



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 295 920 A5

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27. 10. 1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) G 01 N 25/18

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	DD G 01 N / 318 977 6	(22)	16.08.88	(44)	14.11.91
(71)	Dr. Günther, Rosa-Luxemburg-Straße 8, O - 8251 Winkwitz, DE				
(72)	Poeßnecker, Wolfgang, Dr. rer. nat.; Günther, Ulrich, Dr.-Ing.; Popp, Andreas, Dipl.-Ing.; Kieback, Bernd, Dr.-Ing.; Zachmann, Lutz, Dipl.-Ing., DE				
(73)	siehe (72)				
(54)	Verfahren und Vorrichtung zur Absolutwertmessung der Wärmeleitfähigkeit und der spezifischen Wärmekapazität in Abhängigkeit der Temperatur an festen Werkstoffen				

(55) Wärmeleitfähigkeitsmessung; Luftspalt; stationärer Zustand; Temperaturabhängigkeit; Wärmemenge; Wärmeverlust; Wärmewiderstand; Thermoelement; Werkstoffprobe; Wendeschneidplatte

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Absolutmessung der Wärmeleitfähigkeit und der spezifischen Wärmekapazität an Probekörpern beliebiger fester Werkstoffe. Gegenüber bekannten Lösungen wird eine höhere Genauigkeit und die Einsatzmöglichkeit bei festen Werkstoffen unterschiedlichster Leitfähigkeit bei gleichzeitiger Minimierung des regelungstechnischen Aufwandes erreicht. Die Bestimmung benannter thermischer Werkstoffkenngrößen ist im Ausführungsbeispiel in einem Temperaturbereich von 20–1200 °C möglich. Durch die Dimensionierung von Meß- und Schutzprobenanordnung sowie der Luftspalte ist eine Minimierung der Schutzproben zur Verhinderung der radialen Wärmeabgabe der Meßprobe möglich. Heizung, Homogenisierungsplatte und Proben sind radial und nach unten mit der Umgebung thermisch entkoppelt. Die Stabilisierung des Systems erfolgt durch ein über den Proben angeordnetes Durchflußkalorimeter.

Patentansprüche:

1. Verfahren und Vorrichtung, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit und/oder der spezifischen Wärmekapazität als Funktion der Temperatur an Probekörpern beliebiger fester Werkstoffe derart erfolgt, daß eine gegen radiale Wärmeströme durch schmale Luftspalte adiabatisch abgeschirmte Meßprobe Verwendung findet.
2. Verfahren und Vorrichtung nach 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der adiabatische Schutz der Meßprobe durch Schutzproben gleichen Materials entsprechend der Meßprobe und Luftspalte zwischen diesen erfolgt.
3. Verfahren und Vorrichtung nach 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß Meßprobe und Schutzproben radiale Anordnung entsprechend ihrem Materialverhalten mit Luftspaltdicken d mit $d \leq 1$ mm besitzen.
4. Verfahren und Vorrichtung nach 1-3, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Meßprobe derart mit Thermoelementen bestückt ist, daß die Temperaturdifferenz in Richtung des beabsichtigten Wärmestromes zwischen zwei im Abstand l eingebrachten Thermoelementen bestimmt wird und daraus die Wärmeleitfähigkeit gemäß

$$\lambda_P = \frac{P_P \cdot l}{A \cdot \Delta T}$$

bestimmt wird.

5. Verfahren und Vorrichtung nach 1-4, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Meßprobe durch eine inhomogene Heizwicklung über einer horizontal über der Heizung liegenden Homogenisierungsplatte beheizt wird und mit
 - P_P - in Richtung der Proben fließender Wärmestrom
 - l - Abstand der Temperaturmeßstellen
 - A - Grundfläche der Homogenisierungsplatte
 - ΔT - Temperaturdifferenz in der Meßprobe
 die Wärmeleitfähigkeit λ_P berechnet wird, wobei die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit im stationären Zustand der Meßprobe erfolgen muß.
6. Verfahren und Vorrichtung nach 1-5, **dadurch gekennzeichnet**, daß sich die spezifische Wärmekapazität c_P unter der Bedingung gleicher Aufheizgeschwindigkeiten an beiden Temperaturmeßstellen der Meßprobe zu

