

UNIVERZITET U BEOGRADU
ELEKTROTEHNIČKI FAKULTET



Marijana Terzić

**ODREĐIVANJE TOPLOTNE PROVODNOSTI SLABO PROVODNIH
ČVRSTIH MATERIJALA METODOM JEDNOSTRANE ZAŠTIĆENE
TOPLE PLOČE**

– Doktorska disertacija –

Beograd, 2018.

UNIVERSITY OF BELGRADE
SCHOOL OF ELECTRICAL ENGINEERING



Marijana Terzić

**THERMAL CONDUCTIVITY MEASUREMENT OF POORLY
CONDUCTIVE SOLID MATERIALS BY USING THE SINGLE-SIDED
GUARDED HOT PLATE METHOD**

– Doctoral dissertation –

Belgrade, 2018.

Mentor:

dr Slobodan Petričević, vanredni profesor

Univerzitet u Beogradu - Elektrotehnički fakultet

Članovi komisije:

dr Nenad Milošević, viši naučni saradnik Laboratorije za termotehniku i energetiku Instituta za Nuklearne nauke "Vinča", Univerzitet u Beogradu

dr Marko Barjaktarović, docent, Elektrotehnički fakultet, Univerzitet u Beogradu

dr Dejan Gvozdić, redovni profesor, Elektrotehnički fakultet, Univerzitet u Beogradu

dr Jasna Crnjanski, docent, Elektrotehnički fakultet, Univerzitet u Beogradu

Datum odbrane:

Naslov doktorske disertacije:

Određivanje toplotne provodnosti slabo provodnih čvrstih materijala metodom jednostrane zaštićene tople ploče

REZIME

Tema disertacije je razvoj, izrada i validacija aparature po metodi jednostrane zaštićene tople ploče koja omogućava određivanje toplotne provodnosti slabo provodnih čvrstih materijala u temperaturnom opsegu od 10 °C do 50 °C sa visokom tačnošću i preciznošću, tj. relativno malom mernom nesigurnošću od oko 2 %. Pored toga, doprinos ovog rada je i realizacija algoritma za spregu numeričkog modela sa eksperimentom, čime se omogućava veća efikasnost i jednostavnost korišćenja merne procedure. Detaljnim pregledom literature izabrana je ova merna metoda koja kod slabo provodnih materijala može obezbediti rezultate sa najmanjom mogućom mernom nesigurnošću. Po njoj je realizovana aparatura kvadratnog poprečnog preseka i dimenzija radne površine $300 \times 300 \text{ mm}^2$. Projektovanje aparature i optimizacija dizajna njenih glavnih delova su izvršeni upotrebom softverskih alata zasnovanih na metodi konačnih elemenata (FEM). Razvijen je detaljan 3D FEM model kojim je ispitan uticaj različitih parametara aparature na tačnost merenja na osnovu čega su izvedeni zaključci o osetljivosti aparature na njihovu promenu. Dat je detaljan opis izrade svih delova aparature, kao i prikaz kompletne eksperimentalne postavke. Poseban osvrt je dat na razvoj programskog rešenje za podešavanje, kontrolu, akviziciju i prikaz podataka. Validacija realizovane aparature i predložene merne procedure je izvršena korišćenjem sertifikovanog standardnog referentnog materijala od pireks stakla, model BCR-039C, u temperaturnom opsegu od 10 °C do 50 °C. Dobijeni rezultati toplotne provodnosti su bliski referentnim vrednostima i u okviru opsega referentne merne nesigurnosti što ukazuje na uspešnost izvedene validacije. Prikazani su i rezultati dobijeni ispitivanjem reproduktivnosti aparature, kao i razmatranjem uticaja toplotnog kontaktnog otpora na rezultate merenja. Poređenjem rezultata merenja i numeričkih 3D simulacija izvršena je verifikacija razvijenog 3D modela aparature. Na osnovu toga je osmišljena i testirana sprega 3D simulacije i merenja, tj. posebna iterativna procedura za određivanje krajnje vrednosti toplotne provodnosti uzorka ispitivanog materijala.

Ključne reči: metoda jednostrane zaštićene tople ploče, toplotna provodnost, slabo provodni materijali, validacija aparature, 3D model

Naučna oblast: Tehničke nauke

Uža naučna oblast: Elektrotehnički materijali i tehnologije

UDK broj:

The title of doctoral dissertation:

Thermal Conductivity Measurements of Poorly Conductive Solid Materials by Using the Single-Sided Guarded Hot Plate Method

ABSTRACT

The subject of this work is development, realization and validation of a new single-sided guarded hot plate apparatus for thermal conductivity measurement of poorly conductive solid materials in the temperature range from 10 °C to 50 °C and with high accuracy and precision, i.e., relatively low measurement uncertainty of about 2 %. Besides, this work contributes in the development of an iterative procedure combining 3D simulation and measurement, which provides both the efficiency and simplification of the measurement procedure. Upon a detailed review of literature the measurement method, which could insure results with a lowest possible measurement uncertainty in the case of poorly conductive materials, was chosen. According to this method, a square cross section apparatus of 300 × 300 mm² working surface was developed. Optimal design of the apparatus and its main parts is based on the finite element method (FEM) modelling. A detailed 3D FEM model was developed and used for an analysis of the influence of different parameters on the measurement accuracy. Based on this analysis, the conclusions about the performance of the apparatus are drawn. Detailed description of the development of all parts of the apparatus is given, along with the complete experimental setup. Special insight is given in the development of the software for adjustment, control, display, and data acquisition. Validation of the developed apparatus and proposed measurement procedure was carried out by using standard reference material, Pyrex glass, model BCR-039C. Obtained results for thermal conductivity were very close to the reference values and within the range of reference measurement uncertainty, which indicated the success of performed validation. Results obtained by testing of the apparatus reproducibility are also given, along with the results of testing the influence of contact resistivity on the measurement accuracy. Verification of the developed 3D model was performed by comparison between measurements and results of 3D numerical simulation. Based on the latter, the iterative procedure combining 3D simulation and measurement was developed and tested for the determination of appropriate correction of final thermal conductivity value of the specimen under test.

Keywords: single-sided guarded hot plate method, thermal conductivity, poorly conductive materials, apparatus validation, 3D model

Scientific area: Technical sciences

Specific scientific field: Materials science

UDK number:

Zahvalnica

Ova doktorska disertacija je urađena u Laboratoriji za termotehniku i energetiku Instituta za nuklearne nauke VINČA pod neposrednim rukovodstvom dr Nenada Miloševića, kao i u okviru realizacije projekta Ministarstva prosvete, nauke i tehnološkog razvoja Republike Srbije – OI 174031. Deo istraživanja predstavljenih u ovoj disertaciji je izveden i u okviru međunarodnog projekta 14RPT05 – Developing traceable capabilities in thermal metrology – Eura-Thermal, finansiranog kroz European Metrology Programme for Innovation and Research (EMPIR) HORIZON 2020 programa. Zahvaljujem se svim saradnicima projekata, kao i kolegama iz Instituta, iz Grupe za temperaturu i termofizičke osobine, na ukazanom poverenju, pomoći i brojnim dragocenim savetima.

Zahvaljujem se svom mentoru prof. dr Slobodanu Petričeviću na podršci u svakom smislu.

Posebno se zahvaljujem svom neposrednom rukovodiocu u Institutu VINČA dr Nenadu Miloševiću na dugogodišnjoj i svestranoj podršci.

Svojim roditeljima, suprugu, sestri i prijateljima zahvaljujem na strpljenju i razumevanju.

Sadržaj

Sadržaj	1
1. Uvod	4
1.1 Značaj i potreba određivanja termofizičkih osobina materijala	4
1.2 Toplotna provodnost čvrstih materijala.....	6
1.3 Eksperimentalno određivanje toplotne provodnosti.....	9
1.4 Struktura doktorskog rada	11
2. Metode merenja toplotne provodnosti.....	13
2.1 Stacionarne metode	14
2.1.1 Metoda radijalnog toplotnog toka	14
2.1.2 Metoda sa aksijalnim tokom toplote.....	15
2.1.3 Komparativna metoda sa aksijalnim tokom toplote	16
2.1.4 Metoda sa direktnim električnim grejanjem.....	18
2.1.5 Metoda zaštićene tople ploče.....	19
2.1.6 Metoda sa fluksmetrom	21
2.2 Nestacionarne metode	22
2.2.1 Metoda sa linijskim izvorom toplote (metoda tople žice)	22
2.2.2 Tranzijentna metoda ravnog izvora	24
2.2.3 3ω metoda.....	26
2.2.4 Laserska impulsna metoda	28
2.2.5 Impulsna tranzijentna metoda.....	29
3. Metoda jednostrane zaštićene tople ploče	31
3.1 Teorijske osnove metode.....	32

3.2 Princip funkcionalnosti metode.....	33
3.3 Odstupanja od idealnih uslova.....	35
3.3.1 Temperaturni debalans između glavnog i zaštitnog grejača.....	36
3.3.2 Ivični gubici toplote kroz uzorak.....	38
4. Razvoj aparature	41
4.1 Opšti principi projektovanja	41
4.2 Projektovanje glavnih delova aparature	46
4.2.1 Grejači	46
4.2.2 Hladnjak	50
4.3 3D model aparature	50
5. Realizacija aparature	56
5.1 Izrada glavnih delova aparature.....	56
5.1.1 Grejači	56
5.1.2 Ostali elementi.....	59
5.2 Eksperimentalna postavka	61
6. Validacija aparature.....	66
6.1 Merna procedura.....	66
6.1.1 Opšti postupak merenja	67
6.1.2 Obrada podataka i korekcije.....	67
6.2 Merna nesigurnost	70
6.2.1 Nesigurnost merenja debljine	71
6.2.2 Nesigurnost merenja površine	72
6.2.3 Nesigurnost merenja toplotnog fluksa.....	72
6.2.4 Nesigurnost merenja temperaturne razlike ΔT	73

6.2.5 Ostale komponente nesigurnosti.....	74
6.2.6 Formiranje kombinovane i proširene nesigurnosti	74
6.3 Eksperimentalni rezultati.....	74
6.3.1 Rezultati validacije aparature	75
6.3.2 Reproductivnost	78
6.3.3 Uticaj kontaktnog toplotnog otpora na rezultate merenja	79
6.3.4 Primer budžeta merne nesigurnosti	81
7. Predlog sprege 3D simulacija i merenja.....	85
7.1 Poređenje eksperimentalnih i numeričkih rezultata	85
7.2 Princip sprege	87
8. Zaključak i perspektive.....	90
Literatura	93
Prilog – Program za akviziciju signala.....	104
Biografija autora.....	107

1. Uvod

1.1 Značaj i potreba određivanja termofizičkih osobina materijala

Precizno poznavanje fizičkih osobina materijala ima veliki značaj u svim oblastima nauke i istraživanja, ali i značajan ekonomski efekat koji se ispoljava preko smanjenja potrošnje energije, uštede materijala, kao i povećanja efikasnosti proizvodnih i tehnoloških procesa. Termofizičke osobine su u užem smislu posebno značajne za postizanje visokih performansi u sistemima za upravljanje energijom u kojima je neophodna što kvalitetnija termička analiza za kontrolu procesa prenosa toplote. Teško je u inženjerskoj praksi pronaći proces koji ima opštiju primenu od prenosa toplote kroz materijal ili kombinaciju različitih materijala. Tako je na primer, mašinskim inženjerima potrebno poznavanje procesa prenosa toplote koji se javlja u opremi na termoelektranama u cilju poboljšanja njenih performansi. U mnogim slučajevima, kao što su kotlovi, razmenjivači toplote ili rashladna oprema, cilj je da se postigne što brži prenos toplote sa što je moguće manjim otporom. Elektroinženjeri tako imaju potrebu da spreče oštećenje materijala usled pojave vrućih tačaka u električnim motorima, generatorima, transformatorima i ostaloj električnoj opremi, koje nastaju kao posledica greške u analizi procesa prenosa toplote i projektovanju sistema za hlađenje, ali i kvaru same električne opreme. Sve veća minimizacija integrisanih kola dovela je do toga da su inženjeri elektronike i računarstva sve više zainteresovani za procese disipacije toplote sa poluprovodničkih komponenata i štampanih ploča da bi u fazi projektovanja obezbedili njihov siguran rad u granicama dozvoljenih temperatura. Isto važi i u polju metalurgije, poljoprivrede i građevinarstva, gde poznavanje prenosa toplote u konkretnim slučajevima, inženjerima omogućava dobijanje kvalitetnijeg finalnog proizvoda.

Iako postoje mnogi uspešni projekti vezani za prenos toplote, dalji razvoj ove oblasti je još uvek neophodan u cilju povećanja životnog veka i efikasnosti mnogih uređaja koji su prethodno navedeni, što može dovesti do mnogo novih otkrića. Prema tome, proučavanje termofizičkih osobina materijala koji imaju direktan uticaj na proces prenosa toplote, su od interesa u skoro svim inženjerskim oblastima. Precizno i tačno merenje ovih osobina je od ključnog značaja za svaki proces ili materijal koji se izlaže velikom ili brzom temperaturnom gradijentu. Informacije o termofizičkim osobinama neke strukture se rutinski koriste za numeričko modelovanje prenosa toplote različite kompleksnosti bez obzira da li struktura izoluje, provodi ili je potrebno samo da

izdrži promene toplote. Poznavanje vrednosti ovih osobina materijala omogućava tačnije određivanje količine energije u procesu prenosa toplote, a samim tim i izbor i pravilno dimenzionisanje opreme.

Termofizičke osobine materijala se mogu podeliti na: termodinamičke, toplotne transportne i toplotne radijacione osobine. U grupi termodinamičkih osobina izdvajaju se specifična toplota, entalpija i temperaturni koeficijent linearnog širenja materijala, u grupi toplotnih transportnih osobina toplotna provodnost i toplotna difuzivnost, dok se u grupi toplotnih radijacionih osobina ubrajaju, između ostalih, emisivnost, i koeficijenti apsorpcije, refleksije i transparentije. Zbog tesne povezanosti mehanizma transporta toplote i električne energije kod metala i legura, promenom njihove temperature značajno se menja i specifična električna otpornost, pa se često i ova karakteristika svrstava u termofizičke osobine materijala.

U ispitivanju termofizičkih osobina materijala određivanje toplotne provodnosti je od posebnog značaja. Mera sposobnosti materijala da provede toplotnu energiju okarakterisana je ovom osobinom, koja se može definisati kao količina toplote koja prolazi kroz medijum ograničen dvema beskonačnim ravnima izloženim gradijentu temperature od 1 K/m po jedinici vremena i jedinici površine [1].

Toplotna provodnost materijala može varirati usled promenljivog sastava materijala ili njegovog uzorka, zavisiti od uticaja vlage ili drugih faktora, menjati se sa vremenom, kao i sa srednjom temperaturom i zavisiti od ranije toplotne istorije. Imajući u vidu da vrednosti toplotne provodnosti zavise od same temperature materijala, njeno određivanje u potrebnom temperaturnom opsegu je od naročitog značaja.

Tokom poslednjih decenija, došlo je do ekspanzije istraživanja u oblasti određivanja toplotne provodnosti zgrada, izolacionih i slabo provodnih materijala u širokom opsegu temperatura, od niskih do umereno visokih [2]. Takođe, razvijeni su novi materijali i pronađene nove primene postojećih. Često nije dovoljno koristiti približne podatke iz dostupnih kataloga, već je neophodno sprovesti merenja stvarnih uzoraka na temperaturama od interesa i to sve u cilju poboljšanja energetske efikasnosti zgrada, što je danas jedan od vodećih prioriteta savremenog društva. Građevinski sektor je trenutno ključni potrošač energije i kao takav predstavlja najveći potencijal njene uštede u skladu sa planom o energetske efikasnosti (EC, 2011). Međutim, Srbija danas ima najniži stepen energetske efikasnosti u Evropi [3] i nalazi se

na samom dnu lestvice među zemljama koje racionalno koriste energiju. Alarmantna činjenica je podatak da zgrade u Srbiji imaju udeo od čak 60 odsto od ukupne potrošene energije, dok se taj procenat u razvijenim zemljama Evrope kreće između 20 i 40 [3].

Ovakvo stanje moglo bi značajno da se poboljša primenom energetski efikasnih metoda u projektovanju i odgovarajućim izborom materijala kod novoprojektovanih zgrada, kao i primenom svih principa koji omogućavaju kvalitetnu energetsku rehabilitaciju postojećih neizolovanih objekata. To daje značaj određivanju toplotne provodnosti građevinskih materijala, u koje pored izolacionih, spadaju i slabo provodni materijali kao što su stakla, keramike, polimeri, gume, materijali biološkog porekla i dr. i koje je fundamentalno za rešavanje pomenutih problema zgrada i povećanje komfora njenih korisnika.

Još je bitno naglasiti da određivanje termofizičkih osobina materijala treba da karakteriše mala merna nesigurnost da bi dobijeni rezultati bili što validniji. Konkretno, preko 60% procesa koji se koriste u prerađivačkoj industriji u Evropi zavisi od preciznog merenja termofizičkih osobina materijala. Napredna metrologija u ovoj oblasti je ključni faktor za povećanje efikasnosti i uticaja industrijskih procesa na životnu sredinu. U Evropi postoji nekoliko nacionalnih metroloških laboratorija specijalizovanih u polju metrologije termofizičkih osobina. Centralna koordinacija mreže se vrši od strane Međunarodnog biroa za tegove i mere BIPM (Bureau International des Poids et Mesures) u Sevru, u Francuskoj. Da bi bila uporediva izvan državnih granica, merenja moraju biti slediva prema odgovarajućim i navedenim referencama, zbog čega postoje sertifikovani referentni materijali koji omogućavaju metrološku sledivost.

Laboratorija za termotehniku i energetiku, Instituta Vinča se već dugi niz godina bavi proučavanjem i merenjem termofizičkih osobina materijala. Od 2015. godine, laboratorija je postala imenovana kao nosilac nacionalnih etalona u oblasti termofizičkih osobina u okviru nacionalnog metrološkog sistema u Republici Srbiji i to za toplotnu provodnost i toplotnu difuzivnost opštih i specifičnu toplotu elektroprovodnih čvrstih materijala.

1.2 Toplotna provodnost čvrstih materijala

Toplotna provodnost se u matematičkom smislu definiše fundamentalnom jednačinom prenosa toplote kondukcijom tj. Furijeovim zakonom

$$\Phi = -\lambda \cdot \nabla T \quad (1)$$

koji tvrdi da je u svakoj tački prostora $P(x, y, z)$ izotropnog medijuma, gustina toplotnog fluksa ϕ proporcionalna sa gradijentom temperature, ∇T . Konstanta proporcionalnosti ovih veličina je toplotna provodnost medijuma λ [W/(m·K)] u razmatranoj tački P koja zavisi od temperature medijuma u toj tački, T .

Iako Furijeov zakon daje osnovu za analizu toplotne provodnosti, on ne definiše fizički smisao ove veličine. Ona u čvrstim homogenim materijalima zavisi od mehanizma provođenja toplote, tj. od dominacije različitih nosilaca toplotne energije. Koji tip nosilaca će preovladati zavisi prvenstveno od vrste materijala i temperaturnog nivoa na kome se provođenje vrši. Osnovni nosioci toplotne energije su slobodni elektroni, vibracije kristalne rešetke (fononi) i elektromagnetno zračenje, dok se kod nekih tipova materijala kao nosioci javljaju i uzajamni efekti između magnetnih momenata u materijalu, ambipolarna difuzija elektrona i šupljina, kao i asocirani parovi elektrona i šupljina. Ukupnoj toplotnoj provodnosti doprinose svi tipovi nosilaca i to se može izraziti relacijom

$$\lambda = \frac{1}{3} \sum_i C_i v_i l_i \quad (2)$$

gde se oznaka i odnosi na vrstu nosilaca, C_i je specifična toplota pri konstantnoj zapremini, v_i brzina nosilaca i l_i dužina slobodnog puta svakog nosioca koji doprinose transportu toplotne energije u datom materijalu.

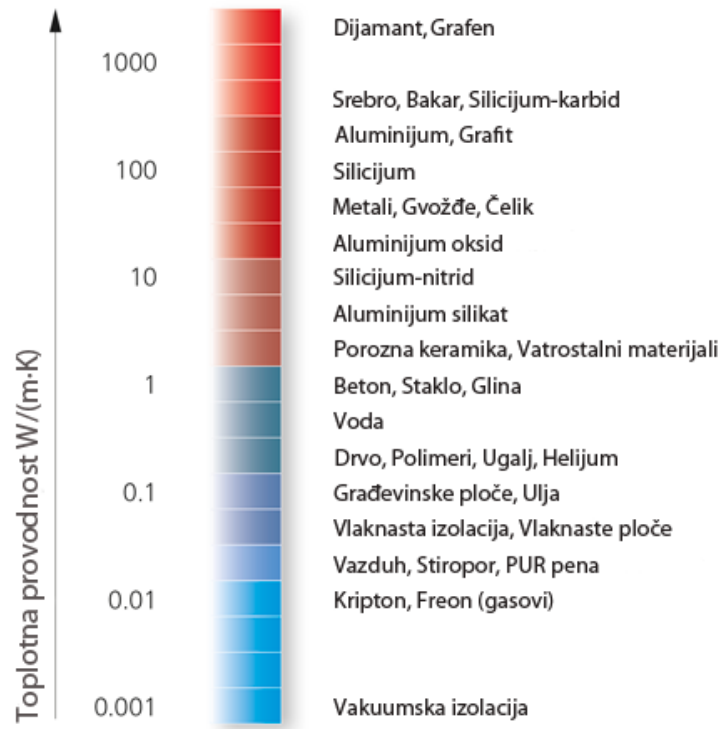
Kod metala i legura osnovni nosioci toplotne energije su slobodni elektroni, dok se kod dielektrika sa kristalnom strukturom toplota prenosi fononima. Elektromagnetno zračenje dominira kod materijala koji su delimično ili potpuno propusni na infracrveno zračenje, kao i kod većine materijala na visokim ili vrlo visokim temperaturama. Uzajamni efekti između magnetnih momenata u materijalu mogu imati izvesnog doprinosa kod magnetnih izolatora na niskim temperaturama. Ambipolarna difuzija elektrona i šupljina, kao i asocirani parovi elektrona i šupljina vezani su za transport energije u poluprovodničkim materijalima. Međutim, ova tri mehanizma su samo od teorijskog interesa i ne doprinose značajnije transportu toplote u čvrstim telima. U literaturi [4], [5] su detaljno opisani pojedinačni uticaji osnovnih nosilaca toplotne energije, gde je data i opširnija teorija toplotne provodnosti čvrstih tela.

Zbog zavisnosti od atomske i molekularne strukture materijala, vrednosti toplotne provodnosti se mogu razlikovati od materijala do materijala i po nekoliko redova veličine, odnosno za faktor 10^6 između izolatora (vakuumske izolacije) i najboljih toplotnih provodnika (dijamant, grafen) (*Sl. 1.1*), što se odnosi na vrednosti toplotne provodnosti na sobnoj temperaturi. Na veoma niskim temperaturama, u nekim metalima (Sn, Cu, i Ag) i dielektricima (Al_2O_3) pronađena je toplotna provodnost reda veličine $10000 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ [6]. Uzimajući i te vrednosti u obzir, međutim, raspon vrednosti toplotne provodnosti je i dalje mnogo manji nego u slučaju električne provodnosti, gde se najbolji izolatori od najboljih provodnika razlikuju za faktor 10^{26} . Kod čistih metala, slobodni elektroni najviše doprinose i toplotnoj i električnoj provodnosti (σ) koje su međusobno povezane Wiedemann–Franz zakonom

$$L = \frac{\lambda}{\sigma T} \quad (3)$$

gde je L Lorencov broj čija je teorijska vrednost $2.44 \times 10^{-8} \text{ W}\Omega/\text{K}^2$.

Predmet ove disertacije je određivanje toplotne provodnosti slabo provodnih čvrstih homogenih materijala, preciznije materijala čija se toplotna provodnost kreće od $0.1 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ do $5 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$. Ovim opsegom su obuhvaćeni i neki toplotni izolatori, prema podeli [7] po kojoj se materijali sa $\lambda < 0.26 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ ubrajaju u njih. Dakle, reč je o nemetalima u kojima se toplota prenosi fononima, a neki od njih su keramike, polimeri, gume, materijali biološkog porekla itd. Toplotna provodnost kristalizovanih keramika na sobnoj temperaturi kreće se od $2 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ do $50 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$. Stakla i druge amorfne keramike imaju nižu toplotnu provodnost od kristalnih keramika, pošto je rasejanje fonona mnogo efikasnije kada je struktura atoma neuređena i nepravilna. Toplotna provodnost polimera zavisi od stepena kristalizacije i reda veličine je $0.3 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$, dok se kod različitih vrsta guma kreće oko $0.2 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ [8]. Na *Sl. 1.1* su navedene još neke vrste materijala iz datog opsega.



Sl. 1.1- Opseg toplotne provodnosti različitih materijala

Veoma često su slabo provodni materijali, posebno izolatori, porozni materijali odnosno heterogeni materijali sastavljeni iz dve faze: čvrste koja predstavlja matricu poroznog medijuma i gasovite faze koja ispunjava praznine čvrste matrice. U takvom materijalu mehanizam provođenja toplote je kompleksniji zbog kondukcije u čvrstoj i konvekcije u gasovitoj fazi, kao i radijacije. Ako je ukupan prenos toplote uglavnom konduktivni (bez pomeranja međuprostornog gasa i sa malom komponentom zračenja), pojam toplotne provodnosti je i dalje validan, kao u slučaju homogenih materijala, ali se odnosi na ekvivalentnu (efektivnu ili vidljivu) toplotnu provodnost. U slučajevima gde je prenos toplote kombinacija kondukcije, konvekcije i radijacije, linearnost između gustine fluksa i temperaturnog gradijenta je narušena, pa se toplotna provodnost materijala razmatra drugačijim, znatno kompleksnijim matematičkim modelima.

1.3 Eksperimentalno određivanje toplotne provodnosti

Za eksperimentalno određivanje toplotne provodnosti čvrstih materijala se koristi veliki broj metoda [1], [9] koje podrazumevaju upotrebu različitih matematičkih i fizičkih principa, čija primena zavisi od temperaturnog opsega i vrste materijala, odnosno od opsega toplotne

provodnosti materijala. Prilikom izbora metode razmatra se priroda materijala, geometrija dostupnog uzorka, zahtevana tačnost, kao i brzina dobijanja rezultata.

Postojeće eksperimentalne tehnike za merenje toplotne provodnosti podeljene su u dve kategorije, na stacionarne i nestacionarne ili tranzijentne. Kod stacionarnih metoda, uzorak ispitivanog materijala je izložen vremenski invarijantnom temperaturnom polju i toplotna provodnost se dobija iz direktnog merenja toplotnog fluksa i temperaturnog gradijenta nakon postizanja stacionarnog stanja, tj. direktnom primenom Furijeovog zakona. Kod nestacionarnih metoda, raspodela temperatura na uzorku se menja sa vremenom, pa je potrebno merenje brzine temperaturne promene, čime se određuje toplotna difuzivnost materijala. Toplotna provodnost se zatim računa iz toplotne difuzivnosti, gde se podrazumeva poznavanje gustine i specifične toplote ispitivanog materijala.

Najveći izazov kod većine metoda je dobijanje kontrolisanog jednodimenzionog toplotnog fluksa tako da se ostvareni granični uslovi u eksperimentu poklapaju sa teorijskim pretpostavkama. Teorijski, najjednostavniji metod dobijanja kontrolisanog toplotnog fluksa je korišćenjem uzorka oblika šuplje lopte i grejača postavljenog u njenom centru. Tada bi toplota oslobođena sa grejača prolazila kroz uzorak radijalno, bez gubitaka. Međutim, u praksi nije nimalo jednostavno napraviti sferni grejač koji bi proizvodio uniformni toplotni fluks u svim radijalnim pravcima. Takođe, i izrada sferičnih uzoraka bila bi prilično složena, kao i proces merenja ulazne toplote i temperaturnog gradijenta prilikom izvođenja eksperimenta.

Najčešće korišćen metod kontrolisanja jednodimenzionog toplotnog fluksa je svođenje temperaturnog gradijenta na nulu pomoću zaštitnih grejača (najčešće u kombinaciji sa toplotnom izolacijom) u svim pravcima osim u željenom. Mnoge metode za određivanje toplotne provodnosti koriste uzorke cilindričnog oblika, različitih odnosa prečnika i visine, počev od oblika dugačke tanke šipke pa do tankog diska, gde je toplotni fluks kontrolisan ili u radijalnom ili u longitudinalnom pravcu [5].

Prvo eksperimentalno proučavanje toplotne provodnosti čvrstih materijala izvedeno je u osamnaestom veku, odnosno 1753. god. kada je Benjamin Franklin pokazao da različiti materijali imaju različite sposobnosti da prime toplotu i „prenesu je dalje“ [10]. On je određivao da li su materijali, poput metala i vune dobri ili loši toplotni provodnici prema stepenu hladnoće koji je osećao njihovim dodirrom. Od prve stacionarne apsolutne metode koju je 1851. god.

opisao Forbes [11] i prve nestacionarne apsolutne metode koju je predložio Ångström 1861. god. [12], pa do danas, razvijeno je puno različitih eksperimentalnih tehnika i njihovih varijanti [1], [13], [14]. U drugoj glavi ovog rada, ukratko su analizirane neke od metoda za slučaj uzoraka čvrstih materijala.

1.4 Struktura doktorskog rada

Nakon uvodnog dela gde je istaknut značaj poznavanja i potreba za određivanjem toplotne provodnosti materijala, u drugoj glavi je izvršena klasifikacija eksperimentalnih metoda na osnovu raspoložive literature i podataka, a polazeći od podele na stacionarne i nestacionarne. Data je radna jednačina svake metode, pregled najbitnijih karakteristika sa naglašenim prednostima i nedostacima, kao i primeri njihove primene sa procenjenom mernom nesigurnošću.

Treća glava se fokusira na metodu (jednostrane) zaštićene tople ploče, prikazujući teorijske osnove metode kao i osnovne principe njenog funkcionisanja. Kroz pregled dostupne literature su prikazani različiti pristupi rešavanju problema pri odstupanju od idealnih radnih uslova, kao što su temperaturni debalans između glavnog i zaštitnog grejača i ivični gubici toplote kroz uzorak.

Za potrebe ove disertacije je razvijena aparatura kvadratnog oblika po metodi jednostrane zaštićene tople ploče, čije je projektovanje detaljno opisano u četvrtoj glavi. Prvo je dat idejni model aparature, zatim su određeni ključni parametri projektovanja, pa je formiran 2D FEM model predloženog dizajna aparature u cilju provere njene funkcionalnosti. Optimalni dizajn ključnih delova aparature je pronađen na osnovu rezultata 3D FEM simulacija.

Jedan od doprinosa ove disertacije je i formiranje 3D modela kompletne aparature, čiji je opis dat u nastavku četvrte glave. Njegovim razvojem su otklonjeni glavni nedostaci 2D modela aparature čime je omogućeno ispitivanje različitih uticaja na rezultate merenja, od kojih su neki navedeni u radu.

Detaljan opis realizacije razvijene aparature je dat u petoj glavi. Pored objašnjenja postupka izrade ključnih delova aparature, prikazana je i provera njihove funkcionalnosti kroz probna merenja. U nastavku je predstavljena kompletna eksperimentalna postavka, gde je pored prikaza centralnog dela sistema, dat opis i perifernih uređaja kao i sistema za akviziciju

podataka. Dat je i kratak opis razvijenog programa za akviziciju, kontrolu i prikaz mernih signala napisan u programskom paketu LabView.

Šesta glava, validacija razvijene aparature, objedinjuje mernu proceduru, procenu merne nesigurnosti i prikaz i analizu dobijenih rezultata merenja. Kroz mernu proceduru je prikazan detaljan postupak merenja i obrade podataka, kao i opis korekcija koje se primenjuju zbog specifičnosti metode i razvijene aparature. Kako se glavni izvori nesigurnosti mogu grupisati u tri metrološke kategorije, merenje dužine, merenje napona i merenje temperature, u proceni merne nesigurnosti je analiziran uticaj i udeo ovih veličina na ukupnu mernu nesigurnost.

Pored prikazanih rezultata validacije koji procenjuju njenu uspešnost, dati su i rezultati pri određivanju reproduktivnosti merenja, koji su značajni za procenu ukupne merne nesigurnosti. U tom smislu je vršeno ispitivanje prethodno nepoznatog uticaja toplotnih kontaktnih otpora kod realizovane aparature, tako da su eksperimenti ponavljani sa različitim uslovima: najpre su merenja izvedena bez dodatnog kontaktnog medijuma, zatim su ponovljena uz primenjen pritisak mehaničke sile na centrali deo aparature i uz nanet tanak sloj različitih količina glicerina.

U sedmoj glavi je izvršena validacija 3D modela aparature poređenjem numeričkih i eksperimentalnih rezultata. Zatim je predložen algoritam sprege 3D modela i merenja koji za cilj ima optimizaciju procesa određivanja toplotne provodnosti materijala i zasniva se na kombinaciji merenja i numeričkog modelovanja.

U zaključnoj glavi sažeto su prikazani svi relevantni rezultati istraživanja u okviru disertacije, kao i njeni doprinosi. Na osnovu navedenih zaključaka date su smernice za dalja istraživanja u ovoj oblasti.

Uz glavni tekst ovog rada je priložen jedan dodatak koji sadrži opis razvijenog programa za podršku sistema za akviziciju primenjene aparature.

2. Metode merenja toplotne provodnosti

Bilo da se svrstavaju u stacionarne ili tranzijentne, metode za određivanje toplotne provodnosti materijala mogu biti apsolutne ili komparativne i svaka od njih poseduje različite prednosti i mane [5]. Kod stacionarnih metoda merenja su prilično dugotrajna (od nekoliko sati do nekoliko dana) i vrše se na srednjoj temperaturi hladne i tople strane uzorka. Merne aparature su uglavnom složene sa zahtevnom kontrolom željenog toplotnog fluksa kao i čestim poteškoćama u merenju usled kontaktnog toplotnog otpora [15]. Sa druge strane, tranzijentne metode se karakterišu kratkim vremenskim intervalima merenja (reda sekunde ili minuta); jednostavnijoj postavci merenja od stacionarnih metoda, kao i manjim temperaturnim gradijentom i manjim uzorcima [16].

Neke od stacionarnih metoda koje se mogu primeniti za određivanje toplotne provodnosti čvrstih materijala su:

- Metoda radijalnog toplotnog toka
- Metoda sa aksijalnim tokom toplote
- Komparativna metoda sa aksijalnim tokom toplote (*cut-bar* metoda)
- Metoda sa direktnim električnim grejanjem
- Metoda zaštićene tople ploče
- Metoda sa fluksmetrom (*heat-flow meters* metoda)

dok su neke od nestacionarnih ili tranzijentnih metoda:

- Metoda sa linijskim izvorom toplote (metoda tople žice)
- Tranzijentna metoda ravnog izvora
- 3ω metoda
- Laserska impulsna metoda
- Impulsna tranzijentna metoda

Često se nameće pitanje koju od metoda koristiti prilikom određivanja toplotne provodnosti željenih materijala. Osim što se odgovor može pronaći u zavisnosti od vrste materijala koji se ispituje, geometrije dostupnog uzorka i zahtevane tačnosti, postoje i mnogi projekti koji se bave međulaboratorijskim poređenjima različitih metoda [17]-[20]. Ishod nekih od ovih poređenja je bio i uspostavljanje pojedinih materijala kao referentnih, čiji je doprinos u prenošenju sledivosti na druge metode ili na različite aparature iste metode.

2.1 Stacionarne metode

Stacionarne metode se baziraju na merenju toplotnog fluksa neophodnog za održavanje vremenski konstantne temperaturne razlike između dve površine uzorka ispitivanog čvrstog materijala. Toplotna provodnost se računa kao funkcija toplotnog fluksa, temperaturnog gradijenta i karakteristika i geometrije uzorka. Generalno, sam račun je jednostavniji nego u slučaju tranzijentnih metoda. Kod karakterizacije čvrstih materijala, poteškoće koje se javljaju primenom stacionarnih metoda proističu iz potrebe za ekstremno dugim merenjima i uzorcima velikih dimenzija.

