

HFT *MultiCalibration* (für die HFM 446 *Lambda Eco*-Serie)

Dr. Alexander Schindler

Die NETZSCH-HFM 446 *Lambda Eco*-Serie erscheint mit neuer Firmware 6.xx und *SmartMode* Software Version 8.5. Eine Innovation im Bereich Software ist die Möglichkeit, sogenannte HFT *MultiCalibrations* zu erstellen und anzuwenden (siehe HFT *MultiCalibration* Manager, Abbildung 1).

Grundprinzip

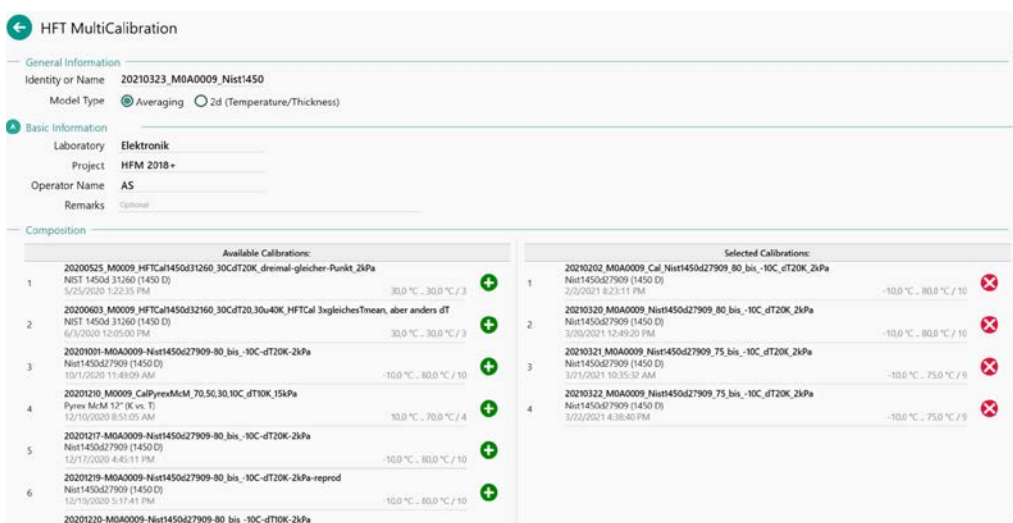
Die Wärmeflussensoren (engl. heat flux transducers, HFTs) eines Wärmeflussmessgeräts (HFM) müssen mit einem Standard-Referenzmaterial für Wärmeleitfähigkeit kalibriert werden. Nach einer HFT-Kalibrierung werden die HFT-Signale – ursprünglich in der Einheit [V] – in [W/m²] angezeigt und es können genaue Messungen der Wärmeleitfähigkeit λ oder der spezifischen Wärmekapazität durchgeführt werden. Das Grundprinzip

von HFT *MultiCalibration* ist das Gruppieren und die mathematische Kombination vorhandener, einzelner HFT-Kalibrierungen. Abbildung 2 zeigt die Benutzeroberfläche bei der Erstellung oder Änderung einer HFT *MultiCalibration*.

Darin werden ein Name und grundlegende Informationen (Labor, Projekt, Anwender, Bemerkungen) eingegeben und es muss ein Modell-Typ für die mathematische Kombination der HFT-Kalibrierungen ausgewählt werden (siehe unten). Unter „Zusammensetzung“ (im Englischen „Composition“) werden auf der linken Seite die vorhandenen HFT-Kalibrierungen aufgelistet, während auf der rechten Seite bereits ausgewählte HFT-Kalibrierungen zu sehen sind. Die ausgewählten HFT-Kalibrierungen werden in die HFT *MultiCalibration* einbezogen.



1 HFT *MultiCalibration*-Manager im *SmartMode* 8.5

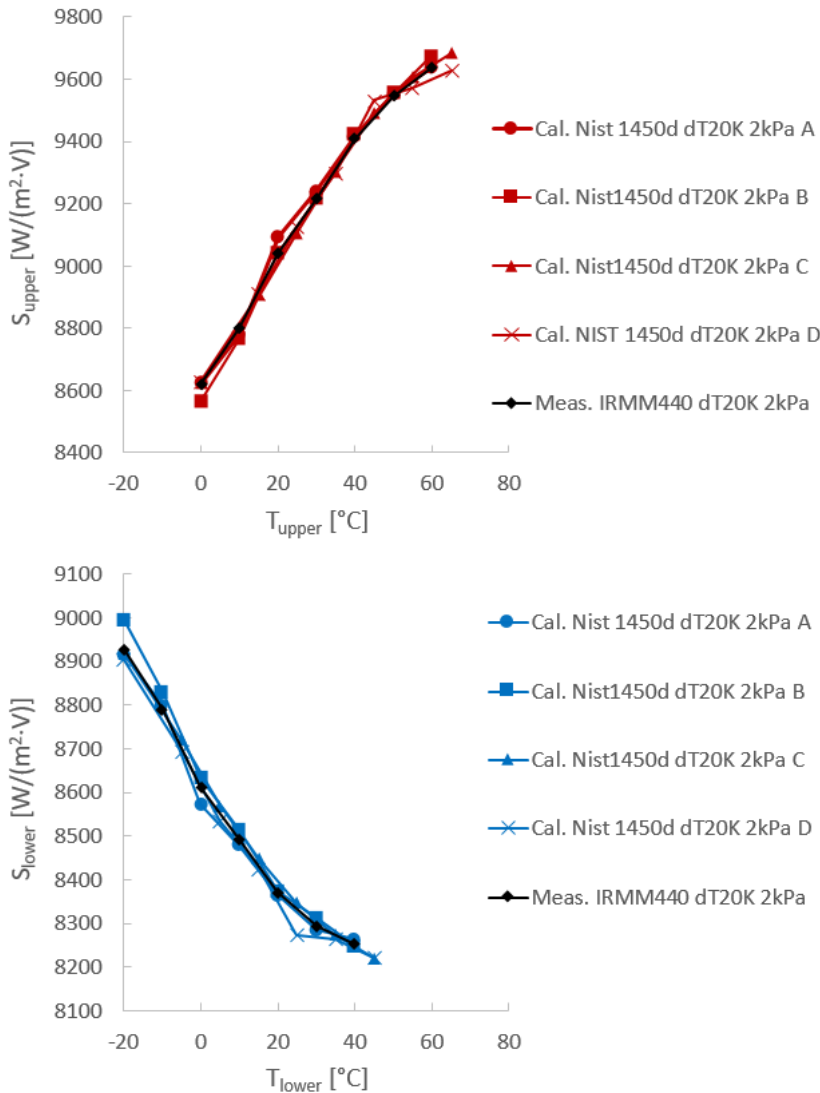


2 HFT *MultiCalibration* (Benutzeroberfläche im *SmartMode* 8.5)

Modell-Typ: Mittelung

Der Modell-Typ "Mittelung" ist in Abbildung 3 erläutert. Die exemplarische HFT *MultiCalibration* beinhaltet vier einzelne HFT-Kalibrierungen, die mit derselben NIST¹ SRM² 1450d Standard-Probe (30 cm x 30 cm x 2,5 cm) in einer HFM 446 *Lambda Medium* erstellt wurden. Alle HFT-Kalibrierungen sind jeweils durch ihre temperaturabhängigen S-Faktor-Kurven für die obere und untere Platte dargestellt.

Bei einer Messung an einer Standard-Probe vom Typ IRMM440 (Institute for Reference Materials and Measurements, European Commission) wurde diese HFT *MultiCalibration* angewandt. Die S-Faktoren, die zur Berechnung der Wärmeleitfähigkeit der IRMM440-Probe verwendet wurden, sind gemittelte Werte aus den S-Faktoren der einzelnen in der HFT *MultiCalibration* enthaltenen HFT-Kalibrierungen (siehe Abbildung 3).

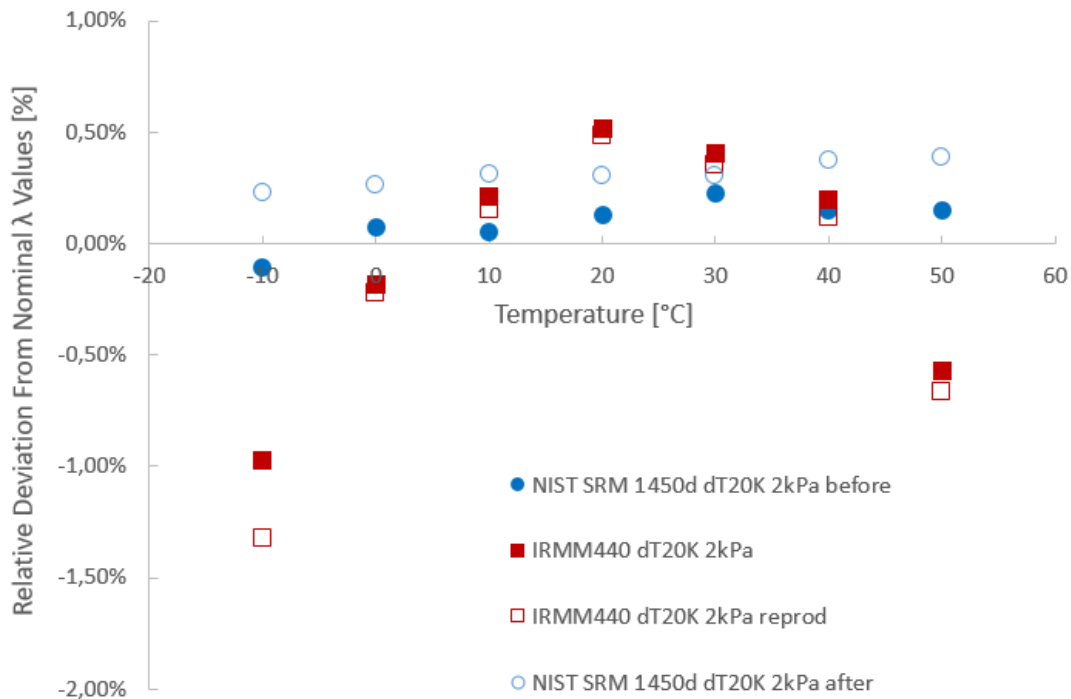


3 HFT-Kalibrierfaktoren (S-Faktoren) von vier unterschiedlichen HFT-Kalibrierungen, die mit derselben NIST SRM 1450d Standard-Probe erstellt wurden, und die bei einer Messung einer IRMM440-Probe mit einer HFT *MultiCalibration* (Modell-Typ: Mittelung) verwendeten S-Faktoren. Die S-Faktoren sind jeweils in Abhängigkeit von den Plattentemperaturen aufgetragen. Alle Kalibrierungen sowie die Probe-Messungen wurden mit einem HFM 446 *Lambda Medium* durchgeführt.

¹NIST = National Institute of Standards and Technology, USA
²SRM = Standard Reference Material

Alle Kalibrierungen und die Probemessung wurde mit einem Temperaturgradienten von 20 K und einem Anpressdruck von 2 kPa durchgeführt. Die in Abbildung 4 gezeigten λ -Werte von IRMM440 stimmen innerhalb von $\pm 1,3$ % mit den nominellen Werten überein. Die HFT *MultiCalibration* selbst wurde mit der NIST SRM 1450d Standard-Probe vor und nach den Messungen an IRMM440 überprüft. Diese Messungen stimmen innerhalb $\pm 0,4$ % mit den nominellen Werten überein (siehe Abbildung 4).

Worin besteht der Sinn und Zweck, HFT-Kalibrierungen zu mitteln? Einerseits schreibt der HFM-Standard ASTM C518 [1] für "certification testing of products" vor, dass eine der folgenden zwei Vorgehensweisen befolgt werden soll: (1) Das Mittel zweier HFT-Kalibrierungen muss verwendet werden oder (2) die Kurz- und Langzeitstabilität der HFT-Kalibrierungen muss nachgewiesen werden. In beiden Fällen muss die Stabilität der HFT-Kalibrierungen besser als 1 % sein. Außerdem soll vor und nach dem „Certification Testing“ die HFT-Kalibrierung überprüft werden, was in diesem Beispiel durchgeführt wurde (siehe Abbildung 4).

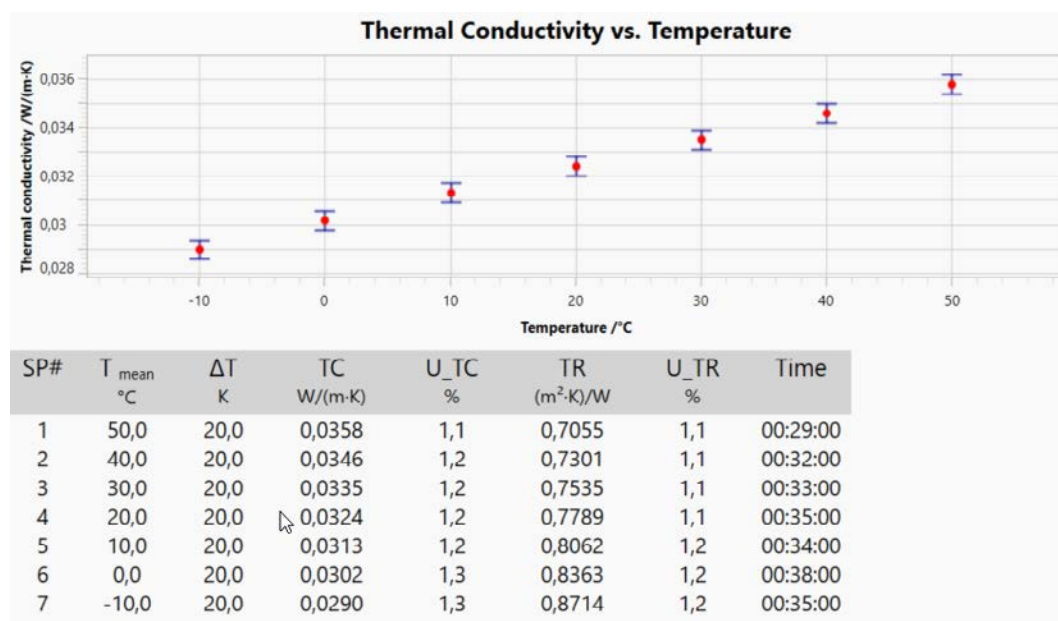


4 Relative Abweichung von den nominellen Wärmeleitfähigkeitswerten von NIST SRM 1450d und IRMM440 in Abhängigkeit von der mittleren Proben­temperatur. Die Messungen wurden mit einem HFM 446 *Lambda Medium* unter Verwendung einer HFT *MultiCalibration* (Modell-Typ: Mittelung) durchgeführt.

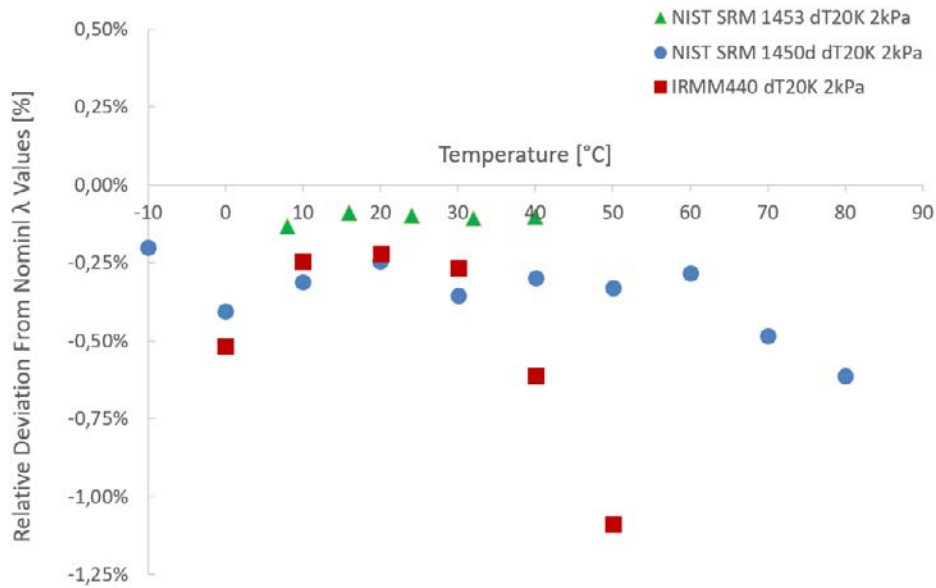
Andererseits hat die Mittelung von HFT-Kalibrierungen bzw. die Anwendung von HFT *MultiCalibration* (Modell-Typ: Mittelung) den Vorteil, dass die kombinierten Messunsicherheiten der bestimmten Wärmeleitfähigkeitswerte niedriger sind, weil der Anteil der HFT-Kalibrierung an der gesamten Unsicherheit durch die Mittelung verringert wird. Beispielsweise beträgt die kombinierte Standardmessunsicherheit von λ , die in Abbildung 5 auch in Form von Fehlerbalken dargestellt ist, etwa $\pm 1,2\%$ bei der Messung einer NIST SRM 1450d-Probe unter Verwendung der oben diskutierten HFT *MultiCalibration*. Dieser Unsicherheitswert ist etwa $0,3\%$ geringer im Vergleich zur Verwendung einer einzelnen HFT-Kalibrierung mit NIST SRM 1450d. Allgemein beinhalten die Wärmeleitfähigkeits-Ergebnisse im *SmartMode* 8.5 immer eine kombinierte Standardmessunsicherheit nach GUM (Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement) – eine weitere Forderung des HFM-Standards ASTM C518 [1].

Modell-Typ 2d (Temperatur/Dicke)

Der Modell-Typ „2d (Temperatur/Dicke)“ ermöglicht eine 2-dimensionale Interpolation der HFT-Kalibrierfaktoren nach Temperatur und Dicke. Dieses Verfahren wird ebenfalls in ASTM C518 [1] vorgeschlagen und zwar dann, wenn man mit Standard-Rereferenzmaterialien unterschiedlicher Dicke kalibriert. Es muss jedoch betont werden, dass zertifizierte Standard-Referenzmaterialien nur bis zu einer Dicke von etwa 34 mm (IRMM440) erhältlich sind – zumindest von Nationalen Instituten. Wenn man Standard-Proben vom Typ NIST SRM 1453 (expandiertes Polystyrol), NIST SRM 1450d und IRMM440 (beides sind Glasfaser-Isolationsmaterialien) mit den Dicken von etwa 13, 25 und 34 mm mit einem NETZSCH HFM 446 *Lambda* misst, ist jedoch keine Dicken-Interpolation erforderlich. Dies wurde durch entsprechende Messungen nachgewiesen, wobei immer dieselbe HFT-Kalibrierung basierend auf einer Standard-Probe vom Typ NIST SRM 1450d verwendet wurde (siehe Abbildung 6). Alle Wärmeleitfähigkeits-Ergebnisse stimmen mit den nominalen Werten innerhalb von $1,1\%$ überein. Die Reproduzierbarkeit solcher Tests liegt typischerweise bei $\pm 0,5\%$.



5 Wärmeleitfähigkeits-Ergebnisse einer Messung von NIST SRM 1450d, wobei ein HFM 446 *Lambda Medium* und HFT *MultiCalibration* (Mittelung von vier HFT-Kalibrierungen mit NIST SRM 1450d) verwendet wurde. Screenshot aus dem *SmartMode* 8.5.



6 Relative Abweichung von den nominellen Wärmeleitfähigkeitswerten von NIST SRM 1453, NIST SRM 1450d und IRMM440 in Abhängigkeit von der mittleren Proben­temperatur. Die Messungen wurden mit einem HFM 446 *Lambda Medium* durchgeführt.

Zusammenfassung

Die Innovation HFT *MultiCalibration*, die ab neuer Firmware 6.xx und *SmartMode*-Version 8.5 zur Verfügung steht, vereinfacht die Erfüllung von HFM-Standards wie z.B. ASTM C518 [1]. Derzeit gibt es zwei Modell-Typen: Mittelung und 2d (Temperatur/Dicke). Eine Mittelung von HFT-Kalibrierungen verringert die kombinierte Messunsicherheit und verbessert somit die Genauigkeit der Wärmeleitfähigkeitsmessungen.

Literatur

[1] ASTM C518-17: Standard Test Method for Steady-State Thermal Transmission Properties by Means of the Heat Flow Meter Apparatus.