

Mikael Mäki-Latvala

LÄMMÖNJOHTAVUUDEN MITTAUSMENETEL- MÄT

Kandidaatintyö
Tekniikan ja luonnontieteiden tiedekunta
Tarkastaja: Seppo Syrjälä
Helmikuu 2023

TIIVISTELMÄ

Mikael Mäki-Latvala: Lämmönjohtavuuden mittausmenetelmät

Measurement methods of thermal conductivity

Kandidaatintyö

Tampereen yliopisto

Tekniikan ja luonnontieteiden TkK-tutkinto-ohjelma, ympäristö- ja energiatekniikka

Helmikuu 2023

Tutkimuksessa tarkastellaan erilaisia lämmönjohtavuuden mittausmenetelmiä ja mittalaitteita. Tutkimuksen tarkoituksena on selvittää, mitä eroja on eri lämmönjohtavuuden mittalaitteilla ja millaisiin mittauksiin ne parhaiten soveltuvat. Eroja etsitään muiden muassa siitä, minkä välin lämmönjohtavuuksia mittalaitteilla voidaan havainnoida, millä lämpötilavälillä laitteella voidaan tehdä ja mitä materiaaleja laitteella voidaan tutkia. Lisäksi tarkastellaan mittalaitteilla tehtyjen mittausten virhemarginaaleja.

Mittalaitteet voidaan jakaa stationääreihin eli ajasta riippumattomiin ja transientteihin eli ajasta riippuviin mittausmenetelmiin. Stationääreillä menetelmillä tehtävät mittaukset ovat pitkäkestoisia, mutta niillä saadaan mitattua suoraan lämmönjohtavuus. Mittaustulokset näillä menetelmillä ovat myös tarkkoja. Stationäärejä menetelmiä käytetään enimmäkseen hyvien lämmöneristeiden lämmönjohtavuuden mittaamiseen. Transienteilla menetelmillä taas saadaan mitattua aineiden termisen diffusiviteetti, joka kertoo, kuinka nopeasti lämpö siirtyy kappaleessa. Termisen diffusiviteetin avulla voidaan aineelle laskea lämmönjohtavuus. Transientteja mittausmenetelmiä käytetään yleisesti muiden kuin eristeiden lämmönjohtavuuden mittaamiseen.

Työssä selvitettiin kahden stationäärin ja kolmen transientin mittalaitteen toimintaperiaatteita. Stationäärit menetelmät ovat Guarded Hot Plate ja Coaxial Cylinder Method. Transientit menetelmät taas ovat Transient Hot Wire, Transient Plane Source ja Laser Flash Instrument, johon perehdytään muita laitteita tarkemmin. Laser Flash Instrument on laitteista selvästi monipuolisin. Sen etuna muihin laitteisiin on se, etteivät mittalaitteet ole kosketuksessa itse näytteeseen, vaan näytettä ammutaan laserpulssilla, joka kuumentaa kappaleen. Kappaleen lämpötilan muutosta mitataan myös kammion, jossa näytekappale on, ulkopuolelta. Tämä mahdollistaa muista mittaustavoista poiketen mittaukset hyvin korkeissa lämpötiloissa. Laser Flash Instrument on kaikkein käytetyin lämmönjohtavuuden mittausmenetelmä, sillä sitä voidaan käyttää lähes kaikkiin mittauksiin. Ainoastaan hyvien lämmöneristeiden mittaukseen on Guarded Hot Plate parempi vaihtoehto.

SISÄLLYSLUETTELO

1. JOHDANTO	1
2. LÄMMÖNJOHTAVUUDEN MÄÄRITELMÄ.....	2
2.1 Lämmönjohtavuuteen vaikuttavat tekijät.....	2
2.2 Fourierin lämmönjohtavuuslain määritelmä	3
3. LÄMMÖNJOHTAVUUDEN MITTAUSMENETEMÄT	5
3.1 Stationäärit menetelmät	5
3.2 Transientit menetelmät.....	5
4. MITTALAITTEISTOT.....	7
4.1 Guarded Hot Plate (GHP)	Error! Bookmark not defined.
4.2 Coaxial Cylinder Technique (CCT).....	10
4.3 Transient Hot Wire (THW).....	11
4.4 Transient Plane Source (TPS)	12
5. LASER FLASH METHOD	15
5.1 Teoria.....	15
5.2 Laitteisto	16
5.3 Virhemarginaalit	17
6. JOHTOPÄÄTÖKSET	18
LÄHTEET	21

1. JOHDANTO

Lämmönjohtavuus on yksi kolmesta tavasta siirtää lämpöä lämpimän ja kylmän pisteen välillä säteilyn ja konvektion lisäksi. Lämmönjohtavuus on ominaisuus, joka jokaiselta materiaalilta löytyy. Aineiden lämmönjohtavuutta voidaan mitata erilaisin menetelmin ja mittauksia varten on kehitetty paljon mittalaitteita. Laitteet jaotellaan yleisesti ajasta riippuviin ja ajasta riippumattomiin mittaussmenetelmiin. Osa laitteista kykenee mittamaan lämmönjohtavuuksia vain tietyllä mittausalueella tai niillä voidaan mitata esimerkiksi lähinnä eristemateriaaleja. Laser Flash Instrument -laitteistolla, johon työssä syvennytään tarkemmin, voidaan tehdä mittauksia todella laajalla lämpötila- ja lämmönjohtavuusvälillä eri olomuodoissa olevista näytekapaleista.

Tässä työssä tutkitaan erilaisia lämmönjohtavuuden mittaussmenetelmiä. Tutkimuksessa halutaan selvittää, millaisiin mittauksiin erilaiset mittaussmenetelmät soveltuvat. Laitteistojen välisiä eroja etsitään muiden muassa siitä, missä eri olomuodoissa olevia materiaaleja voidaan mitata, ovatko laitteistot tarkoitettu lämmönjohteiden vai -eristeiden mittauksiin ja missä lämpötilassa mittaukset voidaan eri mittalaitteilla suorittaa. Tavoitteena on löytää mittalaitteistoista hyviä ja huonoja puolia, sekä selvittää laitteistoilla tehtyjen mittausten virhemarginaaleja.

Työ koostuu kuudesta luvusta, joista johdannon jälkeen toisessa käydään läpi, mitä lämmönjohtavuudella tarkoitetaan, mitkä asiat aineiden rakenteessa vaikuttavat aineen lämmönjohtavuuteen ja miten yksiulotteiselle lämmönjohtavuudelle saadaan johdettua kaava. Kolmannessa luvussa kerrotaan, mitä eroa on transienteilla ja stationääreillä lämmönjohtavuuden mittaussmenetelmillä ja mihin käyttötarkoituksiin kumpaiseenkin ryhmään kuuluvia mittausslaitteistoja käytetään. Neljännessä luvussa perehdytään tarkemmin itse mittalaitteistoihin. Luvussa käydään kahden stationäärin ja kahden transientin mittaussmenetelmän toimintaperiaatteet läpi. Viidennessä luvussa perehdytään vielä tarkemmin transienttiin Laser Flash Instrument -laitteistoon. Kuudes luku koostuu työn johtopäätöksistä.

