доводи из циркулационог термостатског купатила, док се кроз изолациону комору са дуплим зидом пушта вода из другог термостатског купатила.

Систем за аквизицију чине сензори температуре (термопарови К типа чији су топли крајеви постављени у хладњаке, грејач и заштитну облогу, док се хладни крајеви држе на температури тачке леда) и вишеканални дигитални мултиметар. Мултиметар је повезан са рачунаром који врши контролу мерења, као и складиштење мерних података ради накнадне обраде. Програмским путем се сваки канал мултиметра може засебно конфигурирати, тако да се одређен број канала користи као термометар за термопарове типа К, док се други канали користе за мерење пада напона на грејачима и отпорницима. За подешавање параметара аквизиције као и за

графички и таблични приказ мерних сигнала развијен је посебан софтвер коришћењем програмског окружења LabView (сл. 4).

Новим софтвером добија се приказ свих вредности релевантних сигнала у реалном времену, на основу чега експериментатор може да процени време када је достигнуто стационарно стање провођења топлоте. Исто тако, директним праћењем промене сигнала лакше се уочавају могуће грешке приликом постављања експеримента чиме се може знатно смањити укупно време трајања експеримента.



Слика 4. Приказ главног менија софтвера за аквизицију сигнала и обраду података

Поступак мерења

Стационарно провођење топлоте кроз узорак се обезбеђује равномерним дотоком топлоте из главног грејача и одржавањем константне температуре хладњака. Након достизања равнотежног стања под претпоставком једнодимензионалног преноса топлоте кроз узорак, топлотна проводност материјала узорка, λ , се израчунава из израза:

$$\lambda = \frac{Ph}{2A T} \quad (1)$$

где је P снага коју ослобађа главни грејач, A површина узорка, h дебљина узорка и T средња вредност разлике температуре на базним површинама оба узорка.

Дебљине два примењена узорка (h_1 и h_2) се мере у више тачака и на основу измерених вредности (серије од по N мерења) се налазе њихове средње вредности:

$$h_1 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N h_{1i} \quad \text{и} \quad h_2 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N h_{2i} \quad (2)$$

и средња дебљина као:

$$h = \frac{h_1 + h_2}{2} \quad (3)$$

Слично се из серија од по M мерења измере пречници узорака, и нађу њихове средње вредности, D_1 и D_2 , као:

$$D_1 = \frac{1}{M} \sum_{i=1}^M D_{1i} \quad \text{и} \quad D_2 = \frac{1}{M} \sum_{i=1}^M D_{2i} \quad (4)$$

затим површине попречних пресека узорака, A_1 и A_2 , као:

$$A_1 = \frac{\pi D_1^2}{4} \quad \text{и} \quad A_2 = \frac{\pi D_2^2}{4} \quad (5)$$

и најзад њихова средња вредност као:

$$A = \frac{A_1 + A_2}{2} \quad (6)$$

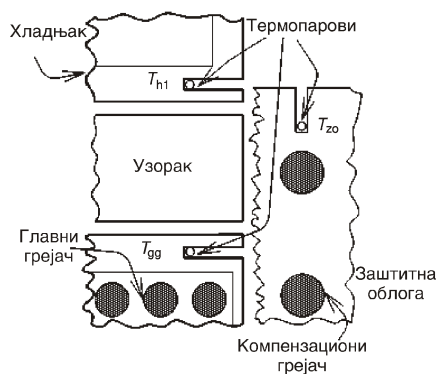
Снага главног грејача P се рачуна као производ пада напона на грејачу, V_{gg} , и струје кроз еталон-отпорник редно везан са грејачем, $V_{R_{\text{et1}}} / R_{\text{et1}}$ (видети сл. 3а):

$$P = V_{\text{gg}} \frac{V_{R_{\text{et1}}}}{R_{\text{et1}}} \quad (7)$$

Вредности напона V_{gg} и $V_{R_{\text{et1}}}$ се током равнотежног стања узимају у истим интервалима као и вредности температура. Ако се за обраду узима укупно L вредности напона и температура, напони на главном грејачу и стандардном отпорнику $R_{\text{et1}} = 10 \text{ m}$ се рачунају као:

$$V_{\text{gg}} = \frac{1}{L} \sum_{i=1}^L V_{\text{gg}i} \quad \text{и} \quad V_{R_{\text{et1}}} = \frac{1}{L} \sum_{i=1}^L V_{R_{\text{et1}i}} \quad (8)$$

У идеалном случају, температуре би требало мерити на додирним површинама грејача и хладњака са узорцима, али се у том случају може јавити додатни контактни термички отпор којег је тешко проценити. Да би се тај проблем избегао, термопарови су постављени у посебне шупљине које се налазе непосредно испод површине главног грејача и хладњака, док се код заштитне облоге налази у средини термоизолационог материјала. Такав случај мерења температуре приказан је на сл. 5.



