

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ДАННЫХ
О ФИЗИЧЕСКИХ КОНСТАНТАХ И СВОЙСТВАХ
ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ**

УДК 536.413.2:661.666.2

ТАБЛИЦЫ СТАНДАРТНЫХ СПРАВОЧНЫХ ДАННЫХ

МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ЭТАЛОННЫХ МЕР ТКЛР.
ГРАФИТ МАРКИ ГИП-4. ТЕМПЕРАТУРНЫЙ КОЭФФИЦИЕНТ ЛИ-
НЕЙНОГО РАСШИРЕНИЯ В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУРЫ
ОТ 20 °С ДО 2500 °С

ССД СНГ 328–2019 (ГСССД 328–2017)

**(ОКОНЧАТЕЛЬНАЯ РЕДАКЦИЯ, ШИФР ТЕМЫ
АИС МГС: [RU.3.015-2019](#))**

РАЗРАБОТАНЫ	Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК-180 «Межгосударственная служба стандартных справочных данных»
ВНЕСЕНЫ	Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии
Авторы:	Т.А. Компан, С.В. Кондратьев, П.В. Попов, Н.Ф. Пухов, Н.А. Родина
СОГЛАСОВАНЫ	с национальными органами по стандартизации стран СНГ:
РЕКОМЕНДОВАНЫ	Научно-технической комиссией по метрологии Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации
ПРИНЯТЫ	Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протоколом от XX 2019 г. № XX-2019)

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННАЯ СИСТЕМА ДАННЫХ
О ФИЗИЧЕСКИХ КОНСТАНТАХ И СВОЙСТВАХ
ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ**

Таблицы стандартных справочных данных

Материалы для эталонных мер ТКЛР. Графит марки ГИП-4. Температурный коэффициент линейного расширения в интервале температуры от 20 °С до 2500 °С	ССД СНГ 328–2019 ГСССД 328–2017
--	--

Tables of Standard Reference Data

Materials for standard LTEC measure graphite GIP-4 for the temperature range from 20 °C to 2500 °C. Linear temperature expansion coefficient	SSD CNG 328–2019 GSSSD 328–2017
--	--

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	6
Приложение А (справочное)	8
1. Экспериментальная аппаратура	8
2. Экспериментальные данные	13
3. Метод обработки экспериментальных данных	18
4. Оценка неопределенности	19
5. Оценка достоверности данных	20
Список литературы	22

ВВЕДЕНИЕ

Настоящие таблицы стандартных справочных данных (ССД) распространяются на температурные коэффициенты линейного расширения (ТКЛР) графита марки ГИП-4, в интервале температур от 20 до 2500 °С.

Основой для составления таблиц ССД явились данные, приведенные в таблицах А2-А10 приложения А.

Таблицы рассчитаны по уравнениям, отображающим зависимость ТКЛР от температуры.

Тепловое (линейное) расширение – деформация, вызванная изменением температуры.

Относительное удлинение (деформация) определяется формулой:

$$\Delta L_{(T_i - T_0)} / L_{T_0} = (L_{T_i} - L_{T_0}) / L_{T_0}, \quad (1)$$

где T_0 – некоторая фиксированная температура, равная 20 °С для рассматриваемых нами данных;

$\Delta L_{(T_i - T_0)}$ – удлинение в интервале температуры $(T_i - T_0)$;

L_{T_0} – длина образца (геометрический размер в направлении оси образца) при температуре T_0 ;

L_{T_i} – длина образца при температуре T_i ;

T_i – конечная температура интервала.

Дифференциальный (или истинный) температурный коэффициент линейного расширения определяется формулой

$$\alpha = (1 / L_T) \cdot (dL_T / dT)_{P = \text{const}}, \quad (2)$$

где P – давление;

L_T – длина образца при температуре T .

Средний ТКЛР в интервале температуры $T_i - T_0$ (интегральный)

Средний ТКЛР в интервале температуры $T_i \dots T_{i+1}$

$$\alpha_{(T_i - T_0)} = (1 / L_{T_0}) \Delta L_{(T_i - T_0)} / (T_i - T_0) \quad (3)$$

$$\alpha_{T_i \dots T_{i+1}} = (1/L_{T_i}) \cdot \Delta L_{T_i \dots T_{i+1}} / (T_{i+1} - T_i), \quad (4)$$

где $\Delta L_{T_i \dots T_{i+1}}$ – удлинение в интервале температур $T_i \dots T_{i+1}$;

L_{T_i} – длина образца при температуре T_i .

В таблице 1 приведены стандартные справочные значения относительного удлинения $\Delta L/L$ и ТКЛР $\alpha_{20 \div T_i}$ для графита марки ГИП-4.

Таблица 1 – Стандартные справочные значения относительного удлинения ($\Delta L/L$) и среднего ТКЛР ($\alpha_{20 \div T_i}$) для графита марки ГИП-4, в диапазоне температуры от 20 до 2500 °С.

Температура $t_i, ^\circ\text{C}$	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{20 \div T_i} \cdot 10^6 \text{ K}^{-1}$	Температура $t_i, ^\circ\text{C}$	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{20 \div T_i} \cdot 10^6 \text{ K}^{-1}$
100	277,2	3,47	1400	8380,9	6,07
200	739,3	4,11	1500	9091,0	6,14
300	1284,6	4,59	1600	9811,9	6,21
400	1871,6	4,93	1700	10543,6	6,28
500	2474,0	5,15	1800	11286,0	6,34
600	3087,3	5,32	1900	12039,2	6,40
700	3711,3	5,46	2000	12803,2	6,47
800	4346,1	5,57	2100	13577,9	6,53
900	4991,7	5,67	2200	14363,4	6,59
1000	5648,0	5,76	2300	15159,6	6,65
1100	6315,1	5,85	2400	15966,6	6,71
1200	6992,9	5,93	2500	16784,4	6,77
1300	7681,5	6,00			

Расширенная неопределенность результатов составляет $1 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ для диапазона температуры от 20 до 2500 °С.

