ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 8.1034— 2024

БЕРИЛЛИЙ

Температурный коэффициент линейного расширения и удельная теплоемкость в диапазоне температур от 260 К до 870 К

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (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 14 февраля 2024 г. № 212-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*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

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

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 материала 4
Приложение Б (справочное) Экспериментальная аппаратура 5
Приложение В (справочное) Экспериментальные данные 10
Приложение Г (справочное) Метод обработки экспериментальных данных 17
Библиография 24

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БЕРИЛЛИЙ

Температурный коэффициент линейного расширения и удельная теплоемкость в диапазоне температур от 260 К до 870 К

Beryllium. Temperature coefficient of linear expansion and specific heat in the temperature range from 260 K to 870 K

Дата введения — 2024—12—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на стандартные справочные данные (ССД) о температурном коэффициенте линейного расширения (ТКЛР) и удельной теплоемкости бериллия в диапазоне температуры от 260 К до 870 К. Характеристики исследуемого материала приведены в приложении А. Описание оборудования представлено в приложении Б.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт:

ГОСТ 34100.3 Неопределенность измерений. 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.

3 Общие положения

3.1 Основой для составления таблиц ССД явились экспериментальные данные, приведенные в таблицах В.1—В.8. Порядок обработки результатов измерений приведен в приложении Г.

3.1.1 Тепловое (линейное) расширение — это деформация, вызванная изменением температуры. Тепловое расширения характеризуется относительным удлинением и ТКЛР.

3.1.2 Относительное удлинение (деформацию) ΔL вычисляют по формуле

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

где T_i — конечная температура интервала;

T_0 — некоторая фиксированная температура, равная 293,15 К для рассматриваемых данных;

Издание официальное

$\Delta L_{(T_i - T_0)}$ — 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.

3.1.3 Дифференциальный (или истинный) ТКЛР вычисляют по формуле

$$\alpha = \frac{1}{L_T} \cdot \left(\frac{dL_T}{dT} \right)_p, \tag{2}$$

где L_T — длина образца при температуре T;

p — давление.

3.1.4 Средний ТКЛР в интервале температуры $T_i - T_0$ (интегральный) вычисляют по формуле

$$\alpha_{(T_i - T_0)} = \frac{1}{L_{T_0}} \cdot \left(\frac{\Delta L_{(T_i - T_0)}}{(T_i - T_0)} \right). \tag{3}$$

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

$$\alpha_{(T_i \ldots T_{i+1})} = \frac{1}{L_{T_i}} \cdot \left(\frac{\Delta L_{(T_i \ldots T_{i+1})}}{(T_{i+1} - T_i)} \right), \tag{4}$$

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

L_{T_i} — длина образца при температуре T_i.

3.1.6 В таблице 1 приведены стандартные справочные значения относительного удлинения $\Delta L/L$ и среднего ТКЛР $\alpha_{ср}$ для бериллия.

Таблица 1 — Стандартные справочные значения относительного удлинения $\Delta L/L$ и среднего ТКЛР $\alpha_{ср}$ для бериллия в диапазоне температур от 260 К до 870 К

Температура, T_i, К	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	Температура, T_i, К	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$
260	–136,892	10,41	620	4977,298	14,35
300	303,405	11,30	660	5675,090	14,67
340	794,847	11,89	700	6364,334	14,91
380	1316,392	12,32	740	7091,452	15,19
420	1875,275	12,77	780	7830,833	15,45
460	2462,683	13,18	820	8755,069	16,01
500	3069,281	13,53	860	9735,842	16,59
540	3693,204	13,84	870	10003,206	16,76
580	4335,791	14,13	—	—	—

3.1.7 Расширенная неопределенность результатов составляет $1{,}2 \cdot 10^{-7}$ $К^{-1}$ для диапазона температур от 260 К до 870 К.

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

3.2 Удельная теплоемкость — количество энергии, которое необходимо передать или забрать у 1 г вещества для изменения его температуры на 1 градус.

3.2.1 Определение удельной теплоемкости бериллия включает измерение тепловых эквивалентов пустого калориметра и калориметра с бериллием, построение их полиномиальных зависимостей от температуры и вычисление удельной теплоемкости бериллия по формуле

$$C_{уд} = \frac{1}{m}\left(\overline{W_1} - \overline{W_2}\right), \quad (5)$$

где $\overline{W_1}$ — определенное по полиному значение теплового эквивалента адиабатического калориметра с бериллием при заданной температуре;

$\overline{W_2}$ — определенное по полиному значение теплового эквивалента пустого адиабатического калориметра, соответствующее значению полинома при заданной температуре.

3.2.2 По полученным значениям удельной теплоемкости $C_{уд}$ был определен полином $C = C(T)$, описывающий зависимость удельной теплоемкости бериллия

$$C(T) = 822{,}0739 + 3{,}522 \cdot T^{-6} \cdot T^3 - 7{,}62954 \cdot 10^{-3} \cdot T^2 + 6{,}405165 \cdot T - 3{,}02294 \cdot 10^5/T^2. \quad (6)$$

СКО результатов измерений удельной теплоемкости составило 0,3 %.

3.2.3 В таблице 2 приведены стандартные справочные значения удельной теплоемкости C_p бериллия в диапазоне температур от 260 К до 870 К.

Таблица 2 — Стандартные справочные значения удельной теплоемкости C_p бериллия в диапазоне температур от 260 К до 870 К

Температура, T_i, К	C_p, Дж/(кг · К)	Температура, T_i, К	C_p, Дж/(кг · К)
260	1586,387	580	2567,872
273,15	1669,021	600	2595,382
280	1709,106	620	2621,301
300	1816,184	640	2645,864
320	1910,671	660	2669,302
340	1994,795	680	2691,832
360	2070,229	700	2713,667
380	2138,261	720	2735,013
400	2199,906	740	2756,072
420	2255,983	760	2777,041
440	2307,166	780	2798,113
460	2354,023	800	2819,479
480	2397,040	820	2841,326
500	2436,640	840	2863,841
520	2473,199	860	2887,208
540	2507,055	870	2899,268
560	2538,518	—	—

3.2.4 Расширенная неопределенность результатов составляет 0,6 % для диапазона температур от 260 К до 870 К.

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 материала

Во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» проведены исследования бериллия марки ТГП-56 с содержанием бериллия не менее 97,8 %. Химический состав исследуемых заготовок приведен в таблице А.1, а характеристика материала — в таблице А.2.

Таблица А.1 — Химический состав бериллия

Массовая доля примесей, %, не более									
Fe	Al	Si	Cr	F	O	C	Ti	Сумма Mg, Mn, Ni, Cu	Сумма N, H, Cl
0,25	0,03	0,04	0,05	0,02	1,3	0,12	0,04	0,08	0,27

Таблица А.2 — Характеристики бериллия

Параметр	Единица измерения	Значение
1 Модуль упругости	ГПа	290
2 Удельный модуль упругости	(ГПа · м^3)/кг	156,7 · 10^3
3 Плотность	кг/м^3	1850
4 Предел прочности	МПа	350
5 Предел текучести	МПа	25

Приложение Б
(справочное)

Экспериментальная аппаратура

Б.1 Измерение удлинения и температурного коэффициента линейного расширения бериллия

Б.1.1 Измерения относительного удлинения и ТКЛР образцов из бериллия в диапазоне температур от 260 К до 870 К проведены на высокотемпературном дилатометре с толкателем (далее — ВДТ) и гетеродинно-поляризационном дилатометре (далее — ГПД), которые входят в состав государственного вторичного эталона единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел в диапазоне значений от $0{,}05 \cdot 10^{-6}$ до $100{,}0 \cdot 10^{-6}$ $К^{-1}$, в диапазоне значений температуры от 90 до 1900 К (регистрационный номер 2.1.ZZB.0240.2017).

Б.1.1.1 ВДТ

Среднее квадратическое отклонение результатов измерений на ВДТ в интервале температуры 100 К при проведении трех независимых измерений составляет от $0{,}30 \cdot 10^{-7}$ до $2{,}20 \cdot 10^{-7}$ в зависимости от значений температуры.

Измерения проведены при скорости нагрева 1 °С/мин и выдержке при каждой стационарной температуре не менее двух часов. Стационарные температуры, при которых проводили измерения, приведены в таблицах В.1—В.3.

