



УНИВЕРЗИТЕТ У БЕОГРАДУ  
ЕЛЕКТРОТЕХНИЧКИ ФАКУЛТЕТ

Ненад Степанић

**УНАПРЕЂЕЊЕ ПОСТУПКА ЗАШТИЂЕНЕ ТОПЛЕ ПЛОЧЕ ЗА  
ОДРЕЂИВАЊЕ ТОПЛОТНЕ ПРОВОДНОСТИ  
ТЕРМОИЗОЛАЦИОНИХ МАТЕРИЈАЛА**

Докторска дисертација

Београд, 2018.



UNIVERSITY OF BELGRADE  
SCHOOL OF ELECTRICAL ENGINEERING

Nenad Stepanić

**IMPROVEMENTS TO THE GUARDED HOT PLATE METHOD FOR  
THERMAL INSULATING MATERIALS THERMAL CONDUCTIVITY  
MEASUREMENT**

Doctoral Dissertation

Belgrade, 2018

Ментор: др Дејан Раковић, редовни професор у пензији, Електротехнички факултет,  
Универзитет у Београду

Чланови комисије:

др Ненад Милошевић, виши научни сарадник Лабораторије за термотехнику и енергетику  
Института за Нуклеарне науке “Винча”, Универзитет у Београду

др Иван Поповић, доцент, Електротехнички факултет, Универзитет у Београду

др Слободан Петричевић, ванредни професор, Електротехнички факултет, Универзитет у  
Београду

др Пеђа Михаиловић, ванредни професор, Електротехнички факултет, Универзитет у  
Београду

Датум одбране:

# **УНАПРЕЂЕЊЕ ПОСТУПКА ЗАШТИЋЕНЕ ТОПЛЕ ПЛОЧЕ ЗА ОДРЕЂИВАЊЕ ТОПЛОТНЕ ПРОВОДНОСТИ ТЕРМОИЗОЛАЦИОНИХ МАТЕРИЈАЛА**

## Резиме:

Ова докторска теза обухвата истраживачки рад на унапређењу мерења топлотне проводности термоизолационих чврстих материјала у Метролошкој лабораторији за температуру и термофизичке величине (МЛТВ) Института за нуклеарне науке ВИНЧА. Топлотна проводност се, као једна од најзначајнијих термофизичких величина чврстих материјала, мери различитим експерименталним методама. Метода која код слабо проводних материјала може обезбедити резултате са најмањом могућом мерном несигурношћу је метода заштићене топле плоче и она се као референтна користи у свим најзначајнијим националним метролошким лабораторијама у свету. Експериментална поставка којом се примењује ова метода је установљена у Институту ВИНЧА још 60-их година прошлог века и била је функционална до средине 80-их. Топлотна проводност термоизолационих материјала се у том периоду мерила са релативном мерном несигурношћу од 3 % до 10 %. У складу са убрзаним развојем МЛТВ почетком овог века, као и њеним каснијим признавањем као именоване националне лабораторије за термофизичке величине, приступило се ревитализацији експерименталне поставке и унапређењу поступка одређивања топлотне проводности. У оквиру рада на овој дисертацији је унапређена како сложена мерна апаратура кроз моделовање, израду и тестирање нових елемената и система, тако и калибрациони и мерни поступак и начин обраде мерних сигнала. Као резултат широког унапређења, данас се у Институту ВИНЧА топлотна проводност термоизолационих чврстих материјала може мерити са високом тачношћу и прецизношћу, тј. малом релативном мерном несигурношћу која достиже ниво од 2 %. Тим резултатом, који је потврђен преко међународног међулабораторијског поређења извршеног у оквиру *Eura-Thermal* пројекта, Метролошка лабораторија за температуру и термофизичке величине Института ВИНЧА се сврстала у ред значајних светских лабораторија те врсте.

**Кључне речи:** метода заштићене топле плоче, пренос топлоте кондукцијом, температура, термофизичке особине, топлотна проводност

**Научна област:** техничке науке; електротехника

**Ужа научна област:** електротехнички материјали и технологије

**УДК број:** 621.3

# **IMPROVEMENTS TO THE GUARDED HOT PLATE METHOD FOR THERMAL INSULATING MATERIALS THERMAL CONDUCTIVITY MEASUREMENT**

## Abstract:

This PhD thesis implies research on improving the thermal conductivity measurement of thermal insulations in the Metrological Laboratory for Temperature and Thermophysical Properties (MLTV) of the Institute of Nuclear Sciences VINČA. Thermal conductivity, as one of the most important thermophysical properties of solid materials, is measured by various experimental methods. A method that may provide results with a lowest possible measurement uncertainty for poorly conductive materials is the guarded hot plate method and it is used as a reference technique in all most important national metrology laboratories in the world. A related experimental setup was established at the Institute VINČA in the 1960s and was functional until the mid-80s. Thermal conductivity of thermal insulation materials was measured in this period with a relative uncertainty of 3 % to 10 %. In accordance with a fast development of MLTV at the beginning of this century, as well as its subsequent recognition as the designated laboratory for thermophysical properties, a revitalization of the experimental setup and an improvement of the corresponding measurement process began. Within the scope of this dissertation, the measurement apparatus was improved through modelling, designing and testing of new elements and systems, as well as through new calibration, measuring and data reduction procedures. As a result of these improvements, today, the Institute VINČA is capable to measure the thermal conductivity of insulation materials with a high accuracy and precision, i.e. with small relative uncertainties down to a level of 2 %. With this result, which was confirmed through an international inter-laboratory comparison performed within the framework of the *Eura-Thermal* project, the MLTV of the Institute VINČA has been ranked among the world's leading laboratories of this kind.

**Keywords:** guarded hot plate method, heat conduction, temperature, thermophysical properties, thermal conductivity

**Scientific field:** technical sciences, electrical engineering

**Field of research:** materials science

**UDK number:** 621.3

## Захвалница

Ова докторска дисертација је урађена у Лабораторији за термотехнику и енергетику Института за нуклеарне науке ВИНЧА под непосредним руководством др Ненада Милошевића, као и у оквиру реализације пројеката Министарства просвете, науке и технолошког развоја Републике Србије: ИИИ 42008 – *Оцена енергетских карактеристика и квалитета унутрашњег простора у зградама образовних установа у Србији са последицама на здравље*, руковођеног од стране др Жарка Стевановића и др Валентине Турањанин, пројекта ТР33036 – *Развој новог метеоролошког мерног стуба за карактеризацију турбулентних параметара ветра* под руководством др Вукмана Бакића. Кључни део истраживања представљених у овој дисертацији је изведен у оквиру међународног пројекта 14RPT05 – *Developing traceable capabilities in thermal metrology – Eura-Thermal*, финансираног кроз *European Metrology Programme for Innovation and Research (EMPIR) HORIZON 2020* програма. Захваљујем се свим сарадницима на указаном поверењу, помоћи и бројним драгоценим саветима.

Захваљујем се свом ментору проф. др Дејану Раковићу на подршци и инспирацији у критичним тренуцима израде ове дисертације.

Посебно се захваљујем свом непосредном руководиоцу у Институту ВИНЧА др Ненаду Милошевићу на несебичној подршци у сваком смислу.

Својој породици, супрузи Неди и сину Владану, захваљујем на стрпљењу и разумевању.

# САДРЖАЈ

<b>РЕЗИМЕ:</b> .....	<b>4</b>
<b>АБСТРАКТ:</b> .....	<b>5</b>
<b>1. УВОД</b> .....	<b>9</b>
<b>2. ПРЕГЛЕД ЛИТЕРАТУРЕ</b> .....	<b>13</b>
2.1. ПРЕГЛЕД ЕКСПЕРИМЕНТАЛНИХ МЕТОДА.....	14
2.1.1. <i>Стационарне методе</i> .....	14
2.1.2. <i>Нестационарне методе</i> .....	18
2.2. ПРЕГЛЕД РАЗВОЈА АПАРАТУРА ПО МЕТОДИ ЗАШТИЋЕНЕ ТОПЛЕ ПЛОЧЕ.....	22
2.3. ПРЕГЛЕД РАЗВОЈА МЕТРОЛОШКЕ СЛЕДИВОСТИ МЕТОДЕ ЗАШТИЋЕНЕ ТОПЛЕ ПЛОЧЕ .....	23
<b>3. МЕТОДА ЗАШТИЋЕНЕ ТОПЛЕ ПЛОЧЕ</b> .....	<b>26</b>
3.1. ЈЕДНОДИМЕНЗИОНИ ПРЕНОС ТОПЛОТЕ .....	26
3.2. ДВОДИМЕНЗИОНИ ПРЕНОС ТОПЛОТЕ – ЛОНГИТУДИНАЛНИ И ЛАТЕРАЛНИ .....	27
3.3. ПРОВОЂЕЊЕ ТОПЛОТЕ У АНИЗОТРОПНИМ И НЕХОМОГЕНИМ МАТЕРИЈАЛИМА .....	29
3.4. ТИПИЧНЕ ПОСТАВКЕ МЕРЕЊА ПО МЕТОДИ ЗАШТИЋЕНЕ ТОПЛЕ ПЛОЧЕ .....	31
3.5. ПРИМЕНА МЕТОДЕ ЗАШТИЋЕНЕ ТОПЛЕ ПЛОЧЕ КАО РЕФЕРЕНТНЕ МЕТОДЕ.....	32
<b>4. ОПИС АПАРАТУРЕ</b> .....	<b>35</b>
4.1. ПРВА ПОСТАВКА.....	35
4.1.1. <i>Централни мерни део</i> .....	36
4.1.2. <i>Напајање и термостатирање</i> .....	37
4.1.3. <i>Носећа конструкција са изолационом комором</i> .....	38
4.1.4. <i>Систем за аквизицију</i> .....	39
4.2. ДАЉА УНАПРЕЂЕЊА АПАРАТУРЕ .....	41
4.3. ЕТАЛОНИРАЊЕ МЕРИЛА ТЕМПЕРАТУРЕ.....	43
<b>5. ПОСТУПАК МЕРЕЊА И ОБРАДА ПОДАТАКА</b> .....	<b>46</b>
5.1. МЕРНА ПРОЦЕДУРА .....	46
5.1.1. <i>Одабир и припрема узорака</i> .....	46
5.1.2. <i>Постављање узорака</i> .....	47
5.1.3. <i>Извођење експеримента</i> .....	48
5.2. ПОСТУПАК ОБРАДЕ ПОДАТАКА .....	49
5.2.1. <i>Израчунавање на основу резултата мерења (идеалан модел)</i> .....	50
5.2.2. <i>Корекције на познате ефекте (реалан модел)</i> .....	52
5.2.3. <i>Хијерархија израчунавања несигурности</i> .....	56
<b>6. РЕЗУЛТАТИ МЕРЕЊА И ВАЛИДАЦИЈЕ</b> .....	<b>62</b>
6.1. ПРВО МЕРЕЊЕ СТАНДАРДНОГ РЕФЕРЕНТНОГ МАТЕРИЈАЛА <i>IRMM-440</i> .....	62
6.1.1. <i>Постављање узорака и редослед стационарних стања</i> .....	63
6.1.2. <i>Корекције и коначни резултати обраде прве валидације</i> .....	66
6.2. ДРУГО МЕРЕЊЕ СТАНДАРДНОГ РЕФЕРЕНТНОГ МАТЕРИЈАЛА .....	70
6.2.1. <i>Постављање узорака и редослед стационарних стања</i> .....	70
6.2.2. <i>Корекције и коначни резултати обраде друге валидације</i> .....	72
6.2.3. <i>Поређење два одређивања мерења топлотне проводности СРМ</i> .....	74
6.3. МЕРЕЊЕ ИЗВЕДЕНО У МЕЂУЛАБОРАТОРИЈСКОМ ПОРЕЂЕЊУ.....	78
6.3.1. <i>Постављање узорака и редослед стационарних стања</i> .....	79
6.3.2. <i>Корекције и коначни резултати обраде података</i> .....	82
<b>7. ЗАКЉУЧАК И ПЕРСПЕКТИВЕ</b> .....	<b>88</b>
<b>ЛИТЕРАТУРА</b> .....	<b>90</b>

<b>A.</b>	<b>ПРИЛОГ - ПРОГРАМ ЗА АКВИЗИЦИЈУ .....</b>	<b>98</b>
A.1.	ОПШТА НАМЕНА И КРАТАК ОПИС .....	98
A.2.	ИДЕЈНА РЕАЛИЗАЦИЈА .....	100
A.3.	ИЗГЛЕД И КОРИШЋЕЊЕ ГЛАВНОГ ПРОГРАМА .....	101
A.3.1.	<i>Одабир канала аквизиционе картице и њихових функција .....</i>	<i>103</i>
A.3.2.	<i>Постављање параметара мерења .....</i>	<i>105</i>
A.3.3.	<i>Унос директно прочитаних вредности (ДОВ).....</i>	<i>105</i>
A.3.4.	<i>Графички прикази таласних облика сигнала.....</i>	<i>106</i>
<b>Б.</b>	<b>ПРИЛОГ – ЕТАЛОНИРАЊЕ ТЕРМОПАРОВА У <i>IN SITU</i> УСЛОВИМА .....</b>	<b>108</b>
Б.1.	РЕАЛИЗАЦИЈА РЕШЕЊА .....	108
Б.2.	УПОРЕДНИ РЕЗУЛТАТИ ЕТАЛОНИРАЊА У КУПАТИЛУ И <i>IN SITU</i> .....	109
<b>В.</b>	<b>ПРИЛОГ – ПОРЕЂЕЊЕ ПЕРФОРМАНСИ ХЛАДЊАКА .....</b>	<b>113</b>
В.1.	ПОРЕЂЕЊЕ ДИНАМИЧКОГ ОДЗИВА СИСТЕМА ЗА ТЕРМОСТАТИРАЊЕ .....	113
В.2.	ПОРЕЂЕЊЕ СТАЦИОНАРНИХ ВРЕДНОСТИ У КОНТАКТУ СА УЗОРКОМ.....	116
<b>Г.</b>	<b>ПРИЛОГ – БУЏЕТ НЕСИГУРНОСТИ У ФОРМИ ТАБЕЛА .....</b>	<b>119</b>
Г.1.	СТРУКТУРА ТАБЕЛАРНЕ ФОРМЕ БУЏЕТА .....	119
Г.2.	ПРИМЕР ИЗРАЧУНАВАЊА НЕСИГУРНОСТИ У СТАНДАРДНОЈ ТАБЕЛАРНОЈ ФОРМИ БУЏЕТА .....	120
	<b>СТРУЧНА БИОГРАФИЈА.....</b>	<b>125</b>
	<b>ПРИЛОЗИ ЗА ДИГИТАЛНИ РЕПОЗИТОРИЈУМ НБС .....</b>	<b>126</b>



# 1. УВОД

Интересовање за проблеме топлотних процеса и њиховог контролисања расте са порастом становништва и потрошњом ограничених извора енергије. У савременом свету се енергетска ефикасност, односно оптимизација коришћења свих врста енергетских ресурса, поставља као један од најважнијих критеријума у областима где су чување, пренос и потрошња енергије од интереса. Како се у великом броју случајева потрошња енергије везује за коришћење топлоте у различитим околностима и срединама, познавање топлотних особина материјала и систематизација расположивих и нових података је од великог значаја, како за индустрију, тако и за истраживања у науци и инжењерству.

Од свих топлотних карактеристика материјала, топлотна проводност је можда прва изучавана особина. Још су људи у праисторији открили да неки материјали добро чувају топлоту (или хладноћу) дефинишући тиме ниво њихове топлотне проводности. У XIX веку транспорт топлотне енергије постаје посебна научна дисциплина, а данас се препознаје велики број области у којима се детаљно и посебно изучава овај сложени природни феномен за свако стање материјала, чврсто, течно или гасовито, стање плазме или фазног прелаза.

Као што је познато, пренос топлоте се одвија различитим природним механизмима, односно кондукцијом (провођењем), конвекцијом и зрачењем. Од врсте материјала и опсега температура у коме се врши транспорт топлоте зависи који ће механизам доминирати, а који ће бити мање изражен или чак непостојећи. Основни носиоци топлотне енергије код материјала у чврстом стању су слободни електрони, осцилације кристалне решетке, електромагнетно зрачење, дифузија и дрифтоско кретање електрона и шупљина и остале интеракције честица у материјалу. Код метала и легура (тј. свих електричних проводника) основни механизам преноса топлоте је посредством слободних електрона. Код диелектрика са кристалном структуром топлотна енергија се преноси углавном осцилацијама кристалне решетке (фононима), док се код материјала који су делимично или потпуно пропусни за инфрацрвено зрачење, као и код већине материјала на високим температурама, топлотна преноси највише електромагнетним зрачењем. Дифузија електрона и шупљина, као и транспорт енергије паровима електрон-шупљина су везани за транспорт топлоте у

полупроводничким материјалима, док је конвекција и/или зрачење доминантан пренос топлоте код течности и гасова.

Једначине којима се описују термодинамичка стања, складиштење, одавање и пренос топлоте садрже параметре који карактеришу посматрану средину, односно материјале. Те параметре називамо термофизичким особинама материјала и они се могу сврстати у три групе:

- термодинамичке топлотне особине као што су енталпија, специфична топлота, коефицијент топлотног ширења и др.;
- транспортне топлотне особине као што су топлотна проводност, топлотна дифузивност и др.
- радијационе топлотне особине као што су емисивност, транспарентност, рефлексија и др.

У термофизичке особине неки аутори сврставају и својства којима се не описују термодинамичка стања материјала, али које изразито зависе од температуре, као што је, на пример, специфична електрична отпорност. У том, ширем смислу, се скоро све механичке, електричне, магнетске или оптичке особине материјала могу сврстати у термофизичке.

Познавање топлотне проводности је од значаја у свим применама у којима постоји потреба да се контролише транспорт топлотне енергије провођењем, било ради постизања ефикасног преноса топлоте (на пример, код система за размену топлоте, грејних и расхладних система, хемијских или нуклеарних реактора, у процесној индустрији и слично), било ради спречавања размене топлоте (на пример, термоизолација у грађевинарству и индустрији). У Лабораторији за термотехнику и енергетику Института за нуклеарне науке ВИНЧА се тако већ више од 50 година експериментално одређује топлотна проводност чврстих материјала и једна од првих примењених техника је метода заштићене топле плоче на основу које је развијена оригинална апаратура 60-тих година прошлог века.

Метода заштићене топле плоче је референтна метода за одређивање топлотне проводности чврстих материјала и принципски је прилагођена својствима термоизолатора. Апаратура развијена у Институту ВИНЧА је око две деценије коришћена за испитивање термоизолатора, тј. до средине 80-их година прошлог века. Почетком овог века се након усвајања директиве Европске Уније *2002/91/EC* која се односи на енергетску ефикасност нових и постојећих зграда и која ће се касније увести у законодавство Републике Србије указала потреба за поновном инсталацијом референтне апаратуре за одређивање топлотне

проводности термоизолационих материјала. Међутим, имајући у виду стање постојеће опреме, као и постојање нових стандарда, било је јасно да је поред техничког оспособљавања постојећих и развоја нових делова апаратуре нужно поставити и нови приступ који подразумева јасно дефинисање мерних процедура, као и обраду експериментално добијених података по савременим метролошким принципима. У том смислу су постављени сложени задаци и теме истраживања ове дисертације.

Након уводног дела дисертације, преглед литературе од значаја за испитивање топлотне проводности материјала приказан је у другој глави. Дат је најпре кратак преглед теоријских доприноса у проучавању феномена провођења топлоте, затим преглед експерименталних доприноса у испитивању топлотне проводности и сродних величина, полазећи од поделе на стационарне и нестационарне методе и избор референци од значаја за израду дисертације, закључно са тренутним стањем по питању метролошке следивости испитивања.

Принцип на коме се заснива метода заштићене топле плоче је објашњен у трећој глави, почев од идеализованог случаја бесконачног равног зида, до решења проблема за случај материјала коначних димензија и граничних услова за које решење важи. Описане су опште варијанте мерне поставке по овој методи и укратко представљене карактеристике примењене методе, употпуњене могућим применама у својству референтне за преношење следивости мерења на друге методе.

Фазе осавремењавања постојећих и развоја нових делова апаратуре описане су четвртој глави. Најпре је описан начин довођења апаратуре у оперативно стање израдом неопходних носећих елемената и увођењем савремених компоненти у поставку, као и развој и инсталација нових хладњака. У завршном поглављу ове главе је описано оригинално решење за еталонирање сензора температуре примењено у оквиру унапређења система за мерење температуре.

Процедуре припреме и извођења мерења су описане у петој глави, као и процедура обраде података усклађена са савременим метролошким принципима. Дат је опис корекција на ефекте специфичне за примењену методу, као и начин процене несигурности резултата обраде експериментално добијених података на основу којих се саставља буџет мерне несигурности.

Опис експеримената изведених за потребе ове дисертације је приказан у шестој глави, почев од првог примењеног поступка валидације одређивањем топлотне проводности

референтног материјала када је апаратура доведена у функционално стање. Друга валидација, изведена након унапређења је такође описана у овој глави. Коначно, у овој глави су приказани и резултати добијени првим међулабораторијским поређењем извршеног у оквиру европског пројекта *Eura-Thermal*.

У закључном поглављу је сумиран допринос на унапређењу методе и коришћене апаратуре и указано је на могуће правце даљег развоја.

Након тога је дат списак свих коришћених референци.

Овој дисертацији су приложена четири додатка. Први додаток садржи опис програма сачињеног за подршку система за аквизицију апаратуре. Најпре је дат алгоритам извршења, чему следи опис главног програма и његових појединих функција. Други додаток приказује детаље реализације новог решења за еталонирање, као и резултате еталонирања сензора температуре новим поступком упоређене са еталонирањем на стандардан начин у условима репродуктивности. У трећем додатку су сумирани најзначајнији ефекти израде нових хладњака најпре кроз упоредни приказ динамичког понашања подсистема за термостатирање пре и после развоја нових хладњака, затим поређењем измерене хомогености температуре по површини у стационарном режиму при експерименту са постављеним узорцима. Коначно, четврти додаток садржи опис сложене табеларне форме за извођење рачунских радњи при одређивању вредности топлотне проводности са корекцијама на температурни дебаланс и процене проширене мерне несигурности резултата, употпуњен примером завршне прегледне табеле преузете из једног мерења.

## 2. ПРЕГЛЕД ЛИТЕРАТУРЕ

Провођење или кондукција је типичан механизам преноса топлоте код материјала у чврстом стању и у том процесу једну од најважнијих улога игра топлотна проводност. У научној и стручној литератури постоји изузетно велики број радова посвећених провођењу топлоте и топлотној проводности и они се у најопштијем смислу могу сврстати у теоријске и експерименталне.

Један од првих и до данас најважнијих теоријских доприноса у области провођења топлоте у чврстим телима дали су *Carlslaw* и *Jaeger* [1]. У њему су детаљно и математички ригорозно објашњени процеси како стационарног и нестационарног, тако и линеарног и нелинеарног провођења топлоте за различите граничне и почетне услове и координатне системе и то коришћењем различитих математичких метода. Поред овог доприноса вреди издвојити сличне и исто тако значајне радове *Özişik*-а [2] и *Tritt*-а [3]. Наведени извори представљају одличну базу за развијање математичких модела провођења топлоте који одговарају различитим почетним и граничним условима који се могу јавити у пракси.

Са друге стране, експериментални доприноси у области провођења топлоте се везују за мерења у условима реалних средина или посебно дефинисаним и подешеним условима експерименталних истраживања у које спада и термофизичка карактеризација материјала. Како је овај рад посвећен мерењу топлотне проводности чврстих материјала, у поглављу 2.1 су описани доприноси који се односе на релевантне експерименталне методе, док је у поглављу 2.2 дат преглед оних доприноса који се односе на методу заштићене топле плоче. Како је последњих деценија развој опште метрологије ишао у правцу обезбеђивања универзално прихваћене следивости мерења, тако су и у области одређивања топлотне проводности материјала публиковани многобројни радови везани за метролошку следивост, што ће бити представљено у поглављу 2.3.

## 2.1. Преглед експерименталних метода

Методе за одређивање топлотне проводности чврстих материјала могу бити сврстане у две групе, стационарне и нестационарне [4]. У значајном доприносу у два тома Маглића и сарадника [5]-[6], дат је свеобухватан преглед мерних метода, са обиљем примера и предложених решења који се могу применити у пракси. Један такав преглед урадили су *Kubičár* и *Boháč* [7] за нестационарне методе, а у новије време један општи преглед дали су *Tritt* и *Weston* [8], као и *Buck* и *Rudtsch* [9]. Преглед метода дат је и у магистарском раду аутора дисертације [10], а један новији пресек стања постојећих метода, лабораторијских ресурса и стандарда за мерење топлотне проводности за подручје Европе и Кореје су урадили *Hammerschmidt* са сарадницима [11].

### 2.1.1. Стационарне методе

Најзначајније стационарне методе за одређивање топлотне проводности чврстих материјала које се помињу у литератури [5] су: метода радијалног тока, метода аксијалног тока, метода заштићене топле плоче, метода са директним електричним грејањем, компаративна метода, а од метода ограничене намене као значајне су издвојене *panel test* и *hot box* метода.

*Метода радијалног тока* се користи у широком опсегу температура, обично на узорцима средње до мале топлотне проводности у чврстом стању, компактне или зрнасте структуре. Код ове методе узорак је дугачак шупаљ цилиндар полупречника  $r_1$  и  $r_2$ , у чијој се оси налази грејач облика танке жице (или шипке) дужине  $l$ , а окружен је такође цилиндричним хладњаком са течномшћу или грејачем, зависно од радне температуре. Топлотна проводност се добија решавањем Фуријеове једначине у цилиндричној геометрији за бесконачан узорак и рачуна се по формули:

$$\lambda = \frac{P}{2\pi l} \frac{\ln(r_1 / r_2)}{T_1 - T_2}, \quad (2.1.1)$$

где су  $T_1$  и  $T_2$  температуре измерене у тачкама са радијалном координатом  $r_1$  и  $r_2$ , респективно, док је  $P$  – топлотни флуks ослобођен у грејачу

Предности ове методе има више: нема радијативне размене топлоте са околином, мала мерна несигурност (од 3 % до 15 %), велики опсег топлотне проводности (од  $10^{-2} \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$  до  $200 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ , тј. од добрих изолатора до добрих проводника, од синтерованих керамичких материјала до метала и њихових легура), велики опсег температура (од собних до 2770 К).

Ипак, ова метода има више ограничења: димензије узорка на којима се мерење изводи су велике, постоји проблем постизања хомогености релативно великог узорка, проблем обезбеђивања и постизања стационарности услова мерења, а уз то мерење може бити дуготрајно и неекономично.

*Метода са аксијалним током топлоте* је једна од најраније уведених метода и најчешће је коришћена све до 60-тих година прошлог века када је дошло до значајног развоја нестационарних метода. Заснива се на решењу Фуријеове једначине за случај адијабатски изолованог проводника бесконачне дужине, из чега се добија формула за топлотну проводност:

$$\lambda = \frac{P}{A} \frac{\Delta l}{\Delta T}, \quad (2.1.2)$$

где је  $P/A$  специфични топлотни флуks кроз попречни пресек узорка  $A$  у јединици времена, а  $\Delta l/\Delta T$  је реципрочна вредност градијента температуре дуж узорка. Апаратура се у основи састоји из узорка у облику призме или цилиндра, на чијем је једном базису извор топлоте, а на супротном топлотни понор. Овом методом покрива се широк опсег топлотних проводности – од  $0,5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$  до  $500 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$  (слаби и добри електрични/топлотни проводници) на радним температурама од 4 К до 1000 К. Типична несигурност која се постиже овом методом је од 1 % до 5%, док на опсегу 77 К до 100 К ова метода има најмању мерну несигурност (0,5 % до 2 %).

Поред мале мерне несигурности и широког опсега топлотних проводности на које се може применити ова метода, предност је и у једноставности математичког модела, све величине у једначини (2.1.2) се директно мере, а могуће је симултано мерење електричних својстава узорка. Главни недостатак је и овде дуготрајност мерења, притом са порастом температуре расте и утицај радијативних и конвективних латералних губитака, због чега се на средњим и повишеним температурама претежно примењује побољшана верзија – метода заштићене топле плоче.

*Метода заштићене топле плоче* је варијанта методе аксијалног тока топлоте прилагођена за најлошије проводнике топлоте, тј. термоизолационе материјале, при температурама блиским атмосферским, као и за топлотно слабопроводне материјале при високим температурама, до 1100 К. Математичка формула по којој се израчунава топлотна проводност је иста као за методу са аксијалним током топлоте (2.1.2), с тим да постоје значајне модификације апаратуре. Узорак је призма или цилиндар мале висине и велике

површине. Код неких апаратура топлотни извор (грејач) се налази у сендвичу између два идентична узорка, а све то се налази између два хладњака на једнакој температури (сендвич структура).

Иако су димензије прилагођене малој топлотној проводности материјала, губици са мале латералне површине могу бити релативно велики. Једна значајна особина ове методе (и једина суштинска разлика од методе аксијалног тока) је постојање ко-планарног заштитног прстена са грејачем, који смањује латералне губитке топлоте, који се често додатно компензују другим латерално постављеним грејачима. Постављање додатних грејача има за циљ да се обезбеди хомогеност флукса у узорку, тј. да еквипотенцијалне површине буду равне и паралелне са базама узорка.

Метода заштићене топле плоче је референтна за материјале топлотне проводности мање од  $5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$  и примењује се на радним температурама од 80 К до 1100 К. Предности ове методе су: једноставан математички модел, мала мерна несигурност (1 % до 10 %), теоријски добро обрађене корекције резултата мерења, директно мерење дужине, електричне снаге и температуре. Недостаци: неизбежни губици топлоте, дуготрајно мерење (од неколико до више од 100 часова), масивна апаратура, сложена поставка мерења, услов да узорак буде хомоген (мада се мерења овом методом раде и за нехомогене узорке, с тим да се тада подиже граница минималних димензија узорка).

Развијен је релативно велики број *метода са директним електричним грејањем* за мерење топлотне проводности метала и других проводника електричне струје. Узорак је у облику жице или цилиндра и кроз њега се пропушта једносмерна струја, која доводи до омског загревања узорка. Из расподеле температуре дуж узорка и/или по попречном пресеку могу се одредити топлотна проводност, дифузивност, електрична отпорност, а код неких метода и хемисферна тотална емисивност. Варијанте се разликују најпре по усвојеном физичком моделу, односно степену апроксимације транспортне једначине у узорку, затим пема избору тачака у којима се мери температура, броју узорка (један или два), обради резултата (аналитички, нумерички, итеративно) итд. Топлотна проводност мерених узорка се креће од  $10 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$  до  $200 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$  а радни опсег је од собних температура до 3000 К. Мерна несигурност је од 2 % до 10 %.

Предности ових метода има више: није потребан спољашњи извор топлоте, рад на веома великим радним температурама, релативно брзо достизање стационарног стања, а



могуће је симултано мерење више својстава материјала. Ипак, ове методе су ограничене примене – само на електрично проводне и хомогене материјале у чврстом агрегатном стању.

*Компаративне методе* су сличне методама аксијалног тока и заштићене топле плоче. Код ових метода се користе два редно постављена узорка кроз које се пропушта једнак топлотни флуks (непознат). Уколико је топлотна проводност референтног узорка  $\lambda_E$ , површина попречног пресека  $A_E$  и градијент температуре  $\Delta T_E/\Delta l_E$ , упоређивањем Фуријеове једначине (2.1.2) за референтни и мерни узорак при услову једнаког флуksа се добија  $\lambda A(\Delta T/\Delta l) = \lambda_E A_E(\Delta T_E/\Delta l_E)$ , одакле и формула за топлотну проводност узорка  $\lambda_E$ . Једнакост топлотног флуksа кроз оба узорка се обезбеђује слично методи од које је изведена, на пример, заштићене топле плоче.

Ова метода се користи за најшири спектар материјала – од веома лоших проводника топлоте до метала (све врсте материјала у чврстом стању, од  $0,2 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$  до  $200 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ ), у широком опсегу температура (од 0 K до 1000 K) и представља основ већине комерцијално расположивих инсталација. Највећа предност компаративне методе је њена једноставност. Поред тога, избегава се тачно мерење релативно малих количина топлоте (своди се на мерење дужине и температуре), а вреди поменути и разноврсност геометрије (радијална, аксијална, равна), разноврсност материјала, могућност серијске контроле квалитета. Ипак, и овде постоји проблем постизања стационарног стања и обезбеђивања адијабатских услова (као код заштићене топле плоче), узорци морају бити блиских топлотних проводности, а мерна несигурност је већа него код других метода.

*Panel test* метода се примењује још од 20-тих година прошлог века и нарочито је прилагођена ватросталним материјалима. По функцији, овај систем је калориметријски уређај са воденим током. Тачније, хладна страна узорка је фиксирана калориметром, док је температура топле стране, тиме и средња температура узорка, успостављена планарним електричним грејачем. Температура хладне стране може бити повишена уметањем танког изолационог слоја између узорка и воденог калориметра, али ова операција може довести до додатних губитака топлоте.

Описани приступ је аналоган радијалној методи са цилиндричним узорцима и „ка унутра“ протоком топлоте, с том разликом да овде постоји захтев да узорак буде у облику плоче. Пошто је температура хладног краја фиксирана на релативно ниској вредности, могу доћи до изражаја два недостатка: (1) чак и релативно ниске средње температуре узорка могу бити постигнуте само значајним загревањем топле стране узорка, и (2) мерена топлотна

проводност представља средњу вредност по свим температурама које постоје у запремини узорка, стога значајне нелинеарности топлотне проводности у односу на температуру доводе до погрешних резултата. Ипак, овај метод је принципски једноставан, врло прилагодив и релативно лак за коришћење када се траже подаци са инжењерском тачношћу, типично 10 %. Примењује се на материјале средње и мале топлотне проводности, од  $0,05 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$  до  $15 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ , на опсегу температура од 400 К до 1350 К.

*Hot box* метода је првенствено намењена испитивању топлотне кондуктансе (тзв. *U*-вредности) компоненти и система коришћених у грађевинарству (опсег топлотне проводности од  $0,2 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$  до  $5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ , радне температуре од  $-20 \text{ }^\circ\text{C}$  до  $40 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Апаратура је облика шупље призме (кутије). Узорак је зид којим је унутрашњост призме подељена на два дела, у којима се одржавају температура, влажност и проток ваздуха са сваке стране зида. Простор са једне стране узорка је тзв. „хладна кутија“, а други је подељен на два потпростора: „мерна кутија“, тј. призма чија је једна страна део узорка (у овом делу се одржава температура на вредности вишој од оне у хладној кутији, мери се потрошња грејача који ту разлику температуре одржава) и „заштитна кутија“ која окружује мерну кутију са свих страна осим према узорку (у њој се одржава температура ваздуха једнака температури у мерној кутији, с тим да се не мери потрошња система за одржавање температуре). Ова метода је заснована на истом принципу на коме и метода заштићене топле плоче, с тим да се у њој симулирају услови експлоатације материјала (узорку се предаје и одводи топлота природном или стимулисаном конвекцијом).

Од предности ове методе треба поменути једноставност модела, лакоћу примене резултата мерења у пројектовању у грађевинарству, као и то што се директно мере величине од интереса (дужина, снага, температура). Недостаци који уопште важе за стационарне методе (дуготрајно мерење, остварење адијабатских услова на зидовима мерног дела, величина узорка, економичност мерења) су такође овде присутни.

### **2.1.2. Нестационарне методе**

Нестационарне методе су засноване на вези која постоји између промене температуре на узорку изложеном дејству временски променљивог извора топлоте (периодични, кратак импулс или јединична функција) и топлотне дифузивности материјала од кога је сачињен узорак. Топлотна дифузивност  $\alpha$  је у линеарној вези са топлотном проводности, специфичном топлотом при константном притиску  $c_p$  и густином  $\rho$  као

$$\alpha = \frac{\lambda}{\rho c_p} \quad (2.1.3)$$

Једна од данас најзаступљенијих метода за одређивање топлотне проводности преко мерења топлотне дифузивности је бесконтактна *ласерска импулсна метода*. Установљена је још почетком 60-тих година прошлог века и од тада добија мноштво варијанти, према могућностима и потребама лабораторија, својствима материјала чија се топлотна својства испитују и слично. Узорак код ове методе је мали (облика диска, до 10 mm у пречнику) и нетранспарентан за топлотно зрачење. Са једне стране узорка се зрачењем саопштава импулс енергије (бљескалицом или ласером) која се у врло кратком времену претвара у топлоту, а на супротној или истој страни се прати промена температуре у времену. Температура се мери на различите начине, термопаровима, радијационим термометрима, фотодетекторима, *CCD* детекторима и др. Ласерска импулсна метода се примењује код узорака чија је дифузивност од  $10^{-6} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$  до  $10^{-3} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$ , са мерном несигурношћу од испод 1 % до 10 % и у температурном опсегу од 80 K до 2000 K.

Предности ове методе су примена на различите материјале – од добрих проводника до добрих изолатора (хомогени, али и композитни, вишеслојни и анизотропни материјали), затим кратко трајање мерења, једноставна експериментална поставка, бесконтактно грејање, мале димензије узорка и др., док су мане индиректно мерење топлотне проводности преко мерења топлотне дифузивности и познавања специфичне топлоте и густине материјала, сложена анализа несигурности, безбедност при руковању ласерима, сложена и скупа инструментација.

Различите контактне нестационарне методе су се последње деценије XX века значајно развиле захваљујући напретку на пољу аквизиције и дигиталне обраде података, као и технологије израде извора топлоте (грејача). Методе из ове класе могу се разврстати на транзијентне методе, периодичне методе и методе са извором малог топлотног капацитета.

*Транзијентне методе* су развијене релативно рано (од 1860-тих година) као резултат настојања да се „убрзају“ стационарне методе. Наиме, вредност за топлотну проводност се може добити из промене температуре у времену приликом промене режима рада из једног стационарног стања у друго. За ове методе се обично не развија посебна апаратура тако да се такође могу назвати „прелазним режимима рада“ одговарајуће апаратуре, ипак, обрада података је другачија и много сложенија него обрада података из „стационарних режима“ што оправдава класификацију транзијентних као засебне класе метода. Опсег радних

температура је исти као код одговарајућих стационарних метода, док је несигурност по правилу већа. Предност транзијентних метода је у трајању мерења које је вишеструко краће.

*Периодичне методе* су настале у време кад и транзитне методе, такође као варијанте стационарних метода. Топлотна побуда је периодична функција (синусна или поворка импулса), и на основу слабљења амплитуде и/или фазне разлике температурних таласа измерених у две тачке њиховог простирања може се одредити топлотна дифузивност и, посредно, топлотна проводност. Постоје варијанте у аксијалној и радијалној геометрији, а топлота се може предавати узорку контактним путем (електро-отпорним грејачем) или бесконтактно (фокусираним амплитудски модулисаним светлосним или електронским снопом). Користе се за различите материјале, од топлотних изолатора до проводника, на радним температурама до 2000 К.

Предности ових метода су могућност испитивања анизотропних узорака, узорака са танким слојевима и другим врстама композитних материјала и одређивање више својстава материјала истовремено. Недостаци су индиректно мерење, већа мерна несигурност, проблем стабилизације амплитуде и фреквенције извора топлоте, динамичке карактеристике мерила температуре и сложена математичка анализа.

*Методе са извором топлоте малог топлотног капацитета* су резултат технолошког напретка производње минијатурних извора топлоте у технологији танких филмова, иако је најстарија из те врсте – метода са линијским извором топлоте – развијена још средином XX века. Ове методе се међу собом разликују по облику извора топлоте (жица, трака, кугла или диск), чиме се дефинише геометрија система и математички модел којим се долази до тражене величине. Мали топлотни капацитет, тиме и мала временска константа грејача омогућује њихов брз одзив, тако да се могу изводити мерења са различитим временским обликом топлотне побуде (јединична функција, краткотрајан или дуготрајан импулс, линеаран или тестераст облик, синусоида и др.), тако да су ове методе примењиве како за нестационарна, тако и стационарна мерења.

Најпознатија од метода са извором топлоте малог капацитета је *метода са линијским извором топлоте* (енг. *hot wire*). Она је најпре развијена за мерење топлотне проводности керамичких материјала, али се показала погодном за мерење прашкастих и зрнастих материјала, испитивање земљишта, али и течности и гасова. Заснива се на одређивању температурног поља у полубесконечном телу у које је урођен линијски грејач који производи топлоту, константну по јединици дужине грејача и у времену, који истовремено

служи и као сензор температуре. Температурно поље се најчешће мери термопаровима на извесном одстојању од осе у којој је грејач. Топлотна проводност тела се добија из познатог топлотног флукса грејача и промене температуре тела у некој тачки у току времена, која је за побуду облика јединичне функције дата формулом

$$\lambda = \frac{q}{4\pi(T_2 - T_1)} \ln \frac{\tau_2}{\tau_1}, \quad (2.1.4)$$

где је  $q$  топлотни флукс по јединици дужине и времена, а  $T_2 - T_1$  је разлика температуре у тренуцима  $\tau_2$  и  $\tau_1$ , респективно. Другим временским обликом струје кроз грејач (импулс, поворка импулса и др.) могу се добити другачије формуле за израчунавање топлотне дифузивности и проводности. Метода се примењује код слабих топлотних проводника (мање од  $5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ ), од собних температура до  $1200 \text{ K}$  са мерном несигурношћу од  $3 \%$  до  $15 \%$ . Постоје многе занимљиве модификације ове технике, једна од тих је изведба у виду топлотне сонде (тзв. „*heat probe method*“) у којој се проводност узорка одређује на основу одзива сензора топлотног флукса/температуре и грејача скупљених у кошуљицу танке и дугачке сонде која се урања у испитивани материјал. Ова метода се конвенционално примењује код материјала мале проводности у прашкастим и сличним материјалима.