Расширенная неопределенность получена путем умножения стандартной неопределенности на коэффициент охвата $k = 2$, соответствующего уровню доверия приблизительно равному 95 % при допущении нормального распределения. Оценивание неопределенности проведено в соответствии с «Руководством по выражению неопределенности измерений» (GUM)

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(справочное)

Данные таблицы являются продолжением и обобщением работ ранее начатых во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» по подготовке справочных данных по ТКЛР материалов, пригодных для эталонных мер ТКЛР [1 – 8].

Данные, приведенные в таблицах, основаны на результатах измерений, выполненных во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» на дилатометрах, реализующих абсолютное измерение ТКЛР в соответствии с методикой, разработанной для данного материала в статическом режиме.

Во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» были проведены исследования графита марки ГИП-4 изостатического прессования (ТУ-3442-006-88925438-2013), имеющего состав: зола 0,05 % и остальное углерод.

Таблица А1 – Характеристики графита ГИП-4

№	Параметр	Единица измерения	Значение
1	Объемная плотность	г/см ³	1,80
2	Прочность на изгиб	МПа	50
3	Прочность на растяжение	МПа	33
4	Прочность на сжатие	МПа	114
5	Удельное электросопротивление	мкОм×см	1300
6	Размер зерна, максимальный	мм	0,05
7	Зольность	масс. %	0,05
8	Твердость по Шору	-	60
9	Теплопроводность	Вт/(мК)	105

1. Экспериментальная аппаратура

Измерения удлинения образцов из графита марки ГИП-4 в диапазоне температуры от 20 до 1500 °С проводились на высокотемпературном дилатометре ВДТ, входящем в состав государственного вторичного эталона единицы ТКЛР (регистрационный номер 3.1.ZZB.0055.2014). Допускаемые значения доверительных границ абсолютной погрешности дилатометра (δ), усредненной в интервале температуры 100 К при трех независимых измерениях, при

доверительной вероятности $P=0,95$ составляют от $1,00 \cdot 10^{-7}$ до $7,00 \cdot 10^{-7}$ в зависимости от значений температуры.

Измерения проводились при скорости нагрева $1^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ и выдержке при каждой стационарной температуре не менее 2-х часов.

На рисунке А1 представлена принципиальная схема эталонного дилатометра ВДТ.

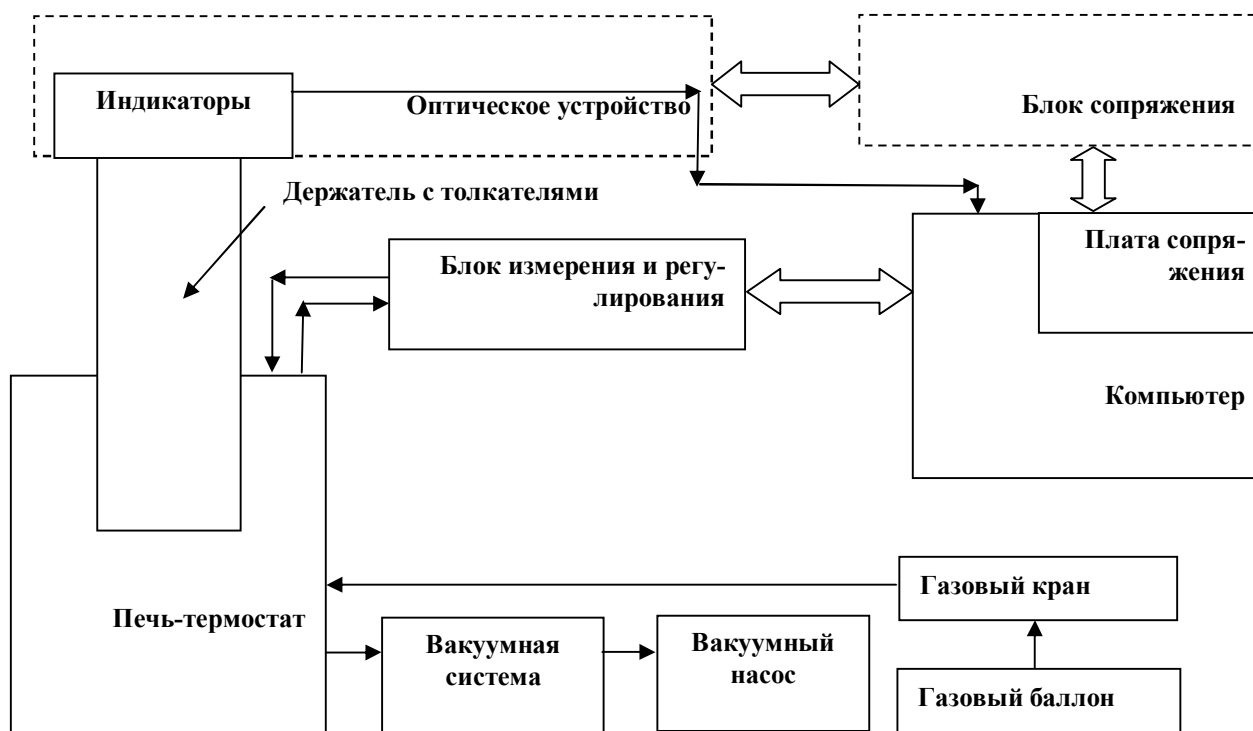


Рисунок А1 – Функциональная блок – схема дилатометра ВДТ.