2. LÄMMÖNJOHTAVUUDEN MÄÄRITELMÄ

Lämmönjohtavuus on energian siirtymistä aineen energiapitoisemmista osista vähemmän energiapitoisiin osiin. Käytännössä tämä näkyy esimerkiksi siinä, kun metallitankoa lämmitetään toisesta päästä, siirtyy lämpö pikkuhiljaa myös tangon sisäisesti sen toiseen päähän. Lämmönjohtavuutta esiintyy aineen kaikissa olomuodoissa kiinteässä, nesteessä ja kaasussa. Nesteillä ja kaasuilla lämmönjohtavuus syntyy molekyylien satunnaisista törmäyksistä toisiinsa, kun taas kiinteillä aineilla molekyylien värinä ja vapaat elektronit kuljettavat energiaa. [1]

2.1 Lämmönjohtavuuteen vaikuttavat tekijät

Tyypillisesti metallit ovat parempia lämmönjohteita, kuin epämetallit. Metalleista lämmönjohtavuudeltaan parhaimmiston kuuluvat hopea ja kupari, joiden lämmönjohtavuuden arvot ovat hopealle $429 \left[\frac{W}{m \cdot K} \right]$ ja kuparille $401 \left[\frac{W}{m \cdot K} \right]$, $25 \text{ } ^\circ\text{C}$:ssa mitattuna. Epämetalleista poikkeuksen erinomaisella lämmönjohtavuudellaan tekee timantti, jonka lämmönjohtavuus on $2300 \left[\frac{W}{m \cdot K} \right]$. Timantin suuri lämmönjohtavuus johtuu sen kristallihilasta. Ilma on esimerkki hyvästä lämmöneristeestä. Sen lämmönjohtavuus on $0,026 \left[\frac{W}{m \cdot K} \right]$ [1].

Asioita, jotka vaikuttavat aineen lämmönjohtavuuteen ovat lämpötila, tiheys, kemiallinen koostumus, aineen raekoko ja huokoisuus, sekä lämpövirran suunta. Aineen lämmönjohtavuus kasvaa, mitä korkeammaksi lämpötila nousee, kunnes saavutetaan aineen lämmönjohtavuuden maksimiarvo, minkä jälkeen lämpötilan noustessa pysyy lämmönjohtavuus vakiona. Tiheyden muutokset mitattavassa aineessa heikentävät aineen lämmönjohtavuutta, kuten myös faasimuutokset aineessa. Raekoko vaikuttaa lämmönjohtavuuteen siten, että partikkelista toiseen siirtyessä lämpö siirtyy heikommin, kuin saman partikkelin sisällä, joten mitä pienempi on näytteen raekoko, sitä huonompi on sen lämmönjohtavuus. Kemiallinen koostumus vaikuttaa lämmönjohtavuuteen siten, että kemialliset epäpuhtaudet näytteessä

heikentävät aineen lämmönjohtavuutta. Puolestaan aineet, joilla on yksinkertainen kemiallinen koostumus ja molekyylirakenne, johtavat lämpöä paremmin kuin ne aineet, joilla on kompleksisempi koostumus. [2]

Kappaleen lämmönjohtavuuteen vaikuttaa se, onko materiaali isotrooppinen vai anisotrooppinen. Isotropia tarkoittaa, että lämpö johtuu materiaalissa samalla tavalla riippumatta siitä, mistä suunnasta lämpö kappaleeseen tulee. Anisotropia taas tarkoittaa sitä, että lämmönjohtavuudelle saadaan eri arvoja riippuen siitä, miltä puolelta kappaletta lämpöä materiaaliin tuodaan. Anisotrooppisia materiaaleja ovat esimerkiksi kristallit ja pyrolyyttiset materiaalit. Näiden materiaalien rakenne vaikuttaa siihen, ettei lämpö johdu kappaleessa tasaisesti. [2]

Jokaisella aineella on oma lämmönjohtavuutensa k , mikä kuvaa, kuinka nopeasti lämpö virtaa materiaalissa. Mitä korkeampi aineen lämmönjohtavuus on, sitä nopeammin aine vastaanottaa tai luovuttaa lämpöä. [1] Aineita, joilla on pieni lämmönjohtavuus, kutsutaan lämmöneristeiksi ja niitä, joilla on suuri lämmönjohtavuus lämmönjohteiksi. Yleisesti ottaen kaasujen lämmönjohtavuus on vähäisin, kiinteiden korkein ja nesteiden tältä väliltä. Poikkeuksina toimivat jotkin nestemäiset metallit, kuten elohopea, jolla on todella korkea lämmönjohtavuuskyky nestemäisessä muodossa. [1]

2.2 Fourierin lämmönjohtavuuslain määritelmä

Lämmön johtumista materiaalissa kuvaa Fourierin laki, jonka julkaisi Jean Baptiste Joseph Fourier vuonna 1822. Yksiulotteisessa tapauksessa Fourierin laki voidaan yleisesti esittää muodossa

$$Q = -kA \frac{dT}{dx}, \quad (2.1)$$

missä Q on lämpövirta, k on aineen lämmönjohtavuus, A on pinta-ala, jonka läpi lämpö johtuu ja dT/dx on lämpötilagradientti. Kun lämpö johtuu yksiulotteisen seinän läpi, kaava muuntuu muotoon

$$Q = kA \frac{(T_{si} - T_{so})}{L}, \quad (2.2)$$

jossa T_{si} on lämpötila seinän siltä puolelta, johon lämpöä johdetaan, T_{so} on lämpötila seinän toiselta puolelta, L on puolestaan seinän paksuus ja A on seinien pinta-ala. Kaavaa (2.2)

voidaan käyttää lämmönjohtavuuden määrittämiseen tilanteessa, jossa mittaus on ajasta riippumaton, seinän lämmönjohtavuus k on vakio ja johtuminen kappaleessa on yksiulotteista. [1,3]

Yleistettäessä kaavaa (2.2) niin, että selvitetään lämmönjohtavuutta infinitesimaalisen pituuden yli kappaleessa, muuntuu kaava muotoon

$$Q = -kA \frac{T(x+dx) - T(x)}{dx}, \quad (2.4)$$

Kun $T(x+dx) - T(x) = dT$, yllä olevasta kaavasta saadaan kaava (2.1).