Слика 5. Шематски приказ мерења температуре грејача, хладњака и заштитне облоге

Разлика температуре на површинама узорака се добија посредно: пад температуре на једном узорку је збир пада температуре од шупљине до површине грејача, затим пада температуре кроз узорак и пада температуре од површине хладњака до шупљине у којој се налази други термопар. Утицај постојећег контактеног термичког отпора на додирним површинама узорка и грејача, односно узорка и хладњака се умањује наношењем танког слоја глицерина на равне површине узорака (топлотна проводност глицерина је вишеструко већа од топлотне проводности ваздуха).

Средњи пад температуре кроз два узорка је разлика између температуре мерене у грејачу T_{gg} и средње температуре хладњака T_{hsr} :

$$T = T_{gg} - T_{hsr} \quad (9)$$

где је средња температура хладњака T_{hsr} средња вредност измерених температура у горњем и доњем хладњаку, T_{h1} и T_{h2} :

$$T_{hsr} = \frac{T_{h1} + T_{h2}}{2} \quad (10)$$

Све мерене температуре се налазе усредњавањем у времену вредности из L читавања у стационарном стању. Температуре у горњем и доњем хладњаку (T_{h1} и T_{h2}), и температура мерена у главном грејачу T_{gg} су:

$$T_{h1} = \frac{1}{L} \int_0^L T_{h1_i} dt, \quad T_{h2} = \frac{1}{L} \int_0^L T_{h2_i} dt, \quad T_{gg} = \frac{1}{L} \int_0^L T_{gg_i} dt \quad (11)$$

Услов једнодимензионалног преноса топлоте кроз узорак се у пракси тешко остварује. Из тог разлога се ради компензација губитака топлоте са бочних површина узорака. Под потпуном компензацијом се сматра стање када је температура заштитне облоге једнака средњој температури на бочним површинама узорка. Уколико је температура заштитне облоге већа од средње температуре на узорку, узорак прима

извесну количину топлоте од заштитне облоге, и обрнуто – мања температура облоге доводи до хлађења узорка преко његове бочне површине. Током трајања експеримента, грејач заштитне облоге најспорије достиже стационарну температуру, а због сложене размене топлоте између компензационог грејача и осталих делова апаратуре веома је тешко прецизно контролисати вредност температуре облоге задавањем вредности напона извора напајања.

На свакој новој средњој температури узорка изводи се серија од најмање три мерења са искљученим главним грејачем, стационарном температуром хладњака и различитим вредностима снаге компензационог грејача. Мери се температура главног грејача, хладњака и заштитне облоге, T_{zo} . Стационарне вредности температуре грејача и хладњака се одређују према једн. (10) и (11), а температура заштитне облоге на исти начин као:

$$T_{zo} = \frac{1}{L} \sum_{i=1}^L T_{zo_i} \quad (12)$$

На основу тако добијених вредности прави се корекциона крива [5] чија апсциса представља дебаланс температуре T_{deb} , тј. разлику температуре заштитне облоге T_{zo} и средње температуре узорка T_{sr} :

$$T_{deb} = T_{zo} - T_{sr} = T_{zo} \frac{T_{gg} - T_{hsr}}{2} \quad (13)$$

а ордината разлику температуре топле и хладне стране узорка T , из једн. (9). За мали дебаланс температуре ($< 10^\circ\text{C}$), корекциона крива $T(T_{deb})$ је приближно линеарна.

