

Государственный первичный эталон единиц теплопроводности и теплового сопротивления ГЭТ 59–2016

Н. А. СОКОЛОВ, А. Н. СОКОЛОВ, Н. В. ЧУРИЛИНА

Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева, Санкт-Петербург, Россия, e-mail: N.A.Sokolov@vniim.ru

Рассмотрены особенности и метрологические характеристики Государственного первичного эталона единиц теплопроводности и теплового сопротивления ГЭТ 59–2016. Приведены основные результаты международных сличений CCT-S2, 495/RU/10a и 549/RU/12a.

Ключевые слова: государственный первичный эталон, теплопроводность, тепловое сопротивление, метрологические характеристики, международные сличения.

The peculiarities and the basic metrological characteristics of the State primary measurement standard of thermal conductivity and thermal resistance units GET 59–2016 were considered. The main results of international comparisons CCT-S2, 495/RU/10a and 549/RU/12a are presented.

Key words: State primary measurement standard, thermal conductivity, thermal resistance, metrological characteristics, international comparisons.

Государственный первичный эталон (ГПЭ) единицы теплопроводности (ватта на метр-кельвин) создан в период 1965–1974 гг. [1] и в 1975 г. утверждён одновременно с общесоюзной поверочной схемой, предусматривающей поверку средств измерений (СИ) теплопроводности в диапазоне 0,1–5 Вт/(м·К) при температуре 90–500 К [2]. В 1982 г. в результате разработки высокотемпературной установки ГПЭ единицы теплопроводности переутверждён в расширенном составе в диапазоне измерений теплопроводности 0,1–20 Вт/(м·К) при температуре 90–1100 К [3].

В 2004 г. в связи с разработкой эффективных теплоизоляторов и необходимостью реализации программ энергосбережения во ВНИИМ разработан метод воспроизведения единицы теплопроводности в любой точке заданного диапазона [4]. Принцип действия СИ нового класса, реализующих предложенный метод, состоит в том, что некая система тел в определённых условиях под управляющим воздействием приобретает любую заданную теплопроводность. Другими словами, наряду с традиционными однозначными мерами теплопроводности (МТО) впервые удалось создать многозначные меры теплопроводности (МТМ) [5–8]. В 2007 г. создана новая установка А1 с комплектом МТО и МТМ, которая введена в состав ГПЭ с расширенным до 0,02 Вт/(м·К) диапазоном измерений теплопроводности при температуре 250–350 К [9].

В настоящее время в Российской Федерации находится в обороте несколько тысяч экземпляров СИ, результаты измерений которых прослеживаются к ГПЭ. Только в последние годы основными отечественными приборостроительными организациями созданы и занесены в Государственный реестр следующие СИ: ИТ-2-16, ИТ-2-48, ИТ-2-96 (АО НПП «Эталон», Россия); ИТП-МГ4 «Зонд», ИТП-МГ4-100, ИТП-МГ4-250, ИТП-МГ4-300, ИТП-МГ4.03 «Поток» (ООО

«СКБ Стройприбор», Россия); ИТС-1, МИТ-1, Теплограф, Темп-3.3 (ООО НПП «Интерприбор», Россия); ПИТ 2.1 (ООО «ИзТех», Россия). Указанные СИ разрешены к применению в странах ближнего зарубежья. Прошли испытания для целей утверждения типа и разрешены к применению в Российской Федерации зарубежные СИ: HFM 436, GPG 456 Titan (Netzsch-Gerätebau GmbH, Германия); λ -Meter 500, FOX 50, FOX 200, FOX 314, FOX 600, FOX 801 (TA Instruments, США); KD2 Pro (Decagon Devices, Inc., США); QL30 Model SOMET 2114 (Anter Corporation, США).

