

LFA 467 HT HyperFlash®: Schnelle Mini-Rohröfen mit ausgezeichnetem Stabilisierungsverhalten für kürzeste Messzeiten und hohen Probendurchsatz

Dr. André Lindemann und Dr. Elisabeth Kapsch



1 LFA 467 HT HyperFlash®

Einleitung

Die Anwendung von Laser-/Light-Flash-Systemen (LFA) zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit ist eine etablierte Methode im Bereich thermophysikalischer Eigenschaften. Die Entwicklung neuer Materialien oder elektronischer Komponenten geht einher mit der Weiterentwicklung konventioneller LFA-Systeme. Die LFA 467 HT HyperFlash® wurde entwickelt, um den wachsenden Anforderungen wissenschaftlicher, aber auch industrieller Applikationen gerecht zu werden. Eine Vielzahl an Neuerungen, wie *ZoomOptics*, eine ultraschnelle Abtastrate (2 MHz), kurze Pulsbreiten ($< 20 \mu\text{s}$), sind z.B. besonders für dünne und hochleitende Materialien (dünne Schichten) Voraussetzung.

LFA-Systeme werden zunehmend in den unterschiedlichsten Laboratorien von F&E bis hin zur Qualitätssicherung

eingesetzt. Diese sich ausweitende Anwendung stellt jedoch weitere Anforderungen an die Praxis dar. Neben hoher Genauigkeit spielen in modernen Laboreinrichtungen auch eine kleine Stellfläche und ein hoher Probendurchsatz eine wichtige Rolle. Letzteres kann durch Einsatz eines automatischen Probenwechslers oder schnellen Ofens oder einer Kombination aus beiden erreicht werden.

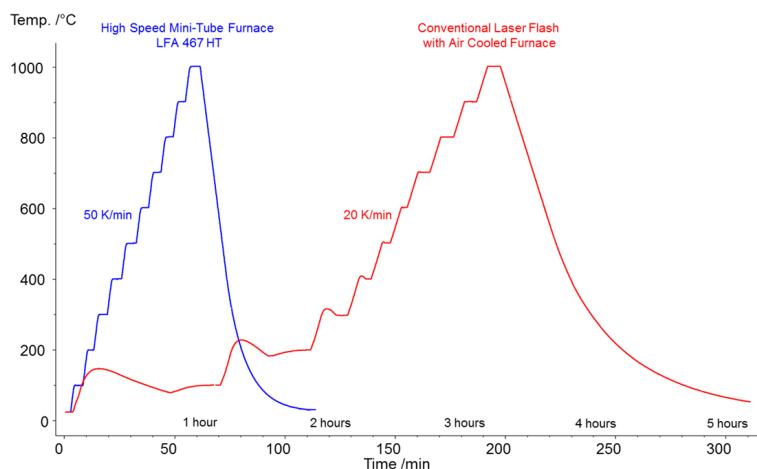
Die LFA 467 HyperFlash® bietet diese Kombination in Form von vier individuellen, schnell ansprechenden Mini-Rohröfen für insgesamt vier Proben (Abbildung 2). Sie sind auf gleichem Niveau angeordnet und zeichnen sich durch ein hervorragendes Stabilisierungsverhalten aus. Jeder Mini-Rohröfen verfügt über ein eigenes Thermoelement zur homogenen Temperaturverteilung über alle Proben hinweg, was sich zusammen mit der umgebenden Wasserkühlung auch positiv auf die Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität (c_p) auswirkt. Die Kombination dieser speziellen Eigenschaften zusammen mit der geringen thermischen Masse sorgen für kurze Messzeiten und einen deutlich höheren Probendurchsatz.

Das folgende Beispiel demonstriert die Vorteile der LFA 467 HyperFlash® gegenüber einem konventionellen Ofen mit Luftkühlung.



