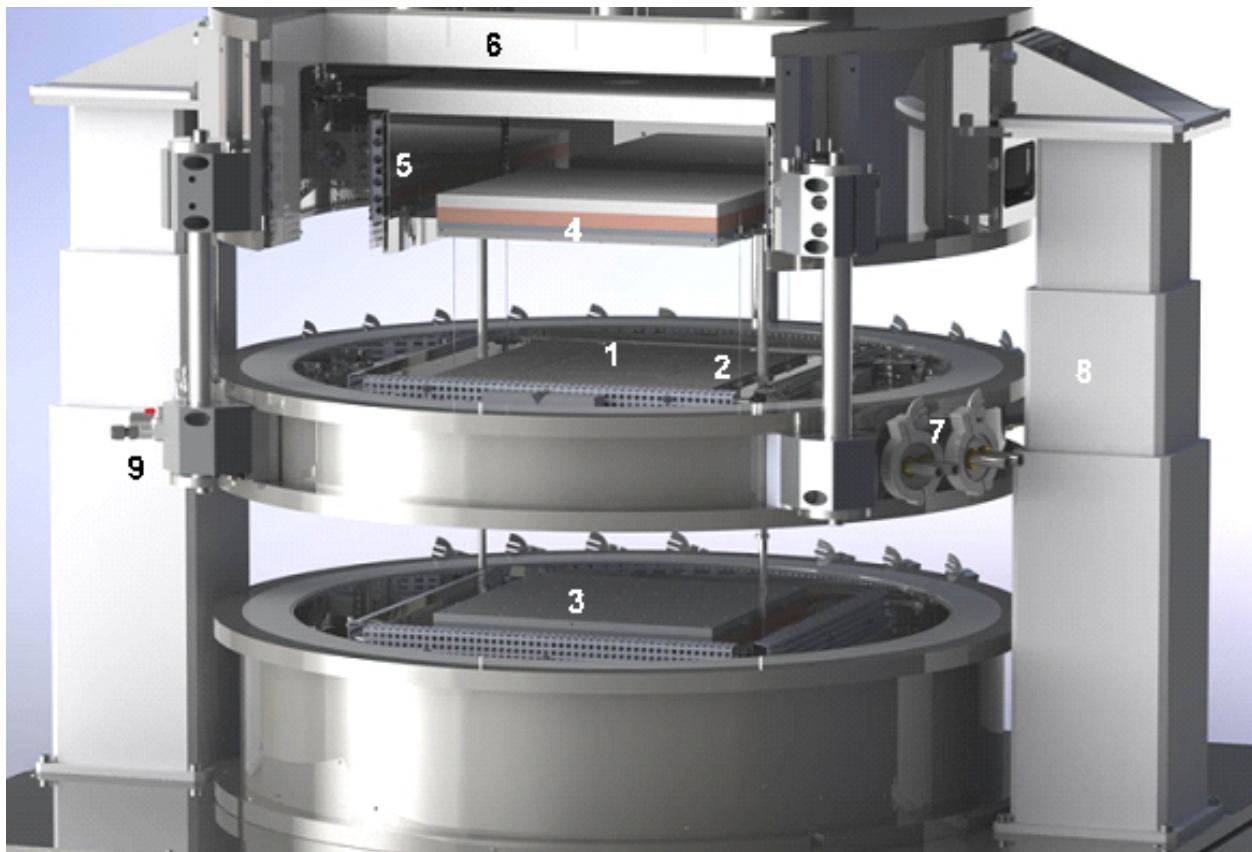


Absolute Wärmeleitfähigkeitsmessung – 7 Dinge, die eine gute GHP ausmachen

Dr. Alexander Schindler und Alexander Frenzl

Isolationswerkstoffe werden immer wichtiger, z.B. in der Anwendung als Gebäude-Dämmung. Eine bessere Dämmung senkt den Energieverbrauch und damit die Heizkosten für jeden einzelnen Haushalt oder Industriebetrieb. Es werden dadurch auch die CO₂-Emissionen reduziert – ein unverzichtbarer Beitrag, um die globale Klimaerwärmung aufzuhalten.

Die temperaturabhängige Wärmeleitfähigkeit λ ist der Schlüsselparameter, da diese Materialgröße den Energiefluss durch die Isolation bestimmt. Mit der Guarded-Hot-Plate-Apparatur NETZSCH GHP 456 *Titan*[®] (siehe Abbildung 1) lässt sich der gesamte thermische Widerstand von großen, relativ dicken Proben einfach bestimmen, woraus sich ein repräsentativer Wert der Wärmeleitfähigkeit des Materials ergibt.



1 NETZSCH GHP 456 *Titan*[®] im geöffneten Zustand. Eine Probe oder zwei identische Proben (nicht gezeigt) befinden sich zwischen Hotplate (1) und Guardring (2) und der unteren (3) bzw. oberen kalten Platte (4). Außerdem zu sehen sind der dreiteilige Umgebungsofen (5), Isolation (6), Durchführungen (7), Hubvorrichtung (8) und der Gasanschluss (9).

1. Absolute Methode

Der große Vorteil des GHP-Verfahrens ist, dass es sich um eine absolute Methode handelt, d.h. es gibt keinerlei Kalibrierung oder Korrektur. Die Werte der Wärmeleitfähigkeit ergeben sich im stationären Zustand einfach aus der gemessenen gesamten Heizleistung Q , der mittleren Probendicke d , der Messfläche A und dem eingestellten und gemessenen mittleren Temperaturgradienten ΔT entlang der Probe bzw. entlang beider Proben (der Faktor 2 ergibt sich bei zwei Proben):

$$\lambda = \frac{Q \cdot d}{2A \cdot \Delta T}$$

2. Weiter Temperaturbereich

Isolationsmaterialien werden in einem extrem weiten Temperaturbereich eingesetzt, z.B. als Kryo-Isolation oder Isolation von Hochtemperatur-Öfen. Aus diesem Grund gibt es die NETZSCH GHP 456 Titan® in zwei Ausführungen: Für den Bereich -160...250 °C oder für den Bereich -160...600 °C.

3. Vakuum

Das vakkumdichte Design der NETZSCH GHP 456 Titan® ist Voraussetzung für definierte Atmosphären am Ort der Proben: Normalbedingungen, trockene Luft oder inertes, sauerstofffreies Spülgas können daher verwendet werden. Außerdem kann man auch im Vakuum bei Drücken bis hinunter zu 10^{-4} mbar messen. All diese Möglichkeiten sind vor allem bei porösen oder fasrigen Isolationen interessant, weil hier die Wärmeleitfähigkeit der Atmosphäre im freien Probenvolumen einen erheblichen Anteil der gesamten effektiven Wärmeleitfähigkeit der Probe ausmacht.

4. Normkonformität

Aufbau und Gebrauch einer GHP-Apparatur sind z.B. in den internationalen Normen ISO 8302 oder ASTM C 177 beschrieben; für den Hochtemperaturbereich existiert die technische Spezifikation DIN CNT/TS 15548-1. Aufbau, Abmessungen sowie Temperatursensoren der NETZSCH GHP 456 Titan® basieren auf diesen Normen. Entscheidend ist natürlich die Einhaltung der in den Normen geforderten Genauigkeit der Wärmeleitfähigkeitswerte.

5. Bedienbarkeit

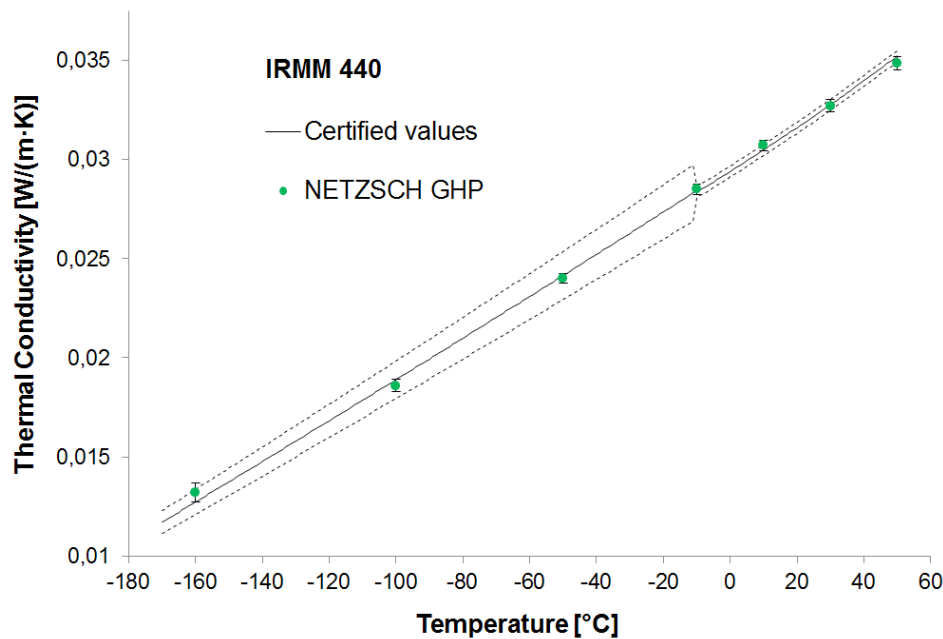
Passend zum einfachen Messprinzip ist auch die Bedienung der NETZSCH GHP 456 Titan® sehr einfach: Die Apparatur wird mittels elektrischer Hubvorrichtung geöffnet und geschlossen, dazwischen legt der Benutzer die Probe bzw. die Proben von vorne ein. Durchführung der Messung und Erstellung eines vollständigen Messberichts erledigt die Software.

6. Robustheit

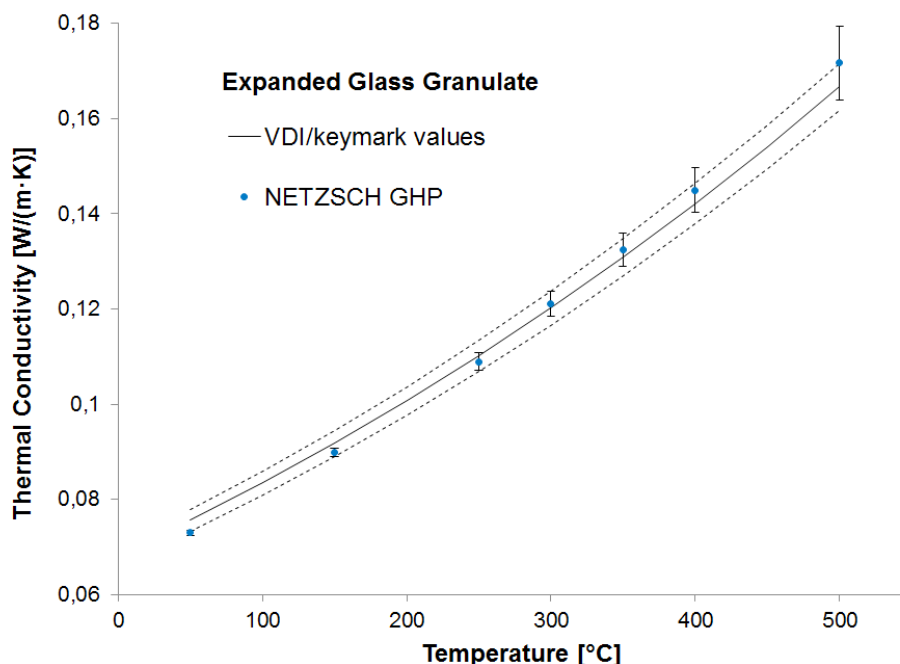
Die NETZSCH GHP 456 Titan® ist mechanisch robust und auch temperaturbeständig ausgeführt, was Voraussetzung für eine gute Reproduzierbarkeit der Messungen ist. Der Wartungsaufwand ist vergleichsweise gering.

7. Messgenauigkeit

Liefert eine GHP korrekte Werte der Wärmeleitfähigkeit? Liegen diese Werte innerhalb der von den Normen geforderten Toleranzen? Diese entscheidenden Fragen können nur durch Vergleich von gemessenen Daten mit gesicherten Literaturwerten beantwortet werden [1]. Im Bereich Isolationswerkstoffe gibt es zertifizierte Referenzwerte z.B. für die Materialien NIST SRM 1450D (NIST = National Institute of Standards, USA) im Temperaturbereich 7...67 °C und IRMM 440 (IRMM = Institute of Reference Materials and Measurement, Belgien) im Temperaturbereich -170...50°C. Die Wärmeleitfähigkeiten beider Materialien lassen sich mit der NETZSCH GHP 456 Titan® mit hoher Genauigkeit messen. Das ist in Abbildung 2 für IRMM 440 in einem sehr weiten Temperaturbereich gezeigt.



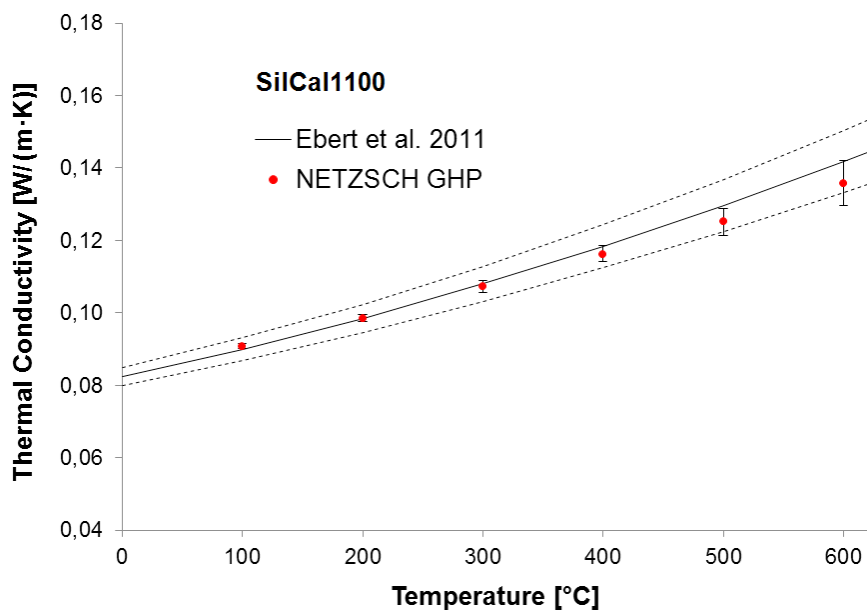
2 Wärmeleitfähigkeit von IRMM 440 gemessen mit der NETZSCH GHP 456 Titan® im Vergleich zu den vom IRMM zertifizierten Werten (durchgezogene Linie). Die gestrichelten Linien repräsentieren das erweiterte Unsicherheitsbudget der IRMM-Werte ($\pm 5\%$ unterhalb -10 °C , $\pm 1\%$ oberhalb -10 °C), die Fehlerbalken spiegeln kombinierte Standard-Messunsicherheiten wider.



3 Wärmeleitfähigkeit von Blähglasgranulat gemessen mit der NETZSCH GHP 456 Titan® im Vergleich zu den veröffentlichten VDI/keymark-Werten (durchgezogene Linie). Die gestrichelten Linien repräsentieren die Standard-Unsicherheit der VDI/keymark-Werte ($\pm 3\%$), die Fehlerbalken spiegeln kombinierte Standard-Messunsicherheiten wider.

Oberhalb 67 °C , d.h. im gesamten Hochtemperatur-Bereich, stehen leider keine geeigneten zertifizierten Materialien zur Verfügung. Aber es gibt Isolationswerkstoffe mit hinreichend genauen, publizierten Wärmeleitfähigkeits-Werten: Abbildung 3 zeigt einen

Vergleich zwischen den bekannten VDI/keymark-Werten für ein Blähglasgranulat (Liaver GmbH & Co. KG) und Messwerten, die mit der NETZSCH GHP 456 Titan® gewonnen wurden. Die Übereinstimmung ist im Bereich $50\text{...}500\text{ °C}$ besser als 3% .



4 Wärmeleitfähigkeit von SiCal1100 gemessen mit der NETZSCH GHP 456 Titan® im Vergleich zu veröffentlichten Rundversuchswerten (durchgezogene Linie). Die gestrichelten Linien repräsentieren die Standard-Unsicherheit der Rundversuchswerte ($\pm 3\%$ ansteigend bis $\pm 7\%$), die Fehlerbalken spiegeln kombinierte Standard-Messunsicherheiten wider.

Das poröse Kalziumsilikat SiCal1100 (CALSI THERM Silikatbaustoffe GmbH) wurde ebenfalls schon ausführlich untersucht und es wurden Rundversuchs-Ergebnisse publiziert. Natürlich wurde auch dieses Material mit der NETZSCH GHP 456 Titan® gemessen (siehe Abbildung 4): Die Übereinstimmung mit den Rundversuchswerten beträgt bei 100 °C etwa 1 - 2 %, bei 600 °C etwa 5 %.

Neben der Genauigkeit ist auch die kombinierte Unsicherheit jeder einzelnen GHP-Messung ein Thema, die grundsätzlich von den Messbedingungen (mittlere Proben temperatur, verwendeter Temperaturgradient) und den Eigenschaften der Probe (Wärmeleitfähigkeit, Dicke) abhängt. Daraus folgt, dass sich durch Optimierung der Messparameter die Unsicherheit minimieren – und auch die Genauigkeit in gewissem Umfang erhöhen lässt.

Insgesamt wurde anhand der Beispiele IRMM 440, Blähglasgranulat und SiCal1100 gezeigt, dass die NETZSCH GHP 456 Titan® die z.B. von der Norm ISO 8302 geforderte Genauigkeitsanforderungen von $\pm 2\%$ bei Raumtemperatur und $\pm 5\%$ im gesamten Temperaturbereich erfüllt.

Mit der GHP 456 Titan® steht somit ein leistungsfähiges Instrument für absolute Wärmeleitfähigkeitsmessungen zur Verfügung. Außerdem bietet NETZSCH die zertifizierten Standardmaterialien NIST SRM 1450D und IRMM 440 sowie SiCal1100 (inkl. Werkzertifikat) an.

Literatur

[1] A. Schindler, G. Neumann, D. Stobitzer und S. Vidi, Accuracy of a guarded hot plate (GHP) in the temperature range between -160 °C and 700 °C, *High Temperatures – High Pressures*, Vol. 45, 2016, pp. 81-96

Die Autoren

Dr. Alexander Schindler ist seit mehr als 18 Jahren auf den Gebieten der experimentellen Physik, thermischen Analyse und thermophysikalischen Eigenschaften tätig. Er ist ein anerkannter Experte für Methoden zur thermischen Charakterisierung und deren Anwendung. Bei der NETZSCH-Gerätebau GmbH war er jeweils mehrere Jahre im Applikationslabor und in der Hardware-Entwicklung tätig, bevor er in den Bereich Software-Entwicklung wechselte.

Alexander Frenzl ist seit 2005 in der Entwicklung der NETZSCH-Gerätebau GmbH tätig. Ab 2008 war er Leiter der mechanischen Entwicklung und war in dieser Funktion in die Entwicklung aller NETZSCH Geräte involviert. Seit 2014 ist Alexander Frenzl Geschäftsfeldmanager für Glas, Keramik und Baustoffe und agiert als Schnittstelle zwischen Entwicklung, Vertrieb und Marketing. Einer seiner Schwerpunkte liegt in der industriellen Qualitätssicherung von Dämmstoffen und der damit verbundenen Anwendungen auch hinsichtlich neuer effizienterer Technologien.