

Vom Pulver zum Pellet: LFA-Analyse für die Energiespeicherung

Fabia Beckstein und Dorothea Stobitzer, Applications Laboratory Selb

Einleitung

Ionische Verbindungen wie Natriumnitrat (NaNO_3) und Natriumnitrit (NaNO_2) sind wichtige Materialien für die Entwicklung von Energiespeichersystemen. Neben ihrem Verhalten in der Schmelze ist auch die thermische Charakterisierung im festen Zustand von technischem Interesse – etwa für Feststoff-Wärmespeicher, für An- und Abfahrphasen von Speichersystemen unterhalb des Schmelzpunkts sowie zur Bewertung struktureller Umwandlungen im Kristallgitter, die die Materialeigenschaften beeinflussen können.

Zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit eignet sich die Laser-Flash-Analyse (LFA). Bei dieser Methode wird die Vorderseite einer scheibenförmigen Probe mit einem kurzen Laser- oder Lichtpuls erhitzt und der

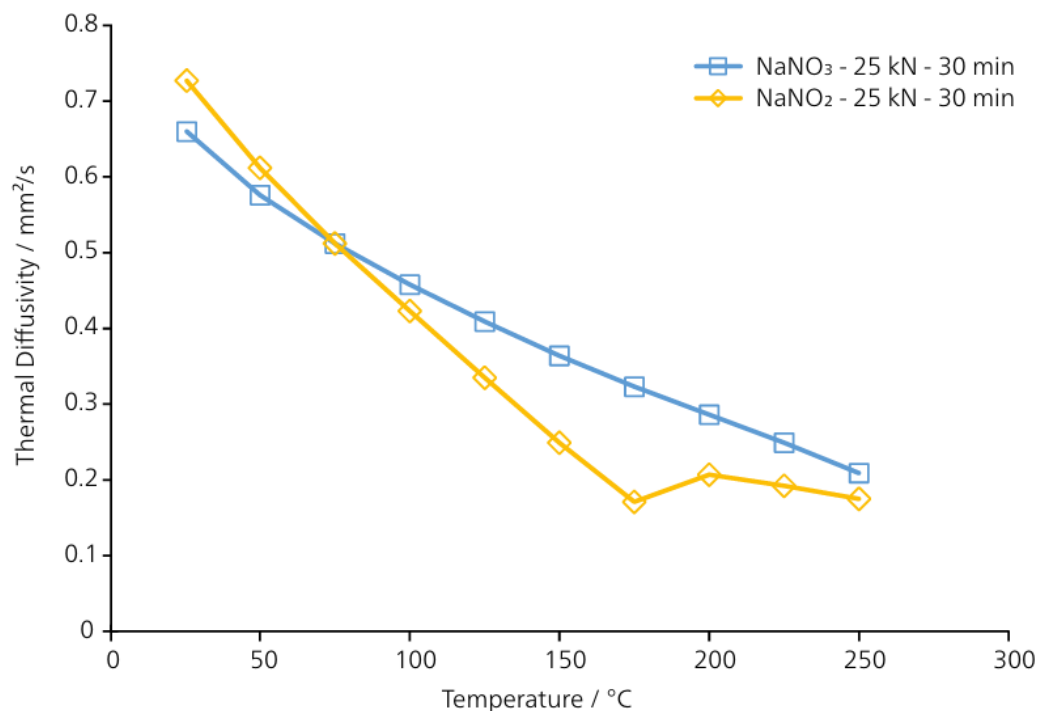
Temperaturanstieg auf der Probenrückseite zeitaufgelöst mit einem Infrarotdetektor erfasst. Aus dem zeitlichen Verlauf dieses Temperaturanstiegs wird die Temperaturleitfähigkeit der Probe berechnet. Die LFA ist eine berührungslose, schnelle und für viele Materialklassen – von Metallen über Keramiken bis hin zu Pulvern und Pellets – etablierte Methode zur Bestimmung thermophysikalischer Eigenschaften über einen weiten Temperaturbereich.

Messbedingungen

Die Salzpulver NaNO_3 und NaNO_2 wurden bei 25 kN für 30 Minuten zu Pellets verpresst, um für die LFA-Messung geeignete Festkörperproben zu erhalten. Die Messbedingungen sind in Tabelle 1 wiedergegeben.

Tabelle 1 Messbedingungen

Parameter	Wert
Probe	NaNO_3 / NaNO_2
Gerät	LFA 717 HyperFlash®
Detektor	InSb
Probenhalter	Ø 12,7 mm, Standard
Temperaturbereich	25 °C bis 250 °C
Probendimensionen	Ø 12,5 mm, ↓ 2 mm
Heizrate	10 K/min
Berechnungsmodell	Standard



1 Temperaturleitfähigkeit von NaNO₃ und NaNO₂ (fest) in Abhängigkeit von der Temperatur

Messergebnisse

Die Temperaturleitfähigkeit beider Proben nimmt mit steigender Temperatur ab, was für die meisten kristallinen Feststoffe aufgrund zunehmender Phonon-Phonon-Wechselwirkungen bei höheren Temperaturen zu erwarten ist. NaNO₂ zeigt zusätzlich ein lokales Minimum bei ca. 175 °C. Dies deutet auf eine fest-fest Phasenumwandlung im Kristallgitter von NaNO₂ hin. NaNO₃ zeigt im untersuchten Bereich keine vergleichbare Anomalie.

Zusammenfassung

Die Messungen zeigen, dass sich mit der LFA 717 HyperFlash® die Temperaturleitfähigkeit fester Salze wie NaNO₃ und NaNO₂ zuverlässig und mit geringem Probenpräparationsaufwand über einen weiten Temperaturbereich bestimmen lässt. Die Methode benötigt nur geringe Probenmengen, liefert Messergebnisse innerhalb weniger Sekunden pro Temperaturpunkt und ermöglicht dadurch eine effiziente Untersuchung ganzer Temperaturprofile.

Darüber hinaus zeigt das Beispiel von NaNO₂, dass die LFA nicht nur zur reinen Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit, sondern auch zur indirekten Detektion von Festkörper-Phasenumwandlungen genutzt werden kann: Anomalien im Kurvenverlauf, wie das beobachtete lokale Minimum, liefern wertvolle Hinweise auf strukturelle Veränderungen im Material, die für die Materialauswahl und -auslegung in Energiespeicheranwendungen relevant sind. Die Kombination aus hoher Messgeschwindigkeit und geringem Probenbedarf macht die LFA zu einer effizienten Ergänzung klassischer thermischer Analysemethoden wie der DSC.