Након одређивања корекционе криве, мерење топлотне проводности се изводи са укљученим главним грејачем и грејачем заштитне облоге и са константном температуром хладњака. Снага главног грејача треба да је толика да је пад температуре дуж узорка између 5 и 15°C (што зависи од дебљине и материјала узорка), а грејач заштитне облоге треба да је на температури између температуре грејача и хладњака (идеално је на средини). Као и код мерења корекционе криве, узимају се вредности снаге и температура само у стационарном стању. На основу ових измерених вредности и претходно одређеног дебаланса температуре заштитне облоге, врши се поправка средњег пада температуре и коначно израчунава топлотна проводност према једн. (1).

Процена мерне несигурности

Према једн. (1), стандардна несигурност топлотне проводности, u_λ , може да се израчуна из следећег израза:

$$u_\lambda = \sqrt{\frac{\partial \lambda}{\partial h}^2 u_h^2 + \frac{\partial \lambda}{\partial A}^2 u_A^2 + \frac{\partial \lambda}{\partial P}^2 u_P^2 + \frac{\partial \lambda}{\partial (\Delta T)}^2 u_{\Delta T}^2} \quad (14)$$

где су u_h , u_A , u_P и u_T стандардне несигурности појединачних параметара. Израчунавањем парцијалних крајева топлотне проводности добија се израз за релативну стандардну несигурност топлотне проводности као:

$$\frac{u_\lambda}{\lambda} = \sqrt{\frac{u_h^2}{h^2} + \frac{u_A^2}{A^2} + \frac{u_P^2}{P^2} + \frac{u_{\Delta T}^2}{\Delta T^2}} \quad (15)$$

Комбинована стандардна несигурност средње дебљине узорака израчунате према једн. (3) је:

$$u_h = \sqrt{u_{h_1}^2 + u_{h_2}^2} \quad (16)$$

док су појединачне стандардне несигурности (ако се h_1 и h_2 налазе према једн. (2) као средње вредности серија од по N мерења) једнаке:

$$u_{h_1} = \sqrt{\frac{1}{(N-1)} \sum_{i=1}^N u_{h_{1i}}^2} \quad \text{и} \quad u_{h_2} = \sqrt{\frac{1}{(N-1)} \sum_{i=1}^N u_{h_{2i}}^2} \quad (17)$$

Стандардна несигурност за измерену средњу површину узорака одређену на основу једн. (6) је:

$$u_A = \sqrt{u_{A_1}^2 + u_{A_2}^2} \quad (18)$$

где су појединачне стандардне несигурности – видети једн. (4) и (5):

$$u_{A_1} = \frac{\pi}{4} \sqrt{\frac{2}{M-1} \sum_{i=1}^M u_{D_{1i}}^2} \quad \text{и} \quad u_{A_2} = \frac{\pi}{4} \sqrt{\frac{2}{M-1} \sum_{i=1}^M u_{D_{2i}}^2} \quad (19)$$

Комбинована стандардна несигурност измерене снаге на главном грејачу P , израчунате према једн. (7) и (8), је:

$$u_P = \frac{1}{R_{et}} \sqrt{V_{Ret}^2 u_{V_{oz}}^2 + V_{R_{gg}}^2 u_{V_{Ret}}^2} \quad (20)$$

Број вредности узетих у стационарном стању треба да буде довољно велики да се варијанса може наћи статистичком обрадом. Поред тога се, међутим, узима у обзир и мерна несигурност инструмента за мерење напона која се добија еталонирањем из спецификације произвођача. Ако се снага главног грејача израчунава на основу серије од L мерења, комбиноване стандардне несигурности за V_{gg} и V_{Ret} су:

$$u_{V_{gg}} = \sqrt{\frac{1}{L-1} \sum_{i=1}^L u_{V_{gg_i}}^2 + u_{V_{instr}}^2} \quad \text{и} \quad u_{V_{Ret}} = \sqrt{\frac{1}{L-1} \sum_{i=1}^L u_{V_{Ret_i}}^2 + u_{V_{instr}}^2} \quad (21)$$

У једн. (9)–(11) средња разлика температура се рачуна као разлика измерене температуре у грејачу, T_{gg} , и средње температуре у хладњацима близу површина узорка (T_{h1} и T_{h2}). Стандардна несигурност је стога:

$$u_{\Delta T} = \sqrt{u_{T_{oz}}^2 + \frac{1}{4}u_{T_{h1}}^2 + \frac{1}{4}u_{T_{h2}}^2} \quad (22)$$

