

Das Laserflash Verfahren - aktuelle Entwicklungen und Tendenzen

Juergen Blumm

NETZSCH Gerätebau GmbH, Wittelsbacherstr. 42, 95100, Selb,

juergen.blumm@netzsch.com

Die Kenntnis der thermophysikalischen Eigenschaften wie Dichte, spezifische Wärme, Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit spielen für viele moderne Anwendungen eine entscheidende Rolle. So ist der Wärmetransport aus aktiven elektronischen Bauteilen und Mikroprozessoren einer der leistungsbegrenzenden Faktoren in der heutigen Computertechnik. Hier werden neuen Werkstoffe benötigt, die einen möglichst effektiven Abtransport der beim Betrieb generierten Wärme gewährleisten. Auch im Automobilbereich werden die Wärmetransporteigenschaften der eingesetzten Werkstoffe immer wichtiger: So ist die Kenntnis und Optimierung der thermophysikalischen Eigenschaften bei der Entwicklung neuer Bremssysteme oder von Rußpartikelfiltern von entscheidender Bedeutung, um eine einwandfreie Funktion der späteren Bauteile sicherzustellen. Auch bei der Herstellung von Polymeren sowie deren Verarbeitung spielen die thermophysikalischen Eigenschaften eine immer größere Rolle. Nicht zu vergessen ist der Turbinenbau. Keramische Verschleißschutzschichten können bei geeigneter Materialwahl neben der Vermeidung von Korrosionseffekten auch zur Steigerung der Betriebstemperatur einer Turbine beitragen. Damit wird eine Steigerung des Wirkungsgrades möglich.

Ein elegantes Verfahren zur Untersuchung von Festkörpern und Flüssigkeiten mit kleinen Abmessungen stellt die so genannte Laserflash-Methode dar [1]. Beim Laserflash-Verfahren wird eine planparallele Probe in einem Ofen auf die gewünschte Messtemperatur gebracht. Anschließend wird die Vorderseite der Probe mit einem kurzen (< 1ms) Lichtpuls erwärmt. Heute wird der Lichtpuls häufig von einem gepulsten Festkörper generiert. Allerdings können auch Blitzlampensysteme für diesen Zweck verwendet werden. Das eingekoppelte/absorbierte Licht führt zu einem Temperaturanstieg in einer dünnen Schicht an der Oberfläche der Probe. Dieser Temperaturanstieg breitet sich in der Probe aus und führt zu einem Temperaturanstieg auf der Probenrückseite. Die Temperaturänderung auf der Probenrückseite wird mit einem Infrarot-Detektor über die Zeit gemessen. Aus dem zeitlichen Verlauf des Temperaturanstieges kann bei bekannter Dicke der Probe d die Temperaturleitfähigkeit a beispielweise nach

$$a = 0.1337 \cdot \frac{d^2}{t_{1/2}}$$

ermittelt werden. $t_{1/2}$ ist dabei die Zeit, die das Messsignal benötigt, um seine halbe Maximalhöhe zu erreichen. Auch

die Bestimmung der spezifischen Wärme c_p nach einem Vergleichsverfahren ist mit modernen Laserflash-Apparaturen bei vielen Festkörpern möglich. Bei bekannter Dichte ρ kann damit auch die Wärmeleitfähigkeit λ eines Werkstoffes ermittelt werden:

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

Einige Vorteile der Flash-Methode sind im Folgenden kurz angegeben: Flash-Apparaturen können Wärmeleitfähigkeiten in einem äußerst breiten Bereich von unter 0.1 W/(m·K) bis hin zu 2000 W/(m·K) messen. Weiterhin spielen beim Flash-Verfahren Kontaktprobleme keine Rolle. Hinzu kommt, dass die Messzeiten, die generell im Bereich weniger Sekunden liegen, Vorteile gegenüber anderen Methoden bieten.

In der Vergangenheit waren Flash-Systeme aufgrund der verwendeten Hochleistungslaser und den damit verbundenen Kosten und Sicherheitsvorkehrungen auf wenige Anwendungen begrenzt. Moderne Systeme, die als Lichtquelle Xenon-Blitzlampen verwenden, bieten hier Abhilfe. Der Temperaturbereich solcher Messgeräte ist zwar stärker begrenzt, ermöglicht aber dennoch die Untersuchung von Materialien, die typischerweise im Polymer- oder Elektronikbereich zum Einsatz kommen. Ein Beispiel für eine Flash-Apparatur auf der Basis einer Xenon-Blitzlampe als Lichtquelle, die NETZSCH LFA 447 *NanoFlash*, ist in Abbildung 1 dargestellt.

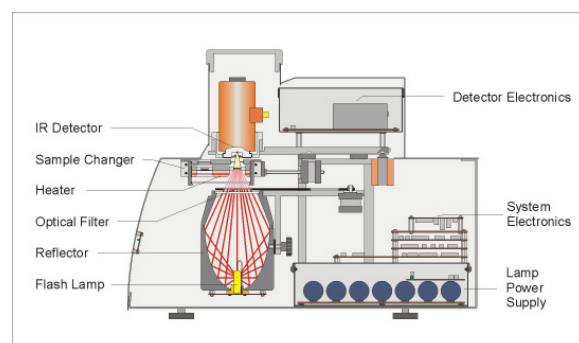


Abb. 1: Schematische Darstellung der NETZSCH LFA 447 *NanoFlash*™.

Die Lichtquelle (Blitzlampe) befindet sich unterhalb des Ofensystems und ist in einem elliptischen Spiegel untergebracht. Versorgt wird die Blitzlampe aus einer Kondensatorbank, die sich im hinteren Bereich des

Messgerätes befindet. Mit dem integrierten Ofen sind Messungen zwischen Raumtemperatur und 300°C möglich. Über der Probenaufnahme ist der Infrarot-Detektor untergebracht. Als Proben werden typischerweise Scheiben eingesetzt. Die Probendicken können zwischen 0.1 und 6 mm liegen. Die typischen Durchmesser liegen zwischen 8 bis 25 mm. Die Steuerung, Messdatenerfassung und Auswertung erfolgen über eine MS®-Windows™-Software. Die dort vorhandenen und teilweise sehr komplexen Berechnungsroutinen sind in [2,3] näher erläutert. Auch im Tieftemperaturbereich gab es in den letzten Jahren einige Innovationen. Früher war dieser Temperaturbereich für Laserflash-Systeme zwar schon zugänglich, allerdings wurde die Signaldetektion mit Thermoelementen realisiert. Damit waren einige Nachteile verbundenen (z.B. Kontaktierungsprobleme). Durch den Einsatz modernster Detektortechnologien sind heute schon Temperaturen bis -125°C mit IR-Detektoren zugänglich. Allerdings verwendet man hier zumeist laserbasierte Systeme. Diese sind prinzipiell ähnlich aufgebaut wie die Blitzlampenapparaturen. Als Lichtquelle werden in diesen Fällen allerdings Nd:YAG-Laser oder ähnliches verwendet. Diese liefern höhere Pulsleistungen und bieten zudem den Vorteil, dass die Lichtquelle ohne signifikanten Leistungsverlust weiter von der Probe entfernt platziert werden kann. Bei Messungen unterhalb Raumtemperatur muss die Probe zudem in einem gasdichten Raum platziert und von einem trockenem Spülgas umgeben sein. Andernfalls kann sich die Kondensation von Feuchtigkeit negativ auf die Messergebnisse auswirken.

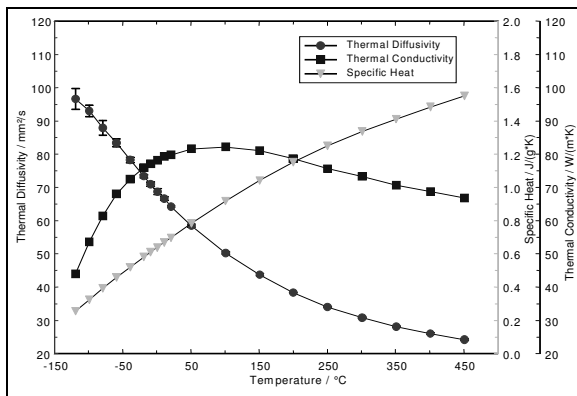


Abb. 2: Spezifische Wärme, Temperaturleitfähigkeit und Wärmeleitfähigkeit einer polykristallinen Graphitprobe.

Eine Messung an einem polykristallinen Grafit ist in Abbildung 2 dargestellt. Die Messung wurde auf einer NETZSCH LFA 457 *MicroFlash* zwischen -125 und 450°C durchgeführt. Die Temperaturabhängigkeit der Temperaturleitfähigkeit wird von der Änderung der mittleren freien Weglänge dominiert, welche mit $1/T$ abnimmt. Die spezifische Wärme (im vorliegenden Fall über die dynamische Differenzkalorimetrie ermittelt) steigt entsprechend der Debye-Theorie bei tiefen Temperaturen mit T^3 an. Bei hohen Temperaturen strebt die spezifische Wärme einem konstanten Wert entgegen (dies gilt zwar nur für die spezifische Wärme bei konstantem Volumen; bei Festkörpern entspricht diese aber näherungsweise auch der spezifischen Wärme bei konstantem Druck c_p). Für die resultierende Wärmeleitfähigkeit ergibt sich entsprechend

ein Anstieg mit T^2 bei tiefen Temperaturen und ein Abfall mit $1/T$ bei hohen Temperaturen. Die genannten Phänomene aus der Festkörpertheorie konnten experimentell sehr gut bestätigt werden.

Auch im Bereich der Probenaufnahmen gab es einige Neuentwicklungen. So existieren heute Containersysteme, die die Untersuchung von Flüssigkeiten ermöglichen. Ein Beispiel für eine entsprechende Messung ist in Abbildung 3 angegeben. Dargestellt ist ein Ergebnis für Ethylenglycol, welches in einem speziellen Aluminiumprobenhalter für niedrigviskose Flüssigkeiten untersucht wurde. Gemessen wurde die Temperaturleitfähigkeit. Die für die Wärmeleitfähigkeitsbestimmung notwendigen Dichten und spezifischen Wärmen wurden aus der Literatur [4] entnommen. Der Vergleich der gemessenen Temperatur- und Wärmeleitfähigkeiten mit Literaturwerten [4] bestätigt die Funktionalität des neuen Systems.

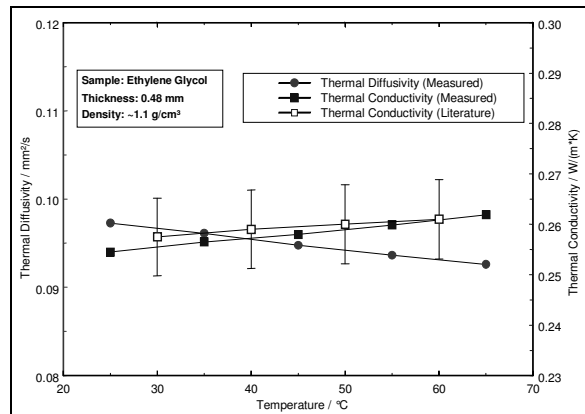


Abb. 3: Temperaturleitfähigkeit und Wärmeleitfähigkeit von Ethylenglycol.

Neben den genannten Entwicklungen gibt es beim Laserflashverfahren noch unzählige weitere Trends. In Japan wird versucht, das Verfahren auf immer dünnere Schichten zu erweitern. In Europa dagegen wird an neue Standards und Normungen gedacht. Beides wird im Rahmen dieser Arbeit ebenfalls kurz erläutert.

Literatur

[1] J. W. Parker, J. R. Jenkins, P. C. Butler, G. I. Abbott, Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity and thermal conductivity J. Appl. Phys., 32, 1679-1685, 1961
 [2] J. Blumm, J. Opfermann, Improvement of the Mathematical Modeling of Flash Measurements, High Temp.-High Press.34, 551-521, 2002
 [3] J. Blumm, Thermische Charakterisierung von Hochleistungskeramiken vor, während und nach dem Sinterprozess, Dissertation, Universität Würzburg, Report E21-0103-2, 2003
 [4] Technical Data Sheet, Ethylene Glycol, INEOS Oxide, www.ineosoxide.com/pdf/eg.pdf