Предности методе са линијским извором топлоте су да је мерење краткотрајно, постижу се задовољавајући резултати малим градијентом температуре, могућа је детекција радијације или конвекције, а нарочита погодност је примењивост методе на узорцима *in situ*. Највећи недостаци су, међутим, сложен математички модел и анализа резултата, велика мерна несигурност, а нарочито ограниченост избора материјала за израду грејача.

Широка примена методе са линијским извором топлоте је инспирисала истраживаче да развију методе по истом принципу, само са различитим облицима извора топлоте. Тако се у литератури помињу тзв. *hot strip*, *hot disc* и *hot ball* методе које користе грејаче облика траке, диска, односно кугле, сразмерно малих димензија у односу на димензије узорка. На основу познавања потрошње грејача и временске промене температуре у једној тачки на познатом одстојању од грејача, за познато решење за простирање топлоте у полубесконечној средини, може се добити вредност топлотне проводности. Све предности и недостаци методе са линијским извором топлоте важе и за ове методе, с тим да су метода са тракастим извором топлоте, као и са извором топлоте облика диска и кугле, погодније за плочасте или слојевите узорке, а метода са линијским извором топлоте на прашкасте и зрнасте материјале.

## 2.2. Преглед развоја апаратура по методи заштићене топле плоче

За реализацију апаратура по методи заштићене топле плоче, многи аутори су полазили од препорука из референце [5], стр. 11-60, тј. општег садржаја о методама аксијалног тока са или без заштитног прстена и заштитне облоге којег је написао *Laubitz*, као и препорука из исте референце, стр. 169-230, коју је написао *Klarsfeld* и које се односе само на методу заштићене топле плоче. У референци [6], стр. 99-132, *De Ponte*, *Langlais* и *Klarsfeld* су представили детаље реализације и анализу перформанси једне референтне апаратуре.

У протекле две деценије постоји тренд описивања већ развијених модела апаратуре на савремен начин обogaћено тестовима перформанси на основу којих се будућа унапређења и развој нових модела могу поредити са ранијим. *Hemminger* и *Jugel* [12] су тако описали једнострану апаратуру за високе температуре немачког метролошког института, *PTB. Deu* и сарадници [13] су описали развој једне специфичне апаратуре, а у [14] је дат општији опис модела. Слично, *Healy* и *Flynn* [15] су представили развој нове референтне апаратуре за амерички метролошки институт, *NIST*. Пројекције развоја нових модела дали су и *Flynn* са сарадницима [16], а *Stacey* [17] је представио модел вакуумске апаратуре развијене у британском метролошком институту, *NPL. Filtz, Hay* и *Hameury* [18] су 2011. године представили ревизију лабораторијских капацитета француског метролошког института, *LNE*, и предложили пројекције будућег развоја мерних капацитета за топлотну проводност и остале термофизичке величине. Један резултат најављених промена дали су *Scoarnes* и сарадници у референци [19].

Проширење опсега радних температура методе и врста материјала је сталан процес и у литератури постоји доста објављених радова са том темом. Тако су, на пример, *Sanjaya* и сарадници [20] предложили решење за коришћење асиметрично оптерећене двостране заштићене топле плоче (слично компаративној методи) и добијање резултата регресијом, затим су *Kobari* и сарадници у [21] представили апаратуру са Пелтијеовим елементима уместо грејача, док су *Dubois* и *Lebeau* [22] представили развој новог модела апаратуре прилагођеног узорцима од биомасе.

Када су у питању решења за кориговање неидеалности апаратуре, референце из прошлости су једнако актуелне као и савремене публикације. Анализа ивичних губитака коју су извели *Woodside* и *Wilson* [23], а проширио *Donaldson* [24] је и данас полазна тачка у разматрању овог феномена. Такође, *Peavy* и *Rennex* [25] су дали допринос у објашњењу ивичних ефеката. *Pratt* [26], и касније, *Pham* и *Smith* [27] су се бавили проблемима

температурног дебаланса топле плоче и губицима топлоте у карактеристичном зазору, док је *Schumann* [28] представио решење за *in situ* калибрацију сензора температуре.

Практични део израде ове дисертације је синтеза раније развијеног експерименталног решења, референци [29]-[31], такође описаног у [32], са искуством аутора дисертације и сарадника на унапређењу сличних апаратура у референцама [33]-[36], учешћем у развоју једног новог модела представљеног у референци [37], као и развијене подршке мерењима у виду програмских решења документованих у референцама [38]-[40]. Део резултата који су у вези са израдом ове дисертације је публикован у [41]-[42], преглед текућег развоја је представљен у [43], док је у [44] и [45] приказан развој сопственог решења за *in situ* еталонирање сензора температуре. Један део истраживања је такође садржан у презентацији *Eura-Thermal* пројекта [46] коју је дао *Filtz* са сарадницима [47], резултати валидације апаратуре применом референтног материјала су показани у [48].

### **2.3. Преглед развоја метролошке следивости методе заштићене топле плоче**

Током последње две деценије дошло је до пораста интересовања да се домен испитивања транспортних термофизичких својстава активније укључи у међународни систем метрологије под окриљем Међународног бироа за тегове и мере (фр. *Bureau International des Poids et Mesures – BIPM*). У склопу тих активности питање метролошке следивости експерименталних резултата је у првом плану и то на свим пољима: доказивању следивости мерења у формалном смислу, стандардизовању терминологије [49], прорачуна несигурности по Водичу за изражавање несигурности мерења (енгл. *Guide for Expression of Uncertainty in Measurement – GUM*) [50], такође потврдом следивости посредством референтних материјала и учешћем у међулабораторијским поређењима. У складу са питањем следивости у овој области 2000. године су *Ono* са сарадницима [51] и касније *Baba* са сарадницима [52] направили преглед текућег стања у овој области, истакавши потребу и правце глобалног обједињавања расположивих ресурса у форми базе података. *Baba* [53] је дао један такође значајан преглед питања исказивања метролошке следивости на различитим нивоима, од узорка посматраног материјала до материјала у општем смислу, са импликацијама на изражавање несигурности. Прегледне радове који се посебно односе на топлотну проводност дали су *Hammerschmidt* са сарадницима [11] и *Filtz* са сарадницима [54].

Значајан допринос у вези са прилагођавањем приказивања резултата мерења по Водичу за изражавање мерне несигурности [50] дао је *Hammerschmidt* у серији чланака од којих један [55] садржи примену стандардне процедуре процене несигурности топлотне проводности за случај апаратуре једностране заштићене топле плоче немачког *PTB*. Са друге стране, *Zarr* [56] је представио анализу мерне несигурности референтне апаратуре америчког *NIST*.

Током припрема за израду дисертације испитана је покривеност методе домаћим и међународним стандардима. У Србији је дуго био на снази стандард У.А2.020 [57] који је у међувремену замењен међународним *ISO 8302* стандардом [58]. Амерички *ASTM C177* [59], као и руски *ГОСТ 7076* [60] су такође били доступни. Примећено је, међутим, да сви стандарди, нарочито [58]-[59], остављају доста слободе како у пројектовању нових апаратура тако и у мерним процедурама и обради података, што је и разумљиво с обзиром на широку лепезу различитих материјала за испитивање и растућих метролошких захтева.

У општем смислу, метролошка следивост се потврђује непрекинутим низом доказа о следивости примењеног мерила или мерног система до релевантних *SI* (фр. *Système International (d'unités)*) јединица. Директан поступак остварења метролошке следивости назива се еталонирање и за мерила основних физичких величина је на глобалном нивоу развијен метролошки систем под окриљем *BIPM*. Тамо где није могуће остварити директна следивост еталонирањем примењује се поређење са референтним материјалима и/или организовање међулабораторијских поређења<sup>1</sup>.

Потенцијал методе заштићене топле плоче као референтне методе је добро познат, међутим, у историји је ретко примењиван, најпре због тешкоћа у организовању међулабораторијских поређења. Можда најупечатљивији пример сложености организовања тих догађаја представио је *Smith* [61] описујући процедуру одабира и налажења вредности топлотне проводности референтних материјала. У том раду је дат детаљан опис изведбе и резултате међулабораторијског поређења, са стакленом вуном као предметним материјалом, у форми вишеструке „*round-robin*“ шеме које је започето раних 80-тих, а завршено средином 90-тих година прошлог века. На значај међулабораторијских поређења и потребу за појачаном активношћу је указао *Salmon* [62] у свом прегледном чланку.

---

<sup>1</sup> У слободном тумачењу може се рећи да постоји „вертикална“ следивост која се остварује у низу еталонирања до *SI* јединица или референтним материјалом и „хоризонтална“ следивост која се остварује међулабораторијским поређењем.



Од новије литературе вреди истаћи извештај који су саставили *Zarr* и *Filliben* [63] о међулабораторијском поређењу на влакнастим термоизолационим материјалима у опсегу од 280 К до 320 К, затим резултате другог поређења које су представили *Hay* са сарадницима [64], као и резултате које су дали *Wu* и сарадници [65] у процедури испитивања кандидата за референтни материјал за високе температуре. *Rides* и сарадници [66] су направили поређење метода прилагођених пластикама, а као пример примене референтних материјала у сертификацији могу се узети резултати мерења топлотне проводности за три референтна материјала који су дали *Assael* са сарадницима [67]. Недавно су *Zarr* и *Pintar* [68] дали ревидирани извештај о сертификацији узорака референтног материјала – експандираног полистирена. Сертификација једног (европског) стандардног референтног материјала коришћеног при мерењима у овој дисертацији је описана у извештају [69], а резултати међулабораторијског поређења шест европских лабораторија на истом материјалу су представљени у референци [70].

Примена методе заштићене топле плоче као референтне при поређењу различитих метода је у порасту о чему сведочи број публикација новијег датума. Овде вреди поменути рад који су написали *Wulf* са сарадницима [71] у коме су различитим методама одређивали ефективну топлотну проводност калцијум-силиката при високом температурама. У раду [72] су *Salmon* и *Tue* представили резултате поређења стационарних и нестационарних метода за материјале у грађевини у опсегу температуре њихове примене, док су *Hudec* са сарадницима [73] представили резултате поређења добијене *hot ball* методом и методом заштићене топле плоче за узорке полиуретанске пене.

### 3. МЕТОДА ЗАШТИЋЕНЕ ТОПЛЕ ПЛОЧЕ

Принцип методе заштићене топле плоче (ЗТП) је да се обезбеде они експериментални услови дефинисани првим Фуријеовим законом провођења топлоте из којих је могуће одредити вредност топлотне проводности испитиваног материјала директним мерењем температуре, дужине и електричног напона. У овој глави је тако описан одговарајући теоријски модел методе, посебно прилагођен слабо-проводним и термоизолационим материјалима. Најпре је дато решење за идеализовани случај бесконачног зида, затим је објашњен случај узорака коначних димензија, приказано опште решење за експерименталну поставку, затим типичне конфигурације мерне апаратуре на основу којих је могуће развити практична решења и, коначно, кратак осврт на примену методе заштићене топле плоче као референтне у преношењу следивости на друге методе.

#### 3.1. Једнодимензиони пренос топлоте

За случај бесконачног равног зида – средине ограничене двома изотермним, паралелним и бесконачно равним површинама – компоненте вектора градијента температуре у Декартовом координатном систему, као на Слици 3.1.1, су

$$\frac{\partial T}{\partial x} \mathbf{i} = \frac{\partial T}{\partial y} \mathbf{j} = 0, \quad \frac{\partial T}{\partial z} \mathbf{k} \neq 0. \quad (3.1.1)$$

Уводећи граничне услове

$$\begin{aligned} z_1 &= 0, & T(0) &= T_1 \\ z_2 &= h, & T(h) &= T_2 \neq T_1 \\ \frac{\partial T_1}{\partial t} &= \frac{\partial T_2}{\partial t} = 0 \end{aligned} \quad (3.1.2)$$

и додатном претпоставком да је разлика  $T_2 - T_1$  довољно мала да се може узети да је ненулта компонента у (3.1.1) константна и не зависи од температуре, може се писати да је

$$\frac{\partial T}{\partial z} \mathbf{k} = \text{Const}. \quad (3.1.3)$$

Интеграцијом (3.1.3) под граничним условима (3.1.2) се добија решење за расподелу температуре у посматраној средини као

$$T(z) = T_1 + \frac{T_2 - T_1}{h} z \quad (3.1.4)$$

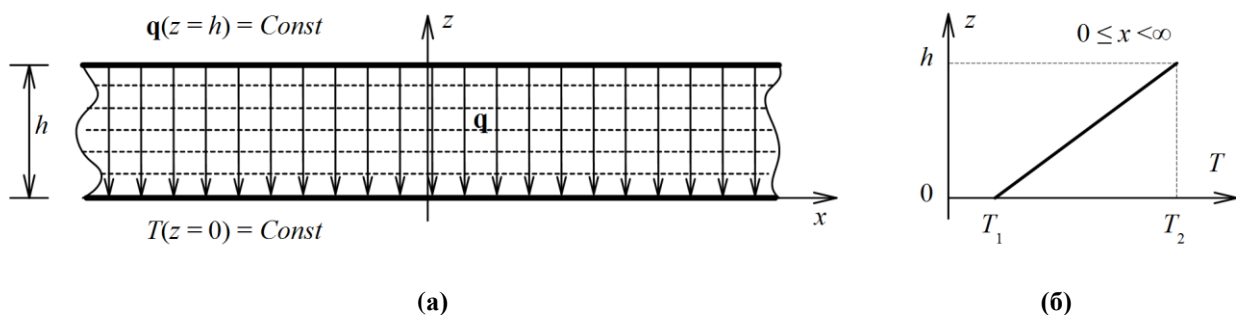
а Фуријеова једначина се може записати у скаларној форми као

$$q = \frac{Q}{At} = -\lambda \frac{dT}{dz}, \quad (3.1.5)$$

где је  $A$  површина нормална на правац градијента топлоте, а  $Q$  је количина топлоте која се у равнотежном стању преноси кроз површину  $A$ . Диференцирањем (3.1.4) и сменом у (3.1.5) добија се формула

$$\frac{Q}{At} = \frac{P}{A} = -\lambda \frac{T_2 - T_1}{h}, \quad (3.1.6)$$

из које се може уочити физички смисао величине  $\lambda$ : Топлотна проводност,  $\lambda$ , представља вредност протока топлоте кроз средину ограничену двома паралелним бесконачним равнима и изложена градијенту температуре (промени температуре по јединици дужине).



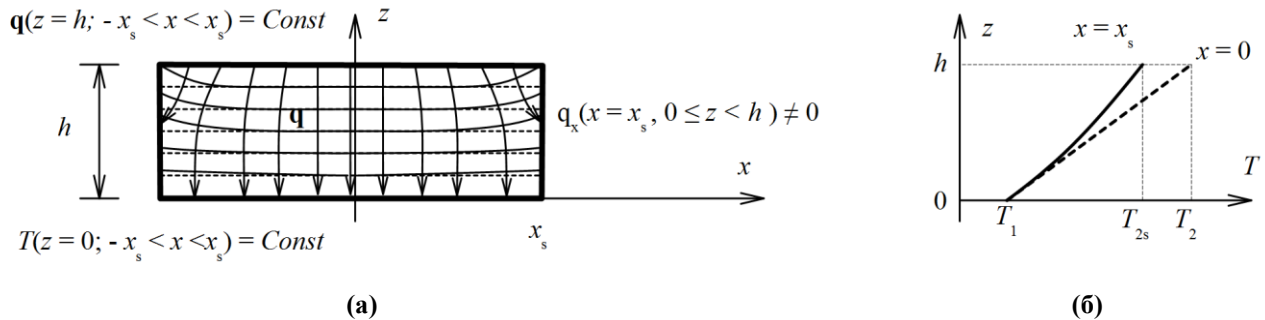
Слика 3.1.1. (а) Пренос топлоте кроз бесконачни зид. (б) Промена температуре по оси  $z$ .

Вредност топлотне проводности добијена из једначине (3.1.6) је валидна само ако је задовољена једначина (3.1.3), односно ако је топлотна проводност константна и топлотно поље једнодимензионално и хомогено у свакој тачки посматране средине.

### 3.2. Дводимензиони пренос топлоте – лонгитудинални и латерални

У општем случају, (3.1.6) није задовољена због постојања размене топлоте са околином реалних узорака који су увек коначних димензија. Нехомогеност топлотног флукса за случај латералне размене топлоте са бочне површине плоче (Слика 3.2.1а) доводи до одступања

расподеле температурског поља у односу на иделизованани случај, као у примеру на Слици 3.2.1б.



Слика 3.2.1. (а) Пренос топлоте кроз зид коначне површине. (б) Промена температуре по оси  $z$  у средини ( $x = 0; y = 0$ ) и по латералној површини зида ( $x = x_s; y = 0$ )

Да би једначина (3.1.3) била задовољена и у случају да је узорак коначних димензија (коначне површине), поставља се додатни услов да нема размене топлоте са околином преко површине паралелне са линијама густине топлотног флуksа (гранични услов друге врсте). У том смислу се скуп граничних услова под којима (3.1.6) важи за случај узорка дебљине  $h$  и коначне површине  $A$  проширује једним додатним:

$$\begin{aligned}
 z_1 &= 0, & T(0) &= T_1 \\
 z_2 &= h, & T(h) &= T_2 \neq T_1 \\
 \frac{\partial T_1}{\partial t} &= \frac{\partial T_2}{\partial t} = 0, & & (3.2.1) \\
 \frac{\partial T}{\partial \mathbf{n}} &= 0 & \text{на латералној површини узорка}
 \end{aligned}$$

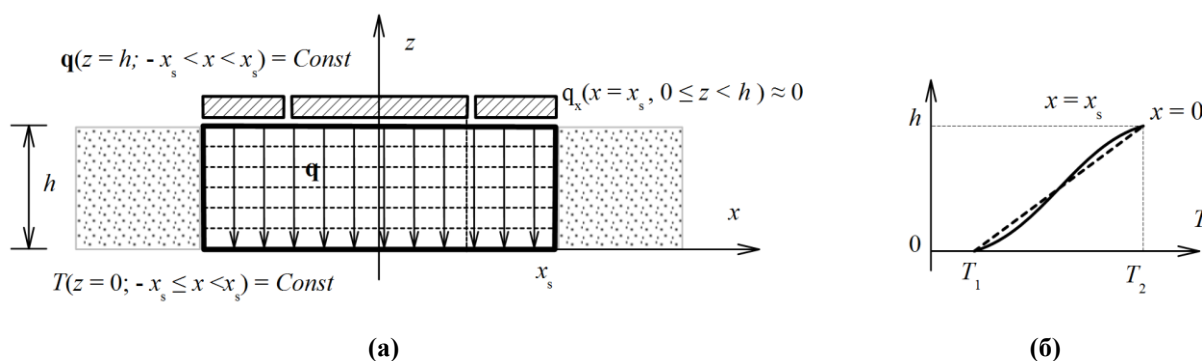
где је  $\mathbf{n}$  – јединични вектор у свакој тачки нормалан на граничну површину узорка (омотач цилиндра или призме). Последњи гранични услов у (3.2.1) је еквивалентан услову да је флуks нормалан на бочну површину тела у свакој тачки једнак нули, односно да на површини тела, као и у целој запремини, постоји само једна (лонгитудинална) компонента топлотног флуksа. Топлотна проводност  $\lambda$  се рачуна из (3.1.6), тј. из

$$\lambda = \frac{Ph}{A\Delta T}, \quad (3.2.2)$$

само ако су задовољени услови (3.2.1).

Приближна хомогеност топлотног флуksа у узорку коначних димензија се у пракси може остварити постављањем једног или више тзв. компензационих грејача којима се

анулирају латерални губици топлоте са узорка. Ако је интеграл густине топлотног флуksа по латералној површини једнак нули сматра се да је компензација постигнута. Минималан услов је да овакви услови треба да буду испуњени барем у једном ограниченом делу запремине узорка, у тзв. мерној зони, као што је приказано на Слици 3.2.2.



**Слика 3.2.2. (а) Пренос топлоте кроз зид коначне површине са грејачем заштитне облоге. (б) Промена температуре по оси  $z$  ( $x = 0$ ;  $y = 0$ ) и по латералној површини ( $x = x_s$ ;  $y = 0$ ) када је испуњена компензација латералних губитака у мерној зони**

Детаљан опис начина којим се практично постижу услови хомогености топлотног флуksа код примењене апаратуре дат је у Глави 4 ове дисертације.

### 3.3. Провођење топлоте у анизотропним и нехомогеним материјалима

Уколико се метода заштићене топле плоче примењује на анизотропне или нехомогене материјале, резултат мерења је укупна (ефективна) топлотна проводност узорка. Како се не добија информација о просторној дистрибуцији вредности  $\lambda$ , од чега значајно зависи расподела густине топлотног флуksа у узорку, тако и задовољење граничних услова (3.2.1) долази у питање. Са друге стране, велики број реалних материјала је управо анизотропан и/или нехомоген (композити, слојевити, влакнасти или порозни материјали, већина грађевинских материјала и сл.). Ограничења примене ове методе се у пракси могу превазићи избором димензија узорка (при пројектовању апаратуре дефинише се површина узорка, док се при њеном коришћењу може бирати дебљина).

По аналогiji са једначином (3.1.5), одговарајућом сменом може се написати једначина примењива на анизотропне средине, за које једначина (3.1.5) постаје

$$\mathbf{q} = -\lambda \text{ grad } T \quad (3.3.1)$$

одакле се добија и једначина за методу заштићене топле плоче, идентична са (3.2.2), при чему је топлотна проводност,  $\lambda$ , тензор другог реда, који се може записати као матрица од девет елемената

$$\lambda = \begin{bmatrix} \lambda_{xx} & \lambda_{xy} & \lambda_{xz} \\ \lambda_{yx} & \lambda_{yy} & \lambda_{yz} \\ \lambda_{zx} & \lambda_{zy} & \lambda_{zz} \end{bmatrix}, \quad (3.3.2)$$

тако да уместо (3.3.1) важи систем једначина

$$\begin{aligned} q_x &= \lambda_{xx} \frac{\partial T}{\partial x} + \lambda_{xy} \frac{\partial T}{\partial y} + \lambda_{xz} \frac{\partial T}{\partial z} \\ q_y &= \lambda_{yx} \frac{\partial T}{\partial x} + \lambda_{yy} \frac{\partial T}{\partial y} + \lambda_{yz} \frac{\partial T}{\partial z} \\ q_z &= \lambda_{zx} \frac{\partial T}{\partial x} + \lambda_{zy} \frac{\partial T}{\partial y} + \lambda_{zz} \frac{\partial T}{\partial z} \end{aligned} \quad (3.3.3)$$

Може се рећи да је у општем случају топлотна проводност тензорска величина и да је једначина (3.1.5) специјалан случај једначине (3.3.1). На пример, код материјала са простом анизотропијом (слојевит материјал, као што су дрво, азбест, лискун и сл.) координатни систем се међутим може поставити тако да слојеви буду у  $(x, y)$  равни, па матрица топлотне проводности постаје једноставнија, тј

$$\lambda = \begin{bmatrix} \lambda_x & 0 & 0 \\ 0 & \lambda_y = \lambda_x & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_z \end{bmatrix}, \quad (3.3.4)$$

Код нехомогених материјала компоненте топлотне проводности зависе од различитих микроскопских и макроскопских својстава, такође компоненте могу бити у различитим агрегатним стањима, и тада је провођење топлоте резултат комбинације више физичких појава или механизма преноса топлоте. У тим случајевима се радије користи термин „ефективна топлотна проводност“,  $\lambda_{\text{eff}}$ , која је једнака суми својих компонената

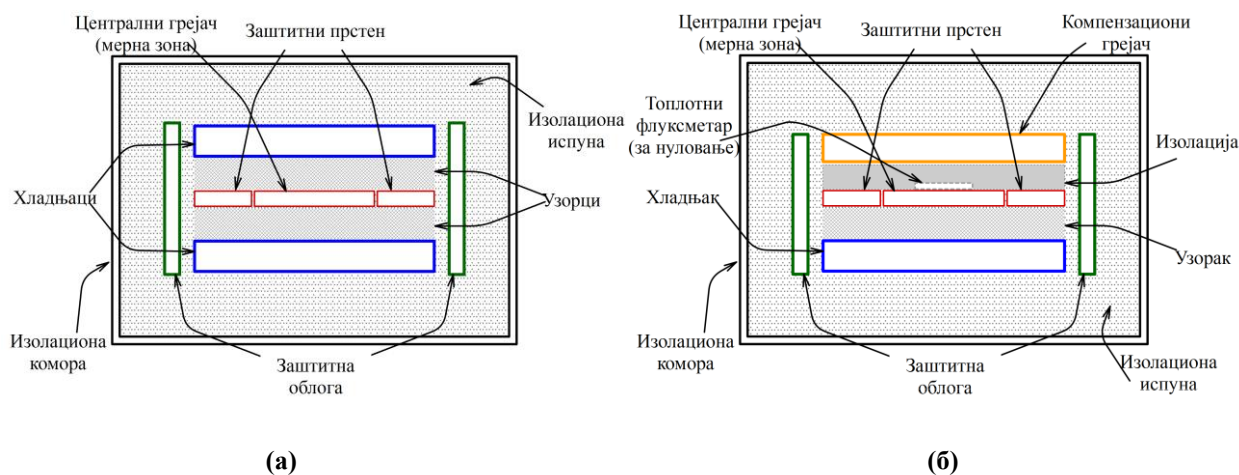
$$\lambda_{\text{eff}} = \sum_s \lambda_s, \quad (3.3.5)$$

где је  $\lambda_s$  компонента која потиче од једног познатог узрока преноса топлоте (фонони, зрачење, дрифт и др.). Све компоненте ефективне топлотне проводности могу варирати

услед промена састава материјала узорака. Такође, компоненте се могу мењати током самог мерења услед присуства влаге или других фактора, затим у времену услед старења, хабања, или друге споре промене, као и у зависности од термичке историје испитиваног материјала.

### 3.4. Типичне поставке мерења по методи заштићене топле плоче

Апаратуре по методи заштићене топле плоче се у основи развијају у две конфигурације – двострана или једнострана, према томе колико се узорака поставља. Код двостране варијанте, Слика 3.4.1а, плочасти грејач са заштитним прстеном је између два идентична узорка са чијих се супротних страна налазе плоче чија се температура одржава константном. Код једностране конфигурације, Слика 3.4.1б, један узорак се ставља између „топле“ и „хладне“ плоче али мора постојати додатан компензациони равни грејач (или друга термостатирана плоча) на страни која није у контакту са узорком којим се анулира супротна компонента аксијалног флукса топлоте ослобођене у главном грејачу. У обе варијанте су узорци облика квадратне плоче или диска, односно облика топле и хладне плоче апаратуре, а постављају се хоризонтално или вертикално, понегде и под произвољним углом.



Слика 3.4.1. Основне конфигурације за остварење мерења по методи заштићене топле плоче: (а) двострана и (б) једнострана конфигурација.

Код апаратура које раде у опсегу ниских или високих температура, као и када су потребна мерења са малом мерном несигурношћу, на латералне површине грејача и узорака се ставља активна или пасивна заштитна облога (термоизолатор са или без уграђених грејача) која додатно смањује или компензује бочну размену топлоте. За рад на повишеним

температурама хладне плоче су сложене конструкције и укључују додатне уметнуте грејаче између хладњака и узорка који такође могу бити са заштитним прстеном којим се температура хладне стране поставља на жељену вредност. Слично је за апаратуре које раде на ниским температурама. Данас постоје апаратуре за рад на ниским температурама код којих се користе Пелтијеови елементи уместо грејача [21].

Једна варијанта методе заштићене топле плоче је метода са флуksметром, чија је апаратура врло практична за честу употребу и испитивање индустријских материјала. Иако је принцип експерименталне поставке код обе методе исти, често се ни по изгледу не могу разликовати, суштинска разлика је у томе што се код методе са флуksметром релевантни топлотни флуks не одређује као однос потрошње грејача и површине мерне зоне. Топлотни флуks се одређује мерењем термоелектромоторне силе коришћеног топлотног флуksметра и множењем параметром који се назива осетљивошћу. Коефицијент осетљивости топлотних флуksметара се најчешће одређује методом заштићене топле плоче или аксијалног топлотног тока, стога се метода са топлотним флуksметром, будући секундарна, сматра мање прецизном од методе заштићене топле плоче.

Избор конфигурације експерименталне поставке је обично резултат оптимизације више параметара као што су димензије узорака, опсег радних температура, очекивани опсег топлотне проводности испитиваних материјала, циљана ширина интервала поверења и др. У свакој конфигурацији, међутим, поставка треба да буде реализована тако да се за сваку стационарну побуду топлотног флуksа у мерној зони узор(а)ка произведе мерљив стационарни пад температуре између топле и хладне стране, као и да постоји могућност квантитативне процене и компензације неидеалних граничних услова.

### **3.5. Примена методе заштићене топле плоче као референтне методе**

Метода заштићене топле плоче је једна од две<sup>2</sup> методе за еталонирање топлотних флуksметара од почетака њихове примене. Наиме, иако је топлотни флуksметар у суштини танка плоча од диелектрика у коме је аксијално постављен велики број термопарских жица које спајају две паралелне површине у диференцијалном споју тако да се добије мерљив милivolтни сигнал, излазни сигнал није прости умножак броја спојева са ТЕМС једног споја

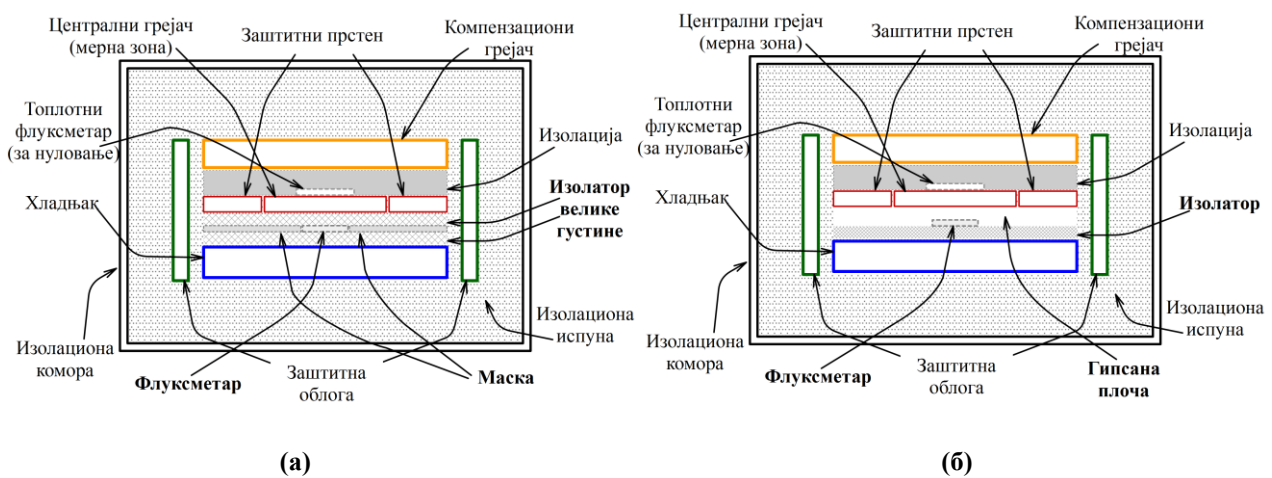
---

<sup>2</sup> За топлотне флуksметре који се примењују у зградарству сматра се да је *hot box* метода веродостојнија ако се сензор примењује тако да је налепљен на површину од интереса, будући да на у том случају одзив утиче конвекција, међутим, апаратуре по тој методи су знатно ређа појава од заштићене топле плоче.



у највећој мери због кондукције кроз саме жице, непознате ефективне топлотне проводности флуksметра као целине, као и технолошких варијација у производњи.

Примери коришћења апаратуре по методи заштићене топле плоче су приказани на Слици 3.5.1. Конфигурација са Сlike 3.4.1б је измењена тако што се на место узорка поставе два слоја изолације велике густине да би се умањио утицај зрачења и кондукције, Слика 3.5.1а, на средину мерне зоне постави се флуksметар тако да се остатак до пуне површине топле плоче попуни материјалом исте вредности топлотног отпора као еталонирани флуksметар.



**Слика 3.5.1. Примери поставке за еталонирање топлотних флуksметара или упоредна мерења два методама: (а) између комада или слојева материјала и (б) уграђен у реплику дела зида.**

Услов хомогености топлотног флуksа код методе заштићене топле плоче чини да избор материјала маске за поставку као на Слици 3.5.1а није нимало једноставан. Наиме, флуksметар се у топлотном смислу понаша као композитни материјал ефективне топлотне проводности између пластике или керамике од које је сачињено тело (прибл. од  $0,1 \text{ Wm}^{-1}\text{C}^{-1}$  до  $0,4 \text{ Wm}^{-1}\text{C}^{-1}$ ) и аксијално уграђених металних (од  $20 \text{ Wm}^{-1}\text{C}^{-1}$  до  $200 \text{ Wm}^{-1}\text{C}^{-1}$ ) термопарских проводника тако да је његова ефективна топлотна проводност, на пример, око  $0,8 \text{ Wm}^{-1}\text{C}^{-1}$ , каквих материјала у пракси скоро да нема. Чак и када постоји одговарајући материјал за маску, долази до изражаја постојање контактних отпора у описаној сендвич-структури. Један начин да се избегне прављење маске је као на Слици 3.5.1б, где је уместо једног слоја изолације флуksметар уграђен у гипсану плочу чиме се проблем остварења хомогености флуksа умањује али не решава сасвим.

На сличан начин се може извести компарација две методе симултаним мерењем, што се нарочито односи на преносиве минијатурне апаратуре по неинвазивним методама, као што су, на пример, метода са линијским, тракастим и извором топлоте облика диска. Услови за извођење такве компарације су да је уметнут мерни део апаратуре по димензијама мањи од мерног дела топле плоче и да се уметањем не ремети хомогеност топлотног флукса у посматраном материјалу, што се може утврдити контролним мерењем без уметнутих елемената друге апаратуре.

Стандардан начин преношења следивости на друге методе, као и на друге апаратуре исте или сличне конструкције, јесте посредством референтног материјала. На веб страни европског пројекта *Evitherm* [74] се сажето преноси дефиниција из *VIM* [49], у коме се разликују три врсте референтних материјала:

- Стандардни референтни материјали (енгл. *SRM*), односно сертификовани референтни материјали (енгл. *CRM*), који потичу из шарже која је детаљно окарактерисана по свим релевантним параметрима и чије је репродуктивно својство утврђено од стране више лабораторија посебним поступком вођеним од стране релевантне националне лабораторије или на нивоу више националних лабораторија.
- Референтни материјали (енгл. *RM*) имају својство које је утврђено на основу упоредних мерења различитих организација (акредитоване лабораторије, произвођачи опреме и друге).
- Трансфер стандарда (енгл. *TS*) – узорак материјала специфичних димензија чије је својство претходно утврђено апсолутном методом.

Метода заштићене топле плоче се примењује код свих одређивања референтних вредности топлотних изолатора – вредности сертификованих референтних термоизолатора су добијене на основу резултата више националних лабораторија, код референтних материјала могу учествовати и лабораторије са секундарним методама, док се код трансфер стандарда узорак чија је топлотна проводност претходно утврђена методом топле плоче издваја и обликује, резањем или на други начин, тако да одговара примени на апаратури по другој методи.

## 4. ОПИС АПАРАТУРЕ

Апаратура за одређивање топлотне проводности методом заштићене топле плоче која се примењује у Институту ВИНЧА се састоји из четири целине – централног мерног дела, система за напајање и термостатирање, система за аквизицију сигнала и носеће конструкције са изолационом комором. У овој глави је најпре описана оригинална поставка апаратуре, посебно делови који су задржани након њеног унапређења, а затим и измене које су уведене приликом конструкције унапређене поставке уз опис свих њених подсистема. Идеја решења за еталонирање термопарова без уклањања из склопа апаратуре ће бити описана у посебном потпоглављу.

### 4.1. Прва поставка

На почетку рада у оквиру теме ове дисертације изведен је детаљан преглед оригиналне поставке апаратуре, описане у [29]-[31]. Стање опреме је било такво да су извори електричног напајања били одавно ван употребе, као и термостати са циркулацијом воде. Изолациона комора, Слика 4.1.1, је била такође у лошем стању и њена употреба би подразумевала реконструкцију, притом по својим димензијама није могла бити пренета у предвиђене просторије.



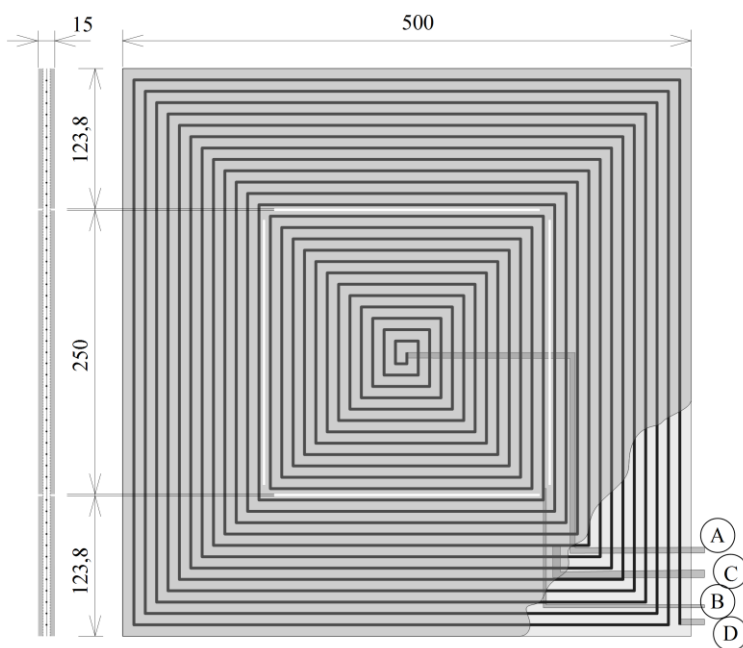
Слика 4.1.1. Фотографије првобитне изолационе коморе са носећом конструкцијом.

Слично носећој конструкцији је било стање електричне и мерне опреме – већина тада коришћених инструмената (аналогни галванометар и микроволтметар) више нису били исправни, док су преклопници, реостати, потенциометри и еталонски отпорници били делимично очувани.

Грејач са заштитним прстеном (заштићена грејна плоча) и пар бакарних хладњака су били исправни. Ипак, строго говорећи, тзв. „нулто мерење“, са којим би се касније модификације могле поредити, није било могуће извршити. Из тог разлога се уместо рестаурације апаратуре приступило њеној реконструкцији, задржавши оне делове апаратуре који су били у функцији и који ће бити описани у наставку овог текста.

#### 4.1.1. Централни мерни део

Задржани делови оригиналне апаратуре чине њен централни део који чине грејач са заштитним прстеном и пар хладњака. Конструкција грејача са заштитним прстеном је приказана на Слици 4.1.2. Намотај грејача је спирала жице од кантала, са горње и доње стране обложен танким азбестним плочама. Плоче су затим прекривене тканином од стаклених влакана импрегнираном тефлоном и плочама од дур-алуминијума дебљине 5 mm премазаним емулзијом високе емисивности. На плочама је урезан зазор ширине 1,2 mm којим се мерна зона, облика квадрата ширине 125 mm, раздваја од заштитне зоне.



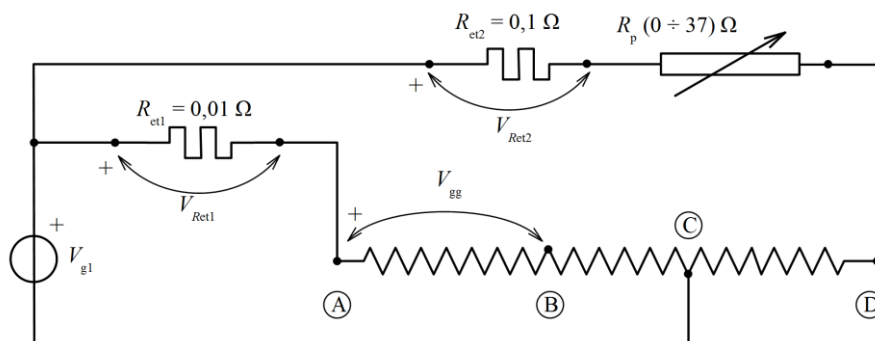
Слика 4.1.2. Грејач са заштитним прстеном (заштићена топла плоча).

Сензори температурског дебаланса између централне мерне зоне и заштитног прстена су диференцијално спојени термопарови К типа, чији су спојеви распоређени са унутрашње стране алуминијумских плоча по ивицама квадрата у мерној зони и у заштитној зони на једнаком растојању од зазора. Контакти сензора дебаланса су изведени засебно за горњу и доњу површину тако да се вредности термоелектромоторне силе могу мерити за сваку површину засебно. На бираним местима намотаја грејача изведена су четири краја за напајање и мерење, означена као А, В, С и D на Слици 4.1.2, чија ће функција бити објашњена у следећем одељку.

Оригинални хладњаци са циркулацијом течности су били израђени тако да кроз њих циркулише течност (вода) кроз две бакарне цеви извијене у двоструку спиралу и положене у кутију од бакарних плоча. Димензија бакарних кутија је одговарала димензијама попречног пресека грејача. У кутију је потом уливена смеша цемента, песка и туцаног графита и, коначно, затворена алуминијумском плочом која је приликом мерења била у контакту са узорцима. На свакој плочи је постојао и пар хватаљки за ношење, инсталацију и деинсталацију хладњака који су замењени профилним носачима за спајање са носећом конструкцијом.

#### 4.1.2. Напајање и термостатирање

Систем за напајање чине високостабилисани струјно-напонски извори напајања (произвођача *Sorensen*, САД), еталон отпорници за напајање грејача топле плоче и реостат за ограничење струје кроз намотај грејача заштитног прстена. Грејач мерне зоне се напаја преко контаката означених са А и С, док се грејач заштитне зоне напаја преко контаката С и D, како су означени на Слици 4.1.2 и Слици 4.1.3.



Слика 4.1.3. Електрично повезивање грејача заштићене топле плоче са извором напајања

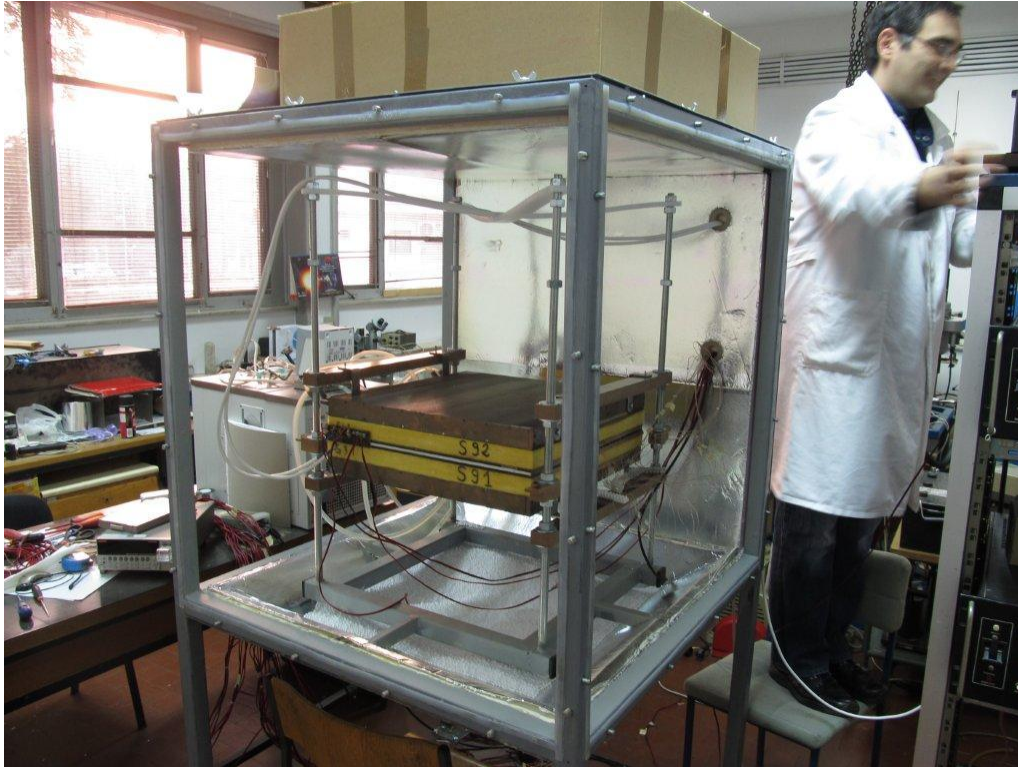
Пад напона на грејачу мерне зоне, означен као  $V_{gg}$  на Слици 4.1.3, се мери између контакта А и контакта В који је на ивици мерне зоне (испод зазора на Слици 4.1.2), док се јачина струје у тој грани одређује из пада напона  $V_{ret1}$  и познате отпорности еталон отпорника  $R_{et1}$ . На исти начин се у грани грејача заштитног прстена може мерити снага грејача заштитног прстена.

Систем за термостатирање чине хладњаци, црева и термостат са пумпом за циркулацију течности. У свим експериментима је коришћено циркулационо купатило *JULABO*, модел *ED*, које има опцију спољашње циркулације течности (по препоруци произвођача су алкохол или дестилована вода) и опсегом радних температура од  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $99,9\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Будући да није било потребе за ниским температурама у прво време при раду је коришћена дестилована вода.

#### **4.1.3. Носећа конструкција са изолационом комором**

Носећа конструкција је направљена тако да буде стабилан ослонац за централни мерни део, да омогући руковање узорцима, уливање и изливање вермикулита, стиропор перли или другог зрнастог изолатора, притом са што мањом разменом топлоте са околином (при чему се првенствено мисли на собне услове, али и на кондуктивну размену топлоте са њеним елементима тако да су термичке баријере у конструкцији близу грејних/расхладних тела у централном делу пожељне).

Основа конструкције, видљиве на Слици 4.1.4, је израђена од челичних цеви квадратног попречног пресека (кутија) тако да има облик призме са квадратном подлогом У средини висине призме направљено је ојачање попречним цевима које су спојене на стране ужег квадратног ослонца у чије су углове заварене четири навојне шипке које имају функцију носећих стубова грејача, хладњака и узорака. Хладњаци су причвршћени на шипке од текстолита са проширеним рупама за вертикално померање, Слика 4.1.4, а топла плоча се ослања на четири угаона носача такође од текстолита који се могу ротирати тако да се грејач може извући када је то потребно. Вертикално помични хладњаци и грејач се при склапању причвршћују у вертикални положај матицама.



Слика 4.1.4. Фотографија носеће конструкције при постављању за мерење у првој валидацији.

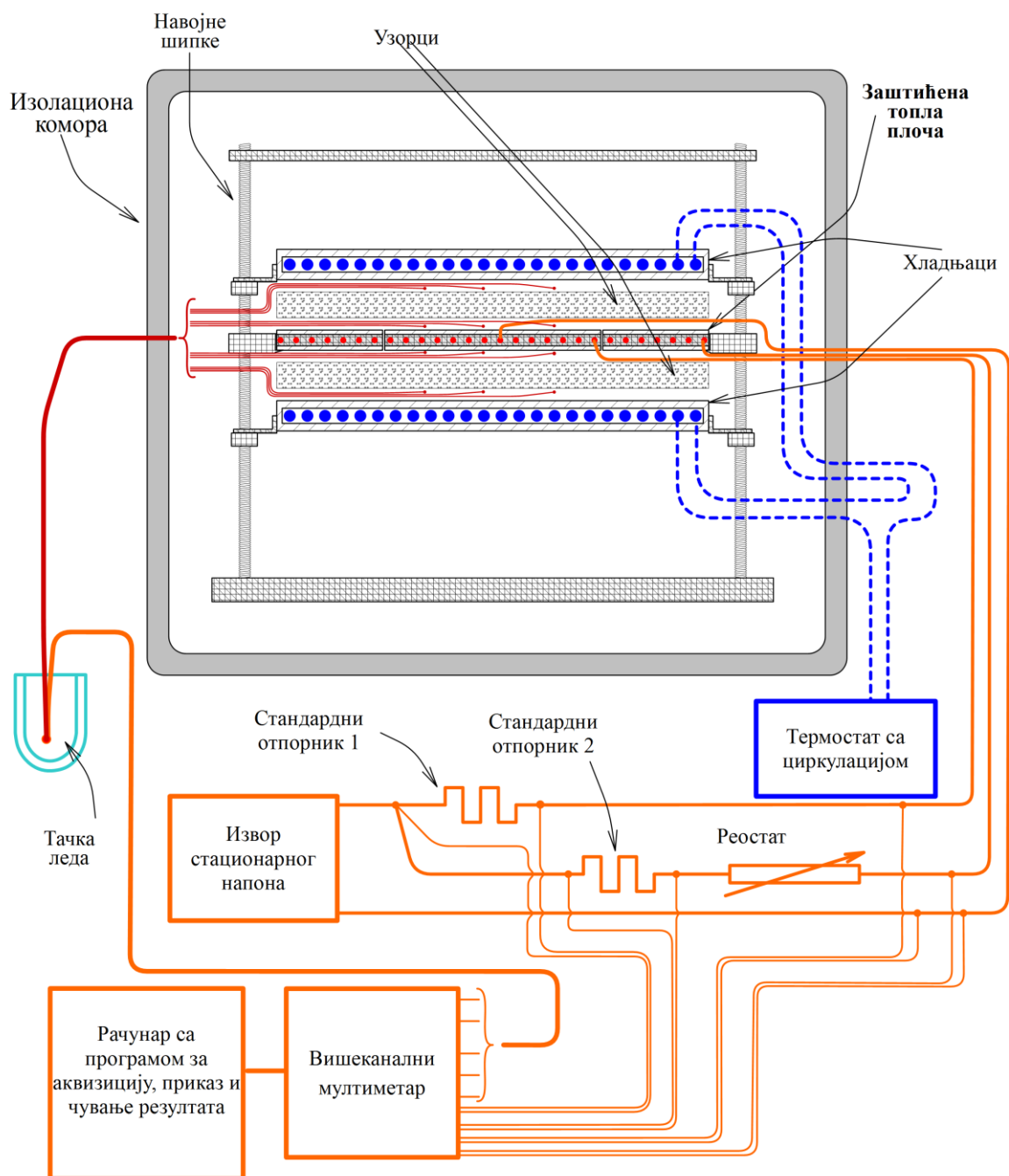
Са горње и бочних страна радне запремине стављају се странице од алуминијума на чије унутрашње стране је према унутрашњости налепљен стиродур и додатно танке плоче стиропора са алуминијумском фолијом. На једној страни су направљени отвори за увођење црева циркулишуће течности, електричних водова и сензора а дно радне запремине је облика зарубљене пирамиде за изливање испуне радне запремине.

#### **4.1.4. Систем за аквизицију**

Систем за аквизицију је најсложенији део апаратуре и његову основу чини вишеканални дигитални мултиметар *Keithley*, модел 2700, којим се мере падови напона на намотајима грејача и отпорницима, термоелектромоторна сила сензора дебаланса и температура у више тачака у централном мерном делу и другим местима од интереса. Остали елементи су термопарови типа К са хладним крајевима на температури смеше леда и воде и рачунар, шематски приказани на Слици 4.1.5, са одговарајућом програмском подршком детаљно описаном у Прилогу А.

Функционална шема реконструисане апаратуре је скицирана на Слици 4.1.5. За потребе израде ове дисертације описаном конфигурацијом је изведено једно мерење

топлотне проводности референтног материјала које ће бити детаљније описано у поглављу 6.1, док ће у поглављу 4.2 бити описане накнадне измене које су верификоване мерењима описаним у 6.2 и 6.3.

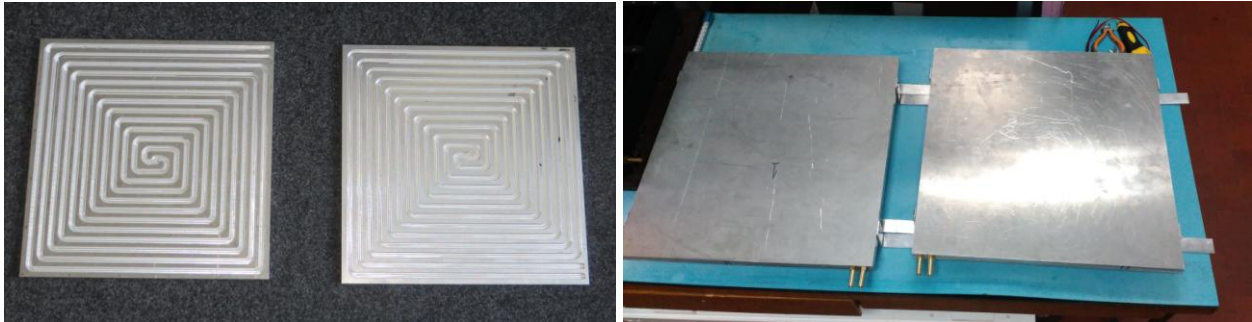


Слика 4.1.5. Скица апаратуре у употпуњеној верзији.



## 4.2. Даља унапређења апаратуре

Током извођења првих мерења уочене су извесне техничке мањкавости које су временом исправљане према могућностима. Овде ће бити описане само модификације од највећег значаја.



Слика 4.2.1. Фазе израде хладњака.

Највећу промену функционисања апаратуре унела је израда нових хладњака. Тело нових хладњака је направљено од плоча ( $500 \times 500$ ) mm и дебљине 15 mm у које су угравирани канали ширине 12 mm и дубине 8 mm у облику двоструке спирале са размаком 8 mm, као на Слици 4.2.1. Канали су потом прекривени по једном плочом од силиконске гуме дебљине 3 mm и плочом дебљине 5 mm од исте легуре алуминијума и истог попречног пресека. Плоче су причвршћене довољним бројем завртања на прецизно одређеним позицијама тако да површине у контакту са узорцима остану целе. Додатно заптивање је обезбеђено епоксидним лепком. Изводи за довод течности су наврнути споља као и носачи којима се хладњаци ослањају на раније направљену конструкцију.



Слика 4.2.2. Постављање нових хладњака за пробни рад.

Нови хладњаци су постављени у носећу конструкцију, Слика 4.2.2, потом је извршено неколико успешних пробних мерења, касније су хладњаци опет скинути ради завршне обраде – равнања и матирања контактне површине и наношења лака високе емисивности.

Избор материјала за израду хладњака условио је измену циркулисане течности термостата због познате кородивности алуминијума у присуству воде, стога је у дестиловану воду сипан концентрат расхладне течности за аутомобиле (антифриз).

Стабилисани извор(и) једносмерног напона су замењени новим двоканалним извором напајања, произвођача *HAMEG*, Немачка, модел *HMP2020*. Увођењем двоканалног извора додатно је поједностављена електрична шема са Сlike 4.1.3 тако што су у једном колу само еталон отпроник и грејач мерне зоне а у другом је само грејач заштитног прстена. Реостат за контролу јачне струје кроз заштитни прстен није потребан, такође, због непреклапања површине намотаја грејача мерне зоне са површином у контакту са узорком, Слика 4.1.2, временом се одустало од мерења потрошње грејача заштитног прстена.



Слика 4.2.3. Решење за хладни крај термопара.

Временом се показало да прва изведба хладних крајева термопарова не задовољава у потпуности потребе вишенедељних мерења због појаве механичких оштећења и корозије спојева уроњених у смешу леда и воде, знатно смањујући поузданост мерења температуре. Једно оригинално решење је развијено тако што су хладни спојеви најпре изоловани, затим уроњени у глицерин сипан у 30 cm дубоке стаклене епрувете тако да висина течности а

уроњеним хладним крајевима буде мања од 5 cm, и коначно, заптивени памучном ватом и истопљеним парафином до врха епрувете. На Слици 4.2.3 види се група на описани начин реализованих хладних крајева у коначној изведби.

### 4.3. Еталонирање мерила температуре

Мерење температуре је од највеће важности при одређивању топлотне проводности стационарним методама из више разлога. Пре свега, код апсолутних метода се све улазне величине, тиме и температура, морају исказати са пуном следивошћу а за типичне вредности пада температуре обично је потребно мерити температуру са несигурношћу око 100 mK. Већина корекција које се изводе се заснивају на мерењу температуре у одређеним тачкама и мало систематско одступање мерења једне вредности температуре може узроковати неадекватне резултате корекционих процедура или аутоматизоване подсистеме на неодговарајуће вредности контролних сигнала. Поред тога, само еталонирање мерила температуре није по себи осигурање следивости мерења, будући да се мерење изводи у нетипичним условима, што може веома утицати на очитане вредности, стога се ефекти мерења у конкретној средини (термички контакти, провођење топлоте кроз водове и други) морају некако узети у обзир.

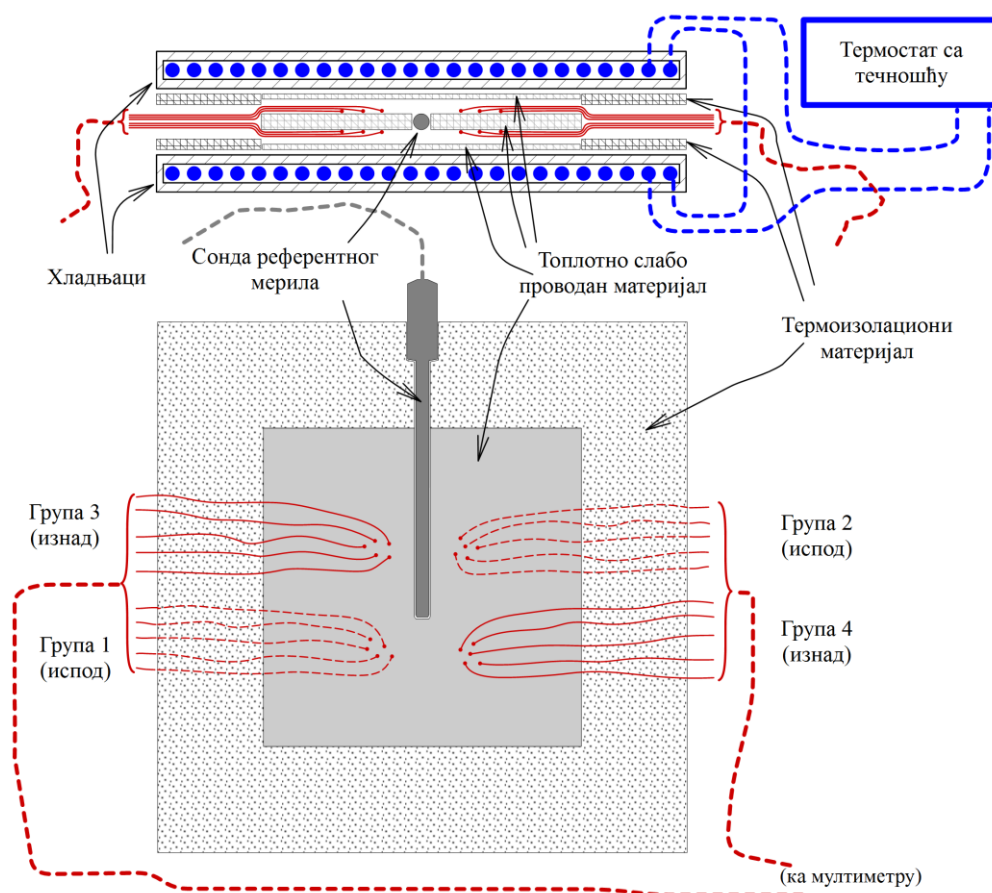
Начин да се превазиђе низ питања повезаних са мерењем температуре је да се еталонирање изводи у самој апаратури, при условима приближним стварним мерењима. У том смислу приступило се осмишљавању начина за еталонирање коришћених сензора, термопарова, у *in situ* условима. Додатна предност је када је предмет еталонирања укупан мерни низ, укључујући мерни инструмент и програмску подршку аквизицији вредности, чиме се добија мања несигурност еталонирања него када се компоненте мерно-аквизиционог система третирају различито.

Еталонирање мерила температуре подразумева постојање три елемента: референтног мерила (еталона), мерила које се еталонира и калибрационе средине која треба да задовољи услов хомогености температуре тако да су сва мерила на што приближнијој температури и у доброј размени топлоте са калибрационом средином. Типичан пример је када се еталон и еталонирано мерило поставе у термостатирано купатило са циркулисаном течности у функцији калибрационе средине.

Решење развијено сопственим средствима, такође представљено у [44], се заснива на идеји да се за постизање жељене температуре користе хладњаци саме апаратуре а да се

термопарови поставе у услове који су у највећој мери слични стварној ситуацији када су постављени на површину између планарног доброг проводника топлоте са једне стране (топле плоче или хладњаа) и лошег проводника топлоте (узорка) са друге стране. Даљим осмишљањем дошло се до тога да се на место грејача са заштитним прстеном и узорка постави танка плоча топлотно слабопроводног и диелектричног материјала у коју је урезан тесан канал за референтно мерило, док се термопарови распоређују по површинама плоче.

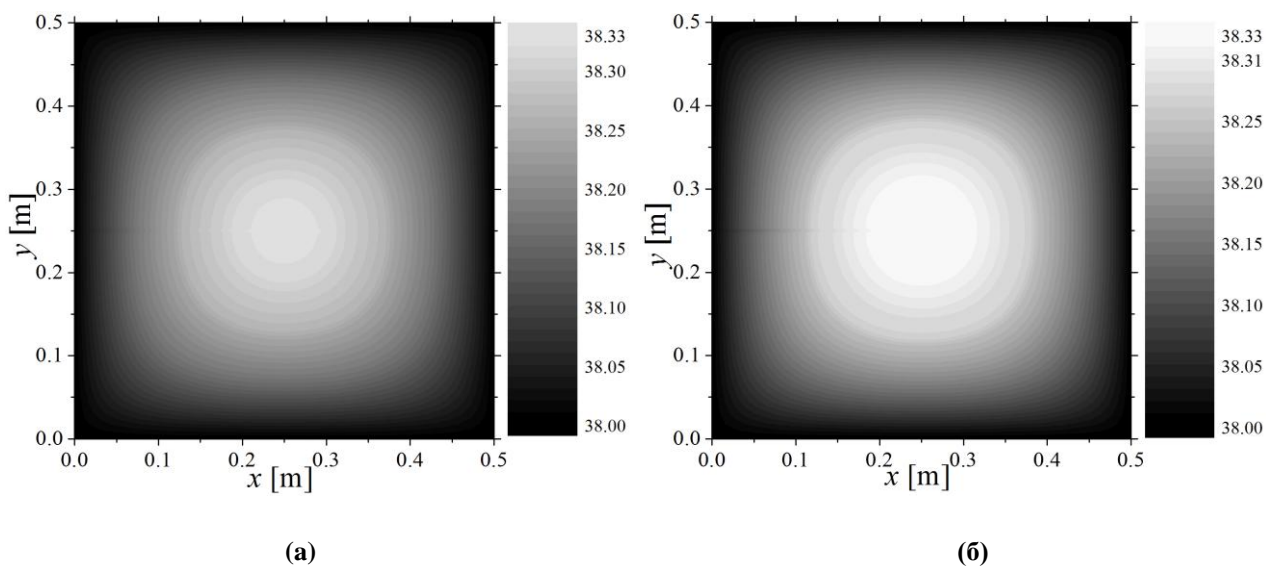
Након неколико пробних симулација у програмском пакету *Comsol* (на основу граничних услова који су унети према претходном искуству рада коришћене апаратуре), донета је одлука да се хомогеност температуре по површини побољша заменом дела запремине скројеним рамом од неколико танких слојева термоизолационог материјала тако да је коначан изглед предложеног решења као на Слици 4.3.1.



Слика 4.3.1. Предложено решење за еталонирање сензора температуре у самој апаратури.

Рам је направљен од две танке плоче од стиропора и картона, дебљине 3 mm, док је за калибрациони медијум изабрана силиконска гума, и то једна плоча површине 300×300 mm и дебљине 3 mm са урезаним каналом ширине 3 mm и две 300×300×1 mm са горње и доње стране. Подаци о материјалима су преузети из литературе [75] - [76], а тоplotна проводност набављене силиконске гуме, у недостатку расположивих података, нађена је експериментално, једним засебним мерењем на апаратури по методи аксијалног тоplotног тока са заштитном облогом, детаљно описаној у [31].

Пример резултата нумеричке симулације, када је температура у термостату постављена на вредност 40 °C а задати гранични услови су узети из раније изведених пробних мерења, је приказан на Слици 4.3.2.



Слика 4.3.2. Резултати симулације: (а) на горњој површини и (б) на доњој површини силиконске плоче.

Анализирањем резултата симулације, посебно расподеле температура по површинама силиконске плоче дебљине 3 mm, закључено је да на површинама силиконске плоче дебљине 3 mm постоји зона у околини референтног мерила у којој је температура блиска оној у еталонској сонди у границама половине типичне несигурности еталонирања у купатилу (најбоља проширена несигурност еталонирања користећи расположиву опрему је око  $\pm 0,1$  °C). Даљи детаљан опис израде решења и резултати две сесије еталонирања који потврђују примену новог решења, делимично такође публиковани у [45], су приложени у Додатку Б.

## **5. ПОСТУПАК МЕРЕЊА И ОБРАДА ПОДАТАКА**

Поступак мерења или мерна процедура и обрада података обезбеђују систематичан приступ коришћењу описане апаратуре, прикупљању експерименталних података и одређивању топлотне проводности материјала испитиваних узорака. Мерна процедура подразумева одабир и припрему узорака, затим фазу постављања узорака у мерни део апаратуре описане у Глави 4 и најзад фазу извођења експеримента. Обрада података подразумева анализу експерименталних сигнала и израчунавање топлотне проводности са проценом укупне мерне несигурности.

### **5.1. Мерна процедура**

Експериментално искуство са стационарним методама је такво да су детаљи често од суштинског значаја за успешност мерења – евентуалне грешке се најчешће уочавају током трајања експеримента или тек по извршеној обради података, што може да траје више недеља, стога је превенција грубих грешака, нарочито у фази склапања, увек у првом плану.

#### **5.1.1. Одабир и припрема узорака**

У припремној фази мерне процедуре најпре се врши се одабир репрезентативних узорака, њихова евентуална механичка обрада ради подешавања потребних димензија, затим температурна и климатска стабилизација узорака и најзад мерења њихових карактеристика пре тестирања.

У овој фази се обезбеђује да све површине узорака, нарочито базне, буду хомогене, без оштећења или контаминације другим материјалима или нечистоћама. Код слојевитих материјала дебљина слојева и њихов редослед морају бити исти код оба узорка. Димензије и масе узорака треба мерити највећом могућом прецизношћу будући да су те вредности од суштинског значаја за добијање поузданих резултата испитивања. На крају се од више узорака бирају два која имају најсличније димензије и масе уз најнижу мерну несигурност.

Код материјала са високом нехомогеношћу (бетон са арматуром и/или комадима камена, природне стене, дрво и слично), као и код зрнастих, порозних или влакнастих

материјала, додатни услов је да дебљина узорака буде барем десет пута већа од највеће димензије нехомогености (величине зрна или дебљине влакна). Ако се узорци слажу из делова мање површине (као мозаик), слажу се тако да зазор између делова буде што мањи, и пуни се прахом истог или сличног материјала што приближнијих топлотних својстава. У сваком случају се настоји да пренос топлоте кроз узорке буде кондуктиван, тј. избегава се макроскопско кретање ваздуха од топле ка хладној страни оба узорка, као и оптичка видљивост површина узорака које су у контакту са грејним и расхладним елементима апаратуре.

Код неких материјала приликом мерења може доћи до упијања влаге из ваздуха, стога се мери маса узорака и после изведеног експеримента. Уколико се установи промена масе узорака, то значи да је током мерења дошло до значајне промене запреминског или масеног садржаја влаге у материјалу и у том случају се понављају мерења са осушеним узорцима увијеним у танак омотач који не пропушта ваздух или се наноси танак слој водонепропусног лака на све површине узорака.

### **5.1.2. Постављање узорака**

Након одабира и припреме, узорци се постављају у апаратуру заједно са одговарајућим сензорима температуре (термопаровима), зидови изолационе коморе се затварају и запремина се испуни изолационим материјалом чиме апаратура постаје спремна за фазу извођења експеримента.

Приликом постављања узорака у апаратуру и током мерења не сме доћи до било какве неповратне механичке деформације узорака. Поред тога се приликом постављања обезбеђују следећи услови:

- осе симетрије узорака, грејача и хладњака се поклапају и ивице су паралелне,
- не постоји оптичка видљивост између заштићене топле плоче и хладњака,
- не постоји кондуктивни пренос између заштићене топле плоче и хладњака осим кроз узорке, тј. не постоје тзв. „топлотни мостови“ кроз одстојнике, електричне водове, црева или друге елементе,
- успостављен је добар термички контакт одговарајућих површина узорака и топле плоче, узорака и хладњака, као узорака и сензора температуре (термопарова),

- електрични водови грејача и термопарских жица су у добром термичком контакту са неком површином константне температуре (енгл. *thermally anchored*) унутар изолационе коморе апаратуре,
- успостављена је херметичка и термичка изолација унутрашњег дела апаратуре.

Према врсти материјала узорака, сензори за мерење температуре се усађују било у танке жлебове на површинама узорака, било у шупљине топле плоче и хладњака или се лепе на танке слојеве од плуте, силиконске гуме, тефлонизованог платна или неког другог материјала који се иначе постављају на контактним површинама ради смањења топлотних контактних отпора. Додатни сензори се постављају унутар запремине изолационе коморе ради контроле утицаја размене топлоте између апаратуре и околине. Сви сензори температуре морају бити истог типа и спојени на исти инструмент за мерење њихове термоелектромоторне силе. Хладни крајеви термопарова, односно њихови спојеви са бакарним компензационим водовима, се стављају у посуду са мешом леда и воде.

### **5.1.3. Извођење експеримента**

Током експерименталне фазе се при константној побуди (стационарно напајање електричног грејача) и константној температури хладњака (која се одржава циркулацијом термостатске течности) производи пад температуре између топлих и хладних површина узорака. Топлотни флуks се мери као електрична снага главног грејача, а температура се мери термопаровима повезаним са вишеканалним мултиметром. Напон грејача се мери одговарајућим мултиметром, док се јачина струје кроз грејач мери преко пада напона на стандардном отпорнику. Како топлотна проводност зависи од температуре материјала, изводе се експерименти на више радних температура. Поновљена мерења се са измењеним односом флуksа топлоте са централног грејача и заштитног прстена, као и при различитим вредностима флуksа са грејача, најчешће раде када се испитују нови материјали.

Експериментална фаза подразумева достизање серија стационарних стања где једном стању одговара један скуп вредности. Један скуп мерених вредности чине подаци свих мерених одзива (температуре и напона) на промену вредности стационарне побуде напајања неког грејача или температуре термостата. Редослед стања у серији је следећи:

- стационарно стање на радној температури хладњака
- серија почетних мерења: грејачи и додатни термостати се укључују редом од споља ка главном грејачу, зависно од конфигурације и примењене методе корекције. Уколико се



изводе експерименталне методе корекције на утицај размене топлоте узорка и главног грејача са околином услед температурног дебаланса методом корекционих кривих за измерени пад температуре  $\Delta T$ , потребно је грејаче укључивати редом од споља ка главном грејачу и за сваки грејач сачекати стационарно стање, променити вредност напона/струје извора, сачекати стационарно стање и тако редом док се не добије задовољавајући број радних тачака за конструисање корекционе криве. Обично је ова зависност линеарна и довољне су вредности из три стационарна стања за конструисање корекционе праве. За конструисање оваквих корекционих дијаграма потребно је имати сензоре који су постављени у и/или на грејач или термостат чији се утицај на разлику температура  $\Delta T$  одређује.

- последње мерење: последњи у низу се укључује извор напајања главног грејача, чека се стационарно стање и узима се сет вредности. Вредности овог мерења су полазне за даљу обраду података до добијања коначног резултата
- евентуална додатна мерења, зависно од избора методе за експериментално кориговање ефеката нежељене размене топлоте. У том случају се по извођењу мерења са укљученим свим елементима система за напајање и термостатирање при једној вредности снаге главног грејача мењају снаге грејача или температуре термостата у смеру од главног грејача ка изолационој комори (обрнуто од редоследа укључивања грејача код припремних мерења).

Када се ради више мерења на истим или сличним узорцима, стационарне вредности пада температуре  $\Delta T$  се могу предвидети на основу ранијих мерења тако да се описан редослед корака може скратити.

Сви подаци осим резултата аквизиције и осталих електронских записа који су битни за обраду и извођење евентуалних корекција или накнадних анализа (време укључења/искључења или промене радних параметара појединих елемената апаратуре, време почетка, паузе и завршетка аквизиције података, климатских и других екстерних услова рада апаратуре), се записују у пратећи дневнички запис.

## **5.2. Поступак обраде података**

Резултати који укључују мерења се данас не сматрају валидним без одговарајуће процене несигурности која је важан показатељ квалитета добијених резултата и треба да је одређена по међународно усвојеној процедури. Међународна организација за стандарде *ISO*

је у сарадњи са другим организацијама 1992. године отпочела рад на изградњи заједничког основа за упоређивање резултата мерења на међународном нивоу. Резултат тог рада су незаобилазни Речник термина у метрологији (енгл. *Vocabulary in Metrological Terms - VIM*), најновије издање је референца [49], са формално описаним дефиницијама основних појмова у метрологији, као и Водич за изражавање несигурности мерења (*Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement – GUM*), референца [50], који садржи општа правила за процењивање мерних несигурности, као и вредности величина од утицаја.

Резултат примене овог приступа је форма буџета несигурности у виду систематизоване табеле, обично у виду *MS Excel* или сличног документа, која је основа за ревизију резултата. Електронска форма буџета несигурности садржи извод резултата мерења у изворном облику и ћелије асоциране са резултатима обраде на основу формула, помоћних променљивих и константи које такође могу бити садржане у документу и једну страну на којој су јасно раздвојене коначна вредност, корекције на познате појаве и појединачни допринос несигурности. Једном формиран, буџет несигурности се у пракси увек ажурира и допуњава према стању коришћене опреме и другим доступним подацима од интереса.

У Водичу за изражавање несигурности мерења (*GUM*) је предложена процедура у пет корака:

- 1) Анализа принципа мерења,
- 2) Формулација функционалне зависности излазне и улазних величина – идеални модел,
- 3) Идентификовање и примена корекција од значаја – експериментални модел,
- 4) Навођење свих извора несигурности у анализи несигурности (буџет),
- 5) Одређивање несигурности, која се тад назива „проширена мерна несигурност“

О принципу мерења је било речи у ранијим поглављима, док ће у овом поглављу бити описано како су конкретно примењени кораци од 2 до 5 процедуре.

### **5.2.1. Израчунавање на основу резултата мерења (идеалан модел)**

Код двостране апаратуре описане у поглављу 4 мерене величине су: средња дебљина узорака  $h$ , укупна површина мерне зоне  $2A$ , топлотни флуks ослобођен са централног грејача  $P$  и стационарни средњи пад температуре на узорцима у смеру вектора специфичног топлотног флуksа  $\Delta T$ . Вредност топлотне проводности  $\lambda$  се израчунава као

$$\lambda = \frac{Ph}{2A\Delta T}. \quad (5.2.1)$$

Средња дебелина узорка  $h$  се рачуна као средња вредност дебелине два примењена узорка,  $h_1$  и  $h_2$ , на основу измерених вредности у више тачака (серије од по  $N_h$  мерења) као

$$h = \frac{h_1 + h_2}{2}, \quad h_1 = \frac{1}{N_h} \sum_{i=1}^{N_h} h_{1,i} \quad \text{и} \quad h_2 = \frac{1}{N_h} \sum_{i=1}^{N_h} h_{2,i}. \quad (5.2.2)$$

Површина мерне зоне  $2A$  се рачуна као збир двеју површина централног грејача,  $A_1$  и  $A_2$ , које се рачунају множењем средњих вредности неколико мерења растојања ивица мерне зоне грејача по правцу  $x$  и по правцу  $y$  (серије од  $N_x$  по  $x$  оси и  $N_y$  мерења по  $y$  оси), као

$$2A = A_1 + A_2, \quad A_1 = \left( \frac{1}{N_x} \sum_{i=1}^{N_x} x_{1,i} \right) \left( \frac{1}{N_y} \sum_{i=1}^{N_y} y_{1,i} \right) \quad \text{и} \quad A_2 = \left( \frac{1}{N_x} \sum_{i=1}^{N_x} x_{2,i} \right) \left( \frac{1}{N_y} \sum_{i=1}^{N_y} y_{2,i} \right). \quad (5.2.3)$$

Топлотни флуks  $P$  је, у идеалном моделу, потрошња централног грејача која се одређује као напон на контактима грејача  $V_{gg}$ , Слика 4.1.3, помножен јачином електричне струје кроз стандардни отпорник везан на ред са главним грејачем  $I_{gg}$  која се струје рачуна као количник напона на контактима стандардног отпорника  $V_{Ret1}$  са његовом номиналном отпорношћу  $R_{et1}$ , односно

$$P = V_{gg} I_{gg} = \frac{V_{gg} V_{Ret1}}{R_{et1}}. \quad (5.2.4)$$

Вредности  $V_{gg}$  и  $V_{Ret1}$  се узимају из одабране секвенце укупног сета аквирираних вредности током трајања устаљеног стања. Претпостављајући да су вредности снимане у једнаким интервалима времена, за средњу вредност се узима аритметичка средња вредност секвенце дужине  $N_s$  као

$$V_{gg} = \frac{1}{N_s} \sum_{i=1}^{N_s} V_{gg,i} \quad \text{и} \quad V_{Ret} = \frac{1}{N_s} \sum_{i=1}^{N_s} V_{Ret1,i}, \quad (5.2.5)$$

док се  $R_{et1}$  сматра константном.

Средњи пад температуре кроз узорке је разлика између температуре мерене у грејачу  $T_{gg}$  и средње температуре хладњака  $T_{hs}$  као

$$\Delta T = T_{ggs} - T_{hs} \quad (5.2.6)$$

које се рачунају као средње вредности на доњој ( $T_{gg1}$  и  $T_{h1}$ ) и горњој површини ( $T_{gg2}$  и  $T_{h2}$ ) као

$$T_{ggs} = \frac{T_{gg1} + T_{gg2}}{2} \quad \text{и} \quad T_{hs} = \frac{T_{h1} + T_{h2}}{2}. \quad (5.2.7)$$

Свака од  $T_{gg1}$ ,  $T_{gg2}$ ,  $T_{h1}$  и  $T_{h2}$  је средња вредност температуре по пет термопарова на одговарајућим позицијама по површини мерне зоне (усредњавање по површини):

$$T_{gg1} = \frac{1}{5} \sum_{j=1}^5 T_{gg1,j}, \quad T_{gg2} = \frac{1}{5} \sum_{j=1}^5 T_{gg2,j}, \quad T_{h1} = \frac{1}{5} \sum_{j=1}^5 T_{h1,j} \quad \text{и} \quad T_{h2} = \frac{1}{5} \sum_{j=1}^5 T_{h2,j}, \quad (5.2.8)$$

а свака од појединачних температура  $T_{tp}$  је средња вредност у времену на основу исте секвенце дужине  $N_s$  из које су узете вредности напона

$$T_{tp} = \frac{1}{N_s} \sum_{i=1}^{N_s} T_{tp,i}, \quad tp = (gg1, j; gg2, j; h1, j; h2, j). \quad (5.2.9)$$

Радна или средња температура једног стационарног стања  $T_{ss}$  се рачуна из међурезултата као средња вредност температуре топле и хладне стране ( $T_{ggs}$  и  $T_{hs}$ ) као

$$T_{ss} = \frac{T_{ggs} + T_{hs}}{2} = \frac{T_{gg1} + T_{gg2} + T_{h1} + T_{h2}}{4}. \quad (5.2.10)$$

Код поновљених мерења при једној радној температури коначна средња вредност  $T_s$  се рачуна из  $N_{ss}$  стационарних средњих вредности као

$$T_s = \frac{1}{N_{ss}} \sum_{n=1}^{N_{ss}} T_{ss,n} \quad (5.2.11)$$

и асоцира се са коначним резултатима обраде топлотне проводности.

### 5.2.2. Корекције на познате ефекте (реалан модел)

Одређивање  $\lambda$  из једначине (5.2.1) укључује следеће:

- Одређивање геометријских параметара  $A$  и  $h$ .
- Испуњавање услова равнотежног стања.
- Осигурање да је пренос топлоте заиста хомоген. Ово обично укључује пажљиво осмишљање експерименталних конфигурација, као и уједначавање температурског поља разних компоненти апаратуре током мерења.
- Мерење флукса централног грејача  $P$  је по себи лако изводљиво али потешкоће се јављају код осигурања у то да сва, и само та, електрична снага узрокује мерено  $\Delta T$ .
- Мерење температуре тако да је сензорима измерена температура једнака температури површине узорка на претпостављеним локацијама.

Наведених пет ставки је заједничко свим аксијалним методама у равнотежном стању, иако је њихов релативни значај различит међу разним методама и блиско повезан са појединачним техничким својствима неког модела апаратуре. На основу примера из расположивих извора, претходног искуства у извођењу сличних мерења, бројних модификација које постављају захтев за тестирањем апаратуре као целине, као и потребе да

се одржи континуитет са ранијим искуством, најзначајније корекције се и данас решавају експерименталним путем.

У настојању да се експериментални рад формално једнообразно приказује за све методе којима располаже метролошка лабораторија за термофизичке величине (МЛТВ) при Лабораторији за термотехнику и енергетику Института „Винча“, полазна основа за развој буџета несигурности је једна допуњена верзија буџета детаљно представљеног у [10]. Током израде ове дисертације изведено је више ревизија буџета несигурности за примењену апаратуру и у наставку овог поглавља биће дата структура најновије верзије, коришћене за обраду резултата мерења после унапређења апаратуре.

Утицај физичких појава на резултате мерења је по природи различит, према томе се и корекције математички могу изразити на разне начине. Ради прегледности поступка, у Водичу за изражавање несигурности мерења [50] је усвојена конвенција да се корекције изражавају као адитивне чак и када нису, што подразумева њихово изражавање у истим апсолутним јединицама као основна (некоригована) вредност.

