

NETZSCH

Proven Excellence.



Laser-Flash-Apparatur LFA 427

Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit zwischen -120 °C und 2800 °C
Methode, Techniken und Applikationen

Analyzing & Testing

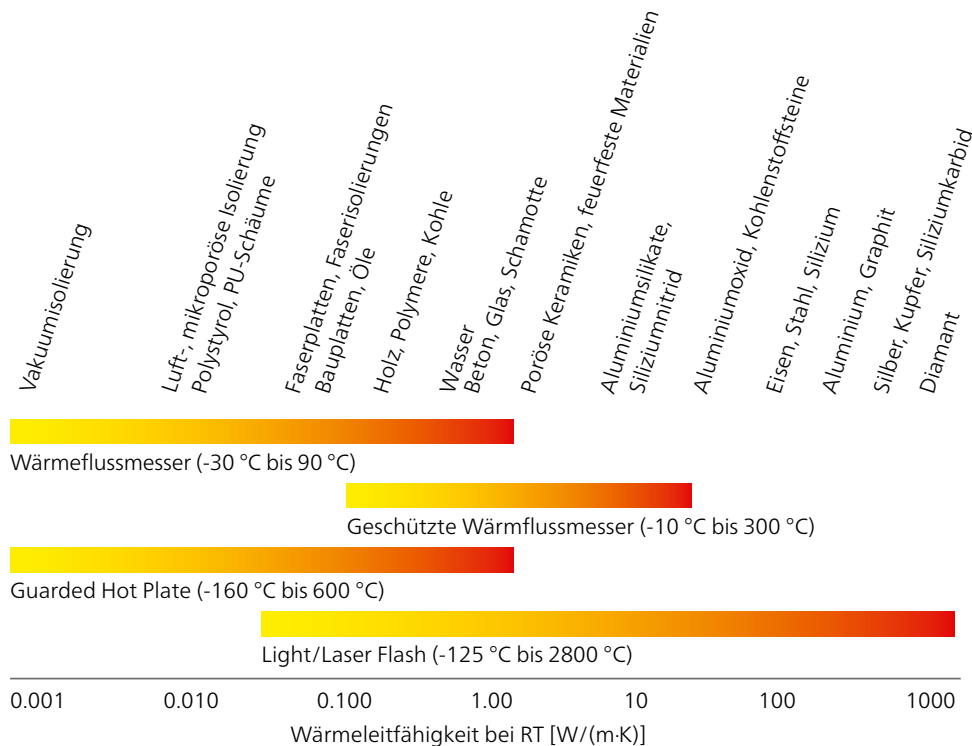
DIE LASER-FLASH-METHODE

Wieviel Wärme wird übertragen und wie schnell?

Die thermische Charakterisierung von hochleitfähigen Materialien bei tiefsten und moderaten Temperaturen – oder von Keramiken und feuerfesten Materialien bei höchsten Temperaturen – ist von großem Interesse bei den aktuellen analytischen Herausforderungen. Viele Fragen können nur beantwortet werden, wenn zwei grundlegende thermische Eigenschaften genau bekannt sind: die Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit. Eine präzise und zuverlässige Lösung bietet die Flash-Methode, mit der sich typische Fragen zu Wärmetransportprozessen beantworten lassen, wie z. B.:

- Wie schnell erstarrt ein Aluminiumblock?
- Wie schnell erwärmen sich die keramischen Komponenten eines Katalysators?
- Wie groß ist der Temperaturgradient in einem keramischen Bremssystem während des Betriebs?
- Welches ist das optimale Wärmetauschermaterial zur thermischen Kontrolle eines Prozessors?

Bereits seit drei Jahrzehnten ist NETZSCH führend in der Light/Laser-Flash-Methode und kann heute ein Anwendungsspektrum zwischen -120 °C bis 2800 °C vorweisen. Durch Fortschritt und Qualität aus Tradition konnten wir mit der LFA 427 erneut Maßstäbe setzen.



Die Laser-Flash (LFA)-Technik ist eine zerstörungsfreie und kontaktlose Methode zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit und spezifischen Wärmekapazität.

Prinzip

Der Prüfling ist über ein Trägersystem im Ofen angeordnet. Nach Erreichen der vorgewählten Temperatur wird auf der Vorderseite des Prüflings ein kurzer Energiepuls eines Lasers absorbiert. Aus der resultierenden Temperaturänderung auf der Probenrückseite, erfasst durch einen IR-Detektor, wird die Temperaturleitfähigkeit und, falls eine Referenzmessung durchgeführt wurde, die spezifische Wärmekapazität bestimmt. Die Kombination dieser thermophysikalischen Eigenschaften mit dem Dichtewert ermöglicht die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit wie folgt:

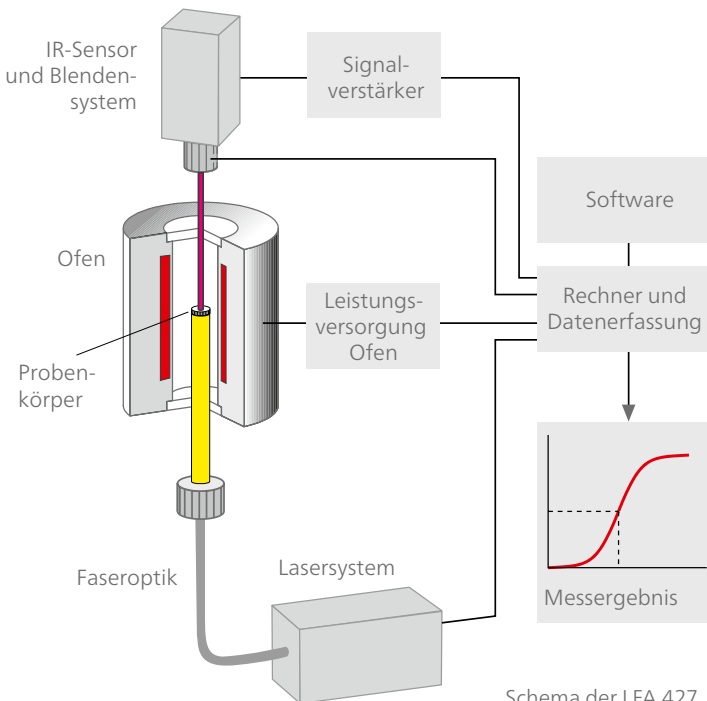
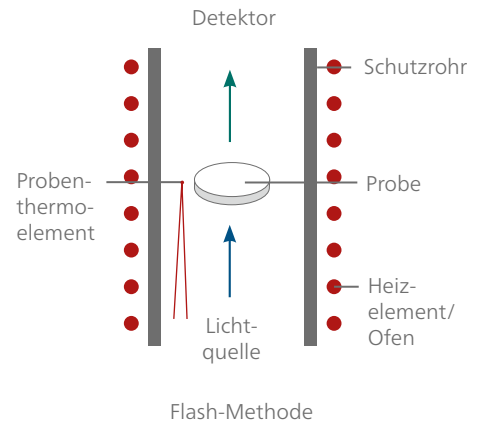
$$\lambda(T) = a(T) \cdot c_p(T) \cdot \rho(T)$$

λ = Wärmeleitfähigkeit [W/(m·K)]
 a = Temperaturleitfähigkeit [mm²/s]
 c_p = spezifische Wärmekapazität [J/(g·K)]
 ρ = Raumdichte [g/cm³].

Die Temperaturleitfähigkeit wird von der Software unter Verwendung des zeitabhängigen relativen Temperaturanstiegs berechnet. Für adiabatische Bedingungen kann die Temperaturleitfähigkeit (a) mit der einfachen Formel bestimmt werden:

$$a = 0.1388 \frac{l^2}{t_{0,5}}$$

l = Probenkörperdicke
 $t_{0,5}$ = Zeit bei Erreichen von 50 % des maximalen Temperaturanstiegs.



Schema der LFA 427

Genauigkeit elegant ermittelt

Die Eleganz der LFA-Methode liegt in der genauen und direkten Messung der Zeit und des relativen Temperaturanstiegs. Im Gegensatz dazu können Verfahren, die auf die Messung der absoluten Werte für Energie und Temperatur angewiesen sind, sehr viel unsicherer bzw. viel aufwändiger sein.

LFA 427

Maßgeblicher Fortschritt in
der Laser-Flash-Technologie

Höchste Flexibilität
unterhalb Raumtemperatur bis
zu Temperaturen von 2800°C



LFA 427 mit P8-Stromversorgung inkl. Lasersystem



Made in Germany

Optimaler Aufbau für ein breites Spektrum an Temperaturen und Probendimensionen

Die vertikale Anordnung mit dem auf der Unterseite befindlichen Lasersystem, der Probe in der Mitte und dem Detektor darüber ist besonders vorteilhaft bei hohen Temperaturen oder bei größeren Prüflingen. Der geringe Abstand zur Probenoberfläche führt zu einer Erhöhung der Empfindlichkeit und Verminderung des Signal-Rausch-Verhältnisses.

Ein einziges Gerät für Untersuchungen zwischen -120 °C und 2800 °C

Es müssen nur Ofen und Detektor ausgetauscht werden. Zusätzlicher Stellraum wird nicht benötigt. Der Flüssigstickstoffregler des Tieftemperaturofens ist optimiert für eine schnelle Temperaturstabilisierung bei geringem LN_2 -Verbrauch.

Effektivität – Doppelhubvorrichtung für Öfen mit geringer thermischer Masse

Für einen einfachen und sicheren Betrieb sitzt der Ofen auf einer motorisierten Hubvorrichtung. Eine optionale Doppelhubvorrichtung erlaubt den gleichzeitigen Anschluss von zwei Öfen und Detektoren. Dank der geringen thermischen Masse der Öfen erfolgt eine schnelle Temperaturstabilisierung.

Optimale Laserleistung verhindert Beschädigung der Probe

Aufgrund der hohen Empfindlichkeit des IR-Detektorsystems lässt sich die Laserleistung auf ein Minimum reduzieren. Für die meisten Applikationen sind 5 J bis 8 J ausreichend (Temperaturanstieg von nur einigen mK!). Typische Probleme aufgrund von Überhitzung, z. B. abplatzende Probenbeschichtungen, werden vermieden.

Patentiertes Pulsemapping

Die LFA 427 beinhaltet ein unabhängiges Mapping-System zur Charakterisierung der Pulsform. Für eine scharfe und definierte Pulsbreite werden mindestens 1000 Punkte zur Beschreibung der Pulsform aufgezeichnet.

Intelligente Software mit großer Modellauswahl

Die Software beinhaltet unzählige Modelle und mathematische Korrekturen, die sich wunschgemäß miteinander kombinieren lassen.

VERTIKALER AUFBAU

VIELZÄHLIGE PROBENHALTER

OFEN AUS NICHT PORÖSEM MATERIAL

VAKUUMDICHT BIS 10^{-5} MBAR

MESSUNGEN IN GRAFIT-FREIER ATMOSPHERE

BESTIMMUNG DER SPEZIFISCHEN WÄRMEKAPAZITÄT

IN-PLANE TESTS

EIN IR-DETEKTOR FÜR TESTS BIS 2800 °C

EIN PYROMETER VON RT BIS 2800 °C

EMPFINDLICHER MCT-DETEKTOR FÜR TIEFTEMPERATURTESTS

PATENTIERTES PULSMAPPING

VARIABLE LASERENERGIE

SOFTWAREGESTEUERTE REDUZIERUNG DER LASERENERGIE

VERGRÖßERUNGSOPTIK FÜR ANPASSUNG DES LASERSPOTS

INTEGRIERTE DATENBANK

ZUKUNFTSWEISENDE TECHNOLOGIE

Das NETZSCH-Lasersystem

- Servicefreundlich
- Optimierte Pulsform
- Kurze Pulslänge
- Optimierte Pulsenergie

Bewährtes Hardware-Design

Das Lasersystem ist mit dem Messteil über eine geschützte Glasfaser verbunden. Am Ausgang der Faseroptik tritt der Laserstrahl aus. Oberhalb der Laseroptik ist ein Rezipientenblock angebracht, worauf der rohrförmige Probenhalter mit Justiereinrichtung montiert ist. Mittels der motorisierten Hubvorrichtung lässt sich der Ofen zum Einbringen und Entnehmen des Probenkörpers verfahren.

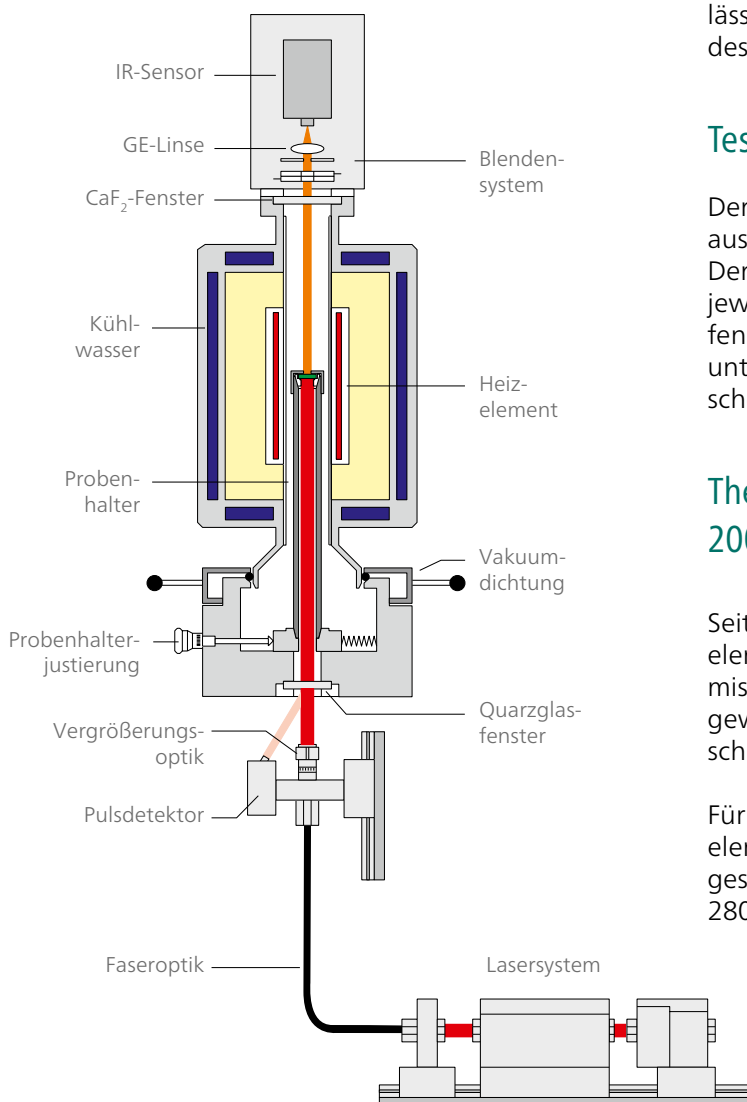
Tests unter Hochvakuum

Der Ofen ist vom Probenraum durch ein Schutzrohr aus Glaskohlenstoff bzw. Aluminiumoxid getrennt. Der obere und der untere Teil der Probenkammer sind jeweils mit einem Calciumfluorid- bzw. Quarzglasfenster verschlossen. Somit können Untersuchungen unter Hochvakuum sowie in statischer oder dynamischer Inertgasatmosphäre durchgeführt werden.

Thermoelement und Pyrometer-Betrieb bis 2000 °C / 2800 °C

Seitlich am Probenhalter befindet sich das Thermoelement auf gleicher Höhe des Probenkörpers und misst dessen Temperatur (-120 °C bis 2000 °C). Je nach gewünschtem Temperaturbereich können unterschiedliche Thermoelemente eingesetzt werden.

Für das Höchst-Temperatursystem wird das Thermoelement durch ein Pyrometer ersetzt, das den gesamten Temperaturbereich zwischen RT und 2800 °C abdeckt.



Hauseigenes Lasersystem

Das in Eigenentwicklung konstruierte Nd:Glas-Lasersystem hat eine maximale Pulsenergie von 25 J mit nahezu konstanter Pulsbreite (Rechteckimpuls) im frei wählbaren Bereich zwischen 0,1 ms und 1,5 ms. Damit werden scharfe und definierte Peaks ohne nennenswerten „Tailing“-Effekt erzeugt. Die softwaregesteuerte Laserleistung kann einfach an die gewünschte Applikation angepasst werden.

Laserstrahlaufweitung

Die Emissionswellenlänge des Festkörperlaser beträgt 1054 nm (Infrarotbereich). Die Pulsbreite ist variabel. Die integrierte Vergrößerungsmöglichkeit des Laserstrahls ermöglicht eine homogene Ausleuchtung des Probenkörpers (\varnothing 6 mm bis 20 mm).

Vollständig geschlossenes Sicherheitssystem

Der Laser ist mit einem durchdachten System verriegelt, das die Auslösung eines Schusses erst bei völlig geschlossenem System zulässt. Dieses Sicherheitssystem schließt den Shutter des Lasersystems sofort beim Öffnen der Hubvorrichtung oder Fronttür und macht somit ein Auslösen des Laserimpulses unmöglich.

Zwei austauschbare IR-Detektorsysteme – Eine lohnende Investition

Jeder der Detektoren (MCT oder InSb) ist fähig, hochleitende, inhomogene oder in einem Container eingeschlossene Prüflinge zu messen. Probleme aufgrund eingebetteter Thermoelemente, punktuelle Temperaturbestimmung oder Kontaktreaktionen zwischen Prüfling und Detektor treten nicht mehr auf. Wie die Öfen sind auch die Detektoren innerhalb weniger Minuten vom Anwender austauschbar.

Hochentwickeltes Lasersystem – Optimale Pulsenergie und -form für einen weiten Anwendungsbereich

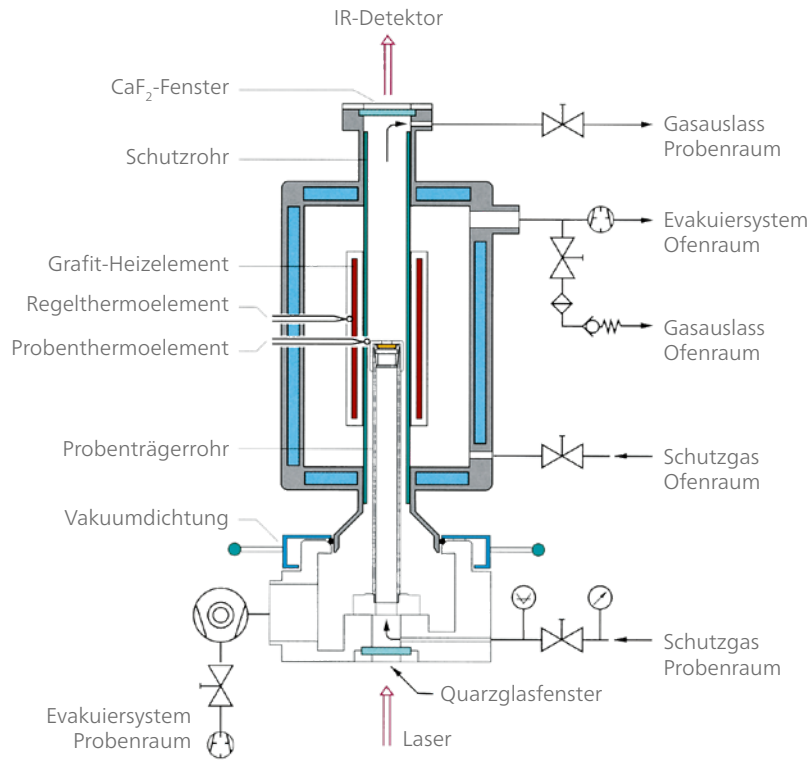
Hohe Pulsenergien

Die Temperaturleitfähigkeit von Graphiten und Keramiken ist oftmals stark temperaturabhängig. Die Pulsenergie kann auch die experimentellen Daten wesentlich beeinflussen: Die mittlere Temperatur auf der Probenvorderseite wird durch den Energieeintrag des Lasers zu höheren Temperaturen hin verschoben.

→ Nimmt die Temperaturleitfähigkeit eines Materials mit der Temperatur ab, kann die Berechnung der Temperaturleitfähigkeit niedrigere Werte ergeben. Für eine höchstmögliche Genauigkeit sollte dieser Effekt berücksichtigt werden.

KNOWLEDGE SHEET

Öfen mit geringer thermischer Masse



Schema 2000 °C-Ofen

Tief- bis Hochtemperatur-Öfen

Der Flüssigstickstoff-Ofen erlaubt Untersuchungen zwischen -120 °C und 400 °C, der Kanthalofen zwischen Raumtemperatur und 1300 °C und der druckluftgekühlte SiC-Ofen zwischen Raumtemperatur und 1575 °C. Der 2000 °C/2800 °C-Ofen besteht aus einem Grafitheizelement und Grafitisolierung in einem wassergekühlten Gehäuse. Alle Öfen sind schnell vom Anwender austauschbar.

Schutzrohre für die Trennung von Probenraum und Ofen

Mit dem Al₂O₃-Rohr (max. 1700 °C) sind Messungen unter Hochvakuum, in statischer oder dynamischer Gas- und oxidierender Atmosphäre möglich. Mit dem Glaskohlenstoffschutzrohr (max. 2000 °C) sind Messungen unter Hochvakuum oder dynamischer Inertgasatmosphäre erlaubt.

Nicht poröser Probenraum für reine Testatmosphären

Die thermische Masse der Tief- und Hochtemperaturöfen ist geringer als von anderen konventionellen Wärmeleitfähigkeitsprüfern, was sich an der schnellen Temperaturstabilisierung und den kurzen Messzeiten äußert. Das Temperaturgleichgewicht wird sowohl aus dem Temperatursignal der Probe als auch aus der Stabilität des Detektorsignals bestimmt.

NETZSCH LFA 427-Öfen

Temperaturbereich	Ofentyp	Kühlsystem	TC/Pyrometer
-120 °C bis 400 °C	Metall	Flüssigstickstoff	E
25 °C bis 1300 °C	Kanthal		S
25 °C bis 1575 °C	SiC	Druckluft	S
25 °C bis 2000 °C	Grafit	wassergekühltes Gehäuse	W
25 °C bis 2800 °C	Grafit	wassergekühltes Gehäuse	Pyrometer

VIELSEITIGKEIT UND AUS- TAUSCHBARKEIT

Klare Sicht – heraus- nehmbare Fenster

Der Probenraum ist oben mit einem CaF_2 - und unten mit einem Quarzglasfenster verschlossen. Der IR-Detektor – direkt darüber auf der Ofenoberseite – hat für die Messung des Temperaturanstiegs „visuellen“ Kontakt mit der Probenrückseite. Der Laserstrahl wird durch das unter dem Ofen angeordnete Ende der Faseroptik und anschließend durch das Quarzglasfenster geleitet und erwärmt die Probenvorderseite. Zur Reinigung lassen sich die Fenster einfach herausnehmen.



Probenhalter für Standard- und



Probenhalter zum Testen von Probekörpern (Schlacke) im flüssigen Zustand

„Platin“-Probenhalter zum Testen von Flüssigkeiten und Polymerschmelzen bei höheren Temperaturen

Probenhalter für In-plane-Tests

„Saphir-S“-Probenhalter für Tests an „flüssigen Metallen“* und pulverförmigen Proben

Probentypen und -dimensionen

Für unterschiedliche Proben – auch für solche mit verschiedenen Geometrien (rund oder rechteckig mit Durchmessern bzw. Kantenlängen zwischen 6 mm und 20 mm) – bieten wir geeignete Probenträger an. Für In-Plane-Messungen und Tests unter Druck sowie für Untersuchungen an Laminaten, Fasern, Pasten, Flüssigkeiten sowie für Proben, die während der Aufheizung zerbröckeln oder schrumpfen, ist ebenfalls der passende Probenträger erhältlich.

Referenzmaterialien

Für verschiedene Materialgruppen gibt es jeweils eine Vielzahl an Referenzproben in verschiedenen Formen und Durchmessern als Einzelprobe oder im Set.

Durch das spezielle Design des „Saphir-S“-Halters sind Mehrschichtanalysen nicht länger notwendig!

* In diesem Zusammenhang bezieht sich der Begriff „flüssige Metalle“ auf Probenhalter, die Messungen bei Temperaturen oberhalb des Schmelzpunkts von Metallen ermöglichen.

spezielle Applikationen

Einfache Handhabung der Probenhaltersysteme

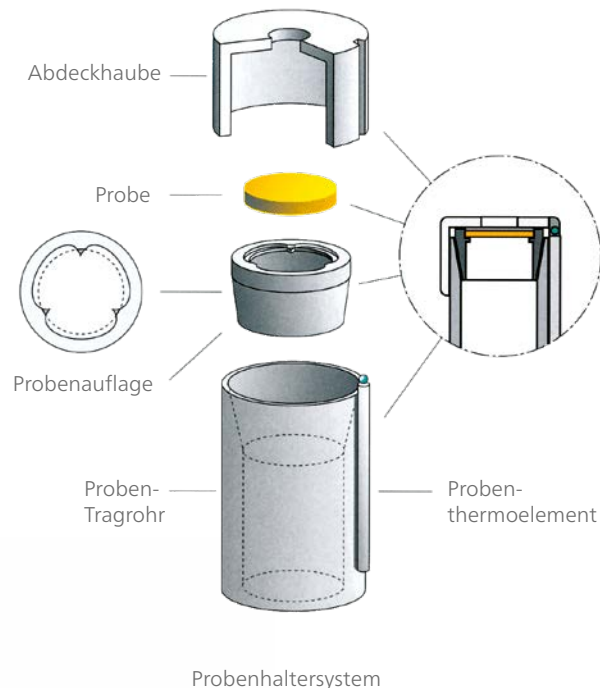
Die Probe befindet sich in horizontal stabiler, gut definierter Position. Sobald der Ofen hochgefahren und zur Seite geschwungen wurde, ist die Probe frei zugänglich und kann einfach eingelegt oder herausgenommen werden. Auf dem Tragrohr aus Al_2O_3 oder Grafit, das in einer justierbaren Metallbuchse montiert ist, liegen Probenauflage, Probe und Abdeckhaube auf. Die Probenauflage werden in die kegelförmige Öffnung des Tragrohrs gesteckt.

Dreipunktauflage für minimierten Kontakt

Die Dreipunkt-Probenauflage hält und zentriert den Prüfkörper. Durch dieses Design wird der Kontakt zwischen Probe und Probenauflage minimiert und der Wärmefluss reduziert, was eine einheitliche Laserbestrahlung der nahezu gesamten Probenoberfläche erlaubt. Der Innendurchmesser der Probenauflage ist als begrenzende Membran unterhalb des Probenkörpers konstruiert und entspricht genau dem Probendurchmesser.

Vermeiden von Detektorschäden

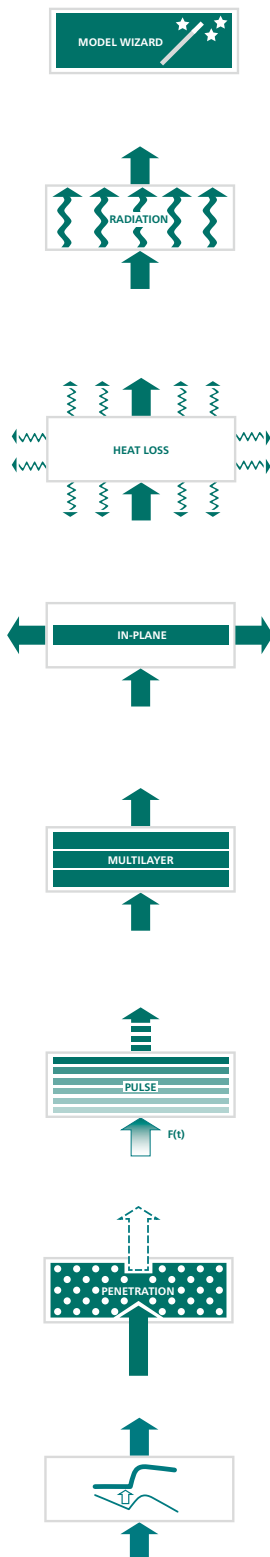
Der mit größerem Durchmesser als der Prüfling auftreffende Laserstrahl wird so ausgeblendet, dass er genau dem Probendurchmesser entspricht. Eine Abdeckhaube, die von oben über Probenkörper und -halter aufgesetzt wird, verhindert das Durchdringen der Laserenergie zum Detektor. Bei fehlender Probe ist der IR-Detektor durch eine Ge-Linse geschützt.



Zentrierringe und Abdeckhauben (jeweils aus Al_2O_3 (weiß) und Grafit (grau)) sind für Probendurchmesser von 6 mm bis 12,7 mm erhältlich

Software *Proteus*®

Intelligente Bedienung mit nur einem Klick



Die *Proteus*®-Software läuft unter den Betriebssystemen Windows® XP Professional oder Windows® 7 32-/64-bit Professional, Enterprise oder Ultimate. Durch die Kombination von einfacher Menüführung und automatisierten Routinen wurde ein Werkzeug geschaffen, das selbst bei komplizierten Analysen eine einfache und übersichtliche Bedienung zulässt.

Die *Proteus*®-Software wird mit einer Gerätelizenz geliefert und kann selbstverständlich auch auf weiteren Rechnersystemen installiert werden.

Allgemeine Software-Merkmale

Mehrfensterertechnik zur übersichtlichen Darstellung

Drag-and-drop-Softwarefunktionen

Datenbankorientierte Speicherung von Schuss-Serien

Schnelle Exportroutinen aller geladenen Messungen

Laden von Schuss-Serien mit Vorschau auf Parameter und Temperaturprogramm

Wizard zur Ermittlung des besten Auswertemodells

Vergleichende Analyse von bis zu 32 Schuss-Serien der gleichen Datenbank

Möglichkeit der Schussmittelung bei gleichem Temperaturniveau

Definition einer beliebigen Anzahl von Temperaturstufen sowie Anzahl der Schüsse je Stufe

Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität mit der Vergleichsmethode inkl. c_p -Grafik

Integrierte Datenbank

Bestimmung des Kontaktwiderstands in Mehrschichtsystemen

Messkurvendarstellung in der Grafik mit bis zu 3 skalierbaren Y-Achsen

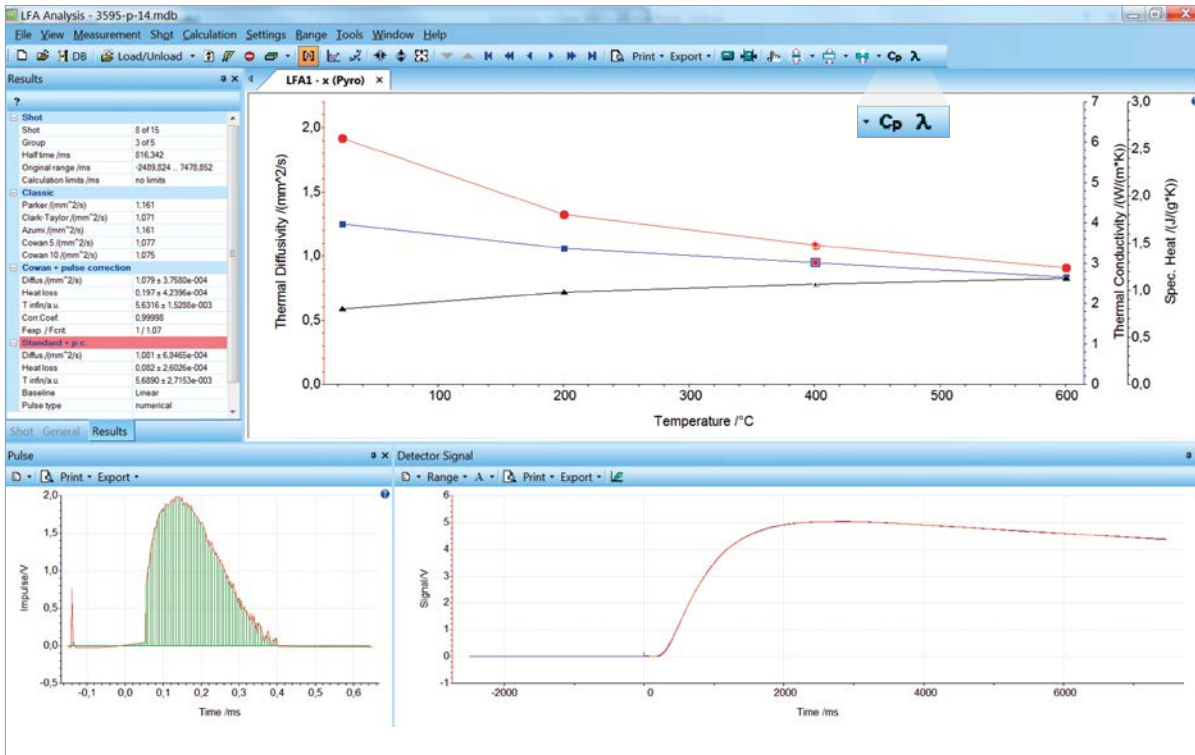
Schnelle Zoomfunktion für X- und Y-Ausschnittswahl

Darstellung der Temperaturanstiegskurve, theoretische Modellkurve

Einblenden der Messwerte als Tool-Tip beim Bewegen der Maus über die Messpunkte

Temperaturleitfähigkeitskurve in Abhängigkeit der Temperatur oder Zeit

Kombinierte Darstellung von Rohdaten und theoretischem Modell



Spezielle Software-Merkmale

Standardmodelle einschließlich

- modifiziertes Cape-Lehman-Modell (unter Berücksichtigung des multidimensionalen Wärmeverlusts und nicht-linearer Regression)
- Strahlungskorrektur für transparente und transluzente Proben
- Penetration für faserförmige und poröse Proben

Alle Standardmodelle erlauben die Kombination von Wärmeverlust, Pulskorrektur und verschiedenen Basislinientypen. Alle Parameter sind frei wählbar; R^2 -Fit und Residuen zur Berechnung der Anpassungsgüte.

Adiabatisch

Cowan

2-/3-Schichtmodelle (Analyse durch nicht-lineare Regression und Berücksichtigung des Wärmeverlusts)

Exakte Pulslängtenkorrektur, patentiertes Pulsmapping (Patent-Nr.: US7038209B2; US20040079886; DE1024241)

Wärmeverlustkorrektur

Basislinienkorrektur

In-plane

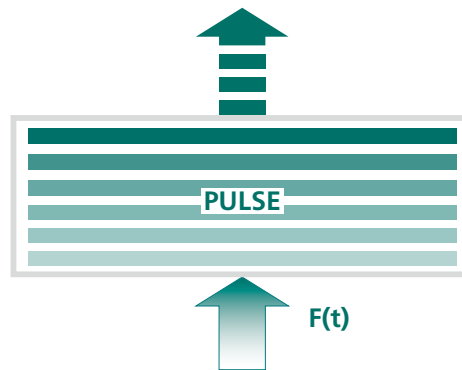
Mittelung multipler Schüsse

Approximation von Schüssen als Kurve über verschiedene mathematische Funktionen (Polynome, Splines usw.)

Klassische Modelle wie Parker, Cowan 5, Cowan 10, Azumi, Clark-Taylor

Berechnungsmodelle,
Korrekturen
und
mathematische
Operationen

Softwaremodelle, Korrekturen



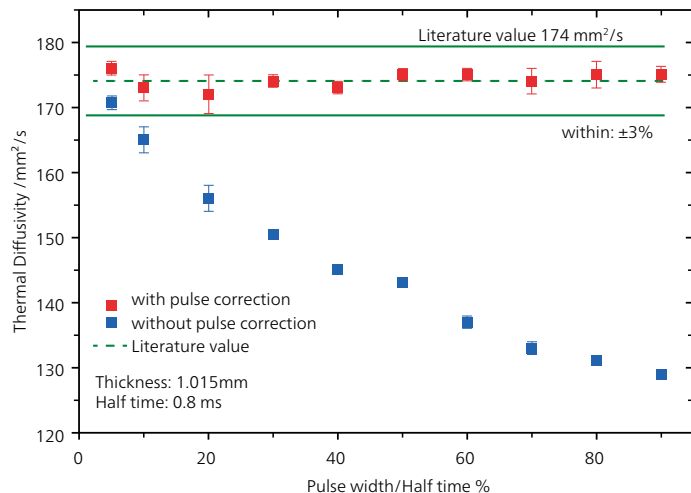
Unerreichte Pulskorrektur für dünne und hochleitende Materialien

Pulsmapping (Patent-Nr. US7038209, US20040079886, DE10242741) ermöglicht eine finite Pulskorrektur sowie eine verbesserte Bestimmung von Temperaturleitfähigkeit und c_p . Es berücksichtigt die Erfassung des echten Laserpulses bei jeder individuellen Messung und dessen mathematische Beschreibung durch Überprüfung aller in der Software enthaltenen Berechnungsmodelle.

