



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 102 06 275 B4 2007.01.04**

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **102 06 275.7**
 (22) Anmeldetag: **15.02.2002**
 (43) Offenlegungstag: **04.09.2003**
 (45) Veröffentlichungstag
 der Patenterteilung: **04.01.2007**

(51) Int Cl.⁸: **G01N 25/18 (2006.01)**

Innerhalb von drei Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 2 Patentkostengesetz).

(73) Patentinhaber:

**Bundesrepublik Deutschland, vertr. d. d.
 Bundesministerium für Wirtschaft und
 Technologie, dieses vertr. d. d. Präsidenten der
 Physikalisch-Technischen Bundesanstalt, 38116
 Braunschweig, DE**

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
 gezogene Druckschriften:

**DE 25 13 342 C2
 DE 689 27 242 T2
 DD 2 48 435 A1
 EP 11 11 377 A1**

(72) Erfinder:

Hammerschmidt, Ulf, Dr., 38112 Braunschweig, DE

W. Hemminger, G. Höhne, Grundlagen der Kalorimetrie, Verlag Chemie, Weinheim, New-York, 1979, S. 65-67;

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Messung der Temperaturleitfähigkeit**

(57) Hauptanspruch: Verfahren zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit a von Feststoffen, Fluiden und Schüttgütern, dadurch gekennzeichnet, dass einem als Wärmequelle dienenden in die Probe eingebetteten Draht oder Metallstreifen ein impulsförmiger Strom aufgeprägt wird, der zur Abgabe eines Wärmeimpulses führt, die Zeit t_{\max} vom Auslösen des Wärmeimpulses bis zum Erfassen des Temperaturmaximums durch einen Temperaturfühler im Abstand r von der Wärmequelle oder die Zeitdifferenz Δt_{\max} zwischen dem Erfassen der Temperaturmaxima zweier Temperaturfühler mit verschiedenen Abständen r_1 und r_2 von der Wärmequelle gemessen wird und die Temperaturleitfähigkeit beim Einsatz eines Temperaturfühlers nach $a = r^2/4t_{\max}$ und beim Einsatz von zwei Temperaturfühlern nach $a = 1/4\Delta t_{\max} \cdot (r_2^2 - r_1^2)$ berechnet wird.

Beschreibung

Aufgabenstellung

Anwendungsgebiet der Erfindung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Messung der Temperaturleitfähigkeit (TLF) von Feststoffen, Fluiden und Schüttgütern.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

[0002] Die Temperaturleitfähigkeit $a = \lambda / (\rho \cdot c_p)$ beschreibt das Verhältnis von Wärmeleitfähigkeit λ zur Wärmespeicherfähigkeit $\rho \cdot c_p$ eines Stoffes der Dichte ρ und spezifischen Wärme c_p . Sie lässt sich gemäß der genannten Gleichung aus den Ergebnissen von Einzelmessungen der drei beteiligten Größen errechnen oder nach einem instationären Verfahren experimentell bestimmen. Letzteres erfolgt mit mindestens einer Wärmequelle und mindestens einem Temperaturfühler. Die Quelle erzeugt einen Wärmestrom, der auf dem Weg zur Wärmesenke durch die Probe fließt und dort zu einem orts- und zeitabhängigen Temperaturanstieg $\Delta T(r,t) = T(r,t) - T_0$ führt. Dieser ist ein Maß für die zu messende Größe.

[0003] Man unterscheidet zwischen Verfahren mit einer optischen oder elektrischen Wärmequelle.

Stand der Technik

[0004] Optische Quellen, z. B. Blitzlampen oder Laser, erzeugen einen impulsförmigen Wärmestrom an der Probenoberfläche durch Absorption des dort auftreffenden Strahls. Der Wärmestrom fließt durch die Probe und bewirkt auf deren Rückseite einen messbaren zeitlichen Temperaturanstieg, aus dem die gesuchte Größe abgeleitet wird. Nach diesem Verfahren arbeitende Geräte, z. B. auf der Grundlage des Laser-Flash-Prinzips, messen sehr schnell und lassen sich leicht über einen großen Bereich temperieren, weil sie nur kleine Proben benötigen. Sie liefern reproduzierbare Resultate, die allerdings empfindlich auf Schwankungen der quasiadiabatischen Randbedingungen reagieren. Ferner sind diese Geräte außerordentlich teuer.

