



Konsistenz zwischen Methoden: Wärmeleitfähigkeitsmessungen an GPO-3-Fiberglas mittels GHFM, LFA und HFM

Nate Martin, Brad Hammond und Purnima Barua, Applications Laboratory Burlington, MA, USA

Einleitung

Die Messung der Wärmeleitfähigkeit von Polymerverbundwerkstoffen ist eine anspruchsvolle Aufgabe. Mit ihren relativ hohen Wärmeleitfähigkeiten, die häufig zwischen 0,2 und 1 W/(m·K) liegen, sowie ihrer steifen Struktur stellen sie eine Herausforderung für gängige stationäre Wärmemessverfahren wie die Guarded-Hot-Plate-Methode (GHP) und die Wärmeflussmessung (HFM, engl. Heat Flow Meter) dar. Da diese Techniken insbesondere für komprimierbare Isolierungen mit Wärmeleitfähigkeiten von weniger als 0,1 W/(m·K) entwickelt wurden, müssen zur Ermittlung genauer thermischer Eigenschaften von festen Polymeren außerdem besondere Vorkehrungen getroffen werden. Die Licht- oder Laser Flash Analyse (LFA) hingegen wurde für die Messung homogener, isotroper Materialien entwickelt. Die Beimischung gängiger Füllstoffe, wie Glasfasern, kann zu Abweichungen in der Temperaturanstiegskurve führen. Dies muss mit einem geeigneten Modell berücksichtigt werden. Zur Berechnung der Wärmeleitfähigkeiten solcher Materialien sind zusätzlich DSC (dynamischer Differenz-Kalorimetrie, engl. Differential Scanning Calorimetry) Messungen erforderlich, um die spezifische Wärmekapazitätswerte zu ermitteln, da es in der LFA keine vergleichbaren (anisotropen) Referenzstandards gibt. Im Gegensatz dazu wurde die Technik des geschützten Wärmeflussmessers (GHFM) speziell für die Messung fester Materialien mit Wärmeleitfähigkeiten im Bereich von 0,1 bis 30 W/(m·K) entwickelt. Das macht sie zu einer praktischen und unkomplizierten Methode für die Bewertung der thermischen Eigenschaften solcher Materialien.

Um die Eignung dieser Techniken für die Messung von verstärkten Verbundwerkstoffen zu untersuchen, wurde GPO-3 – ein elektrisch leitfähiger, glasfaserverstärkter Duroplast mit Polyestermatrix – mittels HFM, GHFM, LFA und DSC untersucht. Aufgrund seiner elektrischen und flammhemmenden Eigenschaften wird GPO-3 häufig als elektrischer Isolator verwendet.

Experimenteller Teil

Die Wärmeleitfähigkeit wurde mit dem Guarded Heat Flow Meter TCT 716 *Lambda*® und dem HFM 446 *Lambda*® gemäß der ASTM-Standards E1530 bzw. C518 bestimmt. Die Temperaturleitfähigkeit wurde mit der LFA 467 *HyperFlash*® und die spezifische Wärmekapazität (c_p) mit der DSC 214 *Polyma*® gemäß den ASTM-Normen E1461 bzw. E1269 bestimmt. Die Wärmeleitfähigkeit wurde anschließend aus den gemessenen Werten für die spezifische Wärmekapazität, die Temperaturleitfähigkeit und die Probendichte berechnet.

Von Polyply® Composites LLC wurde eine einzelne 305 x 305 mm große Platte aus GPO-3-Glasfaser mit einer Dicke von ca. 6 mm für Testzwecke bereitgestellt. Die GPO-3-Platte wurde zunächst mittels HFM unter Verwendung eines Erweiterungssets gemessen. Dieses besteht aus Silikonplatten und auf der Probenoberfläche angebrachten Thermoelementen, die den Kontaktwiderstand zwischen Probe und Geräteplatten verringern und genaue Messung der Probenoberflächentemperatur ermöglichen. Die Messung der GPO-3-Platte erfolgte bei mittleren Probentemperaturen von -10 bis 80 °C in Schritten von 10 °C. Während der Prüfung wurde eine Temperaturdifferenz von ca. 6 °C über der Probe aufrechterhalten. Für die Kalibrierung wurde ein Referenzstandard aus Borosilikatglas verwendet.

