

STEPHAN KNAPPE UND JÜRGEN BLUMM*

Vom Lichtblitz zum Wärmetransport bei Polymeren

Wie hoch ist die Wärmeleitfähigkeit der Thermoplastschmelze im Werkzeug?
Wie effizient und richtungsabhängig ist die Temperaturleitfähigkeit des faser-
verstärkten Thermoplasten? Wie kann die Wärmeabfuhr der duroplastischen
Leiterplatte bei elektronischen Bauteilen optimiert werden? Welchen Beitrag an der
Wärmeleitfähigkeit hat der zugemischte Ruß im Gummi-Compound?

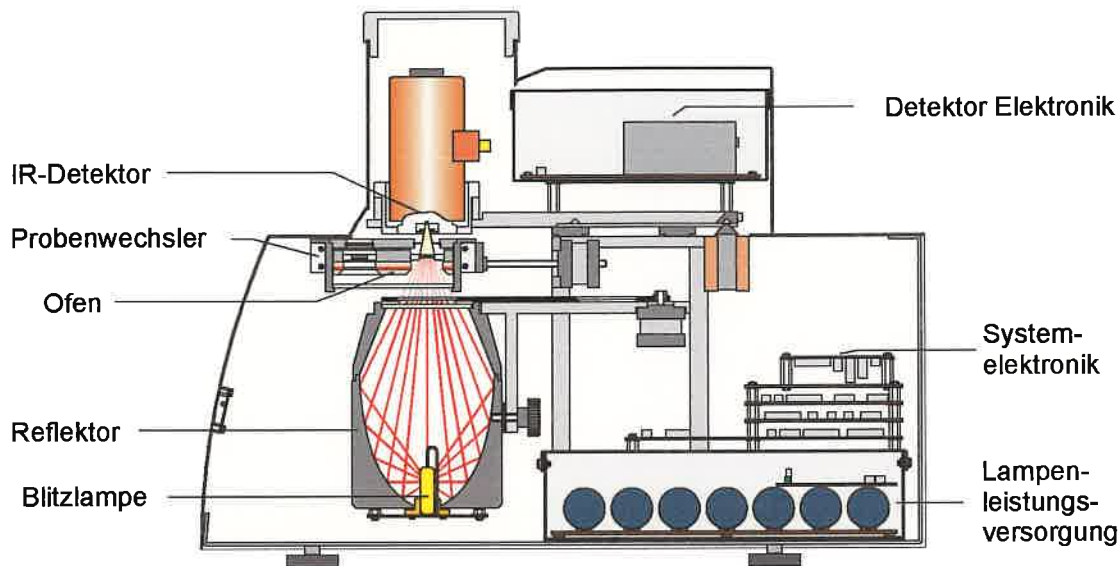


Abb. 1: Aufbau der LFA 447 *Nanoflash*TM

Zur Beantwortung dieser oder ähnlicher Fragestellungen müssen die thermo-
physikalischen Eigenschaften des Polymerwerkstoffs bekannt sein. Neben dem
Schmelz-, Kristallisations- und Reaktionsverhalten, dem Glasübergang und der
spezifischen Wärme, die üblicherweise mit einem Dynamischen Differenzkalorimeter
(Differential Scanning Calorimeter, DSC) gemessen werden, sind v.a. die
Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit von großer praktischer Bedeutung.

Flash-Methode: schnell, zerstörungsfrei und berührungslos

Die Temperaturleitfähigkeit a wird mit modernen Flash-Methoden gemessen, indem
man die Vorderseite einer planparallelen Probe durch einen kurzen Lichtpuls erwärmt
und auf der Probenrückseite den resultierenden Temperaturanstieg als Funktion der
Zeit misst [1]. Wenn zudem die spezifische Wärme c_p und Dichte ρ bekannt sind,
kann man die temperaturabhängige Wärmeleitfähigkeit λ des Materials berechnen:

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

Im folgenden Beitrag wird die kontaktlose Flash-Methode anhand der neuen LFA 447
*Nanoflash*TM von NETZSCH-Gerätebau GmbH vorgestellt. Sie ist aufgrund des
Temperaturbereichs von Raumtemperatur bis 300°C für den Polymerbereich,
insbesondere für das so genannte Electronic Packaging prädestiniert. Mit einem
geeigneten Probenbehälter kann die Temperaturleitfähigkeit nicht nur am festen
Kunststoffteil, sondern auch über den Schmelzbereich hinaus bestimmt werden.

Dies ist z.B. wichtig für die Werkzeugauslegung beim Spritzgießen, da moderne 3D-Simulationsprogramme zuverlässige Eingabeparameter für die Formfüllung und Temperaturverteilung im Werkzeug benötigen.

Moderne Flash-Apparatur

Die LFA 447 *Nanoflash*TM (Abb. 1) [2] arbeitet gemäß nationaler und internationaler Standards wie z.B. DIN EN 821, DIN 30905 oder ASTM E-1461.

Der Lichtpuls wird durch eine Hochleistungs-Xenonblitzlampe erzeugt, die sich in einem parabolischen Spiegel befindet. Die gesamte Probenfläche wird homogen ausgeleuchtet. Sowohl die abgegebene Energie der Blitzlampe als auch die Länge des Heizpulses können über die 32-bit MS[®]-WindowsTM-Software eingestellt werden. Blitzlampe, Probe und Infrarot-Detektor sind vertikal angeordnet. Die Proben befinden sich in einem automatischen Probenwechsler, mit dem bis zu vier Proben in einem Messzyklus untersucht werden können. Standardaufnahmen von runden und quadratischen Proben liegen im Bereich von 8 mm bis 25,4 mm. Der Ofen (RT bis 300°C) ist direkt in den Probenwechsler integriert, wodurch eine geringe thermische Masse und damit schnelle Heiz- und Kühlzeiten gewährleistet werden. Im Probenträger befindet sich das Probenthermoelement, das die Probentemperatur exakt misst. Die Messung des Temperaturanstiegs erfolgt mit einem InSb-Infrarotdetektor, der mit Flüssigstickstoff gekühlt wird. Durch die kontaktlose Messung des Temperaturanstiegs sind sowohl ein einfacher Probenwechsel als auch ein schnelles Abklingverhalten des Messsignals gewährleistet.

Mehr als 15 verschiedene Auswertemodelle mit Korrekturverfahren aus der Literatur stehen dem Anwender zur Verfügung: z.B. Berücksichtigung von Wärmeverlusten zur Seite und von den Stirnflächen, Analyse von Mehrschichtsystemen mit nichtlinearer Regression, jeweils mit und ohne Pulslängenkorrektur.

Der Temperaturleitfähigkeitsbereich liegt zwischen 0,01 und 1000 mm²/s, wobei die Reproduzierbarkeit ca. +/-3% beträgt.

Neben der Temperaturleitfähigkeit lässt sich mit der *Nanoflash*TM auch die spezifische Wärme nach der Vergleichsmethode ermitteln. Dabei wird z.B. Pyroceram als Kalibrierstandard herangezogen. Bei der spezifischen Wärme wird mit einer Reproduzierbarkeit von +/-5% gerechnet. Bei bekannter Dichte ist es somit auch möglich, die Wärmeleitfähigkeit direkt zu bestimmen. Der Bereich der Wärmeleitfähigkeit liegt zwischen 0,1 und 2000 W/mK.

Wärmetransport beim teilkristallinen Thermoplasten Polypropylen (PP)

In Abb. 2 sind die Temperaturleitfähigkeit (rot), Wärmeleitfähigkeit (blau) und spezifische Wärme (grün) von PP als Funktion der Temperatur dargestellt. Von Raumtemperatur bis zum Schmelzbeginn bei 150°C (extrapolierter Onset des Schmelzpeaks aus einer DSC-Messung) sinkt die Temperaturleitfähigkeit signifikant von ca. 0,098 auf 0,075 mm²/s ab. Nach dem Schmelzen steigt sie auf einen nahezu konstanten Wert von 0,085 mm²/s bei 250°C wieder an. Die spezifische Wärme steigt erwartungsgemäß an und zwar in zwei Abschnitten: von 1,5 J/gK bei Raumtemperatur auf 2,2 J/gK bei 90°C sowie während des Erweichens und Schmelzens von 2,3 J/gK auf 2,8 J/gK bei 250°C. Die resultierende Wärmeleitfähigkeit weist vor und nach dem Schmelzen einen Anstieg von 0,14 W/mK auf 0,22 W/mK (250°C).

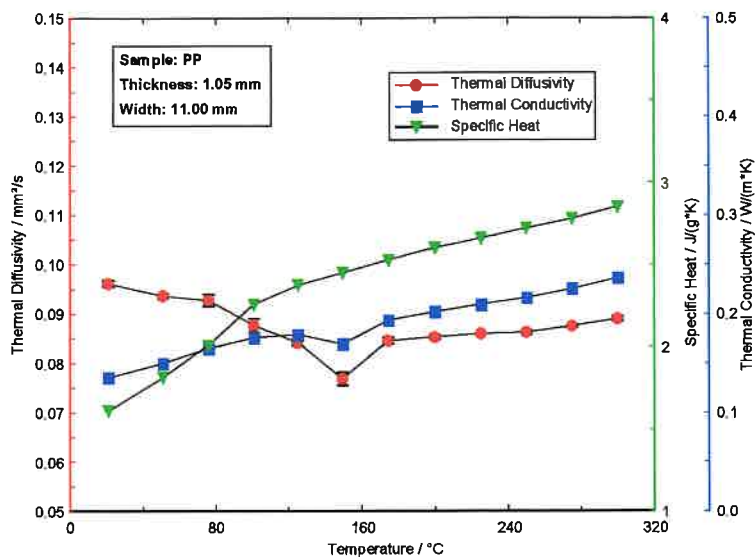


Abb. 2: Temperaturleitfähigkeit (rot), Wärmeleitfähigkeit (blau) und spezifische Wärme (grün) von Polypropylen als Funktion der Temperatur

Richtungsabhängige Wärmeleitfähigkeit bei Kupferfaser-verstärktem PP

Für die schnelle Wärmeabfuhr elektronischer Komponenten wird der Einsatz leitfähiger Kunststoffe für Gehäuse und Chassis immer bedeutender. Die Flash-Methode erlaubt durch die Anwendung spezieller Probenhalter auch eine richtungsabhängige Analyse der Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit anisotroper Materialien. Aus dem Messbeispiel in Abb. 3 geht hervor, dass die Wärmeleitfähigkeit für ein Kupferfaser-gefülltes PP in Faserrichtung (in-plane) bei 200°C um den Faktor 4 höher liegt als senkrecht zur Faserrichtung (normal).

