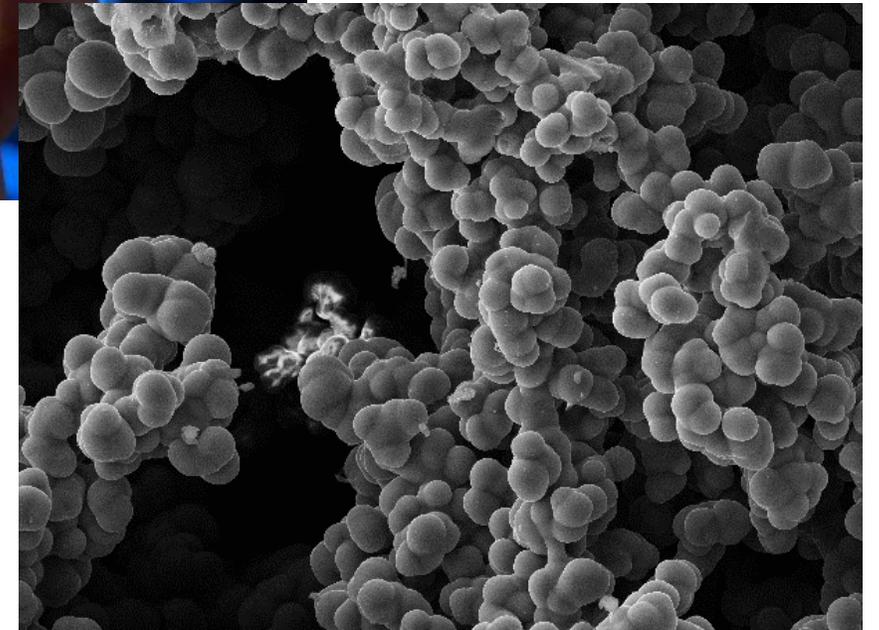
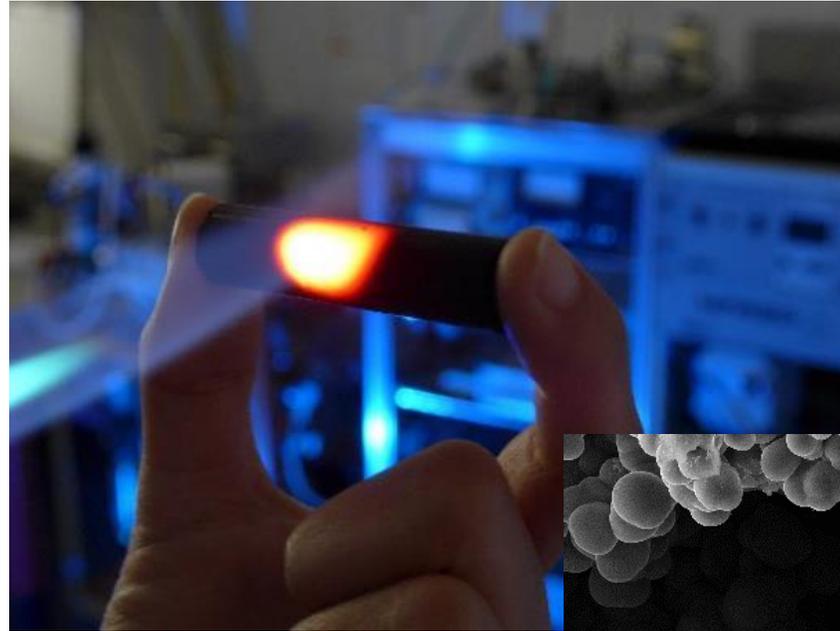
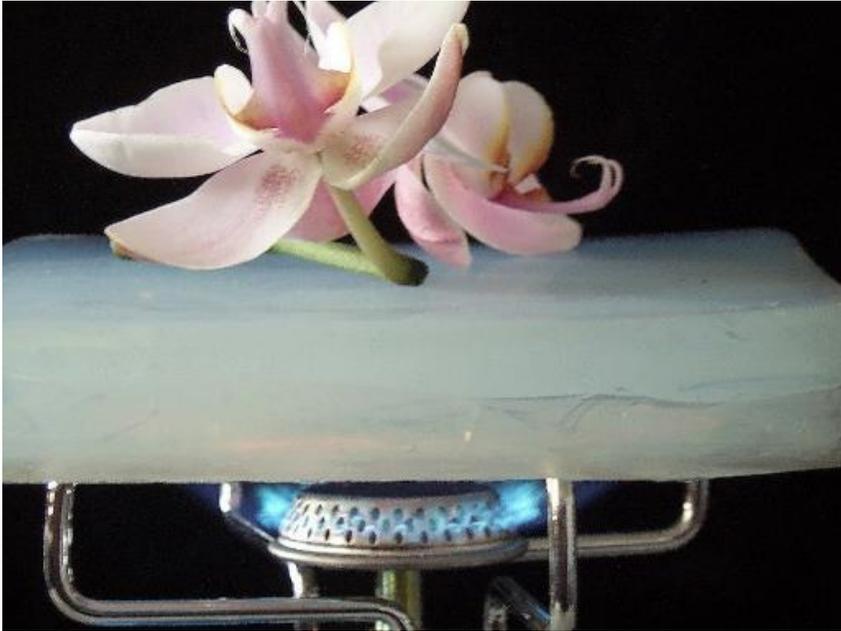


# Messunsicherheiten bei der Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Aerogelen

H.-P. Ebert

# Aerogels – High Performance Insulation Classics



## Was trifft bei Aerogel-Proben oftmals zu

### Niedrige Werte der Wärmeleitfähigkeit mit der Angabe einer hohen Zahl von signifikanten Stellen

“...aerogel materials possess extremely low thermal conductivity...”

„...ultra-low thermal conductivity of aerogels/fibrous ceramic composites ...