*i) Дебаланс температуре топле плоче*

Важан услов претпоставке хомогености топлотног флукса у мерној зони је задовољен ако је температура на укупној површини грејне плоче равномерна. Површина грејача је сачињена од алуминијума који је добар проводник топлоте а испитивани материјали су из класе термоизолатора, тако да се мерењем температуре на површини плоче обично не добија мерљива разлика<sup>3</sup> на основу које се може извести корекција или регулација, стога се испод површине плоча (према намотају грејача) налазе сензори дебаланса (термопарови у диференцијалном споју) који дају напонски сигнал ( $V_{deb1}$  на доњој плочи и  $V_{deb2}$  на горњој плочи) пропорционалан разлици температура мерне и заштитне плоче. Утицај дебаланса се налази из мерене вредности пада температуре на узорку  $\Delta T_m$  и из зависности  $\Delta T$  од укупне ТЕМС дебаланса  $V_{deb}$ ,  $V_{deb} = V_{deb1} + V_{deb2}$ . Фитовањем  $\Delta T_m(V_{deb})$ , под претпоставком линеарне зависности  $\Delta T_{m,deb} = \Delta T_{m,deb,0} + S_{deb}V_{deb}$ , и налажењем решења за  $V_{deb} = 0$  добијају се параметри  $\Delta T_{m,deb,0}$  (балансирана вредност) и  $S_{deb}$  за адитивну поправку прелиминарно израчунатог  $\Delta T_m$ ,  $\Delta\Delta T_{m,deb}$ , у облику

$$\Delta\Delta T_{m,deb} = \Delta T_{m,deb,0} - S_{deb}V_{deb} - \Delta T_m. \quad (5.2.12)$$

<sup>3</sup> Под мерљивом разликом температура се овде подразумева разлика која је већа од несигурности мерења температуре у једној тачки, што за примењене сензоре, чија је примена ограничена на конкретан случај, износи око  $\pm 0,15$  °C.

Првобитно коришћена процедура за извођење ове корекције, примењена у мерењима у Поглављу 6.1, је проширивала број мерења једном серијом од најмање три мерења са искљученим централним и укљученим заштитним грејачем при различитим вредностима стационарног напона извора. Процедура у каснијим фазама израде ове тезе је проширена тако да се мерења изводе и са укључена оба грејача.

*ii) Збирна корекција латералних губитака топлоте*

Губици топлоте са латералних површина узорака су сразмерни разлици средње температуре узорка и температуре мерене на одређеном месту у околини а један њихов део је од мерне зоне. Губици топлоте кроз водове грејача су сразмерни разлици температуре грејача и температуре амбијента. Губици топлоте кроз сензорске водове су сразмерни разлици температура мерних места и температуре хладног краја. Сви наведени губици топлоте доводе до тога да зависност  $\lambda(P)$ , није константна, односно,  $\Delta T(P)$  не пролази кроз нулу.

Проблеми латералних губитака су предмет интересовања истраживача од почетка примене методе. Показало се да разматрани примери решења нађени у литератури [5]-[6], [23]-[27], као и препоруке из стандарда [58]-[59], нису примењиви у тренутној фази развоја апаратуре најпре због недостатка довољног броја резултата мерења различитих узорака који би потврдили примену неких од нађених поступака стога је у овој тези представљен чисто збиран емпиријски приступ питањима губитака који наликује тестовима линеарности у [58]. Ипак, са намером да се временом разлуче појединачне компоненте губитака, температура је мерена у додатним тачкама и на основу тих вредности су рађене парцијалне анализе за потребе будућег истраживања док ће у овој дисертацији бити представљени само резултати приступа који је дао поуздане резултате.

Анализом резултата пробних мерења утврђено је да је, када је топла плоча балансирана и када се изводе серија мерења при више вредности флукса централног грејача, при истој средњој температури на узорку, зависност  $\Delta T_{m,deb,0}(P_{gg})$  врло приближно линеарна у радном опсегу температура. Према томе, на основу више коригованих вредности на дебаланс  $\Delta T_{m,deb,0}$  из (5.2.12), може се конструисати оптимална права  $\Delta T_{m,deb,0} = \Delta T_{m,gub,0} + S_{gub}P_{gg}$ , на основу претпостављене и емпиријски потврђене линеарне зависности. Збирна адитивна

корекција пада температуре услед латералних губитака одређена на описани начин<sup>4</sup>,  $\Delta\Delta T_{m,gub}$ , се рачуна као

$$\Delta\Delta T_{m,gub} = -\Delta T_{m,gub,0} \quad (5.2.13)$$

Када се изводи корекција према (5.2.13), једначина (5.2.12) је облика

$$\Delta\Delta T_{m,deb} = \Delta T_{m,deb,0} - \Delta T_m \quad (5.2.14)$$

Латерални губици зависе од флукса топле плоче, средње температуре и топлотне проводности узорака која је у општем случају зависна од температуре, што се може апроксимирати константом само у околини неке температуре. Према томе, наведена корекција важи под условом да се мерења изводе при истој средњој температури у узорку  $T_{ss}$  за све добијене вредности  $\Delta T_{m,deb,0}$ .

*iii) Контактни отпор, индиректно мерење температуре, зазор и друго*

Између централне мерне зоне и заштитне зоне постоји зазор испуњен ваздухом тако да се са тог дела површине топле плоче топлота предаје узорку са обе површине, према томе је ефективна површина мерне зоне већа. Корекција мерне површине на овај ефекат  $\Delta A_{m,gap}$  се уноси као

$$\Delta A_{m,gap} = \frac{1}{2} A_{gap} \frac{\lambda_{gap}}{\lambda_m}, \quad (5.2.15)$$

где је  $\lambda_{gap}$  топлотна проводност ваздуха позната из литературе [29], будући да зазор није испуњен другим материјалом.

Питање контактнoг отпора је значајно када су узорци ригидни и за веће очекиване вредности  $\lambda$  (око  $0,5 \text{ Wm}^{-1}\text{C}^{-1}$  или више), односно, када се очекује да контактни отпор својим уделом у укупном топлотном отпору од грејача до хладњака у већем износу (на пример, више од 10%) доприноси мерењу пада температуре између места мерења топле и хладне стране. У случају да се температура мери у шупљинама у телима грејача и хладњака, постоји паразитни пад температуре између мерних места и узорка, који се мора проценити и унети одговарајућа корекција, слично процедури описаној у [35]. Алтернативно, мерењем у телу узорка или у урезаним каналима потребно је изводити корекције на дебљину  $h$ .

---

<sup>4</sup> Алтернативно, губици се могу исказати и као поправка на снагу грејача  $P$  из исте зависности, што би било коректније. Поправка за  $\Delta T$  се овде наставља на претходно изведену корекцију на дебаланс и то је у организацији буџета задржано како би се једноставније поредили доприноси описане две корекције на нешто што се мери док се процена губитака може направити тек на основу већег броја мерења.

При мерењима коришћеним за потребе израде ове дисертације температура је мерена на уметнутим слојевима познатог материјала (стаклене тканине импрегниране тефлоном) а корекција је поједностављена тако што се на прелиминарни резултат обраде  $\lambda_m$  на основу средње дебљине узорка,  $h_m$ , дебљине уметнутог платна,  $h_{tefp}$ , и  $\lambda_{tefp}$  преузетог из литературе [77], уводи корекција  $\Delta\lambda_{sh}$

$$\Delta\lambda_{sh} = \frac{h_{tefp}}{h_m} \frac{\lambda_m^2}{\lambda_{tefp}}, \quad (5.2.16)$$

Остале корекције улазних величина су одређене на основу еталонирања у сопственој изведби или из одговарајућих уверења о еталонирању и у буџет се уносе према томе на начин описан у 5.2.3.

Вредности мерења дебљине се коригују на основу уверења о еталонирању пре даље обраде, тако да једначине (5.2.2) остају у истом облику. Једначине (5.2.3) се проширују додавањем поправке на површину зазора (5.2.15) на укупну вредност, па једначине (5.2.3) уз мало сређивања имају облик

$$2A = A_{1,m} + A_{2,m} + 2\Delta A_{m,gap}, \quad A_{l,m} \cong X_l Y_l, \quad X_l = \frac{1}{N_x} \sum_{i=1}^{N_x} x_{l,i}, \quad Y_l = \frac{1}{N_y} \sum_{i=1}^{N_y} y_{l,i} \quad (l = 1,2) \quad (5.2.17)$$

Корекције мерења напона и температуре се уносе у посебно израђеном документу и узима се да су у буџету поправке једнаке нули, а допринос несигурности ће бити уведен у следећем потпоглављу. Привремено узев да су  $V_{gg}$  и  $V_{Ret1}$  константне, једначина (5.2.4) се проширује корекцијом  $\Delta R_{et1}$ , тако да је

$$P = P_m + \Delta P_{m,Ret} = \frac{V_{gg} V_{Ret1}}{(R_{et1} + \Delta R_{et1})} = \frac{V_{gg} V_{Ret1}}{R_{et1}} \frac{1}{(1 + \Delta R_{et1} / R_{et1})} \cong P_m \left( 1 - \frac{\Delta R_{et1}}{R_{et1}} \right), \quad (5.2.18)$$

из које се налази корекција уз познату апроксимацију на први члан Тејлоровог развоја функције  $1/(1+x)$  за  $x \ll 1$ .

### 5.2.3. Хијерархија израчунавања несигурности

У актуелној верзији Водича за изражавање несигурности мерења *GUM* [50] су идентификована два типа доприноса несигурности – тип А и тип Б. Тип А доприноса је резултат статистичке обраде резултата мерења. Сви доприноси у овој фази се скалирају на стандардну несигурност, односно 68% интервал поверења у околини вредности који одговара једној стандардној девијацији Гаусове нормалне расподеле на више и на ниже од средње вредности исте расподеле. Расподеле са другим функцијама густине вероватноће се



скалирају да одговарају Гаусовој расподели на нивоу стандардне несигурности множењем одговарајућим бездимензионим мултипликативним фактором који зависи од дистрибуције. Доприноси типа Б (резултати из документације, емпиријских корекција, еталонирања и других извора) се уносе тако да се њихов допринос стандардној несигурности треба да је сведен на стандардни допринос који такође одговара 68% интервалу поверења множењем одговарајућим фактором према томе која је претпостављена расподела.

У интерпретацији *GUM* од стране аутора ове дисертације, налажењем тоталног диференцијала дефиниционе једначине (5.2.1) и накнадним проширивањем модела, за изведена мерења се комбинована стандардна несигурност топлотне проводности,  $u_\lambda$ , на основу дефинисаних правила, налази као

$$u_\lambda = \sqrt{\left(\frac{\partial \lambda}{\partial h}\right)^2 u_h^2 + \left(\frac{\partial \lambda}{\partial A}\right)^2 u_A^2 + \left(\frac{\partial \lambda}{\partial P}\right)^2 u_P^2 + \left(\frac{\partial \lambda}{\partial (\Delta T)}\right)^2 u_{\Delta T}^2 + \left(\frac{\partial \lambda}{\partial T_s}\right)^2 u_{T_s}^2 + u_{\text{fit}}^2 + u_{\text{rept}}^2 + u_{\text{repr}}^2}, \quad (5.2.19)$$

где су  $u_h$ ,  $u_A$ ,  $u_P$  и  $u_{\Delta T}$  стандардне несигурности појединачних параметара,  $u_{T_s}$  је стандардна несигурност услед мануелног подешавања средње температуре узорка,  $u_{\text{fit}}$  је допринос услед одступања од фитоване криве,  $u_{\text{rept}}$  је допринос услед поновљивости експеримента, и коначно,  $u_{\text{repr}}$  је допринос услед репродуктивности. Члан у квадратној суми који се односи на средњу температуру теста  $T_s$  је додат због (*a priori* непознате) зависности тражене величине од температуре. Мултипликативни фактори у заградама (парцијални изводи  $\lambda$ ) се називају коефицијентима осетљивости на одговарајућу величину.

Израчунавањем парцијалних извода топлотне проводности, једначина (5.2.1), добија се израз за релативну стандардну несигурност топлотне проводности као

$$u_\lambda = \sqrt{\left(\frac{\lambda}{h}\right)^2 u_h^2 + \left(\frac{\lambda}{A}\right)^2 u_A^2 + \left(\frac{\lambda}{P}\right)^2 u_P^2 + \left(\frac{\lambda}{\Delta T}\right)^2 u_{\Delta T}^2 + \left(\frac{\partial \lambda}{\partial T_s}\right)^2 u_{T_s}^2 + u_{\text{fit}}^2 + u_{\text{rept}}^2 + u_{\text{repr}}^2}. \quad (5.2.20)$$

Коначно, усвојена је апроксимација да се коефицијенти осетљивости уз  $u_h$ ,  $u_A$ ,  $u_P$  и  $u_{\Delta T}$  одређују на основу резултата мерења, односно да су  $\lambda \approx \lambda_m$ ,  $h \approx h_m$ ,  $A \approx A_m$ ,  $P \approx P_m$  и  $\Delta T \approx \Delta T_m$ .

*i) Доприноси услед мерења средње дебљине узорака и површине мерне зоне*

Комбинована стандардна несигурност средње дебљине узорака  $u_h$  израчунате према једначини (5.2.2) и правила о варијанси збира је

$$u_h = \sqrt{\frac{1}{4}u_{h1,m}^2 + \frac{1}{4}u_{h2,m}^2 + u_{h,et}^2}, \quad (5.2.21)$$

где је  $u_{h,et}$  – стандардна несигурност еталонирања коришћеног мерила а појединачне стандардне несигурности  $u_{h1,m}$  и  $u_{h2,m}$  су једнаке (емпиријским) стандардним девијацијама вредности мерених у више тачака:

$$u_{h1,m} = s_{h1,m} = \sqrt{\frac{1}{N_h - 1} \sum_{i=1}^N u_{h1,m,i}^2} \quad \text{и} \quad u_{h2,m} = s_{h2,m} = \sqrt{\frac{1}{N_h - 1} \sum_{i=1}^N u_{h2,m,i}^2}. \quad (5.2.22)$$

На сличан начин се из (5.2.17) добија, из појединачних стандардних несигурности  $u_{A1,m}$ ,  $u_{A2,m}$  и  $u_{\Delta Am, gap}$ ,<sup>5</sup> комбинована несигурност за мерење површине:

$$u_A = \sqrt{\frac{1}{4}u_{A1,m}^2 + \frac{1}{4}u_{A2,m}^2 + u_{\Delta Am, gap}^2}. \quad (5.2.23)$$

Појединачне несигурности површина  $u_{A1,m}$  и  $u_{A2,m}$  се добијају из (5.2.17):

$$u_{Al,m} = \sqrt{s_{Xl,m}^2 + u_{Xl,et}^2 + s_{Yl,m}^2 + u_{Yl,et}^2}, \quad (5.2.24)$$

$$s_{Xl,m} = \sqrt{\frac{1}{N_X - 1} \sum_{i=1}^{N_x} (x_{l,i} - X_l)^2}, \quad s_{Yl,m} = \sqrt{\frac{1}{N_Y - 1} \sum_{i=1}^{N_y} (y_{l,i} - Y_l)^2}, \quad l = 1, 2.$$

$X_l$  и  $Y_l$ , ( $l = 1, 2$ ) у једначини (5.2.24) су средње вредности мерења ширине мерне зоне на више места, израчунате у (5.2.3).

## ii) Доприноси услед мерења топлотног флукса

Комбинована стандардна несигурност измерене снаге на главном грејачу  $P$ , израчунате према једначинама (5.2.4), уз претпоставку да су вредности мерених напона статистички некорелисане, је једнака

$$u_P = \sqrt{\left(\frac{P_m}{V_{gg,m}}\right)^2 u_{V_{gg,m}}^2 + \left(\frac{P_m}{V_{Ret1,m}}\right)^2 u_{V_{Ret1,m}}^2 + \left(\frac{P_m}{R_{et1}}\right)^2 u_{R_{et1}}^2}, \quad (5.2.25)$$

где је  $u_{Ret1}$  преузето из уверења о еталонирању оппорника а појединачне стандардне несигурности  $u_{V_{gg,m}}$  и  $u_{V_{Ret1,m}}$  су, према (5.2.5)

<sup>5</sup> За допринос несигурности површине услед постојања зазора узета је апроксимација  $u_{\delta Am, gap} \approx \Delta A_{m, gap}/2$  (најгрубља) иако се при радним вредностима температуре и флукса коришћене апаратуре обично апроксимира нулом.

$$u_{V_{gg,m}} = \sqrt{\frac{1}{N_s - 1} \sum_{i=1}^{N_s} V_{gg,i}^2 + u_{V_{gg,et}}^2} \quad \text{и} \quad u_{V_{ret1,m}} = \sqrt{\frac{1}{N_s - 1} \sum_{i=1}^{N_s} V_{Ret1,i}^2 + u_{V_{Ret1,et}}^2} \quad (5.2.26)$$

Доприноси несигурности  $u_{V_{gg,et}}$  и  $u_{V_{ret1,et}}$  се преузимају из уверења о еталонирању мултиметра, према томе у ком мерном опсегу се мери напон. Будући да су вредности очитаних напона кориговане на основу уверења у посебној процедури, овај корак је значајно поједностављен.

### iii) Доприноси услед мерења температуре

Слично мерењу напона, претходно изведеним корекцијама на основу еталонирања *in situ* знатно се поједностављује одређивање несигурности мерења пада температуре и средње температуре. По аналогији са ранијим извођењима у овом поглављу, комбинована несигурност мерења пада температуре се овде одређује из (5.2.8) као

$$u_{\Delta T} = \sqrt{\frac{1}{4} u_{T_{gg1}}^2 + \frac{1}{4} u_{T_{gg2}}^2 + \frac{1}{4} u_{T_{Th1}}^2 + \frac{1}{4} u_{T_{Th2}}^2 + u_{\Delta T,deb}^2 + u_{\Delta T,gub}^2}, \quad (5.2.27)$$

где су појединачне компоненте несигурности по једној површини усредњених у времену и простору означене као  $u_{T_{gg1}}$ ,  $u_{T_{gg2}}$ ,  $u_{T_{Th1}}$  и  $u_{T_{Th2}}$ , док су компоненте  $u_{\Delta T,deb}$  и  $u_{\Delta T,gub}$  последица увођења корекција на дебаланс температуре топле плоче и укупне латералне губитке, респективно.

За четири површине се спроводи исти поступак одређивања комбиноване несигурности. На пример, за контактну површину 1 грејача мерне зоне комбинована несигурност је

$$u_{T_{gg1}} = \sqrt{s_{T_{gg1,var}}^2 + s_{T_{gg1,fl}}^2 + \frac{1}{5} s_{T_{ind,et}}^2}. \quad (5.2.28)$$

Допринос услед просторног растурања при рачунању средње вредности на површини ( $s_{T_{gg1,var}}$ ) се из (5.2.8) добија из вредности усредњених у простору као

$$s_{T_{gg1,var}} = \frac{1}{\sqrt{3}} \left( \max(\max(T_{gg1,j}) - T_{gg1,sr}), (T_{gg1,sr} - \min(T_{gg1,j})) \right), \quad j = 1, 2, \dots, 5, \quad (5.2.29)$$

узевши да је функција густине вероватноће правоугаона<sup>6</sup>. За допринос услед флукуација у времену се узима највећа стандардна девијација једне од пет температура на тој површини у посматраном временском интервалу стационарног одзива

$$s_{T_{gg1},fl} = \max \left( \frac{1}{N_s - 1} \sum_{i=1}^{N_s} s_{T_{gg1},i} \right), \quad (5.2.30)$$

а несигурност еталонирања  $s_{T_{ind,et}}$  у (5.2.28) се такође заокружује тако што се узима највећа вредност стандардне несигурности еталонирања термopарова<sup>7</sup>.

Компоненте стандардној несигурности услед конструисања корекционих правих се одређују на исти начин као у једначини (5.2.29) – дељењем највеће девијације у односу на оптималну праву кореном из три.

*iv) Доприноси услед поновљивости средње температуре, поновљивости и репродуктивности експеримента*

Мерења су рађена при истој средњој вредности на узорку, притом се вредности средње температуре не могу прецизно задати због мануелног задавања контролних напона и температуре хладне плоче. Према томе, постоји растурање вредности средње температуре на узорку  $T_{ss}$  од стања 1 до стања  $N_{ss}$ . Посматрана величина  $\lambda$  зависи од температуре и тек по налажењу те зависности и средње температуре свих мерења се може одредити допринос несигурности из (5.2.11) као

$$u_{T_s} = \sqrt{s_{T_{ss}}^2 + u_{T_{ss,et}}^2} \quad (5.2.31)$$

где је  $s_{T_{ss}}$  – стандардна девијација средње температуре на узорку а допринос  $u_{T_{ss,et}}$  се добија из (5.2.27) занемаривањем доприноса услед корекција на дебаланс и бочне губитке.

Да би се коректно оценио допринос услед поновљивости експеримента потребно је завршити рад апаратуре, сачекати стабилизацију на собне услове и поновити мерење без уклањања узорака. Слично, оцена доприноса несигурности услед репродуктивности се

<sup>6</sup> Корекционе праве се конструису на основу малог броја мерења, стога се у пракси доприноси услед тих корекција у (5.2.28) уводе по строжем критеријуму, са већом шириом интервала поверења. Интервал поверења стандардне несигурности за правоугаону расподелу се узима као узима као распон вредности (од највеће до најмање) подељен двоструким кореном из три.

<sup>7</sup> Извођење корекција пре увођења значајно поједностављује једначину (5.2.28) тако да има тај облик. Још једно велико поједностављење рачуна је да се овде занемарује корелација мерених вредности температуре. Оправданост те апроксимације је у чињеници да су сензори еталонирани појединачно и као цео мерни низ (спој → жица → хладни крај → аквизициона картица → А/Д конвертор → конверзија ТЕМС у температуру → рачунар).

процедурно добија понављањем мерења по уклањању узорака и њиховом поновном постављању у апаратуру, ротираних или замењених места.

v) *Формирање стандардне и проширене мерне несигурности*

Комбинована стандардна несигурност се срачунава тако што се свака стандардна несигурност помножи својим коефицијентом осетљивости као у (5.2.20). Појединачне компоненте се израчунавају на исти начин и уводе се у комбиновану несигурност тако да одговарају интервалу поверења ширине једне стандардне девијације Гаусове нормалне расподеле (фактор обухвата  $k = 1$ ). Коначан резултат се множи са 2, заокружује се на две значајне цифре и придружује се резултату обраде као проширена несигурност, формално „ширина 95% интервала поверења са фактором обухвата  $k = 2$ ”.

Рачунске радње су сумиране у форми табела и извршавају се у *Excel* пакету чији садржај ће бити детаљније описан у Додатку Г.

## **6. РЕЗУЛТАТИ МЕРЕЊА И ВАЛИДАЦИЈЕ**

Експериментални допринос ове дисертације је сумиран у овој глави чије прво и друго поглавље садрже детаљан опис два пута изведеног одређивања топлотне проводности референтног материјала – у првом поглављу је детаљно описан поступак мерења у првој експерименталној поставци, употпуњен резултатима обраде, док је у другом поглављу слично описан поновљени експеримент после свих дорада и ревизија обраде података, закључно са посебним сумарним одељком. Коначно, у трећем поглављу описано је учешће у међулабораторијском поређењу, процедура мерења изведених у просторијама МЛТВ, резултати мерења и коначан резултат обраде података на радним температурама од 15 °C до 45 °C.

### **6.1. Прво мерење стандардног референтног материјала *IRMM-440***

Прва валидација апаратуре, укључујући мерну процедуру и обраду података, је изведена коришћењем узорака стандардног референтног материјала (СРМ) чија топлотна проводност, опсег температура и димензије попречног пресека одговарају постојећој заштићеној топлој плочи. У време почетка израде ове дисертације понуда референтних материјала за апаратуре овог типа је била веома ограничена, стога је набављен тада једини одговарајући доступан пар узорака стаклене вуне импрегниране смолом (енг. *resin-bonded glass fibre board*), шифрован као *IRMM-440*, означени као S91 и S92. Пратећа документација садржи исцрпан извештај, референца [69], који садржи опис поступка одабира материјала узорака, селекције и припреме узорака из шарже, мерења густине, мерења топлотне проводности методом заштићене топле плоче, опис детаља опреме и поступка праћен резултатима лабораторија учесница у међулабораторијском поређењу, резултате додатних тестова, начин на који је одређена коначна вредност на основу појединачних извештаја, усвојена вредност у форми полинома за опсег радних температура од -10 °C до 50 °C, као и друге корисне информације.

Стандардни референтни материјал се у овој дисертацији користи на начин да се вредности приложене уз узорке узимају као референтне у сврху поређења а не корекције. Према томе, уместо простог одузимања коначних резултата, поређење са референтним вредностима даје информацију која је основ за ревизију мерне процедуре и буџета несигурности. Резултат се сматра потпуно задовољавајућим ако су вредности блиске референтним у границама 95% интервала поверења референтних вредности. Задовољавајући резултат је кад је цео 95% интервал поверења обухваћен 95% интервалом поверења корисничке лабораторије. Резултат је делимично задовољавајући када се интервали поверења делимично преклапају, док се у случају непреклапања интервала поверења резултат сматра незадовољавајућим.

Слично реконструкцији апаратуре, поступак мерења изведених за потребе прве валидације и поступак обраде података су комбинација старог и новог. Процедура мерења и корекције познатих ефеката су изведене на основу расположиве литературе [29]-[30] која се односи на првобитну поставку и нађених дневничких записа. Будући да је у време израде и интензивне употребе оригиналне конфигурације приоритет био налажење вредности а данас је у фокусу процена несигурности, основ за поређење са будућим резултатима је постављен тако што је форма „анализе грешке“ преведена у форму буџета несигурности сличну другим формама израђеним за потребе других апаратура.

### **6.1.1. Постављање узорака и редослед стационарних стања**

Једно битно ограничење при мерењима описаним у овом и следећем поглављу је очување целовитости и својстава стандардног референтног материјала. У складу са тим општим захтевом термопарови су прилепљени на тефлонизирано стаклено платно у одговарајуће позиције, које је при склапању окренуто тако да су термопарске жице на страни окренутој грејачу, односно хладњацима. Такође, због стишљивости материјала и масивности хладњака потребно је поставити одстојнике да би се структура материјала очувала од механичког притиска. Одстојници нису стављени понајвише због тога што би се, ако би се ставили на одређеним местима на површинама хладних и топле плоче, без просецања узорци набрали у њиховој околини. Ослонци са стране на топлој плочи за спољне одстојнике још увек нису додати стога је на доњи хладњак постављен један узорак, затим грејач својом пуном тежином, на њега горњи узорак, а горњи хладњак је постепено спуштан до изједначавања растојања од топле плоче као код доњег узорка оптерећеног топлом плочом и фиксиран матицама на навојним шипкама. При пробном укључењу примећена је асиметрија

пада температуре стога је горњи хладњак додатно спуштен, затим је измерено растојање међу плочама и те вредности су узете за израчунавање средње дебљине узорка.



Слика 6.1.1. Узорци стандардног референтног материјала постављени за мерење у првој валидацији.

На Слици 6.1.1 може се видети како су узорци постављени у првом мерењу. После склапања централног мерног дела и пробног старта термостата, напајања и система за аквизицију, странице изолационе коморе су постављене са бочних страна, запремина је испуњена стиропор перлама и потом затворена са горње стране.

Напајање топле плоче је изведено као на Слици 4.1.2. Извор једносмерног напона су три извора *Sorensen*, модел 10-100, везана на ред тако да чине један напонски извор опсега од 0 V до 30 V. У свим експериментима описаним у овој дисертацији је коришћено исто термостатско купатило са спољном циркулацијом.

Код методе заштићене топле плоче редослед и трајање режима рада могу бити од значаја стога се резултати мерења најпре сумирају по редоследу извођења. Прва радна температура је била око 43 °C, најпре са искљученим извором напајања, потом четири вредности стационарне струје кроз грану заштитног прстена са искљученим централним грејачем за снимање корекције на дебаланс температура. Без прекидања рада спојена је грана кроз централни грејач и очитана је једна стационарна вредност, након тога је подигнут напон напајања и изведена су још три стационарна стања. По завршетку рада напајање и



термостати су искључени и систем је остављен неколико дана да се устали при условима приближним собним. Рад при температурама 33 °C и 23 °C је изведен по истом поступку.

Прелиминарне вредности значајне за даљу анализу су дате у Табели 6.1.1. У првој колони Табеле 6.1.1 су шифре стационарних стања,  $P_m$  је мерени флуks мерне зоне, збирни одзив сензора дебаланса са горње и доње стране топле плоче је  $V_{deb}$ ,  $T_{hs}$  је средња температура хладне стране  $T_{gg}$  је средња температура топле стране, средња температура на узорку  $T_{ss} = (T_{gg} + T_{hs})/2$  а  $\Delta T_m$  је средњи пад температуре кроз узорке,  $\Delta T_m = T_{gg} - T_{hs}$ . У последњој колони табеле дато је трајање од промене неког од контролних параметара (задатог напона на централном грејачу, струје кроз грејач заштитног прстена, или температуре термостата) до следеће промене једног од три контролна параметра.

**Табела 6.1.1. Редослед стационарних стања са прелиминарним резултатима обраде мерених вредности у првој валидацији.**

Стање	$P_m$ [W]	$V_{deb}$ [mV]	$T_{hs}$ [°C]	$T_{gg}$ [°C]	$T_{ss}$ [°C]	$\Delta T_m$ [°C]	Трајање [h]
300	0	--	42,97	41,50	42,97	-1,47	28,03
301	0	-0,044	40,17	39,38	39,78	-0,80	25,48
302	0	-0,005	40,13	40,04	40,08	-0,09	23,14
303	0	0,066	40,26	41,22	40,74	0,96	25,27
304	0	0,195	40,02	43,18	41,60	3,16	20,81
311	1,025	-0,181	40,05	45,15	42,60	5,10	23,24
321	1,376	-0,219	39,11	46,45	42,78	7,34	25,31
322	1,380	-0,124	38,23	47,13	42,68	8,90	23,74
<b>323</b>	1,383	<b>0,035</b>	36,87	48,53	42,70	11,66	26,35
200	0	-0,045	33,58	32,66	33,58	-0,91	45,52
201	0	0,037	30,86	31,39	31,12	0,53	23,36
202	0	-0,005	40,13	40,04	40,08	-0,09	23,75
203	0	0,227	29,52	33,58	31,55	4,05	26,90
211	1,475	-0,194	28,78	37,62	33,20	8,84	26,83
221	1,203	-0,152	28,83	36,04	32,43	7,20	19,29
222	1,203	-0,082	28,25	36,72	32,48	8,46	22,82
<b>223</b>	1,198	<b>0,016</b>	27,59	37,76	32,67	10,16	25,85
224	1,200	0,103	27,07	38,73	32,90	11,66	22,90
100	0	-0,011	21,44	21,21	21,33	-0,23	50,57
101	0	0,078	21,51	22,88	22,20	1,38	27,41
102	0	0,155	21,43	24,14	22,78	2,71	36,64
103	0	0,259	20,82	25,51	23,16	4,69	21,54
111	1,155	-0,146	19,88	26,99	23,44	7,11	25,93
112	1,160	-0,106	19,27	27,32	23,30	8,05	48,30
<b>113</b>	1,157	<b>-0,016</b>	18,41	28,03	23,22	9,62	46,52
114	1,159	0,078	17,60	28,92	23,26	11,32	53,44
124	0,985	0,066	18,49	28,10	23,29	9,60	19,54

### 6.1.2. Корекције и коначни резултати обраде прве валидације

Вредности приказане у Табели 6.1.1 су узете из форме буцета несигурности урађеног у пакету *Excel* тако да се подаци могу поредити са будућим мерењима, поштујући поступак обраде какав је извођен пре вишеканалног мутиметра. Стационарне вредности су копиране у документ за обраду, израчуната је средња вредност сваке вредности у времену и даље на начин описан у одељку 5.2.1. У фази корекција рађена је само поправка на дебаланс температуре, описана у одељку 5.2.2, тако што су методом најмањег збира квадрата конструисане корекционе праве облика  $\Delta T_m = \Delta T_{m,deb,0} + S_{deb}V_{deb}$ , где је  $\Delta T_{m,deb,0}$  – поправљена вредност мереног пада температуре,  $\Delta T_m$ , а нагиб праве  $S_{deb}$  се може назвати осетљивошћу пада температуре на дебаланс температуре.

У Табели 6.1.2 дати су параметри конструисаних правих за три радне температуре, као и шифре стационарних стања из Табеле 6.1.1 на основу којих су конструисане. Утицај ове корекције на срачунати резултат такође је дат у последње три колоне у Табели 6.1.2, где су наведена стационарна стања на основу којих су израчунате некориговане вредности  $\lambda_m$  и истим стањима одговарајуће  $\lambda_{kor1}$ , кориговане на дебаланс температуре грејне плоче, док су у последњој колони  $\lambda_{metod1}$  средње вредности појединачно коригованих  $\lambda_{kor1}$  при једној радној температури.

**Табела 6.1.2. Параметри оптималне праве за корекцију дебаланса температуре топле плоче, некориговане и кориговане вредности топлотне проводности СРМ у првој валидацији.**

Стање	$\Delta T_{m,deb,0}$ [°C]	$S_{deb}$ [10 <sup>3</sup> °C/V]	Стање	$\lambda_m$ [10 <sup>-3</sup> W/m °C]	$\lambda_{kor1}$ [10 <sup>-3</sup> W/m °C]	$\lambda_{metod1}$ [10 <sup>-3</sup> W/m °C]
101			111	44,02	31,77	
102	-0,066	18,268	<b>113</b>	32,59	31,42	31,58
103			114	27,74	31,54	
201			221	45,25	32,52	
202	-0,061	18,085	222	38,51	32,55	32,58
203			<b>223</b>	31,93	32,68	
301			321	52,31	34,90	
302	-0,063	16,439	322	43,22	34,96	33,83
303			<b>323</b>	33,09	34,61	
304						

При процени несигурности за допринос мерења напона и температуре су узимане стандардне девијације очитаних вредности (тип А) и „accuracy“ (тип Б) из документације инструмента *Keithley 2700* [78]. На сличан начин су за мерење дужине као улазне величине

узимане стандардна девијација мерења, резолуција мерила и претпостављена правоугаона расподела. На основу више вредности на једној средњој температури (израчунате за свако стационарно стање,  $\lambda_{kor1}$  у Табели 6.1.2) су нађене средња вредност температуре и средња вредност топлотне проводности колони  $\lambda_{metod1}$  а највеће одступање је додато у укупну несигурност.

У Табели 6.1.3. су дати селектовани резултати прелиминарне обраде, по један сет за сваку радну температуру, у којој су резултати мерења кориговани према уверењима о еталонирању и затим срачунати према једначинама у одељку 5.2.1. Критеријум избора стационарних стања за даљу обраду (шифре стања су подебљане у Табели 6.1.2) је да је вредност ТЕМС сензора дебаланса најближа нули. Средња температура  $T_{sr}$ , израчуната према (5.2.11), се односи на сва стационарна стања.

**Табела 6.1.3. Извод из форми буџета несигурности – прелиминарне вредности**

Величина	Опис	Вредност $q$	Ст. нес. $u_q$	$u_\lambda$ [W/m°C]
$T_{sr}$	средња температура [°C]	<b>23,32</b>	<b>0,257</b>	
$h_{sr}$	средња дебљина узорка [mm]	33,87	0,206	0,000198
$A_{sr}$	средња површина мерне зоне [mm <sup>2</sup> ]	62500,00	123,744	0,000065
$P_{gg}$	топлотни флуks мерне зоне [W]	1,16	0,018	0,000493
$\Delta T_m$	пад температуре [°C]	9,62	0,091	0,000309
$\lambda_m$	топлотна проводност, мерена [W/m°C]	<b>0,032591</b>		<b>0,000619</b>
$T_{sr}$	средња температура [°C]	<b>32,52</b>	<b>0,263</b>	
$h_{sr}$	средња дебљина узорка [mm]	33,87	0,206	0,000194
$A_{sr}$	средња површина мерне зоне [mm <sup>2</sup> ]	62500,00	194,454	0,000099
$P_{gg}$	топлотни флуks мерне зоне [W]	1,20	0,005	0,000141
$\Delta T_m$	пад температуре [°C]	10,17	0,085	0,000267
$\lambda_m$	топлотна проводност, мерена [W/m°C]	<b>0,031926</b>		<b>0,000373</b>
$T_{sr}$	средња температура [°C]	<b>42,71</b>	<b>0,229</b>	
$h_{sr}$	средња дебљина узорка [mm]	33,87	0,206	0,000196
$A_{sr}$	средња површина мерне зоне [mm <sup>2</sup> ]	62500,00	194,454	0,000100
$P_{gg}$	топлотни флуks мерне зоне [W]	1,38	0,006	0,000140
$\Delta T_m$	пад температуре [°C]	11,66	0,112	0,000309
$\lambda_m$	топлотна проводност, мерена [W/m°C]	<b>0,032151</b>		<b>0,000404</b>

Прва колона Табеле 6.1.3 садржи ознаке величина те врсте, у другој колони су дати називи и јединице мере, у трећој колони су дате вредности, опште означене као  $q$ , изражене у својим јединицама, као и њихове стандардне несигурности  $u_q$  (68% интервал поверења), док су у последњој колони, множењем  $u_q$  са одговарајућом осетљивошћу, израчунати

појединачни доприноси стандардној несигурности  $u_\lambda$ , израженој у ватима по метру и степену Целзијусове скале. Прелиминарно добијена топлотна проводност,  $\lambda_m$ , је израчуната од вредности  $h_{sr}$ ,  $A_{sr}$ ,  $P_{gg}$  и  $\Delta T_m$ , док је комбинована стандардна несигурност средња квадратна сума појединачних несигурности помножених одговарајућим коефицијентима осетљивости.

Сажетак резултата обраде је дат у Табели 6.1.4, почев од прелиминарних вредности  $\lambda_m$  из Табеле 6.1.3 и изражене у миливатима по метру и степену Целзијусове скале, корекције изведене у овом експерименту, до коначних резултата за топлотну проводност  $\lambda$  са проширеним несигурностима. У последњој врсти су додате су вредности одговарајуће укупне средње температуре  $T_{sr}$  заокружене на једно децимално место. У првој валидацији су рађене само корекције на дебаланс температуре  $\delta\lambda_{unb}$  (према коефицијентима корекционе праве у Табели 6.1.2), поновљивост средње температуре  $\delta\lambda_{T_{prt}}$  (на основу стандардне несигурности и познате зависности од температуре из [69]) и растурање коначних вредности  $\delta\lambda_{in}$  (највеће девијације  $\lambda_{kor1}$  у односу на њихову средњу вредност  $\lambda_{metod1}$  у Табели 6.1.2).

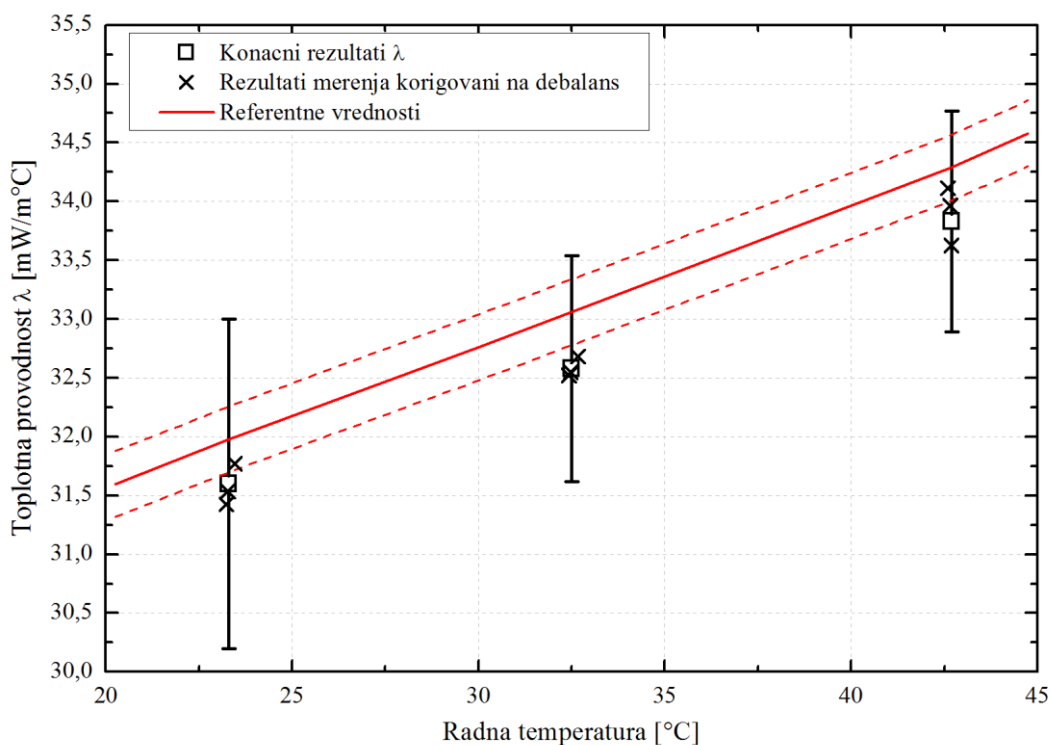
**Табела 6.1.4. Извод из форме буцета несигурности – корекције и коначни резултати (вредности и доприноси стандардној несигурности су изражени у  $[10^{-3} \text{ W/m}^\circ\text{C}]$ ).**

Ознака	Вредност	$u_\lambda$	Вредност	$u_\lambda$	Вредност	$u_\lambda$
$\lambda_m$	32,591	0,619	31,926	0,373	32,151	0,404
$\delta\lambda_{unb}$	-1,166	0,265	0,758	0,293	1,476	0,202
$\delta\lambda_{T_{prt}}$	0,000	0,014	0,000	0,045	0,000	0,030
$\delta\lambda_{in}$	0,153	0,112	-0,098	0,057	0,206	0,119
$\lambda$	31,577	0,682	32,585	0,480	33,833	0,468
	<b>31,6</b>	<b>1,4</b> ( $k = 2$ )	<b>32,58</b>	<b>0,96</b> ( $k = 2$ )	<b>33,83</b>	<b>0,94</b> ( $k = 2$ )
$T_{sr}$ [ $^\circ\text{C}$ ]	<b>23,3</b>		<b>32,5</b>		<b>42,7</b>	

На Слици 6.1.2 приказани су коначни резултати обраде из Табеле 6.1.4, додати су такође међурезултати  $\lambda_{kor1}$  из Табеле 6.1.2 као и референтне вредности испитиваног материјала, израчунате на основу полинома приложеног уз узорке, референца [69].

Прво што се може приметити је да температурска зависност на Слици 6.1.2 приближно прати тренд референтних вредности што упућује на постојање узрока који не зависи од температуре. Постојање приметних девијација вредности коригованих на дебаланс је додатни основ за проширење модела. Добијени резултати не улазе у 95% интервал

поверења референтних вредности, међутим, проширена несигурност резултата обраде обухвата опсег референтних вредности те је, у формалном смислу, валидност апаратуре и поступка мерења задовољена.



Слика 6.1.2. Коначни резултати прве обраде и референтне вредности.

Анализом садржаја табела 6.1.3-6.1.4 могу се идентификовати доминантни доприноси несигурности у овом експерименту и поредити са резултатима наредних мерења. На пример, већа проширена несигурност коначног резултата  $\lambda$  на температури 23 °C у Табели 6.1.4 је последица велике несигурности прелиминарне вредности  $\lambda_m$  из Табеле 6.1.3, која је већа због већих стандардних несигурности мерења флукса и температуре, као и већих коефицијената осетљивости  $\lambda_m / P_{gg}$  (за допринос мерења флукса) и  $\lambda_m / \Delta T_m$  (за допринос пада температуре) за мање  $P_{gg}$  и  $\Delta T_m$ , и тако даље, све до очитаних вредности које због обима нису укључене у ову дисертацију.

## **6.2. Друго мерење стандардног референтног материјала**

Након свих техничких измена описаних у поглављима 4.2 и 4.3, као и даљег развоја поступка, формализовања мерне процедуре као у поглављу 5.1 и ревизије обраде података, поглавље 5.2, 2017. год. је изведено поновљено мерење топлотне проводности стандардног референтног материјала *IRMM-440*.

Референтни материјал је описан на почетку поглавља 6.1, стога ће на овом месту најпре бити описан поступак другог мерења, при чему ће бити наглашене измене у односу на претходно мерење, затим ће бити дати прелиминарни резултати и резултати обраде. Коначно, у посебном одељку ће се дати поређење резултата прве и друге валидације праћено кратком дискусијом.

### **6.2.1. Постављање узорака и редослед стационарних стања**

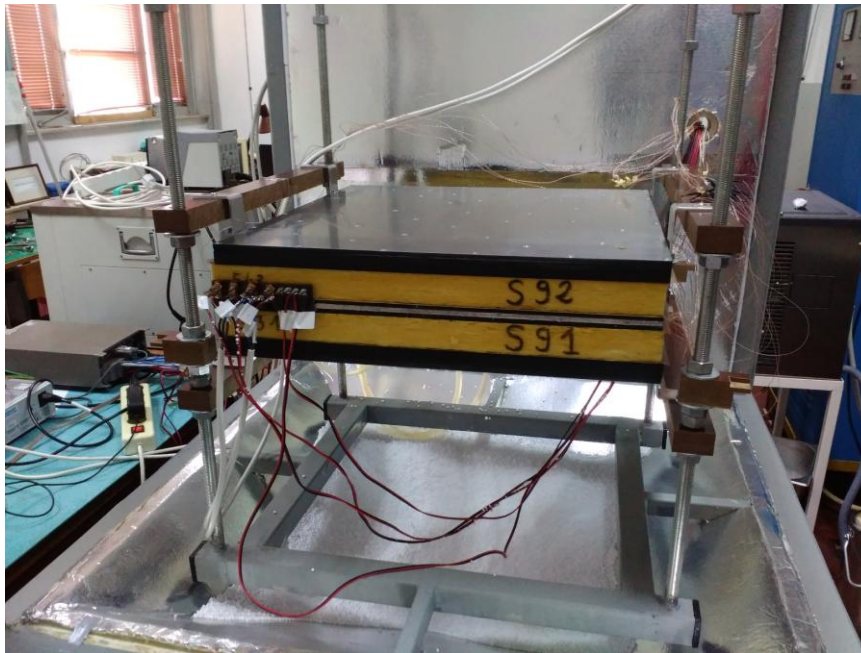
Узорци и термопарови за мерење температуре на површинама су постављени у исти положај као у одељку 6.1.1. Будући да су нови хладњаци знатно лакши а сигурно решење за постављање одстојника није реализовано, после пробе на комаду сличног материјала одлучено је да се горњи хладњак потпуно ослони на горњи узорак док је топла плоча такође потпуно ослоњена на доњи узорак, Слика 6.2.1. Овом приликом је растојање међу плочама било уједначено али нешто веће него при претходном мерењу.

Термостат, стандардни отпорник и инструмент са пратећим програмом за аквизицију су по свему исти као у претходном мерењу, док су термопарови темељно репарирани и еталонирани више пута у тестовима описаним у поглављу 4.3 и Додатку Б. Значајна измена је увођење двоканалног извора напајања тако да је шема повезивања нешто измењена у односу на Сliku 4.1.2 – гране су посебна кола са заједничком тачком *C* на Сlici 4.1.2 и 4.1.1, напони на извору се подешавају независно тако да је реостат у колу грејача заштитног прстена сувишан као и други еталон отпорник чији пад напона није коришћен у обради резултата прве валидације.

Анализом резултата претходно изведеног мерења дошло се до одлуке да се мерна процедура измени тако што ће се снимати вредности за више вредности топлотног флукса грејача мерне зоне на основу којих се може радити анализа по дебалансу и по флуксу.

У првом мерењу су вредности узимане за стационарне отприлике 24 часа након промене стога је одлучено да се режим прати у дужем периоду и слично – дужина интервала стационарног одзива сигнала која иде у даљу обраду треба да се повећа. Последица описаних

промена је да је очекивано укупно трајање експеримента значајно продужено те је, у складу са другим обавезама, одлучено да се потпуно обради једна радна температура, око 35 °С, конструисањем фамилије корекција на дебаланс при више вредности потрошње грејача мерне зоне.



Слика 6.2.1. Узорци стандардног референтног материјала постављени за мерење у другој валидацији

Сажетак резултата мерења је дат у Табели 6.2.1, са значењима колоне истим као у Табели 6.1.1.

Табела 6.2.1. Редослед стационарних стања са прелиминарним резултатима обраде мерених вредности.

Стање	$P_m$ [W]	$V_{deb}$ [mV]	$T_{hs}$ [°C]	$T_{gg}$ [°C]	$T_{ss}$ [°C]	$\Delta T_m$ [°C]	Трајање [h]
300	0	-0,055	35,03	33,80	34,42	-1,23	21,25
311	1,000	-0,129	32,24	38,08	35,16	5,84	39,75
312	1,000	-0,047	30,79	38,12	34,45	7,33	45,25
313	1,000	0,064	29,41	38,67	34,04	9,26	53,08
314	1,000	0,099	29,40	39,26	34,33	9,86	38,02
321	1,959	-0,107	27,57	41,69	34,63	14,12	53,44
322	1,959	-0,011	26,60	42,43	34,52	15,83	34,09
323	1,959	-0,239	28,94	40,83	34,89	11,89	73,20
301	0	0,179	33,10	36,22	34,66	3,12	46,04
302	0	0,307	32,19	37,49	34,84	5,30	46,08
303	0	0,508	30,85	39,56	35,20	8,71	32,26

### 6.2.2. Корекције и коначни резултати обраде друге валидације

Израчунавање вредности у идеалном моделу, дато у одељку 5.2.1, је исто као код прве валидације, док су процедуре увођења корекција на познате ефекте и пратећа процена несигурности употпуњене и изведене доследно према току описаном у одељцима 5.2.2 и 5.2.3.

Коефицијенти оптималних правих  $\Delta T_m(V_{deb})$  облика  $\Delta T_m = \Delta T_{m,deb,0} + S_{deb}V_{deb}$  за три потрошње грејача мерне зоне  $P$  (искључен грејач, 1,00 W и 1,96 W) су дати у Табели 6.2.2, такође су на Слици 6.2.2а приказани парови вредности са конструисаним оптималним правима.

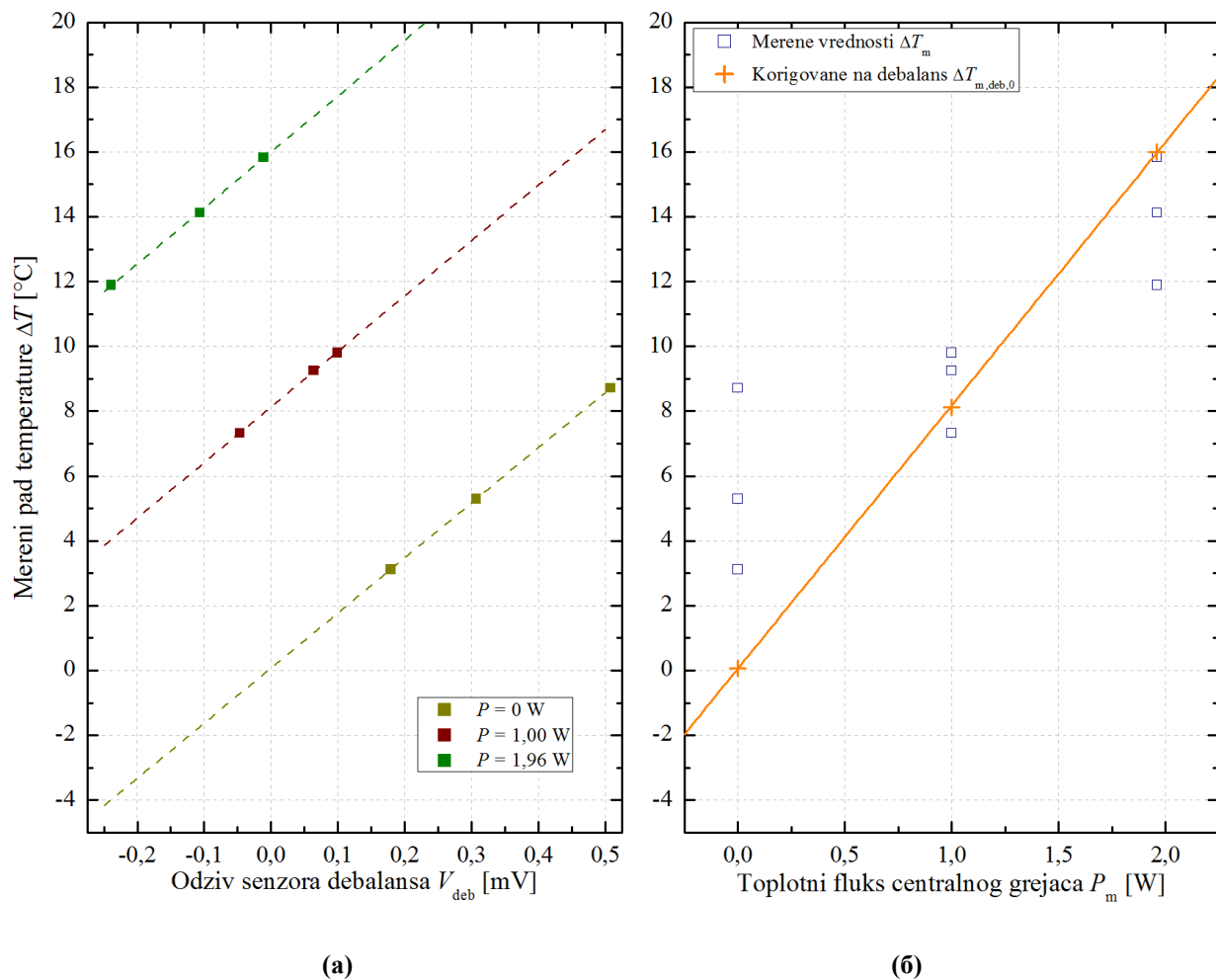
Табела 6.2.2. Параметри оптималне праве за корекцију дебаланса температуре топле плоче и оптималне праве за збирну корекцију латералних губитака у другој валидацији.

Стање	$\Delta T_{m,deb,0}$ [°C]	$S_{deb}$ $\cdot 10^3$ [°C/V]	$P_m$ [W]	$\Delta T_{m,gub,0}$ [°C]	$S_{gub}$ [°C/W]
301, 302, 303	0,080	17,005	0	0,056	8,128
312, 313, 314	8,136	17,123	1,000		
321, 322, 323	16,002	17,253	1,959		

У идеалном моделу зависност  $\Delta T(P)$  треба да је линеарна и да пролази кроз нулу. У конкретном случају се конструисањем праве  $\Delta T_{m,deb,0}(P_{gg})$  методом најмањег збира квадрата у облику  $\Delta T_{m,deb,0} = \Delta T_{m,gub,0} + S_{gub}P_{gg}$ , приказане на Слици 6.2.2б, коефицијенти  $\Delta T_{m,gub,0}$  и  $S_{gub}$  су дати у Табели 6.2.2, може закључити да је линеарна зависност од флукса задовољена. Слично као код корекције на дебаланс температуре, одступање од конструисане праве за сваку стационарну вредност се уводи као корекција а девијације вредности у односу на оптималну праву се уносе у процену несигурности.

Описани пример увођења додатне збирне корекције на латералне губитке, такође представљен у [48], представља начин за уочавање нерегуларности рада својствених апаратури или последица особина узорака испитиваног материјала. Очекује се да се на основу више поновљених мерења са узорцима различите дебљине и различитих својстава у будућности утврди да ли је (и под којим условима) параметар  $S_{deb}$  поновљив тако да се процедура мерења може скратити, као и одговор на питање разлагања  $S_{gub}$  на компоненте које би припадале различитим губицима топлоте и на тај начин разложити  $P_{gg}$  на појединачне компоненте.





Слика 6.2.2. Корекције пада температуре  $\Delta T$ : (а) на дебаланс температуре и (б) на бочне губитке.

Резултати мерења, кориговани према уверењима о еталонирању и срачунати према једначинама у одељку 5.2.1, су дати су у Табели 6.2.3. Средња температура  $T_{sr}$ , израчуната према (5.2.11), се односи на сва стационарна стања. У трећој колони Табеле 6.2.3 су дате вредности, опште означене као  $q$ , изражене у својим јединицама, као и њихове стандардне несигурности  $u_q$  (фактор обухвата  $k = 1$ ), док су у последњој колони, множењем  $u_q$  са одговарајућом осетљивошћу, израчунати појединачни доприноси стандардној несигурности  $u_\lambda$ , израженој у ватима по метру и степену Целзијусове скале.

Корекције изведене по завршетку мерења су сумиране у Табели 6.2.4. Топлотна проводност је изражена у миливатима по метру и степену Целзијуса, као и доприноси стандардној несигурности услед разних корекција.

Табела 6.2.3. Извод из форме буџета несигурности – прелиминарна вредност

Величина	Опис	Вредност $q$	Ст. нес. $u_q$	$u_\lambda$ [W/m°C]
$T_{sr}$	средња температура [°C]	<b>34,60</b>	0,324	
$h_{sr}$	средња дебљина узорка [mm]	33,82	0,163	0,000160
$A_{sr}$	средња површина мерне зоне [mm <sup>2</sup> ]	62800,72	151,537	0,000080
$P_{gg}$	топлотни флуks [W]	1,96	0,008	0,000137
$\Delta T_m$	пад температуре [°C]	15,83	0,013	0,000027
$\lambda_m$	топлотна проводност, мерена [W/m°C]	<b>0,033322</b>		<b>0,000228</b>

У првој врсти је у Табели 6.2.4 је прелиминарна  $\lambda_m$  из Табеле 6.2.1, док је у последњој врсти коначна вредност  $\lambda$  која се добија као сума вредности из те колоне, њена стандардна несигурност је средња квадратна сума доприноса у тој колони, док је проширена несигурност  $U_\lambda$  са фактором обухвата  $k = 2$ , према [50], израчуната множењем стандардне несигурности са 2 и заокруживањем на две значајне цифре и на већу вредност. При израчунавању корекције на утицај уметнутог слоја су коришћени резултати из [77] које су дали *Price* и *Jarratt* за стаклено платно импрегнирано тефлоном.

Табела 6.2.4. Извод из форме буџета несигурности – корекције и коначна вредност.

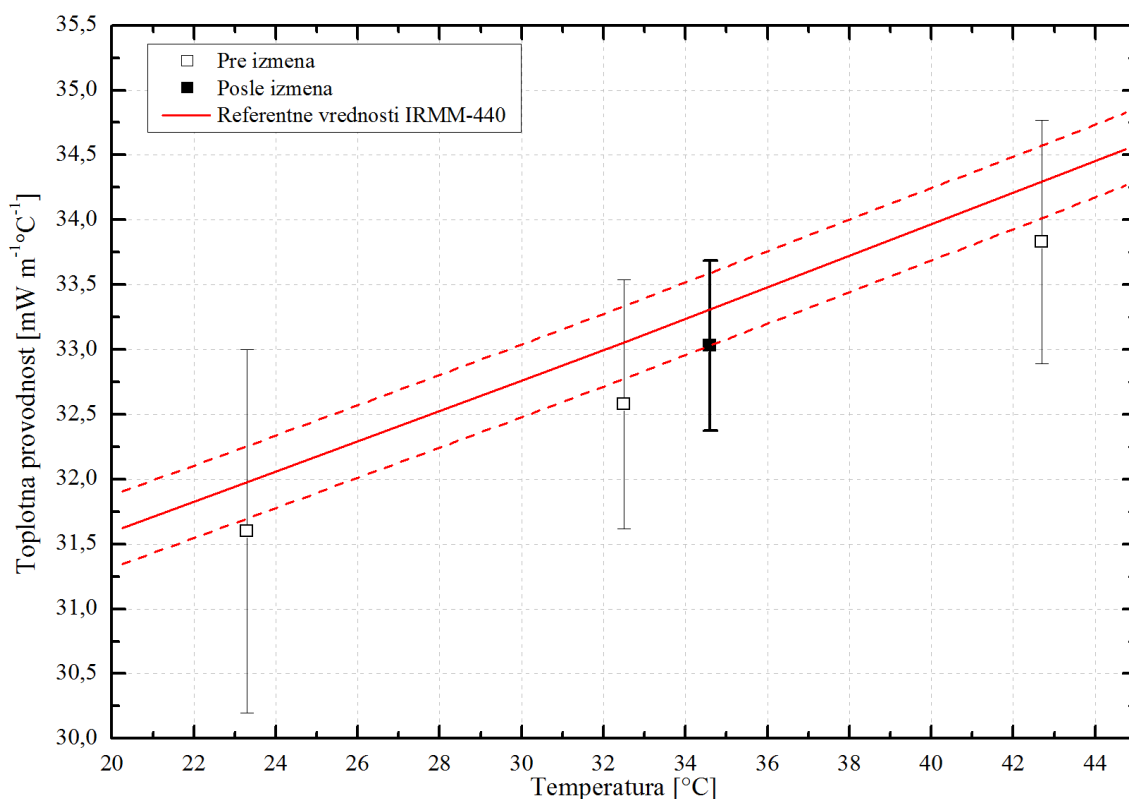
Ознака	Опис	Вредност [10 <sup>-3</sup> W/m°C]	$u_\lambda$ [10 <sup>-3</sup> W/m°C]
$\lambda_m$	топлотна проводност, мерена	<b>33,322</b>	<b>0,228</b>
$\delta\lambda_{unb}$	корекција на дебаланс температуре	-0,363	0,178
$\delta\lambda_{edge}$	збирна корекција на латералне губитке	0,119	0,070
$\delta\lambda_{exp}$	корекција услед температурског ширења	-0,034	0,006
$\delta\lambda_{sh}$	корекција услед топлотног отпора уметнутог слоја	0,001	0,000
$\delta\lambda_{Tprt}$	поновљивост средње температуре	0,000	0,020
$\delta\lambda_{prt}$	поновљивост резултата	0,000	0,087
$\delta\lambda_{in}$	девијације резултата обраде	0,000	0,038
$\delta\lambda_{rrr}$	репродуктивност	0,000	0,087
$\lambda$	топлотна проводност, коригована	33,045	0,324
		<b>33,04</b>	<b>0,65</b> ( $k = 2$ )

### 6.2.3. Поређење два одређивања мерења топлотне проводности CPM

Коначна вредност из Табеле 6.2.4 са проширеном несигурношћу је приказана на Слици 6.2.3 заједно са референтним вредностима и резултатима прве валидације. Вредност

добијена после свих измена гранично улази у интервал поверења референтних вредности који је, као у претходном случају, обухваћен интервалом поверења новог резултата, док је релативна проширена несигурност, око 2 %, значајно мања него пре измена.

Разлика нове коначне вредности у односу на вредност на истој температури (која се може добити интерполацијом) није велика, међутим, структура је толико различита да се тек на основу увида у детаље може јасно уочити допринос свих измена. Квалитативна промена се огледа у знатно мањем броју одбачених стационарних вредности.



Слика 6.2.3. Резултати обраде, резултати првог експеримента и референтне вредности.

Поређењем стационарних вредности за потрошњу грејача мерне зоне  $P_{gg}$  из Табеле 6.2.1 са вредностима из Табеле 6.1.1 уочава се боља стабилност извора напајања при вишедневном раду. Слично се из Табела 6.1.3 и 6.2.3 може закључити за допринос мерења пада температуре несигурности прелиминарне вредности  $\lambda_m$ , при чему је следивост мерења  $\Delta T_m$  у Табели 6.2.3 потврђена еталонирањем, Прилог Б, док одговарајуће вредности у Табели 6.1.3 нису следиве.

Проширење модела у односу на првобитно стање се може уочити из тога што Табела 6.2.4 садржи врсте којих у Табели 6.1.4 нема управо стога што у првој валидацији нису разматрани ефекти латералних губитака, контактнoг отпора, термичoг ширења грејача мерне зоне, поновљивости и репродуктивности. Такође, вредност површине мерне зоне  $A_{sr}$  у Табели 6.2.3 је већа од исте у Табели 6.1.3 због тога што је у другој валидацији уведена поправка на присуство зазора између мерне и заштитне зоне.

Једна илустрација промене у процедури обраде података је дата у Табели 6.2.5, где су резултати мерења преузети из Табеле 6.2.1 и кориговани само на дебаланс температуре као што је урађено у првом експерименту, Табела 6.1.2, са истим значењем колона  $\lambda_{kor1}$  и  $\lambda_{metod1}$ , упоређени са резултатом првог експеримента добијеним интерполацијом на исту средњу температуру. Разлика се може објаснити бољим топлотним контактом нових хладњака са узорком, продуженом трајању стационарног стања и увођењем корекција свих мерених вредности на основу еталонирања на почетку обраде, што није рађено у првој валидацији.

**Табела 6.2.5. Параметри оптималне праве за корекцију дебаланса температуре топле плоче, некориговане и кориговане вредности топлотне проводности добијене у другој валидацији, обрађени на начин као пре измена поступка обраде.**

Стање	$\Delta T_{m,deb,0}$ [°C]	$S_{deb}$ $\cdot 10^3$ [°C/V]	Стање	$\lambda_m$ $\cdot 10^{-3}$ [W/m °C]	$\lambda_{kor1}$ $\cdot 10^{-3}$ [W/m °C]	$\lambda_{metod1}$ $\cdot 10^{-3}$ [W/m °C]
301 302 303	0,080	17,005	312	36,75	33,47	33,30
			313	29,08	33,27	
			314	27,45	33,46	
			321	37,35	33,26	
			322	33,32	33,09	
			323	44,35	33,22	
Вредност за $T_{sr} = 34,6$ °C добијена интерполацијом из резултата првог мерења:						32,88

Коначно, потврда да код иначе једноставно осмишљене методе заштићене топле плоче не постоје неважни детаљи у фази припреме и извођења експеримента огледа се у коначним вредностима обе описане валидације. Наиме, узорак СРМ јесте стаклена вуна номиналне дебљине 35 mm која, иако велике густине, показује стишљивост и при механичким притисцима уобичајене примене тог материјала (подна изолација) овај ефекат је реверзибилан (другим речима, механчке деформације су еластичне до неких већих притисака). Стишљивост узорка, различити механички притисци при мерењу у различитим апаратурама, као и потреба за остварењем доброг и поновљивог топлотног контакта, довели

су до компромиса да се при одређивању референтне вредности, референца [69], дебљина фиксира на  $h_{\text{ref}} = 34 \text{ mm}$  одстојницима.

У недостатку решења у виду одговарајућих одстојника, при првој валидацији је одстојање одржавано затегнутим матицама на навојној шипки а у другој валидацији су грејач и (приметно лакши) хладњак својом тежином притискали узорке. У првој валидацији растојање топле и хладне стране  $h_{\text{sr},1} = 33,87 \text{ mm}$  (Табела 6.1.3)  $h_{\text{sr},2} = 33,82 \text{ mm}$ .

Претпостављајући да је деформација еластична и да је топлотни отпор узорака исти при малој промени дебљине, скалирањем коначних резултата  $\lambda$  из Табеле 6.1.4 и 6.2.4, такође приказане на Слици 6.2.3, на дебљину  $h_{\text{ref}}$  и поређењем са референтним вредностима при температурама  $T_{\text{sr}}$  добијају се вредности  $\lambda_{\text{skd}}$  у Табели 6.2.6. На описани начин кориговане вредности из прве валидације су на граници 95 % интервала поверења референтних вредности ( $\lambda_{\text{ref}} \pm U_{\lambda_{\text{ref}}}$ ), док се резултат друге валидације приближава референтној на негативну разлику од  $0,09 \cdot 10^{-3} \text{ W/m}^\circ\text{C}$  или релативних 0,3 %.

Табела 6.2.6. Скалирање резултата валидације на дебљину узорака из [69].

$T_{\text{sr}}$ [°C]	$\lambda_{\text{ref}} \pm U_{\lambda_{\text{ref}}}$ [ $10^{-3} \text{ W/m}^\circ\text{C}$ ]	$\lambda$ [ $10^{-3} \text{ W/m}^\circ\text{C}$ ]	$h_{\text{ref}}/h_{\text{sr}}$	$\lambda_{\text{skd}}$ [ $10^{-3} \text{ W/m}^\circ\text{C}$ ]
23,3	$31,98 \pm 0,28$	31,60	1,004	31.70
32,5	$33,06 \pm 0,28$	32,58	1,004	32.70
34,6	$33,31 \pm 0,28$	33,04	1,005	33.22
42,7	$34,29 \pm 0,28$	33,83	1,004	33.96

Последњи пример није коришћен за корекције резултата обраде али поставља мерење дебљине узорака, иначе сматрано тривијалним поступком, као проблем једнако важан мерењу температуре и напона.

### 6.3. Мерење изведено у међулабораторијском поређењу

Међулабораторијско поређење организовано је у оквиру пројекта „*Eura-Thermal*“ у периоду од 2015. до 2018. године. На презентацији пројекта [46] наведено је пет потпројеката, тзв. „радних пакета“, од којих је за ову дисертацију значајан трећи радни пакет, чији је циљ унапређење следивости и капацитета за мерење топлотних својстава материјала, првенствено топлотне проводности.

Лабораторије учеснице су националне лабораторије Француске (*Laboratoire national de métrologie et d'essais – LNE*) у својству пилот-лабораторије, са највише искуства како у мерењу тако и у међулабораторијској сарадњи, затим Мађарске (раније *MKEH*, у међувремену промењен назив у *Budapest Főváros Kormányhivatala – BFKH*), Чешке (*Český metrologický institut – ČMI*) и Србије (Институт за нуклеарне науке „Винча“, наведен као „*VINCA*“)<sup>8</sup>.

Протокол је у потпуности пратио примере раније организованих поређења. Одржана је серија консултација и техничких посета, представљања лабораторијских капацитета учесница, преговорима је тражен компромис за различите облике и димензије попречног пресека и дебљине узорака, различите опсеге радних температура, као и шеме редоследа мерења. Донета је одлука да материјал буде полистирен и да поређење буде изведено по шеми „звезда“, што практично значи да се праве посебни сетови узорака за лабораторије учеснице. Пилот лабораторија је набавила већу количину материјала за узорке од познатог произвођача са традицијом уједначеног квалитета производа. Будући да постоје технолошке варијације у производном процесу које се свде на различиту густину полистирена, организовано је посебно истраживање како би се из шарже најпре издвојили комади који су просечне густине од којих су резањем обликовани узорци, као и комади који се највише разликују по густини да би се експериментално утврдио утицај овог параметра на ефективну топлотну проводност.

---

<sup>8</sup> Постоји једна специфичност овог пројекта у односу на слично организоване догађаје у историји. Наиме, по правилу су учеснице лабораторије са врхунском опремљеношћу, људством и вишедеценијским искуством (*NPL, LNE, PTB, NIST, ВНИИМ* и друге) биле по бројности у већини у односу на лабораторије које први пут учествују, док овде само једна лабораторија има све прерогативе, две лабораторије имају релативно кратко искуство у међународној сарадњи, док је лабораторија из Србије стекла формалне услове за учешће годину дана пре почетка пројекта.

У наставку овог поглавља, слично претходним, најпре ће бити описан поступак припреме, постављања узорака и редослед стационарних стања са резултатима обраде података у првој фази, затим поступак обраде до коначних вредности и, коначно, дискусија резултата и поређење са претходно описаним експериментима.

### **6.3.1. Постављање узорака и редослед стационарних стања**

Поступање са узорцима је систематизовано и разрађено током израде ове дисертације стога је третман узорака у највећој мери био сличан како је описано у 6.2.1 и овде ће бити дати само детаљи који су специфични за овај експеримент.

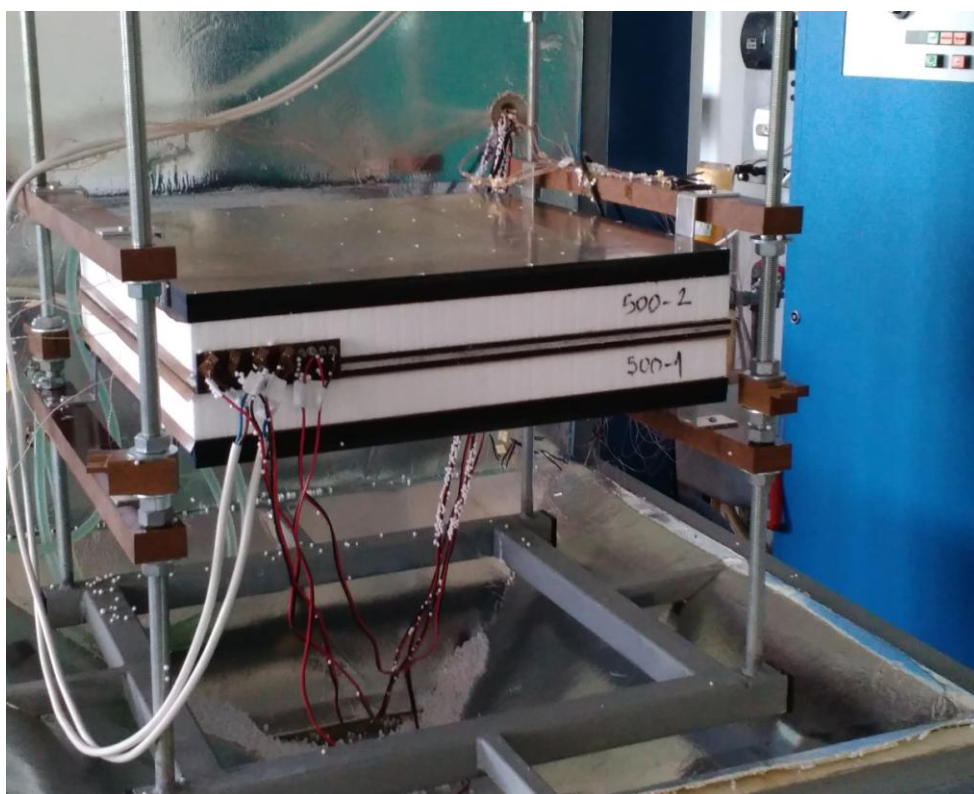
Прва специфичност је у томе што су код референтног материјала све његове особине битне за поступање и крајњи резултат јако добро познате и доступне из пратеће документације и јавно доступних публикација док су у међулабораторијском поређењу кључни подаци познати само пилот лабораторији – лабораторије учеснице се ослањају на опште информације о материјалу узорака и сопствено искуство.

Друга специфичност је у природи материјала – полистирен је порозан са затвореним и делимично отвореним порама, отуда се може очекивати спора промена масе током мерења услед могућег постојања везане запреминске влаге, док се код влакнастог материјала запреминска влага брзо везује и ослобађа што се може уочити праћењем еволуције мерених вредности у краћем времену. У овом експерименту најпре су измерене димензије узорака и њихова маса, затим су држани у контролисаним климатским условима и мерена је њихова маса. Након недељу дана није детектована промена масе узорака и настављено је њихово постављање у апаратуру и даљи рад, па ипак, одлучено је да се трајање свих режима рада продужи из истог разлога.

Трећа специфичност је последица различите стишљивости материјала. Код стаклене вуне импрегниране смолом, иако велике густине, приоритет је био у превенцији деформације услед механичког притиска и за дебљину узорака су узимане вредности растојања елемената апаратуре. Дебљина узорака полистирена је мерена пре постављања а урађен је тест стишљивости којим је утврђено да за очекивани механички притисак не долази до мерљиве промене дебљине нити пластичне деформације узорака, што је потврђено и након свих мерења. Дебљина мерена на узорцима је коришћена у обради резултата.

Тестирањем је такође утврђено да материјал узорака није ригидан а површине су такође равно сечене у припреми, стога је одлучено да се не примењује мера за смањење

контактног топлотног отпора уметањем еластичног материјала те је коришћен исти сет тефлонираног стакленог платна са налепљеним термопаровима као у мерењу описаном у поглављу 6.1. Склопљен централни мерни део је приказан на Слици 6.3.1. Контактни отпор је смањен тако што су узорци били механички притиснути тежином топле плоче и додатним тегом на горњем хладњаку масе 8,5 kg тако да су, када се додају тежине топле плоче и горњег хладњака, узорци били под средњим механичким притиском око 1 kPa.



Слика 6.3.1. Узорци полистирена постављени за мерење у међулабораторијском поређењу.

Изабрани резултати мерења ће бити прво наведени редоследом извођења, слично као у претходним потпоглављима. Радне температуре су постизане следећим редом: 35 °C, затим 25 °C, 15 °C и, коначно, 45 °C. План мерења је направљен тако да се на одабраној температури 35 °C уради довољан број мерења на основу ког би се конструисале корекционе праве које би се користиле при осталим температурама. Током извођења на другим радним температурама број стационарних стања је постепено смањиван. Мерења вредности са искљученим централним грејачем нису рађена ни на једној радној температури.



**Табела 6.3.1. Редослед стационарних стања средње температуре узорка 35 °C са прелиминарним резултатима обраде мерених вредности.**

Стање	$P_m$ [W]	$V_{deb}$ [mV]	$T_{hs}$ [°C]	$T_{gg}$ [°C]	$T_{ss}$ [°C]	$\Delta T_m$ [°C]	Трајање [h]
300	0	-0,001	35,04	34,04	34,54	-1,00	65,54
311	0,562	-0,080	32,71	36,08	34,40	3,37	72,16
312	0,562	-0,031	32,24	36,59	34,41	4,35	47,58
313	0,563	0,097	30,79	37,65	34,22	6,86	65,84
314	0,563	0,371	28,37	40,51	34,44	12,15	124,42
315	0,563	0,235	29,86	39,34	34,60	9,48	49,58
321	0,941	0,152	29,12	40,42	34,77	11,31	48,59
322	0,941	0,012	30,22	38,80	34,51	8,58	39,08; 47,51
323	0,941	-0,121	31,34	37,47	34,41	6,13	74,67
331	0,194	0,036	32,81	35,24	34,03	2,43	67,50
332	0,194	0,164	32,17	37,07	34,62	4,90	75,75
333	0,194	0,315	30,84	38,52	34,68	7,68	96,35
334	0,194	0,454	29,77	40,08	34,92	10,32	98,68

У табели 6.3.1 су дате шифре стационарних стања, флуks грејача мерне зоне, ТЕМС дебаланса, средња температура хладне стране, средња температура топле стране узорка, средња температура на узорку, пад температуре на узорку и трајање режима. Прво укључење термостата са искљученим грејачима топле плоче (означено као 300) је праћено око 65 часова да би се училе евентуалне промене услед постојања влаге. Режим 322 је био прекинут услед проблема са електричном мрежом и поновљен.

**Табела 6.3.2. Редослед стационарних стања средње температуре узорка 25 °C са прелиминарним резултатима обраде мерених вредности.**

Стање	$P_m$ [W]	$V_{deb}$ [mV]	$T_{hs}$ [°C]	$T_{gg}$ [°C]	$T_{ss}$ [°C]	$\Delta T_m$ [°C]	Трајање [h]
211q	0,193	0,498	20,77	32,24	26,50	11,47	66,48
212a	0,562	0,282	20,76	31,35	26,05	10,59	25,34
212b	0,562	0,286	19,86	30,52	25,19	10,67	49,16
213	0,562	0,137	21,02	28,90	24,96	7,88	71,84
214	0,561	0,018	22,36	27,72	25,04	5,36	69,67
221	0,959	-0,070	21,37	28,73	25,05	7,36	57,67
222	0,958	0,062	20,08	30,07	25,07	9,98	65,83
223	0,958	0,200	18,75	31,51	25,13	12,77	70,67

Без прекидања рада термостата и грејача промењена је радна температура термостата да се добије око 25 °C, даље стационарне вредности за температуру на узорку 25 °C су дате у Табели 6.3.2.

**Табела 6.3.3. Редослед стационарних стања средње температуре узорка 15 °C са прелиминарним резултатима обраде мерених вредности.**

Стање	$P_m$ [W]	$V_{deb}$ [mV]	$T_{hs}$ [°C]	$T_{gg}$ [°C]	$T_{ss}$ [°C]	$\Delta T_m$ [°C]	Трајање [h]
111	0,958	0,234	9,05	22,92	15,99	13,87	114,97
112	0,958	0,189	9,04	21,99	15,52	12,95	52,33
113	0,958	0,095	9,56	20,55	15,06	10,99	73,72
114	0,958	-0,027	11,02	19,45	15,23	8,42	195,37
121	0,561	0,047	12,03	18,19	15,11	6,16	122,51
131	0,998	0,023	10,13	20,02	15,07	9,89	113,83

Слично као при прелазу са 35 °C на 25 °C, прелазак на 15 °C је изведен променом задате температуре на термостату, без прекидања напајања грејача. При овој температури може се очекивати појава кондензације у околини хладњака стога је еволуција система праћена у дужем трајању, Табела 6.3.3. Додатан разлог за продужавање трајања стационарног режима је примећена појава благог осциловања температуре на дневном нивоу, услед промене собних услова, стога су продужени и интервали који улазе у даљу обраду.

Промена радне температуре са 15 °C на 45 °C је постепено изведена у току једног дана у корацима по приближно 10 °C. По постизању радне температуре задато је три режима за проверу корекције на дебаланс при овој температури, Табела 6.3.4.

**Табела 6.3.4. Редослед стационарних стања средње температуре узорка 45 °C са прелиминарним резултатима обраде мерених вредности.**

Стање	$P_m$ [W]	$V_{deb}$ [mV]	$T_{hs}$ [°C]	$T_{gg}$ [°C]	$T_{ss}$ [°C]	$\Delta T_m$ [°C]	Трајање [h]
411a	1,164	-0,098	40,08	48,43	44,25	8,35	92,32
411b	1,164	-0,094	40,70	49,09	44,89	8,39	50,00
412	1,164	0,046	39,52	50,45	44,99	10,93	119,84
413	1,164	0,198	38,32	51,92	45,12	13,60	119,58

### **6.3.2. Корекције и коначни резултати обраде података**

Ознаке стационарних стања из табела 6.3.1 – 6.3.4 које су укључене у даљу анализу, коефицијенти оптималних правих  $\Delta T_{m,deb,0}$  и  $S_{deb}$  за корекцију дебаланса температуре конструисаних за сваку вредност потрошње грејача мерне зоне, сложене по растућем редоследу радне температуре и флукса, као и коефицијенти друге корекције  $\Delta T_{m,gub,0}$  и  $S_{gub}$ , конструисане на начих описан у 6.2.2, дати су у Табели 6.3.5.

