
TK04 - Fragmente und Pulver

Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit mit 2-Phasen-Messungen



Stand: 2. Nov. 2010 - © 2010 TeKa Berlin, Germany

Prinzip

Um die Wärmeleitfähigkeit von Fragmenten (k_F) eines Materials (bzw. von Pulver) zu ermitteln, werden diese mit Wasser gemischt und die Wärmeleitfähigkeit der Mischung (k_M) mit einer Halbraum-Messung bestimmt. Aus der gemessenen Wärmeleitfähigkeit der Mischung, der bekannten Wärmeleitfähigkeit von Wasser (k_W) und dem Volumenanteil v an Wasser in der Probe wird dann die Wärmeleitfähigkeit der Fragmente berechnet.

$$k_M = (k_W)^v * (k_F)^{(1-v)}$$

Das Ergebnis entspricht der Wärmeleitfähigkeit, die ein nicht-poröser Festkörper aus dem Fragment-Material hätte (sog. Matrix-Wärmeleitfähigkeit). Das Verfahren ist gültig, wenn die Wärmeleitfähigkeit der Fragmente kleiner ist als das 15fache der Wärmeleitfähigkeit von Wasser:

$$k_F < 15 * k_W$$

Die Wärmeleitfähigkeit des Probenmaterials darf daher ca. $7.5 \text{ W m}^{-1}\text{K}^{-1}$ nicht überschreiten. Anderenfalls ist ein anderes geeignetes Fluid zu wählen.

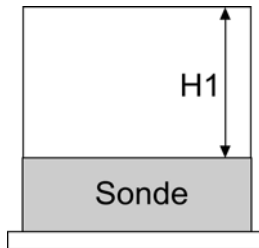
Praktische Durchführung

Für die Durchführung von 2-Phasen-Messungen ist ein zylindrischer Spezialbehälter verfügbar, dessen Innen-Durchmesser genau auf den Durchmesser der Standard-HLQ-Halbraumsonde abgestimmt ist. Wir empfehlen die Verwendung der als Zubehör erhältlichen Vorrichtung mit hydraulischer Handpumpe und Druckbegrenzer zum kontrollierten Anpressen von Halbraum-Sonden an die Probe.

Das Gesamtvolumen der Probe ergibt sich aus dem Durchmesser des Probenbehälters und der Füllhöhe. Das Volumen des in der Probe enthaltenen Wassers wird aus dem Wassergewicht mit Hilfe der als bekannt vorausgesetzten Dichte von Wasser bei Proben temperatur berechnet. Das Wassergewicht wird durch Wiegen der Probe vor und nach Wasserzugabe bestimmt. Zur korrekten Bestimmung des Wasseranteils muss das Material vor Durchführung der Messung getrocknet werden.

Schritt-für-Schritt-Anleitung

1. Sonde in den leeren Probenbehälter setzen und vorab Höhe H1 (Abstand Sondenoberkante zur Behälteroberkante) bestimmen (wird für die spätere Berechnung des Probenvolumens benötigt, s. Schritt 7).



2. Trockenes Probenmaterial in den Messbehälter füllen. Feuchtes Material muss vor Durchführung einer 2-Phasen-Messung getrocknet werden, da sonst die Bestimmung des Wassergehalts verfälscht wird. Darauf achten, dass sich auf der Probenoberfläche keine groben, scharfkantigen Bestandteile befinden, die die Sonde beschädigen könnten.

Tip: Der Behälter sollte möglichst hoch gefüllt werden, damit der relative Fehler bei der Volumenbestimmung und beim Wiegen gering bleibt. Die Sonde sollte jedoch nicht über den oberen Rand des Probenbehälters hinausragen, um ein Verkanten beim Anpressen zu vermeiden (d. h. maximale Füllhöhe ca. 3 cm unter dem Rand).

3. Behälter mit trockenem Probenmaterial wiegen (wird für die spätere Bestimmung des Wasseranteils benötigt).

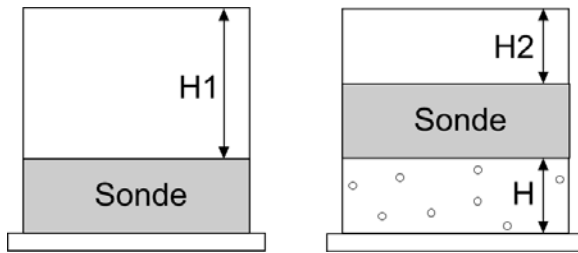
$G_{\text{trocken}} =$

4. Probe mit Wasser **vollständig** sättigen.

Tip: Das verwendete Wasser sollte entweder bereits einen Tag bei Labortemperatur gestanden haben, oder die Probe muß nach dem Einfüllen des Wassers mindestens über Nacht stehen, bis ein ausreichendes thermisches Gleichgewicht zur Durchführung von Messungen erreicht ist.

5. Sonde aufsetzen und in der Presse mit 5 - 10 bar langsam andrücken. **10 bar Anpressdruck (ca. 1.7 kN) nicht überschreiten.** Während dieses Vorganges entweicht Wasser aus dem Probengemisch (bevorzugt durch die seitlichen Schlitze der Halbraum-Sonde). Überschüssiges Wasser mit einem Lappen entfernen, um Verfälschungen beim späteren Wiegen zu vermeiden.
6. Wärmeleitfähigkeits-Messungen wie sonst bei Festmaterialien durchführen. Da bei feuchten Proben mit Konvektion des enthaltenen Wassers gerechnet werden muss, sollte die Heizleistung möglichst niedrig gewählt werden (Power Control ca. 1.5 bis 2.0). Für Informationen zur Wahl der Heizleistung und zu Power Control siehe die TK04-Bedienungsanleitung (Kapitel 3.3 *Executing a Measuring Series*). Das Ergebnis der Messung ist die Wärmeleitfähigkeit k_M der Mischung.

7. Behälter **mit der Sonde** aus der Presse entfernen, Höhe H2 (Abstand der Sondenoberkante zur Behälteroberkante) bestimmen und Probenhöhe H berechnen. Probenvolumen berechnen.



$H_1 =$ (s. Schritt 1)

$H_2 =$ Abstand der Sondenoberkante zur Behälteroberkante

Höhe der Probe: $H = H_1 - H_2$

Innen-Radius des Probenbehälters: $r = 4,4 \text{ cm}$

Probenvolumen: $V_p = \pi * r^2 * H$

8. Sonde vorsichtig entfernen, so daß kein Probenmaterial daran hängenbleibt, da dies die Gewichtsbestimmung verfälschen würde. Im Lieferumfang des Probenbehälters ist ein Griff enthalten, der an die Sondenoberfläche geschraubt werden kann und als Hilfe beim Herausziehen dient. Eventuell an der Sonde anhaftendes Material in den Behälter zurückgeben. Behälter mit gesättigtem Probenmaterial für die Wasseranteil-Bestimmung wiegen.

$G_{\text{gesättigt}} =$

9. Volumenanteil Wasser (v) in der Probe bestimmen:

$G_w = G_{\text{gesättigt}} - G_{\text{trocken}}$

Die Dichte ρ_w des Wassers bei Proben temperatur wird als bekannt vorausgesetzt. Das Gesamtvolumen V_p der Probe wurde in Schritt 7 bestimmt.

$v = G_w / \rho_w / V_p$

Tip: Die Proben temperatur kann aus der *dwl*-Datei der ersten Messung (Temperaturwert zum Zeitpunkt 0 vor Beginn der Heizphase) entnommen werden.

10. Wärmeleitfähigkeit k_F der festen Phase (Fragmente bzw. Pulver) berechnen

Die Wärmeleitfähigkeit k_w von Wasser bei Proben temperatur wird als bekannt vorausgesetzt, der Volumenanteil v von Wasser in der Probe wurde in Schritt 9 bestimmt.

$k_M = (k_w)^v * (k_F)^{(1-v)}$

$k_F = (k_M * (k_w)^{-v})^{1/(1-v)}$

k_F	Wärmeleitfähigkeit der Fragmente / Pulver	
k_W	Wärmeleitfähigkeit von Wasser bei Probertemperatur	
k_M	Wärmeleitfähigkeit der Mischung	
G_{trocken}	Trockengewicht der Probe (mit Behälter)	
$G_{\text{gesättigt}}$	Feuchtgewicht der Probe (mit Behälter)	
G_W	Gewicht des in der Probe enthaltenen Wassers	
H1	siehe Schritt 1	
H2	siehe Schritt 7	
H	= H1 - H2	Höhe der Probe
r	= 4,4 cm	Innen-Radius des Probenbehälters
V_P	= $\pi * r^2 * H$	Gesamtvolumen der Probe
ρ_W	Dichte von Wasser bei Probertemperatur	
v	= $G_W / \rho_W / V_P$	Volumenanteil Wasser in der Probe