В рамках темы «Совершенствование Государственного первичного эталона единицы теплопроводности ГЭТ 59–2007», выполненной по договору между ВНИИМ и Росстандартом в 2015 и 2016 гг., утверждён Государственный первичный эталон единиц теплопроводности и теплового сопротивления ГЭТ 59–2016, в состав которого дополнительно введены установки А4 и А5 с новым набором МТО и МТМ. Установки А4, А5 имеют ряд конструктивных особенностей, обусловленных отличием диапазонов температур и теплопроводности. По принципу действия новые установки аналогичны установке А1, они реализуют метод определения теплопроводности и термического сопротивления при стационарном тепловом режиме [10].

Уравнение измерений установки А4, собранной по асимметричной схеме с нагревателем и охранной зоной, имеет следующий вид:

$$\lambda = UIh / (\pi D^2 \Delta T),$$

где λ – теплопроводность; U – напряжение электрического тока на нагревателе; I – сила электрического тока, пропускаемого через нагреватель; h – толщина МТО или МТМ; D – диаметр нагревателя; ΔT – перепад температуры на МТО или МТМ.

Напряжение U и силу тока I измеряют цифровым мультиметром с системой сбора данных Keithley 2700/E с относительной погрешностью, соответственно, не более 0,004 и 0,1 %, h и D – микрометром с относительной погрешностью не более 0,05 и 0,03 %, ΔT – с помощью многоканального прецизионного измерителя температуры МИТ 8.15 с относительной погрешностью не более 0,04 % (погрешность измерения разности температур двумя откалиброванными термометрами типа ТСПВ-2 не превышает 0,002 К). Отличие между температурами нагревателя и охранной зоны приводит к погрешности измерений теплопроводности, не превышающей 0,02 % [8, 9]. В итоге расчётное значение неисключённой систематической погрешности (НСП) определения теплопроводности λ составит 0,12 %.

Однако, как правило, погрешность определения толщины h ограничивается не используемым измерительным прибором, а качеством изготовления эталонных мер и может быть существенно больше указанного значения. Например, поверхности образцов многих теплоизоляционных материалов отличаются повышенной шероховатостью и отклонением от плоскостности и параллельности. При этом погрешность определения действительного значения толщины может достигать до 0,05 мм, что при номинальном значении толщины 10 мм составит 0,5 %. Учитывая влияние остальных составляющих, окончательно оценим НСП как 0,6 %.

В установке А5 с целью расширения диапазона воспроизведения и передачи единицы теплопроводности до 500 Вт/(м·К) использована специально разработанная МТМ [11, 12] или пластинчатые меры теплопроводности [13]. Основной отличительной особенностью установки А5 является конструкция центральной зоны нагревателя диаметром 30 мм и толщиной 0,3 мм. Нагреватель имеет плоскую бифилярную обмотку диаметром 28 мм из провода ПЭВ-2 диаметром 0,05 мм и две медные пластины толщиной 0,05 мм и диаметром 30 мм. Между обмоткой и пластинами находится изоляционная плёнка. Обмотка подключена к блоку питания по четырёхпроводной схеме. Каждая пластина соединена с одним из двух потенциальных выводов обмотки и проводом, проходящим через охранную зону к блоку питания. Токовыми выводами служат медные пластины, плотно прижатые к металлическим эталонным мерам, которые через холодильники подключены к блоку питания. С целью предотвращения тангенциального теплообмена центральная зона окружена стандартной охранной зоной внешним диаметром 80 мм, выполненной согласно [10] и содержащей 16-спайную дифференциальную термопару.

Эталонные меры толщиной и диаметром по 30 мм вблизи от оснований имеют отверстия диаметром 1,8 мм, в которые плотно вставлены притёртые и попарно откалиброванные платиновые термометры сопротивления типа ТСПВ-2, служащие для измерений перепада температуры на мере.

Уравнение измерений установки А5, собранной по симметричной схеме, отличается от равенства (1) лишь введением постоянного коэффициента, равного 2 [10]. Это никак не влияет на метрологические характеристики установки А5, НСП которой, как и установки А4, оценивается значением 0,6 %.

Теплопроводность, по сути, является удельной величиной, которая подобно удельной теплоёмкости или электропроводности, характеризует свойство материала. Это вступает в противоречие с принципиальным устройством большинства СИ, которые измеряют абсолютные величины: тепловое сопротивление, теплоёмкость или электрическое сопротивление. Для приведения в соответствие с существующими поверочными схемами далее рассчитываются нормируемые удельные величины. При этом очевидно снижение точности СИ. Действительно, определение любой удельной величины подразумевает деление на некий нормируемый параметр: массу, толщину, длину и пр. Эта операция приводит к появлению дополнительной составляющей погрешности, связанной с измерением этого параметра, и, соответственно, к фактическому ухудшению метрологических параметров или необоснованному усложнению СИ.

Рассмотренные удельные величины не подчиняются правилу аддитивности: две сложенные вместе меры теплопроводности не дадут двойного значения. Следуя традиционным правилам, для получения удвоенного значения нужно заново создавать эталонную меру из другого материала. Поэтому традиционный путь расширения диапазона ведёт к дополнительным издержкам [14]. Стандарт [15] даёт возможность устранить выявленные недостатки, в п. 1.12 сказано, что «поверочная схема устанавливает передачу размера одной или *нескольких взаимосвязанных физических величин*».

Теплопроводность связана с тепловым (термическим) сопротивлением R , которое фактически можно измерить с применением всех перечисленных выше СИ. Из зависимости $\lambda = h/R$ следует, что воспроизведение и передача единицы теплопроводности характеризуется дополнительной составляющей погрешности, связанной с измерением толщины h . Кроме того, R в отличие от λ является аддитивной величиной, которая непосредственно используется в различных методах измерений.

При описанной постановке задачи можно расширить диапазон воспроизведения и передачи единицы теплопроводности, не используя новые МТО из неисследованных материалов, а варьируя значение h и измеряя тепловое сопротивление МТО или применяя пластинчатые меры теплопроводности [14].

Основные метрологические и технические параметры ГЭТ 59–2016. Среднее квадратическое отклонение и стандартная неопределённость, оцениваемая по типу А, не превышают 0,2 % при 5 независимых измерениях; НСП не превышает 0,6 % для установок А1, А4, А5 и 2 % для установок А2, А3; стандартная неопределённость, оцениваемая по типу В, не превышает 0,3 % для установок А1, А4, А5 и 0,9 % для установок А2, А3.

