

ЭТАЛОНЫ

Научная статья

УДК 006.91:621.317:531

<https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-2-5-22>



Анализ метрологических характеристик спекл-дилатометра из состава Государственного вторичного эталона единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел в диапазоне значений от $0,05 \cdot 10^{-6}$ до $100,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ в диапазоне значений температуры от 90 до 1900 К

Н. Ф. Пухов  

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева»,
г. Санкт-Петербург, Россия
 n.f.pukhov@vniim.ru

Аннотация: Тепловое расширение – важный конструкционный параметр материалов, учет которого необходим при разработке, изготовлении и эксплуатации изделий. Для контроля этой значимой характеристики создаваемых новых материалов требуется разрабатывать аппаратуру, методы и методики измерений, учитывающие новизну специфики поведения этих материалов.

Изготовление образцов специальной формы является основным ограничением при проведении измерений теплового расширения. В первую очередь это относится к новым материалам (неоднородным, композиционным, плохо обрабатываемым), создаваемым под специальные задачи. Перечисленные факторы обусловили необходимость разработки метода, с помощью которого может быть измерен температурный коэффициент линейного расширения изделий и материалов с произвольной формой образцов, что было недоступно прежним реализациям интерферометрических методов.

Для измерения образцов с нерегулярным рельефом в диапазоне температур от 200 до 400 К был создан интерференционный спекл-дилатометр СД. При создании спекл-дилатометра СД был реализован метод спекл-интерферометрии, позволяющий измерять удлинение образцов с нерегулярной поверхностью с нанометровой чувствительностью. Так как аналогов данный прибор не имеет, было проведено исследование составляющих неопределенности, возникающих при измерении температурного коэффициента линейного расширения материалов на данном приборе. Проведен анализ составляющих неопределенности измерения температурного коэффициента линейного расширения материалов на спекл-дилатометре СД. Получено экспериментальное определение неопределенности измерений температурного коэффициента линейного расширения мер ТКЛР образцов произвольной формы на спекл-дилатометре СД.

После завершения исследований и первичной аттестации разработанный прибор был утвержден и включен в состав Государственного вторичного эталона единицы температурного коэффициента

линейного расширения твердых тел в диапазоне значений от $0,05 \cdot 10^{-6}$ до $100,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ в диапазоне значений температуры от 90 до 1 900 К.

Ключевые слова: спекл-интерферометрия, спекл-дилатометр, температурный коэффициент линейного расширения, неопределенность измерений

Принятые сокращения: ТКЛР – температурный коэффициент линейного расширения, СД – спекл-дилатометр, НСП – не исключенная систематическая погрешность.

Ссылка при цитировании: Пухов Н. Ф. Анализ метрологических характеристик спекл-дилатометра из состава Государственного вторичного эталона единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел в диапазоне значений от $0,05 \cdot 10^{-6}$ до $100,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ в диапазоне значений температуры от 90 до 1 900 К // Эталоны. Стандартные образцы. 2025. Т. 21, № 2. С. 5–22. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-2-5-22>

Статья поступила в редакцию 15.03.2024; одобрена после рецензирования 02.06.2025; принята к публикации 25.06.2025.

MEASUREMENT STANDARDS

Researched Article

Analysis of the Metrological Characteristics of the Speckle Dilatometer of the State Secondary Standard of the Unit of Thermal Coefficient of Linear Expansion of Solids in the Range of Values From $0.05 \cdot 10^{-6}$ to $100.0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ in the Range of Temperature Values from 90 to 1,900 K

Nikolay F. Pukhov  

D. I. Mendeleev Institute for Metrology, St. Petersburg, Russia

 n.f.pukhov@vniim.ru

Abstract: Thermal expansion is an important design parameter of materials, which should be taken into account when developing, producing and using products. To control this significant characteristic of new materials, it is necessary to develop equipment, methods and measurement procedures that take into account the novelty of the specific behavior of these materials.

The production of specially shaped samples is the main limitation in thermal expansion measurements. This primarily applies to new materials (heterogeneous, composite, poorly processed) developed for special tasks. These factors necessitated the development of a method for measuring the temperature coefficient of linear expansion of products and materials with arbitrary sample shapes, which was not available in previous implementations of interferometric methods.

An interference speckle dilatometer SD was developed for measuring samples with irregular shape in the temperature range from 200 to 400 K.

When creating the speckle dilatometer SD, the speckle interferometry method was implemented to measure the elongation of samples with an irregular surface with nanometer sensitivity. Since this device has no analogues, a study was conducted on the uncertainty components arising when measuring the thermal coefficient of linear expansion of materials on this device. The analysis of the uncertainty components of the measurement of the thermal coefficient of linear expansion of materials on the speckle dilatometer SD was carried out. An experimental determination of the measurement uncertainty of the thermal coefficient of linear expansion of TCLE measures of arbitrary shaped samples was obtained using the SD speckle dilatometer.

After research and initial certification, the developed measurement instrument was approved and included in the State Secondary Standard of the unit of thermal coefficient of linear expansion of solids in the range of values from $0.05 \cdot 10^{-6}$ to $100.0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ in the range of temperature values from 90 to 1,900 K.

Keywords: speckle interferometry, speckle dilatometer, thermal coefficient of linear expansion, measurement uncertainty

Abbreviations used: TCLE – thermal coefficient of linear expansion; SD – speckle dilatometer; RSE – residual systematic error.

For citation: Pukhov N. F. Analysis of the metrological characteristics of the speckle dilatometer of the State Secondary Standard of the unit of thermal coefficient of linear expansion of solids in the range of values from $0.05 \cdot 10^{-6}$ to $100.0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ in the range of temperature values from 90 to 1,900 K. *Measurement Standards. Reference Materials*. 2025;21(2):5–22. (In Russ.). <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2025-21-2-5-22>

The article was submitted 15.03.2024; approved after reviewing 02.06.2025; accepted for publication 25.06.2025.

Введение

Тепловое расширение материалов при нагревании представляет собой фундаментальный физико-механический процесс, требующий детального изучения и учета при проектировании, производстве и эксплуатации разнообразных инженерных конструкций. Для эффективного мониторинга и анализа теплового расширения требуется разрабатывать специализированные измерительные устройства, обладающие высокой точностью и чувствительностью. В условиях современных требований к надежности и безопасности инженерных объектов совершенствование метрологических подходов становится критически важным (например, требования предъявляемые в ГПС температурного коэффициента линейного расширения твердых тел, ГОСТ Р 59115.2–2021, ГОСТ Р 56466–2022 и др.)¹. Соблюдение этого

условия предусматривает не только повышение точности измерений, но и разработку новых методов калибровки и поверки, что позволяет минимизировать погрешности и обеспечить воспроизводимость результатов. Особое внимание следует уделить разработке материалов, обладающих прогнозируемыми характеристиками теплового расширения.

Дилатометры, являясь ключевыми инструментами в области материаловедения, предназначены для количественного измерения температурных деформаций твердых тел [1]. Указанные приборы позволяют с высокой точностью фиксировать изменения геометрических параметров материалов под воздействием термических, магнитных, электрических

ГОСТ Р 59115.2–2021 Обоснование прочности оборудования и трубопроводов атомных энергетических установок. Модуль упругости, температурный коэффициент линейного расширения, коэффициент Пуассона, модуль сдвига.

ГОСТ Р 56466–2022 Системы космические. Методы испытаний материалов. Метод определения температурного коэффициента линейного расширения композиционных материалов при высоких температурах.

¹ Государственная поверочная схема для средств измерений температурного коэффициента линейного расширения твердых тел в диапазоне от $0,01 \cdot 10$ до $100 \cdot 10 \text{ K}$ в диапазоне температуры от 90 до 3000 K : Приказ Росстандарта от 14 декабря 2018 г. № 2663.

и механических факторов, что делает их незаменимыми при решении широкого спектра научных и прикладных задач.

В зависимости от конструктивных особенностей и принципов работы, дилатометры подразделяются на несколько основных типов:

- оптико-механические;
- емкостные;
- интерференционные;
- радиорезонансные;
- рентгеновские структурные.

Каждый из этих методов обладает уникальными преимуществами и ограничениями, определяющими их применимость в различных экспериментальных условиях. Однако использование серийных дилатометров для измерений высокой точности ограничено заметными погрешностями, возникающими при передаче единицы ТКЛР от Государственного первичного эталона, что, в частности, обусловлено различной конфигурацией образцов, измеряемых серийными и эталонными дилатометрами, входящими в состав Государственного первичного эталона и основанными на бесконтактных интерференционных измерениях изменения длины образца.

Основное ограничение, которое имеют классические интерференционные дилатометры, – необходимость изготовления образцов специальной формы. Ограничение особенно существенно по ряду обстоятельств, например:

- материал не поддается точной механической обработке или полировке;
- технология создания материала не позволяет получить его в достаточном объеме, в частности, из-за ограничений, вносимых технологическим процессом изготовления;
- компоненты материала являются дорогостоящими.

Кроме того, поскольку в некоторых случаях материал создается в форме изделия, возникает необходимость измерять ТКЛР непосредственно изделия, так как абстрактные образцы материала могут просто не существовать.

Итак, возникла необходимость разработки метода, позволяющего измерять ТКЛР изделий и материалов с произвольной формой образцов, что было недоступно прежним реализациям интерферометрических методов.

Одно из возможных решений проблемы контроля материалов, образцов и изделий

с нерегулярной поверхностью состоит в применении разновидности интерференционного метода – спекл-интерферометрии. Спекл-интерферометрия – это направление в интерферометрии, изучающее случайные интерференционные картины, возникающие при диффузном рассеянии когерентной световой волны от нерегулярных поверхностей [2, 3]. Ввиду стохастического характера оптического поля извлечение информации из спекл-картин требует использования специальных методов и алгоритмов обработки данных [4].

Впервые возможность измерять тепловое расширение с использованием метода спекл-интерферометрии была продемонстрирована в 70-е гг. XX века [5]. Однако в то время из-за невысокой достигнутой точности метод не получил развития. Современный уровень оптики и фотоники, измерительной техники и компьютерных технологий позволяет обеспечить формирование, регистрацию и обработку спекл-интерференционных полей с извлечением необходимой информации о температурном расширении исследуемого образца.

Целью данного исследования является определение метрологических характеристик измерений ТКЛР с помощью интерференционного дилатометра на основе метода спекл-интерферометрии с установленной прослеживаемостью к Государственному вторичному эталону единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел в диапазоне значений от $0,05 \cdot 10^{-6}$ до $100,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ в диапазоне значений температуры от 90 до 1900 К.

Материалы и методы

В качестве объекта исследования взяты образцы с нерегулярным рельефом в диапазоне температуры от 200 до 400 К. Для измерения данных образцов применен интерференционный спекл-дилатометр СД² (далее – дилатометр).

Функционирование дилатометра обеспечивают: термостат, системы измерения и регулирования температуры, оптическая система, система форвакуумной откачки и подачи инертного газа.

² Способ сканирующей дилатометрии и дилатометр для его осуществления : пат. 2735489 РФ; заявл. 03.04.2020; опубл. 04.12.2020, Бюл. № 34. С. 1.

При создании дилатометра был реализован метод спекл-интерферометрии [6, 7], позволяющий измерять удлинение образцов с нерегулярной поверхностью с нанометровой чувствительностью.

В работе прибора используется схема интерферометра Майкельсона [8], в которой измерительная волна отражается непосредственно от поверхности образца, а опорная волна – от подставки образца, что позволяет использовать дилатометр для измерения ТКЛР материалов и образцов с неплоским рельефом, негладкой поверхностью или микроскопических размеров.

При освещении шероховатой поверхности когерентным излучением происходит диффузное отражение с формированием картины спеклов.

При тепловом расширении образца интенсивность и фаза спеклов динамически изменяются, при этом изменения фазы характеризуют нормальное смещение поверхности образца. В разработанной оптико-электронной системе спекл-интерференционные поля регистрируются при помощи видеозаписи для ряда заданных значений температуры, что позволяет селективно выбирать спеклы по амплитуде и вычислять изменения фазы по набору спеклов. Так как аналогов данный прибор не имеет, было проведено исследование составляющих неопределенности, возникающих при измерении ТКЛР материалов на данном приборе.

Анализ и экспериментальное определение составляющих неопределенности измерения удлинения

В начале исследования проведен анализ и экспериментальное определение составляющих неопределенности измерения удлинения. Рассмотрим уравнение измерения удлинения и температуры исследуемых образцов и составляющие погрешности каждой из этих величин.

Значение неопределенности измерения удлинения является важнейшей характеристикой при измерении параметров теплового расширения.

На дилатометре удлинение исследуемого образца определяется на основе анализа изменений разности фаз измерительной и опорной волн для заданного ряда значений температуры.

При исходном фиксированном значении температуры образца определяется разность фаз измерительной волны, отраженной от поверхности образца, и опорной волны. В процессе изменения температуры проводится регистрация удлинения образца с точностью до целого порядка интерференции. При достижении следующего значения температуры из заданного ряда осуществляется определение разности фаз измерительной и опорной волн. По изменению разности фаз с учетом полных фазовых циклов (соответствующих целым порядкам интерференции) судят о температурном удлинении образца.

Уравнение для расчета температурного удлинения ΔL представлено формулой

$$\begin{aligned} \Delta L &= \frac{\lambda}{2} \left(N_2 + \frac{\Phi_2}{2\pi} \right) - \frac{\lambda}{2} \left(N_1 + \frac{\Phi_1}{2\pi} \right) = \\ &= \frac{\lambda}{2} \left(\Delta N + \frac{\Delta\Phi}{2\pi} \right), \end{aligned} \quad (1)$$

где λ – длина волны (нм); индексы 1 и 2 – значения величин до и после температурного удлинения; ΔN – изменение целого порядка интерференции при изменении температуры $\Delta T_{(к)}$; $\Delta\Phi$ – изменение разности фаз интерферирующих волн при изменении температуры $\Delta T_{(к)}$.

Стандартная неопределенность температурного удлинения для фиксированного интервала температур рассчитана по формуле

$$u_{\Delta L}^2 = (\partial\Delta L / \partial\lambda)^{2u_{\lambda}^2} + (\partial\Delta L / \partial\Delta\Phi)^{2u_{\Delta\Phi}^2}, \quad (2)$$

где

$$u_{v\lambda}^2 = u_v^2 + u_\lambda^2, \quad (3)$$

u_v^2 и u_λ^2 – составляющие неопределенности, обусловленные нестабильностью частоты и неточностью определения среднего значения длины волны соответственно;

$$u_{\Delta\Phi}^2 = 16\pi^2 (u_D^2 + u_\Pi^2), \quad (4)$$

u_D^2 и u_Π^2 – составляющие неопределенности дробной доли порядка интерференции и привязки к образцу соответственно;

$$u_{\Delta L}^2 = 0,25\lambda^2 \left(N_2 + \frac{\Phi_2}{2\pi} \right)^2 u_{v\lambda}^2 + 0,25\lambda^2 \left(N_1 + \frac{\Phi_1}{2\pi} \right)^2 u_{v\lambda}^2 + \left(\frac{\lambda^2}{16\pi^2} \right) u_{\Delta\Phi}^2 \quad (5)$$

Рассмотрим составляющие неопределенности более подробно.

Для получения оценки неопределенности (3), обусловленной отклонениями длины волны излучения, обратимся к формуле, определяющей значение фазы интерферометрического сигнала:

$$\varphi = \frac{2\pi\Delta}{\lambda}, \quad (6)$$

где Δ – оптическая разность хода.

При нестабильности длины волны $\delta\lambda$ отклонения фазы равны

$$\delta\varphi = \frac{2\pi\Delta}{\lambda + \delta\lambda} - \frac{2\pi\Delta}{\lambda} = \frac{2\pi\Delta\lambda - 2\pi\Delta(\lambda + \delta\lambda)}{\lambda(\lambda + \delta\lambda)} = -\frac{2\pi\Delta\delta\lambda}{\lambda(\lambda + \delta\lambda)} \quad (7)$$

Поскольку для лазерного источника излучения $\delta\lambda \ll \lambda$, отклонения фазы определяются как

$$\delta\varphi = \frac{2\pi\Delta\delta\lambda}{\lambda^2} \quad (8)$$

В созданной оптико-электронной системе использован лазерный источник излучения с допустимыми отклонениями длины волны

$\frac{\delta\lambda}{\lambda} \leq 1 \cdot 10^{-6}$, которые обуславливают отклонения фазы

$$\delta\varphi = 2\pi \cdot 10^{-6} \frac{\Delta}{\lambda} = 2\pi \cdot 10^{-6} \left(N + \frac{\Phi}{2\pi} \right) \quad (9)$$

Условие (9) накладывает ограничение на допустимое значение целого порядка интерференции N , который в разработанной системе определяется величиной отклонения Δh рельефа образца с негладкой поверхностью. Нулевая разность хода измерительной и опорной волн устанавливается на половине высоты отклонений рельефа $\Delta h/2$, при этом порядок интерференции составляет

$$N = \text{int} \left(\frac{\Delta h}{\lambda} \right), \quad (10)$$

где $\text{int}(\cdot)$ обозначает операцию взятия целой части числа, и максимальное значение порядка интерференции согласно (10) равно

$$N_{\max} \leq 10^6 \frac{\delta\varphi}{2\pi} \quad (11)$$

При $N_{\max} = 200$, что соответствует диапазону отклонений рельефа поверхности образца $\Delta h = N_{\max}\lambda \approx 100$ мкм ($\lambda = 514$ нм), отклонения фазы из-за отклонений длины волны составляют

$$\delta\varphi = \frac{2\pi}{5 \cdot 10^4}.$$

С учетом вышеизложенного, выражение для неопределенности (5) принимает более простой вид:

$$u_{\Delta L}^2 = 0,5N_{\max}^2\lambda^2 u_{v\lambda}^2 + \left(\frac{\lambda^2}{16\pi^2} \right) u_{\Delta\Phi}^2 \quad (12)$$

Полагая $N_{\max} = 200$, получаем оценку СКО первого слагаемого в (12), равную $u_{\Delta L1} = 0,7N_{\max}\lambda u_{v\lambda} = 1,4 \cdot 10^{-4}\lambda \approx 0,1$ нм ($\lambda = 514$ нм).

При сравнительно малых значениях оптической разности хода в разработанной системе можно считать равными составляющие u_v^2 и u_λ^2 в (3). При этом $u_v = u_\lambda = u_{v\lambda} / \sqrt{2}$ и СКО при определении удлинения, обусловленные нестабильностью частоты излучения и неточностью длины волны, составляют 0,07 нм.

Рассмотрим неопределенность, характеризующую вторым слагаемым в (12),

$$u_{\Delta L2}^2 = \left(\frac{\lambda^2}{16\pi^2} \right) u_{\Delta\Phi}^2 \quad (13)$$

Значения разности фаз измерительной и опорной волн определяются из соотношения

$$\varphi = \arctg(s_s / s_c), \quad (14)$$

где S_s и S_c – квадратурные компоненты интерферометрического сигнала, формируемые с использованием метода управляемого фазового сдвига на основе регистрации набора видеокладов с заданными взаимными фазовыми сдвигами (например, [9]).

Погрешность определения изменения разности фаз интерферирующих волн составляет

$$\delta\Delta\varphi = \sqrt{(\delta\varphi_1)^2 + (\delta\varphi_2)^2}, \quad (15)$$

где $\delta\varphi_1, \delta\varphi_2$ – погрешности определения разности фаз интерферирующих волн до и после температурного расширения образца при неизменном значении длины волны источника излучения, которые считаются статистически независимыми, причем

$$\delta\varphi_i = \frac{(s_s/s_c)(\delta s_s/s_s - \delta s_c/s_c)}{1 + (s_s/s_c)^2}, \quad i = 1, 2, \quad (16)$$

где $\delta S_s/S_s$ и $\delta S_c/S_c$ – относительные погрешности вычисления квадратурных компонентов интерферометрического сигнала.

Полагая погрешности квадратурных составляющих δS_s и δS_c взаимно не коррелированными (что имеет место, в частности, при случайных флуктуациях фазы интерферометрического сигнала) и равными $\delta S/\sqrt{2}$, из (16) имеем

$$\delta\varphi_i = (1/\sqrt{2})(\delta s/s_m)(s_s s_c/s_m^2), \quad (17)$$

$$\delta\Delta\varphi = (\delta s/s_m)(s_s s_c/s_m^2), \quad (18)$$

где S_m – амплитудное значение квадратурных составляющих.

Погрешность имеет максимальное значение при $S_s = S_c$, т. е. $\varphi = \pi/4$ и $3\pi/4$:

$$\delta\Delta\varphi_{\max} = 0,5\delta s/s_m. \quad (19)$$

При малых значениях регистрируемой мощности излучения погрешность δs определяется пуассоновской статистикой фотоотчетов, когда дисперсия шума $\sigma_n^2 = \langle n \rangle$, где $\langle n \rangle$ – среднее количество зарегистрированных фотоэлектронов. При этом из последнего выражения для погрешности получим

$$\delta\Delta\varphi_{\max} = 1/(V\sqrt{\langle n \rangle}), \quad (20)$$

где V – видность интерференционных полос;

$$\langle n \rangle = \eta Pt\lambda / hc, \quad (21)$$

η – квантовая эффективность фотодетектирования; P – регистрируемая мощность излучения; t – интервал регистрации; h – постоянная Планка; c – скорость света.

Из (1–20) и (1–21) получаем

$$\delta\Delta\varphi_{\max} = 1/(V\sqrt{\eta Pt\lambda / hc}). \quad (22)$$

Энергетический расчет показывает, что мощность излучения, приходящаяся

на исследуемый локальный участок поверхности образца, составляет в разработанной системе $P_1 = 2 \cdot 10^{-12}$ Вт. При типичных значениях параметров $\eta = 0,9$, $V = 0,5$ из (22) получаем

$$\delta\Delta\varphi_{\max} = 0,01 \text{ рад} \approx 2\pi/600. \quad (23)$$

Наряду с рассмотренной выше составляющей погрешности, обусловленной шумом фотодетектирования, необходимо учесть составляющую погрешности, возникающую вследствие флуктуаций фазы измерительной волны из-за влияния внешних возмущающих факторов, прежде всего, микровибраций.

Известно (например, [10]), что эффективная методика снижения влияния стохастических флуктуаций в спекл-интерферометрии состоит в использовании усреднения по набору спекл-интерференционных картин. Известно также [11], что при гауссовой плотности вероятности отклонений фазы с дисперсией σ_φ^2 и усреднении интерферометрического сигнала видность интерференционных полос V снижается в соответствии с формулой

$$V \sim \exp(-\sigma_\varphi^2 / 2). \quad (24)$$

При этом снижение видности вдвое имеет место при СКО фазы $\delta\varphi \approx 1,2$ рад или $2\pi/5$. Снижение видности V учтено выше при получении оценки (23).

Погрешность (23) обуславливает составляющую неопределенности дробной доли порядка интерференции u_d^2 в (4), а именно:

$$u_d = \frac{\delta\varphi_{\max}}{4\pi} = 0,8 \cdot 10^{-3}, \quad (25)$$

или в единицах длины

$$u_d \frac{\lambda}{2} = \frac{\lambda}{4\pi} \delta\varphi_{\max} = 0,8 \cdot 10^{-3} \lambda = 0,4 \text{ нм}. \quad (26)$$

Вторая составляющая неопределенности в (4), u_n^2 , обусловлена неточностью «привязки» к образцу в плоскости наблюдения.

Образец материала может иметь нечетко определенные границы, поэтому должна осуществляться привязка к рельефу образца $h(i, j)$, где (i, j) – дискретные координаты пикселей видеокамеры.

При определении удлинения образца должно соблюдаться условие:

$$\Delta h = h_2(i, j) - h_1(i, j) = \Delta L = \text{const}, \quad (27)$$

поскольку предполагается отсутствие существенных деформаций образца и изменений его рельефа.

Неточность совмещения двух функций в (27) определяется влиянием следующих факторов:

- температурным расширением образца в поперечном направлении;
- дискретностью представления функций $h(i, j)$ в плоскости наблюдения;
- погрешностью восстановления рельефа до и после температурного удлинения образца.

Температурное расширение образца в поперечном направлении характеризуется значением

$$\Delta D = \alpha D \Delta T, \quad (28)$$

где D – размер образца в поперечном направлении.

При $\alpha = 1 \cdot 10^{-8} \cdot \text{K}^{-1}$, $D = 20$ мм, $\Delta T = 100$ °С получим $\Delta D = 0,02$ мкм, что составляет пренебрежимо малую величину с точки зрения смещения рельефа поверхности образца в плоскости наблюдения.

Дискретность представления рельефа в плоскости наблюдения обусловлена использованием регистрирующей матрицы в виде набора пикселей. Дискретность не вносит погрешностей, если соблюдается теорема отсчетов, когда на период наивысшей пространственной частоты отклонений рельефа приходится не менее двух отсчетов. Данное требование должно соблюдаться при отборе исследуемых образцов.

Погрешность восстановления рельефа до и после температурного удлинения образца определяется погрешностью определения дробной части порядка интерференции, которая оценивается значением стандартной неопределенности 0,4 нм. Учитывая, что при совмещении двух функций в (27) имеет место частичная компенсация погрешности отклонений в отличие от определения самих отклонений, значение неопределенности от смещения образца в плоскости наблюдения принято равным 0,3 нм.

При этом получим:

$$u_n = 0,75u_d = 0,6 \cdot 10^{-3}, \quad (29)$$

или в единицах длины

$$u_n \frac{\lambda}{2} = 0,6 \cdot 10^{-3} \lambda = 0,3 \text{ нм}. \quad (30)$$

Стандартная неопределенность (4) характеризуется значением

$$u_{\Delta\varphi} = 4\pi \sqrt{u_d^2 + u_n^2} = 2,5 \cdot 10^{-2} \text{ рад}. \quad (31)$$

Результаты проведенного анализа составляющих неопределенности (5) приведены в табл. 1.

Оценка погрешности измерения температуры

Измерение температуры образца в дилатометре осуществляется термоэлектрическим преобразователем типа Т (далее – термопреобразователь). При этом по условиям эксперимента невозможно создать непосредственный тепловой контакт между термоприемником и измеряемым образцом. Ранее был проведен анализ источников погрешности измерения температуры образца.

Температура образца может быть рассчитана из выражения

$$T_o = T_T - C_n, \quad (32)$$

где T_o – температура образца (К); T_T – измеренная температура термопреобразователем (К); C_n – поправка на неравенство измеренной температуры термопреобразователем и температуры образца (К).

При измерении температуры возникают следующие погрешности.

1. *Погрешность градуировки термопреобразователя.* Погрешность градуировки термопреобразователя при измерении температуры принимают в качестве систематической. Из-за неопределенности знака эту погрешность можно отнести к категории НСП. Применяемый на дилатометре термопреобразователь отградуирован во ВНИИМ со стандартной неопределенностью $u_r = 0,2$ К.

На основании работ [6, 7] следует считать: так как в соответствии с принятой для измерения ТКЛР методикой на дилатометре термомпара жестко крепится в камере термостабилизации и ее глубина погружения остается постоянной в течение всего срока службы – величина погрешности из-за неоднородности

Таблица 1. Составляющие неопределенности измерений удлинения на спекл-дилатометре СД

Table 1. Uncertainty components of elongation measurements on the SD speckle dilatometer

Входная величина	Источник неопределенности	Тип оценки	Стандартная неопределенность, нм
$\Delta\varphi$	Определение дробной части порядка интерференции $u_d\lambda/2\sqrt{2}$	A	0,4
	Определение положения образца в плоскости наблюдения $u_n\lambda/2\sqrt{2}$	A	0,3
λ	Нестабильность частоты излучения источника света $u_v N (\Delta\lambda/\lambda)\lambda/2$, где $N \leq 4 \cdot 10^2$, $\Delta\lambda/\lambda = 10^{-6}$	A	0,07
	Неточность определения длины волны $u_\lambda N (\Delta\lambda/\lambda)\lambda/2$, где $N \leq 4 \cdot 10^2$, $\Delta\lambda/\lambda = 10^{-6}$	B	0,07
ΔL	Суммарная стандартная неопределенность результата измерения удлинения, нм $u_{\Delta L}^2 = (u_d\lambda/2\sqrt{2})^2 + (u_n\lambda/2\sqrt{2})^2 + 2u_{v\lambda}^2(N(\Delta\lambda/\lambda) \cdot \lambda/2)^2$	$u_{\Delta L}$	0,5

термоэлектродов, пропорциональная перепаду температур вдоль электродов, носит систематический характер и входит в погрешность градуировки. Неопределенность результата измерения температуры, вызванная неточностью градуировки термопреобразователя, составляет $u_r = 0,2^\circ\text{C}$.

2. *Погрешность, возникающая при измерении т. э. д. с. термпары.* Для измерения температуры на дилатометре используется автоматизированная система поверки термопреобразователей (АСПТ), при этом СКО результата измерения т. э. д. с. медь-константанового термопреобразователя в стационарном температурном режиме составляет $S_{T_k} = 0,005\text{ K}$.

3. *Погрешность, возникающая из-за неравенства температуры образца и зарегистрированной термопреобразователем.* Неравенство температуры образца и зарегистрированной термопреобразователем обусловлено относительно слабым тепловым контактом между ними и в общем случае может возникать по причинам:

- недостаточного времени выдержки образца при стационарной температуре;
- колебаний температуры блока около заданного значения при автоматическом поддержании температуры;

– неоднородности стационарного температурного поля в камере.

Вопрос о погрешности, обусловленной неравенством температуры образца и зарегистрированной термопреобразователем, является весьма сложным из-за большого количества факторов, влияющих на соотношение их температур. Составляющие погрешности несоответствия температуры образца и зарегистрированной термопреобразователем впервые были оценены в работе [9]. Наибольшую важность корректность оценки погрешности несоответствия температуры образца и зарегистрированной термопреобразователем имеет при низких температурах, т. к. именно там данная погрешность может быть значительна. Причина этого в том, что при низких температурах существенно уменьшается перенос тепла, обусловленный всеми механизмами переноса: теплопроводностью, конвекцией и, особенно, излучением. Это приводит к слабому тепловому контакту и гигантским временам выравнивания температуры даже при отсутствии направленных тепловых потоков. При наличии тепловых потоков слабый теплоперенос приводит к значительным перепадам температур, которые возрастают также

вследствие малости теплоемкостей всех материалов. Поэтому для данной составляющей погрешности в условиях низких температур был проведен дополнительный цикл расчетов процессов теплопереноса в камере термостата при исследовании характеристик ГЭТ 24–2018. Соответствующий материал изложен в [12] и методике исследования ГПЭ единицы ТКЛР. Погрешность несоответствия температуры образца и зарегистрированной термопреобразователем составили:

– случайная составляющая погрешности, возникающая из-за неравенства температуры образца и зарегистрированной термопреобразователем, определится погрешностью, вызванной колебаниями температуры блока около заданного значения при автоматическом поддержании температуры в камере, и характеризуется СКО, равным $S_{T_1} = 0,005 \text{ K}$.

– границы НСП, возникающей из-за неравенства температуры образца и зарегистрированной термопреобразователем, определяются НСП из-за недостаточного времени выдержки образца на стационарной температурной точке $\vartheta_{T_1} = 0,01 \text{ K}$ и НСП из-за неоднородности стационарного температурного поля в камере $\vartheta_{T_1} = (0,01 - 0,02) \text{ K}$ в зависимости от длины образца.

Таким образом, неопределенность, вызванная неравенством температуры образца и зарегистрированной термопреобразователем, составит $u_n = 0,014 \text{ }^\circ\text{C}$.

4. *Погрешность, обусловленная отклонением от $0 \text{ }^\circ\text{C}$ температуры свободных концов термопреобразователя.* Для случая термостатирования свободных концов в дьюаре с тающим льдом определенной консистенции эта составляющая погрешности может быть охарактеризована СКО, равным $S_{T_0} = 0,02 \text{ K}$.

5. *Погрешность, обусловленная теплоотводом по электродам термопреобразователя.* Погрешность такого типа практически всегда возникает при измерении температуры контактными методами. Подробно этот источник погрешности рассмотрен в [12]. В соответствии с подходом к расчету данной составляющей погрешности, при условии стабилизации температуры в рабочей камере в зоне расположения образца, граница НСП данной составляющей может быть оценена в $0,1 \text{ }^\circ\text{C}$.

Для определения погрешности измерения изменения температуры от T_1 до T_2 необходимо знать погрешность результата измерения каждой из этих температур. Тогда стандартная неопределенность результата измерения разности температур $T_2 - T_1$ рассчитывается по формуле

$$u_{\Delta T} = \sqrt{u_{T_1}^2 + u_{T_2}^2}, \quad (33)$$

где u_{T_1} и u_{T_2} – стандартная неопределенность результатов измерения температур T_1 и T_2 . Так как u_{T_1} и u_{T_2} слабо изменяются в зависимости от температуры, то можно принять, что $u_{T_1} = u_{T_2}$, следовательно $u_{\Delta T} = \sqrt{2}u_{T_1}$.

Таким образом, расширенная неопределенность измерения изменения температуры образца может быть рассчитана по формуле

$$U_{\Delta T} = 2\sqrt{u_{T_0}^2 + u_n^2 + u_c^2 + u_T^2}. \quad (34)$$

Значения неопределенности изменения температуры образца на дилатометре (табл. 2).

Ожидаемая оценка неопределенности результата измерения ТКЛР по результатам анализа источников погрешностей

Экспериментальное определение ТКЛР материалов сводится к многократным измерениям удлинения исследуемого образца при заданных температурах или температурных интервалах соответственно.

Значение среднего ТКЛР в фиксированном температурном интервале определяется из выражения (1):

$$\alpha_{cp} = \Delta L / (L_{20} \cdot \Delta T), \quad (35)$$

где L – длина образца при $T = 20 \text{ }^\circ\text{C}$; ΔL – удлинение образца при изменении его температуры на ΔT . Точность полученного значения ТКЛР определяется точностью определения величин, входящих в (35). Неопределенность определения среднего ТКЛР для фиксированного интервала температур может быть рассчитана следующим образом:

$$u_{\alpha_{cp}}^2 = (\partial \alpha_{cp} / \partial L_{20})^2 u_{L_{20}}^2 + (\partial \alpha_{cp} / \partial \Delta L)^2 u_{\Delta L}^2 + (\partial \alpha_{cp} / \partial \Delta T)^2 u_{\Delta T}^2. \quad (36)$$

Таблица 2. Значения неопределенности изменения температуры на спекл-дилатометре СД

Table 2. Uncertainty values of temperature change on the SD speckle dilatometer

Входная величина	Источник неопределенности	Тип оценки	Значение неопределенности, $u(x)$
ΔT	Отклонение температуры свободных концов термопары от 0 К, u_{T_0}	A	0,028
	Неравенство температуры образца и зарегистрированной термопреобразователем, К u_n	B	0,014
	Случайная составляющая погрешности, возникающая из-за неравенства температуры образца и термопреобразователя К S_{T_k}		0,005
	Неточность градуировки термопреобразователя, К u_c	B	0,2
	Теплоотвод по термоэлектродам термопреобразователя, °С u_m	B	0,1
	Расширенная неопределенность измерения изменения температуры, К $U_{\Delta T} = 2\sqrt{u_{T_0}^2 + u_n^2 + u_c^2 + u_T^2}$	$U_{\Delta T}$	0,45

Выполнив необходимые вычисления, получим:

$$u_{\text{ср}}^2 = (\alpha_{\text{ср}}/L_{20})^2 u_{L_{20}}^2 + (1/L_{20} \Delta T)^2 u_{\Delta T}^2 + (\alpha_{\text{ср}}/\Delta T)^2 u_{\Delta T}^2 \quad (37)$$

Таким образом, для определения неопределенности измерения среднего ТКЛР в заданном температурном интервале необходимо знать составляющие неопределенности: измерения длины образца при $T = 20$ °С, удлинения образца и приращения температуры образца, соответствующего данному удлинению.

Анализ составляющих неопределенности измерения удлинения и изменения температуры на дилатометре, проведенный в процессе его исследования, позволил оценить их значения. На основании полученных оценок по (37) был проведен расчет ожидаемых значений неопределенности результатов измерения ТКЛР. Поскольку неопределенность измерения среднего ТКЛР зависит не только от неопределенности измерения удлинения образца и его температуры, а также от значения ТКЛР исследуемого материала, то расчет неопределенности результата единичного измерения проводился для материалов с различными ТКЛР (в диапазоне ТКЛР, измеряемых на данном дилатометре, от $0,05 \cdot 10^{-6}$ до $100 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$).

Значения ожидаемых оценок неопределенности результата измерения ТКЛР по результатам анализа составляющих неопределенности (табл. 3).

Методика измерений на спекл-дилатометре СД

Разработана и аттестована методика измерений ТКЛР материалов методом лазерной интерферометрии и цифровой голографии высокого разрешения, регламентированная в документе № 2416-05-2010³. Смысловая организация методики позволяет свести к минимуму погрешности, возникающие при измерении удлинения и изменения температуры исследуемого образца. Благодаря проведенному анализу источников погрешности методика работы на дилатометре обеспечивает получение результатов измерения ТКЛР различных материалов с требуемой точностью.

³ ФР.1.32.2010.07917 Методика (метод) измерения. Неорганические наноструктурированные материалы. Измерения температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) наноматериалов методом лазерной интерферометрии и цифровой голографии высокого разрешения. Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Режим доступа: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/16/items/287945> (дата обращения: 26.02.2025).

Таблица 3. Значения ожидаемых оценок неопределенности результата измерения ТКЛР
 Table 3. Values of expected estimates of uncertainty of the TCLE measurement result

Входная величина	Источник неопределенности	Тип оценки	Значение неопределенности, $u(x)$	
			В диапазоне α от $0,05 \cdot 10^{-6}$ до $5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	В диапазоне α свыше $5 \cdot 10^{-6}$ до $30 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
α	Стандартное отклонение результатов измерений α , 10^{-8} K^{-1}	$\sigma_r/\sqrt{3}$	0,20	0,49
	Суммарная стандартная неопределенность результата измерения ТКЛР, $u \cdot 10^{-8} \text{ K}^{-1}$	u	0,2	0,5
	Расширенная неопределенность при коэффициенте охвата, $k=2$, результата измерения ТКЛР, $U \cdot 10^{-8} \text{ K}^{-1}$	U	0,5	1,0

Для уменьшения погрешности измерения удлинения образца на дилатометре предусматривается измерение длины образца при начальных условиях. Измерение длины образца осуществляется с определением отклонений рельефа поверхности при помощи интерферометра малой когерентности для всех точек рельефа поверхности.

Для исключения погрешности, вызванной конечной апертурой светового пучка лучей в интерферометре из-за конечных размеров диафрагмы, в процессе измерения не допускается переюстировка оптического измерительного устройства. В противном случае результаты измерения удлинения будут содержать значительные систематические погрешности, исключение которых представит большие трудности.

В условиях автоматической регистрации и обработки данных для измерения удлинения исследуемого образца осуществляется определение значений фазы измерительной волны в соответствии с заданным алгоритмом по формуле

$$\varphi = \arctg(s_{s1} / s_{c1}), \quad (38)$$

где S_c и S_s – квадратурные составляющие интерферометрического сигнала.

Для уменьшения погрешности измерения температуры на дилатометре необходимо проводить измерения в стационарном температурном режиме. При измерении в стационарном температурном режиме необходимо обеспечить время выдержки при постоянной

температуре, достаточное для достижения допустимой погрешности несоответствия температуры образца и зарегистрированной термопреобразователем.

При измерении ТКЛР в стационарном температурном режиме образец нагревается до требуемой температуры, после чего включается терморегулирующая система. Когда изменение температуры образца после необходимого времени выдержки не превысит $0,01 \text{ K}$ за 10 мин, выполняются отсчеты разности фаз опорной и измерительной волны. Изменение разности фаз интерферирующих волн вычисляется по формуле

$$\Delta\varphi = \arctg(s_{s2} / s_{c2}) - \arctg(s_{s1} / s_{c1}), \quad (39)$$

где S_c и S_s – квадратурные составляющие интерферометрического сигнала; индексы 1 и 2 – значения, вычисленные соответственно до и после изменения температуры образца.

В процессе измерения проводится определение изменения целых порядков интерференции (ΔN).

Температурное удлинение вычисляется в виде суммы изменений целого порядка интерференции и дробной доли порядка интерференции, полученных в интервалах изменения температуры из заданного ряда значений, по формуле

$$\Delta L = (\lambda / 2)(\Delta N + \Delta\varphi / 2\pi), \quad (40)$$

где λ – длина волны (нм); ΔN – изменение целого порядка интерференции при изменении

температуры $\Delta T(\text{K})$; $\Delta\varphi$ – изменение разности фаз интерферирующих волн при изменении температуры $\Delta T(\text{K})$.

Определение температурного удлинения осуществляется для набора участков в плоскости поверхности образца, что обеспечивает возможность реконструкции нормальных смещений поверхности, характеризующих температурное удлинение образца.

Для определения ТКЛР образца выполняются три серии измерений в выбранном температурном диапазоне. Значение ТКЛР вычисляется на основе данных о температурном удлинении образца, полученных для заданного ряда значений температуры в установленном диапазоне температуры по формуле

$$\alpha = \frac{1}{L} \frac{\Delta L}{\Delta T}, \quad (41)$$

где L – длина образца (мм); ΔL – удлинение образца (мкм) при изменении температуры $\Delta T(\text{K})$.

После проведения измерений проводится совместная обработка полученных данных для заданного диапазона температуры с получением оценки значений ТКЛР $\alpha = \alpha(T)$, характеризующих исследуемый образец. Обработка результатов измерений выполняется при помощи вычислительной системы на основе процессора не менее Core 2 Quad и тактовой частотой не менее 3 200 МГц.

Значение ТКЛР вычисляется на основе данных о температурном удлинении образца, полученных для заданного ряда значений температуры в установленном диапазоне температуры, по формуле (41).

Для каждого температурного диапазона вычисляют среднее арифметическое значение ТКЛР $\bar{\alpha}$ из трех единичных значений по формуле

$$\alpha_{cp} = \frac{\sum_{i=1}^3 \alpha_i}{3}. \quad (42)$$

Результаты совместных измерений удлинения и изменения температуры обрабатываются на персональном компьютере по алгоритму, позволяющему рассчитывать параметры аппроксимирующей функции, характеристики теплового расширения, их дисперсии и доверительные интервалы.

Для аппроксимации результатов dilatометрических исследований в программе применяются кубические сплайны пониженной кривизны, минимизирующие взвешенное среднее квадратичное отклонение. При заданных значениях аппроксимируемой функции построение сплайнов осуществляется по этим значениям с добавлением условий непрерывности первой и второй производной в узлах аппроксимации. На краях интервала используется квадратичная аппроксимация.

Применяемая методика обработки результатов совместных измерений позволяет обеспечить определение ТКЛР без внесения значительных погрешностей в результаты измерения на dilatометре. Погрешность за счет обработки результатов измерений составляет в зависимости от ТКЛР и температуры $\Delta = (0,01-0,03) \cdot 10^{-9} \text{ K}^{-1}$.

Далее проводится проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, и установление окончательного результата и контроль точности результатов измерений, который осуществляется с использованием мер ТКЛР, входящих в состав ГЭТ 24–2018.

Экспериментальное определение неопределенности

С целью экспериментального определения неопределенности измерения ТКЛР материалов на dilatометре были выполнены исследования ТКЛР двух мер, входящих в состав ГЭТ 24–2018: меры ТКЛР № 3 из ситалла марки СО-115М и меры № 26 из лейкосапфира.

Измерения выполнялись в стационарном температурном режиме. Скорость изменения температуры составляла $1 \text{ }^\circ\text{C}/\text{мин}$. Время выдержки на статической точке – 2 часа. Результаты измерений мер ТКЛР представлены в табл. 4 и 5.

Измерения на dilatометре выполнялись при строгом соблюдении принятой методики измерений.

По результатам измерений рассчитывалось СКО (S) результата единичных измерений в каждой точке температурного диапазона по формуле

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\alpha_i - \alpha_{\text{TM}})^2}{(n-1)}}, \quad (43)$$

Таблица 4. Результаты измерений ТКЛР меры № 3 из ситалла марки СО-115М

Table 4. Results of TCLE measurements of measure No. 3 made of glass-ceramic grade СО-115М

Температура t_i, K	ТКЛР, $\alpha_{cp} \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
213,15	0,098	0,100	0,100	0,099	0,099	0,099	0,098	0,099	0,098	0,098
223,15	0,079	0,079	0,079	0,075	0,080	0,081	0,082	0,076	0,077	0,079
233,15	0,062	0,063	0,062	0,060	0,062	0,061	0,060	0,061	0,062	0,061

Таблица 5. Результаты измерений ТКЛР меры № 26 из лейкосапфира

Table 5. Results of TCLE measurements of measure No. 26 made of leucosapphire

Температура t_i, K	ТКЛР, $\alpha_{cp} \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
213,15	4,380	4,380	4,381	4,381	4,379	4,379	4,381	4,378	4,380	4,381
233,15	4,590	4,590	4,591	4,591	4,589	4,589	4,588	4,589	4,591	4,590
253,15	4,774	4,774	4,773	4,771	4,772	4,772	4,773	4,773	4,774	4,771
273,15	4,938	4,937	4,936	4,938	4,936	4,938	4,935	4,937	4,936	4,937
313,15	5,233	5,233	5,233	5,234	5,232	5,233	5,234	5,231	5,233	5,234
333,15	5,370	5,370	5,368	5,371	5,369	5,371	5,368	5,370	5,371	5,368
353,15	5,499	5,499	5,500	5,498	5,501	5,498	5,500	5,500	5,498	5,500
373,15	5,622	5,620	5,620	5,620	5,620	5,621	5,620	5,622	5,621	5,622

где n – число измерений; α_{ii} – измеренное i -е значение ТКЛР меры ТКЛР, K^{-1} ; α_{im} – значение ТКЛР меры, K^{-1} , приведенное в паспорте ГЭТ 24–2018, в состав которого входит мера.

Расширенная неопределенность для уровня доверия 0,95 вычислена по формуле

$$U = k \cdot u_c, \quad (43)$$

где k – коэффициент охвата, равный 2;

$$u_c = \sqrt{\frac{S^2}{n} + u_i^2} - \text{суммарная стандартная неопределенность результатов измерений; } u_m - \text{стандартная неопределенность результата}$$

измерения ТКЛР меры, приведенная в паспорте ГЭТ 24–2018, в состав которого входит мера.

Значения неопределенности результатов измерений ТКЛР на дилатометре для мер ТКЛР в табл. 6.

Значения неопределенности результатов измерений ТКЛР на дилатометре для мер ТКЛР в табл. 6.

Результаты и обсуждение

С целью доказательства возможности применения дилатометра при измерениях ТКЛР образцов произвольной формы были выполнены исследования ТКЛР двух образцов нерегулярной формы из материалов лейкосапфира и ситалла марки СО-115, которые

Таблица 6. Значения неопределенности результатов измерений мер ТКЛР на спекл-дилатометре СД

Table 6. Uncertainty values of the measurement results of TCLE measures on the SD speckle dilatometer

ТКЛР мер	Значение неопределенности результата измерений для мер с различными ТКЛР, 10^{-8} K^{-1}			
	u_A	u_M	u_c	U
$\alpha = \text{от } 0,05 \cdot 10^{-6} \text{ до } 0,1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	0,2	2,0	2,0	4,0
$\alpha = \text{от } 4,38 \cdot 10^{-6} \text{ до } 5,62 \cdot 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$	3,0	2,0	2,2	4,4

Таблица 7. Расширенная неопределенность при воспроизведении единицы ТКЛР на ГЭТ 24–2018

Table 7. Expanded uncertainty in the reproduction of the TCLE unit on GET 24–2018

Расширенная неопределенность воспроизведения единицы ТКЛР на ГЭТ 24–2018, 10^{-8} K^{-1}
от 0,12 до 56

Таблица 8. Результаты измерений ТКЛР образца из ситалла марки CO-115M

Table 8. Results of TCLE measurements of a sample made of glass-ceramic grade CO-115M

Температура $t_i, \text{ K}$	ТКЛР, $\alpha_{cp} 10^{-6} \text{ K}^{-1}$									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
213,15	0,098	0,098	0,098	0,098	0,099	0,099	0,099	0,100	0,101	0,101
223,15	0,080	0,080	0,080	0,080	0,081	0,082	0,082	0,083	0,083	0,083
233,15	0,063	0,063	0,063	0,063	0,064	0,065	0,065	0,066	0,066	0,067

Таблица 9. Результаты измерений ТКЛР образца из лейкосапфира

Table 9. Results of TCLE measurements of a leucosapphire sample

Температура $t_i, \text{ K}$	ТКЛР, $\alpha_{cp} 10^{-6} \text{ K}^{-1}$									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
213,15	4,385	4,382	4,386	4,383	4,385	4,381	4,383	4,381	4,385	4,386
233,15	4,599	4,596	4,593	4,598	4,597	4,597	4,595	4,598	4,595	4,596
253,15	4,781	4,780	4,779	4,780	4,779	4,774	4,781	4,782	4,781	4,778
273,15	4,941	4,945	4,944	4,939	4,936	4,944	4,942	4,938	4,939	4,940
313,15	5,234	5,242	5,233	5,241	5,235	5,234	5,242	5,241	5,233	5,243
333,15	5,371	5,371	5,369	5,374	5,377	5,378	5,373	5,373	5,374	5,370
353,15	5,505	5,503	5,504	5,502	5,504	5,504	5,505	5,507	5,500	5,508
373,15	5,622	5,624	5,621	5,629	5,627	5,629	5,625	5,630	5,626	5,623

Таблица 10. Значения неопределенности результатов измерений ТКЛР на спекл-дилатометре СД для образцов произвольной формы с различными значениями ТКЛР
 Table 10. Uncertainty values of the results of TCLE measurements on the SD speckle dilatometer for arbitrary shaped samples with different TCLE values

ТКЛР образцов	Значение неопределенности результата измерений для образцов с различными ТКЛР, 10^{-8} K^{-1}			
	u_A	u_m	u_c	U
$\alpha = \text{от } 0,05 \cdot 10^{-6} \text{ до } 0,1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	0,2	2,1	2,1	4,2
$\alpha = \text{от } 4,38 \cdot 10^{-6} \text{ до } 5,62 \cdot 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$	3,0	2,1	2,3	4,6

использовались при изготовлении соответствующих мер ТКЛР из состава ГЭТ 24–2018.

Заключение

В ходе исследования был проведен теоретический анализ и экспериментально определены составляющие неопределенностей при измерении ТКЛР на разработанном и созданном интерференционном дилатометре, в котором реализован метод спекл-интерферометрии. Спекл-дилатометр СД позволяет измерять удлинение образцов с нерегулярной поверхностью с нанометровой чувствительностью.

В статье приведены результаты измерений ТКЛР образцов из двух материалов – лейкосапфира и ситалла марки СО-115М и двух мер ТКЛР, входящих в состав ГПЭ единицы ТКЛР (ГЭТ 24–2018) из этих же материалов. Расширенная неопределенность результата измерений составила: $4,2 \cdot 10^{-8} \text{ K}^{-1}$ – для образца из ситалла марки СО-115М; $4,6 \cdot 10^{-8} \text{ K}^{-1}$ – для образца из лейкосапфира. Разработанный прибор был утвержден и включен в состав ГЭТ 24–2018⁴.

Опубликованные в статье материалы по исследованию теплового расширения материалов при нагревании могут быть учтены при решении самого широкого перечня инженерных задач как в реальном секторе экономики (гражданском строительстве, машиностроении и так

далее), так и в академической науке. Автор не исключает в дальнейшем продолжения разработки этой актуальной фундаментальной задачи.

Благодарности: Автор выражает признательность руководителю лаборатории государственных эталонов и научных исследований в области теплового расширения и комплексного термического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» Т. А. Компан, а также рецензентам за ценные замечания, касающиеся изложения методологических подходов к оцениванию вкладов в неопределенность измерений.

Acknowledgments: The author expresses gratitude to T. A. Kompan, Head of the Laboratory of State Standards and Scientific Research in the Field of Thermal Expansion and Complex Thermal Analysis, D. I. Mendeleev Institute for Metrology, as well as to the reviewers for valuable comments regarding the presentation of methodological approaches to assessing contributions to measurement uncertainty.

Конфликт интересов: Работа выполнена в рамках диссертационного исследования «Методы и средства для исследования теплового расширения материалов нерегулярной формы». Научный консультант: Компан Т. А., д-р техн. наук, главный научный сотрудник лаборатории государственных эталонов и научных исследований в области теплового расширения и комплексного термического анализа ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Об иных конфликтах интересов автор не заявлял.

Conflict of interest: The work was carried out within the framework of the dissertation research

⁴ 2.1.ZZV.0240.2017 Государственный вторичный эталон единицы температурного коэффициента линейного расширения твердых тел в диапазоне значений от $0,05 \cdot 10^{-6}$ до $100,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ в диапазоне значений температуры от 90 до 1900 К. Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Режим доступа: <https://fgis.gost.ru/fundmetrology/registry/11/items/432857> (дата обращения: 26.02.2025).

«Methods and means for studying thermal expansion of irregularly shaped materials.» Scientific advisor: Kompan T. A., Dr. Sci. (Eng.), Chief Researcher of the Laboratory of State Standards and Scientific Research in the Field of Thermal Expansion and Complex Thermal Analysis, D. I. Mendeleev Institute for Metrology. The author did not declare any other conflicts of interest.

Вклад автора: Автор подтверждает единичную ответственность за следующее: сбор данных, анализ и интерпретацию результатов, а также подготовку рукописи.

Contribution of the author: The author confirms sole responsibility for the following: data collection, analysis and interpretation of results, and manuscript preparation.

Финансирование: Статья выполнена в рамках государственного контракта № 154–6/321 от 24 октября 2008 года по теме: «Создание метрологического комплекса и нормативно-методической базы для обеспечения единства измерений характеристик теплового расширения наноматериалов и продукции nanoиндустрии на их основе».

Funding: The article was prepared within the framework of the State Contract No. 154–6/321 dated October 24, 2008 on the issue: «Development of a metrological complex and a normative-methodological base to ensure the uniformity of measurements of the characteristics of thermal expansion of nanomaterials and nanoindustry products based on them».

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Оптико-электронная измерительная система высокотемпературного дилатометра / И. Г. Бронштейн [и др.] // Измерительная техника. 2015. № 12. С. 38–42.
2. Topics in applied physics. Vol. 9. Laser Speckle and Related Phenomena. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1975. 295 p.
3. Robertson E. R. The engineering uses of coherent optics : proceedings and edited discussion of a conference held at the university of Strathclyde, Glasgow 8–11 April 19. Cambridge University Press, 1976. 798 p.
4. Компан Т. А. Измерительные возможности и перспективы развития дилатометрии // Мир измерений. 2011. № 7. С. 14–21.
5. Джоунс Р., Уайкс К. Голографическая и спекл-интерферометрия. М. : Мир, 1986. 328 с.
6. Метод спекл-интерферометрии для определения теплового расширения наноматериалов / Т. А. Компан [и др.] // Измерительная техника. 2011. № 4. С. 48–52.
7. Метод регистрации и обработки данных спекл-интерферометра для определения температурного расширения образцов абсолютным методом / М. В. Волков [и др.] // Температура – 2011 : сборник тезисов 5-й Всероссийской и стран-участниц КОOMET конференции по проблемам термометрии, Санкт-Петербург, 19–21 апреля 2011 г. / ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева». Санкт-Петербург : ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева», 2011. С. 284–286.
8. Лебедев М. В., Мисочко О. В., Дремин А. А. Интерферометр Майкельсона с многоканальной регистрацией интерферограммы // Оптика и спектроскопия. 2009. Т. 107, № 5. С. 870–873.
9. Novak J. Five-step phase-shifting algorithms with unknown values of phase shift // Optik. 2003. Vol. 114, Iss. 2. P. 63–68. <https://doi.org/10.1078/0030-4026-00222>
10. Ennos A. E. Speckle interferometry // Laser speckle and related phenomena / J. C. Dainty ed. Berlin: Springer-Verlag, 1975. P. 203–253. <https://doi.org/10.1007/978-3-662-43205-1>
11. Васильев В. Н., Гуров И. П. Компьютерная обработка сигналов в приложении к интерферометрическим системам. СПб. : БХВ-Санкт-Петербург, 1998.
12. Компан Т. А. Метрологическое обеспечение измерений теплового расширения материалов. Краткий анализ, разработки последнего десятилетия и перспективы развития тематики во ФГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» // Главный метролог. 2007. № 4. С. 36–45.
13. Интерференционные дилатометры для измерения температурного коэффициента линейного расширения термостабильных оптических материалов / А. А. Шаров [и др.] // Оптический журнал. 2013. Т. 80, № 4. С. 65–69.

REFERENCE

1. Bronstein I. G., Inochkin F. M., Kruglov S. K., Kompan T. A., Kondratiev S. V., Korenev A. S. et al. Optoelectronic measuring system of high-temperature dilatometer. *Izmeritel'naya Tekhnika*. 2015;(12):38–42. (In Russ.).

2. *Topics in applied physics*. Vol. 9. Laser Speckle and Related Phenomena. Springer-Verlag Berlin Heidelberg; 1975. 295 p.
3. Robertson E. R. The engineering uses of coherent optics: proceedings and edited discussion of a conference held at the university of strathclyde glasgow 8–11 April 19. Cambridge University Press; 1976. 798 p.
4. Kompan T. A. Measuring capabilities and prospects for the development of dilatometry. *World of measurements*. 2011;7:14–21. (In Russ.).
5. Jones R., Wykes K. Holographic and speckle interferometry. Moscow: Mir; 1986. 327 p. (In Russ.).
6. Kompan T. A., Korenev A. S., Pukhov N. F., Gurov I. P., Dudina T. F., Margaryants N. B. The speckle interferometry method for determining the thermal expansion of nanomaterials nanometrology. *Izmeritel'naya Tekhnika*. 2011;(4):48–52. (In Russ.).
7. Volkov M. V., Margariants N. B., Vlasova V. V., Pukhov N. F. Method of recording and processing speckle interferometer data for determining the thermal expansion of samples by the absolute method. In: *Temperature – 2011: collection of abstracts of reports of the 4th All-Russian and COOMET member countries conference on thermometry problems*, 19–21 April 2011, St. Petersburg. St. Petersburg: FGUP «VNIIM im. D. I. Mendeleeva». P. 284–286. (In Russ.).
8. Lebedev M. V., Misochko O. V., Driomin A. A. Michelson interferometer with multichannel interferogram recording. *Optics and Spectroscopy*. 2009;107(5):826–829. (In Russ.).
9. Novak J. Five-step phase-shifting algorithms with unknown values of phase shift. *Optik*. 2003;114(2):63–68. (In Russ.). <https://doi.org/10.1078/0030-4026-00222>
10. Ennos A. E. Speckle interferometry. In: Dainty J. C. (ed.). *Laser speckle and related phenomena*. Berlin : Springer-Verlag; 1975. P. 203–253. <https://doi.org/10.1007/978-3-662-43205-1>
11. Vasilev V. N., Gurov I. P. *Computer processing of signals in application to interferometric systems*. St. Petersburg: BHV-St. Petersburg; 1998. 240 p. (In Russ.).
12. Kompan T. A. Metrological support of measurements of thermal expansion of materials. Brief analysis, developments of the last decade and prospects for development of the subject at the FSUE «VNIIM named after D. I. Mendeleev». *Glavnyi metrolog*. 2007;(4):36–45. (In Russ.).
13. Sharov A. A., Galyavov I. R., Patrikeev A. P., Ponin O. V., Kompan T. A., Kulesh V. P. Interference dilatometers for measuring the thermal coefficient of linear expansion of thermally stable optical materials. *Journal of Optical Technology*. 2013;80(4):250–253. (In Russ.).

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Пухов Николай Федорович – старший научный сотрудник лаборатории государственных эталонов и научных исследований в области теплового расширения и комплексного термического анализа ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева» 190005, г. Санкт-Петербург, пр. Московский, 19
e-mail: n.f.pukhov@vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-6618-6819>

INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

Nikolay F. Pukhov – Senior Researcher of the Laboratory of State Standards and Scientific Research in the Field of Thermal Expansion and Complex Thermal Analysis, D. I. Mendeleev Institute for Metrology 19 Moskovsky ave., St. Petersburg, 190005, Russia
e-mail: n.f.pukhov@vniim.ru
<https://orcid.org/0000-0002-6618-6819>