

## LFA 467 HT HyperFlash®: Neuer Probenhalter – speziell für Metallschmelzen

Dr. André Lindemann und Dr. Martin Brunner

### Einleitung

Für LFA-Messungen wird eine definierte Probendicke vorausgesetzt. Die Temperaturleitfähigkeit ( $\alpha$ ) ist proportional zum Quadrat der Probendicke ( $d$ ):  $\alpha \sim d^2$ . Dies erfordert eine hohe Genauigkeit bei der Dickenbestimmung. Zusätzlich stellt bei Probenhaltern für Flüssigkeiten der Wärmefluss in axialer Richtung durch die äußeren Containerwände einen weiteren kritischen Punkt dar. Ebenso können Messungen an Metallschmelzen den Probenhalter zerstören.

Diese Probleme werden mit dem neuen Probenhalter, der sich auch hervorragend für Metallschmelzen eignet, umgangen (Abbildung 1). Diese besondere Ausführung mit Bauteilen aus Edelstahl oder SiC erlaubt Messungen mit ausgezeichneten IR-Detektorsignalen – eine Voraussetzung für den Erhalt von hohen Genauigkeiten. Das Metall wird in einen Saphirtiegel eingebracht, der mit einem Saphirdeckel verschlossen wird. Eine definierte Probendicke in der Schmelze wird realisiert, indem zusätzliche eine Masse auf den Saphirdeckel gegeben wird. Dadurch ist eine flexible Positionierung des Deckels bezüglich der Höhe gegeben und etwaige Schäden des Saphirteils, bedingt durch die axiale thermische Ausdehnung des Metalls, können vermieden werden.

### Messbedingungen

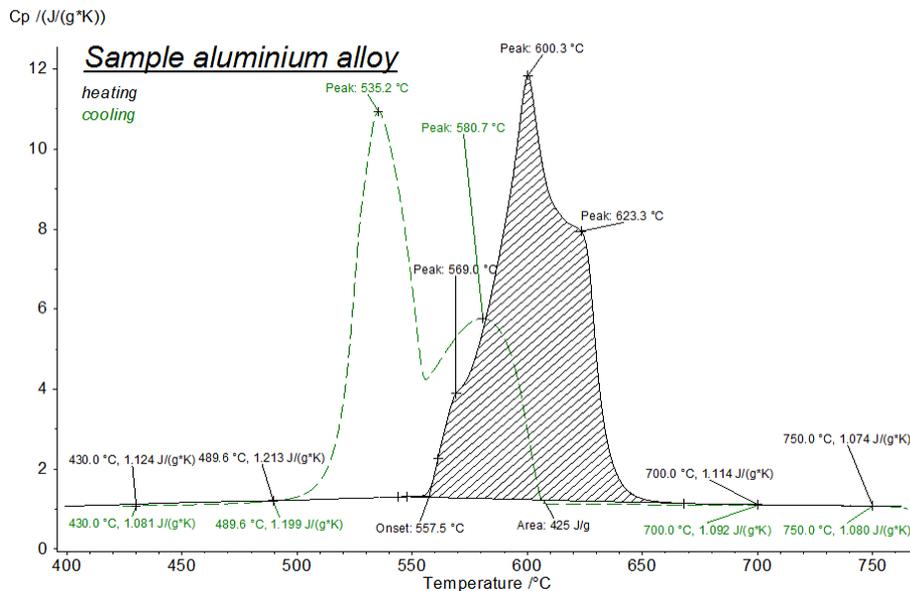
- Material: Aluminiumlegierung
- Geräte: LFA 467 HT HyperFlash® / DSC 404 F1 Pegasus®
- Temperaturbereich: 450 °C → 750 °C → 450 °C
- Probenhalter: für Flüssigkeiten und Metalle, bestehend aus Saphir; in Edelstahl- (bis max. 750°C) und SiC-Ausführung (bis max. 1250°C)
- Probendicke: 1,5 mm
- Vorbereitung der Probenoberfläche: Beschichtung mit dünner Grafitsschicht

### Messergebnisse

Die Eignung des neuen Probenhalters für Flüssigkeiten wurde mit der LFA 467 HT anhand einer Messreihe an einer Aluminiumlegierung getestet. Vor dem LFA-Test wurden zusätzliche DSC-Messungen durchgeführt. Abbildung 2 zeigt den Phasenübergang während der Aufheizung und Abkühlung in der DSC. Während der Aufheizung (schwarze Kurve) beginnt bei 558 °C (Onset,



1 Design des neuen Probenhalters für Metallschmelzen; Edelstahl- (Bestell-Nr. LFA46700B96-040-00) und SiC-Version (LFA46700B96-041-00)



2 Spezifische Wärmekapazität einschließlich energetischer Effekte einer Aluminiumlegierung während der Aufheizung (durchgezogene schwarze Linie) und Abkühlung (gestrichelte grüne Linie; DSC-Messungen).

Solidustemperatur) das mehrstufige Schmelzen der Legierung mit den Peaktemperaturen bei 569 °C und 600 °C. Die letzte Stufe endet bei 623 °C (Liquidustemperatur). Im Abkühlzyklus zeigt sich ein geringer Unterkühlungseffekt (grüne gestrichelte Linie). Der Beginn der Kristallisation setzt zwischen 610 °C ... 600 °C ein – ca. 10 bis 15 K unterhalb der Liquidustemperatur während der Aufheizung. Die Kristallisation ist bei 535 °C abgeschlossen.

Abbildung 3 stellt die LFA-Messung der Aluminiumlegierung zwischen 450 °C und 750 °C dar. Die Werte der Temperaturleitfähigkeit beim Aufheizen und Abkühlen liegen in guter Übereinstimmung. Das sind Anzeichen dafür, dass der IR-Detektor eine ausgezeichnete Signalstabilität besitzt und dass die Bedingungen sowohl innerhalb als auch außerhalb der Phasenübergänge identisch sind (z.B. konstante Dicke der Flüssigkeit/des festen Metallfilms). Die Solidustemperatur liegt zwischen 550 °C und 757 °C (zum Vergleich: DSC bei 558 °C) und die Liquidustemperatur zwischen 600 °C und 625 °C (zum Vergleich: DSC bei 623 °C). Die gute Übereinstimmung zwischen den beiden unabhängigen Apparaturen demonstriert die hohe Temperaturgenauigkeit der LFA 467 HT HyperFlash®

Die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit  $\lambda(T)$  basiert auf folgender Gleichung:

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

mit  $\rho$  = Dichte

$\alpha$  = Temperaturleitfähigkeit

$c_p$  = spezifische Wärmekapazität.

Die Dichte  $\rho$  kann bei Raumtemperatur mittels Volumen und Masse bestimmt werden. Für präzise Ergebnisse kann ein Dilatometer zur Berücksichtigung der thermischen Ausdehnung und der temperaturabhängigen Dichteänderung eingesetzt werden. Die gemessenen/berechneten  $c_p^*(T)$  DSC-Kurven beinhalten den Beitrag der Phasenänderungsenthalpien  $\Delta h_{\text{phase}}$  und können wie folgt beschrieben werden:

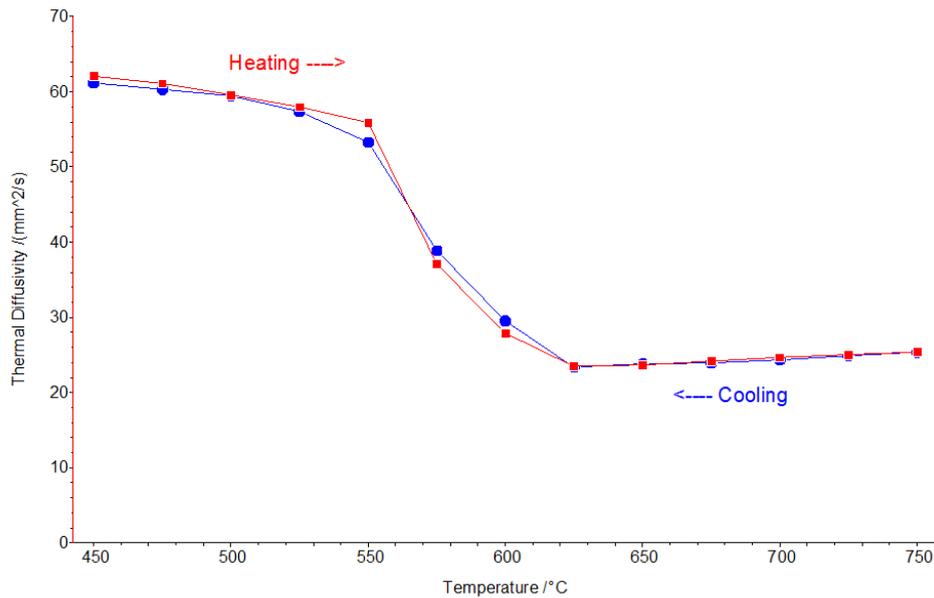
$$c_p^* dT = c_p dT + dh_{\text{phase}}$$

Für den Erhalt der „wahren“ spezifischen Wärmekapazität  $c_p(T)$ , die zur Berechnung der Wärmeleitfähigkeit benötigt wird, muss die Phasenänderungsenthalpie abgezogen werden:

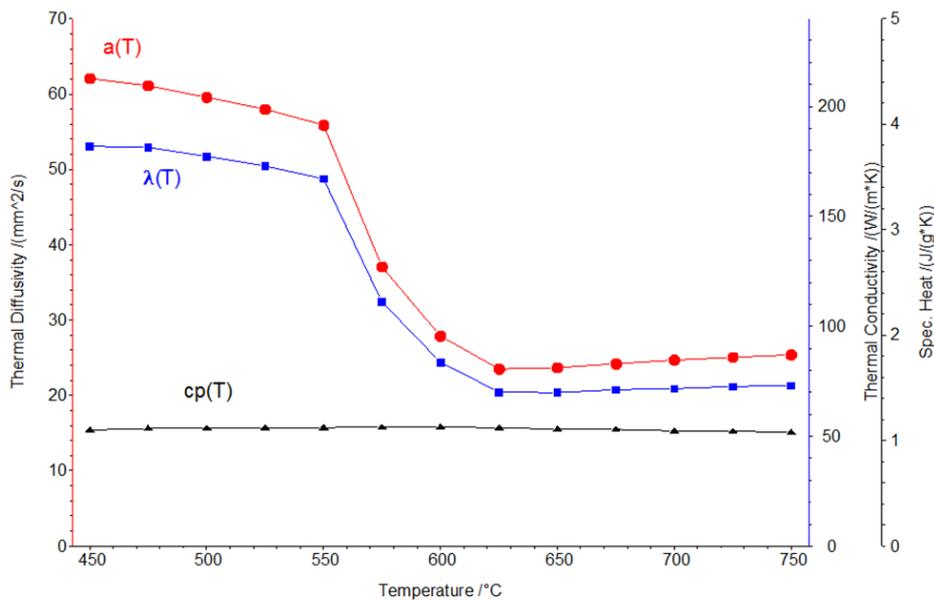
$$c_p dT = c_p^* dT - dh_{\text{phase}}$$

Das erfolgt üblicherweise mittels linearer Interpolation innerhalb des Phasenübergangsbereichs.

Abbildung 4 zeigt die thermophysikalischen Eigenschaften der Aluminiumlegierung einschließlich der berechneten Wärmeleitfähigkeit für den Fest-Flüssig-Phasenübergang.



3 Temperaturleitfähigkeit der Aluminiumlegierung für die Phasenübergänge fest → flüssig und flüssig → fest



4 Thermophysikalische Eigenschaften der Aluminiumlegierung für den Phasenübergang fest → flüssig

### Zusammenfassung

NETZSCH hat einen neuen Probenhalter für Flüssigkeiten für die LFA 467 HT HyperFlash® entwickelt, der in zwei Versionen – bis 750 °C bzw. 1250 °C – lieferbar ist. Messungen an einer Aluminiumlegierung zeigen deutlich die hohe Reproduzierbarkeit der Ergebnisse während der Aufheizung (Schmelzen) und Abkühlung (Kristallisation). Das spezielle Design des Probenhalters sorgt für eine

konstante Probendicke während des Schmelzens. Gleichzeitig wird mechanischer Druck, bedingt durch die thermische Ausdehnung, auf die Saphirteile verhindert.

Dank der ausgezeichneten Signalstabilität konnte eine hohe Genauigkeit mit geringer Streuung erzielt werden. Es zeigt sich eine gute Übereinstimmung mit den DSC-Ergebnissen; alle detektierten Phasenübergangstemperaturen liegen im erwarteten Bereich.