**Табела 6.3.5. Параметри оптималне праве за корекцију дебаланса температуре топле плоче и оптималне праве за збирну корекцију латералних губитака при свим радним температурама.**

Стање	$\Delta T_{m,deb,0}$ [°C]	$S_{deb}$ ·10 <sup>3</sup> [°C/V]	$P_m$ [W]	$\Delta T_{m,gub,0}$ [°C]	$S_{gub}$ [°C/W]
121	0,004 **	20,799 *	0,561	-0,200	9,613
111, 112, 113, 114	9,001	20,799	0,958		
131	9,403 **	20,799 *	0,998		
211q	1,674 **	19,685 *	0,193	-0,118	9,246
212a, 212b, 213, 214	5,066	19,685	0,562		
221, 222, 223	8,747	20,052	0,958		
331, 333b, 334	1,762	18,826	0,194	0,012	8,885
311, 312, 313, 314	4,953	19,610	0,563		
321, 322, 323	8,399	19,015	0,941		
411b, 412, 413	10,082	17,850	1,164	0,118 ***	8,491 ***
* Преузете од конструисаних правих на истој радној температури ** Израчунате из једне мерене вредности и преузетог $S_{deb}$ . *** Израчунате екстраполацијом параметара на другим температурама					

На радној температури приближно 35 °C реализован је довољан број стационарних стања за конструкцију корекција на дебаланс. Понављање вредности  $S_{deb}$  при радним температурама 35 °C и 25 °C даје основ да се може, са проширењем несигурности услед корекције на дебаланс, узети вредност за  $S_{deb}$  при истој радној температури (25 °C и 15 °C) да би се из измерене једне вредности нашло решење  $\Delta T_{m,deb,0}$  из  $\Delta T_m(V_{deb})$  за  $V_{deb} = 0$  mV, слично као на Слици 6.2.2a<sup>9</sup>.

На радној температури 45 °C потпуно је одређена само једна корекциона права за дебаланс температуре топле плоче, док су параметри за корекцију на бочне губитке  $\Delta T_{m,gub,0}$  и  $S_{gub}$  добијени екстраполацијама врло приближно линеарне промене за 15 °C, 25 °C и 35 °C, Слика 6.3.2, такође датих у Табели 6.3.5, уз одговарајуће увећање доприноса несигурности услед примене те корекције.

Извод из *Excel* форме буџета несигурности са резултатима улазних величина и прелиминарним резултатима топлотне проводности  $\lambda_m$  при свим радним температурама је дат у Табели 6.3.6, са истим значењем колона као у Табели 6.2.3.

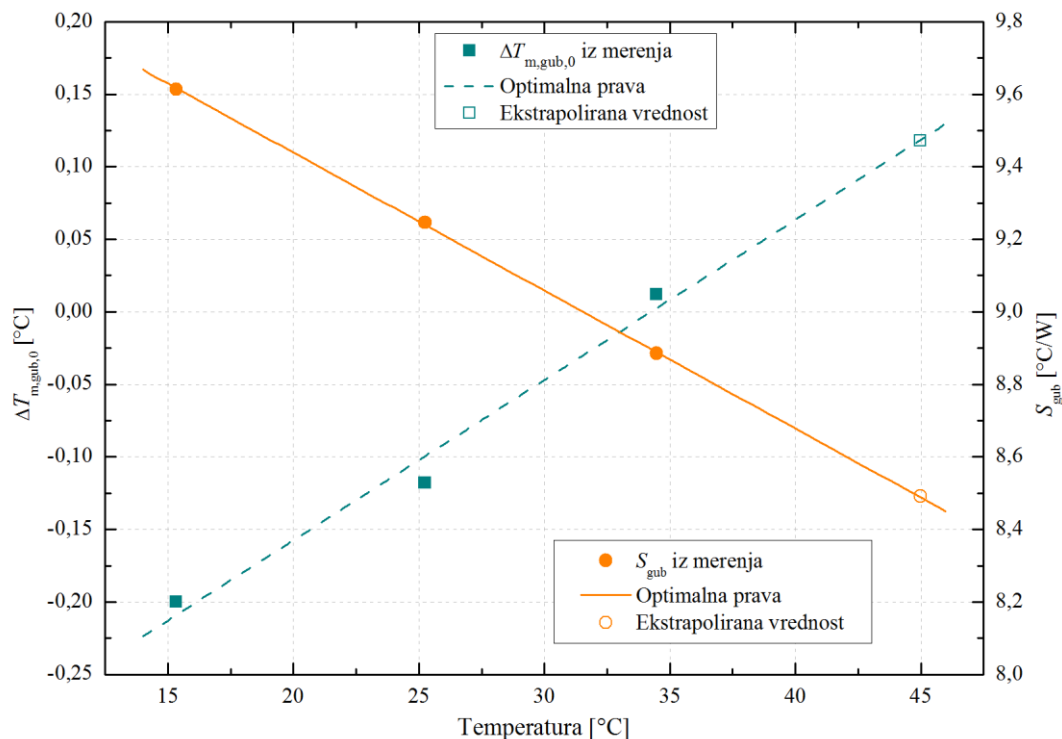
<sup>9</sup> Када би постојала регулација дебаланса топле плоче било би довољно урадити једно мерење при једној температури и једном топлотном флуксу. Описани поступак би се и тада изводио најмање једном да би се одредио допринос несигурности услед уведене регулације.

Табела 6.3.6. Извод из форми буцета несигурности – прелиминарне вредности

Величина	Опис	Вредност $q$	Ст. нес. $u_q$	$u_\lambda$ [W/m°C]
$T_{sr}$	средња температура [°C]	<b>15,34</b>	0,370	
$h_{sr}$	средња дебљина узорка [mm]	39,92	0,317	0,000287
$A_{sr}$	средња површина мерне зоне [mm <sup>2</sup> ]	62800,72	151,537	0,000087
$P_{gg}$	топлотни флуks [W]	0,958	0,004	0,000150
$\Delta T_m$	пад температуре [°C]	8,42	0,024	0,000103
$\lambda_m$	топлотна проводност, мерена [W/m°C]	<b>0,036162</b>		<b>0,000351</b>
$T_{sr}$	средња температура [°C]	<b>25,25</b>	0,407	
$h_{sr}$	средња дебљина узорка [mm]	39,92	0,317	0,000242
$A_{sr}$	средња површина мерне зоне [mm <sup>2</sup> ]	62.800,72	157,535	0,000077
$P_{gg}$	топлотни флуks [W]	0,96	0,004	0,000127
$\Delta T_m$	пад температуре [°C]	9,98	0,014	0,000044
$\lambda_m$	топлотна проводност, мерена [W/m°C]	<b>0,030516</b>		<b>0,000288</b>
$T_{sr}$	средња температура [°C]	<b>34,47</b>	0,264	
$h_{sr}$	средња дебљина узорка [mm]	39,92	0,317	0,000277
$A_{sr}$	средња површина мерне зоне [mm <sup>2</sup> ]	62.800,72	151,537	0,000084
$P_{gg}$	топлотни флуks [W]	0,94	0,004	0,000145
$\Delta T_m$	пад температуре [°C]	8,58	0,012	0,000049
$\lambda_m$	топлотна проводност, мерена [W/m°C]	<b>0,034834</b>		<b>0,000327</b>
$T_{sr}$	средња температура [°C]	<b>44,99</b>	0,120	
$h_{sr}$	средња дебљина узорка [mm]	39,92	0,317	0,000269
$A_{sr}$	средња површина мерне зоне [mm <sup>2</sup> ]	62.800,72	151,537	0,000082
$P_{gg}$	топлотни флуks [W]	1,16	0,005	0,000140
$\Delta T_m$	пад температуре [°C]	10,93	0,015	0,000046
$\lambda_m$	топлотна проводност, мерена [W/m°C]	<b>0,033857</b>		<b>0,000318</b>

На сличан начин као и Табели 6.2.4, збиран извод из форми несигурности са прелиминарним вредностима, корекцијама и доприносима несигурности је дат у Табели 6.3.7. Колона *Ознака* у Табели 6.3.7 је иста као у Табели 6.2.4, колона са објашњењима је изостављена, док су парови *Вредност* и  $u_\lambda$  прелиминарна вредност/корекције и допринос стандардној несигурности коначне вредности, изражене у миливатима по метру и степену Целзијусове скале. Свака коначна вредност  $\lambda$  је сума вредности у колони, стандардна несигурност је су квадратна сума вредности из те колоне а проширена несигурност (95 % интервал поверења са фактором обухвата  $k = 2$ ) је добијена од стандардне множењем са два и заокруживањем на већу вредност на две значајне цифре. Вредности заокружене на исту резолуцију као њихова проширена несигурност су подебљане у Табели 6.3.7. Коначно, у

последњу врсту су унете одговарајуће заокружене вредности средње температуре из Табеле 6.3.6.

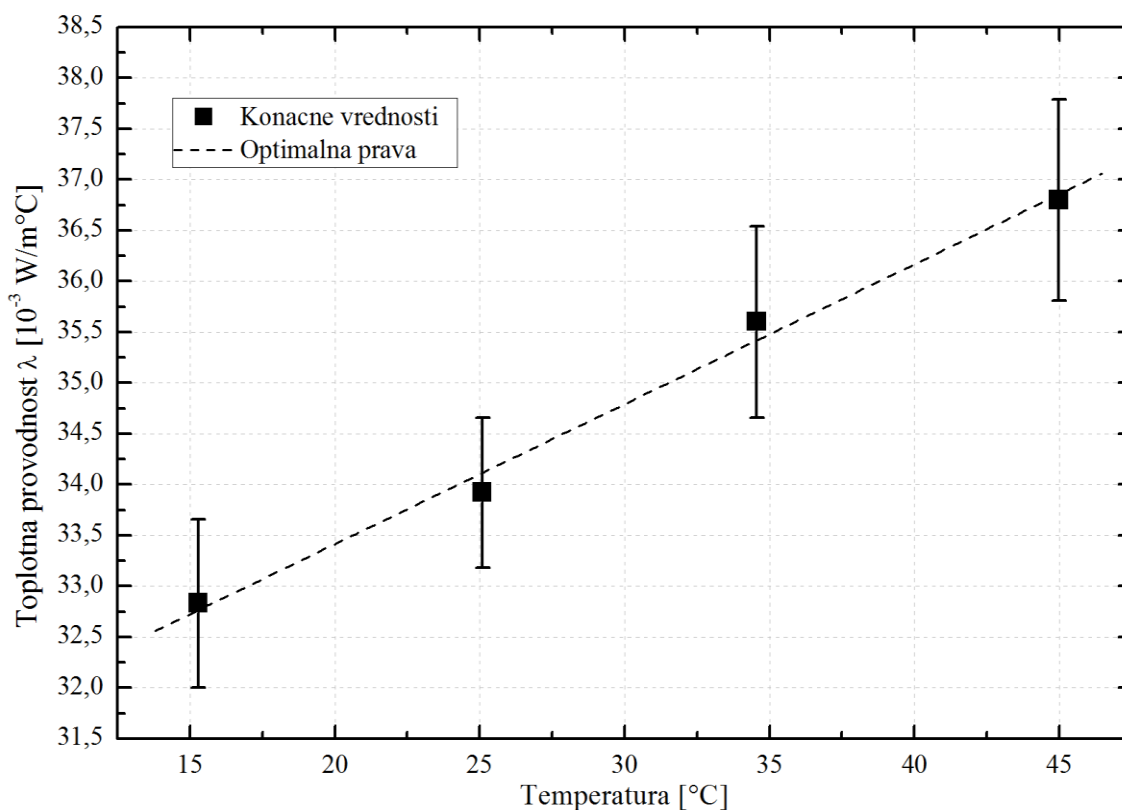


Слика 6.3.2. Екстраполација параметара оптималне праве за збирну корекцију услед латералних губитака на радној температури 45 °C на основу зависности параметара од радне температуре одређених на 15 °C, 25 °C и 35 °C.

Табела 6.3.7. Извод из форме буџета несигурности – корекције и коначни резултати (вредности су изражене у  $[10^{-3} \text{ W/m}^2\text{°C}]$ ).

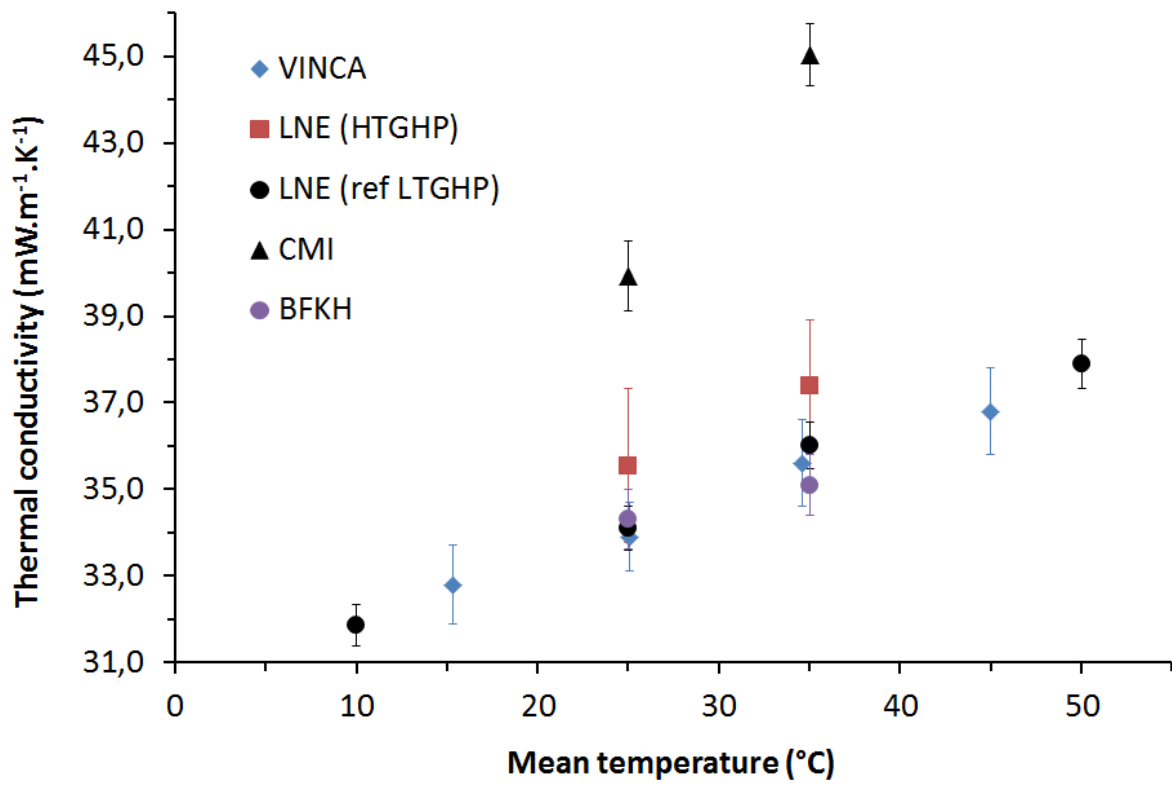
Ознака	Вредност	$u_\lambda$	Вредност	$u_\lambda$	Вредност	$u_\lambda$	Вредност	$u_\lambda$
$\lambda_m$	36,162	0,351	30,516	0,288	34,834	0,327	33,857	0,318
$\delta\lambda_{unb}$	-2,477	0,143	3,778	0,126	0,750	0,213	2,627	0,228
$\delta\lambda_{edge}$	-0,858	0,088	-0,362	0,117	0,048	0,072	0,365	0,138
$\delta\lambda_{exp}$	0,001	0,000	-0,014	0,002	-0,029	0,005	-0,046	0,008
$\delta\lambda_{sh}$	0,001	0,000	0,001	0,000	0,001	0,000	0,001	0,000
$\delta\lambda_{T_{rpt}}$	0,000	0,027	0,000	0,029	0,000	0,019	0,000	0,009
$\delta\lambda_{rpt}$	0,000	0,087	0,000	0,087	0,000	0,087	0,000	0,087
$\delta\lambda_{lin}$	0,000	0,024	0,000	0,040	0,000	0,201	0,000	0,231
$\delta\lambda_{rpr}$	0,000	0,115	0,000	0,115	0,000	0,115	0,000	0,115
$\lambda$	32,829	0,417	33,919	0,368	35,604	0,468	36,802	0,496
	<b>32,83</b>	<b>0,84</b> ( $k=2$ )	<b>33,92</b>	<b>0,74</b> ( $k=2$ )	<b>35,60</b>	<b>0,94</b> ( $k=2$ )	<b>36,8</b>	<b>1,0</b> ( $k=2$ )
$T_{sr} [°C]$	<b>15,3</b>		<b>25,2</b>		<b>34,5</b>		<b>45,0</b>	

Коначне вредности из Табеле 6.3.7 су такође приказане на Слици 6.3.3, заједно са оптималном правом.



Слика 6.3.3. Коначни резултати одређивања топлотне проводности полистирена у међулабораторијском поређењу.

Резултати које су дали сви учесници међулабораторијског поређења, први пут публиковани у [79], преузети су и приказани на Слици 6.3.4 у изворном облику. У легенди на Слици 6.3.4 су као „VINCA“ означени резултати такође дати у овој дисертацији (Табела 6.3.7 и Слика 6.3.3), „LNE (HTGHP)“ су резултати које је добила лабораторија *LNE* из Француске користећи апаратуру која је пројектована за високе температуре, „LNE (ref LTGHP)“ су вредности које је добила *LNE* мерењем референтном апаратом пројектованом за топлотне изолаторе у примењеном опсегу температура, „СМГ“ су резултати које је добила *СМГ* из Чешке у једној новој апаратури, и коначно, „ВФКН“ су резултати које је добила национална лабораторија Мађарске *ВФКН* (раније *МКЕН*).



Слика 6.3.4. Резултати међулабораторијског поређења свих учесника, преузето у изворном облику из [79].

## 7. ЗАКЉУЧАК И ПЕРСПЕКТИВЕ

Овом докторском дисертацијом се опште унапређење поступка заштићене топле плоче за одређивање топлотне проводности термоизолационих материјала може поделити у следеће сегменте:

- 1) Унапређење експерименталне апаратуре, што обухвата,
  - пројектовање и израду нове конструкције носећег и изолационог склопа апаратуре
  - моделовање, израду и тестирање нових хладњака које имају функцију „хладних“ плоча код методе заштићене топле плоче
- 2) Унапређење мерних система експерименталне апаратуре, што обухвата,
  - израду и тестирање нових сензора температуре са унапређеним хладним спојевима
  - инсталацију новог мерно-аквизиционог уређаја и извора стабиланог напајања грејача
  - осмишљавање, израду и тестирање софтвера за мерење и аквизицију експерименталних сигнала
- 3) Унапређење мерних поступака, што обухвата,
  - моделовање и реализацију нове *in situ* методе за еталонирање сензора температуре који се користе у оквиру експерименталне поставке
  - побољшање детекције достизања стационарних стања приликом мерења топлотног флукса и температуре методом заштићене топле плоче
- 4) Унапређење обраде експерименталних сигнала, што обухвата,
  - детекцију свих извора мерних несигурности
  - израчунавање укупне мерне несигурности у складу са *GUM*

Поред наведених унапређења, рад на дисертацији је подразумевао и њихову валидацију кроз извршена мерења на узорцима стандардних референтних материјала, као и потврђивање мерних могућности кроз учествовање на међународном међулабораторијском поређењу вођеног од стране најзначајније европске лабораторије те врсте, *LNE*, из Француске.



На основу искуства при изради ове дисертације указале су се смернице за даљи развој апаратуре:

- i. Проширење опсега радних температура
  - ка нижим, до  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ , тако да се покрије опсег атмосферских температура,
  - ка вишим, преко  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ , како би се изашло у сусрет потребама познавања топлотних особина материјала у енергетици.
- ii. Обезбеђење веће аутономије рада
  - заштита од нестанка напајања и других сметњи пореклом од електричне мреже,
  - налажење замене смеси леда и воде за температуру хладног краја термопара,
  - испитивање алтернативних начина за мерење температуре на површинама.
- iii. Побољшање усмеравања тока топлоте,
  - додавањем нових грејача са латералне стране,
  - израдом новог грејача топле плоче,
  - аутоматским балансирањем температуре топле плоче,
  - изменама у конструкцији изолационе коморе.
- iv. Смањење мерне несигурности,
  - даљим ревизијама буџета несигурности и усложњавањем модела,
  - новим инвентивним тестовима и анализама резултата,
  - учешћем у новим међулабораторијским поређењима,
  - унапређењем лабораторијских капацитета за мерење дужине, нарочито дебљине узорака при различитим механичким притисцима.

Учинак ове дисертације је и успостављање могућности за:

- израду секундарних апаратура сличне конструкције за редовну употребу,
- развој нових апаратура по другим методама и извођење упоредних мерења,
- учешће у тражењу нових референтних материјала за преношење следивости одређивања топлотне проводности и сродних особина на нове лабораторијске поставке и
- сарадњу са другим лабораторијама у земљи и иностранству са циљем проширења лабораторијских капацитета за одређивање термофизичких особина материјала.

## ЛИТЕРАТУРА

- [1] H.S. Carslaw, J.C. Jaeger, *Conduction of Heat in Solids*, 2<sup>nd</sup> ed., Oxford University Press, 1959.
- [2] M.N. Özışık, *Boundary Value Problems of Heat Conduction*, International Textbook Company, 1968.
- [3] T. Tritt (ed.), *Thermal Conductivity: Theory, Properties, and Applications*, Kluwer Academic / Plenum Publishers, New York, 2004.
- [4] Y.S. Touloukian, R.W. Powel, C.Y. Ho, P.G. Klemens, *Thermophysical Properties of Matter*, Vol. 1: *Thermal Conductivity, Metallic Elements and Alloys*, IFI/Plenum: New York, 1970.
- [5] K.D. Maglič, A. Cezairliyan, V.E. Peletsky (eds.), *Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods*, Vol. 1 – *Survey of Measurement Techniques*, 1984.
- [6] K.D. Maglič, A. Cezairliyan, V.E. Peletsky (eds.), *Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods*, Vol. 2 – *Recommended Measurement Techniques and practices*, 1992.
- [7] L. Kubičár, V. Boháč, „Transient methods for the measurement of thermophysical properties“, *Proceedings of the Meeting of the Thermophysical Society – Working Group of the Slovak Physical Society*, Nitra, pp. 39-48, 2000.
- [8] T.M. Tritt, D. Weston, (eds.), „Measurement Techniques and Considerations for Determining Thermal Conductivity of Bulk Materials“, *Thermal Conductivity*, pp. 187-203, 2004.
- [9] H. Czichos, T. Saito, L. Smith (eds.), *Springer Handbook of Materials Measurement Methods*, Ch.8 – “Thermal Properties”, W. Buck, S. Rudtsch (auths.), Springer-Verlag, 2006.
- [10] Н.М. Степанић, „Одређивање топлотне проводности слабопроводних чврстих материјала методом заштићене топле плоче“, магистарски рад, Електротехнички факултет Универзитета у Београду, 2010.

- [11] U. Hammerschmidt, J. Hameury, R. Strnad, E. Turzó-Andras, J. Wu, “Critical review of industrial techniques for thermal-conductivity measurements of thermal insulation materials”, *International Journal of Thermophysics*, Vol. 36, pp. 1530–1544, 2015.
- [12] W. Hemminger, R. Jugel, “A Guarded Hot-Plate Apparatus for Thermal Conductivity Measurements over the Temperature Range -75 to 200 °C”, *International Journal of Thermophysics*, Vol. 6, No. 5, pp. 483-498, 1985.
- [13] C.J. Dey, T.M. Simko, R.E. Collins, Q.-C. Zhang, “Design and validation of guarded hot plate instruments for measuring heat flow between evacuated plane-parallel glass surfaces”, *Review of Scientific Instruments*, Vol. 69, No. 8, pp. 2939-2947, 1998.
- [14] C.J. Dey, A.J. Read, R.E. Collins, M. Brunotte, “A Guarded Hot Plate for Absolute Measurement of Heat Flow”, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 41, pp. 3099-3108, 1998.
- [15] W.M. Healy, D.R. Flynn, “Thermal Modeling of Multiple-Line-Heat-Source Guarded Hot Plate Apparatus, *Insulation Materials: Testing and Applications*, Vol. 4, pp. 79-97, ASTM STP 1426, 2002.
- [16] D.R. Flynn, R.R. Zarr, M.H. Hahn, W.M. Healy, “Design Concepts for a New Guarded Hot Plate Apparatus for Use Over an Extended Temperature Range”, *Insulation Materials: Testing and Applications*, Vol. 4, ASTM STP 1426, 2002.
- [17] C. Stacey, “NPL Vacuum Guarded Hot-Plate for Measuring Thermal Conductivity and Total Hemispherical Emittance of Insulation Materials” *Insulation Materials: Testing and Applications*., Vol. 4, ASTM STP 1426, 2002.
- [18] J.-R. Filtz, B. Hay, J. Hameury, “Thermophysical Properties of Materials: New Metrology Challenges at LNE to Reduce the Uncertainties”, *International Journal of Thermophysics*, 2011, DOI 10.1007/s10765-011-1118-4
- [19] V. Scoarnec, J. Hameury, B. Hay, “A New Guarded Hot Plate Designed for Thermal Conductivity Measurements at High Temperature”, *International Journal of Thermophysics*, Vol. 36, 540–556, 2015.
- [20] C.S. Sanjaya, T.-H. Wee, T. Tamilselvan, “Regression analysis estimation of thermal conductivity using guarded-hot-plate apparatus”, *Applied Thermal Engineering*, Vol. 31, pp. 1566-1575, 2011.
- [21] T. Kobari, J. Okajima, A. Komiya, S. Maruyama, Development of guarded hot plate apparatus utilizing Peltier module for precise thermal conductivity measurement of

- insulation materials, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 91, pp. 1157–1166, 2015.
- [22] S. Dubois, F. Lebeau, “Design, Construction and Validation of a Guarded Hot Plate Apparatus For Thermal Conductivity Measurement of High Thickness Crop-Based Specimens”, *Materials and Structures*, 2013, DOI 10.1617/s11527-013-0192-4
- [23] W. Woodside, A.G. Wilson, „Unbalance errors in guarded hot plate measurements“, *Symposium on Thermal Conductivity Measurements and Applications of Thermal Insulations*, ASTM STP217, ASTTA, *Am. Soc. Testing Mats.* 32, 1956.
- [24] I.G. Donaldson, “Computed Errors for a Square Guarded Hot Plate for the Measurement of Thermal Conductivities of Insulating Materials“, *British Journal of Applied Physics*, Vol. 13, pp. 598-602, 1962.
- [25] B. Peavy, B. Rennex, “Circular and Square Edge Effect Study for Guarded-Hot-Plate and Heat-Flow-Meter Apparatuses”, *Journal of Building Physics*, Vol. 9, pp. 254-300, 1986.
- [26] A.W. Pratt, “Analysis of error due to edge heat loss in measuring thermal conductivity by the hot plate method“, *Journal of Scientific Instruments*, Vol. 39, pp. 63-68, 1962.
- [27] Q.T. Pham, C.G. Smith, “Thermal imbalance errors and effective area in guarded hot plates“, *Review of Scientific Instruments*, Vol. 57, No.1, pp. 99-105, 1986
- [28] S.P. Schumann, “Surface Temperature Sensor Calibration: In Situ Technique”, *Guarded Hot Plate and Heat Flow Meter Methodology*, ASTM STP 879, pp. 220-226, 1985
- [29] С. Ивковић, „Утицај дебаланса температурског поља на тачност измереног коефицијента провођења топлоте“, дипломски рад, Машински факултет Универзитета у Београду, 1974.
- [30] Н. Перовић, „Мерење топлотне проводности термоизолационих материјала методом топле плоче“, дипломски рад, Електротехнички факултет Универзитета у Београду, октобар 1973.
- [31] К.Д. Маглић, Н. Перовић, С. Ивковић, „Утицај температурског дебаланса на мерење топлотне проводности изолационих материјала методом заштићене топле плоче“, *Термотехника*, свеска 1, бр.1, стр. 137– 145, 1975.
- [32] К.Д. Маглић, „Истраживање у области термофизике и метрологије температуре и топлоте у Лабораторији за термотехнику и енергетику“, *Термотехника*, 26, бр. 1-4, стр. 119-139, 2000.

- [33] Н.М. Степанић, Н.Д. Милошевић, „Мерење топлотне проводности слабопроводних материјала методом заштићене топле плоче“, *Термотехника* 34, бр. 1-4, стр. 55-68, 2008.
- [34] Н.М. Степанић, Н.Д. Милошевић, „Корекција утицаја топлотних контактних отпора код одређивања топлотне проводности слабопроводних хомогених чврстих материјала методом заштићене топле плоче“, *Зборник радова 53. IEEE Конференције за ЕТРАН*, НМ1.3-1-4, Врњачка Бања, 15-18. јуна 2009.
- [35] N. Stepanić, N. Milošević, “Correction on the influence of thermal contact resistance in thermal conductivity measurements using the guarded hot plate method”, *Serbian Journal of Electrical Engineering*, Vol. 6, No. 3, pp. 481-490, 2009.
- [36] Н.М. Степанић, Н.Д. Милошевић, „Процена мерне несигурности при одређивању топлотне проводности методом аксијалног топлотног тока са заштитном облогом“, *Зборник радова / Конгрес метролога 2011*, 17-19 октобар, стр. 147-158, 2011., ISBN 978-86-7518-139-2
- [37] М.М. Бабић, Н.Д. Милошевић, Н.М. Степанић, „Развој апаратуре за еталонирање топлотних флуksметара по методи једностране заштићене топле плоче“, *Зборник 57. конференције ЕТРАН*, Златибор, 3-6. јуна 2013, стр. МЛЗ.1.1-4
- [38] Н.М. Степанић, Н.Д. Милошевић, „Рачунарски програм за аквизицију сигнала температуре код еталонирања термостатских комора у више просторних тачака“, НИВ-ИТЕ 358/МЛ, септембар 2007.
- [39] Н.М. Степанић, Н.Д. Милошевић, „Виртуелни инструмент за аквизицију сигнала електричног отпора, напона и струје прецизним дигиталним мултиметром HP 3458A уз детекцију коришћеног улаза“, НИВ-ИТЕ 419-МЛ, новембар 2009.
- [40] Н.М. Степанић, Н.Д. Милошевић, „Виртуелни инструмент за аквизицију сигнала температуре, електричног отпора и напона дигиталним мултиметром KEITHLEY 2700 уз детекцију коришћеног улаза“, НИВ-ИТЕ-476/МЛ, Београд-Винча, април 2011.
- [41] М.М. Терзић, Н.Д. Милошевић, Н.М. Степанић, „Пројектовање, израда и валидација апаратуре за одређивање топлотне проводности слабо проводних чврстих материјала по методи једностране заштићене топле плоче“, *Зборник радова Конгрес метролога 2015*, Златибор, 12-15. октобар 2015. Издавач Грађевински факултет Универзитета у Београду, ISBN 978-86-7518-182-8

- [42] M.M. Terzić, N.D. Milošević, N.M. Stepanić, S. Petričević, “Development of a Single-Sided Guarded Hot Plate Apparatus For Thermal Conductivity Measurements, *Thermal Science*, Institut za nuklearne nauke "Vinča", *Thermal Science*, Vol. 20, no. 1, pp. 321 - 329, 2016, ISSN: 0354-9836, DOI: 10.2298/TSCI151009226T
- [43] N.D. Milošević, N.M. Stepanić, M.M. Terzić, I.D. Nikolić, “Measurements of thermophysical properties of solids at the Institute VINČA”, *AIP Conference Proceedings*, *American Institute of Physics*, vol. 1752, issn: 1551-7616, doi: 10.1063/1.4955230, 2016.
- [44] Н.М. Степанић, М.М. Бабић, Н.Д. Милошевић, „*In situ* еталонирање система за мерење температуре код методе заштићене топле плоче“, *Зборник радова [електронски извор] / Конгрес метролога 2013, Борско језеро, 16-18 октобар 2013.*, ISBN 978-86-7287-040-4, COBISS.SR-ID 201852684
- [45] N.M. Stepanić, M.M. Terzić, D.S. Radivojević, D.I. Raković, “An In Situ Temperature Calibration of a Guarded Hot Plate Apparatus”, *Thermal Science*, OnLine-First Issue 00, Pages: 176-176, 2018, DOI: 10.2298/TSCI180425176S
- [46] [www.eura-thermal.org](http://www.eura-thermal.org)
- [47] J. Filtz, B. Hay, N. Arifović, M. Sadli, G. Failleau, D. Mac Lochlainn, A. Blahut, J. Bojkovski, S. Boles, F. Bourson, S. Cohodarević, A. Çorman Teymur, J. Drnovsek, N. Hodžić, N. Jandrić, L. Knazovicka, N.D. Milošević, I. Pušnik, L. Rongione, D. Šestan, S. Simić, V. Stanković, N.M. Stepanić, V. Stepanović, R. Strnad, E. Thurzo-Andras, D. Zvizdić, “New scientific and technical capabilities in thermal metrology available for European industry”, *18th International Congress of Metrology, Paris, France*, 19. - 21. Sep, pp. 52 – 52, EDP Sciences, 2017,  
[http://www.cim2017.com/files/pdf/abstract\\_proceedings\\_cim\\_2017.pdf](http://www.cim2017.com/files/pdf/abstract_proceedings_cim_2017.pdf)
- [48] N.M. Stepanić, M.M. Terzić, N.D. Milošević, “Validation of a guarded hot plate apparatus by using the IRMM-440 certified reference material”, *18th International Congress of Metrology, Paris, France*, 19. - 21. Sep, 2017 pp. 90 - 90, EDP Sciences, 2017,  
[http://www.cim2017.com/files/pdf/abstract\\_proceedings\\_cim\\_2017.pdf](http://www.cim2017.com/files/pdf/abstract_proceedings_cim_2017.pdf)
- [49] Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM), *International Vocabulary of Metrology – Basic and General Concepts and Associated Terms (VIM)*, 3<sup>rd</sup> ed., JCGM 200, 2012.
- [50] Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM), *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM)*, JCGM 100, 2008.

- [51] A. Ono, T. Baba, K. Fujii, Traceable measurements and data of thermophysical properties for solid materials: a review, *Measurement Science and Technology*, Vol. 12, pp. 2023-2030, 2001.
- [52] T. Baba, N. Yamada, N. Taketoshi, H. Watanabe, M. Akoshima, T. Yagi, H. Abe, Y. Yamashita, Research and development of metrological standards for thermophysical properties of solids in the National Metrology Institute of Japan, *High Temperatures-High Pressures*, Vol. 39, pp. 279–306, 2010.
- [53] T. Baba, Measurements and data of thermophysical properties traceable to a metrological standard, *Metrologia*, Vol. 47, pp. S143-S155, 2010.
- [54] J.-R. Filtz, J. Wu, C. Stacey, J. Hollandt, C. Monte, B. Hay, J. Hameury, M. A. Villamañan, E. Thurzo-Andras, S. Sarge, “A European roadmap for thermophysical properties metrology”, *International Journal of Thermophysics*, Vol. 36, pp. 516–528, 2015.
- [55] U. Hammerschmidt, “Guarded hot plate: Uncertainty assessment”, *International Journal of Thermophysics*, Vol. 23(6), pp. 1551-1570, 2002.
- [56] R.R. Zarr, “Assessment of Uncertainties for the NIST 1016 mm Guarded-Hot-Plate Apparatus: Extended Analysis for Low-Density Fibrous-Glass Thermal Insulation”, *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, Vol. 115, No. 1, pp. 23-59, 2010.
- [57] Савезни завод за стандардизацију, *Испитивање грађевинских материјала – Одређивање коефицијента проводљивости топлоте методом грејне плоче*, СРПС У.А2.020, II издање, 1983.
- [58] International Organization for Standardization (ISO), *Thermal Insulation – Determination of Steady-State Thermal Resistance and Related Properties – Guarded Hot Plate Apparatus*, ISO 8302:1991, 1991.
- [59] American Society for Testing Materials (ASTM), *Standard Test Method for Steady-State Heat Flux Measurements and Thermal Conductivity by Means of the Guarded-Hot-Plate Apparatus*, C177-13, 2013.
- [60] Межгосударственная научно-техническая комиссия по стандартизации, техническому нормированию и оценке соответствия в строительстве (МНТКС), *Материалы и изделия строительные. Метод определения теплопроводности и*

термического сопротивления при стационарном тепловом режиме, ГОСТ 7076-99, 1999.

- [61] D.R. Smith, "Thermal Conductivity of Fibrous Glass Board by Guarded Hot Plates and Heat Flow Meters: An International Round-Robin", *International Journal of Thermophysics*, Vol. 18, No. 6, pp.1557-1573, 1997.
- [62] D. Salmon, „Thermal conductivity of insulations using guarded hot plates, including recent developments and sources of reference materials“, *Measurement Science and Technology*, Vol. 12, pp. R89-R98, 2001.
- [63] R.R. Zarr, J.J. Filliben, "International Comparison of Guarded Hot Plate Apparatus using National and Regional Reference Materials", NIST Technical Note 1444, 2002.
- [64] B. Hay, R. Zarr, C. Stacey, L. Lira-Cortes, U. Hammerschmidt, N. Sokolov, J. Zhang, J.-R. Filtz, N. Fleurence, "Analysis of Thermal-Conductivity Measurement Data from International Comparison of National Laboratories", *International Journal of Thermophysics*, Vol. 34, pp. 737–762, 2013
- [65] J. Wu, R. Morrell, C. Allen, P. Mildeova, E. Turzó-András, U. Hammerschmidt, E. Rafeld, A. Blahut, J. Hameury, "Characterization of a High-Temperature Thermal Conductivity Reference Material", *International Journal of Thermophysics* , 38:66, 2017, DOI 10.1007/s10765-017-2200-3.
- [66] M. Rides, J. Morikawa, L. Halldahl, B. Hay, H. Lobo, A. Dawson, C. Allen, "Intercomparison of thermal conductivity and thermal diffusivity methods for plastics", *Polymer Testing*, Vol. 28, pp. 480–489, 2009.
- [67] M.J. Assael, K. Gialou, K. Kakosimos, I. Metaxa, "Thermal Conductivity of Reference Solid Materials", *International Journal of Thermophysics*, Vol.25, No.2, pp. 397-408, 2004
- [68] R.R. Zarr, A.L. Pintar, "SRM 1453, Expanded Polystyrene Board, for Thermal Conductivity from 281 K to 313 K", *National Institute of Standards and Technology Special Publication* 260-175, 2012.
- [69] S. Quin, G. Venuti, F. De Ponte, A. Lamberty "IRMM-440, Certification of a Resin-Bonded Glass Fibre Board for Thermal Conductivity between – 10 °C and + 50 °C", Report EUR 19572 EN, 2000.
- [70] A. Koenen, C. Stacey, E. Rasmussen, R. Schreiner, G. Swołek, "International Comparison of Guarded Hot Plate Facilities at Low Temperature on Mineral Wool Insulation Material", Proceedings on 32nd International Thermal Conductivity Conference and 20th



International Thermal Expansion Symposium, April 27–May 1, 2014, Purdue University, West Lafayette, Indiana, USA, DOI: 10.5703/1288284315550

- [71] R. Wulf, G. Barth, U. Gross, “Intercomparison of Insulation Thermal Conductivities Measured by Various Methods”, *International Journal of Thermophysics*, Vol. 28, pp. 1679–1692, 2007.
- [72] D.R. Salmon and R.P. Tye, „An inter-comparison of a steady-state and transient methods for measuring the thermal conductivity of thin specimens of masonry materials“, *Journal of Building Physics*, Vol. 34, No.3, pp. 247-260, 2011.
- [73] J. Hudec, C. Glorieux, P. Dieška, L'. Kubičár, “Experimental comparison and validation of hot-ball method with guarded hot plate method on polyurethane foams”, *Thermophysics 2016*, AIP Conference Proceedings 1752, pp. 040008-1-04008-6, 2016, DOI: 10.1063/1.4955239
- [74] <http://www.evitherm.org/default.asp?ID=969>
- [75] Y.S. Touloukian (ed.), *Thermal Conductivity – Nonmetallic Liquids and Gasses*, Thermophysical Properties of Matter (1970) 3:209;512.
- [76] G.W.C. Kaye, T.H. Laby, *Tables of Physical and Chemical Constants*, 16th ed., Longman Scientific & Technical, New York, USA, 1995.
- [77] D.M. Price, M. Jarratt, “Thermal Conductivity of PTFE and PTFE Composites”, *Proceedings of the Twenty-Eighth Conference of the North American Thermal Analysis Society*, October 4-6, 2000, Orlando, Florida, pp. 579-584, 2000.
- [78] Keithley Instruments, Inc., *Model 2700 Multimeter/Switch System User’s Manual*, 2700-900-01, Rev. J, August 2011.
- [79] J.-R. Filtz, G. Failleau, J. Hameury, B. Hay, E. Turzo-Andras, L. Knazovicka, M. Kludsky, N. Milosevic, N. Stepanic, “Heat Transfer Management and Energy Performance of Buildings: Improvement of the European Traceability of the Thermal Conductivity of Insulating Materials”, *20<sup>th</sup> Symposium on Thermophysical Properties*, Boulder, CO, USA, June 24–29, 2018, [https://thermosymposium.nist.gov/pdf/Abstract\\_3813.pdf](https://thermosymposium.nist.gov/pdf/Abstract_3813.pdf)
- [80] [www.ni.com/idnet](http://www.ni.com/idnet)
- [81] <http://sine.ni.com>
- [82] <http://digital.ni.com>

## **A. ПРИЛОГ - ПРОГРАМ ЗА АКВИЗИЦИЈУ**

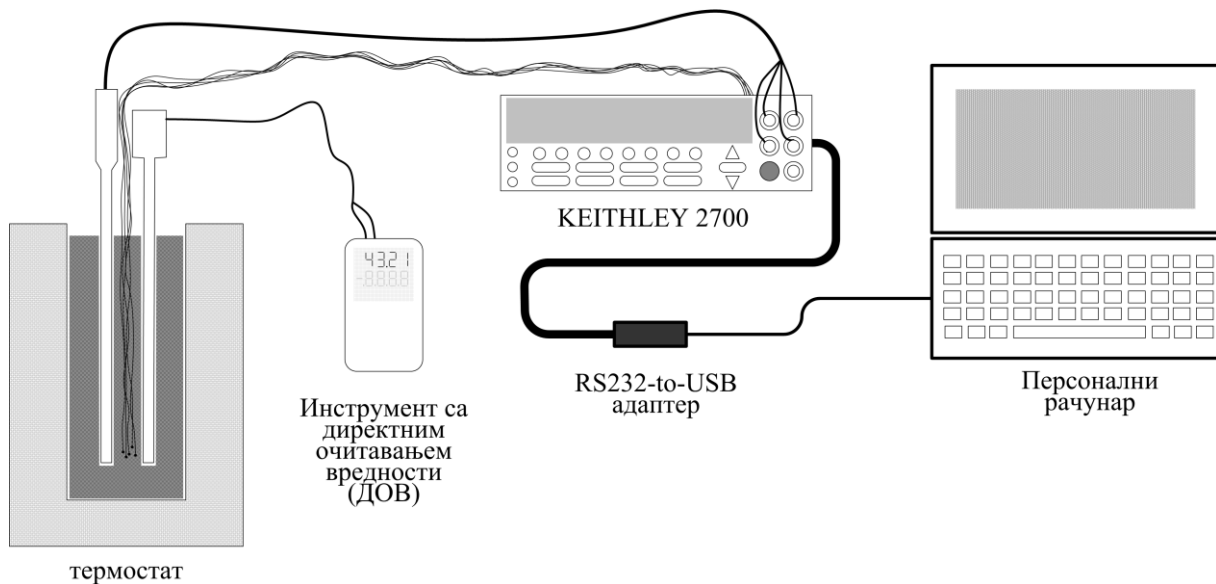
Мерење за потребе израде ове дисертације је у највећој мери било подржано коришћењем сопствено развијеног софтвера, референца [40], који може да подржи рад са више врста сензора спојених на канале аквизиционе картице инструмента у различитим конфигурацијама. У овом прилогу је дат кратак опис решења, најпре његова намена и опис расположиве опреме, затим основна функција кроз опис алгоритма реализованог решења, закључно са описом изгледа прозора главног програма, тока извршења и графичког приказивања резултата мерења током рада.