2.1.1 Metoda radijalnog toplotnog toka

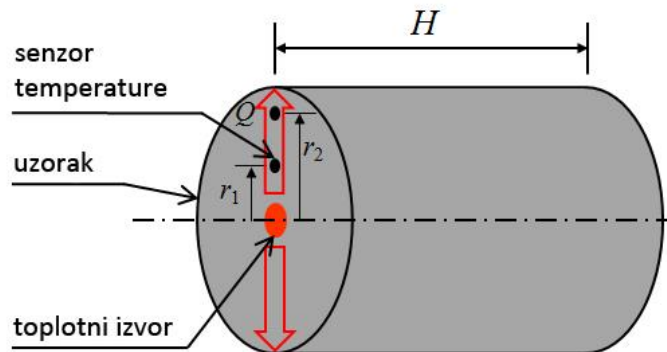
Metoda radijalnog toka se koristi u širokom opsegu temperatura, obično na uzorcima od male do srednje toplotne provodnosti koji se nalaze u čvrstom stanju, kompaktne ili zrnaste strukture [21]. Kod ove metode uzorak je dugačak šupalj cilindar u čijoj se osi nalazi grejač oblika tanke žice (ili šipke) dužine H (Sl. 2.1). Princip metode se bazira na rešenju Furijeove jednačine za provođenje toplote kroz beskonačan šuplji cilindar u radijalnom smeru, odakle je toplotna provodnost data izrazom:

$$\lambda = \frac{Q}{2\pi H \Delta T} \ln \frac{r_1}{r_2} \quad (4)$$

gde je Q / H specifični toplotni fluks po jedinici dužine cilindra, a ΔT razlika temperature u dve tačke određene radijusima r_1 i r_2 duž temperaturnog gradijenta.

Metoda se zasniva na ispunjenju graničnih uslova da je celokupan toplotni fluks u mernoj zoni usmeren u radijalnom pravcu i da ga je moguće izmeriti sa dovoljnom tačnošću, kao i razliku temperature u dvema tačkama duž smera prostiranja toplote. Primena metode je u veoma

širokom temperaturnom opsegu od -200 °C do 2000 °C i za vrlo širok spektar materijala, od sinterovanih keramičkih materijala do metala i njihovih legura sa mernom nesigurnošću oko 2 % [22]. Metoda je najčešće korišćena između 100 °C i 1300 °C, sa najvećom primenom za karakterizaciju nuklearnog goriva UO₂ [23], [24]. Još jedan primer primene ove metode predstavlja merenje toplotne provodnosti Armco gvožđa koje su izvršili Donaldson i Taylor [25]. Vrednosti koje su dobili ovim merenjem bile su u opsegu od 5 % nesigurnosti.



Sl. 2.1-Princip metode radijalnog toplotnog toka

2.1.2 Metoda sa aksijalnim tokom toplote

Ova metoda spada među najranije uvedene metode za merenje toplotne provodnosti metala i do šezdesetih godina prošlog veka je bila i najviše rasprostranjena [1], dok su je kasnije potisnule nestacionarne, znatno brže metode. Eksperimentalna aparatura metode sa aksijalnim tokom toplote se u osnovi sastoji od uzorka veoma dugačke prizme ili cilindra (odnosa dužine i prečnika reda 10) na čijoj je jednoj osnovi izvor toplote, a na suprotnoj toplotni ponor. Diferencijalna jednačina se u stacionarnom stanju za tanak cilindar i zanemarujući efekat radijalnog temperaturnog gradijenta može napisati kao [26]

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} - \frac{p\varepsilon\sigma}{\lambda\omega} (T^4 - T_0^4) + \frac{I^2\rho}{\lambda\omega^2} = 0 \quad (5)$$

gde je T temperatura na rastojanju x od unutrašnje tačke koja se razmatra, T_0 je temperatura zida komore i prema tome temperatura kraja cilindra, p je obim poprečnog preseka cilindra, ρ njegova specifična otpornost, ε totalna emisivnost površine, ω površina poprečnog preseka cilindra, σ

Štefanova konstanta zračenja, I je električna struja zagrevanja i λ toplotna provodnost uzorka. Iz izraza (5) se može doći do relacije za dobijanje toplotne provodnosti [27]

$$\lambda = \frac{p\varepsilon\sigma}{2\omega} (L - x)^2 \frac{(T_\infty^4 - T_0^4)}{T_L - T} \quad (6)$$

gde je T_∞ temperatura beskonačno dugačkog štapa, T_L temperatura na sredini štapa čija je dužina $2L$.

Glavni cilj koji treba ostvariti prilikom merenja toplotne provodnosti ovom metodom je da se što više smanje radijalni gubici toplote na njenom aksijalnom putu kroz uzorak. Navedeni gubici toplote su minimalni pri niskim temperaturama. Kako se temperatura uzorka podiže iznad sobne temperature, međutim, kontrola toplotnih gubitaka postaje sve teža. Zbog toga se velika pažnja usmerava na važne eksperimentalne parametre kao što su odnos efektivne provodnosti uzorka prema bočnoj izolacionoj provodnosti (što veći taj odnos, to bolji).

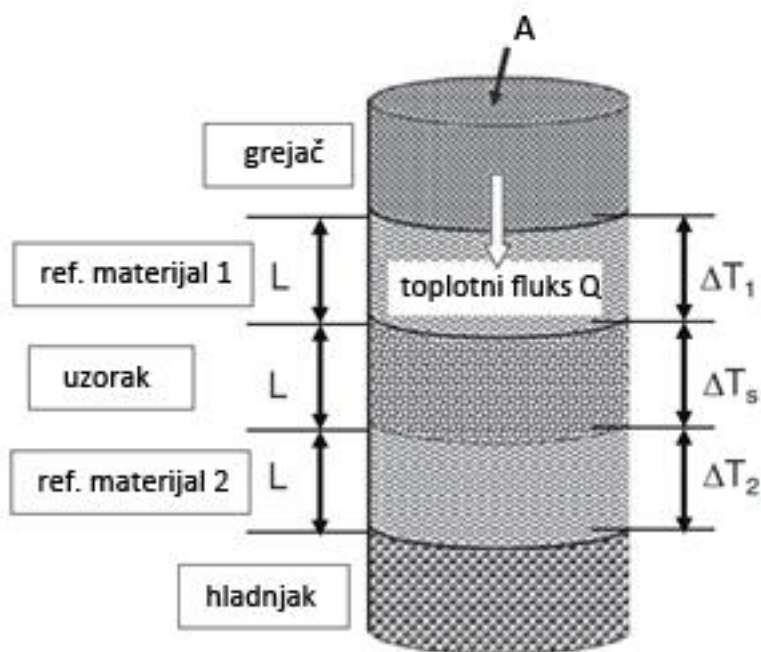
Ovom metodom pokriva se opseg toplotnih provodnosti 5 W/(m·K) do 500 W/(m·K) (slabi i dobri električni/toplotni provodnici) na radnim temperaturama od 4 K do 1000 K. U opsegu 77 K do 100 K ova metoda je bila bez premca po pitanju merne nesigurnosti (0,5 % do 5% [1], dok se u novijoj literaturi [22] navodi da je za metale nesigurnost do 2%). Dobar primer primene metode predstavlja merenje čvrstog i rastopljenog olova koje je izveo Hemminger i koji tvrdi da je postigao procenjenu nesigurnost od 2.5 % za čvrsto i 3 % za tečno stanje [28]. U referencama [29]-[31] navedeni su neki od značajnih radova koji se odnose na metodu aksijalnog toka.

2.1.3 Komparativna metoda sa aksijalnim tokom toplote

Od svog nastanka 50-tih godina prošlog veka pa do danas, ova metoda (eng. *cut-bar method*) je u velikoj meri zamenjena bržim tranzijentnim metodama, koje se, međutim, ne mogu primeniti u specifičnim slučajevima geometrije ili strukture uzorka [32]. Komparativna metoda [33], [34] se zasniva na principu po kom se na putu nepoznatog toplotnog fluksa Q redno postavljaju dva uzorka, poznate i nepoznate toplotne provodnosti, λ_r i λ_s , uz uslov da kroz oba uzorka protiče isti toplotni fluks. ASTM standard [35] daje preporuke o projektovanju i rukovanju aparatura po ovoj metodi. U njihovoj realizaciji, najčešće se uzorak koji se ispituje postavlja između dva uzorka iste dužine L , poprečnog preseka A i poznate toplotne provodnosti λ_r (uzorci referentnog materijala), kao što je prikazano na Sl. 2.2. Temperaturni gradijent se uspostavlja montiranjem

grejača na vrh čitave strukture i hladnjaka na dno. Zaštitni grejači sa bočnih strana uzoraka se koriste u cilju smanjenja ivičnih gubitaka toplote. Takođe, dva sloja izolacije se postavljaju uz uzorke čime se dodatno obezbeđuje jednodimenzioni toplotni fluks kroz njih. Kada se uspostavi stacionarno stanje, toplotna provodnost λ_s se dobija na osnovu izmerenih temperaturnih gradijenta:

$$\frac{Q}{A} = \lambda_s \frac{\Delta T_s}{L} = \lambda_r \frac{\Delta T_1 + \Delta T_2}{2L} \rightarrow \lambda_s = \lambda_r \frac{\Delta T_1 + \Delta T_2}{2\Delta T_s} \quad (7)$$



Sl. 2.2- Šematski prikaz sistema zaštićenog aksijalnog toplotnog toka komparativne metode

Ova metoda se koristi za najširi spektar materijala – od veoma loših provodnika toplote do metala i legura (praktično za sve materijale u čvrstom stanju od 0.2 W/(m·K) do 200 W/(m·K)), u širokom opsegu temperatura i predstavlja osnov većine komercijalnih aparatura.

Najveća njena prednost je jednostavnost kao i činjenica da je izbegnuto tačno merenje relativno malih količina toplote (svodi se na merenje dužine i temperature). Osim toga, metodu je pogodno koristiti zbog raznovrsnosti geometrije (radijalna, aksijalna, ravna) i raznovrsnosti materijala uzoraka, kao i mogućnosti serijske kontrole kvaliteta. Sa druge strane, i ovde se javlja problem postizanja stacionarnog stanja i obezbeđivanja adijabatskih uslova, a pri tom i uzorak i

referentni materijali moraju biti bliskih toplotnih provodnosti ($\lambda_r \approx \lambda_s$). Takođe, ova metoda ima veću mernu nesigurnost od ostalih stacionarnih metoda jer nesigurnost merenja nikada ne može biti manja od nesigurnosti referentnog materijala. Uvođenjem korekcija baziranih na 3D numeričkim simulacijama, grupa autora [32] je uspela da smanji ukupnu mernu nesigurnost metode i da prevaziđe problem neslaganja vrednosti λ_r i λ_s . Urađena je i eksperimentalna validacija predloženih korekcija, koje su primenjene u četiri različita slučaja: kada je λ_s mnogo manja, ne puno manja, jednaka i mnogo veća od λ_r . Svi dobijeni rezultati ne odstupaju više od 3% od referentnih vrednosti.

2.1.4 Metoda sa direktnim električnim grejanjem

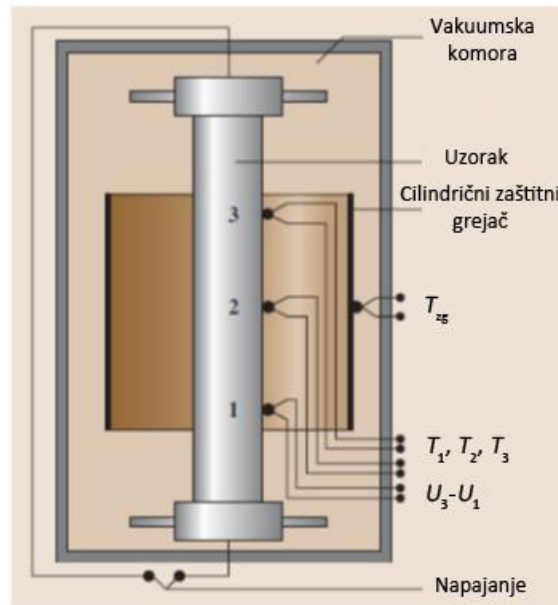
Dva glavna nedostatka stacionarnih metoda, dužina trajanja merenja i složenost određivanja toplotnih gubitaka, posebno na visokim temperaturama mogu biti prevaziđena metodom sa direktnim električnim grejanjem. Do sada je razvijen relativno veliki broj različitih varijanti ove metode za merenje toplotne provodnosti elektroprovodnih materijala, odnosno metala i legura [36].

U osnovi, uzorak oblika žice ili cilindra se postavlja u vakuumsku komoru i kroz njega se propušta jednosmerna struja, koja dovodi do omskog zagrevanja uzorka (Sl. 2.3). Merenjima temperature i pada napona na pozicijama označenim na Sl. 2.3, dobijaju se toplotna provodnost λ i specifična električna otpornost ρ [37]:

$$\lambda\rho = \frac{(U_3 - U_1)^2}{4[2T_2 - (T_1 + T_3)]} \quad , \quad \rho = \frac{\Delta U_h A}{i_h L} \quad (8)$$

gde su L i A dužina i poprečni presek uzorka, a i_h i ΔU_h struja i pad napona za vreme grejanja uzorka. Osim toplotne provodnosti i specifične električne otpornosti iz raspodele temperature duž i/ili po poprečnom preseku uzorka mogu se odrediti i toplotna difuzivnost, specifična toplota, a kod nekih varijanti metode i hemisferna totalna emisivnost [38]. Varijante se razlikuju najpre po usvojenom fizičkom modelu, odnosno stepenu aproksimacije transportne jednačine u uzorku, zatim tačkama na kojima se meri temperatura, broju uzoraka (jedan ili dva), obradi rezultata (analitički, numerički, iterativno) i dr.

Toplotna provodnost merenih uzoraka se kreće u opsegu 10 W/(m·K) do 200 W/(m·K), a radni opseg je od sobnih temperatura do čak 3000 K. Merna nesigurnost je od 2 % do 10 % [1].



Sl. 2.3- Šematski prikaz sistema sa direktnim električnim grejanjem

2.1.5 Metoda zaštićene tople ploče

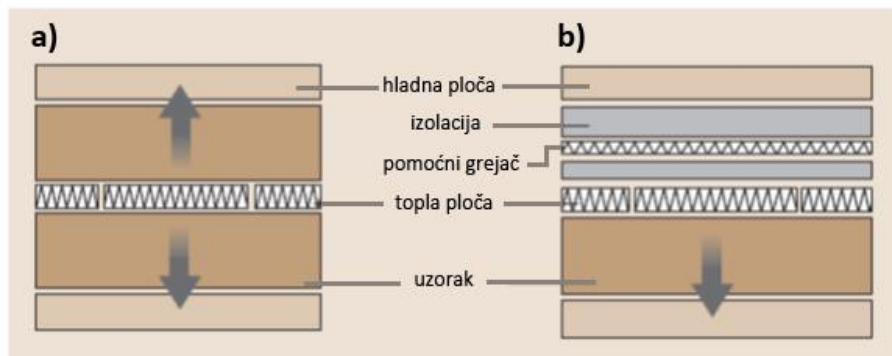
Metoda zaštićene tople ploče je standardizovana apsolutna metoda za određivanje toplotne provodnosti čvrstih materijala u opsegu od 0.01 W/(m·K) do 15 W/(m·K) [39]-[41]. Ovom metodom se može vršiti karakterizacija izolatoriskih materijala kao što su staklene vune, stiropori, poliuretani i različiti penasti materijali, kao i slaboprovodnih materijala, npr. keramika, stakla, plastika, guma i sl.

Osnovni princip metode zaštićene tople ploče se zasniva na stacionarnom jednodimenzionalnom prenosu toplote kondukcijom kroz uzorak ispitivanog materijala, koji je postavljen između dve ploče različitih temperatura. Ovaj proces se može opisati pomoću Furijeovog zakona, na osnovu koga je:

$$\lambda = \frac{d Q}{A \Delta T} \quad (9)$$

gde je λ toplotna provodnost uzorka, Q toplotni fluks kroz uzorak, A površina kroz koju fluks prolazi, d debljina uzorka i ΔT razlika temperatura na uzorku. Toplotna provodnost ispitivanog materijala se, dakle, određuje direktnim merenjem veličina iz jednačine (9), dok se temperatura na kojoj se ona određuje nalazi kao srednja vrednost temperatura na pločama.

U literaturi se mogu pronaći dva tipa ove metode: dvostrana i jednostrana (Sl. 2.4). Dvostrana metoda podrazumeva upotrebu dva identična uzorka materijala koji se ispituje, dok je u jednostranoj varijanti potreban samo jedan. U slučaju dvostrane metode, imenilac se u jednačini (9) množi sa 2, dok vrednosti A i d predstavljaju srednje vrednosti površina i debljina oba uzorka.



Sl. 2.4- Princip metode zaštićene tople ploče: a) dvostrane b) jednostrane

Aparature po ovoj metodi se sastoje od jedne ili dve hladne ploče, tople ploče, uzorka i zaštitne izolacije. Topla ploča se uobičajeno sastoji od dva grejača, glavnog i zaštitnog, i to tako da zaštitni grejač sa svih strana okružuje glavni sa uskim vazдушnim procepom između njih. Odgovarajućim podešavanjem grejača se postiže da gotovo sva toplota generisana u glavnom grejaču prolazi kroz uzorak ispitivanog materijala, odnosno uloga zaštitnog grejača je da minimizuje radijalne gubitke toplote.

Odstupanja od idealnih željenih uslova rada aparature mogu nastati usled nehomogenosti uzorka ili temperaturne razlike između glavnog i zaštitnog grejača ili temperaturne razlike između spoljnih ivica sistema i okoline.

Mnogi istraživači su primenjivali ovu metodu [42]. Filla [15] je merio toplotnu provodnost keramika na visokim temperaturama i ostvario mernu nesigurnost od $\pm 5\%$, dok je Salmon sa saradnicima postigao rezultate sa nesigurnošću boljom od $\pm 3\%$ kod karakterizacije toplotnih izolatora u opsegu temperatura od 253 K do 353 K [43]. Zarr je prilikom procene merne nesigurnosti u određivanju toplotne provodnosti staklene vune male gustine dobio rezultate zavisne od debljine uzorka koji su se kretali od $\pm 0.9\%$ za debljinu uzorka od 25.4 mm do $\pm 2.8\%$ za uzorak debljine 228.6 mm [44].

Detaljan opis ove metode u jednostranoj varijanti dat je u glavi 3.

2.1.6 Metoda sa fluksmetrom

Upotreba ove metode (eng. *heat-flow meters method*) je široko rasprostranjena zbog relativno prostog koncepta, brzine rada kao i širokog opsega materijala koji se sa njom mogu testirati. Metoda je standardizovana sa dva američka ASTM E 1530 [45] i ASTM C518 [46] i jednim evropskim standardom EN 12667 [47].

Aparature projektovane po ovoj metodi su po strukturi slične aparaturama po metodi jednostrane zaštićene tople ploče. Uzorak se i ovde postavlja između dve ploče različitih temperatura, od kojih se jedna greje a druga hladi (*Sl. 2.5*). Za razliku od metode zaštićene tople ploče gde se toplotni fluks kroz uzorak određuje pomoću snage glavnog grejača kod metode sa fluksmetrom se isti meri etaloniranim senzorom fluksa, odnosno fluksmetrom.

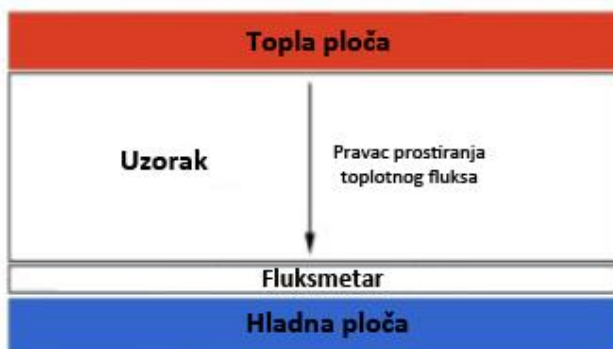
U poređenju sa metodom tople ploče koja je apsolutna, ova metoda je komparativna i može se smatrati relativnom. Dakle, merna nesigurnost dobijena ovom metodom ne može biti bolja od nesigurnosti postignute metodom zaštićene tople ploče [48].

Pomoću nje se mogu karakterisati izolatorski materijali, kao i polimeri ($\lambda < 0.3 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$), a pod određenim uslovima i stakla i keramike sa toplotnom provodnošću manjom od $5 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$. Za izolatorske materijale na sobnoj temperaturi, merna nesigurnost je oko 3 %, dok je na visokim temperaturama između 10 % i 20 % [22].

Konvencionalna metoda sa fluksmetrom pretpostavlja da se prenos toplote vrši jednodimenzionom kondukcijom, tj. da konvekcija i radijacija nisu prisutne. Ova pretpostavka je opravdana ako je uzorak ispitivanog materijala tanak sa velikim poprečnim presekom. Prenos toplote konvekcijom i radijacijom sa površine uzorka se može zanemariti u odnosu na prenos toplote kondukcijom, što je opravdano u slučaju materijala sa malim vrednostima toplotne provodnosti. U slučaju materijala velike toplotne provodnosti, neophodan je deblji uzorak zbog merenja razlike temperatura, pa samim tim ova pretpostavka o zanemarivanju konvekcije i radijacije više nije validna, pa se tačnost merenja dovodi u pitanje. Gubici toplote konvekcijom se mogu minimizirati ukoliko se merenje vrši u uslovima vakuuma.

Salmon i Tye su izvršili poređenje 17 aparatura po ovoj metodi, gde su mereni toplotni izolatori na 283 K i 296 K [49]. Pokazano je da od ukupno 154 rezultata, 69 % je bilo u $\pm 3 \%$ i

50 % u ± 2 % vrednosti dobijenih referentnom aparaturom po metodi zaštićene tople ploče instaliranom u NPL-u (National Physical Laboratory, Velika Britanija).



Sl. 2.5- Šematski prikaz principa metode

2.2 Nestacionarne metode

Tranzijentne merne metode baziraju svoj rad na vezi koja postoji između temperature istorije uzorka izloženog dejstvu nekog vremenski promenljivog izvora toplote i njegove toplotne difuzivnosti α , koja je sa toplotnom provodnosti povezana relacijom $\alpha = \lambda/(\rho c_p)$ (gde ρ predstavlja gustinu materijala, a c_p njegovu specifičnu toplotu pri konstantnom pritisku).

Najstarije varijante ove metode javile su se još polovinom devetnaestog veka, gotovo istovremeno sa pojavom prve periodične metode 1861. godine [12]. Razvoj tranzijentnih metoda, međutim, je povezan sa razvojem elektronske merne opreme kojom je bilo moguće saopštiti energiju u željenom obliku, a potom sa dovoljnom brzinom i tačnošću vršiti zapisivanje temperaturnog odziva u najpogodnijoj tački.

2.2.1 Metoda sa linijskim izvorom toplote (metoda tople žice)

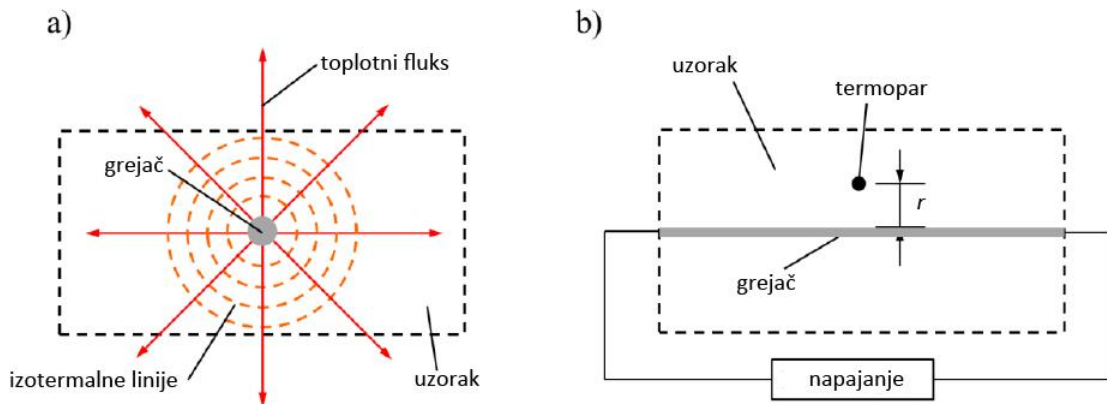
Metoda sa linijskim izvorom toplote (eng. *hot wire method*) je standardizovana [50] apsolutna, tranzijentna metoda za određivanje toplotne provodnosti. Metoda usvaja idealni jednodimenzioni radijalni toplotni tok unutar izotropnog i homogenog uzorka ispitivanog materijala zbog pretpostavke da je linijski izvor beskonačne dužine i infinitezimalnog prečnika (Sl. 2.6). Princip metode se bazira na merenju porasta temperature u određenom vremenskom intervalu na definisanom rastojanju od linijskog grejača (standard [50] preporučuje žicu čiste platine) koji je ugrađen u testirani materijal. Ako se pretpostavi da je toplota generisana od strane grejača konstantna i uniformna duž testiranog uzorka, toplotna provodnost se može izvesti

direktno iz rezultujuće promene temperature ($T_2 - T_1$) tokom poznatog vremenskog intervala [t_1 , t_2] i poznatog toplotnog fluksa grejača, koja je za pobudu oblika step funkcije data formulom

$$\lambda = \frac{q}{4\pi(T_2 - T_1)} \ln \frac{t_2}{t_1} \quad (10)$$

gde je q toplotni fluks po jedinici dužine.

Od kada su je Stalhane i Pyk prvi put upotreбили 1931. god. za karakterizaciju čvrstih i praškastih materijala [51] ova metoda se veoma brzo razvijala [52] tako da je danas verovatno najzastupljenija tehnika za merenje toplotne provodnosti tečnosti [53], [54], materijala u prahu i gasova, ali se može primeniti i za čvrste materijale [55]. U poslednjem slučaju, topla žica je ugrađena u udubljenje između dve jednake polovine uzorka.



Sl. 2.6- Princip metode sa linijskim izvorom toplote. a) Jednodimenzioni radijalni toplotni tok unutar uzorka. b) Uopštjeni prikaz metode

Metoda sa linijskim izvorom toplote se primenjuje kod slabih toplotnih provodnika ($\lambda < 15$ W/(m·K)) na temperaturama od sobnih do 1500 °C [50]. Hammerschmidt [56] je dobio mernu nesigurnost metode za izračunavanje toplotne provodnosti od 5.8 %. Daljim usavršavanjem i kombinovanjem eksperimenta sa metodama konačnih elemenata, grupa autora je ostvarila mernu nesigurnost manju od 1 % za karakterizaciju gasova, tečnosti i čvrstih materijala [52].

Jedna varijanta ove metode je *metoda toplotne sonde* [57] koja funkcioniše po potpuno istom principu s tim da se detekcija temperature bazira na sistemu nultog poluprečnika ($r = 0$). Linijski izvor toplote je zajedno sa temperaturnim senzorom (termoparom) smešten unutar sonde i na taj način električno izolovan od uzorka ispitivanog materijala. Ova metoda je pogodna kod *in situ* merenja materijala male provodnosti u praškastom ili drugim polučvrstim stanjima.

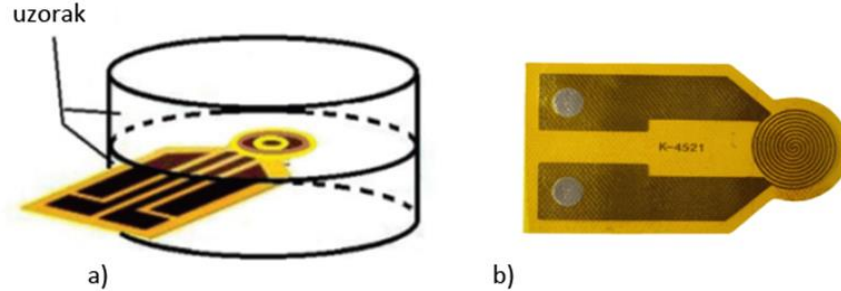
Kod primene metode sa linijskim izvorom toplote za određivanje toplotne provodnosti čvrstih materijala, uprkos pažljivoj pripremi i postavljanju tople žice između dva uzorka, javlja se problem kontaktnog otpora, zbog čega se u ovom slučaju češće koristi jedna od njenih modifikacija poput *metode tople trake* [58]. Glavna razlika ove dve metode je oblik izvora toplote, koji je kod poslednje metode tanka metalna traka. Prednost metode tople trake se ogleda upravo u obliku grejača pomoću koga se ostvaruje bolji termički kontakt sa uzorkom, dok je jedan od njenih najvećih nedostataka to što traka ima manju električnu otpornost od žice, pa su promene temperature prouzrokovane promenom napona mnogo manje [48]. Neki od primera korišćenja tranzijentne metode tople trake su za istovremeno određivanje toplotne provodnosti i toplotne difuzivnosti čvrstih materijala i tečnosti [59], toplotne provodnosti elektroprovodnih materijala [60], kao i toplotne provodnosti ortogonalno izotropnih materijala [61]. U proceni merne nesigurnosti ove metode pri određivanju toplotne provodnosti čvrstih materijala, Hammerschmidt and Sabuga [58] su došli do rezultata od 3 %.

2.2.2 Tranzijentna metoda ravnog izvora

Ovaj metod je jedan od najčešće korišćenih metoda za određivanje toplotne provodnosti tečnosti i čvrstih tela [62], [63]. Sreće se još pod nazivom metoda toplog diska ili Gustafsson-ova sonda prema naučniku koji ju je predložio 1991. godine kao novu tranzijentnu tehniku za merenje toplotne provodnosti i toplotne difuzivnosti različitih materijala. Merna aparatura i postupak merenja su preporučeni standardima ASTM D7984-16 [64] i ISO 22007-2 [65].

Princip metode je jako sličan principu metode sa linijskim izvorom toplote (*hot wire*, kao i *hot strip* metodi). U sve tri metode, otporni element se koristi i kao grejač i kao temperaturni senzor. Zbog veoma kratkog intervala zagrevanja elementa odnosno procesa merenja, može se pretpostaviti da je grejni element postavljen između beskonačnih medijuma. Takođe, grejni element/senzor bi trebao da bude tanak i da ima što veću električnu otpornost kako bi imao što veću osetljivost na promenu temperature i kao takav bio primenljiv i na malim uzorcima. Senzor se postavlja između dva uzorka istog materijala ili se potpuno uranja u jedan uzorak u slučaju prahova, pasta ili tečnosti (*Sl. 2.7a*). Zbog teorijskih ili eksperimentalnih olakšica, otporni element grejača može biti različitog oblika, što se obično postiže tehnikom depozicije ili pomoću tankih metalnih folija [37]. Najpoznatiji i najčešće korišćeni tip senzora je Gustafsson-ova sonda

koja podseća na topli disk i koja se sastoji od spiralne metalne folije obložene sa dva električno izolaciona filma od kaptona (Sl. 2.7b).



Sl. 2.7- a) Položaj grejača između dva uzorka b) Izgled komercijalne Gustafsson-ove sonde

Tokom eksperimenta, konstantna struja se propušta kroz grejač u kratkom vremenskom intervalu, pri čemu se prati i beleži promena njegove otpornosti u funkciji vremena na osnovu koje se može doći do promene temperature uzorka. Porast temperature zavisi od izlazne snage senzora, toplotne provodnosti i toplotne difuzivnosti materijala koji se ispituje, kao i parametra senzora. U cilju pojednostavljenja problema umesto navedenih faktora, srednja temperatura $\overline{\Delta T}(\tau)$ se može izraziti kao funkcija samo jedne promenljive τ , bezdimenzionalnog parametra koji se definiše kao [66]

$$\tau = \sqrt{\frac{t\alpha}{r^2}} \quad (11)$$

gde je r poluprečnik senzora, α toplotna difuzivnost uzorka ispitivanog materijala i t vreme. Temperaturni odziv senzora kao funkcija parametra τ je data sledećom jednačinom [66]:

$$T(\tau) = \frac{P_0}{\sqrt{\pi^3 r \lambda}} D(\tau) \quad (12)$$

gde je P_0 ukupna izlazna snaga i $D(\tau)$ karakteristična vremenski zavisna funkcija definisana kao [66]

$$D(\tau) = \frac{1}{[m(m+1)]^2} \int_0^\tau \frac{1}{s^2} ds \left[\sum_{n=1}^m n \sum_{k=1}^m k \left\{ -\frac{n^2 + k^2}{4m^2 s^2} \right\} I_0\left(\frac{nk}{2m^2 s^2}\right) \right] \quad (13)$$

gde je m broj koncentričnih krugova senzora. Ova jednačina zapravo uzima u obzir raspored provodnih putanja na samom senzoru oblika diska. Međutim, stvarni senzor se sastoji od koncentričnih krugova zbog čega se javlja razlika u eksperimentalnim i teorijskim rezultatima. Ova razlika se može otkloniti ako je broj koncentričnih krugova m veći od 10, zatim ako je vrednost bezdimenzionog parametra τ veća od 0.1 i ako se primeni mala korekcija u vremenskoj osi. Fitovanjem temperaturne krive opisane jednačinama (11) i (12) tako da se poklopi sa merenim porastom temperature $\overline{\Delta T}(\tau)$ dolazi se do inverzne vrednosti toplotne provodnosti.

Opseg toplotne provodnosti koji se može odrediti ovom metodom je veoma širok i to od 0.005 W/(m·K) do 500 W/(m·K), u temperaturnom opsegu od 30 K do 1200 K [37] i vremenskom intervalu dobijanja rezultata od 10 s do 10 min [67]. Metoda je primenljiva na tečnosti, aerogelove i čvrsta tela [68], [69]. Tipičan primer njene primene je merenje toplotne provodnosti čvrstih tela koje je sproveo Gustafsson [70] i gde je ostvario nesigurnost merenja od 3 %.

Materijali koji su do sada ispitivani ovom metodom su metali, legure, keramike, uključujući i veoma provodne kao što je aluminijum nitrid (AlN), zatim materijali sa visokim kritičnim temperaturama, minerali, polimeri, kompoziti, staklo, tkanine, papir, staklena vuna, pena, prah, biomaterijali, tečnosti, kao i materijali sa anizotropnim termičkim osobinama [37].

Iako se ova metoda često koristi za karakterizaciju različitih materijala, ona nije apsolutna tehnika i nema teorijsko analitičko rešenje modela prenosa toplote. Većina komercijalno dostupnih uređaja ove metode imaju softver koji rešava parcijalne diferencijalne jednačine prenosa toplote budući da egzaktan analitički model za spiralni disk (npr. Gustafsson-ova sonda) još uvek ne postoji.

2.2.3 3ω metoda

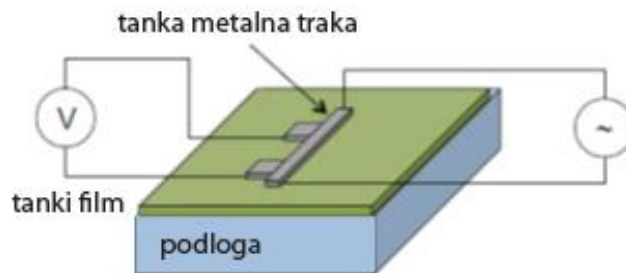
Ova metoda vodi poreklo od Corbino-a [71] koji je otkrio prisustvo trećeg harmonika napona na priključcima grejača prilikom propuštanja naizmenične struje kroz njega, a prvi put je predložena od strane Cahill sa saradnicima [72]. Princip 3ω metode se zasniva na primeni naizmenične struje ugaone frekvencije ω kroz tanki metalni grejač, koji se istovremeno koristi i kao grejač i kao temperaturni senzor, direktno nanet na električno izolovani uzorak ispitivanog materijala (*Sl. 2.8*). Usled Džulovog zagrevanja, struja uzrokuje toplotni talas frekvencije ω koji

difunduje ka podlozi. Zbog temperaturnih oscilacija, nastaju i oscilacije otpornosti ugaone frekvencije 2ω , koje zajedno sa strujom ugaone frekvencije ω generišu male oscilacije naponskog signala kroz metalni grejač, frekvencije 3ω [73].

Merenjem trećeg harmonika naponskog signala na dve različite frekvencije f_1 i f_2 , toplotna provodnost uzorka se bez poznavanja njegove gustine i specifične toplote može dobiti pomoću jednačine [74]

$$\lambda = \frac{V^3}{4\pi l R^2 (V_{3,1} - V_{3,2})} \frac{dR}{dT} \ln \frac{f_2}{f_1} \quad (14)$$

gde R označava srednju vrednost otpornosti metalne trake, V napon na traci frekvencije ω , $V_{3,1}$ napon trećeg harmonika za frekvenciju f_1 , $V_{3,2}$ napon na trećem harmoniku za frekvenciju f_2 i dR/dT nagib kalibracione krive otpornosti u zavisnosti od temperature.



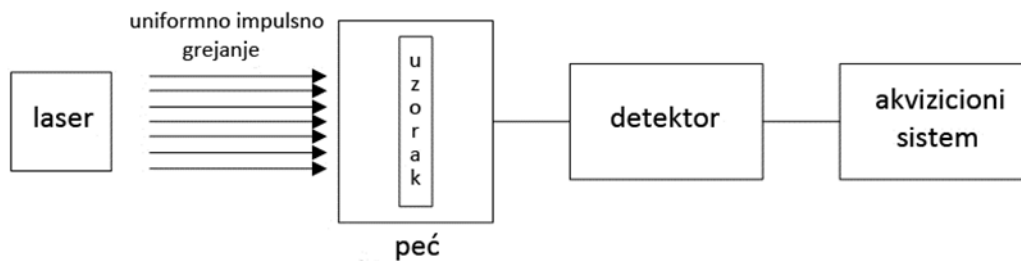
Sl. 2.8- Princip 3ω metode

Ovom pouzdanom tehnikom, razvijenom za merenje toplotne provodnosti tankih filmova, se mogu karakterisati materijali debljina između $10 \mu\text{m}$ i $1000 \mu\text{m}$. U literaturi se mogu pronaći različiti primeri primene 3ω metode. Između ostalog, metoda je korišćena za merenja tankih čvrstih uzoraka slabo provodnih materijala [75] gde su autori ostvarili mernu nesigurnost od 3% pri ispitivanju toplotne provodnosti tri različita komercijalna polimera. Lu sa saradnicima [76] je merio specifičnu toplotu i toplotnu provodnost platinske žice i snopa karbonskih nanotuba na kriogenim temperaturama sa mernom nesigurnošću od 2 % do 4 %. Borca sa saradnicima [77] se bavio detaljnom analizom i matematičkim modelovanjem metode pri različitim eksperimentalnim uslovima, što je bio i cilj istraživanja u [78].

2.2.4 Laserska impulsna metoda

Zahvaljujući svojoj tačnosti, pouzdanosti i jednostavnosti, laserska impulsna metoda je postala najkorišćenija eksperimentalna tehnika za određivanje toplotne difuzivnosti čvrstih materijala, kako u laboratorijskim, tako i u industrijskim uslovima. Njene velike mogućnosti za primenu kod višeslojnih materijala, tankih slojeva, kompozita i ostalih čvrstih materijala i danas, više od 50 godina nakon njene prve postavke (Parker sa saradnicima [79]), privlače pažnju istraživača [80]-[82]. Ona se preporučuje kao standardna metoda u mnogim državama i to po britanskom (BS 1990), američkom (ASTM 1992), japanskom (JIS 1991), kao i po ISO 18755 standardu.

Osnovni princip metode je da uzorak ispitivanog materijala, oblika tankog diska, koji se inicijalno nalazi na određenoj temperaturi, uniformno apsorbuje na jednoj baznoj površini određenu količinu energije koja potiče od kratkog impulsa laserskog zračenja. Apsorbovana toplota difuzijom prelazi na drugu baznu stranu uzorka čija se temperatura, odnosno njena relativna promena meri počev od trenutka apsorpcije. Ova promena se može detektovati infracrvenim detektorom, optičkim pirometrom ili termoparom u vezi sa odgovarajućim akvizicionim sistemom. Blok dijagram ove metode je prikazan na Sl. 2.9.



Sl. 2.9- Šematski blok dijagram laserske impulsne metode

Toplotna difuzivnost, α , uzorka uniformne debljine L se može izračunati pomoću uprošćene jednačine [79]

$$\alpha = 1.38 \cdot \frac{L^2}{\pi^2 t_{1/2}} \quad (15)$$

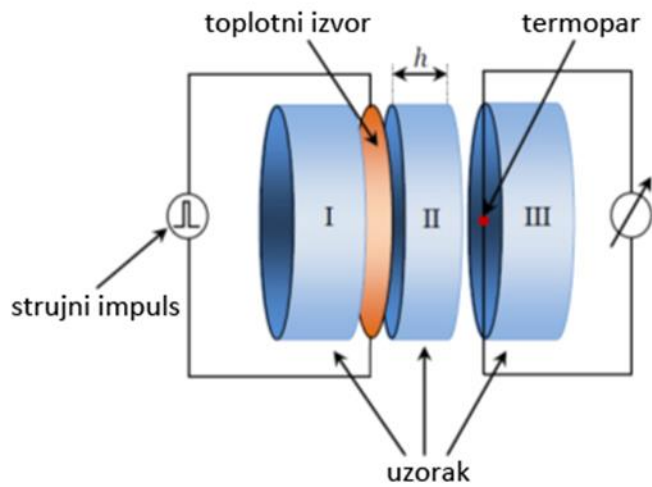
gde $t_{1/2}$ predstavlja vreme polurasta temperature, tj. vreme za koje temperatura zadnje strane uzorka dostigne polovinu svoje maksimalne vrednosti. Toplotna provodnost se zatim dobija iz difuzivnosti, poznavajući gustinu i specifičnu toplotu ispitivanog materijala.

Glavne prednosti ove metode su beskontaktno grejanje uzorka, jednostavna geometrija i male dimenzije uzorka, brzina merenja u širokom temperaturnom opsegu i dobijanje više svojstava iz jednog seta rezultata merenja. Sa druge strane, metoda zahteva sofisticiranu opremu, merenje toplotne provodnosti je indirektno, što podrazumeva poznavanje ostalih osobina ispitivanog materijala na mernim temperaturama, a samim tim i povećava nesigurnost merenja.

Laserska impulsna metoda se uglavnom primenjuje za određivanje toplotne difuzivnosti čvrstih tela. Prema standardu ASTM E1461 [83], ovaj metod ima mernu nesigurnost od 5 %, koja uglavnom potiče od merenja temperature. Ipak, pojedini istraživači upotrebom aparatura po ovoj metodi su procenili da je nesigurnost oko 3 % [82], [84]. Pri određivanju toplotne provodnosti primenom ove metode, Nishi sa saradnicima je za karakterizaciju istopljenog germanijuma i silicijuma dobio merne nesigurnosti od 2.2 % i 7.7 % respektivno [85], dok je grupa autora za ispitivanje tankih filmova procenila nesigurnost od 10 % do 13 % [86].

2.2.5 Impulsna tranzijentna metoda

Impulsna tranzijentna tehnika predstavlja jednostavan eksperimentalni metod za određivanje temperaturnog polja uzorka ispitivanog materijala [87], [88] i bazira se na određivanju maksimalnog rasta temperature uzorka na određenom rastojanju od izvora toplote. U ovoj metodi uzorak se sastoji od tri dela (I, II i III) (Sl. 2.10). Planarni toplotni izvor se postavlja između I i II dela i zagreva pomoću strujnog impulsa, dok se temperaturni odziv beleži termoparom montiranim između II i III dela uzorka.



Sl. 2.10- Šematski blok dijagram impulsne tranzijentne metode

Model metode je okarakterisan temperaturnom funkcijom koja zapravo predstavlja rešenje parcijalne diferencijalne jednačine sa početnim i graničnim uslovima koji odgovaraju eksperimentalnoj postavci. Idealan model je [87]

$$T(h, t) = \frac{Q}{c_p \rho \sqrt{\pi \alpha t}} e^{-\frac{h^2}{4 \alpha t}} \quad (16)$$

gde je $T(h, t)$ tranzijentna temperatura termoparskog spoja, $Q = RI^2$, gde je R otpornost planarnog grejača, ρ , c_p i α su gustina, specifična toplota i toplotna difuzivnost uzorka, respektivno, dok h označava rastojanje između grejača i termopara.

Iz idealnog modela, toplotna provodnost uzorka ispitivanog materijala se računa na osnovu izraza

$$\lambda = \frac{Qh}{2(2\pi e)^{1/2} t_m T_m} \quad (17)$$

gde t_m predstavlja vreme za koje se postiže maksimalni temperaturni odziv T_m .

Nesigurnost metode zavisi od vremena merenja tokom kojeg se razvija temperaturno polje u uzorku, geometrije uzorka i karakteristika grejača. Kubičar *et al.* je primenio ovu metodu za merenje homogenih i heterogenih čvrstih materijala i procenio nesigurnost za merenje toplotne provodnosti na oko 4 % [89].

3. Metoda jednostrane zaštićene tople ploče

Jedna od prvih aparatura po metodi zaštićene tople ploče napravljena je u Americi (1910. god.) u Nacionalnom birou za standarde (NBS), odnosno današnjem Nacionalnom institutu za standarde i tehnologiju (NIST), od strane Hobart C. Dickinson i Milton S. Van Dusen. Gotovo u isto vreme i potpuno nezavisno, drugačija aparatura po istim principima je razvijena u Nemačkoj, na Tehničkom Univerzitetu u Minhenu (Robert Poensgen) [90]. Nakon toga je više različitih aparatura napravljeno u NBS između 1912. i 1928. godine. Na njima se bazirala prva verzija standarda za ovu metodu, ASTM Test Method C 177 [39], odobrena 1945. godine. Zarr je objavio istoriju razvoja aparatura po metodi zaštićene tople ploče u NBSu i NISTu tokom dvadesetog veka [91]. Proces projektovanja i karakteristike aparatura širom sveta opisali su Pratt [92] i Klarsfeld [1], a „referentnu aparaturu“, baziranu na standardu ISO 8302 [40], opisali su Ponte i saradnici [9]. Danas, svi veliki evropski metrološki instituti poseduju aparature po metodi zaštićene tople ploče čiji je princip bliže opisan u potpoglavlju 2.1.5.

Metoda jednostrane zaštićene tople ploče je nastala nešto kasnije i prvi put ju je primenio Jakob 1949. god. [93] za određivanje toplotne provodnosti čvrstih materijala malih uzoraka oblika diska. On je smanjio uticaj okoline na toplotni fluks kroz uzorak tako što je čitav sistem smestio u Dewar-ov sud. Posle njega nekoliko autora je razvijalo i primenilo ovaj tip aparature. Da bi izbegli ivične gubitke toplote, Hemminger i Jugel [94] su projektovali poboljšanu verziju. Ona je bila uronjena u tečnost čija je temperatura održavana par stepeni nižom od srednje temperature uzorka. Detaljnu analizu merne nesigurnosti te aparature objavio je Hammerschmidt [95]. Slično njemu, Zarr [44] je procenio mernu nesigurnost NIST-ove 1019 mm aparature [96] u procesu određivanja toplotne provodnosti staklene vune male gustine. Takođe, Filla je napravio aparaturu za karakterizaciju različitih tankih uzoraka keramike debljine od 1-8 mm u opsegu temperatura od 400 K do 1400 K [15], dok su nedavno Dubois i Lebeau [97] predstavili aparaturu za testiranje velikih uzoraka od biomaterijala, debljine do 40 cm, kao što su bale od slame ili sl.

Ova glava je posvećena metodi jednostrane zaštićene tople ploče koja je predmet ovog rada i istraživanja i prikazaće detaljno njene osnovne teorijske principe.

3.1 Teorijske osnove metode

Osnovni princip metode zaštićene tople ploče se zasniva na Fourrijeovom zakonu (1) pod određenim pretpostavkama. U slučaju medijuma ograničenog sa dve izotermne, paralelne, beskonačne površine (slučaj „beskonačnog zida“), komponente vektora ∇T postaju:

$$\frac{\partial T}{\partial x} \mathbf{i} = \frac{\partial T}{\partial y} \mathbf{j} = 0 \quad (18)$$

dok su odgovarajući granični uslovi

$$\begin{aligned} z_1 &= 0, & T(0) &= T_1 \\ z_2 &= d, & T(d) &= T_2 \neq T_1 \end{aligned} \quad (19)$$

$$\frac{\partial T_1}{\partial t} = \frac{\partial T_2}{\partial t} = 0$$

Pretpostavljajući da je $\Delta T = T_2 - T_1$ malo, tako da se $\lambda(T)$ može smatrati konstantnim, važi

$$\frac{\partial T}{\partial z} = \text{const} \quad (20)$$

Integracijom jednačine (20) uz granične uslove date u (19), dobija se rešenje za temperaturno polje u razmatranoj sredini:

$$T(z) = \frac{T_2 - T_1}{d} z + T_1 \quad (21)$$

Pod uslovima izraza (18), jednačina (1) se može napisati u skalarnoj formi, kao

$$\phi = \frac{q}{At} = -\lambda \frac{dT}{dz} \quad (1')$$

gde je A površina normalna na pravac gradijenta toplote, a q količina toplote koja se u ravnotežnom stanju prenosi kroz površinu A . Diferenciranjem (21) i smenom u (1') dobijamo relaciju:

$$\frac{q}{At} = \frac{Q}{A} = \lambda \frac{T_2 - T_1}{d} \quad (22)$$

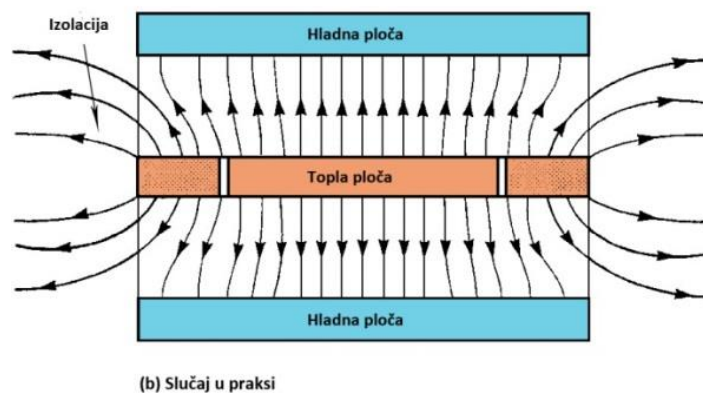
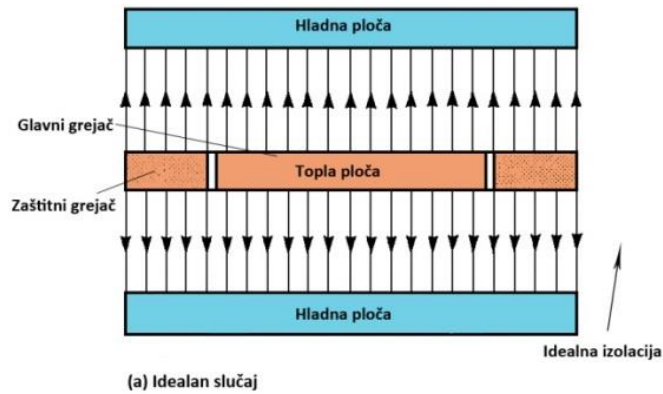
Jednačina (22) je validna ako je potvrđen izraz (20), tj. ako je toplotno polje jednosmerno i $\lambda(T)$ konstantno. U ovom slučaju tačke jednakih temperatura leže u međusobno paralelnim ravnima koje su paralelne i sa graničnim površinama zbog čega su i linije toplotnog fluksa jednosmerne.

Metoda zaštićene tople ploče zapravo predstavlja efektan način da se realizuju neophodni granični uslovi radi obezbeđenja jednosmernog toplotnog fluksa kroz uzorak materijala konačnih dimenzija.

3.2 Princip funkcionalnosti metode

Kod tipične aparature po metodi zaštićene tople ploče uzorak, oblika ravne ploče ili diska, se postavlja između hladne i tople ploče (*Sl. 2.4*). U slučaju dvostranih aparatura, toplota generisana Džulovim efektom na glavnom grejaču se zbog simetrije podjednako raspoređuje na oba uzorka, dok se kod jednostranih aparatura stvaraju uslovi da ukupan toplotni fluks prolazi kroz jedini uzorak. Disipacija električne struje se dešava nezavisno i u zaštitnom grejaču koji se održava na približno istoj temperaturi kao i glavni. Njegova funkcija je od suštinskog značaja za pravilno funkcionisanje metode jer u velikoj meri smanjuje lateralne gubitke u centralnom (glavnom) grejaču kao i u odgovarajućoj centralnoj zoni unutar uzorka kroz koju linije toplotnog fluksa održava paralelnim (*Sl. 3.1*).

Određivanje toplotne provodnosti uzorka ispitivanog materijala direktnom primenom pojednostavljenog Furijeovog zakona (22) je validno pod pretpostavkom da sva toplota generisana glavnim grejačem prolazi kroz uzorak ka izotermnoj hladnoj ploči tj. da nema toplotnih gubitaka sa ivica grejača i uzorka, što uglavnom nije slučaj u praksi (*Sl. 3.1b*). To dodatno komplikuje proračun i zahteva određene korekcije. Temperature T_1 i T_2 se mere sa tople, odnosno hladne strane uzorka, dok je toplotni fluks kroz uzorak Q određen električnom snagom glavnog grejača. Osim toga, potrebno je još poznavanje debljine uzorka kao i površine kroz koju toplota prolazi.



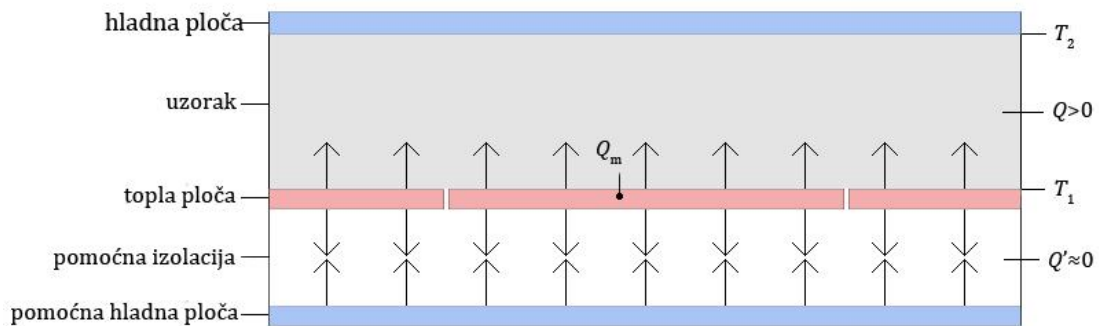
Sl. 3.1-Raspodela linija toplotnog fluksa kod metode dvostrane zaštićene tople ploče u: a) idealnom slučaju; b) realnom slučaju

U konfiguracijama po metodi jednostrane tople ploče se umesto drugog uzorka postavlja pomoćni izolacioni materijal. Drugi hladnjak (pomoćni) se podešava tako da temperatura na njegovoj površini bude ista kao temperatura donje strane tople ploče (Sl. 3.2). Na taj način je omogućeno da gotovo sva toplota generisana u glavnom grejaču, Q_m , prolazi kroz uzorak ispitivanog materijala jer se poništava neželjeni toplotni fluks u suprotnom smeru od uzorka, Q' . Tada se može pretpostaviti da sva snaga glavnog grejača generiše toplotu kroz uzorak, odnosno da je $Q = Q_m = UI$, gde su U i I napon i struja glavnog grejača, respektivno. Toplotni fluks kroz izolacioni materijal Q' se tada računa kao:

$$Q' = C'A(T_1' - T_2') \approx 0 \quad (23)$$

gde apostrof (') ukazuje na veličine u konotaciji sa materijalom pomoćne izolacije, gde je C' njegova toplotna konduktansa [41]. Uobičajeno je da je vrednost Q' manja od 1 % od vrednosti Q_m .

U zavisnosti od konfiguracije metode, pomoćnu hladnu ploču može menjati pomoćna topla ploča, odnosno pomoćni grejač. U nastavku teksta će biti razmatran takav slučaj.

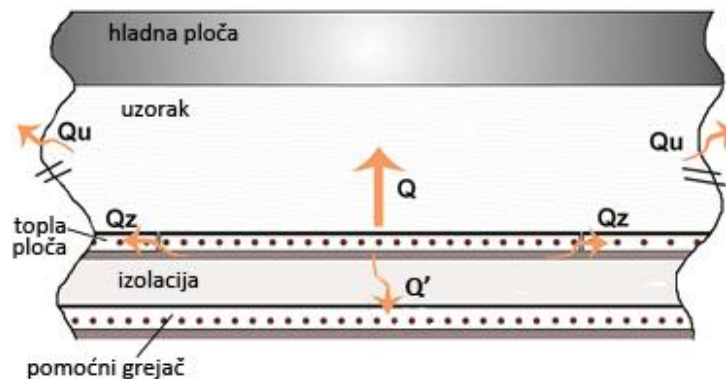


Sl. 3.2-Princip metode jednostrane tople ploče

3.3 Odstupanja od idealnih uslova

Kada u sistemu postoji debalans temperatura, osim neželjenog fluksa Q' (Sl. 3.2) javlja se i parazitni fluks kroz procep između glavnog i zaštitnog grejača Q_z , kao i neželjeni gubici toplote kroz ivice uzorka, Q_u (Sl. 3.3), pa se ukupna snaga glavnog grejača Q_m može napisati kao:

$$Q_m = Q + \underbrace{Q' + \sum_{i=1}^4 Q_{z,i} + \sum_{i=1}^4 Q_{u,i}}_{\text{parazitni fluks } Q_p} \quad (24)$$



Sl. 3.3-Neželjeni gubici toplote u sistemu jednostrane zaštićene tople ploče

Sva ova neželjena „curenja“ toplotnog fluksa zavise od temperaturne razlike između glavnog i zaštitnog, glavnog i pomoćnog grejača, kao i temperature bočne strane uzorka prilikom eksperimentalnog testiranja i sva doprinose greškama merenja.

U narednim potpoglavljima biće prikazana teorijska razmatranja neželjenih toplotnih flukseva kao i grešaka merenja koje zbog tih flukseva nastaju. Rezultati razmatranja omogućavaju karakterizaciju postojećih aparatura (određivanjem specifičnih parametara) i daju smernice za projektovanje novih. Naime, aparaturu je neophodno projektovati na način da se u što većoj meri izbegne uticaj ukupnog neželjenog fluksa, tj. da isti ne prelazi 0.5 % od vrednosti Q [40]

3.3.1 Temperaturni debalans između glavnog i zaštitnog grejača

Rezultati koje su na ovu temu objavili Woodside i Wilson i dalje se mogu razmatrati kao aktuelni, bez obzira na njihovu starost [98]. Oni su korišćeni od strane mnogih autora kao dopuna njihovih teorijskih i eksperimentalnih istraživanja [99]-[101]. Prema Woodside-u i Wilson-u [98], toplotni fluks koji prolazi kroz procep između glavnog i pomoćnog grejača Q'_z , kada je temperaturna razlika između ovih grejača 1 K se može izraziti kao:

$$Q'_z = Q_0 + c\lambda \text{ [W/K]} \quad (25)$$

gde je Q_0 fluks koji direktno prolazi kroz procep (zavisi od mehaničkog i električnog kontakta između grejača, kao i konvekcije i radijacije), dok je $c\lambda$ fluks između ova dva grejača koji prolazi sa uzorka čija je toplotna provodnost λ (Sl. 3.4a). Parametar c je parametar aparature i u maloj meri zavisi od merenja temperature i debljine uzorka. Ova relacija se prvo zasnivala na eksperimentu i izvedena je iz odnosa izmerene toplotne provodnosti λ_m i proizvoljno izabrane temperaturne razlike između grejača ΔT_z . Zavisnost koja se može uspostaviti između λ_m i ΔT_z za različite materijale i aparature je uvek linearna. Suština ovog eksperimentalnog pristupa je zapravo dobijanje vrednosti λ interpolacijom u slučaju kada nema temperaturnog debalansa, tj.

$$\lim_{\Delta T_z \rightarrow 0} \lambda_m = \lambda \quad (26)$$

Koristeći jednačinu (25) moguće je izraziti ukupni lateralni fluks Q_z koji nastaje usled neusaglašenosti temperatura ΔT_z kao

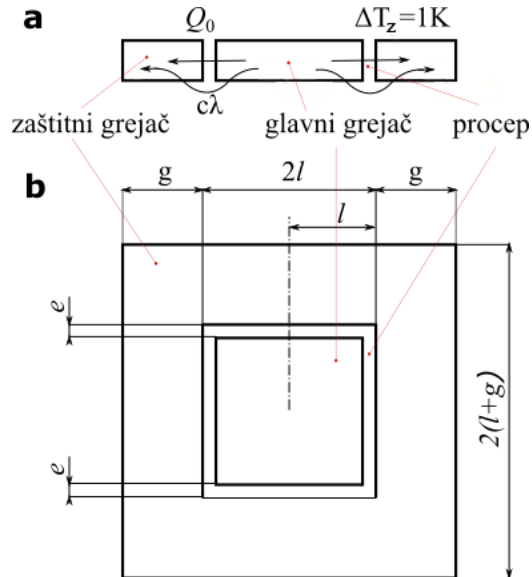
$$Q_z = (Q_0 + c\lambda)\Delta T_z \quad (27)$$

i tako uvesti grešku merenja E_z , koja je jednaka odnosu lateralnog fluksa Q_z i jednodimenzionog toplotnog fluksa Q za slučaj da je temperaturna razlika između grejača nula:

$$E_z = \frac{Q_z}{Q} = \frac{\lambda_m - \lambda}{\lambda} = \frac{\Delta\lambda}{\lambda} \quad (28)$$

Zamenom izraza za Q i Q_z gornja jednačina postaje:

$$E_z = \frac{\Delta\lambda}{\lambda} = \frac{d}{A} \cdot \frac{\Delta T_z}{\Delta T} \left(\frac{Q_0}{\lambda} + c \right) \quad (29)$$



Sl. 3.4-a) Parazitni fluks kroz toplu ploču, Q_z b) Prikaz dimenzija kvadratne tople ploče

Parametri Q_0 i c su specifični za svaku aparaturu ponaosob i mogu se odrediti eksperimentalno [98], biranjem materijala sa različitim toplotnim provodnostima i izračunavanjem λ_m za svaki od tih materijala kao funkciju ΔT_z . Dakle, jednačinom (29) je moguće proceniti grešku usled debalansa temperatura u zazoru koji je posledica različitih temperatura glavnog i pomoćnog grejača, uračunavanjem različitih parametara aparature. Na osnovu te procene, moguće je, u zavisnosti od kvaliteta temperaturne kontrole glavnog grejača, ograničiti ΔT_z , tako da E_z ne prelazi unapred zadatu vrednost i na taj način optimizovati radne

uslove aparature. Na osnovu prethodnih istraživanja je pokazano da je za grešku debalansa nižu od 1 % do 2 %, neophodno da ΔT_z bude reda veličine 10^{-2} K [1].

Određivanje parametara Q_0 i c je takođe moguće računskim putem, prema teorijskim studijama Woodside-a [99] i Donaldson-a [100] koje su dovele do ekvivalentnih rezultata potvrđenih eksperimentima.

Parametar c se može izraziti kao:

$$c = \frac{16l}{\pi} \ln \frac{4}{1 - e^{-2\pi e/d}} \quad (30)$$

gde je $2l$ dužina glavnog grejača, e širina zazora i d debljina uzorka (Sl. 3.4b). Zamenom relacije (30) za c u (29) i predstavljanjem d i l u bezdimenzionoj formi $d/2(l+g)$ i $l/2(l+g)$, greška E_z se može napisati kao [102]:

$$E_z = \frac{e}{2(l+g)} \left[\frac{2(l+g)}{l} \right]^2 \cdot \frac{1}{16(l+g)} \cdot \frac{\Delta T_z}{\Delta T} \times \left[\frac{\Phi_0}{\lambda} + \frac{l}{2(l+g)} \frac{32(l+g)}{\pi} \ln \frac{4}{1 - e^{-2\pi e/d}} \right] \quad (31)$$

Iz relacije (31) se zaključuje sledeće:

- Za veoma dobre izolatore, lateralni fluks koji proizilazi iz $\Delta T_z \neq 0$ se javlja zbog konekcije glavnog i zaštitnog grejača i tada je E_z inverzno proporcionalno kvadratu ukupne dužine procepa, tj. ako je λ malo, a $Q_0 \gg c\lambda$, tada je $E_z \sim 1/l^2$
- Za lošije izolatore lateralni fluks se javlja zbog prenosa toplote kroz uzorak. Greška je inverzno proporcionalna dužini zazora, tj. ako je λ veliko, a $Q_0 \ll c\lambda$, tada je $E_z \sim 1/l$

3.3.2 Ivični gubici toplote kroz uzorak

Čak i u slučaju da je toplotni balans između centralnog i zaštitnog grejača savršen ($\Delta T_z = 0$ tj $Q_z = 0$) mogu se javiti distorzije linija toplotnog fluksa, ako širina procepa nije dovoljno velika u odnosu na debljinu uzorka. Na taj način nastaje ivični fluks, Q_u , koji će više ili manje uticati na preciznost merenja i to u zavisnosti od odnosa Q_u / Q .

Mnogi istraživači, kao što su Somers i Cyphers [103], Woodside [104], Donaldson [100] i Pratt [105] su vršili teorijsku procenu ivičnih gubitaka toplote analitičkim putem. Numerička rešenja su dala iste rezultate, kao i eksperimentalni radovi [106], [107]. Analitičko rešenje koje je izveo Woodside tzv. konfokalnom transformacionom metodom je vrlo jednostavno i često korišćeno.

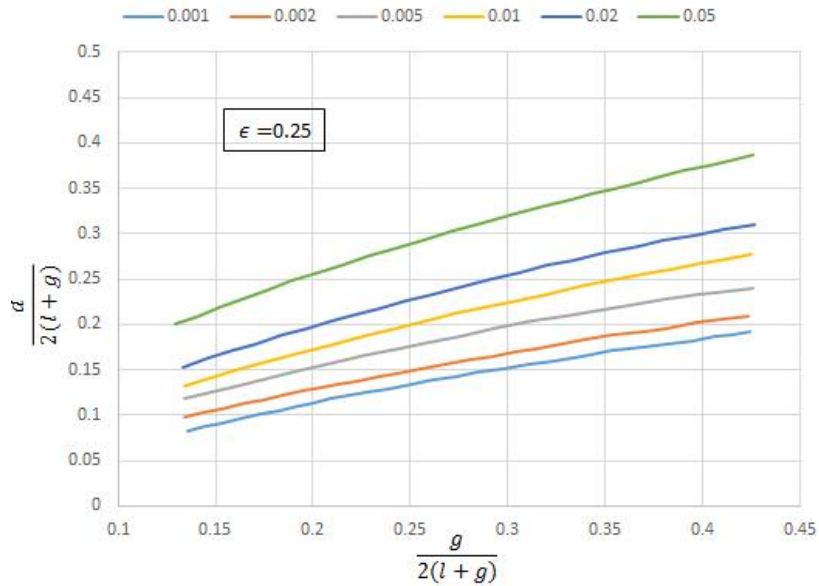
Pod pretpostavkom da je $\Delta T_z = 0$ greška usled ivičnih gubitaka toplote, označena sa E_u , će biti jednaka odnosu bočnog toplotnog fluksa, Q_u , i jednodimenzionog toplotnog fluksa Q u slučaju kakav bi on bio da nema bočnih gubitaka:

$$E_u = \frac{Q_u}{Q} = \frac{\lambda_m - \lambda}{\lambda} \quad (32)$$

Po Woodside-u [104], odnos λ_m / λ koji se pojavljuje u izrazu (32) se može predstaviti relacijom:

$$\left(\frac{\lambda}{\lambda_m}\right)^{1/2} = \frac{\pi l/d}{\epsilon \ln \frac{\cosh \pi[(g+l)/d] + 1}{\cosh \pi(g/d) + 1} + (1 - \epsilon) \ln \frac{\cosh \pi[(g+l)/d] - 1}{\cosh \pi(g/d) - 1}} \quad (33)$$

gde je $0 < \epsilon < 1$. Iz ove relacije se vidi da je E_u funkcija $(g+l)/d$, g/d , l/d i ϵ ; poslednji parametar zavisi od temperaturnog polja na bočnoj površini uzorka i bira se tako da se što bolje predstavi „prava“ raspodela. Na *Sl. 3.5*, su prikazane krive za različite vrednosti E_u (od 0.001 do 0.05) u funkciji bezdimenzionog odnosa $d / 2(l + g)$ (redukovana debljina) i $g / 2(l + g)$ (redukovana širina procepa) za $\epsilon = 0.25$. Na osnovu ovih krivih dobija se korelacija između maksimalne debljine uzorka i širine procepa da bi se dobila greška ivičnih gubitaka manja od neke fiksne vrednosti.



Sl. 3.5- Greška usled ivičnih gubitaka toplote

U slučaju kada bočne ivice uzorka nisu izolovane, raspodela temperature, a samim tim i E_u će zavistiti od toplotne provodnosti uzorka, površinskog koeficijenta toplotnog prenosa, ambijentalne temperature i temperaturne razlike na uzorku.

Nakon Woodside-a je Bode [108] ponovo razmatrao ovu grešku počevši od generalnih teorijskih osnova. Integraciju jednačine toplote za 3D slučaj je izvršio analitički, razvojem u red. Razmotrio je slučaj dve geometrije: kvadratne i kružne. Pošao je od istih pretpostavki, razmatrajući uzorak homogenog, izotropnog materijala, neprozirnog za radijaciju i konstantne toplotne provodnosti za slučaj uzete temperaturne razlike. Topla i hladna strana uzorka su razmatrane kao izotermne, $\Delta T_z = 0$, kao i da su kontaktne termičke otpornosti jednake nuli. Izveo je zaključke da E_u zavisi od razlike srednje temperature uzorka i ambijentalne temperature, kao i od složenih faktora koji su karakteristični za aparaturu i uzorak.

4. Razvoj aparature

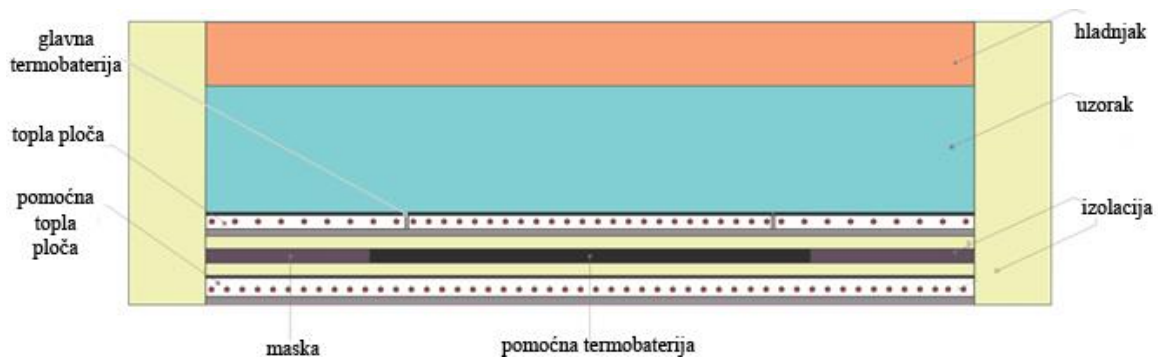
Za potrebe istraživanja u disertaciji je razvijena aparatura kvadratnog poprečnog preseka grejnog i rashladnog sistema po metodi jednostrane zaštićene tople ploče. Ovaj razvoj je donekle sinteza ranijih referenci autora [109]-[112], uz dodatak razvijene podrške merenju u vidu programskog rešenja dokumentovanog u [113]. Pregled tekućeg razvoja aparature je predstavljen u [114], dok je deo rezultata koji su u vezi sa izradom ove disertacije publikovan u [115] i [116].

U ovoj glavi disertacije, u procesu projektovanja, nakon prvobitnog predloženog dizajna aparature i definisanja određenih parametara, urađene su različite simulacije u cilju ispitivanja njihove opravdanosti i pronalaženja optimalnije verzije. U sledećem koraku su projektovani glavni delovi aparature, tri grejača i hladnjak i izvršen je odabir materijala za njihovu izradu. Različitim 3D simulacijama baziranim na metodi konačnih elementa (*Finite elements method - FEM*) je ispitana temperaturna uniformnost na površinama grejača.

U nastavku glave je predstavljen 3D model kompletne aparature. Prikazani su rezultati i zaključci pri ispitivanju različitih uticaja na rezultate merenja. Između ostalog su potvrđeni zaključci koje je izveo Bode [108], tj. da ivični parazitni fluks najviše zavisi od razlike srednje temperature uzorka i ambijentalne temperature.

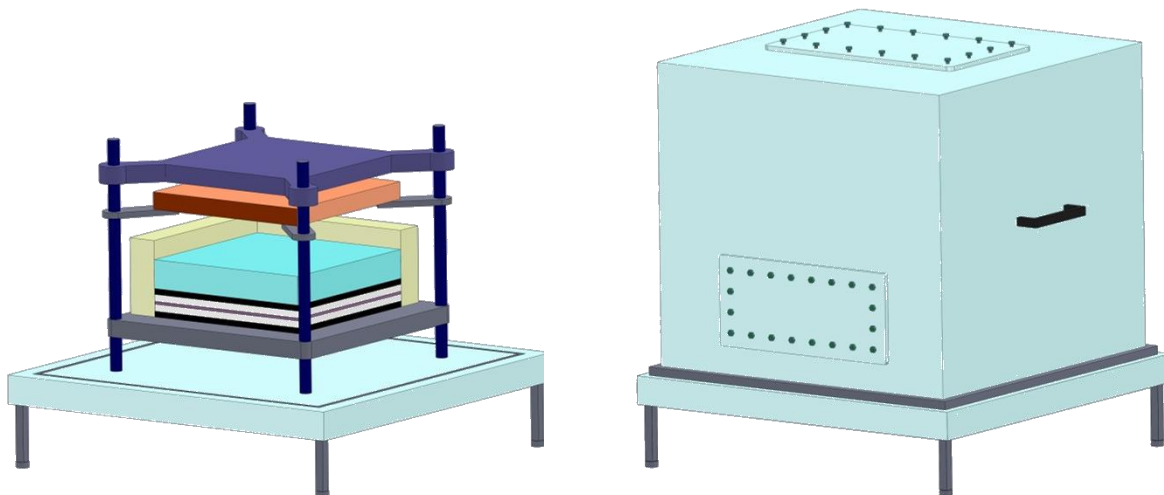
4.1 Opšti principi projektovanja

Na *Sl. 4.1* je prikazan poprečni presek predloženog modela aparature. Ideja je bila da se fluks Q' direktno kontroliše naponskim odzivom pomoćne termobaterije koja se ugrađuje između dva sloja izolacije postavljene između tople i pomoćne tople ploče, odnosno pomoćnog grejača. Zbog razlike u dimenzijama pomoćne termobaterije i tople ploče, pomoćna termobaterija se okružuje posebnim materijalom, tzv. maskom, čija bi toplotna provodnost trebalo da bude približno jednaka toplotnoj provodnosti materijala pomoćne termobaterije da bi se u što manjoj meri remetila uniformnost toplotnog fluksa. Topla ploča je, sa druge strane, projektovana tako da zaštitni grejač okružuje glavni sa zazorom između njih. Glavna termobaterija povezuje obe strane zazora i njenim odzivom se utvrđuje da li su temperature glavnog i zaštitnog grejača približno iste [39].



Sl. 4.1-Poprečni presek predloženog modela aparature

Zaštitna izolacija se postavlja na bočnim stranama sklopa, a čitava konstrukcija se smešta u posebnu komoru radi zaštite od promena ambijentalnih uslova. Na Sl. 4.2 je idejna 3D skica aparature, prikazana sa i bez zaštitne komore.



Sl. 4.2-Idejna 3D skica aparature sa i bez zaštitne komore

Veličina aparature je zapravo određena dimenzijama uzorka, tačnije njegovom baznom površinom, koja bi trebalo da se zasniva na predloženim standardnim dimenzijama, u cilju lakšeg izvođenja međunarodnih poređenja [9]. Vodeći se time, izbor površine uzorka je bio $300 \text{ mm} \times 300 \text{ mm}$. Zatim su izabrane dimenzije glavnog i zašitnog grejača od $142 \times 142 \text{ mm}^2$ i $300 \times 300 \text{ mm}^2$, respektivno, kao i širina zazora od 1 mm.

Prateći preporuke standarda [40] o koracima pri projektovanju aparature, prvo su definisani određeni parametri, od kojih su neki minimalna i maksimalna radna temperatura aparature, minimalna i maksimalna debljina uzorka koji će se testirati, kao i minimalna i maksimalna toplotna otpornost. Predviđeni temperaturni radni opseg aparature je od $10 \text{ }^\circ\text{C}$ do $50 \text{ }^\circ\text{C}$,

minimalna i maksimalna debljina uzorka 10 mm i 100 mm, respektivno, dok je procenjeni opseg toplotne provodnosti od 0.1 W/(m·K) do 5 W/(m·K).

U cilju provere funkcionalnosti rada aparature sa dodeljenim parametrima projektovanja, izvršene su numeričke FEM simulacije gde je čitav sistem predstavljen kao 2D model (sličan kao na *Sl. 4.1*, s tim da je modelovana i zaštitna komora). Grejači su modelovani kao aluminijumske ploče sa umetnutim otpornim grejnim žicama, koje se sastoje od izolacionog i provodnog dela, dok je hladnjak predstavljen kao jedan bakarni blok.

Mreža analiziranog modela se sastojala od 84702 konačna elemenata. Simulacije su izvršene za predviđenu minimalnu i maksimalnu debljinu uzorka, 10 mm i 100 mm, kao i za uzorak debljine 50 mm, dok su pri tom menjane i toplotne provodnosti uzorka (0.1 W/(m·K), 2 W/(m·K) i 5 W/(m·K)). U svakoj simulaciji, temperatura hladnjaka je bila postavljena na 15 °C. Snaga glavnog grejača, Q_m , je podešavana tako da je temperaturna razlika na uzorku ΔT iznosila 7.7 °C, dok je temperatura okoline bila 19 °C, što je približno srednjoj temperaturi uzorka, T_{sr} (polovina zbira temperature tople i hladne strane uzorka). Simulacije su vršene za slučaj staklene maske oko fluksmetra ($\lambda = 1$ W/(m·K)), dok je vrednost toplotne provodnosti materijala fluksmetra bila 0.9 W/(m·K). Za model izolacionog materijala je izabran silikon, dok je za zaštitnu izolaciju postavljen stiropor ($\lambda = 0.033$ W/(m·K)). Vrednosti toplotnih provodnosti razmatranih materijala su uzete iz literature [117]-[119].

Rezultati simulacija su dobijeni iterativnim podešavanjem snaga zaštitnog i pomoćnog grejača u cilju dobijanja što manje vrednosti (približno jednake nuli) parazitnog specifičnog toplotnog fluksa kroz glavnu, ϕ_{gt} , i pomoćnu termobateriju, ϕ_{pt} . Zatim je na osnovu dobijenih vrednosti računat toplotni fluks kroz uzorak Q .

Kao pokazatelj ispravnosti rada ovako projektovane aparature računata je i ukupna greška merenja toplotnog fluksa E_Q . Kao što je već pomenuto, u idealnom slučaju ukupna snaga glavnog grejača, Q_m , jednaka je toplotnom fluksu Q kroz uzorak, dok se u praksi javljaju parazitni fluksevi Q_p (24). U glavi 3 su razmatrane greške usled ivičnih toplotnih gubitaka E_u i greške debalansa E_z , dok je pomenuta ukupna greška merenja toplotnog fluksa jednaka:

$$E_Q = \frac{Q_p}{Q} = \frac{Q_m - Q}{Q} \quad (34)$$

Vrednost ove greške, da bi bio ispoštovan kriterijum postavljen međunarodnim standardom [40], ne bi trebalo da prelazi 0.5 %.

Rezultati simulacija za sve tri razmatrane debljine uzorka su prikazani u Tabela 1. Kao što se može primetiti na osnovu vrednosti iz poslednje kolone tabele, u svim slučajevima je greška merenja minimalna. Tome doprinose male vrednosti parazitnih specifičnih flukseva ϕ_{gt} i ϕ_{pt} . Iako ovde nije razmatran, pri ovako zadatim uslovima, ivični parazitni fluks je totalno zanemarljiv. Najveći razlog tome je što projektovana širina procepa između glavnog i zaštitnog grejača odgovara svim testiranim debljinama uzorka. Takođe, tome doprinosi i što je ambijentalna temperatura približna srednjoj temperaturi uzorka.

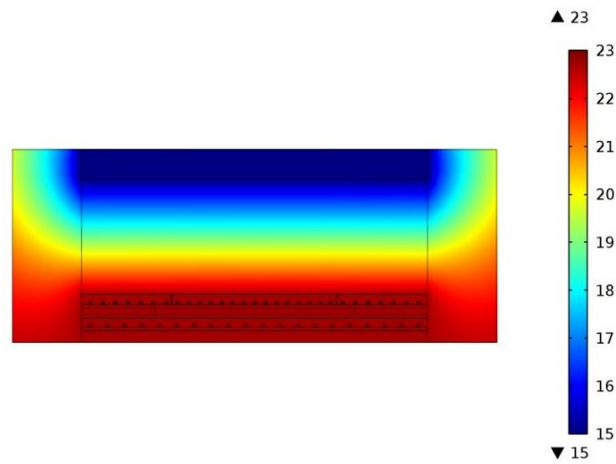
Tabela 1 Rezultati simulacija 2D modela aparature za različite vrednosti debljine, d , i toplotne provodnosti uzorka, λ

	λ [W/(m·K)]	Q_m [W]	Q [W]	ϕ_{gt} [W/m ²]	ϕ_{pt} [W/m ²]	ΔT [°C]	E_Q [%]
10 mm	0.1	11	11	-0.002	0.002	7.7	0
	2	220	219.97	4.3E-4	-0.005	7.7	0.01
	5	550	549.92	0.04	0.02	7.7	0.01
50 mm	0.1	2.2	2.2	0.004	0.008	7.7	0
	2	44	43.99	0.005	-0.006	7.7	0.02
	5	110	109.94	-4.0E-5	0.002	7.7	0.05
100 mm	0.1	1.1	1.1	-0.04	0.006	7.7	0
	2	22	22.02	0.08	-0.03	7.7	-0.09
	5	55	54.97	0.02	0.003	7.7	0.05

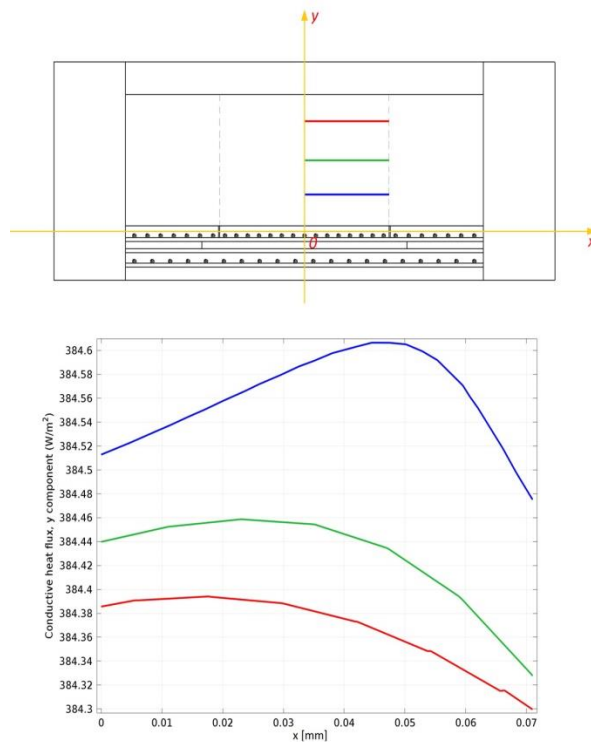
Snage Q_m iz Tabela 1, kao i snage zaštitnog i pomoćnog grejača koje su zadavane u simulacijama kao i njihov međusobni odnos, nisu uporedive sa snagama grejača u praksi, što je ujedno glavni nedostatak modelovanja aparature u 2D. Takođe, u simulacijama je moguće vršiti fino podešavanje svih snaga (do treće decimale), sve dok se parazitni fluksevi skoro ne izjednače sa nulom. U praksi se podešavanje snage ne može ostvariti sa tolikom preciznošću i zavisi od karakteristika raspoloživih uređaja.

Na *Sl. 4.3* je prikazana temperaturna raspodela u aparaturi dobijena iz rezultata simulacije za uzorak debljine 100 mm i toplotne provodnosti 5 W/(m·K). Na slici je jasno uočljivo da je toplotni fluks kroz uzorak približno jednodimenzionalan, što je i osnovni uslov za ispravno funkcionisanje aparature. Na *Sl. 4.4* je dat bolji uvid u uniformnost toplotnog fluksa kroz uzorak, gde su prikazane vrednosti vertikalne komponente toplotnog fluksa po horizontalnoj osi za tri

različita položaja unutar merne zone. Vidi se da je u navedenom slučaju uniformnost toplotnog fluksa bolja od 0.1 %.



Sl. 4.3- Raspodela temperature u 2D modelu aparature u °C za debljinu uzorka $d=100$ mm i $\lambda=5$ W/(m·K)



Sl. 4.4- Vertikalna komponenta toplotnog fluksa kroz mernu zonu uzorka ispitivanog u funkciji rastojanja po horizontalnoj osi sistema

4.2 Projektovanje glavnih delova aparature

Nakon definisanja parametara i osnovne strukture modela aparature, sledeći korak je bio projektovanje glavnih delova, odnosno grejača i hladnjaka, kao i odabir materijala za njihovu konstrukciju.

Važan uslov pretpostavke homogenosti toplotnog fluksa u mernoj zoni je zadovoljen ako je temperatura na ukupnoj površini tople i hladne ploče ravnomerna. Takođe, uniformna temperaturna raspodela na ovim površinama rezultiraće manjoj mernoj nesigurnosti kod merenja temperature. Dakle, postizanje što bolje temperaturne uniformnosti ovih površina je vodeći zahtev u procesu projektovanja grejača i hladnjaka.

Najpre je bitno izabrati odgovarajući materijal za izradu ovih delova, za šta su najpogodniji metali visoke toplotne provodnosti. Još jedan bitan parametar prilikom izbora materijala je i njegova specifična toplota čija vrednost utiče na brzinu postizanja stacionarnog stanja, tako da materijali malih vrednosti specifične toplote povećavaju vreme odziva. Pored toga, na vreme odziva utiče i debljina materijala. Deblja ploča povećava vreme potrebno za postizanje stacionarnog stanja, ali istovremeno poboljšava temperaturnu uniformnost. Dakle, prilikom projektovanja grejača i hladnjaka potrebno je pronaći balans između ovih zahteva.

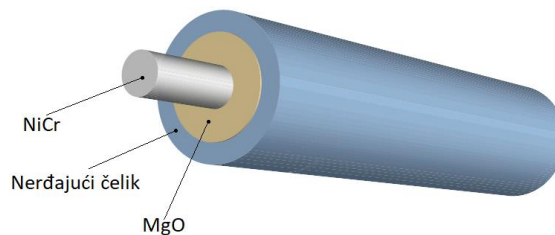
Takođe, jedan od ključnih zahteva koji se mora poštovati pri razvoju i izradi glavnih delova aparature je što veća planarnost njihovih površina, kako bi se ostvario što bolji kontakt sa uzorkom, a samim tim i smanjio kontaktni termički otpor između uzorka i delova aparature.

4.2.1 Grejači

Struktura grejača je zamišljena kao kombinacija grejnih žica, izolacije i metala. Kao metal optimalnih karakteristika, pristupačne cene i pogodnosti za obradu, za ovu namenu je izabran aluminijum. Za razliku od najčešćih rešenja izrade grejača iz literature, simetrične strukture (gde se grejna žica postavlja u sendvič strukturu između metalnih ploča), ovde je najpre izabran drugačiji pristup. Kako je u sistemu neophodno da sva generisana toplota u glavnom grejaču ide u jednom smeru kroz uzorak ispitivanog materijala, ideja je bila da grejači budu projektovani tako da im gornja strana bude od metala, a donja od nekog izolacionog materijala.

Početna ideja za izbor grejnog elementa grejača je bila tanka kantala žica, koju bi od metalne ploče odvajao izolacioni sloj. Laka savitljivost kantale žice čini je veoma pogodnom za

formiranje proizvoljnih oblika grejača. Kroz 3D simulacije su ispitani različiti dizajni i pronađeni oni optimalni. Međutim, problem je nastao u pronalaženju adekvatnog izolacionog materijala pristupačne cene, zbog čega se odustalo od ovog rešenja. Nakon razmatranja više različitih opcija, za grejne žice je izabran tzv. termokoaks (Sl. 4.5), koji se može direktno utisnuti u metal, jer u sebi sadrži sloj električne izolacije (MgO). Ovakvo rešenje je podrazumevalo projektovanje odgovarajućih oblika i dimenzija žlebova u metalnim pločama za postavljanje otporne grejne žice kako bi se zadovoljio zahtev za što boljom uniformnosti temperaturne raspodele na površinama grejača od interesa.



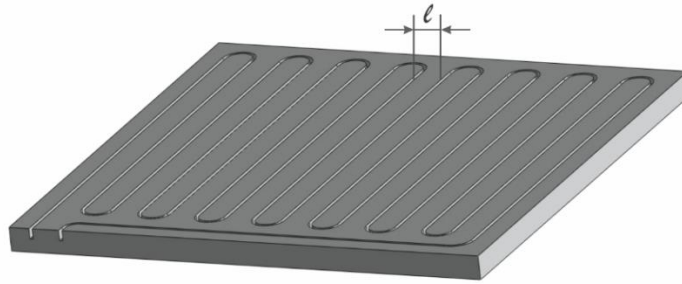
Sl. 4.5- Struktura termokoaks grejne žice

U cilju pronalaženja optimalnog dizajna, kroz 3D FEM simulacije grejača, ispitan je uticaj različitih rasporeda žlebova na uniformnost temperature na površini metalne ploče. Ovde će biti prikazan primer za slučaj glavnog grejača, u kom su simulacije rađene za 3 različita rastojanja između žlebova, l , (Sl. 4.6) i pri tom su poređane dobijene raspodele temperatura na površini.

Simulacije su rađene pod pretpostavljenim idealnim uslovima rada aparature, dakle bez rasipanja snage glavnog grejača, pa su bočne i donja strana grejača toplotno izolovane. Na gornjoj strani grejača, u cilju simulacije prenosa toplote kroz uzorak je primenjena jednačina za prenos toplote konvekcijom. Za vrednost prvog parametra jednačine, koeficijenta prenosa toplote konvekcijom uzeta je recipročna vrednost toplotne otpornosti uzorka ispitivanog materijala. Drugi parametar jednačine, temperatura na kojoj se konvekcija vrši, je zapravo temperatura hladnjaka. U referenci [120] je pokazano da se podešavanjem ovakvih uslova dobija isto rešenje kao u slučaju simulacije realnog sistema od dva tela (grejač i uzorak). Takođe, još jedan od početnih uslova simulacije je i snaga grejača, Q_m , čijom je veličinom određena temperaturna razlika na uzorku.

Kao materijal grejača razmatran je aluminijum, dok je otporna grejna žica u žlebovima predstavljena kao termokoaks, sa električno provodnom žicom od niki-hroma i izolacijom od

magnezijum oksida, dok je uzorak pireks staklo. Vrednosti toplotnih karakteristika razmatranih materijala su uzete iz literature [117]-[119], a u pojedinim slučajevima i iz kataloga proizvođača.



Sl. 4.6- Metalna ploča glavnog grejača sa urezanim žlebovima

Za posmatranu geometriju je definisana mreža konačnih elemenata, pri čemu se za svaki element postavlja sledeća jednačina:

$$\rho c_p = \frac{\partial \nabla T}{\partial t} = \nabla \cdot (\lambda \nabla T) + g \quad (35)$$

gde su ρ i c_p gustina i specifična toplota materijala, λ je toplotna provodnost, a g unutrašnji izvor toplote definisan kao Q_m / V , gde je V zapremina svakog elementa mreže.

Simulacije su vršene za rastojanja između žlebova data u Tabela 2 u kojoj su prikazani i dobijeni rezultati za srednju temperaturu na površini grejača T_{ggs} , minimalnu i maksimalnu temperature površine, T_{max} i T_{min} , kao i standardna devijacija temperature, σ_T .

Tabela 2 Rezultati 3D simulacija temperaturne raspodele na površini glavnog grejača

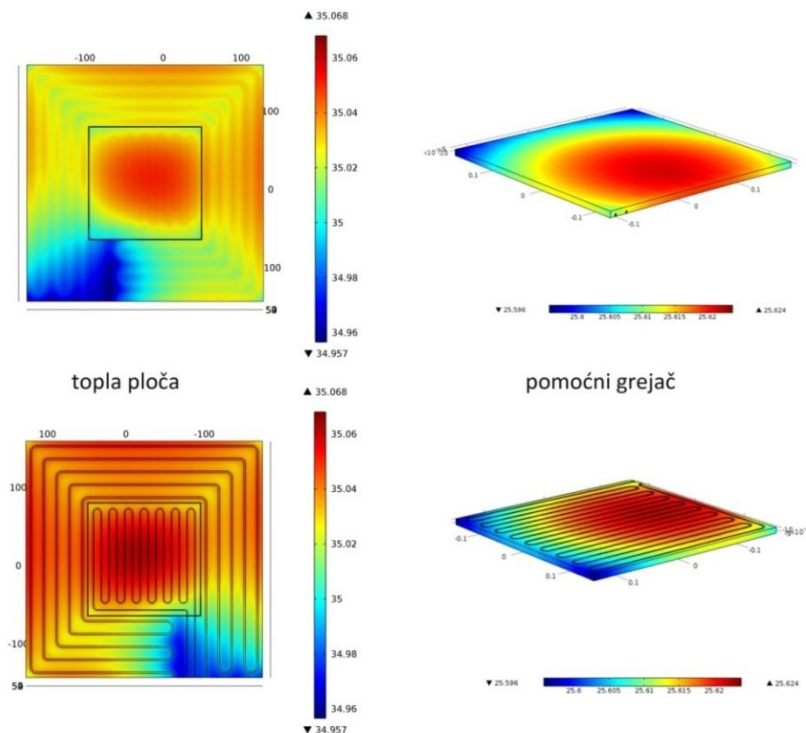
l [mm]	T_{ggs} [°C]	T_{max} [°C]	T_{min} [°C]	σ_T
4.16	35.41	35.44	35.35	0.020
7.6	35.41	35.43	35.37	0.013
10.8	35.41	35.45	35.37	0.021

Iz dobijenih rezultata se vidi da su temperature na površini grejača u sva tri slučaja veoma slične. Tome najviše doprinosi izabrana debljina aluminijumske ploče ($d = 8$ mm), kojom se bez obzira na rastojanje postavljenih žica obezbeđuje uravnotežena raspodela temperature na površini. Za izabranu debljinu je ispitan i vremenski odziv grejača, tj. vreme potrebno za njegovu stabilizaciju, odnosno vreme za koje će vrednosti temperatura na njegovoj površini ući u stacionarno stanje. Simulacija je rađena pri već opisanim uslovima, s jedinom razlikom da su umesto stacionarnih razmatrane vremenski promenljive vrednosti. Rezultati su pokazali da je u

idealnom slučaju rada aparature, koji je zadat preko polaznih uslova simulacije, ovako projektovanom glavnom grejaču potrebno oko 50 min za stabilizaciju temperature.

Pošto je pokazano da za izabranu debljinu aluminijumske ploče i za predloženi oblik rasporeda žice nije bitno njeno međusobno rastojanje, oblik žlebova je projektovan kao optimalno rešenje za praktičnu izradu, gde je $l = 8.6$ mm. Pri tom je u razmatranje uzeta i ukupna dužina žice koja se postavlja, čija vrednost diktira ukupnu otpornost grejača. Potrebna električna otpornost grejnih žica glavnog grejača je određena na osnovu maksimalnog napona napajanja i maksimalne debljine uzorka, kao i opsega toplotne provodnosti koji se može meriti korišćenjem aparature.

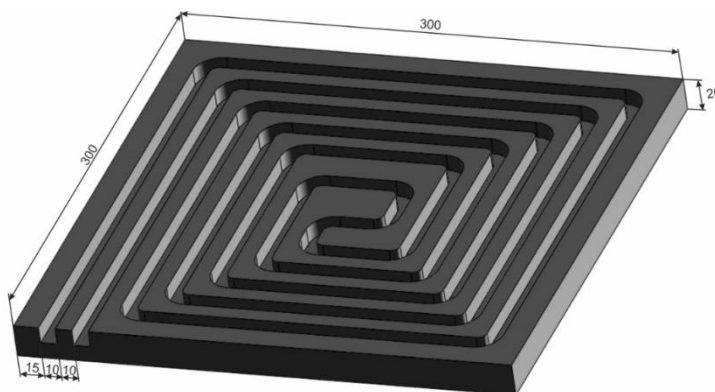
Slična procedura je primenjena i na ostala dva grejača. Na *Sl. 4.7* su prikazane dobijene temperaturne raspodele za toplu ploču i pomoćni grejač, sa prednjih i zadnjih strana, pri idealnim uslovima rada aparature. Iz dobijene raspodele temperature se mogu odrediti i najpogodnija mesta na površini grejača za postavljanje senzora temperature (gde je dobijena najbolja uniformnost). Ovako modelirani grejači su zatim upotrebljeni za razvoj 3D FEM modela kompletne aparature, opisanog u narednom poglavlju 4.3.



Sl. 4.7- Temperaturna raspodela svih grejača sa prednje i zadnje strane pri idealnim uslovima rada aparature

4.2.2 Hladnjak

Hladnjak je projektovan kao metalni blok sa kanalima kroz koje cirkuliše tečnost određene temperature i održava konstantnu temperaturu sa gornje strane uzorka. Kao optimalan materijal za izradu hladnjaka je izabran bakar (sa skoro dva puta većom toplotnom provodnosti od aluminijuma i oko 2.3 puta manjom specifičnom toplotom). Zbog projektovane velike debljine bakarne ploče i dubokih kanala za cirkulaciju tečnosti u obliku dvostruke spirale (Sl. 4.8), smatrano je da će uniformnost na površini od interesa biti više nego zadovoljavajuća, zbog čega nisu vršene FEM simulacije, već su vremenski odziv i temperaturna uniformnost ispitani eksperimentalno.



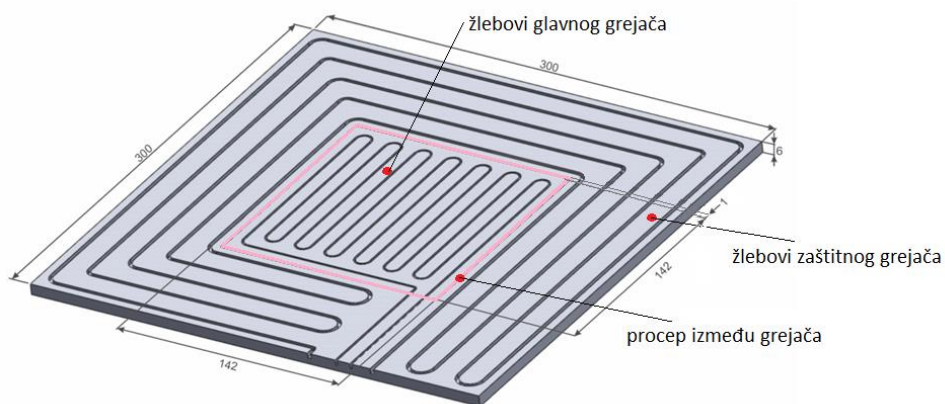
Sl. 4.8- Projektovani hladnjak: metalni blok za urezanim žlebovima za cirkulaciju tečnosti

4.3 3D model aparature

U cilju prevazilaženja ograničenja i nesavršenosti 2D modela, nastala je potreba za 3D modelom aparature. Kako je pregledom dostupne literature ustanovljeno, da zbog raznih ograničenja, najčešće zbog nedostatka kompjuterskih resursa, niko od autora nije formirao ni predstavio 3D model čitavog sistema aparature, tako je razvoj ovog modela postao izazovniji. Model aparature razvijen u ovoj disertaciji je predstavljen i u radu [112] s tim što će ovde biti opisan sa malim izmenama.

Već opisani 2D model aparature i 3D modeli grejača su bili polazna tačka za 3D modelovanje sistema, koje počinje definisanjem strukture aparature, geometrije, dimenzija njenih glavnih delova i odabirom materijala za njihovu konstrukciju. Dakle, ovde su u potpunosti iskorišćeni već formirani modeli optimalno projektovanih grejača. Izgled žlebova i odgovarajuće dimenzije tople ploče date su na Sl. 4.9. Zaštitni i pomoćni grejači su od istog materijala kao i

glavni, čiji je model detaljno opisan u potpoglavlju 4.2.1. Toplotni fluks između glavnog i pomoćnog grejača se meri pomoćnom termobaterijom, koja je modelovana kao plastični disk, prečnika 172 cm i debljine 5 cm, postavljen između dva sloja izolacije od silikonskih ploča, debljine 3 mm. Oko termobaterije se postavlja tzv. maska, iste debljine, 5 cm (*Sl. 4.10*). Maska je modelovana kao amorfnu staklo sa sličnom toplotnom provodnošću kao i plastična termobaterija, čija je toplotna provodnost procenjena na oko 0.9 W/(m·K). Hladna ploča je predstavljena kao homogeni metalni blok fiksne temperature. Ovu aproksimaciju opravdava velika toplotna provodnost bakra, a ujedno i debljina same ploče. Zaštitna izolacija (stiropor, debljine 3 cm) je postavljen oko bočnih strana sklopa, dok je čitava zapremina komore ispunjena perlama od stiropora.



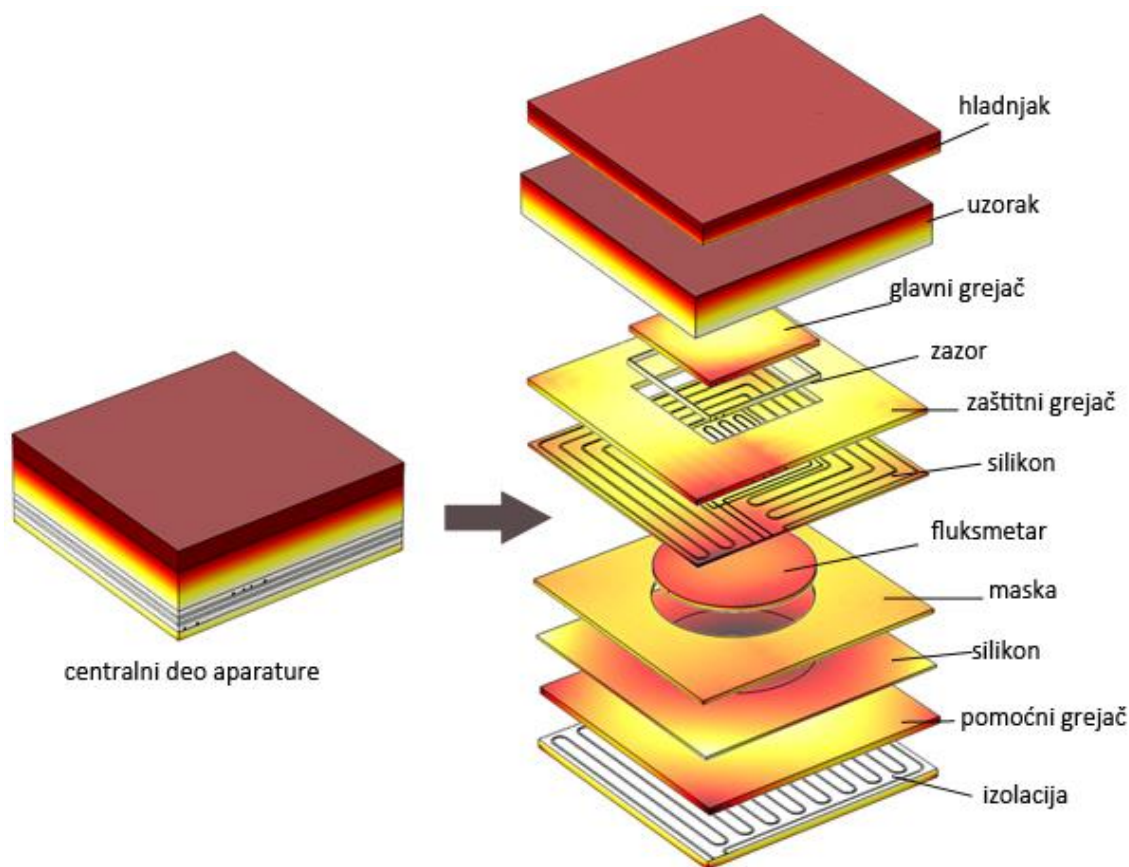
Sl. 4.9- Izgled projektovane tople ploče sa žlebovima za postavljanje otpornih grejnih žica

Kao i u prethodna dva slučaja modelovanja, vrednosti toplotnih provodnosti razmatranih materijala su uzete iz literature [117]-[119], a u pojedinim slučajevima i iz kataloga proizvođača.

Sve grejne žice su definisane kao zasebni izvori toplote. Njihove snage su zadavane po istom principu kao kod 2D modelovanja aparature. Pored temperature hladnjaka, zadaje se i ambijentalna temperatura, kao temperatura spoljnih strana zaštitne komore, izuzev donje strane koja je toplotno izolovana.

Nakon formiranja mreže za čitavu geometriju, jednačina provođenja toplote u stacionarnom stanju je primenjena na svaki element mreže. Kao i u slučaju 2D modelovanja aparature, simulacije su rađene za različite debljine i toplotne provodnosti uzoraka. U svakoj simulaciji, temperatura hladnjaka je bila podešena na 25°C. Snaga glavnog grejača, Q_m , je prilagođavana tako da temperaturna razlika na uzorku ΔT dostigne 10 °C, dok je temperatura

okoline bila 30 °C, kolika je i srednja temperatura uzorka, T_{sr} . Snage zaštitnog i pomoćnog grejača su iterativno podešavane u cilju maksimalne redukcije ukupnog parazitnog fluksa Q_p (koji je računat kao razlika snage glavnog grejača, Q_m , i dobijenog toplotnog fluksa kroz uzorak Q).



Sl. 4.10- Prikaz 3D modela aparature

U Tabela 3 su prikazani rezultati simulacija za tri različite debljine uzorka 10, 50 i 100 mm, različitih toplotnih provodnosti (0.1 W/(m·K), 0.5 W/(m·K), 1.5 W/(m·K) i 5 W/(m·K)). Pored snage glavnog grejača, Q_m , u tabeli su i snaga zaštitnog, P_{zg} , i pomoćnog grejača, P_{pg} , zajedno sa dobijenim vrednostima Q , Q_p i ΔT .

Zanimljivo je primetiti da snaga pomoćnog grejača, P_{pg} , ne varira puno sa promenom toplotne provodnosti uzorka. Pored debljine, na njenu veličinu će uticati i srednja temperatura uzorka (odnosno temperatura tople ploče).

Tabela 3 Rezultati simulacija 3D modela aparature za različite vrednosti debljine, d , i toplotne provodnosti uzoraka, λ

	λ [W/(m·K)]	Q_m [W]	P_{zg} [W]	P_{pg} [W]	Q [W]	Q_p [W]	ΔT [°C]
10 mm	0.1	2.02	6.73	0.57	2.020	3.6E-4	10.02
	0.5	10.1	34.5	0.55	10.099	0.001	10.01
	1.5	30.3	105.4	0.53	30.30	9.1E-4	10.01
	5	101	354	0.53	101.00	9.8E-4	10.01
50 mm	0.1	0.4	1.59	0.19	0.403	-0.003	9.99
	0.5	2.02	7.05	0.21	2.019	0.001	10.01
	1.5	6.06	20.9	0.14	6.061	-0.001	10.01
	5	20.2	68.9	0.15	20.200	7.0E-4	10.01
100 mm	0.1	0.2	0.89	0.21	0.201	-0.001	9.99
	0.5	1	3.64	0.2	1.005	0.005	9.96
	1.5	3.03	10.48	0.21	3.027	0.003	10.00
	5	10.1	34.45	0.21	10.098	0.002	10.01

Poredeći vrednosti iz Tabela 3 sa vrednostima iz Tabela 1 (2D model) prva uočljiva razlika jeste u vrednostima snaga svih grejača koje ovde odgovaraju stvarnim vrednostima eksperimenta. Upravo to omogućava jednostavnu procenu ukupnog parazitnog fluksa u sistemu, što nije slučaj u praksi. Pored toga, ovaj model se može koristiti u sprezi sa eksperimentom kao pomoć za inicijalna podešavanja snaga grejača ili ona naknadna, nakon dostizanja svakog stacionarnog stanja.

U nastavku je objašnjena druga bitna razlika između 2D i 3D modela, koja se ne može direktno uočiti posmatranjem rezultata iz tabela. Ako se na osnovu rezultata simulacija tj vrednosti iz tabela (Q , ΔT , d) korišćenjem jed. (9) izračunava toplotna provodnost λ , jedini preostali nedefinisani parametar je površina merne oblasti, A , odnosno površina kroz koju fluks prolazi. Relacija za njeno izračunavanje, koja se uglavnom koristi u literaturi, a koju takođe preporučuje i standard [39], je:

$$A = A_m + \frac{A_z}{2} \quad (36)$$

gde A_m predstavlja površinu glavnog grejača, a A_z površinu zazora između grejača. Zbog zakrivljenja linija polja toplotnog fluksa pri prelasku iz glavnog grejača u uzorak, stvarna površina se uvećava za polovinu površine zazora ($A_z / 2$).

Pored toga, standard [39] takođe predlaže da se za merenja velike preciznosti, ova *pretpostavljena* relacija naknadno ispita za svaku pojedinačnu aparaturu. Međutim, u pregledanoj literaturi autori se nisu bavili utvrđivanjem uticaja ove relacije na tačnost merenja niti dovodili u pitanje njenu validnost. Jedino je u [97] kroz 2D simulacije pokazano konkretno za razvijenu specifičnu aparaturu da računanje površine na klasičan način (36) može uneti nezanemarljivu sistematsku grešku. Ovaj zaključak je verifikovan kroz eksperimentalna merenja, gde su računanjem površine na uobičajeni način dobijene vrednosti toplotne provodnosti za 3.5 % niže u odnosu na referentne, dok su određivanjem površine primenom posebno razvijene relacije vrednosti toplotne provodnosti bile niže za oko 1.4 % od referentnih.

Prilikom izračunavanja vrednosti Q iz Tabela 1 korišćena je standardna relacija za dobijanje površine. Prikazani rezultati su zadovoljili kriterijum u pogledu ukupne greške merenja fluksa E_Q . Za slučaj da se površina računa samo kao površina glavnog grejača, A_m , (bez drugog člana u (36)), vrednost greške bi bila veća od preporučenih 0.5 %. Iz navedenog se može zaključiti da je u ovim 2D proračunima primena relacije (36) validna.

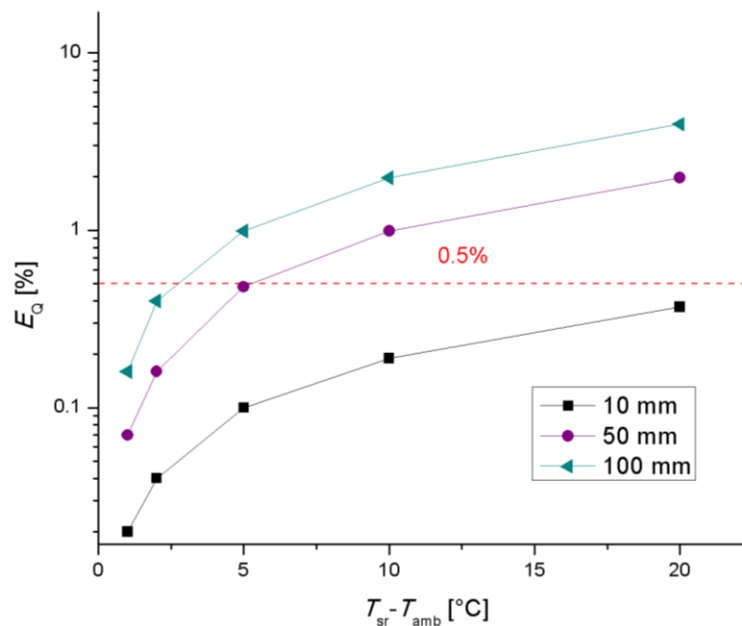
Vrednosti toplotne provodnosti uzorka izračunate na osnovu dobijenih rezultata iz 2D i 3D simulacija, za slučajeve kada se površina A računa iz (36) ili samo kao A_m su prikazane u Tabela 4. Pored njih, data su i njihova relativna odstupanja od stvarne vrednosti toplotne provodnosti λ . Kao što se može videti, dobijene vrednosti su preciznije kada se A računa iz (36) u slučaju 2D problema, dok je u 3D modelu preciznije koristi samo A_m , što se pokazalo pri svim debljinama i toplotnim provodnostima uzorka. Ova razlika se verovatno može pripisati nesavršenosti 2D modela. Zanimljivo je primetiti i da su relativna odstupanja iz tabele 4, mnogo veća u slučaju 3D simulacija, što ukazuje da bi se napravila veća greška ukoliko se površina ne bi računala na adekvatan način. Preostaje još da se ovi rezultati eksperimentalno verifikuju.

Tabela 4 Vrednosti toplotne provodnosti dobijene iz rezultata 2D i 3D simulacija za dva različita pristupa računanja površine merne sekcije

	d [mm]	λ [W/(m·K)]	Q_m [W]	Q [W]	ΔT [°C]	$\lambda_{A_m+A_g/2}$ [W/(m·K)]	λ_{A_m} [W/(m·K)]	$\delta_{\lambda_{A_m+A_g/2}}$ [%]	$\delta_{\lambda_{A_m}}$ [%]
2D	10	0.1	11	11	7.7	0.1	0.1	0	0
	50	5	110	109.94	7.7	4.992	5.027	0.16	0.48
	100	2	22	22.02	7.7	2.00	2.013	0	0.65
3D	10	0.5	10.1	10.099	10.01	0.493	0.50	1.42	0
	50	1.5	6.06	6.056	10.0	1.48	1.50	1.35	0
	100	0.1	0.2	0.201	9.99	0.098	0.1	2.04	0

Pored gore navedenih simulacija, 3D modelom je ispitan uticaj i ambijentalne temperature, T_{amb} na ukupnu grešku merenja E_Q , jer pri većim razlikama T_{amb} od srednje temperature uzorka, T_{sr} , ivični parazitni fluks, Q_u , postaje dominantan posebno za uzorke veće debljine. Simulacije su rađene za slučajeve kada se srednja temperatura uzorka, T_{sr} , razlikuje od T_{amb} za 1 °C, 2 °C, 5 °C, 10 °C i 20 °C. Razmatrane debljine uzorka su 10 cm, 50 cm i 100 cm i toplotne provodnosti 1.5 W/(m·K). Svi parametri su isti kao što je već navedeno, a snage su podešene prema vrednostima iz Tabela 3.

Na Sl. 4.11 su dati rezultati ove analize osetljivosti. Kao što se vidi sa slike, za uzorak debljine 100 mm je neophodno održavati ambijentalnu temperaturu u granicama razlike ± 2 °C od srednje temperature uzorka da bi greška merenja bila ispod 0.5 %. Za duplo tanje uzorke, dovoljna je kontrola od ± 5 °C, dok za uzorke debljine 10 mm nije neophodno usmeriti posebnu pažnju na kontrolu ambijentalne temperature jer je u svim analiziranim situacijama ivični parazitni toplotni fluks veoma mali. Zaključak je da se projektovanom aparaturom za predviđeni opseg debljina uzorka i sa adekvatnom kontrolom T_{amb} mogu postići uslovi merenja gde ivični parazitni toplotni fluks postaje zanemarljiv.



Sl. 4.11- Ukupna greška merenja za različite debljine uzorka pri razlici srednje temperature uzorka od ambijentalne za 1 °C, 2 °C, 5 °C, 10 °C i 20 °C.

5. Realizacija aparature

U ovoj glavi je opisana realizacija delova kompletne aparature čiji je optimalni dizajn dobijen različitim simulacijama opisanim u prethodnoj glavi. Pored opisa realizacije grejača i hladnjaka data je i kompletna slika eksperimentalne postavke aparature. Navedeni su korišćeni senzori i periferni uređaji neophodni za ispravan rad celokupnog sistema. Opisan je i sistem za akviziciju signala, sa kratkim prikazom razvijenog softvera korišćenjem LabVIEW platforme.

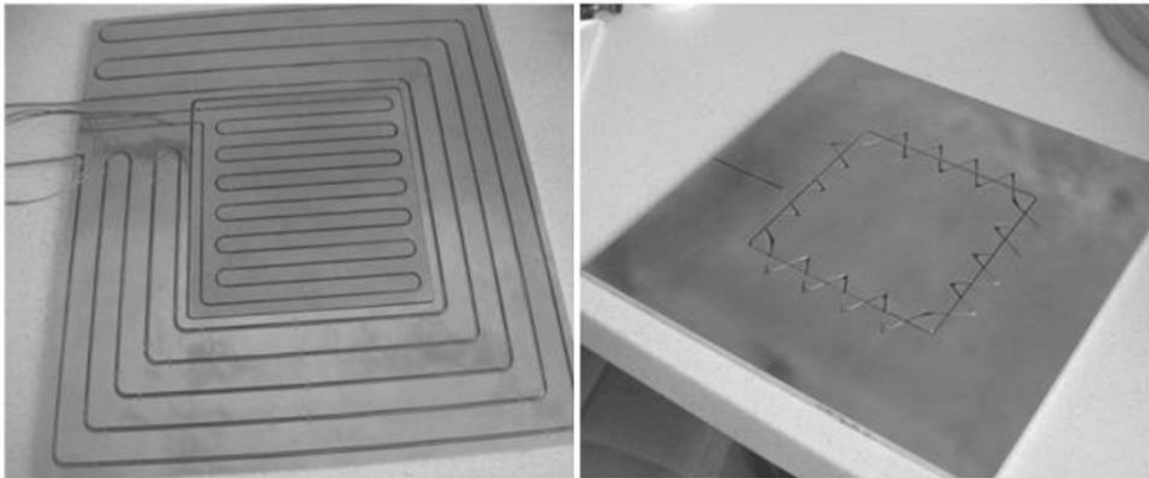
5.1 Izrada glavnih delova aparature

U prvom delu ovog poglavlja opisana je realizacija najbitnijih delova aparature. Pored detaljnog postupka izrade grejača, hladnjaka i centralne konstrukcije aparature, prikazani su i rezultati probnog rada pomoćnog grejača i hladnjaka. U slučaju pomoćnog grejača, urađena je i numerička simulacija njegovog probnog rada i dobijeni rezultati su upoređeni sa rezultatima merenja.

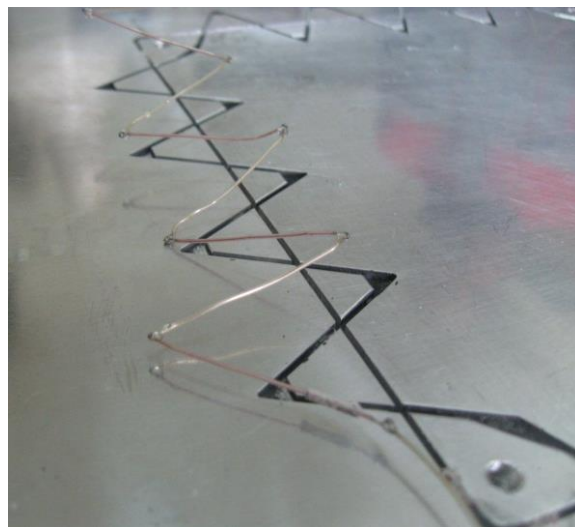
5.1.1 Grejači

Svi grejači u aparaturi su napravljeni na osnovu rezultata simulacija prethodno opisanih modela. Za realizaciju osnove grejnih elemenata tople ploče su upotrebljene ploče od duraluminijuma, debljine 6 mm. Nakon poliranja, u ploče su sa obe strane urezani žlebovi (*Sl. 5.1*) prilagođeni za ugradnju grejnih žica sa donje, odnosno gornje strane glavne termobaterije.

Korišćene grejne žice su proizvođača THERMOCOAX®, podužne električne otpornosti 14 Ω /m za glavni i 6 Ω /m za zaštitni grejač, koje daju ukupnu otpornost ugrađenih grejača od oko 25 Ω i 11 Ω , respektivno. Ukupna otpornost pomoćnog grejača je oko 70 Ω . Sa druge strane, glavna termobaterija je napravljena kao serijska veza termoparova K tipa sa 32 spoja, prečnika žice 0.2 mm (*Sl. 5.2*). Nakon ugradnje pomenutih elemenata, rastojanje između ploča je fiksirano na 1 mm, što je postignuto nanošenjem tankog sloja epoksidne smole na četiri podjednako udaljena mesta između ploča. Na taj način se postigla veća toplotna otpornost procepa, jer su mehanički kontakti između glavnog i zaštitnog grejača svedeni na minimum. Zatim je gornja strana osnovnih ploča pokrivena ispoliranim pločama debljine 2 mm, dok je donja strana zaštićena silikonskom oblogom.



Sl. 5.1- Fotografije gornje strane (desno) i donje (levo)



Sl. 5.2-Fotografija glavne termobaterije i odgovajajućeg žleba

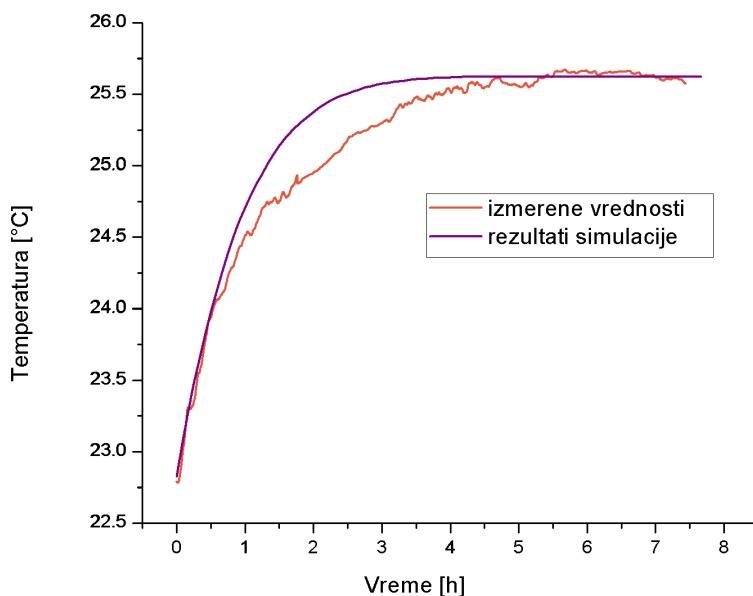
Na sličan način je napravljen i pomoćni grejač. Žlebovi za ugradnju grejne žice su urezani u ploču od duralumina, debljine 8 mm, koja je nakon ugradnje, sa iste strane zaštićena silikonskom pločom.

Nakon realizacije pomoćnog grejača je sproveden eksperiment ispitivanja njegovih performansi, pri uslovima koji se bitno razlikuju od uslova njegove upotrebe u aparaturi. Grejač je tako postavljen na radni sto i na njegovu gornju površinu je nalepljeno pet termoparova K tipa, jedan na sam centar grejača, a ostalih 4 po krajnjim uglovima. Preko njih je postavljena silikonska ploča, koja je postavljena i ispod grejača. Merenja su vršena pri sobnim uslovima,

$T_{\text{amb}} = 22.3 \text{ }^{\circ}\text{C}$, pri zadanom naponu grejača od 10.6 V. Cilj merenja je bio utvrđivanje vremena za koje temperatura na površini grejača ulazi u stacionarno stanje, kao i za koliko se temperature na krajevima razlikuju od centralne.

Pod istim uslovima je urađena i simulacija grejača, analizom razvijenog, već opisanog 3D modela. Vrednost snage otporne žice je podešena kao u eksperimentu (1.65 W). Donja površina grejača je razmatrana kao toplotno izolovana, dok je na gornjoj i bočnim površinama primenjena jednačina za prenos toplote konvekcijom. Za temperaturu na kojoj se konvekcija vrši je uzeta T_{amb} , dok je vrednost koeficijenta prenosa toplote konvekcijom razmatrana isto kao u [120] i bila je $5 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$.

Vrednosti temperature centralnog dela gornje površine grejača u zavisnosti od vremena dobijene u eksperimentu i simulaciji su prikazane na Sl. 5.3. Bilo je potrebno oko 4 h da temperatura dostigne vrednost od $25.6 \text{ }^{\circ}\text{C}$ i uđe u stacionarno stanje, što se pokazalo i eksperimentalnim i numeričkim rezultatima. Takođe, razlika temperatura po površini pomoćnog grejača je bila manja od $0.1 \text{ }^{\circ}\text{C}$ u oba slučaja. Dobrim poklapanjem numeričkih i eksperimentalnih rezultata je izvršena verifikacija numeričkih simulacija.



Sl. 5.3-Uporedni prikaz numeričkih i eksperimentalnih rezultata

5.1.2 Ostali elementi

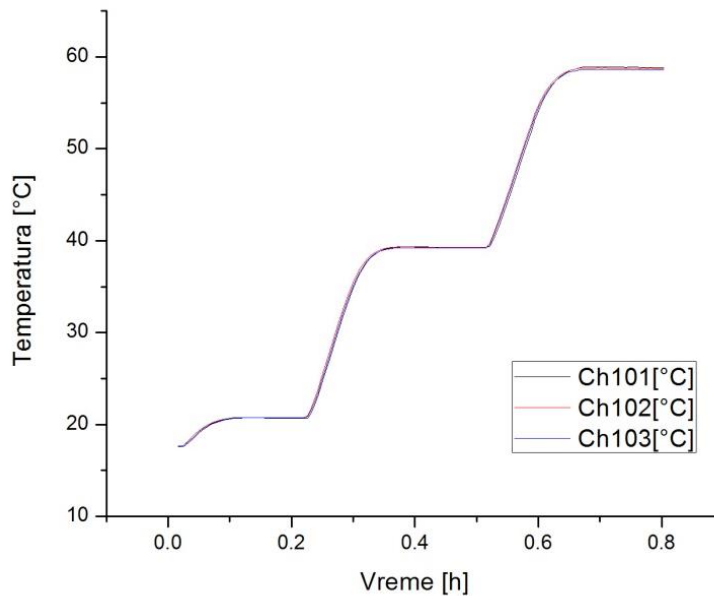
Hladna ploča ili hladnjak je napravljen od bakra koji je izabran zbog svoje velike toplotne provodnosti. Sa jedne strane bakarne ploče, debljine 20 mm, urezani su žlebovi debljine 10 mm u obliku duple spirale (Sl. 5.4) za koju je zatim, korišćenjem epoksidne smole, pričvršćena druga bakarna ploča, debljine 5 mm. Na taj način je napravljen zatvoreni kanal za cirkulaciju rashladne tečnosti radi održanja konstantne željene temperature hladnjaka. Takođe, na hladnjak su montirani posebni nosači koji omogućavaju njegovo vertikalno pomeranje prilikom zamene uzoraka.



Sl. 5.4- Fotografija bakarne ploče sa urezanim žlebovima

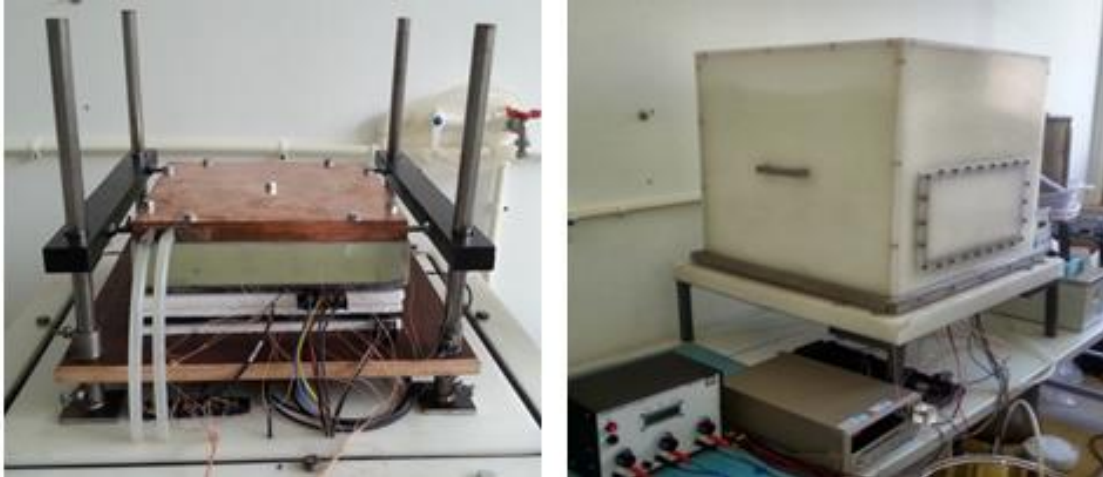
Kako bi se smanjio uticaj emisivnosti na kondukciju toplote kroz uzorak, površine hladnjaka i tople ploče koje su okrenute ka uzorku su premazane tankim slojem koloidnog grafita RUTLAND Flat Black, otpornog do 650 °C.

Nakon realizacije, hladnjak je pušten u probni rad, odnosno izvršena je provera njegovih performansi. Priključen je na cirkulaciono kupatilo, a tri termopara K tipa su nalepljena na njegovu površinu, jedan (sa oznakom Ch102) u centralni deo, a druga dva (sa oznakama Ch101 i Ch103) su postavljena u dijagonalno suprotne uglove. Temperatura kupatila je prvobitno bila podešena na 20 °C, a zatim i na 40 °C i 60 °C, dok je temperatura ambijenta bila 16 °C. Zbog velike toplotne provodnosti bakra, kao i velike zapremine kanala kroz koje voda prolazi u odnosu na ceo hladnjak, stacionarno stanje se uspostavilo za svega 15-ak min (Sl. 5.5). Takođe, temperature na krajevima i u centralnom delu su pokazale jako dobro slaganje.



Sl. 5.5-Izmerene vrednosti temperatura hladnjaka

Centralni deo aparature montiran je na ploči od bakelita, debljine 2 cm, koja je pričvršćena sa četiri cilindrična nosača od nerđajućeg čelika koji ujedno omogućavaju vertikalno pomeranje hladnjaka (Sl. 5.6). Čitava konstrukcija se zatvara posebno dizajniranom zaštitnom komorom od polipropilena, $600 \times 600 \times 600 \text{ mm}^3$. U procesu njenog projektovanja, razmatrana je mogućnost kasnijeg proširenja temperaturnog opsega aparature, gde bi se za merenja ispod temperature tačke rose zaštitna komora ispunjava suvim vazduhom, CO₂ ili drugim gasom, zbog čega je dizajnirana da bude nepropustljiva za gasove. Na donjoj strani komore su napravljeni otvori za uvođenje creva cirkulišuće tečnosti, električnih vodova i senzora. Zapremina komore se ispunjava perlama stiropora, čime se smanjuje konvektivni prenos toplote unutar komore, odnosno, postiže dodatna zaštita centralnog dela aparature od promena ambijentalnih uslova.



Sl. 5.6-Fotografija aparature sa i bez zaštitne komore

5.2 Eksperimentalna postavka

Na *Sl. 5.7* je prikazana uprošćena blok šema kompletne aparature. Njen centralni deo, kao što je već pomenuto, je smešten unutar zaštitne komore na posebno dizajniranom postolju.

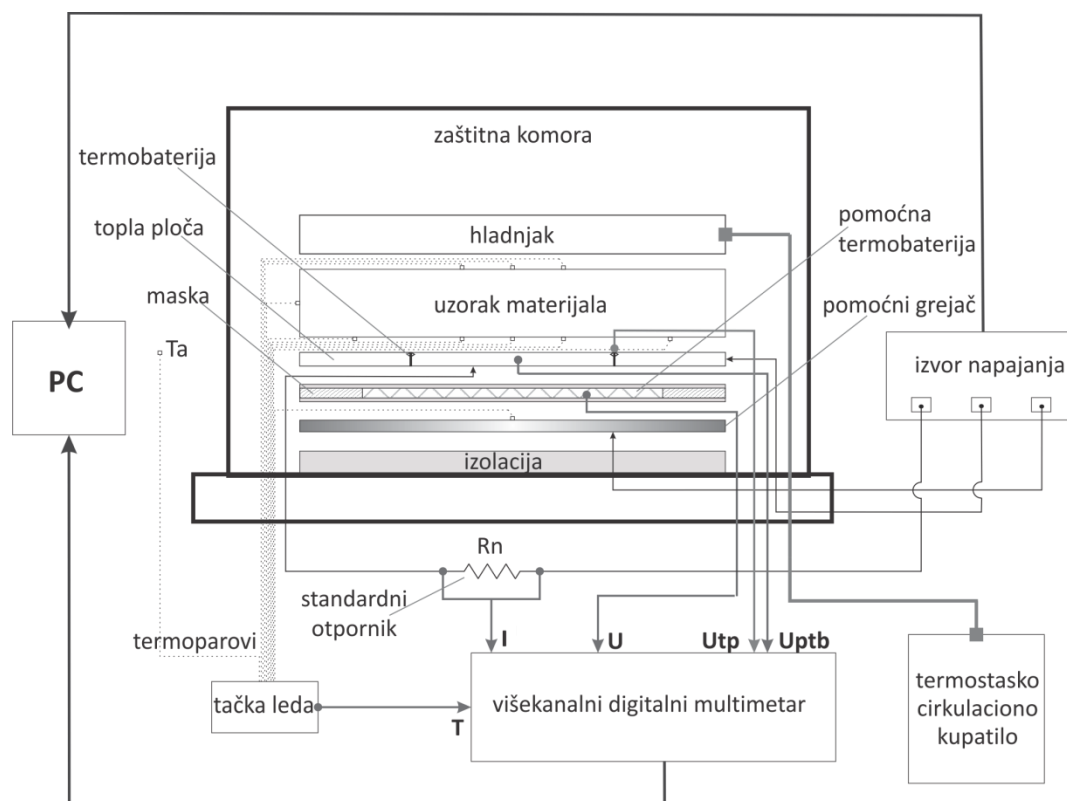
Temperatura hladnjaka se održava konstantnom pomoću cirkulacije rashladne tečnosti iz termostatskog kupatila, model JULABO F34-ED. Njegova stabilnost u temperaturnom opsegu od 10 °C do 50 °C je oko 0.03 °C. Kao rashladna tečnost se koristi etanol ili destilovana voda.

Sa druge strane, konstantna temperatura na površinama sva tri grejača, glavnog, zaštitnog i pomoćnog, se postiže napajanjem pomoću trokanalnog izvora napona [121], maksimalnog napona 30 V i struje 5 A po kanalu. Ovo napajanje je posebno razvijeno da bi se ispunili svi nametnuti zahtevi u postupku projektovanja i realizacije aparature, kao što je odvojeno napajanje sva tri grejača sa mogućnošću komunikacije sa računarom. Opseg napona i struje, odnosno angažovane snage, odabran je prema opsegu potrebnog toplotnog fluksa za ispitivanje materijala različitih toplotnih provodnosti, kao i projektovanom otpornošću grejača. Ovaj laboratorijski prototip je ispitan i verifikovan korišćenjem kalibrisanog digitalnog multimetra visoke preciznosti, model HP3458A, sledivim do SI jedinica električnih veličina.

Između tople i pomoćne ploče se postavljaju dve silikonske obloge unutar kojih je umetnuta pomoćna termobaterija sa odgovarajućom maskom. Kao pomoćna termobaterija se koristi veoma osetljivi fluksmetar oblika diska, proizvođača HUKSEFLUX®, prečnika 172 mm.

Uslov homogenosti toplotnog fluksa kod ove metode podrazumeva pažljiv izbor materijala maske (materijala koji okružuje fluksmetar). Naime, fluksmetar se u toplotnom smislu ponaša kao kompozitni materijal od materijala od kojeg je sačinjeno telo sa toplotnom provodnošću od $0.1 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ do $0.4 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ i aksijalno ugrađenih metalnih termoparskih provodnika sa toplotnom provodnošću od $20 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ do $200 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ tako da je njegova efektivna toplotna provodnost od oko $0.7 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ do $1 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$.

Toplotna provodnost pomoćne baterije je posebno ispitana disk aparaturom razvijenoj u Laboratoriji za termotehniku i energetiku [122]. Na osnovu dobijene vrednosti ($0.9 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$) izabran je materijal maske (prozorsko staklo), čija je toplotna provodnost ($1 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$) ispitana istom metodom.



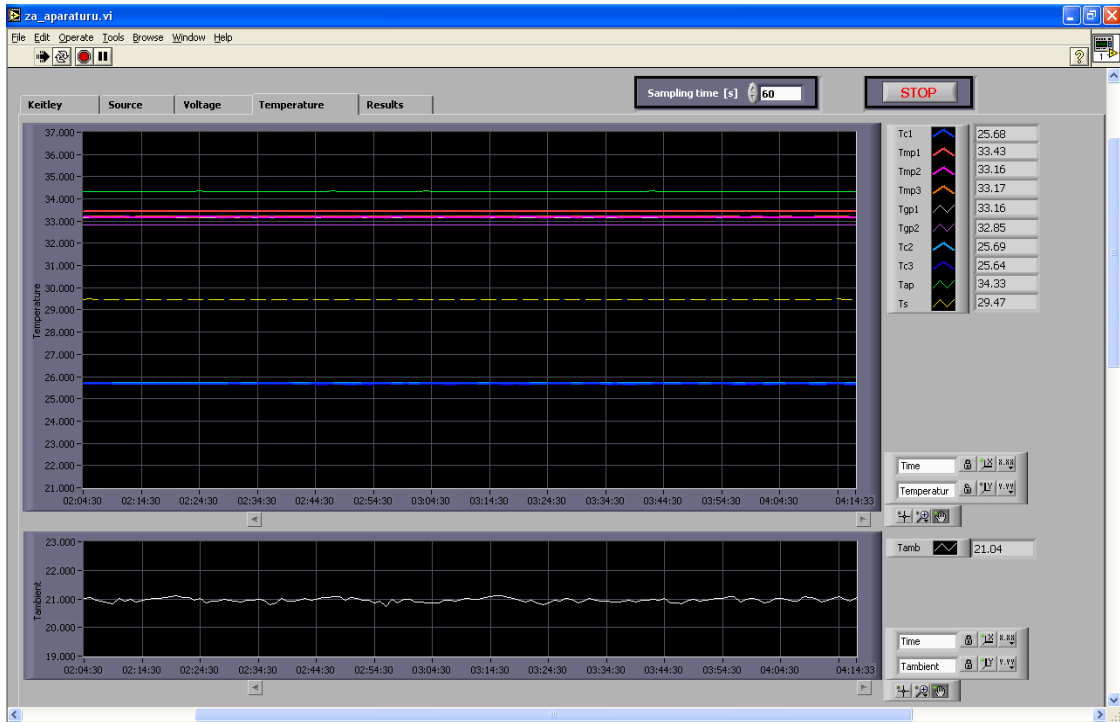
Sl. 5.7- Šematski prikaz aparature

Višekanalnim digitalnim multimetrom, KEITHLEY 2700, mere se svi potrebni električni signali. Pored izlaznog napona obe termobaterije, meri se i napon glavnog grejača, dok se njegova struja određuje preko pada napona na referentnom otporniku od 0.1Ω , model LEEDS & NORTHROP 4360. Temperature tople i hladne strane uzorka se mere termoparovima K tipa,

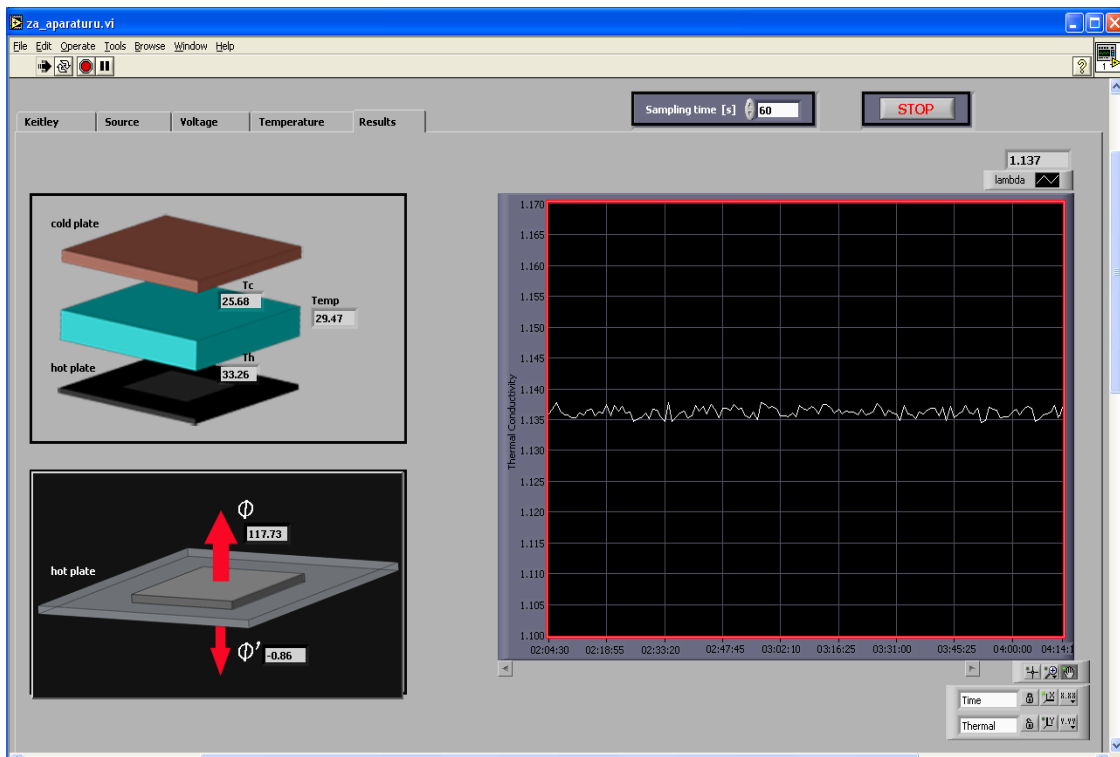
prečnika 0.1 mm, čiji se hladni krajevi drže na temperaturi tačke leda od 0 °C, odnosno u odgovarajućoj mešavini leda i destilovane vode, koja je realizovana prema [123]. Položaj termoparova je skiciran na *Sl. 5.7*. Osim pomenutih, mere se i temperatura bočne strane uzorka, ambijentalna temperatura, koja se mora održavati približno konstantnom, kao i temperatura površine pomoćnog grejača. Svi termoparovi se pre instalacije etaloniraju na temperaturama od interesa. U cilju boljeg termičkog kontakta glava termoparova i uzorka, kao i ostalih delova aparature međusobno, na sve površine od interesa se nanosi tanak sloj glicerina.

Digitalni multimeter i izvor napajanja se povezuju na računar preko serijskih RS-232 portova i RS-232/USB adaptera. Kontrola ovih instrumenata, kao i akvizicija izmerenih vrednosti se ostvaruje pomoću programskog rešenja razvijenog u okviru softverskog paketa LabVIEW, verzija 7.11 [113]. Program omogućuje zadavanje i podešavanje mnogih parametara, kao što su prvenstveno naponi sva tri grejača, čija je promena moguća u proizvoljnom trenutku, zatim brojevi komunikacionih portova na koje su priključeni pomenuti uređaji, vrsta korišćenih termoparova, selekcija kanala na slotu digitalnog multimetra, imena signala, itd. Takođe se unosi i željena vrednost u sekundama za periodu akvizicije koja se može menjati tokom rada programa. Programom se ostvaruje i grafički i numerički prikaz svih izmerenih signala u realnom vremenu, što je veoma značajno kod praćenja procesa merenja i procene stacionarnog stanja, što predstavlja jedan od ključnih kriterijuma završetka merenja.

Na *Sl. 5.8* je tipičan izgled dela primenjenog programskog rešenja koji prikazuje sve temperaturne signale. Izdvojeni donji grafikon prikazuje ambijentalnu temperaturu. Na gornjem grafikonu su uočljive dve grupe signala koje predstavljaju temperature hladne i tople strane uzorka, zatim temperatura površine pomoćnog grejača (zelena linija) i odziv termopara postavljenog na sredini bočne strane uzorka (isprekidana linija). Temperatura tako postavljenog termopara bi trebalo da bude što približnija srednjoj temperaturi uzorka i ukoliko bi se, na primer, javilo značajnije odstupanje to bi ukazivalo na nedovoljnu izolaciju centralnog dela aparature od uticaja ambijentalnih uslova. Sa druge strane, deo programa gde je moguće pratiti srednje vrednosti temperatura hladne i tople strane, srednju temperaturu uzorka, vrednosti toplotnog fluksa sa gornje i donje strane tople ploče, kao i nekorigovanu vrednost toplotne provodnosti ispitivanog materijala su prikazane na *Sl. 5.9*.



Sl. 5.8-Primer primene programa sa prikazanim temperaturnim signalima



Sl. 5.9-Primer primene programa sa prikazanim preliminarnim rezultatima

Realizacijom ovog programa omogućeno je i praćenje eksperimenta na daljinu, odnosno bez fizičkog prisustva operatera, što se u slučaju dugotrajnih merenja, kakva su inače merenja ovom metodom, pokazalo veoma korisno. Realizacija i opis programa dati su u **Prilog** – disertacije.

6. Validacija aparature

U ovoj glavi biće opisan postupak validacije aparature kroz postupak merenja, obrade podataka i procenu merne nesigurnosti, zajedno sa prikazom i analizom dobijenih rezultata.

Validacija realizovane aparature je izvršena korišćenjem sertifikovanog standardnog referentnog materijala od pireks stakla, model BCR-039C, bazne površine $300 \times 300 \text{ mm}^2$, debljine 50 mm, nabavljenog iz Instituta za referentne materijale i merenja (IRMM) iz Belgije. Gornja strana uzorka je specijalno označena, kao i centralni deo kroz koji bi trebalo meriti glavni homogenizovan toplotni fluks. Sertifikovane vrednosti toplotne provodnosti ovog materijala su dobijene na osnovu merenja koja su izvedena u Institutu PTB (The Physikalisch-Technische Bundesanstalt) iz Nemačke [42].

U temperaturnom opsegu od $-75 \text{ }^\circ\text{C}$ do $195 \text{ }^\circ\text{C}$ sertifikovana vrednost toplotne provodnosti λ_{ref} na temperaturama θ je data kao:

$$\lambda_{\text{ref}} = (1.1036 + 1.659 \times 10^{-3}\theta - 3.982 \times 10^{-6}\theta^2 + 6.764 \times 10^{-9}\theta^3) \quad (37)$$

sa mernom nesigurnošću od $\pm 1.7 \%$ u nivou poverenja od 95% .

Standardni referentni materijal se u ovoj disertaciji koristi na način da se vrednosti priložene uz uzorak uzimaju kao referentne u svrhu poređenja, a ne korekcije. Prema tome, umesto prostog oduzimanja konačnih rezultata, poređenje sa referentnim vrednostima daje informaciju koja je osnov za reviziju merne procedure i budžeta nesigurnosti. Rezultat se smatra potpuno zadovoljavajućim ako su vrednosti bliske referentnim u granicama 95% intervala poverenja referentnih vrednosti; zadovoljavajući je kad je ceo 95% interval poverenja obuhvaćen 95% intervalom poverenja korisničke laboratorije; delimično zadovoljavajući je kada se intervali poverenja delimično preklapaju, dok se rezultat smatra nezadovoljavajućim u slučaju nepreklapanja intervala poverenja.

6.1 Merna procedura

U postupku validacije aparature biće uključena i predložena merna procedura, koja zajedno sa obradom podataka obezbeđuje sistematičan pristup korišćenju opisane aparature, prikupljanju eksperimentalnih podataka i određivanju toplotne provodnosti materijala ispitivanih uzoraka.

6.1.1 Opšti postupak merenja

Pre montiranja uzorka i ostalih elemenata eksperimentalnog sklopa, svi termoparovi predviđeni za rad u aparaturi, povezani na karticu multimetra i sa hladnim krajevima na temperaturi tačke leda, su etalonirani na pet temperatura u opsegu od 10 do 50 °C. Njihove kalibracione krive su ubačene u program za akviziciju podataka koji automatski vrši njihovu korekciju. Maksimalna ukupna merna nesigurnost etaloniranja ovakvog sistema je 0.08 °C. Pored toga, multimetar je etaloniran za merenje DC napona, kao i nonijusa za merenje debljine uzorka i poseban termometar kojim se meri temperatura tačke leda.

Pre početka procesa merenja potrebno je postići stabilnost ambijentalne temperature. Pre instalacije uzorka se vrši merenje njegove debljine. Nakon postavljanja uzorka i montiranja komore, kao i njenog punjenja perlama stiropora, uključuje se termostatsko kupatilo i temperatura cirkulacione tečnosti podešava na željenu vrednost. Program za kontrolu i akviziciju podataka se startuje i zadaju se željeni naponi sva tri grejača. Perioda akvizicije se obično podešava na 120 s pa se nakon postizanja stacionarnog stanja smanjuje na 30 s da bi se prikupio dovoljan broj validnih podataka.

Vrednost napona glavnog grejača zavisi od željene temperaturne razlike na uzorku, dok se vrednosti napona zaštitnog i glavnog grejača podešavaju tako da izlazni signali obe termobaterije budu približni nuli. Početne odnosno optimalne vrednosti ovih napona se određuju numeričkim putem uz pomoć 3D modela aparature, čime se znatno skraćuje ukupno vreme trajanja eksperimentalnih merenja.

Vreme stabilizacije sistema odnosno postizanja stacionarnog stanja temperatura u sistemu, kao i odziva termobaterija, zavisi od više faktora i po samom uključanju aparature najčešće iznosi oko 14 h.

6.1.2 Obrada podataka i korekcije

Stacionarno provođenje toplote kroz uzorak se obezbeđuje ravnomernim dotokom toplote iz glavnog grejača i održavanjem konstantne temperature hladnjaka. Nakon dostizanja ravnotežnog stanja, pod pretpostavkom jednodimenzionalnog prenosa toplote kroz uzorak, toplotna provodnost materijala uzorka, λ , se izračunava iz jed. (9). Debljina uzorka d se meri u

više tačkaka i na osnovu izmerenih vrednosti (serije od po N merenja) se izračunava srednja vrednost:

$$d = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N d_i \quad (38)$$

Slično se iz serija od po M merenja izmere širina i dužina glavnog grejača, zatim se nađu njihove srednje vrednosti, pa se izračuna površina A . Kako je u glavi 4 razmatrano pitanje preciznog merenja površine, ovde će kroz eksperimentalne rezultate biti potvrđeni izvedeni zaključci.

Toplotni fluks kroz uzorak Q se na osnovu jednačine (24) izražava kao razlika snage glavnog grejača Q_m i parazitnih toplotnih flukseva (Q' , Q_u , Q_z). U idealnom slučaju, neželjeni fluksevi su zanemarljivi u poređenju sa Q_m , pa se Q prvenstveno određuje kao snaga glavnog grejača, odnosno kao proizvod pada napona na grejaču, U_{gg} , i struje kroz standardni otpornik redno vezan sa grejačem, U_n / R_n :

$$Q = U_{gg} \frac{U_n}{R_n} \quad (39)$$

Vrednosti napona U_{gg} i U_n se tokom ravnotežnog stanja uzimaju u istim intervalima kao i vrednosti temperatura. Ako se za obradu uzima ukupno K vrednosti napona i temperatura, naponi na glavnom grejaču i standardnom otporniku $R_n = 0.1 \Omega$ se računaju kao:

$$U_{gg} = \frac{1}{K} \sum_{i=1}^K U_{gg_i} \quad \text{i} \quad U_n = \frac{1}{K} \sum_{i=1}^K U_{n_i} \quad (40)$$

Kako se temperature i hladne i tople strane uzorka mere u tri tačke, prvo se svaka od njih usrednjava u vremenu iz K očitanih vrednosti u stacionarnom stanju. Zatim se na osnovu njih određuju srednje temperature tople i hladne strane uzorka T_{gs} i T_{hs} čija je razlika zapravo ΔT . Srednja temperatura uzorka, odnosno temperatura na kojoj se određuje toplotna provodnost se računa kao srednja vrednost od T_{gs} i T_{hs} .

Na dobijene vrednosti A i U_{gg} neophodno je primeniti određene korekcije, dok se korekcije za izmerene vrednosti temperatura unose automatski u programu za kontrolu i akviziciju podataka.

Dobijena vrednost površine se mora korigovati, jer su tokom izrade grejača, uglovi metalnih ploča blago zaobljeni, pa površina nije idealni kvadrat. Ovako korigovana vrednost se koristi za izračunavanje toplotne provodnosti za sva buduća merenja. Takođe, korekcije se primenjuju i na izmereni napon U_{gg} , zbog pada napona na konektoru i delu grejne žice od konektora do sredine zazora između glavnog i pomoćnog grejača. Naime, zbog jednostavnije izrade i montaže tople ploče vodovi za merenje napona na glavnom grejaču su postavljeni na grejnu žicu na izlazu iz tople ploče umesto na sredini zazora. Korigovani napon U'_{gg} se tako računa kao

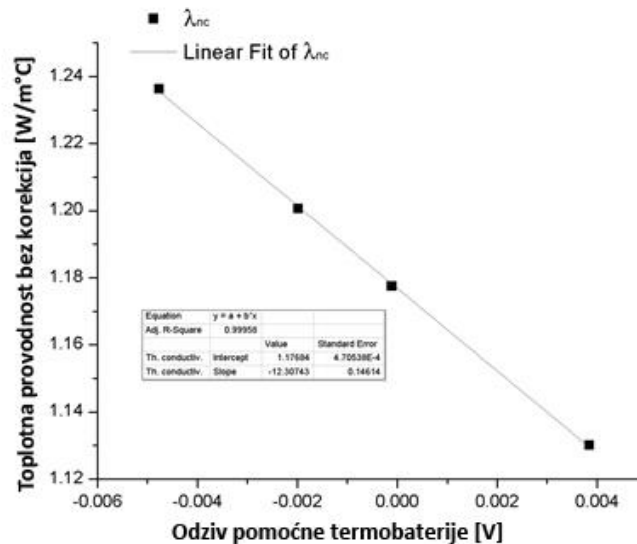
$$U'_{gg} = (U_{gg} - R_k \frac{U_n}{R_n}) \cdot \frac{l_{sz}}{l_k} \quad (41)$$

gde je R_k otpornost konektora, dok su l_{sz} i l_k dužine grejne žice glavnog grejača do sredine zazora, odnosno do konektora.

Najzad, vrednost toplotne provodnosti ispitivanog materijala λ , dobijena jednačinom (9) se takođe mora korigovati jer je izračunata pod pretpostavkom da nema parazitnih flukseva. Međutim, u praksi su ti fluksevi neizbežni, odnosno odzivi termobaterija nikada nisu potpuno jednaki nuli. U cilju eliminisanja njihovog uticaja primenjuje se efikasna eksperimentalna procedura gde se vrše nove serije merenja sa namerno izazvanim većim temperaturnim debalansom. Sličan postupak se sprovodio i ranije u Laboratoriji za termotehniku i energetiku [124].

Naime, temperaturni debalans između glavnog i pomoćnog grejača nastaje povećanjem, odnosno smanjenjem snage pomoćnog grejača, dok su snage ostala dva grejača konstantne, čime se utiče na promenu vrednosti neželjenog toplotnog fluksa Q' (24), a samim tim i odziva pomoćne termobaterije. Na opisan način se dobijaju tri različita slučaja vrednosti odziva pomoćne termobaterije: inicijalna vrednost koja je bliska nuli, kao i vrednosti veće i/ili manje od nje. Toplotna provodnost uzorka se izračunava za sve dobijene slučajeve. Na osnovu tako dobijenih vrednosti, postupkom fitovanja se formira korekciona prava, čija apscisa predstavlja naponske odzive pomoćne termobaterije, dok se ordinati pripisuju odgovarajuće vrednosti toplotne provodnosti. Dobijena zavisnost je linearna i predstavlja osnov za dobijanje potrebnih vrednosti korekcija.

Primer korekzione prave, dobijene na temperaturi uzorka od 40 °C je prikazan na Sl. 6.1. U ovom slučaju je korekciona prava formirana na osnovu četiri vrednosti toplotne provodnosti koje su dobijene za različite vrednosti odziva pomoćne termobaterije. Na ovaj način se može dobiti vrednost toplotne provodnosti kada je odziv termobaterije nula, tj. kada je $Q' = 0$.



Sl. 6.1-Primer korekzione prave

Na sličan način se eliminiše i uticaj Q_z , odnosno formira korekciona prava za različite odzive glavne termobaterije: menjanjem snage zaštitnog grejača pri konstantnim vrednostima snaga ostalih grejača. Konačna vrednost merenja se dobija nakon primene obe opisane korekcije na prvobitnu vrednost toplotne provodnosti.

Treba napomenuti da se ovom korekcionom eksperimentalnom procedurom ne mogu eliminisati neželjeni gubici toplote kroz ivice uzorka, Q_u , jer projektovani sistem ne omogućava direktnu kontrolu temperature spoljne strane uzorka koja bi bila neophodna za sprovođenje takvog ispitivanja. Međutim, kako je pokazano 3D simulacijama u glavi 4, ukoliko se ambijentalna temperatura održava u određenim granicama, ovi gubici se mogu zanemariti. Slično je pokazano i u referenci [44], gde su autori došli do zaključka da se navedeni gubici zanemaruju pri testiranju relativno tankih uzoraka.

6.2 Merna nesigurnost

U svakoj eksperimentalnoj proceduri potrebno je imati proračun merne nesigurnosti bez koje rezultat merenja nije kompletan. Merna nesigurnost se može definisati kao nenegativni

parametar koji karakteriše disperziju vrednosti merene veličine na osnovu korišćenih informacija [125].

Procedura procene merne nesigurnosti pri određivanju toplotne provodnosti materijala različitim aparaturama po metodi jednostrane tople ploče je bila predmet radova više autora [44], [95]. Opisivane procedure su konzistentne sa međunarodnim vodičem „Uputstvo za izražavanje merne nesigurnosti“ GUM (Guide to Expression of Uncertainty in Measurement) [126] i u potpunosti su primenjive za specificirane aparature. U skladu sa GUM-om je vršena procena merne nesigurnosti i u ovom radu.

Na osnovu jednačine (9) kombinovana nesigurnost toplotne provodnosti, u_λ , se može izračunati iz izraza

$$u_\lambda = \sqrt{\left(\frac{\partial \lambda}{\partial d}\right)^2 u_d^2 + \left(\frac{\partial \lambda}{\partial A}\right)^2 u_A^2 + \left(\frac{\partial \lambda}{\partial Q}\right)^2 u_Q^2 + \left(\frac{\partial \lambda}{\partial (\Delta T)}\right)^2 u_{\Delta T}^2 + u_{fit1}^2 + u_{fit2}^2 + u_{rep}^2} \quad (42)$$

gde su u_d , u_A , u_Q i $u_{\Delta T}$ standardne nesigurnosti pojedinačnih parametara pomnožene odgovarajućim koeficijentima osetljivosti. Doprinosi usled odstupanja od fitovanih krivih pri korekcijama usled debalansa između glavnog i pomoćnog, i glavnog i zaštitnog grejača su u_{fit1} i u_{fit2} , dok je u_{rep} doprinos usled reproduktivnosti.

Prema jednačini (42), kombinovana standardna nesigurnost toplotne provodnosti zavisi od standardne nesigurnosti merenja debljine, površine, toplotnog fluksa i razlike temperatura, stoga se glavni izvori nesigurnosti mogu grupisati u tri metrološke kategorije: merenje dužine (za d i A), merenje napona (prilikom određivanja Q) i merenje temperature (ΔT).

6.2.1 Nesigurnost merenja debljine

Prilikom merenja čvrstih, nestišljivih materijala, kao što je slučaj u ovoj analizi, merenje debljine uzorka je znatno pojednostavljeno i ne zahteva *in situ* i ponovljena merenja, pa je samim tim i analiza merne nesigurnosti merenja debljine jednostavnija. Odgovarajuća standardna merna nesigurnost se računa kao

$$u_d = \sqrt{u_{d,A}^2 + u_{d,B}^2} \quad (43)$$

gde se komponenta standardne nesigurnosti tipa A, $u_{d,A}$, računa kao standardno odstupanje srednje vrednosti rezultata merenja (dobijene iz izraza (38)) kao:

$$u_{d,A} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (d_i - d)^2}{N(N-1)}} \quad (44)$$

Sa druge strane, komponenta nesigurnosti tipa B, $u_{d,B}$, je određena iz nesigurnosti iz uverenja o etaloniranju korišćenog mernog instrumenta (nonijusa), uz pridruženu ravnomernu raspodelu. U radnom temperaturnom opsegu aparature efekat toplotne ekspanizije uzorka zanemaruje, ali se na visokim temperaturama razmatra i ulazi u mernu nesigurnost tipa B.

6.2.2 Nesigurnost merenja površine

Za izračunavanje površine kroz koju prolazi jednosmerni toplotni fluks, mere se dužina a_g i širina b_g gornje ploče glavnog grejača. Standardna nesigurnost merenja površine se računa kao

$$u_A = \sqrt{\left(\frac{\partial A}{\partial a_g}\right)^2 u_{a_g}^2 + \left(\frac{\partial A}{\partial b_g}\right)^2 u_{b_g}^2} \quad (45)$$

gde parcijalni izvodi predstavljaju koeficijente osetljivosti, a standardne merne nesigurnosti u_{a_g} i u_{b_g} se računaju na već prethodno opisan način.

6.2.3 Nesigurnost merenja toplotnog fluksa

Toplotni fluks kroz uzorak Q se računa kao snaga glavnog grejača, tj. proizvod napona na grejaču, U'_{gg} , i struje I_{gg} kroz njega, na osnovu čega se kombinovana standardna merna nesigurnost određuje kao:

$$u_Q = \sqrt{\left(\frac{\partial Q}{\partial U'_{gg}}\right)^2 u_{U'_{gg}}^2 + \left(\frac{\partial Q}{\partial I_{gg}}\right)^2 u_{I_{gg}}^2} \quad (46)$$

Kako se napon U'_{gg} računa prema jednačini (41), kombinovana merna nesigurnost za napon se izražava kao

$$u_{U'_{gg}} = \sqrt{c_{U_{gg}}^2 u_{U_{gg}}^2 + c_{R_k}^2 u_{R_k}^2 + c_{U_n}^2 u_{U_n}^2 + c_{R_n}^2 u_{R_n}^2 + c_{l_{sz}}^2 u_{l_{sz}}^2 + c_{l_k}^2 u_{l_k}^2} \quad (47)$$

gde su u_x ($x = U_{gg}, R_k, U_n, R_n, l_{sz}, l_k$) standardne nesigurnosti pojedinačnih parametara pomnožene odgovarajućim koeficijentima osetljivosti. Komponenta tipa A standardne nesigurnosti merenja napona U_{gg} i U_n se računa na uobičajen način, dok u proračun nesigurnosti tipa B ulazi nesigurnost korišćenog mernog instrumenta (digitalnog multimetra). Na sličan način

se računaju i u_{R_k} , $u_{l_{sz}}$ i u_{l_k} , dok se nesigurnost u_{R_n} uzima iz sertifikata o etaloniranju standardnog otpornika. Već izračunate standardne nesigurnosti u_{U_n} i u_{R_k} ulaze i u proračun kombinovane merne nesigurnosti merenja struje:

$$u_{I_{gg}} = \sqrt{c_{U_n}^2 u_{U_n}^2 + c_{R_n}^2 u_{R_n}^2} \quad (48)$$

6.2.4 Nesigurnost merenja temperaturne razlike ΔT

Kako se razlika temperatura na uzorku ΔT računa kao

$$\Delta T = T_g - T_h \quad (49)$$

gde T_g i T_h označavaju srednje vrednosti temperature strane uzorka okrenute ka glavnom grejaču, odnosno ka hladnjaku, sledi da je standardna merna nesigurnost:

$$u_{\Delta T} = \sqrt{u_{T_g}^2 + u_{T_h}^2} \quad (50)$$

Pošto se temperature i hladne i tople strane uzorka mere u po tri tačke (Sl. 5.7), prvo se izračunavaju srednje vrednosti (od serije od K očitavanja) u svakom mernom mestu (T_{g1}, T_{g2}, T_{g3} i T_{h1}, T_{h2}, T_{h3}), kao i njihove merne nesigurnosti. Komponenta tipa A je jednaka standardnom odstupanju srednje vrednosti rezultata merenja, dok mernu nesigurnost tipa B određuje više elemenata. Pored nesigurnosti digitalnog multimetra, u proračun ulaze i nesigurnost poslednjeg etaloniranja termoparova, kao i nesigurnost merenja temperature tačke leda.

Nesigurnosti srednje vrednosti temperature tople strane uzorka u_{T_g} se računa kao (analogno se dobija i u_{T_h})

$$u_{T_g} = \sqrt{\frac{1}{9} u_{T_{g1}}^2 + \frac{1}{9} u_{T_{g2}}^2 + \frac{1}{9} u_{T_{g3}}^2 + u_{T_{gpv}}^2} \quad (51)$$

gde $u_{T_{gpv}}$ predstavlja udeo u nesigurnosti zbog prostorne varijacije temperature na površini glavnog grejača, dok doprinosi $u_{T_{g1,2,3}}$ u sebi imaju udeo vremenske varijacije temperature. Komponenta nesigurnosti $u_{T_{gpv}}$ se računa na osnovu srednjih vrednosti izmerenih temperatura na toploj strani uzorka, a može se izvesti i pomoću FEM simulacija tople ploče.

6.2.5 Ostale komponente nesigurnosti

Za potrebe izrade ove disertacije doprinosi nesigurnosti u_{fit1} i u_{fit2} (42) su određivani prema pojednostavljenoj empirijskoj proceduri, dok je primer egzaktnog izvođenja ovakvih komponenata nesigurnosti dao Ribeiro sa saradnicima [127]. U ovom radu oni su razmatrani kao najveće odstupanje od optimalne prave i uvedeni su u budžet sa pretpostavljenom pravougaonom raspedelom. Komponenta u_{rep} je računata na osnovu rezultata prilikom određivanja reproduktivnosti aparature.

6.2.6 Formiranje kombinovane i proširene nesigurnosti

Standardne nesigurnosti za površinu, debljinu, razliku temperature i toplotni fluks se kombinuju po zakonu propagacije nesigurnosti navedenom u GUMu [126], tj. tako što se množe sa svojim koeficijentom osetljivosti kao u (42). Pojedinačne komponente se izračunavaju na isti način i uvode se u kombinovanu nesigurnost tako da odgovaraju intervalu poverenja širine jedne standardne devijacije Gausove normalne raspodele (faktor obuhvata $k = 1$). Konačan rezultat se množi sa faktorom obuhvata $k = 2$, čime se pokriva interval poverenja od 95%. Zatim se dobijena vrednost zaokružuje na dve značajne cifre i pridružuje rezultatu obrade kao proširena merna nesigurnost.

Primer budžeta merene nesigurnosti određivanja toplotne provodnosti referentnog materijala biće prikazan zajedno sa eksperimentalni rezultatima u potpoglavlju 6.3.4.

6.3 Eksperimentalni rezultati

U ovom poglavlju su prikazani rezultati merenja pri izvođenju validacije aparature. Izvršena su poređenja konačnih rezultata toplotne provodnosti kada se površina kroz koju prolazi toplotni fluks računa na dva načina, slično kao i u numeričkim simulacijama u poglavlju 4.3. Pored toga, izneti su zaključci pri kojim uslovima rada aparature nije neophodno primenjivati korekcije na konačan rezultat. Prikazani su i rezultati merenja pri određivanju reproduktivnosti metode, odnosno preciznosti metode pri uslovima reproduktivnosti koji podrazumevaju različite lokacije, izvršioce, merne sisteme i sl. U posebnom potpoglavlju su prikazani rezultati ispitivanja uticaja kontaktnog toplotnog otpora na rezultate merenja i izvedeni su adekvatni zaključci. Na kraju je dat primer budžeta merne nesigurnosti, pri validaciji aparature na srednjoj temperaturi uzorka od 20 °C.

6.3.1 Rezultati validacije aparature

Tokom procesa validacije aparature merenja su vršena na već opisan način na pet različitim srednjih temperatura uzorka referentnog materijala, tj. na 10 °C, 20 °C, 30 °C, 40 °C i 50 °C. Prateći proceduru, vršene su promene napona pomoćnog grejača u cilju dobijanja parametara za prvu korekciju toplotne provodnosti. U Tabela 5 su prikazane stacionarne vrednosti snage glavnog grejača P , srednje temperature uzorka T_{sr} , ambijentalne temperature T_a , temperaturne razlike na uzorku ΔT , naponskog odziva pomoćne i glavne termobaterije U_{gtb} i U_{ptb} , kao i izračunate nekorigovane vrednosti toplotne provodnosti λ_{nk} prilikom određivanja prve korekcionne prave na svim radnim temperaturama. Rezultati dati u tabeli su dobijeni usrednjavanjem oko 100 izmerenih vrednosti za vreme stacionarnog stanja. Na sličan način su dobijene i vrednosti za formiranje druge korekcionne prave, menjanjem napona zaštitnog grejača, odnosno variranjem odziva glavne termobaterije, pri konstantnim ostalim veličinama.

Tabela 5 Stacionarne vrednosti prilikom određivanja prve korekcionne prave

P [W]	T_{sr} [°C]	T_a [°C]	ΔT [°C]	U_{ptb} [V]	U_{gtb} [V]	λ_{nk} [W/(m·K)]
3.60	10.20	15.44	8.01	0.0016	-5.615E-5	1.076
	10.23	17.30	8.05	0.0019	-5.970E-5	1.073
	10.24	17.31	8.08	0.0023	-5.782E-5	1.067
3.67	19.98	20.89	7.75	-0.0015	9.153E-6	1.139
	20.03	20.77	7.77	-8.025E-4	2.337E-6	1.134
	20.18	21.34	7.94	0.0012	5.109E-6	1.112
3.62	29.57	27.57	7.61	3.920E-4	-2.833E-7	1.143
	29.68	27.91	7.70	0.0018	-5.741E-7	1.129
	29.70	27.80	7.77	0.0030	9.464E-7	1.118
3.67	39.49	24.25	7.09	-0.0035	1.119E-4	1.246
	39.61	23.97	7.26	-0.0012	1.031E-4	1.216
	39.77	22.83	7.46	0.0016	1.099E-4	1.181
3.58	48.82	26.07	6.32	-0.009	1.643E-4	1.359
	49.27	23.49	6.96	-0.002	1.414E-4	1.235
	49.38	25.05	7.12	0.001	1.605E-4	1.205

U cilju provere izvedenih zaključaka iz poglavlja 4.3, konačna vrednost toplotne provodnosti je računata korišćenjem dve različite vrednosti površine kroz koju fluks prolazi A_m

(λ_{Am}) i A ($\lambda_{Am+Ag/2}$) (izraz (36)). U Tabela 6 su prikazani dobijeni rezultati na datim srednjim temperaturama uzorka T_{sr} zajedno sa referentnim vrednostima toplotne provodnosti λ_{ref} . Takođe su navedena i relativna odstupanja dobijenih vrednosti toplotne provodnosti od referentne vrednosti λ_{ref} .

Kako je pokazano rezultatima 3D simulacija da je u slučaju razvijene aparature površinu merne sekcije preciznije računati samo kao površinu glavnog grejača, tako je potvrđeno i eksperimentom. Na to nam ukazuju relativna odstupanja iz Tabela 6, koja su višestruko puta veća u slučaju računanja površine na klasičan način.

Tabela 6 Konačne vrednosti toplotne provodnosti za dva različita pristupa računanja površine merne sekcije

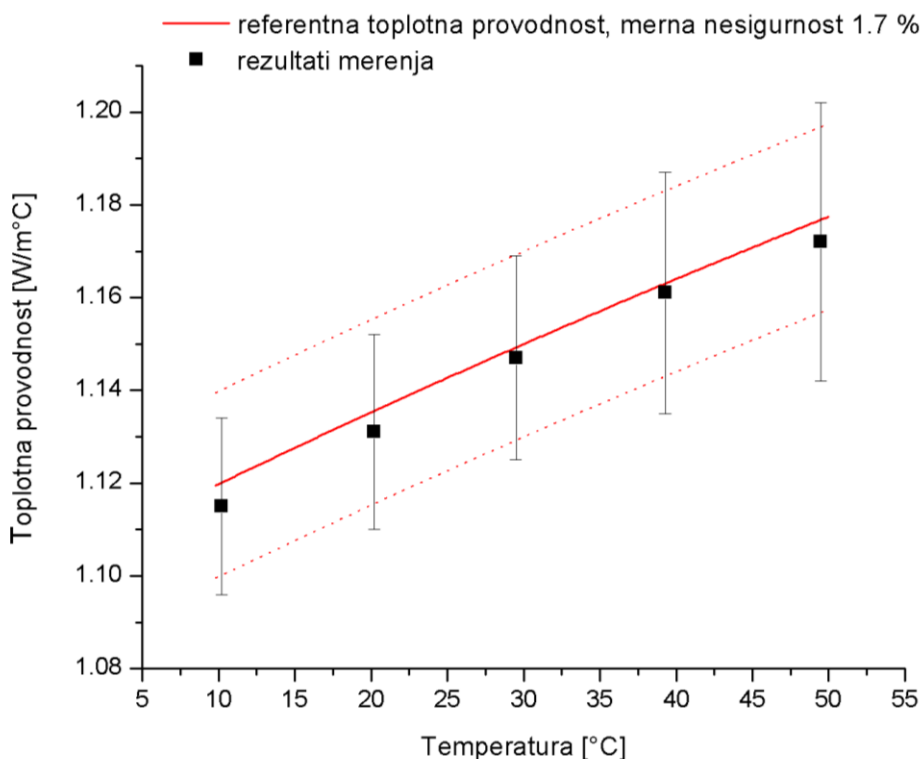
T_{sr} [°C]	λ_{ref} [W/(m·K)]	$\lambda_{Am+Ag/2}$ [W/(m·K)]	λ_{Am} [W/(m·K)]	$\delta_{\lambda_{Am+Ag/2}}$ [%]	$\delta_{\lambda_{Am}}$ [%]
10.22	1.120	1.096	1.115	2.19	0.45
20.06	1.135	1.112	1.131	2.07	0.35
29.65	1.150	1.127	1.146	2.04	0.35
39.62	1.164	1.142	1.161	1.93	0.26
49.16	1.176	1.152	1.172	2.08	0.34

Konačno, obradom snimljenih signala, primenom opisanih korekcija i računanjem površine na gore pomenuti zaključan način dobijeni su konačni rezultati sa pripadajućom ukupnom mernom nesigurnošću ($k = 2$) koji su prikazani u Tabela 7 i na *Sl. 6.2* zajedno sa vrednostima toplotne provodnosti korišćenog standardnog referentnog materijala. Sa slike se vidi da su dobijene vrednosti toplotne provodnosti bliske referentnim i u okviru opsega referentne merne nesigurnosti što ukazuje na uspešnost izvedene validacije.

Tabela 7 Konačne vrednosti rezultata validacije aparature

T_{sr} [°C]	λ [W/(m·K)]	U_{λ} [W/(m·K)]	U_{λ} [%]
10.22	1.115	0.019	1.7
20.06	1.131	0.021	1.9
29.65	1.146	0.022	1.9
39.62	1.161	0.026	2.2
49.16	1.172	0.030	2.6

Kao što se može uočiti iz Tabela 7, vrednosti proširene merne nesigurnosti se povećavaju sa porastom srednje temperature uzorka čemu su najviše doprinele komponente nesigurnosti zbog korekcija usled odstupanja od fitovanih krivih pri debalansu između glavnog i pomoćnog i glavnog i zaštitnog grejača, u_{fit1} i u_{fit2} . Njihov rast na višim temperaturama se može pripisati većem rasturanju rezultata zbog pojave parazitnog fluksa kroz ivice uzorka koji je posledica veće razlike srednje temperature uzorka i temperature ambijenta. Sve to ukazuje da se nekim narednim unapređenjem aparature mora obezbediti bolja kontrola ambijentalnih uslova ili omogućiti podešavanje temperature unutar zaštitne komore. Pored toga, sa porastom temperature raste i doprinos nesigurnosti usled reproduktivnosti aparature, što je takođe uticalo na dobijene rezultate.



Sl. 6.2- Rezultati validacije

Osenčene vrednosti nekorigovane toplotne provodnosti λ_{nk} iz Tabela 5 su upoređene sa konačnim rezultatima λ iz Tabela 7 kao i sa referentnim vrednostima uzorka (Tabela 8), koje se odnose na iste srednje temperature uzorka. Data su i relativna odstupanja nekorigovanih od referentnih vrednosti $\delta_{\lambda_{nk}}$, kao i konačnih od referentnih δ_{λ} , koja su u slučaju $\delta_{\lambda_{nk}}$ manja ukoliko je manja razlika ambijentalne i srednje temperature uzorka.

Tabela 8 Poređenje nekorigovanih i konačnih vrednosti toplotne provodnosti

T_{sr} [°C]	T_a [°C]	λ_{ref} [W/(m·K)]	λ_{nk} [W/(m·K)]	λ [W/(m·K)]	$\delta_{\lambda,nk}$ [%]	δ_{λ} [%]
20.0	20.8	1.135	1.134	1.131	0.09	0.35
29.6	27.6	1.149	1.143	1.146	0.52	0.26

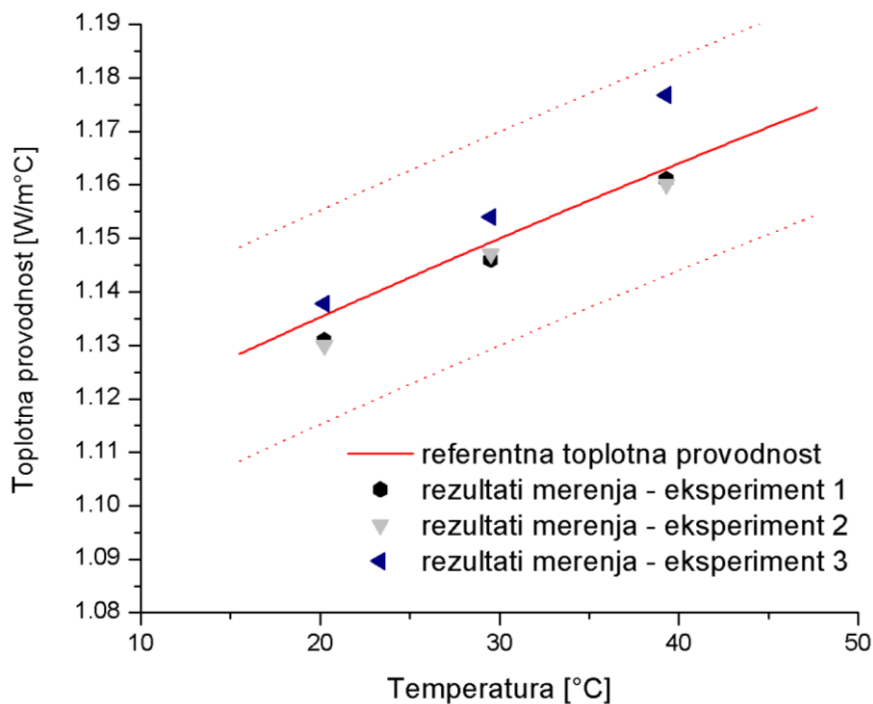
Iz gore navedenog se može zaključiti da ukoliko je aparatura inicijalno podešena da odziv glavne termobaterije bude reda veličine 10^{-6} ili manje, a pomoćne termobaterije reda 10^{-4} ili manje, pri ambijentalnoj temperaturi koja ne odstupa više od 2 °C od srednje temperature uzorka, uticaj parazitnih flukseva na konačnu vrednost toplotne provodnosti se može zanemariti pa se opisane korekcije mogu izbeći. Na ovaj način se merenje značajno skraćuje, tj. može trajati i do četiri puta kraće na jednoj srednjoj temperaturi uzorka. Samim tim i obrada dobijenih signala postaje daleko jednostavnija, kao i proračun merne nesigurnosti.

6.3.2 Reproductivnost

U cilju određivanja reproductivnosti aparature odnosno njene preciznosti pod uslovima reproductivnosti merenja izvedene su još dve serije eksperimenata na istom referentnom uzorku i na tri različite srednje temperature od 20 °C, 30 °C i 40 °C. Radi uspostavljanja uslova reproductivnosti merenja aparatura je nakon nekog vremenskog intervala rasklopljena i kompletno premeštena u novu prostoriju (uzorak je takođe bio sklonjen i ponovo montiran), a za poslednju seriju merenja vraćena na prvobitnu lokaciju. Pri izvođenju merenja, korišćena je i drugačija oprema, kao što je npr. slučaj sa termostatskim kupatilom. Dobijeni rezultati su prikazani u Tabela 9 i na Sl. 6.3 iz kojih je dobijena reproductivnost od ± 1.3 % na temperaturama od 20 °C i 30 °C i ± 1.7 % na temperaturi od 40 °C. Razlike u merenjima manje od 2 % se mogu zanemariti, kako je naznačeno u referenci [40].

Tabela 9 Rezultati pri određivanju reproductivnosti merenja

	eksperiment 1	eksperiment 2	eksperiment 3
T_{sr} [°C]	λ_1 [W/(m·K)]	λ_2 [W/(m·K)]	λ_3 [W/(m·K)]
~20.0	1.131	1.130	1.138
~30.0	1.146	1.147	1.154
~40.0	1.161	1.160	1.177



Sl. 6.3- Rezultati pri određivanju reproduktivnosti merenja

6.3.3 Uticaj kontaktnog toplotnog otpora na rezultate merenja

Kod primenjene eksperimentalne metode, uticaj konačnog toplotnog otpora na kontaktima između uzorka i ostalih delova aparature može biti značajan, odnosno može uneti relativno veliku neodređenost prilikom izračunavanja toplotne provodnosti. Ovaj problem je naročito izražen kada je kontaktna površina ispunjena vazduhom, za koji je poznato da je loš provodnik toplote. U tom slučaju se dejstvom spoljašnje mehaničke sile i/ili ispunjavanjem kontaktne površine materijalom (najčešće fluidom) veće toplotne provodnosti može znatno umanjiti efekat uticaja konačnog toplotnog otpora na krajnje rezultate merenja.

Pored toga što su glavni delovi aparature dizajnirani i napravljeni da imaju što veću planarnost, na nekim mestima se na njihovim dodirnim površinama javljaju vazdušni čepovi. Oni mogu nastati i zbog merenja temperatura na toplim i hladnim stranama uzorka, zbog konačnih dimenzija glava i vodova termoparova.

Uticaj postojećeg kontaktnog termičkog otpora na dodirnim površinama uzorka i grejača, odnosno uzorka i hladnjaka, kao i ostalih delova aparature se umanjuje nanošenjem tankog sloja

kontaktnog medijuma, kao što je npr. glicerina čija je toplotna provodnost višestruko veća od toplotne provodnosti vazduha.

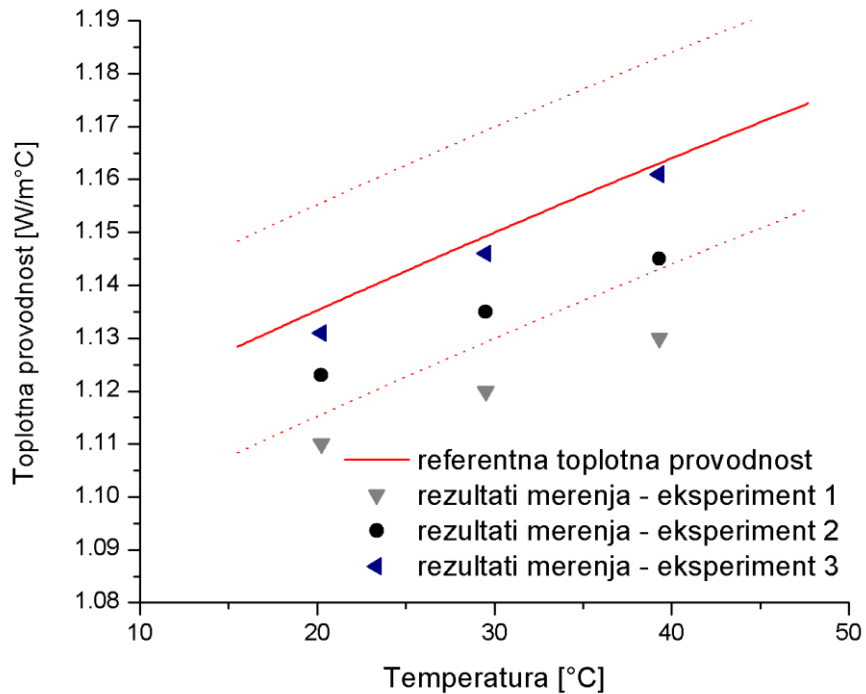
Prilikom izvođenja eksperimenata izvršeno je i ispitivanje uticaja kontaktnog otpora na konačne rezultate toplotne provodnosti. U Tabeli 10 i na Sl. 6.4 su prikazani rezultati iz tri različita eksperimenta zajedno sa referentnim vrednostima toplotne provodnosti. Prvo merenje je vršeno kada je sloj glicerina (zapremine oko 5 ml) postavljen samo na hladnoj i toploj strani uzorka, tačnije na dodirnim površinama uzorka i silikona na koje su nalepljeni termoparovi. U drugom eksperimentu sloj glicerina (zapremine 6 ml) je nanosen između svih vertikalnih delova aparature, dok je u trećem merenju količina glicerina na svim dodirnim površinama povećana na 10 ml. U sva tri slučaja je na hladnjak postavljen teg od 13 kg, čime se dodatno uticalo na smanjenje kontaktnog otpora.

Tabela 10 Rezultati pri ispitivanju kontaktnog otpora

	eksperiment 1	eksperiment 2	eksperiment 3	referentne vrednosti
T_{sr} [°C]	λ_1 [W/(m·K)]	λ_2 [W/(m·K)]	λ_3 [W/(m·K)]	λ_{ref} [W/(m·K)]
~20.0	1.112	1.123	1.131	1.135
~30.0	1.120	1.135	1.146	1.150
~40.0	1.128	1.145	1.161	1.164

Poređenjem dobijenih rezultata sa referentnim vrednostima na svim radnim temperaturama se može izvesti zaključak da je za uspešno merenje neophodno umanjiti kontaktni otpor na svim dodirnim površinama u sklopu aparature nanošenjem sloja glicerina, a isto tako je i potrebno pronaći pravu meru primenjenog glicerina.

Pored ovih, izvršeno je i merenje bez nanošenja slojeva glicerina i bez dodatnog mehaničkog pritiska na srednjoj temperaturi uzorka od oko 40 °C. Tada je dobijena vrednost toplotne provodnosti od 1.05 W/(m·K), što je bilo za skoro 10 % manje od rezultata u trećem eksperimentu, što je opet pokazalo očekivan visok uticaj nesmanjenog kontaktnog otpora na vrednost toplotne provodnosti.



Sl. 6.4- Rezultati pri ispitivanju kontaktnog otpora

6.3.4 Primer budžeta merne nesigurnosti

Primer budžeta merene nesigurnosti kod određivanja toplotne provodnosti referentnog materijala tokom procesa validacije i na srednjoj temperaturi uzorka od 20 °C je prikazan u Tabela 11. Forma tabele odgovara preporučenom izgledu budžeta nesigurnosti kao u [126].

Prve tri kolone predstavljaju veličinu, opis i vrednost rezultata merenja ili obrade. U koloni „standardna devijacija“ se pored vrednosti standardne devijacije merenja mogu naći i devijacije rezultata obrade kao i nesigurnosti etaloniranja. Zatim sledi kolona sa prikazom merne jedinice opisane veličine. U sledećoj koloni se unosi pretpostavljena funkcija raspodele verovatnoće (normalna, pravougaona, trougaona itd.) kojoj odgovara vrednost multiplikativnog faktora iz naredne kolone „koeficijent osetljivosti“. U slučaju izračunavanja vrednosti na osnovu ulaznih veličina, koeficijent osetljivosti odgovara vrednostima parcijalnih izvoda, kao što je slučaj u (42).

Na kraju se proširena nesigurnost dobija množenjem sa dvostrukom standardnom nesigurnošću, koja se za svaku veličinu računa kao kvadratna suma pojedinačnih komponenti standardne nesigurnosti u istoj koloni.

Tabela 11 Primer budžeta merne nesigurnosti

Veličina	Opis	Vrednost	Stand. dev.	Jedin.	Raspodela	Koef. osetlj.	Stand. nesig.	Prošir. nesig.
d_m	debljina uzorka, mereno	48.28	2.34E-02	mm	normalna	1	0.023	
dd_{instr}	nesigurnost etaloniranja merila duzine	0.00	2.0E-02	mm	pravougaona	$1/\sqrt{3}$	0.012	
d	debljina uzorka	48.28		mm			0.026	0.052
$a_{m,m}$	dužina merne zone, mereno	142.0	0.154	mm	normalna	1	0.154	
da_{instr}	tačnost instrumenta	0.0	0.1	mm	pravougaona	$1/\sqrt{3}$	0.058	
a_m	dužina merne zone	142.0		mm			0.164	0.329
$b_{m,m}$	širina merne zone, mereno	142.0	0.154	mm	normalna	1	0.154	
db_{instr}	tačnost instrumenta	0.0	0.1	mm	pravougaona	$1/\sqrt{3}$	0.058	
b_m	širina merne zone	142.0		mm			0.164	0.329
$A_{m,m}$	površina merne zone, mer.	20164.00		mm ²			33.028	
δA_m	korekcija zbog loše mašinske obrade	-63.73		mm ²			4.0E-03	
A	korigovana površina merne zone	20100.27		mm²			40.522	81.045
$U_{gg,m}$	napon gl. grejača, mereno	10.504	1.58E-04	V	normalna	1	1.58E-04	
$dU_{gg,acc}$	tačnost instrumenta	0.00	1.50E-04	V	pravougaona	$1/\sqrt{3}$	8.66E-05	
U_{gg}	napon gl. grejača	10.504		V			1.80E-04	3.6E-04
$U_{n,m}$	napon na standardnom otporniku, mereno	0.038	7.32E-06	V	normalna	1	7.32E-06	
$dU_{n,acc}$	tačnost instrumenta	0.00	2.85E-06	V	normalna	$1/\sqrt{3}$	1.64E-05	
U_n	napon na standardnom otporniku	0.038		V			1.58E-05	3.2E-05
R_n	otpornost stand. otpornika iz Uverenja	0.0999885	2.0E-05	Ω	normalna	1	2.0E-05	4.1E-05
$l_{sz,m}$	dužina žice gl. grejača, mereno	1.897	4.0E-03	m	normalna	1	4.0E-03	
dl_{inst}	tačnost instrumenta	0.0	1.0E-03	m	pravougaona	$1/\sqrt{3}$	5.7E-4	
l_{sz}	dužina žice gl. grejača	1.897					4.04E-03	8.1E-03
$l_{k,m}$	ukupna dužina žice, mereno	2.084	5.0E-03	m	normalna	1	5.0E-03	
dl_k	tačnost instrumenta	0.0	1.0E-03	m	pravougaona	$1/\sqrt{3}$	5.7E-04	
l_k	ukupna dužina žice	2.084		m			5.03E-03	0.010
$R_{k,m}$	otpornost konektora, mer.	0.07	3.71E-05	Ω	normalna	1	3.71E-05	
dR_k	tačnost instrumenta	0.0	7.0E-04	Ω	pravougaona	$1/\sqrt{3}$	4.04E-03	
R_k	otpornost konektora	0.07		Ω			4.06E-03	8.1E-03
I_{gg}	struja gl. grejača	0.385		A			1.93E-03	3.8E-03
U'_{gg}	korigovani napon g.grejača	9.537		V			0.022	0.04
Q	snaga glavnog grejača	3.671		W			8.7E-03	0.017
$T_{h1,m}$	temperatura hladne	16.13	6.82E-03	°C	normalna	1	0.007	

Veličina	Opis	Vrednost	Stand. dev.	Jedin.	Raspodela	Koef. osetlj.	Stand. nesig.	Prošir. nesig.
	strane uzorka u tački 1							
dT_{h1}	tačnost instrumenta	0.0	1.0E-01	°C	pravougaona	$1/\sqrt{3}$	0.058	
dT_{h1et}	nesigurnost poslednjeg etaloniranja	0.0	4.0E-02	°C	normalna	1	0.040	
dT_{h1vv}	vremenska varijacija temperature	0.0	1.49E-02	°C	normalna	1	0.015	
T_{h1}	temperatura hl. strane 1	16.13		°C			0.072	0.144
$T_{h2,m}$	temperatura hladne strane uzorka u tački 2	16.15	7.62E-03	°C	normalna	1	0.008	
dT_{h2}	tačnost instrumenta	0.0	1.0E-01	°C	pravougaona	$1/\sqrt{3}$	0.058	
dT_{h2et}	nesigurnost poslednjeg etaloniranja	0.0	4.0E-02	°C	normalna	1	0.040	
dT_{h2vv}	vremenska varijacija temperature	0.0	1.81E-02	°C	normalna	1	0.018	
T_{h2}	temperatura hl. strane 2	16.15		°C			0.073	0.146
$T_{h3,m}$	temperatura hladne strane uzorka u tački 3	16.18	7.12E-03	°C	normalna	1	0.007	
dT_{h3}	tačnost instrumenta	0.0	1.0E-01	°C	pravougaona	$1/\sqrt{3}$	0.058	
dT_{h3et}	nesigurnost poslednjeg etaloniranja	0.0	4.0E-02	°C	normalna	1	0.040	
dT_{h3vv}	vremenska varijacija temperature	0.0	1.66E-02	°C	normalna	1	0.017	
T_{h3}	temperatura hl. strane 3	16.18		°C			0.073	0.145
$T_{g1,m}$	temperatura tople strane uzorka u tački 1	23.92	6.0E-03	°C	normalna	1	0.006	
dT_{g1}	tačnost instrumenta	0.0	1.0E-01	°C	pravougaona	$1/\sqrt{3}$	0.058	
dT_{g1et}	nesigurnost poslednjeg etaloniranja	0.0	4.0E-02	°C	normalna	1	0.040	
dT_{g1vv}	vremenska varijacija temperature	0.0	1.37E-02	°C	normalna	1	0.014	
T_{g1}	temperatura tople strane 1	23.92		°C			0.072	0.144
$T_{g2,m}$	temperatura tople strane uzorka u tački 2	23.94	5.29E-03	°C	normalna	1	0.005	
dT_{g2}	tačnost instrumenta	0.0	1.0E-01	°C	pravougaona	$1/\sqrt{3}$	0.058	
dT_{g2et}	nesigurnost poslednjeg etaloniranja	0.0	4.0E-02	°C	normalna	1	0.040	
dT_{g2vv}	vremenska varijacija temperature	0.0	1.54E-02	°C	normalna	1	0.015	
T_{g2}	temperatura tople strane 2	24.22		°C			0.072	0.144
$T_{g3,m}$	temperatura tople strane uzorka u tački 3	23.91	5.42E-03	°C	normalna	1	0.005	
dT_{g3}	tačnost instrumenta	0.0	1.0E-01	°C	pravougaona	$1/\sqrt{3}$	0.058	
dT_{g3et}	nesigurnost poslednjeg etaloniranja	0.0	4.0E-02	°C	normalna	1	0.040	
dT_{g3vv}	vremenska varijacija temperature	0.0	1.64E-02	°C	normalna	1	0.016	
T_{g3}	temperatura tople strane 3	23.91		°C			0.072	0.145
$T_{h,sr}$	srednja temperatura hladne strane uzorka	16.15	4.2E-02	°C	normalna	1	0.042	
$dT_{h,v}$	prostorna varijacija temperature		2.0E-02	°C	normalna	1	0.020	
T_h	temperatura hladne	16.15		°C			0.046	0.093

Veličina	Opis	Vrednost	Stand. dev.	Jedin.	Raspodela	Koef. osetlj.	Stand. nesig.	Prošir. nesig.
	strane							
$T_{g, sr}$	srednja temperatura hladne strane uzorka	23.92	4.2E-02	°C	normalna	1	0.042	
dT_{gpv}	prostorna varijacija temperature		1.45E-02	°C	normalna	1	0.014	
T_g	temperatura hladne strane	23.92		°C			0.044	0.088
ΔT	razlika temperatura na uzorku	7.77		°C			0.064	0.128
d	debljina uzorka	48.28	0.026	mm		0.023	6.13E-04	
A	površina merne zone	20100.27	40.52	mm ²		5.6E-05	2.28E-03	
Q	snaga glavnog grejača	3.67	8.7E-03	W		0.309	2.68E-03	
ΔT	razlika temperatura na uzorku	7.77	0.064	°C		0.146	9.34E-03	
λ_{nk}	nekorigovana toplotna provodnost	1.134		$\frac{W}{m \cdot ^\circ C}$			0.010	0.02
λ_{nk}	nekorigovana toplotna provodnost	1.134	0.01		normalna	1	0.01	
$\delta\lambda_{dpt}$	korekcija na temp. debalans gl. i pom. grej.	-8.56E-03	1.54E-03		pravougaona	1/√3	8.9E-03	
dU_{pt}	fluktuacija odziva pomoćne termobaterije	0.0	3.04E-06		normalna	1	3.04E-06	
λ_{k1}	toplotna provodnost sa prvom korekcijom	1.126		$\frac{W}{m \cdot ^\circ C}$			0.010	0.021
λ_{k1}	toplotna provodnost sa prvom korekcijom	1.126			normalna	1	0.010	
$\delta\lambda_{dgt}$	korekcija na temp. debalans gl. i zaš. grej.	5.28E-03	3.02E-03		pravougaona	1/√3	1.74E-03	
dU_{gt}	fluktuacija odziva glavne termobaterije	0.0	2.34E-06		normalna	1	2.34E-06	
$\delta\lambda_{rep}$	reproduktivnost rezultata	0.0	4.36E-03		pravougaona	1/√3	2.5E-03	
λ	toplotna provodnost, konačna vrednost	1.131		$\frac{W}{m \cdot ^\circ C}$			0.010	0.021
								1.86 %

Na osnovu prikazanih vrednosti iz tabele se vidi da od svih veličina koje ulaze u proračun toplotne provodnosti, najveći doprinos ukupnoj mernoj nesigurnosti daje nesigurnost usled merenja temperature. Do istog zaključka su došli i autori u [44] i [95]. Takođe veliki udeo imaju i nesigurnosti usled korekcija toplotne provodnosti prilikom debalansa temperatura, koji postaju izraženiji sa porastom srednje temperature uzorka, kao što se vidi na osnovu rezultata iz Tabela 7.

7. Predlog sprege 3D simulacija i merenja

Razvijena aparatura po metodi jednostrane zaštićene tople ploče zahteva dugotrajna merenja, precizna podešavanja kao i eksperimentalne metode izvođenja korekcija. U cilju pojednostavljenja ovih zahteva osmišljena je posebna sprega eksperimentalnih merenja i numeričkog 3D modela aparature.

Na početku ove glave je izvršena verifikacija 3D modela aparature kroz prikaz poređenja eksperimentalnih i numeričkih rezultata, pa je zatim razvijena pomenuta sprega, oslanjajući se delom na metodologiju opisanu u [32]. Princip sprege je iterativna procedura koja se zasniva na proceni korigovane vrednosti toplotne provodnosti uzorka ispitivanog materijala pomoću 3D modela aparature. Parametri modela se zadaju na osnovu rezultata merenja, dok se toplotna provodnost uzorka 3D modela iterativno podešava sve dok se ne izjednače vrednosti razlike temperatura na uzorku, ΔT , dobijene u simulaciji i u eksperimentu, što je detaljno opisano u nastavku.

7.1 Poređenje eksperimentalnih i numeričkih rezultata

Na osnovu 3D modela koji je opisan u poglavlju 4.3 i validacije aparature izvršeno je poređenje numeričkih i eksperimentalnih rezultata. Glavni predmet poređenja rezultata je bila srednja temperatura tople strane uzorka, odnosno temperaturna razlika na uzorku ΔT , s obzirom da se svi drugi parametri koji figurišu u izračunavanju toplotne provodnosti (jed. (9)) unapred zadaju u 3D modelu.

Dimenzije i toplotna provodnost uzorka u 3D modelu su podešeni prema referentnom materijalu sa kojim je izvršena validacija aparature. Ostali parametri modela, kao što su snaga glavnog, zaštitnog i pomoćnog grejača, P_{gg} , P_{zg} i P_{pg} , i temperatura hladnjaka i ambijenta, T_h i T_{amb} , su podešeni tako da imaju iste vrednosti kao i u eksperimentu. Pored njih u Tabela 12 su prikazane i vrednosti referentne toplotne otpornosti λ_{ref} za datu srednju temperaturu uzorka T_{sr} . U tabeli su posebno izdvojene vrednosti srednje temperature tople strane uzorka T_{gs} kao i njene razlike od srednje temperature hladne strane uzorka ΔT dobijene iz eksperimentalnih rezultata, kao i one dobijene numeričkim simulacijama. Prikazane snage su u vatima, temperature u stepenima Celzijusa, a toplotne provodnosti u vatima po metru i stepenu Celzijusove skale.

Tabela 12 Eksperimentalni i numerički rezultati dobijeni za iste parametre aparature

λ_{ref}	T_{sr}	parametri modela uzeti iz eksperimenta					eksp. rezultati		rezultati simulacije		
		P_{gg}	P_{zg}	P_{pg}	T_h	T_{amb}	T_{gs}	ΔT	T_{gs}	ΔT	λ_{izr}
1.120	10.20	3.59	11.76	0.00	6.2	15.44	14.21	8.01	13.69	7.49	1.119
1.1352	20.03	3.67	11.78	0.32	16.15	20.76	23.92	7.77	23.69	7.54	1.132
1.1495	29.68	3.62	11.8	0.99	25.83	27.91	33.53	7.7	33.51	7.68	1.148
1.1635	39.61	3.67	11.72	1.97	35.98	23.97	43.23	7.25	43.81	7.83	1.162
1.1766	49.38	3.58	11.61	3.54	45.82	25.05	52.94	7.12	54.03	8.21	1.173

Iz tabele se vidi da su vrednosti razlike temperatura hladne i tople strane uzorka, ΔT , u oba razmatrana slučaja relativno bliske. Međutim, da bi se razvijeni model uspešno koristio u sprezi sa eksperimentom zbog postizanja što preciznijih rezultata merenja za koje je aparatura i projektovana, neophodno je da postoji što bolje slaganje rezultata. Dakle, potrebno je da se vrednost ΔT koja je određena iz rezultata simulacije nalazi u opsegu merne nesigurnosti vrednosti ΔT dobijene eksperimentalnim putem. Proširena merna nesigurnost određivanja temperaturne razlike na uzorku je ± 0.13 °C, kao što je naznačeno u Tabela 11.

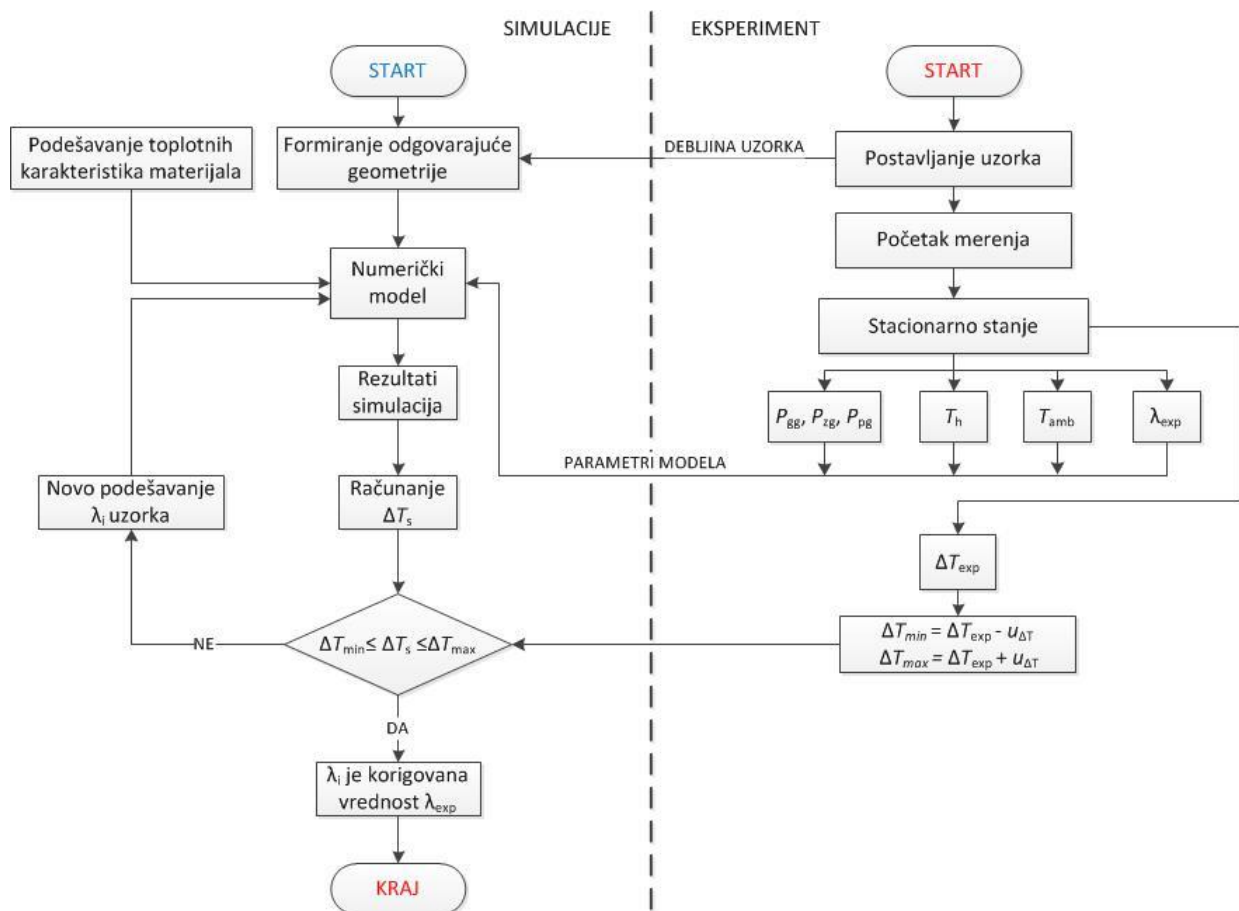
Ovaj zahtev slaganja rezultata je ostvaren na srednjoj temperaturi uzorka od oko 30 °C (osenčene vrednosti iz tabele), gde je ΔT dobijeno simulacijom samo za 0.02 °C manje od izmerene vrednosti. Podjednako dobro poklapanje temperaturne razlike je potvrđeno i u još dva nezavisna slučaja poređenja eksperimentalnih i numeričkih rezultata za $T_{\text{sr}} \approx 30$ °C, za isti uzorak ispitivanog materijala.

Na osnovu navedenog se može izvesti zaključak da je razvijeni 3D model aparature optimalan za uslove merenja pri naznačenoj srednjoj temperaturi uzorka. Nedovoljno dobro poklapanje numeričkih i eksperimentalnih rezultata za druge vrednosti T_{sr} se može objasniti neadekvatno podešenim toplotnim karakteristikama materijala u modelu, što se posebno odnosi na materijale koje ulaze u sastav grejača. Zbog nedostataka preciznih podataka, njihove vrednosti toplotne provodnosti su podešene prema vrednostima iz kataloga i nisu temperaturno zavisne veličine.

Kroz ovaj primer se takođe može sagledati značaj preciznog poznavanja toplotne provodnosti materijala na tačno definisanim temperaturama u cilju dobijanja pouzdanih i preciznih rezultata modelovanja, kao što je i navedeno u uvodnom delu ove disertacije.

7.2 Princip sprege

Razvoj sprege 3D simulacije i merenja ima za cilj optimizaciju procesa određivanja toplotne provodnosti materijala. Sama procedura merenja postaje daleko brža i jednostavnija. Naime, za određivanje toplotne provodnosti materijala na jednoj srednjoj temperaturi uzorka sa podjednako dobrom mernom nesigurnošću, potrebno je dostići samo jedno stacionarno stanje tokom merenja, bez potrebe za preciznim podešavanjima vrednosti napona zaštitnog i pomoćnog grejača, odnosno bez uslova da vrednosti glavne i pomoćne termobaterije budu bliske nuli.



Sl. 7.1- Dijagram toka sprege 3D simulacije i merenja

Detaljan princip sprege 3D simulacije i merenja je predstavljen kroz dijagram toka izvršenja na Sl. 7.1. Iterativna procedura počinje eksperimentalnim merenjem, a završava se određivanjem konačne korigovane vrednosti toplotne provodnosti ispitivanog materijala.

Na samom početku eksperimentalnog dela, prateći uobičajenu mernu proceduru vrši se merenje debljine i postavljanje uzorka, kao i uključivanje i podešavanje perifernih uređaja i

programa za akviziciju signala. Početak numeričkog dela zahteva formiranje geometrije uzorka prema izmerenim vrednostima.

Nakon dostizanja stacionarnog stanja aparature, na osnovu izmerenih signala se određuju snage sva tri grejača, srednja temperatura hladne strane uzorka, kao i srednja vrednost temperature ambijenta i tako dobijene vrednosti se zadaju kao glavni parametri numeričkog modela. Pored njih se izračunava i nekorigovana vrednost toplotne provodnosti, λ_{exp} , koja se zadaje kao početna vrednost λ_0 uzorku 3D modela. Vrednost λ_0 ne predstavlja stvarnu vrednost toplotne provodnosti ispitivanog materijala, osim u slučaju merenja kada su ispunjeni uslovi naglašeni u 6.3.1. Pored λ_0 , modelu se zadaju toplotne provodnosti svih korišćenih materijala koje moraju biti temperaturno zavisne. Sada je ovakav model kompletan i simulacija se može pokrenuti.

Na osnovu rezultata simulacije se određuje vrednost ΔT_s , a zatim se u sledećoj fazi ispituje da li data vrednost pripada opsegu merne nesigurnosti vrednosti ΔT_{exp} . Sve dok se navedeni zahtev ne ispuni vrši se novo iterativno podešavanje vrednosti toplotne provodnosti uzorka 3D modela, λ_i , i na osnovu novodobijenih numeričkih rezultata ponavlja se proces poređenja. Ukoliko je uslov ispunjen, vrši se još finije podešavanje i traži λ_i za koje će ΔT_{exp} najmanje odstupati od ΔT_s (ovaj korak je izostavljen na dijagramu toka izvršenja algoritma). Konačna procenjena korigovana vrednost toplotne provodnosti se dobija pri ispunjenom poslednjem uslovu.

Kako je 3D model razvijen u ovom radu optimalan samo za $T_{\text{sr}} \approx 30$ °C, ova sprega se može primeniti samo za naznačenu srednju temperaturu uzorka. Primer njene primene za jedan set merenja je prikazan u Tabela 13 gde su posebno izdvojeni parametri dobijeni merenjem koji se zadaju modelu, zatim eksperimentalni rezultati, kao i rezultati simulacije (T_{gs} , ΔT , λ_{izr}) dobijeni iteracijom pri kojoj je ispunjen poslednji zahtev algoritma. Toplotna provodnost λ_i je zadata uzorku, dok je λ_{izr} izračunata na osnovu rezultata simulacije. Prikazane snage su u vatima, temperature u stepenima Celzijusa, a toplotne provodnosti u vatima po metru i stepenu Celzijusove skale.

Tabela 13 Primer primene korekcionne šeme za $T_{sr} = 30 \text{ }^\circ\text{C}$ i $\lambda_{ref} = 1.149 \text{ W/(m}\cdot\text{K)}$

parametri modela uzeti iz eksperimenta						eksperimentalni rezultati		konačni rezultati simulacija		rezultati primenj. algoritma	
P_{gg}	P_{zg}	P_{pg}	T_h	T_{amb}	λ_{exp}	T_{gs}	ΔT	T_{gs}	ΔT	λ_i	λ_{izr}
3.57	11.70	0.40	25.62	26.86	1.177	32.91	7.29	32.91	7.29	1.155	1.153

Na osnovu prikazanih rezultata, vidi se uspešnost razvijenog algoritma. Još je potrebno razmotriti da se kao konačna vrednost algoritma prihvati λ_{izr} , a ne λ_i , jer prilikom poređenja sa referentnim vrednostima, u ovom slučaju, daje preciznije rezultate.

Međutim, da bi se ovaj vid sprege primenjivao i za ostale srednje temperature uzorka neophodno je uraditi reviziju zadatih vrednosti toplotnih karakteristika materijala u 3D modelu, a da bi opisana iterativna procedura bila verifikovala neophodno ju je isprobati na bar još dva uzorka različitih materijala što je planirano u okviru daljeg razvoja metode i merne procedure.

8. Zaključak i perspektive

Cilj ovog rada je predstavljanje potpuno novog dizajna aparature po metodi jednostrane zaštićene tople ploče koja omogućava određivanje toplotne provodnosti slabo provodnih čvrstih materijala u temperaturnom opsegu od 10 °C do 50 °C sa visokom tačnošću i preciznošću, tj. relativno malom mernom nesigurnošću od oko 2 %.

U radu je prikazan pristup projektovanju i određivanju optimalnog dizajna kroz numeričko modelovanje aparature. Numeričkim simulacijama je prikazan i značaj ispitivanja površine merne sekcije za slučaj realizovane aparature. Dobijeni rezultati su potvrđeni eksperimentalnim putem na osnovu čega je prihvaćen novi pristup računanja površine. Pored toga, ispitan je i uticaj promene ambijentalne temperature na grešku merenja u slučaju različitih debljina uzorka. Na osnovu dobijenih rezultata utvrđeno je u kojim granicama se srednja temperatura uzorka može razlikovati od ambijentalne bez приметnog uticaja na tačnost merenja. Formiranim 3D modelom aparature pored ispitivanja navedenih uticaja moguće je odrediti snage za inicijalno podešavanje sva tri grejača.

Pored procedure projektovanja, u radu je opisan i postupak izrade svih delova aparature, kao i izvođenja merenja temperature i toplotnog fluksa, što može predstavljati smernicu za razvoj sličnih prototipa. Dat je i prikaz realizovanog programskog rešenja kojim je omogućena akvizicija realnih podataka i ostvarena direktna kontrola trokanalnog izvora napajanja. Ovaj program omogućava i grafički prikaz promene prikupljenih podataka u vremenu što je veoma značajno kod praćenja procesa merenja i kasnije uspešne obrade podataka. Rezultati merenja dobijeni validacijom pokazuju da se toplotna provodnost slabo provodnih čvrstih materijala može sa malom mernom nesigurnošću određivati realizovanom aparaturom i primenom opisane merne procedure i to u celom projektovanom temperaturnom opsegu od 10 °C do 50 °C. Na uspešnost validacije ukazuju i dobijeni rezultati prilikom ispitivanja reproduktivnosti aparature. Pri proceni ukupne merne nesigurnosti, utvrđeno je koji faktori najviše doprinose nesigurnosti i date su smernice kako da se neki od njih poboljšaju određenim izmenama zaštitne komore.

Prilikom obrade podataka su utvrđene određene korelacije na osnovu kojih su izvedeni zaključci o tome koji uslovi rada aparature se mogu smatrati idealnim, tj. kada se mogu

zanemariti svi parazitni toplotni fluksevi u sistemu, odnosno preskočiti postupci izvođenja i primena korekcija na izmerenu vrednost toplotne provodnosti. Pored već izvedenih zaključaka iz numeričkih simulacija o maksimalno prihvatljivim razlikama ambijentalne i srednje temperature uzorka, dodatni zaključci su izvedeni u pogledu maksimalne dozvoljene vrednosti odziva termobaterija.

Predložen je iterativni postupak koji kombinovanjem numeričkog 3D modela aparature i eksperimenta omogućava brža merenja i pojednostavljenje merne procedure. Njegovom primenom je potrebno dostići samo jedno stacionarno stanje tokom merenja, bez potrebe za preciznim podešavanjima vrednosti napona zaštitnog i pomoćnog grejača, odnosno bez uslova da vrednosti glavne i pomoćne termobaterije budu bliske nuli. Međutim, zbog nedovoljnog broja eksperimentalnih rezultata ova šema zahteva dalju validaciju za više uzoraka različitih materijala.

Učinak ove disertacije je i uspostavljanje protokola za izradu sekundarnih aparatura slične konstrukcije za upotrebu kod industrijskih materijala gde postizanje niske merne nesigurnosti rezultata nije od primarnog interesa.

Sa druge strane, pravci daljeg razvoja metode i aparature su usmereni ka:

- proširenju opsega radnih temperatura aparature, što bi podrazumevalo određene modifikacije u cilju omogućavanja regulacije temperature unutar zaštitne komore za više i uvođenje suvog CO₂ gasa za niže radne temperature
- uvođenju automatske regulacije grejača, gde je jedna od mogućnosti upotreba PID kontrolera
- smanjenju merne nesigurnosti, pre svega omogućavanjem regulacije temperature unutar zaštitne komore
- verifikaciji predložene sprege 3D simulacije i merenja, primenom na više različitih materijala
- uspostavljanju međunarodne sledivosti realizovane aparature i merne procedure, učešćem u međulaboratorijskim poređenjima
- modifikaciji aparature u cilju njenog korišćenja za etaloniranje toplotnih fluksmetara

Opšti značaj ove disertacije je dalekosežan i odnosi se na uspostavljanje novih primarnih mernih mogućnosti Metrološke laboratorije za temperaturu i termofizičke veličine Instituta VINČA. Time se sa jedne strane omogućava izvođenje međulaboratorijskih poređenja na najvišem metrološkom nivou u saradnji sa evropskim nacionalnim metrološkim institutima i, sa druge strane, ispitivanje referentnih slabo provodnih materijala koji se koriste u Republici Srbiji i regionu i, samim tim, prenošenje odgovarajuće metrološke sledivosti na industrijske materijale.

Literatura

- [1] K.D. Maglić, A. Cezairliyan & V. E. Peletsky, Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods, Vol 1., Survey of Measurement Techniques, Plenum Press: New York and London, 1984
- [2] A. Papadopoulos, State of the art in thermal insulation materials and aims for future developments, *Energy Buildings* 37, 77–86, 2005
- [3] L. Pérez-Lombard, J. Ortiz & C. Pout, A review on buildings energy consumption information, *Energy and Buildings*, 40 (3) (2008), pp. 394–398
- [4] P.G. Klemens, Theory of the Thermal Conductivity of Solids, in *Thermal Conductivity* (Tze, R. P., ed.), Vol. 1, Chap. 1, Academic Press London, 1-68, 1969
- [5] T.M. Tritt, *Thermal Conductivity: Theory, Properties, and Applications*, Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, New York; 2004
- [6] Y.S. Touloukian, et al., *Thermophysical Properties of Matter, Vol. 1: Thermal Conductivity, Metallic Elements and Alloys*, IFI/Plenum, New York, USA, 1970
- [7] Y. Bayazitoglu & M.N. Ozisik, Elements of Heat Transfer, *McGraw-Hill*, USA Jan 1, 1988
- [8] Y.S. Touloukian, et al., *Thermophysical Properties of Matter, Vol. 2: Thermal Conductivity, Nonmetallic Solids*, IFI/Plenum, New York, USA, 1970
- [9] K. D. Maglić, A. Cezairliyan & V.E. Peletsky, Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods. Vol. 2. Recommended measurement techniques and practices, Plenum Press: New York, 1992
- [10] B. Franklin, Meteorological Observation, (written in reply to Cadwallader Colden, Nov. 10, 1753 and read at the Royal Society of London, Nov. 4, 1756) in *The Writings of Benjamin Franklin* (A. H. Smyth, ed.), Vol. III (1750-59), The Macmillan Co., New York, 186-8, 1905.
- [11] J.D. Forbes, On the Progress of Experiments on the Conduction of Heat, undertaken at the Meeting of the British Association at Edinburgh, in 1850, *Brit. Assoc. Adv. Sci., Rept. Ann. Meeting*, 21, 7-8, 1851.

- [12] A.J. Ångström, A New Method of Determining the Thermal Conductivity of Solids, *Ann, Physik*, 2,201, 73-110, 1865
- [13] L.R. Ingersoll, Method of Measuring Thermal Conductivity in Solids and Liquids, *J. Optical Soc. Am.*, 9, 495-501, 1924.
- [14] G.A. Slack, Heat Conduction in Solids, Experiment, in Encyclopaedic Dictionary of Physics (J. Thewlis, editor in chief), Vol. 3, *Pergamon Press*, Oxford, 601-6,1961
- [15] B.J. Filla, A steady-state high-temperature apparatus for measuring thermal conductivity of ceramics, *Review of Scientific Instruments*, 68, 2822, 1997.
- [16] W. Nunes dos Santos, Advances on the hot wire technique, *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 28, 1, 15-20, 2008
- [17] S. Rudtsch & U. Hammerschmidt, Intercomparison of measurements of the thermophysical properties of polymethyl methacrylate, *International Journal of Thermophysics*, 25,1475-1482, 2004
- [18] R. Wulf, G. Barth, & U. Gross, Intercomparison of insulation thermal conductivities measured by various methods, *International Journal of Thermophysics*, 28: 1679-1692, 2007
- [19] D.R Salmon & 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*, 34(3) 247–261, 2011
- [20] J. Cha, J. Seo & S. Kim, Building materials thermal conductivity measurement and correlation with heat flow meter, laser flash analysis and TCi, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, Vol. 109, 1, pp 295–300, 2012
- [21] N. Stepanić, Određivanje toplotne provodnosti slaboprovodnih čvrstih materijala metodom zaštićene tople ploče, Magistarski rad, Elektrotehnički fakultet, Univerzitet u Beogradu, 2010.
- [22] W. Buck, & S. Rudtsch, "8.Thermal Properties" *Springer Handbook of Materials Measurement Methods*, H. Czichos, T. Saito, and L. Smith, Editors., Springer Berlin Heidelberg. p. 399-429, 2006
- [23] T.G. Godfrey et al., Thermal Conductivity of UO₂ Amrco Iron by an Improved Radial Heat Flow Technique, *ORNL-3556 Report*, 1964

- [24] R.W. Powel, Further Measurements of the Thermal and Electrical Conductivity of Iron at High Temperatures, *Proc. Phys. Soc (London)*, 51, 407, 1939
- [25] A. B. Donaldson & R.E. Taylor, Thermal diffusivity measurement by a radial heat flow method, *Journal of Applied Physics*, 46: 4584- 4589, 1975
- [26] H. S. Carslaw & J.C. Jaeger, *Conduction of Heat in Solids*, (2nd ed.), *Oxford: Oxford University Press.*, 1959
- [27] P. Wagner, On the technique of measuring the high-temperature thermal conductivity of a rod, *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2: 293-300, 1969
- [28] W. Hemminger, Thermal conductivity of lead in the range -180 to 500B°C, *International Journal of Thermophysics*, 10: 765-777, 1989
- [29] M. J. Laubitz, Measurement of the Thermal Conductivity of Solids at High Temperatures by Using Steady-state Linear and Quasi-Linear Heat Flow, *Thermal Conductivity*, I, 3, 83-111, 1969
- [30] R. Berman, The Thermal Conductivities of Some Dielectric Solids at Low Temperatures, *Proc. Roy. Soc.*, A208, 90-108, 1951
- [31] K. Maglić & Z. Životić, Aparatura za merenje termičke provodnosti metala, *Zbornik radova II simpozijuma termičara*, Sarajevo, 1965
- [32] C. Xing, C. Folsom, C. Jensen, H. Ban & D.W. Marshall, A correction scheme for thermal conductivity measurement using the comparative cut-bar technique based on 3D numerical simulation, *Measurement Science and Technology*, 25, 055602, 9pp, 2014
- [33] M.J. Laubitz, On the Series Comparator Methods of Measuring Thermal Conductivity, *Proc. Black Hills Summer Conference on Transport Phenomena*, South Dakota School of Mines and Technology, 8-22, 1962
- [34] D. Didion, An Analysis and Design of a Linear Guarded Cut-bar Apparatus for Thermal Conductivity Measurements, Springfield, VA: National Technical Information Service, 1968
- [35] ASTM Standard E1225–13, Standard Test Method for Thermal Conductivity of Solids by Means of the Guarded-Comparative- Longitudinal Heat Flow Technique, ASTM International, West Conshohocken, Penn., USA, 2013
- [36] R.E. Taylor, F.E. Davis & R.W. Powell, Direct heating methods for measuring thermal conductivity of solids at high temperatures, *High Temp. - High Pressures*, 1: 663-73, 1969

- [37] N. Yüksel, Insulation Materials in Context of Sustainability, Chapter 6: The Review of Some Commonly Used Methods and Techniques to Measure the Thermal Conductivity of Insulation Materials, book edited by Amjad Almusaed and Asaad Almssad, ISBN 978-953-51-2625-6, Print ISBN 978-953-51-2624-9, Published: August 31, 2016
- [38] A.S. Dobrosavljević & K.D. Maglić, "Evaluation of direct pulse heating method for measurement of specific heat and electric resistivity in the range 300-1900 K", High Temperatures – High Pressures. Vol 21, No. 4., 411-421, 1989
- [39] ASTM Standard C 177-10, Standard Test Method for Steady-State Heat Flux Measurements and Thermal Transmission Properties by Means of the Guarded-Hot-Plate Apparatus, ASTM International, West Conshohocken, Penn., USA, 2010
- [40] ISO 8302:1991, "Thermal Insulation - Determination of Steady-State Thermal Resistance and Related Properties -- Guarded Hot Plate Apparatus," International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland, 1991
- [41] ASTM Standard C 1044, Standard Practice for Using a Guarded-Hot-Plate Apparatus or Thin-Heater Apparatus in the Single-Sided Mode, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2007
- [42] D.R. Salmon, Thermal conductivity of insulations using guarded hot plates including recent developments and sources of reference materials, *Measurement Science and Technology*, 12, 2001
- [43] D.R. Salmon, A critical analysis of European standards for thermal measurements at high temperatures: I. History and technical background, *Measurement Science and Technology*, 20: 015101, 2009
- [44] R.R. Zarr, Assessment of Uncertainties for the NIST 1016 mm Guarded-Hot-Plate Apparatus: Extended Analysis for Low-Density Fibrous-Glass Thermal Insulation, *J. Res. Natl. Inst. Stand. Techn.*, 115, 1, pp. 23-56, 2010
- [45] ASTM Standard E 1530-06, Standard Test Method for Evaluating the Resistance to Thermal Transmission of Materials by the Guarded Heat Flow Meter Technique, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2006
- [46] ASTM Standard C518-17, Standard Test Method for Steady-State Thermal Transmission Properties by Means of the Heat Flow Meter Apparatus, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017

- [47] EN Standard 12667, Thermal Performance of Building Materials and Products - Determination of Thermal Resistance by means of Guarded Hot Plate and Heat Flow Meter Methods - Products of High and Medium Thermal Resistance, European Committee for Standardization, Brussels, 2001
- [48] K.D. Antoniadis, Measurement of the Thermal Conductivity of Composite Solid Materials, PhD thesis, Aristotle University of Thessaloniki, 2011
- [49] D.R. Salmon & R.P. Tye, An intercomparison of heat flow meter apparatus within the United Kingdom and Eire, *High Temperatures - High Pressures*, 32: 19-28, 2000
- [50] ASTM Standard C 1113, Standard Test Method for Thermal Conductivity of Refractories by Hot Wire (Platinum Resistance Thermometer Technique), ASTM International, West Conshohocken, PA, 2009
- [51] B. Stalhane & S. Pyk, New method for determining the coefficients of thermal conductivity. *Tek Tidskr*, 61, 389–393, 1931
- [52] M. J. Assael, K. D. Antoniadis & W. A. Wakeham, Historical evolution of the transient hot-wire technique, *International Journal of Thermophysics*, vol. 31, no. 6, pp. 1051–1072, 2010
- [53] H.M. Rode, A Transient Hot Wire Thermal Conductivity Apparatus for Fluids, *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, Vol. 86, No.5, September-October 1981
- [54] N. Kawaguchi, Y. Nagasaka & A. Nagashima, Fully automated apparatus to measure the thermal conductivity of liquids by the transient hot-wire method, *Review of Scientific Instruments*, Vol 56, 9, 1985, 1788-1794
- [55] M.J. Assael, K.D. Antoniadis & J. Wu, New measurements of the thermal conductivity of PMMA, BK7, and Pyrex 7740 up to 450K, *International Journal of Thermophysics*, vol. 29, no. 4, pp. 1257–1266, 2008.
- [56] U. Hammerschmidt & W. Sabuga, Transient Hot Wire (THW) Method: Uncertainty Assessment, *International Journal of Thermophysics*, Vol. 21, 6, pp 1255–1278, 2000
- [57] N. Lockmuller & J. Redgrove, Measurement of thermal conductivity with the needle probe, *High Temperatures - High Pressure*, vol. 35/36, 127-138, 2003/2004
- [58] U. Hammerschmidt & W. Sabuga. Transient hot strip (THS) method: Uncertainty assessment. *International Journal of Thermophysics*, 21:217-248, 2000

- [59] S.E. Gustafsson, E. Karawacki & M. N. Khan, Transient Hot Strip Method for Simultaneous Measurement of Thermal Diffusivity and Conductivity of Solids and Liquids, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 12, pp. 1411-1421, 1979
- [60] S.E. Gustafsson, E. Karawacki & M.A. Chohan, Thermal Transport Studies of Electrically Conducting Materials Using the Transient Hot-Strip Technique, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 9, pp. 727-735, 1986
- [61] C. Gobbé, S. Iserna & B. Ladevie, Hot strip method: application to thermal characterization of orthotropic media, *International Journal of Thermal Sciences*, 43 951–958, 2004
- [62] S.E. Gustafsson, Transient plane source techniques for thermal conductivity and thermal diffusivity measurements of solid materials, *Review of Scientific Instruments*, 62: 797-804, 1991
- [63] T. Boumaza & J. Redgrove, Use of the Transient Plane Source Technique for Rapid Multiple Thermal Property Measurements, *International Journal of Thermophysics*, 24: 501-512, 2003
- [64] ASTM Standard D7984-16, Standard Test Method for Measurement of Thermal Effusivity of Fabrics Using a Modified Transient Plane Source (MTPS) Instrument, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2016
- [65] ISO 22007-2: Plastics -- Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity -- Part 2: Transient plane heat source (hot disc) method, 2015
- [66] M. Abid, Thermophysical Properties of a Moist Porous Material, PhD thesis, Faculty of Mechanical Engineering, Technical University Carolo, Brunswick, 2012
- [67] S.A. Al-Ajlan, Measurements of thermal properties of insulation materials by using transient plane source technique, *Science Direct*, 26(2184-2191), p. 8, 2006
- [68] M. Gustavsson, E. Karawacki & S.E. Gustafsson, Thermal conductivity, thermal diffusivity, and specific heat of thin samples from transient measurements with hot disk sensors, *Rev. Sci. Instrum.* 65, 3856–3859, 1994
- [69] Y. Li et al., Improving the accuracy of the transient plane source method by correcting probe heat capacity and resistance influences, *Meas. Sci. Technol.* 25, 15006, 2014

- [70] S.E. Gustafsson, Transient plane source techniques for thermal conductivity and thermal diffusivity measurements of solid materials, *Review of Scientific Instruments*, 62: 797-804, 1991
- [71] O.M. Corbino, Periodic resistance changes of nemetal threads, which are brought together by alternating streams as well as deduction of their thermo characteristics at high temperatures, *Physikalische Zeitschrift*, 12:292-295, 1911
- [72] D.G. Cahill & R.O. Pohl, Thermal conductivity of amorphous solids above the plateau, *Physical Review B*, 35: 4067-4073, 1987
- [73] N.O. Birge & S.R. Nagel, Wide-frequency specific heat spectrometer, *Review of Scientific Instruments*, 58: 1464-1470, 1987
- [74] H.S. Carslaw & J.C. Jaeger, *Conduction of Heat in Solids*, (2nd ed.), Oxford: Oxford University Press. , 1959
- [75] M. Gu, J. Wang & X. Zhang, Thermal-Conductivity Measurements of Polymers by a Modified 3ω Technique, *International Journal of Thermophysics*, 30: 851-861, 2009
- [76] L. Lu, W. Yi & D.L. Zhang, 3ω Method for Specific Heat and Thermal Conductivity Measurements, *Review of Scientific Instruments*, Vol. 72, No. 3 pp. 2996-3002, 2001
- [77] T. Borca-Tasciuc, A. Kumar & G. Chen, Data Reduction in 3ω Method for Thin-Film Thermal Conductivity Determination, *Rev. Sci. Instrum.*, 72(4), pp. 2139-2147, 2001
- [78] H. Wang & M. Sen, Analysis of the 3-omega method for thermal conductivity measurement, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 52, 7–8, 2102-2109 , 2009
- [79] W.J. Parker, R.J. Jenkins, C.P. Butler & G.L. Abbott, Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity, *J. Appl. Phys.* Vol. 32, No. 9, p. 1679-1684, 1961
- [80] N. D. Milošević, Determination of Transient Thermal Interface Resistance Between Two Bonded Metal Bodies using the Laser-Flash Method, *International Journal of Thermophysics*, Vol. 29, 6, pp 2072–2087, 2008
- [81] T. Baba & A. Ono, Improvement of the laser flash method to reduce uncertainty in thermal diffusivity measurements, *Measurement Science and Technology*, 12, 12, 2001
- [82] B. Hay, R. Filtz, J. Hameury & L. Rongione, Uncertainty of Thermal Diffusivity Measurements by Laser Flash Method, *International Journal of Thermophysics*, , Vol 26, 6, pp 1883–1898, 2005

- [83] ASTM Standard E1461 – 13, Standard Test Method for Thermal Diffusivity by the Flash Method, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013
- [84] P.S. Gaal, M.A. Thermitus & D.E. Stroe, Thermal conductivity measurements using the flash method, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 78: 185-189, 2004
- [85] T. Nishi, H. Shibata & H. Ohta, Thermal Diffusivities and Conductivities of Molten Germanium and Silicon, *Materials Transactions*, Vol. 44, No. 11 pp. 2369-2374, 2003
- [86] M. Ruoho, K. Valset, T. Finstad & I. Tittonen, Measurement of thin film thermal conductivity using the laser flash method, *Nanotechnology*, Vol. 26, 2015
- [87] L. Kubicar. Pulse method of measuring basic thermophysical parameters. Vol. XII. s.l.: *ELSEVIER*, 1990.
- [88] L. Kubicar, V. Bohac & V. Vretenar, Transient methods for the measurement of thermophysical properties: The pulse transient method, *High Temperatures - High Pressures*, vol. 34, 505 - 514, 2002
- [89] L. Kubicar, V. Bohac, V. Vretenar, E. Barta, G. Neuer & R. Brandt, Thermophysical properties of heterogeneous structures measured by pulse transient method, *International Journal of Thermophysics*, 26: 1949-1962, 2005
- [90] D.R. Flynn, W.M. Healy & R.R. Zarr, High-Temperature Guarded Hot Plate Apparatus – Control of Edge Heat Loss, *Proceedings: 28th International thermal Expansion Symposium*, International Thermal Conductivity Conference, June, 2005
- [91] R.R. Zarr, History of the Guarded-Hot-Plate Apparatus at NIST, dostupno na <<http://www.bfrl.nist.gov/863/hotplate>>, Gaithersburg MD: National Institute of Standards and Technology, 1997
- [92] A.W. Pratt, Heat Transmission in Low Conductivity Materials, *Thermal Conductivity*, Vol. 1, R. P. Tye, ed. London: Academic Press, pp. 301-405, 1969
- [93] M. Jakob, Heat Transfer Volume I, *John Wiley and Sons*, New York, USA, 1949
- [94] W.Hemminger & R. Jugel, A guarded hot-plate apparatus for thermal conductivity measurements over the temperature range -75 to 200 °C, *Int. J. Thermophys.*, 6, 5, 483-498, 1985
- [95] U. Hammerschmidt, Guarded Hot-Plate (GHP) Method: Uncertainty Assessment, *Int. J. Thermophys*, 23, 6, 1551-1570, 2002

- [96] R.R. Zarr & M.H. Hahn, Line-Heat-Source Guarded Hot Plate Apparatus, ASTM Adjunct ADJC1043, *ASTM International*, West Conshohocken, PA, USA, 1995
- [97] 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*, 48, 1/2, pp. 407-421, 2015
- [98] W. Woodside & A.G. Wilson, Unbalance Errors in Guarded Hot Plate Measurements, *ASTM STP 217*, 32-48, 1957
- [99] W. Woodside, Deviations from One-Dimensional Heat Flow in Guarded Hot Plate Measurements, *Rev. Sci. Instrum.* 28, 1033-1037, 1957
- [100] I.G. Donaldson, A Theory for the Square Guarded Hot Plate. A Solution of the Heat Conduction Equation for a Two-Layer Systems, *Q. Appl. Math.* XIX, 205-219, 1961
- [101] I.G. Donaldson, Computer Errors for a Square Guarded Hot Plate for the Measurements of Thermal Conductivity of Insulating Materials, *Br. J. Appl. Phys.*, 13, 598-602, 1962
- [102] F. De Ponte & P. Di Fillippo, Design Criteria for Guarded Hot Plate Apparatus, *A.S.T.M. Pub. STP 544*, 97-117, 1974
- [103] E.V. Somers & J.A. Cyphers, Analysis of Errors in Measuring Thermal Conductivity of Insulating Materials, *Rev. Sci Instrum.*, 22, 583-586, 1951
- [104] W. Woodside, Analysis of Errors Due to Edge Heat Loss in Guarded Hot Plates, *Presented at ASTM Symposium on Thermal Conductivity Measurements*, Philadelphia, February 6, 1957
- [105] A.W. Pratt, Analysis of Error due to Edge Heat Loss in Measuring Thermal Conductivity by the Hot Plate Method, *Journal of Scientific Instruments*, 39, 2, 63-68, 1962
- [106] H.W. Orr, A Study of the Effects of Edge Insulation and Ambient Temperature On Errors in Guarded Hot-Plate Measurements, in *Proc. 7th Conf. on Thermal Conductivity*, Gaithersburg, Maryland, 521-526, 1967
- [107] M. Bomberg & K.R. Solvason, Precision and Accuracy of the Guarded Hot Plate Method, in *Proc. 17th International Thermal Conductivity Conference*, Gaithersburg, Maryland, 1981
- [108] K.H. Bode, Wärmeleitfähigkeit messungen mit dem plattengerät: Einfluss der Schutzringbreite auf die Messungssicherheit, *Int. J. Heat Transfer*, 961-970, 1980

- [109] M.M. Babić, N.D. Milošević & N.M. Stepanić, Razvoj aparature za etaloniranje toplotnih fluksmetara po metodi jednostrane zaštićene tople ploče, *Zbornik 57. konferencije ETRAN*, str. ML3.1.1-4, Zlatibor, 3-6. juna 2013. Izdavač Društvo za ETRAN, Beograd, 2013 ISBN 978-86-80509-68-6
- [110] M.M. Terzić, N.D. Milošević & N.M. Stepanić, Development of a Single-Sided Guarded Hot Plate Apparatus for Thermal Conductivity Measurements, ECTP2014 - 20th European Conference on Thermophysical Properties, <http://ectp2014.fc.up.pt>, September 2014
- [111] M.M. Terzić, N.D. Milošević & N.M. Stepanić, Projektovanje, izrada i validacija aparature za određivanje toplotne provodnosti slabo provodnih čvrstih materijala po metodi jednostrane zaštićene tople ploče, *Zbornik radova Kongres metrologa 2015*, Zlatibor, 12-15. oktobar 2015.
- [112] 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
- [113] M.M. Terzić, N.M. Stepanić & N.D. Milošević, Programsko rešenje za kontrolu i akviziciju signala kod određivanja toplotne provodnosti slabo provodnih čvrstih materijala, *Zbornik 59. konferencije ETRAN*, str. ML3.6.1-4, Srebrno jezero, 8-11. juna 2015.
- [114] 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*, Volume 1752, Issue 1, July 2016
- [115] N. Stepanić, N. Milošević & M. Terzić, Validation of a guarded hot plate apparatus by using the IRMM-440 certified reference material, CIM2017, 18th International Metrology Congress, Paris
- [116] N. Stepanić, M. Terzić, D. Radivojević & D. Raković, An in situ temperature calibration of a guarded hot plate apparatus, *Thermal Science*, January 2018, DOI: 10.2298/TSCI180425176S
- [117] Y.S. Touloukian et al., *Thermophysical Properties of Matter: Thermal Conductivity, Metallic Elements and Alloys*, Vol. 1, IFI/Plenum, New York, USA, 1970
- [118] Y.S. Touloukian et al., *Thermophysical Properties of Matter: Thermal Conductivity, Nonmetallic Solids*, Vol. 2, IFI/Plenum, New York, USA, 1970

- [119] G.W.C. Kaye & T.H. Laby, *Tables of Physical and Chemical Constants*, 16th ed., *Longman Scientific & Technical*, New York, USA, 1995
- [120] W.M. Healy, Using Finite Element Analysis to Design a New Guarded Hot plate apparatus for measuring the thermal conductivity of insulating materials, *ANSYS users Group conference Proceedings*, College park MD, CDROM, October 2, 2001
- [121] D. Radivojević, N. Milošević & M. Terzić, Razvoj i izrada laboratorijskog trokanalnog izvora jednosmernog napona, NIV-ITE- 580/MLTV, Beograd, jul 2015
- [122] N.M. Stepanić & N.D. Milošević, „Merenje toplotne provodnosti slaboprovodnih materijala metodom zaštićene tople ploče“, *Termotehnika* 34, br. 1-4, str. 55-68, 2008.
- [123] J.V. Nicholas & D.R. White, Traceable Temperatures: An Introduction to Temperature Measurement and Calibration, *John Wiley & Sons, Ltd.*, 2nd ed., New York, USA, 2001
- [124] K.D. Maglić, N. Perović & S. Ivković, Uticaj temperaturskog debalansa na merenje toplotne provodnosti izolacionih materijala metodom zaštićene tople ploče, *Termotehnika*, god. 1, br. 1, str. 137– 145, Beograd 1975
- [125] Međunarodni rečnik osnovnih i opštih termina u metrologiji, *Savezni zavod za mere i dragocene metale*, Beograd, 1996
- [126] Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM), Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM), JCGM 100, 2008.
- [127] A.S. Ribeiro, J.O. Mimoso, J.A. Sousa & M.P. Castro, Uncertainty related with the use of linear regression analysis for the correction of the calibrated instruments, *Proceedings, XVII IMEKO World Congress*, June 22 – 27, 2003, Dubrovnik, Croatia

Prilog – Program za akviziciju signala

U cilju automatskog praćenja promene svih mernih signala u realnom vremenu tokom vršenja eksperimentalnog određivanja toplotne provodnosti materijala korišćenjem opisane aparature razvijeno je programsko rešenje za kontrolu, akviziciju i prikaz u softverskom paketu LabVIEW, verzija 7.11. U ovom prilogu je dat kratak opis realizovanog programa.

Kako je specifičnost rada u LabVIEW okruženju da se programiranje izvodi paralelno u dva prozora, tako će i opis razvijenog programa biti predstavljen po tim karakterističnim celinama. Prvi, kontrolni front panel prozor ili prednja ploča služi za projektovanje grafičkog korisničkog interfejsa. Na njemu se postavljaju kontrole, prekidači, indikatori, displeji, grafici i drugi elementi koji se mogu naći na konvecionalnim mernim uređajima. Realizacija funkcionalnosti grafičkog interfejsa se vrši u drugom prozoru programa, takozvanom blok dijagramu.

Struktura razvijenog programskog rešenja je hijerarhijska jer se karakteristične celine koriste kako samostalno, tako i kao potprogrami unutar programa višeg nivoa. Isto tako, rešenje je i modularne strukture jer se koncept rešavanja problema zasniva na podeli aplikacije na više manjih modula posebnih funkcionalnosti.

Korisnički interfejs

Prednji panel glavnog programa je zbog bolje preglednosti i lakšeg rukovanja podeljen na pet različitih tabova odnosno kartica i svaka od njih ima specifičnu namenu. Prva služi za inicijalno podešavanje programa u smislu zadavanja parametara, kao što su broj komunikacionih portova na koje su priključeni periferni uređaji aparature, vrsta korišćenih termoparova, selekcija kanala na slotu digitalnog multimetra i dr. Na njoj se takođe nalazi polje za unos periode akvizicije, čija se vrednost zadaje u sekundama i može se menjati tokom rada programa.

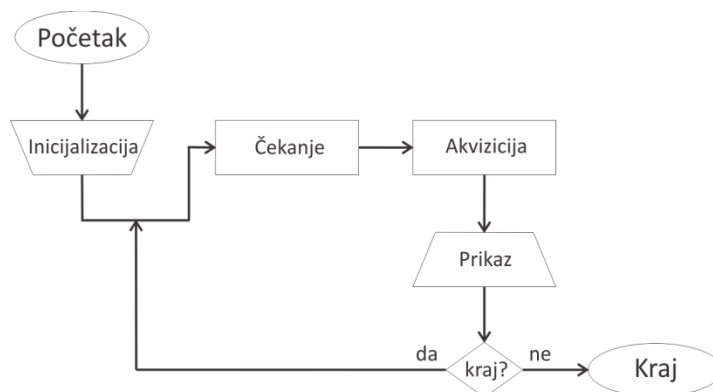
Druga kartica je namenjena za podešavanje vrednosti napona sva tri grejača, glavnog, zaštitnog i pomoćnog. Zbog specifičnosti podešavanja uslova rada same aparature, omogućeno je da se promene vrednosti napona mogu vršiti u bilo kom trenutku rada programa. Pored toga, u ovom delu postoji indikator snage glavnog grejača, dok su vrednosti struja i napona svih grejača vidljivi na displeju izvora napajanja. Sledeća kartica sadrži grafički prikaz svih naponskih

mernih signala u zavisnosti od vremena, dok je četvrta programska kartica predviđena za prikaz temperaturnih signala i njen tipičan izgled tokom rada programa je prikazan u radu na Sl. 5.8.

Poslednji deo programa (Sl. 5.9) je predviđen za prikaz preliminarnih rezultata merenja. Pored numeričkih indikatora koju ukazuju na vrednosti temperature hladne i tople strane uzorka, kao i vrednosti toplotnog fluksa sa gornje i donje strane tople ploče, ova kartica sadrži i grafički prikaz nekorigovane vrednosti toplotne provodnosti za naznačenu srednju temperaturu uzorka.

Blok dijagram– opis izvršavanja programa

Blok dijagram glavnog programa je napisan u formi konačnog automata koji je programiran korišćenjem tzv. *case* structure unutar *while* petlje. On sadrži šest stanja koja odgovaraju određenim delovima izvršavanja programa i to su inicijalizacija, čekanje, akvizicija, prikaz i kraj (Slika 1).



Slika 1. Algoritam rada konačnog automata

Pre aktiviranja stanja *inicijalizacija* od korisnika se između ostalog očekuje da odabere i imenuje potrebne kanale na koje su priključeni senzori temperature, kao i kanale za naponske signale. Nakon aktiviranja, u ovom stanju se prebrojavaju odabrani signali radi formiranja legendi koje su vidljive sa desne strane svakog od grafika. Ime fajla za čuvanje rezultata se generiše automatski i sadrži datum i vreme početka akvizicije.

U stanju *čekanje*, izvoru napajanja se šalju zadate vrednosti napona za grejače, za šta je potrebna određena akcija korisnika, odnosno pritisak odgovarajućih komandi pri svakoj promeni ovih vrednosti. Takođe, ovo stanje omogućava promenu periode odabiranja signala koju je zadao korisnik. Program zatim prelazi u stanje *akvizicije*, a kada digitalni multimeter vrati podatke sa izmerenim vrednostima nastaje stanje *prikaz*, gde se prikupljene numeričke vrednosti upisuju u

tekstualne datoteke i istovremeno prikazuju grafičkim putem. U ovoj fazi vrši se i provera da li je korisnik odabrao da prekine rad programa, a ukoliko nije, stanja *čekanje*, *akvizicija* i *prikaz* se ciklično ponavljaju. U suprotnom se prelazi u stanje *kraj*, gde se zatvaraju datoteke za upis podataka i prekida komunikacija sa instrumentima.

Biografija autora

Marijana Terzić je rođena 26.04.1984. godine u Užicu. Osnovne diplomatske studije upisala je 2003. godine na Elektrotehničkom fakultetu u Beogradu, na smeru Mikroelektronika, optoelektronika i laserska tehnika. Diplomirala je 2008. godine sa opštim uspehom 8.49 i ocenom 10 na diplomskom ispitu, sa temom "Poluprovodnički optički pojačavači". Master studije je završila 2010. godine na Elektrotehničkom fakultetu u Beogradu sa opštim uspehom 10 i ocenom 10 na master ispitu sa temom "Određivanje termofizičkih osobina paladijuma impulsnom metodom sa direktnim grejanjem u širokom temperaturnom opsegu". Eksperimentalni deo master rada je urađen u Laboratoriji za termotehniku i energetiku u Institutu za nuklearne nauke „Vinča“. U decembru 2010. godine upisuje doktorske studije na Elektrotehničkom fakultetu u Beogradu, na smeru Nanoelektronika i fotonika.

Zaposlena je od septembra 2010. godine u Institutu za nuklearne nauke "Vinča" u Laboratoriji za termotehniku i energetiku. Od januara 2011. godine radi na projektu osnovnih istraživanja Ministarstva za nauku i tehnološki razvoj Republike Srbije, dok je od 2015. godine bila angažovana na međunarodnom projektu „Developing traceable capabilities in thermal metrology - Eura-Thermal“, finansiranog kroz program European Metrology Programme for Innovation and Research (EMPIR) u okviru programa HORIZON 2020.

Naučno-istraživački rad Marijane Terzić je bio usmeren ka određivanju termofizičkih osobina materijala različitim ekperimentalnim metodama (sa akcentom na merenje toplotne provodnosti slabo provodnih čvrstih materijala), prenošenju sledivosti merenja, razvoju novih i unapređenju postojećih laboratorijskih kapaciteta, akviziciju podataka i sistematizaciju njihove obrade.

Dosadašnji rezultati Marijane Terzić su prikazani u vidu 19 naučnih radova, od čega su četiri rada u međunarodnim časopisima sa impakt-faktorom, tri rada u zbornicima međunarodnih skupova, dva rada u domaćim časopisima i sedam radova u zbornicima skupova nacionalnog značaja i dva tehnička rešenja. U okviru teme kojom se bavi doktorska disertacija, ima dva objavljena rada u međunarodnim časopisima (kategorije M22), tri rada na međunarodnim konferencijama (kategorija M33 i M34), četiri rada na domaćim konferencijama (M63) i jedno tehničko rešenje iz kategorije M85.

Изјава о ауторству

Име и презиме аутора: **Маријана Терзић**

Број индекса: **2010/5024**

Изјављујем

да је докторска дисертација под насловом

Одређивање топлотне проводности слабо проводних чврстих материјала методом једностране заштићене топле плоче

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

У Београду, 27.09.2018. год.

Потпис аутора



Изјава о истоветности штампане и електронске верзије докторског рада

Име и презиме аутора: **Маријана Терзић**

Број индекса: **2010/5024**

Студијски програм: Електротехника

Наслов рада: Одређивање топлотне проводности слабо проводних чврстих материјала методом једностране заштићене топле плоче

Ментор: др Слободан Петричевић

изјављујем да је штампана верзија моје докторске дисертације 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 уметности Београду.

У Београду, 27.09.2018. год.

Потпис аутора



Изјава о коришћењу

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

Одређивање топлотне проводности слабо проводних чврстих материјала методом једностране заштићене топле плоче

која је моје ауторско дело.

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

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

1. Ауторство (CC BY)
2. Ауторство – некомерцијално (CC BY-NC)
- ③. Ауторство – некомерцијално – без прерада (CC BY-NC-ND)
4. Ауторство – некомерцијално – делити под истим условима (CC BY-NC-SA)
5. Ауторство – без прерада (CC BY-ND)
6. Ауторство – делити под истим условима (CC BY-SA)

(Молимо да заокружите само једну од шест понуђених лиценци.

Кратак опис лиценци је саставни део ове изјаве).

У Београду, 27.09.2018. год.

Потпис аутора

