ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 8.941— 2017

Государственная система обеспечения единства измерений

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ. СТАНДАРТНЫЕ СПРАВОЧНЫЕ ДАННЫЕ

Материалы для эталонных мер температурного коэффициента линейного расширения. Графит марки ГИП-4. Температурный коэффициент линейного расширения в диапазоне температур от 20 °С до 2500 °С

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Главным научным метрологическим центром «Стандартные справочные данные о физических константах и свойствах веществ и материалов» (ГНМЦ «ССД»), ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 180 «Стандартные справочные данные о физических константах и свойствах веществ и материалов»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 декабря 2017 г. № 2078-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018, 2019

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие положения 1
Приложение А (справочное) Характеристики графита 3
Библиография 12

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственная система обеспечения единства измерений

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ. СТАНДАРТНЫЕ СПРАВОЧНЫЕ ДАННЫЕ

Материалы для эталонных мер температурного коэффициента линейного расширения. Графит марки ГИП-4. Температурный коэффициент линейного расширения в диапазоне температур от 20 °С до 2500 °С

State system for ensuring the uniformity of measurements. National standard. Standard reference data. Materials for standard LTEC. Graphite GIP-4. Linear temperature expansion coefficient for the temperature range from 20 °C to 2500 °C

Дата введения — 2018—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на стандартные справочные данные (ССД) о температурных коэффициентах линейного расширения (ТКЛР) графита марки ГИП-4 в диапазоне температур от 20 °С до 2500 °С.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт:

ГОСТ 34100.3—2017/ISO/IEC Guide 98-3:2008 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Общие положения

3.1 Основой для составления таблиц ССД явились данные, приведенные в таблицах А.1—А.10 приложения А.

Данные, приведенные в этих таблицах, рассчитаны по уравнениям, отображающим зависимость ТКЛР от температуры.

3.1.1 Тепловое (линейное) расширение — это деформация, вызванная изменением температуры.

Издание официальное

3.1.2 Относительное удлинение (деформацию) ΔL вычисляют по формуле

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

где T_i — конечная температура интервала;

T_o — некоторая фиксированная температура, равная 20 °С для рассматриваемых данных;

$\Delta L_{(T_i \ T_o)}$ — удлинение в интервале температуры $T_i - T_o$;

L_{T_o} — длина образца (геометрический размер в направлении оси образца) при температуре T_o;

L_{T_i} — длина образца при температуре T_i.

3.1.3 Дифференциальный (или истинный) ТКЛР α вычисляют по формуле

$$\alpha = (1 / L_T) \cdot (dL_T / dT)_P, \quad (2)$$

где L_T — длина образца при температуре T;

P — давление.

3.1.4 Средний ТКЛР α в интервале температуры $T_i - T_o$ (интегральный) вычисляют по формуле

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

3.1.5 Средний ТКЛР α в интервале температуры $T_i \ldots T_{i+1}$ вычисляют по формуле

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

где $\Delta L_{(T_i \ldots T_{i+1})}$ — удлинение в интервале температуры $T_i \ldots T_{i+1}$;

L_{T_i} — длина образца при температуре T_i.

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

Таблица 1 — Стандартные справочные значения относительного удлинения $\Delta L/L$ и среднего ТКЛР $\alpha_{ср}$ для графита марки ГИП-4 в диапазоне температур от 20 °С до 2500 °С

Температура t_i, °С	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	Температура t_i, °С	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$
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	10 543,6	6,28
500	2474,0	5,15	1800	11 286,0	6,34
600	3087,3	5,32	1900	12 039,2	6,40
700	3711,3	5,46	2000	12 803,2	6,47
800	4346,1	5,57	2100	13 577,9	6,53
900	4991,7	5,67	2200	14 363,4	6,59
1000	5648,0	5,76	2300	15 159,6	6,65
1100	6315,1	5,85	2400	15 966,6	6,71
1200	6992,9	5,93	2500	16 784,4	6,77
1300	7681,5	6,00	—	—	—

3.1.6 Расширенная неопределенность результатов составляет $1 \cdot 10^{-7}$ $К^{-1}$ для диапазона температур от 20 °С до 2500 °С.

Расширенная неопределенность получена путем умножения стандартной неопределенности на коэффициент охвата $k = 2$, соответствующий уровню доверия, приблизительно равному 95 % при допущении нормального распределения. Оценивание неопределенности проведено в соответствии с ГОСТ 34100.3.

Приложение А
(справочное)

Характеристики графита

А.1 Во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» проведены исследования графита марки ГИП-4 изостатического прессования, имеющего в своем составе золу 0,05 % и углерод. Характеристики графита ГИП-4 приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 — 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

А.2 Экспериментальная аппаратура

А.2.1 Измерения удлинения образцов из графита марки ГИП-4 в диапазоне температур от 20 °С до 1500 °С проведены 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 ВДТ (усредненной в интервале температуры 100 К при проведении трех независимых измерений) 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 проведены при скорости нагрева 1 °С/мин и выдержке при каждой стационарной температуре, значения которой приведены в таблицах А.2—А.10, не менее 2 ч.

На рисунке А.1 представлена принципиальная схема эталонного ВДТ.

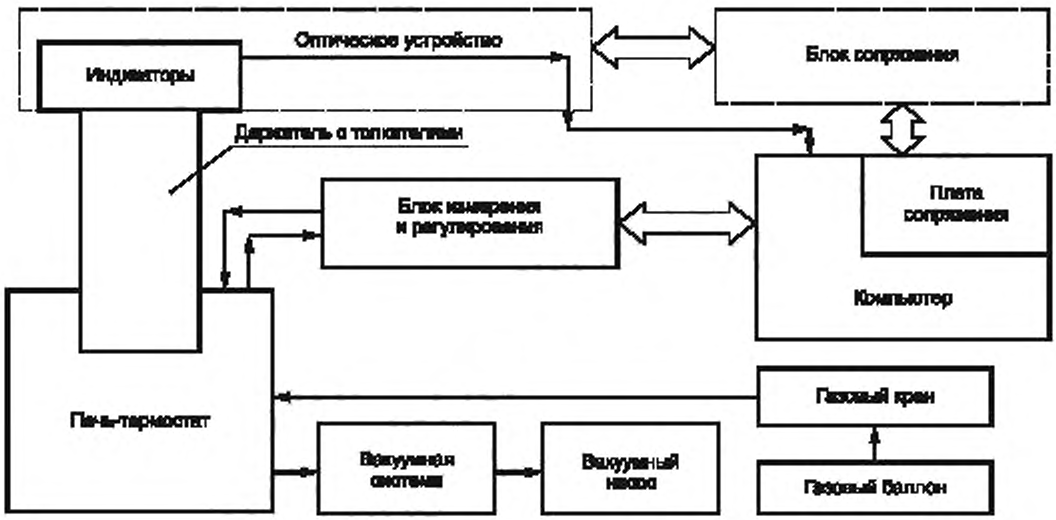


Рисунок А.1 — Функциональная блок-схема ВДТ

В нижней части корпуса ВДТ 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, позволяет обходиться без традиционного водяного охлаждения и использовать для охлаждения только вентиляторы. Внутренняя труба из керамики, в которую помещают держатель с образцами и толкателями, герметично закрыта снизу, а сверху уплотнена 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 становится тиристорный усилитель, посредством которого производят регулировку 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.

А.2.2 Измерение температуры образца производят платинородий-платиновой термопарой типа S с возможностью ее замены на хромель-алюмелевую термопару типа К (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 использован герметичный кран, соединенный с газовым баллоном.

Держатель образцов выполнен в виде корундовой трубы, в нижней части которой установлены 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 расположен 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 А.2.



Рисунок А.2 — Конструкция блока индикаторов

Результаты измерений среднего ТКЛР образцов из графита на данном ВДТ приведены в таблицах А.2—А.4.