$$c_P = \frac{A_{MP} \cdot P_P}{A \cdot m_P \cdot (\dot{T} - \dot{T}_V)} - \frac{A_{MP} \cdot l_{HP} \cdot \rho_{HP} \cdot c_{HP}}{m_P}$$

ergibt, wobei

- A_{MP} - Grundfläche der Meßprobe
- A - Grundfläche der Homogenisierungsplatte
- P_P - in Richtung der Proben fließender Wärmestrom
- m_P - Masse der Meßprobe
- l_{HP} - spezifische Wärmekapazität der Homogenisierungsplatte
- ρ_{HP} - Dichte der Homogenisierungsplatte
- \dot{T} - Aufheizgeschwindigkeit in der Meßprobe
- \dot{T}_V - Abkühlgeschwindigkeit der Meßprobe.

7. Verfahren und Vorrichtung nach 1-6, **dadurch gekennzeichnet**, daß über der Vorrichtung (Meßproben und Schutzproben) ein Kalorimeter zur zusätzlichen Bestimmung des Wärmestroms und zum Schutz gegen Schwankungen der Umgebungstemperatur angeordnet ist.
8. Verfahren und Vorrichtung nach 1-7, **dadurch gekennzeichnet**, daß bei Verwendung von oxydierenden Meßproben eine Schutzgasspülung vorzugsweise mit Stickstoff verwendet wird oder der Probenraum und/oder die gesamte Vorrichtung im Vakuum arbeitet.

Hierzu 6 Seiten Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Absolutmessung der Wärmeleitfähigkeit und der spezifischen Wärmekapazität an Probekörpern fester Werkstoffe mit $\lambda \geq 1 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ und minimalem geräte- und regelungstechnischem Aufwand.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Absolutmessungen der Wärmeleitfähigkeit werden stets im stationären Zustand durchgeführt, in dem der durch die Meßprobe fließende Wärmestrom nur durch die zu- und abgeführte Wärmeleistung gemäß

$$P_{\text{Probe}} = \frac{\Delta T}{R_W} + \dot{Q}_V \quad (1)$$

bestimmt wird. Dabei sind T die sich einstellende Temperaturdifferenz, R_W der Wärmewiderstand in Richtung des beabsichtigten Wärmestromes, \dot{Q}_V die Verlustwärmeleistung in einer vom Temperaturgradienten abweichenden Richtung und P_{Probe} die der Probe zugeführte Wärmeleistung. Nach (1) besteht somit das Hauptproblem für eine möglichst fehlerfreie Messung der Wärmeleitfähigkeit einerseits in der Minimierung von \dot{Q}_V und andererseits in der exakten Messung der Temperaturdifferenz. Durch Einbringen der Thermolemente in genügend tiefe Bohrungen der Probe geht der Temperaturmeßfehler gegen 0, so daß lediglich die Größe \dot{Q}_V diskutiert werden muß.

Da die vorliegende Erfindung eine unsymmetrische Plattenapparatur darstellt, werden nur solche Lösungen analysiert. In Fig. 1 ist der prinzipielle Aufbau solcher Apparaturen schematisch dargestellt. Die Probe 7 nimmt Wärme von der Heizung 6 auf und gibt diese an das wasserdurchflossene Kühlsystem 8 ab. Die Heizsysteme 1, 2, 3, 4 und 5 dienen als Schutzheizung zur Minimierung von \dot{Q}_V .

In Tab. 1 ist der Einsatz der Schutzheizungen bei den Autoren /1/, /2/, /3/, /4/, /5/, /6/ angegeben.

Wegen ihres hohen Temperaturgradienten sind bei schlecht leitenden Proben nur geringe Probenhöhen erforderlich ($D/H > 1$), um auswertbare Temperaturdifferenzen zu erhalten. Gleichzeitig gilt, daß mit größerem Verhältnis D/H die Verlustleistung \dot{Q}_V kleiner wird, so daß bei einer symmetrischen Anordnung gelten würde:

$$\lim_{D/H \rightarrow \infty} \dot{Q}_V = 0.$$

Bei den betrachteten unsymmetrischen Anordnungen genügen bei schlechten Wärmeleitern ($\lambda < 10 \text{ W/m} \cdot \text{K}$) wegen $D/H > 1$ im allgemeinen 3 geregelte Schutzheizungen. Für gute Wärmeleiter sind zur Erzielung einer hohen Genauigkeit wegen $D/H < 1$ bis zu 6 voneinander unabhängig geregelte Schutzheizungen notwendig. Bei den Lösungen nach /3/, /6/ ohne Schutzheizung sind Messungen lediglich im Vakuum und bei Zimmertemperatur möglich. Die beschriebenen Lösungen stehen in keinem Zusammenhang zu vorgeschlagenem Verfahren und Vorrichtung. Das vorgeschlagene Verfahren ist nicht bekannt.

Ziel der Erfindung

Die Erfindung hat eine möglichst einfache Bestimmung des Absolutwertes der Wärmeleitfähigkeit und der spezifischen Wärmekapazität in Abhängigkeit der Temperatur mit hohen Genauigkeitsanforderungen und minimalem regelungstechnischem Aufwand zum Inhalt.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren und eine Vorrichtung anzugeben, welche die Absolutwertmessung der Wärmeleitfähigkeit und der spezifischen Wärmekapazität in Abhängigkeit von der Temperatur ermöglicht. Gegenüber bekannten Lösungen wird eine höhere Genauigkeit und die Einsatzmöglichkeit bei festen Werkstoffen unterschiedlichster Wärmeleitfähigkeit bei gleichzeitiger Minimierung des regelungstechnischen Aufwandes erreicht. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Meßprobe, bei inhomogener Heizung über einer horizontal angeordneten Homogenisierungsplatte, allseitig von gleichartigen, ebenfalls durch gleichen Wärmestrom beheizten Proben umgeben wird, die gegeneinander durch schmale Luftspalte getrennt sind. Durch die Dimensionierung dieser Luftspalte ist eine Reduzierung der notwendigen Schutzproben zur Verhinderung der radialen Wärmeabgabe der Meßprobe möglich. Heizung, Homogenisierungsplatte und Meßproben sind radial und nach unten durch Wärmeisolationsmaterial mit der Umgebung thermisch entkoppelt. Durch die Anordnung eines Kalorimeters über den Meßproben ist die Messung des in Richtung Proben fließenden Wärmestromes und die Stabilisierung des Meßvorganges bei Umgebungstemperaturschwankungen möglich. Die Messung der spezifischen Wärmekapazität erfolgt in Abschnitt II der in Fig. 2 dargestellten Aufheizkurve, der durch gleiche Aufheizgeschwindigkeiten an verschiedenen Orten der Probe charakterisiert ist.

Die spezifische Wärmekapazität ergibt sich zu:

$$c_p = \frac{A_{MP} \cdot P_p}{A \cdot m_p \cdot (\bar{T} - \bar{T}_y)} - \frac{A_{MP} \cdot l_{HIP} \cdot \rho_{HIP} \cdot c_{HIP}}{m_p}$$

A_{MP} – Grundfläche der Meßprobe
 A – Grundfläche der Homogenisierungsplatte
 P_p – in Richtung der Proben fließender Wärmestrom
 m_p – Masse der Meßprobe
 l_{HIP} – Dicke der Homogenisierungsplatte
 c_{HIP} – spezifische Wärmekapazität der Homogenisierungsplatte
 ρ_{HIP} – Dichte der Homogenisierungsplatte.
 Die Messung der Wärmeleitfähigkeit erfolgt im stationären Bereich III der Aufheizkurve.
 Sie ergibt sich zu:

$$\lambda_p = \frac{P_p \cdot l}{A \cdot \Delta T}$$

l – Abstand der Temperaturmeßstellen
 ΔT – Temperaturdifferenz in der Meßprobe.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung ist durch Zeichnungen am Beispiel einer Vorrichtung zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit und der spezifischen Wärmekapazität in Abhängigkeit der Temperatur an festen Werkstoffen dargestellt.

Fig. 3 zeigt die Anordnung der Proben zur Realisierung des adiabatischen Schutzes der Meßprobe.

Fig. 4 zeigt die Anordnung von Heizung, Homogenisierungsplatte und Proben zur Gewährleistung eines homogenen Wärmestromes.

Fig. 5 zeigt eine Schnittdarstellung der Vorrichtung zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit und der spezifischen Wärmekapazität in Abhängigkeit der Temperatur an festen Werkstoffen.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Meßprobe mittig in der Probenkassette 2 nach WP... angeordnet ist. Sie wird allseitig von gleichfalls beheizten Schutzproben 3 gleichen Materials umgeben. Alle Proben sind untereinander allseitig durch einen 1 mm dicken Luftspalt 4 zum Zwecke des adiabatischen Schutzes der Meßprobe getrennt. Die Proben haben gleiche Höhe und zueinander parallele Stirnflächen bei rechteckigem Querschnitt.

