

Ein einfaches Relativ-Verfahren zur Messung der Wärmeleitfähigkeit kleiner Metallproben*

Von W. FRITZ und K.-H. BODE

Mit 9 Textabbildungen

(Eingegangen am 23. September 1959)

1. Einleitung

In einer früheren Untersuchung [1] waren ein Absolutverfahren zur Messung der Wärmeleitfähigkeit von Metallen angegeben und gleichzeitig Werte der Wärmeleitfähigkeit λ für eine Reihe reiner und legierter Metalle ermittelt worden. Bei diesem Standardverfahren der Bundesanstalt werden als Probekörper Vollzylinder von 50 mm Durchmesser und 70 mm Länge verwendet. Probekörper dieser Abmessungen herzustellen, ist manchmal schwierig oder unmöglich; es war daher notwendig, ein Verfahren für sehr viel kleinere Proben zu entwickeln. Selbstverständlich muß dabei eine größere Meßunsicherheit in Kauf genommen werden.

Im folgenden wird ein besonders einfaches Relativ-Verfahren für kleine Proben mitgeteilt. Das Verfahren ist mit Hilfe der Standardmethode [1] erprobt worden¹. Es liefert bei Einhaltung bestimmter Versuchsbedingungen zuverlässige Werte der Wärmeleitfähigkeit kleiner Metallproben.

2. Versuchsverfahren

Werden zwei senkrecht übereinandergesetzte Kreiszyylinder von gleichem Querschnitt F in axialer Richtung von einem und demselben stationären Wärmestrom W_0 durchflossen, so gilt unter der Voraussetzung, daß ihre Stirnflächen isotherme Flächen sind und von den Zylindermantelflächen keine Wärme nach außen abgegeben wird (Abb. 1):

Oberer Zylinder (Index o):

$$\frac{W_0}{F} = \lambda_o \frac{\vartheta_1 - \vartheta_2}{s_o} = \lambda_o \frac{\Delta\vartheta_o}{s_o} \tag{1}$$

Unterer Zylinder (Index u):

$$\frac{W_0}{F} = \lambda_u \frac{\vartheta_3 - \vartheta_4}{s_u} = \lambda_u \frac{\Delta\vartheta_u}{s_u} \tag{2}$$

Die Wärmeleitfähigkeiten λ_o und λ_u sind hierbei als linear von der Temperatur abhängig angenommen und gelten für die Mitteltemperaturen $\frac{1}{2}(\vartheta_1 + \vartheta_2)$ bzw. $\frac{1}{2}(\vartheta_3 + \vartheta_4)$.

Die Temperaturdifferenzen in Achsrichtung längs der Meßstrecken s_o bzw. s_u sind gegeben durch $\Delta\vartheta_o = (\vartheta_1 - \vartheta_2)$ und $\Delta\vartheta_u = (\vartheta_3 - \vartheta_4)$. Nach Gleichsetzen von Gl. (1) und (2) folgt

$$\frac{\lambda_o}{\lambda_u} = \left(\frac{s_o}{s_u}\right) \frac{\Delta\vartheta_u}{\Delta\vartheta_o} \tag{3}$$

Sind speziell noch die Meßstrecken s_o und s_u einander gleich, so erhalten wir

$$\frac{\lambda_o}{\lambda_u} = \frac{\Delta\vartheta_u}{\Delta\vartheta_o} \tag{4}$$

* Mitteilung aus der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt.

¹ Für die tatkräftige Hilfe bei den Messungen haben wir der Physiklaborantin Frau A. SIEGMUND zu danken.