### **A.1. Општа намена и кратак опис**

Повезаност елемената мерног низа на примеру еталонирања сензора температуре је скицирана на Слици A.1.1. Група сензора температуре и референтно мерило су урођени у термостатирану средину (термостатско купатило), при чему су изводи референтног мерила (платински отпорни термометар са четири краја) спојени на конекторе на предњој плочи инструмента, док су остали сензори (термопарови) спојени на канале аквизиционе картице 7700, мултиметра *Keithley 2700*. Сензори температуре који се еталонирају су повезани на инструмент са директним читавањем температуре.

Модел аквизиционе картице *Keithley 7700* садржи 20 канала који се понаособ могу конфигурисати за мерење електричног напона, отпорности са два или четири краја или за прерачунавање напона у температуру према стандардним релацијама за термопарове, односно електричне отпорности у температуру према стандарду за платинске отпорне термометре Pt-100 или према посебним корисничким параметрима. Наведене опције постоје и за предњи улаз мултиметра 2700 који има два слота за аквизивионе картице серије 77xx. Јачина електричне струје се може мерити само са предње плоче. Сви коефицијенти и параметри за прерачунавање су садржани или се могу меморисати у меморији инструмента *Keithley 2700*.

Током рада мултиметром се може мерити или улазни сигнал са предње плоче или сигнали са аквизиционе картице, а избор улаза се поставља мењањем положаја прекидача на предњој плочи инструмента. Када постоји потреба да се користе сигнали и са предњег улаза и са аквизиционе картице, што је случај код интерног еталонирања мерила температуре где је неопходно уочити достизање псеудо-стационарног стања, сигнали се могу читавати техником асинхроног наизменичног праћења, на пример, врши се континуално читавање вредности са једног улаза и када извођач мерења у произвољном тренутку пребаци прекидач у други положај аутоматски почиње читавање вредности са другог улаза. Описани принцип, први пут уведен код развоја подршке раду другог инструмента, референца [39], је примењен и у овом техничком решењу, али са другим мултиметарским инструментом.



Слика А.1.1. Скица мерног ланца који чине инструмент *KEITHLEY*, модел 2700, са аквизиционом картицом, модел 7700, референтним мерилом, групом сензора температуре и персоналним рачунаром.

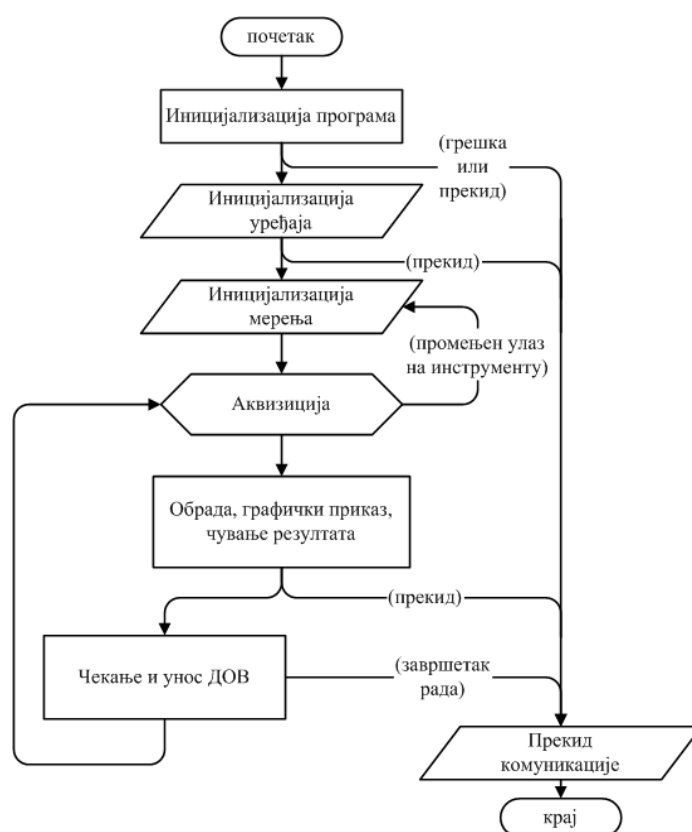
Произвођач је предвидео да се комуникација инструмента *Keithley 2700* са осталим дигиталним уређајима врши посредством  *GPIB*  паралелног или  *RS-232*  серијског интерфејса. За случајеве када се располаже рачунаром који нема ове видове комуникације обезбеђен је одговарајући  *USB*  адаптер.

Поред рада са инструментом  *Keithley 2700* , референца [38], уведен је један значајан додатак у односу на претходно развијена решења – у ново техничко решење је додата нова опција уношења вредности које се директно читавају са дисплеја неког другог уређаја који

нема могућност комуникације са рачунаром, као што је инструмент са директним читавањем, приказан такође на Слици А.1.1.

## А.2. Идејна реализација

Алгоритам рада реализованог програма дат је у форми дијаграма на Слици А.2.1. Почетак и завршетак рада означени су правоугаоницима са заобљеним ивицама, фазе извршења без комуникације са инструментом су представљене правоугаоницима, фазе у којима се инструменту задају командне линије за одговарајући режим рада су представљене ромбоидима, а фаза аквизиције у којој рачунар читава податке са инструмента означена је симетричним шестоугаоником.



Слика А.2.1. Дијаграм извршења програма за цикличну аквизицију сигнала са детекцијом одабраног мерног улаза на инструменту

Покретањем рада иницијализује се програм и периодично се освежава листа изабраних канала на инструменту све док корисник не одабере наставак рада. Потом се иницијализује комуникација са инструментом после чега се улази у стање иницијализације мерења. У овој фази инструменту се за оба улаза преноси секвенца команди за подешавање

аквизиције у односу на одабране мерне величине (електрични напон или отпорност у конфигурацији са два или четири краја). У следећој фази се извршава аквизиција у којој се, поред читавања дефинисаног сета података, проверава стање прекидача за избор улаза на инструменту. У случају да одабрани улаз није промењен, следи приказ и чување резултата и прелази се у стање чекања истека временског интервала који дефинише корисник.

Стања аквизиције, ажурирања приказа и чувања резултата и чекања се циклично понављају све док корисник не промени положај прекидача за избор улаза на инструменту или одабере прекид рада. Уколико се у фази аквизиције детектује промена положаја прекидача за избор улаза, евентуално прикупљен последњи сет вредности се игнорише и прелази се у фазу иницијализације мерења. У фазу завршетка комуникације са инструментом и извршења програма се прелази из стања иницијализације, обраде или чекања, и то уколико је детектована одговарајућа акција корисника или је дошло до грешке у извршењу.

Веома често се као референтно или мерило које се еталонира користи инструмент са директним читавањем који нема могућност комуникације са рачунаром. У наставку текста такве вредности ће бити називане ДОВ (скраћено од „директно прочитана вредност“).

Основна идеја решавања овог проблема је да се искористи пауза током фазе „Чекање и унос ДОВ“, тако да извођач мерења може прочитати са дисплеја инструмента и унети бројну вредност преко тастатуре рачунара и да се по истеку фазе чекања у цикличном понављању та унета вредност додаје скупу вредности које се добијају као резултат следећег извршења фазе „Аквизиција“ (Слика А.2.1). Оваквим записивањем директно прочитаних вредности синхронизованих са вредностима добијених аквизицијом се значајно олакшава накнадна обрада, при чему се грешка читавања времена ограничава на периоду цикличног понављања.

### **А.3. Изглед и коришћење главног програма**

Програм за аквизицију, обраду, приказ и чување вредности напона, отпорности и температуре измерених термопаровима, отпорним термометрима и термисторима реализован је у Лабораторији у програмском окружењу *LabView*, верзија 7.11 и сачуван је у формату пакета повезаних програмских компоненти под радним називом „*ke27xx\_Multipraktik\_mini\_v04b.llb*“. При изради програмског пакета коришћен је комплет софтверских компоненти за комуникацију рачунара са инструментом *Keithley 2700* путем серијске *RS-232* везе (драјвер), верзија 1.2 (ревизија 13. јуна 2006.) доступан на веб-страници

National Instruments, proizvođača programskog okruženja *LabView* [80], kao i neka rešenja [81] - [82], takođe dostupna na веб-страници компаније.

Библиотека „*ke27xx\_Multipraktik\_mini\_v04b.llb*“ се састоји из више функционално хијерархијски уређених програмских јединица које се у *LabView* терминологији називају виртуелни инструменти. Поред главне програмске јединице (виртуелног инструмента) „*ke27xx\_Multipraktik.vi*“, направљени су и потпрограми (виртуелни подинструменти) „*KanaliFunkcije FR ukc.vi*“, „*Kanali VRT FR ukc v2.vi*“, „*RazbrojKanalaIKrivih FR ukc.vi*“ и „*ke2700 frontrear.vi*“. Остали подинструменти у пакету су део програмског окружења.

Виртуелни инструмент има свој интерактивни интерфејс (главни прозор, активан током извршења програма) који се назива предњом плочом, који садржи графичке компоненте за интеракцију са корисником (дугмета, сликовни, алфанумерички и графички индикатори и слично) и блок дијаграм, сличан шемама у алатима за израду микроелектронских система, којим се дефинише функционалност виртуелног инструмента методом графичког програмирања.



Слика А.3.1. Изглед прозора главног виртуелног инструмента за аквизицију вредности температуре – страна за активирање улаза и опцијама мерења

Изглед предње плоче главног виртуелног инструмента „*ke27xx\_Multipraktik.vi*“ пре покретања приказан је на Слици А.3.1. Графичке компоненте су организоване у табовану форму, при чему се на страни *Podesavanja* налазе опције мерења са предње и задње плоче, а на странама *Graf. prikaz (DCV)*, *Graf. prikaz (Ohm)* и *Graf. prikaz (T)* су графичке компоненте за приказ резултата. Индикатор улаза, поље за унос директно очитане вредности (ДОВ) и дугме за прекид извршења *KRAJ* су издвојени из табоване форме да би били увек видљиви и лако доступни кориснику током рада.

Страна *Podesavanja*, видљива на Слици А.3.1, садржи поља за задавање опција и параметара мерења. У горњем реду, с лева на десно, смештени су: поље за унос адресе стварног или виртуелног серијског порта на који је спојен инструмент, две сложене табоване структуре за постављање параметара мерења за различите величине и поље за унос периода цикличног понављања аквизиције. У средини доминира сложена матрична форма за одабир канала и мерених величина и поља за проверу програмски генерисане форме за избор улаза и канала, а у дну стране се налазе поља за унос и контролу формирања текстуалне датотеке у којој се чувају резултати мерења. У доњем десном углу стране је смештено дугме *Konfigurisi merenje* којим се финализује листа одабраних канала, мерених величина и параметара мерења и започиње циклична аквизиција са провером коришћеног улаза инструмента.

Резултати мерења се чувају у текстуалној датотеци, чији назив је комбинација типског дела који исписује извођач у фази иницијализације програма и дела који се додаје током извршења – системски датум, час и минут формирања датотеке. Локација и назив датотеке видљиви су кориснику у индикатору за текст у дну стране за одабир канала и дефинисање параметара мерења (Слика А.3.1), десно од поља у које извођач уноси локацију и типски део имена датотеке. Свака линија текста садржи време и бројне вредности. Вредност текстуалне датотеке се ажурира у сваком циклусу аквизиције.

### **А.3.1. Одабир канала аквизиционе картице и њихових функција**

Код раније развијених виртуелних инструмената за рад са мултиметром *Keithley 2700*, референце [37]-[39], одабир канала се вршио постављањем вредности логичке променљиве која одговара једном каналу на аквизиционој картици *7700*. Логичке променљиве су на предњим плочама виртуелних инструмената визуелно организоване у форму матрица ради лакшег бирања, док су у програмском смислу груписане као једнодимензиони низови од по 20 елемената из којих су издвајани мањи поднизови. У овом решењу додат је улаз са предње

плоче инструмента и виртуелни улаз директно читавана вредност, док се низ за одабир канала уместо из логичких променљивих састоји из променљивих типа радио-дугме.

Поље за одабир канала и величина које се мере је визуелно организовано као група од дванаест матрица-колоне димензије 6 чији су елементи логичке променљиве (активној вредности логичке јединице одговара светлозелена боја правоугаоника, а тамнозелена боја одговара вредности логичке нуле). Логички вектори, Слика А.3.1, су додељени улазима, редом: са предње плоче инструмента (*FRONT*), са канала од 1 до 10 на картици 7700 смештеној у прво лежиште инструмента 2700 (*Ch01* до *Ch10*, респективно) и директно читана вредност (ДОВ) са дисплеја неког другог инструмента коју уноси извођач мерења (*DOV*).<sup>10</sup> Матрица-колоне (вектор *Liste kanala*) чији елементи су текстуалног типа је намењена визуелној провери листа канала генерисаних на основу вредности логичких променљивих која се задаје инструменту током иницијализације рада са када се вредности узимају са картице 7700.

Свака колоне, односно вектор логичких променљивих, понаша се као активна компонента радио-дугме, која има особину да у колони највише један елемент може имати активну вредност, тако да се на активирање једног елемента од стране извођача сви остали елементи постављају на неактивну вредност логичке нуле. Са леве стране колоне *Ch01* видљиве су скраћенице одабира елемента из те врсте, иначе важеће за свих дванаест вектора, а њихово значење је, редом:

- *DCV*, ако се мери једносмерни електрични напон,
- *Res*, ако се мери електрична отпорност у вези са два краја,
- *4W Res*, ако се мери електрична отпорност у шеми са четири краја,
- *TC*, за мерење термоелектромоторне силе термоелемената и прерачунавање у вредност температуре у инструменту на основу стандардних таблица,
- *Th*, за мерење напона на прикључцима термистора и прерачунавање у вредност температуре и, коначно,
- *4W Pt*, ако се мери отпорност платинског отпорног термометра Pt-100 у шеми са четири краја и прерачунавање у вредност температуре према стандардној једначини за овај тип мерила температуре.

---

<sup>10</sup> За потребе мерења у овој дисертацији скуп канала (*Ch01* до *Ch10*) је преименован (у *Ch101* до *Ch110*) и проширен трима додатним скуповима (*Ch111* до *Ch120*, *Ch201* до *Ch210* и *Ch211* до *Ch220*) да би се подржала потреба за мерењем температуре у више од 20 тачака и 6 вредности напона.



Графичка компонента радио-дугме примењена у овом решењу за одабир мерене величине има опцију *nista*, односно опционо се кликом миша може изоставити неки канал аквизиционе картице, тако да сви елементи задржавају вредност логичке нуле, односно са тог канала или улаза се не узима никакав сигнал. Због те особине испод сваке колоне је постављен по један логички индикатор који означава да ли је за тај улаз или канал одабрана нека или ниједна опција. Логички индикатори су ради провере груписани и поређани у врсту на Слици А.3.1 означену као *Selektovani kanali*.

### **А.3.2. Постављање параметара мерења**

Тростране табоване форме *Senzor temperature FRONT* и *Senzor temperature BACK*, смештене у врху прве стране форме приказане на Слици А.3.1, имају функцију постављања параметара мерења. на основу којих се бира таблица или полином за прерачунавање вредности напона или отпорности у вредности температуре. На картици *Thermocouple* су опције за мерење температуре термопаровима: тип термопара, начин компензације температуре хладног краја, опциона детекција прекида и температура хладног краја ако се користи опција реална температурна референца, нпр. смеша воде и леда. На картици *Thermistor* уноси се номинална отпорност термистора, а на картици *4RTD* дефинише се тип отпорног термометра у шеми са четири краја (од овде понуђених типова МЛТВ располаже Pt-100 сондама, док се за Pt-25 термометре мери њихова отпорност).

У примеру на Слици А.3.1 инструменту се задаје тумачење да је сигнал са предње плоче отпорна сонда везана са четири краја, на каналима 1 и 2 су две Pt-100 сонде са четири краја, на каналима 3, 4 и 6 су термопарови К типа са хладним крајевима на температури 0 °С, на каналу 10 је сигнал једносмерног напона.

### **А.3.3. Унос директно очитаних вредности (ДОВ)**

Уколико се резултатима аквизиције придружује вредност која се директно очитава са неког другог инструмента (директно очитана вредност - ДОВ), извођач мерења треба при иницијализацији програма да дефинише карактер те вредности одабиром једног елемента у колони *DOV* на Слици А.3.1, чиме се дефинише на ком од графика ће се та вредност приказати. Тако је на Слици А.3.1 дефинисано да је вредност која се уноси директним очитавањем са дисплеја неког другог инструмента показивање термометра са Pt-100 сондом и треба да буде приказано на графику намењеном за вредности температуре.

Током извршења цикличног понављања аквизиције скупа вредности, тачније, током фазе „Чекање и унос ДОВ“ на Слици А.3.1, корисник може унети очитану вредност променом садржаја поља десно од лабеле *DOV*: изнад табоване форме на Слици А.3.1.

Код читавања и укуцавања вредности ДОВ предвиђени су следећи случајеви: (1) корисник је исправно унео вредност, (2) вредност на дисплеју директно очитаваног инструмента се није променила и корисник је то уочио, (3) корисник је унео вредност која није у очекиваном опсегу за тај сигнал и (4) корисник није унео нову вредност. Само у случајевима 1 и 2 вредности у пољу за унос су валидне.

Опредељење аутора је да се за валидовање директно очитаних вредности примени механизам маскирања. Маскирање је придруживање једне логичке променљиве чија вредност у овом случају представља информацију о томе да ли је податак валидан или не. Његова вредност се поставља на вредност логичке јединице ако се бројна вредност у пољу за унос променила у односу на претходну итерацију (случај 1) или ако је корисник кликом миша променио њену вредност (случај 2). На овај начин се релативно лако у накнадној обради могу узимати само валидни подаци, тј. они које је корисник унео свесном акцијом, а изостављају се вредности које нису верификоване, већ су аутоматски преписане из претходних итерација ради очувања структуре садржаја текстуалне датотеке.

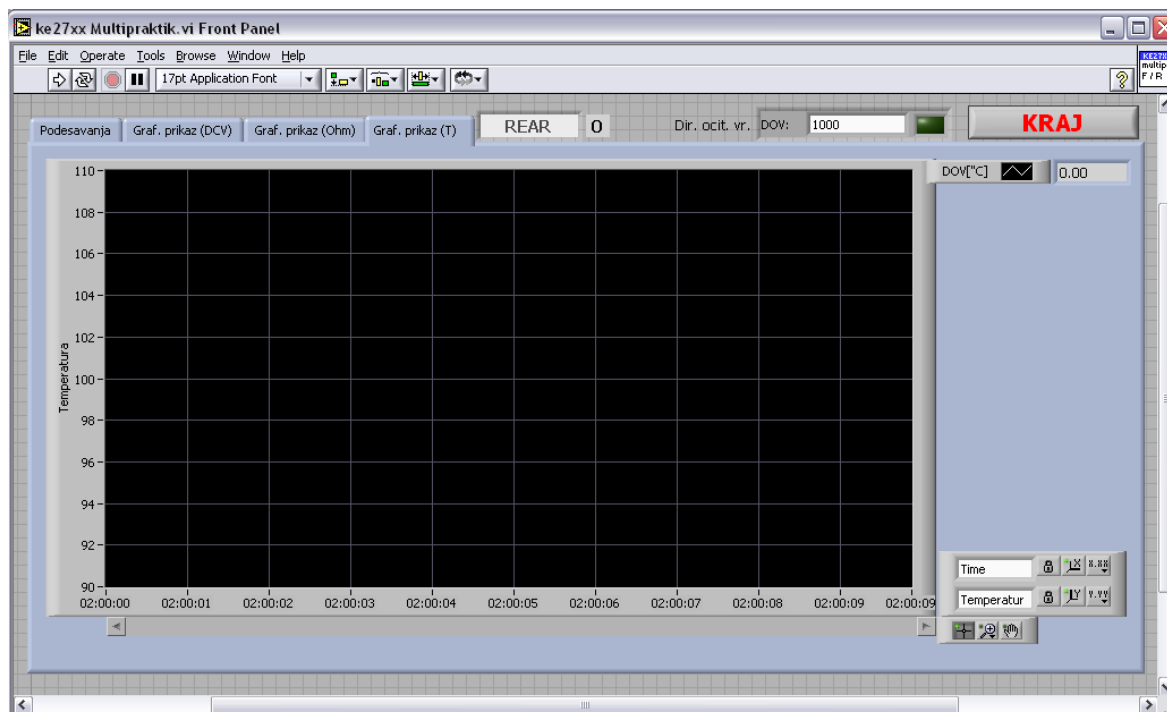
#### ***А.3.4. Графички прикази таласних облика сигнала***

Друга, трећа и четврта страна табоване форме главног виртуелног инструмента су веома сличне. Највећи део површине на Слици А.3.2 заузима временски облик сигнала, са чије десне стране је легенда са бројчаним индикаторима вредности сигнала из те групе и у доњем десном углу стране је палета за разгледање временских облика (увеличавање, померање и слично).

Код инструмента *Keithley 2700* постоји много више комбинација активних сигнала који по природи могу бити отпорност, напон или температура и јасно је да један график за разнородне сигнале не би био прегледан. Стога је опредељење аутора да се у овом решењу вредности организују према физичкој величини.

Ограничења да се у једном тренутку могу узимати вредности само са предње плоче или аквизиционе картице, као и то да се од извођача мерења не очекује да у сваком циклусу уноси нову вредност током чекања на истек задатог интервала времена, доводе до могућих

проблема приликом периодичног освежавања таласних облика сигнала и садржаја текстуалне датотеке у којој се чувају вредности.



**Слика А.3.2. Изглед прозора главног виртуелног инструмента за аквизицију вредности једносмерног напона, отпорности и температуре – страна са графичким приказом, вредности температуре**

Да би се очувао број вредности у сваком циклусу аквизиције примењено је решење засновано на принципу очувања укупног броја прикупљених вредности у сету. Наиме, вредности са предње плоче инструмента и вредности са аквизиционе картице се никад не узимају истовремено због галванске одвојености тих улаза, нити су директно очитане вредности валидне у сваком циклусу вредности које се у некој итерацији не аквирирају због тога што је тај улаз инструмента неактиван или директно очитана вредност није валидна се преписују из претходне итерације. На тај начин се постиже да укупан број вредности у сету остаје исти, чиме се избегава програмска грешка при освежавању графичких приказа и садржај текстуалне датотеке остаје прилагођен накнадној обради, док се валидност преписаних вредности може детектовати у каснијој обради на основу понављања са неактивног улаза и на основу бита маске за ДОВ.

## **Б. ПРИЛОГ – ЕТАЛОНИРАЊЕ ТЕРМОПАРОВА У *IN SITU* УСЛОВИМА**

Идејно решење за еталонирање сензора температуре је описано у поглављу 4.3, као и прелиминарна процена расподеле температуре по површинама, док ће у овом одељку бити описани детаљи израде, резултати еталонирања у две калибрационе средине и ефективна разлика два приступа.

### **Б.1. Реализација решења**

Реализација решења за еталонирање је изведена убрзо по реконструкцији апаратуре. Фазе постављања термопарова и референтне сонде су приказане на Слици Б.1.1, након чега је изведена серија делимично успешних мерења. На основу искуства првих мерења показало се да су хладњаци веома инертни, као и да постоји извесна разлика између температуре течности у термостату и температуре на површини силиконске плоче која може бити објашњена постојањем унутрашње топлотне баријере у телу хладњака.



**Слика Б.1.1. Постављање термопарова за еталонирање у апаратури.**

Други практичан проблем је поновљивост мерења температуре. Наиме, приликом постављања топли крајеви термопарова су се повремено кидали, док су хладни крајеви такође показивали прекиде услед корозије. На основу више поновљених мерења потврђено је да прекинути и репарирани термопарови дају исте вредности при поновљеном мерењу, док је

корозија хладних крајева неповратна и такви сензори су бивали искључени из обраде током мерења. Поуздано решење за хладне крајеве термопарова је приказано на Слици 4.2.4, док је коначна експериментална потврда описаног решења за еталонирање добијена тек по изради нових хладњака.

## Б.2. Упоредни резултати еталонирања у купатилу и *in situ*

Након замене старих хладњака новим изведено је еталонирање у *in situ* условима на начин како је описано у Одељку 4.3. Једном приликом поновљено еталонирање истих сензора и у другој калибрационој средини – унутрашњој радној запремини истог термостатског купатила. У оба случаја као референтно мерило (еталон) коришћен је исти дигитални термометар са сондом. Топли крајеви термопарова су распоређени по групама као на Слици 4.3.1 и Слици Б.1.1.

Вредности су читаване помоћу одговарајућег *LabView* софтвера намењеног еталонирању, такође развијеног сопственим средствима<sup>11</sup>, тако да су вредности читаване периодично у једнаким интервалима а вредности показивања регулатора термостата (без могућности комуникације са рачунаром) су повремено праћене и уношене преко тастатуре рачунара и остале сачуване у текстуалној датотеци (као додатна колона) заједно са вредностима аквирираним са инструмената.

Део резултата обраде вредности, за температуру 40 °С, дат је у Табели Б.2.1. Индексом „b“ у Табели Б.2.1 су означене вредности које се односе на еталонирање изведено у течности термостатског купатила, док су индексом „in“ означени резултати исте врсте у другој калибрационој средини. Према томе,  $T_b$  је средња вредност температуре једног сензора мерена у купатилу а  $\sigma_{T_b}$  је стандардна девијација очитаних вредности,  $\Delta T_b$  је разлика показивања референтног мерила и  $T_b$  а  $U_{T_b}$  је проширена несигурност еталонирања у купатилу (са фактором обухвата  $k = 2$ ). Слично,  $T_{in}$  и  $\sigma_{T_{in}}$  су средња вредност и стандардна девијација мерене у *in situ* условима,  $\Delta T_{in}$  је разлика референтне вредности и  $T_{in}$ , док је  $\Delta T_b - \Delta T_{in}$  разлика поправки при два начина еталонирања.

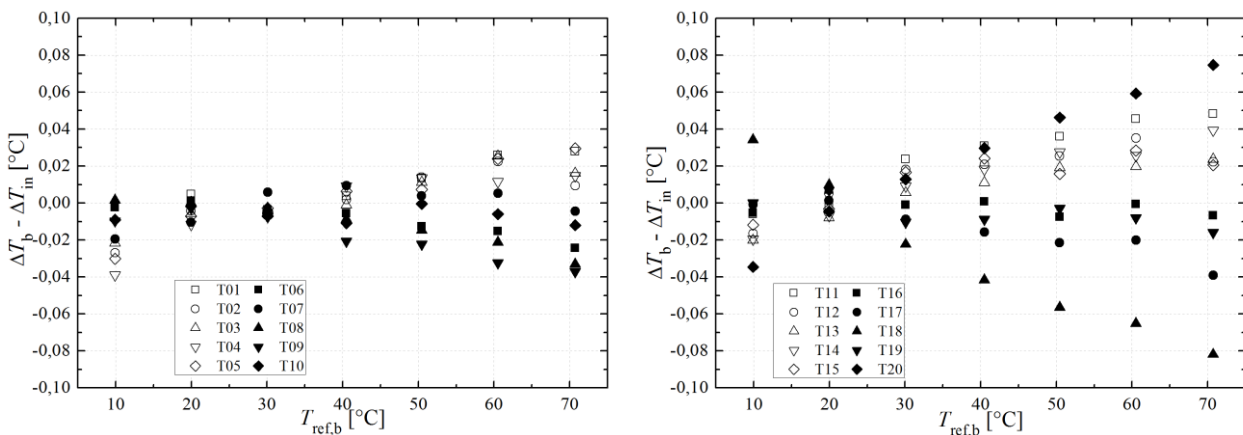
---

<sup>11</sup> Програм коришћен за аквизицију при еталонирању је по изгледу и функцији веома сличном програму описаном у Прилогу А и неће бити посебно описан у овој дисертацији. Рад са инструментом *Keithley 2700* и директно очитаним вредностима (ДОВ) је идентичан као у Прилогу А, с тим да се код коришћеног програма синхронизовано са читавањем вредности *Keithley 2700* могу узимати вредности са других расположивих инструмената међу којима је *Fluke 1502a* са сондом, коришћен као референтно мерило.

Табела Б.2.1. Резултати еталонирања у термостату и у решењу за *in situ* еталонирање

	Ознака	$T_b$ [°C]	$\sigma_{Tb}$ [°C]	$\Delta T_b$ [°C]	$T_{in}$ [°C]	$\sigma_{Tin}$ [°C]	$\Delta T_{in}$ [°C]	$\Delta T_b - \Delta T_{in}$ [°C]	$U_{Tb}$ [°C]
Група 1	T01	40,27	0,006	0,07	40,22	0,007	0,06	0,01	0,12
	T02	40,29	0,005	0,05	40,23	0,006	0,05	0,00	0,08
	T03	40,27	0,004	0,07	40,22	0,006	0,07	0,00	0,11
	T04	40,25	0,004	0,09	40,20	0,005	0,08	0,01	0,11
	T05	40,28	0,006	0,06	40,22	0,006	0,06	0,00	0,12
Група 2	T06	40,29	0,005	0,05	40,22	0,005	0,06	-0,01	0,11
	T07	40,26	0,003	0,08	40,20	0,006	0,08	0,00	0,11
	T08	40,28	0,007	0,06	40,21	0,006	0,07	-0,01	0,12
	T09	40,30	0,004	0,04	40,22	0,006	0,06	-0,02	0,11
	T10	40,29	0,008	0,05	40,22	0,005	0,06	0,02	0,12
Група 3	T11	40,26	0,004	0,08	40,23	0,006	0,05	0,03	0,11
	T12	40,27	0,008	0,07	40,23	0,007	0,05	0,02	0,08
	T13	40,28	0,005	0,06	40,23	0,005	0,05	0,01	0,11
	T14	40,28	0,006	0,06	40,24	0,005	0,04	0,02	0,11
	T15	40,27	0,004	0,07	40,23	0,008	0,05	0,02	0,11
Група 4	T16	40,27	0,008	0,07	40,21	0,005	0,07	0,00	0,12
	T17	40,26	0,006	0,08	40,19	0,005	0,09	-0,01	0,12
	T18	40,27	0,004	0,07	40,17	0,006	0,11	-0,04	0,11
	T19	40,29	0,004	0,05	40,22	0,005	0,06	-0,01	0,11
	T20	40,27	0,006	0,07	40,24	0,007	0,04	0,03	0,12

Као формалан критеријум оправданости увођења новог решења усвојен је однос разлике поправки и несигурности еталонирања стандардном методом,  $|\Delta T_b - \Delta T_{in}| < U_{Tb}$ . Највећа проширена несигурност еталонирања у купатилу на свим радним температурама је износила 0,13 °C стога је та вредност узета за поређење свих вредности. Из Табеле 6.1.1 може се видети да је овај услов свакако испуњен. Све вредности разлика  $\Delta T_b - \Delta T_{in}$ , за сваки термопар посебно, у опсегу до 10 °C до 70 °C, су приказане на Слици Б.2.1, као и у Табели Б.2.1.



Слика Б.2.1. Резултати поређења два начина еталонирања.

Анализом вредности из Табеле 5.2.1 и са Сlike Б.2.1 може се добити да је усвојени критеријум оправданости примене новог вида еталонирања испуњен у посматраном опсегу температуре.

Табела Б.2.2. Поређење резултата еталонирања по групама.

Ознака	$T_{b,ref}$ [°C]	$\Delta T_{b,gr}$ [°C]	$\delta_{\Delta T_b,gr}$ [°C]	$\Delta T_{in,gr}$ [°C]	$\delta_{\Delta T_{in},gr}$ [°C]	$(\Delta T_b - \Delta T_{in})_{,gr}$ [°C]	$\delta_{(\Delta T_b - \Delta T_{in}),gr}$ [°C]
Група 1	9,34	0,11	0,024	0,14	0,006	-0,02	0,023
	19,34	0,12	0,009	0,13	0,005	0,00	0,010
	29,91	0,09	0,009	0,10	0,007	-0,01	0,003
	40,34	0,07	0,019	0,06	0,014	0,00	0,005
	50,34	0,06	0,030	0,05	0,029	0,01	0,005
	60,46	0,07	0,029	0,05	0,040	0,02	0,010
	70,70	0,08	0,040	0,06	0,045	0,02	0,010
Група 2	9,34	0,10	0,014	0,11	0,019	0,01	0,012
	19,34	0,11	0,012	0,11	0,018	0,00	0,008
	29,91	0,08	0,025	0,09	0,016	0,00	0,009
	40,34	0,06	0,028	0,06	0,011	-0,01	0,017
	50,34	0,05	0,024	0,06	0,011	-0,01	0,013
	60,46	0,06	0,025	0,07	0,009	-0,01	0,019
	70,70	0,06	0,025	0,09	0,010	-0,02	0,018
Група 3	9,34	0,11	0,011	0,13	0,012	-0,01	0,009
	19,34	0,12	0,013	0,12	0,010	0,00	0,008
	29,91	0,10	0,013	0,08	0,007	0,01	0,009
	40,34	0,07	0,014	0,05	0,009	0,02	0,010
	50,34	0,06	0,016	0,03	0,010	0,02	0,011
	60,46	0,06	0,019	0,03	0,008	0,03	0,015
	70,70	0,07	0,029	0,04	0,013	0,03	0,017
Група 4	9,34	0,10	0,023	0,10	0,015	0,00	0,035
	19,34	0,12	0,015	0,11	0,008	0,00	0,009
	29,91	0,09	0,014	0,09	0,022	-0,01	0,019
	40,34	0,07	0,019	0,08	0,038	-0,01	0,037
	50,34	0,07	0,021	0,08	0,048	-0,01	0,055
	60,46	0,08	0,028	0,08	0,058	-0,01	0,066
	70,70	0,09	0,035	0,10	0,063	-0,01	0,088
Све	9,34	0,12	0,030	0,11	0,131	-0,01	0,087
	19,34	0,12	0,019	0,12	0,141	0,00	0,076
	29,91	0,09	0,025	0,09	0,116	0,00	0,075
	40,34	0,06	0,050	0,07	0,093	0,00	0,072
	50,34	0,06	0,068	0,06	0,090	0,01	0,070
	60,46	0,06	0,084	0,07	0,095	0,01	0,073
	70,70	0,07	0,091	0,07	0,115	0,00	0,086

Посматрајући по групама, може се уочити да растурање вредности у оквиру једне групе расте са температуром, највише у Групи 4. Такође се може приметити мало раслојавање средњих вредности по групама. Додатним мерењима и сличним анализама могло би се разлучити да ли су видљиве промене резултат нехомогености температуре на површинама хладњака, грешака при склапању или неког другог порекла.

У Табели Б.2.2 су сумирани по групама резултати свих еталонирања. У колони  $T_{b,ref}$  су вредности температуре референтног мерила у купатилу,  $\Delta T_{b,gr}$  и  $\Delta T_{in,gr}$  су вредности  $\Delta T_b$  и  $\Delta T_{in}$ , са истим значењем као у Табели Б.2.1, усредњене на нивоу групе,  $\delta_{\Delta T_b,gr}$  и  $\delta_{\Delta T_{in,gr}}$  су максималне девијације у односу на средњу вредност групе, израчунате су појединачне разлике  $\Delta T_b - \Delta T_{in}$  и њихове групно усредњене вредности су у колони  $(\Delta T_b - \Delta T_{in})_{gr}$ , као и највећа одступања од тако израчунатих средњих вредности, означена као  $\delta_{(\Delta T_b - \Delta T_{in})_{gr}}$  у Табели Б.2.1.

Када се срачуна средња вредност  $\Delta T_b - \Delta T_{in}$  свих термопарова, такође приложена у последњој колони Табеле Б.2.1, добије се вредност веома блиска нули што даје основ да се симулацијама предвиђен утицај подужних кондуктивних губитака топлоте кроз референтно мерило у пракси може занемарити.



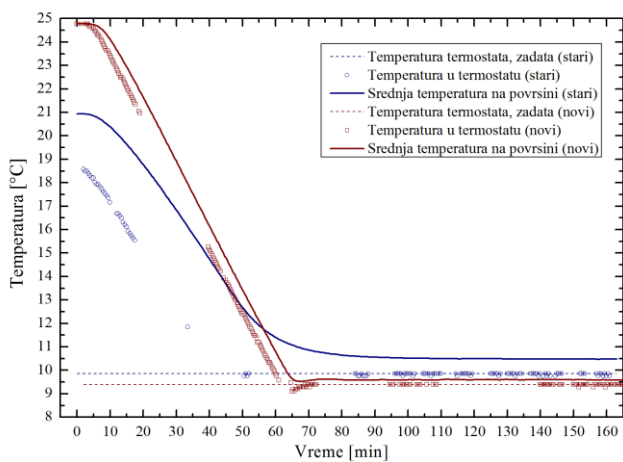
## **В. ПРИЛОГ – ПОРЕЂЕЊЕ ПЕРФОРМАНСИ ХЛАДЊАКА**

Сва мерења изведена за потребе израде ове дисертације су понављана бар једном да би се извела поређења којима би се квантитативно утврдила унапређења апаратуре. По изради и пробном раду нових хладњака поновљена су еталонирања у *in situ* условима и одређивања топлотне проводности истог пара узорака. У првом поглављу биће дати резултати мерења који показују понашање старих и нових хладњака у прелазном режиму. Такође, анализиране су појединачно мерене вредности температуре површине хладњака током мерења са реалним узорцима, у условима репродуктивности, у другом поглављу је дато поређење расподеле температуре на површинама у стационарном режиму рада пре и после израде нових хладњака.

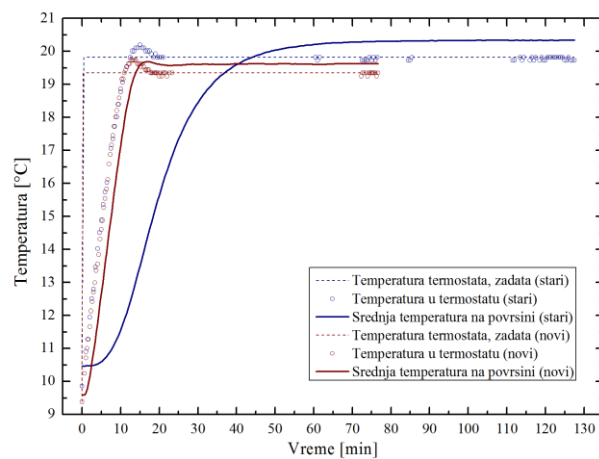
### **В.1. Поређење динамичког одзива система за термостатирање**

Еталонирање у *in situ* условима је пробано у више фаза развоја апаратуре. Две сесије еталонирања су изведене тако да су у међувремену замењени хладњаци и репарирани су термопарови, док је сва остала опрема коришћена у оба случаја. Узевши да су испуњени услови репродуктивности мерења и посматрањем се промене средње вредности 20 очитаних температура на плочама могу се добити информације о температури површине хладњака на промену задате вредности температуре на регулатору термостата, као и о раду самог регулатора.

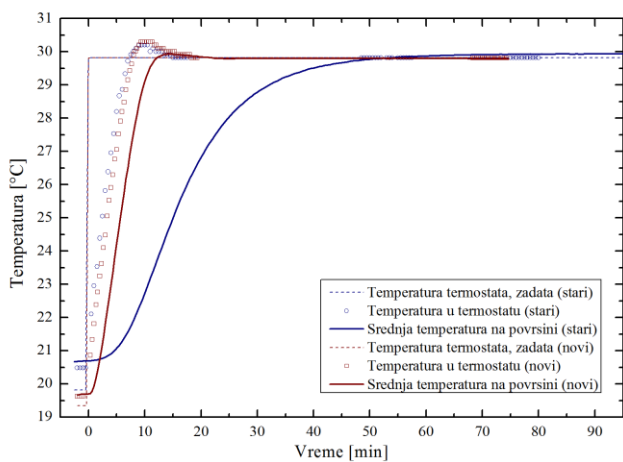
Задате вредности температуре термостата су мењане од 10 °С до 60 °С у корацима по 10 °С. У оба мерења снимање вредности је почињало пре укључења термостата да би се пратио и почетни прелаз од собне температуре до најниже задате вредности, притом је коришћена опција директног читавања вредности (ДОВ) програмског решења описаног у Додатку А.3.3 да би се могло анализирати понашање регулатора термостата и, по потреби, касније урадити строжа анализа која не би полазила од времена задавања нове вредности температуре.



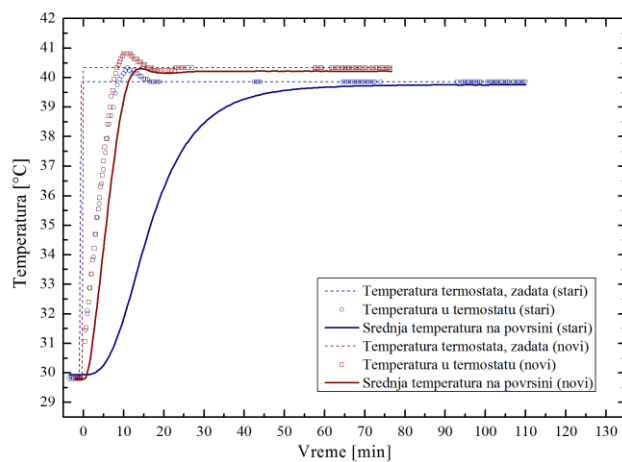
(a)



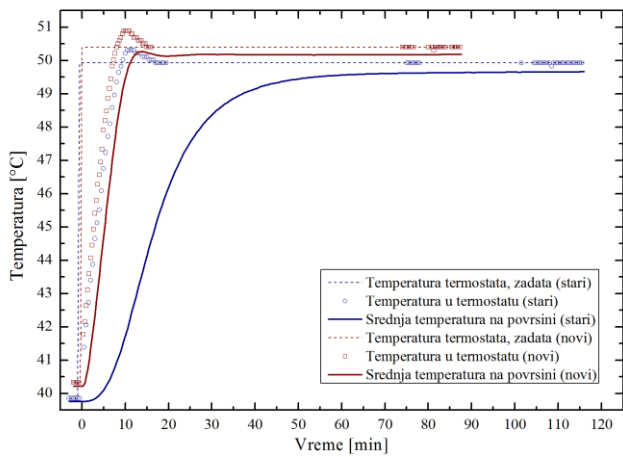
(б)



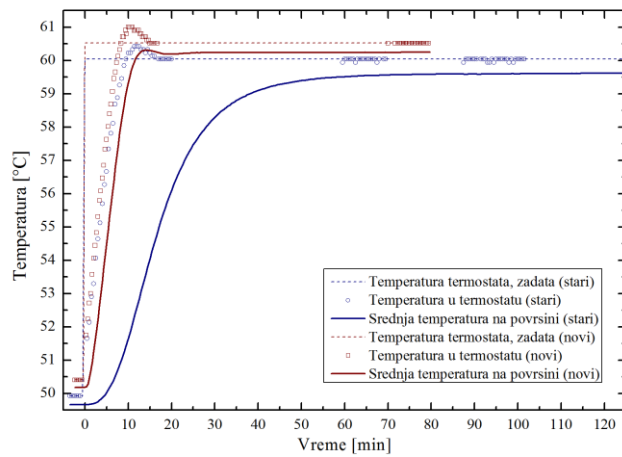
(в)



(г)



(д)



(е)

Слика В.1.1. Упоредни приказ временског одзива система у целини на промену задате вредности температуре термостата. (а) Од собне температуре до 10 °С. (б) Прелаз са 10 °С на 20 °С. (в)-(е) Прелаз од 20 °С до 60 °С са корацима 10 °С.

Резултати обраде временских облика вредности добијених аквизицијом и вредности директно очитане са термостата, приказани на Слици В.1.1, су поравнати у времену тако да се време задавања нове вредности постави на почетак временске осе. Испрекиданим линијама на Слици В.1.1 су приказане вредности задате температуре на регулатору термостата.

На основу података у времену, приказаних на Слици В.1.1, дефинисан је скуп параметара, Табела В.1.1, који могу послужити за поређење са будућим изменама система за термостатирање. Температура пре задавања промене је у Табели В.1.1 означена као  $T_0$ , док су  $T_\infty$  и  $\delta T_\infty$  – средња вредност и максимална варијација температуре у новом стационарном стању, респективно,  $t_{SU}$  је дефинисано као време потребно да се температура промени од  $T_0$  до 10% разлике  $T_\infty - T_0$  (енгл. “start-up time”),  $t_R$  (енгл. “rise time”) је време потребно да се температура промени од 10 % до 90% задате разлике, брзина загревања/хлађења се добија као  $0,8(T_\infty - T_0)/t_R$  и, коначно, време стабилизације  $t_{ST}$  (енгл. “stabilization time”) је дефинисано као време од 90% задате разлике до стабилизације у границама  $T_\infty \pm 0,1$  °C.

**Табела В.1.1. Поређење динамичких карактеристика система за термостатирање у целини.**

	$T_0$ [°C]	$T_\infty$ [°C]	$\delta T_\infty$ [°C]	$t_{SU}$ [min]	$t_R$ [min]	$r_{h/c}$ [°C/min]	$t_{ST}$ [min]
Стари хладњаци	20,94	10,46	0,013	11,5	45,0	-0,2	30,0
	10,46	20,33	0,007	9,5	27,0	0,3	26,0
	20,33	29,94	0,005	11,0	26,0	0,3	23,0
	29,94	39,75	0,006	8,0	25,0	0,3	25,0
	39,75	49,66	0,007	8,0	25,5	0,3	26,5
	49,66	59,64	0,007	8,0	25,5	0,3	31,0
Нови хладњаци	24,78	9,59	0,015	11,7	45,0	-0,3	6,0
	9,59	19,63	0,010	2,5	10,0	0,8	2,2
	19,63	29,79	0,004	2,0	7,7	1,1	7,7
	29,79	40,22	0,006	2,0	7,7	1,1	2,7
	40,22	50,18	0,009	2,0	7,7	1,0	2,3
	50,18	60,25	0,011	2,0	8,0	1,0	2,3
	60,25	70,46	0,008	2,0	8,3	1,0	2,3
70,46	80,95	0,008	2,3	9,0	0,9	2,7	
Температура у термостату	24,8	9,4	0,1	8,3	45,0	-0,3	11,7
	9,4	19,3	0,1	0,7	8,7	0,9	6,7
	19,6	29,8	0,1	0,3	6,3	1,3	9,0
	29,8	40,3	0,1	0,3	6,7	1,3	7,7
	40,3	50,4	0,1	0,3	6,0	1,3	7,7
	50,4	60,5	0,1	0,3	6,0	1,3	8,0
	60,5	70,7	0,1	0,3	6,7	1,2	8,0
70,7	80,9	0,1	0,3	7,7	1,1	7,3	

Из приказаних вредности се види да температура на површини нових хладњака „прати“ промену температуре течности са кашњењем реда минута, док је кашњење услед инерције код старих хладњака за ред величине веће. Укупно време стабилизације код нових хладњака је мање од 20 минута док је код оригиналних хладњака скоро 60 минута. Могуће је да би другачијим термостатом динамички одзив оригиналних хладњака било бржи. Код вишедневних мерења се овај ефекат може и занемарити.

Када се задавањем температуре течности жели постићи вредност температуре на површини хладњака у неким границама, већи проблем од инерције хладњака је разлика између температуре течности и стационарне температуре на површини која код нових хладњака износи не више од 0,2 °C а код старих око 1 °C. Будући да у овом тесту нема грејача и узорака између хладњака и градијент температуре је приближан нули, може се очекивати да се при мерењу када постоји додатним топлотни флуks са топле плоче тешко може предвидети температура хладне стране узорка у стационарном стању, што је, уосталом, уочено и током извођења првих експеримената.

Нови хладњаци су показали сличан временски одзив до температуре 80°C.

## **В.2. Поређење стационарних вредности у контакту са узорком**

Из резултата мерења два експеримента са истим паром узорака издвојене су стационарне вредности температуре на површинама хладњака у опсегу од 25 °C до 35 °C. Вредности топлотног флуksа са топле плоче су биле различите. Резултати обраде мерења температуре на површинама контаката хладњака са узорцима су дати у Табели В.2.1.

Код двостране заштићене топле плоче постоји услов симетрије, стога су ради поређења статистички анализирани температуре на површинама горње и доње плоче и поређене са средњом вредношћу.

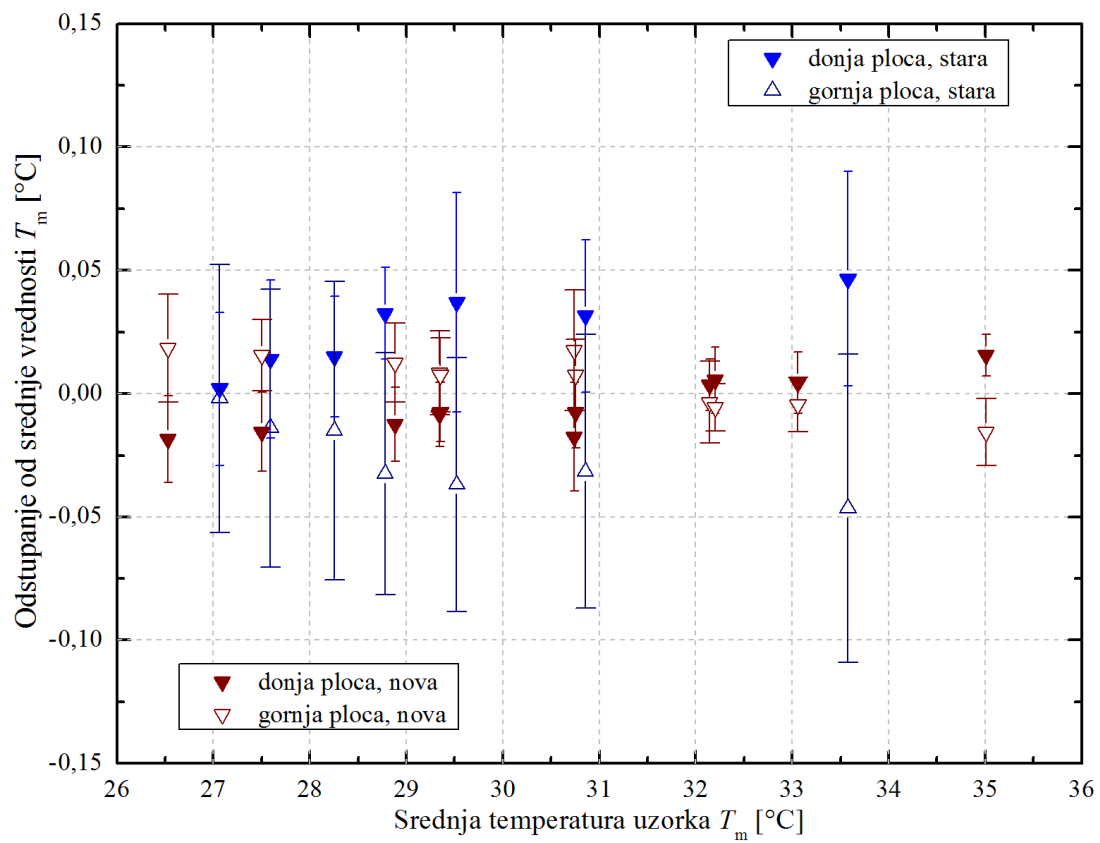
У Табели В.2.1 је  $T_{\text{лср}}$  – средња температура на површини доњег хладњака мерена у пет тачака,  $T_{\text{уср}}$  је температура на површини горњег хладњака, такође мерена у пет тачака мерне зоне, а  $T_m$  је њихова средња вредност,  $T_m = (T_{\text{лср}} + T_{\text{уср}})/2$ . Разлике  $\Delta T_{\text{лср},m}$  и  $\Delta T_{\text{уср},m}$  су одступања  $T_{\text{лср}}$  и  $T_{\text{уср}}$  од  $T_m$ , респективно, док је  $\Delta T_{\text{лср},\text{уср}}$  разлика средњих температура на плочама,  $\Delta T_{\text{лср},\text{уср}} = T_{\text{лср}} - T_{\text{уср}}$ . Максимално одступање појединачне вредности у односу на средњу вредност  $T_{\text{лср}}$  је  $\delta T_{\text{лср}}$  за доњи хладњак, док је за горњи хладњак максимално одступање  $\delta T_{\text{уср}}$ .

Табела В.2.1. Поређење статичких карактеристика система за термостатирање у целини.

	$T_{\text{лср}}$ [°C]	$T_{\text{усп}}$ [°C]	$T_{\text{м}}$ [°C]	$\Delta T_{\text{лср,м}}$ [°C]	$\delta T_{\text{лср,м}}$ [°C]	$\Delta T_{\text{усп,м}}$ [°C]	$\delta T_{\text{усп,м}}$ [°C]	$\Delta T_{\text{лср,усп}}$ [°C]
Стари хладњаци	27,07	27,06	27,07	0,00	0,06	-0,00	0,11	-0,00
	27,61	27,58	27,59	0,01	0,06	-0,01	0,11	-0,03
	28,27	28,24	28,25	0,02	0,05	-0,02	0,12	-0,03
	28,81	28,75	28,78	0,03	0,04	-0,03	0,10	-0,07
	29,56	29,48	29,52	0,04	0,09	-0,04	0,10	-0,07
	30,89	30,82	30,86	0,03	0,06	-0,03	0,11	-0,06
	33,63	33,53	33,58	0,05	0,09	-0,05	0,13	-0,09
Нови хладњаци	26,51	26,55	26,53	-0,02	0,04	0,02	0,04	0,04
	27,49	27,52	27,50	-0,02	0,03	0,02	0,03	0,03
	28,87	28,89	28,88	-0,01	0,03	0,01	0,03	0,02
	29,34	29,35	29,35	-0,01	0,03	0,01	0,03	0,02
	29,35	29,36	29,35	-0,01	0,02	0,01	0,03	0,02
	30,72	30,76	30,74	-0,02	0,04	0,02	0,05	0,04
	30,75	30,76	30,75	-0,01	0,03	0,01	0,03	0,02
	32,15	32,14	32,15	0,00	0,02	-0,00	0,03	-0,01
	32,20	32,19	32,20	0,01	0,03	-0,01	0,02	-0,01
	33,06	33,06	33,06	0,00	0,02	-0,00	0,02	-0,01
	35,02	34,99	35,01	0,02	0,02	-0,02	0,03	-0,03

Резултати обраде  $\Delta T_{\text{лср,м}} \pm \delta T_{\text{лср}}$  и  $T_{\text{усп,м}} \pm \delta T_{\text{усп}}$  за старе и нове хладњаке су приказани у форми графика на Слици В.2.1, где је на апсиси одговарајућа средња температура. Иако се смислена квантитативна зависност од  $T_{\text{м}}$  не може уочити, разлика температуре међу плочама је код оригиналних хладњака износила до 0,1 °C, доводећи у питање симетрију топлотног флуksа кроз узорке, док је код нових хладњака та разлика видно мања. Поред тога, код нових хладњака је средња температура поновљена за различите вредности флуksа мерне зоне, док код старих хладњака то није постигнуто због великог пада температуре у телу оригиналних хладњака који је уочен у претходном поглављу.

Растурање вредности по једној површини, Слика В.2.1, може бити објашњено чињеницом да су термопарови у међувремену репарирани и унапређени новим решењем за хладне крајеве, као и губицима са спољашњих површина хладних плоча чији релативни удео је већи код оригиналних хладњака због унутрашње топлотне баријере која узрокује одступање од температуре термостата и већу разлику температуре  $\Delta T_{\text{лср,усп}}$ .



Слика В.2.1. Упоредни приказ растурања вредности (највећа, најмања и средња вредност за сваку површину) од средње температуре на узорку.

## **Г. ПРИЛОГ – БУДЖЕТ НЕСИГУРНОСТИ У ФОРМИ ТАБЕЛА**

Буџет несигурности се рачуна у виду *Excel* датотеке са више страница и везама између одговарајућих ћелија. При томе се у највећој мери поштује принцип „с лева на десно“ ради лакшег праћења тока извођења рачунских радњи. Датотека има више страна и неће све бити објашњене детаљно ни у овом додатку.

У овом додатку ће у првом поглављу бити објашњена општа форма буџета несигурности, тачније, значење колона и појединих врста сваке табеле. Уместо детаљног приказа, у другом поглављу ће бити објашњене њихове врсте као и функције сваке од врста страна *Excel* датотеке.

### **Г.1. Структура табеларне форме буџета**

Све табеле у овом додатку, преузете из једне *Excel* датотеке, имају сличну форму која одговара препорученом изгледу буџета несигурности по Водичу [50], са истим заглављем табела. Прва колона, насловљена као „Величина“, садржи ознаке за садржај те врсте, обично преузете из формула за израчунавање. Друга колона, „Опис“ садржи кратка објашњења бројних садржаја врсте која треба да објасни ознаку из прве колоне, такође може садржати јединицу мере ако је потребно нагласити, као што је у примеру у Табели Г.2.1 наглашено да су вредности у милиметрима.

Трећа колона, названа као „Вредност“, садржи средњу вредност резултата мерења или обраде, корекције на основу еталонирања, документације, теоријских процена или експериментално утврђених начина, као и преписане (асоциране ћелије) резултате ранијих фаза обраде. Вредности у трећој колони треба да су сведене на исту димензију тако да се њиховом сумом добије резултат, што практично значи да све корекције треба да се изразе као адитивне чак и ако су, на пример, пропорционалне.

Четврта колона је названа „Стандардна девијација“ иако може садржати стандардне девијације резултата мерења, девијације резултата обраде, несигурности еталонирања или из других мерења и друге процене које испуњавају услов за стандардну несигурност вредности

из колоне „Вредност“ еквивалентне интервалу поверења 68 % (фактор обухвата  $k = 1$  за нормалну дистрибуцију). Вредности из ове колоне треба да су исказане у истим јединицама мере као у претходној колони.

Пета колона је насловљена као „Расподела“ садржи најкраће објашњење вредности из следеће колоне. Према томе, ако су у петој колони вредности статистичке обраде овде се уноси која је претпостављена функција густине вероватноће (нормална, правоугаона, Студентова и др.) док се, у случају да је некаква друга калкулација, у ћелије уноси кратко објашњење или се оставља празно.

Шеста колона, „Коеф. осетљивости“, садржи мултипликативне факторе којима се множењем са вредностима из колоне „Стандардна девијација“ добијају вредности у колони „Стандардна несигурност“. Мултипликативни фактори треба да имају такву вредност да се у седмој колони добију компоненте стандардне несигурности (интервал поверења 68 %). Најједноставнији случај је Гаусова нормална расподела код које је мултипликативни фактор 1, док се за друге расподеле уноси вредност која девијацију из четврте колоне своди на интервал поверења 68 %. Када се израчунавају вредности на основу улазних величина из колоне „Вредност“ у колони „Коеф. осетљивости“ је фактор конверзије несигурности вредности из те врсте у физичку величину резултата, као у примеру у Табели Г.2.3 где се из резултата мерења напона и отпорности добија потрошња грејача у ватима.

Стандардна несигурност резултата је у дну табеле, у истој врсти као коригована вредност из колоне „Вредност“, израчунава се као квадратна сума појединачних компоненти стандардне несигурности у истој колони. Проширена несигурност, која се наводи уз бројну вредност резултата, се добија множењем стандардне несигурности са 2 и заокруживањем на већу вредност са тачношћу две значајне цифре. Изузетак од заокруживања су међурезултати који се користе у наредним фазама обраде.

## **Г.2. Пример израчунавања несигурности у стандардној табеларној форми буџета**

Прва страна садржи унете податке о мерењу димензија (дебљине и ширину мерне зоне мерене по  $x$  и  $y$  правцу), резултате из уверења о еталонирању инструмента на основу којих се раде корекције напона, као и вредности из уверења о еталонирању стандардног отпорника коришћеног за мерење јачине струје кроз намотаје грејача мерне зоне. По потреби,



кориговани параметри за корекције услед дрифта инструмената и стандардног отпорника се уносе, уз напомену, на месту старих вредности.

Визуелно решење за бољи преглед, слично примењеном у изворној *Excel* датотеци, је да су међурезултати који су аритметичка или квадратна сума вредности изнад њих, или су резултат израчунавања формуле, у свим табелама у овом додатку означени подебљаним словима. Међурезултати вишег нивоа, који улазе у наредне фазе обраде, су такође наглашени подебљавањем и додатно одвојени празном врстом и уоквирени.

**Табела Г.2.1. Извод из коначне форме буџета несигурности – мерење дебљине узорка**

Величина	Опис	Вредност	Стандардна девијација	Расподела	Коеф. осетљивости	Стандардна несигурност	Проширена несигурност
h1,m	дебљина узорка 1, мерена	33,80	0,115	нормална	1	0,115	
dh,et	несигурност мерења дебљине	0,00	0,010	правоугаона	0,577	0,006	
<b>h1</b>	<b>дебљина узорка 1 [mm]</b>	<b>33,80</b>				<b>0,116</b>	<b>0,231</b>
h2,m	дебљина узорка 2, мерена	33,84	0,114	нормална	1	0,114	
dh,et	несигурност мерења дебљине	0,00	0,010	правоугаона	0,577	0,006	
<b>h2</b>	<b>дебљина узорка 2 [mm]</b>	<b>33,84</b>				<b>0,114</b>	<b>0,228</b>
<b>hsr</b>	<b>средња дебљина узорка [mm]</b>	<b>33,82</b>	<b>0,020</b>		<b>0,577</b>	<b>0,163</b>	<b>0,33</b>

Пример извода података са прве стране који улазе у израчунавање дебљине узорака је дат у Табели Г.2.1 а извод из буџета за израчунавање површине грејача је дат у Табели Г.2.2.

**Табела Г.2.2. Извод из коначне форме буџета несигурности – површина мерне зоне**

Величина	Опис	Вредност	Стандардна девијација	Расподела	Коеф. осетљивости	Стандардна несигурност	Проширена несигурност
a1gg,m	доња мерна зона, димензија <i>dimA</i> , мерена [mm]	250,00	0,18	нормална	1	0,18	
da,et	несигурност мерења дужине [mm]	0,00	0,30	правоугаона	0,577	0,17	
<b>a1gg</b>	<b>доња површина, димензија <i>dimA</i> [mm]</b>	<b>250,00</b>				<b>0,25</b>	<b>0,495</b>
b1gg,m	доња мерна зона, димензија <i>dimB</i> , мерена [mm]	250,00	0,18	нормална	1	0,18	
db,et	несигурност мерења дужине [mm]	0,00	0,30	правоугаона	0,577	0,17	
<b>b1gg</b>	<b>доња површина, димензија <i>dimB</i> [mm]</b>	<b>250,00</b>				<b>0,25</b>	<b>0,495</b>
<b>A1gg,m</b>	<b>доња површина мерне зоне [mm<sup>2</sup>] (<i>dimA</i>*<i>dimB</i>)</b>	<b>62500,00</b>				<b>87,50</b>	<b>175,00</b>
<b>A1gap/2</b>	<b>ширина зазора [mm<sup>2</sup>]</b>	<b>300,72</b>				<b>61,85</b>	<b>123,70</b>
<b>A1gg</b>	<b>доња површина мерне зоне, коригована [mm<sup>2</sup>]</b>	<b>62800,72</b>				<b>107,15</b>	<b>214,31</b>
a2gg,m	горња мерна зона, димензија <i>dimA</i> , мерена [mm]	250,00	1,768E-01	нормална	1	0,18	
da,et	несигурност мерења дужине [mm]	0,00	3,000E-01	правоугаона	0,577	0,17	
<b>a2gg</b>	<b>горња површина, димензија <i>dimA</i> [mm]</b>	<b>250,00</b>				<b>0,25</b>	<b>0,49</b>
b2gg,m	горња мерна зона, димензија <i>dimB</i> , мерена [mm]	250,00	1,768E-01	нормална	1	0,18	
db,et	несигурност мерења дужине [mm]	0,00	3,000E-01	правоугаона	0,577	0,17	
<b>b2gg</b>	<b>горња површина, димензија <i>dimB</i> [mm]</b>	<b>250,00</b>				<b>0,25</b>	<b>0,49</b>
<b>A2gg,m</b>	<b>горња површина мерне зоне [mm<sup>2</sup>] (<i>dimA</i>*<i>dimB</i>)</b>	<b>62500,00</b>				<b>87,50</b>	<b>175,00</b>
<b>A2gap/2</b>	<b>ширина зазора [mm<sup>2</sup>]</b>	<b>300,72</b>				<b>61,85</b>	<b>123,70</b>
<b>A2gg</b>	<b>горња површина мерне зоне, коригована [mm<sup>2</sup>]</b>	<b>62800,72</b>				<b>107,15</b>	<b>214,31</b>
<b>Asr</b>	<b>просечна површина мерне зоне [mm<sup>2</sup>]</b>	<b>62800,72</b>				<b>151,54</b>	<b>303,07</b>

Друга страна *Excel* датотеке садржи изводе из резултата аквизиције напона и температуре током мерења (стационарне вредности). Серије мерених вредности у стационарном стању су међу собом раздвојене заглављем у коме је записана шифра стационарне вредности (нпр. „Stac312“) и сажето објашњење о стационарном стању коме је придружена информацијама (у угластим заградама) о локацији врста из друге датотеке које су копиране испод заглавља. Непосредно испод заглавља су две врсте у којима су средње вредности и стандардне девијације тих колона, од тог до следећег поглавља.

Трећа страна је копија прве стране са вредностима напона, на основу уверења инструмента, као и температуре на основу еталонирања, коригованим у другој датотеци. Статистички параметри резултата мерења (средња вредност и стандардна девијација) се у даљој обради узимају асоцирањем на ћелије из ове стране.

Четврта страна (врста стране) има онолико копија колико је стационарних стања постигнуто при једној средњој температури и једној вредности флукса централног грејача при више вредности флукса грејача заштитног прстена. У њој су прерасподељене ћелије асоциране са одговарајућим ћелијама основне статистичке обраде у времену (на трећој страни) тако да се могу израчунати средња вредност и стандардна девијација средње температуре по једној површини, сигнала дебаланса и других вредности са треће стране. На основу их вредности конструише се корекциона права за дебаланс температуре топле плоче. Када се раде мерења на више вредности флукса централног грејача ова страна се копира и ћелије се повезују са другим ћелијама треће стране.

**Табела Г.0.3. Извод из коначне форме буџета несигурности – мерење топлотног флукса мерне зоне**

Величина	Опис	Вредност	Стандардна девијација	Расподела	Коеф. осетљивости	Стандардна несигурност	Проширена несигурност
V <sub>gg,m</sub>	напон грејача мерне зоне, мерено [V]	5,350	4,306E-05	нормална	1	4,306E-05	
dV <sub>gg,acc</sub>	тачност инструмента	0,000	1,500E-04	правоугаона	0,577	8,660E-05	
<b>V<sub>gg</sub></b>	<b>напон грејача мерне зоне [V]</b>	<b>5,350</b>				<b>9,672E-05</b>	
V <sub>re1,m</sub>	напон на стандардном отпорнику Re <sub>1</sub> , мерено [V]	3,661E-03	2,182E-07	нормална	1	2,182E-07	
dV <sub>ret,acc</sub>	тачност инструмента	0,000	2,850E-06	правоугаона	0,577	1,645E-06	
<b>V<sub>re1</sub></b>	<b>напон на стандардном отпорнику [V]</b>	<b>0,004</b>				<b>1,660E-06</b>	
Re <sub>1,n</sub>	отпорност Re <sub>1</sub> , номинална [ $\Omega$ ]	1,000E-02	0,000E+00	нормална	1	0,000E+00	
dRe <sub>1,et</sub>	корекција из уверења Re <sub>1</sub>	-1,140E-06	4,100E-05	нормална	1	4,100E-05	
<b>Re<sub>1</sub></b>	<b>отпорност стандардног отпорника Re<sub>1</sub> [<math>\Omega</math>]</b>	<b>0,010</b>				<b>4,100E-05</b>	
<b>P<sub>gg</sub></b>	<b>топлотни флукс мерне зоне</b>	<b>1,959</b>				<b>0,008</b>	<b>0,016</b>

Пета врста стране има онолико копија колико има радних температура. Стране пете врсте су сажети страна четврте врсте тако да се за једну радну температуру налази корекција и допринос несигурности услед дебаланса температуре на сличан начин као на страни

четврте врсте. У каснијим верзијама урађене су додатне стране за збирну корекцију услед латералних губитака.

Шеста страна садржи међурезултате – буџете несигурности мерења флукса централног грејача свих стационарних стања пореданих у истом вертикалном редоследу као на другој страни. Пример у Табели Г.2.3 је копиран из једне такве стране.

Седма страна *Excel* датотеке садржи међурезултате – парцијалне буџете несигурности мерења температуре по плочама, пада температуре и средње температуре узорка, по истом поретку стационарних стања као у шестој страни. Табела Г.2.4 је извод копиран из једне седме стране (за исто стационарно стање као у Табели Г.2.3).

**Табела Г.2.4. Извод из коначне форме буџета несигурности – мерење пада температуре и средње температуре**

Величина	Опис	Вредност	Стандардна девијација	Расподела	Коеф. осетљивости	Стандардна несигурност	Проширена несигурност
Th1,m	температура доње хладне плоче	26,59	8,496E-03	нормална	1	0,008	
dTinstr	тачност инструмента	0,00	3,000E-02	правоугаона	0,577	0,017	
dTet	несигурност еталонирања	0,00	1,342E-02	нормална	1	0,013	
dTfl	флукуација мерених вредности	0,00	7,764E-03	нормална	1	0,008	
<b>Th1m</b>	<b>температура доње хладне плоче</b>	<b>26,59</b>				<b>0,025</b>	<b>0,049</b>
Th2,m	температура горње хладне плоче	26,62	8,558E-03	нормална	1	0,009	
dTinstr	тачност инструмента	0,00	3,000E-02	правоугаона	0,577	0,017	
dTet	несигурност еталонирања	0,00	1,342E-02	нормална	1	0,013	
dTfl	флукуација мерених вредности	0,00	7,880E-03	нормална	1	0,008	
<b>Th2m</b>	<b>температура горње хладне плоче</b>	<b>26,62</b>				<b>0,025</b>	<b>0,050</b>
Tgg1,m	температура доње топле плоче	42,43	1,163E-02	нормална	1	0,012	
dTinstr	тачност инструмента	0,00	3,000E-02	правоугаона	0,577	0,017	
dTet	несигурност еталонирања	0,00	1,342E-02	нормална	1	0,013	
dTfl	флукуација мерених вредности	0,00	9,437E-03	нормална	1	0,009	
<b>Tggm</b>	<b>температура доње топле плоче</b>	<b>42,43</b>				<b>0,027</b>	<b>0,053</b>
Tgg2,m	температура горње топле плоче	42,44	1,589E-02	нормална	1	0,016	
dTinstr	тачност инструмента	0,00	3,000E-02	правоугаона	0,577	0,017	
dTet	несигурност еталонирања	0,00	1,342E-02	нормална	1	0,013	
dTfl	флукуација мерених вредности	0,00	7,744E-03	нормална	1	0,008	
<b>Tggm</b>	<b>температура горње топле плоче</b>	<b>42,44</b>				<b>0,028</b>	<b>0,056</b>
<b>DTm</b>	<b>средњи пад температуре</b>	<b>15,83</b>				<b>0,013</b>	<b>0,026</b>
Tm,m	средња температура, просечна	34,60	0,040	нормална	1	0,040	
Tm, rpt	поновљивост средње температуре	0,00	0,321	нормална	1	0,321	
<b>Tm</b>	<b>средња температура</b>	<b>34,60</b>				<b>0,324</b>	<b>0,647</b>

Осма врста страна садрже парцијални буџет несигурности једног стационарног стања, не укључујући корекције које се уводе по завршеку свих мерења. На странама ове врсте се рачунају прелиминарни резултати и изводе се корекције на дебаланс и бочне губитке.

На деветој страни страна је коначан буџет несигурности који садржи копије ћелија из једног парцијалног буџета (одабере се једна копија седме стране), као и корекције које се изводе после свих мерења. У примеру у Табели Г.2.5 најпре је дата мала табела за

израчунавање прелиминарне вредности која је копирана у прву врсту следеће табеле а остале корекције су унете испод.

**Табела Г.2.5. Извод из коначне форме буцета несигурности – прелиминарна вредност, доприноси корекција и коначна вредност**

Величина	Опис	Вредност	Стандардна девијација	Расподела	Коеф. осетљивости	Стандардна несигурност	Проширена несигурност
h <sub>sr</sub>	средња дебљина узорка [mm]	33,82	1,629E-01		0,00098528	0,00016	
A <sub>sr</sub>	средња површина мерне зоне [mm <sup>2</sup> ]	62,800,72	1,515E+02		5,547E-07	0,00008	
P <sub>gg</sub>	топлотни флукс [W]	1,96	8,082E-03		0,017010209	0,00014	
DT <sub>m</sub>	пад температуре [°C]	15,83	1,305E-02		0,002105058	0,00003	
<b>λ<sub>m</sub></b>	<b>топлотна проводност, мерена [W/m°C]</b>	<b>0,03332</b>				<b>0,00023</b>	<b>0,00046</b>
λ <sub>m</sub>	топлотна проводност, мерена [mW/m °C]	0,033322	2,28E-04	нормална	1,000	2,28E-04	
δλ <sub>unb</sub>	корекција на темп. дебаланс	-0,000363	1,78E-04	нормална	1,000	1,78E-04	
δλ <sub>edge</sub>	корекција на латералне губитке, збирна	0,000119	6,98E-05	нормална	1,000	6,98E-05	
δλ <sub>exp</sub>	корекција на топлотно ширење грејача	-0,000034	9,71E-06	правоугаона	0,577	5,61E-06	
δλ <sub>sh</sub>	корекција на контактни отпор	0,000001	2,20E-07	правоугаона	0,577	1,31E-07	
δλ <sub>trpt</sub>	поновљивост средње температуре	0,000000	3,43E-05	правоугаона	0,577	1,98E-05	
δλ <sub>rpt</sub>	поновљивост резултата	0,000000	1,50E-04	правоугаона	0,577	8,66E-05	
δλ <sub>lin</sub>	нелинеарност резултата	0,000000	1,10E-04	правоугаона	0,577	3,78E-05	
δλ <sub>grg</sub>	репродуктивност резултата	0,000000	1,50E-04	правоугаона	0,577	8,66E-05	
<b>λ<sub>corr</sub></b>	<b>топлотна проводност, коригована [W/m°C]</b>	<b>0,033045</b>				<b>0,00032</b>	<b>0,00065</b>
<b>λ<sub>corr</sub></b>	<b>топлотна проводност, коригована [10<sup>-3</sup> W/m°C]</b>	<b>33,04</b>					<b>0,65</b>

Из табела Г.2.1 до Г.2.5 се може уочити једна предност формирања буцета у развијеној форми а то је да се лако могу уочити доприноси несигурности, уочити грешке у обради и пратити њихово порекло. Формализовање на овај начин представља основ за евентуалну будућу израду базе података са пратећим софтвером који би олакшао процедуру обраде на основу мерених вредности. Доступност међурезултата се може користити за брзу проверу хипотезе о разним ефектима као што је, на пример, утврђена еволуција параметара корекције латералних губитака на Слици 6.3.2.

Недостатак текуће верзије буцета је његова сложеност и може се очекивати да ће у будућности бити урађена нова ревизија којом би се форме за рачунање међурезултата поједноставиле уз очувану функционалност.

## СТРУЧНА БИОГРАФИЈА

Ненад Степанић је рођен у Лозници 06.12.1975. године. Дипломирао је на Електротехничком факултету у Београду 2005. године на смеру за Медицинску и нуклеарну технику, са темом дипломског рада „Синтеза слика добијених дигитализованим микроскопом са моторизованом платформом“ под руководством проф. др Бранимира Рељина. Последипломске академске (магистарске) студије је завршио 2010. године на Електротехничком факултету у Београду на смеру за Оптоелектронику и ласерску технику. Септембра 2010. године је одбранио магистарски рад на тему „Одређивање топлотне проводности слабопроводних материјала методом заштићене топле плоче“ код проф. др Миодрага Златановића. Експериментални део магистарског рада је урађен у Лабораторији за термотехнику и енергетику у Институту за нуклеарне науке „Винча“.

Запослен је у Институту за нуклеарне науке „Винча“ од 2006. године. У периоду од 2010. до 2018. године је ангажован на двама пројектима Министарства науке, просвете и технолошког развоја и једном међународним пројекту „Developing traceable capabilities in thermal metrology - Eura-Thermal“, финансираног кроз програм European Metrology Programme for Innovation and Research (EMPIR) у оквиру HORIZON 2020 програма.

У свом досадашњем научном раду, у оквиру теме којом се бави докторска дисертација, има 3 објављена рада у међународним часописима (категорије M22 и M23), 2 рада на међународним конференцијама (категорија M31 и M33), 5 радова на међународним конференцијама штампаним у изводу (M34), 3 рада из категорије M51, 6 радова на домаћим конференцијама (M63), једно техничко решење из категорије M83 и шест техничких решења из категорије M85. Од наведеног, у оквиру теме којом се бави докторска дисертација и у периоду од почетка рада на дисертацији до сада су објављена два рада у међународним часописима, један рад категорије M31, три рада у категорији M34, један рад категорије M51, као и пет радова на домаћим конференцијама (M63).

Научноистраживачки рад Ненада Степанића био је усмерен на испитивање кондукције и топлотне проводности материјала, преношења следивости мерења (у највећој мери температуре, као и специфичног топлотног флукса, релативне влажности ваздуха и другим), развојем нових и унапређењем постојећих лабораторијских капацитета, функционалним повезивањем елемената различитих експерименталних поставки, аквизицијом података посредством рачунара и систематизацијом њихове обраде.

# ПРИЛОЗИ ЗА ДИГИТАЛНИ РЕПОЗИТОРИЈУМ НБС

Прилог 1.

## Изјава о ауторству

Потписани-а Ненад Степанчић

број уписа \_\_\_\_\_

### Изјављујем

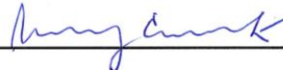
да је докторска дисертација под насловом

УНАПРЕЂЕЊЕ ПОСТУПКА ЗАШТИБЕНЕ ТОПЛЕ ПЛОЧЕ ЗА ОДРЕЂИВАЊЕ  
ТОПЛОТНЕ ПРОВОДНОСТИ ТЕРМОИЗОЛАЦИОНИХ МАТЕРИЈАЛА

- резултат сопственог истраживачког рада,
- да предложена дисертација у целини ни у деловима није била предложена за добијање било које дипломе према студијским програмима других високошколских установа,
- да су резултати коректно наведени и
- да нисам кршио/ла ауторска права и користио интелектуалну својину других лица.

Потпис докторанда

У Београду, 28.06.2018.



Прилог 2.

### Изјава о истоветности штампане и електронске верзије докторског рада

Име и презиме аутора НЕНАД СТЕПАНИЋ

Број уписа \_\_\_\_\_

Студијски програм \_\_\_\_\_

Наслов рада УНАПРЕЂЕЊЕ ПОСТУПКА ЗАШТИЋЕНЕ ТОПЛЕ ПЛОЧЕ ЗА  
САРЕЂИВАЊЕ ТОПЛОГНЕ ПРОВОДНОСТИ ТЕРМОСТАБИЛНИХ  
МАТЕРИЈАЛА

Ментор проф. др Дејан Раковић

Потписани НЕНАД СТЕПАНИЋ

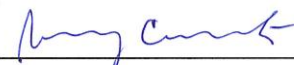
изјављујем да је штампана верзија мог докторског рада истоветна електронској верзији коју сам предао/ла за објављивање на порталу **Дигиталног репозиторијума Универзитета у Београду**.

Дозвољавам да се објаве моји лични подаци везани за добијање академског звања доктора наука, као што су име и презиме, година и место рођења и датум одбране рада.

Ови лични подаци могу се објавити на мрежним страницама дигиталне библиотеке, у електронском каталогу и у публикацијама Универзитета у Београду.

Потпис докторанда

У Београду, 28.06.2018.



Прилог 3.

### Изјава о коришћењу

Овлашћујем Универзитетску библиотеку „Светозар Марковић“ да у Дигитални репозиторијум Универзитета у Београду унесе моју докторску дисертацију под насловом:

Унапређење поступка заштите топле плоче за одређивање  
голатне проводности термоизолационих материјала

која је моје ауторско дело.

Дисертацију са свим прилозима предао/ла сам у електронском формату погодном за трајно архивирање.

Моју докторску дисертацију похрањену у Дигитални репозиторијум Универзитета у Београду могу да користе сви који поштују одредбе садржане у одабраном типу лиценце Креативне заједнице (Creative Commons) за коју сам се одлучио/ла.

1. Ауторство
2. Ауторство - некомерцијално
3. Ауторство – некомерцијално – без прераде
4. Ауторство – некомерцијално – делити под истим условима
5. Ауторство – без прераде
6. Ауторство – делити под истим условима

(Молимо да заокружите само једну од шест понуђених лиценци, кратак опис лиценци дат је на полеђини листа).

Потпис докторанда

У Београду, 28.06.2018.