[0005] Als elektrische Wärmequellen werden zu meist dünne Metalldrähte oder -streifen verwendet. Diese sind generell in die Probe eingebettet und wirken dort gleichzeitig als Widerstandsthermometer. Sie werden mit einem stufenförmig angelegten Strom beheizt und antworten auf den Wärmestrom mit einem zeitlichen Temperaturanstieg, der das Maß für die Messgröße darstellt. Messgeräte nach dem Heizdraht- oder Heizstreifen-Verfahren zeichnen sich ebenfalls durch kurze Messzeiten aus, benötigen hingegen nur einen einfachen und damit kostengünstigen Aufbau. Die Messunsicherheiten sind jedoch zum Teil erheblich größer als beim optischen Verfahren.

[0006] Ziel der Erfindung ist die Entwicklung eines Verfahrens zur schnellen, genauen, zuverlässigen und kostengünstigen Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit.

Lösung der Aufgabe

[0007] Die erfindungsgemäße Aufgabe wird durch ein Verfahren entsprechend dem Patentanspruch gelöst, das eine eingebettete elektrische Wärmequelle und einen, zweckmäßigerweise jedoch mindestens zwei, Temperaturfühler benötigt. Als Joulesche Wärmequelle kommt ein dünner Draht oder, besser, ein Metallstreifen der Länge L und ansonsten entsprechend dem Heizdraht- bzw. Heizstreifenverfahren zum Einsatz. Der oder die Temperaturfühler (z. B. Platin-Widerstandsthermometer, Thermoelemente) sind im seitlichen Abstand r_1 bzw. in den Abständen r_1 und r_2 von der Wärmequelle angeordnet. Zur Messung wird der Quelle zum Zeitpunkt $t = 0$ ein impulsförmiger Strom I sehr kurzer Dauer Δt_{mp} aufgeprägt, der zur Abgabe eines entsprechenden Wärmeimpulses H führt. Dieser diffundiert durch die Probe und trifft auf den Temperaturfühler, wo er den Temperaturanstieg

$$\Delta T(r_1, t) = \frac{H}{4\pi L a t \rho c_p} \exp\left(-\frac{r_1^2}{4at}\right)$$

erzeugt. Unabhängig von der eingebrachten Wärme wird das Maximum der Temperatur zur Zeit $t_{max} = r_1^2 / (4a)$ erreicht. Hieraus lässt sich die gesuchte Größe gemäß $a = r_1^2 / (4t_{max})$ berechnen. Dieses Verfahren berücksichtigt allerdings nicht die unterschiedlichen Zeitverzögerungen infolge der nicht verschwindenden Wärmekapazitäten von Jouleschem Heizer und Thermometer. Zur Kompensation dieser Zeitverzögerung ist es zweckmäßig, mindestens einen weiteren Temperaturfühler im Abstand r_2 ($r_2 > r_1$) von der Wärmequelle einzusetzen. Die Zeitdifferenz Δt_{max} zwischen den entsprechenden Temperaturmaxima ergibt sich gemäß $\Delta t_{max} = 1/4a \cdot (r_2^2 - r_1^2)$, die Messgröße entsprechend $a = 1 / (4\Delta t_{max}) \cdot (r_2^2 - r_1^2)$.

[0008] Hierin sind:

a	Temperaturleitfähigkeit
ρ	Dichte
c_p	Spezifische Wärmekapazität
H	Wärmeimpuls $\Phi = U_0 I \cdot \Delta t_{mp}$
I	elektrische Stromstärke
L	Länge des Heizers
r	Ortskoordinate
t	Zeit
T	Temperatur
T_0	homogene Anfangstemperatur
U_0	elektrische Spannung

Patentansprüche

1. Verfahren zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit a von Feststoffen, Fluiden und Schüttgütern, **dadurch gekennzeichnet**, dass einem als Wärmequelle dienenden in die Probe eingebetteten Draht oder Metallstreifen ein impulsförmiger Strom aufgebracht wird, der zur Abgabe eines Wärmeimpulses führt, die Zeit t_{\max} vom Auslösen des Wärmeimpulses bis zum Erfassen des Temperaturmaximums durch einen Temperaturfühler im Abstand r von der Wärmequelle oder die Zeitdifferenz Δt_{\max} zwischen dem Erfassen der Temperaturmaxima zweier Temperaturfühler mit verschiedenen Abständen r_1 und r_2 von der Wärmequelle gemessen wird und die Temperaturleitfähigkeit beim Einsatz eines Temperaturfühlers nach $a = r^2/4t_{\max}$ und beim Einsatz von zwei Temperaturführern nach $a = 1/4\Delta t_{\max} \cdot (r_2^2 - r_1^2)$ berechnet wird.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen