



Anspruchsvolle LFA-Messungen an Diamant – der In-Plane-Probenhalter

Jinyan Li, Applications Laboratory Shanghai, Dorothea Stobitzer und Alberto Gomez, Applications Laboratory Selb



Einleitung

In der Hochleistungs- und Optoelektronik ist eine effiziente Wärmeableitung von entscheidender Bedeutung, da dort hohe thermische Belastungen auf engstem Raum auftreten. Besonders geeignet ist hier Diamant, da er extreme Härte mit der höchsten Wärmeleitfähigkeit aller natürlich vorkommenden Materialien vereint. Sie übersteigt bei Raumtemperatur 2000 W/(m·K). Seine geringe Wärmeausdehnung und elektrische Isolierung sprechen zudem für seinen Einsatz in anspruchsvollen Kühlkonzepten.

Aufgrund seines außergewöhnlichen Wärmetransports und seiner optischen Transparenz bleibt die genaue Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Diamant jedoch eine Herausforderung, weshalb die Auswahl von Methode, Gerät und Verfahren von entscheidender Bedeutung ist.

Weiterführende In-Plane-Tests

Bei der Messung der Temperaturleitfähigkeit von Diamant in der through-plane-Richtung werden in der Regel bestimmte Anforderungen an die Probendicke gestellt (siehe Application Note 438 [1]).

Ist die Probe sehr dünn, erfolgt die Wärmeübertragung innerhalb extrem kurzer Zeit. Daher ist eine hohe zeitliche Auflösung für ein qualitativ hochwertiges Detektorsignal

besonders wichtig. Obwohl Impulse von nur 10 µs bereits eine verbesserte Signalerfassung ermöglichen, kann das enge Messfenster die Komplexität der Signaltrennung und der Kurvenanpassung erhöhen. Bei angemessener Berücksichtigung dieser Faktoren lassen sich dennoch zuverlässige Berechnungen erzielen.

Bei der NETZSCH LFA 717 *HyperFlash*®, zum Beispiel, beträgt die Datenerfassungsrate des Detektors 2 MHz, was einem Zeitintervall von 0,5 µs zwischen benachbarten Datenpunkten entspricht. Gemäß ASTM E1461 müssen in der Regel mindestens 100 Datenpunkte bis zur Halbwertszeit ($t_{(1/2)}$) aufgezeichnet werden. Für transparente Diamantproben mit extrem hoher Wärmeleitfähigkeit werden jedoch 250 Datenpunkte empfohlen, was zu einer minimalen Halbwertszeit ($t_{(1/2)}$) von 0,125 ms führt. Die minimal prüfbare Probendicke (d_{min}) lässt sich dann grob anhand der Parker-Formel abschätzen, wobei α die Temperaturleitfähigkeit in der through-plane-Richtung der Probe ist:

$$d_{min} \approx \sqrt{\frac{\alpha \cdot t_{1/2}}{0.1388}}$$

Bei einkristallinen Diamanten mit einem α -Wert von etwa 1.000 mm²/s wird zur Erzielung einer ausreichenden Messgenauigkeit eine Mindestprobendicke von 0,95 mm empfohlen. Zwar sind Messungen und Proben mit einer minimal geringeren Dicke machbar, jedoch verschlechtert sich dabei die Signalqualität, beispielsweise nimmt das Signal-Rausch-Verhältnis ab.

Doch wie lässt sich die Temperaturleitfähigkeit messen, wenn die Probendicke deutlich unter dem genannten Wert liegt?

In solchen Fällen kann die Probe mit einem In-Plane-Probenhalter (Abbildung 1) untersucht werden. Dieser erzeugt einen längeren Wärmeausbreitungsweg innerhalb der Probe, sodass die Messung in der In-Plane-Richtung erfolgen kann.

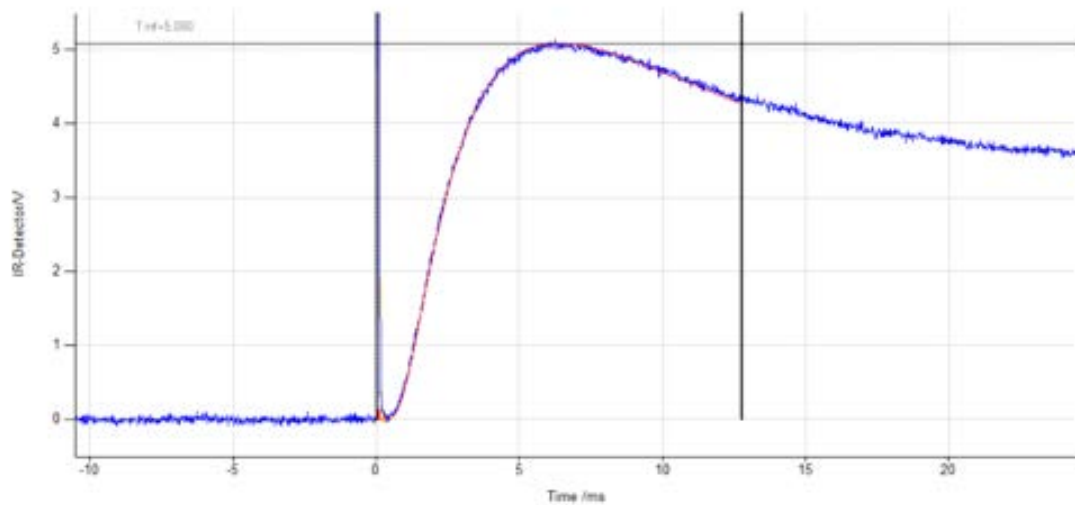


1 LFA 717 In-Plane-Probenhalter

Tabelle 1 fasst die Ergebnisse zusammen, die für eine 0,638 mm dicke Diamantprobe unter Verwendung eines In-Plane-Probenhalters bei Raumtemperatur ermittelt wurden. Insgesamt ergab sich eine durchschnittliche In-Plane-Temperaturleitfähigkeit von 1126,6 mm²/s mit einer Standardabweichung von 8,6 mm²/s. Die geringe Streuung der einzelnen Schüsse belegt die hervorragende Wiederholbarkeit der Messung. Der gemessene In-Plane-Wert stimmt mit dem Leitfähigkeitsbereich überein, der für vergleichbare Diamantproben beobachtet wurde, die in through-plane-Richtung analysiert wurden (Application Note 438). Diese Übereinstimmung bestätigt, dass der In-Plane-Aufbau der LFA zur Charakterisierung von Materialien mit sehr hoher Temperaturleitfähigkeit geeignet ist.

Tabelle 1 In-plane-Temperaturleitfähigkeit einer dünnen Diamantprobe. Probendicke: 0,638 mm

<i>Results</i>							
Shot number	Temperature °C	Model	Diffusivity mm ² /s	Uncertainty %	Laser voltage V	Pulse width ms	
2	25,0	In-plane, Inward heat flow, isotropic(I)	1126,176	0,6	250,0	0,10	
3	25,0	In-plane, Inward heat flow, isotropic(I)	1135,798	0,5	250,0	0,10	
4	25,0	In-plane, Inward heat flow, isotropic(I)	1130,814	0,6	250,0	0,10	
5	25,0	In-plane, Inward heat flow, isotropic(I)	1125,853	0,6	250,0	0,10	
6	25,0	In-plane, Inward heat flow, isotropic(I)	1122,519	0,4	250,0	0,10	
7	25,0	In-plane, Inward heat flow, isotropic(I)	1131,568	0,5	250,0	0,10	
8	25,0	In-plane, Inward heat flow, isotropic(I)	1132,281	0,6	250,0	0,10	
9	25,0	In-plane, Inward heat flow, isotropic(I)	1106,429	0,8	250,0	0,10	
10	25,0	In-plane, Inward heat flow, isotropic(I)	1128,249	0,5	250,0	0,10	
Mean:	25,0		1126,632				
Std. Dev.:	0,0		8,561				



2 Temperaturanstiegskurve gemäß der Prüfung in Tabelle 1

Die entsprechende Temperaturanstiegskurve ist in Abbildung 2 dargestellt. Das gemessene Signal zeigt unmittelbar nach dem Lichtimpuls einen steilen Anstieg, gefolgt von einem allmählichen Abklingen. Die sehr gute Übereinstimmung zwischen der experimentellen Kurve und der angepassten Modellkurve deutet darauf hin, dass das gewählte In-Plane-Wärmeflussmodell die thermische Antwort der Diamantprobe genau wiedergibt. Die stabile Anpassungsqualität und die geringe Messunsicherheit untermauern die Zuverlässigkeit des ermittelten Wertes für die In-Plane-Leitfähigkeit.

Zusammenfassung

Die Ergebnisse zeigen eindeutig, dass sich die LFA-Methode zur Untersuchung hochleitfähiger Materialien eignet. Selbst bei Diamant mit seiner sehr schnellen Wärmeausbreitung lieferte die Messung hochgradig reproduzierbare und zuverlässige Ergebnisse.

Die durchschnittliche Temperaturleitfähigkeit von $1.126,6 \text{ mm}^2/\text{s}$ in Verbindung mit einer relativen Standardabweichung von etwa 0,76 % bestätigt die Stabilität des Messansatzes. Die hervorragende Übereinstimmung zwischen der gemessenen Temperaturanstiegskurve und dem angepassten Modell untermauert zudem die Gültigkeit der In-Plane-Auswertung.

Daher stellt die In-Plane-LFA-Analyse eine wertvolle Methode zur Bestimmung richtungsabhängiger Wärmeübertragungseigenschaften dar – insbesondere für dünne und hochleitfähige Materialien. Mit einem geeigneten Probenhalter, passenden Messparametern und einem speziellen In-Plane-Auswertemodell lassen sich zuverlässige Daten zur In-Plane-Temperaturleitfähigkeit gewinnen.

Die zuverlässigen Werte unterstützen die Materialauswahl, die thermische Auslegung und die Simulationsgenauigkeit und tragen dazu bei, lokale Überhitzung zu reduzieren sowie die Leistung und Lebensdauer von Bauteilen zu verbessern.

Literatur

[1] Application Note 438: Untersuchung der Wärmeleitfähigkeit von Diamant – Geräteauswahl und Testmethode sind gleichermaßen wichtig [→LINK](#)