2 Vier separate Mini-Öfen der LFA 467 HT HyperFlash®

APPLICATIONNOTE LFA 467 HT HyperFlash®: Schnelle Mini-Rohröfen mit ausgezeichnetem Stabilisierungsverhalten für kürzeste Messzeiten und hohen Probendurchsatz



3 Verlauf der Probentemperatur bei LFA-Messungen mit Mini-Rohröfen (LFA 467 HT) und Ofen mit Standard-Luftkühlung

Messbedingungen und Ergebnisse

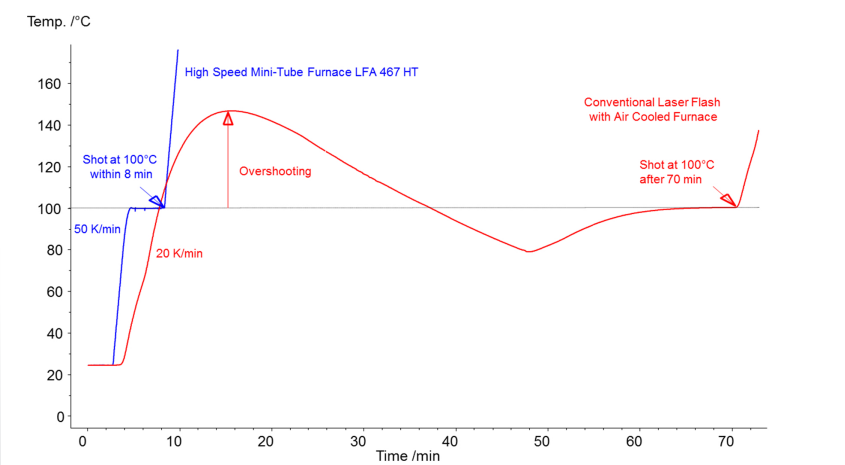
- Probe: Pyroceram (Ø 12,7 mm; Dicke: 2,5 mm)
- T-Bereich: 25 °C → 1000 °C → 30 °C in K-Stufen
- Heizrate: 50 K/min (maximale Heizrate)
- Atmosphäre: Argon
- Schüsse: 1 Schuss pro Temperaturstufe
- Stabilisierungskriterien: 0,3 K/30 s
- ΔT : 3 K

Der Vergleich in Abbildung 3 zeigt deutlich, dass die Stabilisierung der wassergekühlten Mini-Öfen nahezu dreimal schneller ist. Innerhalb von sechs Stunden ist es mit der LFA 467 HT HyperFlash® z.B. möglich, bis zu 12 Proben (jeweils

vier Proben gleichzeitig) mit 100 K-Schritten von RT bis 1000 °C zu messen.

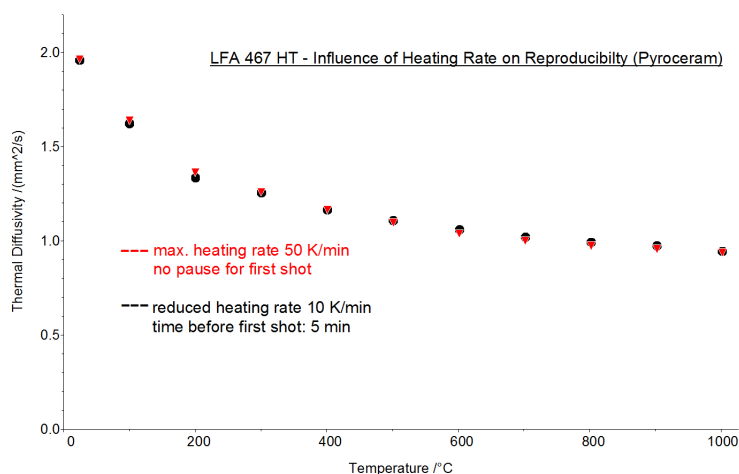
Bei konventionellen mit Luftkühlung ausgestatteten LFA-Systemen – selbst bei solchen mit automatischen Probenwechslern mit größerer Probenkapazität – lässt sich dieser hohe Probendurchsatz aufgrund des schlechteren Stabilisierungsverhaltens nicht realisieren.

Abbildung 4 zeigt die sehr schnelle Stabilisierungszeit der LFA 467 HT HyperFlash® im Vergleich zu einem herkömmlichen System. Mit einer maximalen Heizrate von 50 K/min bis zur ersten Temperaturstufe bei 100 °C kann der erste Schuss innerhalb von 8 Minuten durchgeführt werden. Im Gegensatz zum konventionellen



4 Verläufe der Probentemperatur beim Anfahren einer Temperaturstufe bei 100 °C; Vergleich Mini-Rohröfen LFA 467 HT und herkömmlicher luftgekühlter Ofen

APPLICATIONNOTE LFA 467 HT HyperFlash®: Schnelle Mini-Rohröfen mit ausgezeichnetem Stabilisierungsverhalten für kürzeste Messzeiten und hohen Probendurchsatz



5 Vergleich von LFA-Messungen mit unterschiedlichen Heizraten

Ofen mit Luftkühlung weist das 4-Mini-Rohrofensystem aufgrund der geringen thermischen Masse nahezu kein Überschwingen der Temperatur und eine extrem kurze Stabilisierungsdauer auf. Deshalb wird üblicherweise bei LFA-Messungen mit konventionellen Systemen mit kleinen Heizraten (≈ 10 K/min) in diesem Temperaturbereich gearbeitet.

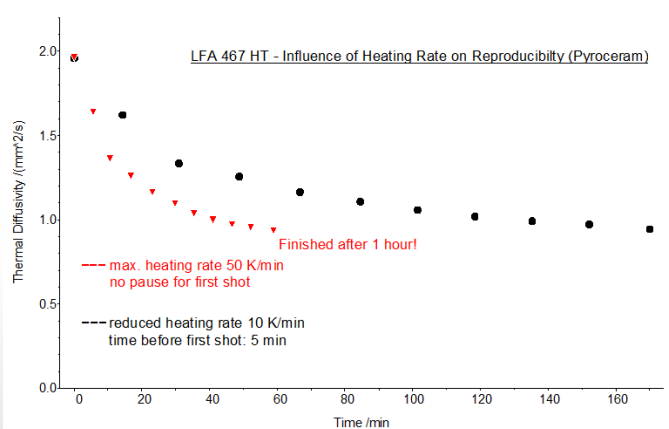
Der Vergleich der Temperaturleitfähigkeitsergebnisse an Pyroceram mit unterschiedlichen Heizraten demonstriert die hohe Reproduzierbarkeit, die selbst unter Verwendung der maximalen Heizrate von 50 K/min (Abbildung 5) erreicht werden kann.

Aufgrund der kurzen Stabilisierungszeit des schnellen 4-Mini-Rohrofensystems und der damit verbundenen schnellen Bereitschaft zur Auslösung von Schüssen lassen

sich sehr schnelle Testzeiten realisieren. Abbildung 6 zeigt die Temperaturleitfähigkeitswerte, aufgetragen gegen die Zeit. Mit einer Heizrate von 50 K/min war die Messung nach nur 60 min beendet, wohingegen die Testzeit bei einer Heizrate von 10 K/min auf 170 min anstieg.

Zusammenfassung

Das Mini-Rohrofensystem der LFA 467 HT HyperFlash® besticht durch sein hervorragendes Stabilisierungsverhalten. Dies ermöglicht Messungen mit hoher Geschwindigkeit und hohen Heizraten, ohne an Reproduzierbarkeit und Genauigkeit einzubüßen. Die hohe Testgeschwindigkeit der LFA 467 HT mit 4 Probenpositionen führt zu einem deutlich höheren Probendurchsatz als bei Systemen mit Probenwechslern für mehr als vier Proben und einem luftgekühlten Rohrofen.



6 Vergleich der Dauer der LFA-Messungen mit unterschiedlichen Heizraten