На рисунке Б.1 представлена функциональная блок-схема эталонного ВДТ.

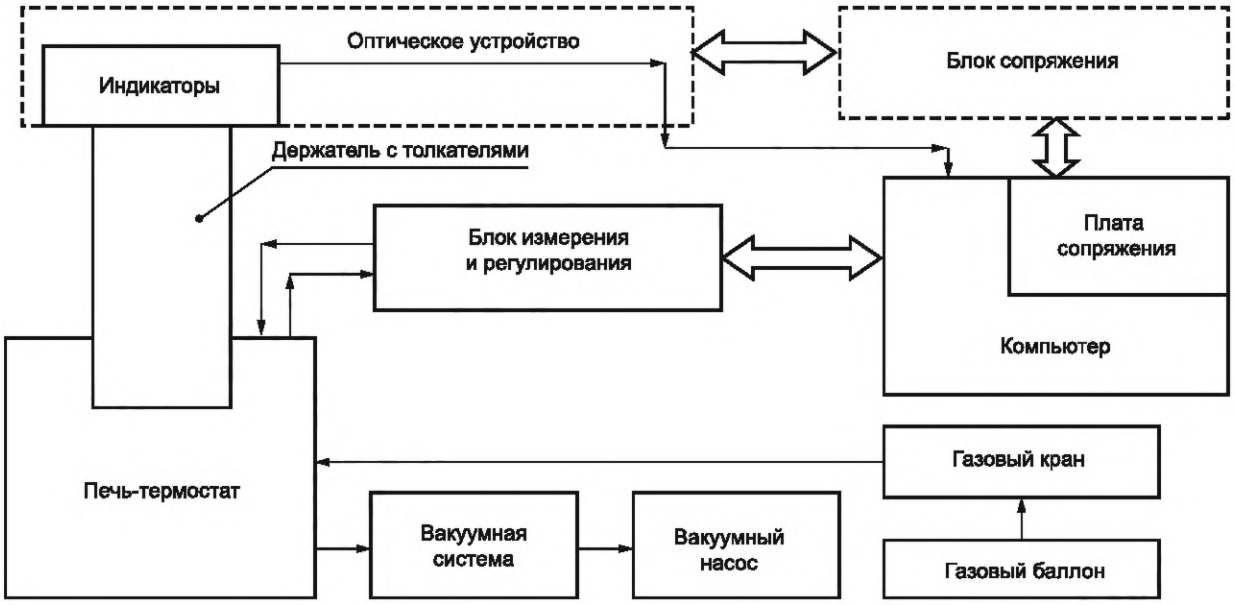

Рисунок Б.1 — Функциональная блок-схема ВДТ

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.

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 в двуканальной керамической трубочке размещена армированная 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 Б.2.

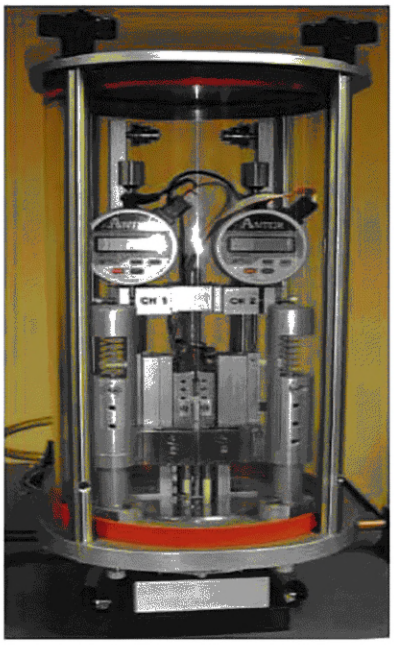

Рисунок Б.2 — Конструкция блока индикаторов

Б.1.1.2 ГПД

Среднее квадратическое отклонение результатов измерений на ГПД в интервале температуры 100 К при проведении трех независимых измерений составляет от $0{,}16 \cdot 10^{-7}$ до $0{,}65 \cdot 10^{-7}$ в зависимости от значений температуры.

Измерения проведены при скорости нагрева 1 °С/мин и выдержке при каждой стационарной температуре не менее часа. Значения стационарных температур приведены в таблицах В.4—В.6.

На рисунке Б.3 представлена функциональная блок-схема ГПД.

В основу работы ГПД положен интерференционный метод измерения удлинения образца при изменении его температуры. ГПД имеет вертикальную конфигурацию и состоит из термокриостата, системы подачи азота, электронного блока измерения и регулирования температуры, измерительной системы с держателем образцов, двухканального интерферометра и блока сопряжения с компьютером. В комплект прибора включены также системы форвакуумной откачки и подачи инертного газа.

Термокриостат дилатометра предназначен для создания требуемой температуры исследуемого образца в соответствии с заданной температурной программой измерений. Внутри криостата расположен нагревательный элемент и два микропроцессорных регулятора — измерителя температуры. Мощность, выделяемая в нагревателе, задается системой регулирования. В непосредственной близости от нагревателя находится термоэлектрический преобразователь, служащий датчиком температуры системы регулирования и подающий сигнал на одни из регуляторов — измерителей температуры. Вакуумно-плотная конструкция термокриостата обеспечивает герметичность

измерительной системы с держателем образцов и позволяет проводить измерения при разрежении до 10 Па или в среде инертного газа.

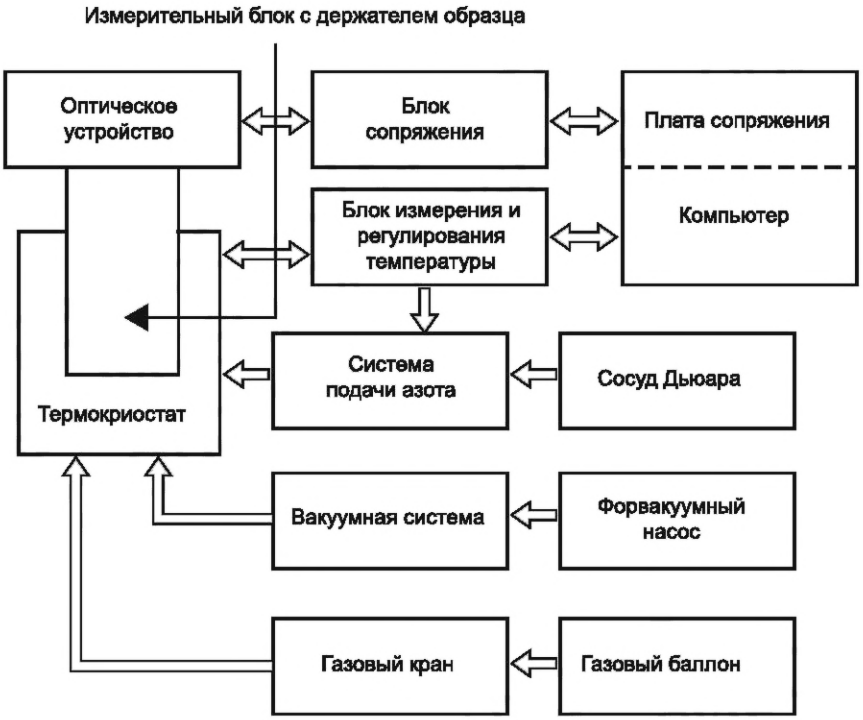

Рисунок Б.3 — Функциональная блок-схема ГПД

Для измерений при отрицательных температурах в криостате предусмотрена система подачи жидкого азота из сосуда Дьюара. Подача необходимого количества азота для поддержания температуры на заданном уровне осуществляется специальным электромагнитным клапаном, управляемым от электронного блока.

Держатель образцов представляет собой вертикально расположенную кварцевую трубу, к основанию которой приварено дно, перпендикулярно к осевой линии трубы. На этом дне установлен массивный медный блок, выравнивающий температуру. Верхний конец держателя закреплен в металлической обойме на основании оптического устройства. По краям трубы, в ее нижней части, сделаны вырезы для обеспечения возможности установки образцов. В медном блоке имеются три направляющих канала, два из которых служат для размещения образцов, а в третьем располагается измеритель температуры образцов — термоэлектрический преобразователь (термопара), подающий сигнал на второй регулятор — измеритель температуры термокриостата. Чувствительный элемент данной термопары находится на уровне середины образца, и имеется возможность перемещения его в зависимости от длины образца. На верхних торцах образцов, установленных в каналах, размещены оптические датчики положения. Датчики выполнены в защитном металлическом кожухе. С нижней стороны датчика находится конический выступ для точечного контакта с образцом, с верхней — призма, отражающая падающий луч интерферометра. Внешний вид датчиков положения приведен на рисунке Б.4.

