

# OnSet<sup>15</sup>

Neuigkeiten und professionelle Lösungen für die Thermische Analyse

**In dieser Ausgabe:**

**Seite 4**

DIL 402 *Expedis*® – Dilatometrie neu definiert

**Seite 7**

LFA 467 *HT HyperFlash*® – Erste LFA mit Xenon-Lichtquelle bis 1250 °C

**Seite 10**

Thermoreflectance mittels Pulsed Light Heating – Die LFA-Methode für dünne Schichten

**Seite 12**

Smarte Analyse: *AutoEvaluation* und *Identify*

**Seite 14**

Thermische Charakterisierung ionischer Flüssigkeiten

**Seite 18**

Beschreibung feuchter Atmosphären

**Seite 20**

NETZSCH-Lösungen für Messungen in feuchter Atmosphäre

**Seite 23**

2. Workshop zur thermischen Analyse von Keramik- und Nuklear-Materialien

**Seite 24**

Veranstaltungen

## NETZSCH GABO Instruments – der DMTA-Profi aus Ahlden ist neues Mitglied der NETZSCH-Gruppe

Dr.-Ing., Dipl.-Phys. Herbert Mucha, Applikationsberatung, NGI Ahlden



Abb. 1. Die NGI-Mannschaft zusammen mit einigen Gästen von NGB vor dem NGI-Hauptgebäude in Ahlden

Seit dem 9. Juli 2015 gehört der renommierte Hersteller von Hochlast-DMA-Geräten (auch als DMTA bezeichnet) Gabo QUALIMETER als eigenständige Tochterfirma zum NETZSCH-Geschäftsbereich Analysieren und Prüfen. Der neue Name der Firma NETZSCH GABO Instruments, abgekürzt NGI, hat sich bereits im Unternehmen etabliert.

Die nahezu komplementären Geschäftsfelder der NGI und des NETZSCH-Gerätebaus bieten entscheidende Vorteile: NGI kann nunmehr fast überall auf der Welt einen schnellen „Vor-Ort-Service“ bieten, während NETZSCH zum einzigen Anbieter wird, der über das gesamte Produktspektrum von der Laboranlage bis zur Hochlast-

# LFA 467 HT HyperFlash® – Erste LFA mit Xenon-Lichtquelle bis 1250 °C

Dr. Elisabeth Kapsch, Technische & Wissenschaftliche Kommunikation



Abb. 1. Frontansicht der LFA 467 HT HyperFlash®

2013 durften wir Ihnen mit der LFA 467 HyperFlash® ein neues Konzept einer Laser/Light Flash Apparatur vorstellen. Dieses bereits etablierte Konzept schuf die Grundlage für die neue Hochtemperatur-Apparatur LFA 467 HT HyperFlash® mit weltweit erster Xenon-Blitzlampe bis

1250 °C (Abbildung 1). Durch die innovative Lichtquelle ist der Platzbedarf vergleichbar zur LFA 467 HyperFlash®. Diese sich durch eine lange Lebensdauer auszeichnende Lichtquelle erfordert keine Einstufung in eine Laserklasse.

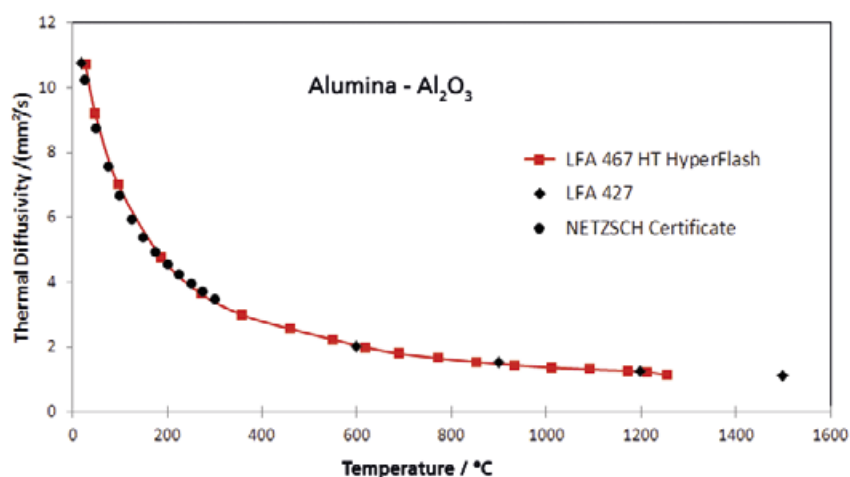


Abb. 2. Messung an Aluminiumoxid bis 1250 °C unter Verwendung einer Xenon-Blitzlampe

## 1250 °C bei kleinstem Platzbedarf und definierter Atmosphäre

Ein einziger Ofen mit bereits integriertem Probenwechsler deckt unter Beibehaltung der für die LFA 467 HyperFlash®-Serie bekannten kleinen Stellfläche den gesamten Temperaturbereich ab (Abbildung 2). Der vakuumdichte Platinofen (bis zu  $10^{-5}$  mbar) erlaubt Heizraten bis zu 50 K/min. Ein effizienter interner Wasserkühlkreislauf bewahrt die umgebenden Gerätekomponenten vor Überhitzung und minimiert dadurch auch den Flüssigstickstoffverbrauch des IR-Detektors.

Eine automatisch geschaltete Pumpvorrichtung zur Evakuierung vor Start einer Messung und bereits eingebaute Massendurchflussregler (MFC) sorgen für definierte Messbedingungen. Verbindungen zu zusätzlichen Pumpsystemen sind erhältlich, so dass reine Atmosphären während der Messung vorliegen (z.B. für sauerstoffempfindliche Proben).

## 4 Proben – 4 Thermoelemente

Der automatische Probenwechsler (ASC) fasst bis zu vier Proben und steigert zusammen mit den schnellen Heizraten damit den Probenumsatz (Abbildung 3).



Abb. 3. Ofen mit integriertem automatischen Probenwechsler

Leading Thermal Analysis.

Gegenüber herkömmlichen Systemen ist bei der LFA 467 HT HyperFlash® jede Probenposition im ASC mit einem eigenen Thermoelement ausgestattet. Damit lassen sich Temperaturabweichungen zwischen Probe und Temperaturmessposition vermeiden. Somit ist jede Probenposition individuell kontrollierbar. Der ASC lässt runde (12.7 mm) und quadratische (10 mm) Probengeometrien zu.

### ZoomOptics für eine definierte Sicht auf die Probenoberfläche

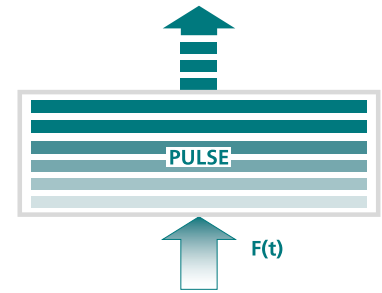
Wie bei der bereits bekannten LFA 467 HyperFlash® optimiert zwischen Detektor und Probe eine mittels Software verfahrbare Linse das Sichtfeld des Detektors. Signalverfälschungen, die auf die unmittelbare Probenumgebung (z.B. Masken

oder Blenden) zurückzuführen sind, treten nicht mehr auf. Dies hat eine Steigerung der Messgenauigkeit zur Folge. Gleichzeitig verbessert sich das Signal-Rausch-Verhältnis, was mit einer Verringerung der Blitzleistung und damit direkt verbunden auch mit einer deutlich geringeren Erwärmung der Probe einhergeht. Besonders vorteilhaft erweist sich ZoomOptics bei Messungen mit unterschiedlichen Probendurchmessern.

### Ohne Aufwand

Der InSb-Detektor kann mit einem Nachfüllsystem für Flüssigstickstoff ausgestattet werden, womit auch bei multiplen Temperaturschritten viele Probestests ohne Eingreifen des Bedieners möglich werden.

### Dünne und hochleitende Materialien benötigen eine hohe Datenerfassung und geringere Pulsbreite



Finite Pulskorrektur

Die hohe Datenerfassungsrate von 2 MHz ist sowohl für den IR-Detektor als auch für den Energieimpuls getrennt verfügbar. Nur dadurch lassen sich Messungen an hochleitenden und/oder dünnen Materialien, die kurze Testzeiten benötigen, zuverlässig durchführen. Entscheidend bei der Auswertung der Temperaturleitfähigkeit dieser Materialien sind die Erfassung des realen Laserpulses jeder individuellen Messung sowie dessen mathematische Beschreibung. Das einzigartige Pulsmapping (Patent-Nr. US 7038209, US 20040079886, DE 10242741) ermöglicht eine finite Pulskorrektur sowie eine verbesserte Bestimmung von Temperaturleitfähigkeit ( $\alpha$ ) und spezifischer Wärmekapazität ( $c_p$ ). Dieses Korrekturverfahren ist bereits in der Standardsoftware der LFA 467 HyperFlash®-Serie implementiert.

Abbildung 4 verdeutlicht den Einfluss einer optimierten Pulskorrektur am Beispiel einer Messung an einer 1,015 mm-dicken Silberfolie bei 25 °C. Präzise Messergebnisse (innerhalb  $\pm 3\%$  des Literaturwerts)

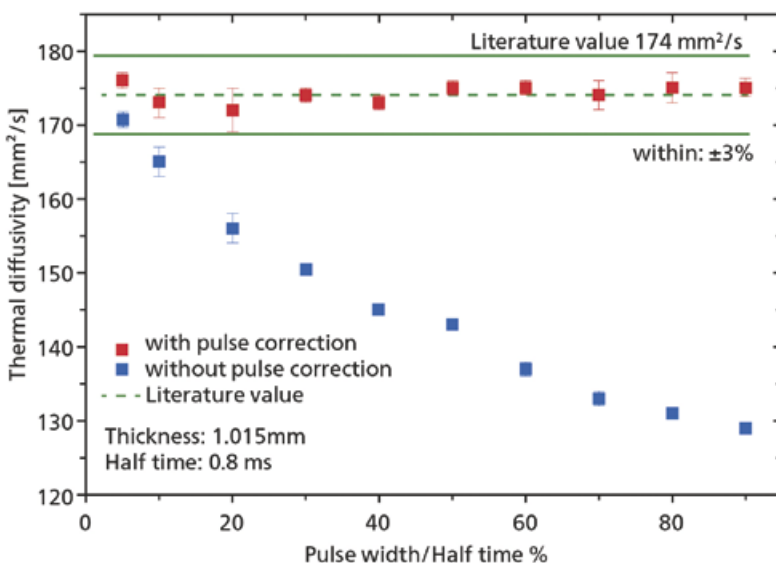
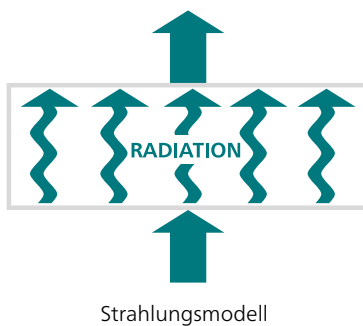


Abb. 4. Messung an einer dünnen Silberfolie

lassen sich nur durch Verwendung einer intelligenten Pulskorrektur erzielen.

### Transluzente Proben bedürfen eines eigenen Strahlungsmodells



Bei transluzenten Proben führt der Lichtimpuls sofort zu einem Temperaturanstieg auf der Probenrückseite, der sich jedoch durch konventionelle Modelle nicht exakt beschreiben lässt. Erst durch Verwendung eines speziellen Modells zur Strahlungskorrektur, das den ballistischen Wärmetransport durch

Strahlung berücksichtigt, kann eine korrekte Anpassung (Abbildung 5, rote Kurve) des Detektorsignals (Abbildung 5, blaue Kurve) erreicht werden. Die Messung an einer Glaskeramik zeigt die Effektivität dieses Strahlungsmodells. Die verbesserte Anpassung resultiert in einem deutlich geringeren Temperaturleitfähigkeitswert ( $0,877 \text{ mm}^2/\text{s}$ , rechter Plot in Abbildung 5) im Vergleich mit der auf einem konventionellen Modell beruhenden schlechteren Anpassung ( $0,974 \text{ mm}^2/\text{s}$ , linker Plot in Abbildung 5). Auch dieses Strahlungsmodell ist – genau wie viele weitere – bereits standardmäßig in der LFA Proteus®-Software enthalten.

### Fazit

Die LFA 467 HT HyperFlash® ist die weltweit erste LFA-Apparatur, die mit einer Blitzlampe den Temperaturbereich bis  $1250 \text{ }^\circ\text{C}$  erfasst. Die bereits mit der HyperFlash®-Serie eingeführten Neuerungen (siehe

OnSet<sup>12</sup>), wie z.B. ZoomOptics (Linsensystem) und die kleine Stellfläche, werden auch in dieser Geräteversion fortgeführt.

Der ASC besitzt für jede Probenposition ein eigenes Thermoelement, wodurch Differenzen zwischen Probe und Temperaturmessposition minimiert werden. Der  $\text{LN}_2$ -Verbrauch des Detektors reduziert sich durch die integrierte Wasserkühlung. Mit einem zusätzlichen Befüll-System sind Messungen rund um die Uhr möglich. Die LFA Proteus®-Software umfasst bereits standardmäßig hochentwickelte Korrekturmodelle und mathematische Operationen, die zusammen mit der ausgeklügelten Hardware für präzise Messergebnisse sorgen.

Damit ist die LFA HT HyperFlash® ein gelungenes Gerät zur Untersuchung der thermophysikalischen Eigenschaften in einem weiten Temperaturbereich.

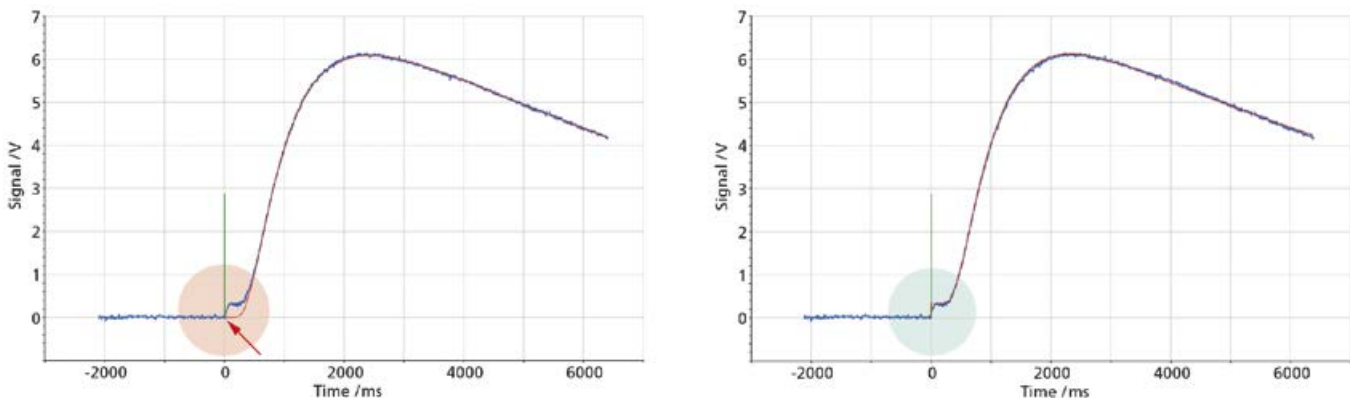


Abb. 5. Präzise Signalbeschreibung durch optimiertes Strahlungsmodell  
links: Konventionelles Wärmeverlustmodell (Standard):  $0,974 \text{ mm}^2/\text{s}$ ; rechts: Strahlungsmodell:  $0,877 \text{ mm}^2/\text{s}$