



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 102 06 045 B4 2006.12.14**

(12)

Patentschrift

(21) Aktenzeichen: **102 06 045.2**
 (22) Anmeldetag: **14.02.2002**
 (43) Offenlegungstag: **11.09.2003**
 (45) Veröffentlichungstag
 der Patenterteilung: **14.12.2006**

(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**

(72) Erfinder:

Hammerschmidt, Ulf, Dr., 38112 Braunschweig, DE

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

**DE 38 22 164 A1
 DE 25 13 342 A1
 US 63 31 075 B1
 US 49 33 887
 US 42 59 859**

**Patent Abstracts of Japan:
 JP 05-119 003 A;**

(54) Bezeichnung: **Quasistationäres Verfahren zur Messung der Wärmeleitfähigkeit**

(57) Hauptanspruch: Ein quasistationäres Verfahren zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit λ von Feststoffen, Fluiden und Schüttgütern, dadurch gekennzeichnet, dass bei bekannter konstanter Heizleistung eines eingebetteten Drahtes oder Metallstreifens das elektrische Differenzsignal $\Delta U = U_1(t) - U_2(t)$ zweier eingebetteter Temperatursensoren ($U_1(t) \propto T_1(t)$ und $U_2(t) \propto T_2(t)$), die im Abstand r_1 und r_2 vom Draht oder Metallstreifen angeordnet sind, gebildet wird, um daraus die Messgröße entsprechend der Gleichung

$$\lambda = \frac{\alpha U_0^2 I}{2\pi L \cdot \Delta U} \cdot \ln \frac{r_1}{r_2}$$

zu bestimmen.

Beschreibung

Anwendungsgebiet der Erfindung

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

Stand der Technik

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

[0002] Die Wärmeleitfähigkeit λ wird prinzipiell indirekt bestimmt aus dem Temperaturanstieg der Probe $\Delta T(x, y, z, t)$, den ein Wärmestrom bekannter Stärke Φ hervorruft. Man benötigt also generell eine Wärmequelle und eine Wärmesenke sowie ein oder mehrere Thermometer. Die Quelle erzeugt den Wärmestrom, der auf dem Weg zur Senke durch die Probe fließt. Dort messen Thermometer den Temperaturanstieg orts- oder zeitabhängig. Im ersten Fall spricht man von einer stationären, im zweiten von einer instationären oder transienten Messung. Den funktionalen Zusammenhang zwischen Φ und ΔT zur Ermittlung von λ liefert je nach Verfahrensklasse das erste oder zweite Fouriersche Gesetz.

[0003] Stationäre WLF-Messgeräte messen den Temperaturanstieg der Probe ortsabhängig an mindestens zwei Stellen. Hierbei muss im Stapel aus Hauptheizung (Quelle), Probe und Kühlplatte (Senke) thermisches Gleichgewicht herrschen. Diese Randbedingung wird mit Hilfe diverser Schutzheizungen vorher eingestellt und aufrecht erhalten. Alle fünf Geräte-Komponenten (Hauptheizung, Probe, Kühlplatte, Schutzheizungen, Thermometer) müssen präzise Bauformen aufweisen und exakt aufeinander abgestimmte Temperaturen zeigen, um die Vorgaben des mathematischen Modells zu erfüllen. Stationäre Geräte benötigen einen hohen technischen Aufwand, was sie ausgesprochen teuer in der Anschaffung macht. Auch im Betrieb verursachen sie hohe Kosten wegen ihres großen Bedienungsaufwandes über stundenlange Einstellzeiten. Sie benötigen ferner vergleichsweise große Proben, deren Temperierung entsprechend aufwändig ist.