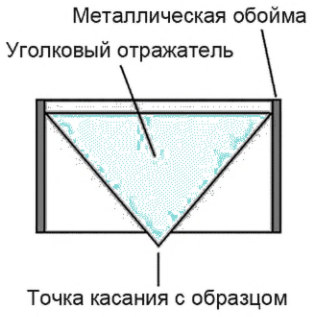

Рисунок Б.4 — Конструкция оптического датчика положения образца

Для измерения удлинения в дилатометре ГПД используется двухканальный гетеродинный интерферометр. Каналы интерферометра между собой независимы и могут измерять удлинение двух образцов либо удлинение исследуемого образца относительно известного. Гетеродинно-поляризационный интерферометр включает призму — поляризационный делитель, две фазовые пластинки λ/4, анализатор и уголковый отражатель. Внешний вид интерферометра представлен на рисунке Б.5.

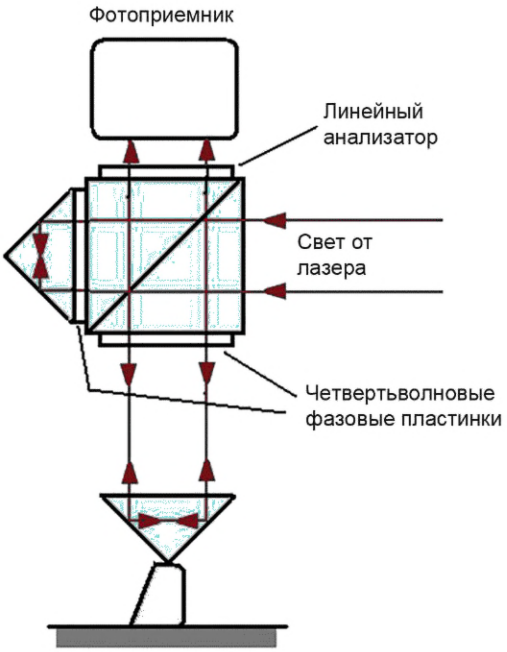

Рисунок Б.5 — Внешний вид и принцип работы интерферометра ГПД

Источником света в интерферометре является специальное лазерное устройство, генерирующее излучение на двух близких длинах волн. Пространственно пучки совпадают. Разность частот компонент составляет 3,6 МГц, что дает возможность получить оба луча из одной линии люминесценции активной среды. Один из лучей служит опорным, другой луч несет информацию об удлинении образца. Лазерное устройство обеспечивает также на отдельном электрическом выходе электрический сигнал на разностной частоте двух лучей. Электрический сигнал синхронизирован с оптической разностью частот лучей.

Принцип измерений интерферометра заключается в следующем. На выходе из лазера лучи света линейно поляризованы во взаимно ортогональных плоскостях, не интерферируют, т. е. на выходе из лазера биения интенсивности с разностной частотой отсутствуют. Лазерный луч конечной ширины (далее — пучок), содержащий обе компоненты, падает на призму-разделитель (на рисунке Б.5 справа налево). Два луча, показанные на рисунке Б.5, — крайние лучи пучка. Опорный луч, поляризованный так, что вектор световой волны лежит в плоскости рисунка Б.5, проходит поляризационную призму-расщепитель и далее через четвертьволновую фазовую пластинку попадает в уголковый отражатель (на рисунке Б.5 слева). В уголковом отражателе направление света строго параллельно падающему пучку и не зависит от юстировки. После отражения уголковым отражателем свет проходит через ту же четвертьволновую фазовую пластинку. Двукратное прохождение четвертьволновой фазовой пластинки поворачивает плоскость поляризации этой компоненты лазера на 90º. В результате вектор света опорного пучка на входе в призму-расщепитель (после фазовой пластинки) направлен перпендикулярно к плоскости рисунка Б.5. Свет отражается диагональю призмы в соответствии с рисунком Б.5 — наверх, в фотоприемник. Зондирующий луч (другая компонента света лазера) исходно поляризован так, что вектор лежит перпендикулярно к плоскости рисунка Б.5. Войдя (на рисунке Б.5 справа налево) от лазера в призму-расщепитель, он отражается диагональю призмы вниз, в направлении второго уголкового отражателя (оптический датчик положения образца). Зондирующий луч отражается от второго уголкового отражателя и вторично проходит четвертьволновую фазовую пластинку. Плоскость поляризации зондирующего луча также поворачивается на 90º по отношению к исходной. На входе в призму-расщепитель вектор света этой компоненты находится в плоскости рисунка Б.5. Свет, поляризованный таким образом, проходит сквозь диагональ расщепляющей призмы наверх, на выход из призмы. На выходе (наверх) из призмы опорный и зондирующий лучи снова совпадают, но поляризованы они ортогонально друг другу и со сдвигом фазы. Для обеспечения интерференции оба луча призмы-расщепителя проходят линейный анализатор, ориентированный под 45° к направлениям поляризаций двух компонент пучка. При этом интенсивность компонент

уменьшается на 0,7. Фазовый сдвиг, приобретенный зондирующим пучком в результате дополнительной разности хода, трансформируется в фазовый сдвиг модуляционных колебаний. Фазовый сдвиг модуляции сигнала фотоприемника несет информацию о расстоянии от призмы до образца, а изменение фазы — о расширении образца. Изменение фазы сигнала модуляции, приходящее с фотоприемника, измеряется электронным устройством низкочастотного опорного сигнала, приходящего из лазерного устройства (3,6 МГц). Величина изменения фазы прямо пропорциональна удлинению образца. Дискретность измерения изменения фазы в интерферометре составляет 2π/512, что соответствует неопределенности измерения удлинения образца 1,24 нм.

Б.2 Измерение удельной теплоемкости бериллия

Измерения удельной теплоемкости образцов из бериллия в диапазоне температур от 260 К до 870 К проведены на адиабатическом калориметре КА-С4 из состава государственного первичного эталона единицы удельной теплоемкости твердых тел ГЭТ 60-2019. СКО результатов измерений калориметра при воспроизведении единицы удельной теплоемкости составляет (0,136 ÷ 0,179) % при пятидесяти измерениях. Неисключенная систематическая погрешность не превышает 0,008 %. Стандартная неопределенность измерений, оцененная по типу А КА-С4, составляет (0,136 ÷ 0,179) %, по типу В — 0,004 %.

Адиабатический калориметр представляет собой цилиндрическую ячейку из серебра, окруженную двумя цилиндрическим охранными оболочками и печью либо термостатом в зависимости от температурного диапазона измерений. Ячейка содержит четырнадцать больших цилиндрических каналов для размещения исследуемых образцов, три больших канала для центрального измерительного термометра сопротивления и двух термометров сопротивления, включенных в систему автоматического регулирования, и тридцать два малых цилиндрических канала с нихромовым нагревателем в керамической изоляции. Все каналы ячейки расположены симметрично относительно центральной оси ячейки. Ячейку размещают коаксиально обеим охранным оболочкам. Геометрические размеры охранных оболочек, их конструкция и размещение в калориметре и способ размещения ячейки выполнены таким образом, чтобы минимизировать тепловые потери, вызванные разными механизмами передачи тепла. Каждая оболочка представляет собой цилиндр с дном и крышкой из серебра Ср 99,99, на внешней боковой стороне которой спирально намотан нагреватель. Печь калориметра выполнена в виде двустенного кожуха. На внутренней стенке кожуха с внешней стороны расположен фоновый нагреватель. Для измерений в области отрицательных температур вместо печи используют термостат: конструкция в виде двустенного колпака и внешнего теплоизоляционного слоя [1].

Алгоритм управления калориметром приведен на рисунках Б.6



Рисунок Б.6 — Алгоритм управления оборудованием

Методика измерений удельной теплоемкости КА-С4 включает два этапа: измерение теплового эквивалента пустого калориметра и теплового эквивалента калориметра с мерой. Тепловые эквиваленты в обоих случая определяют по результатам измерений вводимой энергии и диапазону изменения температуры образца при нагреве от одной заданной стационарной температуры до другой. По результатам полученных значений для пустого калориметра и калориметра с мерой строят полиномиальные зависимости от температуры. А затем согласно формуле (5) определяют удельную теплоемкость исследуемого вещества при выбранных значениях температуры.

Приложение В
(справочное)

Экспериментальные данные

Результаты измерений относительного удлинения и среднего ТКЛР образцов из бериллия на ГПД и ВДТ, реализующем абсолютное измерение относительного удлинения в соответствии с методикой, разработанной для данного материала в статическом режиме, приведены в таблицах В.1—В.6.

Таблица В.1 — Результаты измерений относительного удлинения и среднего ТКЛР образца 1 из бериллия на ВДТ

Температура, T_i, К	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$
413,11	1783,706	12,74	1765,940	12,61	1778,377	12,70
433,05	2070,192	12,94	2053,680	12,84	2064,000	12,90
452,89	2360,912	13,12	2346,775	13,04	2353,844	13,08
473,15	2655,342	13,28	2655,342	13,28	2647,368	13,24
493,08	2967,122	13,49	2949,355	13,41	2958,239	13,45
513,11	3275,338	13,65	3255,725	13,57	3265,531	13,61
533,14	3592,571	13,82	3571,058	13,73	3581,815	13,78
552,99	3916,002	13,99	3876,998	13,85	3904,300	13,94
573,23	4231,227	14,10	4214,319	14,05	4218,546	14,06
593,20	4559,501	14,25	4532,198	14,16	4545,850	14,21
612,93	4867,753	14,32	4887,282	14,37	4853,106	14,27
633,06	5240,880	14,56	5188,680	14,41	5225,220	14,51
653,01	5566,711	14,65	5533,378	14,56	5550,044	14,61
672,99	5909,904	14,77	5886,288	14,72	5892,192	14,73
693,15	6272,561	14,93	6222,531	14,82	6253,800	14,89
713,22	6617,609	15,04	6577,982	14,95	6597,796	14,99
732,94	6945,880	15,10	6959,800	15,13	6925,001	15,05
752,99	7305,360	15,22	7320,000	15,25	7283,400	15,17
773,09	7669,630	15,34	7685,000	15,37	7646,575	15,29
820,01	8768,201	16,03	8724,426	15,95	8741,936	15,99
858,15	9716,370	16,56	9735,842	16,59	9687,162	16,51
868,83	9963,193	16,69	10023,212	16,79	9933,184	16,64

Таблица В.2 — Результаты измерений относительного удлинения и среднего ТКЛР образца 2 из бериллия на ВДТ

Температура, T_i, К	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$
412,13	1778,377	12,70	1781,930	12,73	1780,153	12,72
433,06	2068,128	12,93	2072,256	12,95	2070,192	12,94

Окончание таблицы В.2

Температура, T_i, К	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$
453,08	2363,269	13,13	2367,981	13,16	2365,625	13,14
473,05	2663,316	13,32	2668,632	13,34	2665,974	13,33
492,04	2958,239	13,45	2964,161	13,47	2961,200	13,46
513,03	3265,531	13,61	3272,069	13,63	3268,800	13,62
533,01	3581,815	13,78	3588,985	13,80	3585,400	13,79
553,01	3892,599	13,90	3900,400	13,93	3896,500	13,92
573,08	4222,773	14,08	4231,227	14,10	4227,000	14,09
592,98	4541,299	14,19	4550,400	14,22	4545,850	14,21
613,10	4867,753	14,32	4877,518	14,35	4872,635	14,33
633,11	5204,340	14,46	5214,780	14,49	5209,560	14,47
653,04	5544,489	14,59	5555,600	14,62	5550,044	14,61
673,05	5886,288	14,72	5898,096	14,75	5892,192	14,73
693,01	6235,039	14,85	6247,546	14,88	6241,292	14,86
713,03	6591,191	14,98	6604,400	15,01	6597,796	14,99
732,91	6945,880	15,10	6959,800	15,13	6952,840	15,11
753,11	7298,040	15,20	7312,680	15,23	7305,360	15,22
773,21	7669,630	15,34	7685,000	15,37	7677,315	15,35
819,34	8728,803	15,96	8746,313	15,99	8737,558	15,98
859,58	9716,370	16,56	9735,842	16,59	9726,106	16,57
867,90	9973,196	16,71	9993,203	16,74	9983,200	16,73

Таблица В.3 — Результаты измерений относительного удлинения и среднего ТКЛР образца 3 из бериллия на ВДТ

Температура, T_i, К	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$
412,89	1773,047	12,66	–0,1	1774,823	12,68	0,1
432,93	2070,192	12,94	0,4	2072,256	12,95	0,6
453,11	2365,625	13,14	0,5	2367,981	13,16	0,7
472,93	2663,316	13,32	0,3	2665,974	13,33	0,5
493,07	2964,161	13,47	0,2	2967,122	13,49	0,4
513,12	3275,338	13,65	0,3	3278,606	13,66	0,5
533,11	3592,571	13,82	0,3	3596,156	13,83	0,5
553,04	3904,300	13,94	0,2	3908,201	13,96	0,4
573,03	4231,227	14,10	0,2	4235,454	14,12	0,4
593,01	4559,501	14,25	0,3	4564,051	14,26	0,5
613,10	4892,165	14,39	0,3	4897,047	14,40	0,5

Окончание таблицы В.3

Температура, T_i, К	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$
633,21	5235,660	14,54	0,4	5240,880	14,56	0,6
652,18	5561,156	14,63	0,2	5566,711	14,65	0,4
673,16	5909,904	14,77	0,2	5915,808	14,79	0,4
692,92	6241,292	14,86	–0,1	6247,546	14,88	0,1
713,01	6577,982	14,95	–0,3	6584,587	14,96	–0,1
732,07	6973,720	15,16	0,3	6980,679	15,18	0,5
753,17	7327,320	15,27	0,2	7334,640	15,28	0,4
773,14	7700,370	15,40	0,3	7708,055	15,42	0,5
821,00	8746,313	15,99	0	8755,069	16,01	0,2
859,93	9755,313	16,62	0,3	9765,049	16,64	0,5
868,75	9983,200	16,73	–0,1	9993,203	16,74	0,1

Таблица В.4 — Результаты измерений относительного удлинения и среднего ТКЛР образца 1 из бериллия на ГПД

Температура, T_i, К	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$
253,14	–205,205	10,26	-204,385	10,22	–204,590	10,23
312,99	461,076	11,53	462,000	11,55	459,690	11,49
333,10	708,214	11,80	703,973	11,73	706,093	11,77
353,07	962,722	12,03	956,957	11,96	959,839	12,00
373,23	1225,446	12,25	1218,108	12,18	1221,777	12,22
393,27	1498,190	12,48	1489,219	12,41	1493,705	12,45

Таблица В.5 — Результаты измерений относительного удлинения и среднего ТКЛР образца 2 из бериллия на ГПД

Температура, T_i, К	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$
252,97	–203,975	10,20	–204,385	10,22	-204,180	10,21
313,04	463,848	11,60	464,772	11,62	464,310	11,61
333,01	708,214	11,80	709,627	11,83	708,920	11,82
352,99	961,761	12,02	963,682	12,05	962,722	12,03
373,15	1225,446	12,25	1227,892	12,28	1226,669	12,27
393,03	1502,676	12,52	1505,666	12,55	1504,171	12,53

Таблица В.6 — Результаты измерений относительного удлинения и среднего ТКЛР образца 3 из бериллия на ГПД

Температура, T_i, К	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$
253,12	–204,385	10,22	–0,2	–204,590	10,23	0

Окончание таблицы В.6

Температура, T_i, К	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$	$\Delta L/L \cdot 10^6$	$\alpha_{ср} \cdot 10^6$, $К^{-1}$
312,89	461,076	11,53	–0,1	461,538	11,54	0,1
332,04	706,093	11,77	0	706,800	11,78	0,2
353,11	961,761	12,02	0,2	962,722	12,03	0,4
372,97	1224,223	12,24	0,2	1225,446	12,25	0,4
392,99	1496,695	12,47	0,2	1498,190	12,48	0,4

Для приведения данных к единым температурам были определены полиноминальные зависимости тепловых эквивалентов пустого калориметра W_1 и калориметра с бериллием W_2 от температуры. Результаты измерений тепловых эквивалентов калориметров приведены в таблице В.7.