А.2.2.1 В диапазоне температур от 1000 °С до 2500 °С измерения образцов из графита марки ГИП-4 проведены на ВДТ высокотемпературном оптическом дилатометре (ДОВ-1), входящем в состав государственного первичного эталона ГЭТ 24-2014 [1], [2]. Среднеквадратическое (СКО) результата измерений S в стоградусном интервале температуры при десяти независимых измерениях составляет от 0,05 · 10^{-8} до 5 · 10^{-8} $К^{-1}$ в зависимости от значений температуры. Измерения проводились при скорости нагрева 50 °С/мин и выдержке на статической точке не менее 15 мин.

ДОВ-1 состоит из высокотемпературной печи нагрева, электронно-оптического устройства, стойки управления и силового трансформатора (см. рисунок А.3).

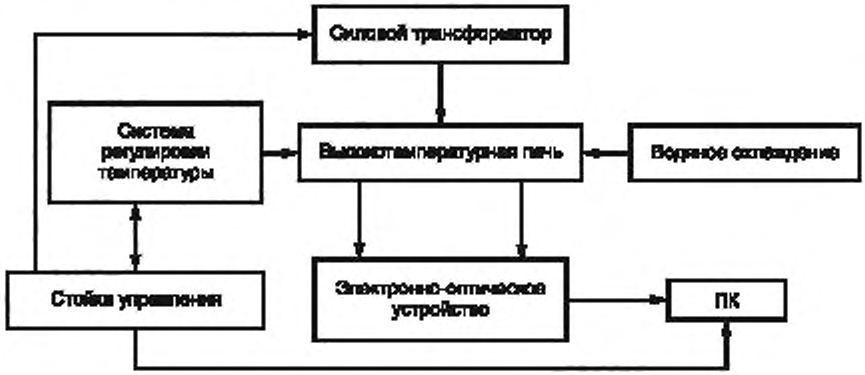


Рисунок А.3 — Структурная схема оптического ДОВ-1

Измерения температуры и удлинения исследуемого образца производят при помощи электронно-оптического устройства, состоящего из пирометра IS12 и электронно-оптической измерительной системы. Измеряемый образец помещают в высокотемпературную печь ДОВ-1, а изменение его длины (удлинение) оценивают по изображениям краев или специально сформированных маркеров на образце. В качестве подобного маркера может служить одно 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.

Электронно-оптическая измерительная система состоит из двух параллельно направленных оптических каналов наблюдения, каждый из которых снабжен объективом и устройством считывания изображения. Расстояние между оптическими каналами (база) регулируют с помощью специального механизма на длину образца от 40 до 80 мм.

Каждый оптический канал позволяет проводить наблюдения за краем измеряемого образца или специально сформированным на образце маркером. Ключевым элементом системы является устройство считывания изображения, которое построено на базе 5-мегапиксельного матричного фотоприемника типа КМОП MT9P031. С помощью данного устройства формируется сигнал изображения с достаточно высоким пространственным и временным разрешением. Для передачи данных и управления применен интерфейс USB3.0, позволяющий обрабатывать данные на любом компьютере, оборудованном свободным USB-портом.

Управление режимом работы каждого оптического канала осуществляют в реальном времени при помощи специализированного программного обеспечения (ПО). Кроме того, ПО 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 ПО от множества распространенных программ регистрации видеоданных, которые регистрируют лишь отсчеты аналого-цифрового преобразователя (АЦП), не привязывая их к режиму работы устройства.

Процедуру измерения удлинения выполняют для каждой точки измерений после стабилизации температуры образца.

А.3 Экспериментальные данные

Результаты измерений среднего ТКЛР образцов из графита марки ГИП-4 на ВДТ, реализующем абсолютное измерение ТКЛР в соответствии с методикой, разработанной для данного материала в статическом режиме, приведены в таблицах А.2—А.4.

Таблица А.2 — Результаты измерений среднего ТКЛР образца *7* из графита марки ГИП-4

1-е определение		2-е определение		3-е определение		4-е определение		5-е определение	
$t_{нач}$ = 19,8 °С		$t_{нач}$ = 19,1 °С		$t_{нач}$ = 19,1 °С		$t_{нач}$ = 21,2 °С		$t_{нач}$ = 20,8 °С	
$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$
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 А.3 — Результаты измерений среднего ТКЛР образца *8* из графита марки ГИП-4

1-е определение		2-е определение		3-е определение		4-е определение		5-е определение	
$t_{нач}$ = 20,8 °С		$t_{нач}$ = 19,6 °С		$t_{нач}$ = 19,9 °С		$t_{нач}$ = 20,4 °С		$t_{нач}$ = 20,6 °С	
$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$
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

1-е определение		2-е определение		3-е определение		4-е определение		5-е определение	
$t_{нач}$ = 21,8 °С		$t_{нач}$ = 20,6 °С		$t_{нач}$ = 21,1 °С		$t_{нач}$ = 21,6 °С		$t_{нач}$ = 21,6 °С	
$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$
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 ДОВ-1 приведены в таблицах А.5—А.10.

Таблица А.5 — Результаты измерений среднего ТКЛР образца *1* из графита марки ГИП-4

1-е определение		2-е определение		3-е определение		4-е определение		5-е определение	
$t_{нач}$ = 22 °С		$t_{нач}$ = 21,6 °С		$t_{нач}$ = 21,8 °С		$t_{нач}$ = 22,3 °С		$t_{нач}$ = 22,5 °С	
$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$
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 А.6 — Результаты измерений среднего ТКЛР образца *2* из графита марки ГИП-4

1-е определение		2-е определение		3-е определение		4-е определение		5-е определение	
$t_{нач}$ = 22,1 °С		$t_{нач}$ = 21,8 °С		$t_{нач}$ = 21,5 °С		$t_{нач}$ = 22,3 °С		$t_{нач}$ = 22 °С	
$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$
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 А.7 — Результаты измерений среднего ТКЛР образца *3* из графита марки ГИП-4

1-е определение		2-е определение		3-е определение		4-е определение		5-е определение	
$t_{нач}$ = 22 °С		$t_{нач}$ = 21,4 °С		$t_{нач}$ = 21,6 °С		$t_{нач}$ = 22 °С		$t_{нач}$ = 21,8 °С	
$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$
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 А.8 — Результаты измерений среднего ТКЛР образца *4* из графита марки ГИП-4

1-е определение		2-е определение		3-е определение		4-е определение		5-е определение	
$t_{нач}$ = 22 °С		$t_{нач}$ = 21,4 °С		$t_{нач}$ = 21,6 °С		$t_{нач}$ = 22 °С		$t_{нач}$ = 21,8 °С	
$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$
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 А.9 — Результаты измерений среднего ТКЛР образца *5* из графита марки ГИП-4

1-е определение		2-е определение		3-е определение		4-е определение		5-е определение	
$t_{нач}$ = 22 °С		$t_{нач}$ = 21,4 °С		$t_{нач}$ = 21,6 °С		$t_{нач}$ = 22 °С		$t_{нач}$ = 21,8 °С	
$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$
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 А.10 — Результаты измерений среднего ТКЛР образца *б* из графита марки ГИП-4

1-е определение		2-е определение		3-е определение		4-е определение		5-е определение	
$t_{нач}$ = 22,1 °С		$t_{нач}$ = 22,4 °С		$t_{нач}$ = 22,4 °С		$t_{нач}$ = 21,8 °С		$t_{нач}$ = 21,8 °С	
$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$t_{кон}$, °С	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$
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

А.4 Метод обработки экспериментальных данных

Для аппроксимации экспериментальных данных в системе используют кубические сплайны пониженной кривизны, минимизирующие взвешенное СКО. Построение сплайнов осуществляют по значениям удлинения при различных температурах с добавлением условий непрерывности первой и второй производной в узлах аппроксимации. На краях интервала применяют 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_j удовлетворяют условиям $S_j(T_j) = \delta_{ij}$ (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 °С), значение удлинения при которой принимают равным нулю. Соответственно к множеству узлов аппроксимации добавляют точку T_0, в которой все $S_j = 0$. 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.