Код процене несигурности мерења температуре узимају се у обзир случајна одступања од средње вредности током стационарног стања као и мерна несигурност сензора и индикатора температуре добијена њиховим еталонирањем. Стандардна несигурност измерене температуре је тако:

$$u_{T_{tp}} = \sqrt{\frac{1}{L} \sum_{i=1}^L u_{T_{tpi}}^2 + u_{T_{instr}}^2 + u_{T_{tpet}}^2}, \quad tp = gg, (h1, h2) \quad (23)$$

У овом раду занемарени су губици топлоте преко електричних водова и термопарова, као и губици са бочних страна узорка и грејача зрачењем и конвекцијом, под претпоставком њиховог знатно мањег утицаја на крајње резултате у односу на поменуте несигурности.

Пример експерименталних резултата

Као пример одређивања топлотне проводности применом описане методе заштићене топле плоче, узет је стандардни референтни материјал за топлотну проводност. Реч је о два узорка идентичног састава, израђена од стакла произвођача L-FORD, који има унапред познату функцију топлотне проводности у зависности од температуре.

Дебљина узорка, h , је мерена на 16 различитих места и израчуната је њихова средња вредност. Средње вредности димензија узорка, површине попречног пресека и њихове стандардне несигурности су дате у табл. 1. Стандардне несигурности су рачунате према једн. (16)–(19).

Стационарне вредности температура за снимање корекционих кривих дате су у табл. 2. Са T_{zo} је означена температура заштитне облоге, T_{hsr} је средња температура хладњака, док је T_{gg} температура главног грејача. Температура дебаланса је означена са T_{deb} и рачуна се према једн. (10)–(13), а разлика температура топле и хладне стране као у једн. (9) до (11).

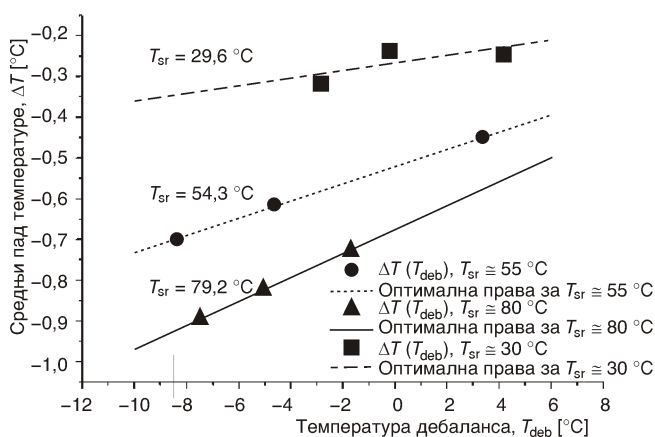
На основу вредности из табл. 2 конструисане су три оптималне

Таблица 1. Параметри два узорка и њихове стандардне несигурности

	h [mm]	u_h [mm]	D [mm]	u_D [mm]	A [mm ²]	u_A [mm ²]
Узорак 1	9,525	0,005	75,45	0,02	4471	43
Узорак 2	9,502	0,015	75,44	0,02	4470	58
Средње	9,513	0,016	75,45	0,03	4471	72

Таблица 2. Стационарне вредности температура и снаге грејача приликом одређивања корекционе криве на три радне температуре

T_{zo} [°C]	T_{hsr} [°C]	T_{gg} [°C]	T_{sr} [°C]	T_{deb} [°C]	T [°C]
26,54	29,61	29,30	29,45	-2,91	-0,31
29,39	29,67	29,43	29,55	-0,15	-0,24
33,75	29,78	29,54	29,66	4,09	-0,24
57,76	54,66	54,21	54,43	3,33	-0,46
45,77	54,53	53,83	54,18	-8,41	-0,70
49,59	54,54	53,92	54,23	-4,64	-0,61
71,73	79,68	78,78	79,22	-7,49	-0,90
74,18	79,65	78,82	79,23	-5,06	-0,83
77,58	79,64	78,91	79,27	-1,70	-0,73



Слика 6. Резултати мерења стационарних вредности температура и фитоване корекционе криве за корекцију резултата

праве (фитоване по методи најмањег збира квадрата) за три различите радне температуре, приближно 30, 55 и 85 °C (сл. 6). Може се видети да вредности пада температуре на добијеним правима које одговарају нултом дебалансу расту у негативном смеру са порастом температуре, што је последица већих бочних топлотних губитака са грејача и узорка.

