

April 2006

OnSet¹

News, Facts und professionelle Lösungen für die Thermische Analyse

Neuer Internet-Auftritt bei NETZSCH Analysieren & Prüfen:

Besuchen Sie uns unter
www.netzsch-thermal-analysis.com

In dieser Ausgabe:

Seite 4:
 DEA und kinetische Analyse zur
 Kontrolle der Aushärtung von
 Chipklebern

Seite 9:
 Bestimmung der
 Wärmeübertragung in Mehr-
 schichtsystemen

Seite 12:
 Auch Platin ist vergänglich

Seite 15:
 Weltweiter Service in
 Thermischer Analyse

Seite 16:
 Verschiedenes



Die neue NETZSCH-Homepage

Die Reise in die vielfältige Welt der Thermischen Analyse per Internet ist um ein Vielfaches attraktiver und vor allem informativer geworden. NETZSCH Analysieren & Prüfen stellt Ihnen eine komplett neue Homepage zur Verfügung, die Ihnen unsere Produktempfehlungen, mit umfangreichen Details, zielgerichtet auf Ihre Branche, Ihre Applikation oder Ihr Material bietet:
www.netzsch-thermal-analysis.com.

Mit dem ersten Einstiegsportal „Service/Support“ stellen wir Ihnen unser vielfältiges Serviceangebot vor, das sich nicht nur auf den traditionellen Kundendienst beschränkt. Wählen Sie eine Fachabteilung aus den Bereichen „Technischer Service – Applikationsmessungen – Schulungen & Seminare – Compliance – Anwendungsberatung – Literaturservice“

Leading Thermal Analysis.



Editorial

Fortsetzung von Titel

aus und klären Sie Ihre Fragestellungen – auch direkt per e-mail. Das Portal „Branchen/Industrien“ ermöglicht Ihnen den Zugang aus Ihrem Industrie- oder Anwendungsbereich, z.B. „Polymerherstellung/-verarbeitung“. Liegt Ihr Interessensgebiet beispielsweise bei keramischen Materialien, so gelangen Sie über unser Portal „Materialien/Applikationen“ zur Seite „Keramik/Glas/Baustoffe“. Sind Sie bereits mit den Methoden der Thermischen Analyse vertraut, klicken Sie auf unsere vierte Einstiegsmöglichkeit „Produkte/Lösungen“. Hier werden verschiedenste thermoanalytischen Messgeräte, Techniken und Software-Produkte zusammengefasst, aus denen Sie gezielt das für Sie Interessante auswählen können. Über die einzelnen Rubriken „Allgemein – Technik – Software – Anwendungen – Zubehör“ gelangen Sie zu der detaillierten Information.

Auch die Kopfzeile unserer neuen Homepage wurde mit einer Volltext-Suchmaschine, Wissenswertes „Über NETZSCH“ und den aktuellen Neuigkeiten komplett erneuert. Die Seite „Aktuelles“ wurde in „Highlights – Produkte – Applikationen – Veranstaltungen“ strukturiert, damit Sie immer schnell auf das für Sie Wesentliche zugreifen können.

Überzeugen Sie sich selbst! Wir freuen uns auf Ihre Wünsche und Anregungen.

Stephan Knappe,
Sales & Applications Support

Liebe Leserin, lieber Leser,

es ist mir an dieser Stelle ein ganz besonderes Vergnügen, Ihnen im Messejahr 2006 die neueste Ausgabe unserer NETZSCH- Kundenzeitschrift „ONSET“ vorstellen zu dürfen. Es erwartet Sie im neuen Design anlässlich der großen Messen „Analytica 2006“, „Achema 2006“ und „Ceramitec 2006“ eine sehr interessante Edition zum vielseitigen Gebiet der „Thermischen Analyse“ mit lesenswerten Artikeln zur Charakterisierung von Materialien in der Elektronik-, Metall- und Polymerindustrie.

Tips und Tricks namhafter Wissenschaftler vermitteln Ihnen in jeder neuen Ausgabe Schlüsselmethoden und Know How aus jahrzehntelanger Applikationserfahrung.

Qualität aus Prinzip - als weltweit anerkannter Technologieführer in der Thermischen Analyse wird sich Ihnen das Expertenteam von NETZSCH-„Analysieren und Prüfen“ auch in diesem Jahr auf allen Messen als kompetenter Lösungsanbieter vorstellen. Ich lade Sie herzlich ein, vorab unser neues

Internet-Portal www.netzsch-thermal-analysis.com zu besuchen.

Wir freuen uns auf den Dialog mit Ihnen!

Viel Vergnügen bei der Lektüre wünscht

Walter H. Neumann
Geschäftsführer
w.neumann@ngb.netzsch.com

Wittelsbacher Str. 42
D - 95100 Selb
Tel.: 09287 881-0
Fax: 09287 881144

DEA und kinetische Analyse zur Kontrolle der Aushärtung von Chipklebern

Dr. rer. nat. Harald Preu,
Infineon Technologies AG

Mikroelektronische Bauteile mit integrierten Schaltungen (IC) begegnen dem Endverbraucher in der Regel nur im Verborgenen. Auf den Platinen von PCs, in Geräten der Unterhaltungselektronik, Mobiltelefonen und Motorsteuerungen von Kraftfahrzeugen finden sie ihren Einsatz und erledigen dort zuverlässig ihren Dienst. Bis es allerdings soweit ist, durchlaufen die Komponenten z.T. bis zu 500 Prozessschritte. Diese erstrecken sich von der Fertigung und Strukturierung von Siliziumscheiben (so genannte Wafer) über die Kontaktierung, dem Umgeben mit reaktiven Polymermassen bis zur Verlotung auf der Leiterplatte.

Elektronische Bauteile

Bei dieser Vielfalt an Einzelprozessen ist es unerlässlich, Fehlerraten zu minimieren, will man wirtschaftlich fertigen. Dass die elektronischen Bauteile eine Vielzahl von Zuverlässigkeitskriterien erfüllen müssen ist selbstredend. So müssen zum Beispiel Komponenten für Mobiltelefone den sogenannten „Drop-Test“ überstehen. Hierbei muss das verbaute Bauteil den Belastungen standhalten, die beim Fallenlassen eines Handys auftreten können. An Bauteilen für den Bereich Automobilelektronik werden besondere Anforderungen hinsichtlich Feuchte- und Temperaturbeständigkeit gestellt.

Aus diesen Gründen fällt den verwendeten Materialien und deren Prozessierung eine besondere Rolle zu. Insbesondere Polymerkleber, die die Verbindung zwischen Chip und einem Trägermaterial herstellen, werden in einem solchen Bauteil stark beansprucht, da sich die Verbindungspartner (Silizium-Chip und

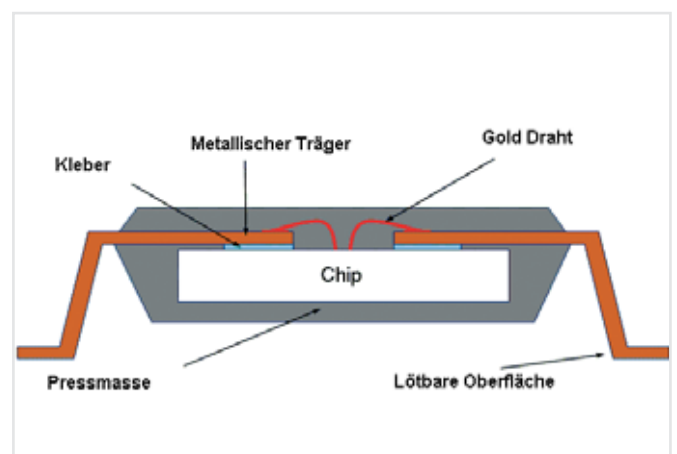


Infineon-Package für einen Controller

Substrat) in ihren thermomechanischen Eigenschaften (Ausdehnungskoeffizient, Elastizitätsmodul) stark unterschieden. Ebenso wichtig ist eine schnelle Prozessierbarkeit des Klebers, d.h. entsprechende rheologi-

sche Eigenschaften, aber auch ein optimales Härungsverhalten müssen gewährleistet sein. Gerade der Härungsprozess ist zeitaufwendig und somit auch durchsatzbeeinflussend und muss optimiert werden.