В нижней части корпуса дилатометра расположена система измерения и регулирования температуры. Над ней размещены печь-термостат и вентиляторы охлаждения. Температурная печь выполнена с применением нагревателей из дисилицида молибдена (MoSi_2), равномерно расположенных вокруг внутренней трубы. Внешняя теплоизоляция имеет малую теплопроводность и позволяет обойтись без традиционного водяного охлаждения, использовать для охлаждения лишь вентиляторы. Внутренняя труба из керамики, в которую помещается держатель с образцами и толкателями, герметично закрыта снизу, а сверху

уплотняется по держателю, что позволяет проводить измерения в вакууме или атмосфере инертного газа.

Печь снабжена двумя микропроцессорными регуляторами-измерителями температуры, имеющими связь с компьютером. Один из них задействован в канале управления системы регулирования температуры печи. Датчиком системы регулирования является термопара, расположенная в непосредственной близости от нагревателя, что позволяет сократить постоянные времени регулирования. Исполнительным устройством является тиристорный усилитель, посредством которого производится регулировка мощности нагревателя печи. Программы регулирования температуры позволяют проводить измерения как в динамическом режиме, так и в стационарном температурном режиме с выдержкой образца при заданной температуре.

Измерение температуры образца производится платинородий-платиновой термопарой типа S, с возможностью замены ее на хромель-алюмелевую термопару типа K (или любую другую). Особенностью печи является ее малая инерционность, что позволяет сократить время выдержки образца при заданной статической температуре. Для проведения измерений в вакууме к печи подключена система вакуумной откачки, состоящая из насоса, вакуумного крана и вакуумметра. Имеется также возможность проведения измерений в атмосфере инертного газа, для чего используется герметичный кран, соединенный с газовым баллоном.

Держатель образцов выполнен в виде корундовой трубы, в нижней части которой устанавливаются образцы. Внутри держателя размещена теплоизолирующая втулка с тремя каналами. В одном канале размещена армированная в двуканальную керамическую трубочку термопара для измерения температуры образцов. Чувствительный элемент термопары располагается на уровне середины образцов. В двух других каналах, свободно без трения, передвигаются корундовые цилиндрические толкатели.

Блок индикаторов расположен на пластине основания индикаторов. В блоке размещены два одинаковых индуктивных цифровых датчика перемещения фирмы «Антер». Датчики имеют встроенный интерфейс для связи с компьютером. Измерительная головка каждого датчика упирается в соответствующий толкатель, регистрируя перемещение, вызванное изменением размеров исследуемых образцов при изменении их температуры. Блок индикаторов изображен на рисунке А2.



Рисунок А2 – Конструкция блока индикаторов

Результаты измерений среднего ТКЛР образцов из графита на данном dilatометре приведены в таблицах А2 – А4.

В диапазоне температуры от 1000 °С до 2500 °С измерения образцов из графита марки ГИП-4 проводились на высокотемпературном оптическом dilatометре, входящем в состав государственного первичного эталона ГЭТ 24-2014 [9,10]. СКО результата измерений S в стоградусном интервале температуры при десяти независимых измерениях, составляет от $0,05 \cdot 10^{-8}$ до $5 \cdot 10^{-8} \text{ K}^{-1}$ в зависимости от значений температуры. Измерения проводились при скорости нагрева $50^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ и выдержкой на статической точке не менее 15 мин

Дилатометр ДОВ-1 состоит из высокотемпературной печи нагрева, оптико-электронного устройства, стойки управления и силового трансформатора (см. рис. А3).

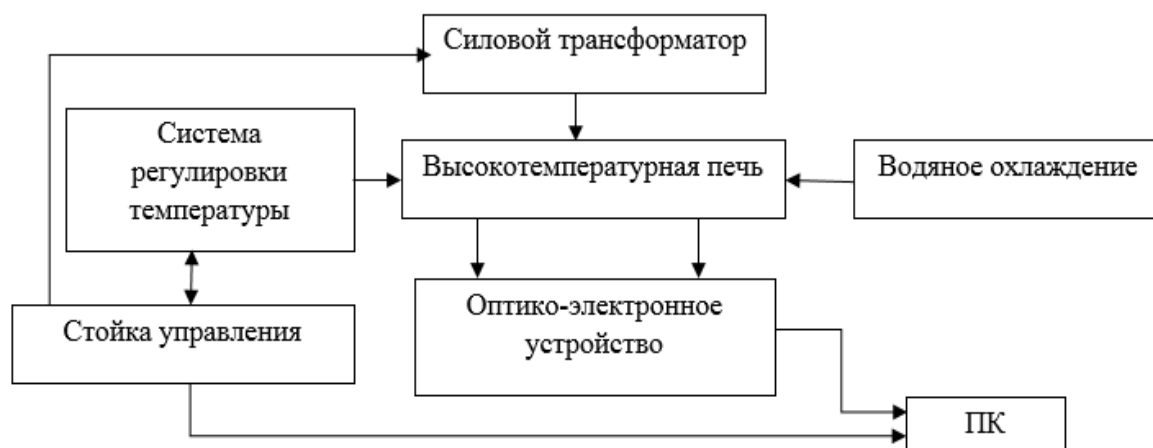


Рисунок А3 – Структурная схема оптического дилатометра.