Rechenweise und Meßverfahren sind bekannt und in einer Reihe von Untersuchungen verwendet worden [2]. Wir können uns darum eine ausführliche Diskussion ersparen, da die praktische Anwendung von Gl. (3) oder (4) auf der Hand liegt: Ist die Wärmeleitfähigkeit einer der beiden Probekörper bekannt (z.B. λ_o), so erhält man die andere, unbekannt Wärmeleitfähigkeit (λ_u) mit Hilfe der meßbaren

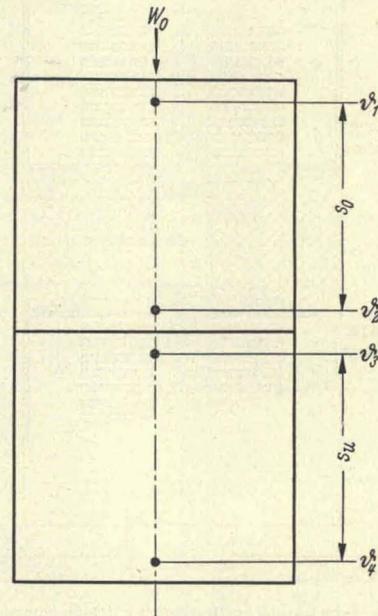


Abb. 1. Schema des relativen Meßverfahrens

Temperaturgradienten; eine Bestimmung des Wärmestromes W_0 erübrigt sich. Da aber bei jeder experimentellen Anordnung die idealen Randbedingungen, nämlich isotherme Stirnflächen und adiabate Mantelflächen, nur angenähert erfüllt werden können, ist eine kritische Fehlerdiskussion angebracht.

Bei der vorliegenden Untersuchung verfolgten wir vor allem das Ziel, das Meßverfahren möglichst einfach zu gestalten; deshalb haben wir bewußt jede Korrekturrechnung vermieden. Dies hat zur Folge, daß eine größere Meßunsicherheit in Kauf genommen werden muß, natürlich muß sie für praktische Zwecke noch tragbar sein. Es ist die Aufgabe der folgenden Abschnitte, den Betrag der erreichbaren und noch befriedigenden Meßunsicherheit von etwa $\pm 3\%$ experimentell zu begründen und die Bedingungen für die Einhaltung dieses Wertes festzulegen.

3. Versuchsanordnung (Abb. 2)

Probekörper

Die Probekörper o (oben) und u (unten) sind kreisrunde Zylinder von 20 mm Durchmesser und je 18 mm Höhe. Ihre Stirnflächen sind sehr sorgfältig plangeschliffen. Von der Güte dieser Planschliffe wird die Verlässlichkeit der Messung entscheidend beeinflusst,

da ein guter Wärmekontakt zwischen o und u sowie zwischen den Proben und der Heiz- und Kühlkammer gesichert sein muß. Zu diesem Zweck wird auf alle Kontaktflächen noch ein dünner Ölfilm aufgetragen. Das Temperaturgefälle in den Proben wird mit Hilfe von Thermoelementen gemessen. Diese sind in feine bis zur Zylinderachse reichende Bohrungen von 0,5 mm Durchmesser eingeführt. Der axiale Abstand der Bohrungen beträgt 15 mm (Temperaturmeßstellen ϑ bis ϑ_4).

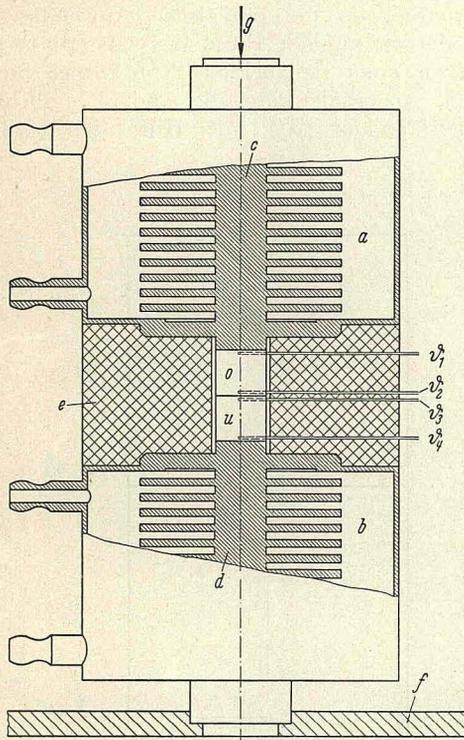


Abb. 2. Versuchseinrichtung. a Heizkammer, b Kühlkammer, c , d Messingstempel, e Wärmeschutzhülle aus Schaumstoff, f Stahlplatte, g Druckvorrichtung, o oberer Probekörper, u unterer Probekörper

In mäßigen Grenzen können Durchmesser und Höhe der Probekörper von den Normalmaßen abweichen.

Heizkammer

Die übereinandergesetzten Proben o und u werden an ihren freien Stirnflächen mit einer Heiz- bzw. Kühlvorrichtung in Kontakt gebracht. Im stationären Temperaturzustand fließt dann von der Heizkammer a ein Wärmestrom durch o und u zur Kühlkammer b ab.

Die Heizkammer a enthält einen aus einem einzigen Stück Messing gedrehten Stempel c , dessen Rippen-system von einem kräftigen Wasserstrom umspült wird. Nach unten endet der Stempel c in einem zylindrischen Ansatz, der denselben Durchmesser wie der Probekörper hat. Die plangeschliffene Stirnfläche des Ansatzstückes wird auf den Probekörper o aufgesetzt.

Kühlkammer

Die unten angeordnete Kühlkammer b , auf deren oberem Stempelansatz die Probe u aufgesetzt wird, ist genauso wie die Heizkammer a aufgebaut. Beide Kammern werden von elektronisch geregelten Thermostaten gespeist, deren Badtemperaturen (20 bis 100 °C) willkürlich einstellbar sind.

Zusammenbau

Die untere Kammer b ruht auf einer Stahlplatte f , die ihrerseits auf drei Säulen eine schraubstockartige Druckvorrichtung trägt, mit deren Hilfe bei g der Stempel c , die Proben o und u , sowie der Stempel d zusammengedrückt werden. Der aufgewandte Druck richtet sich nach dem Versuchsmaterial und wird so dosiert, daß die Probekörper nicht verformt werden.

Schutzkörper

Um einen Wärmeaustausch der Mantelflächen der Probezylinder mit der Umgebung zu verhindern, wird in den freien Raum zwischen den Kammern a und b ein zweiteiliger Schaumstoffkörper e eingeschoben. Er hat guten Kontakt mit a und b und umhüllt die Proben ringsherum. Die Spaltbreite zwischen den Proben und dem Schutzkörper e beträgt etwa 1,5 mm. Der Innenmantel dieses Schutzkörpers ist mit einer dünnen Aluminiumfolie beklebt, um Strahlungseinflüsse abzuschwächen.

Auf den Schutz kann nicht verzichtet werden, da sonst die als homogen vorausgesetzten Temperaturfelder in den Proben so sehr verzerrt werden können, daß die einfache Gl. (4) nicht mehr gültig ist. — Daß solche Feldverzerrungen in endlich langen Zylindern nachhaltigen Einfluß haben, konnte in [1] gezeigt werden.

Temperaturmessung

Die Temperaturen in der Achse der Probekörper werden an den Meßstellen ϑ_1 bis ϑ_4 mit Kupfer-Konstantan-Thermoelementen von 0,2 mm Drahtstärke gemessen. Die Lötstellen sind von einem kurzen Metallrohr umhüllt, das gut in die Bohrungen von 0,5 mm \varnothing der Probekörper eingepaßt ist. Auf diese auch bei den früheren Versuchen bewährte Weise werden die Thermolemente in den Bohrungen einwandfrei justiert.

Die Thermospannungen werden mit einem Diesselhorst-Kompensationsapparat gemessen. — Die Thermolemente werden häufig untereinander ausgetauscht und von Zeit zu Zeit mit zuvor geeichten Normalthermometern kalibriert. — Als kleinster Wert für die Temperaturdifferenz in den Probekörpern wurde im allgemeinen $\Delta\vartheta = 5$ grad eingehalten, um die Fehlerinflüsse der Temperaturbestimmung klein zu halten. Bei gelegentlichen Unterschreitungen bis zu $\Delta\vartheta = 3$ grad war aber keine Genauigkeitseinbuße festzustellen.