Typisches Package. Der Chip ist über den Kleber an den metallischen Leadframe montiert, die elektrische Anbindung erfolgt über Golddrähte.



Die Thermische Analyse als Lösung

Hier bieten sich thermische Analysemethoden an. Gerade mit der dielektrischen Analyse (DEA) sowie der kinetischen Analyse der Messdaten wurden bei uns in der Vergangenheit gute Erfahrungen gemacht. Für dielektrische Messungen in Form eines reinen Cure Monitorings wird bei Infinion das Gerät DEA 231/1 *Epsilon* mit einer Datenerfassungszeit von bis zu 55 ms verwendet, was gerade bei schnell härtenden Systemen notwendig ist. Die folgenden Beispiele wurden alle mit IDEX S065 Kammsensoren vermessen. Mit der *Thermokinetics 2* Software von NETZSCH können dann Messdaten einer formalkinetischen Analyse unterzogen und somit Aussagen über das Härungsverhalten bei unterschiedlichen Temperaturführungen gewonnen werden.

1. Aushärtung eines Klebers mit einer Temperaturrampe von ca. 23°C bis ca. 220°C in 123 s, die in etwa Prozessbedingungen entspricht (Abb.1)

Die sog. Ionenviskositätskurve korreliert mit der dynamischen Viskosität des Materials. Das Absinken während der Aufheizphase ist mit der abnehmenden Viskosität und somit mit der zunehmenden Mobilität der Ladungsträger im Polymer zu erklären. Das Signalminimum kennzeichnet den Punkt, an dem das zunächst von der Erweichung des Materials dominierte Signal nun durch die zunehmende Härtung bestimmt wird. Die Härtung des Klebers zeigt sich durch den Anstieg der Ionenviskosität. Das Erreichen eines konstanten Wertes, hier ab ca. 90 s, kennzeichnet das Ende der Härtungsreaktion. Ein generelles Thema in der Interpretation des Verlaufs der Ionenviskosität ist die Bestimmung des Beginns und des Endes der Härtung. Hier wurde das Minimum als Start der Härtung interpretiert. Das Ende, also die vollständige Härtung wurde über eine Tangentenkonstruktion bestimmt.

Aus dem Verlauf der Ionenviskositätskurve folgt, dass vollständige Härtung schon während der Aufheizphase erfolgt. Für die Prozessierung könnte dies bedeuten, dass entweder bei geringerer Temperatur oder mit kürzeren Zeiten gehärtet werden kann. Im ersten Fall würde das für das Bauteil einen geringeren thermischen Stress während der Fertigung bedeuten. Im zweiten Fall wären kür-



Das Gerät DEA 231/1 *Epsilon* mit einer Datenerfassungsrate von bis zu 0,055s



zere Prozesszeit und damit höherer Durchsatz die Folge.

2. Vergleich zweier Messungen des selben Materials mit nahezu gleicher Temperaturrampe (Abb. 2)

Die Überlagerung der Kurven zeigt die Empfindlichkeit der Messungen auf unterschiedliche Temperaturführung. Die steilere Rampe führt dazu, dass der Start (Minimum) und auch das Ende der Härtung eher erreicht werden. Der Einfluss der Temperatur ist offensichtlich. Dies ist auch die Stärke der Methode; der Härtungsverlauf ist sofort sichtbar und vergleichbar.

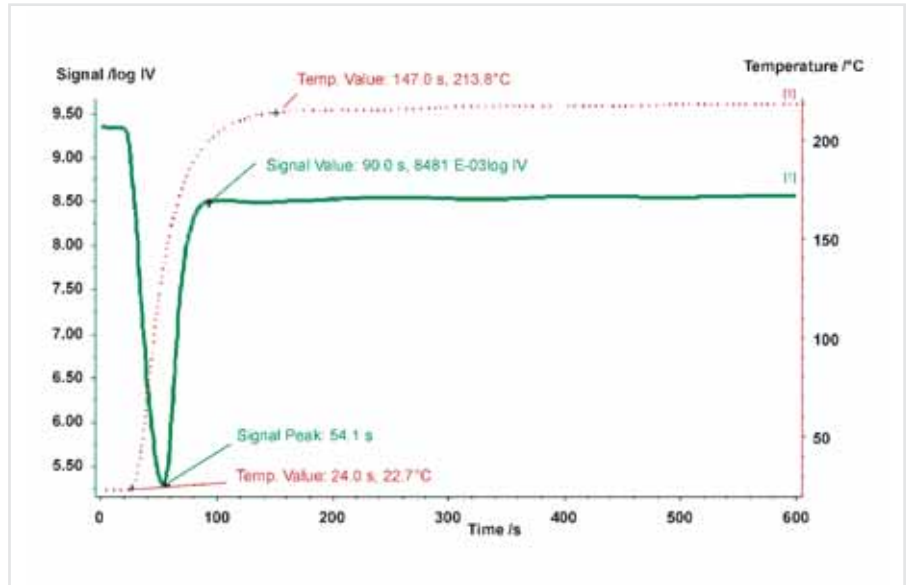


Abb. 1: Messung eines Klebers während einer Temperaturrampe. Die Grafik wurde mit der Proteus®-Software erstellt.

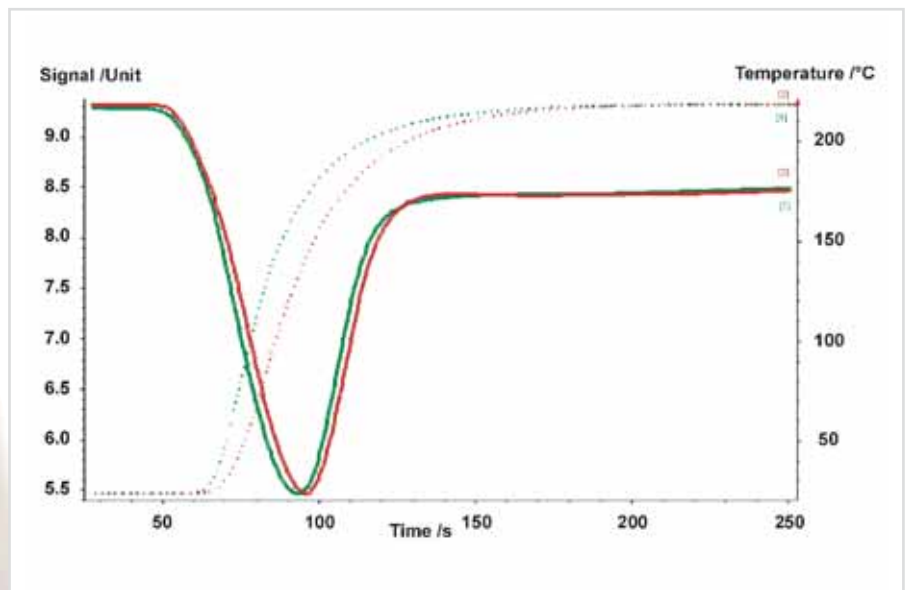


Abb. 2: Vergleich zweier Messungen bei leicht unterschiedlichen Heizkurven.