3. LÄMMÖNJOHTAVUUDEN MITTAUSMENETELMÄT

Lämmönjohtavuuden mittausmenetelmät jaotellaan stationääreihin eli ajasta riippumattomiin ja transientteihin eli ajasta riippuviin menetelmiin. Stationääreillä mittausmenetelmillä saadaan mitattua suoraan aineen lämmönjohtavuus, kun taas transientit menetelmät mittaavat aineen termistä diffusiviteettiä, jonka avulla aineen lämmönjohtavuus voidaan laskea.[2]

3.1 Stationäärit menetelmät

Stationääreillä lämmönjohtavuuden mittausmenetelmillä tarkoitetaan ajasta riippumattomia menetelmiä [1]. Stationääreissä lämmönjohtavuuden mittausmenetelmissä mitataan lämpötilan muutosta (ΔT), joka aiheutuu tasaisesta lämpövirrasta (Q) joka johdetaan mitattavan näytteen tiheyden yli [2]. Stationäärejä menetelmiä käytetään erityisesti lämmöneristeiden lämmönjohtavuuden määrittämiseen. Mittausten suorittamiseen vaaditaan suhteellisen suuria näytekappaleita ja pitkiä mittausaikoja. [4] Stationääreissä mittausmenetelmissä etuna on menetelmien suhteellisen yksinkertainen kuvaaminen yhtälöillä. Haasteena menetelmissä on, että mitattava näyte on aseteltu juuri oikein laitteistoon. Kohdistusvirheet tuovat mahdollisesti suuriakin epätarkkuuksia mittauksiin. Pitkän mittausajan vuoksi on pyrittävä estämään mittaustilanteesta myös muiden lämmönsiirtotapojen, kuten luonnollisen konvektion tai säteilyn vaikutus mittaustuloksiin. [5] Stationääreillä mittausmenetelmillä saadaan mitattua suoraan aineen lämmönjohtavuus Fourierin lämmönjohtavuuslain avulla. [6]

Stationäärit mittausmenetelmät sopivat hyvin anisotrooppisten materiaalien, sekä komposiittien lämmönjohtavuuden mittaamiseen, sillä näillä aineilla vaadittaisiin luotettavien tulosten saamiseksi joka tapauksessa suuria näytekappaleita mittausta varten [2].

3.2. Transientit menetelmät

Transientit lämmönjohtavuuden mittausmenetelmät ovat ajasta riippuvia menetelmiä. Niiden etuna stationääreihin mittausmenetelmiin on mittausten nopeus. Kun stationääreillä mittausmenetelmillä tyypilliset mittausajat ovat tunnin luokkaa, niin transienteilla menetelmillä mitausajat ovat sekunnin murto-osista muutamaan minuuttiin. [6] Lyhytkestoinen mittaus auttaa

siinä, että transienteissa mittauksissa konvektion vaikutus jää fluidien lämmönjohtavuutta mitattaessa hyvin pieneksi [2].

Transienteilla mittausmenetelmillä mitataan näytekappaleen läpi kulkevaa lämpövirtaa Q ajan funktiona [4]. Kun mitataan kokoluokaltaan pieniä korkean lämmönjohtavuuden materiaaleja, käyttäytyy kappale lähestulkoon isotermisesti [1]. Näytekappaleen ominaislämpökapasiteetti ja tiheys täytyy olla tiedossa, jotta transienteilla mittausmenetelmillä saaduista tuloksista voidaan laskea aineelle lämmönjohtavuus [4].

Transienteilla menetelmillä saadaan mitattua aineelle termisen diffuusiokerroin. Mitattaessa aineen termistä diffusiviteettia saadaan selville, kuinka nopeasti aine kykenee siirtämään lämpöä kuumasta päästä kylmään päähän. [7] Lämmönjohtavuus taas kuvaa aineen kykyä johtaa lämpöä itsensä läpi. Termisen diffusiviteetin yksikkö on $[m^2/s]$, kun taas lämmönjohtavuudella se on $[\frac{W}{m K}]$. Termisen diffusiviteetin yhteys lämmönjohtavuuteen saadaan kaavasta

$$k = \rho \cdot \alpha \cdot C_p, \quad (3.1)$$

missä ρ on aineen tiheys, α termisen diffuusiokerroin ja C_p ominaislämpökapasiteetti. [1,4]

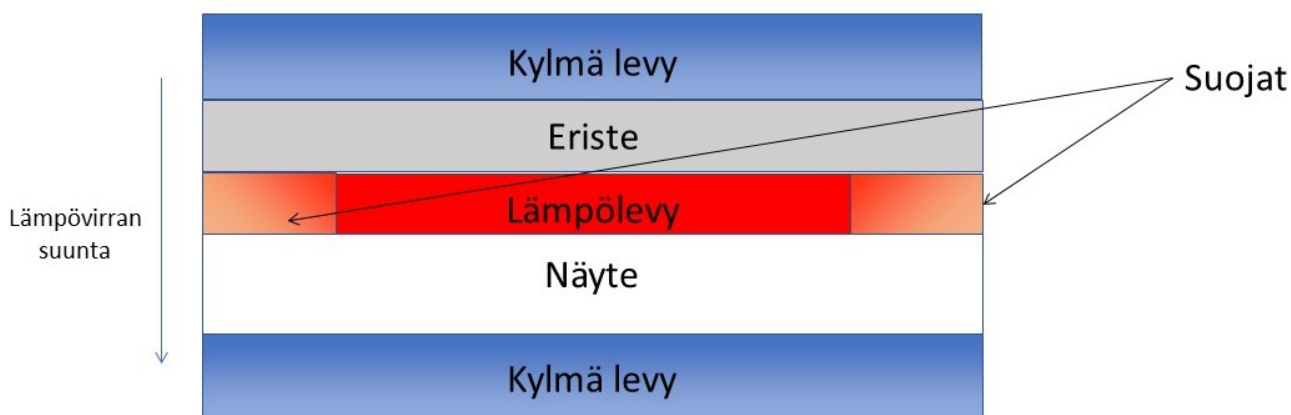
4. MITTALAITTEISTOT

Mittalaitteistot ovat mittausmenetelmien mukaan myös joko stationäärejä ja transientteja. Stationääreillä mittalaitteilla suoritettavat mittaukset ovat yleisesti ottaen hyvin pitkäkestoisia, sillä ne perustuvat siihen, että laitteistossa olevat lämpötilaerot tasaantuvat. [2] Transientit mittalaitteet taas sisältävät sensoreita, joiden avulla voidaan saada kerättyä dataa hyvin lyhyistä mittauksista. [6]

4.1 Guarded Hot Plate (GHP)

Guarded Hot Plate -menetelmä on stationääri lämmönjohtavuuden mittausmenetelmä. Mittalaitteistolla voidaan mitata lämmönjohtavuuden lisäksi materiaalien lämpöresistanssia. [2] GHP- tekniikalla mitataan erityisesti eristeiden lämmönjohtavuuksia. [8] Laitteistot sopivat hyvin myös erilaisten muovien ja lasin lämmönjohtavuuden mittaamiseen, mutta laitteistoilla voidaan mitata myös nesteiden ja kaasujen lämmönjohtavuutta [9]. GHP-laitteisto kykenee mittaamaan lämmönjohtavuuksia $0,005-2 \frac{W}{m K}$ välillä mittaustilassa ollessa 80 K:n ja 800 K:n välillä [6]. Koska GHP-menetelmä antaa lämmönjohtavuudelle absoluuttisen arvon ja mittaukset ovat tarkkoja, sitä käytetään virallisiin referenssimateriaalien lämmönjohtavuuksien mittauksiin [8].

GHP-laitteistot voidaan jakaa kahteen eri ryhmään vaadittavien näytteiden määrän mukaan. Toisessa laitteistossa näytekappaleita on yksi ja toisessa laitteistossa kaksi. Toimintaperiaatteet molemmissa versioissa ovat pitkälti samanlaiset. Yhden näytteen mallissa lämpölevyä suojaa eristetty kuori, joka estää lämmön johtumisen lämpölevystä muualle kuin näytekappaleeseen.

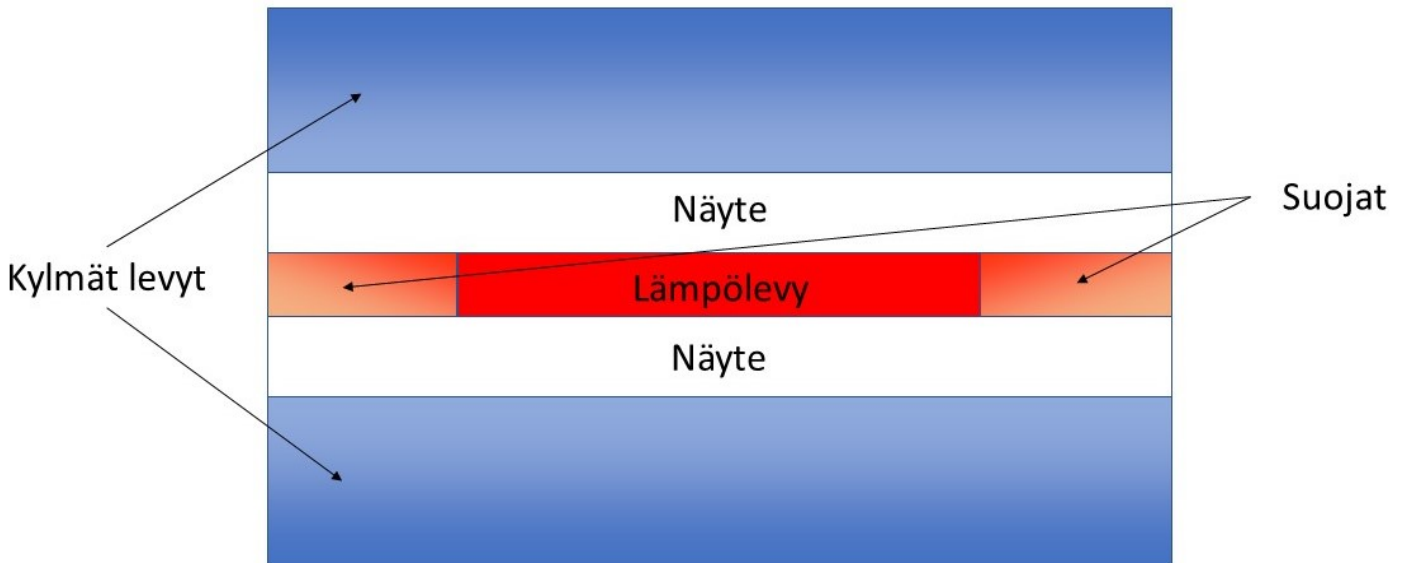


Kuva 1. GHP-laitteisto, yhden näytteen malli [6]

Kahden näytteen mittalaitteistossa taas laitteiston keskiössä oleva lämpölevy on ympäröity suoja-eristyksillä [6]. Lämpölevyn ylä- ja alapuolelle asetetaan samaa materiaalia olevat saman paksuiset näytteet. Näytekappaleiden ylä- ja alapuolille asetetaan puolestaan kylmät levyt [8]. GHP-laitteiston uloimmassa osassa on vaippa, jossa kiertää ulkoisella jäähdyttimellä viilennetty vesi [6]. Mitattavan näytteen lämmönjohtavuus saadaan määritettyä molemmissa malleissa silloin, kun lämpölevyn ja kylmien levyjen lämpötila on muuttunut samaksi. Lämmönjohtavuus GHP-mittauksissa saadaan yhtälöstä

$$k = \frac{Q \cdot d}{2A \cdot \Delta T}, \quad (4.1)$$

missä Q on lämpölevyn sisältämä lämpö, d on näytteiden paksuus, A on mitta-ala ja ΔT lämpölevyn ja kylmän levyn välinen lämpötilaero. [8]



Kuva 2. GHP-laitteisto, kahden näytteen malli [6]

Kahden näytteen laitteiston etuna on se, että lämpöhäviöitä on helpompi hallita laitteen symmetrisyyden vuoksi. Yhden näytteen laitteessa voidaan mitata lämmönjohtavuutta myös muista kuin kiinteistä materiaaleista, mikä taas ei ole kahden näytteen laitteessa mahdollista mittauksen aikana syntyvän konvektion vuoksi. Konvektion syntymistä voidaan välttää vain, jos kappaletta lämmitetään ylhäältä päin. [6]

GHP-laitteistossa mittaustulokset ovat pääosin hyvin luotettavia. Virhemarginaali laitteistoilla on noin 2 %. Mittaustuloksien virheet johtuvat yleensä virheistä joko lämpövuon mittauksessa, mikä johtuu lämpöhäviöistä mittauksen aikana sekä epätoivotusta lämmönsiirrosta mitattavan kappaleen ja ympäröivän väliaineen välillä. Mitä parempia lämmöneristeitä laitteella mitataan, sitä merkittävämpiä ovat pienetkin epätarkkuudet mittauksissa. Lisäksi laitteesta on haastavaa saada merkittävästi paremmin eristävä, kuin mitä mitattava kappale laitteen sisällä on. [6] Laitteiston huonona puoleena voidaan pitää sitä, että mitattavien näytteiden tulee olla kooltaan suuria, eikä näytteinä voi käyttää kovin ohuita näytteitä. Lisäksi GHP-laitteiston mittaukset kestävät pisimmillään todella kauan. Palacios et al. tutkimuksen [2] mukaan mittaukset voivat kestää tunneista jopa viikkoihin.

4.2 Coaxial Cylinder Technique (CTT)

Coaxial Cylinder Technique menetelmässä mitataan stationääriä lämmönjohtumista kahden samankeskisen sylinterin välillä. Menetelmällä voidaan mitata fluidien ja metallien lämmönjohtavuutta. Mitattava näyte täyttää sylinterien väliin jäävän aukon. Sylintereiden väli laitteistossa on noin 0,2–0,3 mm. Sylintereiden tulee olla emissiivisyydeltään pieniä säteilylämmönsiirron ehkäisemiseksi laitteistossa. Hopea on ideaali materiaali sylintereille sen alhaisen emissiivisyyden, korkean lämmönjohtavuuden ja sen alhaisen kemiallisen reagoivuuden takia. Kappaleen heijastavuus vaikuttaa emissiivisyyden pienuuteen ja tämän vuoksi sylintereiden pintojen tulee olla kiillotetut mittauksia tehdessä. [5]

Mitattaessa näytteen lämmönjohtavuutta voidaan olettaa sylintereiden olevan äärettömän pitkiä. Voidaan myös olettaa, että mitattava näyte on täysin homogeeninen ja sen lämmönjohtavuus on sama kaikkialla. Lämpö johdetaan sisempään sylinteriin tasaisesti, josta se johtuu mitattavan aineen yli ulompaan sylinteriin. Lämpövuon kaavasta

$$q = \frac{2\pi k}{\log\left(\frac{r_2}{r_1}\right)}(T_1 - T_2), \quad (4.2)$$

saadaan johdettua kaava lämmönjohtavuuden mukaan

$$k = \frac{q \log(r_2/r_1)}{2\pi(T_1 - T_2)}, \quad (4.3)$$

missä k on lämmönjohtavuus, q on testikappaleen yli menevä lämpövuoto, T_1 on sisemmän sylinterin ulkoreunan lämpötila ja T_2 ulomman sylinterin sisemmän reunan lämpötila. Samoin r_1 on säde sisemmän sylinterin ulkoreunaan ja r_2 on säde ulomman sylinterin sisäreunaan. Mittaustulosten virhemarginaali on noin 2 %. [5]

4.3 Transient Hot Wire (THW)

Transient Hot Wire eli kuumalankatekniikka on transientti eli ajasta riippuva lämmönjohtavuuden mittaamenetelmä. Kuumalankatekniikka kehitettiin alun perin 1930-luvulla huokoisten näytteiden lämmönjohtavuuden mittaamiseen. Tekniikan kehittyttyä THW-tekniikalla alettiin pystyä mittaamaan korkealla tarkkuudella pieniä resistanssin muutoksia alle sekunnin mitausvälillä. THW-tekniikalla kyetään mittaamaan huokoisten näytteiden lisäksi myös kiinteitä ja nestemäisiä aineita. [4] THW- tekniikalla pystytään määrittämään lämmönjohtavuuden lisäksi myös aineen terminen diffuusiokerroin ja ominaislämpökapasiteetti [10].

THW-tekniikka onkin poikkeuksellisen monipuolinen tekniikka lämmönjohtavuuden mittauksessa. Sillä saadaan nopeasti mitattua tarkkoja tuloksia eri olomuodossa olevien materiaalien lämmönjohtavuudesta niin korkeissa kuin matalissa lämpötiloissa sekä vaihtelevissa paineolosuhteissa. [11] Laitteistolla saadaan mitattua lämpötiloja 20–2000 °C:n välillä [9]. THW-laitteiston lanka on platinasta, sillä platinalle resistanssin ja lämpötilan välinen korrelaatio tunnetaan hyvin [12]. Laitteella ei pystytä mittaamaan luotettavasti arvoja faasimuutoslämpötiloissa, sillä THW-mittaukset vaativat lämpötilan muutoksen [11]. Epätarkkuuksia mittauservoissa ilmenee myös alhaisen tiheyden jalokaasujen lämmönjohtavuutta mitattaessa [5]. Materiaalien, joilla on korkea sähkönjohtavuus, lämmönjohtavuutta kuumalankatekniikalla ei voi mitata. Mittausten virhemarginaali vaihtelee paljon riippuen mitattavasta materiaalista. Laitteistolla saadaan mitattua optimiolosuhteissa kaasuille, nesteille ja kiinteille aineille erittäin tarkkoja arvoja lämmönjohtavuudelle virhemarginaalin ollen vain 1 %. Epätarkkuuksia mittauksissa alkaa ilmetä enemmän, kun mitataan nanofluidien lämmönjohtavuutta tai mikäli mitaus tapahtuu lähellä maksimilämpötilaa, jossa laitteistolla voidaan vielä tehdä lämmönjohtavuuden mittauksia. [9]

THW-laitteistossa pitkä metallilanka on näytemateriaalin keskellä. Lanka on 7–25 µm paksu ja 150 mm pitkä. Mitattavan materiaalin lämmönjohtavuus havaitaan lämpötilan muutoksena ohuessa metallilangassa lankaan johdetun sähköpulssein jälkeen. Langan lämpötilan ja resistanssin muutoksen avulla pystytään määrittämään lankaa ympäröivän näytemateriaalin lämmönjohtavuus. [12] Mikäli mitattavana aineena on jokin kiinteä aine, upotetaan lanka kahden samankokoisen näytekappaleen väliseen uraan mittausta varten. Haasteena kiinteiden aineiden lämmönjohtavuuden mittauksissa kuumalankatekniikalla on se, että langan ja mitattavien näytekappaleiden välille syntyy helposti lämpöresistanssia, mikä vaikuttaa lämpövuon

tasaisuuteen. Kiinteiden kappaleiden kanssa käytetäänkin joskus mieluummin langan tilalla ohutta metallifoliosuiroa. [6]

Kuumalankatekniikalla saadaan määritettyä suhteellisen tarkka arvo aineen lämmönjohtavuudelle suoraan kaavasta

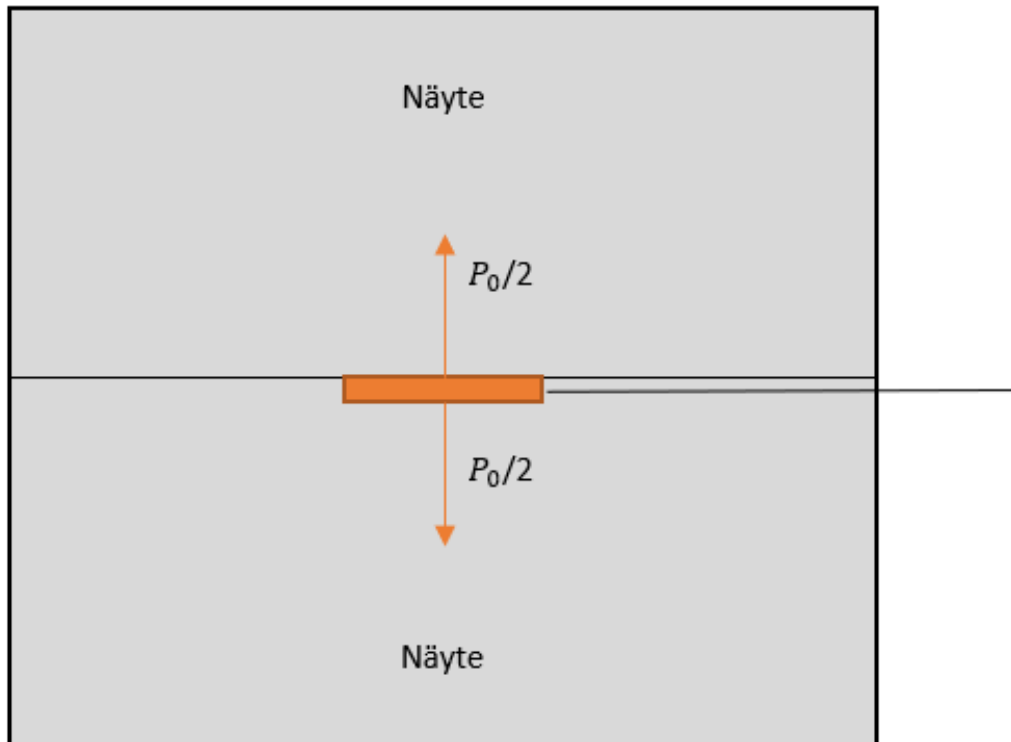
$$T(\alpha, t) = \frac{Q}{4\pi k} \ln\left(\frac{4\alpha t}{\alpha^2 C}\right), \quad (4.4)$$

missä Q on lämmönlähteen tuottama lämpövirta lämmönlähteen pituutta kohden, α on termien diffuusio ja k lämmönjohtavuus. C taas on Neperin luku, joka on luonnollisen logaritmin kantaluku. [13] THW-tekniikan etuna muihin transienttien lämmönjohtavuuden mittaussmenetelmiin on se, että mitattavan aineen ominaislämpökapasiteetin ja tiheyden arvoa tarvitaan ainoastaan pienten korjauslaskelmien laskemiseen [12].

4.4 Transient Plane Source (TPS)

Transient Plane Source on nimensä mukaisesti transientti lämmönjohtavuuden mittaussmenetelmä. Transient Plane Source -laitteistoa on käytetty paljon lämmönjohtavuuden isotrooppisuuden ja anisotrooppisuuden tutkimiseen, eli siihen, onko lämmönjohtavuus aineessa suunnasta riippuvaa vai riippumatonta. [14] Tämän vuoksi TPS-menetelmää pidetään parhaana mittaussmenetelmänä komposiittien lämmönjohtavuuden mittaamiseen. [2]

TPS-mittaus on yksinkertaistettuna transienttia lämmönjohtavuutta puoliäärettömässä isotrooppisessa materiaalissa [15]. Transient Plane Source -mittaustekniikassa kahden identtisen näytekappaleen väliin, nesteeseen tai aerogeeliin asetetaan hyvin sähköä johtava nikkelisensori [8]. Kiinteiden näytteiden tulee olla täysin tasaisia, jotta lämpö johtuu mitattaviin kappaleisiin tasaisesti. Tämän vuoksi laitteistolla ei voida mitata luotettavasti rakeisia tai pulverimaisia näytteitä [9]. Mittauksissa käytettävä nikkelisensori on 10 μm paksu, halkaisijaltaan noin 2 mm ja muodoltaan kaksoisspiraali.[13] TPS-laitteiston etuna stationääreihin mittaussmenetelmiin verrattuna on mitattavien näytteiden pieni koko. Näytteen tulee vain peittää näytteiden välissä oleva nikkelisensori ja olla 0,01–3 mm paksuudeltaan. [2] Sensoriin syötetään sähkövirtaa, jolloin sensori alkaa tuottaa lämpöä. Lämmön muodostumista sensorissa voidaan mitata ajan suhteen. Sensoria ympäröivien näytekappaleiden lämmönjohtavuus voidaan laskea sensoriin muodostuvan lämmön avulla. [8] Nesteiden lämmönjohtavuutta mitattaessa tuloksen luotettavuuteen vaikuttaa luonnollinen konvektio [15].



Kuva 3. *Transient Plane Source -laitteisto [15]*

Kuvassa 3. on kuvattuna nikkelisensori kahden identtisen kiinteän näytteen välissä. P_0 kuvaa tehoa, joka syötetään nikkelisensoriin. Teho jakautuu tasaisesti molempiin näytteisiin. Termien diffusiviteetti TPS-menetelmällä saadaan ratkaistua kaavasta

$$\tau = \frac{\sqrt{\alpha t}}{r}, \quad (4.5)$$

missä τ kuvaa karakterisoitua aikaa, α on termien diffusiviteetti, r on nikkelisensorin säde ja t on mittauksessa kulunut aika. [15]

Transient Plane Source -laitteistolla voidaan mitata lämmönjohtavuutta ja termistä diffuusioita monipuolisesti eri olomuodossa olevista näytteistä [5,8]. Mitattavien lämmönjohtavuuksien väli TPS-laitteistolla on $0,005\text{--}1800 \frac{\text{W}}{\text{m K}}$ mittaustilanteen ollessa -160 °C:n ja 1000 °C:n välillä [5]. Mikäli mittauksia halutaan tehdä hyvin korkeissa lämpötiloissa, täytyy mittaukset suorittaa hapettomassa tilassa. Transient Plane Source laitteistolla kyetään mittaamaan lämmönjohtavuuksia tarkasteltavana olevista laitteistoista kaikkein laajimmalla skaalalla. [2]

TPS-laitteiston mittaukset ovat nopeita ja tarkkoja. Laitteiston mittauksien virhemarginaali on 2 % [9].

5. LASER FLASH INSTRUMENT

Laser Flash Instrument on eniten käytetty mittausmenetelmä lämmönjohtavuuden mittaamiseksi. Sen hyviä puolia ovat mittauksen nopeus, näytekappaleen helppo esivalmistelu sekä vähäiset rajoitteet siihen, millaisista materiaaleista mittauksia voidaan tehdä. [16] Laser Flash Instrumentilla voidaan mitata niin eristeiden kuin hyvien lämmönjohteidenkin lämmönjohtavuuksia, mikä erottaa sen monista muista mittalaitteista, joita käytetään lämmönjohtavuuden selvittämiseen [9].

5.1 Teoria

Laser Flash Instrumentilla ei saada mitattua suoraan lämmönjohtavuutta, vaan sillä saadaan laskettua aineen terminen diffuusiokerroin, joka saadaan kaavalla:

$$\alpha = \frac{d^2}{\tau} = 0,1388 \times \frac{d^2}{\tau_{1/2}}, \quad (5.1)$$

missä α on aineen terminen diffuusiokerroin, d on näytteen paksuus ja τ on aika, jona kappale on saavuttanut maksimilämpötilan. Lämpötilan lähestyessä maksimia lämpeneminen hidastuu ja on haasteellista määrittää tarkkaa aikaa, jolloin lämmön diffuusio päättyy. Ajan hetkeä $\tau_{1/2}$, eli hetkeä, jolloin lämpötila on saavuttanut puolet maksimista, käytetään usein varmemman mittaustuloksen saamiseksi. [17]

Laser Flash Instrument sopii erityisen hyvin korkean lämpötilan mittauksiin. Eri lähteissä ilmoitetaan hieman eriäviä arvoja sille, millä lämpötilavälillä Laser Flash -laitteistolla voidaan tehdä mittauksia. Minimilämpötila on lähteissä kutakuinkin sama sen ollessa -120 °C:n ja -100 °C:n välillä. Maksimilämpötilassa vaihteluväli on suurempi ilmoitetun maksimilämpötilan ollessa 1800 °C:n ja 3000 °C:n välillä. Sama ilmoitetun mittauskyvyn vaihtelu koskee laitteiston lämmönjohtavuuden mittauksen arvoja. Minimiarvo on $0,1 \frac{W}{m K}$ ja maksimi $1000-2000 \frac{W}{m K}$.