Die Beheizung der Probenanordnung erfolgt über eine mäanderförmige Anordnung von Heizspiralen 5 auf einem Grundkörper 6 aus Keramik schlechter Wärmeleitfähigkeit. Die Homogenisierung des Wärmestroms wird durch eine zwischen Heizwicklung und Proben angeordnete Homogenisierungsplatte 7 gewährleistet. Die Dicke der Homogenisierungsplatte ist abhängig von ihrer Wärmeleitfähigkeit. Homogenisierungsplatte und Probenanordnung überdecken den gleichen Querschnitt. Heizung, Homogenisierungsplatte und Probenanordnung werden durch ein Gefäßsystem 8 aus Keramik schlechter Wärmeleitfähigkeit und Wärmeisulationsmaterial 9 radial und nach unten mit der Umgebung thermisch entkoppelt. Zur Messung der Temperaturdifferenz sind in die Meßprobe zwei Bohrungen unterschiedlicher Höhe mit dem Abstand 1 zur Aufnahme von 2 Thermoelementen 10 eingebracht. Die Thermoelemente dienen einerseits der Überprüfung auf gleiche Aufheizgeschwindigkeiten an beiden Meßstellen zur Meßwerterfassung für die Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität der Meßprobe (quasistationärer Bereich) und andererseits auf Temperaturkonstanz an beiden Meßstellen zur Meßwertübernahme der Temperaturdifferenz zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit (stationärer Bereich). Das über den Proben deckungsgleich angeordnete Durchflußkalorimeter 11 ermöglicht eine Messung des die Proben durchsetzenden Wärmestromes und kompensiert Schwankungen der Umgebungstemperatur.