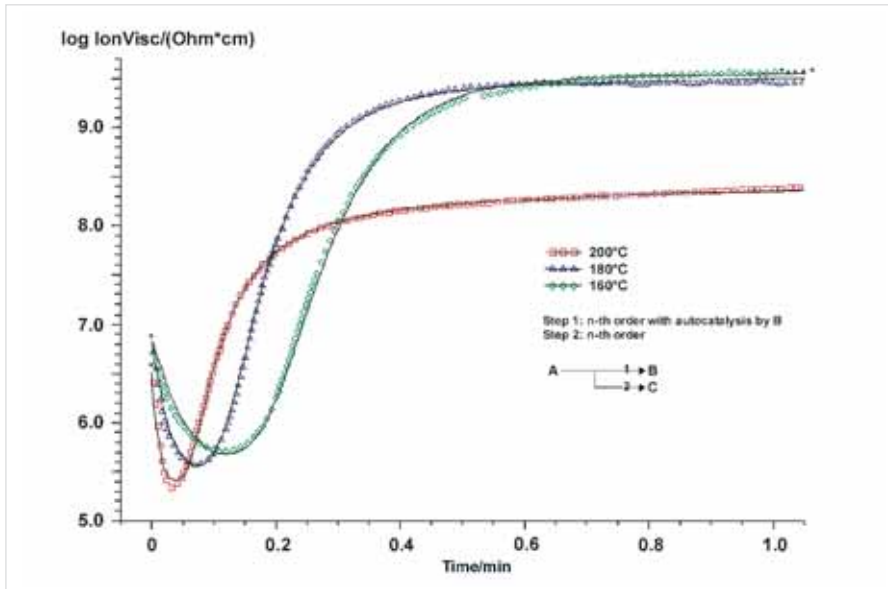


Abb. 3: Anpassung eines kinetischen Modells an die experimentellen Daten.

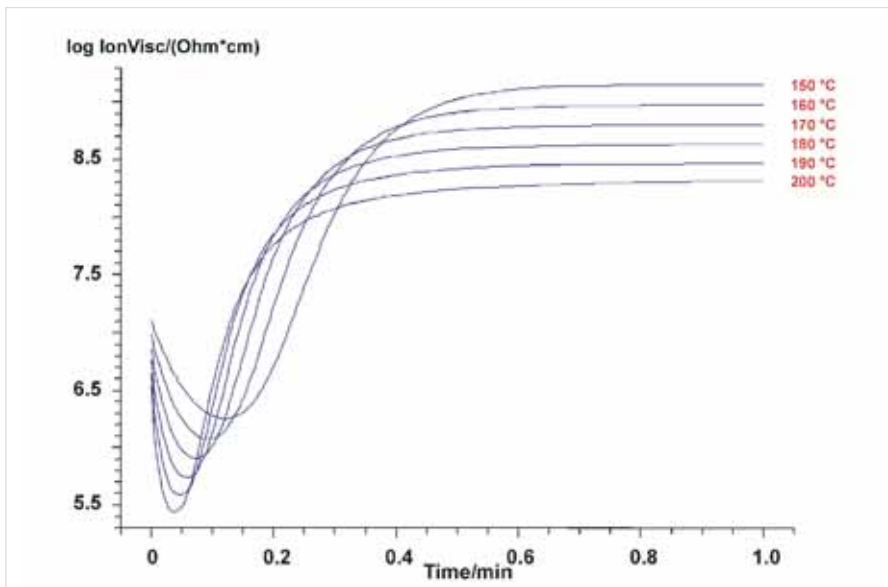


Abb. 4: Berechnung von Ionenviskositätskurven mit Hilfe des kinetischen Modells, das aus der Anpassung an die experimentellen Daten hervorging. Es wurden isotherme Bedingungen angenommen

3. Isotherme Messungen bei verschiedenen Temperaturen und anschließende kinetische Analyse (Abb. 3 + 4)

Die Messungen fanden unter isothermen Bedingungen bei 150°C, 170°C und 200°C statt. Die formalkinetische Auswertung erfolgte mit dem Programm *Thermokinetics 2*. Die Qualität der Anpassung ist mit einem Korrelationskoeffizienten von 0.9998 sehr gut. Offensichtlich ist es möglich, mit einem Parametersatz die experimentellen Daten zu beschreiben. Als Reaktionsmodell dient eine zweistufige Reaktion, wobei die erste Stufe n-ter Ordnung mit Autokatalyse und die zweite Stufe n-ter Ordnung ist. Eine Vielzahl anderer kinetischer Modelle stehen zur Auswahl.

Betrachtet man den Verlauf der Ionenviskositätskurven, so wird deutlich, dass die Härtung, je nach Temperatur, in einem Zeitraum von ca. 12-25 s abläuft. Mit z.B. der Rheologie ist eine solche schnelle Reaktion kaum zu charakterisieren. Mit Hilfe der kinetischen Analyse ist man nun in der Lage, den Verlauf der Härtungsreaktion bei nahezu beliebigen Temperaturen zu berechnen.

Hier wurden isotherme Bedingungen simuliert. Die numerischen Daten können aus der *Thermokinetics 2* Software als ASCII-Datei abgespeichert werden und stehen damit einer weiteren Auswertung zur Verfügung.

Beispielsweise kann daraus die Härtungsdauer als Funktion der Temperatur ermittelt werden (siehe Abb. 5).

Wie zu erwarten, ist der größte Einfluss der Temperaturänderung auf die Härtungsdauer bei niedrigeren Temperaturen zu beobachten. Bei höheren Temperaturen kann die Härtung nicht beliebig verkürzt werden. Somit kann schnell und vor allem anschaulich eine Prozessoptimierung durchgeführt werden. Zudem wird der Vergleich unterschiedlicher Kleber und damit die Materialauswahl unterstützt.

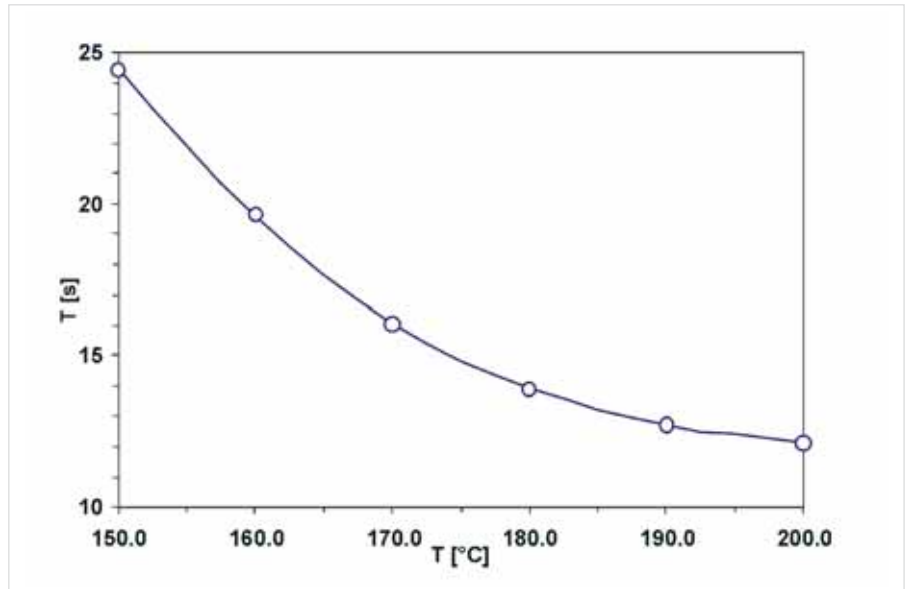


Abb. 5: Auftragung von Härtungszeiten als Funktion der Temperatur. Die Werte wurden aus den simulierten Kurven extrahiert.



Der Autor:

Dr. rer. nat. Harald Preu ist seit 2001 bei der Infineon Technologies AG im Bereich Package-Entwicklung in Regensburg tätig. Er beschäftigt sich mit der Analyse polymerer Werkstoffe, insbesondere unter Verwendung der Methoden der thermischen Analyse.

Infineon in Kürze:

Infineon Technologies AG ist einer der innovativsten und erfolgreichsten Halbleiterhersteller der Welt und entwickelt, fertigt und vermarktet ein breites Spektrum von Halbleitern und Systemlösungen für ausgewählte Industrien.

Infineon Know-how findet Anwendung in Automobilen, Computern und der Telekommunikation. Es wird im Sicherheits- und Chipkartenbereich genau so eingesetzt, wie in der Industrieelektronik und dem Gesundheitswesen. Das Produktportfolio umfasst integrierte Schaltkreise (ICs), Speicher- und Logikprodukte sowie diskrete Halbleiterprodukte.

Nähere Informationen finden Sie unter: www.infineon.com



Never stop thinking

Leading Thermal Analysis.

Bestimmung der Wärmeübertragung in Mehrschichtsystemen

Dr. Jürgen Blumm
NETZSCH-Applikationslabor

Die Bestimmung der Wärmeübertragung in Mehrschichtsystemen gewinnt in vielen Bereichen der industriellen Forschung & Entwicklung zunehmend an Bedeutung. Ein bekanntes Beispiel dafür ist die Analyse der Wärmeübertragung in elektronischen Komponenten (Electronic Packaging). Eine Verbesserung der Effizienz der Wärmeübertragung aus der aktiven elektronischen Komponente erlaubt höhere Taktraten (Schaltgeschwindigkeiten) unter Vermeidung thermisch bedingter Schäden. Ein weiteres Beispiel für ein Mehrschichtsystem ist die Verschleißschicht, die immer öfter für Hochtemperatur-Gasturbinen verwendet wird. Diese Beschichtungen schützen das Metallsubstrat gegen korrosive Gase in der Gasturbine. Aufgrund der geringen Wärmeleitfähigkeit dieser keramischen Schichten kann zudem ein relevanter Temperaturgradient über die Beschichtungsdicke aufgebaut werden, wodurch die Gasturbine bei höheren Temperaturen arbeiten kann. Dadurch wird die Leistungsfähigkeit des Systems erhöht.

Die Laser-Flash-Methode

Die Laser-Flash-Methode [1] ist eine seit Jahrzehnten etablierte Technik zur Charakterisierung der thermophysikalischen Eigenschaften von dünnen Festkörpern. Dabei wird die Vorderseite einer planparallelen, scheibenförmigen Probe mittels eines kurzen Laserpulses erwärmt. Die Wärme diffundiert durch die Probe und führt zu einem Temperaturanstieg auf der Probenrückseite. Durch Messung dieses Temperaturanstieges über die Zeit ist es möglich, die Temperaturleitfähigkeit der Probe zu bestimmen.

Kurze Messzeiten, einfache Probenvorbereitung und hohe Genauigkeit sind nur einige der Vorteile dieses kontaktlosen, zerstörungsfreien Messverfahrens. Eine einfache Anpassung dieser Methode für die Analyse von Mehrschichtsystemen ist ebenfalls möglich. In den Abbildungen 2 und 3 sind die prinzipiellen Probenanordnungen bei einem 2- bzw. 3-Schichtsystem während einer Laser-Flash-Messung dargestellt.

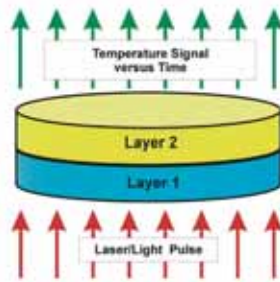


Abb. 1: Schematischer Aufbau eines 2-Schichtsystems in einem Flashgerät

Ein Problem bei der Mehrschichtanalyse mittels der Laserflash-Methode ist die Auswertung der gemessenen Daten. Die meisten analytischen Modelle zur Beschreibung der transienten Wärmeübertragung während eines Laserflash-Tests basieren auf einem adiabatischen Modell. Das bedeutet, dass jegliche Wärmeverlusteffekte von der Probenoberfläche bei der Analyse nicht berücksichtigt werden.

Theoretisches Modell

Bereits 1975 wurden Lösungen zur Analyse von Mehrschichtsystemen (Zwei- und Dreischicht-Systeme) von Lee [2] vorgestellt. Zur Berücksichtigung von Wärmeverlusteffekten

kann allerdings eine von Cowan [3] entwickelte Methode für Einschichtsysteme adaptiert werden (Beispiel 2-Schichtmodell):

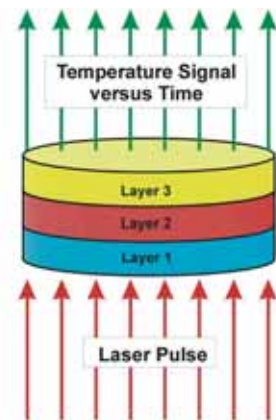


Abb. 2: Schematischer Aufbau eines 3-Schichtsystems in einem Flashgerät

Neue Analysenroutine

Die neue Analyseroutine ist in einer nicht-linearen Regression [4] integriert, was eine Kurvenanpassung der Messergebnisse der Laserflash-Unter-



LFA 427

suchungen erlaubt. Ein Beispiel einer Anpassung von einer Messung an einem Zweischichtsystem (Verschleißschutzbeschichtung) auf einer Ni-Basis-Legierung ist in Abbildung 3 dargestellt.

$$T(d_2, t)_{heat\ loss} = T(d_2, t)_{adiabatic} \cdot \exp\left(-\frac{\beta t}{(d_1 + d_2)^2}\right)$$

Es ist klar ersichtlich, dass das neue Modell die Messergebnisse exakt beschreibt. Untersuchungen an Standardmaterialien, wie z.B. Zweischichtsysteme aus zwei Standardmaterialien, haben die Zuverlässigkeit der neuen Methode bestätigt. Die Unsicherheit des neuen Modells ist innerhalb $\pm 5\%$, so lange die unbekannte Schicht einen signifikanten Beitrag ($>50\%$) zum thermischen Widerstand des Schichtsystems liefert. Es muss natürlich darauf hingewiesen werden, dass zur Analyse eines Zweischichtsystems die thermophysi-

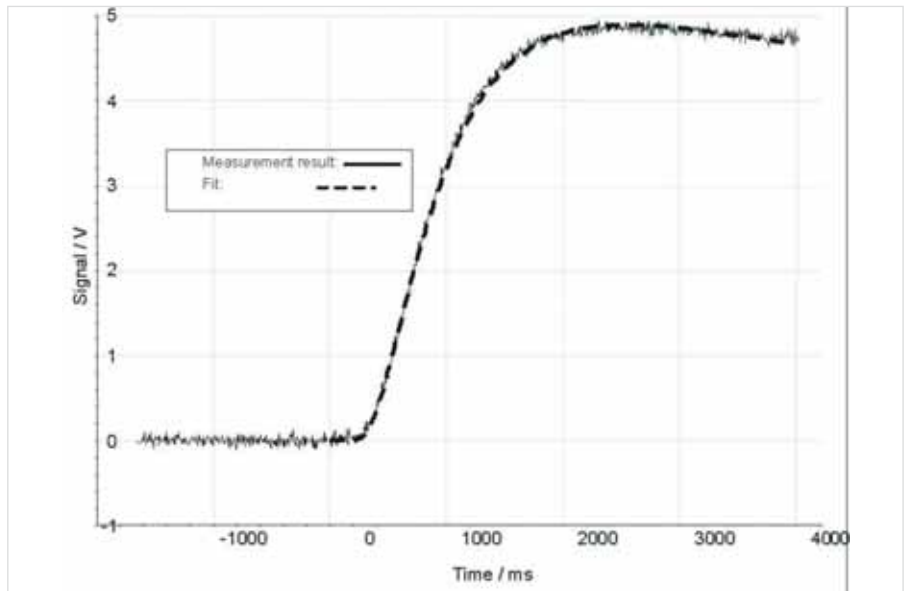


Abb. 3: Vergleich des Messergebnisses an einem Zweischichtsystem mit entsprechender Anpassung.