У другом делу експеримента одређују се вредности снаге главног грејача и температуре у стационарном стању када су главни грејач и грејач заштитне облоге укључени. У табл. 3 дате су средње вредности температуре заштитне облоге T_{zo} , средње температуре горњег и доњег хладњака T_{hsr} , температуре главног грејача T_{gg} , напона на грејачу V_{gg} , напона на еталон-отпорнику R_{et} отпорности 10 m, V_{Ret} и припадајуће стандардне несигурности $u_{T_{hsr}}$, $u_{T_{gg}}$, $u_{V_{gg}}$ и $u_{V_{Ret}}$ – једн. (20)–(23).

Резултати обраде су дати у табл. 4. Према вредностима из табл. 3 израчунава се разлика температуре топле и хладне стране узорка, $T = T_{gg} - T_{hsr}$, затим средња температура у мерном делу, T_{sr} као средња вредност T_{gg} и T_{hsr} и температура дебаланса, $T_{deb} = T_{zo} - T_{sr}$. На основу

Таблица 3. Резултати мерења за одређивање топлотне проводности са одговарајућим стандардним девијацијама мерених вредности

T_{zo} [°C]	T_{hsr} [°C]	$u_{T_{hsr}}$ [°C]	T_{gg} [°C]	$u_{T_{gg}}$ [°C]	V_{gg} [V]	$u_{V_{gg}}$ [V]	V_{Ret} 10^{-3} [V]	$u_{V_{Ret}}$ 10^{-3} [V]
31,53	25,09	0,01	35,80	0,01	4,693	0,001	21,688	0,005
55,35	49,96	0,01	60,06	0,01	4,657	0,003	21,553	0,014
76,84	75,00	0,02	84,57	0,01	4,649	0,007	21,543	0,032

Таблица 4. Топлотна проводност добијена на основу вредности из табл. 3, стандардне мерне несигурности за T , T_{kor} , P , λ_{mer} , λ_{kor} и проширене мерне несигурности λ_{mer} и λ_{kor}

T_{sr} [°C]	T , $u_{\Delta T}$ [°C]	T_{deb} [°C]	ΔT_{kor} $u_{\Delta T_{kor}}$ [°C]	P , u_P [W]	λ_{mer} $u_{\lambda_{mer}}$, $U_{\lambda_{mer}}$ [Wm ⁻¹ K ⁻¹]	λ_{kor} $u_{\lambda_{kor}}$ $U_{\lambda_{kor}}$ [Wm ⁻¹ K ⁻¹]
30,44	10,71; 0,12	1,08	10,97; 0,17	10,18; 0,009	1,01; 0,012; 0,023	0,99; 0,016; 0,031
55,01	10,10; 0,12	0,34	10,61; 0,17	10,04; 0,032	1,06; 0,013; 0,027	1,00; 0,017; 0,034
79,78	9,57; 0,12	-2,94	10,33; 0,17	10,02; 0,067	1,11; 0,016; 0,032	1,03; 0,019; 0,037

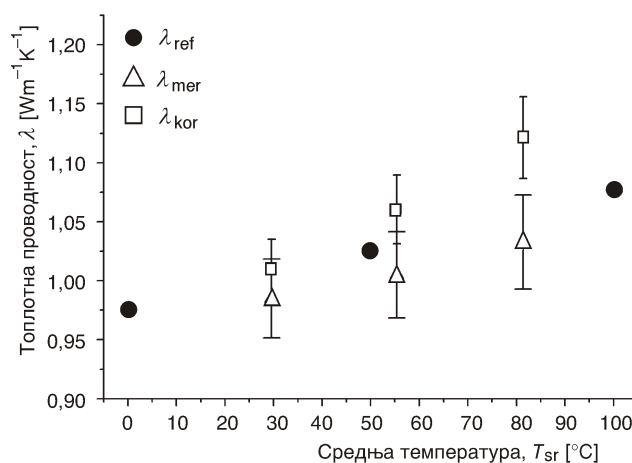
вредности дебаланса на оптималној прави се одређује вредност средњег пада температуре која се одузима од T и добија се поправљена вредност T_{kor} . Снага главног грејача се израчунава по једн. (7). Топлотна проводност материјала узорка, λ_{kor} , са примењеном корекцијом се израчунава преко једн. (1) коришћењем кориговане вредности средњег пада температуре дуж узорака, T_{kor} .

