

Charakterisierung und Validierung des Laser-Flash-Verfahrens zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit im Temperaturbereich bis 2000 °C

David Gilbers

Beuth Hochschule für Technik Berlin und
Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Berlin

Stephan Krenek

Klaus Anhalt

Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Berlin

Gliederung

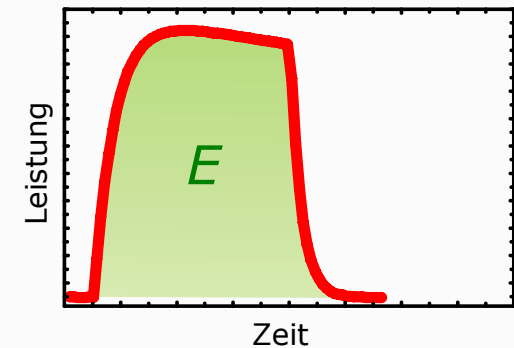
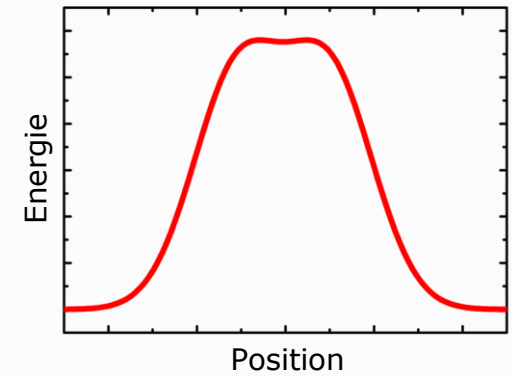
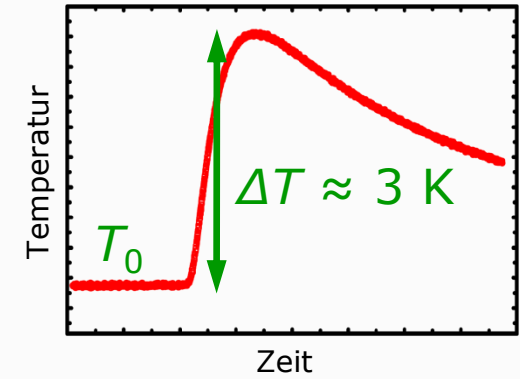
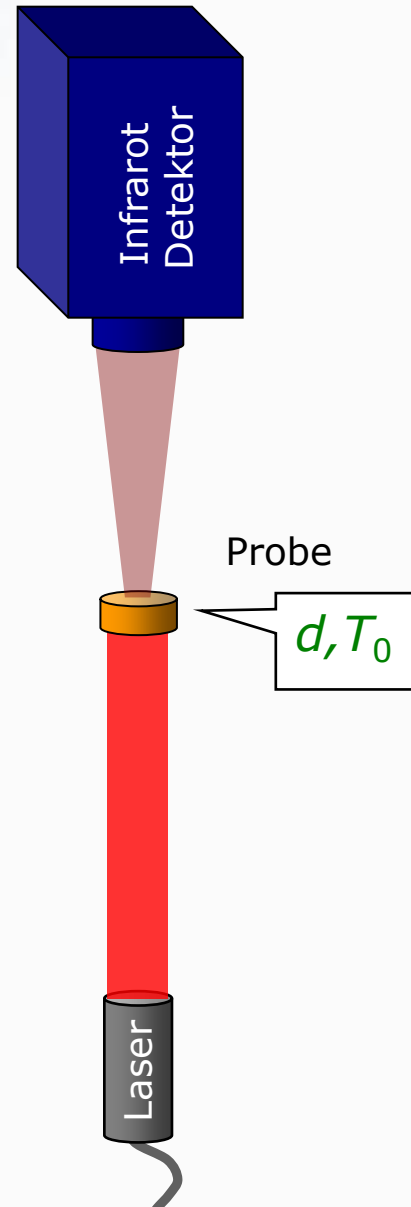
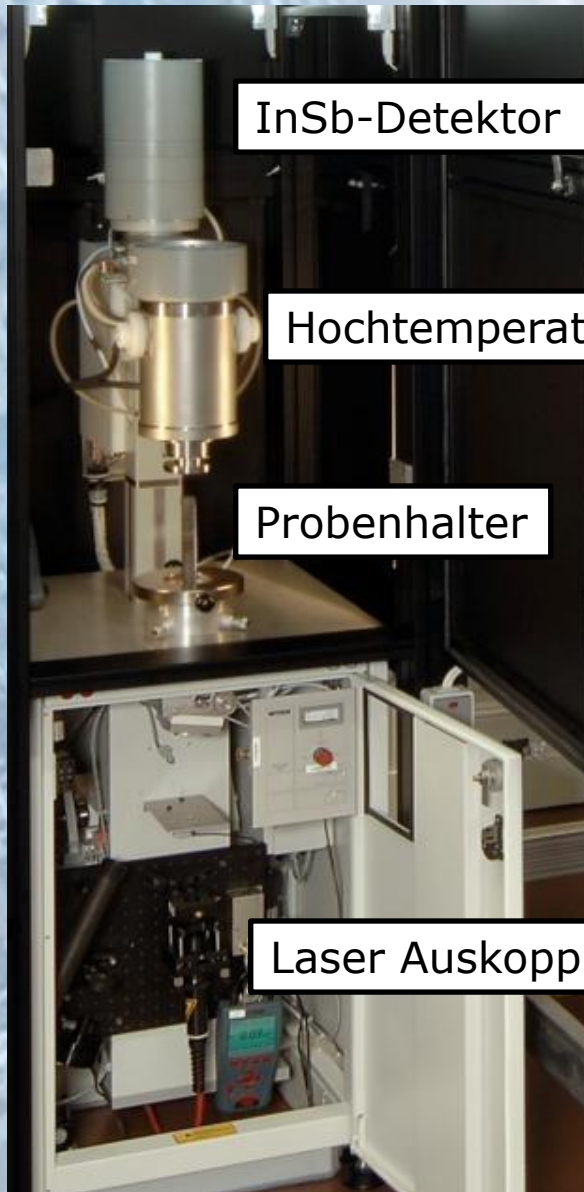
- **Motivation**
- **Unsicherheitsbeiträge bei der Messung der Temperaturleitfähigkeit**
 - Einfluss des Laserprofils
 - Pulslängenkorrektur
 - Einfluss der Laserenergie
- **Ergebnisse**
 - Vorläufiges Unsicherheitsbudget
 - Temperaturleitfähigkeitsmessung: Vergleich PTB, NPL und LNE
- **Zusammenfassung / Ausblick**

Motivation

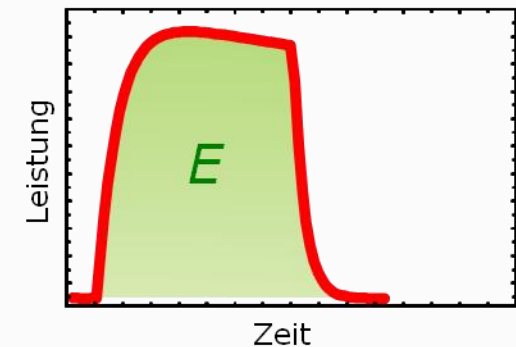
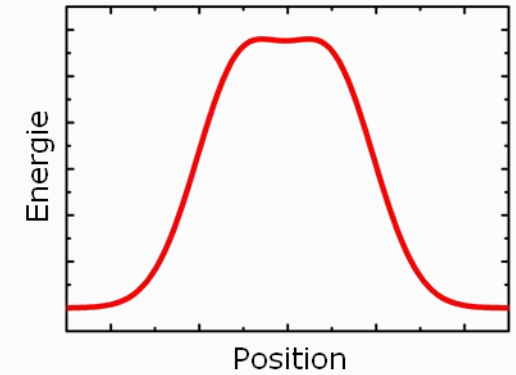
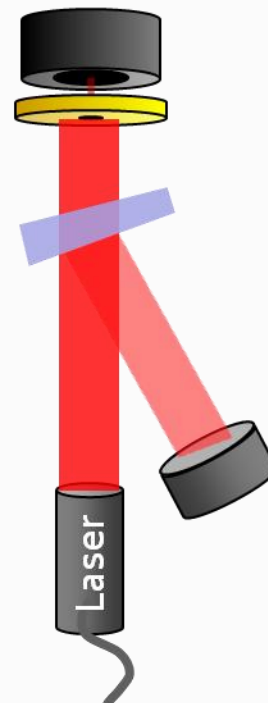
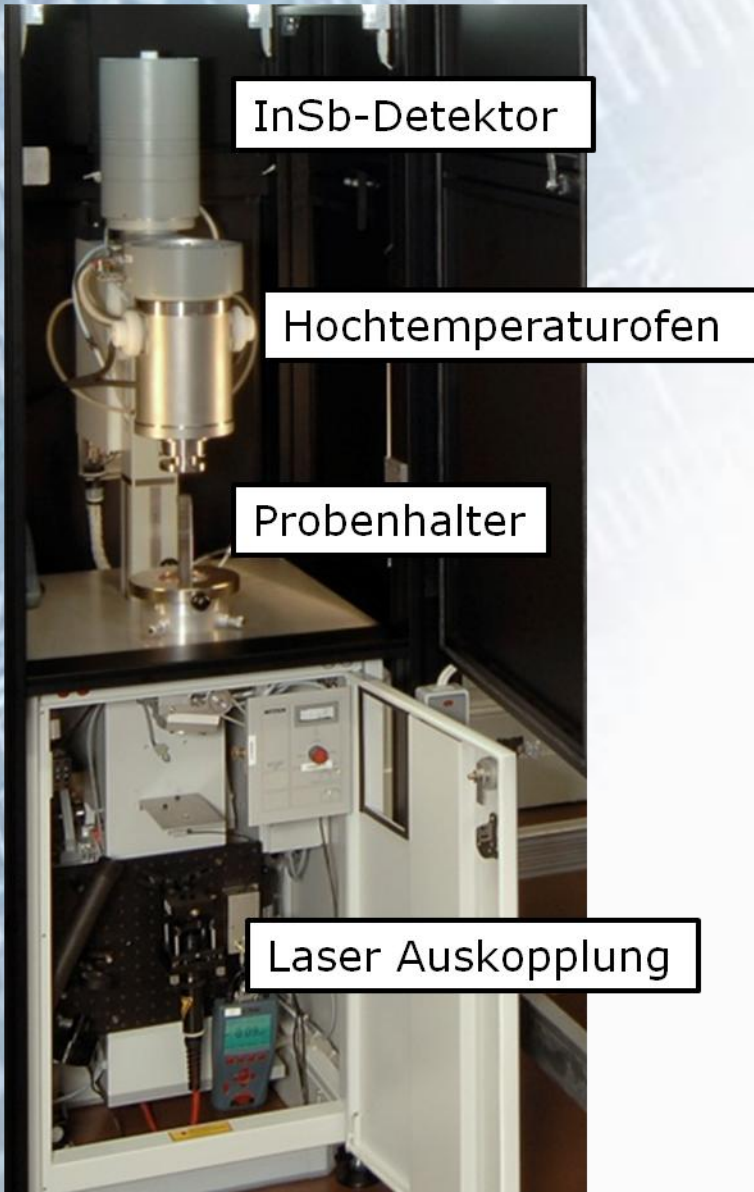
– Relevanz der Temperaturleitfähigkeit

- Bachelorarbeit im Fachbereich Detektorradiometrie und Strahlungsthermometrie
 - Eine aktuelle Forschungsaufgabe ist **Emissionsgradmessung** über 1000 °C
 - ⇒ neues Verfahren im Hochtemperaturbereich
 - aufbauend auf Laser-Flash-Anlage (NETZSCH LFA 427)
- Europäisches Projekt „EMRP ENG06 Powerplant“ zur Steigerung der Effizienz von Kraftwerken
 - Untersuchung thermophysikalischer Materialeigenschaften unter anderem **Temperaturleitfähigkeit a** oberhalb 1000 °C
 - ⇒ LFA auch für Temperaturleitfähigkeitsmessung verwendet
 - ⇒ Untersuchungen zur **Messunsicherheit**

Aufbau der Laser-Flash-Apparatur



Aufbau der Laser-Flash-Apparatur

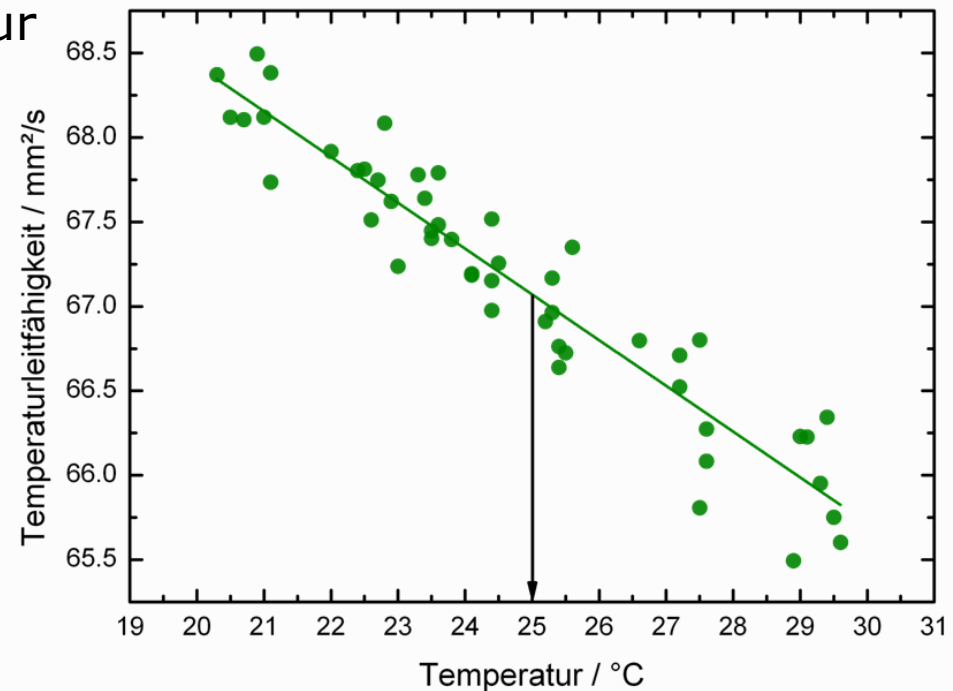


Untersuchungen zur Messunsicherheit

Laser-Flash-Verfahren: neues Messverfahren für a an der PTB

⇒ Untersuchung wichtiger Einflüsse auf die **Temperaturleitfähigkeit von Graphit R 6650**