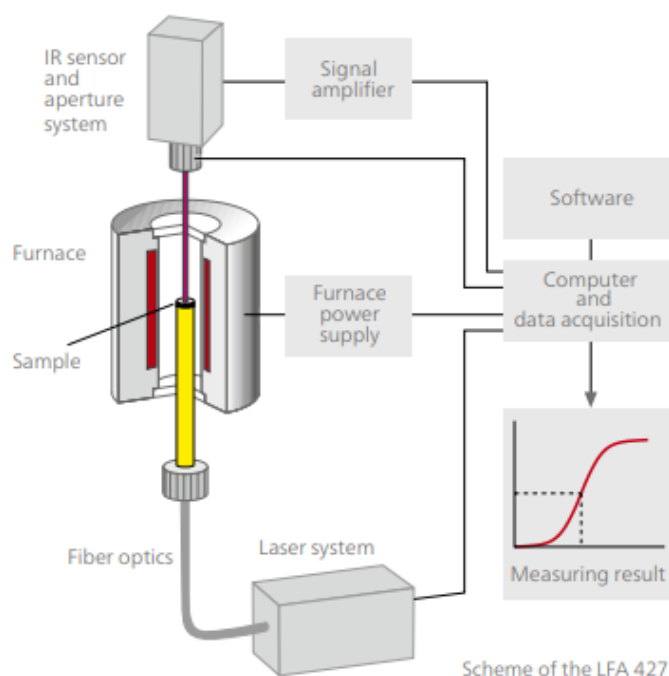
Laser Flash Instrumentilla voidaan mitata lämmönjohtavuuksia $0,1-2000 \frac{W}{m K}$:n välillä. [10]

Laser Flash Instrumentissa mittauslaitteisto ei ole kosketuksissa näytekappaleen kanssa, minkä vuoksi se on erittäin käyttökelpoinen lämmönjohtavuuden mittauksiin todella korkeissa

lämpötiloissa. Laser Flash Instrumentia on käytetty alun perin enimmäkseen kiinteiden aineiden mittaamiseen, mutta sitä on viime vuosina alettu käyttää enenevässä määrin myös nanokalvojen ja nanonesteiden lämmönjohtavuuden mittaukseen. [4,18]

5.2 Laitteisto

Laser flash instrument on transientti termisen diffuusion mittauslaite, joka perustuu yksiulotteiseen lämmön diffusiviteettiin. Laser Flash Instrumentilla mitattavat näytteet ovat kokoluokaltaan 6–24,4 mm halkaisijaltaan ja 0,01–6 mm paksuudeltaan. [17] Näytekappaleen paksuus on mitattava hyvin tarkasti, sillä paksuudella on suuri vaikutus mittauksen lopputuloksiin.



Kuva 4. Laser flash instrument -mittalaitteisto [8]

Mittaus aloitetaan asettamalla näytekappale lämmityskammioon kannattimilleen [7,8]. Mittauksissa käytetään usein ohuita grafiittikalvoja näytteen molemmilla puolilla, jotta näyte käyttäytyisi mahdollisimman paljon kuin teoreettinen musta kappale, eli ettei se heijastaisi eikä sirottaisi siihen osuvaa säteilyä [14]. Grafiitin sijasta voidaan näyte joskus myös päällystää ohuella metallikerroksella. Grafiittikalvo on päällysteenä optimaalisempi, sillä se absorboi paremmin laserpulssin, mutta se ei kestä korkean lämpötilan mittauksia yhtä hyvin kuin metal-

likerros ja saattaa haihtua näytteen pinnalta mittauksessa [7]. Kun mittausolosuhteet saadaan sellaisiksi, että näyte käyttäytyy kuin musta kappale, voidaan mittauksen analysointiin soveltaa Planckin lakia. Kun mittalaitteiston esivalmistelut on saatu tehtyä, ammutaan mitattavan näytteen etupintaan korkean intensiteetin lyhytkestoinen laserpulssi. [14,17] Lämpötilan nousua kappaleessa mitataan näytteen toiselta puolelta infrapunamittarilla. Lämpötila nousee maksimiarvoonsa ja sen jälkeen tasaantuu. Mitä nopeammin näyte saavuttaa huipparvonsa, sitä korkeampi sen termisen diffuusio on. [17] Lämmönjohtavuuden mittaaminen laser flash instrumentilla kestää muutaman minuutin.[4] Vaikka Laser flash tekniikka on monien muuhun mittausmetelmään verrattuna erinomainen, on laitteiston ongelmana sen kallis hinta [9].

5.3 Virhemarginaalit

Laser flash instrumentilla saaduille tuloksille on mitattu 3 %:n virhemarginaali -100 °C:n ja 25 °C:n välillä ja 5 %:n virhemarginaali 25 °C:n ja 875 °C:n välillä [19]. Virheitä mittauksissa aiheuttavat säteilyn ja johtumisen aiheuttamat lämpöhäviöt. Lämpöhäviöitä syntyy, koska laitteessa oleva näytekappale ei ole täydellisesti eristetty. [7]

Virhepäätelmiä aineen ominaisuuksista voi myös syntyä, kun mitataan ohuita näytekappaleita korkean termisen diffusiviteetin materiaaleista, joiden $\tau_{1/2}$ on lyhyt. Tällöin ongelmaksi voi muodostua se, että laserpulssi ei ole koskaan infinitesimaalisen lyhyt, vaan laserpulssi voi lämmittää materiaalia liian pitkään, jotta mittaus olisi luotettava. Tämän haasteen takia eri aineille on saatu määriteltyä näytekappaleiden paksuuksille raja-arvot, joissa laserpulssin kesto ei enää vaikuta termisen diffusiviteetin mittaamiseen. Esimerkiksi hopealle ja kuparille näytekappaleiden paksuuden tulisi olla suurempi kuin 3–4 mm, jotta laserpulssi ei vaikuttaisi mittaustuloksiin. Matalamman termisen diffusiviteetin materiaaleille, kuten titaanille riittää, että mitattava näytekappale on paksumpi kuin 1 mm. Mittauksissa yleisesti ottaen materiaalit, jotka johtavat hyvin sähköä, kärsivät vähemmän lämpöhäviöistä. Mittauksissa pätee myös yleisesti, että mitä paksumpi on näytekappale, sitä suurempia ovat lämpöhäviöt kappaleen reunoilta. [7]

6. JOHTOPÄÄTÖKSET

Lämmönjohtavuuden mittaamista varten on kehitetty monenlaisia erilaisia välineitä ja riip-puen siitä, millaisen materiaalin lämmönjohtavuus halutaan mitata, täytyy osata valita oike-anlainen mittalaite. Stationääreihin mittausmenetelmiin perustuvat laitteistot ovat huomatta-vasti edullisempia kuin transientteihin menetelmiin perustuvat laitteet, mutta jos mittauksia täytyy tehdä tutkimuksissa paljon, ovat transientteihin menetelmiin perustuvat laitteistot käy-tännöllisempiä lyhyiden mittausaikojen vuoksi. Yhteistä laitteistoille on se, että virhemargi-naali on suurempi silloin, kun mitataan materiaaleja, jotka ovat hyvin lähellä maksimilämpö-tilaa tai minimilämmönjohtavuutta, joita laitteella voidaan mitata. Transienteille lämmönjohta-vuuden mittausmenetelmille on laskettu laitekohtaisia korjauskertoimia, jotka auttavat saa-maan luotettavampia tuloksia myös silloin, kun mitataan olosuhteissa, jotka ovat lähellä lait-teiston rajoja.