Nach Abschluss der HFM-Messungen wurde die Polymerverbund-Platte für den GHFM-Test in vier Scheiben mit einem Durchmesser von etwa 50 mm und für die LFA-Prüfung in drei Scheiben mit einem Durchmesser von etwa 12,5 mm geschnitten. Während die vier GHFM-Proben in ihrer Dicke unverändert blieben, wurden die drei LFA-Proben für die Prüfung auf eine Dicke von etwa 2 mm abgeschliffen.

APPLICATIONNOTE Konsistenz zwischen Methoden: Wärmeleitfähigkeitsmessungen an GPO-3-Fiberglas mittels GHFM, LFA und HFM

Die GHFM-Messungen (Abbildung 1) wurden in einem Temperaturbereich von etwa -10 °C bis 120 °C in Schritten von 10 °C durchgeführt. Die Kalibrierung erfolgte unter Verwendung von Vespel® SP-1, wobei zwischen den Proben und den Geräteplatten eine dünne Schicht silikonhaltiger Wärmeleitpaste aufgetragen wurde, um den Grenzflächenwiderstand zu minimieren. Während der Prüfung wurde ein Druck von ca. 175 kPa auf die Proben ausgeübt. Dabei wurde eine Temperaturdifferenz von etwa 24 °C über die Proben aufrechterhalten.



1 GHFM-Proben (Durchmesser: 50 mm), ausgeschnitten aus einer größeren HFM-Platte mit sichtbarer Glasfaserverstärkung.

Die LFA-Messungen wurden auf ähnliche Weise in einem Temperaturbereich von etwa -10 °C bis 120 °C in Schritten von 10 °C durchgeführt. Die Proben wurden dazu vor der Prüfung mit einer etwa 5 µm dicken Graphitschicht besprüht. Die Wärmeleitfähigkeit wurde mit

dem NETZSCH-Transparent-Modell [1] berechnet, das die Strahlungseffekte in der Temperaturanstiegskurve der Messung korrigiert. Die mittels DSC bestimmten Werte für die spezifische Wärmekapazität wurden in Verbindung mit der gemessenen Probendichte verwendet, um die Wärmeleitfähigkeitswerte zu berechnen.

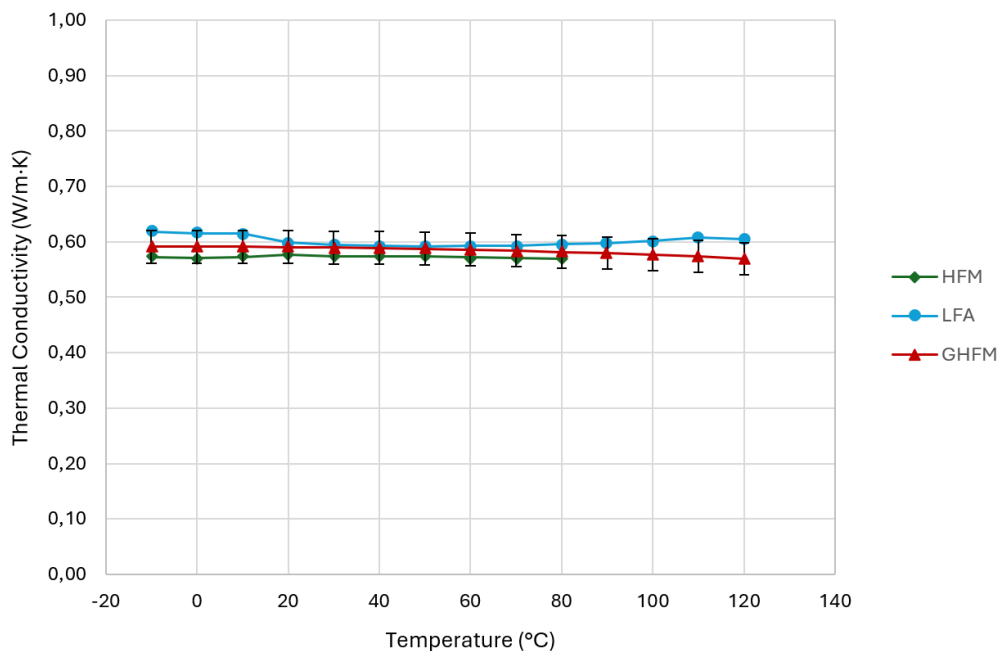
Die maximale Prüftemperatur von 120 °C mittels GHFM und LFA wurde so gewählt, dass sie sicher unter dem mechanischen U.L.-Temperaturindexwert von 140 °C liegt. Dadurch wird sichergestellt, dass sich die Probe von Messung zu Messung nicht verändert und den 175 kPa standhalten kann, denen die GHFM-Proben ausgesetzt waren. [2]