4. Standardproben

Aus einer Reihe von Metallen und Legierungen mit Wärmeleitfähigkeiten von 10 bis 200 kcal/m h grad wählten wir fünf Proben aus und fertigten jeweils aus demselben Rohstück Probekörper für die Standardapparatur (50 mm Durchmesser; 70 mm Höhe) und je 2 Proben für die Relativapparatur (20 mm Durchmesser; 18 mm Höhe) an. Messungen mit der Standardapparatur lieferten uns die Wärmeleitfähigkeiten der Proben zwischen 20 und 100 °C mit einer Genauigkeit von 1%. Auf diese Weise verfügten wir nunmehr über 2 Sätze (I und II) von je 5 Standardproben bekannter Wärmeleitfähigkeit mit den verringerten Abmessungen 20 mm Durchmesser und 18 mm Höhe.

In der Tabelle sind diese Standardproben und ihre Wärmeleitfähigkeit aufgeführt.

Tabelle. Wärmeleitfähigkeit der Standardproben bei 20 und 90°C

Standardproben	Wärmeleitfähigkeit kcal/m h grad	
	20 °C	90 °C
Remanit	12,2	13,55
Stahl St 42.11	40,8	40,9
Rein-Nickel	71,5	67,0
Messing	93,2	101,8
Handels-Aluminium	163,6	171,6

Es ist beabsichtigt, im Laufe der Zeit die Zahl der Standardproben zu erhöhen.

5. Versuche

Mit den in Abschnitt 4 beschriebenen Standardproben wurden in der Relativapparatur nun Kontrollversuche derart durchgeführt, daß je 2 Probekörper verschiedener Metalle aus den Sätzen I und II miteinander verglichen wurden.

Die zwei Probekörper müssen sehr gewissenhaft eingebaut und mit Hilfe von Ölkontaktschichten und der Druckschraube aneinander gesprengt werden. Ebenso umsichtig ist der Einbau der Thermoelementröhrchen vorzunehmen. Beim Versuch werden die beiden Thermostaten auf verschiedene Temperaturen beheizt (der obere Thermostat hat immer die höhere Temperatur) und die Temperaturen $\vartheta_1, \vartheta_2, \vartheta_3$ und ϑ_4 (vgl. Abb. 1) nach Erreichen des stationären Zustandes gemessen. Mit jeder Metallkombination wurden meist 4 bis 5 Einzelversuche bei verschiedenen Temperaturdifferenzen durchgeführt. Aus den gemessenen Temperaturen werden die Mitteltemperaturen des oberen Probekörpers $\frac{1}{2}(\vartheta_1 + \vartheta_2)$ und der unteren Probe $\frac{1}{2}(\vartheta_3 + \vartheta_4)$ bestimmt. Die Wärmeleitfähigkeiten der Proben für diese mittleren Temperaturen werden den bekannten, mit Hilfe des Standardverfahrens gewonnenen Kurven (vgl. Tabelle) entnommen. Diese Werte und die gemessenen Temperaturdifferenzen $\Delta\vartheta_o = (\vartheta_1 - \vartheta_2)$ und $\Delta\vartheta_u = (\vartheta_3 - \vartheta_4)$ bilden die Grundlage der Auswertung.

6. Auswertung

6.1. Durch Umformen von Gl. (4) erhält man einen Quotienten

$$\Phi = \left(\frac{\lambda_u}{\lambda_o}\right) \cdot \frac{\Delta\vartheta_u}{\Delta\vartheta_o} \quad (5)$$

Eine Korrektur für das Nichteinhalten der Bedingung $s_o = s_u$ [Gl. (3)] war nur in einem Fall nötig, wo (s_u/s_o) um 1% vom vorgesehenen Betrag 1,00 abwich. Der Quotient Φ müßte, wenn das Meßverfahren und die Apparatur vollkommen wären, in allen Fällen den Wert 1 ergeben. Der wirkliche Wert Φ , der nach Gl. (5) aus den Messungen gewonnen wird, liefert dann unmittelbar ein Maß für die Abweichung des Meßverfahrens und der Auswertung vom idealen Verhalten.