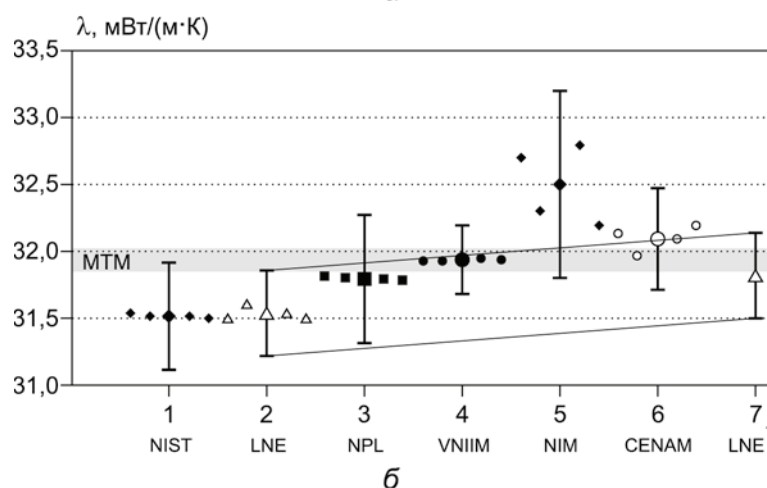
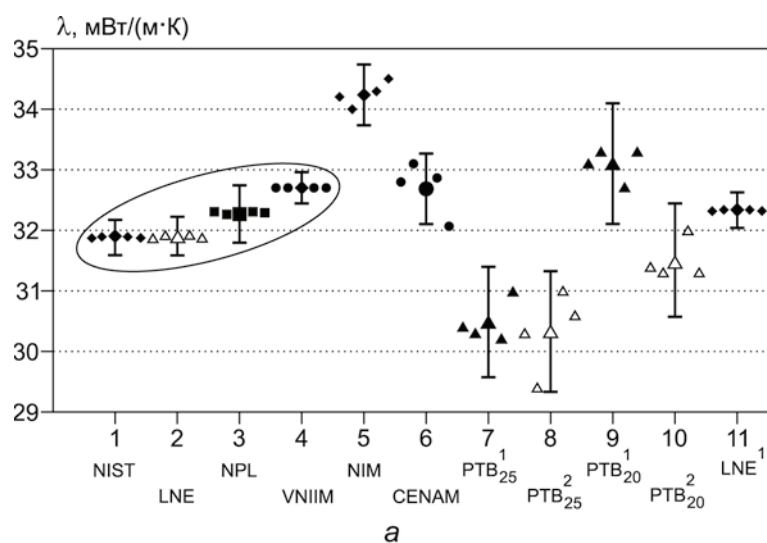
Установка А4 предназначена для воспроизведения и передачи единицы теплопроводности в диапазоне 0,02–0,2 Вт/(м·К) и теплового сопротивления в диапазоне 0,05–2,5 К·м²/Вт при температуре 310–570 К. Установка А5 предназначена для воспроизведения и передачи единицы теплопроводности в диапазоне 10–500 Вт/(м·К) и теплового сопротивления в диапазоне $6 \cdot 10^{-5}$ – $6 \cdot 10^{-1}$ К·м²/Вт при температуре 230–350 К.

В целом с помощью установок А1–А5 ГЭТ 59–2016 позволяет воспроизводить единицу теплопроводности в диапазоне 0,02–500 Вт/(м·К) и теплового сопротивления в диапазоне $6 \cdot 10^{-5}$ –6 К·м²/Вт при температуре 90–1100 К.

Международные сличения. В 2002 г. на 21-й сессии Консультативного комитета по термометрии Международного бюро мер и весов (ССТ) создана рабочая группа для координации усилий по обеспечению единства теплофизических измерений (WG9). На 22-й сессии ССТ (2004 г.) ВНИИМ, учитывая имеющиеся в стране проблемы с энергосбережением, выразил заинтересованность в проведении ключевых сличений в области малых значений теплопроводности. На 23-й сессии ССТ (2005 г.) проведение указанных сличений было признано первоочередной задачей в области измерений теплофизических величин для национальных метрологических институтов (НМИ). В сличениях смогли принять участие семь стран, имеющих необходимую аппаратуру: Великобритания (NPL), Германия (PTB), Китай (NIM), Мексика (CENAM), США (NIST), Франция (LNE – пилотная организация) и Россия (ВНИИМ).

Процедура сличений состояла в следующем. LNE изготовил из вспененного пенополистирола с добавлением графита (EPS) и минерального волокна (MW) толщиной 35 мм крупногабаритные образцы диаметром 1016 мм, подходящие для аппаратуры NIST. Затем, последовательно уменьшая эти образцы, вырезал из них эталонные меры с требуемыми геометрическими размерами и поочередно посылал их в каждую из стран-участниц сличений для измерений теплопроводности. PTB использовал в сличениях две установки (PTB¹ и PTB²), для которых были изготовлены меры толщиной 20 и 25 мм (PTB₂₀ и PTB₂₅). Теплопроводность измеряли при перепаде температуры на образце 20 К и средней температуре 10; 23; 40 °С. МТО, применявшиеся в сличениях, считаются лучшими из известных на сегодняшний день.

На рисунке в хронологическом порядке представлены результаты измерений теплопроводности вспененного пенополистирола при 23 °С по данным четырёх опытов каждого из участников сличений. Овалом отмечены результаты измерений теплопроводности с минимальной случайной составляющей погрешности. Эти результаты получены NIST, LNE, NPL и VNIIM, расхождение данных не превышает 1,5 %. Разброс результатов измерений других стран-участниц значительно больше. Анализируя полученные данные, представители США и Франции предположили, что аппаратура ВНИИМ имеет существенную систематическую погрешность. ВНИИМ предложил ещё раз измерить теплопроводность образцов по окончании сличений. Выяснилось (LNE¹), что за время сличений (2007–2010 гг.) теплопроводность исследуемых образцов изменилась на 1,5 %, а систематическая погрешность аппаратуры ВНИИМ находится в пределах заявленной.



Результаты измерений теплопроводности λ вспененного пенополистирола EPS (а) и минерального волокна (б) при температуре 23 °С участниками сличений в хронологическом порядке

Теплопроводность МТО из минерального волокна измеряли аналогично (см. рис. б). За три года его теплопроводность увеличилась на 1,5 %.

Измерение толщины МТО из полужёсткого материала затруднено. Поэтому в комплект поставки входили специальные столбики, по которым все участники сличений устанавливали одинаковую толщину образцов. Между тем МТМ (ВНИИМ) характеризуется шероховатостью рабочих поверхностей по 12–14 классу чистоты и отклонением от плоскостности в пределах 0,01–0,03 мм. С физической точки зрения такая конструкция должна иметь высокие стабильность и воспроизводимость свойств по сравнению с исследованными МТО. За время проведения сличений изменение теплопроводности МТМ, изготовленных во ВНИИМ, не превысило 0,5 %.

Предварительные результаты сличений проанализированы и опубликованы в [16–19]. Они подтверждают заявленную расширенную неопределённость аппаратуры ВНИИМ, составляющую 0,8 % при коэффициенте охвата $k=2$. Погрешность нацио-

нальных эталонов других стран-участниц несколько больше. Вследствие некоторых неточностей оформления документов проведённые сличения зарегистрированы в базе данных Международного бюро мер и весов как дополнительные ССТ-S2.

В 2010 г. ВНИИМ провел пилотные сличения по теплопроводности в рамках KOOMET (тема 495/RU/10a) с Республикой Казахстан (КазИнМетр). Расхождение результатов измерений не превысило 1 %. В 2012 г. ВНИИМ в соответствии с темой 549/RU/12a организовал пилотные сличения с Республиками Казахстан (КазИнМетр) и Беларусь (БелГИМ). Расхождение результатов измерений не превысило 0,5 % [20]. Следует отметить, что аппаратура указанных национальных эталонов изготовлена во ВНИИМ в 2008–2011 гг.

В настоящее время ВНИИМ (РФ, ГЭТ 59–2016), KRISS (Корейская Республика), LNE (Франция), JTCCM (Япония), NIM (Китай), NIST (США) и NPL (Великобритания) участвуют в сличениях по теплопроводности ARMP-T-S10.

Заключение. ГЭТ 59–2016 воспроизводит и передаёт единицы теплопроводности и теплового сопротивления с наивысшей точностью, достижимой в настоящее время в указанных областях измерений.

Реализуется план мероприятий по внедрению ГЭТ 59–2016. В 2017 г. подготовлен к серийному выпуску аналог установки А4 под торговой маркой «Прибор для измерений теплопроводности ПИТ-3.3», который успешно прошёл испытания в целях утверждения типа во ВНИИМ. Данное СИ предназначено для измерений теплопроводности и теплового сопротивления теплоизоляторов, применяемых в трубопроводах и промышленном оборудовании в строительстве, энергетике и на транспорте, что необходимо для выполнения обязательных требований раздела 4 СНиП 41-03-2003 «Тепловая изоляция оборудования и трубопроводов», являющегося основой для соблюдения требований Федерального закона от 23.11.2009 № 261-ФЗ «Об энергосбережении и о повышении энергетической эффективности и о внесении изменений в отдельные законодательные акты Российской Федерации».

