

Wann und wie müssen Proben bei LFA-Messungen beschichtet werden?

Fabia Neidhardt

Einleitung

Mit der Laserflash Methode lässt sich die Temperaturleitfähigkeit verschiedenster Materialien von Metallen über Polymere bis hin zu Keramiken einfach und schnell bestimmen. Des Weiteren können mit dieser Methode die spezifische Wärmekapazität und die Wärmeleitfähigkeit ermittelt werden. Dabei wird die Probe auf der Unterseite durch eine Blitzlampe oder einen Laserimpuls erwärmt und der Temperaturanstieg auf der Oberseite mittels Infrarotdetektor aufgezeichnet.

Um ein gutes Detektorsignal zu erhalten, muss die Probe einige wichtige Kriterien erfüllen:

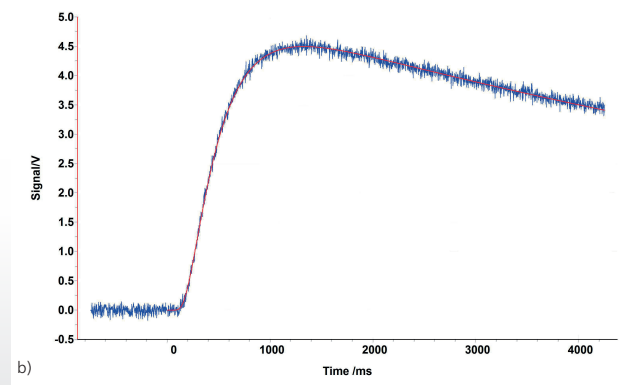
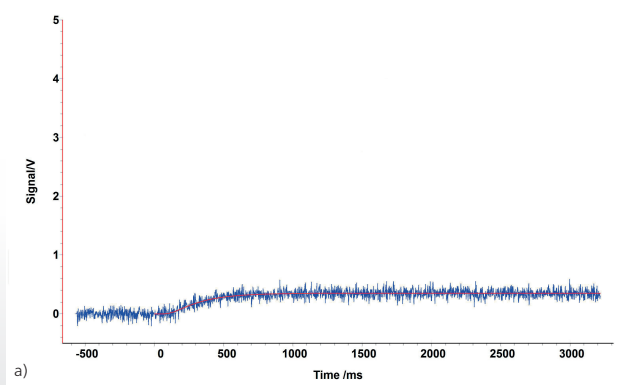
- Die Probe darf im sichtbaren und IR-nahen Wellenlängenbereich nicht durchsichtig sein.
- Die Probe sollte nicht reflektieren.
- Die Probe sollte ein gutes Emissions-/Absorptionsvermögen aufweisen.

Bei einigen Materialien ist dies allerdings nicht automatisch gegeben. Viele Polymere und Gläser sind im sicht-

baren und IR-nahen Wellenlängenbereich transluzent; Metalle dagegen haben ein hohes Reflexionsvermögen. Die meisten Materialien besitzen außerdem ein geringes Emissions-/Absorptionsvermögen, was sich ungünstig auf das Signal-Rausch-Verhältnis auswirkt. Um trotzdem gute Signale zu erhalten, werden die Proben in den meisten Fällen entweder mit Graphit beschichtet oder mit Gold besputtert. Wann eine Beschichtung notwendig ist, wie die Beschichtung bei verschiedenen Proben aufgebracht werden muss und welchen Einfluss die Beschichtung eventuell auf das Messergebnis haben kann, wird im Folgenden beschrieben.

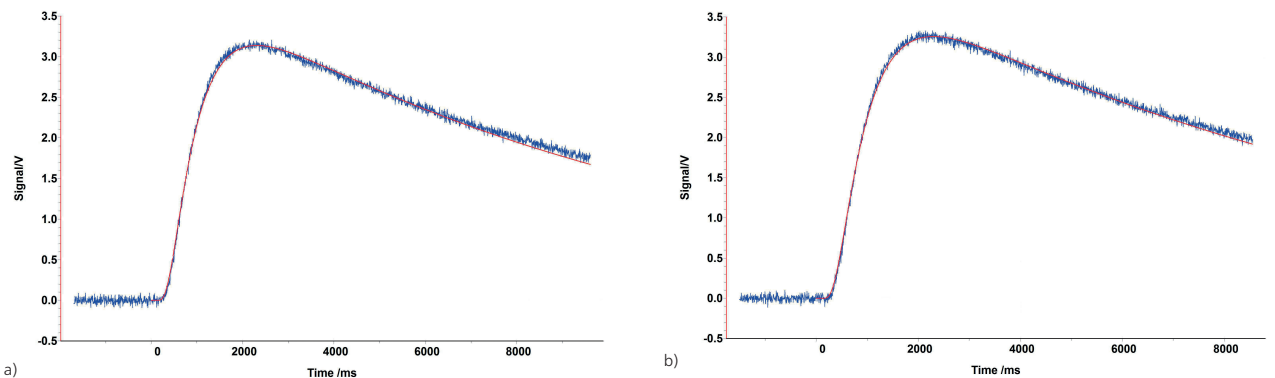
Wann ist eine Beschichtung notwendig?

Generell sollten alle Proben beschichtet werden. Damit wird gewährleistet, dass das Emissions-/Absorptionsvermögen der Probe hoch und das Signal-Rausch-Verhältnis optimal ist. Abbildung 1 zeigt das Signal einer Probe mit und ohne Beschichtung. Das Signal-Rausch-Verhältnis und der Signalhub sind bei der Probe ohne Beschichtung deutlich schlechter.



1 Signale bei beschichteter und unbeschichteter Probe: a) Geringer Signalhub bei unbeschichteter Probe, b) Größeres Signal bei beschichteter Probe

APPLICATIONNOTE Wann und wie müssen Proben bei LFA-Messungen beschichtet werden?



2 Graphithaltige Polymerprobe, Signale ohne (a) und mit (b) Beschichtung: a) $a = 0,635 \text{ mm}^2/\text{s}$, b) $a = 0,632 \text{ mm}^2/\text{s}$

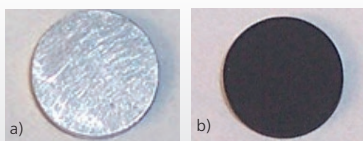
Nur bei wenigen Proben kann unter Umständen auf eine Beschichtung verzichtet werden. Das trifft auf Proben zu, die keine Reflexion aufweisen und nicht transluzent sind (z.B. kohlenstoffhaltige Polymere). In Abbildung 2 sind die Signale einer graphithaltigen Polymerprobe mit und ohne Graphitbeschichtung gezeigt. Da die Probe nicht transluzent ist und nicht reflektiert, sind beide Signale nahezu identisch und eine Beschichtung ist nicht unbedingt erforderlich.

Zwingend notwendig ist eine Beschichtung dagegen, wenn die spezifische Wärmekapazität mit der Vergleichsmethode (Referenzmethode) gemessen werden soll. Probe und Referenz benötigen dabei dasselbe Emissions-/Absorptionsvermögen. Mit einer Graphitschicht kann dies erzielt werden.

Welche Beschichtung findet wann Anwendung?

Graphit ist die Standardbeschichtung, das als Graphitspray aufgetragen wird und anschließend auf der Probe zu einer Graphitschicht austrocknet.

Bei sehr dünnen transparenten Proben, z.B. PE-Folie, kann eine deckende Graphitschicht im Verhältnis zur Probe zu dick sein. Aus diesem Grund wird die Probe dann mit Gold besputtert, um sie lichtundurchlässig zu machen. Zusätzlich sollte die Probe nach dem Besputtern noch mit Graphit bestäubt werden, um das Emissions-/Absorptionsvermögen zu erhöhen.