[0004] Transiente WLF-Messgeräte messen den Temperaturanstieg der Probe zeitabhängig zumeist an einem Ort. Als Quelle wirkt ein Joulescher Heizer, der in der Mitte der Probe eingebettet ist und dort gleichzeitig als (Widerstands-)Thermometer dient. Die Senke wird von der Probe verkörpert. Somit sind hier nur zwei statt der fünf Komponenten bei stationären Geräten erforderlich. Als Heizer-Thermometer dient ein langer dünner Draht (vergl. Transient-Hot-Wire-/THW-Verfahren) oder Metallstreifen (vergl. Transient-Strip-/THS-Verfahren). Aufgeheizt mit einem stufenförmigen elektrischen Strom der Stärke I erfährt dieser aktive Sensor eine zeitliche Temperaturzunahme $\Delta T(t) = T(t) - T_0$ gegenüber der homogenen Anfangstemperatur T_0 . Die beschriebene Temperaturänderung wird als Anstieg der am Sensor abfallenden elektrischen Spannung $\Delta U(t) = U(t) - U_0$ gemessen. Trägt man das Signal $\Delta U(t)$ über einer logarithmischen Zeitachse, $\ln t$, auf, so lässt sich es sich in einem mittleren Intervall linearisieren. Die Steigung der Geraden ist dabei ein Maß für die Wärmeleitfähigkeit. Transiente Verfahren zeichnen sich durch einen geringen technischen Aufwand und kurze Messzeiten aus. Nachteilig auf die Messunsicherheit wirken sich indes die inneren und äußeren Randbedingungen des Verfahrens aus: Das System verliert stetig einen Teil der vorgegebenen Jouleschen Wärme, die, am inneren Rand des Systems, zur Eigenerwärmung des Heizers benötigt wird und am äußeren Rand, d. h. der Oberfläche der Probe, an die Umgebung abfließt.

Aufgabenstellung

[0005] Ziel der Erfindung ist die Entwicklung eines Verfahrens zur schnellen, genauen, zuverlässigen und wirtschaftlichen Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit.

Lösung der Aufgabe

[0006] Die erfindungsgemäße Aufgabe wird durch ein Verfahren entsprechend dem Oberbegriff des Patentspruchs gelöst, dass weder rein stationär noch rein transient, also quasistationär abläuft. Als Heizer kommt ein Draht oder ein Metallstreifen entsprechend den bekannten THW- bzw. THS-Verfahren zum Einsatz. Der zeitliche Temperaturanstieg der Probe auf eine bekannte stufenförmige Änderung des Heizstroms I wird an mindestens zwei geeignet angeordneten Messstellen $T_1(\vec{r}_1, t)$ und $T_2(\vec{r}_2, t)$ in Form der beiden elektrischen Signale $\Delta U_1(t)$ und $\Delta U_2(t)$ simultan aufgezeichnet. Wie bei stationären Verfahren üblich, wird das Differenzsignal $\Delta T = T_1 - T_2$ entsprechend $\Delta U = U_1 - U_2$ gebildet. Es ist nach einer Einschwingphase praktisch zeitunabhängig, auch bei einer rein zeitlichen Änderung der äußeren Randbedingungen. Seine (konstante) Amplitude

ist bei bekannter Geometrie der Thermometer und des eingebetteten Jouleschen Heizers sowie bekannter Heizleistung gleich der gesuchten Wärmeleitfähigkeit.

[0007] Das zeit- und ortsabhängige Temperaturfeld des Heizers erhält man entsprechend seiner Gestalt als Draht („D“) oder Streifen („S“) für dimensionslose Zeiten $\tau = r/\sqrt{4at} \gg 1$ in sehr guter Näherung zu:

$$T^D(r,t) - T_0^D = \frac{\Phi}{4\pi L \lambda} \ln\left(\frac{4at}{Cr^2}\right) \pm T_R^D(t) \quad T^S(r \gg D, t) - T_0^S = \frac{\Phi}{4\pi L \lambda} \ln\left(\frac{45at}{r^2}\right) \pm T_R^S(t)$$