kalischen Eigenschaften (spezifische Wärme, Dichte und Temperaturleitfähigkeit) von einer Schicht bekannt sein müssen. Des weiteren müssen die spezifische Wärme und Dichte

der zweiten Schicht ebenfalls bekannt sein. Entsprechendes gilt für ein 3-Schichtsystem

Ergebnisse und Diskussion -

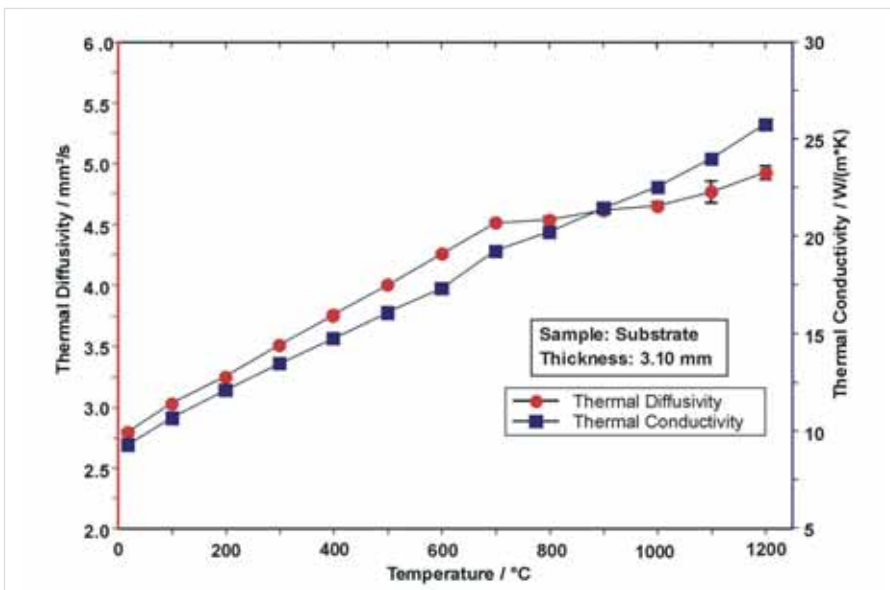


Abb. 4: Temperaturleitfähigkeit und Wärmeleitfähigkeit einer Ni-Basis-Legierung.

Abbildung 4 zeigt das Messergebnis für die Temperaturleitfähigkeit und Wärmeleitfähigkeit einer Ni-Basis-Legierung, die als Substrat für Verschleißschutzschichten in der Gasturbinenindustrie verwendet wird. Deutlich zu sehen ist, dass sowohl die Temperaturleitfähigkeit als auch die Wärmeleitfähigkeit der Superlegierung mit der Temperatur ansteigen. Über 700°C ist eine Änderung in der Temperaturleitfähigkeit zu sehen. Dieser Effekt ist auf eine Phasenumwandlung in der Legierung zurück zu führen. Aufgrund des signifikanten Anstiegs in der spezifischen Wärme (im Plot nicht dargestellt) im gleichen Temperaturbereich ist der Anstieg in der resultierenden Wärmeleitfähigkeit nahezu linear.

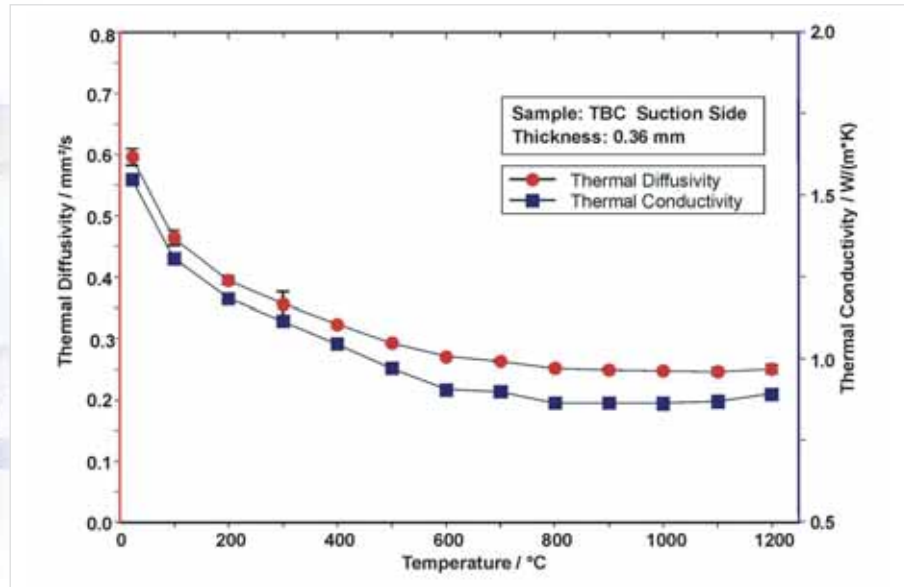


Abb. 5: Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit einer Verschleißschutzschicht aus Zirkonoxid (Saugseite der Turbinenschaufel), gemessen in einem Zweischichtsystem.

In Abbildung 5 sind die Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit einer Yttrium-stabilisierten Zirkonoxid-Beschichtung zwischen Raumtemperatur und 1200°C dargestellt. Die Messung wurde an einem Zweischichtsystem durchgeführt, bei dem die keramische Beschichtung mittels Plasmaspritzen auf das Substrat aufgebracht wurde. Das untersuchte System wurde vor den Untersuchungen bereits 20.000 Stunden in einer Gasturbine verwendet. Es wurden Proben aus der Saugseite der Turbinenschaufel entnommen. Gut zu erkennen ist, dass die Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit bei Raumtemperatur im typischen Bereich für poröse, stabilisierte Zirkonoxidmaterialien liegt (Porosität ca. 12 %). Auch die Abnahme in beiden thermophysikalischen Eigenschaften ist charakteristisch für das Verhalten von entsprechenden keramischen Materialien.

Abbildung 6 zeigt die Messergebnisse an einer Probe, die von der Druckseite der Turbinenschaufel entnommen wurde. Es ist deutlich zu erken-

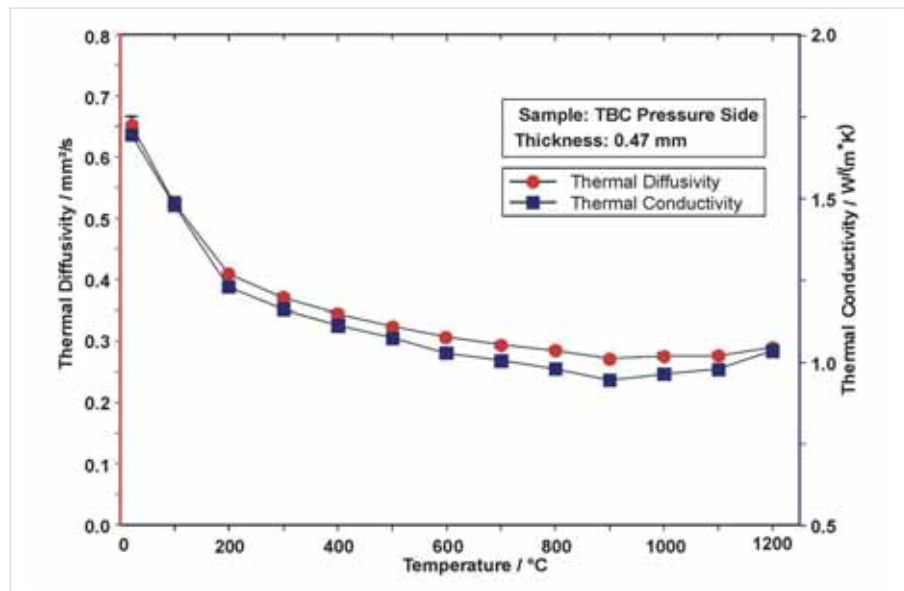


Abb. 6: Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit einer Verschleißschutzschicht aus Zirkonoxid (Druckseite der Turbinenschaufel), gemessen in einem Zweischichtsystem.

nen, dass sowohl die Temperaturleitfähigkeit als auch die Wärmeleitfähigkeit wesentlich höher sind als bei den Ergebnisse für die Probe, die aus der Saugseite der Turbinenschaufel entnommen wurde. Dies ist

höchstwahrscheinlich auf eine unterschiedliche thermische und mechanische Behandlung der verschiedenen Seiten der Turbinenschaufel während des Einsatzes in der Gasturbine zurück zu führen.