“...the thermal conductivities of samples 1 – 6 are 0.0098, 0.0191, 0.0263, 0.0484, 0.0571, and 0.0459 W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>, respectively, under 3 Pa...”

### Kleine Probendimensionen

“...with maximum sample dimensions of (15 × 15) cm<sup>2</sup>...”

“The thermal conductivities of  $\varnothing \approx 40 \times 15$  mm<sup>2</sup> samples were measured...”

“....using Transient Plane Source technique. The instrument was equipped with a sensor with a radius of 6.403 mm...”

### Normen für Wärmeleitfähigkeitsmessungen, z.B. für GHP Messungen,

....benötigen größere Probendimensionen, z.B. 0.2 m (für homogene Materialien), 0.3 m, 0.5 m (Seitenlänge (quadratisch) oder Durchmesser)...

## Wärmeleitfähigkeitsmessungen an Aerogelen

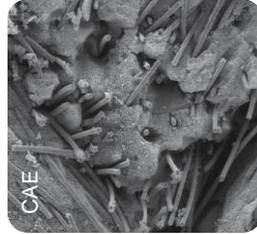
- hohe Genauigkeit erforderlich
- wenig Probenmaterial, keine ideale Messgeometrie
- Messungen erfolgen in den Grenzbereichen von gut erprobter Messpraxis



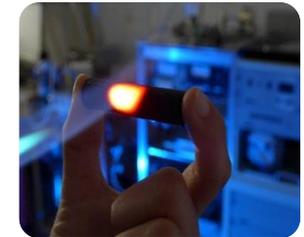
eine gefährliche Mischung....

# Relevante Probeneigenschaften bzgl. Wärmeleitfähigkeitsmessungen

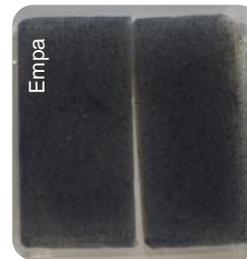
- (An)Isotropie



- monolithisch / granular oder pulverförmig



- infrarot-optisch transparent / opaque



## Die richtige Wahl der Messmethode - zu beachtende Punkte

- **typischer Bereich der Wärmeleitfähigkeit von Aerogelen: 0,01 bis 0,025 W/(mK)**

Werte sind um den Faktor 2 bis 3 niedriger als bei etablierten Isolierungen

- **Probenoberflächen nicht parallel, nicht gleichmäßig und nicht mechanisch bearbeitbar**

Thermische Übergangswiderstände können für einige Methoden kritisch sein

- **detektierte Probenvolumen hängt ab von Methode, Probengröße, Messzeiten (nur bei transienten Methoden)**

kein repräsentatives Probenvolumen, Einfluss thermischer Übergangswiderstände

- **Proben sind zu klein (kritisch in F&E - meist sind nur kleine Proben verfügbar)**

Thermische Grenzeffekte

- **Probe könnte Wasser (oder andere Dämpfe) absorbiert haben**

Methode kann empfindlich auf Feuchtigkeit reagieren

- **Probe kann halbtransparent oder transparent für die Wärmestrahlung sein**

Unterschiedliche Empfindlichkeit für den Strahlungswärmeeintrag

# Messstandards Wärmeleitfähigkeit für Aerogele

## **ISO/DIS 22482.2**

Thermal insulation products — Aerogel blanket for buildings — Determination of physical properties (in progress)

... measurements carried out in accordance with ISO 8301 or ISO 8302...(HFM, GHP)

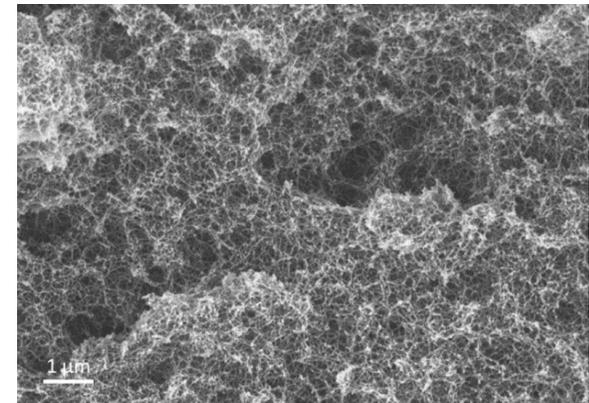
## **ASTM C1728–21**

Standard specification for flexible aerogel insulation

...Test Methods C177, C518, C1114, or C335 (GHP, HFM) as appropriate for the material under study