Несигурност мерења снаге P се израчунава према једн. (20) и (21), на основу вредности из табл. 3 и вредности мерне несигурности мерења једносмерног напона, u_{instr} , која се добија из документације коришћеног мултиметра.

Код мерења температуре стандардна девијација свих измерених вредности (табл. 3) у стационарном стању је веома мала (<0,02 °C), практично занемарљива у односу на несигурност мерења температуре термопаровима. Наиме, након извршеног еталонирања, проширена мерна несигурност система мултиметар-термопар је у опсегу од 10–90 °C била 0,2 °C. Стандардне несигурности су за све термопарове биле исте ($u_{gg} = u_{h1} = u_{h2} = 0,1$ °C), које када се уврсти у једн. (22) даје стандардну несигурност разлике температуре топле и хладне стране узорака, $u_T = 0,12$ °C.

Корекција на температурски дебаланс је резултат одузимања вредности са корекционе криве која је добијена на основу мерења истим инструментом, под приближно истим условима, тако да је квадрат стандардне несигурности двоструко већи, односно стандардна несигурност у том случају је $u_{\Delta T_{kor}} = 0,17$ °C.

Некориговане и кориговане вредности топлотне проводности узорка приказане су на сл. 7, заједно са одговарајућим прошире-



Слика 7. Некориговане, λ_{mer} и референтне, λ_{ref} , вредности топлотне проводности на три температуре узорка

ним мерним несигурностима и референтним вредностима λ_{ref} на 0, 50 и 100 °C приложеним уз узорке од стране произвођача (NPL). Може се приметити да су кориговане вредности нешто ниже од референтних, али да се све налазе у опсегу проширене мерне несигурности са интервалом поверења од 95%.

Закључак

Метода заштићене топле плоче је стандардна референтна метода за одређивање топлотне проводности слабопроводних чврстих материјала. У раду је приказана апаратура која се користи у Лабораторији за термотехнику и енергетику Института за нуклеарне науке „Винча“. Апаратура је пројектована за узорке материјала облика диска, пречника 75 mm и топлотне проводности од 0,15–2 W/mK. Мерење температуре и снаге се врши аутоматским системом за аквизицију и коришћењем посебног софтвера за континуално праћење свих релевантних параметара мерења, детекцију достизања равнотежног стања и благовремено уочавање могућих грешака током експеримента, чиме се постиже мала мерна несигурност крајњих резултата.

Поред тога, у раду је описан поступак мерења и обраде података, што подразумева израчунавање топлотне проводности, одређивање корекционе криве за отклањање систематске грешке услед температурског дебаланса, као и начин на који је процењена мерна несигурност.

Као пример примене методе, дати су резултати топлотне проводности изабраног стандардног референтног материјала на три радне температуре. Приказани су резултати без и са применом корекције на температурни дебаланс. Добијене вредности топлотне проводности са корекцијом су ниже за 2–8% од некоригованих вредности, док је укупна проширена мерна несигурност већа за око 0,8%.

Ознаке

A	– средња површина два узорка, [m ²]
A_1, A_2	– површина попречног пресека узорка 1 и 2, респективно, [m ²]
D_1, D_2	– средњи пречник узорка 1 и 2, респективно, [m]
h_1, h_2	– ознаке хладњака 1 и 2, [–]
h	– средња дебљина два узорка, [m]
h_1, h_2	– средња дебљина узорка 1 и 2, респективно, [m]
P	– снага централног грејача, [W]
R_{et1}	– отпорност стандардног отпорника редно везаног на главни грејач, []
R_{et2}	– отпорност стандардног отпорника редно везаног на компензациони грејач, []
T_{deb}	– температура дебаланса, [°C]
T_{eg}	– температура мерена у главном грејачу, [°C]
T_{hsr}	– средња температура мерена у два хладњака, [°C]
T_{h1}, T_{h2}	– температура мерена у хладњаку 1 и 2, респективно, [°C]
T_{sr}	– средња температура у централном мерном делу, [°C]
T_{zo}	– температура мерена у заштитној облози, [°C]
T	– средња разлика температура грејача и средње температуре хладњака, [°C]
ΔT_{kor}	– вредност средње разлике температура грејача и хладњака по примењеној корекцији на температурски дебаланс, [°C]
u_1	– стандардна несигурност мерења топлотне проводности, [Wm ⁻¹ K ⁻¹]