Ergebnisse und Analyse

Zu beachten ist, dass die angegebenen Ergebnisse für alle Methoden nicht bezüglich der Wärmeausdehnung korrigiert sind.

Die Ergebnisse der Wärmeleitfähigkeitsmessungen sind in Abbildung 2 dargestellt.

Thermal Conductivity vs. Temperature
of GPO-3 Fiberglass



2 Wärmeleitfähigkeit gegen die Temperatur von GPO-3 Fiberglas, gemessen mit drei unterschiedlichen Methoden: GHFM, HFM und LFA.

APPLICATIONNOTE Konsistenz zwischen Methoden: Wärmeleitfähigkeitsmessungen an GPO-3-Fiberglas mittels GHFM, LFA und HFM

Zusammenfassung

Trotz möglicher Herausforderungen bei der Messung von faserverstärkten Polymeren weisen die Ergebnisse aller Methoden eine gute Konsistenz auf. Die in Abbildung 1 dargestellten Fehlerbalken betragen $\pm 5\%$ bei Verwendung der mittels GHFM gemessenen Werte; fast alle mit den einzelnen Methoden ermittelten Werte für die Wärmeleitfähigkeit liegen innerhalb dieses Bereichs. Die Wärmeleitfähigkeitswerte aus den GHFM Messungen bei den angegebenen Temperaturen wurden auf der Grundlage eines quadratischen Fits der Messpunkte von der Messsoftware automatisch bestimmt. Die für LFA angegebenen Wärmeleitfähigkeitswerte wurden aus der Materialdichte, der mit LFA gemessenen Temperaturleitfähigkeit und der mit DSC gemessenen spezifischen Wärmekapazität berechnet.

Bei den HFM- und LFA-Ergebnissen ist mit einer erhöhten Messunsicherheit zu rechnen. Die im Vergleich zu den beiden anderen Methoden niedrigeren HFM-Werte der Wärmeleitfähigkeit waren aufgrund des sehr geringen Wärmewiderstands der Probe von etwa $0,011 \text{ m}^2\cdot\text{K}/\text{W}$ zu erwarten. Dieser Wert beträgt fast die Hälfte des für das Gerät angegebenen Grenzwerts von $0,02 \text{ m}^2\cdot\text{K}/\text{W}$. Die LFA-Ergebnisse sind nicht bezüglich der Wärmeausdehnung korrigiert. Dennoch zeigen die Ergebnisse dieser Studie, dass sich Polymermatrix-Verbundwerkstoffe mit verschiedenen Techniken messen lassen und eine gute Übereinstimmung zwischen den Methoden erzielt werden kann.

Referenzen

1. Mehling, H, et al., "Thermal Diffusivity of Semitransparent Materials Determined by the Laser-Flash Method Applying a New Analytical Model", Int. J. Thermophysics, 19, 945, 1998.
2. PolyPly® Composites, Sheet Laminate Typical Properties, Accessed May 2025, Available: <https://www.polyplycomposites.com/sheet.pdf>