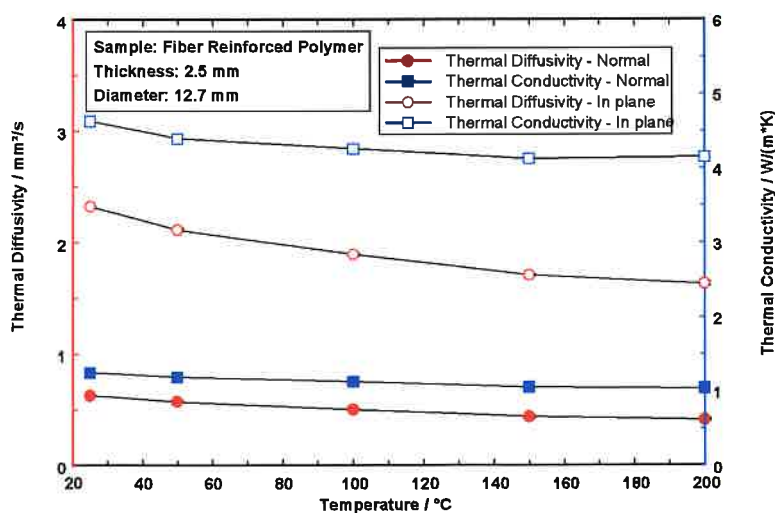


Abb. 3: Temperaturleitfähigkeit (rot) und Wärmeleitfähigkeit (blau) von Kupferfaser-verstärktem Polypropylen als Funktion der Temperatur, senkrecht zur Faserrichtung (gefüllte Symbole; normal) und in Faserrichtung (ungefüllte Symbole; in-plane)

Einfluss des Rußes auf die Temperaturleitfähigkeit im Gummi-Compound

Abschließend soll noch kurz dargestellt werden, dass die Flash-Methode auch eine schnelle Lösungsmöglichkeit bietet, den wesentlich zur Wärmeleitfähigkeit beitragenden Anteil an Füllstoffen im Polymer zu ermitteln. Abb. 4 zeigt beispielhaft den linearen Zusammenhang zwischen der bei Raumtemperatur gemessenen Temperaturleitfähigkeit und dem Rußgehalt einer Gummimischung.

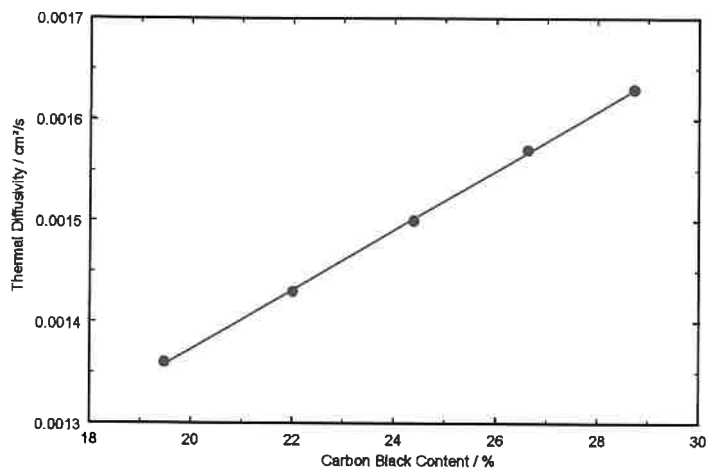


Abb. 4: Temperaturleitfähigkeit einer Ruß-gefüllten Gummimischung bei Raumtemperatur

Zusammenfassung und Ausblick

Die LFA 447 *Nanoflash*TM wurde als effektives, leicht zu bedienendes und hochgenaues System bevorzugt für die Untersuchung von Polymer- und Verbundwerkstoffen entwickelt.

Liegt das Interesse im Tieftemperaturbereich (z.B. für Gummi, Elastomere) oder bei höheren Temperaturen als 300°C (z.B. für hochtemperaturbeständige Composite), bietet sich die neue LFA 457 *Microflash*TM an. Sie arbeitet mit einem Lasersystem und zwei Ofenvarianten von -125°C bis 500°C sowie von Raumtemperatur bis 1100°C.

Literatur:

- [1] Blumm, J.: Methoden zur Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit; in: LaborPraxis, November 2002, S. 66-69.
- [2] NETZSCH Instruments Inc., Burlington, MA, USA: Instruction Manual LFA 447 *Nanoflash*TM, 7/2003

Autoren:

Stephan Knappe und Dr. Jürgen Blumm, NETZSCH-Gerätebau GmbH,
Wittelsbacherstr. 42, 95100 Selb/Bayern