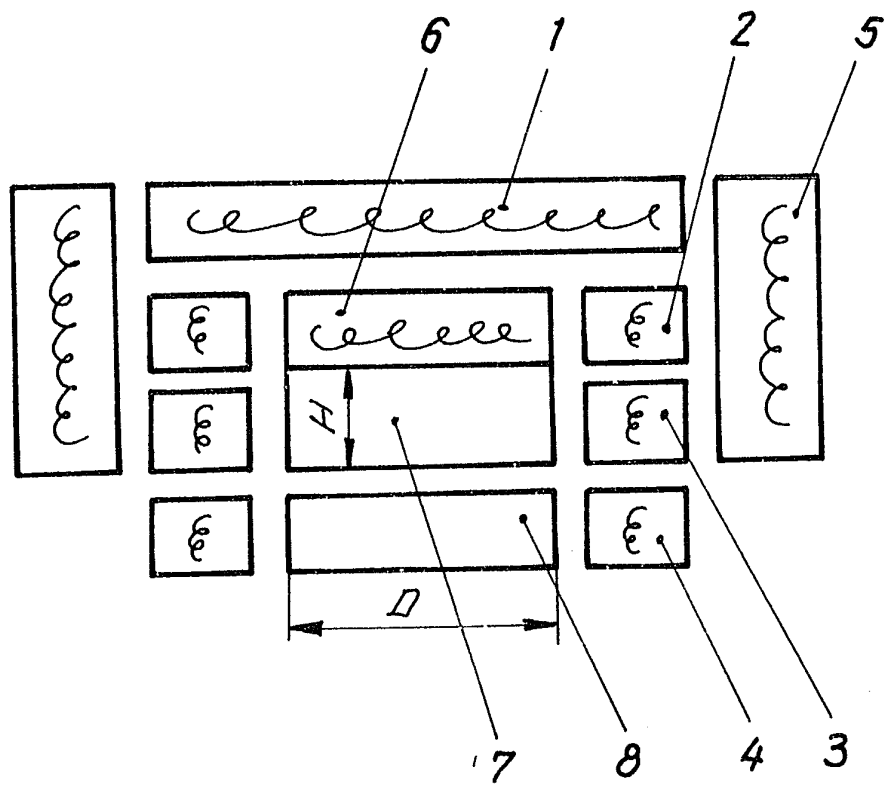
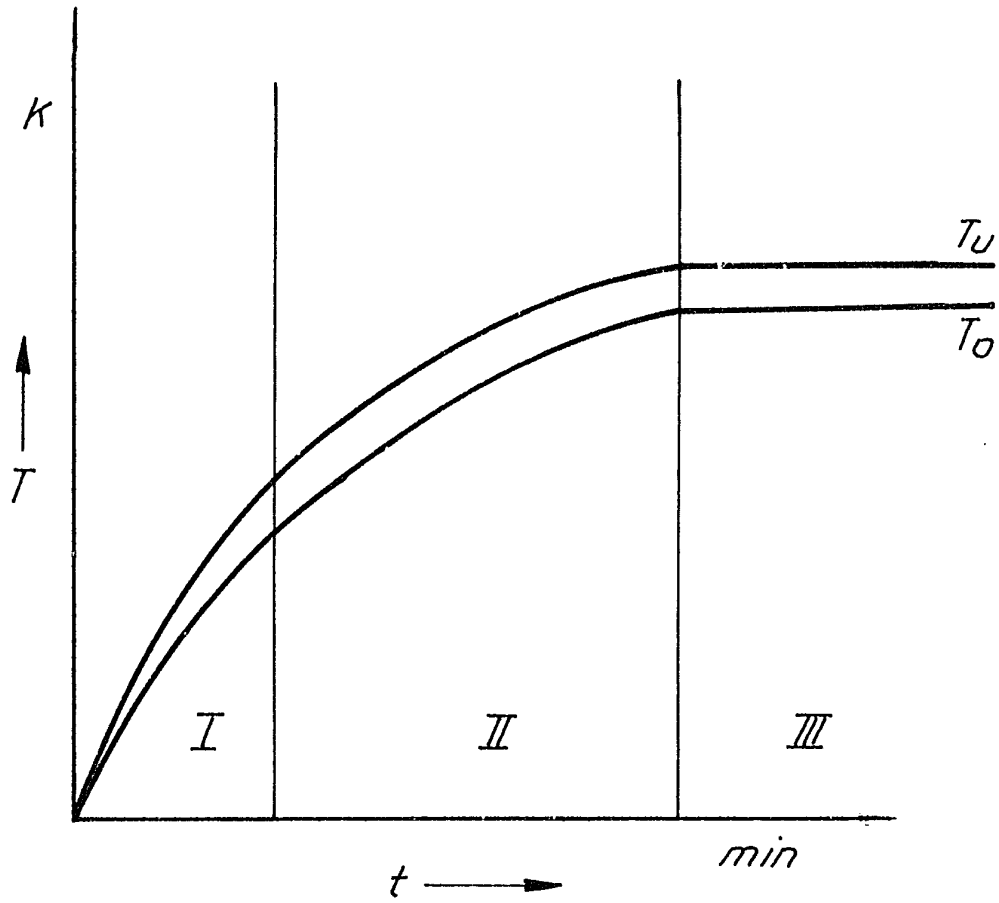


