

APPLICATION NOTE

Metallschmelzen – LFA

LFA 467 HT HyperFlash®: Probenhalter zur Messung an Metallschmelzen

Anne Lichtinger

Einleitung

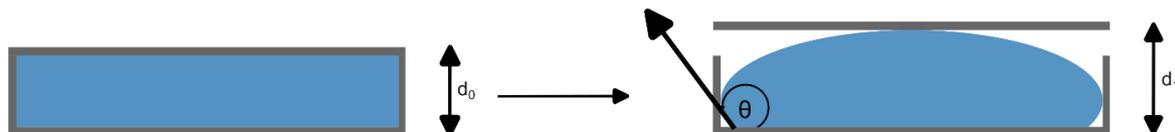
Die Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit α mittels LFA setzt eine genaue Kenntnis der Probendicke d voraus, da die Temperaturleitfähigkeit proportional zur quadratischen Dicke ist. Um Metallschmelzen in der LFA zu messen, muss daher sichergestellt werden, dass sich die Probendicke während der Messung nicht verändert.

Für die Messung kann der Probenhalter für Metallschmelzen aus SiC (bis max. 1250 °C) verwendet werden [1]. Dieser besteht aus einem Saphirtiegel, in den das Metall eingebracht und mit einem Saphirdeckel verschlossen wird [1]. Einige Metallschmelzen haben eine hohe Oberflächen- bzw. Grenzflächenspannung γ , die z.B. bei Kupfer einen Wert von γ_{Cu} ($T=1058$ °C) = 1304 mN/m aufweist [2]. Diese hohe Oberflächenspannung führt dazu, dass Metalle während der Schmelze Tropfen bilden können (Abbildung 1). Dadurch kann sich die Probendicke soweit vergrößern (von d_0 auf d_{01}), dass ein größerer Kontaktwinkel resultiert. Dies hat zur Folge, dass das Metall den Boden des Saphirtiegels möglicherweise nicht mehr vollständig benetzt und es somit zu einem Durchblitzen des Lichtimpulses durch die Probe hindurch kommen kann.



2 Neuer Probenhalter für Metallschmelzen für die LFA 467 HT HyperFlash®.

Zur Messung von Metallen mit einer sehr hohen Oberflächenspannung eignet sich hervorragend der neue Probenhalter aus SiC (Abbildung 2). Im Gegensatz zum konventionellen Probenhalter hat dieser ein Gewinde, mit dem der SiC-Deckel des Probenhalters an der Unterseite verschraubt und dadurch sichergestellt wird, dass sich der Saphirdeckel nicht bewegen kann. Dadurch kann die Tropfenbildung in der Metallschmelze verhindert werden, und es wird eine definierte Dicke und vollständige Benetzung des Tiegelbodens durch die Probe erzielt.



1 Links: Metallprobe (Festkörper) im Saphirtiegel mit Saphirdeckel. Abbildung 1, rechts: Metallschmelze (beginnende Tropfenbildung) im Saphirtiegel mit Saphirdeckel.

Material und Messbedingungen

Das verwendete Material und die verwendeten Messparameter sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Tabelle 1 Material und Messparameter

Gerät	LFA 467 HT HypeFlash®
Probenmaterial	Kupfer, Reinheit: 99,999 %
Temperaturbereich und Probenhalter	■ 25 °C - 1200 °C (neuer Saphir-SiC-Probenhalter)
	■ 225 °C - 800 °C (Standardprobenhalter aus Aluminiumoxid, rund, 12,7 mm)

Ergebnisse und Diskussion

Der neue Probenhalter wurde anhand der Messung an einer Kupferprobe getestet. Hierbei wurde die Kupferprobe im neuen Probenhalter von 25 °C bis 1200 °C bis in die Schmelze gemessen. Das Aufschmelzen der Probe ist an einem starken Abfall der Temperaturleitfähigkeit zu erkennen (Abbildung 3) und stimmt mit dem Literaturwert [3] für den Schmelzpunkt (Peaktemperatur) von Kupfer mit $T=1083$ °C gut überein. Die Kupferprobe wurde zum Vergleich mit einem Standardprobenhalter aus Aluminiumoxid (12,7 mm, rund) im Temperaturbereich von 25 ° bis 800 °C unterhalb der Schmelze gemessen (graue Rauten in Abbildung 3). Die Abweichung der

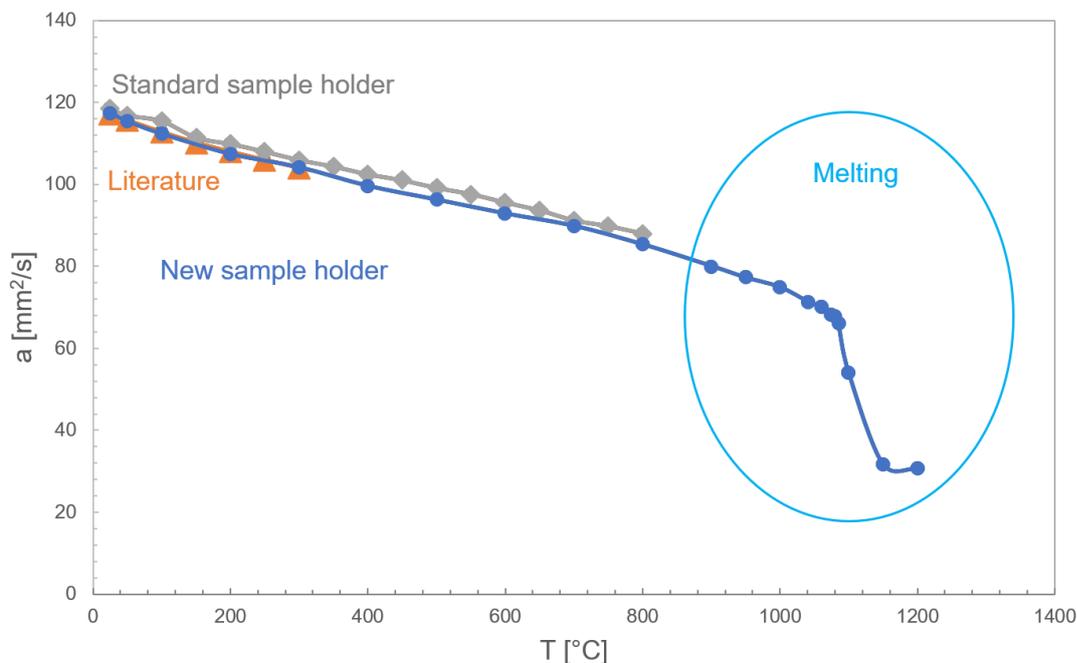
mit dem Standardprobenhalter gemessenen Werte für die Temperaturleitfähigkeit, der Literaturwerte (orange Dreiecke in Abbildung 3) und der mit dem neuen Probenhalter für Metallschmelzen gemessenen Werte ist kleiner als 3 % für alle gemessenen Temperaturen.

Zusammenfassung

Es wurde ein neuer Probenhalter aus SiC für den Temperaturbereich von Raumtemperatur bis 1250 °C entwickelt, der sich ideal für die Messung von Metallschmelzen eignet. Durch den verschraubbaren Deckel wird erzielt, dass sich die Probendicke auch in der Schmelze nicht ändert, was für eine genaue Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit essentiell ist. Anhand von Messungen an Kupfer zeigt sich eine gute Übereinstimmung der Ergebnisse mit Messungen mit einem Standardprobenhalter und mit Literaturwerten.

Literatur

- [1] Dr. André Lindemann, Dr. Martin Brunner, LFA 467 HT Hyperflash®: Neuer Probenhalter – speziell für Metallschmelzen, AN 109, NETZSCH-Gerätebau GmbH
- [2] J. Schmitz, J. Brillo, I. Egry, *J Mater Sci*, 45, 2010, 2144-2149
- [3] J. A. Cahill, A.D. Kirschbaum, *J. Phys. Chem*, 66, 1962, 1080-1082
- [4] TPRC Database, 2005



3 Temperaturleitfähigkeit von Kupfer (orange Dreiecke: Literaturwerte [4], graue Rauten: Messung mit einem Standardprobenhalter aus Aluminiumoxid (12,7 mm, rund), blaue Punkte: Messung mit dem neuen Saphir-Si-Probenhalter für Metallschmelzen).