Guarded Hot Plate -laitteisto on hyvä valinta mittauksiin silloin, kun täytyy mitata hyvin tarkasti jonkun yksittäisen eristeen lämmönjohtavuutta. Coaxial Cylinder taas valikoituu mittalait-teeksi silloin, kun halutaan mitata metallien tai muiden korkean lämmönjohtavuuden kiinteitä materiaaleja stationääreihin menetelmin. Transient Hot Wire eli kuumalankatekniikan etu mui-hin transientteihin menetelmiin on sen tarkkuus optimaalisissa olosuhteissa. Transient Plane Sourcella kyetään puolestaan mittaamaan lämmönjohtavuuksia kaikkein laajimmalta alu-eelta.

Vaikka mittalaitteita on useita, on Laser Flash -menetelmä näistä selvästi monipuolisin. Laser Flash laitteistolla kyetään mittaamaan laitteistoista tarkimmin lämmönjohtavuuksia erittäin korkeissa lämpötiloissa. Laser Flash -menetelmällä saadaan kaikkein luotettavimpia tuloksia sellaisissa olosuhteissa, missä muilla mittausmenetelmillä alkavat rajat tulemaan vastaan. Ennen kaikkea menetelmän etuna on se, ettei materiaalin olomuoto poissulje mahdollisuutta mittauksen tekemiseen Laser Flash -laitteistolla. Laser Flash -laitteistolle tehdään jatkuvaa kehitystyötä, joka tähtää siihen, että laitteistolla voidaan mitata tulevaisuudessa materiaaleja, joille on yhä kompleksisempia rakenteita.

Taulukko 1. Mittalaitteistojen ominaisuuksia [5,9]

Mittalaite	Lämpötila	Virhemarginaali	Materiaalit	Hyvät puolet	Huonot puolet
Guarded Hot Plate (stationääri)	80–800 K	2 %	Eristeet, muovit, lasi	Mittaustarkkuus	Mittausajat jopa tunneista viikkoihin Suurikokoiset näytteet Ei voida mitata materiaaleja, joilla on hyvä sähkönjohtavuus
Coaxial Cylinder (stationääri)	4–1000 K	2 %	Metallit	Mittauksen lämpötila-alue Voidaan määrittää samalla mittauksella myös sähkönjohtavuutta ja Seebeckin kerrointa lämpösähköiselle ilmiölle	Pitkät mittausajat
Transient Hot Wire (transientti)	-150–200 °C	1–3 %	Nesteet, kaasut, heikosti johtavat metallit	Mittauksen lämpötila-alue, nopeus ja tarkkuus	Ei voida mitata materiaaleja, joilla on hyvä sähkönjohtavuus
Transient Plane Source (transientti)	160–1000 °C	2 %	Kiinteät aineet, nesteet, aerogelit	Mittauksen nopeus ja tarkkuus Laaja lämpötilan ja lämmönjohtavuuden mitta-alue	Näytteen tulee olla täysin tasainen Ei voida mitata pulverimaisia tai rakeisia näytteitä
Laser Flash Instrument	-100–3000 °C	3–5 %	kiinteät aineet ja nesteet	Mittauksen lämpötila-alue Mahdollisuus mitata suurinta osaa kiinteistä aineista, nesteistä ja pulvereista Pienten näytteiden käyttö Mittauksen nopeus ja tarkkuus korkeissa lämpötiloissa.	Kallis laitteisto Ei optimaalinen eristeiden lämmönjohtavuuden mittaamiseen

Taulukon tietojen pohjalta ei ole ihme, että Laser Flash Instrument on kaikkein käytetyin lämmönjohtavuuden mittausmenetelmä. Sillä voidaan korvata lähestulkoon kaikki muut mittalaitteet. Jäljelle jää ainoastaan joitain erikoistapauksia, kuten eristeet ja todella kylmässä tehtävät mittaukset, joissa jokin muu laite on parempi valinta mittauksiin kuin Laser Flash Instrument.

7. LÄHTEET

- [1] Y.A. Çengel. Introduction to Thermodynamics and Heat Transfer 2001.
- [2] A. Palacios, L. Cong, M.E. Navarro, Y. Ding, C. Barreneche, Thermal conductivity measurement techniques for characterizing thermal energy storage materials – A review, Renewable & sustainable energy reviews, Vol.108, pp.32-52, 2019.
- [3] R. Karwa, Heat and Mass Transfer 2016.
- [4] T-W Lian, A. Kondo, M. Akoshima, H. Abe, T. Ohmura, W-H Tuan, M. Naito, Rapid Thermal conductivity measurement of porous thermal insulation material by laser flash, Advanced powder technology: the international journal of the Society of Powder Technology, Japan, Vol.27 (3), pp.882-885 2016.
- [5] C. Tropea, A.L. Yarin, J.F. Foss, Springer Handbook of Experimental Fluid Mechanics 2007.
- [6] H. Czichos, T. Saito, L. Smith, Springer Handbook of Materials Measurement Methods 2006.
- [7] S. Corbin, D. Turriff, Thermal Diffusivity by the Laser Flash Technique 2012.
- [8] Netzsch thermal analysis. Saatavissa: <http://www.netzsch-thermal-analysis.com/en/>
- [9] I. Yang, D. Kim, S. Lee, Construction and preliminary testing of a guarded hot plate apparatus for thermal conductivity measurements at high temperatures, International journal of heat and mass transfer, Vol.122, pp.1343-1352, 2018.
- [10] M.J. Assael, K.D. Antoniadis, W.A. Wakeham, Historical Evolution of the Transient Hot-Wire Technique, International journal of thermophysics, Vol.31 (6), pp.1051-1072, 2010.
- [11] R. Hu, A. Ma, Y. Wang, Transient hot wire measures thermophysical properties of organic foam thermal insulation materials, Experimental Thermal and Fluid Science, vol. 98, pp. 674-682, 2018.
- [12] M. Shafkat Bin Hoque, N. Ansari, J.M Khodadadi, Explaining the “anomalous” transient hot wire-based thermal conductivity measurements near solid-liquid phase change in terms of solid-solid transition, International journal of heat and mass transfer, Vol.125 (C), pp.210-217 2018.
- [13] R.C. Kerschbaumer, S. Stieger, M. Gschwandl, T. Hutterer, M. Fasching, B. Lechner, L. Meinhart, J. Hildenbrandt, B.Schrittesser, P. Fuchs, G. Berger, W. Friesenbichler, Comparison of steady-state and transient thermal conductivity testing methods using different industrial rubber compounds, Polymer testing, Vol.80, pp.106-121 2019.
- [14] Q. Ai, Z-W. Hu, L-L. Wu, F-X. Sun, M. Xie, A single-sided method based on transient plane source technique for thermal conductivity measurement of liquids, International journal of heat and mass transfer, Vol.109, pp.1181-1190, 2017.
- [15] J.B. Henderson, F. Giblin, J. Blumm, L. Hagermann, SRM 1460 Series as a Thermal Diffusivity Standard for Laser Flash Instruments, International journal of thermophysics, Vol.19 (6), p.1647-1656, 1998.

- [16] M. Li, M. Akoshima, Appropriate metallic coating for thermal diffusivity measurement of nonopaque materials with laser flash method 2020.
- [17] W.A. Wakeham, M.J. Assael, Thermal Conductivity Measurement 1999.