Fig. 1



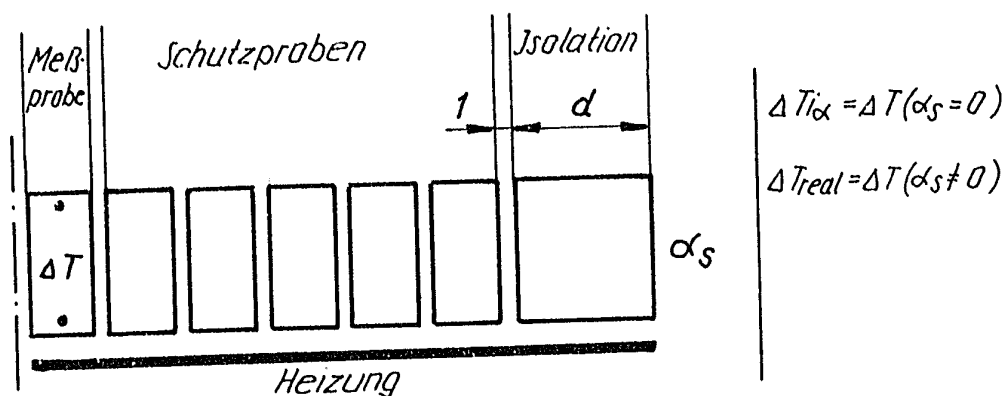
I - Einlauf

II - quasistationärer Bereich

III - stationärer Bereich

Fig.2

A) Prinzipielle Probenanordnung

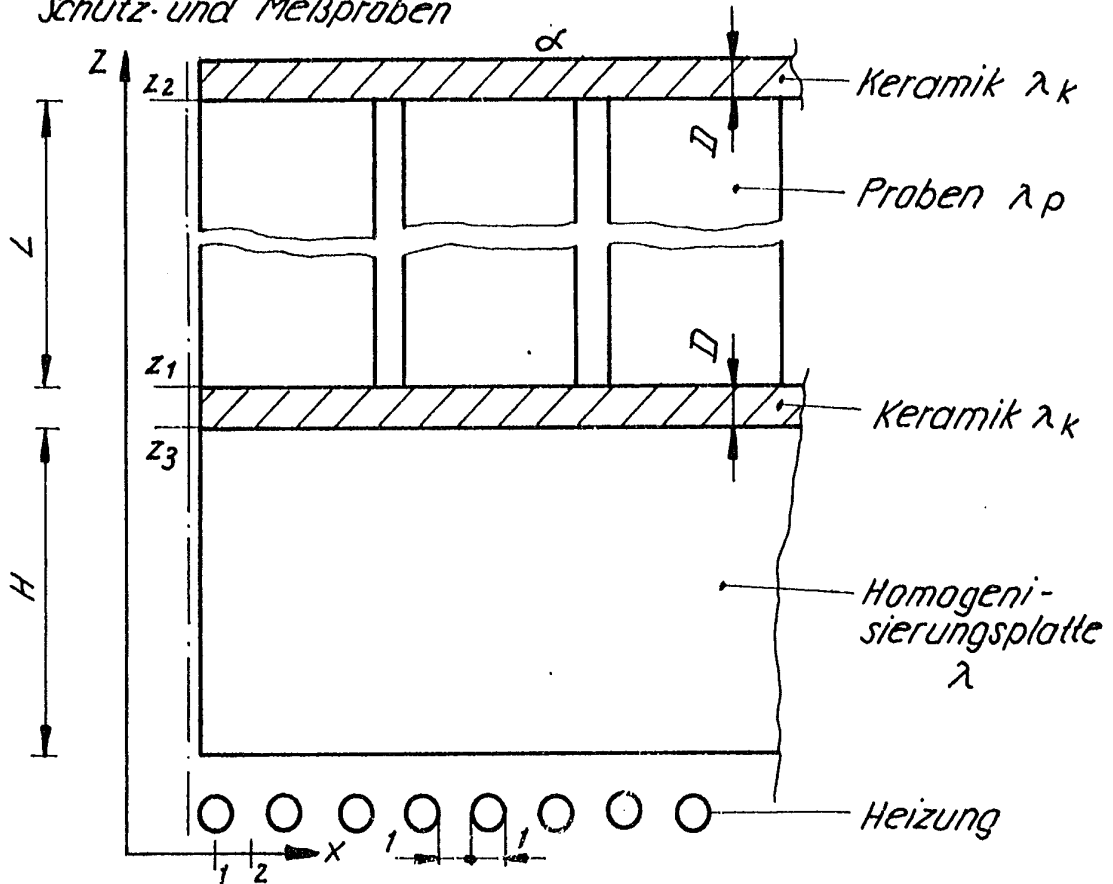


B) Beispielzusammenstellung

λ <i>cal·s⁻¹·cm⁻¹·K⁻¹</i>	Außenisolation Dicke <i>d</i> cm	Schutzprobenzahl in einer Koordinatenrichtung	$\frac{\Delta T_{\alpha} - \Delta T_{real}}{\Delta T_{\alpha}}$ %
1	3	1	< 0,01
1	2,2	2	< 0,01
1	1,8	3	< 0,01
1	1	4	< 0,01
0,2	3	1	0,2
0,2	2,2	2	0,1
0,2	1,8	3	< 0,01
0,2	1	4	< 0,01
0,01	3	1	1,5
0,01	2,2	2	0,3
0,01	1,8	3	0,1
0,01	1	4	0,03
0,2	0	2	8,5
0,2	0	3	1,6
0,2	0	4	0,2
0,2	0	5	< 0,01
0,2	0	6	< 0,01