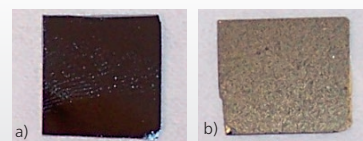
3 Beschichtung einer Probe mit Graphit
a) ohne Beschichtung b) deckende Graphitschicht

Besteht, vor allem bei höheren Temperaturen, die Gefahr einer Reaktion zwischen Kohlenstoff und Probe, wie z.B. bei Stählen, sollte auf ein alternatives Beschichtungsmaterial zurückgegriffen werden. Oft reicht bei Metallen auch eine Aufrauung der Oberfläche, z.B. durch Sandstrahlen oder Sandpapier, aus.

Wie dick sollte die Beschichtung aufgebracht sein?

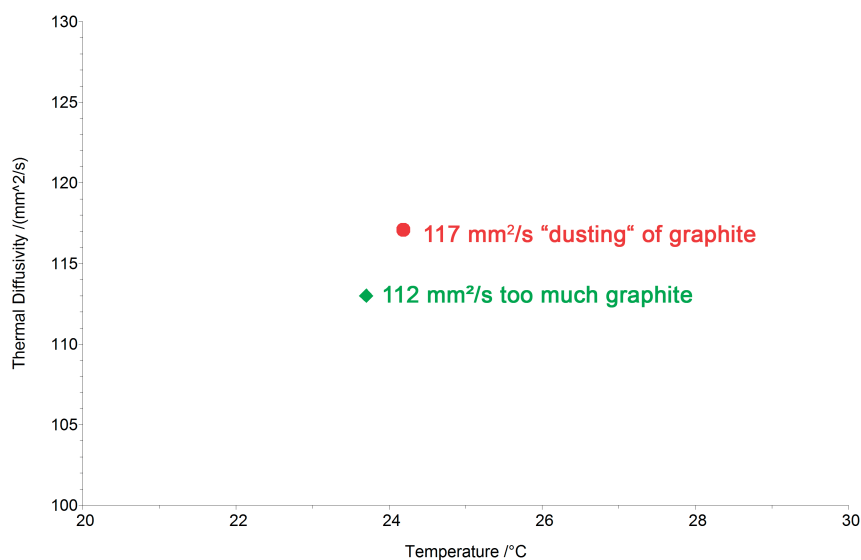
Bei den meisten Proben genügt eine deckende, gleichmäßige Graphitschicht von ca. $5 \mu\text{m}$, wodurch das Messergebnis nicht beeinflusst wird. Abbildung 3 zeigt eine Metallprobe vor und nach der Beschichtung mit Graphit.

Beim Besputtern von sehr dünnen Proben mit Gold wird eine dünne Goldschicht (Dicke im nm-Bereich) aufgebracht. Wichtig ist hierbei, dass kein Licht mehr durch die Probe dringt. Dies kann z.B. durch eine starke Lichtquelle kontrolliert werden. Falls noch Licht durch die Probe gelangt, muss der Sputter-Vorgang wiederholt werden. Wie oft, hängt vom Sputtergerät, dessen Einstellungen und von der Probe ab. Nach dem Sputtern sollte die Probe so mit Graphit bestäubt werden, dass die Goldschicht noch gut zu erkennen ist (keine deckende Graphitschicht!). Ein Beispiel ist in Abbildung 4 gezeigt.



4 Beschichtung einer dünnen Probe mit Gold und Graphit a) dünne Probe ohne Beschichtung b) Beschichtung aus Gold mit einem „Hauch“ Graphit

APPLICATIONNOTE Wann und wie müssen Proben bei LFA-Messungen beschichtet werden?



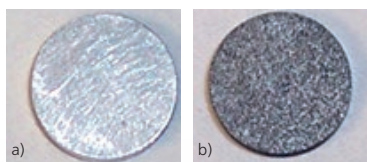
5 Temperaturleitfähigkeit einer 2 mm dicken Kupferprobe mit normaler und zu dicker Grafitbeschichtung

Welchen Einfluss hat die Beschichtung auf das Messergebnis?

Eine richtig aufgebrachte Beschichtung hat keinen Einfluss auf das Messergebnis. Es gibt allerdings einige Ausnahmen, bei denen die Beschichtung mit besonderer Sorgfalt erfolgen sollte, um negative Einflüsse auf das Ergebnis zu vermeiden. Bei gut leitenden Materialien, wie z.B. Kupfer oder Aluminium, darf die Beschichtung nicht zu dick aufgetragen sein. Die Beschichtung setzt dabei den Messwert der Temperaturleitfähigkeit herab, da das Grafit im Ge-

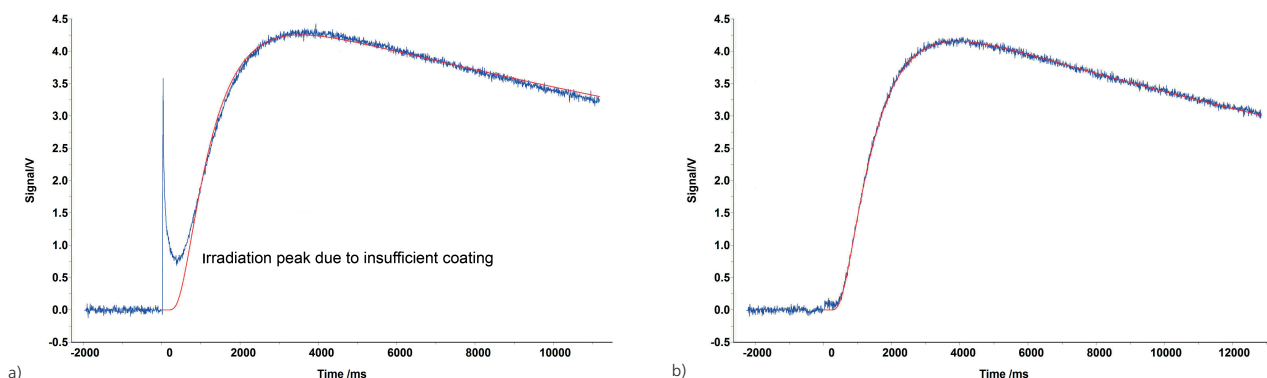
gensatz zu Kupfer wesentlich schlechter leitet. Ein Beispiel hierfür gibt Abbildung 5 wieder.

Mit einer normal dicken Beschichtung von 5 µm wird der Sollwert von 117 m²/s nicht erreicht. Durch das Grafit wird der Messwert verringert, was hier als grüner Diagrammpunkt dargestellt ist. Es stellt sich eine Abweichung von mehr als 4 % ein. Wird allerdings nur ein „Hauch“ von Grafit aufgebracht, siehe Abbildung 6, wird der Literaturwert genau getroffen (roter Diagrammpunkt).



6 Beschichtung bei schnell leitenden Proben:
a) ohne Beschichtung, b) sehr wenig Grafit

APPLICATIONNOTE Wann und wie müssen Proben bei LFA-Messungen beschichtet werden?



7 Abb. 7. Signale bei ungenügender und ausreichender Grafitbeschichtung a) zu geringer Schichtdicke; b) ausreichende Schichtdicke

Im Gegensatz dazu besteht auch die Möglichkeit, zu wenig Grafit aufzutragen. Dann kann es z.B. bei Polymeren vorkommen, dass ein gewisser Strahlungsanteil der Blitzlampe zum Detektor durchdringt. Ein Beispiel hierfür ist in Abbildung 7a) am Messbeginn zu sehen. Hier empfiehlt es sich, die Beschichtung dicker aufzutragen, sodass das Signal der Abbildung 7b) entspricht.

Zusammenfassung

Grundsätzlich ist es empfehlenswert, alle Proben bei LFA-Messungen zu beschichten. Je nachdem welches Material untersucht werden soll und wie dick dieses ist, kann z.B. Grafit oder Gold als Beschichtungsmaterial dienen. Meist ist eine einfache Schicht aus Grafit ausreichend. Bei einigen Proben, z.B. gut leitende Materialien oder sehr dünnen Proben, muss die Beschichtung auf die Probe abgestimmt werden.

Mehr Informationen dazu in unserem Video auf YouTube www.netzsch.com/n17376.