

Test der Genauigkeit von GHP 456 und HFM 446 mit dem neuen Referenzmaterial ERM-FC440

Dr. Alexander Schindler, Fabia Beckstein und Michael Düngfelder

Einleitung

Das neue Referenzmaterial für Wärmeleitfähigkeit, ERM-FC440, ist der Nachfolger des bekannten Referenzmaterials IRMM-440, welches nicht mehr verfügbar ist. ERM-FC440 wurde vom Institute of European Reference Materials (ERM®) mit Sitz in Belgien zertifiziert [1]. Das Material ERM-FC440 soll zur Qualitätskontrolle bzw. zur Überprüfung der Methode „Guarded Hot Plate“ (GHP) sowie zur Kalibrierung von Wärmefluss-Messgeräten (HFM) dienen [2].

Eigenschaften von ERM-FC440

Die kunstharzgebundenen ERM-FC440-Platten (Abbildung 1) sind in drei unterschiedlichen Größen erhältlich:

- 30 cm x 30 cm (ERM-FC440a)
- 50 cm x 50 cm (ERM-FC440b)
- 60 cm x 60 cm (ERM-FC440c)

Die mittlere Dicke von ERM-FC440 beträgt $(28,65 \pm 0,15)$ mm bei einem Anpressdruck von 0,25 kPa und $(28,27 \pm 0,19)$ mm bei 1,5 kPa. Die Dichten aller ERM-FC440-Proben liegen im Bereich zwischen 130 und 148 kg/m³ [2]. Auf dem Zertifikat jeder einzelnen Probe befinden sich Werte der Dicke und der Dichte bei einem Anpressdruck von 0.25 kPa.

Die Wärmeleitfähigkeit von ERM-FC440 ist im Temperaturbereich -10 °C bis 70 °C zertifiziert [2]. Zusätzlich werden Anhaltswerte der Wärmeleitfähigkeit im Bereich -150 °C bis -10 °C ausgewiesen. Die temperaturabhängige Wärmeleitfähigkeit λ von ERM-FC440 wird auf dem Zertifikat für den gesamten Temperaturbereich -150 °C bis 70 °C ausgedrückt als

$$\lambda [W/(m \cdot K)] = 0,03104 + 1,1 \cdot 10^{-4} \cdot T [^{\circ}C] \quad (1)$$



1 ERM-FC440 in Originalverpackung (links) und mit Laserbeschriftung von NETZSCH (rechts).

APPLICATIONNOTE Test der Genauigkeit von GHP 456 und HFM 446 mit dem neuen Referenzmaterial ERM-FC440

Die erweiterte Messunsicherheit beträgt 1,1 % im Bereich -10 °C bis 70 °C und 1,9 % bis 1,1 % im Bereich -150 °C bis -10 °C. Abbildung 2 zeigt die nominelle Wärmeleitfähigkeit λ von ERM-FC440 nach Gleichung 1 zusammen mit dem Unsicherheitsbudget.

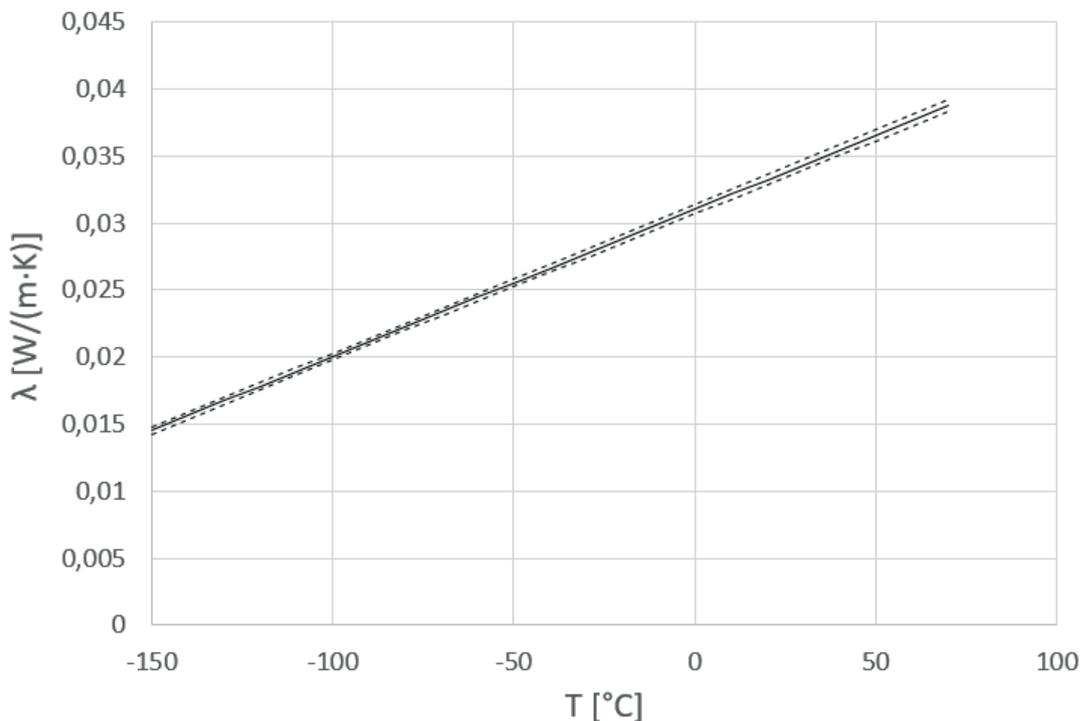
Messung der Wärmeleitfähigkeit

1. Mit GHP 456 erzielte Ergebnisse

Die Guarded Hot Plate (GHP) ist eine absolute Methode, eine Kalibrierung der Wärmeleitfähigkeit ist nicht erforderlich. Im Zweiplatten-Modus wird die Wärmeleitfähigkeit λ aus der in die Heizplatte mit Messfläche A fließenden Leistung Q , aus dem Temperaturgradienten ΔT entlang der zwei Proben sowie der mittleren Probenstärke d berechnet:

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

Die GHP-Messungen an den ERM-FC440-Proben wurden mit einer NETZSCH GHP 456 *HT Titan*® durchgeführt, die mit Flüssigstickstoff (LN₂)-Kühlung ausgestattet war. Für die GHP-Tests wurden die ERM-FC440a-Proben mit den Seriennummern 001, 002, 003 und 005 verwendet. Das Proben-Paar 001+002 und das Paar 003+005 wurden jeweils gleichzeitig im Zweiplatten-Modus gemessen. Der Temperaturgradient entlang der Proben war 30 K unterhalb -10 °C und 20 K bei 10 °C und höheren Temperaturen. Um eine definierte Probenstärke zu erreichen, waren die Proben jeweils mit harten Abstandshaltern in den Ecken ausgestattet. Die Länge der Abstandshalter war gleich der nominellen Probenstärke.



2 Temperaturabhängige nominelle Wärmeleitfähigkeit von ERM-FC440 (durchgezogene Linie) sowie die erweiterte Messunsicherheit (gestrichelte Linien).

APPLICATIONNOTE Test der Genauigkeit von GHP 456 und HFM 446 mit dem neuen Referenzmaterial ERM-FC440

Abbildung 3 zeigt die GHP-Ergebnisse: Im Temperaturbereich zwischen -150 °C und 70 °C beträgt die relative Abweichung von den nominellen Wärmeleitfähigkeitswerten weniger als $\pm 1,3$ % für alle Messpunkte. Einzige Ausnahme war der Messpunkt bei -150 °C mit einer Abweichung von -2,2 %. Diese Resultate sind im Einklang mit der erwarteten Genauigkeit der GHP 456.

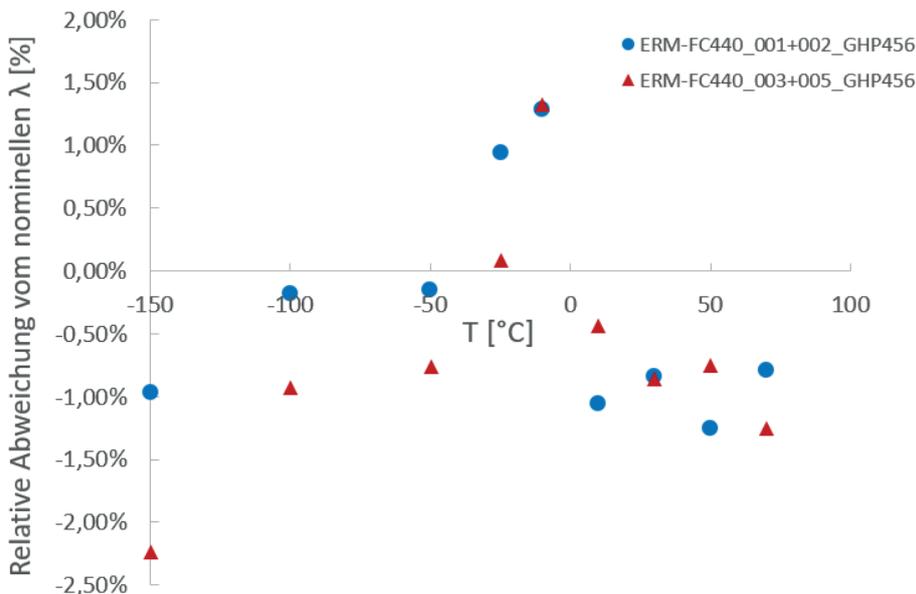
2. Mit HFM 446 erzielte Ergebnisse

Die Technologie der Wärmefluss-Messgeräte (HFM) ist eine relative Methode, die auf der Kalibrierung der Wärmefluss-Sensoren mit einem Referenzmaterial mit bekannter Wärmeleitfähigkeit basiert. Die zu bestimmende Wärmeleitfähigkeit λ einer Probe berechnet sich aus dem Wärmefluss pro Fläche Q/A und dem Temperaturgradienten ΔT entlang der Probe mit mittlerer Dicke d nach dem Fourier-Gesetz für eindimensionalen Wärmefluss wie folgt:

$$\lambda = \frac{Q}{A} \cdot \frac{d}{\Delta T} \quad (3)$$

Die HFM-Messungen an den ERM-FC440-Proben wurden mit NETZSCH HFM 446 *Lambda*-Geräten aus der Eco-Reihe durchgeführt, wobei mehrere Geräte vom Typ *Small*, *Medium* und *Large* zum Einsatz kamen.

Mit den zwei Geräten vom Typ HFM 446 *Large* mit Seriennummern 0009 und 0010, die sich in unterschiedlichen Laborräumen befanden, wurden die ERM-FC440c-Proben mit den Seriennummern 004 und 005 gemessen. Die zwei Geräte vom Typ HFM 446 *Medium* mit den Seriennummern 0007 und 0009 wurden verwendet, um die ERM-440a-Proben mit den Seriennummern 001, 002, 003 und 005 zu vermessen. Die Geräte vom Typ HFM 446 *Small* mit den Seriennummern 0086, 0087 und SOA-002 dienten zur Messung der ERM-FC440-Proben mit einer Größe von 20 cm x 20 cm, welche aus einer ERM-FC440c-Probe (Seriennummer 005) herausgeschnitten wurden, nachdem die Messungen mit der HFM 446 *Large* an dieser Probe abgeschlossen waren. Jede der 20 cm x 20 cm großen Proben erhielt eine fünfstellige Identifikationsnummer, die an der Vorderseite mittels Laser eingraviert wurde, wie in Abbildung 1 auf der rechten Seite zu sehen ist. Alle HFM-Geräte wurden entweder mit dem Referenzmaterial NIST SRM 1450d oder mit IRMM440 kalibriert. Die HFM-Messungen wurden bei mittleren Temperaturen zwischen -10 °C und 70 °C und jeweils einem Temperaturgradienten von 20 K über die Proben Dicke durchgeführt. Der Anpressdruck betrug maximal 2 kPa.

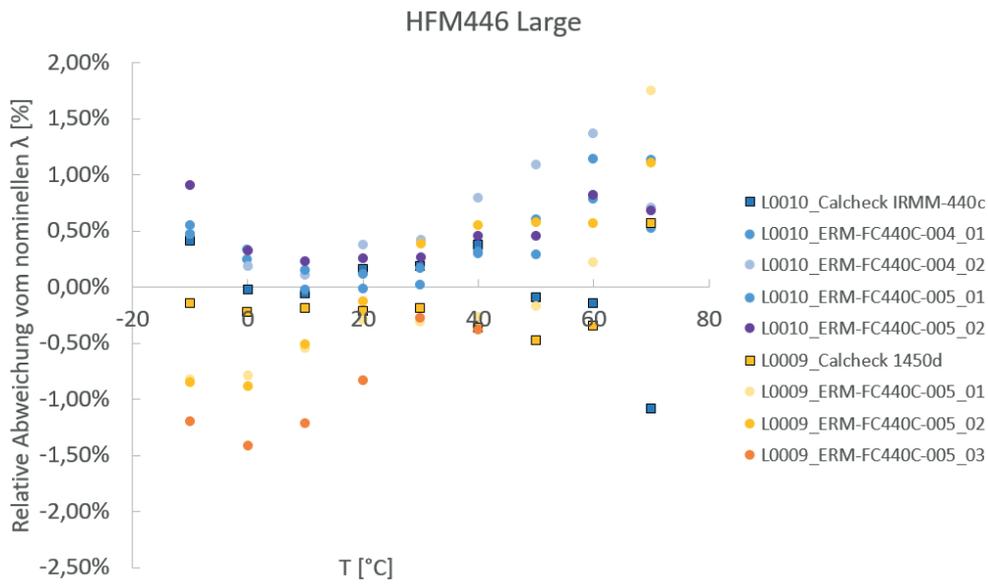


3 Relative Abweichung der temperaturabhängigen Wärmeleitfähigkeit zweier ERM-FC440a Proben-Paare (Seriennummern 001+002 und 003+005) von den nominellen Werten. Die Messungen erfolgten mit einer GHP 456 *HT Titan*® im Zweiplatten-Modus.

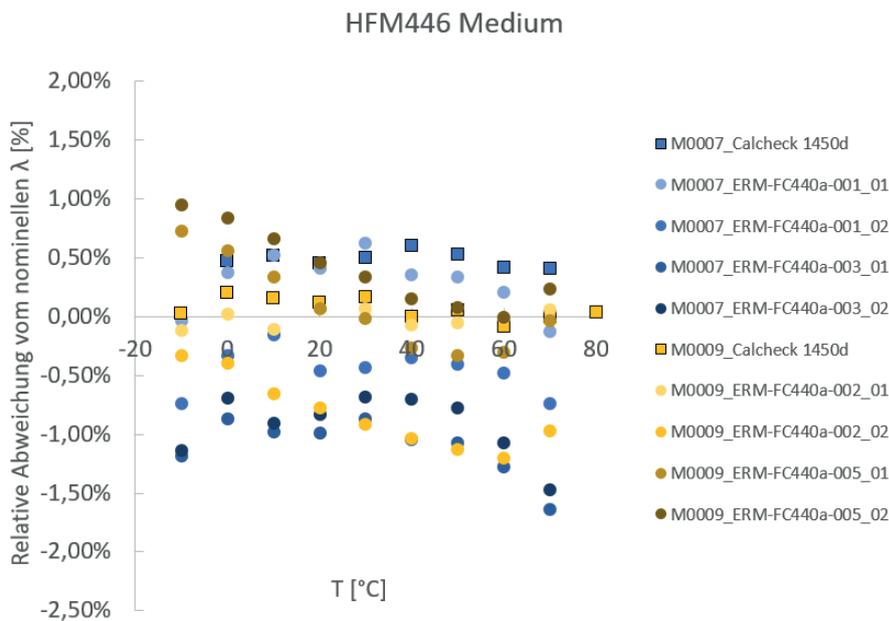
APPLICATIONNOTE Test der Genauigkeit von GHP 456 und HFM 446 mit dem neuen Referenzmaterial ERM-FC440

Die Abbildungen 4 bis 6 zeigen die Ergebnisse aller HFM-Messungen: Im gesamten Temperaturbereich ist die relative Abweichung von den nominellen Wärmeleitfähigkeitswerten kleiner als $\pm 1,5\%$ für die

meisten Messpunkte mit Ausnahme weniger Daten bei der Maximaltemperatur von $70\text{ }^{\circ}\text{C}$. Alle Ergebnisse sind in Einklang mit der für die HFM 446 zu erwartenden Genauigkeit von $\pm 2\%$.

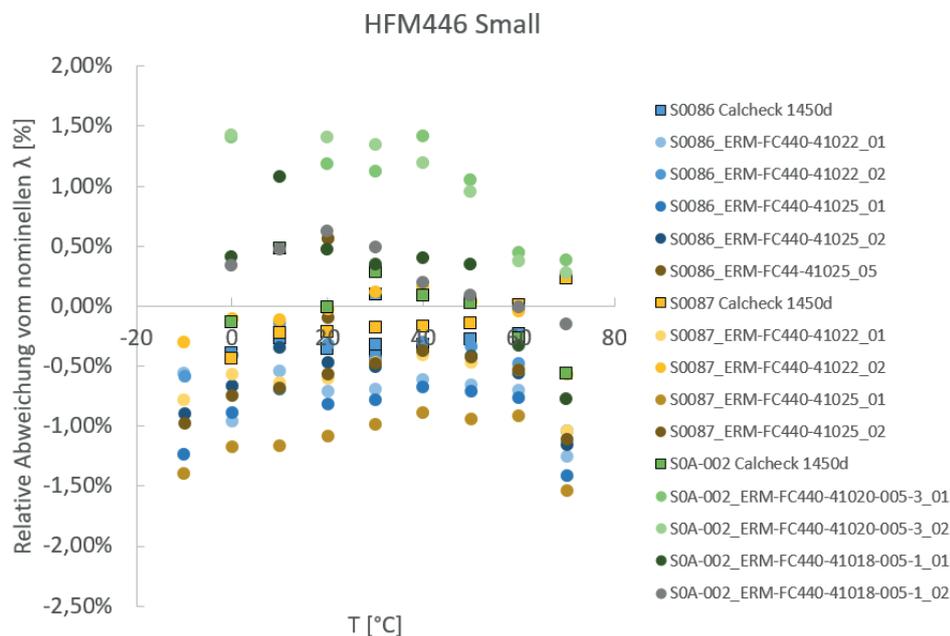


4 Relative Abweichung der temperaturabhängigen Wärmeleitfähigkeit zweier ERM-FC440c Proben-Paare (Seriennummern 004 und 005) von den nominellen Werten. Die Messungen erfolgten mit zwei Geräten des Typs HFM 446 *Large*.



5 Relative Abweichung der temperaturabhängigen Wärmeleitfähigkeit von vier ERM-FC440a-Proben (Seriennummern 001, 002, 003 und 005) von den nominellen Werten. Die Messungen erfolgten mit zwei Geräte des Typs HFM 446 *Medium*.

APPLICATIONNOTE Test der Genauigkeit von GHP 456 und HFM 446 mit dem neuen Referenzmaterial ERM-FC440



6

Relative Abweichung der temperaturabhängigen Wärmeleitfähigkeit von vier 20 cm x 20 cm großen ERM-FC440-Proben (ausgeschnitten aus einer ERM-FC440c-Probe mit Seriennummer 005) von den nominellen Werten. Die Messungen erfolgten mit drei Geräten des Typs HFM 446 *Small*.

Zusammenfassung

Es wurde die Wärmeleitfähigkeit des neuen Referenzmaterials ERM-FC440 im Temperaturbereich zwischen -150 °C und 70 °C mit Hilfe einer GHP 456 und mehreren Geräten vom Typ HFM 446 untersucht. Fast alle Ergebnisse stimmten innerhalb ± 1.5 % mit den nominellen Werten überein, was die entsprechende Genauigkeit der NETZSCH-Geräte GHP 456 *Titan*® und HFM 446 *Lambda* demonstriert.

Literaturverzeichnis

- [1] European Reference Materials (ERM®), European Commission, Joint Research Centre, Directorate F – Health, Consumers and Reference Materials, Retieseweg 111, 2440 Geel, Belgium.
- [2] T. Linsinger, The certification of the thermal conductivity of a resin bonded glass fiber board: ERM®-FC440a, ERM®-FC440b and ERM®-FC440c, EUR 30859 EN, Publications Office of the European Union, Luxembourg, 2021, ISBN 978-92-76-42259-4, doi:10.2760/759309, JRC126677.