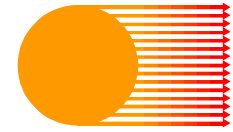


Diskussionshilfe zum Thema: Vergleich der Angaben in Datenblättern mit Ergebnissen der Wareneingangskontrolle

H. Mehling

ZAE Bayern, Am Hubland, 97074 Würzburg, www.zae-bayern.de
mehling@zae.uni-wuerzburg.de

- **Ausgangssituation**
- **Messtechnischer Hintergrund**
- **Diskussion: “gespeicherte Wärmemenge”**

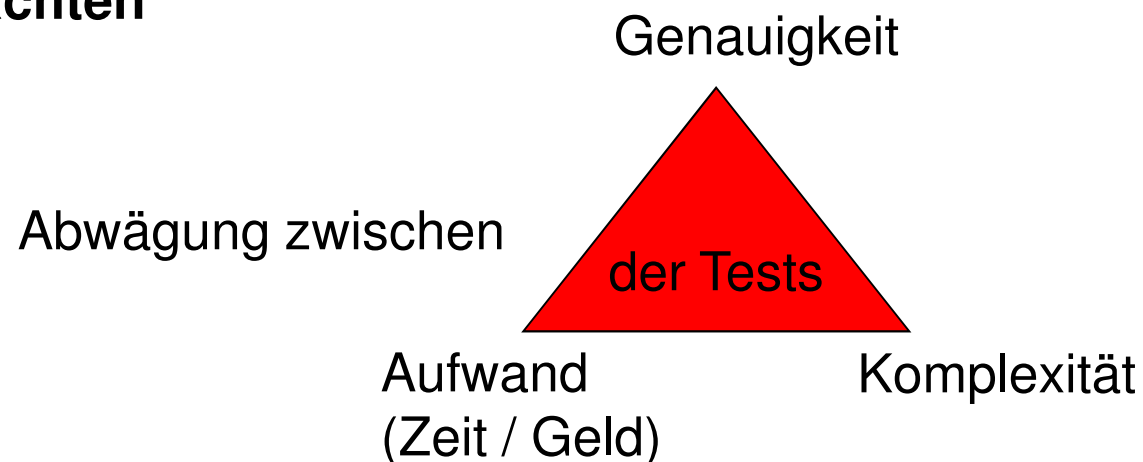


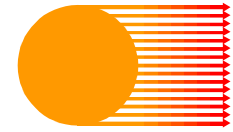
Ausgangssituation

Zusammenhang zwischen

- Erstprüfung
- Angabe in Datenblättern
- Eigenüberwachung
- Ergebnis der Wareneingangskontrolle

Praktische Rahmenbedingungen, jeweils für jeden der obigen Punkte zu betrachten





Erstprüfung

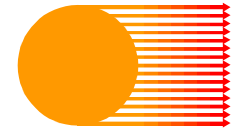
„Das Bestehen der Erstprüfung ist die Voraussetzung für die Verleihung und Führung des Gütezeichens der Gütegemeinschaft. Im Rahmen der Erstprüfung ist zu prüfen, ob die vom Antragsteller für das Gütezeichen angemeldeten PCM-Produkte die in den Güte- und Prüfbestimmungen niedergelegten **Anforderungen** lückenlos erfüllen.

...“ **Anforderungen trifft eigentlich bestenfalls bei der Zyklenstabilität den Punkt, bei der gespeicherten Wärmemenge und der Wärmeleitfähigkeit gibt es keine Anforderungen im eigentlichen Sinn**

→ Hohe Genauigkeit hat Priorität, daher werden hoher Aufwand und Komplexität der Tests akzeptiert

Angaben in Datenblättern

→ Genauigkeit hat Priorität, daher werden Angaben aus dem Ergebnis der Erstprüfung übernommen. Aus Gründen der Produkthaftung können reduzierte Werte bei den zugesagten Leistungen eingesetzt werden, z.B. reduzierte „gespeicherte Wärmemenge“, Betriebstemperaturbereich, ...



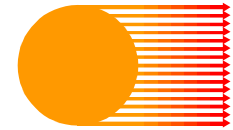
Eigenüberwachung

„Jeder Gütezeichenbenutzer hat zur Einhaltung der Güte- und Prüfbestimmungen eine kontinuierliche und jederzeit reproduzierbare Eigenüberwachung aller gütegesicherten PCM-Produkte durchzuführen.“

→ Hohe Genauigkeit hat nicht unbedingt Priorität; hoher Aufwand und Komplexität werden im allgemeinen nicht akzeptiert. Statt dessen wird oft das Produkt lediglich bezüglich charakteristischer Eigenschaften auf Veränderungen geprüft (z.B. Peakfläche, Onset- und Peak-Temperatur, ...).