KNOWLEDGE SHEET

Laserpulslänge

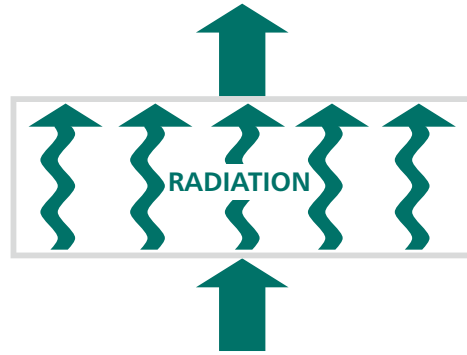
Ohne Pulslängenkorrektur werden deutlich niedrigere Werte für die Temperaturleitfähigkeit erhalten. Für kurze Messzeiten (dünne Proben und/oder Materialien mit hoher Temperaturleitfähigkeit) ist es wichtig, den zeitlichen Verlauf des Pulses zu berücksichtigen. Dies führt zu einer Verschiebung des Detektorsignals zu längeren Halbzeiten. Laut Parker (siehe S. 2) hat dies niedrigere Temperaturleitfähigkeitswerte zur Folge. Zudem geht die reale Pulsform in die Modellrechnung ein.



Vergleichende Messungen an einer Silberscheibe mit und ohne Pulskorrektur belegen deren Einfluss auf die Temperaturleitfähigkeitsergebnisse

Der Einfluss der Pulskorrektur ist am Beispiel einer Messung an einer 1,015 mm-dicken Silberscheibe bei 25 °C veranschaulicht. Dieses Beispiel zeigt deutlich, dass präzise Messergebnisse (innerhalb $\pm 3\%$ des Literaturwerts) nur durch Verwendung einer intelligenten Pulskorrektur erreicht werden können.

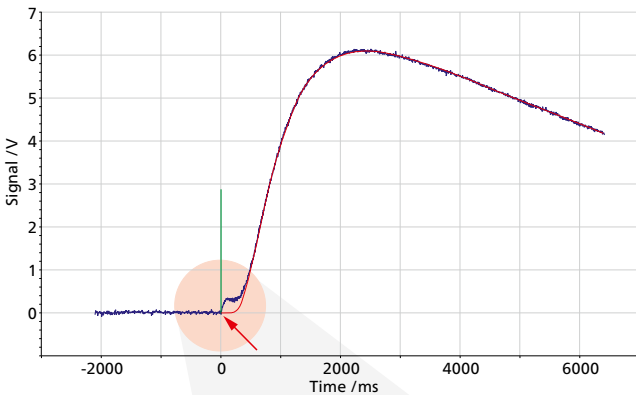
und Messassistent



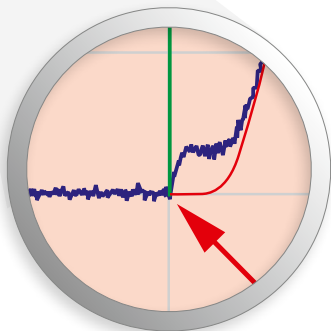
Perfekte Behandlung transluzenter Proben – Das Transparent-Modell

Das Transparent-Modell (Patentnr. DE102015118856, JP6382912, ZL2016109515017, US10180358) ist eine Strahlungskorrektur und basiert auf erweiterten mathematischen Routinen unter Berücksichtigung des ballistischen Wärmetransports durch Strahlung. Bei transluzenten Proben führt der Lichtimpuls sofort zu einem unmittelbaren Temperaturanstieg auf der Probenrückseite. Konventionelle Modelle können diesen anfänglichen Temperaturanstieg jedoch nicht korrekt beschreiben. Erst durch Verwendung eines speziellen Modells zur Strahlungskorrektur kann eine korrekte Anpassung (rote Kurve) des Detektorsignals (blaue Kurve) erzielt werden.

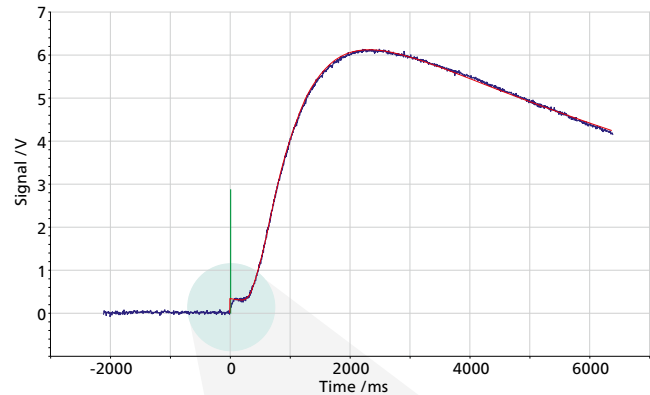
Die Messung an einer Glaskeramik zeigt die Effektivität des Strahlungsmodells. Die verbesserte Anpassung resultiert in einem deutlich geringeren Temperaturleitfähigkeitswert ($0,877 \text{ mm}^2/\text{s}$, rechter Plot) im Vergleich mit der auf einem konventionellen Modell beruhenden schlechteren Anpassung ($0,974 \text{ mm}^2/\text{s}$, linker Plot). Hohe Messfehler werden somit vermieden.



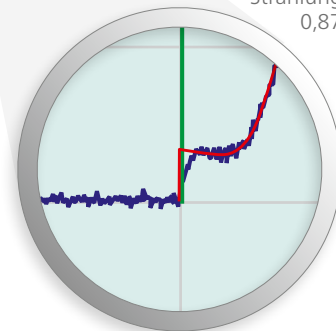
Konventionelles
Wärmeverlust-
modell
(Standard):
 $0,974 \text{ mm}^2/\text{s}$

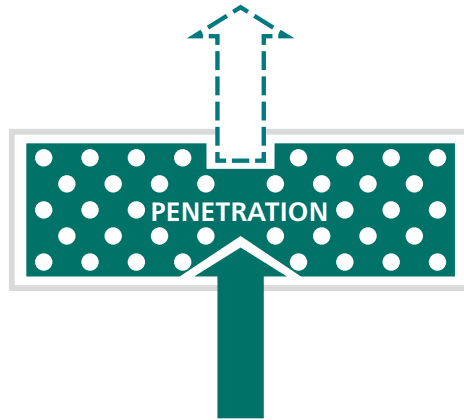


blau: Detektorsignal
rot: Modellanpassung
grün: Pulssignal



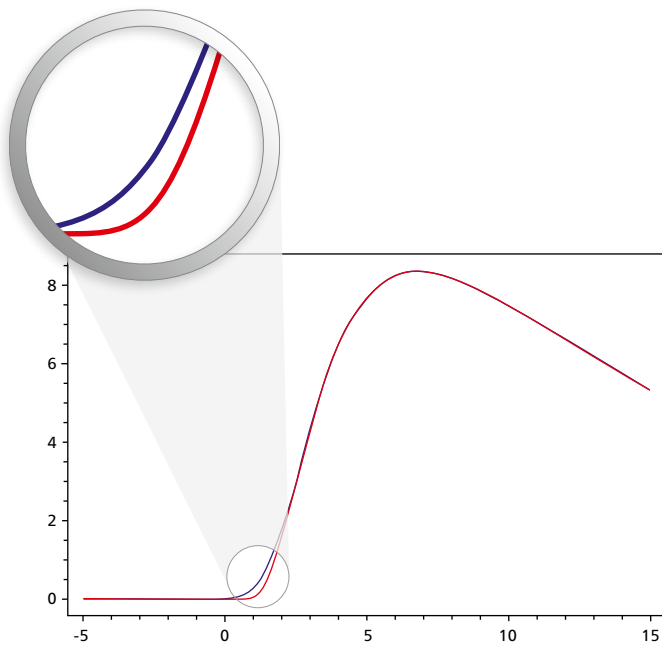
Strahlungsmodell:
 $0,877 \text{ mm}^2/\text{s}$



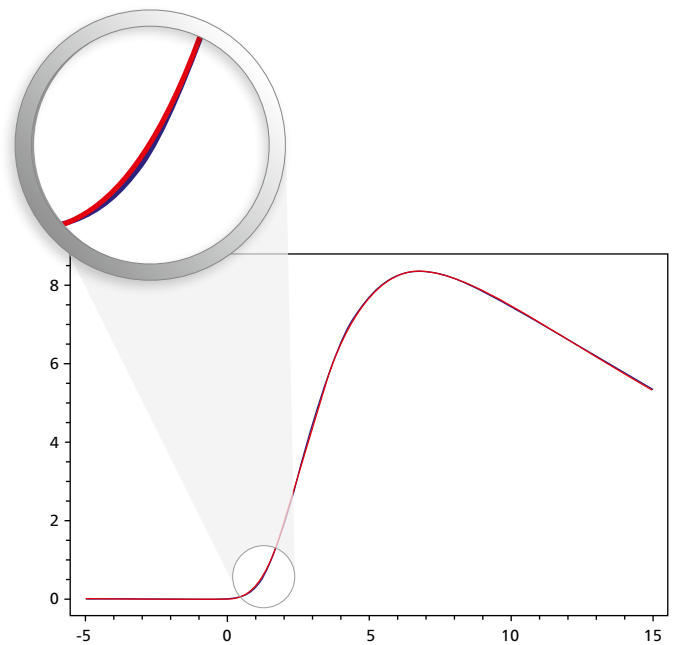


Penetrationsmodell für poröse Materialien oder Materialien mit rauer Oberfläche

Bei leicht porösen Materialien oder solchen mit rauer Oberfläche ist die Absorption der Pulsenergie jedoch nicht nur auf die Vorderseite begrenzt, sondern breitet sich als dünne Randschicht im oberflächennahen Bereich aus. Die Absorptionsschicht kann als freie Weglänge der Photonen im Material berücksichtigt werden. Dies hat eine exponentiell abfallende anfängliche Temperaturverteilung innerhalb der Probe zur Folge.



