

Präzision trifft Performance: Der leistungsfähige PEEK-Probenhalter für In-Plane-Analysen

Alberto Gomez, Applications Laboratory Selb

Einleitung

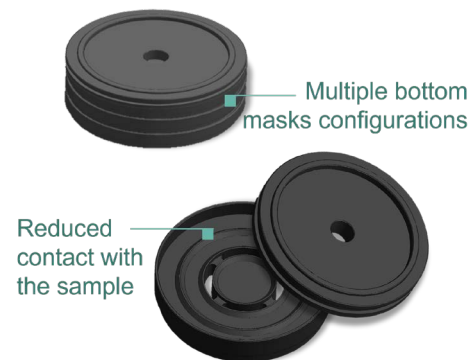
Die Laser-Flash-Analyse (LFA) wird zwar am häufigsten zur Messung der Wärmeleitfähigkeit zylindrischer Proben in Through-Plane-Richtung eingesetzt, doch spezielle Probenhalter ermöglichen auch die Charakterisierung dieser thermophysikalischen Eigenschaft in In-Plane-Richtung. In dieser Konfiguration dieser Probenhalter mit zwei Masken ausgestattet, die verschiedene Bereiche der Probe selektiv dem Lichtblitz und dem Detektor aussetzen. Dadurch wird eine radiale Wärmediffusion innerhalb der Probe erzwungen.

Traditionell bestehen diese Masken aus Edelstahl, um Messungen bei Temperaturen über 500 °C zu ermöglichen. Dieses Design eignet sich gut für Materialien mit hoher Temperaturleitfähigkeit. Jedoch für niedrig leitende Materialien mit einer Temperaturleitfähigkeit von etwa 10 mm²/s oder weniger wird die Messgenauigkeit, Reproduzierbarkeit und in Extremfällen die allgemeine Zuverlässigkeit der Ergebnisse erheblich beeinträchtigt. Dies liegt daran, dass solche Temperaturleitfähigkeitswerte mit denen von Edelstahl vergleichbar oder niedriger sind, was zu einem erheblichen Einfluss des Probenhalters auf das Detektorsignal während der Messung führt.

Der innovative PEEK-Probenhalter für In-Plane-Messungen (siehe Abbildung 1) wurde entwickelt, um diese Einschränkung zu überwinden. Seine geringe Temperaturleitfähigkeit in Verbindung mit einem Design, das den Kontakt zur Probe reduziert, sowie die Verwendung von bis zu drei unteren Masken minimieren den Einfluss des Halters auf die Messung. Somit ermöglicht dieser Probenhalter eine zuverlässige In-Plane-Charakterisierung der Temperaturleitfähigkeit von Materialien mit geringer Temperaturleitfähigkeit bis zu einer Temperatur von 250 °C

Materialien und Methoden

Die Messgenauigkeit des PEEK-Probenhalters für In-Plane-Messungen wurde für Materialien mit geringer



1 Design des PEEK-Probenhalters zur In-Plane-Charakterisierung

thermischer Temperaturleitfähigkeit anhand von Proben aus Pyroceram® 9606 und Pyrex® 7740 bewertet. Darüber hinaus wurde die Leistungsfähigkeit dieses Probenhalters für Materialien mit hoher Temperaturleitfähigkeit durch die Analyse einer reinen Kupferprobe beurteilt. Alle Proben hatten einen Durchmesser zwischen 25,0 mm und 25,3 mm sowie eine Dicke zwischen 240 µm und 530 µm.

Vor der Analyse wurden die dem Lichtblitz und dem Infrarotdetektor ausgesetzten Probenbereiche mit Graphitspray beschichtet, um die Absorptions- und Emissionseigenschaften der Oberfläche zu verbessern. Die restlichen Bereiche der Ober- und Unterseite blieben unbeschichtet. Alle Messungen wurden unter Stickstoffatmosphäre mit der LFA 717 HyperFlash®, ausgestattet mit einem InSb-Detektor, durchgeführt.

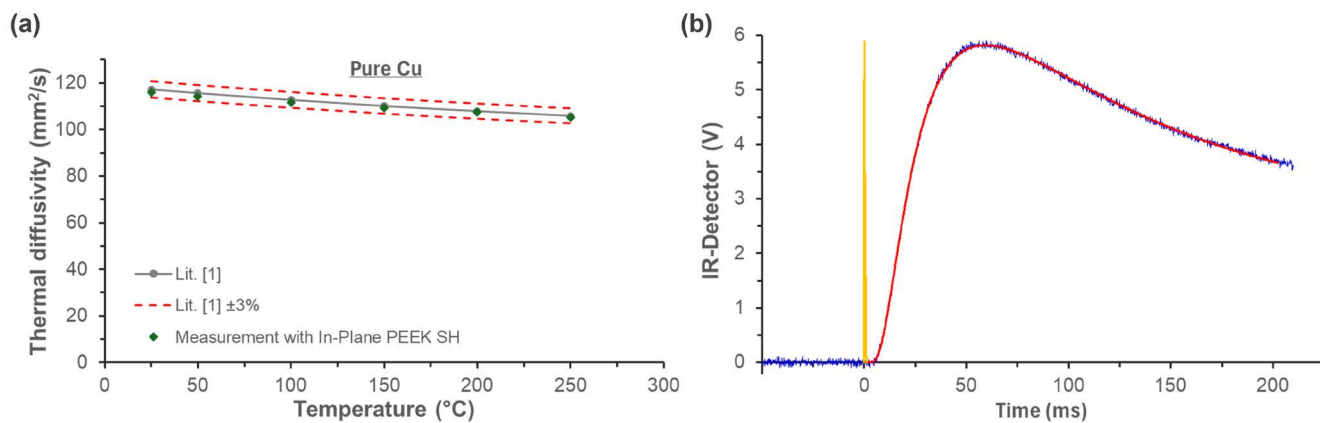
Für die Messungen an der Kupferprobe kam ein PEEK-Probenhalter für In-Plane-Messungen mit nur einer unteren Maske zum Einsatz. Die Datenanalyse erfolgte unter Verwendung des in der NETZSCH Proteus®-Software implementierten In-Plane-Modells. Zur Charakterisierung von gering leitenden Materialien wurden Probenhalter in der Konfiguration mit drei unteren Masken verwendet. Die Datenanalyse erfolgte unter Verwendung des „In-Plane low-λ-Modells“ für Materialien mit geringer Temperaturleitfähigkeit.

APPLICATIONNOTE Präzision trifft Performance: Der leistungsfähige PEEK-Probenhalter für In-Plane-Analysen

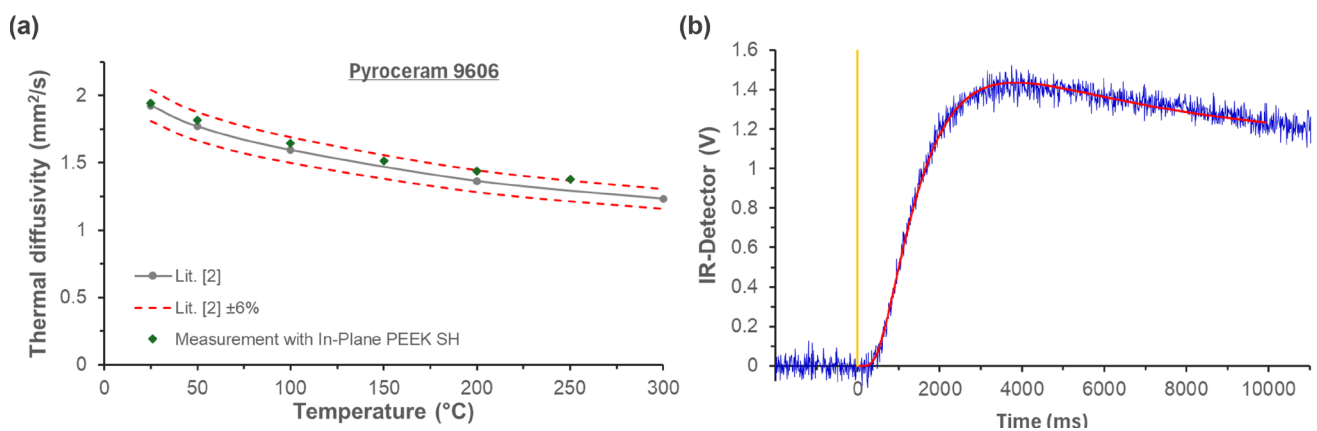
Ergebnisse und Diskussion

Die Abbildungen 2a, 3a und 4a zeigen die ermittelten Ergebnisse zur Temperaturleitfähigkeit der Proben aus Cu, Pyroceram® 9606 und Pyrex® 7740. Bei der Datenanalyse wurde das In-Plane-Modell an das Detektorsignal vom Blitzereignis (Zeitursprung) bis zum Zehnfachen der Halbwertszeit $t_{1/2}$ für die Cu- und Pyroceram® 9606-Proben angepasst (siehe Abbildungen 2b und 3b). Die gute Übereinstimmung zwischen Detektorsignal und LFA-Modell weist auf die Zuverlässigkeit der Ergebnisse hin. Im Vergleich zu Literaturwerten liegen die für die Cu-Probe beobachteten Abweichungen über den gesamten untersuchten Temperaturbereich deutlich unter $\pm 3\%$.

Für die Pyroceram® 9606-Probe wurde bei Temperaturen unter $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ eine vergleichbare Messgenauigkeit beobachtet. Mit abnehmender In-Plane-Temperaturleitfähigkeit nimmt die Messgenauigkeit jedoch leicht ab. Bei Temperaturleitfähigkeiten unter $1,5\text{ mm}^2/\text{s}$ weisen die erhaltenen Ergebnisse Abweichungen von etwa 6% gegenüber den Literaturwerten auf.

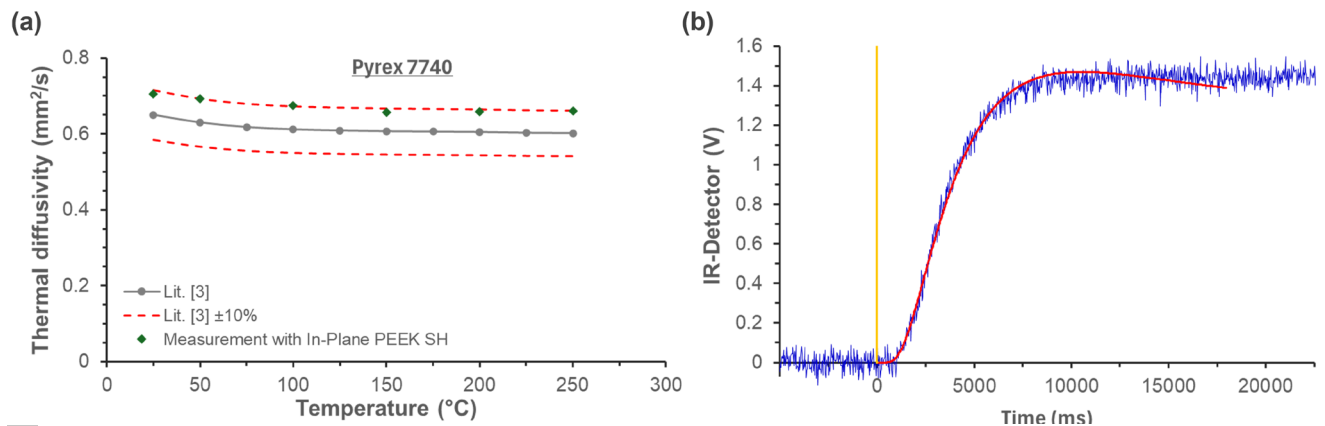


2 Referenzwerte für die thermische Temperaturleitfähigkeit [1] und Messergebnisse in der Ebene für eine Cu-Probe, die mit dem PEEK-Probenhalter ermittelt wurden (a). Detektorsignal (blau) einer bei $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ durchgeführten Messung und dessen Anpassung anhand des LFA-In-Plane-Modells (rot); der Lichtblitz ist gelb dargestellt (b).



3 Referenzwerte für die Temperaturleitfähigkeit [2] und In-Plane-Messergebnisse für eine Pyroceram® 9606-Probe, erhalten mit dem PEEK-Probenhalter (a). Detektorsignal (blau) aus einer bei $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ durchgeführten Messung und Anpassung unter Verwendung des LFA-In-Plane-Modells (rot). Der Lichtblitz ist gelb dargestellt.

APPLICATIONNOTE Präzision trifft Performance: Der leistungsfähige PEEK-Probenhalter für In-Plane-Analysen



4 Referenzwerte für die Temperaturleitfähigkeit und Ergebnisse der In-Plane-Messung für eine Pyrex®-7740-Probe mit dem PEEK-Probenhalter (a). Das Detektorsignal (blau) stammt aus einer bei 50 °C durchgeführten Messung und wurde unter Verwendung des LFA-In-Plane-Modells (rot) angepasst. Der Lichtblitz ist gelb dargestellt. Die Referenzwerte für die Temperaturleitfähigkeit wurden aus Literaturdaten zur Temperaturleitfähigkeit und zur spezifischen Wärmekapazität von Pyrex® 7740 in Verbindung mit dessen Dichte bei Raumtemperatur abgeleitet [3, 4].

Bei der Pyrex®-7740-Probe beschränkte sich die Anpassung des In-Plane-Modells an das Detektorsignal auf 18.000 ms (siehe Abbildung 4b). Bei längeren Messzeiten wird der Einfluss des Probenhalters deutlich stärker. Dies kann zu einer geringfügigen Abweichung zwischen Modellanpassung und Detektorsignal sowie zu einer erhöhten Messunsicherheit führen. Für die untersuchte Probe liegt die Abweichung mit etwa 10 % gegenüber dem Literaturwert in einem erwartbaren Bereich.

Zusammenfassung

Die Ergebnisse belegen die Eignung des PEEK-Probenhalters für In-Plane-Messungen bei Temperaturen bis zu 250 °C. Dank seines optimierten Designs und der geringen Temperaturleitfähigkeit von PEEK ist eine In-Plane-LFA-Charakterisierung von Materialien mit Temperaturleitfähigkeiten von sogar knapp unter 1 mm²/s möglich. Dies erweitert die Anwendbarkeit der LFA auf In-Plane-Messungen von Materialien mit geringer Temperaturleitfähigkeit erheblich.

Referenzen

- [1] Touloukian, Y. S., et al. "Thermophysical properties of matter-The TPRC data series". Volume 10. Thermal Diffusivity (1974).
- [2] Salmon D., Roebben G., Lamberty A., Brandt R. "Certification of thermal conductivity and thermal diffusivity up to 1025 K of a glass-ceramic reference material BCR-724". In: Centre JR, editor. Brussels: European Commission (2007).
- [3] Touloukian, Y. S., et al. "Thermophysical properties of matter-The TPRC data series". Volume 2. Thermal Diffusivity (1970).
- [4] Touloukian, Y. S., et al. "Thermophysical properties of matter-The TPRC data series". Volume 5. Thermal Diffusivity (1970).