Л и т е р а т у р а

1. **Татарашвили Д. А., Сергеев О. А., Чистяков Ю. А.** Государственный первичный эталон единицы теплопроводности твёрдых веществ // Измерительная техника. 1975. № 4. С. 18–21.
2. **ГОСТ 8.140–75.** ГСИ. Государственный первичный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений теплопроводности твёрдых тел в диапазоне температур 90–500 К.
3. **ГОСТ 8.140–82.** ГСИ. Государственный первичный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений теплопроводности твёрдых тел от 0,1 до 5 Вт/(м·К) в диапазоне температур 90–500 К и от 5 до 20 Вт/(м·К) – в диапазоне температур 300–1100 К.
4. **Пат. 2276781 РФ.** Способ определения теплопроводности материалов / Н. А. Соколов // Изобретения. Полезные модели. 2006. № 14.

5. **Соколов Н. А.** Новый класс приборов: многозначные меры теплопроводности // Измерительная техника. 2006. № 4. С. 50–52.
6. **Соколов Н. А.** Метрологическое обеспечение энергосбережения (Измерение теплопроводности и связанных с ней величин). СПб.: МИО, 2005.
7. **Соколов Н. А.** Компьютерное моделирование измерения теплопроводности // Измерительная техника. 2007. № 4. С. 44–46.
8. **Соколов Н. А.** Создание комплекса аппаратуры Государственного первичного эталона единицы теплопроводности и системы передачи размера единицы в диапазоне от 0,02 до 0,2 Вт/(м·К). Автореф. дис. на соиск. учён. степ. докт. техн. наук. СПб., 2006.
9. **ГОСТ 8.140–2009.** ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений теплопроводности твёрдых тел в диапазоне от 0,02 до 20 Вт/(м·К) при температуре от 90 до 1100 К.
10. **ГОСТ 7076–99.** Материалы и изделия строительные. Метод определения теплопроводности и термического сопротивления при стационарном тепловом режиме.
11. **Пат. 2343466 РФ.** Способ определения теплопроводности материалов / Н. А. Соколов // Изобретения. Полезные модели. 2009. № 1.
12. **Соколов Н. А., Соколов А. Н.** Многозначные меры теплопроводности для диапазона 20–500 Вт/(м·К) // Измерительная техника. 2009. № 7. С. 43–46.
13. **Пат. 2478940 РФ.** Способ определения теплопроводности материалов / Н. А. Соколов, А. Н. Соколов // Изобретения. Полезные модели. 2013. № 10.
14. **Соколов А. Н.** Разработка и исследование методов и средств повышения точности измерений теплопроводности в диапазоне от 0,02 до 3 Вт/(м·К), теплового сопротивления в диапазоне от 0,005 до 1,5 м²·К/Вт и сопротивления теплопередаче в диапазоне от 0,2 до 6 м²·К/Вт. Автореф. дис. на соиск. учён. степ. канд. техн. наук. СПб, 2011.
15. **ГОСТ 8.061–80.** ГСИ. Поверочные схемы. Содержание и построение.
16. **Hay B., Cortes L., Doucey B., Filtz J.-R., Hammerschmidt U., Sokolov N., Stacey C., Zarr R., Zhang J.** International comparison on thermal conductivity measurements of insulating materials by guarded hotplate. USA: DEStech Publications. 2009. P. 79–87.
17. **Соколов Н. А., Соколов А. Н.** Создание новых средств и системы метрологического обеспечения измерений теплопроводности эффективных теплоизоляторов // Приборы. 2010. № 7. С. 2–9.
18. **Hay B., Cortes L., Doucey B., Filtz J.-R., Hammerschmidt U., Sokolov N., Stacey C., Zarr R., Zhang J.** International comparison on thermal conductivity measurements of insulating materials by guarded hot plate-preliminary results // Proc. 30th International Thermal Conductivity Conference and the 18th International Thermal Expansion Symposium. 2010. V. 18. P. 378–385.
19. **Hay B., Zarr R., Stacey C., Cortes L., Hammerschmidt U., Sokolov N., Zhang J., Filtz J.-R., Fleurence N.** Analysis of

Thermal-Conductivity Measurement Data from International Comparison of National Laboratories // Int. J. Thermophys. 2013. V. 34. Iss. 5. P. 737–762. DOI 10.1007/s10765-012-1225-x.