In Abbildung 7 sind Messergebnisse an Wasser dargestellt, die mittels Dreischichtanalyse erhalten wurden. Die Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit wurden in einem Aluminiumbehälter für Flüssigkeiten gemessen. Die Messungen wurden zwischen 25 und 50°C durchgeführt. Für die Analyse wurden die Literaturwerte [5] für Dichte und spezifische Wärme von Wasser verwendet. Zusammen mit den Messergebnissen sind die Literaturwerte von Wasser angegeben. Es ist deutlich erkennbar, dass die Ergebnisse für die Wärmeleitfähigkeit im charakteristischen Bereich für Wasser sind. Die Unterschiede zwischen den einzelnen Ergebnissen und den Literaturwerten betragen weniger als $\pm 2\%$.

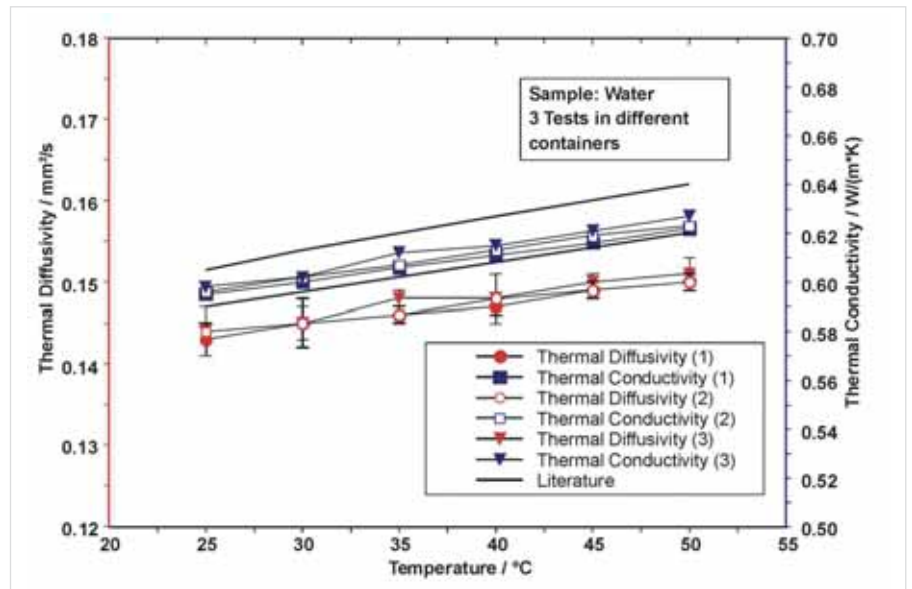


Abb. 7: Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit von Wasser, gemessen in einem Aluminiumbehälter (Dreischichtanalyse)

Referenzen

[1] Parker W J, Jenkins R J, Butler C P, Abbott G L, 1961 J. Appl. Phys., Vol. 32, 1679-1684

[2] Lee H J, 1975 PHD-Thesis, Purdue University
 [3] Cowan R D, 1963 J. Appl. Phys., Vol. 34, 926-929
 [4] Opfermann J R, 1985 Rechentechnik/
 Datenverarbeitung 22, 3, 26-27

[5] Incropera F P, DeWitt D P, Introduction to Heat Transfer, John Wiley & Sons, Inc. 1996

Auch Platin ist vergänglich!

Dr. Gabriele Kaiser
 Training

Thermoelemente haben sich in der Thermischen Analyse als Standard-Temperaturmessenrichtung etabliert: sie sind einfach in Aufbau und Funktion, vielseitig einsetzbar, robust und kompakt.

Das am häufigsten verwendete Thermoelementmaterial für den Arbeitsbereich oberhalb 800°C ist



Platin – Platin/Rhodium (10%), unter Angabe seiner chemischen Zusammensetzung auch als Pt – Pt10%Rh bezeichnet oder anders ausgedrückt, Typ S. Die Hauptvorteile dieses von Le Chetallier vor mehr als 100 Jahren entwickelten Thermopaars sind seine gute Reproduzierbarkeit sowie seine hohe Korrosions- und Oxidationsstabilität.

Leading Thermal Analysis.

Aufbau:

Der negative Schenkel des Thermoelements besteht aus Platin, der positive - nach ASTM E 1159 – aus Platin/Rhodium mit einem Gewichtsanteil von ca. 10,00 +/- 0,05% Rhodium (siehe Bild 1).

Beständigkeit:

Kompaktes Platin – Platin/Rhodium ist bei Raumtemperatur quasi unbegrenzt beständig. Dies ändert sich jedoch im regelmäßigen Betrieb bei hohen Temperaturen. Interdiffusion, selektive Verdampfung, Rekristallisation und Einflüsse aus der Umgebung sind die Hauptgründe für Veränderungen der Thermospannung oder für den Ausfall des Thermoelements.

a) Selektive Verdampfung und Interdiffusion

Bei Temperaturen oberhalb von 1000°C kommt es sowohl zu einer Verflüchtigung von Rhodium als auch zur Diffusion von Rhodium aus dem positiven Pt10%Rh-Schenkel hin zum negativen Pt-Schenkel. Beide Effekte bewirken eine Verunreinigung und einen erhöhten Verschleiß des Platindrahtes.

Um die Gefahr der Legierungsbildung über die Gasphase so klein wie möglich zu halten, ist bei DSC/DTA-Probenträgern der größte Teil des Thermoelementdrahtes durch eine Kapillare aus hochreinem Al_2O_3 geschützt.

b) Rekristallisation

Im Temperaturbereich oberhalb von 1100°C rekristallisiert Platin zu einem grobkörnigeren Gefüge (siehe nebenstehende Abbildungen 2a und 2b). Das beschriebene Körnerwachstum tritt nicht nur innerhalb des Metalls