Ergebnissen der Wareneingangskontrolle

→ Die Art der Wareneingangskontrolle, sowie der damit verbundene Aufwand und die erzielte Genauigkeit liegt in der Entscheidung des Käufers. Sie ist meist genauer als die Eigenüberwachung (da man den Lieferanten zusätzlich überprüfen will), jedoch ungenauer als die Erstprüfung. **Eine Übereinstimmung des Ergebnisses der Wareneingangskontrolle mit der Angabe in Datenblättern ist daher nicht zwingend!**



Messtechnischer Hintergrund

Zielsetzung

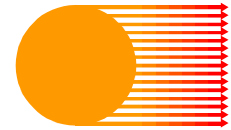
Gespeicherte Wärmemenge in vorgegebenen Temperaturintervallen

Messung

- Wahl des Messverfahrens (z.B. Differenz-Thermoanalyse)
- Wahl des Messgeräts (z.B. DSC Phönix 204)
- Wahl der Messmethode (z.B. dynamisch)
- Auswertung
- Darstellung (z.B. Tabellierung)

Material- und probenspezifische Probleme

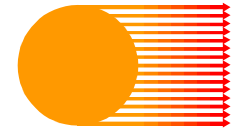
- Ist die Materialherstellung reproduzierbar?
- Ist das Material generell homogen? Zeigt das Material Unterkühlung?
- Ist die Probe repräsentativ für das Material?
- Ist die Probenentnahme reproduzierbar?



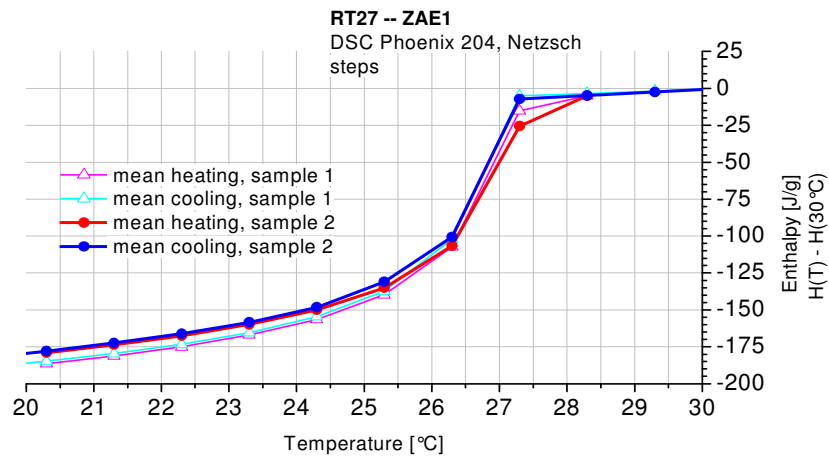
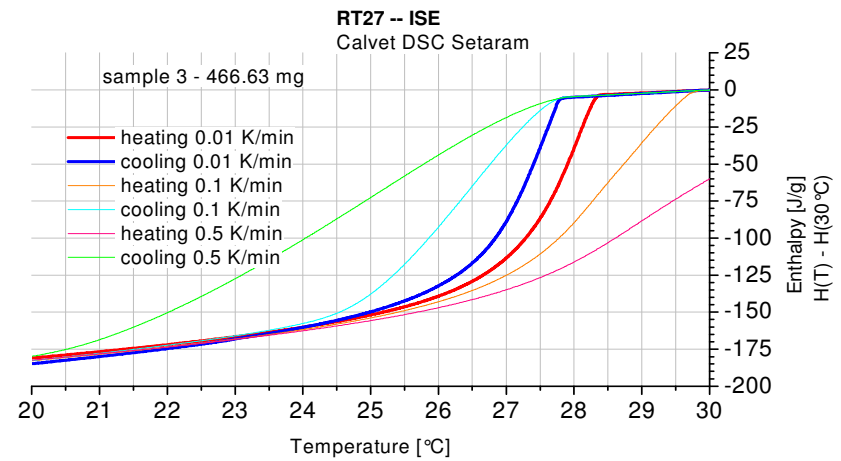
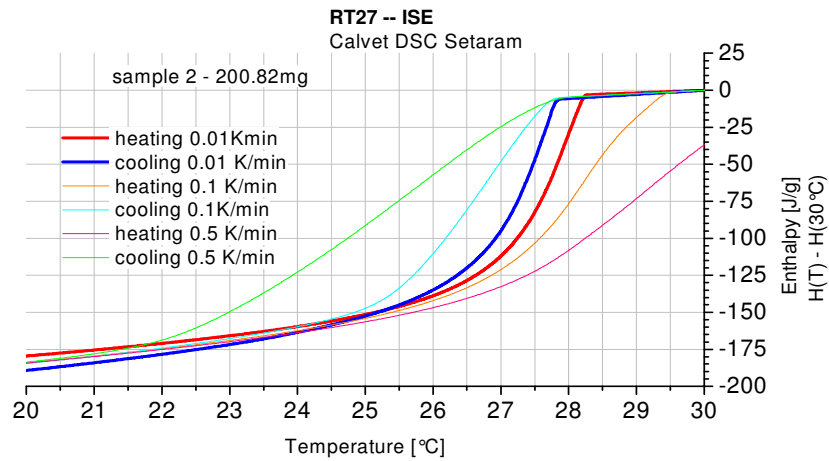
Durchführung eines Ringtests mit einem Paraffin und einem Salzhydrat

Gespeicherte Wärmemenge als Funktion der Temperatur bestimmt an

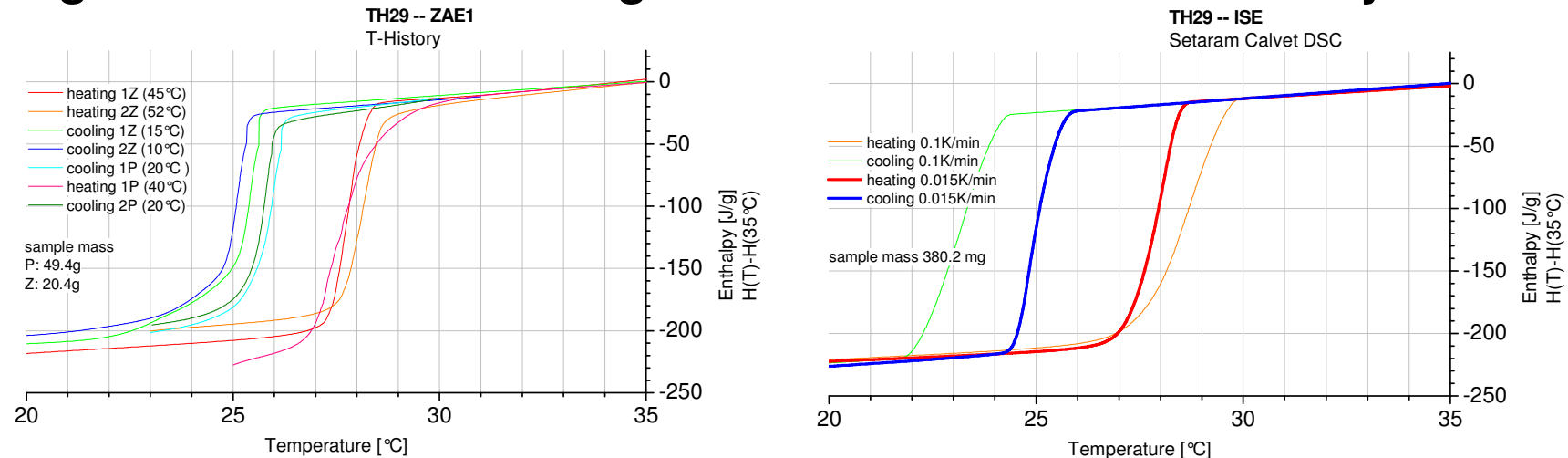
- gleichen Produktionschargen, mit
- unterschiedlicher
 - Wahl des Messverfahrens (z.B. Differenz-Thermoanalyse, Calvet, T-History)
 - Wahl des Messgeräts (z.B. DSC Phönix 204)
 - Wahl der Messmethode (z.B. dynamisch, Stufen, ...)
 - mit / ohne Unterkühlung?
 - Probenentnahme



Ergebnisse des ersten Ringtests in der GG an einem Paraffin



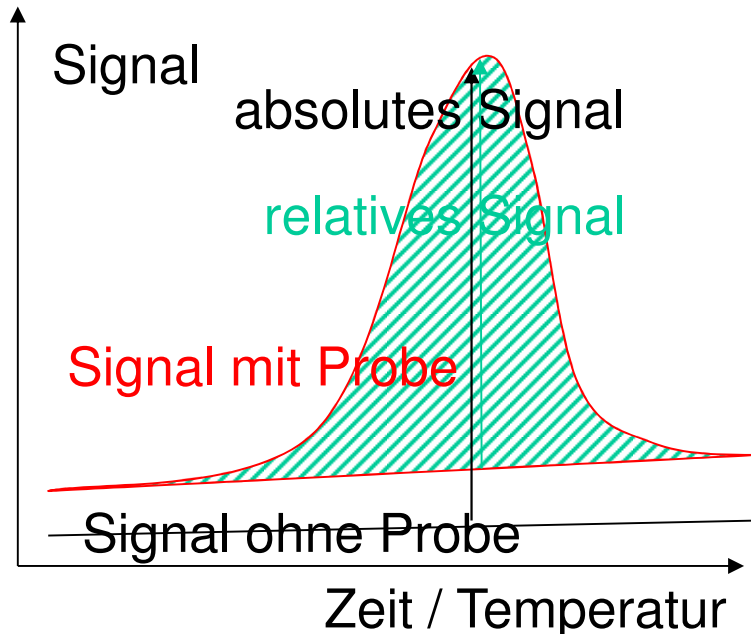
Ergebnisse des ersten Ringtests in der GG an einem Salzhydrat



Mit der richtigen Kombination aus kleiner Heiz- bzw. Kühlrate und geeigneter Probenmenge erhält man Übereinstimmung

- für den Temperaturverlauf von etwa $\pm 0.5^\circ\text{C}$, gegebenenfalls mehr wenn das thermodynamische Gleichgewicht nicht sicher erreicht wurde.
- für die im Phasenübergangsbereich gespeicherte Wärmemenge $\Delta_{pc}h$ von $\pm 10\%$ oder besser (dies gilt nicht für einzelne Temperaturpunkte im Phasenübergangsbereich, da z.B. eine Unsicherheit von 0.5°C bei einer Auflösung der tabellierten Daten von 1°C bei einem scharfen Schmelzpunkt bis zu 100% Fehler nach sich ziehen kann).

Diskussion: “gespeicherte Wärmemenge”



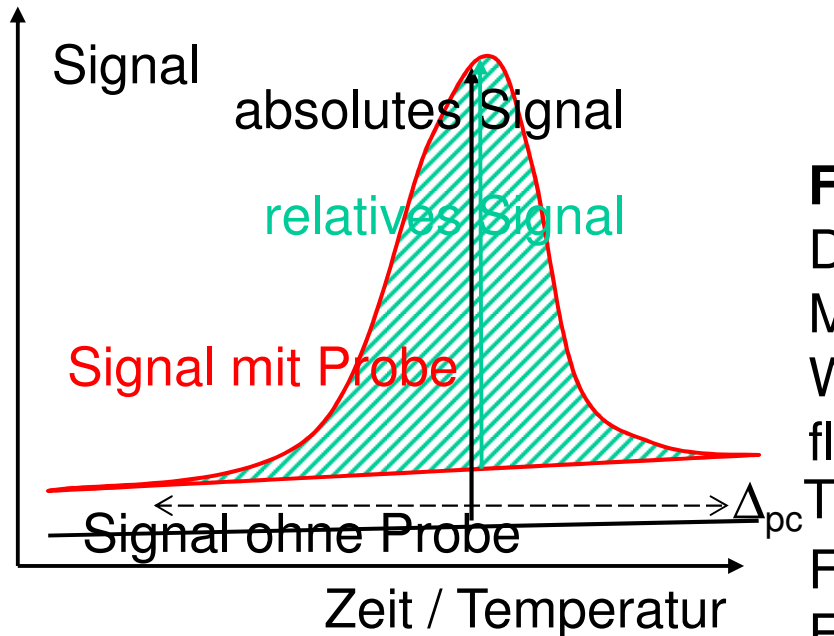
Erstprüfung / Angabe im Datenblatt

Ziel ist die gespeicherte Wärmemenge in vorgegebenen Temperaturintervallen. Diese berechnet sich aus der absoluten Signalthöhe (proportional zum Wärmestrom) multipliziert mit der Empfindlichkeit des Sensors. Um das absolute Signal zu kennen, muss zusätzlich das Signal ohne Probe bestimmt werden. Dies ist je nach Gerät mit erhöhtem Aufwand verbunden.

Ergebnis der Wareneingangskontrolle

Hier ist eine kleinere Genauigkeit im allgemeinen ausreichend. Daher wird auf die Bestimmung des absoluten Signals oft verzichtet und lediglich das relative Signale bezogen auf die Basislinie des peaks in der Rechnung verwendet. Der dann erhaltene Wert entspricht jedoch nicht der gesamten gespeicherten Wärmemenge!

Diskussion: “gespeicherte Wärmemenge”



Fehlerabschätzung

Die Differenz der Ergebnisse beider Methoden lässt sich über die Wärmekapazität im festen und im flüssigen Zustand abschätzen.

Für Paraffine ergibt sich so in etwa ein Fehler von $2\text{J/gK} \cdot \Delta_{pc} T$ wobei $\Delta_{pc} T$ gleich dem Temperaturintervall ist, über das integriert wurde. Bei einer Intervallbreite von 10°C ergeben sich so 20J/g , also oft mehr als 10% Abweichung.