Im Beispiel der Abb. 3 sind die beiden Nickelproben aus den Standardsätzen I und II in mehreren Versuchsreihen miteinander verglichen worden. Die Versuchswerte Φ , aufgetragen über der Temperaturdifferenz $\Delta\vartheta_o$ (in diesem Fall ist $\Delta\vartheta_o$ praktisch gleich $\Delta\vartheta_u$), streuen in einem Bereich von weniger als $\pm 1,5\%$ um den theoretischen Wert $\Phi = 1,00$. Als zweites

Beispiel ist in Abb. 4 nach derselben Methode der Auswertung der Vergleich einer Messingprobe des Satzes I mit vier anderen Proben verschiedener Metalle, und zwar Nickel, Aluminium, Messing Satz II und Stahl St 42.11 durchgeführt, wiederum in mehreren Versuchsreihen, wobei Φ über der Temperaturdifferenz der Messingprobe aufgetragen ist. Hier bleibt die Streuung der Φ -Werte in den befriedigenden Grenzen von etwa $\pm 2,5\%$.

6.2. Eine Übersicht über das Ergebnis aller durchgeführten Versuchsreihen wird in den Abb. 5–9

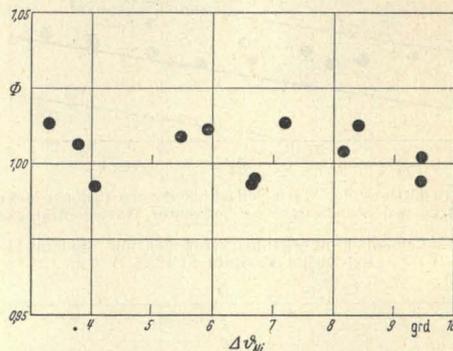


Abb. 3. Vergleich zweier Nickelproben I und II

gegeben. Hier haben wir die Darstellung so gewählt, wie sie bei der praktischen Ermittlung der unbekanntenen Wärmeleitfähigkeit λ_u einer Metallprobe durch Vergleich mit einer Standardmetallprobe bekannter

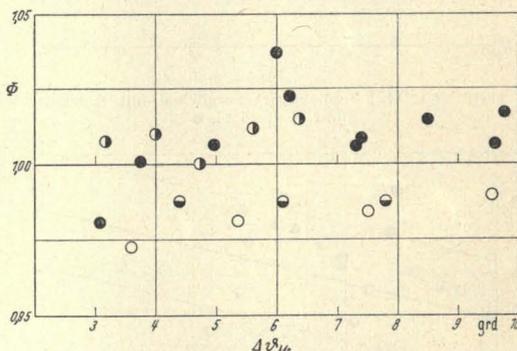


Abb. 4. Vergleich einer Messingprobe I mit Standardproben von Nickel \circ , Aluminium \bullet , Messing II \bullet und Stahl St 42.11 \ominus

Wärmeleitfähigkeit λ_o gehandhabt wird. Dafür ist Gl. (4) nur in einfacher Weise umzuformen.

$$\lambda_u = \lambda_o \frac{\Delta\vartheta_o}{\Delta\vartheta_u} \quad (6)$$

Die bekannte wahre Wärmeleitfähigkeit der Standardprobe λ_o in Abhängigkeit von der mittleren Prüftemperatur $\frac{1}{2}(\vartheta_1 + \vartheta_2)$ ist durch die jeweils eingetragene Gerade wiedergegeben (vgl. Tabelle). Die in den Abbildungen eingetragenen Punkte geben die Meßwerte aus den verschiedenen Versuchsreihen für die als unbekannt angesehenen (in Wirklichkeit hier bekannte) Metallprobe wieder. Zur Beurteilung der Streubreite sind die 1%, 2% oder 3%-Grenzen längs des Verlaufs der wahren Wärmeleitfähigkeit eingetragen. Die untersuchten Metallkombinationen sind bei den Abbildungen vermerkt. Volle Kreise weisen auf den Vergleich mit denselben Materialien hin.

7. Diskussion der Meßergebnisse und des Meßverfahrens

Die in Abb. 5—9 aufgezeichneten Versuchsergebnisse erlauben eine umfassende und abschließende Kontrolle, Kritik und Diskussion des Meßverfahrens.

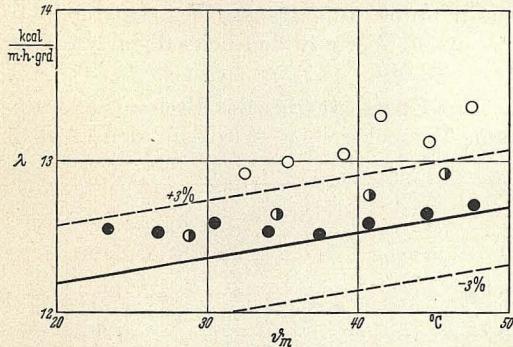


Abb. 5—9. Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit verschiedener Metallproben mit Hilfe von Standardproben bekannter Wärmeleitfähigkeit

Abb. 5. Remanit I (unbekannt) verglichen mit Remanit II ●, Reinickel ○, Stahl St 42.11 ○

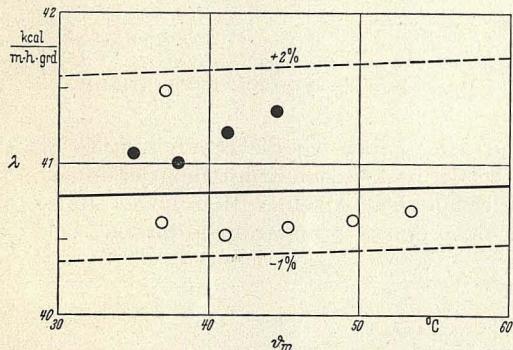


Abb. 6. Stahl St 42.11 I (unbekannt) verglichen mit Remanit ○ und Stahl St 42.11 II ●

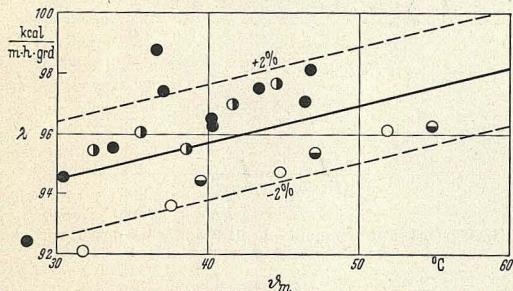


Abb. 8. Messing I (unbekannt) verglichen mit Stahl St 42.11 ○, Reinickel ○, Messing II ●, Aluminium ○

Die Anwendbarkeit der Methode und des Meßgerätes wird durch diese Ergebnisse hinreichend bewiesen. Die Wärmeleitfähigkeit kleiner Metallproben kann mit einer Meßunsicherheit von weniger als $\pm 3\%$ ermittelt werden. Für das Einhalten dieser vielfach für die Praxis ausreichenden Meßunsicherheit gelten folgende Bedingungen: Kleinere Temperaturdifferenzen als 3 grad dürfen in keinem Falle angewendet werden, da sonst die zweifellos vorhandenen Wärmeverluste stärker in Erscheinung treten. Die Streuung der Versuchswerte wird am geringsten, wenn die Standardprobe und die zu prüfende Metallprobe einigermaßen

gleiche Wärmeleitfähigkeit haben. Zur praktischen Durchführung wird daher zweckmäßig so vorgegangen, daß die zu prüfende Metallprobe stets mit 2 Standardproben verglichen wird, von denen die eine eine geringere und die andere eine größere Wärmeleitfähigkeit hat als die unbekannte Metallprobe. Das Mittel aus beiden Messungen ist dann mit einer Unsicherheit von weniger als $\pm 3\%$ behaftet.