20. Соколов Н. А., Михалченко В. Н., Кривонос П. В., Соколов А. Н., Мухамеджанов Б. Ж., Крышнева А. М. Международные сличения по теплопроводности теплоизо-

ляторов при температуре от 10 до 40 °С // Энергосбережение в системах тепло- и газоснабжения. Повышение энергетической эффективности: Материалы 4-й науч.-практ. конф. СПб., 2013. С. 8–12.

Дата принятия: 11.01.2018.

ОБЩИЕ ВОПРОСЫ МЕТРОЛОГИИ И ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ ТЕХНИКИ

389.14:53.083

Руководство по выражению неопределённости измерения: проблемы, нереализованные возможности и ревизия. Ч. 2. Вероятностно-статистические проблемы

С. Ф. ЛЕВИН

Московский институт экспертизы и испытаний, Москва, Россия, e-mail: AntoninaEL@rostest.ru

Рассмотрены проблемы оценивания точности в связи с ревизией Руководства по выражению неопределённости измерения.

Ключевые слова: метод косвенного измерения, композиционный подход, интерполяционная концепция вероятности, погрешность неадекватности, моментный подход, субъективная концепция вероятности, дефиниционная неопределённость.

The problems of accuracy evaluation in connection with the revision of «Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement» are devoted.

Key words: method of indirect measurement, composite approach, interpolation concept of probability, inadequacy error, moment approach, subjective concept of probability, definition uncertainty.

Существует нормативное разделение моментного и композиционного подходов к статистическому оцениванию точности результатов в отечественной метрологии. Этого можно было бы избежать, если бы внедрение Руководства по выражению неопределённости измерения (GUM) в Государственную систему обеспечения единства измерений (ГСИ) происходило согласно международным и национальным стандартам по статистическим методам с учётом целей решаемых измерительных задач. Объективная причина такого разделения состоит в том, что «идеальный метод оценивания и выражения неопределённости измерения» вопреки утверждению GUM в действительности не связан с доверительным интервалом «среднего арифметического по выборке наблюдений» как оценки параметра положения.

Доверительные интервалы характеризуют точность статистического оценивания параметров распределений вероятностей, принимаемых для описания возможных значений измеряемых величин, тогда как точность статистического оценивания самих величин описывают толерантными интервалами, оценками долей тех же распределений при той же доверительной вероятности. Доверительные интервалы так-

же определяются верхней и нижней доверительными границами. Границы связаны с точечными оценками параметров распределений одноимёнными коэффициентами, учитывающими квантили распределений и числа измерений. При этом коэффициенты охвата для получения расширенной неопределённости связаны только с квантилями распределений, как будто параметры данных распределений известны точно. Поэтому расширенная неопределённость всегда уже доверительного интервала при совпадении значений доверительной вероятности и вероятности охвата. Особенно остро эта узость проявляется в определительных и контрольных испытаниях средств измерений (СИ). И с этой точки зрения главной идеей проекта ревизии GUM оказывается «расширение расширенной неопределённости любой ценой, вплоть до неравенства Чебышёва».

Многие специалисты до сих пор почему-то считают, что интервалы, границы которых указаны в поверочных схемах в сопровождении доверительной вероятности, именно поэтому и называются доверительными. Но тогда следовало бы признать, что в поверочных схемах под погрешностью понимают только её систематическую составляющую, допол-