

# APPLICATION NOTE

## Wärmeleitpaste – Rotationsrheometer



## Dichtemessung von pastösen Materialien mit dem Kinexus-Rotationsrheometer

Yang Yang, Applikationslabor Shanghai

### Einleitung

Dichtemessungen an pastösen Materialien wie Wärmeleitpaste, Polymerschmelzen, Batterieslurries usw. gestalten sich in der Regel ziemlich schwierig. Sie können nicht gemäß des herkömmlichen Archimedischem Prinzips durchgeführt werden, da diese Materialien beim Eintauchen Wasser aufnehmen können oder unter hohen Temperaturen untersucht werden müssen, wie beispielsweise Polymerschmelzen. Viele Tests erfordern jedoch den Dichtewert als Kennzahl für weitere Analysen, z.B. für die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit mittels Laser-Flash-Analyse (LFA) oder für die Anfangsdichte der Probe als Referenz für die Analyse der Wärmeausdehnung in der Dilatometrie (DIL). Und natürlich auch für rheologische Tests, bei denen die Dichte für den Squeeze-Flow (Spaltströmung) relevant ist. Daher ist eine schnelle und genaue Methode zur Dichtemessung sehr wichtig. Mit Hilfe der Parallelplatte des Rotationsrheometers kann der Dichtewert pastöser Materialien schnell und genau ermittelt werden.

### Messbedingungen und Probenvorbereitung

Die Messbedingungen sind in Tabelle 1 zusammengefasst. Abbildung 1 zeigt eine Wärmeleitpaste mit einem sehr hohen Feststoffanteil. Sie weist einen nicht fließfähigen, quasi-festen Zustand auf. Um die Dichte dieser Paste zu bestimmen, wird eine Platte mit größerem Durchmesser verwendet, wie in diesem Beispiel 60-mm. Zudem muss die untere Platte schnell abnehmbar sein, um diese auf die Waage platzieren und die Probe einwiegen zu können.

**Tabelle 1** Messbedingungen

Probe	Wärmeleitpaste
Temperatur	25 °C
Geometrie	Parallelplatte (60 mm)
Testmodus	Manueller Spalt



**1** Wärmeleitpaste (links) und PU 60-mm-Geometrie (schnell lösbar, rechts)

## APPLICATIONNOTE Dichtemessung von pastösen Materialien mittels Rotationsrheometrie

### Durchführung der Messungen

Nach Nullstellung des Spaltes wurde die untere Platte des NETZSCH Kinexus Rotationsrheometers, die sich schnell abnehmen lässt, entfernt, auf der Waage platziert und darauf die Masse der Probe eingewogen (siehe Abbildung 2). Anschließend wurde die untere Platte wieder in das Temperiermodul eingesetzt und ein bestimmter Spaltwert eingestellt. Dieser Spalt wird beibehalten, bis die innere Spannung der Probe vollständig abgebaut ist. Anschließend wird die obere Platte angehoben, ein deutlicher kreisförmiger Abdruck auf dem Material erscheint. Aufgrund der Oberflächenspannung dieser Art von fließfähigem, pastösem Material kann sich nach einer so starken Kompression standardmäßig ein Kreis ausbilden. Anschließend wird der Durchmesser des kreisförmigen Abdrucks mit einem Messschieber ermittelt (siehe Abbildung 3). Das Volumen der Probe lässt sich dann anhand der folgenden Formel berechnen:

$$V = \pi r^2 h$$

V: Volumen [mm<sup>3</sup>], r: Radius des kreisförmigen Abdrucks [mm], h: Spalt [mm]

Die Dichte lässt sich ebenfalls berechnen mit

$$\rho = m/V$$

$\rho$ : Dichte [g·mm<sup>-3</sup>],  $m$ : Masse [g],  $V$ : Volumen [mm<sup>3</sup>]

### Messergebnisse

Die Wärmeleitpaste wog 2,5 g, der Abstand (Spalt) betrug 0,5 mm und der Durchmesser des kreisförmigen Abdrucks 55,76 mm. Daraus ergibt sich eine Dichte von 2,048 g/cm<sup>3</sup> (siehe Tabelle 2).

### Fazit

Im Fall von nicht feste Proben, wie beispielsweise pastöse Materialien, die zur Wasseraufnahme neigen, oder Polymerschmelzen, die hohe Prüftemperaturen erfordern, ist es nicht möglich, das Archimedisches Prinzip zur Dichtebestimmung anzuwenden. Mit einem Rotationsrheometer mit schnell abnehmbarer Parallelplatte dagegen können an solchen Materialien schnelle und genaue Dichtepfahrungen durchgeführt werden.



2 Abbwiegen der Probenmasse



3 Messen des Durchmessers des kreisförmigen Abdrucks

Tabelle 2 Messergebnisse

Masse / g	Spalt / mm	Durchmesser / mm	Volumen / mm <sup>3</sup>	Dichte / g/cm <sup>3</sup>
2,5	0,5	55,76	1220,97	2,048