Измерения температуры и удлинения исследуемого образца производятся при помощи оптико-электронного устройства, состоящего из пирометра IS12 и –электронно- оптической измерительной системы. Измеряемый образец помещается в высокотемпературную печь дилатометра, а изменение его длины (удлинение) оценивается по изображениям краев или специально сформированных маркеров на образце. В качестве подобного маркера может служить отверстие или несколько отверстий. Система позволяет измерять образцы длиной 40 или 80 мм – по краям, а также образцы большей длины – по маркерам, при условии, что маркеры расположены на расстоянии 40 или 80 мм.

Оптико-электронная измерительная система состоит из 2 параллельно направленных оптических каналов наблюдения, каждый из которых снабжен объективом и устройством считывания изображения. Расстояние между оптическими каналами (база) подстраивается с помощью регулировочного механизма на длину образца (40 мм/80 мм).

Каждый оптический канал позволяет вести наблюдения за краем измеряемого образца или специально сформированным на образце маркером.

Ключевым элементом системы является устройство считывания изображения. Задачей устройства является формирование сигнала изображения с достаточно высоким пространственным и временным разрешением. Устройство построено на базе 5-мегапиксельного матричного фотоприемника типа КМОП МТ9Р031.

Для передачи данных и управления применен интерфейс USB3.0, позволяющий вести обработку данных на любом компьютере, оборудованном свободным USB портом.

Управление режимом работы каждого оптического канала осуществляется в реальном времени при помощи специализированного программного обеспечения. Кроме того, программное обеспечение визуализирует, регистрирует и обрабатывает поток данных. Регистрация данных необходима для их последующей обработки вычислительно трудоемкими алгоритмами. Сигнал изображений регистрируется синхронно с режимом работы и значениями регулировок устройств ввода изображений, обеспечивая, таким образом, наиболее полное представление о зарегистрированном сигнале. Это отличает разработанное программное обеспечение от множества распространенных программ регистрации видео данных, которые регистрируют лишь отсчеты АЦП, не привязывая их к режиму работы устройства.

Процедура измерения удлинения выполняется для каждой точки измерений после стабилизации температуры образца.

2. Экспериментальные данные

Результаты измерений среднего ТКЛР образцов из графита марки ГИП-4 на дилатометре ВДТ приведены в таблицах А2-А4.

Таблица А2 – Результаты измерений среднего ТКЛР образца 7 из графита марки ГИП-4 в диапазоне температуры 20÷Тi

1 определение		2 определение		3 определение		4 определение		5 определение	
Т _{нач} = 19,8 ⁰ С		Т _{нач} = 19,1 ⁰ С		Т _{нач} = 19,1 ⁰ С		Т _{нач} = 21,2 ⁰ С		Т _{нач} = 20,8 ⁰ С	
Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{\text{ср}} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$	Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{\text{ср}} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$	Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{\text{ср}} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$	Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{\text{ср}} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$	Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{\text{ср}} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$
97,6	3,78	99,4	3,74	100,7	3,76	97,6	3,72	99,5	3,81
201,7	4,23	199,8	4,29	199,4	4,34	201,8	4,33	201,8	4,34
297,8	4,62	300,6	4,67	298,6	4,71	298,7	4,68	297,5	4,68
400,6	4,96	398,7	4,95	398,4	5,01	401,4	4,99	399,6	5,02
497,6	5,24	501,8	5,19	498,6	5,29	497,7	5,28	498,5	5,26
598,4	5,33	597,5	5,39	601,5	5,41	599,7	5,41	597,6	5,37
700,5	5,47	701,4	5,52	698,6	5,53	699,4	5,51	698,4	5,54
797,5	5,59	799,4	5,61	801,4	5,68	797,7	5,62	800,5	5,63
898,8	5,68	900,7	5,66	901,6	5,71	898,6	5,72	900,6	5,68
1000,5	5,74	1000,8	5,79	999,5	5,81	1001,8	5,76	998,5	5,78

Таблица А3 – Результаты измерений среднего ТКЛР образца 8 из графита марки ГИП-4 в диапазоне температуры 20÷Тi

1 определение		2 определение		3 определение		4 определение		5 определение	
Т _{нач} = 20,8 ⁰ С		Т _{нач} = 19,6 ⁰ С		Т _{нач} = 19,9 ⁰ С		Т _{нач} = 20,4 ⁰ С		Т _{нач} = 20,6 ⁰ С	
Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{\text{ср}} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$	Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{\text{ср}} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$	Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{\text{ср}} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$	Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{\text{ср}} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$	Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{\text{ср}} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$
97,4	3,89	100,8	3,85	101,4	3,92	97,7	3,89	100,5	3,92
199,7	4,39	197,5	4,39	201,8	4,3	200,4	4,32	198,6	4,32
299,8	4,79	301,5	4,74	299,6	4,7	298,8	4,76	299,8	4,69
401,4	5,04	397,7	5,02	399,7	5,04	397,5	5,03	401,5	5,11
500,6	5,25	500,8	5,3	499,6	5,31	501,4	5,34	500,8	5,34
598,7	5,49	599,8	5,52	598,5	5,44	597,8	5,52	601,8	5,46
699,8	5,64	699,7	5,54	698,7	5,65	697,6	5,57	701,8	5,63
800,8	5,7	797,7	5,67	797,6	5,64	798,6	5,74	800,5	5,69
900,8	5,74	898,8	5,8	901,8	5,75	901,8	5,8	897,8	5,78
998,5	5,91	999,5	5,8	999,7	5,85	998,5	5,81	999,4	5,87

Таблица А 4 – Результаты измерений среднего ТКЛР образца 9 из графита марки ГИП-4 в диапазоне температуры 20÷Тi

1 определение		2 определение		3 определение		4 определение		5 определение	
Т _{нач} = 21,8 ⁰ С		Т _{нач} = 20,6 ⁰ С		Т _{нач} = 21,1 ⁰ С		Т _{нач} = 21,6 ⁰ С		Т _{нач} = 21,6 ⁰ С	
Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{\text{ср}} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$	Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{\text{ср}} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$	Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{\text{ср}} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$	Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{\text{ср}} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$	Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{\text{ср}} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$
97,8	3,95	101,6	3,93	99,4	3,94	100,6	3,87	99,7	3,84
199,8	4,34	198,5	4,39	200,7	4,35	201,6	4,4	197,6	4,31
297,4	4,72	301,7	4,68	298,7	4,74	299,8	4,71	298,4	4,69
401,5	5,11	401,8	5,06	400,6	5,01	400,4	5,06	398,7	5,1
501,5	5,24	501,8	5,25	497,7	5,28	499,7	5,25	500,6	5,35
600,4	5,48	599,4	5,49	600,7	5,47	601,6	5,49	599,5	5,41
699,5	5,65	698,5	5,57	700,4	5,6	699,7	5,59	701,7	5,58
797,8	5,73	798,8	5,71	798,5	5,71	797,7	5,67	800,5	5,74
898,4	5,8	899,5	5,75	901,4	5,82	898,7	5,84	900,8	5,76
998,8	5,86	1000,8	5,82	998,5	5,84	1001,6	5,91	997,8	5,92

Результаты измерений среднего ТКЛР образцов из графита марки ГИП-4 на высокотемпературном dilatометре ДОВ-1, приведены в таблицах А5-А10.

Таблица А5 – Результаты измерений среднего ТКЛР образца 1 из графита марки ГИП-4 в диапазоне температуры 20÷Тi

1 определение		2 определение		3 определение		4 определение		5 определение	
Т _{нач} = 22 ⁰ С		Т _{нач} = 21,6 ⁰ С		Т _{нач} = 21,8 ⁰ С		Т _{нач} = 22,3 ⁰ С		Т _{нач} = 22,5 ⁰ С	
Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{\text{ср}} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$	Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{\text{ср}} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$	Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{\text{ср}} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$	Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{\text{ср}} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$	Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{\text{ср}} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$
787	5,58	786	5,56	788	5,6	786	5,49	786	5,57
986	5,88	986	5,9	985	5,88	986	5,86	983	5,93
1167	6,05	1170	6,08	1167	6,08	1169	6,11	1171	6,08
1377	6,09	1380	6,1	1377	6,12	1380	6,1	1377	6,06
1575	6,22	1573	6,2	1576	6,16	1575	6,22	1576	6,27
1766	6,30	1766	6,34	1768	6,37	1767	6,36	1770	6,36
1960	6,53	1963	6,45	1961	6,46	1962	6,53	1961	6,48

Таблица А6 – Результаты измерений среднего ТКЛР образца 2 из графита марки ГИП-4 в диапазоне температуры 20÷Тi

1 определение		2 определение		3 определение		4 определение		5 определение	
$T_{нач} = 22,1^{\circ}\text{C}$		$T_{нач} = 21,8^{\circ}\text{C}$		$T_{нач} = 21,5^{\circ}\text{C}$		$T_{нач} = 22,3^{\circ}\text{C}$		$T_{нач} = 22,0^{\circ}\text{C}$	
$T_{кон}, ^{\circ}\text{C}$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, \text{K}^{-1}$	$T_{кон}, ^{\circ}\text{C}$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, \text{K}^{-1}$	$T_{кон}, ^{\circ}\text{C}$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, \text{K}^{-1}$	$T_{кон}, ^{\circ}\text{C}$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, \text{K}^{-1}$	$T_{кон}, ^{\circ}\text{C}$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, \text{K}^{-1}$
789	5,52	785	5,53	788	5,53	789	5,52	787	5,49
984	5,66	986	5,67	983	5,75	983	5,71	987	5,69
1181	5,84	1181	5,82	1179	5,91	1179	5,90	1181	5,87
1376	5,94	1380	5,91	1377	5,98	1378	5,91	1378	6,00
1574	6,06	1575	5,97	1573	5,99	1575	5,98	1576	6,02
1766	6,20	1767	6,15	1765	6,20	1769	6,13	1768	6,14
1960	6,29	1961	6,27	1960	6,34	1963	6,27	1964	6,28
2156	6,48	2154	6,43	2155	6,4	2156	6,38	2157	6,37
2344	6,63	2346	6,66	2344	6,56	2343	6,58	2345	6,60
2493	6,78	2494	6,82	2497	6,86	2497	6,72	2494	6,71

Таблица А7 – Результаты измерений среднего ТКЛР образца 3 из графита марки ГИП-4 в диапазоне температуры 20÷Тi

1 определение		2 определение		3 определение		4 определение		5 определение	
$T_{нач} = 22,0^{\circ}\text{C}$		$T_{нач} = 21,4^{\circ}\text{C}$		$T_{нач} = 21,6^{\circ}\text{C}$		$T_{нач} = 22,0^{\circ}\text{C}$		$T_{нач} = 21,8^{\circ}\text{C}$	
$T_{кон}, ^{\circ}\text{C}$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, \text{K}^{-1}$	$T_{кон}, ^{\circ}\text{C}$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, \text{K}^{-1}$	$T_{кон}, ^{\circ}\text{C}$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, \text{K}^{-1}$	$T_{кон}, ^{\circ}\text{C}$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, \text{K}^{-1}$	$T_{кон}, ^{\circ}\text{C}$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, \text{K}^{-1}$
788	5,45	785	5,51	789	5,54	786	5,55	787	5,55
986	5,65	987	5,73	986	5,73	983	5,76	986	5,72
1182	5,82	1184	5,83	1180	5,87	1183	5,91	1181	5,82
1379	5,99	1377	5,95	1376	5,94	1378	5,89	1377	5,92
1574	5,97	1575	6,07	1576	6,09	1576	6,09	1575	5,99
1773	6,23	1770	6,26	1772	6,17	1774	6,25	1770	6,21
1967	6,42	1966	6,34	1967	6,36	1969	6,42	1968	6,3
2159	6,44	2163	6,5	2163	6,47	2162	6,43	2163	6,47
2355	6,72	2357	6,62	2355	6,66	2353	6,67	2354	6,62
2497	6,89	2502	6,74	2499	6,68	2499	6,73	2493	6,79

Таблица А8 – Результаты измерений среднего ТКЛР образца 4 из графита марки ГИП-4 в диапазоне температуры 20÷Ті

1 определение		2 определение		3 определение		4 определение		5 определение	
$T_{нач} = 22,0^0C$		$T_{нач} = 21,4^0C$		$T_{нач} = 21,6^0C$		$T_{нач} = 22,0^0C$		$T_{нач} = 21,8^0C$	
$T_{кон}, ^0C$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, K^{-1}$	$T_{кон}, ^0C$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, K^{-1}$	$T_{кон}, ^0C$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, K^{-1}$	$T_{кон}, ^0C$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, K^{-1}$	$T_{кон}, ^0C$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, K^{-1}$
787	5,55	788	5,48	787	5,53	787	5,46	785	5,55
987	5,73	987	5,73	985	5,76	986	5,64	987	5,65
1180	5,92	1182	5,87	1181	5,81	1181	5,81	1182	5,9
1377	5,89	1379	5,94	1378	5,88	1376	5,93	1377	5,96
1575	6,09	1578	5,97	1574	6,03	1577	6,07	1574	6,07
1774	6,17	1771	6,26	1771	6,25	1771	6,23	1773	6,23
1967	6,38	1968	6,38	1969	6,35	1967	6,36	1969	6,37
2161	6,46	2159	6,51	2163	6,45	2162	6,45	2160	6,52
2355	6,67	2354	6,7	2356	6,68	2356	6,66	2355	6,62
2497	6,72	2494	6,71	2493	6,76	2497	6,8	2494	6,72

Таблица А9 – Результаты измерений среднего ТКЛР образца 5 из графита марки ГИП-4 в диапазоне температуры 20÷Ті

1 определение		2 определение		3 определение		4 определение		5 определение	
$T_{нач} = 22,0^0C$		$T_{нач} = 21,4^0C$		$T_{нач} = 21,6^0C$		$T_{нач} = 22,0^0C$		$T_{нач} = 21,8^0C$	
$T_{кон}, ^0C$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, K^{-1}$	$T_{кон}, ^0C$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, K^{-1}$	$T_{кон}, ^0C$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, K^{-1}$	$T_{кон}, ^0C$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, K^{-1}$	$T_{кон}, ^0C$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, K^{-1}$
785	5,51	786	5,42	789	5,53	787	5,43	787	5,47
987	5,71	986	5,67	985	5,74	983	5,7	985	5,67
1182	5,87	1183	5,81	1181	5,83	1184	5,88	1180	5,82
1382	6,02	1382	5,95	1381	6,01	1379	5,96	1379	5,93
1577	6,02	1578	6,04	1580	6,01	1580	6,03	1578	6,09
1772	6,25	1775	6,14	1775	6,14	1772	6,24	1773	6,16
1968	6,34	1964	6,37	1965	6,38	1967	6,34	1966	6,44
2161	6,52	2159	6,53	2159	6,43	2158	6,44	2162	6,49
2494	6,72	2497	6,73	2492	6,71	2493	6,76	2497	6,8

Таблица А10 – Результаты измерений среднего ТКЛР образца 6 из графита марки ГИП-4 в диапазоне температуры 20÷Тi

1 определение		2 определение		3 определение		4 определение		5 определение	
Т _{нач} = 22,1 ⁰ С		Т _{нач} = 22,4 ⁰ С		Т _{нач} = 22,4 ⁰ С		Т _{нач} = 21,8 ⁰ С		Т _{нач} = 21,8 ⁰ С	
Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$	Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$	Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$	Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$	Т _{кон} , ⁰ С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6, \text{ К}^{-1}$
786	5,48	785	5,59	788	5,50	789	5,47	786	5,54
986	5,73	983	5,71	983	5,76	987	5,71	985	5,78
1181	5,92	1182	5,90	1183	5,83	1180	5,90	1181	5,80
1379	6,02	1377	5,95	1381	5,94	1378	6,00	1378	5,95
1575	5,98	1579	6,04	1575	6,02	1579	6,01	1579	6,02
1775	6,15	1775	6,15	1776	6,15	1773	6,11	1774	6,19
1969	6,43	1969	6,44	1967	6,36	1967	6,34	1971	6,32
2163	6,60	2161	6,58	2162	6,53	2164	6,57	2161	6,55
2354	6,61	2355	6,63	2355	6,62	2357	6,57	2353	6,61
2497	6,72	2494	6,71	2494	6,72	2497	6,8	2493	6,76