u_A	– стандардна несигурност мерења средње површине попречног пресека узорка, [m ²]
u_{A1}, u_{A2}	– стандардна несигурност мерења површине попречног пресека узорка 1 и 2, респективно, [m ²]
u_h	– стандардна несигурност мерења средње дебљине узорака, [m]
u_{h1}, u_{h2}	– стандардна несигурност мерења дебљине узорка 1 и 2, респективно, [m]
u_P	– стандардна несигурност мерења снаге главног грејача, [W]
$u_{T_{gg}}, u_{T_{h1}}, u_{T_{h2}}$	– стандардна несигурност мерења температуре у главном грејачу, хладњаку 1 и хладњаку 2, респективно, [°C]
u_{T_p}	– стандардна несигурност измерене температуре, [°C]
$u_{\Delta T}$	– стандардна несигурност мерења средњег пада температуре на узорцима, [°C]
$u_{V_{gg}}$	– стандардна несигурност мерења напона на главном грејачу, [V]
$u_{V_{Ret}}$	– стандардна несигурност мерења напона на стандардном отпорнику, [V]
u_{λ}	– стандардна несигурност топлотне проводности, [Wm ⁻¹ K ⁻¹]
$u_{\lambda_{mer}}, U_{\lambda_{mer}}$	– стандардна и проширена мерна несигурност топлотне проводности израчунате без корекције на температурски дебаланс, [Wm ⁻¹ K ⁻¹]
$u_{\lambda_{kor}}, U_{\lambda_{kor}}$	– стандардна и проширена мерна несигурност топлотне проводности израчунате са корекцијом на температурски дебаланс, [Wm ⁻¹ K ⁻¹]

Грчки симболи

λ	– топлотна проводност, [Wm ⁻¹ K ⁻¹]
λ_{kor}	– топлотна проводност израчуната после корекције на температурски дебаланс, [Wm ⁻¹ K ⁻¹]
λ_{mer}	– топлотна проводност израчуната без корекције на температурски дебаланс, [Wm ⁻¹ K ⁻¹]
λ_{ref}	– референтна вредност топлотне проводности узорака, дата од стране произвођача, [Wm ⁻¹ K ⁻¹]

Литература

- [1] Maglić, D. K., Cezairliyan, D. A., Peletsky, V. E., Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods, Vol. 1, Survey of Measurement Techniques, 1984
- [2] Buck, W., Rudtsch, S., Springer Handbook of Materials Measurement Methods (Eds. H. Czichos, T. Saito, L. Smith), Chapter 8 – Thermal Properties, 2006
- [3] Маглић, К., Истраживање у области термофизике и метрологије температуре и топлоте у Лабораторији за термотехнику и енергетику, *Термотехника*, 26 (2000), 1-4, 119–139
- [4] International Organization for Standardisation (ISO), Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM), 1st ed., 1993
- [5] Зоњић, М. А., Милошевић, Н. Д., Маглић, К. Д., Одређивање топлотне проводности чврстих материјала модификованом „диск” методом, *Зборник на комјакти диску*, Конгрес метролога, Београд, 2003

Abstract

Determination of the Thermal Conductivity of Solid Low Conductive Materials Using the Guarded Hot Plate Method in the Vinča Institute of Nuclear Sciences

by

Nenad M. STEPANIĆ and Nenad D. MILOŠEVIĆ

**Laboratory for Thermal Engineering and Energy,
Vinča Institute of Nuclear Sciences, Belgrade, Serbia**

In this paper, the guarded hot plate method for thermal conductivity measurements of poorly conductive solid materials is described. It contains a detail description of the apparatus and experimental procedure used in the Laboratory for Thermal Engineering and Energy of the Vinča Institute of Nuclear Sciences, as well as a detail analysis of the measurement uncertainty. For demonstration purpose, an example of thermal conductivity measurement of a standard reference material with thermal conductivity of 1 W/mK at room temperature is given.

Key words: thermal conductivity, standard reference method, guarded hot plate method, standard reference materials, uncertainty of measurement

Одговорни аутор / Corresponding author (N. M. Stepanić)
E-mail: nenad.s@vin.bg.ac.yu