

MARIUSZ SOBOLEWSKI*, KATARZYNA PREKIEL**

MOŻLIWOŚCI BADAWCZE MATERIAŁÓW IZOLACYJNYCH W APARACIE PŁYTOWYM NA PRZYKŁADZIE POLISTYRENU EKSTRUOWANEGO

THE POSSIBILITY INVESTIGATION OF THERMAL INSULATION MATERIALS IN HEAT FLOW METER APPARATUS ON THE BASIS OF EXTUDED POLYSTYRENE

Streszczenie

Artykuł dotyczy zagadnień związanych z powtarzalnością pomiarów, oszacowaniem niepewności wyników i dokładności metody badań współczynnika przewodzenia ciepła aparatem płytowym HFM. Praca zawiera wyniki badań próbki polistyrenu ekstrudowanego XPS wraz z oceną ich niepewności. Badania wykonano w aparacie płytowym FOX 600 Pracowni Procesów Fizycznych w Budownictwie Centrum Wodnego SGGW w Warszawie. Celem pracy było sprawdzenie nowego aparatu.

Słowa kluczowe: przepływ ciepła, niepewność wyników, aparat płytowy HFM

Abstract

The paper concerns on expression of reproducibility, accuracy and uncertainty results of thermal conductivity coefficient from Heat Flow Meter Apparatus. The results of research of the extruded polystyrene XPS was presents. The aim thesis was verification a new FOX 600 instrument in Physical Processes in Construction Laboratory of Water Centre of the Warsaw University of Life Science.

Keywords: heat flow, uncertainty results, HFM apparatus

* Dr inż. Mariusz Sobolewski, Katedra Inżynierii Budowlanej, Wydział Budownictwa i Inżynierii Środowiska, Szkoła Główna Gospodarstwa Wiejskiego.

** Inż. Katarzyna Prekiel, Wydział Budownictwa i Inżynierii Środowiska, Szkoła Główna Gospodarstwa Wiejskiego.

1. Wstęp

Dokładność aparatury i powtarzalność pomiarów zależą od konstrukcji urządzenia i warunków badania. W przypadku aparatów płytowych służących do określenia właściwości cieplnych materiałów budowlanych, spełniających ocenę dokładności wyposażenia i wymagania stawiane co do warunków badania oraz spełniające ograniczenia właściwości użytkowych wg [1–3] nie wymaga się przeprowadzenia analizy błędów. Jednak we wszystkich przypadkach należy sprawdzić właściwości użytkowe w celu przeprowadzenia początkowej oceny urządzenia [3].

Dla aparatu płytowego z czujnikami gęstości strumienia ciepła HFM analiza błędów wraz z sprawdzeniem jego właściwości użytkowych i oceną dokładności w zakresie warunków badania powinny być przeprowadzone zgodnie z [2].

W celu otrzymywania wiarygodnych wartości parametrów cieplnych materiałów budowlanych każdy aparat płytowy z czujnikami strumienia ciepła musi być okresowo wzorcowany. Nie wymaga się posiadania wzorców, ale dobrą praktyką jest aby użytkownik posiadał własną próbkę kontrolną o znanych właściwościach cieplnych do weryfikacji bieżącej aparatu. Próbkę taką z powodzeniem można uzyskać poddając wybrany materiał wielokrotnym badaniom w świeżo wykalibrowanym aparacie.

W pracy przedstawiono badania, które posłużyły z jednej strony do sprawdzenia jakości wyników pomiarów, a z drugiej umożliwiły sprawdzenie jednorodności i wyznaczenie parametrów cieplnych próbki do wewnętrznej kontroli aparatu w laboratorium.

2. Podstawy fizyczne przepływu ciepła w aparacie płytowym HFM

Wszystkie znane metody badań współczynnika przewodzenia ciepła (stacjonarne i niestacjonarne) to metody pośrednie. Aparaty płytowe zarówno z osłoniętą płytą grzejną (GHP), jak i z czujnikami strumienia ciepła (HFM) nie stanowią wyjątku. W dodatku metoda z wykorzystaniem aparatu płytowego z czujnikami strumienia ciepła jest metodą wtórną (urządzenia tego rodzaju wymagają wzorcowania).

Aparat płytowy HFM służy do pomiaru współczynnika przewodzenia ciepła λ w stanie ustalonym. Podczas eksperymentów mierzone są grubość próbki oraz wartości temperatury i gęstość strumienia ciepła na jej brzegach. Wartości współczynnika przewodzenia ciepła i oporu cieplnego są obliczane z równania Fouriera-Biota w jednowymiarowym przepływie ciepła [4]:

$$q = -\lambda \frac{dT}{dx} \quad (1)$$

gdzie:

- q – gęstość strumienia ciepła przepływającego przez próbkę,
- λ – współczynnik przewodzenia ciepła materiału,
- dT/dx – gradient temperatury na izotermicznej płaskiej powierzchni.

Zakłada się, że pomiędzy płaską próbką i dwiema równoległymi izotermicznie płytami o różnych temperaturach osiągnięta zostaje równowaga cieplna. Przyjmuje się rozmiar płyt dużo większy od grubości próbki. Oznacza to występowanie jednorodnego i jednowymia-

rowego pola temperatury w całej objętości próbki. Wówczas gradient temperatury odpowiada ilorazowi różnicy temperatury pomiędzy ciepłą i zimną płytą ΔT a grubością próbki d . Schemat ideowy działania aparatu przedstawia rys.1.

W badaniach uzyskuje się średnią wartość temperatury i średni strumień ciepła, które przypisuje się do środka próbki. Zakłada się również, że wartości średnie są stałe w całym badanym materiale. Dlatego charakteryzują one badaną próbkę. Stąd obliczana wartość współczynnika przewodzenia ciepła lub opór cieplny próbki odpowiada średniej wartości gęstości strumienia ciepła.

W pomiarach wykorzystywane są współczynniki kalibracyjne ciepłomierzy uzyskiwane na certyfikowanych próbkach wzorcowych o znanych współczynnikach przewodzenia ciepła w danej temperaturze.

Ostatecznie współczynnik przewodzenia ciepła obliczany jest wg wzoru [4]:

$$\lambda = S_{cal}(T_m) Q \frac{d}{\Delta T} \quad (2)$$

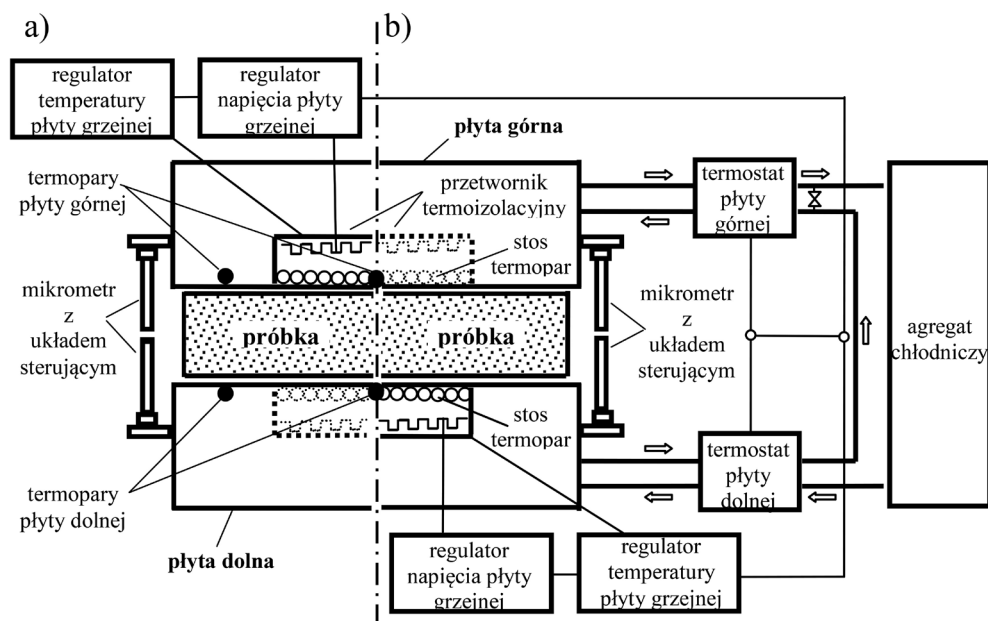
gdzie:

$S_{cal}(T_m)$ – współczynnik kalibracyjny odpowiadający średniej temperaturze T_m ,

Q – uśredniony sygnał elektryczny z obu ciepłomierzy,

d – grubość badanej próbki,

ΔT – różnica temperatur z obu płyt



Rys. 1. Schemat ideowy aparatu płytowego z czujnikami gęstości strumienia ciepła
a) przepływ ciepła w dół b) przepływ ciepła w górę

Fig. 1. Ideological cross section by Heat Flow Meter Apparatus
a) heat flow down b) heat flow up

Ze względu na fakt, że każda płyta ma własną temperaturę podczas badania, a właściwości fizyczne czujników zmieniają się z temperaturą, współczynniki kalibracji wyznaczone są dla płyt w danej temperaturze. Dlatego w praktyce wartość współczynnika przewodzenia ciepła jest średnią z dwóch wielkości osobno obliczonych na obu powierzchniach próbki.

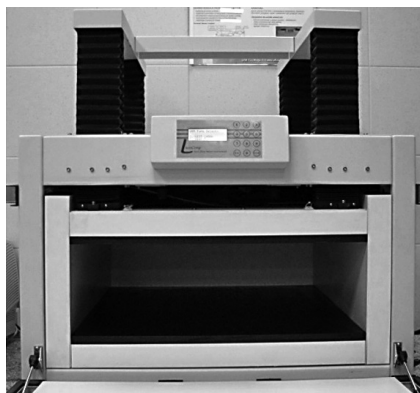
3. Zastosowana aparatura pomiarowa

Aparat płytowy FOX 600 przedstawiony na rys. 2 jest aparatem z dwoma czujnikami gęstości strumienia ciepła (górnym i dolnym). Spełnia on wymagania stawiane tego typu urządzeniom w normach ISO oraz serii PN-EN jak [2, 3, 5]. Instrument ten opracowano do badania przewodnictwa cieplnego materiałów termoizolacyjnych o dużych wymiarach i oporze cieplnym powyżej $0,1 \text{ m}^2\text{K/W}$. Zakres mierzonego współczynnika przewodzenia ciepła mieści się w przedziale $0,0015$ do $0,2 \text{ W/mK}$.

FOX 600 należy do grupy aparatów o układzie jednopróbkowym symetrycznym z możliwością dowolnego kierunku przepływu ciepła. Pole pomiarowe aparatu to centralny obszar o wymiarach $0,3048 \times 0,3048 \text{ m}$. Możliwe jest badanie próbek o grubości w zakresie $0,03$ – $0,20 \text{ m}$. Pomiar grubości próbki otrzymywany jest z dokładnością $\pm 0,025 \text{ mm}$.

Podczas badań kontrolowane są wielkości sygnałów z dwóch typów czujników, z których po przeliczeniu uzyskuje się parametry cieplne na wejściu i wyjściu z próbki. Są to gęstość strumienia ciepła i temperatura powierzchni płyt. Wbudowane w płyty ciepłomierze są o wysokim poziomie sygnału wyjściowego w celu podniesienia dokładności pomiarów. Elektroniczna kontrola sygnałów odbywa się z dokładnością $\pm 0,6 \text{ mV}$.

Monitoring temperatury obu powierzchni płyt i różnicy temperatury odbywa się za pomocą termopar typu E. Każda z płyt wyposażona jest w dwie termopary. Uzyskiwana dokładność kontroli temperatury nie przekracza $\pm 0,01^\circ\text{C}$. Komora pomiarowa aparatu jest zamykana i zaizolowana aby zapobiec bocznym stratom ciepła oraz w celu zminimalizowania kondensacji pary wodnej na zimnej płycie.



Rys. 2. Aparat płytowy FOX 600 z otwartą komorą w Centrum Wodnym SGGW w Warszawie

Fig. 2. Heat Flow Meter Apparatus FOX 600 with open measuring chamber in the Water Centre of the Warsaw University of Life Science

Według normy [2] systematyczny maksymalny prawdopodobny błąd aparatu HFM może wynieść 2,4%. Przy czym jeżeli nie ma błędu znacznie przewyższającego pozostałe błędy składowe, to maksymalny prawdopodobny błąd realnie zawiera się w zakresie 50÷75% błędu całkowitego [6].

Poza błędami systematycznymi występują także błędy przypadkowe spowodowane losowymi zmianami wskazań oprzyrządowania pomiarowego i systemów automatycznej kontroli. Można je minimalizować przez uśrednianie wielu pomiarów.

Informacje zawarte w dokumentach normatywnych [3, 5] wskazują, że oczekiwana dokładność kalibracji aparatu HFM wynosi $\pm 2\%$, a dokładność metody wynosi $\pm 3\%$ pod warunkiem, że średnia temperatura badania jest zbliżona do temperatury w pomieszczeniu. Powtarzalność pomiarów na próbce utrzymywanej wewnątrz aparatu zazwyczaj jest lepsza niż $\pm 0,5\%$. Przy wyjmowanej próbce z aparatu powtarzalność nie przekracza $\pm 1\%$. Wyniki pomiarów współczynnika przewodzenia ciepła podawane przez producenta otrzymywane są z dokładnością lepszą niż $\pm 1\%$. Powtarzalność z próbką utrzymywaną wewnątrz aparatu jest na poziomie $\pm 0,2\%$, a z próbką usuniętą i włożoną ponownie $\pm 0,5\%$.

4. Niepewność wyników pomiarów

Niepewność pomiarów jest ściśle powiązana z wynikami badań laboratoryjnych i terenowych. W celu porównywalności wyników pomiarów ze sobą oraz z wartościami odniesienia podawanymi w normach, konieczne jest obliczanie i wyrażanie niepewności pomiaru. Ponadto ujawnienie informacji ilościowej o dokładności pomiarów pozwala oszacować wiarygodność wyników badań. Niepewność pomiarów jest niezbędna także przy wykorzystywaniu wyników na cele projektowe lub do innych ważnych obliczeń.

Podstawowymi rodzajami niepewności są; **niepewność przypadkowa** oraz **niepewność systematyczna** (wzorcowania i eksperymentatora). Wszystkie te rodzaje niepewności składają się na **niepewność całkowitą**. Niepewność systematyczna dotyczy poprawki i wyniku z wzorcowania przyrządu, ewentualnie z udziału obserwatora. Natomiast niepewność przypadkowa wynika ze wskazań przyrządu i objawia się występowaniem statystycznego rozrzutu wyników. Za wynik końcowy pomiarów w badaniach przyjmuje się zazwyczaj wartość średniej arytmetycznej. Mówi się wówczas o niepewności standardowej (przypadkowej), która jest zgodna z odchyleniem standardowym średniej [7].

W pomiarach pośrednich wyróżnia się **niepewność standardową złożoną i rozszerzoną**. Niepewność złożona jest połączeniem niepewności typu A oraz typu B. Bardzo często mamy do czynienia z pomiarami pośrednimi skorelowanymi. Wówczas możemy wykonać obliczenia niepewności złożonej uproszczone lub ściśle [7, 8]. W obliczeniach uproszczonych niepewność standardowa dotycząca wartości średniej odpowiada złożonej niepewności standardowej pomiarów skorelowanych. Wynik jest przybliżony, ale akceptowany w obliczeniach inżynierskich. W obliczeniach ścisłych postać niepewności złożonej jest bardziej rozbudowana [8].

W praktyce rozkład wielkości mierzonej najczęściej charakteryzuje się rozkładem normalnym przy dużej próbie lub rozkładem t-Studenta w przypadku próby małej. Stąd niepewność rozszerzona oznacza wielkość definiującą przedział ufności obejmujący dużą część rozkładu wartości mierzonej. Niepewność rozszerzoną najczęściej określa się przy poziomie ufności 95%.

5. Warunki prowadzenia badań

Na przebieg badań w laboratorium niewątpliwie wpływ mają warunki otoczenia aparatu. Uwzględnia się głównie temperaturę i wilgotność względną powietrza w pomieszczeniu oraz ustawienie aparatu. Badania przeprowadzono w pomieszczeniu z wentylacją mechaniczną. Bieżący monitoring warunków środowiska wykazał stabilność kontrolowanej temperatury otoczenia ($20,2\text{--}20,6^{\circ}\text{C} \pm 0,12^{\circ}\text{C}$). Wahań wilgotności względnej powietrza mieściły się w granicach $20\text{--}40\% \pm 0,4\%$. Pomiary wydajności wentylacji wykazały nadciśnienie, które utrzymywane jest na stałym poziomie. W pomieszczeniu występują „strefy martwe” i strefy z lokalnym ruchem powietrza o różnej prędkości, maksymalnie do $0,5\text{ m/s}$. Aparat ustawiono poziomo w strefie martwej.

6. Charakterystyka badanej próbki

Wyrobem, który został poddany wielokrotnym badaniom jest polistyren ekstrudowany XPS. Badana próbka o grubości $d = 0,0503\text{ m}$ to FLOORMATE™ 700-A produkcji DOW. Dobre parametry mechaniczne materiału zapewniają możliwość automatycznego pomiaru grubości próbki. Gładkie i płaskie powierzchnie próbki minimalizują opór kontaktu z płytami aparatu i tym samym wynikające stąd błędy [3, 5, 9]. Badany materiał termoizolacyjny przeznaczony jest do izolacji termicznej dachów płaskich, dachów odwróconych oraz izolacji obwodowej ścian i podłóg silnie obciążonych. Parametry cieplne deklarowane przez producenta to współczynnik przewodzenia ciepła $\lambda_d = 0,036\text{ W/mK}$ oraz opór cieplny $R_d = 1,35\text{ m}^2\text{K/W}$.

7. Wyniki badań

Wyniki badań zostały odniesione do certyfikowanego wzorca utrzymywanego przez Narodowy Instytut Materiałów Referencyjnych i Technologii w Stanach Zjednoczonych. Do kalibracji aparatu zastosowano wzorzec z wełny szklanej oznaczony jako NIST 1450b. Niepewność tego wzorca wynosi $\pm 0,00020\text{ W/mK}$ i dotyczy materiałów o gęstości $110\text{--}150\text{ kg/m}^3$ w zakresie średniej temperatury badania $100\text{--}330\text{ K}$. Badania przeprowadzono na przełomie 2010 i 2011 roku.

Zakres badań próbki polistyrenu ekstrudowanego obejmuje 24 powtórzenia przepływu ciepła w kilku średnich wartościach temperatury. Stosowano różnicę temperatur na obu płytach 20°C . Przyjęto różną długość pomiarów w stanie ustalonym (1 do 10 godzin) przy przepływie ciepła skierowanym w górę. Po każdym wykonanym zestawie temperatur próbkę wyjmowano z urządzenia i wkładano ponownie. W trakcie badań nie zaobserwowano znaczących zmian zarówno grubości i gęstości próbki. Próbka charakteryzuje się gęstością $43,45 \pm 0,06\text{ kg/m}^3$. Jej opór cieplny zmieniał się wraz z średnią temperaturą od $1,504$ do $1,346\text{ m}^2\text{K/W}$, a wartość gęstości strumienia ciepła od $13,30$ do $14,85\text{ W/m}^2$.

Metoda badania daje wyniki skorelowane, gdyż każda z wielkości wejściowych mierzona jest w tych samych warunkach, które gwarantują powtarzalność wyników. Niepewność złożoną typu A określono metodą uproszczoną oraz ścisłą. Niepewność wzorcowania typu B oszacowano przyjmując działkę elementarną $\Delta_d \lambda = 0,00010\text{ W/mK}$ oraz jednostajny rozkład statystyczny. Niepewność rozszerzoną określono przy współczynniku rozszerzenia $k = 2$. Rezultaty obliczeń w Tabeli 1.

Uzyskane wyniki oceny niepewności powtarzalnych pomiarów

Parametr	Średnia temperatura próbki				
	T_m [°C]				
	10	20	30	40	50
wskazanie (średnia) λ [W/mK]	0,03344	0,03439	0,03534	0,03632	0,03735
liczba powtórzeń [-]	24	24	24	24	23
współczynnik zmienności V [%]	0,12	0,14	0,13	0,12	0,14
niepewność wzorcowania $\Delta\lambda$ [W/mK]	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006
metoda uproszczona					
niepewność złożona $u_c(\lambda)$ [W/mK]	0,00001	0,00001	0,00001	0,00001	0,00001
niepewność rozszerzona $U(\lambda)$ [W/mK]	0,00012	0,00012	0,00012	0,00012	0,00012
metoda ścisła					
niepewność złożona $u_c(\lambda)$ [W/mK]	0,00001	0,00001	0,00001	0,00001	0,00002
niepewność rozszerzona $U(\lambda)$ [W/mK]	0,00012	0,00012	0,00012	0,00012	0,00012

Uzyskana dokładność powtarzalności z próbką wyjmowaną z aparatu w średniej temperaturze badania zbliżonej do temperatury pomieszczenia wynosi 0,4%. Przy założeniu dokładności wzorcowania aparatu HFM równą 2% oszacowany maksymalny błąd wynosi 2,04%.

8. Wnioski

Wiadomo, że poziomy powtarzalności są wskazane w badaniach jakości i są wymagane do określenia błędów metody. Uzyskana powtarzalność z próbką usuwaną i wkładaną ponownie w pomieszczeniu z wentylacją mechaniczną i sterowanym jedynie poziomem temperatury jest bardzo dobrym wynikiem. Potwierdza ona informacje podawane przez producenta i jest zdecydowanie lepsza od oczekiwanej dokładności na poziomie $\pm 1\%$ wg [3, 5]. Na tej podstawie można wnioskować o zachowanej wysokiej dokładności pomiarowej aparatu. Ocena niepewności wyników wykazała, że niepewność całkowita współczynnika przewodzenia ciepła jest typu B, gdyż dominuje składnik pochodzący od wzorcowania.

Dokładność aparatu zależy od materiału odniesienia i dokładności kalibracji, a jej wyznaczenie jest procesem złożonym. Dokładność wzorców wynika zaś od dokładności aparatów GHP z osłoniętą płytą grzejącą, która wynosi $\pm 2\%$. Dokładność metody z zastosowaniem aparatu HFM gdy średnia temperatura badania jest bliska temperaturze otoczenia wynosi $\pm 3\%$. Przy powtarzaniu pomiarów tej samej próbki uzyskano błąd niewiele większy od błędu wzorcowania aparatu.

Wykonane badania i analiza wyników wskazują, że możliwe jest uzyskiwanie wiarygodnych wartości parametrów cieplnych materiałów budowlanych. Należy jednak pamiętać o tym, że zachodzą powolne zmiany w kalibracji w czasie. Koniczny jest więc systematyczny nadzór aparatu HFM w oparciu o wzorce lub próbki kontrolne. Niezbędna jest również coroczna oraz w miarę potrzeb ponowna kalibracja urządzeń tego typu.

Literatura

- [1] PN-EN 1946-2:2000 Szczegółowe kryteria oceny laboratoriów wykonujących pomiary właściwości związanych z transportem ciepła. Pomiary metodą osłoniętej płyty grzejącej.
- [2] PN-EN 1946-3:2000 Właściwości cieplne wyrobów i komponentów budowlanych. Szczegółowe kryteria oceny laboratoriów wykonujących pomiary właściwości związanych z transportem ciepła. Pomiary metodą czujników strumienia cieplnego.
- [3] PN-EN 12667:2002 Właściwości cieplne materiałów i wyrobów budowlanych. Określanie oporu cieplnego metodami osłoniętej płyty grzejącej i czujnika strumienia cieplnego. Wyroby o dużym i średnim oporze cieplnym.
- [4] *FOX600 and FOX800 Series Instruments Manual*. LaserComp, Massachusetts 2009.
- [5] PN-ISO 8301:1998 Izolacja cieplna. Określanie oporu cieplnego i właściwości z nim związanych w stanie ustalonym. Aparat płytowy z czujnikami gęstości strumienia cieplnego.
- [6] PN-ISO 8302:1999 Określanie oporu cieplnego i właściwości z nim związanych w stanie ustalonym. Aparat płytowy z osłoniętą płytą grzejącą.
- [7] *Guide to the expression of uncertainty In measurement*. OIML G-101, 2008.
- [8] Szdłowski H., *Niepewności w pomiarach. Międzynarodowe Standardy w praktyce*, Wydawnictwo Naukowe UAM, Poznań 2001.
- [9] Tleoubaev A., Brzezinski A., *Errors of the Heat Flow Method Caused by Thermal Contact Resistance for Thermal Conductivity*. 29th Thermal Conductivity Conference, Birmingham, AL, 2007.