А.4.1 Оценка неопределенности

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

$$\bar{\alpha} = \frac{\sum_{i=1}^{5} \alpha_i}{n}. \qquad (А.1)$$

Стандартную неопределенность u_A по типу А вычисляют по формулам:

$$u_A = \frac{S}{\sqrt{n}}; \quad (A.2)$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum(\alpha_i - \overline{\alpha})^2}{n-1}}, \quad (A.3)$$

где S — выборочное СКО случайной погрешности измерений;

$n = 5$ — число измерений.

Стандартную неопределенность u_B по типу В вычисляют по формуле

$$u_B = \frac{\Theta_{(P)}}{k\sqrt{3}}, \quad (A.4)$$

где $\Theta_{(P)}$ — доверительные границы неисключенной систематической погрешности результата измерений;

k — коэффициент охвата, равный 1,1 при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Суммарную стандартную неопределенность u_C вычисляют по формуле

$$u_C = \sqrt{u_A^2 + u_B^2}. \quad (A.5)$$

Расширенную неопределенность U_p вычисляют по формуле

$$U_p = k \ u_C, \quad (A.6)$$

где k — коэффициент охвата, равный 2 при доверительной вероятности $P = 0,95$.

А.4.2 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 сравнением с экспериментальными данными измерения этого материала, проведенного в 2015 г.

Сравнение рекомендуемых данных по тепловому расширению графита марки ГИП-4 с данными, полученными в 2015 г., представлено на рисунке А.4.

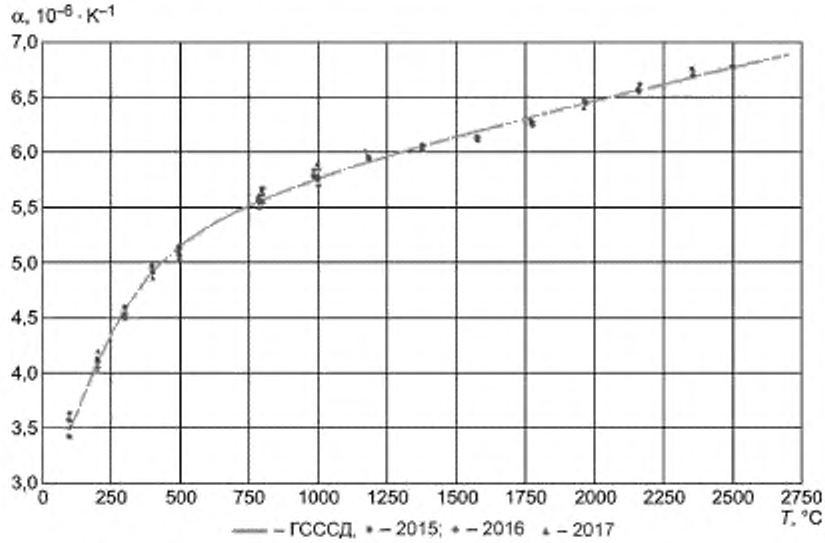


Рисунок А.4 — Сравнение полученных результатов по среднему ТКЛР графита марки ГИП-4 в диапазоне температур от 20 °С до 2500 °С с данными, полученными в 2015—2017 гг. Сплошная линия — значения ССД о ТКЛР графита марки ГИП-4

Расхождения не превышают погрешности ВДТ и ДОВ в данном температурном интервале (1,7 10^{-7} K^{-1}).

Библиография

[1] 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, с. 34—38

[2] 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, с. 38—42

УДК 536.413.2:661.666.2:006.354 ОКС 17.020

Ключевые слова: стандартные справочные данные, вещества, материалы, свойства, неопределенность

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 12.04.2019. Подписано в печать 10.06.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru