

F O R S C H U N G S I N S T I T U T
MITTEILUNGEN
F Ü R W Ä R M E S C H U T Z
E . V . M Ü N C H E N

Reihe I: Allgemeine Fragen des Wärme- und Kälteschutzes

Nummer 13

**Entwicklung und Erprobung eines Plattengeräts
zur Messung der Wärmeleitfähigkeit mit geringer
Meßunsicherheit**

Dipl.-Ing. (FH) Wolfgang Albrecht

Entwicklung und Erprobung eines Plattengeräts zur Messung der Wärmeleitfähigkeit mit geringer Meßunsicherheit

Dipl.-Ing. (FH) Wolfgang Albrecht

Einführung

Die laufende Entwicklung der Dämmstoffe in den letzten Jahren unter Ausnutzung unterschiedlicher Effekte zur Verringerung der Wärmeleitfähigkeit stellt auch höhere Anforderungen an die Bestimmung der Meßergebnisse. Qualitätskontrollen beispielsweise bei der Güteüberwachung von Dämmstoffen oder bei der Überprüfung von Garantien verlangen eine höchstmögliche Zuverlässigkeit der Meßwerte. Besonders im Rahmen von Meßprogrammen zur Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit von einheitlichen Referenzmaterialien für die Europäische Gemeinschaft im Auftrag des BCR (Community Bureau of Reference) werden eine kleinstmögliche Meßunsicherheit gefordert. Die Meßunsicherheit eines Plattengeräts nach DIN 52612 liegt beispielsweise bei etwa $\pm 2\%$. Das Ziel war, ein Plattengerät zu entwickeln, das auch bei größeren Dämmstoffdicken eine Meßunsicherheit von $< 1\%$ ermöglicht.

Meßprinzip

Die Wärmeleitfähigkeit nach dem Zweiplattenverfahren wird an zwei quadratischen Probekörpern, die auf der Ober- und der Unterseite der Heizplatte eingebaut werden, nach DIN 52612 [1] bestimmt. Die elektrisch beheizte Heizplatte (siehe Abb. 1) erzeugt einen Wärmestrom, der je zur Hälfte durch die untere und obere Probe zu den beiden Kühlplatten strömt. Ein Kryostat temperiert die beiden Kühlplatten auf konstante Temperatur. Die Heizleistung der Heizplatte wird so bemessen, daß sich an den zu messenden Proben eine Temperaturdifferenz von 10 bis 15 K einstellt. Die Heizplatte wird von einem Heizring umgeben, der genau auf die Temperatur der Heizplatte geregelt wird. Damit verhindert man einen Wärmeverlust an den Stirnseiten der Heizplatte und erreicht eine konstante Temperatur über die gesamte Meßfläche, so daß die gesamte Wärme senkrecht durch die beiden Proben zu den Kühlplatten strömt. Heizplatte und Heizring sind durch einen Luftspalt voneinander getrennt, so daß über die metallischen Platten kein Wärmeaustausch stattfinden kann. Die Ermittlung der erforderlichen Meßwerte für Heizleistung und Temperaturen erfolgt nach Erreichen des stationären Zustands der Wärmeübertragung. Der stationäre Zustand ist erreicht, wenn die Temperaturen über längere Zeit nur noch im Bereich der Meßunsicherheit um die Mittelwerte schwanken. Die Wärmeleitfähigkeit errechnet sich dann nach der von der Fourier'schen Wärmeleitungsgleichung abgeleiteten Formel (1) aus dem Wärmestrom Q durch die Proben, der Probendicke s , der Heizungsfläche A und der Temperaturdifferenz ΔT an den Probenoberflächen.

$$\lambda = \frac{Q \cdot s}{2 \cdot A \cdot \Delta T} \quad (1)$$

Die nach dieser Formel bestimmte Wärmeleitfähigkeit bildet den Mittelwert der beiden Proben über die gesamte Meß-

fläche und gilt für die jeweils berechnete Mitteltemperatur. Die ermittelte Wärmeleitfähigkeit hat nur dann uneingeschränkt Gültigkeit, wenn die Versuchsbedingungen eine eindimensionale Wärmeübertragung ermöglichen. Um dies zu gewährleisten, sind vor allem seitliche Wärmeströme zu vermeiden. Diese seitlichen Wärmeströme zählen zu den systematischen Fehlern beim Plattengerät und werden neben den zufälligen Meßfehlern in dem folgenden Abschnitt beschrieben.

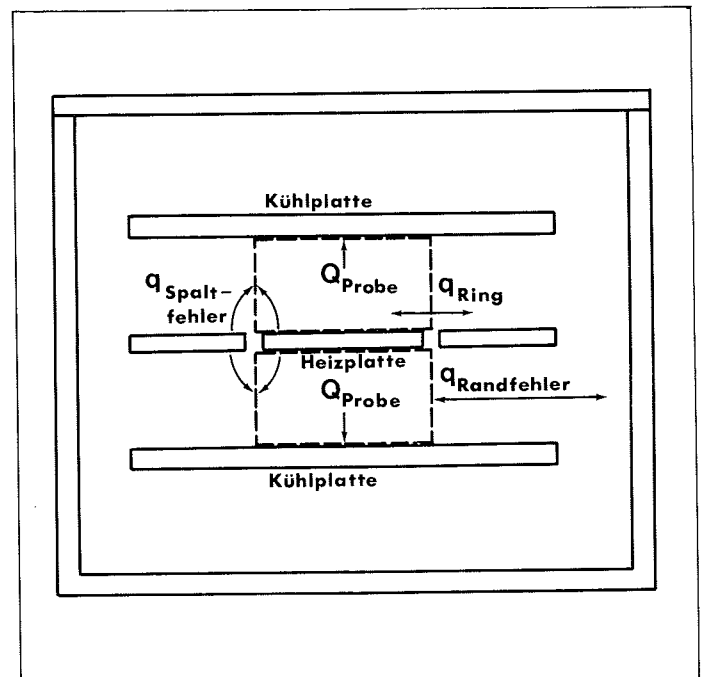


Abb. 1: Prinzipieller Aufbau des Zweiplattengeräts mit möglichen seitlichen Wärmeströmen.

Allgemeine Fehlerbetrachtung

Eine Minimierung der Meßunsicherheit läßt sich nur bei genauer Kenntnis der möglichen Fehlerquellen durchführen. Deshalb soll im folgenden Teil eine für das Plattengerät spezifische Fehlerbetrachtung durchgeführt werden.

Aus der Formel zur Berechnung der Wärmeleitfähigkeit erkennt man, welche meßtechnische Größen einen Fehler aufweisen können. Diese Fehler setzen sich aus einem zufälligen und einem systematischen Anteil zusammen. Der zufällige Anteil für jede Meßgröße kann durch wiederholte Einzelmessungen mit dem gleichen Meßfühler und deren Vertrauensbereich bestimmt werden. Ein eventueller systematischer Fehler ist, wenn überhaupt möglich, nur durch das Messen der gleichen Meßgröße mit unterschiedlichen Meßfühlern zu ermitteln. Die nachfolgenden Fehlerangaben enthalten, soweit bekannt, beide Anteile.

Neben diesen reinen Meßfehlern beeinflussen ganz entscheidend systematische Fehler durch seitliche Wärmeströme die

Messung der Wärmeleitfähigkeit. Diese Fehler sind nur schwer zu quantifizieren und werden deshalb häufig unterschätzt.

Der erste systematische Fehler entsteht durch den Luftspalt zwischen Heizplatte und Heizring. Da sich im Spalt keine Heizquelle befindet, fließt Wärme je etwa zur Hälfte von der Heizplatte und vom Heizring in den Spalt und das Gebiet über dem Spalt. Im FIW wird seit Jahren der Spaltfehler rechnerisch ermittelt und berücksichtigt.

Die Versuchstemperaturen unterscheiden sich oft wesentlich von den Umgebungstemperaturen. Besonders bei großen Probendicken und kleinen Schutzzonen kann deshalb ein Wärmeaustausch mit der Umgebung stattfinden. Dieser Wärmestrom, der sogenannte Randfehler, kann sowohl über die Probenstirnflächen wie auch über die Temperaturfühler und Anschlußleitungen fließen. Im Einzelfall ist zu berücksichtigen, daß der Randfehler neben Wärmeleitung auch durch Wärmestrahlung und Konvektion auftreten kann.

Der größte systematische Fehler, der im allgemeinen bei der Messung von Wärmedämmstoffen auftritt, ist der Ringverstimmungsfehler, der durch einen Temperaturunterschied zwischen Heizplatte und Heizring entsteht. Schon geringste Temperaturunterschiede verzerren den eindimensionalen Wärmestrom und rufen daher seitliche Wärmeströme in der Heizeinheit und der Probe hervor.

Außerdem können probenspezifische Fehler und Einbaufehler das Meßergebnis beeinflussen. Ein solcher Fehler wäre beispielsweise bei Proben mit harten Oberflächen der schlechte Wärmekontakt zwischen Heizplatte und Probenoberfläche. Diese Fehlermöglichkeiten müssen jeweils im Einzelfall näher untersucht werden. Die genannten systematischen Fehler sollten bei diesem Plattengerät auch bei großen Probendicken über einen weiten Temperaturbereich weitgehend ausgeschaltet werden. Um die Meßunsicherheit so gering wie möglich zu halten, wurde ein hoher meß- und regeltechnischer Aufwand betrieben. Die Meßapparatur sollte verschiedene Kontrollmöglichkeiten aufweisen und automatisch betrieben werden können.

Beschreibung der Meßapparatur

Der wesentliche Unterschied zu Plattengeräten nach DIN 52612 ist, daß die Heizplatte mit 300 mm Kantenlänge nicht wie üblich von einem, sondern von zwei Heizringen umgeben ist. Die gesamte Heizeinheit weist eine Fläche von 800 mm x 800 mm auf. Damit wird ein homogenes Temperaturfeld über den ersten Heizring hinaus gewährleistet und der typische Temperaturabfall zum Rand des Heizrings hin, speziell bei großen Probendicken, verringert. Um das homogene Temperaturfeld möglichst wenig zu stören, entschieden wir uns für relativ kleine Spaltbreiten, nämlich 1,5 mm zwischen Heizplatte und innerem Heizring und 3 mm zwischen innerem und äußerem Heizring. Größere Spaltbreiten verringern zwar den Ringverstimmungsfehler, stören aber durch die fehlende Heizquelle im Spalt den Wärmestrom durch die Probe. Die Temperatur der Heizringe wird jeweils über eine Thermokette aus Differenzthermoelementen geregelt. Besteht die Thermokette aus einer großen Anzahl von Thermoelementen, so bewirkt eine kleine Ringverstimung bereits eine hohe Thermospannung, mit der der Heizring sehr genau geregelt werden kann. Die große Anzahl von Metalldrähten im Spalt erhöht aber den Fehlerwärmestrom über den Spalt. Wir befestigten deshalb jeweils 20 Differenzthermoelemente aus nur 0,1 mm dickem Thermomaterial, die so geformt wurden, daß eine möglichst lange Wegstrecke im Spalt verläuft, an der Innenseite der beiden Heizplattenoberflächen. Die Thermokette an der Innenseite der Heizplatte verbessert den Kontakt zwischen Heizplatte und Probe. Die Thermoketten sind an PID-Regler angeschlossen, die über Leistungsstufen die beiden Ringe auf die Heizplattentemperaturen regeln. Die

Temperaturen auf den Probenoberflächen der Warm- und der Kaltseite werden mit fünf gewalzten und speziell geeichten Thermoelementen gemessen. Um einen Wärmestrom über die Thermoelemente und die Anschlußleitungen der Heizplatte zu verhindern, werden die Anschlußklemmen auf die Heizplattentemperatur geregelt. So wird verhindert, daß über die Zuleitungen der Thermoelemente und der Heizplatte ein Fehlerwärmestrom entsteht. Durch zwei Kühlschlangen in Höhe der beiden Kühlplatten wird in etwa der gleiche Temperaturgradient wie in der Meßfläche erzeugt. Dadurch kann die Heizung für die Anschlußklemmen auch unterhalb der umgebenden Raumtemperatur betrieben werden. Die plangeschliffenen und geschwärzten Kühlplatten sind aus 8 mm dicken Kupferplatten hergestellt, da Kupfer neben einer sehr hohen Wärmeleitfähigkeit eine große Wärmekapazität besitzt und somit die Temperaturschwankungen des Kryostaten gut ausgleicht. Die Temperierung erfolgt über spiralförmig verlegte Kupferrohre. Auf der probenabgewandten Seite sind die Kühlplatten mit Polyurethanschaum gedämmt. An der unteren Kühlplatte sind vier Gewindestäbe angebracht, die über Distanzringe und Spannmutter die Möglichkeit bieten, den Abstand zwischen oberer und unterer Kühlplatte auf 0,05 mm genau einzustellen. Das Plattengerät ist für eine maximale Probendicke von 150 mm und einen Temperaturbereich von $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $+70\text{ }^{\circ}\text{C}$ ausgelegt.

Die relative Luftfeuchtigkeit in der Meßapparatur wird mit einem Feuchtemeßfühler ständig beobachtet. Über eine mit Silicagel gefüllte Kassette läßt sich die Luftfeuchtigkeit rechtzeitig herabsetzen, so daß es in der Apparatur nicht zur Tauwasserbildung kommt.

Die Außenwände der Apparatur sind mit einer 100 mm dicken Schicht aus Polyurethan-Hartschaum gedämmt und mit einem ebenfalls gedämmten Deckel abgeschlossen.

Die Heizplatte wird mit einem stabilisierten Netzgerät betrieben. Die Heizleistung kann über den Spannungsabfall an einem $0,1\ \Omega$ Präzisionswiderstand und die Versorgungsspannung bestimmt werden. Die beiden Spannungen der Heizleistung und die Thermospannungen erfaßt ein automatischer Meßstellenumschalter, wobei als Vergleichsstelle für die Thermoelemente ein Meßfühler an der Klemmleiste mit einer maximalen Meßunsicherheit von 0,1 K dient. Gemessen werden die Thermospannungen mit einem $6\frac{1}{2}$ -stelligen Digitalvoltmeter, das eine Auflösung von 100 nV ermöglicht. Die Steuerung des Meßvorgangs, die Auswertung der anfallenden Meßdaten bis zur endgültigen Berechnung der Wärmeleitfähigkeit übernimmt ein Personalcomputer mit einem selbstentwickelten Basic-Programm.

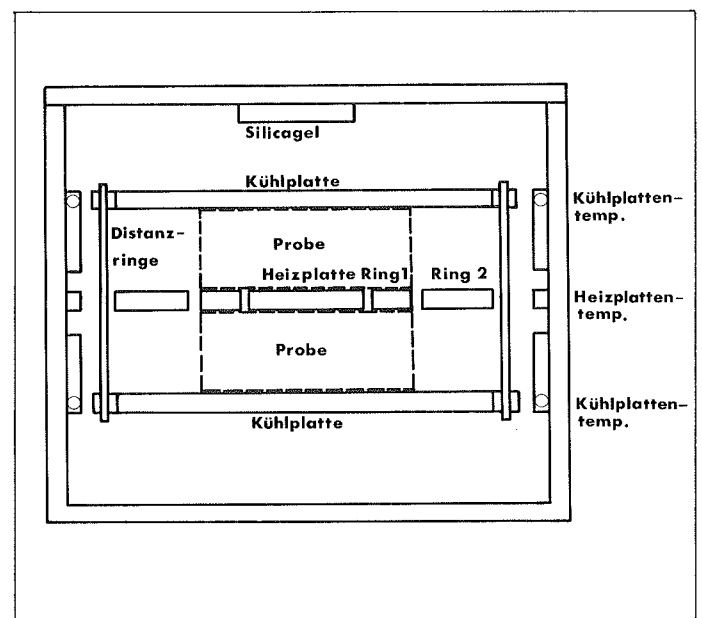


Abb. 2: Schematische Darstellung des Plattengeräts.

Fehleranalyse und Erprobung des neuen Plattengeräts

Vor dem Einsatz ist das neue Plattengerät mit Glasfaserplatten als Referenzmaterial eingehend überprüft worden. Die Glasfaserplatten mit einer Rohdichte von ca. 80 kg/m^3 können von BCR bezogen werden, wobei die Wärmeleitfähigkeit des Materials mit einem Vertrauensbereich von $\pm 0,00045 \text{ W/mK}$ bei einer statistischen Sicherheit von 95% bekannt ist. Anschließend wurde das Plattengerät im Bereich hoher Wärmeleitfähigkeiten mit Quarzglasproben überprüft, deren Rohdichte 2220 kg/m^3 betrug. Beide Materialien sind in Rundversuchen gemessen worden, an denen sich neben dem FIW verschiedene europäische Institute mit Apparaturen in etwa vergleichbarer Meßunsicherheit beteiligten. Die für die Wärmeleitfähigkeitsmessung notwendigen Meßgrößen wurden nach Möglichkeit mit unterschiedlichen Meßfühlern bestimmt, um neben dem Streubereich der einzelnen Meßgröße auch eventuelle systematische Fehler der Meßfühler zu erfassen.

COMMISSION OF THE EUROPEAN COMMUNITIES
DIRECTORATE GENERAL FOR RESEARCH, SCIENCE AND EDUCATION
COMMUNITY BUREAU OF REFERENCE - BCR

INFORMATION-HANDOUT

No 16 July 1981

**Reference Material
for
Thermal Conductivity of Insulating Materials
between 170 and 370 K**

RM No 64: Resin-Bonded Glass Fibre Board

To pass purchase orders or to obtain further information on BCR RMs, please contact the following address:

Community Bureau of Reference - BCR
Directorate General XII
Commission of the European Communities
200, rue de la Loi
B - 1049 Brussels
Tel: 735 00 40 - 735 80 40 - 736 60 00 [ext. 5014]
Telegraphic address: « COMEUR Brussels »
Telex: « 21 877 COMEU B »

Abb. 3: Datenblatt des Glasfaserreferenzmaterials.

Zufällige Meßfehler

Dicke der Proben (s)

Sehr wichtig für die Messung der Wärmeleitfähigkeit ist der gute Wärmekontakt der Proben zu den Meßflächen der Heiz- und Kühlplatten und die definierte Dicke der Probe. An Proben mit harten Oberflächen wird die mittlere Dicke der gesamten Probenoberfläche vor der Messung der Wärmeleitfähigkeit ermittelt.

Sollen leicht zusammendrückbare Stoffe oder Proben bei einer bestimmten Nenndicke oder Rohdichte gemessen werden, so läßt sich über Distanzstücke aus Messing ein genau definierter Abstand der beiden Kühlplatten einstellen. Der maximale Dickenmeßfehler beträgt $0,05 \text{ mm}$, wobei die maximale Wärmeausdehnung der Abstandsstücke im Anwendungsbereich des Plattengeräts vernachlässigt werden kann.

Meßfläche der Heizung (A)

Die Abmessungen der quadratischen Heizplatte und des Spalts sind durch mehrmaliges Messen in einem klimatisierten Raum bei $+20 \text{ °C}$ bestimmt worden. Der maximale Längenmeßfehler beträgt für beide Richtungen $\pm 0,05 \text{ mm}$. Die Längenausdehnung der Heizfläche kann für weit von der Raumtemperatur entfernt liegende Warmseitentemperaturen berechnet werden. Der dabei maximal mögliche Fehler kann im gegebenen Temperaturbereich vernachlässigt werden.

Heizleistung (Q)

Ein mit Gleichstrom gespeistes Widerstandsband in der Heizplatte erzeugt den Wärmestrom durch die beiden Proben. Die Messung der Heizleistung erfolgt über Strom und Spannung, wobei der Strom mittels Spannungsabfall an einem Serienwiderstand (Präzisionswiderstand) von $0,1 \Omega \pm 0,10 \%$ gemessen wird. Der verbleibende Zuleitungswiderstand wurde mit $0,03 \Omega$ berechnet und kann berücksichtigt werden. Die Meßunsicherheit der Spannungsmessung beträgt jeweils $\pm 0,03 \%$ bei den üblichen Meßgrößen.

Da für den Wärmetransport durch die Probe neben der Wärmeleitung und Konvektion auch der Anteil an Wärmestrahlung von Bedeutung ist, wurden Heizplatte und Kühlplatte mit schwarzem Lack mit einem Emissionsgrad von ca. $0,9$ behandelt. Je höher der Emissionsgrad der Heizplatte ist, desto höher ist auch der Strahlungsanteil, den die Heizung maximal als Strahlungswärme an die zu messenden Proben abgeben kann. Der Emissionsgrad der Heizplatte ist deshalb vor allem bei strahlungsdurchlässigen Probenmaterialien von Bedeutung für den Wärmestrom durch die Proben.

Messung der Temperaturdifferenz (ΔT)

Die Temperaturen auf der Warm- und Kaltseite der Proben werden mit je fünf auf ca. $0,1 \text{ mm}$ gewalzten Thermoelementen gemessen, die an die Lötstelle zum besseren Wärmekontakt mit der Probe an ca. $40 \text{ mm} \times 40 \text{ mm}$ großen Kupferblättchen befestigt sind. Das verwendete Thermomaterial ist Cu-CuNi. Alle Thermoelemente sind gegen einen PT-100 Meßwiderstand mit einer Unsicherheit von $\pm 0,03 \text{ K}$ kalibriert worden. Aus einer größeren Anzahl von geeichten Thermoelementen wurden die mit der geringsten Schwankung gegen den Mittelwert aller Thermoelemente ausgewählt und für die Messungen eingesetzt. Die Thermoelemente auf der Warm- und der Kaltseite sind in Differenz zueinander geschaltet, so daß in die Gesamtunsicherheit der Temperaturdifferenzmessung die Meßunsicherheit der Warmseitentemperatur und die Meßunsicherheit der Differenzthermospannung eingeht. Der Mittelwert aus fünf Thermoelementen berücksichtigt die Temperaturverteilung auf der Meßfläche hinreichend genau. Temperaturschwankungen auf der Kaltseite der Proben durch die Schaltintervalle des Kryostaten sind wegen der hohen Wärmekapazität und dem guten Temperatursgleich der Kupferplatte nicht mehr feststellbar.

Übersicht der Unsicherheiten bei der Temperaturmessung:

Kalibrierwiderstand PT 100	$\pm 0,03 \text{ K}$
Meßunsicherheit der Kalibrierung	$\pm 0,01 \text{ K}$
Meßunsicherheit der Thermospannung auf der Warmseite	$\pm 0,01 \text{ K}$
Meßunsicherheit der Differenzthermospannung	$\pm 0,01 \text{ K}$

Systematische Fehler durch seitliche Wärmeströme

Spaltfehler

Der Wärmeverlust der Heizplatte, der durch die fehlende Heizquelle im Spalt entsteht, kann aus der Geometrie des Spalts und der Wärmeleitfähigkeit des Materials über dem Spalt genau bestimmt werden. Nach dem Verfahren von Fritz und Bode [2], das auch in der DIN 52612 angegeben ist, wird der Wärmeverlust im Spalt mit dem Faktor C berücksichtigt.

$$\lambda = \frac{Q \cdot s}{2 \cdot A \cdot \Delta T} \cdot \frac{1}{C} \quad (2)$$

$$C = 1 + \frac{1}{2} \cdot \frac{A_{sp}}{A} \cdot \frac{\lambda_{sp}}{\lambda_m} \quad (3)$$

A_{sp} : Fläche des Spalts
 λ_{sp} : Wärmeleitfähigkeit des Materials über dem Spalt
 λ_m : gemessene Wärmeleitfähigkeit

Üblicherweise bedeckt die Probe im beschriebenen Plattengerät den ersten Heizring, so daß die effektive Meßfläche die

Fläche der Heizplatte plus die Hälfte der Spaltfläche ausmacht. In diesem Fall ist die Korrektur des Spaltfehlers bereits in der Meßfläche A enthalten.

Randfehler

Der Wärmestrom von der Heizplatte zu den Kühlplatten verläuft im idealen Fall genau senkrecht zu den beiden Platten. Unterscheidet sich das Temperaturfeld vom idealen Temperaturverlauf, treten in den Randzonen der Proben unbekannte Fehlerwärmeströme auf. Weitere Fehlerwärmeströme entstehen über die Zuleitungen der Heizplatte und der Thermoelemente. Seitliche Wärmeströme treten vor allem bei der Messung von Proben großer Dicke störend auf, da bei niederen Wärmeleitfähigkeiten sehr kleine Wärmestromdichten einem großen Randflächenanteil gegenüberstehen. Um das neue Plattengerät auf dessen Empfindlichkeit gegen Randeinflüsse zu prüfen, wurde die Wärmeleitfähigkeit mit unterschiedlichen Temperaturdifferenzen an 70 mm dicken, geschichteten Glasfaserplatten bei zwei von der Umgebungstemperatur verschiedenen Mitteltemperaturen gemessen. Reagiert das Plattengerät empfindlich gegen Temperatureinflüsse von außen, so ergibt sich eine deutliche Abhängigkeit der Meßwerte von der Temperaturdifferenz.

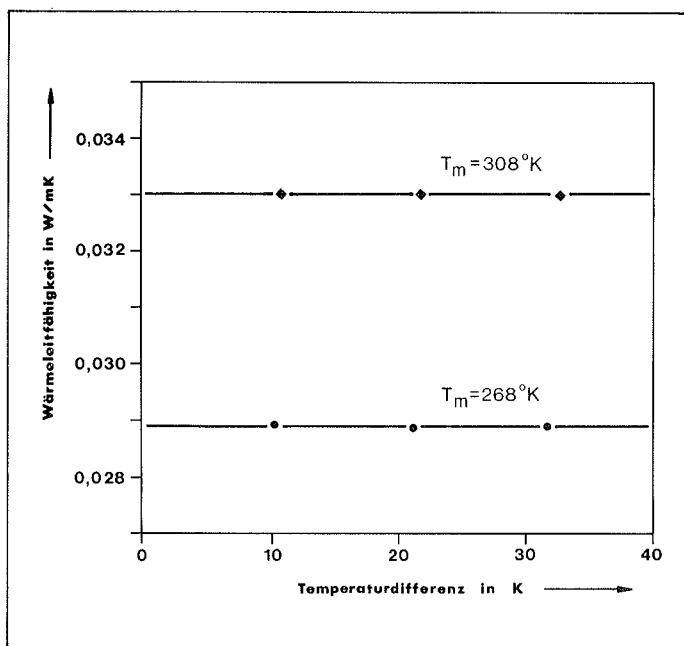


Abb. 4: Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von der Temperaturdifferenz an der Probe bei 268°K und 308°K Mitteltemperatur.

Sowohl unter der Raumtemperatur bei 268°K wie auch über der Raumtemperatur bei 308°K läßt sich keinerlei Abhängigkeit der Meßwerte von der Temperaturdifferenz erkennen. Eine weitere Methode, einen eventuellen Randeinfluß zu überprüfen, ist, die Temperatur in der Mitte einer Randfläche zu messen. Tritt ein seitlicher Fehlerwärmestrom auf, so ist das an einem Temperaturunterschied zu der errechneten Mitteltemperatur zwischen Warm- und Kaltseite zu sehen. Diese Methode wurde an einem Glasfaserfilz mit einer Dicke von 150 mm und einer Rohdichte von 27 kg/m³ angewandt. Um das Temperaturfeld der Meßfläche nicht zu stören, bedeckte die zu messende Probe die Meßfläche und den ersten Heizring. Die Temperatur in der Mitte der Randfläche T_e wurde also außerhalb des ersten Ringbereichs gemessen und mit der theoretischen Mitteltemperatur der Probe T_m verglichen. Schon außerhalb des ersten Schutzrings wurde das folgende Kriterium erreicht

$$\frac{T_e - T_m}{\Delta T} < 0,1$$

ΔT ist die Temperaturdifferenz an der Probe. In der Meßfläche ist mit einem wesentlich geringeren Wert zu rechnen. Auch bei

der 150 mm dicken Probe streuten die Meßwerte bei verschiedenen Temperaturdifferenzen nur innerhalb von $\pm 0,3\%$.

Ringverstellungsfehler

Von entscheidender Bedeutung für die Meßunsicherheit der Wärmeleitfähigkeitsmessung ist das Temperaturgleichgewicht zwischen Heizplatte und Heizring. Zur Untersuchung des Ringverstellungsfehlers verstellten wir die Temperaturregler in einem größeren Bereich und zeichneten jeweils den Temperaturunterschied zwischen Heizplatte und Heizring sowie die Veränderung des Meßwertes der Wärmeleitfähigkeit auf. Die Untersuchungen wurden an der bereits erwähnten Glasfaserplatte mit einer Wärmeleitfähigkeit von 0,0310 W/mK und an den Quarzglasproben mit einer Wärmeleitfähigkeit von 1,11 W/mK bei 10°C Mitteltemperatur durchgeführt. Zwei Materialien mit sehr unterschiedlicher Wärmeleitfähigkeit sind gewählt worden, um die Regelcharakteristik für verschiedene Stoffe abschätzen zu können. Der mittlere Temperaturunterschied zwischen Heizplatte und Heizring kann über die Thermokette des Heizrings sehr genau bestimmt werden. In Abb. 5 ist die prozentuale Änderung der Wärmeleitfähigkeit für die beiden untersuchten Materialien dargestellt.

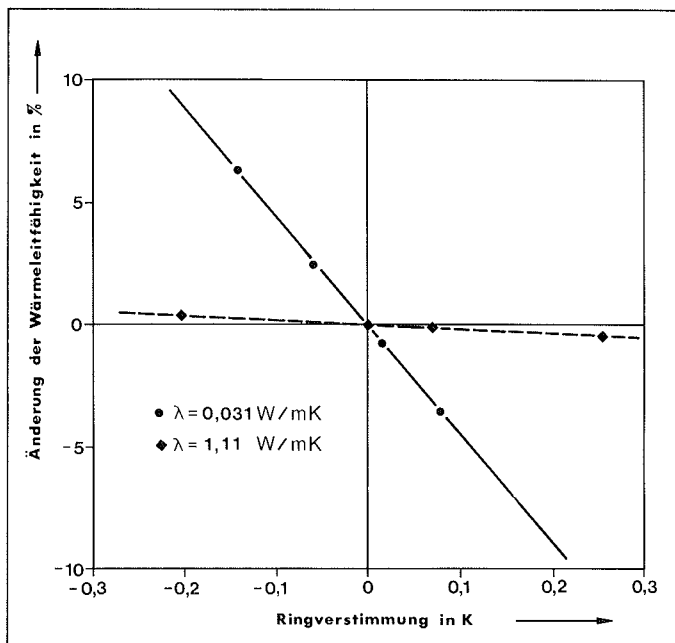


Abb. 5: Abhängigkeit des Meßwertes der Wärmeleitfähigkeit von der Ringverstellung für zwei Materialien.

Die Graphen für beide Materialien verlaufen linear und symmetrisch. In der Graphik ist eine sehr deutliche Abhängigkeit des Meßwertes von der Ringverstellung für die Glasfaserplatte mit der Wärmeleitfähigkeit von 0,0310 W/mK bei 10°C Mitteltemperatur zu erkennen. Eine mittlere Ringverstellung von 0,1 K verfälscht den Meßwert bereits um 4,5%. Bei den Quarzglasproben ändert dagegen eine Ringverstellung von 0,1 K den Meßwert wegen der hohen Wärmestromdichte nur noch um 0,2%.

Woodside [3] beschrieb ein Verfahren, wonach aus experimentell ermittelten Daten für Stoffe unterschiedlicher Wärmeleitfähigkeit und Dicke der Ringverstellungsfehler berechnet werden kann. Hierzu entnimmt man Abb. 5 die Änderung der Wärmeleitfähigkeit bei 1 K Ringverstellung und berechnet nach der Wärmeleitungsgleichung den Fehlerwärmestrom für die gemessene Probe. Der Ringverstellungsfehler ändert sich nach Woodside linear mit der Wärmeleitfähigkeit. Daher genügen bereits zwei Punkte, um die Funktion zwischen Fehlerwärmestrom und Wärmeleitfähigkeit bei 1 K Ringverstellung zu erhalten.

$$q_{\text{Ring}} = (q_0 + c \cdot \lambda) \cdot \Delta T_{\text{Ring}} \quad (4)$$

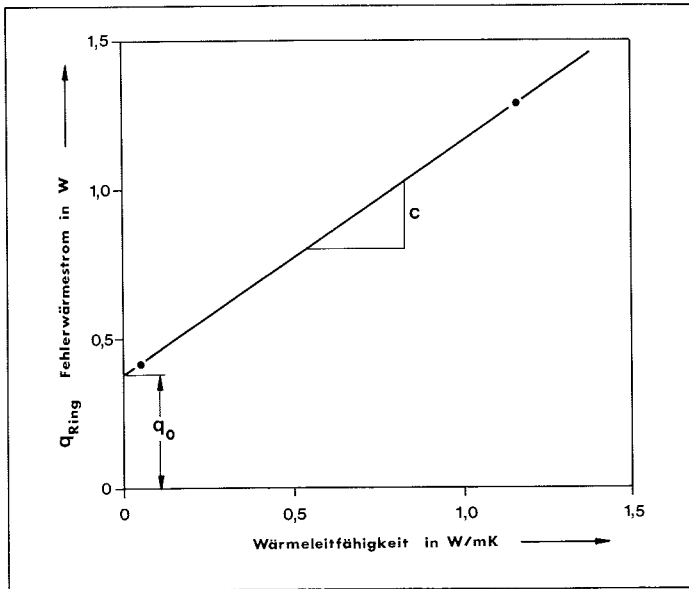


Abb. 6: Fehlerwärmestrom bei einer Ringverstimmung von 1 K für Materialien unterschiedlicher Wärmeleitfähigkeit.

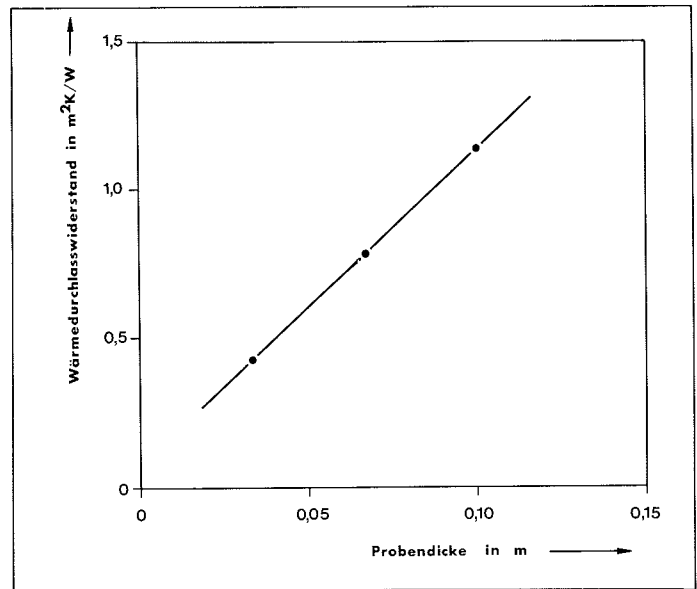


Abb. 7: Wärmedurchlaßwiderstand einer Polyesterfasermatte (Rohdichte 8,6 kg/m³) bei verschiedenen Probendicken.

Mit den beiden für die untersuchte Heizeinheit charakteristischen Konstanten q_0 und c läßt sich dann die Änderung der Wärmeleitfähigkeit aus der Ringverstimmung berechnen:

$$\frac{\Delta\lambda}{\lambda} = \frac{s}{2 \cdot A} \cdot \frac{\Delta T_{\text{Ring}}}{\Delta T_{\text{Probe}}} \cdot \left(\frac{q_0}{\lambda} + c \right) \quad (5)$$

hierbei ist ΔT_{Ring} die Ringverstimmung und ΔT_{Probe} die Temperaturdifferenz an der Probe

Vergleichsmessungen im beschriebenen Plattengerät haben gezeigt, daß die nach der Methode von Woodside berechneten Werte gut mit den gemessenen Werten übereinstimmen. Eine Methode mit experimentell ermittelten Daten wurde theoretischen Methoden vorgezogen. Durch die hohe Auflösung der Thermokette beträgt die Ringverstimmung nur maximal 0,006 K und kann gegebenenfalls berücksichtigt werden.

Probenspezifische Fehler

Eignung der Apparatur für Materialien mit sehr geringen Rohdichten

Bei Materialien mit sehr geringen Rohdichten ist neben der Wärmeleitung die Wärmestrahlung am Wärmetransport sehr stark beteiligt. Je geringer die Rohdichte ist, desto strahlungsdurchlässiger ist im allgemeinen das untersuchte Material und um so größer ist der Strahlungsanteil am gesamten Wärmetransport durch die Probe. Mit zunehmender Probendicke beobachtet man wegen des zunehmenden Strahlungsanteils in Poren und Luftzwischenräumen am Gesamtwärmetransport ein Ansteigen der «äquivalenten Wärmeleitfähigkeit» bis zu einem Endwert [4, 5]. Dieser Effekt wird Dickeneinfluß genannt. Wird nun statt der Wärmeleitfähigkeit der Wärmedurchlaßwiderstand gegen die Probendicke aufgetragen, so ergibt sich im Bereich der heute üblichen Dämmstoffdicken eine lineare Abhängigkeit [6, 7].

Der Dickeneinfluß auf den Wärmedurchlaßwiderstand ist an plattenförmigen Polyesterfaserproben mit einer Rohdichte von 8,6 kg/m³ untersucht worden. Für die Versuche standen sechs Proben, die hinsichtlich Rohdichte und Wärmedurchlaßwiderstand aus einem größeren Kollektiv ausgesucht wurden, zur Verfügung. In Abb. 7 ist der Wärmedurchlaßwiderstand für die drei verschiedenen Probendicken dargestellt. Die aufgezeichneten Werte geben jeweils den Mittelwert aus drei möglichen Probenkombinationen an, da die Rohdichte der einzelnen Proben bei diesem sehr leichten Fasermaterial ein wenig schwankten.

Die gemessenen Werte ergeben eine lineare Abhängigkeit mit einem Korrelationskoeffizienten von 1,0000. Diese gute Übereinstimmung mit der vorausgesagten linearen Abhängigkeit zeigt, neben der guten Reproduzierbarkeit der gemessenen Werte, vor allem das Fehlen störender Randeinflüsse. Bei strahlungsdurchlässigen Probekörpern kommt zu den vorher beschriebenen Randeinflüssen durch Wärmeleitung noch ein Randeinfluß durch Strahlungsaustausch mit den Randflächen der umgebenden Schutzring- und Gerätematerialien. Ein eventueller Strahlungsaustausch mit den Randflächen würde sich zu größeren Probendicken hin durch eine Abweichung von der linearen Beziehung zwischen Probendicke und Wärmedurchlaßwiderstand bemerkbar machen. Dieser Effekt tritt bei dem beschriebenen Gerät nicht auf, da die umgebende Schutzzone mit einem homogenen Temperaturfeld sehr groß im Vergleich zu der Meßfläche ist.

Probleme bei der Messung von Proben mit harten Oberflächen

Die Überprüfung der Apparatur für Materialien mit hoher Wärmeleitfähigkeit wurde an Quarzglasproben mit einer Rohdichte von 2220 kg/m³ durchgeführt. Die Schwierigkeit bei der Messung von Proben mit harten Oberflächen und hoher Wärmeleitfähigkeit liegt neben dem guten Wärmekontakt zwischen Heiz- und Kühlplatte und den Proben vor allem bei der Messung der Oberflächentemperaturen der Proben. In Wärmedämmstoffe lassen sich die Temperaturfühler meistens gut eindrücken und somit ist sichergestellt, daß die Oberflächentemperaturen praktisch ohne Wärmeübergangswiderstand gemessen werden. Bei der Messung von Stoffen mit harten Oberflächen werden die Thermolemente entweder in Rillen an der Oberfläche der Proben verlegt, oder gewalzte Thermolemente und elastische Ausgleichsschichten verwendet. Um Luftschichten zu verhindern, sollten die Rillen mit einer möglichst gut wärmeleitenden Paste ausgefüllt werden. Bei der Verwendung von Ausgleichsschichten drücken sich die Thermolemente in die Ausgleichsschicht ein, die in der Regel eine geringere Wärmeleitfähigkeit als der zu messende Stoff besitzt. Dadurch stellt sich an den Temperaturfühlern die Temperatur entsprechend den Wärmedurchlaßwiderständen der einzelnen Schichten ein und es wird statt der Oberflächentemperatur der Probe in etwa die Temperatur der umgebenden Ausgleichsschicht gemessen. Dieser Effekt kann durch die Verwendung extrem dünner Thermolemente verringert oder rechnerisch durch Korrekturfaktoren berücksichtigt werden. Der Kontakt der Temperaturfühler zur Probe läßt sich durch hauchdünne Schichten von Wärmeleitpaste verbessern. Häufig werden die Temperaturfühler in den Heiz-

und Kühlplatten versenkt, was zu unerwünschten Wärmeübergangswiderständen zur Probe führt. Es muß deshalb für den Einzelfall geprüft werden, welche Methode am besten geeignet ist.

Abschätzung des Gesamtfehlers

In der nachstehenden Tabelle sind die Meßunsicherheiten der einzelnen Meßgrößen und eine Abschätzung des Restfehlers der bei der Messung der Wärmeleitfähigkeit möglichen systematischen Fehler zusammengestellt. Die angegebenen relativen Fehler sind Maximalwerte, die neben den zufälligen Schwankungen des Meßwerts, soweit bekannt, auch eventuelle systematische Fehler enthalten. Verschiedene Tests zur Abschätzung des Randfehlers ergaben bei der beschriebenen Apparatur keinerlei Hinweise auf Fehlerwärmeströme zwischen zu messender Probe und Umgebung. Dies ist sicherlich auf die extrem breite Schutzzone zurückzuführen. Bis zur maximal in der Apparatur meßbaren Probendicke von 150 mm wird der Randfehler deshalb als vernachlässigbar klein angesehen. Der angegebene Ringverstimmsfehler gibt nach der vorher beschriebenen Korrekturmöglichkeit noch den Meßfehler der Regulierungsspannung und den Schwankungsbereich der Regeleinrichtung für den inneren Heizring an. Da die gemessene Wärmeleitfähigkeit immer auf die Mitteltemperatur der Probe bezogen wird, ist in der Fehlerabschätzung auch die mögliche Änderung der Wärmeleitfähigkeit durch die Meßunsicherheit der Mitteltemperatur aufgeführt.

Die folgende Fehlerabschätzung ist am Beispiel der 70 mm dicken, geschichteten Glasfaserplatte mit einer Rohdichte von 80 kg/m^3 und einer Wärmeleitfähigkeit von $0,0310 \text{ W/mK}$ durchgeführt worden. Die Temperaturdifferenz an der Probe betrug ca. 12 K.

	relativer Fehler	Meßgröße (Beispiel)
Heizleistung		
Strom	$\pm 0,03\%$	$I = 0,10 \text{ A}$
Spannung	$\pm 0,03\%$	$U = 8,6 \text{ V}$
Präzisionswiderstand	$\pm 0,10\%$	$R = 0,1 \Omega$
Meßfläche	$2 \times \pm 0,02\%$	$A = (300 \text{ mm})^2$
Probendicke	$\pm 0,07\%$	$s = 70 \text{ mm}$
Temperaturdifferenz		
Kalibrierung	$\pm 0,42\%$	$R = 100 \Omega$
Differenzthermospannung	$\pm 0,11\%$	$U = 4,71 \text{ mV}$
Thermospannung Warmseite	$\pm 0,05\%$	$U = 9,50 \text{ mV}$
Spaltfehler	in der Meßfläche berücksichtigt	–
Randfehler	vernachlässigbar	–
Fehler der Ringverstimmsung nach Korrektur	$\pm 0,04\%$	$\Delta T = 0,006 \text{ K}$
Einfluß der Absoluttemperatur auf die Wärmeleitfähigkeit	$\pm 0,04\%$	$\Delta \lambda = 1,23 \cdot 10^{-5} \text{ W/mK}$
maximaler Gesamtfehler:	$\pm 0,93\%$	

Der angegebene Gesamtfehler ist ein Maximalwert unter ungünstigsten Bedingungen, der in der Regel deutlich unterschritten wird. Die maximale Abweichung vom Zertifikatwert des Referenzmaterials betrug bei der Überprüfung der Appa-

ratur 0,5%. Bei wiederholtem Messen der gleichen Proben in einem Zeitraum von etwa zwei Jahren lag die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse bei $\pm 0,3\%$, so daß auch keine Langzeitdrift der Meßapparatur festgestellt werden konnte.

Bemerkungen zur Fehlerbetrachtung

Die vorangegangene Fehlerbetrachtung zeigt deutlich, daß die gemessene Wärmeleitfähigkeit von einer ganzen Anzahl von Fehlermöglichkeiten beeinflusst werden kann, und es gehört einige Erfahrung dazu, diese Fehler zu vermeiden. Den größten Einzelfehler enthält die Messung der Temperaturdifferenz. Größte Sorgfalt ist deshalb bei der Messung und Kalibrierung der Temperaturfühler notwendig.

Mit dem beschriebenen Plattengerät beteiligte sich das FIW an verschiedenen Rundversuchen internationaler Institute mit Plattengeräten vergleichbarer Genauigkeit. Die maximale Abweichung vom statistischen Mittelwert lag dabei deutlich unter 1%. Diese gute Übereinstimmung der Meßergebnisse innerhalb der Meßunsicherheit bestätigt somit die Fehlerabschätzung und läßt auch bei schwierig zu messenden Materialien eine Meßunsicherheit von $< 1\%$ erwarten.

Zusammenfassung

Dieser Bericht beschreibt das neue Plattengerät des FIW mit zwei Heizringen und dessen Erprobung. Nach einer kurzen Darstellung des Meßverfahrens werden der Aufbau des neuen Plattengeräts und die Besonderheiten erläutert. Am Beispiel des neuen Plattengeräts werden die zufälligen und systematischen Fehlermöglichkeiten bei der Messung der Wärmeleitfähigkeit dargestellt und eine ausführliche Fehleranalyse durchgeführt. Das neue Plattengerät wurde mit Proben sehr unterschiedlicher Wärmeleitfähigkeit und Proben großer Dicke eingehend getestet. Der Fehler unter den Versuchsbedingungen nach DIN 52612 beträgt maximal 1%.

Literaturhinweise:

- [1] DIN 52612: «Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit mit dem Plattengerät»; Berlin, Sept. 1979.
- [2] Fritz, W., Bode, K.-H.: «Zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit fester Stoffe»; Chem. Ing. Technik 37, 1965, S. 1118–1124.
- [3] Woodside, W., Wilson A.: «Unbalance Errors in Guarded Hot Plate Measurements»; Symposium on Thermal Conductivity Measurements and Applications of Thermal Insulation, A.S.T.M. STP 217, 1957, pp. 32–46.
- [4] Fritz, W., Küster, W.: «Beitrag zur Kenntnis der Wärmeleitfähigkeit poröser Stoffe», Wärme- und Stoffübertragung, Bd. 3/1970, S. 156–168.
- [5] Cammerer, W. F.: «Thermal Conductivity as a Function of the Thickness of Insulating Materials»; I.I.F.-I.I.R.-Commission B 1, Zürich 1973-4.
- [6] Koglin, B.: «Der Wärmetransport in Schaumstoffen»; Dissertation TU Berlin, D83, Berlin 1967.
- [7] Shirtliffe, C. J.: «Effect of Thickness on the Thermal Properties of Thick Specimens of Low-Density Thermal Insulation»; Thermal Insulation Performance, ASTM STP 718, 1980, pp. 36–50.