Zusammenfassung

Es werden Aufbau und Meßweise einer Apparatur zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit kleiner Metallproben von 20 mm Durchmesser und 18 mm Höhe mitgeteilt. (Relativ-Verfahren) — Mit einer Reihe von Metallen, deren Wärmeleitfähigkeiten zuvor in der Standardapparatur [1] der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt gemessen worden waren, wurden Meßreihen durchgeführt, um das Verfahren zu erproben und die Meßunsicherheit zu bestimmen. Werden gewisse Vorsichtsmaßnahmen beachtet, so ist der absolute Fehler der Wärmeleitfähigkeitsbestimmung kleiner als $\pm 3\%$.

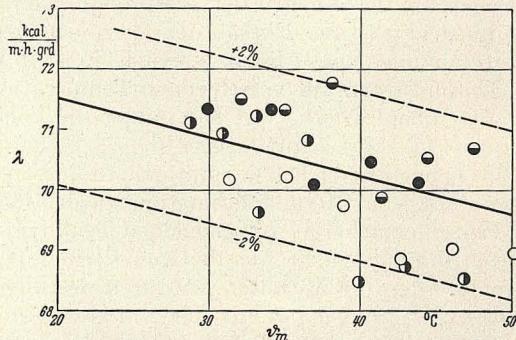


Abb. 7. Reinickel I (unbekannt) verglichen mit Stahl St 42.11 ○, Reinickel ●, Messing ○ und Aluminium ○

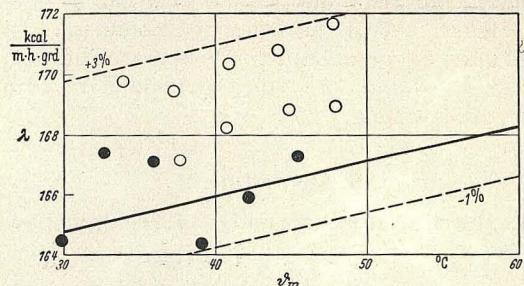


Abb. 9. Aluminium I (unbekannt) wird verglichen mit Messing ○ und Aluminium I ●

Literatur: [1] BODE, K.-H., u. W. FRITZ: Z. angew. Phys. 10, 470 (1958). Druckfehlerberichtigung: In Tabelle 3 beträgt die Wärmeleitfähigkeit des reinen Aluminiums (99,99; lfd. Nr. 1) bei 80 °C 202 kcal/m · h · grad (nicht 200). — [2] CHRISTIANSEN, C.: Wied. Ann. 14, 23 (1881). — BERGET, A.: J. de Phys. 7, 2 (1888). — DUSEN, M. S. VAN, and S. M. SHELTON: Bur. Stand. J. Res. 12, 429 (1934). — POWELL, R. W.: Proc. Phys. Soc. Lond. 48, 381 (1936). — POWELL, R. W., and M. I. HICKMAN: Iron and Steel Inst. Special Report Nr. 24 (1939). — Siehe auch KOHLRAUSCH, F.: Praktische Physik, 20. Aufl. 1955, Abschnitt 4.6421.

Prof. Dr. WALTER FRITZ,
und Dipl.-Phys. KARL-HEINZ BODE,
Braunschweig, Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Prof.Dr.-Ing.W.Fritz
**Physikalisch-Technische
Bundesanstalt**
Abteilung III

206 Braunschweig, 23.8.1960
Bundesallee 100

Fernruf 20521 · Fernschreiber PTB Bswg 952822
Telegrammadresse Bundesphysik Braunschweig
Fracht- und Expressgutsendungen: Watenbüttel

Gesch.-Nr.

Professor
Dr.H.Tracy Hall
Brigham Young University

Air Mail

Provo, Utah

Betreff:

Dear professor Hall:

Enclosed you will receive a copy of our article

"A Simple Method for Measuring Relatively
the Thermal Conductivity of Small Metal
Samples"

Z.angew.Phys. 12, 121-24 (1960)

I hope that the copy will be useful to you.

Very truly yours

1 encl.

W. Fritz