Fig. 3 : Adiabatischer Effekt der Schutzproben

A) Anordnung von Heizung, Homogenisierungsplatte, Schutz- und Meßproben



B) Beispielzusammenstellung

Material	λ $\frac{\text{cal}}{\text{s} \cdot \text{cm} \cdot \text{K}}$	H cm	$\frac{T(1,z_3) - T(2,z_3)}{T(1,z_3)}$ %
Silber	1	0,4	$2 \cdot 10^{-3}$
Eisen	0,2	1,5	$< 1 \cdot 10^{-3}$
Eisen	0,2	0,9	$< 1 \cdot 10^{-3}$
Eisen	0,2	0,4	$1 \cdot 10^{-2}$
Ni Cr-Stahl	0,01	1,5	$< 1 \cdot 10^{-3}$
Ni Cr-Stahl	0,01	0,9	$4 \cdot 10^{-3}$
Ni Cr-Stahl	0,01	0,4	$2 \cdot 10^{-1}$

Fig.4 : Homogenisierung der Heizwicklung

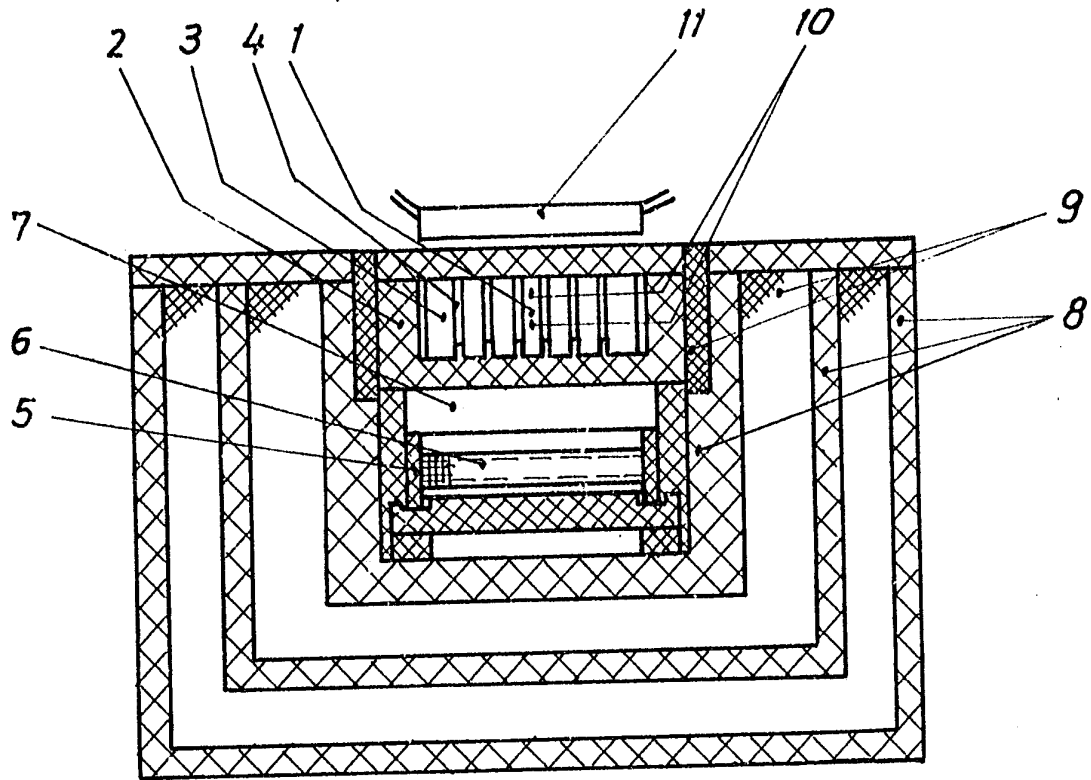


Fig. 5

<i>Autor</i>	1	2	3	4	5	\mathbb{D}/H
1	x	x	x	x	—	> 1
2	x	x	x	x	—	> 1
3	—	—	—	—	—	≥ 1
4	x	x	x	—	—	> 1
5	x	—	xxx	x	x	< 1
6	x	x	—	—	—	> 1
6	—	—	—	—	—	> 1

x — Schutzheizung vorhanden

~~x~~ — Schutzheizung zusammengeschaltet

xxx — Schutzheizung dreigeteilt und
einzeln geregelt

— — keine Schutzheizung

Tab. 1