Таблица В.7 — Результаты измерений тепловых эквивалентов пустого калориметра и калориметра с бериллием

Температура, °С	W_1, Дж/К	Температура, °С	W_2, Дж/К
–13,16	264,463	–13,212	344,8705
–9,53	265,142	–9,654	343,8574
–4,01	266,134	–4,325	346,5658
–2,80	266,435	–2,677	347,4606
–0,10	266,902	–0,091	348,6979
6,41	268,043	6,385	351,7636
9,01	268,481	8,929	352,8132
16,89	269,803	16,818	356,3084
27,00	271,427	26,949	360,5969
37,01	272,957	36,960	364,5777
46,90	274,412	46,914	368,1630
56,72	275,779	56,675	371,9348
56,60	275,777	56,665	371,9106
65,00	276,909	65,054	374,6372
74,63	278,156	74,648	377,8263
84,01	279,348	84,161	380,8982
95,00	280,650	94,956	383,7759
104,30	281,738	104,316	386,6553
120,13	283,498	120,128	390,7699
129,70	284,522	129,739	393,1835
139,80	285,558	139,766	395,5720

Продолжение таблицы В.7

Температура, °С	W_1, Дж/К	Температура, °С	W_2, Дж/К
149,68	286,549	149,667	397,8334
159,71	287,523	159,690	400,2802
169,46	288,446	169,458	402,2480
184,88	289,852	184,874	405,2825
194,90	290,738	194,926	407,2672
210,42	292,062	210,431	410,1591
220,76	292,918	220,753	411,9175
237,66	294,277	237,654	414,9608
249,90	295,240	249,982	416,9960
265,15	296,394	265,123	419,4004
279,14	297,436	279,124	421,5411
291,02	298,319	291,214	423,3310
307,30	299,469	307,243	425,6300
315,25	300,036	315,246	426,7501
324,55	300,689	324,541	428,0278
332,46	301,241	332,452	429,1003
341,16	301,845	341,15	430,2623
354,14	302,742	354,142	431,9692
365,60	303,531	365,612	433,4530
374,13	304,116	374,128	434,5411
382,33	304,679	382,321	435,5800
391,121	305,284	391,124	436,6876
401,672	306,009	401,652	438,0036
412,505	306,761	412,521	439,3546
424,001	307,559	423,987	440,7743
431,835	308,110	431,842	441,7451
442,110	308,835	442,112	443,0149
457,570	309,939	457,564	444,9298
466,001	310,549	465,987	445,9785
474,352	311,162	474,354	447,0246
482,320	311,752	482,321	448,0263
490,684	312,378	490,682	449,0850

Окончание таблицы В.7

Температура, °С	W_1, Дж/К	Температура, °С	W_2, Дж/К
501,230	313,179	501,231	450,4321
511,107	313,942	511,112	451,7078
524,241	314,976	524,236	453,4265
531,952	315,595	531,946	454,4505
540,218	316,270	540,224	455,5633
549,882	317,072	549,876	456,8793
561,230	318,034	561,227	458,4548
569,119	318,717	569,122	459,5697
583,125	319,958	583,121	461,5886
590,180	320,598	590,172	462,6271
599,130	321,425	599,121	463,9672
–13,010	264,504	–13,001	342,1030
–5,047	266,003	–5,040	346,2086
–2,018	266,556	–2,014	347,7099
–2,021	266,555	–2,015	347,7145
0,012	266,920	0,011	348,8355
50,033	274,855	50,032	369,1057
100,078	281,251	100,087	385,0981
150,025	286,584	150,021	397,8822
199,980	291,176	199,988	408,2955
249,015	295,165	249,011	416,9206
300,010	298,952	300,009	424,5169
349,980	302,455	349,978	431,3006
399,985	305,894	399,982	437,7099
450,055	309,400	450,053	444,0247
499,999	313,085	500,001	450,4270
550,029	317,085	550,032	457,0540
600,001	321,507	599,998	463,9409

А затем с учетом массы образца из бериллия 49,140881 г рассчитаны значения удельной теплоемкости, представленные в таблице В.8.

Таблица В.8 — Полученные значения удельной теплоемкости бериллия

Температура, °С	C_p, Дж/(кг · К)	Температура, °С	C_p, Дж/(кг · К)	Температура, °С	C_p, Дж/(кг · К)
–13,212	1585,978	220,75	2424,907	511,11	2802,635
–9,654	1609,134	237,65	2456,744	524,24	2816,663
–4,325	1642,705	249,98	2478,671	531,95	2824,992
–2,677	1652,828	265,12	2504,231	540,22	2834,023
–0,091	1668,475	279,12	2526,629	549,88	2844,685
6,385	1706,444	291,21	2545,093	561,23	2857,433
8,929	1720,905	307,24	2568,429	569,12	2866,45
16,818	1764,215	315,25	2579,63	583,12	2882,778
26,949	1816,681	324,54	2592,292	590,17	2891,184
36,96	1865,366	332,45	2602,792	599,12	2902,045
46,914	1910,956	341,15	2614,062	–13,001	1587,368
56,675	1953,177	354,14	2630,401	–5,04	1638,275
56,665	1953,135	365,61	2644,379	–2,014	1656,867
65,054	1987,617	374,13	2654,512	–2,015	1656,861
74,648	2025,162	382,32	2664,082	0,011	1669,087
84,161	2060,543	391,12	2674,185	50,032	1924,699
94,956	2098,632	401,65	2686,052	100,09	2116,017
104,32	2130,014	412,52	2698,085	150,02	2264,409
120,13	2179,846	423,99	2710,576	199,99	2382,686
129,74	2208,333	431,84	2719,033	249,01	2476,982
139,77	2236,713	442,11	2729,99	300,01	2558,052
149,67	2263,474	457,56	2746,318	349,98	2625,226
159,69	2289,368	465,99	2755,167	399,98	2684,184
169,46	2313,511	474,35	2763,94	450,05	2738,4
184,87	2349,572	482,32	2772,29	500	2790,873
194,93	2371,831	490,68	2781,064	550,03	2844,859
210,43	2404,37	501,23	2792,171	600	2903,121

Приложение Г
(справочное)

Метод обработки экспериментальных данных

Г.1 Метод обработки экспериментальных данных по ТКЛР

Г.1.1 Основные положения

При обработке результатов измерений ТКЛР бериллия для аппроксимации экспериментальных данных в системе были использованы кубические сплайны пониженной кривизны, минимизирующие взвешенное СКО. Построение сплайнов осуществляли по значениям удлинения при различных температурах с добавлением условий непрерывности первой и второй производной в узлах аппроксимации. На краях интервала применяли 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 являлась сплайном того же вида, что позволило представить аппроксимирующий сплайн в виде, аналогичном полиномам Лагранжа $S(T)=\sum_{1}^{N} C_i S_i(T)$, где сплайны S_i удовлетворяют условиям $S_i(T_i)=\delta_{ij}$ (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 $S_i = 0$. 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: $A_{kij}\,C_i = DL_{kj}\,w_{kj}$ с матрицей A_{kij}, вычисляемой как $A_{kij} = (S_i(T_{kj}) - (S_i(T_{k0})w_{kj}$. Значения весов w_{kj} выбирают согласно оценкам погрешности экспериментальных данных. Для получения сглаженных сплайнов к матрице A_{kij} 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.

Г.1.2 Порядок оценки неопределенности измерений ТКЛР

При оценке характеристик точности измерений для каждого температурного диапазона вычисляют среднее арифметическое значение ТКЛР $\overline{\alpha}$ из n, полученных методом сплайнов ТКЛР по формуле

$$\overline{\alpha} = \frac{\sum_{i=1}^{5} \alpha_i}{n}, \tag{Г.1}$$

где n — число измерений всех образцов ТКЛР.

Стандартную неопределенность u_A по типу А вычисляют по формулам:

$$u_A = \frac{S}{\sqrt{n}}; \tag{Г.2}$$

$$S = \sqrt{\frac{\Sigma(\alpha_i - \overline{\alpha})^2}{n-1}}, \tag{Г.3}$$

где S — выборочное СКО случайной погрешности измерений.

Стандартную неопределенность u_B по типу В вычисляют по формуле

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

где $\Theta_{(p)}$ — доверительные границы неисключенной систематической погрешности результата измерений на используемом средстве измерений, складываемой из неисключенной систематической погрешности (далее — НСП) метода и неисключенной систематической погрешности средства измерений:

$$\Theta_{(p)} = \sqrt{\sum \Theta_j^2},$$

где j — обозначение составляющей неисключенной систематической погрешности;

$\Theta_{(p)}$ принимают равным суммарному квадратическому отклонению результатов измерений на применимом СИ, так как оно учитывает и НСП метода и НСП самого СИ;

k — коэффициент, равный 1,1 при доверительной вероятности $P = 0,95$. Суммарную стандартную неопределенность u_C вычисляют по формуле

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

Расширенную неопределенность U_p вычисляют по формуле

$$U_p = k \cdot u_C, \quad (Г.6)$$

где k — принимают равным 2 при уровне доверия 95 %.

Г.1.3 Результаты оценки неопределенности измерений ТКЛР

Результаты оценки неопределенности измерений ТКЛР для образцов 1—3 после обработки измеренных значений методом, указанным в Г.1, приведены в таблице Г.1.

Таблица Г.1 — Результаты оценки неопределенности измерений ТКЛР

T_i			Измеренный коэффициент линейного расширения в диапазоне 293,15 – T_i, $\alpha_{ср} \times 10^6$, K^{-1}							
			260	300	340	380	420	460	500	540
Образец 1	Измерение	1	10,41	11,28	11,91	12,33	12,8	13,2	13,55	13,87
		2	10,4	11,32	11,87	12,3	12,76	13,18	13,52	13,83
		3	10,41	11,3	11,88	12,32	12,79	13,17	13,54	13,84
Образец 2		4	10,43	11,31	11,9	12,31	12,8	13,19	13,52	13,83
		5	10,4	11,33	11,92	12,34	12,76	13,22	13,55	13,86
		6	10,4	11,3	11,88	12,3	12,79	13,18	13,53	13,84
Образец 3		7	10,39	11,27	11,87	12,3	12,73	13,17	13,52	13,84
		8	10,41	11,3	11,91	12,32	12,77	13,19	13,54	13,86
Ср. $\times 10^6$, K^{-1}			10,41	10,41	11,30	11,89	12,32	12,78	13,19	13,53
СКО $\times 10^7$, K^{-1}			0,06	0,12	0,20	0,20	0,15	0,24	0,17	0,13
$u_A \times 10^7$, K^{-1}			0,03	0,04	0,07	0,07	0,05	0,09	0,06	0,05
$u_B \times 10^7$, K^{-1}			0,2	0,2	0,2	0,2	0,2	0,50	0,50	0,50
$u_C \times 10^7$, K^{-1}			0,20	0,20	0,21	0,21	0,21	0,51	0,50	0,50
$U_p \times 10^7$, K^{-1}			0,41	0,41	0,42	0,42	0,41	1,01	1,01	1,00

Окончание таблицы Г.1

T_i			Измеренный коэффициент линейного расширения в диапазоне 293,15 – T_i, $\alpha_{ср} \times 10^6$, K^{-1}								
			580	620	660	700	740	780	820	860	870
Образец 1	Измерение	1	14,15	14,35	14,68	14,92	15,18	15,44	16,03	16,57	16,76
		2	14,12	14,37	14,65	14,91	15,2	15,46	15,95	16,6	16,79
		3	14,12	14,32	14,66	14,91	15,19	15,42	15,99	16,53	16,75
Образец 2		4	14,16	14,33	14,64	14,89	15,19	15,42	15,97	16,56	16,73
		5	14,12	14,38	14,69	14,93	15,21	15,46	15,99	16,59	16,76
		6	14,1	14,34	14,68	14,91	15,17	15,43	15,99	16,57	16,75
Образец 3		7	14,12	14,33	14,64	14,87	15,17	15,43	15,98	16,62	16,74
		8	14,13	14,36	14,7	14,92	15,2	15,45	15,99	16,64	16,75
Ср. $\times 10^6$, K^{-1}			10,41	14,13	14,35	14,67	14,91	15,19	15,44	15,99	16,59
СКО $\times 10^7$, K^{-1}			0,06	0,19	0,21	0,23	0,19	0,15	0,16	0,23	0,35
$u_A \times 10^7$, K^{-1}			0,03	0,07	0,07	0,08	0,07	0,05	0,06	0,08	0,12
$u_B \times 10^7$, K^{-1}			0,2	0,50	0,50	0,50	0,50	0,60	0,60	0,60	0,60
$u_C \times 10^7$, K^{-1}			0,20	0,50	0,51	0,51	0,50	0,60	0,60	0,61	0,61
$U_p \times 10^7$, K^{-1}			0,41	1,01	1,01	1,01	1,01	1,20	1,21	1,21	1,23

Г.1.4 Оценка достоверности данных по ТКЛР

Оценку достоверности полученных данных по ТКЛР из бериллия проводили многократным повторением измерений ТКЛР в выбранном температурном диапазоне с последующей совместной обработкой измерений и сравнением с экспериментальными данными для этого материала, полученными в 2017—2019 гг.

Расхождения не превышают суммарной стандартной неопределенности ВДТ в данном температурном интервале ($1{,}5 \cdot 10^{-7} \cdot K^{-1}$).

Г.2 Метод обработки данных по удельной теплоемкости

Г.2.1 Порядок оценки неопределенности измерений удельной теплоемкости

Значения СКО $S_{\delta We д}$ единичных измерений тепловых эквивалентов для пустого адиабатического калориметра и калориметра с бериллием вычисляют по формулам:

$$S_{W\,1ед} = \sqrt{\frac{\sum(W_1 - \overline{W_1})^2}{(n_1 - \nu_1)}},\ S_{W\,2ед} = \sqrt{\frac{\sum(W_2 - \overline{W_2})^2}{n_2 - \nu_2}}, \qquad (Г.7)$$

где $\overline{W_1}$ — значение теплового эквивалента адиабатического калориметра с бериллием, соответствующее значению полинома при заданной температуре;

$\overline{W_2}$ — значение теплового эквивалента пустого адиабатического калориметра, соответствующее значению полинома при заданной температуре;

n_1 — число измерений теплового эквивалента адиабатического калориметра с бериллием;

n_2 — число измерений теплового эквивалента пустого адиабатического калориметра;

$\nu_1 = l_1 + 1$ — степень полинома l_1 с учетом свободного члена для измерений теплового эквивалента адиабатического калориметра с бериллием;

$\nu_2 = l_2 + 1$ — степень l_2 полинома с учетом свободного члена для измерений теплового эквивалента пустого адиабатического калориметра.

Абсолютное СКО измерений удельной теплоемкости определяют по формуле

$$S_{C_{\text{уд}}} = \frac{1}{m}\sqrt{S_{(W_1-W_2)}{}^2} = \frac{1}{m}\sqrt{S^2_{W1\text{ед}} + S^2_{W2\text{ед}}}\,. \tag{Г.8}$$

Относительное СКО $S_{\delta C_{\text{уд}}}$, измерений удельной теплоемкости бериллия определяют по формуле

$$S_{\delta C_{\text{уд}}} = \frac{S_{C_{\text{уд}}}}{C_{\text{уд}}} = \frac{\sqrt{S^2_{W1\text{ед}} + S^2_{W2\text{ед}}}}{W_1^* - W_2^*}, \tag{Г.9}$$

где W_1^*; W_2^* — средние значения тепловых эквивалентов для адиабатического калориметра с бериллием и пустого адиабатического калориметра во всем диапазоне измерений температуры.

Или в процентном выражении: $S_{\delta C_{\text{уд}}} = \dfrac{S_{C_{\text{уд}}}}{C_{\text{уд}}}\cdot 100\% = \dfrac{\sqrt{S^2_{W1\text{ед}} + S^2_{W2\text{ед}}}}{W_1^* - W_2^*}\cdot 100\%$.

Стандартная неопределенность по типу Аu_A равна [2] относительной СКО измерений удельной теплоемкости: $u_A = S_{\delta W}$.