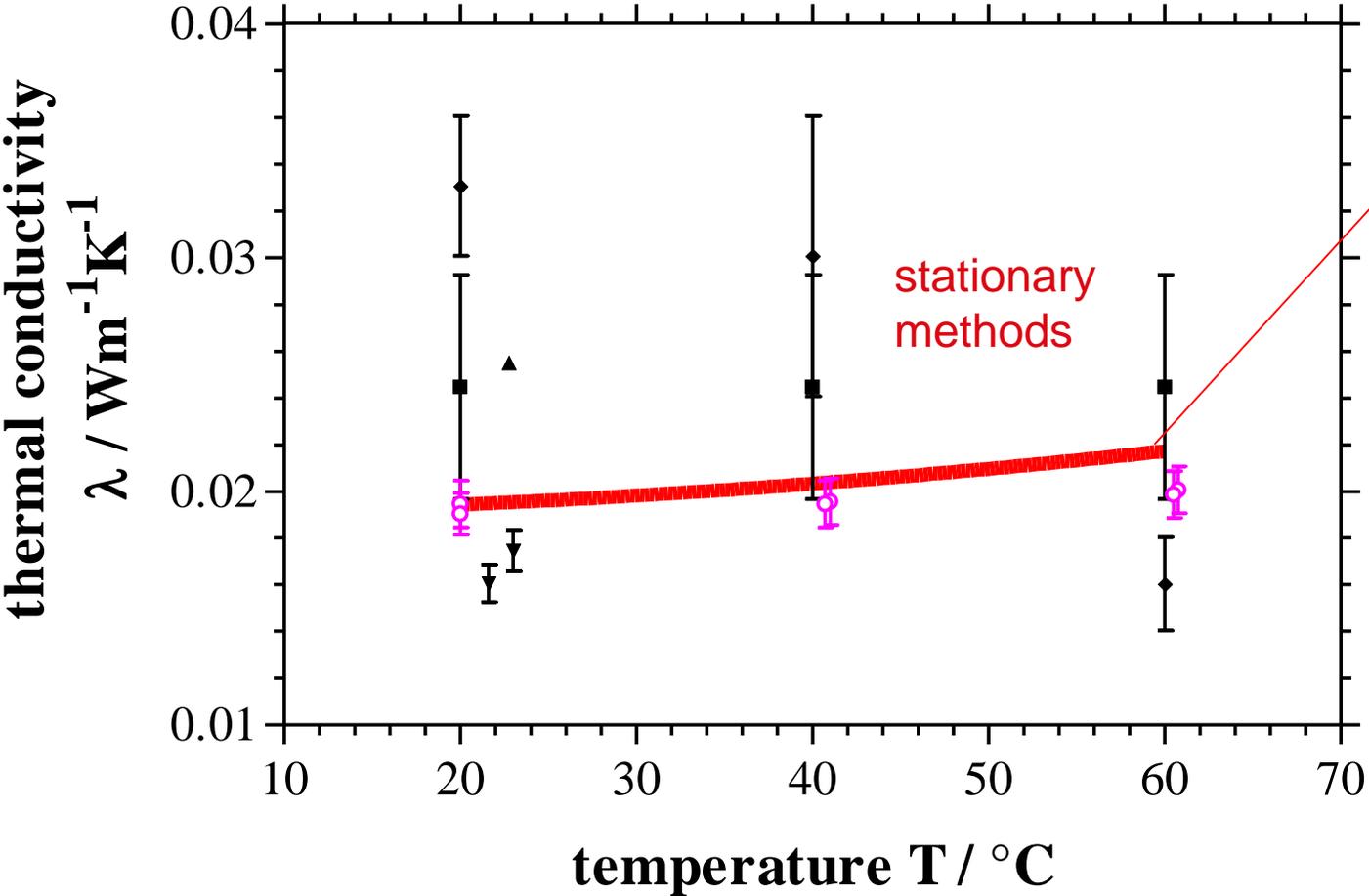
## AKT Ringvergleich: Wärmeleitfähigkeit von PU-aerogel

- nanoporöses, aus dem Sol-Gel-Prozess gewonnenes Material
- effektive Wärmeleitfähigkeit ca. 0,02 W/(mK) @ 300 K
- Dichte ( $108,0 \pm 0,7$ ) kg/m<sup>3</sup>
  
- gut definiertes, mechanisch bearbeitbares Material
- 12 erfahrene Teilnehmer
- unterschiedliche Methoden
  - Guarded Hot Plate
  - Guarded Heat Flow Meter
  - Transient Hot Wire
  - Transient Hot Strip
  - Transient Hot Disk



# AKT Ringvergleich: Wärmeleitfähigkeit von PU-aerogel

## Vergleich von stationären und transienten Verfahren



Strichstärke der roten Linie ist ein Maß für die Unsicherheit

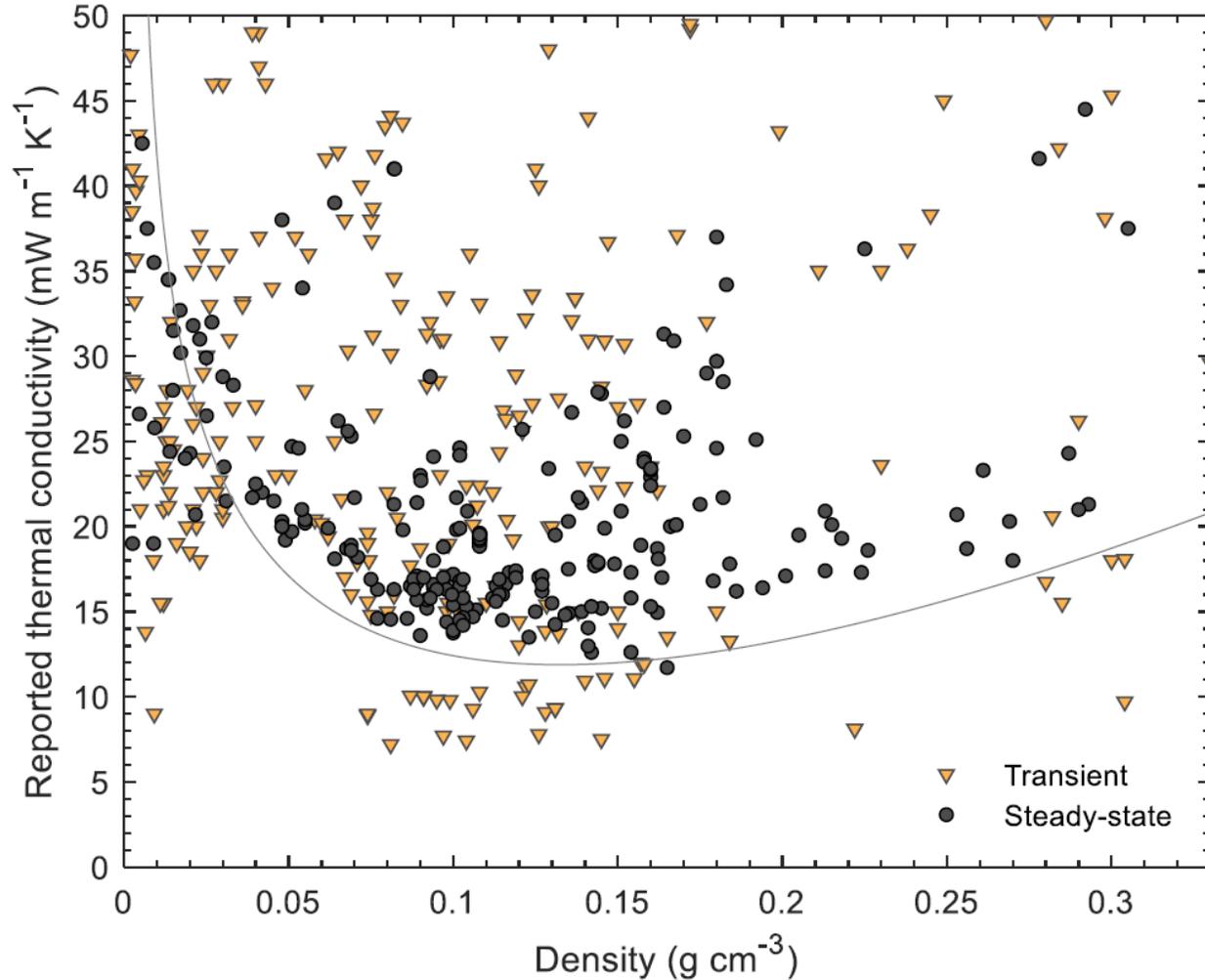
Temperature T / °C	Mean value of thermal conductivity λ / Wm <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup>
20	0.01937 ± 0.00016
40	0.02036 ± 0.00012
60	0.02167 ± 0.00020

$u_\lambda < 1\%$

Ebert, HP. et al. Int J Thermophys 42, 21 (2021)

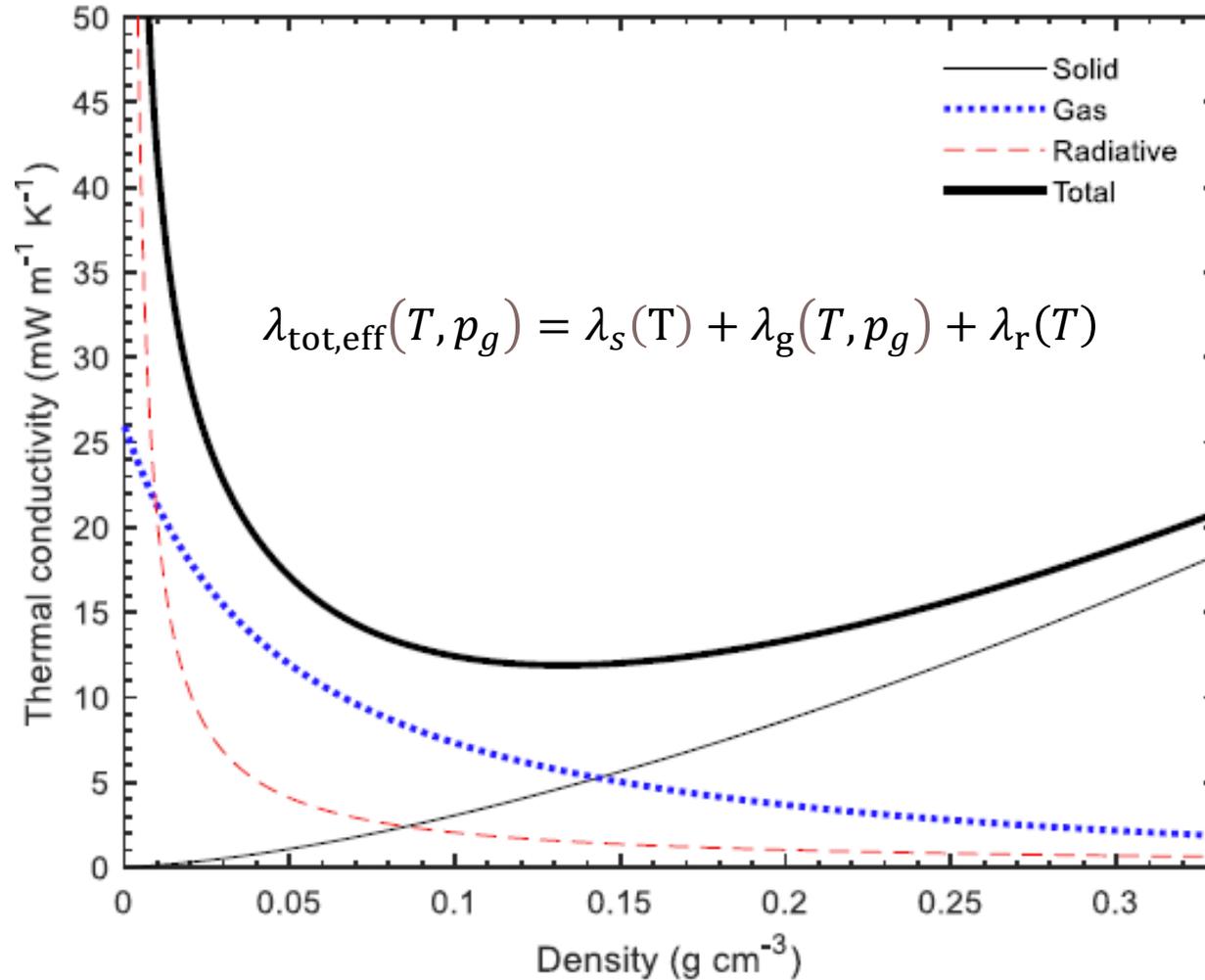
# Aktuelle Literaturübersicht

## Wärmeleitfähigkeitswerte von Aerogelen



- Malfait W. J., Ebert H.-P., Brunner S., Wernery J., Galmarini S., Zhao S., Reichenauer G. *The poor reliability of thermal conductivity data in the aerogel literature: a call to action!* Journal of Sol-Gel Science and Technology **109** 569–579, (2024)
- Ebert H.-P., Manara J., Reichenauer G. *Limits of Thermal Insulations: Heat Transfer within Evacuated Porous High-Performance Insulations* Int. J Thermophys 44:111 (2023)

# Wärmeleitfähigkeit von Aerogelen

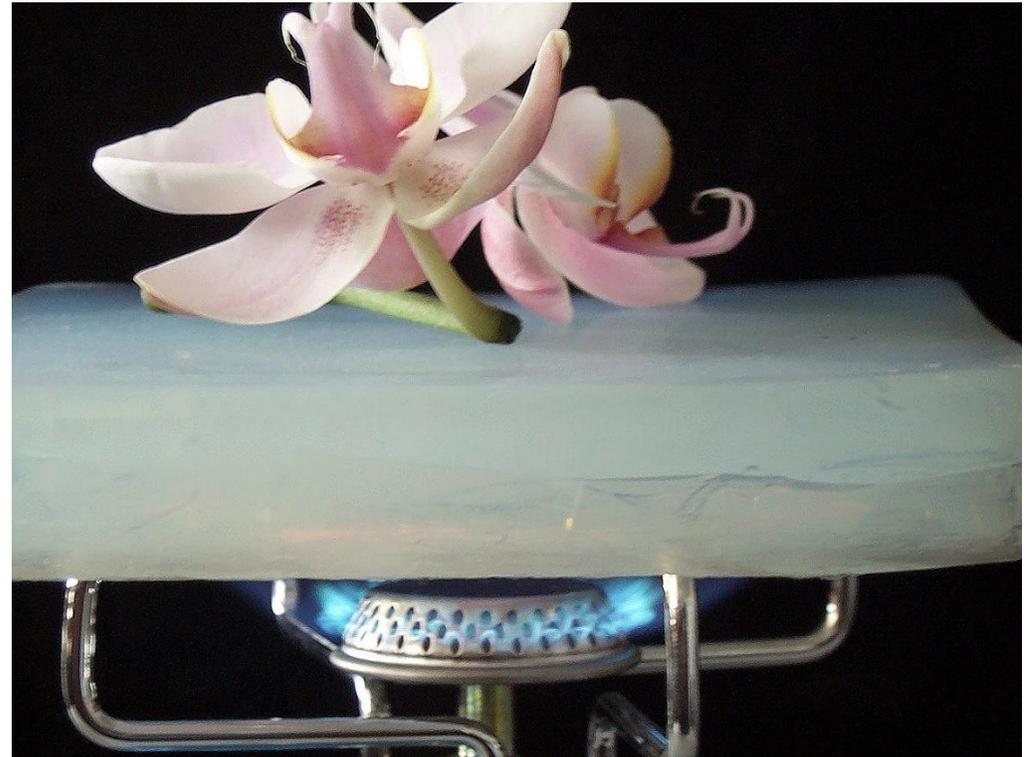
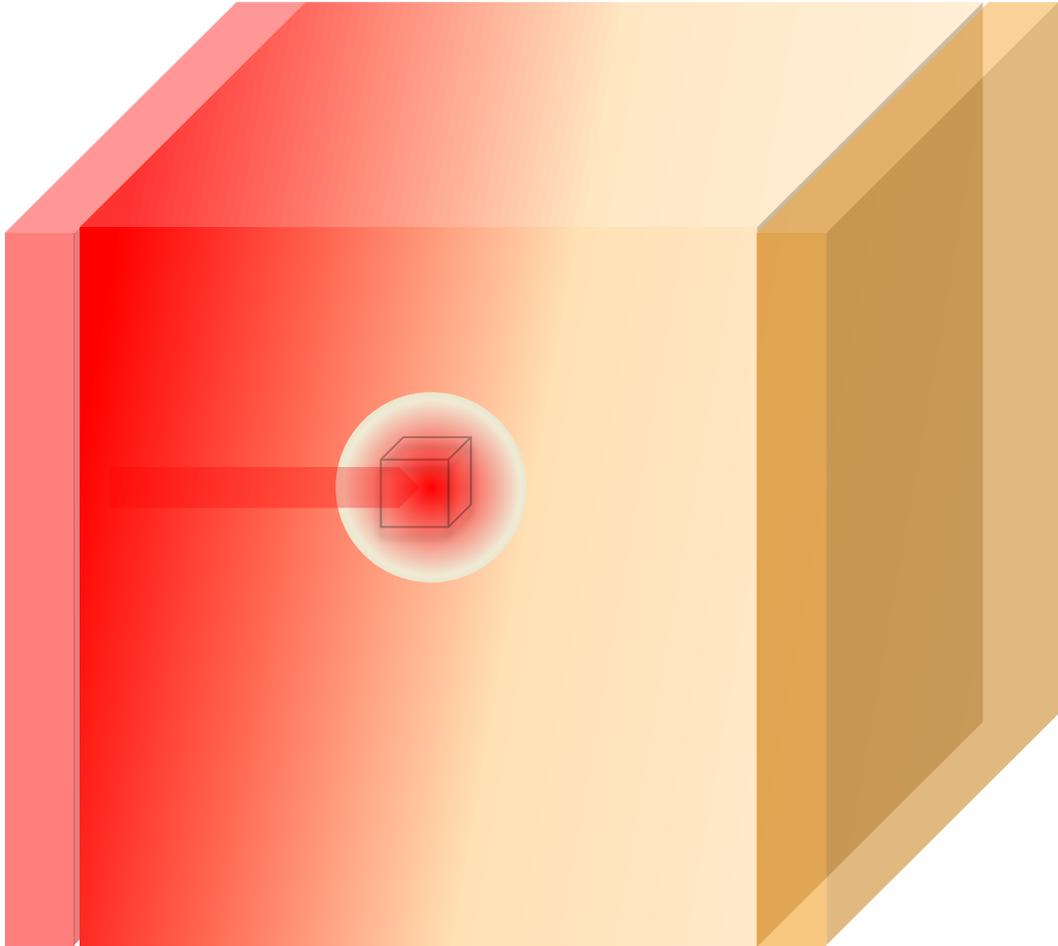


$$\lambda_s(T) = \lambda_0(T) \left( \frac{\rho}{\rho_0} \right)^\alpha$$

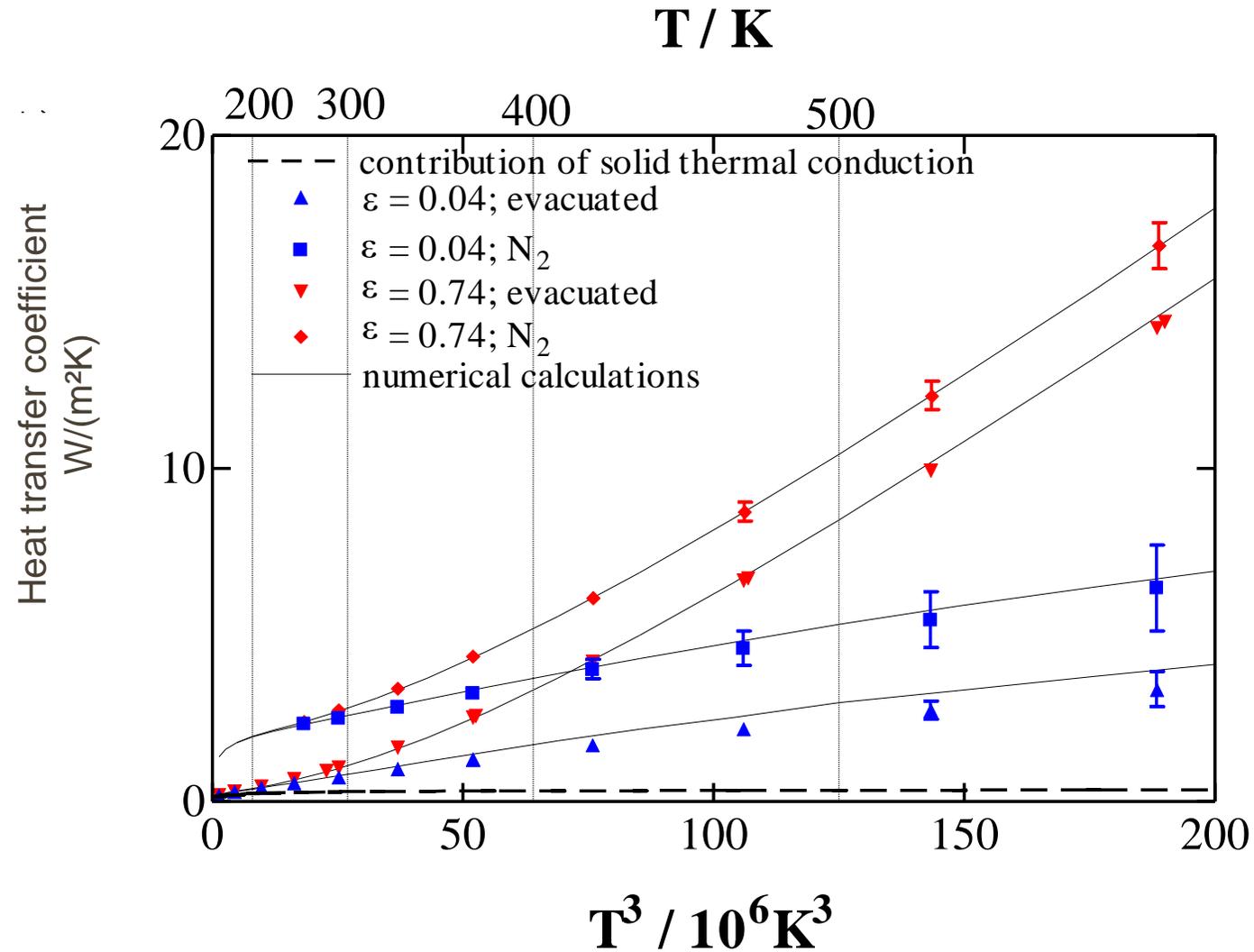
$$\lambda_g(p) = \frac{\lambda_{g,0} \cdot \Phi}{\left( 1 + 2 \cdot \beta \cdot \left( \frac{l_{g,0}}{D} \right) \cdot \left( \frac{p_0}{p} \right) \right)}$$

$$\lambda_r(T) = \frac{16}{3} \cdot \frac{\sigma \cdot n^2 \cdot T_r^3}{\rho \cdot e^*(T)}$$

# Strahlungswärmetransport in optisch dünnen Aerogelen

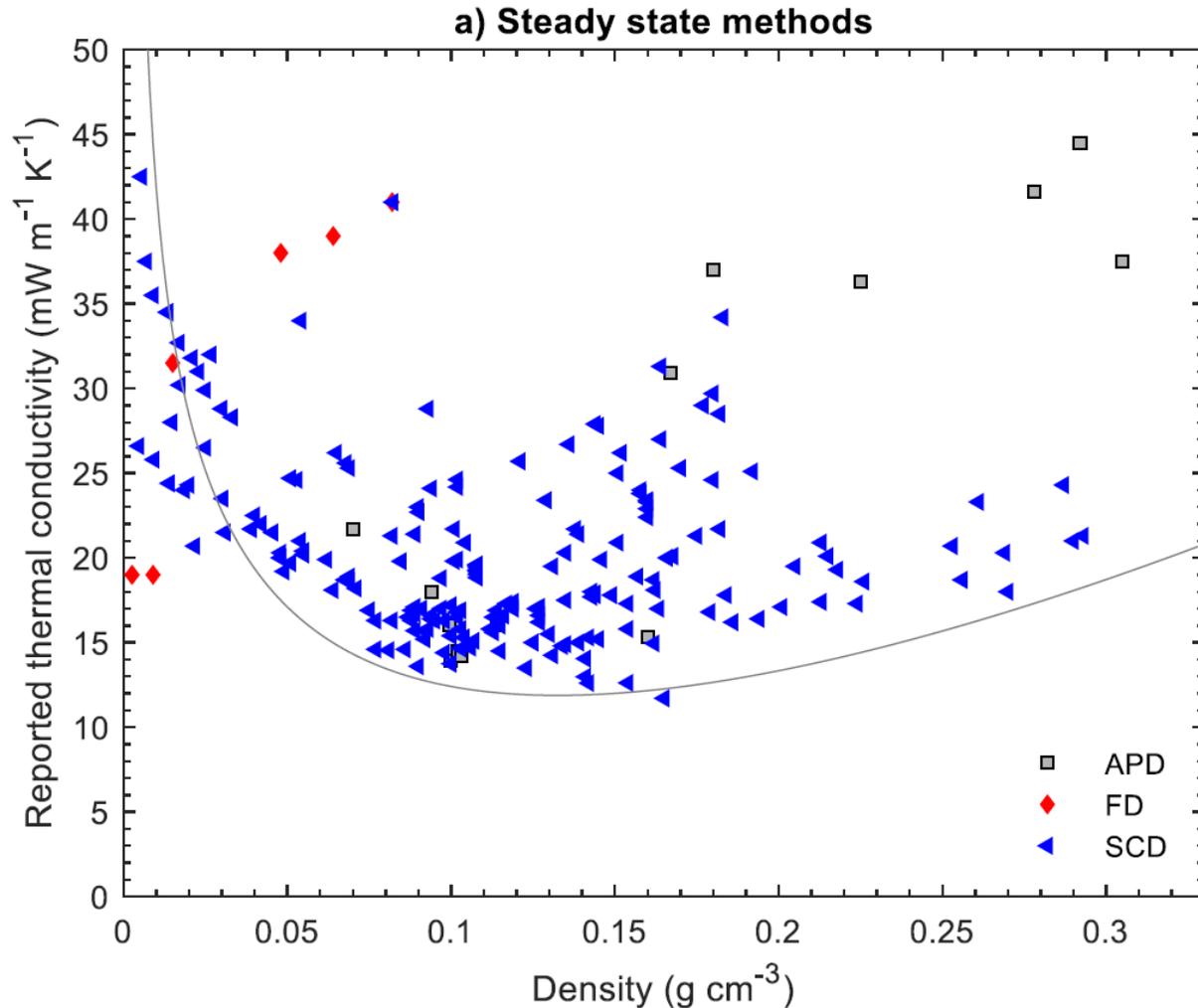


# Strahlungswärmeübertragung in optisch dünnen Aerogelen



# Aktuelle Literaturübersicht

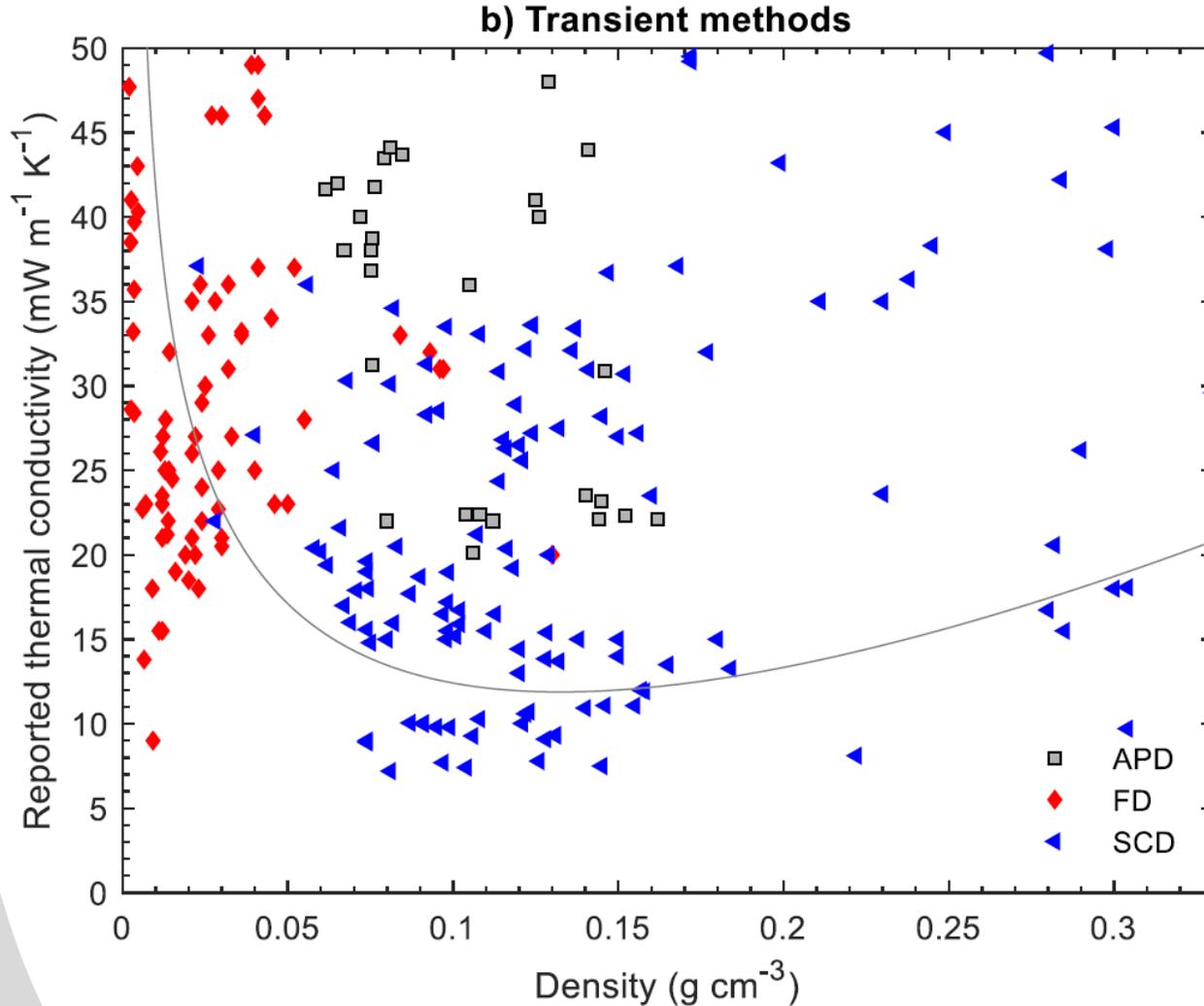
## Wärmeleitfähigkeitswerte von Aerogelen



APD: *Umgebungsdrucktrocknung*  
 FD: *Gefriertrocknung*  
 SCD: *überkritische Trocknung*

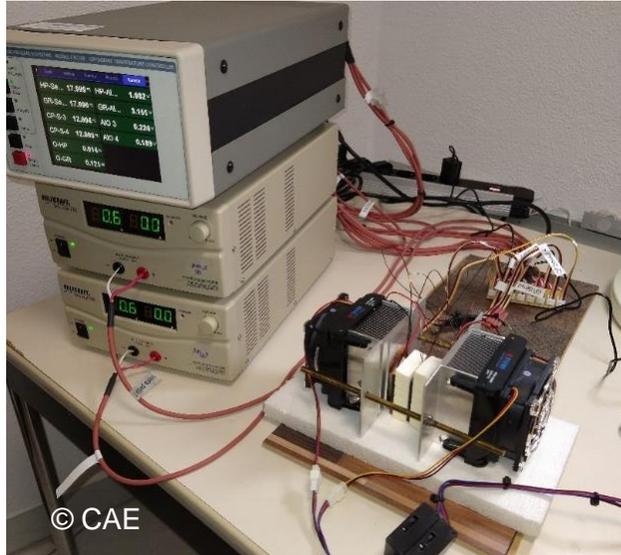
# Aktuelle Literaturübersicht

## Wärmeleitfähigkeitswerte von Aerogelen



*APD: Umgebungsdrucktrocknung*  
*FD: Gefriertrocknung*  
*SCD: überkritische Trocknung*

# Micro GHP für kleine Probenabmessungen



- Specimen size (50 x 50) mm<sup>2</sup>
- Total area: 50 x 50 mm<sup>2</sup>
- Round hot plate with rectangular guard ring
- Hot plate :  $\varnothing = 30.0$  mm
- Metering area:  $\varnothing = 30.5$  mm
- Joule heating
- Peltier cooling (+ heat sink and fan)
  
- Temperature range: -40 to 100°C (setup in climate chamber)
- Solid samples:
  - Thickness: 4.8 mm < d < 14.7 mm (range of measured samples)
  - Solid samples stacked and mechanically fixed
- Powder samples:
  - Special sample holder for powder specimen
  - Powder sample holder: d = 4.8 mm
- Expanded uncertainty (k=2): ~9 %
  - mainly due to thickness uncertainty

## Sonderaufbau für Kryotemperaturen:

- Helium cooling
- Mean temperatures as low as 16 K

## Schlussbemerkungen - Empfehlungen

- Idealfall: Messwerte der effektiven Gesamtwärmeleitfähigkeit innerhalb der verbundenen Unsicherheiten sind nahe den wahren Werte. Dies sollte bei allen optisch dicken Aerogel-Proben der Fall sein.
- Entscheidend ist die Erfahrung und das Bewusstsein, dass Proben mit erwartet niedrigen Wärmeleitfähigkeitswerten untersucht werden
- Messunsicherheiten hängen sowohl von der experimentellen Methode als auch davon ab, inwieweit die Probe für die spezifischen Messgeräte geeignet ist, z. B. in Bezug auf die Größe der Probe oder die äußeren Oberflächeneigenschaften.
- Für optisch dünne Aerogele, z.B. Ultra-Low-Density-Silica-Aerogele, die mit einer stationären Guarded-Hot-Plate-Methode gemessen werden, ist die Angabe eines Wärmeleitwertes fraglich.
- Gemäß den Richtlinien aus dem IEA EBC Annex 65 Subtask 2 für Wärmeleitfähigkeitsmessungen an Superisolationsmaterialien mittels GHP und HFM wird eine Mindesttemperaturdifferenz von 15 K empfohlen.

# Schlussbemerkungen - Empfehlungen

	Method	(An) Isotropy	Low IR-optical thickness	Granules/ Powders	Reference required
Steady State	Guarded-Hot-Plate	A/I	⚠	✓	
	Heat-Flow-Meter	A/I	⚠	✓	x
Transient	Hot-Wire	(A)/I	✓	⚠	
	Hot-Disc	I		⚠	recommended
	Laser-Flash	A/I	⚠	⚠	

Ebert H.-P. in Springer Handbook of Aerogels, Ed. Aegerter M. A., Leventis N., Koebel M., Steiner S.A., Series Title Springer Handbooks, Springer 2023