Laserschussauswertung mittels Standardmodell: $0,753 \text{ mm}^2/\text{s}$



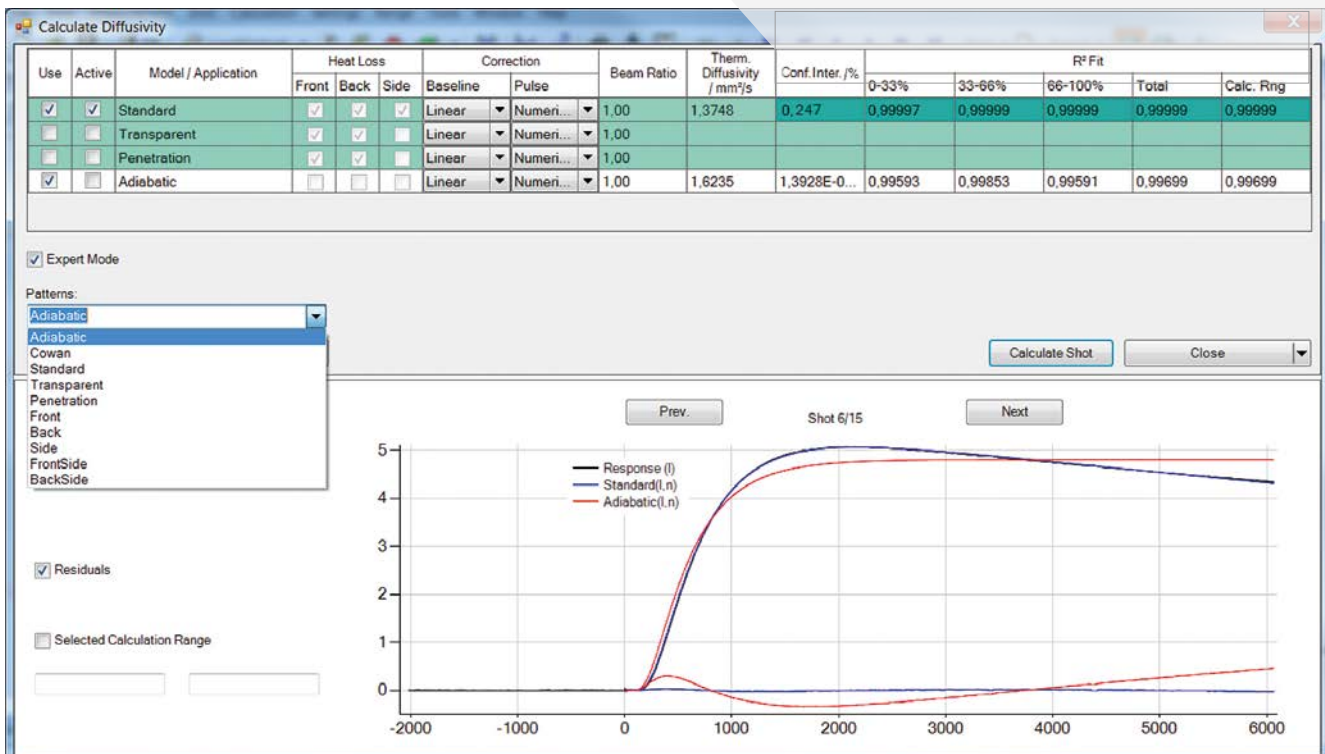
Laserschussauswertung mittels Penetrationsmodell: $0,626 \text{ mm}^2/\text{s}$

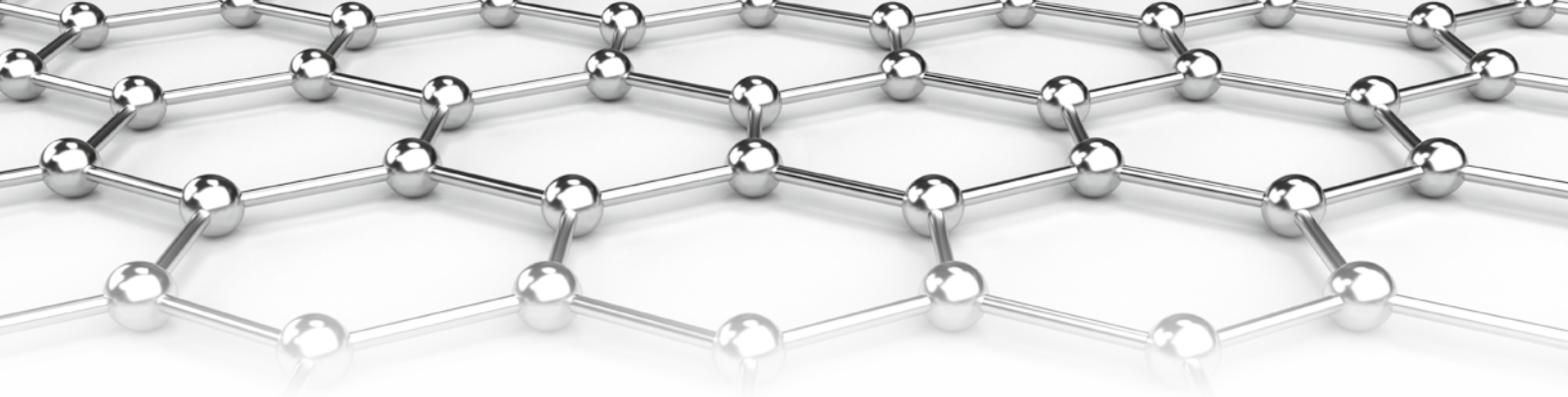


Modell-Wizard – Beste Anpassung für beste Ergebnisse

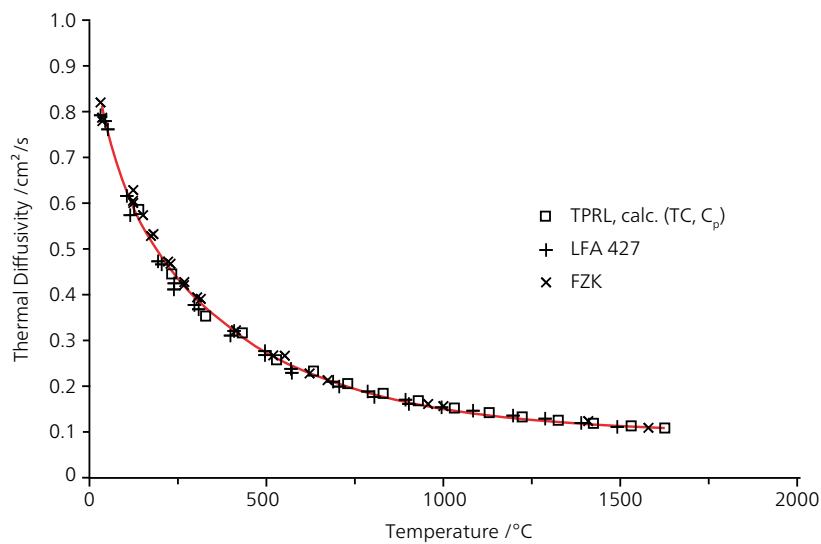
Die Anwendung umfangreicher Korrekturmodelle und mathematischer Operationen wird durch den bereits in der LFA *Proteus*[®]-Software integrierten intelligenten Modell-Wizard vereinfacht. Der leistungsfähige Modell-Wizard ermittelt automatisch die beste Modellanpassung. Die auf dem gewählten Modell basierenden Daten werden im Display zusammen mit den vom Modell-Wizard berechneten Parameterabweichungen angezeigt. Im Beispiel liegt die Modellanpassung für das Standard-Modell (2-D) nahezu deckungsgleich über der Detektorkurve, während für das adiabatische Modell aufgrund der fehlenden Wärmeverlustkorrektur große Abweichungen erkennbar sind.

	Conf. Inter. /%	R ² Fit				
		0-33%	33-66%	66-100%	Total	Calc. Rng
Standard	0,247	0,99997	0,99999	0,99999	0,99999	0,99999
Adiabatic	1,3928E-0...	0,99593	0,99853	0,99591	0,99699	0,99699





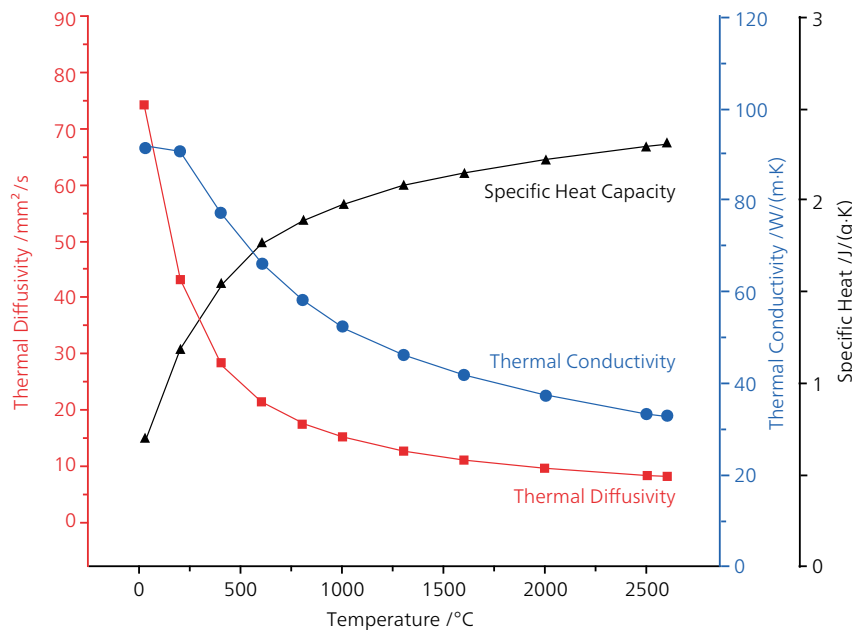
Grafit – Bei höchsten Temperaturen



Vergleich der Grafitmessungen am selben Material

Vergleich der gemessenen und berechneten Werte

Die Abbildung zeigt die Messung an POCO-Grafit, einem gängigen Referenzmaterial (durchgeführt am Forschungszentrum Karlsruhe, IMF1). Die Temperaturleitfähigkeitswerte wurden mit den berechneten Daten der gemessenen Wärmeleitfähigkeit und spezifischen Wärmekapazität verglichen (zur Verfügung gestellt vom Thermophysical Properties Research Laboratory, Purdue University, USA).



Thermophysikalische Eigenschaften mittels LFA 427 (2800 °C)

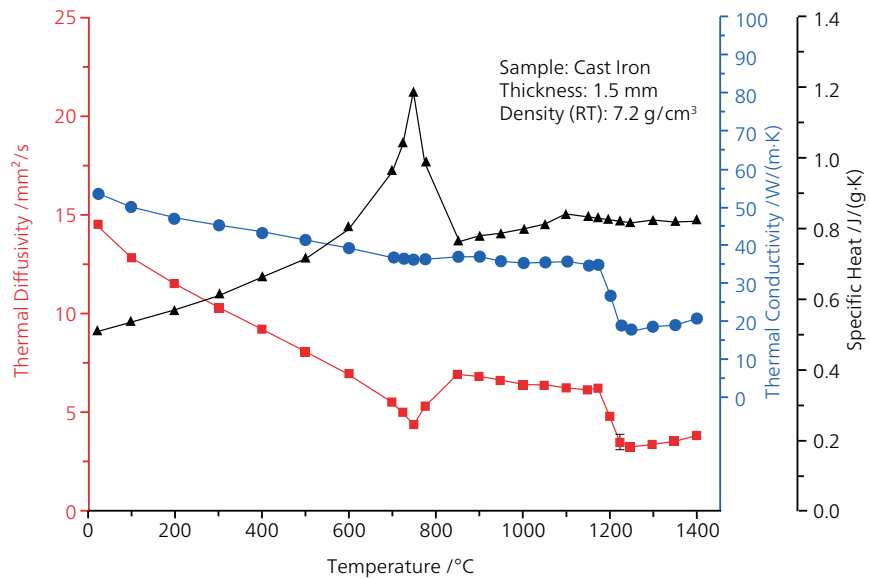
Messung bis 2800 °C

Hier sind Temperaturleitfähigkeit und spezifische Wärmekapazität einer Grafitprobe, gemessen bis zur höchstmöglichen Temperatur mit der LFA 427 dargestellt. Die Wärmeleitfähigkeit wurde auf Basis der LFA-Messung berechnet. Es konnten nur geringe Abweichungen von den Literaturdaten für die Temperaturleitfähigkeit (a) und spezifische Wärmekapazität (c_p) beobachtet werden.

Tests an Metallen in der flüssigen Phase

Gusseisen – Thermo-physikalische Eigenschaften bis in die Schmelze

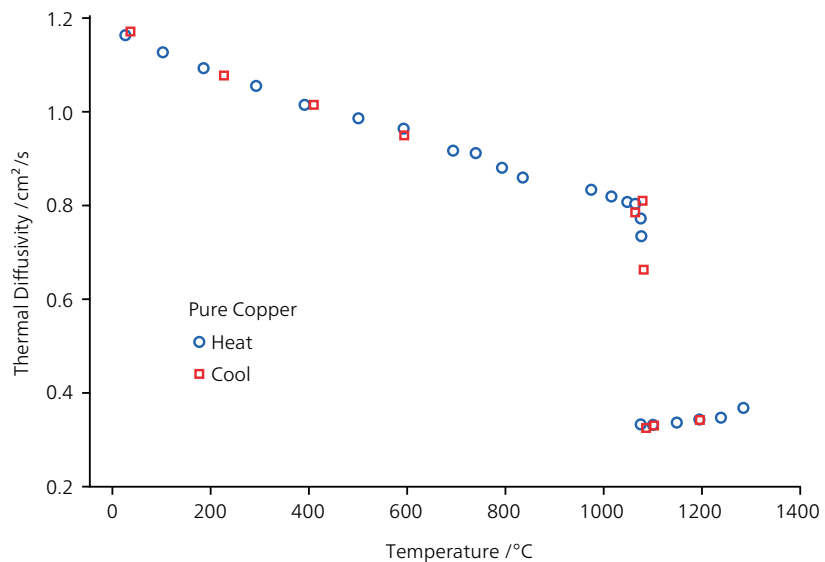
Die Temperaturleitfähigkeit (mittels LFA) und die spezifische Wärmekapazität (mittels DSC) zeigen ein typisches Verhalten bei der Curie-Umwandlung ($\approx 770\text{ °C}$). Die Wärmeleitfähigkeit nimmt in der Schmelze durch den Zusammenbruch der Gitterstruktur während des Phasenübergangs $> 1150\text{ °C}$ ab (kein Wärmetransfer von Phononen in der Schmelze). Die LFA-Messung wurde mit dem „Saphir“-Halter durchgeführt, der die definierte Dimension des geschmolzenen Materials vorgibt.



Gusseisen zwischen RT und 1400 °C; sandgestrahlte Probenoberfläche, Dicke 1,5 mm, Dichte (RT) 7,2 g/cm³; spezifische Wärmekapazität erhalten mittels DSC.

Reines Kupfer – von fest zu flüssig

Die Abbildung zeigt die Temperaturleitfähigkeit von reinem Kupfer sowohl im Heiz- als auch Kühlzyklus. Der Sprung in den Werten bei ca. 1080 °C ist auf die Änderung der Wärmeleitfähigkeit beim Schmelzen bzw. Erstarren zurückzuführen. Die geringen Unterschiede zwischen den Temperaturleitfähigkeitswerten des Aufheizens und Abkühlens deuten auf lediglich minimale Änderungen in der Mikrostruktur hin. Die gemessenen Werte sowohl für die feste als auch die flüssige Phase weichen von den Literaturwerten weniger als 2,5 % ab.

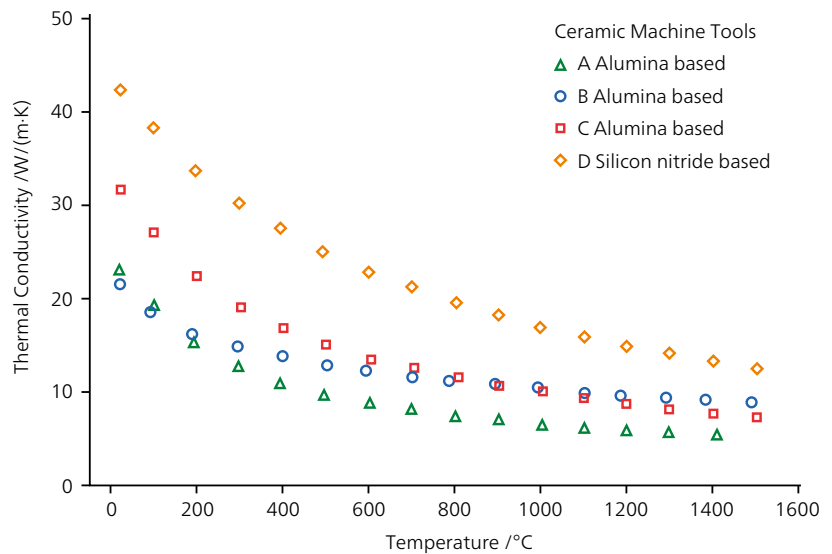


Temperaturleitfähigkeit von Kupfer während der Aufheiz- und Abkühlzyklen; die Messungen wurden in einem speziellen Probenträger für Flüssigkeiten durchgeführt.

Herausragende Performance

Keramische Wende- schneidplatten

Da Keramiken eine geringere Temperaturwechselbeständigkeit als Metalle aufweisen, spielen die Temperaturgradienten, die während des Werkzeugeinsatzes entstehen, eine wichtige Rolle. Daher muss die Temperaturleitfähigkeit bzw. Wärmeleitfähigkeit dieser Materialien bereits in der Entwicklungsphase berücksichtigt werden. Die Abbildung zeigt die Wärmeleitfähigkeit von keramischen Wendschneidplatten A, B und C auf Al_2O_3 -Basis mit unterschiedlichen Zusätzen sowie eine Platte D basierend auf Si_3N_4 . Die höhere Wärmeleitfähigkeit von Si_3N_4 erlaubt einen Einsatz mit Flüssigstickstoff, während die Materialien A und B nicht gekühlt werden dürfen. Material C kann bei niedrigen Temperaturen gekühlt werden.

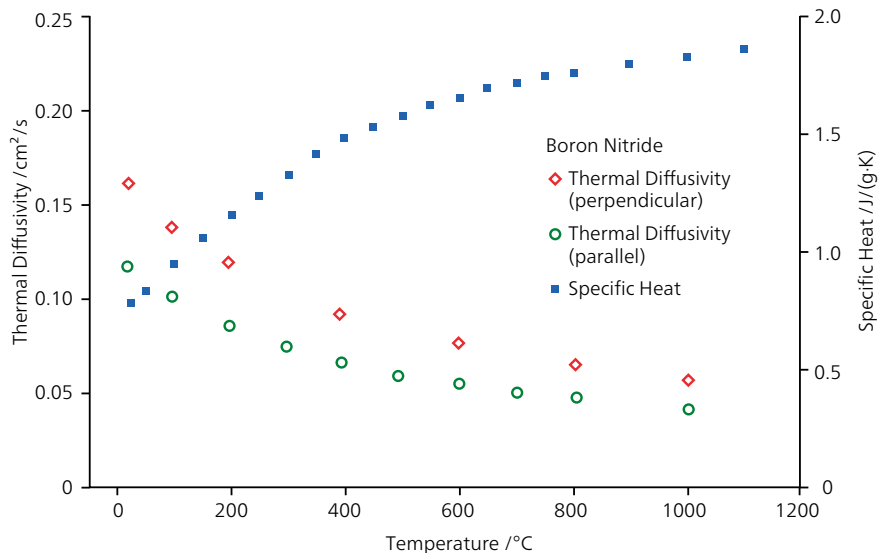


Wärmeleitfähigkeit von Keramiken. Temperaturleitfähigkeit und spezifische Wärmekapazität wurden mit der LFA 427 bzw. der DSC 404 Pegasus gemessen. Aus diesen Daten sowie der Rohdichte wurde die Wärmeleitfähigkeit (siehe Seite 3 oben) berechnet.

Keramiken ersetzen durch ihre höhere chemische Beständigkeit und geringeren Verschleiß bereits in vielen Anwendungen Metalle.

Bornitrid

Reines hexagonales Bornitrid ist ein Hochtemperatur-Isolations- und Weichmaterial und wird daher auch als „weißes Grafit“ bezeichnet. Die Abbildung zeigt die spezifische Wärmekapazität und Temperaturleitfähigkeit von heiß gepresstem Bornitrid (Raumdichte $\approx 2,1 \text{ g/cm}^3$). Aufgrund seiner grafitähnlichen Struktur ist die Temperaturleitfähigkeit parallel zur Pressrichtung erwartungsgemäß niedriger als in senkrechter Richtung.



LFA-Messung zwischen RT und 1000 °C an Proben senkrecht und parallel zur Pressrichtung. Die grafitähnliche Struktur von Bornitrid führt zu unterschiedlichen Temperaturleitfähigkeitsverhalten in den zwei Richtungen.



Der Name NETZSCH steht weltweit für umfassende Betreuung und kompetenten, zuverlässigen Service – vor und nach dem Gerätekauf. Unsere qualifizierten Mitarbeiter aus den Bereichen Applikation, Technischer Service und Beratung freuen sich darauf, Ihre Fragen im direkten Gespräch persönlich zu beantworten. In speziellen, auf Sie und Ihre Mitarbeiter zugeschnittenen Trainingsprogrammen lernen Sie, die Möglichkeiten Ihres Gerätes auszuschöpfen.

Zur Erhaltung Ihrer Investition begleitet Sie unser sachverständiges Serviceteam während des gesamten Lebenszyklus' Ihres Analysengerätes.

Expertise in SERVICE

TECHNISCHER SERVICE



Wartung und
Reparatur



Software-
Updates



Austausch-
Service



IQ/OQ-
Dokumente



Kalibrier-
Service



Ersatzteil-
Service



Umzugs-
Service

SCHULUNG



Individualschulung/
Grundlagenseminare



Individualschulung
und Anwenderseminare

LABOR



Applikationsservice
und Auftragsmessungen



LFA 427 in einer Mockup-Glovebox

LFA 427 Glovebox-Version

Die Glovebox-Version der vakuumdichten LFA 427 kann entweder bei geringem Unterdruck oder niedrigem Überdruck eingesetzt werden. Des Weiteren kann die LFA 427 in einer heißen Zelle platziert werden. Für diese Fälle ist die LFA 427 mit separater Elektronik ausgestattet und kann mit Handschuhen oder Tastsensoren betrieben werden; Kabeldurchführungen erlauben den Anschluss von Kabeln, Wasser- und Gasversorgung, Wasserpumpe usw.

LFA 427

Öfen	<ul style="list-style-type: none"> ■ -120 °C bis 400 °C (Metall, Anschluss an Flüssigstickstoffkühlung möglich) ■ 25 °C bis 1300 °C (Kanthal) oder bis 1575 °C (SiC-Ofen) oder 2000°C/2800°C (Grafitöfen)
Heizraten	0,01 K/min bis 50 K/min (ofenabhängig)
Isotherme Stabilität	0.02 K/min
Lasersystem	<ul style="list-style-type: none"> ■ Nd:Glas; Wellenlänge 1054 nm ■ Variable Energie bis zu 25 J/Puls und Pulsbreite zwischen 0,1 ms und 1,5 ms ■ Patentiertes Pulsmapping für finite Pulskorrektur (Patent-Nr.: US7038209B2; US20040079886; DE1024241)
Sensoren	<ul style="list-style-type: none"> ■ MCT (-120 °C bis 500 °C, empfohlen), LN₂-gekühlt, optionales LN₂-Nachfüllsystem einschließlich 35-Liter Dewar ■ InSb (RT bis 2800 °C), optionales LN₂-Nachfüllsystem einschl. 35-Liter Dewar
Messbereich	<ul style="list-style-type: none"> ■ Temperaturleitfähigkeit: 0,01 mm²/s bis 1000 mm²/s ■ Wärmeleitfähigkeit: 0,1 W/(m·K) bis 2000 W/(m·K)
Genauigkeit	<ul style="list-style-type: none"> ■ Temperaturleitfähigkeit: ± 3 % (über den gesamten Temperaturbereich, für die meisten Materialien) ■ Spezifische Wärmekapazität: ± 5 % (für die meisten Materialien)
Messatmosphären	Inert, oxidierend oder Vakuum (<2x 10 ⁻⁵ mbar; Turbomolekularpumpe)
Probendimensionen und -formen	<p>∅: 6 mm, 8 mm, 10 mm, 12,7 mm*, 20 mm; 0,1 mm bis 6 mm Dicke</p> <p>□: 8 mm x 8 mm, 10 mm x 10 mm; 0,1 mm bis 6 mm Dicke</p>
Probenhaltereinsätze	Al ₂ O ₃ (max. 1700°C), Grafit (max. 2800 °C), Pt, Saphir, Al
Spezielle Probenhaltersysteme	<ul style="list-style-type: none"> ■ Typen: flüssige Organik (inkl. niederviskose Materialien wie Wasser) und "flüssige Metalle"**, Fasern, Laminate, Schlacke, Pulver) ■ Methoden: In-plane-Testing, mechanischer Druck („Druckprobenhalter“)
Referenzmaterialien	Verschiedene Sets und individuelle Referenzmaterialien in unterschiedlichen Dimensionen und Formen
Software einschl. Berechnungs- und Korrekturmodelle	Jedes Modell kann mit 4 unterschiedlichen Basislinienkorrekturen (einschl. Basislinienverschiebung und mit/ohne Pulskorrektur kombiniert werden; Modellwizard, Anzeige von Detektorsignal und Modell-Fit, Datenexport; verschiedene spezielle und erweiterte Modelle
Anzeige von Detektorsignal und Modell-Fit	<ul style="list-style-type: none"> ■ Qualitätscheck der Modellanpassung (selber Plot) ■ Automatische Speicherung beider Kurven für jeden Schuss
Spezielle Ausführungen	Glovebox-Version
Stromversorgung	15 KW, max. Stromverbrauch bei 2800 °C

* 12,7 mm empfohlen; weitere Probenhalter auf Anfrage

** In diesem Zusammenhang bezieht sich der Begriff „flüssige Metalle“ auf Probenhalter, die Messungen bei Temperaturen oberhalb des Schmelzpunkts von Metallen ermöglichen.

Technische Daten

Die inhabergeführte NETZSCH Gruppe ist ein weltweit führendes Technologieunternehmen, das sich auf den Maschinen-, Anlagen- und Gerätebau spezialisiert hat.

Unter der Führung der Erich NETZSCH B.V. & Co. Holding KG besteht das Unternehmen aus den drei Geschäftsbereichen Analysieren & Prüfen, Mahlen & Dispergieren sowie Pumpen & Systeme, die branchen- und produktorientiert ausgerichtet sind. Ein weltweites Vertriebs- und Servicenetz gewährleistet Kundennähe und kompetenten Service seit 1873.

NETZSCH Technologie ist weltweit führend im Bereich der Thermischen Charakterisierung von annähernd allen Werkstoffen. Wir bieten Komplettlösungen für die Thermische Analyse, die Kalorimetrie (adiabatische und Reaktionskalorimetrie), die Bestimmung thermophysikalischer Eigenschaften, die Rheologie und die Brandprüfung. Basierend auf mehr als 60 Jahren Applikationserfahrung, einer breiten Produktpalette auf dem neuesten Stand der Technik und umfassenden Serviceleistungen erarbeiten wir für Sie Lösungen und Gerätekonfigurationen, die Ihren täglichen Anforderungen mehr als gerecht werden.

Proven Excellence.■

NETZSCH-Gerätebau GmbH
Wittelsbacherstraße 42
95100 Selb, Deutschland
Tel.: +49 9287 881-0
Fax: +49 9287 881-505
at@netzsch.com
<https://analyzing-testing.netzsch.com>



NETZSCH®

www.netzsch.com