[0008] Das Differenzsignal $\Delta U = U_1(r_1, t) - U_2(r_2, t)$ (für zwei Thermometer im Abstand r_1 bzw. r_2 vom Heizer) lautet in beiden Fällen:

$$\Delta U = \frac{\alpha U_0^2 I}{2\pi L \lambda} \ln \frac{r_1}{r_2}$$

[0009] Hierin sind:

a	Temperaturleitfähigkeit
C	$\exp(\gamma)$, $\gamma = 0,5337 \dots$: Eulersche Zahl
I	elektrische Stromstärke
L	Länge des Heizers
R	elektrischer Widerstand
r	Ortskoordinate
D	Breite des Streifens
t	Zeit
T_0	homogene Anfangstemperatur
$T_R(t)$	zeitlich-veränderliche Temperatur aufgrund der äußeren Randbedingungen
U_0	Spannungsabfall am Draht oder Streifen zum Zeitpunkt $t = 0$
ΔU	Spannungsdifferenz
Φ	Wärmestrom $\Phi = U_0 I$
α	Temperaturkoeffizient des elektrischen Widerstands
τ	dimensionslose Zeit

[0010] Das Differenzsignal wird entweder analog mit einem Differenzverstärker oder, besser, digital von einem angeschlossenen Rechner gebildet, der auch die beiden Datensätze $[U_1(t)]$ und $[U_2(t)]$ simultan erfasst.

[0011] Nach der Einschwingphase, die bis $\tau \gg 1$ andauert, ist das Differenzsignal $\Delta U(t)$ insbesondere zeitinvariant und unabhängig von rein zeitlichen Änderungen der äußeren Randbedingungen. Es ist ein direktes Maß für die Wärmeleitfähigkeit. Die Skala des Instruments kann in Einheiten der Wärmeleitfähigkeit $W(m K)^{-1}$ kalibriert werden, so dass der Messwert (nach der Einschwingzeit) direkt angezeigt wird:

$$\lambda = \frac{\alpha U_0^2 I}{2\pi L \cdot \Delta U} \cdot \ln \frac{r_1}{r_2}$$

Ausführungsbeispiel

[0012] Offensichtlich bieten sich drei Minimal-Ausführungen zur Realisierung der Heizer-Thermometer-Kombination an:

1. ein Heizer-Thermometer (aktiver Sensor) und ein Thermometer (passiver Sensor)
2. ein Heizer und zwei Thermometer (passiver Sensor)
3. zwei Heizer-Thermometer (aktive Sensoren)

[0013] Aktive Sensoren sind Metalldrähte oder -streifen, die gleichzeitig als Joulesche Wärmequelle und Widerstandsthermometer wirken. Passive Sensoren wirken nur als Thermometer. Sie können beispielsweise Platin-Drähte, Widerstandsthermometer, Thermolemente oder Heißeiter sein. Zwei Metallstreifen von gleicher Länge L, aber verschiedenen Breiten D_1 und D_2 , können auch als aktive Sensoren eingesetzt werden, wenn sie denselben elektrischen Widerstand $R = \rho L/(v \cdot D)$ haben. Das lässt sich entweder durch entsprechend angepasste Dicken v erreichen oder durch sogenannte „Heizfolien“. Letztere bestehen aus einer mäanderförmigen Struktur aus Metall, die zwischen zwei Isolierfolien eingeklebt ist. Die Metallmäander der beiden Streifen sind so ausgebildet, dass sie bei gleicher äußerer Breite eine entsprechend angepasste Leiterbahnbreite ha-

ben.

Patentansprüche

1. Ein quasistationäres Verfahren zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit λ von Feststoffen, Fluiden und Schüttgütern, **dadurch gekennzeichnet**, dass bei bekannter konstanter Heizleistung eines eingebetteten Drahtes oder Metallstreifens das elektrische Differenzsignal $\Delta U = U_1(t) - U_2(t)$ zweier eingebetteter Temperatursensoren ($U_1(t) \propto T_1(t)$ und $U_2(t) \propto T_2(t)$), die im Abstand r_1 und r_2 vom Draht oder Metallstreifen angeordnet sind, gebildet wird, um daraus die Messgröße entsprechend der Gleichung

$$\lambda = \frac{\alpha U_0^2 I}{2\pi L \cdot \Delta U} \cdot \ln \frac{r_1}{r_2}$$

zu bestimmen.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen