

## Zastosowanie stanowiska do pomiarów przewodnictwa cieplnego w celu poszukiwania nowych, korzystnych dla środowiska, gipsowych rozwiązań materiałowych w budownictwie

### Application of experimental setup for the thermal conductivity measurement for searching novel environmental material solutions used in construction

Karol Prałat<sup>1\*</sup>, Mirosław Grabowski<sup>2</sup>, Łukasz Majewski<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Instytut Budownictwa, Wydział Budownictwa, Mechaniki i Petrochemii, Politechnika Warszawska, ul. Łukasiewicza 17, 09-400 Płock

<sup>2</sup>Instytut Inżynierii Mechanicznej, Wydział Budownictwa, Mechaniki i Petrochemii, Politechnika Warszawska, ul. Łukasiewicza 17, 09-400 Płock

\*corresponding author; e-mail: Karol.Pralat@pw.edu.pl

#### Streszczenie

Prezentowana praca zawiera dane doświadczalne dotyczące wpływu lekkich wypełniaczy na wartość przewodnictwa cieplnego  $\lambda$  gipsu. W badaniach użyto mikrosfer glinokrzemianowych. Zastosowano 10% dodatek mikrosfer w stosunku do masy gipsu. Do pomiaru przewodnictwa cieplnego wykorzystano metodę niestacjonarną, opartą na metodzie „gorącego drutu”. Zaobserwowano spadek przewodności cieplnej i gęstości wraz z dodatkiem lekkiego wypełniacza ze względu na modyfikację mikro struktury produktu gipsowego. Wykonano ponadto zdjęcia mikroskopowe przełamów modyfikowanych gipsów.

**Słowa kluczowe:** przewodnictwo cieplne, mikroaddaty, metoda gorącego drutu, mikrosfery

#### Summary

The presented work includes experimental data on the influence of lightweight filler on the thermal conductivity of  $\lambda$  gypsum. In this research, cenospheres were used. Cenospheres were added in the amount of 10% in respect to the mass of gypsum. To measure thermal conductivity, a non-stationary method was used based on the “hot wire method”. A decrease of thermal conductivity and density with added lightweight filler was observed because of microstructure modifications of the gypsum product. Additional microscopic images of the fractures of the modified gypsum were made.

**Keywords:** thermal conductivity, micro additives, hot wire method, cenospheres

#### 1. Wprowadzenie

Współczesne państwa i gospodarki światowe rozumieją potrzebę ochrony środowiska. Troska o środowisko wyraża się w dążeniu do zmniejszenia emisji gazów cieplarnianych, ochrony wód i gleby, zmniejszenia hałasu, zagospodarowania odpadów, poszukiwaniu alternatywnych źródeł energii oraz szeroko pojętej oszczędności energii. Współczesne budownictwo, w którym spędzamy około 80% naszego życia, stanowi ważny element naszego środowiska i krajobrazu. Podczas projektowania i wykonywania budowli duże znaczenie ma zapewnienie odpowiedniego stanu środowiska wewnętrznego, zarówno pod kątem zdrowotnym jak też wygody użytkowania. W wielu przypadkach istotne jest również poszanowanie środowiska naturalnego.

#### 1. Introduction

Modern countries and world economies understand the need to protect the environment. Concern for the environment is expressed in striving to reduce greenhouse gas emissions, protect water and soil, reduce noise, manage waste, search for alternative energy sources and broadly understood energy savings. Modern construction, in which we spend about 80% of our lives, is an important element of our environment and landscape. When designing and constructing buildings, it is important to ensure the proper condition of the internal environment, both in terms of health and comfort of use. In many cases, it is also important to respect the natural environment.

Działania nauki oraz przemysłu prowadzą do ograniczenia strat ciepłych środowiska wewnętrznego. Różnymi metodami dąży się do zmniejszenia zapotrzebowania na energię i jej zużycie. Oszczędność energii jest zagadnieniem pierwszoplanowym w większości typów budowli. Dąży się do osiągnięcia, w możliwie największym stopniu, niezależności energetycznej budynku od zewnętrznych systemów zasilania.

W budynkach ekologicznych stosuje się różne metody zmniejszenia energochłonności, mające na celu zmniejszenie zużycia energii konwencjonalnej, a w konsekwencji ochronę środowiska. Ten cel jest osiąganym głównie dzięki:

- wykorzystaniu energii ze źródeł odnawialnych,
- stosowaniu systemów odzyskujących ciepło,
- wprowadzaniu niekonwencjonalnych metod pozyskiwania, magazynowania oraz konwersji energii.

W ramach nowoczesnych, korzystnych dla środowiska rozwiązań materiałowych, obecnie poszukuje się izolacji oraz kompozytów budowlanych o małych wartościach współczynnika przewodnictwa cieplnego  $\lambda$ . Znajomość wartości tego współczynnika dla wielu materiałów jest bardzo ważna w praktyce inżynierskiej oraz w badaniach eksperymentalnych. Jest on jednym z najważniejszych właściwości termicznych materiałów obok ciepła właściwego,  $C_p$ , gęstości,  $\rho$ , oraz dyfuzyjności cieplnej,  $a$ . Obecnie wiele ośrodków badawczych (1-5) zajmuje się poszukiwaniem nowych metod jego wyznaczania oraz udoskonalaniem już istniejących stanowisk pomiarowych, pozwalających coraz dokładniej wyznaczać wartości współczynników  $\lambda$ .

Przewodnictwo cieplne jest bardzo ważną właściwością materiałową w budownictwie ekologicznym. W dobie oszczędności energii oraz ochrony środowiska poszukuje się nowych materiałów izolacyjnych o bardzo małej wartości  $\lambda$ . Obecnie wytwarza się nowe kompozytowe materiały budowlane, w których mikrostrukturę wbudowywane są mikro- oraz nanomateriały, takie jak polimery, aerozele, mikro sfery czy geopolimery (5-8). Takie działania naukowe i przemysłowe sprzyjają powstawaniu nowoczesnych i szybkich metod pomiarowych właściwości termicznych.

W niniejszej pracy przedstawiono pomiar przewodnictwa cieplnego  $\lambda$  gipsu oraz jego modyfikacji, oparty na zaprojektowanym stanowisku pomiarowym wykorzystującym metodę „gorącego drutu”. Autorzy zaproponowali pomiar przewodnictwa próbki wzorcowej dla różnych mocy grzejnych drutu przy założeniu, że stała materiałowa powinna być niezależna od wielkości elektrycznych. Podjęto również próbę pomiaru przewodności cieplnej materiałów gipsowych modyfikowanych mikrosferami. Przypuszcza się, że ich dodatek może mieć znaczący wpływ na krystalizację siarczanu wapnia (gipsu), na szybkość i sposób wiązania w nim wody oraz powstawanie porów. Ważnym aspektem jest wpływ mikrododatku na wartość przewodnictwa gotowych materiałów budowlanych – głównie gipsów.

Mikrododatki są nowymi i jeszcze mało poznanymi materiałami stosowanymi w budownictwie. Istnieją dane na temat właściwości

The activities of science and industry lead to the reduction of heat losses of the internal environment. Various methods are used to reduce energy demand and consumption. Energy saving is a top priority in most types of buildings. The aim is to achieve, as far as possible, the building's energy independence from external power systems.

In ecological buildings, various methods of reducing energy consumption are used to reduce the consumption of conventional energy and, consequently, protect the environment. This goal is mainly achieved due to:

- the use of energy from renewable sources,
- the use of heat recovery systems,
- introducing unconventional methods of obtaining, storage, and converting energy.

As part of modern, environmentally friendly material solutions, insulation and building composites with low values of the thermal conductivity coefficient  $\lambda$  are currently being sought. The knowledge of the value of this coefficient for many materials is very important in engineering practice and experimental research. It is one of the most important thermal properties of materials, apart from specific heat,  $C_p$ , density,  $\rho$  and thermal diffusivity,  $a$ . Currently, many research centres (1-5) are looking for new methods of its determination and improving the already existing measuring stations, allowing more and more accurate determination of the values of the coefficients  $\lambda$ .

Thermal conductivity is a very important material property in ecological construction. In the era of energy saving and environmental protection, new insulating materials with a very low  $\lambda$  value are sought. Currently, new composite building materials are produced in which micro-, and nanomaterials, such as polymers, aerogels, microspheres, and geopolymers are embedded in the microstructure (5-8). Such scientific and industrial activities favour the development of modern and quick methods of measuring thermal properties.

The present paper reports the measurement of the thermal conductivity coefficient  $\lambda$  of gypsum and its modification, based on a designed test stand using the “hot wire” method. The authors proposed to measure the conductivity of a reference sample for different heating powers of the wire, assuming that the material constant should be independent of electrical quantities. An attempt was also made to measure the thermal conductivity of gypsum materials modified with microspheres. It is presumed that their presence may have a significant influence on the crystallization of gypsum, on the rate and mechanism of water binding in it, and on the formation of pores. An important aspect is the influence of micro-additives on the conductivity value of finished building materials - mainly gypsum.

Micro-additives are new and still little known materials used in construction. There are data on the thermal properties of gypsum-based materials. However, there are not many experimental studies and analyses, especially comparisons of innovative gypsum

termicznych czystego gipsu. Nie ma jednak wielu badań eksperymentalnych i analiz, zwłaszcza porównania nowatorskich kompozytów gipsowych modyfikowanych mikrosferami z dotychczas stosowanymi materiałami. Zostało to przedstawione w tym artykule.

## 2. Materiały i metody

### 2.1. Materiały

Jako materiał wyjściowy w pracy zastosowano gips budowlany [Dolina Nidy, Pińczów] oraz mikrododatek, którym były mikrosfery glinokrzemianowe [Eko Export, Bielsko-Biała]. Mikrosfery są lekkimi, cienkościennymi pustymi kulkami, które są produktami ubocznymi spalania pyłu węglowego w elektrowniach ciepłych. Ze względu na swoje właściwości są potencjalnie interesującym wypełniaczem i mogą być wykorzystywane do produkcji kompozytów cementowych (9). Niewiele jest natomiast wzmianek o zastosowaniu tego mikrododatku do gipsów. Wielkość cząstek mikrosfer z popiołu lotnego, stosowanych w badaniach, wynosiła 50–150  $\mu\text{m}$ . Główne składniki chemiczne zastosowanych mikrosfer to:  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (34–38%),  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (1–3%),  $\text{SiO}_2$  (50–60%),  $\text{CaO}$  (1–4%),  $\text{MgO}$  (0,2–2%) oraz  $\text{TiO}_2$  (0,5–3%). Głównym składnikiem zastosowanego w badaniach spoiwa, był półwodny siarczan wapnia  $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ , stanowiący 91%. Resztę stanowił bezwodny siarczan wapnia – anhydryt  $\text{CaSO}_4$ , oraz zanieczyszczenia.

Na rys. 1 pokazano zdjęcia wykorzystanych substancji za pomocą laboratoryjnego mikroskopu stereoskopowego, przy zastosowaniu powiększenia 100 $\times$  i kamery Moticam, co umożliwiło obserwację szczegółów o rozmiarach do 20  $\mu\text{m}$ .

### 2.2. Przygotowanie próbek

Zastosowano stały stosunek wody do gipsu  $w/g = 0,75$ . Mieszaninę przygotowano z 2 kg proszku gipsowego oraz zawiesiny 200 g [10% masy gipsu] mikrosfer w 1,5  $\text{dm}^3$  wody destylowanej. Próbkę wzorcowa nie zawierała mikrosfer. Składniki mieszano wolnoobrotowym mieszadłem obrotowym przez 1 minutę w temperaturze 20°C. Po zakończeniu mieszania mieszaninę wlewo do formy o kształcie prostopadłościanu. Na rysunku 2 przedstawiono zdjęcia mikroskopowe stwardniałego gipsu oraz gipsu z dodatkiem

composites modified with cenospheres with the materials used so far. It has been presented in this paper.

## 2. Experimental

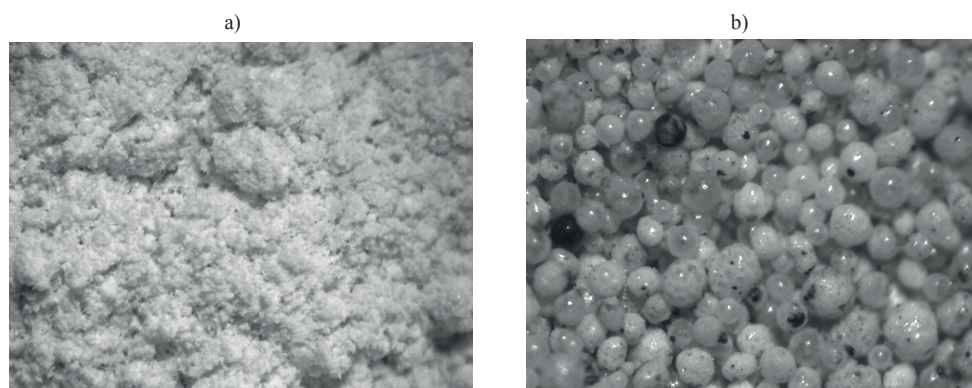
### 2.1. Materials

Natural gypsum [Dolina Nidy, Pińczów] and aluminosilicate cenospheres [Eko-Export, Bielsko-Biała, Poland] were used as the starting material for the study. Microspheres are light, thin-walled hollow spheres that are by-products of pulverized coal combustion in thermal power plants. Due to their properties, they are a potentially interesting filler and can be used in the production of cement composites (9). However, there is little mention of the use of this micro-additive for gypsum. The particle size of the fly ash cenospheres used in the research was 50–150  $\mu\text{m}$ . The main chemical components of the microspheres used are:  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (34–38%),  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (1–3%),  $\text{SiO}_2$  (50–60%),  $\text{CaO}$  (1–4%),  $\text{MgO}$  (0.2–2%) and  $\text{TiO}_2$  (0.5–3%). The main component of the binder used in the research was calcium sulphate hemihydrate  $\text{CaSO}_4 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$ , constituting 91%. The rest was anhydrous calcium sulphate -  $\text{CaSO}_4$  anhydrite, and impurities.

Fig. 1 shows photographs of the materials used, made with a laboratory stereoscopic microscope with Moticam camera, using a 100  $\times$  magnification, which enabled the observation of details up to 20  $\mu\text{m}$ .

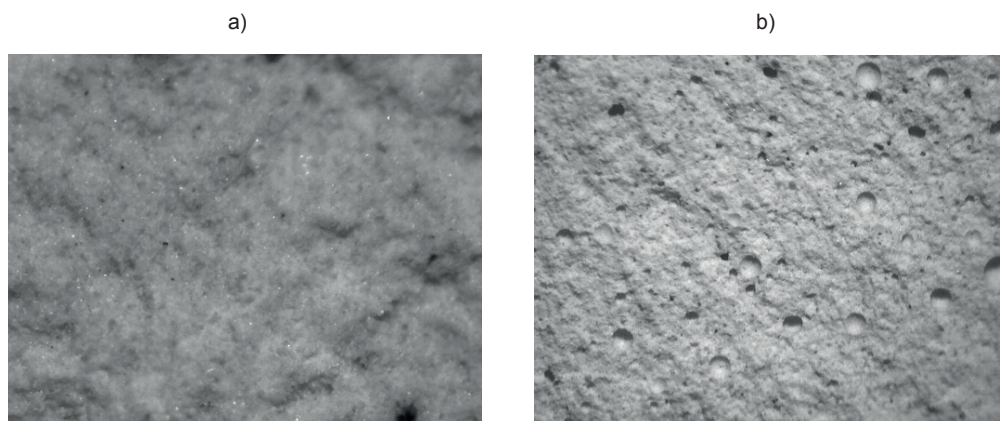
### 2.2. Sample preparation

Constant water to gypsum ratio  $w/g = 0.75$  was used. The mixture was prepared from 2 kg of gypsum powder and a suspension of 200 g [10% of gypsum mass] of cenospheres in 1.5  $\text{dm}^3$  of distilled water. The reference sample did not contain any cenospheres. The ingredients were mixed with a low-speed rotary mixer for 1 minute at 20°C. After mixing, the mixture was poured into a prismatic mould. Figure 2 shows microphotographs of the hardened gypsum and gypsum with the addition of microspheres, after 35 days of curing. It was noticed that the addition of cenospheres [Fig. 2b] increased the porosity in comparison to the gypsum sample without their addition [Fig. 2a].



Rys. 1. Zdjęcia mikroskopowe materiałów wykorzystanych w badaniach: a) gips, b) mikrosfery

Fig. 1. Microphotographs of materials used in experiments: a) gypsum, b) cenospheres



Rys. 2. Zdjęcia mikroskopowe stwardniałych próbek: a) gips, b) gips z mikroferami  
 Fig. 2. Microphotographs of hardened a) reference sample, b) sample with cenospheres

mikrosfer, po 35 dniach procesu dojrzewania próbki. Zauważono, że dodatek mikrosfer [rys. 2b] spowodował zwiększenie porowatości, w porównaniu z próbką gipsową bez ich dodatku [rys. 2a].

Właściwości bloków gipsowych scharakteryzowano, wyznaczając ich gęstość  $\rho$ , przewodnictwo cieplne  $\lambda$  oraz porowatość, po 35 dniach suszenia w warunkach laboratoryjnych.

### 2.3. Stanowisko pomiarowe

Metoda „gorącego drutu”, oparta na nieustalanej wymianie ciepła, należy do jednej z najbardziej interesujących metod, z powodu swojej prostoty i łatwości realizacji oraz dokładności. Polega ona na ulokowaniu drutu grzejnego wewnątrz badanego materiału i pomiarze jego temperatury w funkcji czasu. Idea eksperymentu zakłada umieszczenie w materiale źródła ciepła, zasilanego prądem elektrycznym w taki sposób, że strumień ciepła jest stały w czasie. Pomiar współczynnika przewodzenia ciepła odbywa się zatem pośrednio w warunkach nagrzewania materiału przez określenie prędkości nagrzewania. W układzie  $T - \ln t$ , po tzw. okresie przejściowym, zależność przyjmuje charakter liniowy (1, 4).

Na potrzeby pomiarów przewodności cieplnej  $\lambda$  wykonano sterowane komputerowo stanowisko eksperymentalne, opisane dokładnie w pracy (10). Nadmienić należy, iż podstawowym jego elementem była próbka gipsowa o wymiarach 50×50×305 mm, zawierająca osiowo umieszczony grzejnik z drutu oporowego Kanthal, o średnicy 0,2 mm. Do grzejnika zamocowany został w sposób trwały miniaturowy rezystancyjny czujnik temperatury typu Pt100. Charakterystyczną cechą platynowych czujników rezystancyjnych jest przyrost ich rezystancji w funkcji temperatury. W niewielkim przedziale temperatury przyrost ten traktować można jako liniowy.

Czujniki temperatury współpracowały z modulem pomiarowym NI-9217 firmy National Instruments, który następnie połączony został z modulem pośredniczącym cDAQ 9171, przekazującym zakodowany sygnał temperatury do komputera sterującego procesem. Moduł pomiarowy NI-9217 ma możliwość konfiguracji dwóch trybów pracy: próbkowanie pomiaru z wysoką rozdzielczością lub próbkowanie z wysoką częstotliwością [rys. 3]. Do obsługi stanowiska zostało napisane dedykowane oprogramowanie w środowisku

The properties of gypsum blocks were characterized by determining their density  $\rho$ , thermal conductivity  $\lambda$  and porosity, after 35 days of drying in laboratory conditions.

### 2.3. Measuring stand

The hot-wire method, based on non-stationary heat transfer, is one of the most interesting methods because of its simplicity, ease of implementation, and accuracy. It consists of placing a heating wire inside the tested material and measuring its temperature, as a function of time. The idea behind the experiment is to place a heat source in the material, powered by electricity in such a way that the heat flux is constant over time. Thus, the measurement of the thermal conductivity coefficient takes place indirectly under the conditions of heating the material by determining the heating rate. In the  $T - \ln t$  system, after the so-called transition period, the relationship becomes linear (1, 4).

For the purposes of measuring thermal conductivity  $\lambda$ , a computer-controlled experimental stand was designed, described in details in (10). It should be noted that its basic element was a plaster sample with dimensions of 50 × 50 × 305 mm, containing an axially placed Kanthal resistance wire heater with a diameter of 0.2 mm. A miniature resistance temperature sensor, Pt100 type, was permanently attached to the heater. A characteristic feature of platinum resistance sensors is the increase in their resistance as a function of temperature. In a small temperature range, this increase can be treated as linear.

The temperature sensors connected with the National Instruments NI-9217 measurement module, which was then connected to the cDAQ 9171 intermediate module, transmitting the coded temperature signal to the process control computer. The NI-9217 measurement module has the ability to configure two operating modes: measurement sampling with high resolution or sampling with high frequency [Fig. 3]. Dedicated software in the LabView environment was designed to operate the stand. The software made it possible to set the voltage and set the limitation of the supply current, and thus indirectly the heating power, to read the actual parameters, and also to save them on the computer disk.

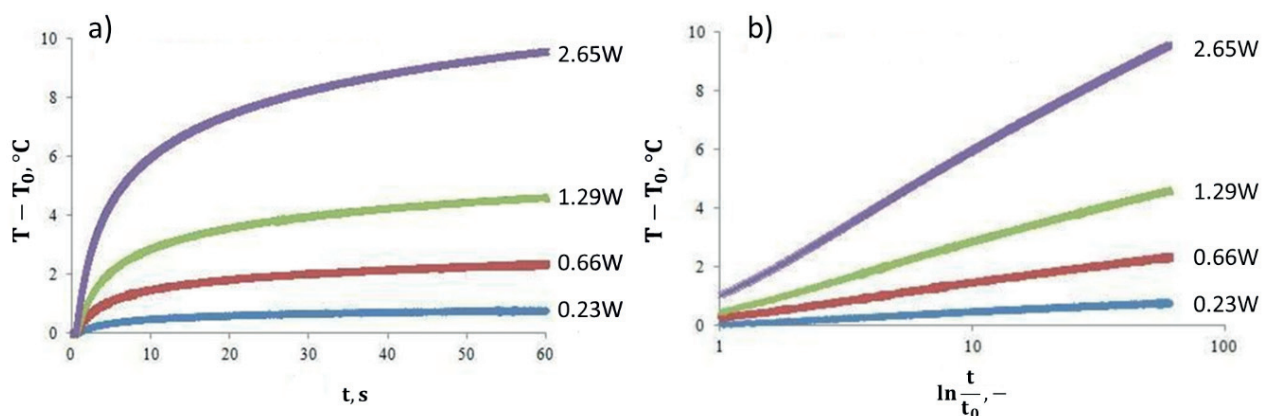
LabView. Oprogramowanie umożliwiło zadawanie napięcia i ustawianie ograniczenia prądu zasilającego, a więc pośrednio mocy grzejnej, odczyt rzeczywistych parametrów, a także ich zapis na dysku komputera. Program umożliwiał również wybór odpowiednich sekwencji czasowych zasilania i rejestracji danych.

#### 4. Wyniki pomiarów

Próbka gipsowa po 35 dniach suszenia do suchej masy miała gęstość  $1007 \text{ kg/m}^3$  oraz porowatość  $57,1\%$ .

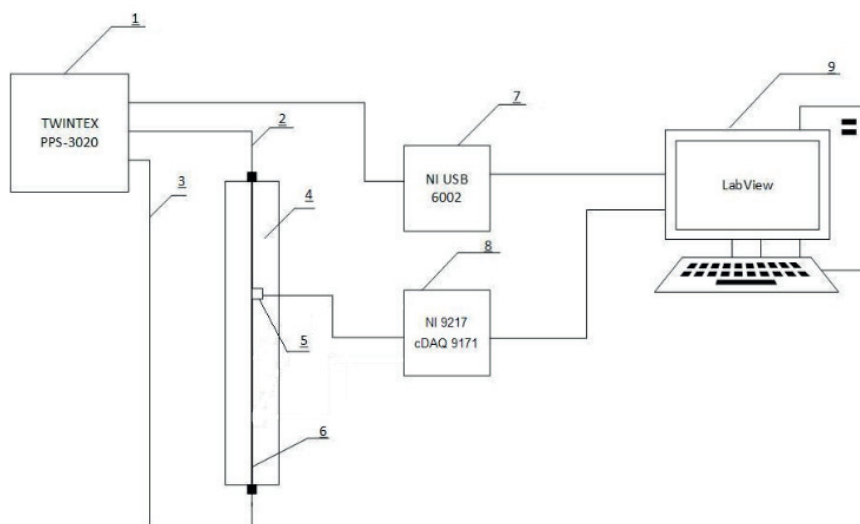
Podczas badań wykonano osiem serii pomiarów, stosując różne moce zastosowanego elementu grzejnego, w przedziale od  $0,23 \text{ W}$  do  $2,65 \text{ W}$ . Pomiar temperatury trwał 1 minutę i był rejestrowany w odstępach, co  $0,01 \text{ s}$ . Dla wszystkich badanych próbek gipsowych wykonano wykresy zależności  $T - T_0 = f(t)$  oraz  $T - T_0 = f(\ln t)$  i wyznaczono współczynnik kierunkowy prostej,  $S$ . Na rysunku 4 pokazano przykładowe wykresy dla wzorcowej próbki gipsowej. Wynika z nich, że im większą moc zastosowano, tym większy przyrost temperatury  $\Delta T = T - T_0$  drutu grzejnego zarejestrowano.

Przewodnictwo cieplne wzorcowej próbki gipsowej obliczono na podstawie wzoru [1] dla wszystkich ośmiu wariantów mocy grzania. Otrzymane wyniki zestawiono w tabelicy 1 i porównano z wartością literaturową. Doświadczalna wartość  $\lambda_{\text{exp}}$  różniła się maksymalnie od wartości literaturowej o  $5,4\%$  w przypadku mocy wynoszącej  $2,14 \text{ W}$ . Najmniejsze rozbieżności pomiędzy otrzymanymi wartościami pomiarowymi a wielkością teoretyczną uzyskano dla dwóch mocy:  $0,23 \text{ W}$  oraz  $0,42 \text{ W}$  i wynosiły ok.  $2\%$ .



Rys 4. Wykres zmiany temperatury drutu grzejnego próbki gipsowej dla różnych mocy grzania drutu grzejnego: a) w funkcji czasu, b) w funkcji logarytmu naturalnego czasu [ $t_0 = 1 \text{ s}$ ]

Fig. 4. The temperature change of the heating wire for different heating powers of the heating wire: a) as a function of time, b) as a function of the natural logarithm of time [ $t_0 = 1 \text{ s}$ ]



Rys. 3. Stanowisko do pomiaru przewodnictwa cieplnego  $\lambda$  metodą „gorącego drutu” (10): 1 – regulowany zasilacz prądu stałego, 2, 3 – przewody zasilające, 4 – badana próbka, 5 – czujnik Pt100, 6 – drut grzejny, 7 – rejestrator danych, 8 – moduł wejściowy rezystancyjnego czujnika temperatury, 9 – komputer

Fig. 3. Experimental stand for measuring thermal conductivity  $\lambda$  with the “hot wire” method (10): 1 – regulated DC power supply, 2, 3 – power cables, 4 – tested sample, 5 – Pt100 sensor, 6 – heating wire, 7 – data logger, 8 – resistance temperature sensor input module, 9 – computer

The program also made it possible to select the appropriate time sequences of power supply and data recording.

#### 4. Results

After 35 days of drying to constant mass, the gypsum sample had a density of  $1007 \text{ kg/m}^3$  and a porosity of  $57.1\%$ .

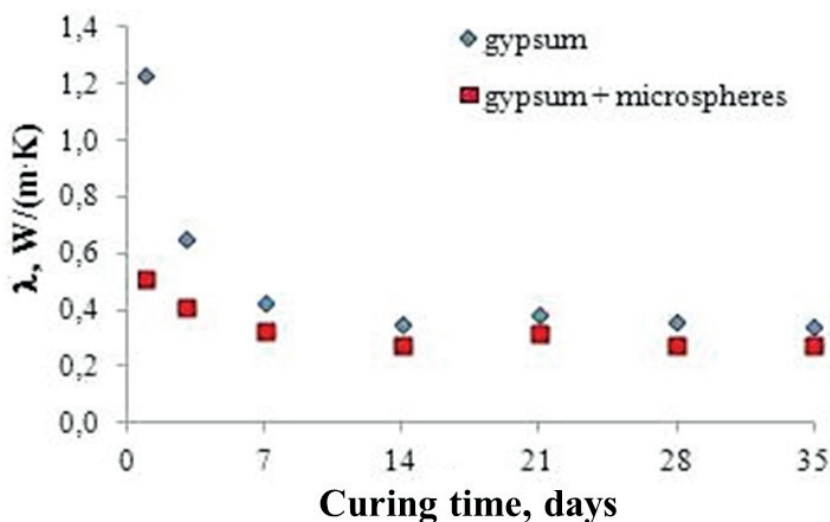
During the tests, eight series of measurements were made, using different powers of the heating wire in the range from  $0.23 \text{ W}$  to  $2.65 \text{ W}$ . The temperature measurement lasted 1 minute and was recorded at intervals of  $0.01 \text{ s}$ . Relationships  $T - T_0 = f(t)$  and  $T - T_0 = f(\ln t)$  were plotted and the slope of the straight line,  $S$  was determined. Figure 4 shows example graphs for a standard

$$\lambda = \frac{Q}{4\pi L} \cdot \frac{1}{S} = \frac{q}{4\pi} \cdot \frac{1}{S} \quad [1]$$

Do badań przewodnictwa cieplnego gipsu modyfikowanego mikrosferami zastosowano jedną moc wynoszącą 0,2 W. Wyznaczano przewodnictwo cieplne bloków gipsowych bez i z mikrosferami po 1, 3, 7, 21, 28 oraz 35 dniach, od ich wykonania. Równocześnie wyznaczano gęstość gipsowych bloków. Na tej podstawie wykonano wykresy zmiany przewodnictwa cieplnego w kolejnych dniach badań [rys. 5] oraz w funkcji zmieniającej się gęstości [rys. 6]. Zauważono, że od 14 dnia dojrzewania próbek przewodnictwo cieplne pozostało na niezmiennym poziomie.

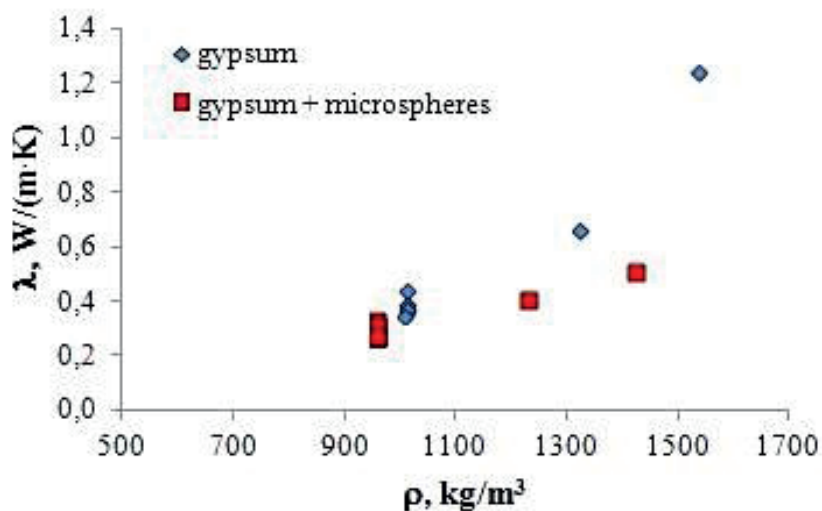
Na podstawie pomiarów zaproponowano ogólne zależności zmiany przewodnictwa cieplnego z czasem dojrzewania próbek  $\lambda = f(d)$  [2] oraz ze zmieniającą się gęstością  $\lambda = f(\rho)$  [3]:

$$\lambda = A \cdot d^B \quad [2]$$



Rys. 5. Zmiany przewodności cieplnej bloków z czystego gipsu oraz gipsu z mikrosferami w funkcji czasu dojrzewania

Fig. 5. Changes in the thermal conductivity of pure gypsum blocks and gypsum blocks with microspheres as a function of curing time



Rys. 6. Wykres zależności  $\lambda = f(\rho)$  próbek gipsowych o różnej gęstości [zawartości wody]

Fig. 6. Thermal conductivity as a function of the density [water content] of the gypsum blocks with and without cenospheres

Tablica 1 / Table 1

UZYSKANE WARTOŚCI PRZEWODNICTWA CIEPLNEGO  $\lambda_{exp}$  CZYSTEGO GIPSU DLA RÓŻNYCH ZASTOSOWANYCH MOCY GRZANIA  $q$   
THE THERMAL CONDUCTIVITY  $\lambda_{exp}$  OF PURE PLASTER SAMPLE, MEASURED AT THE DIFFERENT HEATING POWERS  $q$

| Q, W | $\Delta T$ , °C | $\lambda_{exp}$ , W/(m·K) | $\lambda_{lit}$ , W/(m·K) |
|------|-----------------|---------------------------|---------------------------|
| 0,23 | 0,81            | 0,3441                    | 0,3537                    |
| 0,42 | 1,52            | 0,3482                    |                           |
| 0,66 | 2,38            | 0,3474                    |                           |
| 0,95 | 3,46            | 0,3407                    |                           |
| 1,29 | 4,66            | 0,3389                    |                           |
| 1,69 | 6,13            | 0,3385                    |                           |
| 2,14 | 7,79            | 0,3346                    |                           |
| 2,65 | 9,62            | 0,3358                    |                           |

gypsum sample. They show that the higher the power used, the greater the temperature increase  $\Delta T = T - T_0$  of the heating wire was recorded.

The thermal conductivity of the standard gypsum sample was calculated based on the formula [1] for all eight variants of the heating power used. The obtained results are summarized in Table 1 and compared with the literature value. The experimental value of  $\lambda_{exp}$  differed from the literature value by up to 5.4% for the power of 2.14 W. The smallest discrepancies between the obtained measurement values and the theoretical value were obtained for two powers: 0.23 W and 0.42 W and were approx. 2%.

$$\lambda = \frac{Q}{4\pi L} \cdot \frac{1}{S} = \frac{q}{4\pi} \cdot \frac{1}{S} \quad [1]$$

The thermal conductivity of gypsum modified with cenospheres was measured using 0.2 W heating power. The thermal conductivity of gypsum blocks with and without cenospheres was determined after 1, 3, 7, 21, 28, and 35 days of curing. At the same time, the density of the gypsum blocks was determined. On this basis, thermal conductivity values were plotted in the function of curing time [Fig. 5] and as a function of density [Fig. 6]. It was noticed that the thermal conductivity remained virtually unchanged after the 14<sup>th</sup> day of curing.

Based on the measurements, general relationships between the thermal conductivity and the curing time of the samples  $\lambda = f(d)$  [2] as well as the changing density  $\lambda = f(\rho)$  [3] were proposed:

$$\lambda = A \cdot d^B \quad [2]$$

$$\lambda = C \cdot \rho - D \quad [3] \quad \text{Tablica 2 / Table 2}$$

W tych równaniach  $A, B, C, D$  są stałymi, zamieszczonymi w tablicy 2.

Właściwości bloków gipsowych bez i z dodatkiem mikrosfer po 35 dniach dojrzewania, zestawiono w tabl. 3. Otrzymana wartość przewodnictwa gipsu z mikrosferami była o 14% mniejsza niż próbki wzorcowej.

#### 4.1. Oszacowanie błędu pomiaru przewodnictwa cieplnego

Pomiary przewodnictwa cieplnego należą do pomiarów współzależnych, nazywanych także równoczesnymi, ponieważ pomiar i rejestracja wszystkich wartości pomiarowych zostały wykonane w tych samych warunkach. Ocena niepewności opiera się na teorii, która zakłada, że błąd pomiaru ma charakter losowy i dlatego podlega odpowiednim statystykom.

W tym przypadku końcowy błąd pomiaru jest określany głównie przez „niepewność pomiaru typu B” użytych przyrządów pomiarowych, metodologii lub błędów losowych. Należy przyjąć, że błędy losowe i metodyczne są bardzo małe i można je zaniedbać. A zatem na niepewność końcowego pomiaru mają wpływ błędy pomiarowe przyrządów. Ta niepewność jest stosunkiem granicy błędu instrumentu do wartości mierzonej i maleje wraz ze wzrostem tej wartości. Względna niepewność złożonego, niezależnego, losowego pomiaru przewodności cieplnej gipsu obliczono na podstawie wzoru [4]:

$$\frac{u(\lambda)}{\lambda} = \sqrt{\delta(U)^2 + \delta(I)^2 + \delta(l)^2 + \left[\frac{\delta(t_1)}{\ln t_1}\right]^2 + \left[\frac{\delta(t_2)}{\ln t_2}\right]^2 + \delta(T_1)^2 + \delta(T_2)^2} = 0,861\% \quad [4]$$

gdzie:

$\delta U$  – niepewność pomiaru napięcia na drucie grzejnym,

$\delta I$  – niepewność pomiaru natężenia prądu przepływającego przez drut grzejny,

$\delta l$  – niepewność pomiaru długości drutu grzejnego,

$\delta t_1$  – niepewność pomiaru czasu  $t_1$ ,

$\delta t_2$  – niepewność pomiaru czasu  $t_2$ ,

$\delta T_1$  – niepewność pomiaru temperatury  $T_1$ ,

$\delta T_2$  – niepewność pomiaru temperatury  $T_2$ .

Niepewność bezwzględnego pomiaru przewodności cieplnej próbek gipsowych można określić na podstawie zależności [5]:

$$u(\lambda) = \Delta\lambda = 0,00861 \cdot \lambda \quad [5]$$

Z bardzo dużym prawdopodobieństwem można uznać, że nieznamna wartość przewodnictwa cieplnego zawiera się w przedziale [6]:

STALE  $A, B, C, D$  W RÓWNANIACH [2] ORAZ [3]

$A, B, C, D$  CONSTANTS FOR EQUATIONS [2] AND [3]

| Material / Materiał                      | Constant / Stała |       |        |       |
|--|------------------|-------|--------|-------|
|  | A                | B     | C      | D     |
| Gypsum / Gips                            | 1.042            | 0.342 | 0.0015 | 1.129 |
| Gypsum + cenospheres / Gips + mikrosfery | 0.496            | 0.175 | 0.0005 | 0.149 |

Tablica 3 / Table 3

GEŚCİŚC  $\rho$ , POROWATOŚĆ  $p$  I PRZEWODNICTWO CIEPLNE  $\lambda$  PRÓBEK GIPSOWYCH PO 35 DNIACH DOJRZEWANIA

DENSITY,  $\rho$ , POROSITY,  $p$  AND THERMAL CONDUCTIVITY  $\lambda$  OF GYPSUM SAMPLES AFTER 35 DAYS OF CURING

| Material / Materiał                      | Property / Właściwość      |         |                           |
|--|----------------------------|---------|---------------------------|
|  | $\rho$ , kg/m <sup>3</sup> | $p$ , % | $\lambda_{exp}$ , W/(m·K) |
| Gypsum / Gips                            | 1007                       | 57.1    | 0.3441                    |
| Gypsum + cenospheres / Gips + mikrosfery | 957                        | 59.3    | 0.2979                    |

$$\lambda = C \cdot \rho - D \quad [3]$$

Values of  $A, B, C$ , and  $D$  constants are presented in Table 2.

Properties of gypsum blocks without and with the addition of cenospheres after 35 days of curing, are summarized in Table 3. The obtained conductivity value of the gypsum with cenospheres was 14% lower than that of the reference sample.

#### 4.1. Estimation of thermal conductivity determination error

Measurements of thermal conductivity belong to interdependent measurements, also called simultaneous, because the measurement and recording of all measured values were made under the same conditions. The uncertainty assessment is based on the theory that the measurement error is random and is therefore subject to relevant statistics. In this case, the final measurement error is mainly determined by the “Type B measurement uncertainty” of the measurement instruments used, methodology, or random errors. It should be assumed that the random and method errors are very small and can be neglected. Thus, the uncertainty of the final measurement is affected by measuring devices errors. This uncertainty is the ratio of the instrument error limit to the measured value and it decreases with the increase of this value. The relative uncertainty of the composite, independent, random measurement of the thermal conductivity of gypsum was calculated using the formula [4]:

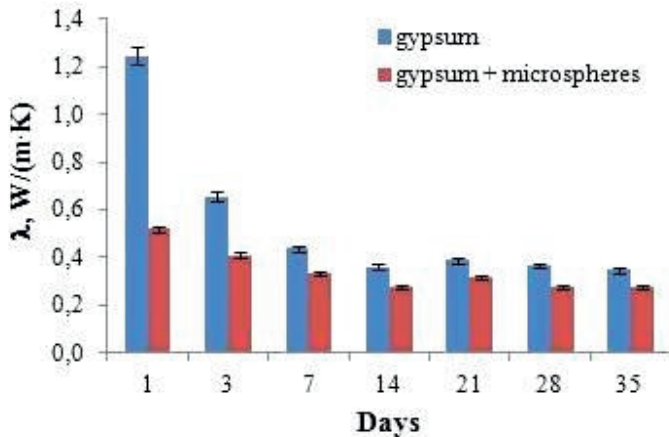
$$\frac{u(\lambda)}{\lambda} = \sqrt{\delta(U)^2 + \delta(I)^2 + \delta(l)^2 + \left[\frac{\delta(t_1)}{\ln t_1}\right]^2 + \left[\frac{\delta(t_2)}{\ln t_2}\right]^2 + \delta(T_1)^2 + \delta(T_2)^2} = 0.861\% \quad [4]$$

$$(0,99139 \cdot \lambda) \leq \lambda \leq (1,00861 \cdot \lambda) \quad [6]$$

Dodatkowo dla zależności  $\lambda = f(d)$  dokonano obliczeń słupków błędów i przedstawiono je na rys. 7.

## 5. Wnioski

1. Na potrzeby badań przewodnictwa cieplnego gipsów zaprojektowano i zbudowano stanowisko pomiarowe, oparte na niestacjonarnej metodzie pomiaru „gorącego drutu”. Wykorzystano



Rys. 7. Obliczone słupki błędów wyznaczania przewodnictwa cieplnego

Fig. 7. Calculated error bars of thermal conductivity values determination

bardzo precyzyjny zestaw urządzeń do pomiaru temperatury drutu grzejjego oraz jej rejestracji.

2. Podczas eksperymentu wykorzystano element grzejny z możliwością zastosowania różnej mocy zawierającej się w przedziale 0,2÷2,7 W. Bardzo dużą zaletą eksperymentu był pomiar temperatury w odstępach co 0,01 s oraz bardzo krótki czas całego pomiaru, wynoszący zaledwie 1 minutę.
3. Potwierdzono, że przewodnictwo cieplne gipsu jest stałą materiałową i nie zależy od zastosowanej mocy drutu grzejjego.
4. Uzyskane eksperymentalnie wartości przewodnictwa cieplnego próbek gipsowych z dodatkiem mikrosfer były o 14% mniejsze niż wartość przewodnictwa próbki odniesienia wykonanej jedynie z gipsu.

## Literatura / References

1. D. Heim, A. Mrowiec, K. Prałat, Analysis and interpretation of results of thermal conductivity obtained by the hot wire method. *Exper. Techn.* **40**(2), 513-519 (2016).
2. S.S. Kim, S.R. Bhowmik, Thermophysical properties of plain yogurt as functions of moisture content. *J. Food Eng.* **32**(1), 109-124 (1997).
3. E. Yamasue, M. Susa, H. Fukuyama, K. Nagata, Thermal conductivities of silicon and germanium in solid and liquid states measured by non-stationary hot wire method with silica coated probe. *J. Cryst. Growth*, **234**(1), 121-131 (2002).
4. K. Prałat, Research on thermal conductivity of the wood and analysis

where:

- $\delta U$  - uncertainty of voltage measurement on the heating wire,
- $\delta I$  - uncertainty of the measurement of the current in the heating wire,
- $\delta l$  - uncertainty of the heating wire length measurement,
- $\delta t_1$  - uncertainty of time measurement  $t_1$ ,
- $\delta t_2$  - uncertainty of time measurement  $t_2$ ,
- $\delta T_1$  - temperature measurement uncertainty  $T_1$ ,
- $\delta T_2$  - temperature measurement uncertainty  $T_2$ .

The uncertainty of the absolute measurement of the thermal conductivity of gypsum samples can be determined based on the relationship [5]:

$$u(\lambda) = \Delta\lambda = 0,00861 \cdot \lambda \quad [5]$$

It can be concluded, with a very high probability, that the unknown value of thermal conductivity is in the range [6]:

$$(0,99139 \lambda) \leq \lambda \leq (1,00861 \lambda) \quad [6]$$

Additionally, for the relationship  $\lambda = f(d)$ , calculations of error bars were performed and are presented in Fig. 7.

## 5. Conclusions

1. A measuring stand was designed and built for the thermal conductivity of gypsums measurements, based on the non-stationary “hot wire” measurement method. A very precise set of devices for measuring the heating wire temperature and its registration was used.
2. During the experiment, a heating element was used with the possibility of using different power, ranging from 0.2-2.7 W. A very great advantage of the experiment was the temperature measurement at intervals of 0.01 s and a very short time of the entire measurement, amounting to only 1 minute.
3. It was confirmed that the thermal conductivity of gypsum is a material constant and does not depend on the power of the heating wire used.
4. The experimentally obtained values of thermal conductivity of gypsum samples with the addition of microspheres were 14% lower than the value of the reference sample made of gypsum only.



of results obtained by the hot wire method. *Exper. Techn.* **40**(3), 973-980 (2016).

5. D. Heim, A. Mrowiec, K. Prałat, M. Mucha, Influence of Tylose MH1000 Content on Gypsum Thermal Conductivity. *J. Mater. Civ. Eng.* **30**(3), (2018). [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0002177](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0002177).

6. J. Strzałkowski, H. Garbalińska, Thermal and strength properties of lightweight concretes with the addition of aerogel particles. *Adv. Cem. Res.* **28**(9), 567-575 (2016).

7. J.J. Chen, P.L. Ng, L.G. Li, A.K.H. Kwan, Production of high-performance concrete by addition of fly ash microsphere and condensed silica fume. *Proc. Eng.* **172**, 165-171 (2017).

8. D. Pernica, P.N.B. Reis, J.A.M. Ferreira, P. Louda, Effect of test conditions on the bending strength of a geopolymer-reinforced composite. *J. Mater. Sci.* **45**(3), 744 (2010).

9. W. Pichór, Properties of fiber reinforced cement composites with cenospheres from coal ash., *Proc. Int. Symp. Brittle Matrix Composites* **9**, A.M. Brandt, J. Olek, I.H. Marshall (Ed.), **8**, 245–254 (2009).

10. K. Prałat, M. Grabowski, W. Kubissa, R. Jaskulski, J. Ciernicka, Application of experimental setup for the thermal conductivity measurement of building materials using the "hot wire" method. *Sci. Rev. Eng. Environ. Sci.* **28**(1), 153-160 (2019). <https://doi.org/10.22630/PNIKS.2019.28.1.14>