3. Метод обработки экспериментальных данных

Для аппроксимации экспериментальных данных в системе используют кубические сплайны пониженной кривизны, минимизирующие взвешенное среднеквадратичное отклонение. Построение сплайнов осуществляют по значениям удлинения при различных температурах с добавлением условий непрерывности первой и второй производной в узлах аппроксимации. На краях интервала используют квадратичную аппроксимацию (для N узлов аппроксимации сплайны содержат $4(N - 3) + 3 \cdot 2 = 4N - 6$ коэффициентов, для определения которых имеется $N + 3(N - 2) = 4N - 6$ уравнений). На данном множестве узлов аппроксимации сумма сплайнов также является сплайном того же вида, что позволяет представить аппроксимирующий сплайн в виде, аналогичном полиномам Лагранжа

$$S(T) = \sum_1^N C_i S_i(T),$$
 где сплайны S_i удовлетворяют $S_i(T_j) = \delta_{ij}$ (символ Кронекера).

Особенностью результатов дилатометрических измерений является их привязка в пределах каждой k серии к ее начальной температуре T_{k0} относительно длины образца, при которой и измеряют его удлинение. Аналогично аппроксимирующую зависимость строят относительно некоторой фиксированной температуры T_0 (обычно 20°C), значение удлинения при которой принимают равным нулю. Соответственно, к множеству узлов аппроксимации добавляют точку T_0 , в которой все $S_i = 0$. Дальнейшие вычисления проводят методом сингулярного разложения, позволяющим находить решение линейных систем с матрицами неполного ранга. Поиск аппроксимирующей функции сводят к решению системы линейных уравнений относительно коэффициентов C_i : $A_{kj,i}C_i = DL_{kj} \cdot w_{kj}$ с матрицей $A_{kj,i}$, вычисляемой как $A_{kj,i} = (S_i(T_{kj}) - S_i(T_{k0}))w_{kj}$. Значения весов w_{kj} выбирают согласно оценкам погрешности экспериментальных данных. Для получения сглаженных сплайнов к матрице $A_{kj,i}$ добавляют строки, соответствующие скачкам производных от сплайнов в узлах аппроксимации, умноженные на коэффициент сглаживания. Соответствующие компоненты вектора правых частей принимают, равными нулю. Сингулярное разложение минимизирует квадратичное отклонение. Таким образом, сплайны, полученные в результате расчетов, оказываются «спрямленными». Степень спрямления зависит от коэффициента сглаживания и может быть выбрана в процессе аппроксимации.

Увеличение коэффициента сглаживания совместно с увеличением числа узлов аппроксимации позволяет повысить ее точность. При оптимальном выборе коэффициента сглаживания получают достаточно гладкие кривые не только для относительного удлинения, но и для истинного ТКЛР, т.е. для производной удлинения по температуре.

4. Оценка неопределенности

Для каждого температурного диапазона вычисляют среднее арифметическое значение ТКЛР $\bar{\alpha}$ из пяти средних ТКЛР по формуле:

$$\bar{\alpha} = \frac{\sum_{i=1}^5 \alpha_i}{n}$$

Оценивание стандартной неопределенности по типу А

$$u_A = \frac{S}{\sqrt{n}}$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum (\alpha_i - \bar{\alpha})^2}{(n-1)}}$$

S-выборочное СКО случайной погрешности измерений;

n= 5 -число измерений

Оценивание стандартной неопределенности по типу В

$$u_B = \frac{\Theta_{(p)}}{k\sqrt{3}}$$

$\Theta_{(p)}$ - доверительные границы НСП результата измерений

k=1,1 при p=0,95

Определение суммарной стандартной неопределенности

$$u_c = \sqrt{u_A^2 + u_b^2}$$

Определение расширенной неопределенности

$$U_p = k \cdot u_c,$$

где k – коэффициент охвата, равный 2 для уровня доверия P=0,95.

5. Оценка достоверности данных

Оценка достоверности полученных данных по ТКЛР графита марки ГИП-4 осуществлялась многократным повторением измерений ТКЛР в выбранном температурном диапазоне, с последующей совместной обработкой большого числа серий измерений и сравнении с экспериментальными данными измерения данного материала в 2015 году. Сравнение с данными других авторов не прово-

дились ввиду их отсутствия.

Сравнение рекомендованных данных по тепловому расширению графита марки ГИП-4 с данными, полученными в 2015 году представлено на рис. А4.