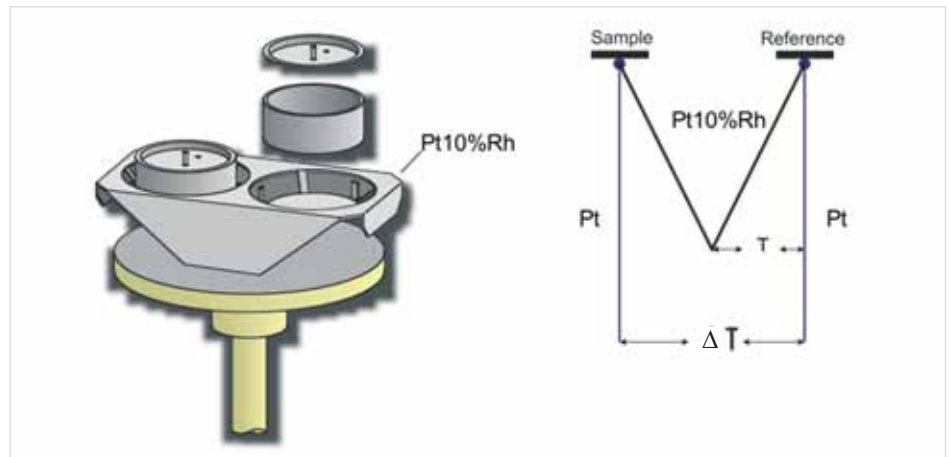


Abb. 1: DSC Probenhalter

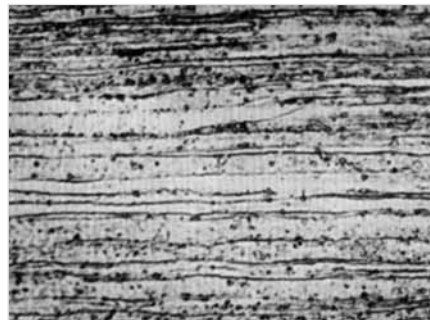


Abb. 2a: Gefüge eines walzharten Geräteplatin-drahtes* (Vergrößerung 400:1)

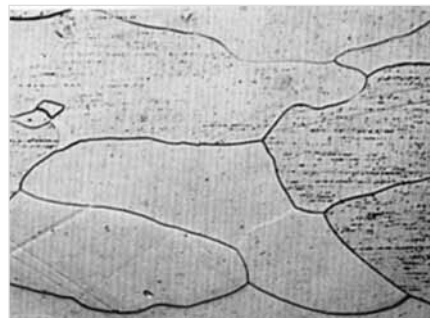


Abb. 2b: Thermoplatindraht, 30 min bei 1200°C* (Vergrößerung 100:1)

oder der Metall-Legierung auf, sondern führt auch zu einem „Zusammenwachsen“ verschiedener miteinander in Kontakt stehender Platin-Werkstücke, wie z.B. DSC/TG-Sensor Typ S und DSC-Tiegel aus Pt/Rh. Erst

die Konditionierung neuer Proben-träger und Tiegel durch eine spezielle Temperaturbehandlung verringert die „Klebetendenz“. Die Verwendung unkonditionierter Proben-träger und Tiegel im Temperaturbereich oberhalb von 1000°C hat unmittelbar ein Verschweißen des Tiegels auf dem Sensor und damit die Zerstörung des Proben-trägers zur Folge.

Bitte beachten Sie in diesem Zusammenhang den Beipackzettel zu Ihrem Proben-träger. Außerdem bitten wir Sie, neue Pt/Rh-Tiegel vor Gebrauch bis zur gewünschten Endtemperatur der Messung in einem separaten Ofen auszuheizen, die Tiegel nach jeder Messung vorsichtshalber vom Sensor zu lösen und sich in der Anfangsphase Temperaturen oberhalb 1100°C nur schrittweise zu nähern.

Nach unseren Erfahrungen bringt der Einsatz von dispersionsgehärteten (so genannten FKS-) Werkstoffen für Sensorflächen und Tiegel keine dauerhaft signifikante Verbesserung.

Eine Möglichkeit, das geschilderte Phänomen zu umgehen ist das Unterlegen von dünnen Saphirscheiben (zwischen Sensorfläche und



Abb. 3: DSC Probenträger Typ S

Tiegel). Das Kleberisiko wird minimiert, die Empfindlichkeit des Probenträgers nimmt nur geringfügig ab.

c) Einflüsse aus der Umgebung

Den in der Praxis größten Einfluss auf die Lebensdauer von Thermoelementen haben Wechselwirkungen mit der Umgebung. Eindiffundierende, aus Proben freigesetzte Fremdstoffe verändern die Thermospannung oder bewirken sogar einen vorzeitigen Bruch des Thermoelementdrahtes. In nebenstehender Tabelle finden Sie Hinweise zur chemischen Verträglichkeit zwischen Platin und verschiedenen Probenmaterialien bzw. Gasatmosphären.

Diese Auflistung zeigt, wie wichtig regelmäßige Kontrollen und Kalibriermessungen sind. Nur dadurch lässt sich sicherstellen, dass das verwendete Thermoelementmaterial Pt – Pt10%Rh über eine längere Zeit die vorgegebenen Toleranzgrenzen nicht überschreitet.

Kritisch für Platin sind:

- Halogene (Cl_2 , F_2 , Br_2), Königswasser
- Li_2CO_3 , bereits vor der CO_2 -Abgabe
- PBO, FeCl_3
- Be-Legierungen (Verdampfung setzt kurz oberhalb des Schmelzpunktes ein)
- HCl mit Oxidationsmitteln (z.B. Chromsäure, Manganate, Eisen(III)-Salze, Salzschnmelzen)
- reduzierende Atmosphären
- P, B, Metalle und Metaldämpfe wie z.B. Pb, Zn, Sn, Ag, Au, Li, Na, K, Sb, Bi, Ni, Fe, Stahl, As, Si
- Selen oberhalb von 320°C (sofortiges Abkühlen und Herausnehmen der Probe empfohlen, damit kein Selen verdampfen kann)
- Metalloxide mit reduzierenden Stoffen wie C, organischen Verbindungen oder H_2
- Oxide in Inertgasatmosphäre bei höherer Temperatur (Reduktion)
- Schwefel (Aufrauhnen der Oberfläche, Versprödung)
- Alkalihydroxide, -carbonate, -sulfate, -cyanide und -rhodanide bei höheren Temperaturen
- KHSO_4 bei höherer Temperatur
- Ruß oder freier Kohlenstoff oberhalb 1000°C
- SiO_2 unter reduzierenden Bedingungen
- SiC und Si_3N_4 oberhalb von 1000°C (Freisetzung von elementarem Si)
- HBr, KCN-Lösung bei höherer Temperatur

Keine Beständigkeit gegen:

- Gemische aus KNO_3 und NaOH bei 700°C unter Luftausschluss
- Gemische aus KOH und K_2S bei 700°C unter Luftausschluss
- LiCl bei 600°C
- MgCl_2 , $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ bei 700°C
- HBr, HJ, H_2O_2 (30%) und HNO_3 bei 100°C
- KCl (Zersetzungsprodukte, die während des Schmelzens entstehen; Schmelzpunkt: 768°C)

Begrenzte Beständigkeit besteht gegen:

- KHF_2 , LiF_2 , NaCl bei 900°C
- Gemische aus NaOH und NaNO_3 bei 700°C unter Luftausschluss

Diese Übersichten erhebt keinen Anspruch auf Vollständigkeit, sie sollte vom Benutzer lediglich als Leitfaden verstanden werden. Die Temperaturangaben sind zum größten Teil Literaturdaten. Deshalb besteht die Möglichkeit, dass sich die Temperaturen unter Versuchsbedingungen zu niedrigeren Werten verschieben. In jedem Fall sind Tests in separaten Öfen ratsam. NETZSCH-Gerätebau schließt eine Haftung für Schäden, die sich aus unsachgemäßem Gebrauch der Instrumente, Tiegel, Probenträger, etc. ergeben, aus.

* Lit: Edelmetall-Taschenbuch, Degussa AG/Frankfurt, 1967
Lit: Edelmetall-Taschenbuch, Degussa AG/Frankfurt, 1967

Weltweiter Service in Thermischer Analyse

Andreas Strobel
Technischer Service

Überall auf der Welt steht der Name NETZSCH für umfassende Betreuung und kompetenten, zuverlässigen Service, vor und nach dem Gerätekauf. Unsere Vision ist es, Ihnen zu jeder Zeit und an jedem Ort die bestmögliche Unterstützung zu bieten.

Unsere qualifizierten Mitarbeiter aus den Bereichen Applikationen, Labor, technischer Service und Beratung freuen sich darauf, Ihre Fragen im direkten Gespräch, per Telefon, per Fax oder per E-Mail persönlich zu beantworten.

In speziellen, auf Sie und Ihre Mitarbeiter zugeschnittenen Trainingsprogrammen lernen Sie, die Möglichkeiten Ihres Gerätes auszuerschöpfen.

NETZSCH - Applikationsschriften helfen Ihnen bei der Auswahl geeigneter Messbedingungen und der Interpretation Ihrer Ergebnisse. Für eine weitergehende Beratung stehen Ihnen unsere Anwendungsspezialisten zur Verfügung.

Zur Erhaltung Ihrer Investition begleitet Sie unser kompetentes Serviceteam während des gesamten Lebens-

zyklus' Ihres Analysengeräts. Unser Team unterstützt Sie dabei im Rahmen von Kalibrierung, Wartung, Reparatur und Zertifizierung.

Als wirtschaftliche Alternative bei Kapazitätsengpässen übernehmen unsere Applikationslabors Messungen für Sie zur Thermischen Analyse und zur Bestimmung thermophysikalischer Eigenschaften. NETZSCH stellt dazu alle erforderlichen Ressourcen,



wie Know-how, Hardware oder Software bereit. Ein Team von erfahrenen Applikationsspezialisten führt Ihre Untersuchungen durch.







Definieren Sie Ihre Anforderungen – wir liefern die exakten Messergebnisse und Interpretationen.

Eine detaillierte und ausführliche Beschreibung unserer Leistungen finden Sie in unserer NETZSCH - Servicebroschüre. Sie dürfen gespannt sein!



Qualität aus Prinzip
Kompetenz in Service

Leading Thermal Analysis.

NETZSCH

Treffpunkt Messe

Dr. Gabriele Kaiser
Training



Jede Branche, ob Polymere, Lebensmittel, Arzneimittel, Metalle, elektronische Komponenten, Baustoffe, Keramiken... hat ihre speziellen Fragestellungen, die passgenaue Lösungen erfordern. Oft sind diese Lösungen – im wahrsten Sinne des Wortes – maßgeschneidert. NETZSCH Analysieren & Prüfen hält mit hochwertigen, langlebigen Produkten und einem zuverlässigen, kompetenten Service überzeugende Lösungen für Sie bereit. Machen Sie sich selbst ein Bild und besuchen Sie uns.

- vom 25. – 28. April 2006 auf der Analytica 2006 in München, Halle A1, Stand 305,
- vom 15. – 19. Mai 2006 auf der Achema 2006 in Frankfurt, Halle 6.3, Stand H 23
- vom 16. bis 19. Mai 2006 auf der Ceramitec 2006 in München, Stand B6.301.

Sie sind herzlich eingeladen.

Nutzen Sie unser Know-how

Auf der Analytica, der weltgrößten Fachmesse für Analytik, Labortechnik

und Life Science, veranstaltet NETZSCH Analysieren & Prüfen – zusätzlich zum Messeauftritt – am 27. April 2006 in Raum A11 zwei Seminare. Der Vormittag, ab 10:30 Uhr ist der Anwendung der Thermischen Analyse im Polymerbereich gewidmet, der Nachmittag, ab 13:35 Uhr hat die „Thermische Analyse in der pharmazeutischen Industrie“ zum Thema. Zu beiden Veranstaltungen sind Sie herzlich eingeladen. Einzelheiten dazu sowie die jeweiligen Anmeldeformulare entnehmen Sie bitte unseren Internetseiten www.netzsch-thermal-analysis.com unter der Rubrik Aktuelles/Veranstaltungen.

Wir sind Ihr Partner für das Labor

Auf der ACHEMA 2006, der internationalen Leitmesse für Ausrüster der chemischen Industrie, stellt der Bereich Labor- und Analysetechnik die zweitgrößte Ausstellergruppe. NETZSCH Analysieren & Prüfen präsentiert sich Ihnen mit einer breiten Palette an Geräten und Dienstleistungen zur Thermischen Analyse.

Damit Sind Sie für Ihre Aufgaben in Forschung, Entwicklung und Qualitätskontrolle bestens gerüstet. Unser Messteam freut sich darauf, mit Ihnen Ihre Fragen und Applikationen zu diskutieren.

Profitieren Sie von jahrzehntelanger Erfahrung

Auf der Ceramitec, der 10. internationalen Fachmesse für Maschinen, Geräte, Anlagen, Verfahren und Rohstoffe für Keramik und Pulvermetallurgie sind unsere Schwerpunkte technische Keramik und Nanotechnologie. Die neuen Generationen thermoanalytischer Geräte bestechen durch Flexibilität, einfache Bedienung und höchste Präzision. Lassen Sie sich überraschen!

Für Vorab-Informationen zu den genannten Messen kontaktieren Sie bitte unsere Homepage unter www.netzsch-thermal-analysis.com oder Ihren persönlichen Kundenberater.

Leading Thermal Analysis.

Unsere Veranstaltungen:

Veranstaltung	Datum	Ort
Analytica 2006	25. - 28.04.	München
Achema 2006	15. - 19.05.	Frankfurt
Ceramitec 2006	16. - 19.05.	München
29 SBQ Soc Bras Quimica	19. - 22.05.	Aguas de Lindoia
International Symposium on Inorganic Interfacial Engineering	20. - 21.05	Stockholm
Rohima 2006	27. - 28.06.	Leipzig
22 nd European Symposium on Applied Thermodynamics	28.06.- 01.07.	Kopenhagen
9 th European Symposium on Thermal Analysis and Calorimetry	27. - 31.08.	Krakau
Nano Korea 2006	30.08. - 01.09.	Goyang
PhandTA9	10. - 13.09	Düsseldorf
Analytica China 2006	19. - 21.09	Shanghai
Tecnargilla 2006	28.09.- 02.10.	Rimini
IMAPS Electronic Packaging Conference	08. - 12.10.	San Diego
Zwick Fachmesse	16. - 19.10.	Ulm
FAKUMA	17. - 21.10.	Friedrichshafen
MS&T, Materials Science & Technology	17. - 18.10.	Cincinnati

It's Quiz Time



Finden Sie die Lösung heraus! Es handelt sich um einen Begriff aus der Normung.

Besuchen Sie bei den kommenden Messen unseren jeweiligen Stand und holen Sie sich Ihren Preis ab.

- In welchem Raum finden die beiden NETZSCH-Seminar anlässlich der ANALYTICA statt?
- Wie ist die technische Bezeichnung (Buchstabe) des von LeChatelier vor mehr als 100 Jahren entwickelten Thermo-paares?

- Welche Messmethode wird bei Infineon Technologies eingesetzt? (gesucht wird der 7. Buchstabe - keine Abkürzung)
- Wie lautet unsere Internet-Adresse? (gesucht wird der 11. Buchstabe)

Impressum

Herausgeber:
NETZSCH-Gerätebau GmbH
Wittelsbacherstr. 42
D-95100 Selb/Bayern
Telefon: +49 9287 881-0
Telefax: +49 9287 881144
e-mail: at@ngb.netzsch.com
www.netzsch-thermal-analysis.com

Redaktion:
Walter H. Neumann, Dr. Jürgen Blumm,
Dr. Gabriele Kaiser, Stephan Knappe,
Doris Steidl, Andreas Strobel

Konzept & Gestaltung:
Dagmar Dittmann

Druck:
NETZSCH Werbe- und Service GmbH
Wittelsbacherstr. 42
D-95100 Selb/Bayern
Telefon: +49 9287 881161
Telefax: +49 9287 881166
e-mail: info@nws.netzsch.com

Copyright:
NETZSCH-Gerätebau GmbH
04/06