Суммарную стандартную неопределенность u_C вычисляют по формуле

$$u_C = \sqrt{u_A^2 + u_B^2}, \tag{Г.10}$$

где u_B — неопределенность результата измерений, оцениваемая по типу В, приведена в паспорте на эталон.

Расширенную неопределенность для уровня доверия 0,95 определяют по выражению

$$U_p = k \cdot u_C, \tag{Г.11}$$

где k — принимают равным 2 при уровне доверия 95 %.

Г.2.2 Результаты оценки неопределенности измерений удельной теплоемкости

В таблице В.7 приведены измеренные значения тепловых эквивалентов пустого калориметра и калориметра с бериллием (обозначены индексом «э»), по которым осуществлялись определения полиноминальных зависимостей тепловых эквивалентов от температуры (обозначены индексом «п»).

Для определения полиноминальных зависимостей пустого калориметра и калориметра с бериллием применяли метод наименьших квадратов. В таблице Г.2 представлены результаты расчета неопределенности с учетом полученных полиномов и экспериментальных отклонений от них при соответствующих температурах.

Таблица Г.2 — Расчет неопределенности измерений удельной теплоемкости

Температура, °С	$W_{1э}$, Дж/К эксперимент	$W_{1п}$, Дж/К полином	$(W_{1п} - W_{1э})^2$, (Дж/К)^2	$W_{2э}$, Дж/К эксперимент	$W_{2п}$, Дж/К полином	$(W_{1п} - W_{1э})^2$, (Дж/К)^2
–13,212	264,463	264,4738	$1{,}08 \cdot 10^{-4}$	344,8705	342,400	6,10
–9,654	265,142	265,1651	$5{,}14 \cdot 10^{-4}$	343,8574	344,217	0,13
–4,325	266,134	266,1919	$3{,}31 \cdot 10^{-3}$	346,5658	346,858	$8{,}56 \cdot 10^{-2}$
–2,677	266,435	266,4123	$5{,}25 \cdot 10^{-4}$	347,4606	347,657	$3{,}84 \cdot 10^{-2}$
–0,091	266,902	266,9002	$3{,}21 \cdot 10^{-6}$	348,6979	348,892	$3{,}78 \cdot 10^{-2}$
6,385	268,043	268,0476	$2{,}19 \cdot 10^{-5}$	351,7636	351,899	$1{,}83 \cdot 10^{-2}$
8,929	268,481	268,4943	$1{,}87 \cdot 10^{-4}$	352,8132	353,047	$5{,}48 \cdot 10^{-2}$
16,818	269,803	269,8139	$1{,}28 \cdot 10^{-4}$	356,3084	356,498	$3{,}58 \cdot 10^{-2}$
26,949	271,427	271,4349	$6{,}87 \cdot 10^{-5}$	360,5969	360,700	$1{,}06 \cdot 10^{-2}$
36,960	272,957	272,9649	$6{,}03 \cdot 10^{-5}$	364,5777	364,623	$2{,}04 \cdot 10^{-3}$

Продолжение таблицы Г.2

Температура, °С	$W_{1э}$, Дж/К эксперимент	$W_{1п}$, Дж/К полином	$(W_{1п} - W_{1э})^2$, $(Дж/К)^2$	$W_{2э}$, Дж/К эксперимент	$W_{2п}$, Дж/К полином	$(W_{1п} - W_{1э})^2$, $(Дж/К)^2$
46,914	274,412	274,4091	$7{,}38 \cdot 10^{-6}$	368,1630	368,318	$2{,}40 \cdot 10^{-2}$
56,675	275,779	275,7843	$3{,}01 \cdot 10^{-5}$	371,9348	371,760	$3{,}07 \cdot 10^{-2}$
56,665	275,777	275,7683	$8{,}45 \cdot 10^{-5}$	371,9106	371,756	$2{,}38 \cdot 10^{-2}$
65,054	276,909	276,9016	$4{,}94 \cdot 10^{-5}$	374,6372	374,582	$3{,}06 \cdot 10^{-3}$
74,648	278,156	278,1543	$4{,}17 \cdot 10^{-6}$	377,8263	377,675	$2{,}30 \cdot 10^{-2}$
84,161	279,348	279,3294	$3{,}55 \cdot 10^{-4}$	380,8982	380,605	$8{,}59 \cdot 10^{-2}$
94,956	280,650	280,6558	$3{,}22 \cdot 10^{-5}$	383,7759	383,779	$8{,}12 \cdot 10^{-6}$
104,316	281,738	281,7363	$4{,}24 \cdot 10^{-6}$	386,6553	386,409	$6{,}06 \cdot 10^{-2}$
120,128	283,498	283,4981	$1{,}88 \cdot 10^{-7}$	390,7699	390,617	$2{,}33 \cdot 10^{-2}$
129,739	284,522	284,5185	$1{,}43 \cdot 10^{-5}$	393,1835	393,042	$2{,}01 \cdot 10^{-2}$
139,766	285,558	285,5616	$1{,}27 \cdot 10^{-5}$	395,5720	395,472	$1{,}00 \cdot 10^{-2}$
149,667	286,549	286,5507	$1{,}64 \cdot 10^{-6}$	397,8334	397,779	$3{,}01 \cdot 10^{-3}$
159,690	287,523	287,5253	$3{,}67 \cdot 10^{-6}$	400,2802	400,025	$6{,}52 \cdot 10^{-2}$
169,458	288,446	288,4461	$1{,}39 \cdot 10^{-7}$	402,2480	402,134	$1{,}31 \cdot 10^{-2}$
184,874	289,852	289,8521	$2{,}87 \cdot 10^{-7}$	405,2825	405,312	$8{,}47 \cdot 10^{-4}$
194,926	290,738	290,7359	$3{,}67 \cdot 10^{-6}$	407,2672	407,292	$5{,}98 \cdot 10^{-4}$
210,431	292,062	292,0615	$5{,}69 \cdot 10^{-7}$	410,1591	410,215	$3{,}13 \cdot 10^{-3}$
220,753	292,918	292,9182	$3{,}29 \cdot 10^{-7}$	411,9175	412,080	$2{,}63 \cdot 10^{-2}$
237,654	294,277	294,2776	$5{,}63 \cdot 10^{-8}$	414,9608	415,004	$1{,}86 \cdot 10^{-3}$
249,982	295,240	295,2340	$4{,}11 \cdot 10^{-5}$	416,9960	417,045	$2{,}36 \cdot 10^{-3}$
265,123	296,394	296,3962	$4{,}12 \cdot 10^{-6}$	419,4004	419,454	$2{,}90 \cdot 10^{-3}$
279,124	297,436	297,4372	$1{,}76 \cdot 10^{-6}$	421,5411	421,597	$3{,}08 \cdot 10^{-3}$
291,214	298,319	298,3043	$2{,}04 \cdot 10^{-4}$	423,3310	423,387	$3{,}10 \cdot 10^{-3}$
307,243	299,469	299,4727	$1{,}64 \cdot 10^{-5}$	425,6300	425,684	$2{,}86 \cdot 10^{-3}$
315,246	300,036	300,0358	$7{,}97 \cdot 10^{-8}$	426,7501	426,801	$2{,}57 \cdot 10^{-3}$
324,541	300,689	300,6894	$3{,}97 \cdot 10^{-7}$	428,0278	428,076	$2{,}36 \cdot 10^{-3}$
332,452	301,241	301,2414	$7{,}76 \cdot 10^{-8}$	429,1003	429,145	$1{,}96 \cdot 10^{-3}$
341,15	301,845	301,8459	$6{,}91 \cdot 10^{-7}$	430,2623	430,302	$1{,}61 \cdot 10^{-3}$
354,142	302,742	302,7421	$7{,}59 \cdot 10^{-8}$	431,9692	432,003	$1{,}12 \cdot 10^{-3}$
365,612	303,531	303,5306	$6{,}80 \cdot 10^{-7}$	433,4530	433,479	$6{,}50 \cdot 10^{-4}$
374,128	304,116	304,1167	$1{,}70 \cdot 10^{-7}$	434,5411	434,561	$4{,}10 \cdot 10^{-4}$
382,321	304,679	304,6795	$3{,}82 \cdot 10^{-7}$	435,5800	435,594	$2{,}01 \cdot 10^{-4}$
391,124	305,284	305,2837	$4{,}26 \cdot 10^{-8}$	436,6876	436,696	$6{,}61 \cdot 10^{-5}$
401,652	306,009	306,0106	$1{,}91 \cdot 10^{-6}$	438,0036	438,004	$2{,}79 \cdot 10^{-7}$