- Abhängigkeit von der Temperatur



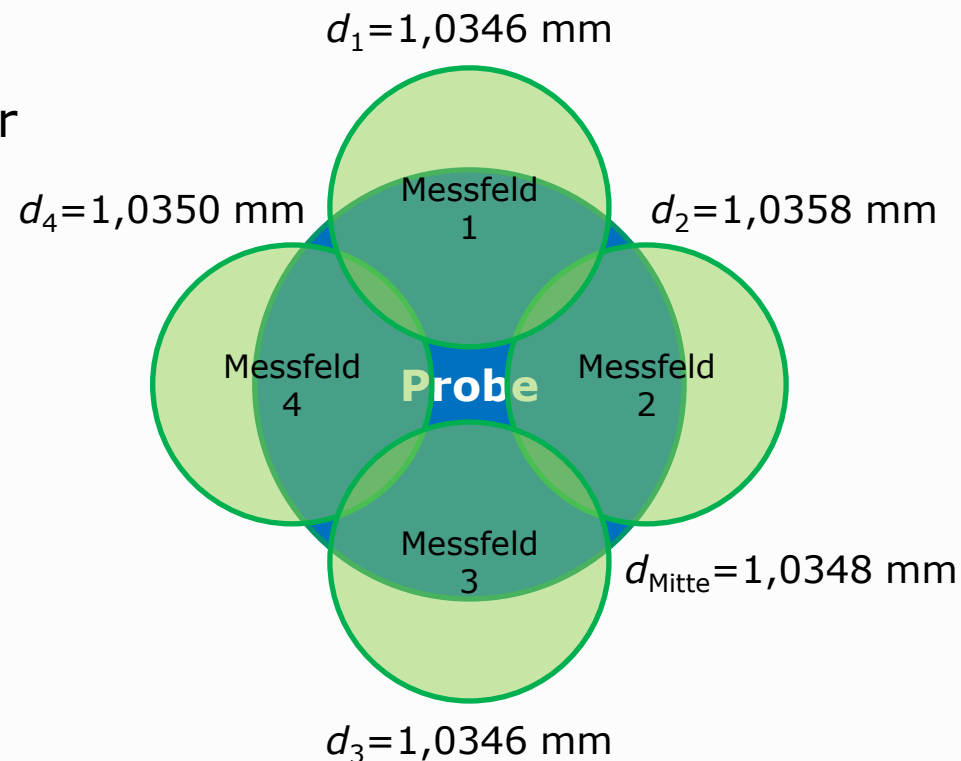
Für nachfolgende Messungen verwendet

Untersuchungen zur Messunsicherheit

Laser-Flash-Verfahren: neues Messverfahren für a an der PTB

⇒ Untersuchung wichtiger Einflüsse auf die **Temperaturleitfähigkeit von Graphit R 6650**

- Abhängigkeit von der Temperatur
- Einfluss der Probendicke
 - Messung der Probendicke



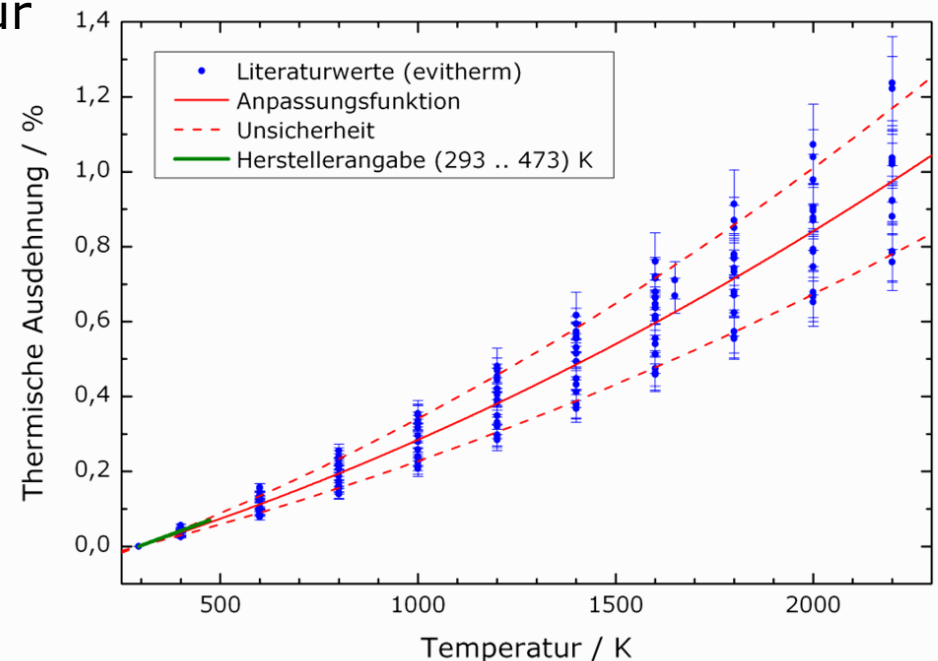
$$d = (1,0350 \pm 0,0015) \text{ mm}$$

Untersuchungen zur Messunsicherheit

Laser-Flash-Verfahren: neues Messverfahren für a an der PTB

⇒ Untersuchung wichtiger Einflüsse auf die **Temperaturleitfähigkeit von Graphit R 6650**

- Abhängigkeit von der Temperatur
- Einfluss der Probendicke
 - Messung der Probendicke
 - Thermische Ausdehnung

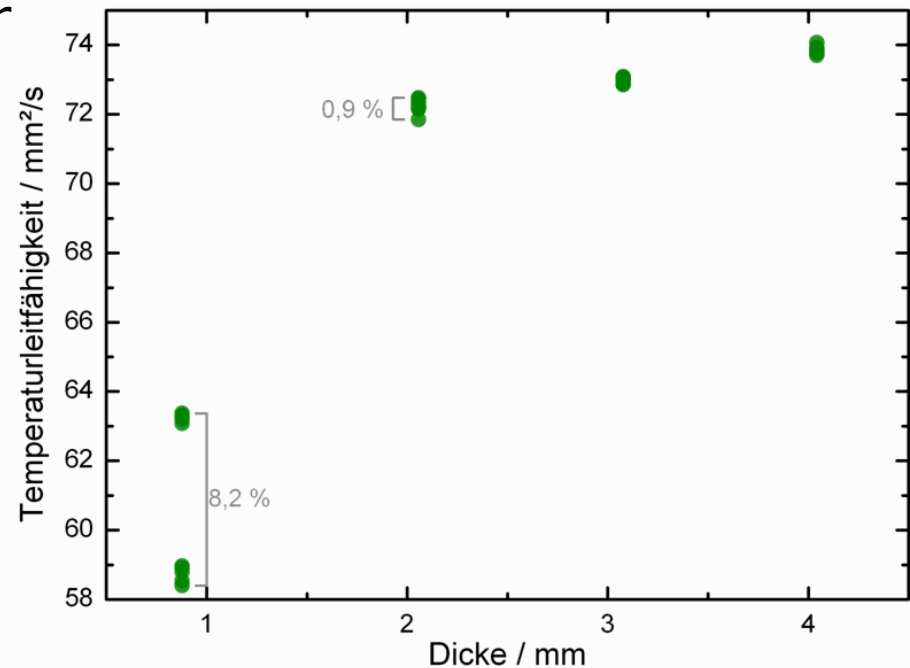


Untersuchungen zur Messunsicherheit

Laser-Flash-Verfahren: neues Messverfahren für a an der PTB

⇒ Untersuchung wichtiger Einflüsse auf die **Temperaturleitfähigkeit von Graphit R 6650**

- Abhängigkeit von der Temperatur
- Einfluss der Probendicke
 - Messung der Probendicke
 - Thermische Ausdehnung
- Reproduzierbarkeit



Untersuchungen zur Messunsicherheit

Laser-Flash-Verfahren: neues Messverfahren für a an der PTB

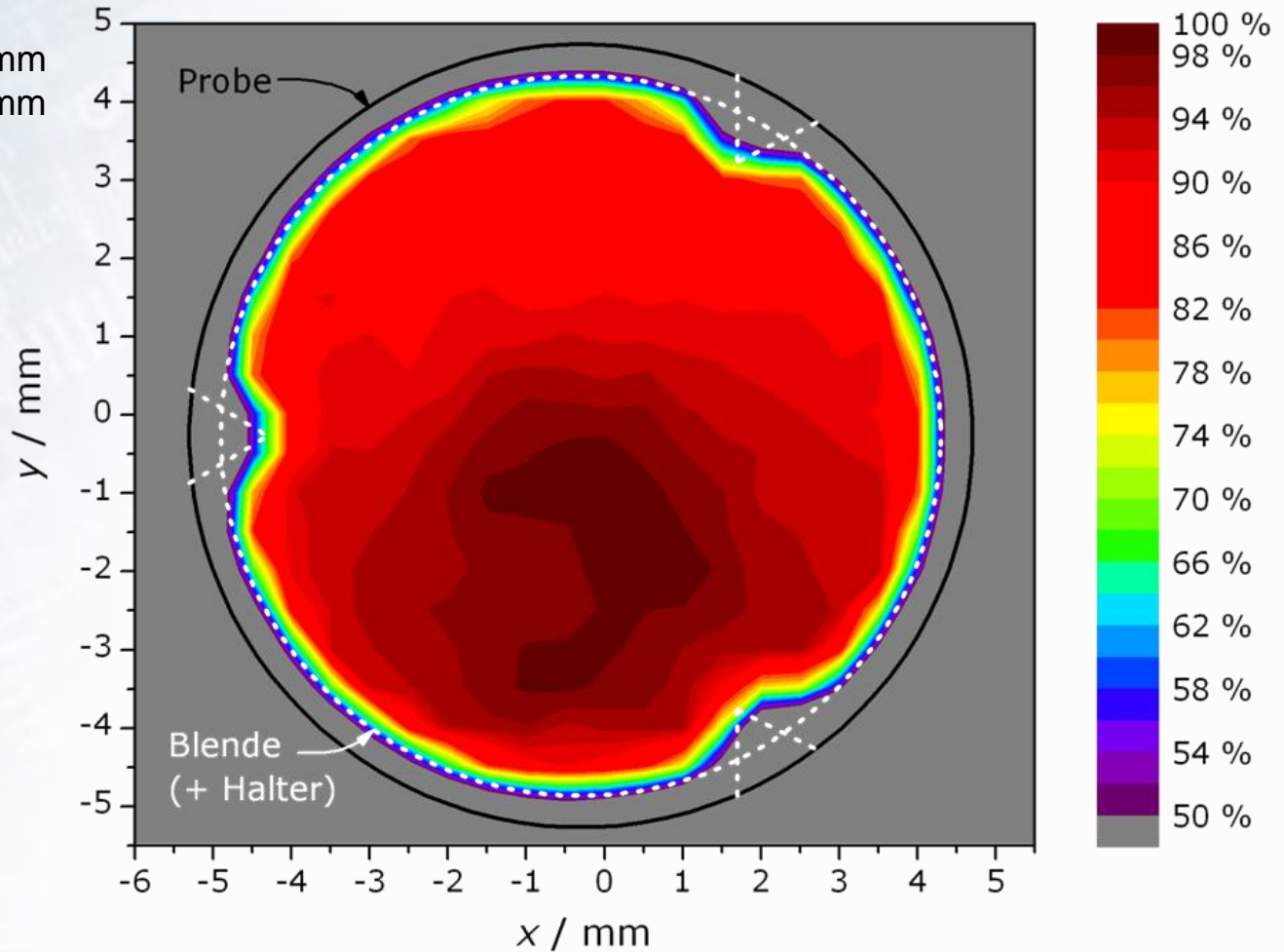
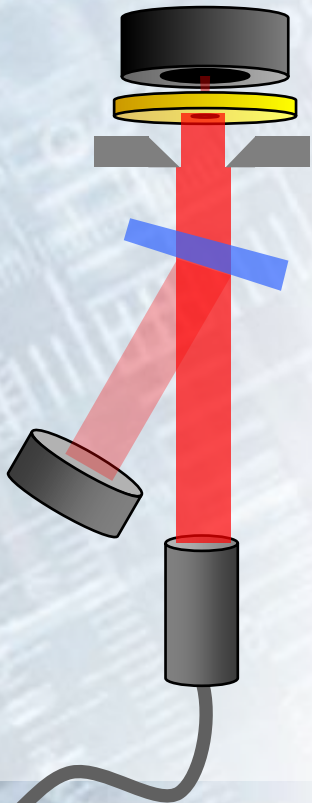
⇒ Untersuchung wichtiger Einflüsse auf die **Temperaturleitfähigkeit von Graphit R 6650**

- Abhängigkeit von der Temperatur
- Einfluss der Probendicke
 - Messung der Probendicke
 - Thermische Ausdehnung
- Reproduzierbarkeit
- Abhängigkeit vom Laserprofil

Messung des Laserprofils – Blende und Energieverteilung

- Blende für hohe Reproduzierbarkeit \Rightarrow Laser unterstrahlt Probe leicht
- Kontrolle: Messung der räumlichen Energiedichte der Laserstrahlung

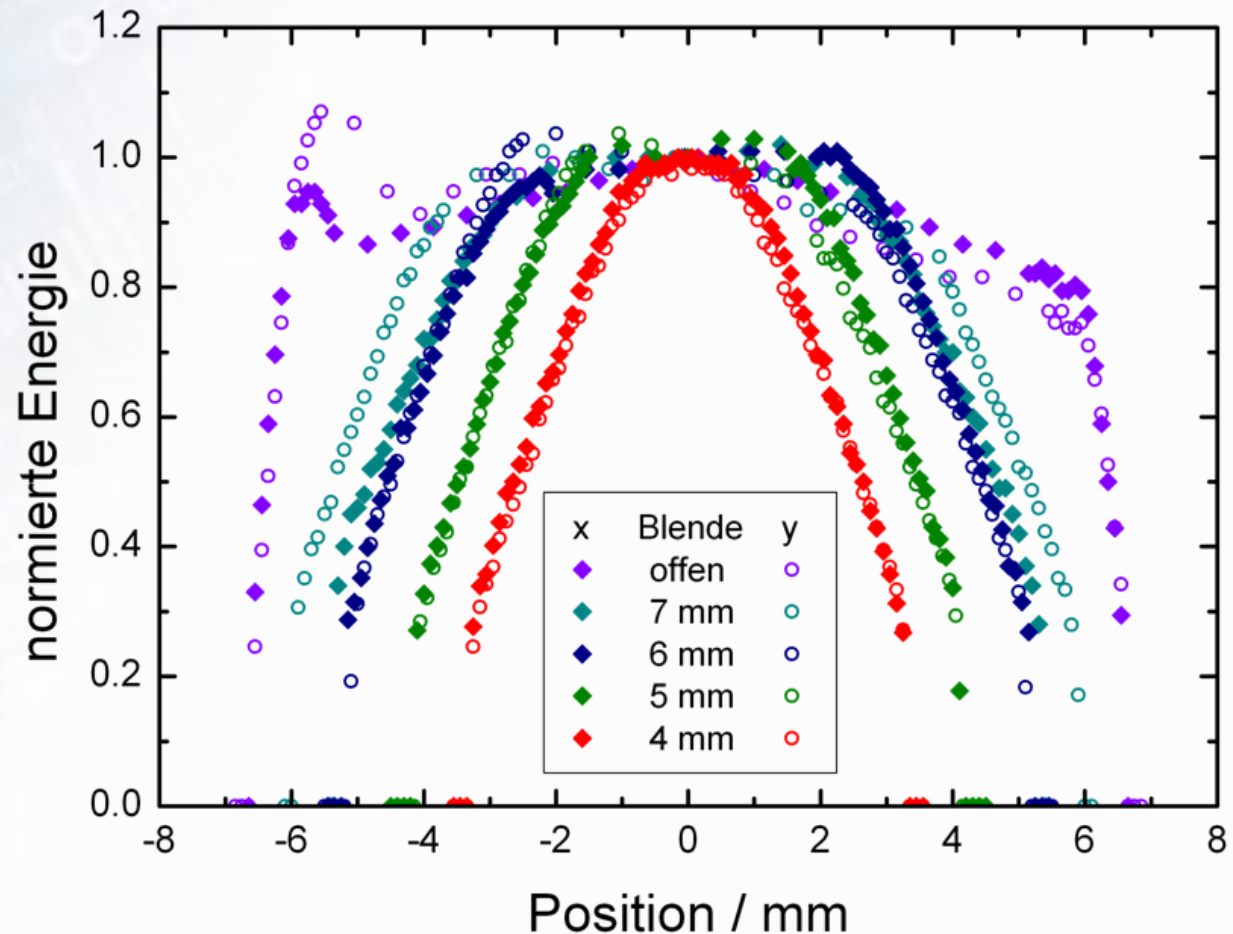
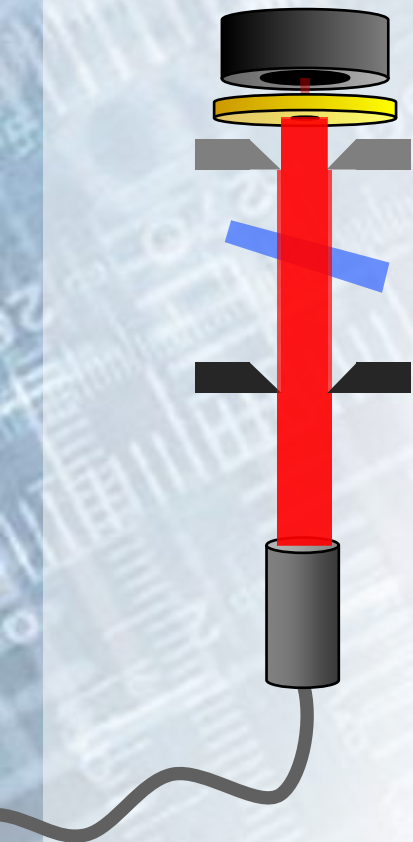
$d_{\text{Probe}} = (10,0 \pm 0,1) \text{ mm}$
 $d_{\text{Blende}} = (9,2 \pm 0,1) \text{ mm}$



Messung des Laserprofils

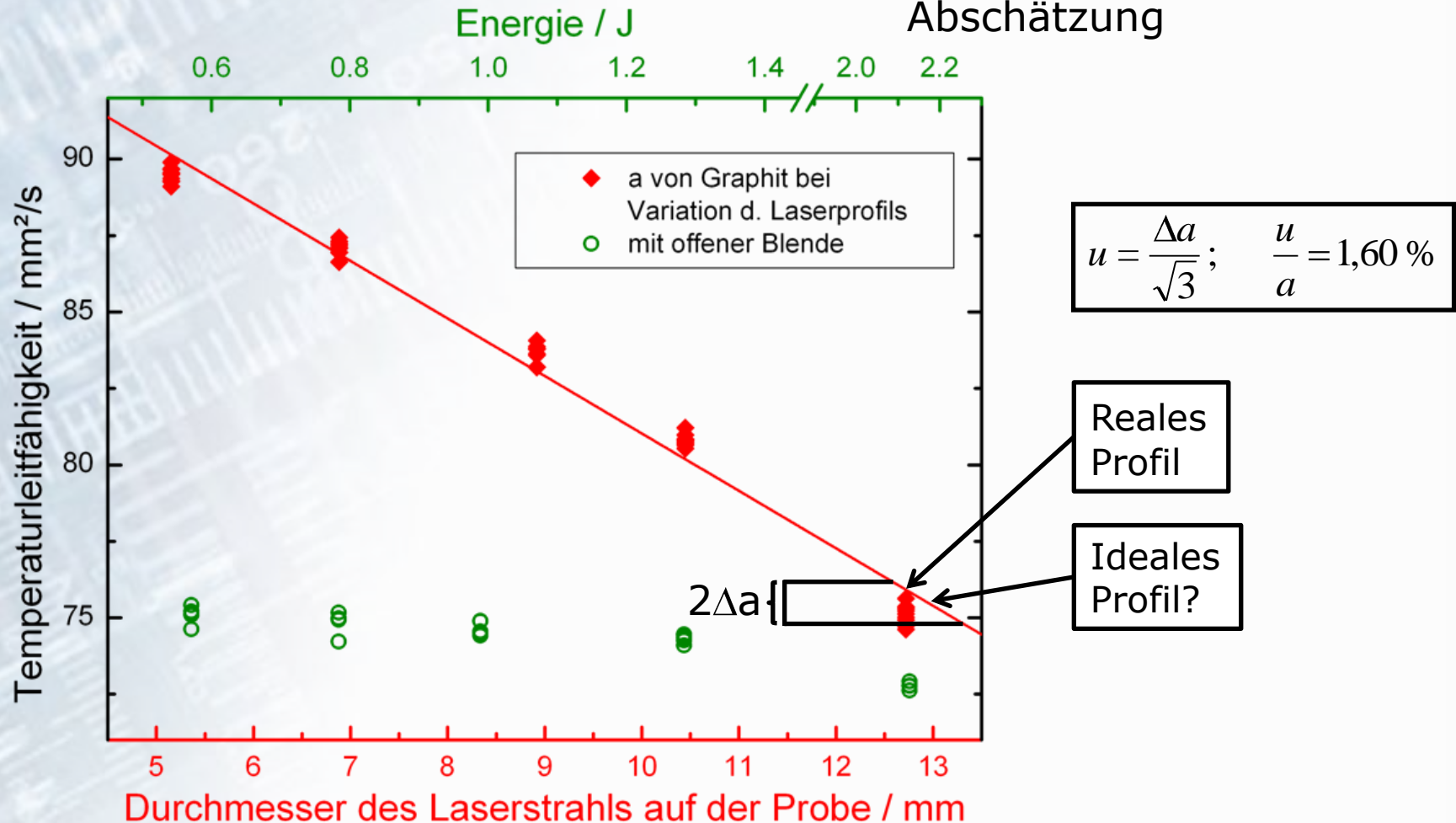
– Blende und Energieverteilung

- Variable Irisblende zur Manipulation des Laserprofils
- Messung des Laserprofils an der Probenposition in Abhängigkeit des Blendendurchmessers



Einfluss des Laserprofils

- Messung von a als Funktion des örtlichen Laserprofils
- Theorie fordert: **idealen Rechteck-Puls** \Rightarrow Interpolation und Abschätzung



Ziel: Unsicherheitsbudget

Laser Flash Verfahren: neues Messverfahren für a an der PTB

⇒ Untersuchung wichtiger Einflüsse auf die Temperaturleitfähigkeit

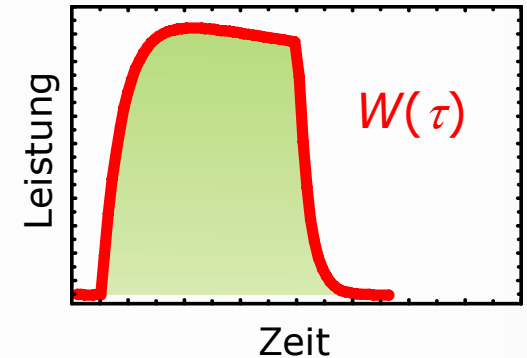
- Abhängigkeit von der Temperatur
- Einfluss der Probendicke
 - Messung der Probendicke
 - Thermische Ausdehnung
- Reproduzierbarkeit
- Abhängigkeit vom Laserprofil
- Abhängigkeit vom Laserpuls
 - Einfluss der Pulslänge
 - Einfluss der Laserenergie

Die Pulslängenkorrektur

Theorie fordert: Laserpuls mit $\Delta t_{\text{Puls}} \ll t_{0,5}$

- Mit Pulslängenkorrektur unter Berücksichtigung von $W(\tau)$

$$T(d,0,t) = T_{\text{max}} \sum_{m=0}^{\infty} C_m X_m \sum_{i=0}^{\infty} D_i \int_0^t W(\tau) \exp \left[-\omega_{im} \cdot (t - \tau) a \right] d\tau$$



- Ohne Pulslängenkorrektur:

$$W(\tau) = \delta(\tau)$$

↓

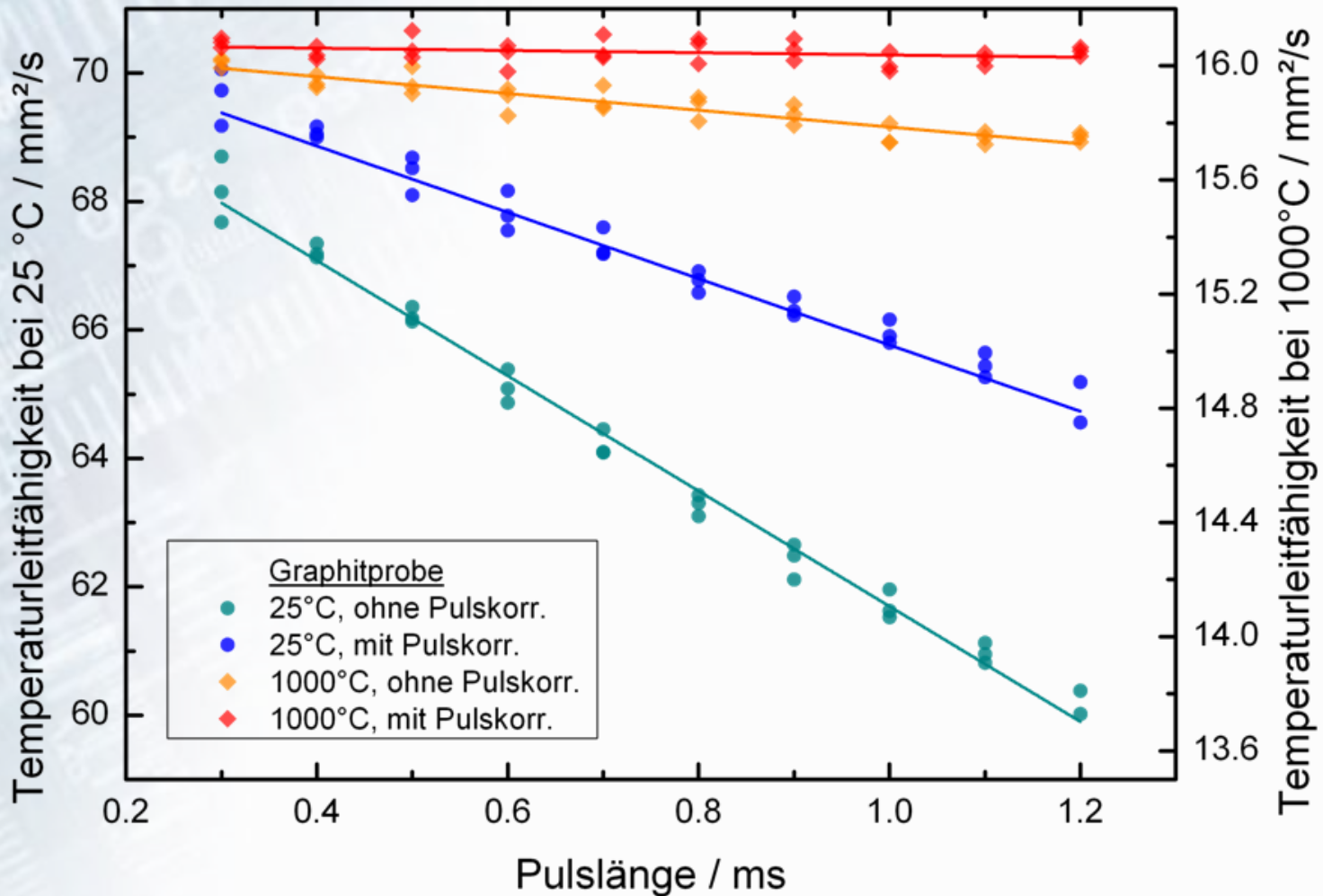
$$T(d,0,t) = T_{\text{max}} \sum_{m=0}^{\infty} C_m X_m \sum_{i=0}^{\infty} D_i \exp \left[-\omega_{im} t a \right]$$

- Pulslänge variierbar zwischen $0,3 \text{ ms} < \Delta t_{\text{Puls}} < 1,2 \text{ ms}$
- Für Graphit (1 mm ... 3 mm Dicke): $2 \text{ ms} < t_{0,5} < 100 \text{ ms}$

Funktion der Pulslängenkorrektur

- gleiche Leistung

- Messung der Temperaturleitfähigkeit bei verschiedenen Pulslängen und gleicher Leistung des Lasers



Funktion der Pulslängenkorrektur

- gleiche Leistung

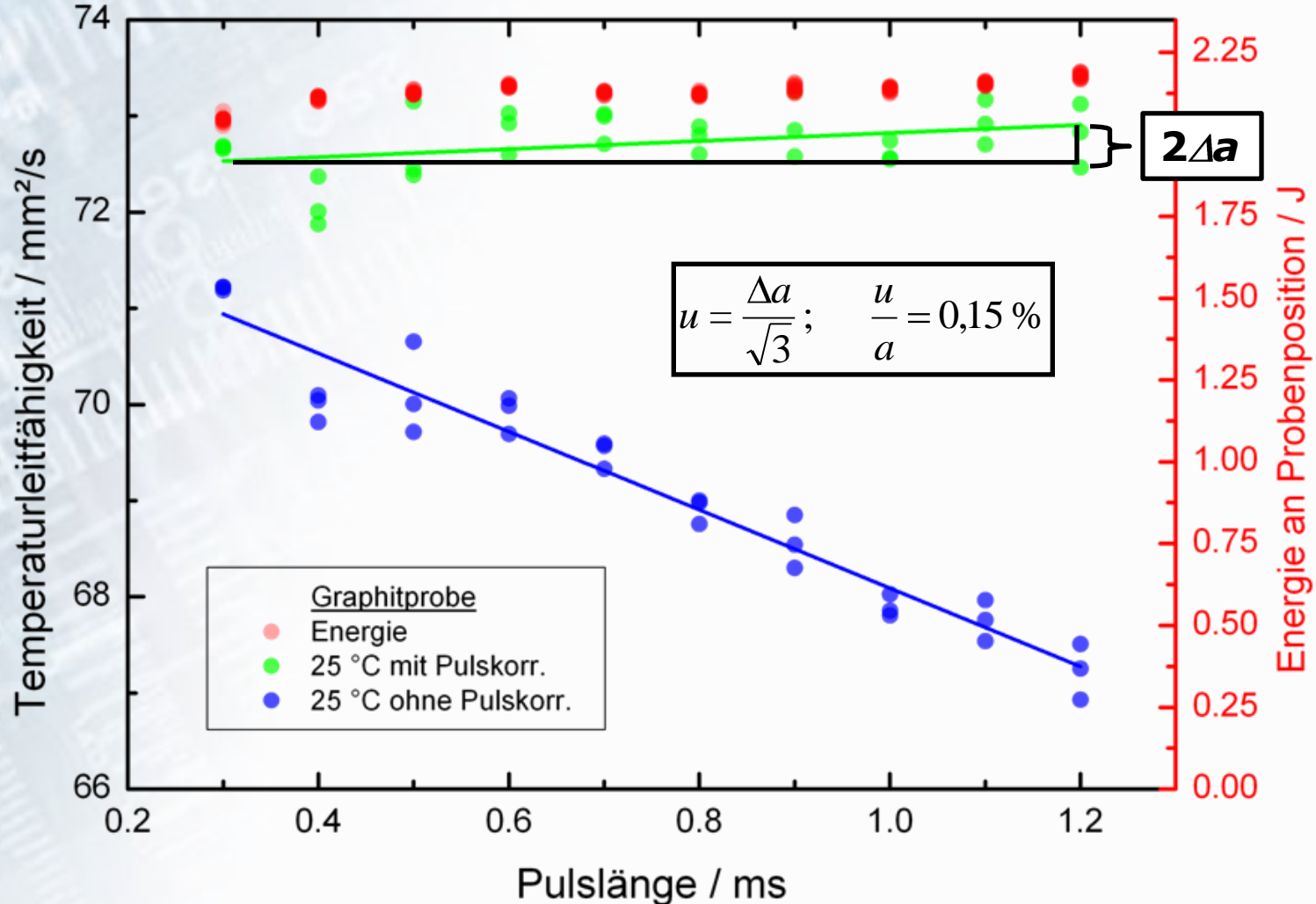
Erklärung:

- Höhere Laserenergie bei Erhöhung der Pulslänge mit $E \sim \Delta t$
⇒ größerer Temperaturhub an der Vorderseite
- Temperaturleitfähigkeit nimmt ab mit $a \sim 1/T$
⇒ heißer Bereich an der Vorderseite mit geringem $a_{\text{Vorderseite}}$
⇒ geringes a_{gesamt}
- Messung mit **konstanter Energie** notwendig

Funktion der Pulslängenkorrektur

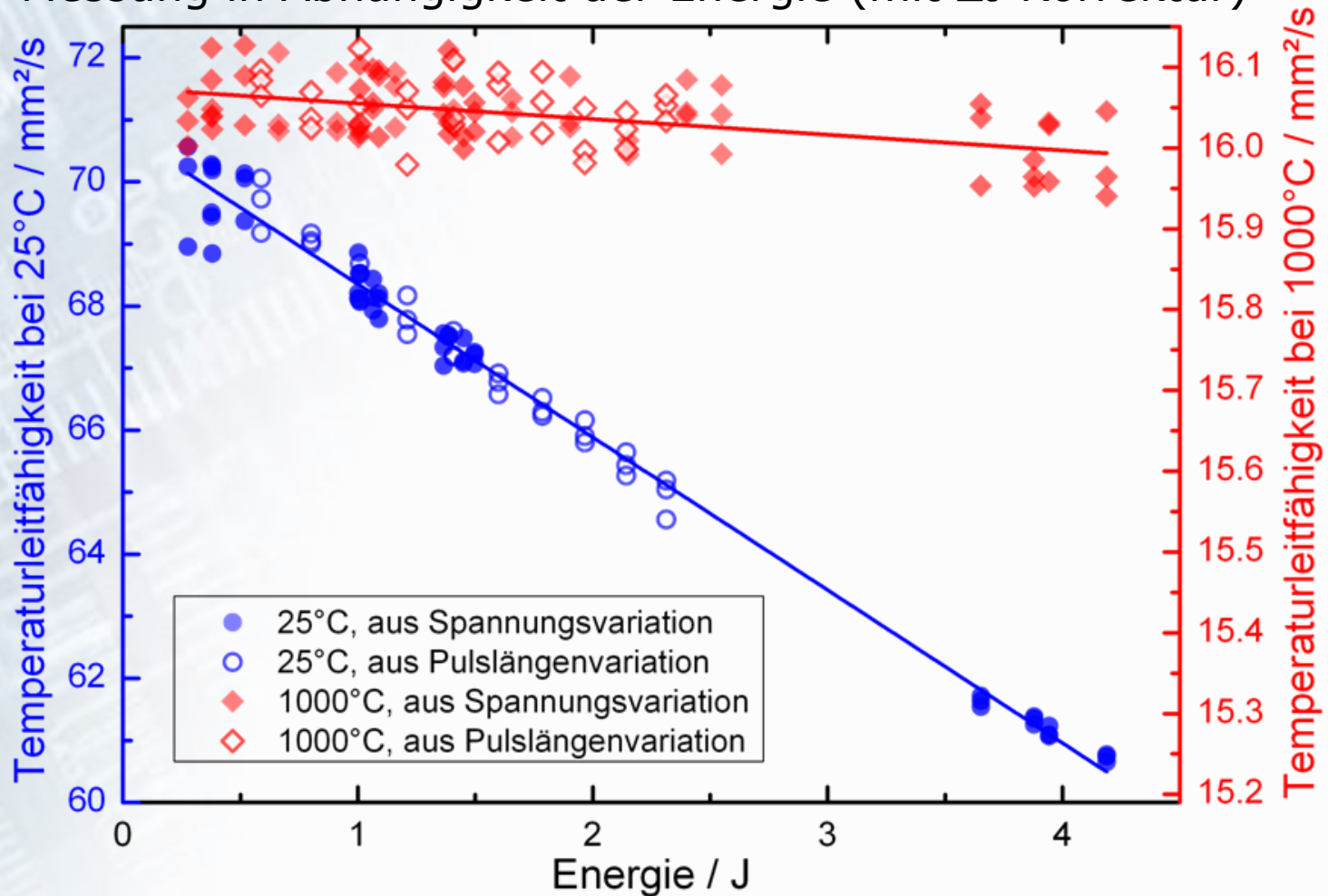
- gleiche Energie

- Messung der Temperaturleitfähigkeit bei verschiedenen Pulslängen und gleicher Laserenergie



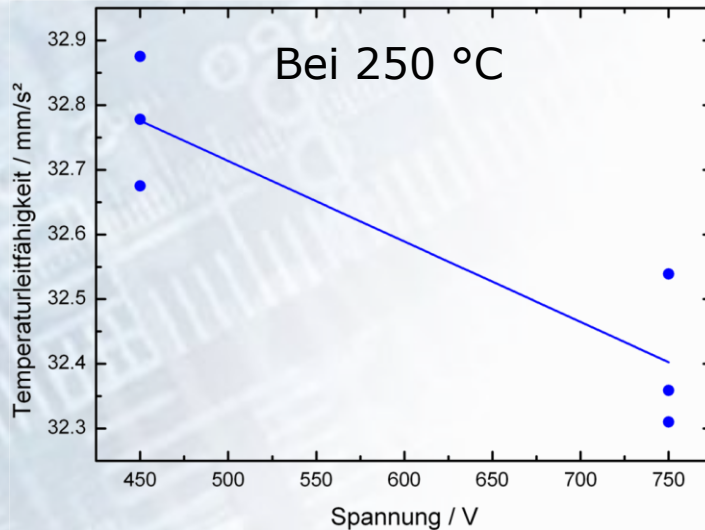
Einfluss der Laserenergie

- Hohe Pulsenergie führt zu scheinbar niedrigerer Temperaturleitfähigkeit
 - ⇒ a -Messung in Abhängigkeit der Energie (mit Δt -Korrektur)



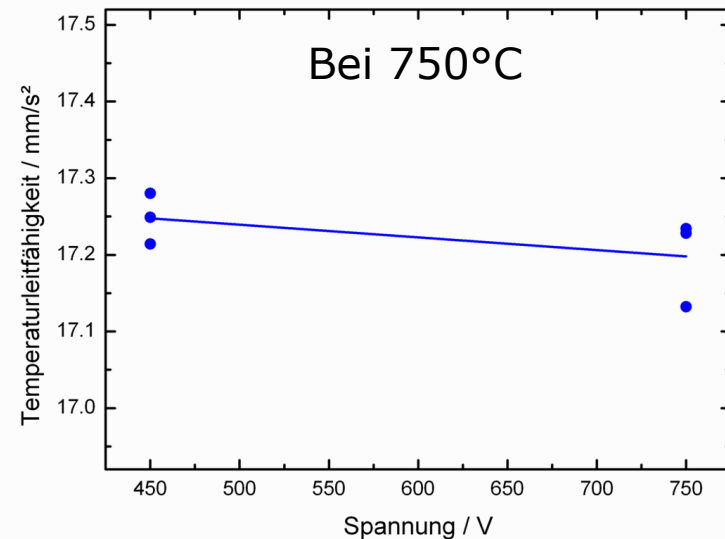
Einfluss der Laserenergie

- Extrapolation der Laserenergie auf $E = 0$
 - Temperaturgleichgewicht, sodass $a = \text{konstant}$
 - Wird erreicht bei E , $\Delta T \rightarrow 0$
- Lin. Anpassung liefert a-Achsenabschnitt mit Unsicherheit



$$a(0 \text{ J}) = (33,3 \pm 0,2) \text{ mm}^2/\text{s}$$

$$u(k=2) = 1,12 \%$$



$$a(0 \text{ J}) = (17,32 \pm 0,08) \text{ mm}^2/\text{s}$$

$$u(k=2) = 0,78 \%$$

⇒ rel. Unsicherheit für die Anpassung nimmt bei hohen Temperaturen ab

Vorläufiges Unsicherheitsbudget

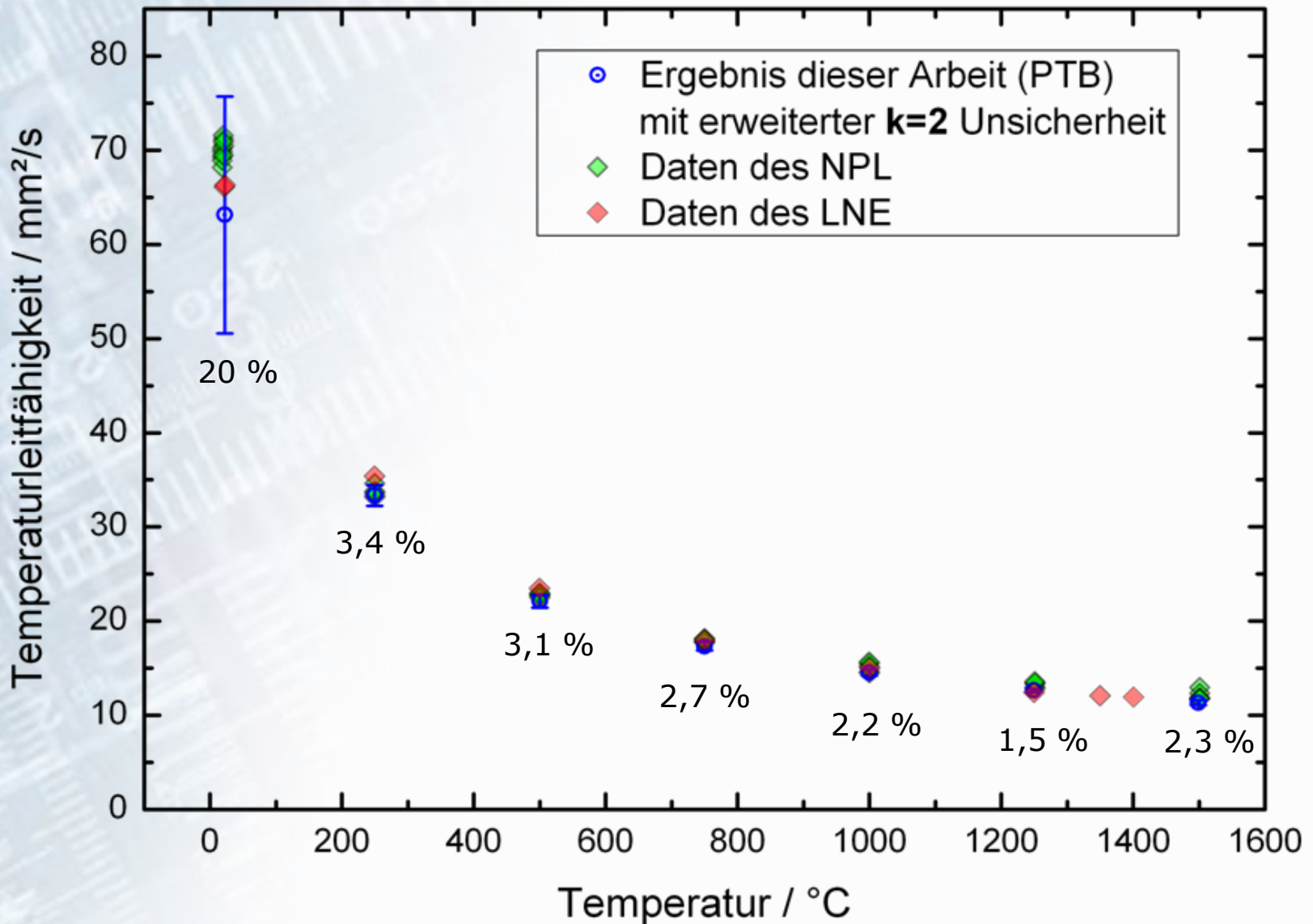
- Erweiterte Unsicherheitsbeiträge für eine 1 mm R6650 Graphit Probe

Unsicherheitsbeitrag	$U / \%, k = 2$	
	25 °C	1000 °C
Pulslängenkorrektur	0.30	0.30
Energiekorrektur	7.20	0.66
Dickenmessung	1.04	1.04
thermische Ausdehnung	0.00	0.28
Homogenität Laserprofil	1.60	0.70
Std. Abw. der Messung	9.96	0.67
Reproduzierbarkeit	15.52	1.48
Gesamtunsicherheit $U / \%$	19.89	2.20

1 mm
Probe

Temperaturleitfähigkeitsmessung

- Vergleich PTB - NPL



Zusammenfassung

- Übersicht über wichtige **Unsicherheitsbeiträge**
- Manipulation des Laserprofils
 - ⇒ Abweichung vom idealen Rechteckpuls
- Diskussion der Funktion der Pulslängenkorrektur
 - ⇒ geringe Änderung bei **konstanter Laserenergie**
- Lineare Abhängigkeit der Temperaturleitfähigkeit von der Energie des Laserpulses gezeigt
 - ⇒ **Energiekorrektur** bei Temperaturleitfähigkeitsmessung
- Messung der Temperaturleitfähigkeit zwischen 25 °C und 1500 °C
 - ⇒ **Übereinstimmung im Rahmen der Messunsicherheit** mit den Ergebnissen des NPL
- **Ausblick:** Weitere Untersuchungen zur Messunsicherheit
 - Für dünne Proben bei Raumtemperatur
 - Überprüfung der mathematischen Auswertung