

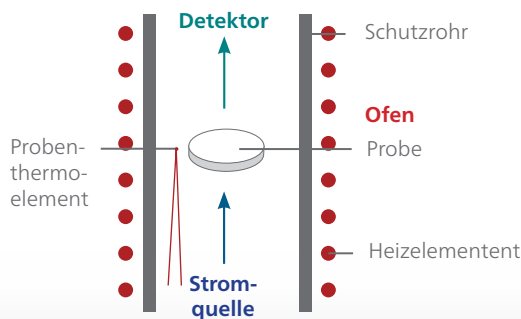
## Das Modell *Penetration* in der NETZSCH LFA-Software – Sachgemäße Behandlung poröser Materialien!

Dr. André Lindemann, Fabia Beckstein und Dr. Martin Brunner

### Einleitung

Seit der Einführung der Laser Flash-Methode 1961 von Parker et al. gab es diverse Verbesserungen für die kontaktlose und zerstörungsfreie Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit. Die Hard- und Software sollten heutzutage Messungen an unterschiedlichen Probengeometrien und -formen erlauben. Die Laser-/Licht-Flash-Apparatur (LFA) sollte nicht nur für die Untersuchung von Festkörpern, sondern auch von pulverförmigen, flüssigen, zermahlenden und porösen Probekörpern eingesetzt werden können. Aus diesem Grund war die Anpassung der Hardware (z.B. spezielle Probenhalter) notwendig. Auch Software-Modelle, die den Einfluss der Probenform und -art berücksichtigen, wurden immer wichtiger für die genaue Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit ( $a$ ), Wärmeleitfähigkeit ( $\lambda$ ) und der spezifischen Wärmekapazität ( $c_p$ ).

In den letzten Jahren hat NETZSCH Berechnungsmodelle, Korrekturen und mathematische Verfahren, die den Wärmeverlust in Kombination mit der Korrektur der Basislinie und der Pulsform in Ein- und Mehrschichtsystemen berücksichtigen, kontinuierlich verbessert. Ein Strahlungsmodell für transparente Proben und verschiedene In-Plane-Modelle sind ebenfalls verfügbar.



1 Schema der LFA-Methode



2 Das in der NETZSCH Proteus® LFA-Software implementierte Modell *Penetration*

In diesem Application Note wird das Modell *Penetration* gemäß McMasters [2] für Messungen an porösen Materialien vorgestellt.

### Poröse Materialien stellen eine Herausforderung dar – jedoch nicht für das Modell *Penetration*

Bei Standard-Flash-Messungen wird die gesamte Energie von der Probenoberfläche absorbiert. Eine thermische Welle durchläuft die Probe in Dickenrichtung, bevor Sie auf der Rückseite (Abbildung 1) ankommt. Für poröse Materialien hat NETZSCH nun das Modell *Penetration* (Abbildung 2) eingeführt, das folgende Punkte mit berücksichtigt:

- Die Absorption der Impulsenergie ist nicht länger auf die Vorderseite der Probe beschränkt.
- Die Absorption breitet sich über eine dünne Schicht in die Probendicke aus.
- Die Absorptionsschichten können als die mittlere freie Weglänge im Material behandelt werden.

Bei Berücksichtigung dieser Aspekte erhält man einen exponentiellen Abfall der anfänglichen Temperaturverteilung innerhalb des Probekörpers. Bei Anwendung dieses Ansatzes, der die Porosität des Materials berücksichtigt, erhält man eine erhöhte Genauigkeit bei der Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit, der Wärmeleitfähigkeit und der spezifischen Wärmekapazität.

## APPLICATIONNOTE Das Modell *Penetration* in der LFA-Software – Sachgemäße Behandlung poröser Materialien!

### Messbedingungen

Ein Grafitdämmfilz wurde zwischen Raumtemperatur und 90 °C mit der NETZSCH-LFA 427 und für Vergleichszwecke mit dem NETZSCH-Wärmeflussmesser HFM 436 gemessen. Die Probendicken betragen 5,4 mm bzw. 20 mm. Die Dichte wurde zu 0,082 g/cm<sup>3</sup> bei 20 °C bestimmt.

### Messergebnisse

Dargestellt in Abbildung 3 sind die LFA-Messergebnisse, die den Verlauf der aufgezeichneten Temperaturleitfähigkeit auf Basis des Modells *Penetration*, die Literaturdaten der spezifischen Wärmekapazität von POCO-Grafit und die berechnete Wärmeleitfähigkeit basierend auf folgender Gleichung

$$\lambda = a \cdot \rho \cdot c_p$$

mit  $\lambda$  = Wärmeleitfähigkeit  
 $a$  = Temperaturleitfähigkeit  
 $\rho$  = Dichte  
 $c_p$  = spezifische Wärmekapazität

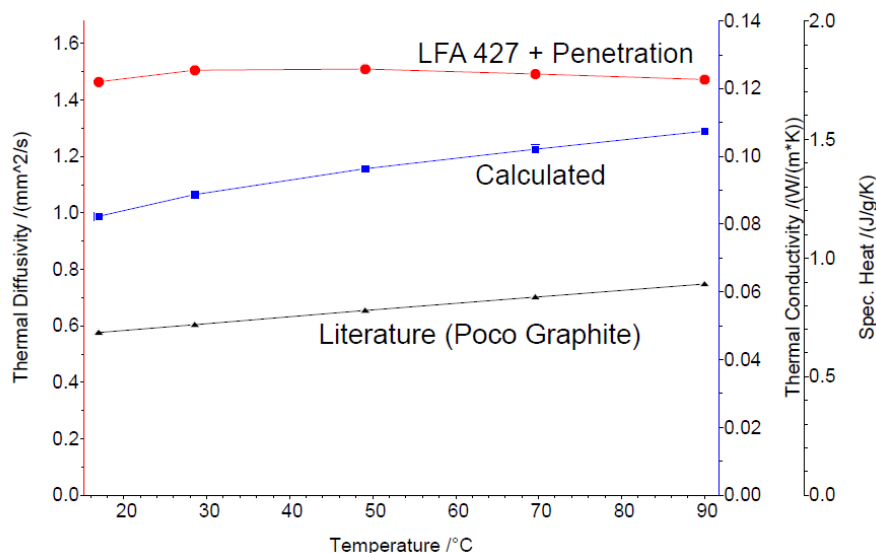
zeigen.

Die LFA-Messung wurde zunächst mit dem Standardmodell (Cowan, [4]) und ein zweites Mal mit dem Modell *Penetration* ausgewertet. Abbildung 4 zeigt deutlich,

dass die gleiche Messung bei Anwendung verschiedener Berechnungsmodelle zu unterschiedlichen Wärmeleitfähigkeitsergebnissen führt. Die Frage, welches das bessere Ergebnis ist, lässt sich durch Überprüfung des Signalanstiegs (Abbildung 5) beantworten.

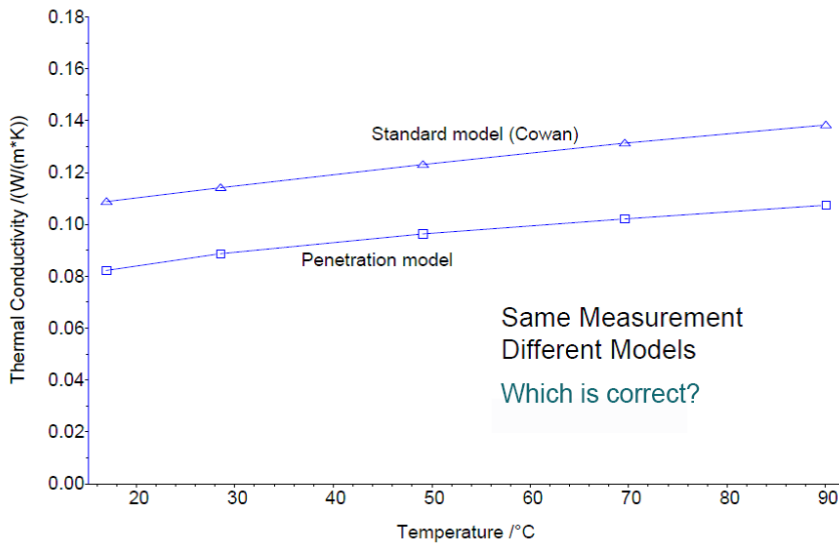
In Abbildung 5 ist der Anstieg des Detektorsignals dargestellt. Der linke Plot zeigt die Anwendung des Standardmodells. Es ist klar ersichtlich, dass durch Verwendung des Standardmodells ein nur ungenügender Fit erzielt wird. In diesem Fall wird die Temperaturleitfähigkeit mit 0,753 mm<sup>2</sup>/s bestimmt – ein zu hoher Wert für das untersuchte Material. Wendet man jedoch eine Anpassung auf Basis des Modells *Penetration* an (rechter Plot), erhält man einen ausgezeichneten Modellfit. Der erhaltene Temperaturleitfähigkeitswert  $a = 0,626$  mm<sup>2</sup>/s ist ungefähr 17 % niedriger und aufgrund des verbesserten Modellfits auch als zuverlässiger zu bewerten als der durch Verwendung des Cowan-Modells (Standard) erhaltene Wert.

Die Wärmeleitfähigkeit ist proportional zur Temperaturleitfähigkeit und somit sind auch die Werte für das Standardmodell höher. Die Zuverlässigkeit der mit dem Modell *Penetration* erhaltenen Werte wurde durch HFM-Messungen an demselben Material bestätigt. Die LFA- und HFM-Ergebnisse liegen in guter Übereinstimmung, die maximale Abweichung beträgt weniger als  $\pm 6$  % (Abbildung 6).

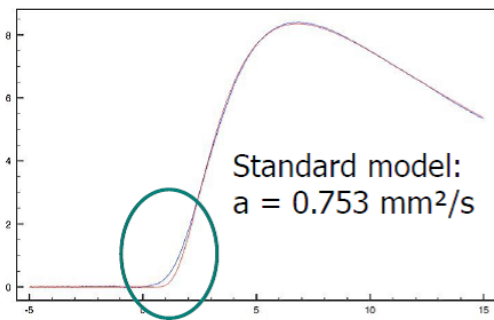


3 LFA-Messung an der Grafitdämmfilzprobe zusammen mit den Literaturen der spezifischen Wärmekapazität für POCO-Grafit

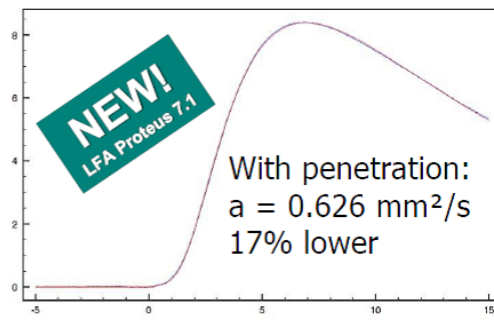
**APPLICATIONNOTE** Das Modell *Penetration* in the LFA-Software – Sachgemäße Behandlung poröser Materialien!



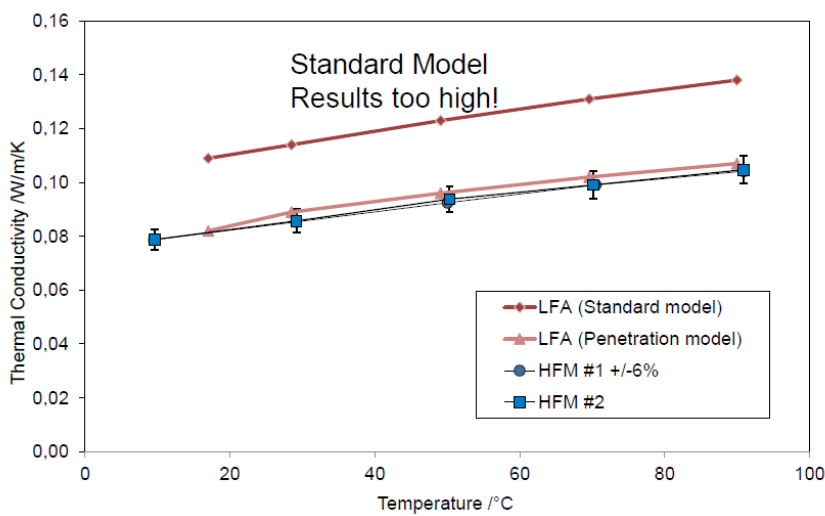
4 Ein Vergleich des Standardmodells von Cowan und dem Modell *Penetration* zeigt, dass die unterschiedlichen Modelle zu unterschiedlichen Ergebnissen führen können



5 Laserschuss, gefittet mit Standardmodell:  $0,753 \text{ mm}^2/\text{s}$



Laserschuss, gefittet mit dem Modell *Penetration*:  $0,626 \text{ mm}^2/\text{s}$



6 Wärmeleitfähigkeit bestimmt mittels LFA (rote Kurve) und HFM (blaue Kurve) unter Verwendung des Standardmodells und des Modells *Penetration*

## APPLICATIONNOTE Das Modell *Penetration* in the LFA-Software – Sachgemäße Behandlung poröser Materialien!

### Zusammenfassung

Neben verschiedenen klassischen Modellen (z.B. Cowan 5 / 10, Parker, verbesserte Cape-Lehman etc.) enthält die NETZSCH LFA-*Proteus*®-Software viele unterschiedliche Berechnungsmodelle, Korrekturen und mathematische Verfahren. Eines davon ist das Modell *Penetration*, das speziell für poröse Materialien und Materialien mit rauer Oberfläche geeignet ist. Diese besondere Eigenschaft der LFA *Proteus*®-Software berücksichtigt die Eindringung des Laserlichtes in die Probenstruktur. Weitere zuverlässige Methoden, wie der Wärmeflussmesser (HFM), bestätigen die LFA-Ergebnisse, die durch Anwendung des Modell *Penetration* für die Berechnung der Temperatur-/Wärmeleitfähigkeit bestimmt wurden.

### Referenzen

- [1] W.J. Parker; R.J. Jenkins; C.P. Butler; G.L. Abbott (1961). "Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity and Thermal Conductivity". *Journal of Applied Physics*. 32 (9): 1679.
- [2] McMasters, Beck, Dinwiddie, Wang (1999): "Accounting for Penetration of Laser Heating in Flash Thermal Diffusivity Experiments", *Journal of Heat Transfer*, 121, 15-21
- [3] Cowan, Robert D.; *Journal of Applied Physics*, Vol. 34, Number 4 (Part 1), April 1963