

APPLICATION**NOTE**

Diamond Powder – Laser Flash Analysis

Die thermischen Geheimnisse von Diamantpulver entschlüsseln. Kleine Partikel, außergewöhnliche Wärmeübertragung.

Jinyan Li, Applications Laboratory Shanghai,
und Dorothea Stobitzer, Applications Laboratory Selb

Einleitung

Diamantpulver vereint außergewöhnliche Härte und Verschleißfestigkeit mit hervorragenden Wärmetransporteigenschaften. Es wird daher häufig zum Schleifen und Polieren harter Materialien wie Hartmetalle, Keramiken, Edelsteine und optische Gläser eingesetzt. In thermischen Grenzflächenmaterialien, darunter Wärmeleitfette und -pasten, kann Diamantpulver zudem als hochleitfähiger Füllstoff dienen, um die Wärme von elektronischen Bauteilen an Kühlkörper abzuleiten und so die Betriebstemperaturen zu senken. Eine zuverlässige Charakterisierung seines Wärmeleitverhaltens ist für die Materialentwicklung und Qualitätskontrolle daher unerlässlich.

Messherausforderungen

Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit eines Pulvers werden nicht nur von den intrinsischen Eigenschaften des Materials, sondern auch von der Partikelgröße, der Packungsdichte oder dem Verdichtungsgrad bestimmt. Der Kontaktwiderstand zwischen benachbarten Partikeln sowie luftgefüllte Hohlräume im Pulverbett können die effektive Wärmeleitfähigkeit im Vergleich zu Diamant als Festkörper erheblich verringern. Eine reproduzierbare Probenvorbereitung und eine für Pulver geeignete Messkonfiguration sind daher entscheidend für aussagekräftige Vergleichsergebnisse.

Messung mit der LFA 717 *HyperFlash*®

Mit der NETZSCH LFA 717 *HyperFlash*® lässt sich die temperaturabhängige Temperaturleitfähigkeit von Diamantpulver entweder mit einem Saphir-Probenhalter oder einem Druckprobenhalter ermitteln (siehe https://analyzing-testing.netzsch.com/en/products/thermal-diffusivity-and-conductivity).

Die Wärmeleitfähigkeit lässt sich anschließend aus der Temperaturleitfähigkeit, der Dichte und der spezifischen Wärmekapazität berechnen. Letztere wird mittels Dynamischer Differenz-Kalorimetrie (DSC) bestimmt. Der Druckprobenhalter ermöglicht zudem die Untersuchung des Einflusses unterschiedlicher Verdichtungsdrücke auf den Wärmetransport.

In Messung 1 wurde das Diamantpulver in einem Saphir-Probenhalter analysiert. Wie zu sehen ist, beträgt die Temperaturleitfähigkeit der Probe, wenn sie lose (ohne zusätzlichen Druck) in den Halter eingefüllt wird, etwa 0,4 mm^2/s (siehe Tabelle 1).

Tabelle 1 Temperaturleitfähigkeitsergebnisse für die Diamantpulverprobe, gemessen in einem Saphir-Probenhalter

Results

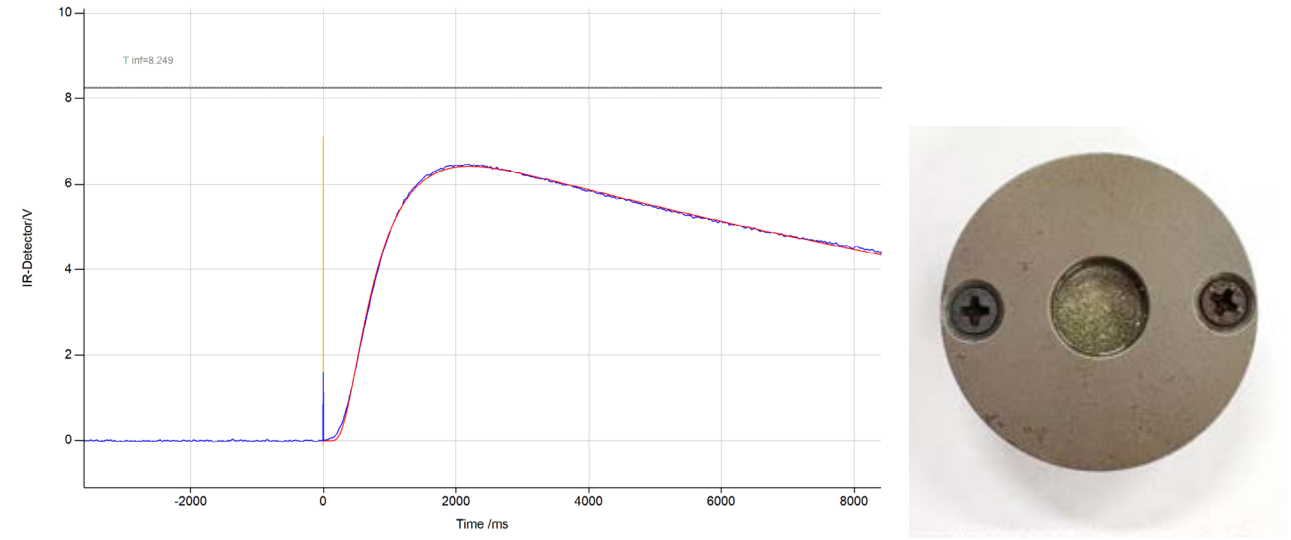
Shot number	Temperature °C	Model	Diffusivity mm^2/s	Uncertainty %	Laser voltage V	Pulse width ms
1	25.0	Penetration(I)	0.406	0.7	250.0	0.60
2	25.0	Penetration(I)	0.403	0.6	250.0	0.60
3	25.0	Penetration(I)	0.406	0.7	250.0	0.60
4	25.0	Penetration(I)	0.404	0.7	250.0	0.60
5	25.0	Penetration(I)	0.407	0.7	250.0	0.60
Mean:	**25.0**		**0.405**			
Std. Dev.:	**0.0**		**0.002**			

NGB · Application Note 486 · DE · 1126 · Technische Änderungen vorbehalten.

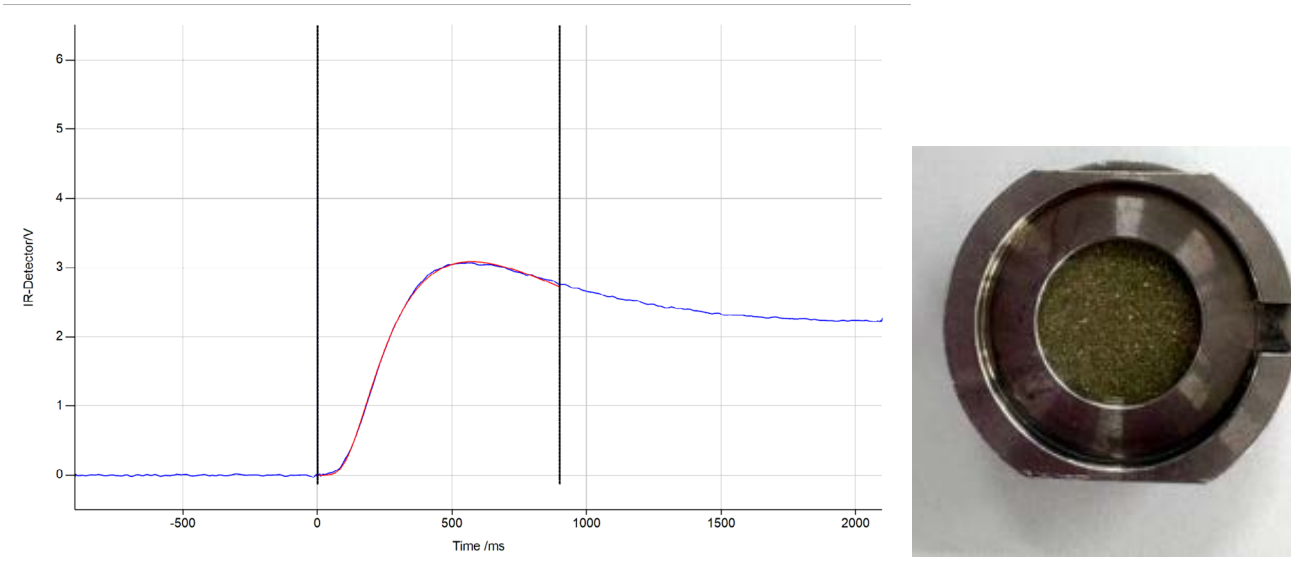
NETZSCH-Gerätebau GmbH
Wittelsbacherstraße 42 · 95100 Selb · Deutschland
Tel.: +49 9287/881-0 · Fax: +49 9287/881505
at@netzsch.com · www.netzsch.com

Da die Pulveroberfläche nach dem Befüllen des Probenhalters rau blieb, lieferte das Penetrationsmodell eine passendere Beschreibung der gemessenen Temperaturanstiegskurve (siehe Abbildung 1).

Bei Messung 2 wurde das Diamantpulver in einem Druckprobenhalter analysiert. Da sowohl die obere als auch die untere Platte aus Saphir bestanden, kam zur Berechnung der Temperaturleitfähigkeit das Einschichtmodell zum Einsatz. Das Drehmoment wurde auf 40 cN·m eingestellt, was einem Druck von etwa 0,5 MPa entspricht.



1 a. Temperaturanstiegskurve, gemessen mit dem Saphir-Probenhalter. b. Saphir-Probenhalter, befüllt mit Diamantpulver.



2 :a. Temperaturanstiegskurve, gemessen mit dem Druck-Probenhalter. b. Druck-Probenhalters, befüllt mit dem Diamantpulver. Drehmoment: 40 cN*m.

* Beim Standardmodell wird davon ausgegangen, dass die Impulsenergie an der Vorderseite der Probe vollständig absorbiert wird. Bei leicht porösen Materialien beschränkt sich die Absorption jedoch nicht auf die Vorderseite, sondern erstreckt sich in eine dünne Schicht innerhalb des Probekörpers. Die Dicke dieser Absorptionsschicht kann als mittlere freie Weglänge der Photonen im Material angesehen werden. Dies führt zu einer anfänglichen Temperaturverteilung, die exponentiell in den Probekörper hinein abklingt. Dieses Modell greift den 1999 von McMasters et al. [1] vorgestellten Ansatz auf und verfeinert ihn weiter.

NETZSCH-Gerätebau GmbH
Wittelsbacherstraße 42 · 95100 Selb · Deutschland
Tel.: +49 9287/881-0 · Fax: +49 9287/881505
at@netzsch.com · www.netzsch.com

NGB · Application Note 486 · EN · 1126 · Technical specifications are subject to change.

Tabelle 2 Temperaturleitfähigkeitsergebnisse für die Diamantpulverprobe, gemessen in einem Druck-Probenhalter

Results

Shot number	Temperature °C	Model	Diffusivity mm^2/s	Uncertainty %	Laser voltage V	Pulse width ms
1	25.0	Penetration(l)	1.196	2.1	250.0	0.80
2	25.0	Penetration(l)	1.202	2.3	250.0	0.80
3	25.0	Penetration(l)	1.193	2.6	250.0	0.80
4	25.0	Penetration(l)	1.207	2.7	250.0	0.80
5	25.0	Penetration(l)	1.202	2.3	250.0	0.80
Mean:	**25.0**		**1.200**			
Std. Dev.:	**0.0**		**0.006**			

Nachdem ein definierter Druck auf die Pulverprobe ausgeübt wurde, stieg die Temperaturleitfähigkeit aufgrund der dichteren Packung des Pulvers an und erreichte etwa 1,2 mm^2/s (siehe Tabelle 2). Zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit wurde ebenfalls das Penetrationsmodell angewendet.

Ergebnisse und Diskussion

Die gemessene Wärmeleitfähigkeit des Diamantpulvers liegt deutlich unter den Werten, die typischerweise für Diamant als Festkörper beobachtet werden (siehe Application Notes 438 und 476). Dieser Unterschied ist auf den ausgeprägten thermischen Kontaktwiderstand zwischen den einzelnen Partikeln sowie auf die isolierende Wirkung von Lufthohlräumen im Pulverbett zurückzuführen. Im Vergleich zu kompakten Feststoffen ist bei Messungen an Pulverproben generell mit einer größeren Streuung zu rechnen. Dies liegt daran, dass die Wärmeübertragung in Pulvern stark von der Struktur und Morphologie des Pulverbetts beeinflusst wird. Relevante Faktoren sind Partikelgröße, Partikelform, Partikelgrößenverteilung und Packungsdichte. Diese Parameter bestimmen gemeinsam den Kontakt zwischen den Partikeln und beeinflussen somit den effektiven Wärmetransport durch das Pulverbett. Folglich können Schwankungen in der Pulvermorphologie und -packung einen erheblichen Einfluss auf die gemessene Temperaturleitfähigkeit haben. Diese Ergebnisse unterstreichen, wie wichtig es ist, die Pulvermorphologie und die Verdichtungsbedingungen bei der Bewertung von diamantgefüllten thermischen Schnittstellenmaterialien zu berücksichtigen.

Fazit

Die LFA 717 *HyperFlash*® bietet einen flexiblen Ansatz zur Charakterisierung der Temperaturleitfähigkeit von Diamantpulvern. Spezielle Probenhalter eignen sich sowohl für lose als auch für verdichtete Pulver, während geeignete Auswertungsmodelle probenspezifische Effekte, wie etwa eine raue Oberfläche, berücksichtigen. In Kombination mit der Dichte und der aus der DSC abgeleiteten spezifischen Wärmekapazität liefert die Messung die erforderlichen Daten zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit und zur Bewertung von Diamantpulvern für anspruchsvolle Anwendungen im Bereich des Wärmemanagements.

Literatur

[1] McMasters, Beck, Dinwiddie, Wang (1999): "Accounting for Penetration of Laser Heating in Flash Thermal Diffusivity Experiments", Journal of Heat Transfer, 121, 15-21

NGB · Application Note 486 · EN · 1126 · Technical specifications are subject to change.

NETZSCH-Gerätebau GmbH
Wittelsbacherstraße 42 · 95100 Selb · Deutschland
Tel.: +49 9287/881-0 · Fax: +49 9287/881505
at@netzsch.com · www.netzsch.com