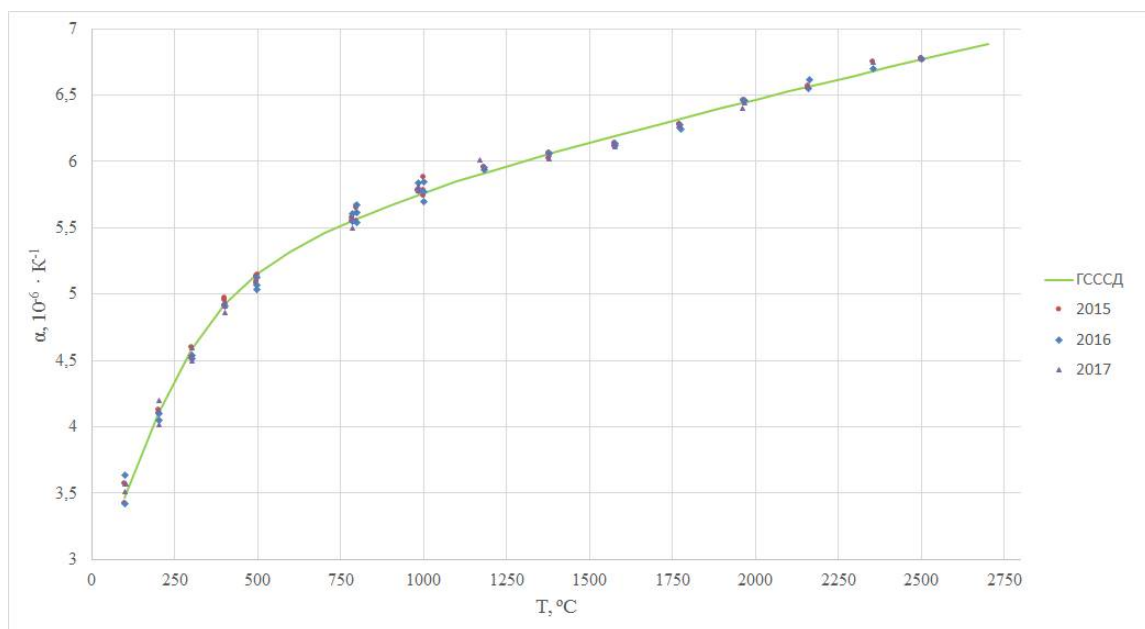


Рисунок А4 – Сравнение полученных результатов по среднему ТКЛР графита марки ГИП-4 в диапазоне температуры от 20 до 2500 °С с данными, полученными в 2015-2017 гг. (1 – значения, рекомендуемые для ССД.)

Расхождения не превышают погрешности дилатометров в данном температурном интервале ($1,7 \cdot 10^{-7} \text{ К}^{-1}$).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. А.Н. Аматауни, Т.И. Малютина, В.Н. Романов «Таблицы стандартных справочных данных. Материалы для образцовых мер ТКЛР. Платина, кварцевое стекло КВ и КУ-2, медь. Температурный коэффициент линейного расширения. ГСССД 45-83» // М., изд-во Стандартов, 1984 г.
2. А.Н. Аматауни, Т.А. Компан, Н.А. Родина «Таблицы стандартных справочных данных. Материалы для образцовых мер ТКЛР. Пирокс, монокристаллический оксид алюминия. Температурный коэффициент линейного расширения. ГСССД № 176-96» // М., изд-во Стандартов, 1997 г.
3. Т.А. Компан, Н.А. Родина «Таблицы стандартных справочных данных. Материалы для образцовых мер ТКЛР. Молибден, алюминий. Температурный коэффициент линейного расширения. ГСССД № 181-97» // М., изд-во Стандартов, 1998 г.
4. Т.А. Компан, А.С. Коренев, Н.А. Родина «Таблицы стандартных справочных данных. Материалы для образцовых мер ТКЛР Монокристаллический оксид алюминия с ориентацией 59^0 относительно тригональной оси (с) кристаллографической решетки. ГСССД № 186-99» // М., изд-во Стандартов, 1999 г.
5. Компан Т.А., Коренев А.С. , Родина Н.А. «Таблицы стандартных справочных данных. Материалы для образцовых мер ТКЛР. Силицированный карбид кремния. ГСССД № 194-2001» // М.: Изд-во стандартов. 2001 г.
6. Компан Т.А., Коренев А.С. , Родина Н.А. «Таблицы стандартных справочных данных. Материалы для образцовых мер ТКЛР. Ситалл марки СО-115М. ГСССД № 212-2005» // М.: Изд-во стандартов. 2005 г.
7. Компан Т.А., Коренев А.С. , Родина Н.А. «Таблицы стандартных справочных данных. Материалы для образцовых мер ТКЛР. Легированное кварцевое стекло марки КЛР-2. ГСССД № 224-2007» / М.: Изд-во стандартов. 2007 г

8. Компан Т.А., Петухов В.А. , Родина Н.А. «Таблицы стандартных справочных данных. Материалы для образцовых мер ТКЛР. Молибден в диапазоне температуры от минус 180 °С до 2400 °С. ГСССД № 270-2012» // М.: Изд-во стандартов. 2012 г
9. Компан Т.А., Кондратьев С.В., Коренев А.С., Пухов Н.Ф., Иночкин Ф. М., Круглов С.К. , Бронштейн И. Г. «Расширение температурного диапазона государственного первичного эталона единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел» // «Измерительная техника», 2015, № 12, стр. 34-38.
ГСССД, Материалы для эталонных мер ТКЛР. Молибден. Температурный коэффициент линейного расширения в диапазоне температур от
10. Бронштейн И. Г., Иночкин Ф. М., Круглов С.К. , Компан Т.А., Кондратьев С.В., Коренев А.С., Пухов Н.Ф. «Оптико-электронная измерительная система высокотемпературного дилатометра» // «Измерительная техника», 2015, № 12, стр. 38-42.