Продолжение таблицы Г.2

Температура, °С	$W_{1э}$, Дж/К эксперимент	$W_{1п}$, Дж/К полином	$(W_{1п} - W_{1э})^2$, $(Дж/К)^2$	$W_{2э}$, Дж/К эксперимент	$W_{2п}$, Дж/К полином	$(W_{1п} - W_{1э})^2$, $(Дж/К)^2$
412,521	306,761	306,7600	$1{,}23 \cdot 10^{-6}$	439,3546	439,347	$5{,}23 \cdot 10^{-5}$
423,987	307,559	307,5602	$9{,}57 \cdot 10^{-7}$	440,7743	440,759	$2{,}23 \cdot 10^{-4}$
431,842	308,110	308,1092	$2{,}42 \cdot 10^{-7}$	441,7451	441,725	$3{,}90 \cdot 10^{-4}$
442,112	308,835	308,8346	$2{,}01 \cdot 10^{-8}$	443,0149	442,989	$6{,}79 \cdot 10^{-4}$
457,564	309,939	309,9397	$1{,}87 \cdot 10^{-7}$	444,9298	444,896	$1{,}16 \cdot 10^{-3}$
465,987	310,549	310,5504	$1{,}04 \cdot 10^{-6}$	445,9785	445,941	$1{,}42 \cdot 10^{-3}$
474,354	311,162	311,1618	$2{,}17 \cdot 10^{-8}$	447,0246	446,984	$1{,}62 \cdot 10^{-3}$
482,321	311,752	311,7514	$5{,}54 \cdot 10^{-9}$	448,0263	447,984	$1{,}76 \cdot 10^{-3}$
490,682	312,378	312,3777	$2{,}27 \cdot 10^{-8}$	449,0850	449,042	$1{,}89 \cdot 10^{-3}$
501,231	313,179	313,1789	$5{,}87 \cdot 10^{-9}$	450,4321	450,389	$1{,}88 \cdot 10^{-3}$
511,112	313,942	313,9418	$1{,}52 \cdot 10^{-7}$	451,7078	451,666	$1{,}74 \cdot 10^{-3}$
524,236	314,976	314,9767	$1{,}59 \cdot 10^{-7}$	453,4265	453,390	$1{,}36 \cdot 10^{-3}$
531,946	315,595	315,5960	$2{,}36 \cdot 10^{-7}$	454,4505	454,418	$1{,}05 \cdot 10^{-3}$
540,224	316,270	316,2700	$2{,}43 \cdot 10^{-7}$	455,5633	455,537	$6{,}99 \cdot 10^{-4}$
549,876	317,072	317,0720	$2{,}53 \cdot 10^{-7}$	456,8793	456,862	$3{,}02 \cdot 10^{-4}$
561,227	318,034	318,0344	$6{,}63 \cdot 10^{-8}$	458,4548	458,451	$1{,}50 \cdot 10^{-5}$
569,122	318,717	318,7171	$6{,}86 \cdot 10^{-8}$	459,5697	459,577	$5{,}54 \cdot 10^{-5}$
583,121	319,958	319,9584	$1{,}30 \cdot 10^{-7}$	461,5886	461,620	$1{,}01 \cdot 10^{-3}$
590,172	320,598	320,5986	$5{,}35 \cdot 10^{-7}$	462,6271	462,673	$2{,}13 \cdot 10^{-3}$
599,121	321,425	321,4258	$7{,}06 \cdot 10^{-7}$	463,9672	464,034	$4{,}45 \cdot 10^{-3}$
–13,001	264,504	264,5023	$3{,}00 \cdot 10^{-6}$	342,1030	342,509	0,17
–5,040	266,003	266,0017	$1{,}66 \cdot 10^{-6}$	346,2086	346,509	$9{,}04 \cdot 10^{-2}$
–2,014	266,556	266,5548	$5{,}25 \cdot 10^{-7}$	347,7099	347,975	$7{,}05 \cdot 10^{-2}$
–2,015	266,555	266,5543	$1{,}18 \cdot 10^{-6}$	347,7145	347,975	$6{,}78 \cdot 10^{-2}$
0,011	266,920	266,9204	$3{,}21 \cdot 10^{-8}$	348,8355	348,941	$1{,}11 \cdot 10^{-2}$
50,032	274,855	274,8548	$1{,}99 \cdot 10^{-8}$	369,1057	369,436	0,11
100,087	281,251	281,2501	$1{,}09 \cdot 10^{-6}$	385,0981	385,234	$1{,}85 \cdot 10^{-2}$
150,021	286,584	286,5847	$1{,}55 \cdot 10^{-7}$	397,8822	397,859	$5{,}22 \cdot 10^{-4}$
199,988	291,176	291,1750	$4{,}73 \cdot 10^{-7}$	408,2955	408,263	$1{,}05 \cdot 10^{-3}$
249,011	295,165	295,1657	$9{,}57 \cdot 10^{-8}$	416,9206	416,886	$1{,}17 \cdot 10^{-3}$
300,009	298,952	298,9523	$5{,}14 \cdot 10^{-9}$	424,5169	424,657	$1{,}97 \cdot 10^{-2}$
349,978	302,455	302,4555	$1{,}90 \cdot 10^{-8}$	431,3006	431,461	$2{,}58 \cdot 10^{-2}$
399,982	305,894	305,8942	$4{,}28 \cdot 10^{-8}$	437,7099	437,797	$7{,}61 \cdot 10^{-3}$
450,053	309,400	309,4003	$2{,}04 \cdot 10^{-8}$	444,0247	443,968	$3{,}28 \cdot 10^{-3}$

Окончание таблицы Г.2

Температура, °С	$W_{1э}$, Дж/К эксперимент	$W_{1п}$, Дж/К полином	$(W_{1п} - W_{1э})^2$, $(Дж/К)^2$	$W_{2э}$, Дж/К эксперимент	$W_{2п}$, Дж/К полином	$(W_{1п} - W_{1э})^2$, $(Дж/К)^2$
500,001	313,085	313,0847	$2{,}34 \cdot 10^{-8}$	450,4270	450,231	$3{,}85 \cdot 10^{-2}$
550,032	317,085	317,0844	$6{,}33 \cdot 10^{-8}$	457,0540	456,883	$2{,}91 \cdot 10^{-2}$
599,998	321,507	321,5072	$7{,}88 \cdot 10^{-8}$	463,9409	464,169	$5{,}19 \cdot 10^{-2}$
$\Sigma(W_i - \overline{W}_i)^2$	—	—	$5{,}82 \cdot 10^{-3}$	—	—	7,70
$n_i - v_i$	77					
$S_{Wед}{}^2$ (эксперимент)	$7{,}6 \cdot 10^{-5}$			0,1		
$W_{ср}$, Дж/кг	293,831			410,389		
СКО, $S_{уд}$, %	0,3					
u_A, %	0,3					
u_B, %	0,004					
u_C, %	0,3					
$U_р$, %	0,6					

Г.2.3 Оценка достоверности данных по удельной теплоемкости

Оценку достоверности полученных данных по удельной теплоемкости бериллия проводили многократным повторением измерений в выбранном температурном диапазоне с последующей совместной обработкой и сравнением полиномиальной зависимости и значений полинома с данными, полученными в 2017—2019 гг.

Отклонения значений полинома от ранее полученных не превышают погрешности калориметра КА-С4 в данном температурном интервале.

Библиография

[1] Компан Т.А., Кулагин В.И., Власова В.В., Кондратьев С.В., Лукин А.Я., Пухов Н.Ф. Государственный первичный эталон единицы удельной теплоемкости твердых тел ГЭТ 60-2019 // Измерительная техника. — 2020. — № 6, — С.3—8

[2] Руководство по выражению неопределенности измерения/под ред. В.А. Слаева. — СПб.: ОНТИ ГП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» — 1999, 134 с.

УДК 536.413.2:661.666.2:006.354 ОКС 17.020

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

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.02.2024. Подписано в печать 11.03.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,77.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru