FH-Kooperativ 1-2020 (FKZ 13FH070KX0): Optische Differenzkalorimetrie für die moderne Materialforschung bei hohen Temperaturen (OptiMa)

Sachbericht zum Verwendungsnachweis

Teil II: Eingehende Darstellung

Einführung

Projektziele und Konzeption

In der modernen industriellen Landschaft, geprägt durch den rasanten Fortschritt von Industrie 4.0, spielt die Entwicklung und Anwendung neuer Fertigungstechnologien eine zentrale Rolle. Verfahren der lasergestützten additiven Fertigung – z.B. selektives Laserschmelzen – haben sich als Schlüsseltechnologie zur Erzeugung komplexer Bauelemente und innovativer Strukturen etabliert. Die Prozesstemperatur liegt hierbei weit über dem Schmelzpunkt der verwendeten Materialien. Die exakte Kenntnis von thermophysikalischen Materialeigenschaften wie der Temperaturleitfähigkeit und der spezifischen Wärmekapazität bei entsprechend hohen Temperaturen ist daher erforderlich für theoretische Modellierungen und die darauf basierende Verbesserung der praktischen Prozesskontrolle und damit letztlich maßgebend für Qualität und Funktionalität der hergestellten Bauteile. Trotz ihrer Bedeutung gibt es derzeit jedoch noch Fähigkeitslücken bei der Ermittlung von Materialeigenschaften im Hochtemperatur-Bereich. Während es für die Temperaturleitfähigkeit bereits valide Messmethoden für hohe Temperaturen bis >2000 °C gibt, sind solche validierten Methoden für die spezifische Wärmekapazität bei hohen Temperaturen bisher nicht verfügbar. Angesichts dessen zielt das Projekt „OptiMa“ darauf ab, diese methodische Lücke zu schließen.

Die Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) bildet derzeit eine etablierte Methode zur Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität bei Temperaturen unter 1000 °C. Thermoelemente, die derzeit in DSC-Anlagen üblicherweise zur Temperaturmessung eingesetzt werden, werden bei höheren Temperaturen zunehmend ungenau und störanfällig. Ziel des Projektes „OptiMa“ ist es daher, die DSC-Methode um berührungslose, optische Temperaturmessung zu erweitern, und somit eine Hochtemperatur-DSC-Anlage zur Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität bei Temperaturen von über 1000 °C bis hin zu >2000 °C zu entwickeln.

Ein üblicher DSC-Aufbau umfasst zwei Tiegel, die sich in einer heizbaren Messzelle befinden Während des Heizvorgangs wird die Tiegel-Temperatur bisher berührend mit Thermoelementen erfasst. Zur Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität einer Probe sind dabei drei Messzyklen erforderlich. Im ersten Schritt bleiben beide Tiegel leer, im zweiten Schritt wird ein Tiegel mit einem Referenzmaterial mit bekannter spezifischer Wärmekapazität gefüllt und im letzten Schritt wird statt des Referenzmaterials das zu untersuchende Probenmaterial eingefüllt. Der zweite Tiegel bleibt dabei stets leer. Aus der Temperaturdifferenz der beiden Tiegel in den drei Messzyklen kann schließlich die spezifische Wärmekapazität des zu untersuchenden Materials bestimmt werden.

Im Zuge der Projektvorbereitung wurde dieses Konzept modifiziert und erweitert. Die im Rahmen des Projektes zu entwickelnde Hochtemperatur-DSC-Anlage wird eine Messzelle mit drei Tiegeln enthalten (vgl. Abbildung 1). Dadurch kann das Referenzmaterial mit bekannter spezifischer Wärmekapazität und das zu untersuchende Probenmaterial neben dem leer bleibenden Tiegel gleichzeitig platziert werden, wodurch bei der Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität des Probenmaterials ein Messzyklus eingespart werden kann. Da somit neben der Leermessung nur ein weiterer Messzyklus erforderlich ist, wird diese Version einer DSC-Anlage auch Single-Run-Prinzip genannt. Zur Temperaturmessung werden – wie erwähnt – anstatt berührender Thermoelemente optische Temperaturmesssysteme, wie Strahlungsthermometer und ortsauflösende Thermografiekameras verwendet. Außerdem wird die Messzelle im neuen DSC-Aufbau statt mittels konventioneller Heizverfahren insbesondere durch ein induktives Heizsystem, bzw. später alternativ auch durch Laserstrahlung beheizt.

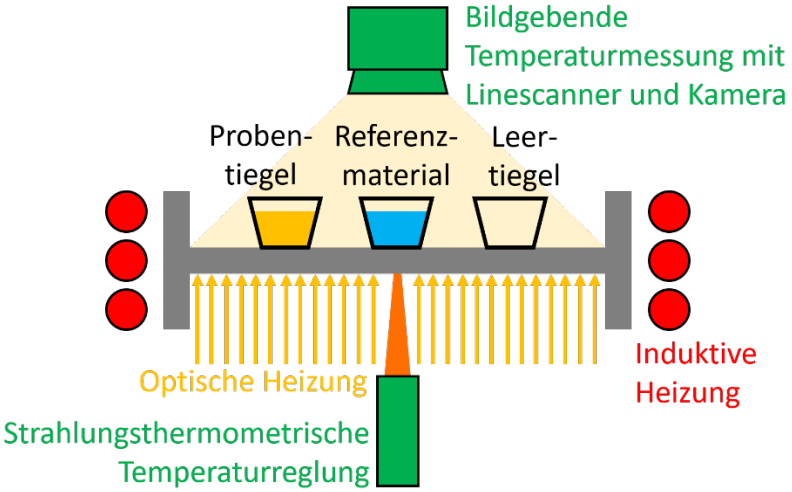

Abbildung 1: Prinzipdarstellung der im Rahmen des Projektes entwickelten Hochtemperatur-DSC-Anlage.

Theorie zur Auswertung von DSC-Messungen nach dem Single-Run-Prinzip

Ein „Single-Run DSC“ wurde bereits 1987 von Wunderlich et. al. Vorgestellt [1]. Die zur Auswertung verwendeten Gleichungen stellen die zeitliche Erwärmung eines Tiegels und einer eventuell enthaltenen Probe ins Verhältnis zum Wärmestrom, der in den Tiegel fließt. Der Wärmestrom wird durch Messung einer Referenzprobe kalibriert. Genauer wird eine Art effektiver thermischer Widerstand des Messaufbaus kalibriert, der in Verbindung mit dem Temperaturgradienten zwischen dem untersuchten Tiegel und der Umgebung den Wärmestrom definiert. Damit dieser thermische Widerstand für alle Tiegel im Messaufbau identisch ist, muss die gesamte Messzelle symmetrisch und alle Tiegel identisch sein. Die grundlegenden Gleichungen sind im Folgenden dargestellt:

$$(T_u - T_l)K = W\frac{dT_l}{dt}$$

$$(T_u - T_r)K = (W + C_{pr})\frac{dT_r}{dt}$$

$$(T_u - T_p)K = (W + C_{pp})\frac{dT_p}{dt}$$

Gleichung 1: Zeitliche Erwärmung eines Tiegels mit eventuell enthaltenen Proben im Verhältnis zum Wärmestrom, der in den Tiegel fließt.

Hierbei gilt:
T_u – Temperatur der Umgebung
T_l – Temperatur des leeren Tiegels
T_r – Temperatur des Referenztiegels
T_p – Temperatur der Probentiegels
C_{pr} – Wärmekapazität der Referenzprobe
C_{pp} – Wärmekapazität der Probe
W – Wärmekapazität leeren Tiegels
$\frac{1}{K}$ – Effektiver thermischer Widerstand

Durch geeignetes Kombinieren der drei Gleichungen lassen sich die beiden unbekannten Größen *W* und *K* eliminieren. Führt man die Messungen so langsam genug durch, dass die zeitlichen Temperaturänderungen für alle drei Tiegel identisch sind, erhält man eine Gleichung für die gesuchte Wärmekapazität der unbekannten Probe als Funktion der gemessenen Temperaturen.

$$C_{pp} = C_{pr}\left[\frac{T_l - T_p}{T_l - T_r}\right]$$

Gleichung 2: Auswertungsgleichung zur Ermittlung Wärmekapazität der Probe als Funktion der gemessenen Temperaturen im Zuge einer Single-Run-DSC-Messung.

Hochtemperatur-DSC-Messaufbau

Der im Rahmen des Projektes entwickelte Messaufbau wurde als flexible Experimentierplattform – auch für weitere Folgeprojekte – angelegt, die es ermöglicht, verschiedene Anordnungen unterschiedlicher Sensoren herzustellen und zu testen. Der Aufbau besteht aus einer Vakuumkammer mit opaker Verkleidung, die eine evakuierbare Messzelle enthält (vgl. Abbildung 2). Beides wird von einem stabilen Gerüst getragen, welches einerseits mittels einer beweglichen Plattform das Herausziehen der Messzelle für Justagearbeiten und andererseits mittels je eines Schienensystems über und unter der Messzelle die flexible Platzierung der unterschiedlichen Sensortechniken ermöglicht. Die Vakuumkammer ist auf einem Schwingungsgedämpften Tisch platziert, der die Durchführung des äußerst sensiblen Messverfahrens ermöglicht. Die Verkleidung der Vakuumkammer ist hinsichtlich der vorgesehenen Verwendung von Laserstrahlung als alternative Heizmethode lasersicher gestaltet. Als primäres Heizsystem ist eine Induktionsheizanlage installiert. Die entsprechende Leistungselektronik und Regeltechnik ist außerhalb der Vakuumkammer platziert, lediglich eine wassergekühlte Kupferleitung wird mittels eigens entworfenen Durchführungen in die Vakuumkammer und schließlich in die Messzelle geführt, wo mittels eines angeschlossenen Induktors die zu untersuchende Probenanordnung beheizt werden kann. Zur Evakuierung der Messzelle ist eine leistungsstarke Vakuumpumpe angeschlossen. Die Wände der Messzelle sind auf der Innenseite mit einem Speziallack mit optimierten optischen Eigenschaften (Emissionsgrad nahe bei 1) beschichtet und auf der Außenseite mit Kühlleitungen zur Temperierung versehen. Diese Kombination erlaubt die Herstellung eines für die hochgenaue Messung notwendigen definierten Strahlungshintergrundes im Inneren der Messzelle, um mögliche Störeinflüsse und damit Messunsicherheiten bei der Strahlungstemperaturmessung zu minimieren. Betrieben wird die Kühlung der Messzelle durch ein eigens entwickeltes Temperatur-Regelsystem (vgl. Abbildung 3), welches über die vorhandene Laborkühlung rückgekühlt wird. Weiterhin ist die Messzelle mit einem Innendruckmessgerät versehen. Alle vorgesehenen Montagepunkte für Sensortechnik sind über ein Leitungssystem im Versuchsaufbau mit den erforderlichen Anschlussmöglichkeiten für Elektrizität und Datentransfer ausgestattet.

Abbildung 2: Fotos des fertiggestellten Traggerüstes mit installierter Vakuumkammer. Die Vakuumkammer steht auf einem Podest, welches auf Schwerlastauszügen geführt wird. Damit kann die Kammer für sichereres Arbeiten im Inneren näher an den Rand des schwingungsgedämpften Tischs gefahren werden.

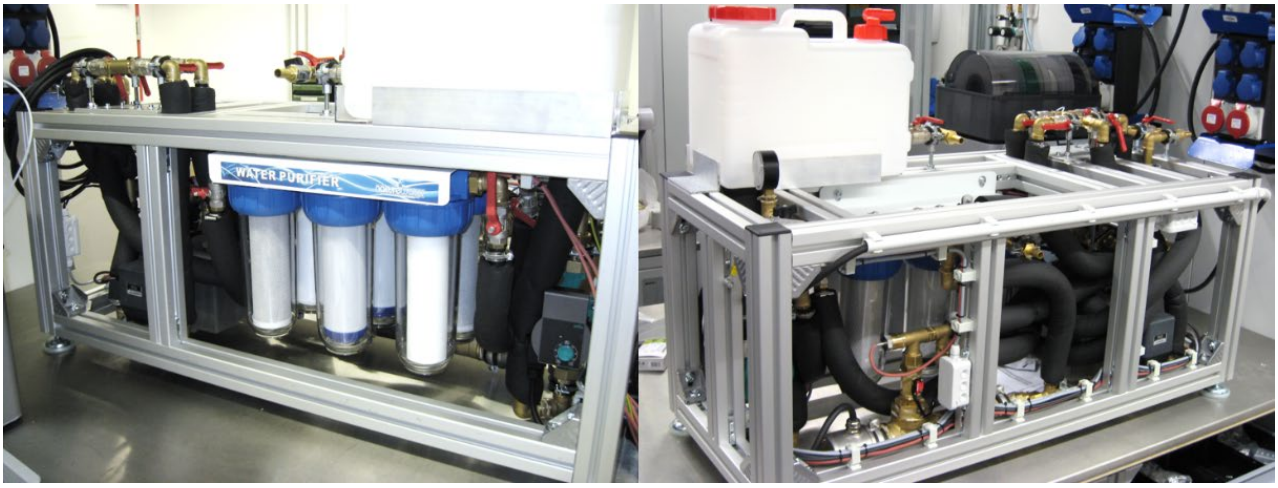

Abbildung 3: Temperatur-Regelsystem zur Kontrolle und Stabilisierung der Oberflächentemperatur der Messzelle während einer Messung.

Als zentrales Messinstrument für die Untersuchungen für die neue Messmethode im Rahmen des Laboraufbaus wird ein High-End-Thermografiesystem benötigt, das in der Lage ist, Temperaturen genau, ortsaufgelöst und mit hoher Messfrequenz in einem Messbereich mindestens von Raumtemperatur bis 2000 °C aufzuzeichnen. Mit einer Thermographiekamera vom Typ *InfraTec ImageIR® 8300 hp* (vgl. Abbildung 4) konnte ein solches Gerät beschafft werden, welches diese Anforderungen erfüllt. Die Kamera besitzt einen Detektor mit 640 x 512 IR-Pixeln, weißt eine Temperaturauflösung von 20 mK auf und liefert eine Vollbildrate von bis zu 355 Hz. Unter Verwendung der mitgelieferten Makrolinse bietet die Kamera einen minimalen Fokussierabstand von 30 cm. Das Gerät wurde herstellerseitig für Temperaturen von -10 °C bis 2000 °C kalibriert.

Neben dem stationären High-End-Thermografiesystem stehen zwei Kompakte Thermografiekameras zur variablen Untersuchung zur Verfügung. Diese werden insbesondere nach Abschluss der Untersuchungen am Laboraufbau benötigt, um das neue Messverfahren auf kommerzielle Anlagen übertragen zu können. Des Weiteren sind mehrere Strahlungsthermometer mit Messbereichen zwischen 50 °C bis 3300 °C vorhanden. Diese werden im Rahmen der Untersuchungen zur neuen DSC-Methode hauptsächlich zur Ermittlung des Eingangssignals für die Temperaturregelung der Induktions-Heizanlage herangezogen, stehen darüber hinaus jedoch auch als eigenständige Temperatur-Messgeräte zu Kalibrierzwecken zur Verfügung. Bei der Auswahl der Strahlungsthermometer unterstützte die Firma Heitronics.

Abbildung 4: Stationäres High-End-Thermografiesystem *InfraTec ImageIR® 8300 hp*.

Gerätetests

Die fertig aufgebaute Induktionsheizanlage konnte im Anschluss bereits in Betrieb genommen werden. Ein erster Funktionstest – zunächst noch außerhalb der Vakuumkammer – verlief erfolgreich (vgl. Abbildung 5).

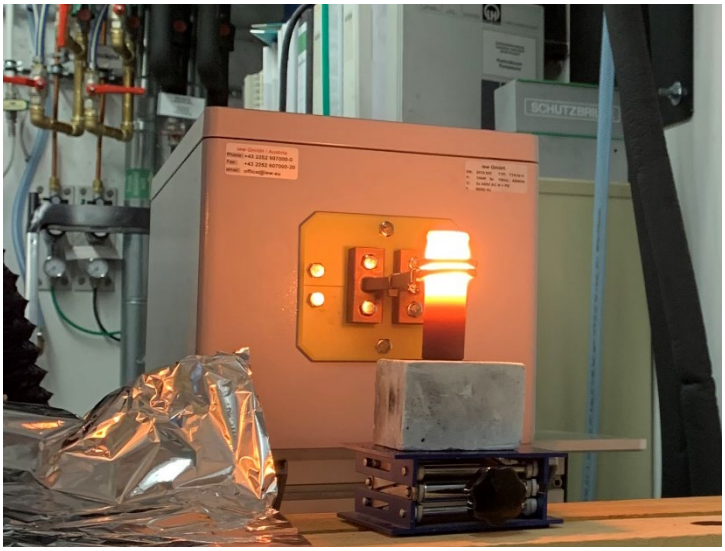

Abbildung 5: Im Zuge des Funktionstests der Induktionsheizanlage wird ein Graphitrohr induktiv erhitzt und zum Glühen gebracht.

Unter Verwendung des High-End-Thermografiesystems sowie der Leistungskomponenten der zur Probenheizung eingesetzten Induktionsheizanlage wurden erste Demonstrationsversuche im Zusammenspiel im Hinblick auf das geplante Messprinzip durchgeführt. Hierzu wurde zunächst eine Test-Version des vorgesehenen Tripelzellen-Probenhalters aus induktiv heizbarem Graphit hergestellt und zusammen mit der nötigen thermischen Hochtemperatur-Isolation in einen bereits vorhandenen, noch nicht speziell optimierten Induktor eingebracht und mittels der Induktionsanlage beheizt. Die Temperatur des Probenhalters wurde während dessen berührungslos sowie ortsaufgelöst mit dem Thermografiesystem gemessen und aufgezeichnet. Diese Messung wurde sowohl mit leerem Probenhalter (siehe Abbildung 6), als auch mit verschiedenen Probenmaterialien gefülltem Probenhalter (siehe Abbildung 7) durchgeführt. Wie erwartet, konnten dabei bei leerem Probenhalter im Rahmen der Messunsicherheit an allen drei Zellen die gleiche Temperatur gemessen werden (siehe Abbildung 6). Im Gegensatz dazu konnten bei verschieden gefüllten Zellen deutliche Unterschiede beobachtet werden (siehe Abbildung 7).

Diese Ergebnisse zeigen somit, dass einerseits die induktive Beheizung von Graphit-Probenhaltern und andererseits die thermographische Temperaturmessung mit dem hierfür beschafften Messsystem mit ausreichender Orts-, Zeit- und Temperaturauflösung möglich ist, sowie dass sich analog zur konventionellen DSC-Methode auch mit der neuen Messmethode ausreichend Unterschiede zwischen verschiedenen Probenmaterialien beobachtbar sind.

Diese positiven Testergebnisse bestätigen, dass die im Rahmen des Projektes beschafften bzw. selbst konstruierten Komponenten auch im Zusammenspiel wie vorgesehen funktionieren und die technischen Grundlagen für die zu untersuchende neue Messmethode nun vorliegen.

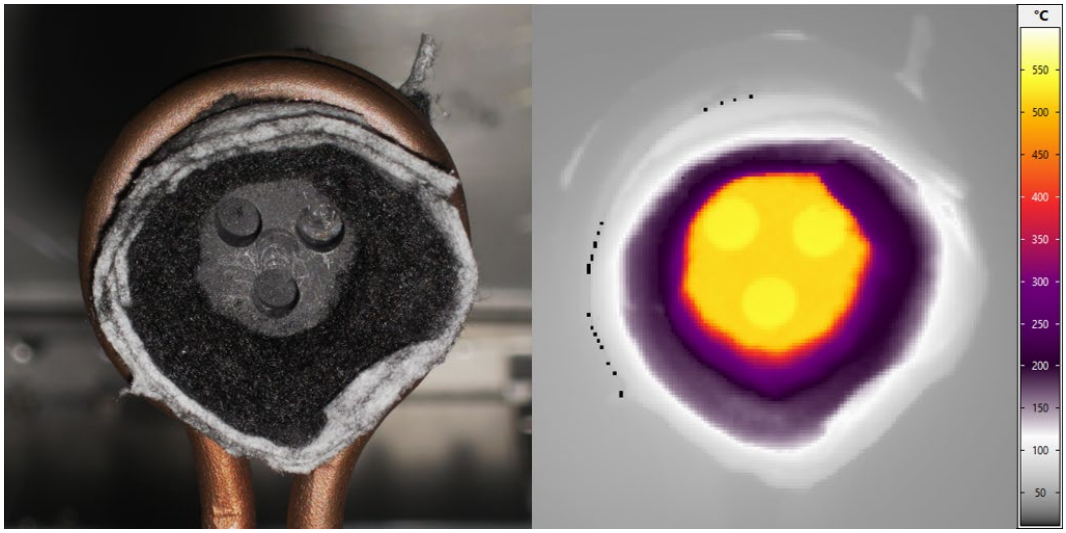

Abbildung 6: Graphit-Probenhalter im Tripelzellen-Design mit thermischer Hochtemperatur-Isolation in Induktions-Heizanlage, alle Zellen ohne Füllung (links: Lichtbild bei Raumtemperatur; rechts: Thermographieaufnahme beheizt).

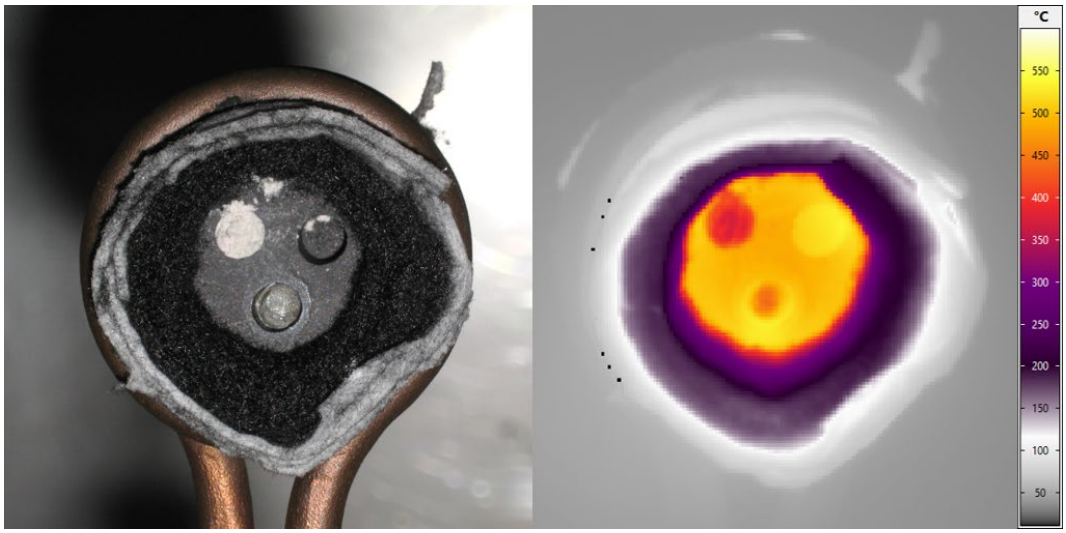

Abbildung 7: Graphit-Probenhalter im Tripelzellen-Design mit thermischer Hochtemperatur-Isolation in Induktionsheizanlage, Zelle unten und oben links gefüllt mit verschiedenen Probenmaterialien, Zelle oben recht leer (links: Lichtbild bei Raumtemperatur; rechts: Thermographieaufnahme beheizt).

Testmessung mit Hochtemperatur-DSC-Anlage

Nach der Bestätigung des Vorliegens der technischen Voraussetzungen, wurden erste Testmessungen der zu untersuchenden neuen DSC-Messmethode durchgeführt. Dazu wurde zunächst ein Probenhaltersystem nach dem Tripelzellen-Prinzip mit hinsichtlich der Wärmeleitungseigenschaften optimiertem Design aus Graphit hergestellt (vgl. Abbildung 8). Die einzelnen Tiegel sind dort nur über schmale Stege mit dem Probenhalter verbunden. Hierdurch wird der Wärmetransport durch Wärmeleitung eingeschränkt, wodurch Temperaturunterschiede zwischen den Tiegeln langsamer ausgeglichen werden und somit ein stärkeres Messsignal zu erwarten ist. Das Probenhaltersystem wurde in einem Graphitrohr mit dem Ziel platziert, eine direkte Einwirkung der Induktionsanlage auf das Probenhaltersystem oder der darin enthaltenen Proben zu minimieren. So wurde sichergestellt, dass nur das Graphitrohr induktiv erwärmt wird und seinerseits indirekt das Probenhalterrohr durch Wärmeleitung erwärmt. Bei direkter induktiver Erwärmung des Probenhaltersystems oder der Proben wären elektromagnetische Störungen der DSC-Messung zu erwarten gewesen.

Abbildung 8: Tripelzellen-Probenhaltersystem mit modifiziertem Design aus Graphit. Reduzierte Kontaktflächen der Tiegel zum übrigen Probenhaltersystem sollen Wärmeleitung einschränken. Ein das Probenhaltersystem umgebendes Graphitrohr soll direkte induktive Erwärmung von Probenhalter und Proben verhindern.

Das Probenhaltersystem wurde mit einer thermischen Hochtemperatur-Isolation umgeben und in den für diesen Zweck konstruierten Induktor im Inneren der evakuierbaren Messzelle eingebracht (vgl. Abbildung 9). Die Öffnungen der Messzelle entlang des Strahlengangs oben und unten wurden mit eigens für diesen Zweck abgestimmten Fenstern aus CaF_2 verschlossen und die Messzelle anschließend evakuiert. Das High-End-Thermografiesystem wurde an einem Montagepunkt des unteren Schienensystems der Vakuumkammer befestigt, sodass es auf die Unterseite des Probenhaltersystems blickt. Dort kann bei allen Tiegeln von den gleichen Oberflächeneigenschaften ausgegangen werden, sodass Unterschiede des Emissionsgrades verschiedener Probenmaterialien die hochgenaue Temperaturmessung nicht beeinflussen und somit nicht vorab bestimmt werden müssen. Am oberen Schienensystem wurden zwei Strahlungsthermometer platziert, die zusammen den Temperaturbereich von 50 °C bis 3300 °C abdecken und als Eingangssignal für das Regelsystem der Induktions-Heizanlage dienen.

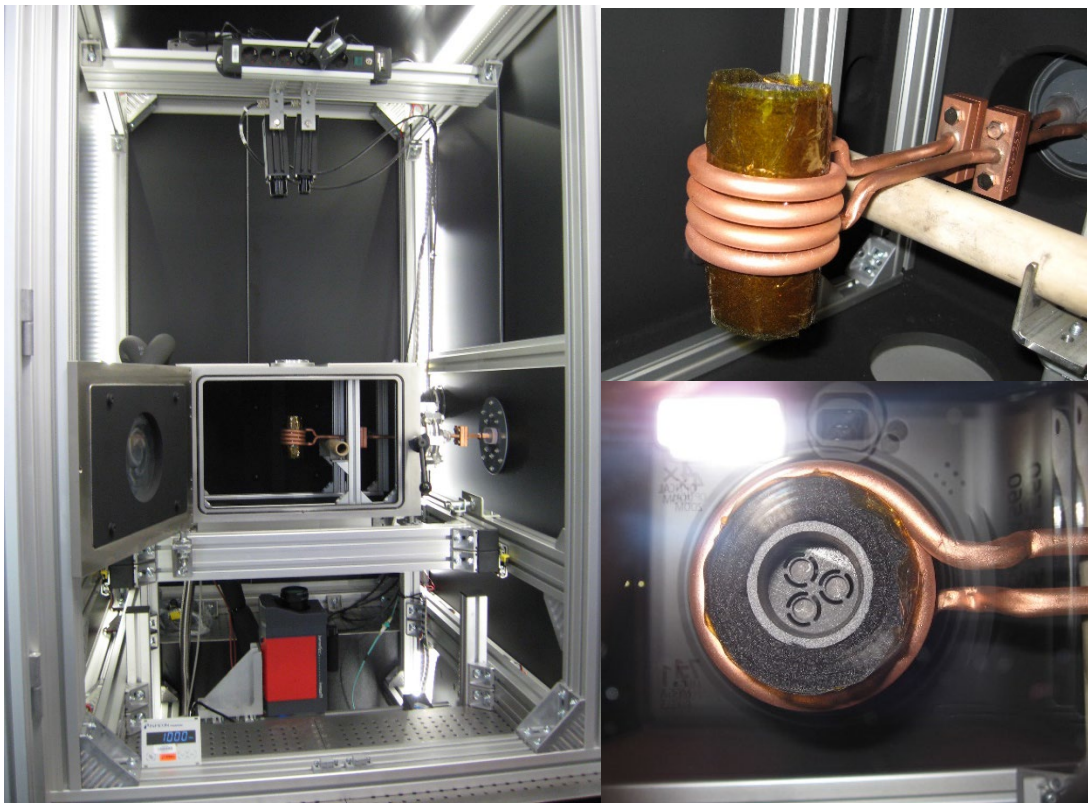

Abbildung 9: Versuchsaufbau für DSC-Messungen mit optischer Temperaturmessung nach der im Rahmen des Projektes OptiMa zu untersuchenden Methode. Links Gesamtansicht: Strahlungsthermometer blicken von oben auf die mittig angeordnete Messzelle, das High-End-Thermografiesystem von unten. Rechts: Induktor mit einesetztem Probenhaltersystem aus Graphit mit Hochtemperatur-Isolierung.

Das Probenhaltersystem wurde induktiv mit einer konstanten Heizrate von 200 K/min auf 2000 °C erhitzt und anschließend wieder abgekühlt. Während dessen wurde die Temperatur der Tiegelunterseiten mit dem High-End-Thermographiesystem ortsaufgelöst gemessen und aufgezeichnet (vgl. Abbildung 10).

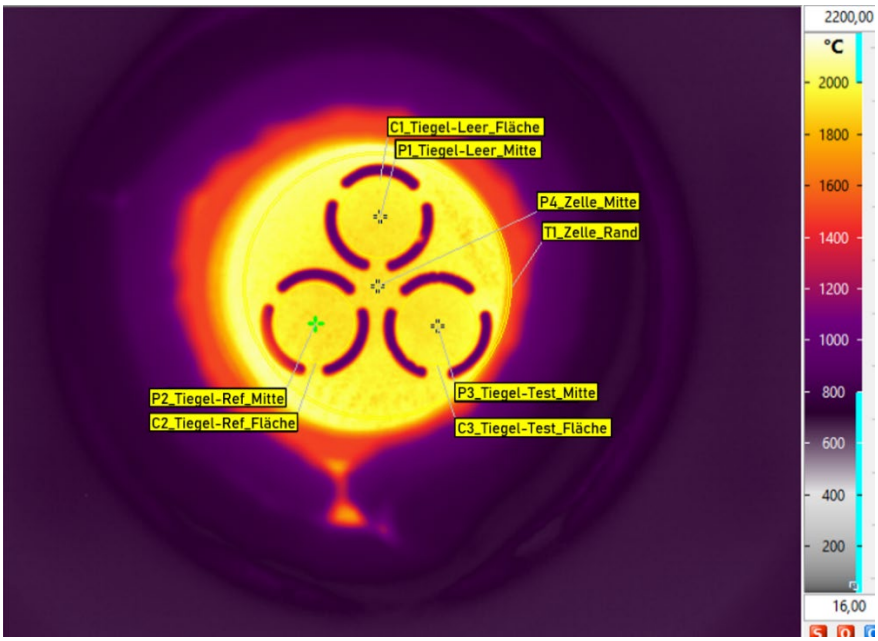

Abbildung 10: Thermografie-Aufnahme des beheizten Probenhaltersystems bei 2000 °C.

Die Messungen zeigen eine erfolgreiche Temperaturerfassung aller drei Tiegel sowie der Umgebung. In Abbildung 11 sind die Temperaturrampen für eine Leermessung und eine Messung mit Proben zu sehen. Zudem sind die Abweichungen der Tiegeltemperaturen von der Umgebungstemperatur aufgetragen. Die dargestellten Messpunkte, die ca. alle 50 ms aufgenommen wurden sind über eine Sekunde geglättet.

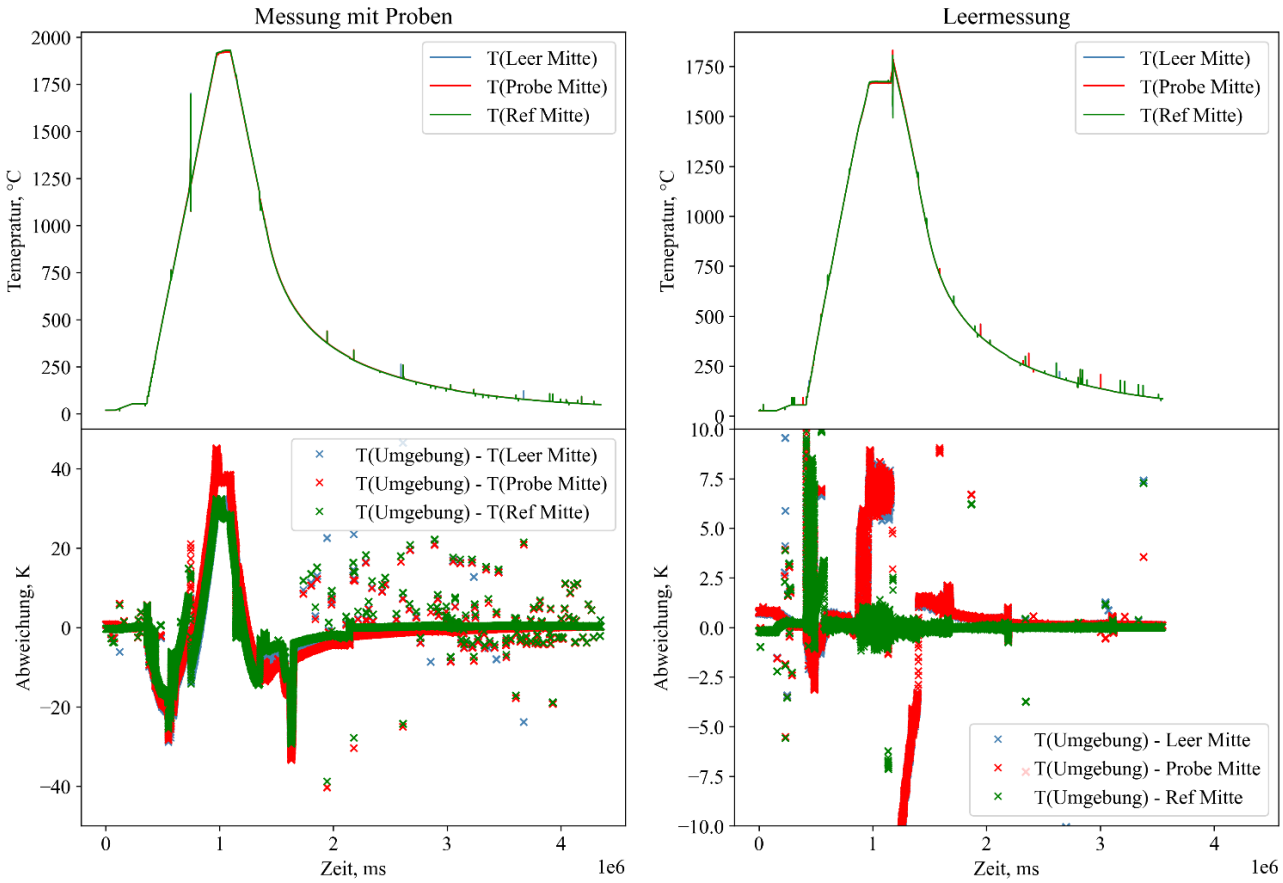

Abbildung 11: Oben: Temperaturrampen für eine Messung mit Proben und mit leeren Tiegeln. Unten: Abweichungen von der Umgebungstemperatur.

Man erkennt, dass die Messpunkte trotz der Glättung immer noch Ausreißer aufzeigen. Sowohl bei der Leermessung als auch bei der Messung mit Proben weisen die Abweichung ungewöhnliche Verläufe auf. Eine mögliche Erklärung ist, dass im Modell angenommen wird, dass beim Aufheizen die Wärme aus der Umgebung in den Tiegelrand fließt und dann in die Probe. Hierbei wird, wie aus der Theorie ersichtlich, der Tiegel mitgemessen, da er sich ebenfalls hinter dem kalibrierten thermischen Widerstand befindet. Da nun aber induktiv geheizt wird und der Tiegel ebenfalls aus Grafit besteht, ist es denkbar, dass er sich direkt erwärmt und somit der thermische Widerstand zum Teil umgangen wird. Zwar wird das Probenhaltersystem, das die Tiegel enthält, durch das Graphitroh abgeschirmt. Jedoch besteht die Möglichkeit, dass diese Abschirmung noch nicht ausreichend ist. Sollte sich die direkte induktive Erwärmung der Tiegel auch in Zukunft nicht verhindern lassen, müsste das System demzufolge künftig anders ausgewertet werden.

Insgesamt können diese ersten Testmessungen als erfolgreiches Projektergebnis gewertet werden. Die Messapparatur und insbesondere die Sensorik decken den geplanten Temperaturbereich voll ab und funktionieren planmäßig. Allerdings ist für den rückführbaren Betrieb der neuen Messmethode noch Optimierungsbedarf notwendig. So müssen die tatsächlich vorliegenden Wärmetransportmechanismen im Probenhaltersystem noch näher untersucht werden, um ggf. das Design des Probenhaltersystems entsprechend optimieren zu können, sodass die beobachteten Störeinflüsse möglichst abgeschirmt werden können. Da diesen Zusammenhängen besondere Bedeutung in einem DSC-Aufbau zukommt, wurden nach dem Nachweis der technischen Einsatzbereitschaft der Messapparatur die bereits zuvor parallel zur Entwicklung des Messaufbaus begonnenen Arbeiten an einer theoretischen Simulation der dort vorliegenden thermophysikalischen Mechanismen forciert, um den identifizierten Anforderungen Rechnung zu tragen. Diese Arbeiten ergaben sich aus den unerwarteten, komplexen Messergebnissen und mussten, anstelle des geplanten Einbaus der optischen Messmethode in kommerzielle Anlagen im letzten Projektjahr angegangen werden.

Grundlagen der Simulationen

Einführung

In den folgenden Abschnitten wird die kurzfristig notwendige thermische Simulation des Hochtemperatur-DSC Probenhalters ausführlich beschrieben. Ziel der Simulation ist es, die optimale Geometrie für das Drei-Tiegel-Setup zu bestimmen. Die Simulation wird mit FlexPDE durchgeführt, einer Software zur Lösung partieller Differentialgleichungen, und basiert auf der diskreten Lösung der Wärmeleitungsgleichung, welche das physikalische Modell für den Temperaturverlauf innerhalb der experimentellen Anordnung abbildet. Die Entwicklung des Simulationsskriptes wurde durch Beratung der Firma TechnoTeam unterstützt.

Die messtechnischen Anforderungen an den Probenhalter lassen sich hierfür in zwei Hauptkriterien unterteilen: die Temperaturhomogenität innerhalb der Tiegel und die Nachvollziehbarkeit der Wärmeströme im gesamten Setup. Diese Kriterien bauen auf der Annahme auf, dass die Probe in ihrem gesamten Volumen gleichmäßig temperiert ist. Abweichungen von dieser Uniformität zeigen, dass die Probe ungleichmäßig erhitzt wird, was die Bestimmung eines spezifischen Wärmekapazitätswerts (c_p-Wert) verfälschen könnte. Daher ist die Temperaturhomogenität eine wesentliche Voraussetzung für verlässliche DSC-Experimente und -Simulationen, da sie die Genauigkeit und Reproduzierbarkeit der Ergebnisse beeinflusst.

Die quantitative Nachvollziehbarkeit der Wärmeströme ist entscheidend für die Evaluierung der Simulation. Während des Simulationsdurchgangs wird die zeitliche Entwicklung dieser Wärmeströme bestimmt und analysiert, wie sich Wärme innerhalb des Systems verteilt. Dies geschieht zum einen über die Darstellung der ortsaufgelösten Wärmestromverteilung und zum anderen durch die Berechnung von Temperaturen an bestimmten Kontrollpunkten mittels Integration über spezielle Bereiche des Probenhalters, beispielsweise im Bereich der Tiegel und der Proben. Mit den erzeugten Daten werden die Effizienz der Wärmeübertragung bewertet und die bestmögliche geometrische Konfiguration von Probenhalter und Tiegel für präzise DSC-Experimente ermittelt. Die detaillierte Überwachung und Analyse der Wärmeströme unterstützt sowohl die Erfüllung der messtechnischen Anforderungen als auch das tiefergehende Verständnis der thermodynamischen Prozesse innerhalb des DSC-Systems.

Geometrie

Die Simulation startet mit der Definition der Probenhalterregion (siehe Abbildung 12). Diese Region bildet das zentrale Element der Anordnung und liefert die strukturelle Basis für das Setup. Der Probenhalter wird als kreisförmige Region beschrieben, und die Temperatur wird in dieser Region durch eine Rampenfunktion

gesteuert, die einen linearen Anstieg über die Zeit simuliert, im Einklang mit gängigen Praktiken in DSC-Experimenten.

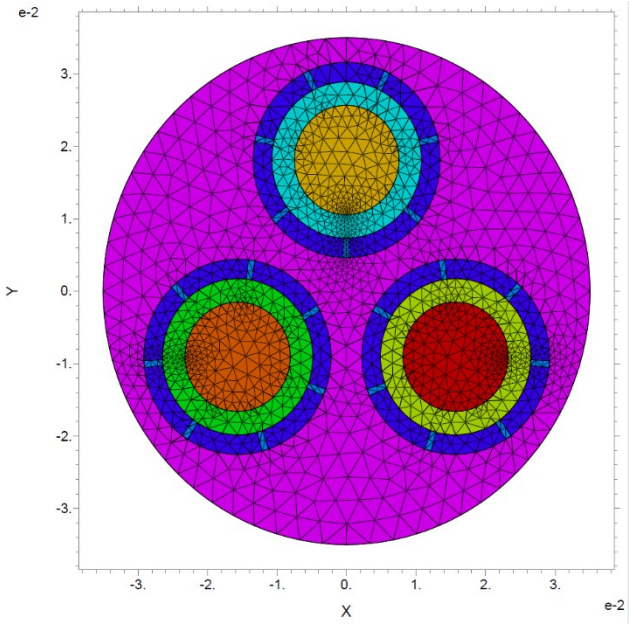

Abbildung 12: Darstellung der grundlegenden Geometrie. Lila eingefärbt der Probenhalter, dunkelblau der Leerbereich um die Tiegel, die Tiegel in Türkis, grün und gelb mit den darin liegenden Proben. Die Stege, in diesem Fall exemplarisch sieben Stück pro Tiegel sind in den drei Leerbereichen zu erkennen.

Im nächsten Schritt erstreckt sich die Definition auf die Regionen um die Tiegel herum, die als „Leerbereich“ bezeichnet wird. Der Leerbereich wird eingeführt, um den Wärmefluss in Richtung des Tiegels und der Probe einzuschränken. So übernimmt dieser die Funktion eines thermischen Widerstandes. Die Leerbereiche werden mithilfe einer „Repeat“-Schleife jeweils als konzentrische Kreise um jeden Tiegel erzeugt. Die Positionierung dieser Bereiche erfolgt mittels trigonometrischer Berechnungen, die die genaue Lage relativ zum Probenhalter bestimmen.

Nun werden in der Simulation „Stege“ hinzugefügt, welche in den Leerbereichen positioniert werden. Nur durch die Stege sind die Tiegel strukturell sowie wärmetechnisch mit dem Probenhalter verbunden. Die Stege sind in spezifischen Winkelbereichen angeordnet, die durch zweistufige Repeat-Schleifen mehrfach durchlaufen werden, um die gewünschte räumliche Anordnung zu erreichen. Durch den parametrisierten Einbau dieser Stege kann der Wärmefluss vom Probenhalter auf den Tiegel numerisch gesteuert werden.

Die Tiegel selbst werden nun in den jeweiligen Leerbereich gesetzt. Jeder Tiegel wird durch eine kreisförmige Geometrie definiert, wobei die Platzierung und Winkel exakt festgelegt sind, um eine gleichmäßige Erhitzung sicherzustellen. Die Proben werden nach demselben Schema gesetzt.

Insgesamt lässt sich die hohe Rotationssymmetrie des Hochtemperatur-DSC-Setups als wesentlicher Vorteil dieses Simulationsaufbaus bewerten und wurde daher für die experimentelle Realisierung gewählt. Diese Symmetrie stellt sicher, dass die Temperaturverteilung innerhalb des Drei-Tiegel-Systems gleichmäßig und homogen bleibt, was für präzise und reproduzierbare DSC-Messungen entscheidend ist. Zudem gewährleistet sie vergleichbare thermische Widerstände zwischen allen drei Tiegeln und der Umgebung. Die radialsymmetrische Anordnung gewährleistet weiterhin, dass die Wärmeströme im System effizient fließen, womit unerwünschte lokale Hotspots vermieden werden und eine gleichmäßige Erwärmung der durch die gleichmäßige Erwärmung aller übrigen Komponenten Proben sichergestellt wird.

Mathematisches Modell

Der Simulation liegt die diskrete Lösung der Wärmeleitungsgleichung zugrunde, welche lautet:

$$c_p \cdot \rho \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla \cdot (\lambda \cdot \nabla T)$$

Gleichung 3: Die Wärmeleitungsgleichung.

Hierbei beschreibt c_p die spezifische Wärmekapazität, ρ die Dichte und λ die Wärmeleitfähigkeit der Materialien. Diese Gleichung modelliert die zeitliche Temperaturänderung als Folge von Wärmeleitung innerhalb der verschiedenen Materialkomponenten.

Material

Die thermischen Daten der genutzten Materialien sind in Tabelle 1 hinterlegt. Zur Konstruktion der Probenhalter und Tiegel konnte die Firma NETZSCH Gerätebau Erfahrungen beitragen, welche bereits Messapparaturen für die Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit bis in den Hochtemperaturbereich bis 3000 K anbietet. Es wurde Graphit genutzt, da sich dessen ausgezeichnete Hochtemperaturstabilität in weiteren Hochtemperaturmessverfahren bereits gezeigt hat. Im Leerbereich zwischen den Tiegeln und dem Probenhalter werden die thermischen Werte von Luft hinterlegt. Saphir wird als DSC-Referenzmaterial verwendet. Eine Vielzahl von Materialien, darunter Metalle wie Keramiken werden in der Simulation als Probe genutzt. Die Materialdaten orientieren sich an den Angaben von NETZSCH Gerätebau.

Tabelle 1: Liste der in der Simulation betrachteten Materialparameter [2][3][4][5][6][7][8][9].

Material	Abkürzung	$c_p \,/\, \frac{J}{kg \cdot K}$	$\lambda \,/\, \frac{\frac{J}{s}}{m \cdot K}$	$\rho \,/\, \frac{kg}{m^3}$
Graphit	g	715	140	2200
Luft	air	1005	0,026	1,23
Saphir	s	754	42	4000
Wolfram	w	132	184	19348
Silber	si	235	428	10490
Platin	p	130	72	21450
SiO2	-	1000	1,5	2200
HfO2	-	120	1,1	9700

Simulationsablauf

Die Simulation initialisiert die Temperaturen basierend auf voreingestellten Startbedingungen in jeder einzelnen Region und verfolgt die zeitliche Entwicklung über einen definierten Zeitraum. Am Probenhalterrand ist eine linear ansteigende Temperatur vorgegeben. Der Anstieg der Temperatur am Rand überträgt sich zeitlich verzögert auf die übrigen Komponenten der Struktur in Abhängigkeit der hinterlegten thermischen Eigenschaften. Durch die hohe Wärmeleitfähigkeit von Graphit und den radialsymmetrischen Temperaturanstieg erwärmt sich der Probenhalter gleichmäßig. Über die Stege wird der Temperaturanstieg auf die Tiegel übertragen. Hier werden erste Unterschiede in den Temperaturen deutlich erkennbar (vgl. Abbildung 13). Je nach hinterlegtem Probenmaterial erwärmen sich auch die Tiegel unterschiedlich schnell und stark. Diese Temperaturunterschiede bilden die Grundlage für die Bestimmung der Wärmekapazität des jeweiligen Probenmaterials in Bezug auf das Referenzmaterial.

Datenausgabe

Im Abschnitt „Monitors“ werden grafische Ausgaben der ortsaufgelösten Temperatur, der Wärmeströme sowie Zeit-Temperaturkurven an spezifischen Messpunkten in der Struktur ausgegeben (vgl. Abbildung 14).

Über „Export“-Befehle werden die Ausgaben zwischengespeichert. Aus den Zeit-Temperaturkurven (vgl. Abbildung 15) wird im Anschluss die spezifische Wärmekapazität der Probe berechnet, genannt $c_{p_Sample_calc}$. Als Qualitätsindex QI für die Güte der Simulation wird fortan die Übereinstimmung betrachtet, die sich aus $c_{p_Sample_calc}$ nach der Simulation und dem cp ergibt, welches als Eingangswert für die Simulation genutzt wurde, welches $c_{p_{Sample_start}}$ genannt wird.

$$QI = \frac{c_{p_Sample_calc}}{c_{p_{Sample_start}}} = 1$$

Gleichung 4: Bestimmung des Qualitätsindex aus dem Vergleich des berechneten cp mit dem cp-Wert, welcher für die Probe in die Simulation eingegangen ist. Ein QI-Wert nahe bei 1 bedeutet, dass die Werte sehr ähnlich sind,

was den Erwartungen an die Simulation entspricht.

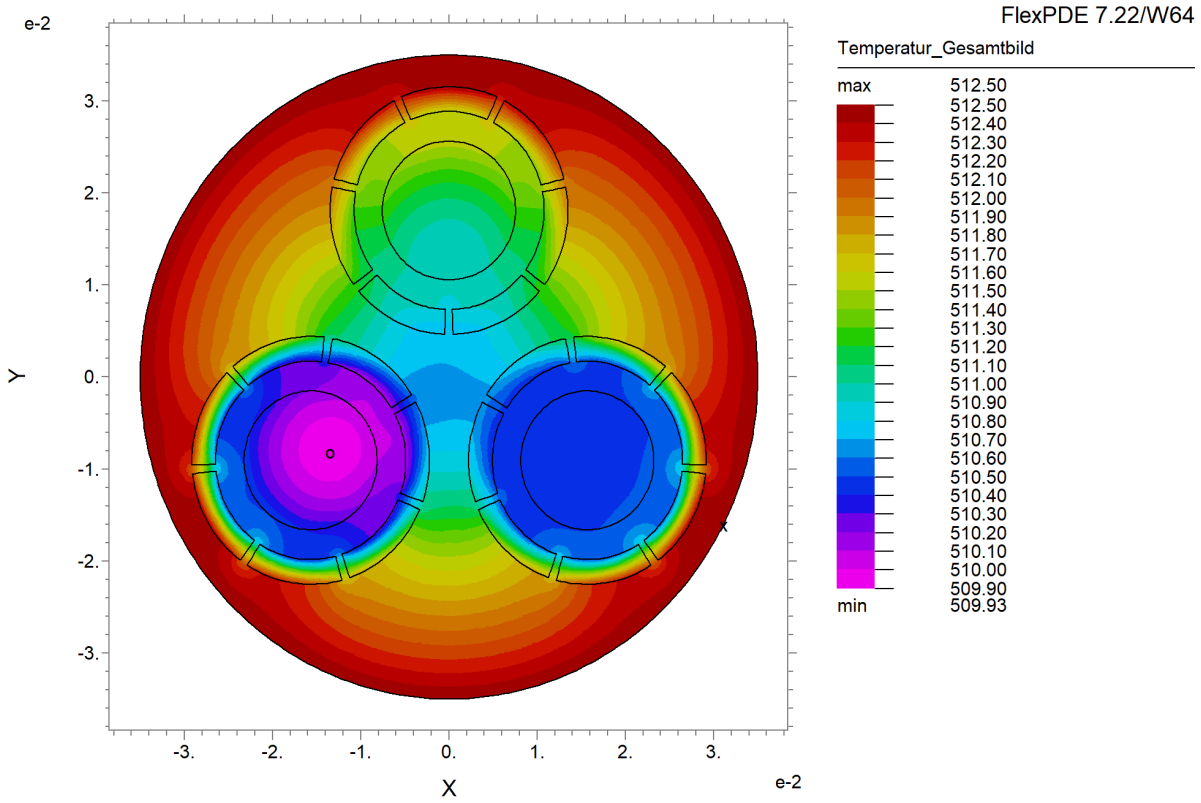

Abbildung 13: Beispielhafte Temperaturverteilung auf der Gesamtstruktur während des linearen Anstiegs der Temperatur ausgehend vom Probenhalterrand. Während am Probenhalter ein radialsymmetrischer Temperaturanstieg zu erkennen ist, werden die Unterschiede zwischen den Tiegeln deutlich.

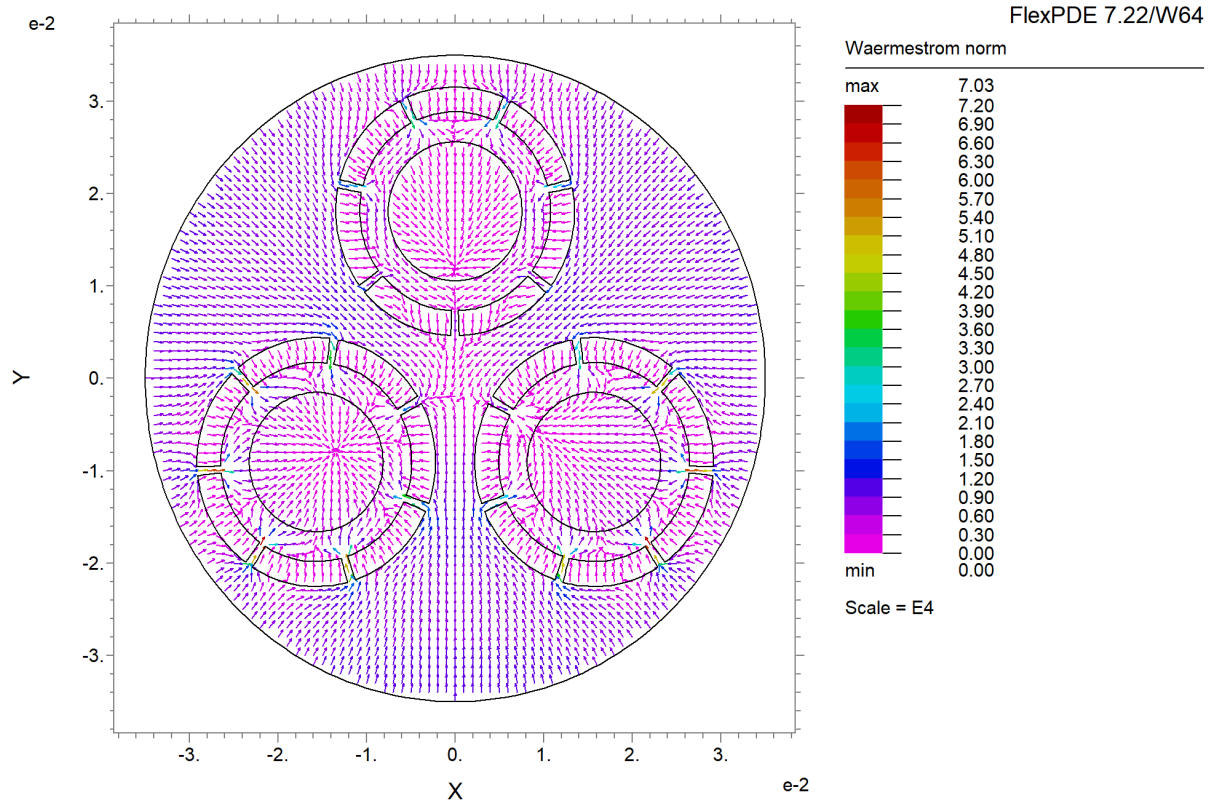

Abbildung 14: Beispielhafte normierte Wärmeströme auf der Gesamtstruktur während des linearen Anstiegs der Temperatur ausgehend vom Probenhalterrand. Über die schmalen Stege ergeben sich hohe Wärmeströme. Die Intensität des Wärmestroms vom Probenhalter in Richtung der Tiegel nimmt ab mit zunehmendem Abstand von der „Wärmequelle“, welche sich am Probenhalterrand befindet.

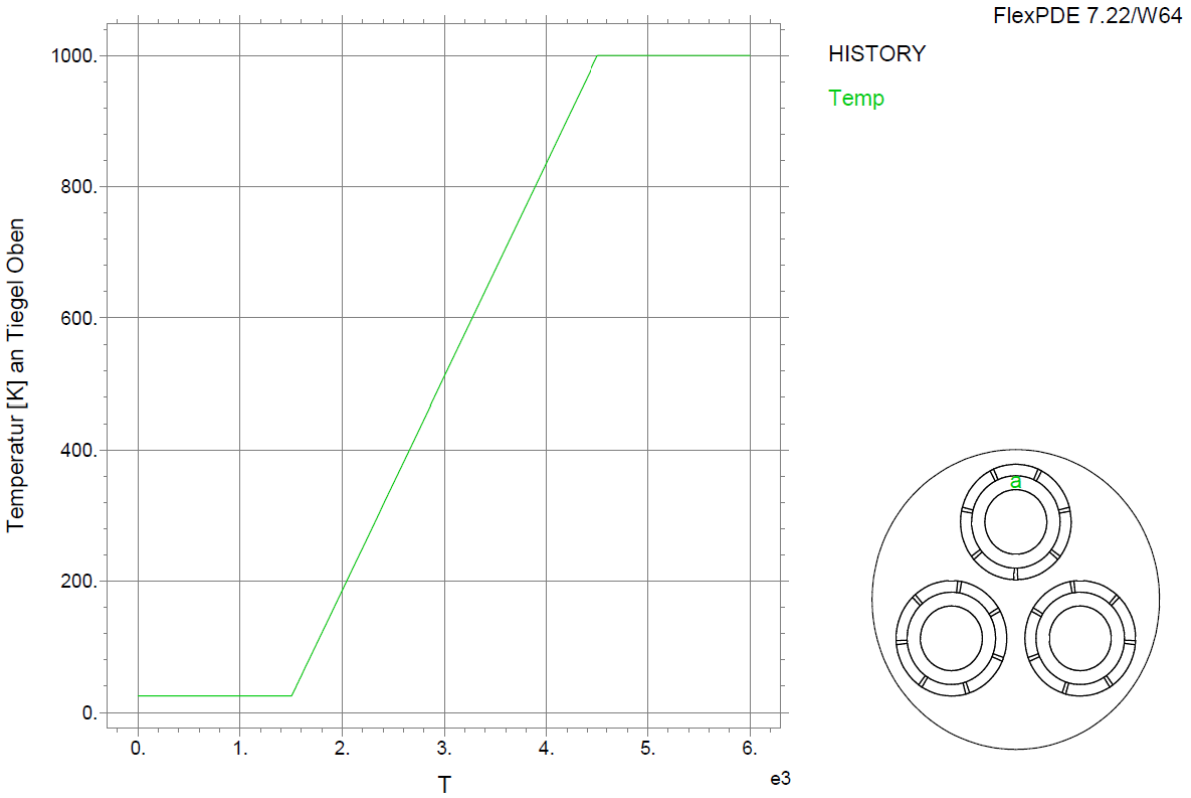

Abbildung 15: Beispielhafter Verlauf des Temperaturanstiegs am oberen Tiegel als Folge des linearen Anstiegs der Temperatur am Probenhalterrand von Raumtemperatur auf 1000 °C.

Simulationsergebnisse

Variation der Stege

Im Rahmen der notwendigen, umfangreichen Untersuchung zur Optimierung der Probenhaltergeometrie wurde eine Vielzahl an Simulationen durchgeführt, um die Auswirkungen von strukturellen Variationen auf die Wärmeverteilung und die Strömungseigenschaften innerhalb des Probenhalters zu analysieren. Hierbei wurden insbesondere die Parameter "count_stege" und "stege_size" variiert, um unterschiedliche räumliche Anordnungen der Stege im System zu simulieren. "count_stege" definiert die Anzahl der Stege, die innerhalb der Simulation zwischen den Tiegeln positioniert werden. Durch die Modifikation dieser Anzahl konnten unterschiedliche strukturelle Dichten und deren Einfluss auf die Wärmeverteilung untersucht werden. Mehr Stege könnten beispielsweise zu einer verbesserten strukturellen Integrität und möglicherweise auch zu einer gleichmäßigeren Verteilung der Temperatur führen, während eine geringere Anzahl möglicherweise die Wärmezufuhr zu den Tiegeln zu stark einschränkt.

Der Parameter "stege_size" steuert die Größe dieser Stege, indem der Winkelbereich definiert wird, den jeder Steg einnimmt. Kleinere Steggrößen könnten zu klareren, begrenzteren Wärmepfaden führen, welche die Zirkulation von Wärme durch das eher punktuelle Einbringen auf den Tiegel negativ beeinflusst, während größere Steggrößen beträchtliche Teile der Tiegel umschließen könnten, was die thermische Isolation verringert, wodurch es zu einer größeren Temperaturinhomogenität in der Probe kommen könnte. Eine Vielzahl an Parameterkonstellationen wurde in den Simulationen ausgeführt, um detaillierte Daten zu den sich ergebenden Temperaturprofilen und Wärmeströmen zu sammeln. Diese lassen sich in vier strukturelle Abdeckungsdichten unterteilen, welche sich aus der Abdeckung der Stege bezogen auf einen Kreisbogen von 360° im Leerbereich ergeben.

Diese Daten wurden aufgezeichnet und bilden die Grundlage für die Bewertung, inwiefern spezifische strukturelle Veränderungen positive oder negative Auswirkungen auf die Homogenität der Temperaturverteilung und die Effizienz des Systems haben. Die Ergebnisse dieser Simulationsreihe ermöglichen ein tieferes Verständnis für die Kreation eines optimalen Probenhalterdesigns durch die Anpassung von "count_stege" und "stege_size". Zudem liefern sie wertvolle Einsichten für zukünftige Designoptimierungen, mit dem Ziel, die messtechnische Genauigkeit und Reproduzierbarkeit von DSC-Experimenten zu maximieren.

Tabelle 2: Variation der Steganzahl und -breite mit dem entsprechenden Qualitätsindex der Simulationsdurchlaufes.

Abdeckungsdichte	Anzahl Stege	Stegöffnungswinkel	QI
$\frac{12}{360} = \frac{1}{30} = 3{,}3\ \%$	2	6	0,9649
	2 (um 90° gedreht)	6	1,0196
	3	4	0,9982
	4	3	1,009
	6	2	1,0101
	8	1,5	1,0108
	12	1	1,0123
$\frac{24}{360} = \frac{1}{15} = 6{,}6\ \%$	2	12	0,9511
	2 (um 90° gedreht)	12	1,0349
	3	8	1,001
	4	6	1,01597
	6	4	1,0211
	8	3	1,0246
	12	2	1,0265
	24	1	1,0299
$\frac{48}{360} = \frac{2}{15} = 13{,}3\ \%$	2	24	0,93275
	2 (um 90° gedreht)	24	1,0684
	3	16	1,0074
	4	12	1,0363
	6	8	1,0414
	8	6	1,0463
	12	4	1,0491
$\frac{60}{360} = \frac{1}{6} = 16\ \%$	2	30	0,9274
	3	20	1,0111
	4	15	1,043

Zunächst zeigt sich aus der graphischen Auftragung der vier Abdeckungskurven in Abbildung 16 über den Öffnungswinkel jedes einzelnen Stegs, dass die Streuung des *QI* mit zunehmender Abdeckungsdichte zunimmt, was eine abnehmende Zuverlässigkeit der Simulationsergebnisse mit zunehmender Abdeckungsdichte bedeutet. Insbesondere die Konfigurationen der vier Abdeckungskurven mit dem jeweils größten Öffnungswinkel der Stege zeigen die größte Abweichung von c_p-Wert, welcher in die Simulation eingegangen ist. Aus diesem Trend lässt sich folgern, dass die Abdeckung des Leerbereichs möglichst geringgehalten werden sollte, um eine homogene Erwärmung von Probe und dementsprechend auch dem die Probe umgebenden Tiegel sicherzustellen. Des Weiteren wird mit der Hinzunahme der um 90 ° gedrehten 2-Stege-Konfiguration in den ersten drei Abdeckungsdichten ersichtlich, welche Bedeutung der geschickten Positionierung der Stege relativ zum Probenhalterrand als Wärmequelle beizumessen ist. Die Streuung des QI ist dadurch für diese ansonsten gleichen Konfigurationen hoch.

Des Weiteren lässt sich aus Abbildung 16 folgern, dass auch die Öffnungswinkel der Stege möglichst kleingehalten werden sollten. In Realität wird dies mit der Einstellung der Stegbreite umgesetzt. Schmalere Stege erzeugen geringere Abweichungen im QI als große Stege. Aus Abbildung 17 ergibt sich, dass ein nahezu idealer *QI* = 1 in allen Abdeckungsdichten erreicht wird, wenn die Simulation mit drei Stegen durchgeführt wurde. Aufgrund der hohen Streuung zwischen den Variationen der Abdeckungsdichten über 13,3 % und 16 % werden diese nicht eingehender betrachtet. Obwohl die Konfiguration mit drei Stegen á 8 ° Öffnungswinkel den *QI* besitzt, welcher aus allen betrachteten Variationen am nächsten am Wert 1 liegt, lässt sich aus der Streuung der

Ergebnisse für die Abdeckungsdichte mit 6,6 % schließen, dass die thermische Stabilität an den Tiegeln noch wesentlich von der Position der Stege beeinflusst wird. Hier zeigen die Variationen mit Abdeckungsdichte 3,3 % insbesondere in Abbildung 17 ein weniger sensitives Verhalten. Daraus ergibt sich, dass die im Folgenden diskutierten Simulationen mit der Konfiguration von drei Stegen bei einem Öffnungswinkel der Stege von jeweils 4 ° durchgeführt werden (vgl. Abbildung 18).

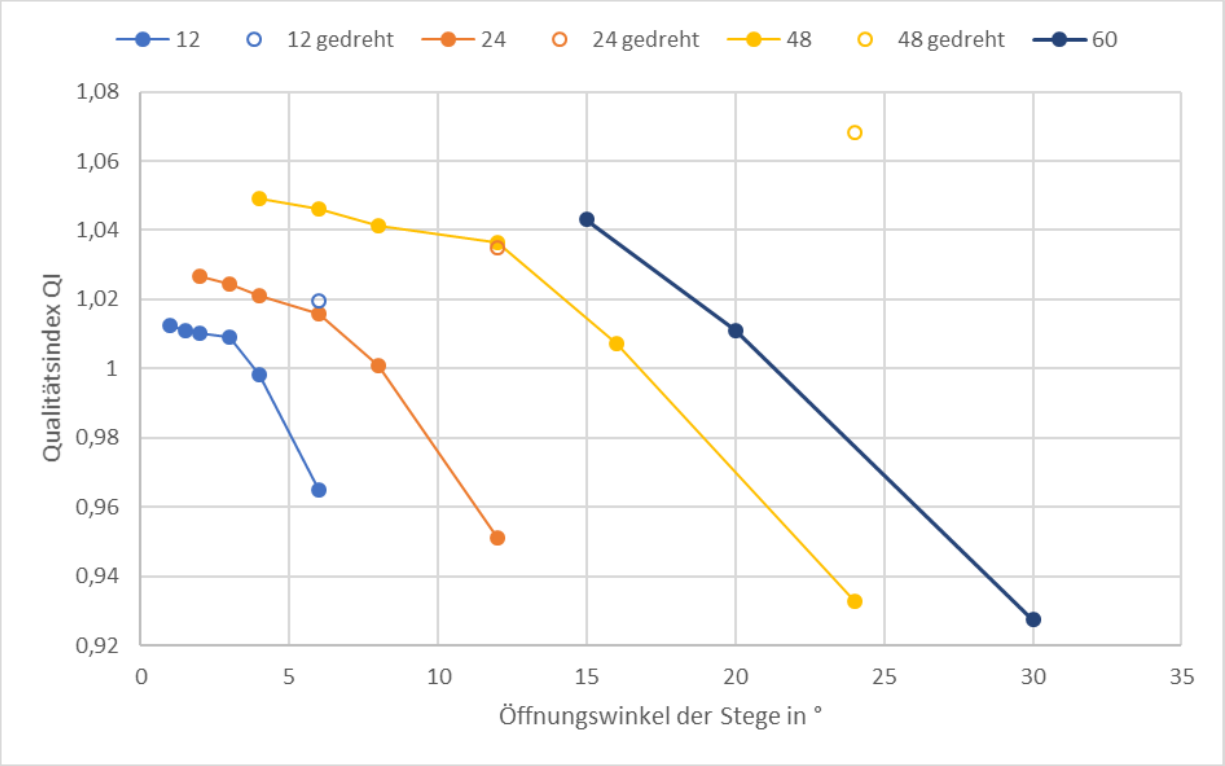

Abbildung 16: Darstellung des Qualitätsindex *QI* für die Simulationsdurchläufe in Abhängigkeit des Öffnungswinkels des einzelnen Stegs.

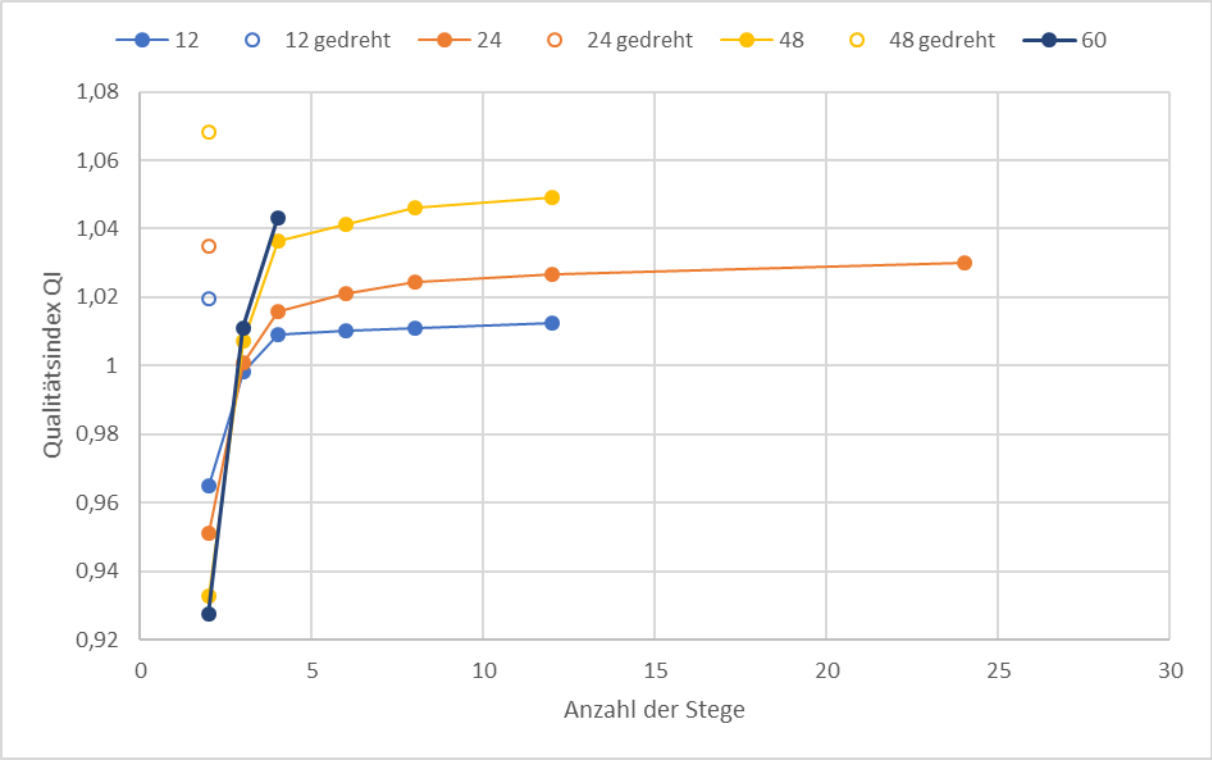

Abbildung 17: Darstellung des Qualitätsindex *QI* für die Simulationsdurchläufe in Abhängigkeit der Anzahl der Stege des Durchlaufs.

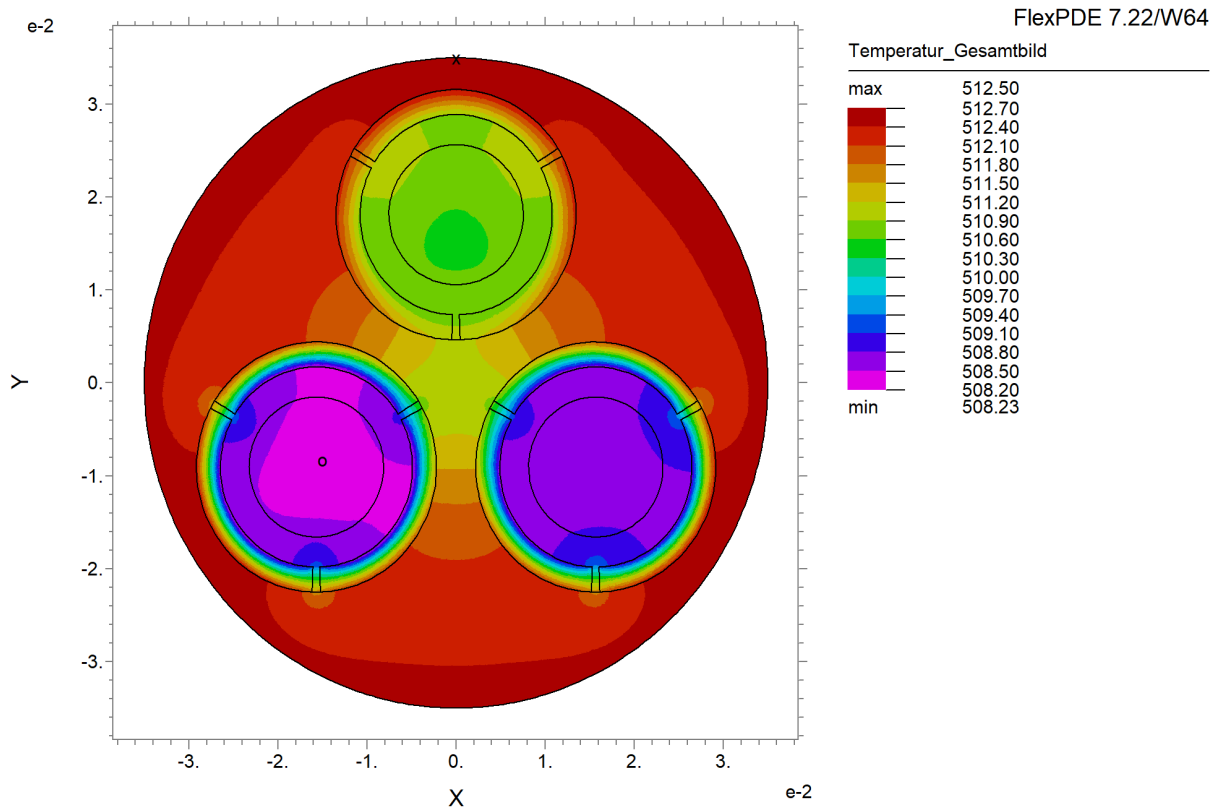

Abbildung 18: Darstellung des Temperaturverlaufs an der Probenhaltergeometrie, dessen Abweichung von *QI* = 1 am geringsten ist.

Variation der Materialien

In diesem Abschnitt wird beschrieben, wie die Reihe unterschiedlicher Probenmaterialien in den Simulationen eingesetzt wurde, um das Verhalten verschiedener Materialklassen zu untersuchen. Das Ziel dieser Variationen ist es, ein umfassendes Verständnis darüber zu gewinnen, wie sich unterschiedliche Materialtypen, insbesondere Metalle und Keramiken, unter den simulierten Bedingungen verhalten. Als Referenzmaterialien wurden Platin und Saphir verwendet, da sie sich durch ihre stabilen thermischen Eigenschaften auszeichnen und in der Materialanalyse weit verbreitet sind. Als Probenmaterialien kamen Wolfram, Silber, Hafniumdioxid (HfO_2) und Siliziumdioxid (SiO_2) zum Einsatz (siehe Tabelle 3). Diese Auswahl ermöglicht eine breite Abdeckung der Materialtypen Metalle (Wolfram, Silber) und Keramiken (HfO_2, SiO_2). Platin wurde dabei sowohl als Probe bzw. Referenz gegen Saphir als auch umgekehrt genutzt, um spezifische Wechselwirkungen zwischen diesen beiden häufig verwendeten Materialien zu erkunden. Die Analyse der Materialvariationen zielte darauf ab, potenzielle Unterschiede in der Wärmeübertragung und Temperaturverteilung aufzudecken, die durch die variierenden thermischen Eigenschaften der Materialien verursacht werden. Auch hier wird der Qualitätsindex *QI* als Gütekriterium der Simulation genutzt. Der Index dient als Indikator dafür, wie genau die simulierten Bedingungen dem erwarteten Verhalten der Materialien entsprechen.

Der *QI*-Wert wird gegen die thermischen Masse der Probe im Vergleich zur thermischen Masse des Referenzmaterials aufgetragen (siehe Abbildung 19). Diese Betrachtung hilft, zu verstehen, wie das Verhältnis der thermischen Massen zwischen Probe und Referenz die Genauigkeit und Verlässlichkeit der Wärmekapazitätsmessungen beeinflusst. Im Falle erheblicher Diskrepanzen zwischen dem *QI*-Wert und den erwarteten Ergebnissen könnten spezifische Materialkonstellationen identifiziert werden, die ineffiziente oder problematische Wärmepfade aufzeigen und daher in zukünftigen Designkonfigurationen vermieden werden sollten. Es zeigt sich eine systematische Verschiebung des *QI* für jedes Material in Abhängigkeit des genutzten Referenzmaterials, welches entweder Saphir oder Platin ist. Aus den Verschiebungen ergibt sich, dass Keramiken wie HfO_2 und SiO_2 in der Simulation bessere *QI*-Werte erreichen, wenn diese ebenfalls mit einem keramischen Material als Referenz gemessen wurden. Für die Metalle Silber und Wolfram ist ähnliches mit Platin als Referenzmaterial zu beobachten.

Tabelle 3: Materialvariationen mit der entsprechenden relativen thermischen Masse bezogen auf das genutzte Referenzmaterial und dem Qualitätsindex der Simulation

Leertiegel	Referenztiegel	Probentiegel	Relative thermische Masse	QI
air	s	p	0,925	0,9982
air	s	w	0,847	1,0054
air	s	si	0,817	1,002
air	s	HfO2	0,386	0,99655
air	s	SiO2	0,729	0,99116
air	p	w	0,916	1,0014
air	p	s	1,082	0,9963
air	p	si	0,884	0,9979
air	p	HfO2	0,417	0,9947
air	p	SiO2	0,789	0,98841

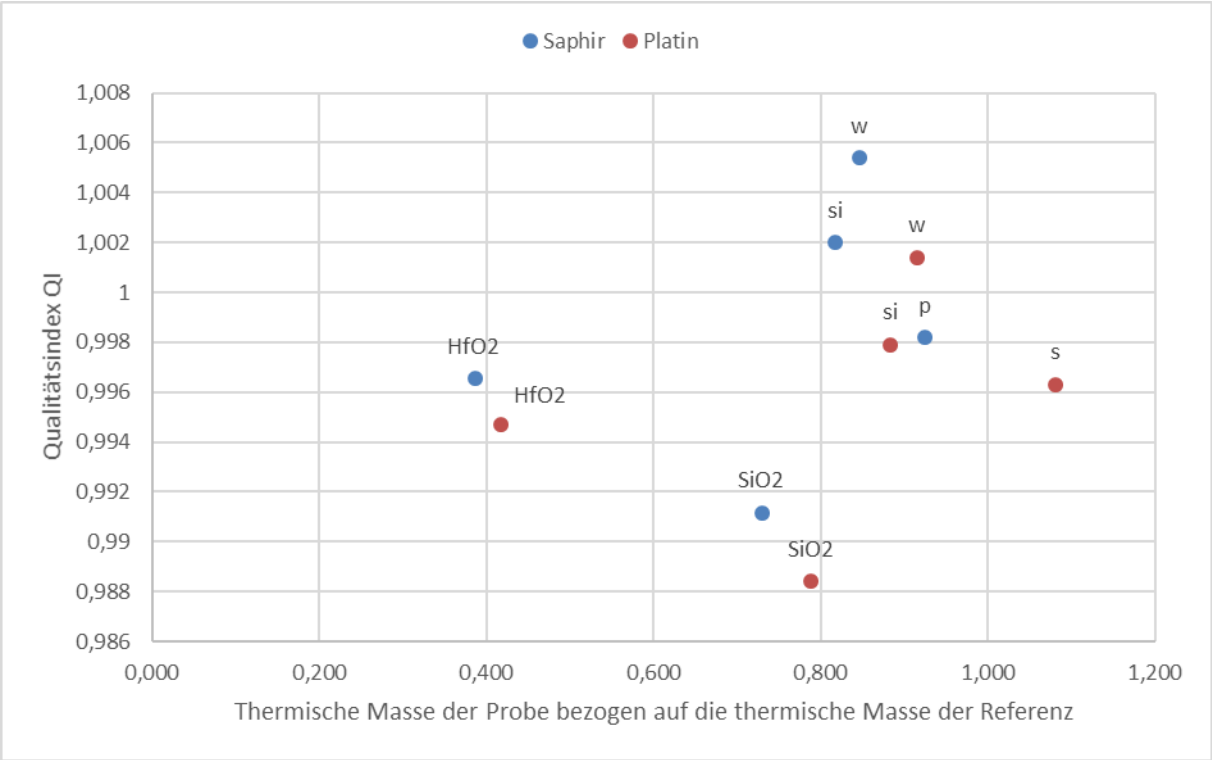

Abbildung 19: Darstellung des Qualitätsindex *QI* für die Simulationsdurchläufe in Abhängigkeit der relativen thermischen Masse der Proben bezogen auf die genutzte Referenz (siehe Tabelle 1).

Temperaturabhängige c_p-Daten

Um die Simulation in einem nächsten Schritt weiter hinsichtlich Anwendbarkeit im Experiment zu optimieren, wurden für die spezifischen Wärmekapazitäten (c_p-Werte) der Materialien Saphir, Platin und Graphit temperaturabhängige Werte als Eingangsdaten in der Simulation implementiert. Diese Anpassung erlaubt es, den tatsächlichen thermischen Eigenschaften dieser Materialien bei unterschiedlichen Temperaturen innerhalb des simulierten Hochtemperatur-DSC-Setups besser Rechnung zu tragen. Durch die Einbindung von temperaturabhängigen c_p-Werten konnte die Simulation realistischer und näher an den realen Bedingungen durchgeführt werden. Diese Anpassungen sind von Bedeutung, da Materialien wie Saphir, Platin und Graphit starke Veränderungen in ihren Wärmekapazitäten aufweisen können, je nach Temperatur. Solche Veränderungen beeinflussen direkt die Wärmeübertragung und die thermische Stabilität des Systems, was entscheidend für die Analyse ihrer Eignung in Hochtemperaturanwendungen ist. Mit den nun erweiterten

Materialparametern wurde die Simulation erneut ausgeführt, wobei die zuvor ermittelte Konfiguration mit drei Stegen, jeweils mit einem Öffnungswinkel von 4 °, verwendet wurde. In der Simulation wurde Saphir als Referenzmaterial und Platin als Probenmaterial genutzt.

Gleichzeitig wurde damit eine Weiterentwicklung des Auswerteverfahrens erreicht. So erlauben die temperaturabhängigen c_p-Daten die Implementierung einer Fit-Routine. Durch diese Fit-Routine konnte das Auswerteverfahren signifikant erweitert werden, da sie es ermöglicht, die c_p-Werte über den gesamten Temperaturbereich der Simulation anzupassen. Diese Anpassungsfähigkeit ist essenziell für die genaue Nachbildung der Materialeigenschaften, die in der Realität oft eine nichtlineare Abhängigkeit von der Temperatur aufweisen können. Mit der Fähigkeit, temperaturabhängige Veränderungen der Wärmekapazitäten in das Auswerteverfahren zu integrieren, wird die Datenanalyse robuster und flexibler. Dadurch ist eine präzisere Analyse der Wärmekapazität über einen weiten Temperaturbereich möglich, und es wird sichergestellt, dass die Ergebnisse sowohl in der Simulation als auch im praktischen Experiment vergleichbar und verlässlich sind. So schafft diese Methode die Grundlage für eine verbesserte Genauigkeit und eine detailreichere Auswertung, die auf die Anforderungen zukünftiger Experimente und Hochtemperatur-DSC-Messanalysen zugeschnitten ist.

In Abbildung 20 wird der entsprechende Simulationsdurchlauf dargestellt. Verglichen werden die c_p-Werte, welche in die Simulation eingegangen sind mit den c_p-werten, welche sich aus der Berechnung und der Kurvenanpassung ergeben. Es zeigt sich, dass die Abweichung zwischen Eingangs- und Fit-Wert kleiner als 4 % ist.

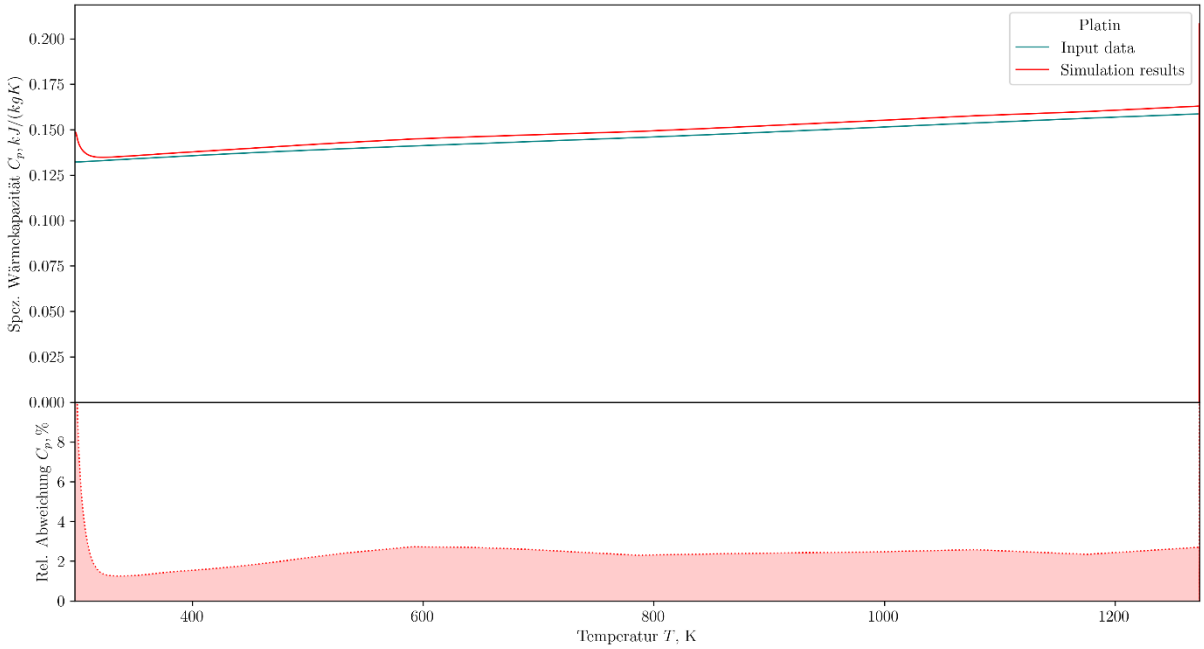

Abbildung 20: Im oberen Plot ist der Verlauf der spezifischen Wärmekapazität von Platin dargestellt, in Abhängigkeit der Temperatur in Kelvin. Die grüne Kurve beschreibt die Eingangswerte der Simulation, die rote Kurve ist die Ausgabe nach Berechnung und Fit aus den Simulationsdaten. Im unteren Plot sind die Residuen des Fits dargestellt.

Im Zuge der Simulationen konnten somit bereits jetzt mehrere Ansatzpunkte für weitere Optimierungen der neuen DSC-Methode identifiziert werden. Darüber hinaus ist zu erwarten, dass sich bei Fortführung und weiterer Verfeinerung der Simulationstechniken noch weiteres Optimierungspotential zu Tage treten wird. Leider konnten die bisher gewonnenen Erkenntnisse zeitlich nicht mehr innerhalb der Projektlaufzeit experimentell verifiziert werden. Jedoch lässt die derzeit erreichte Kenntnislage somit erwarten, dass eine Fortführung der Arbeiten am neuen Hochtemperatur-DSC-Verfahren insgesamt zu vielversprechenden Ergebnissen führen wird.

Veröffentlichungen

Das Forschungsvorhaben des Projektes OptiMa sowie die bis zum jeweiligen Zeitpunkt erzielten Fortschritte und gewonnenen Erkenntnisse wurden/werden im Rahmen einer Vielzahl von Vorträgen und Posterpräsentationen auf mehreren Konferenzen vorgestellt:

- Jahrestagung 2023 des AK Thermophysik in der GEFTA, Karlsruhe, Deutschland, 04.-05.04.2023
- Material Science and Engineering (MSE 2022), Darmstadt, Deutschland, 26.-29.09.2022
- 25. Kalorimetrietage, Braunschweig, Deutschland, 31.05.-02.06.2023
- 22. European Conference on Thermophysical Properties (ECTP 2023), Venedig, Italien, 10.-13.09.2023
- Jahrestagung 2024 des AK Thermophysik in der GEFTA, Würzburg, Deutschland, 20.-21.03.2024
- 22. GMA/ITG-Fachtagung Sensoren und Messsysteme 2024, Nürnberg, Deutschland, 11.-12.06.2024
- Temperatur 2024, Berlin, Deutschland, 05.-06.06.2024
- Material Science and Engineering (MSE 2024), Darmstadt, Deutschland, 24.-26.09.2024
- Jahrestagung 2025 des AK Thermophysik in der GEFTA, Berlin, Deutschland, 08.-09.04.2025
- TEMPMEKO 2025, Reims, Frankreich, 20.-24.10.2025

Darüber hinaus wurden folgende Beiträge in Tagungsbänden veröffentlicht:

- M. Zipf, A. Narymany Shandy, J. Manara, F. Hemberger, J. Hartmann, Development and Setup of an Optical Dynamic Scanning Calorimetry Setup for Modern Material Science at High Temperatures, 22. GMA/ITG-Fachtagung Sensoren und Messsysteme 2024, Nürnberg, 11.-12.06.2024, 541-544
- M. Zipf, A. Narymany Shandy, J. Manara, F. Hemberger, J. Hartmann, Entwicklung einer Anlage zur optischen dynamischen Differenzkalorimetrie für die moderne Materialforschung bei hohen Temperaturen, Temperatur 2024, Berlin, 05.-06.06.2024, 221-226

Literatur

[1] Wunderlich B.: Development Towards A Single-Run DSC For Heat Capacity Measurements. Journal of Thermal Analysis, 32 (1987) 1949-1955

[2] Taylor R. E., Groot H.: Thermophysical Properties of POCO Graphite. High Temperatures – High Pressures, 12 (1980) 147-160

[3] Bergman T. L., Lavine A. S., Incropera F. P., DeWitt D. P.: Introduction to Heat Transfer, 6. Auflage. John Wiley & Sons, Inc., 2011, 978-0470-50196-2

[4] Touloukian Y. S., Powel R. W., Ho C. Y.,Klemens P. G.: Thermophysical Properties of Matter – Volume 1: Thermal Conductivity – Metallic Elements and Alloys. IFI/Plenum, 1970, 306-67021-6

[5] Touloukian Y. S., Powel R. W., Ho C. Y.,Klemens P. G.: Thermophysical Properties of Matter – Volume 2: Thermal Conductivity – Nonmetallic Solids. IFI/Plenum, 1970, 306-67022-4

[6] Touloukian Y. S., Liley P. E., Saxena S. C.: Thermophysical Properties of Matter – Volume 3: Thermal Conductivity – Nonmetallic Liqouids and Gases. IFI/Plenum, 1970, 306-67023-2

[7] Touloukian Y. S., Buyco E. H.: Thermophysical Properties of Matter – Volume 4: Specific Heat – Metallic Elements and Alloys. IFI/Plenum, 1970, 306-67024-0

[8] Touloukian Y. S., Buyco E. H.: Thermophysical Properties of Matter – Volume 5: Specific Heat – Nonmetallic Solids. IFI/Plenum, 1970, 306-67025-9

[9] Archer D. G.: Thermodynamic Properties of Synthetic Sapphire (α-Al_2O_3), Standard Reference Material 720 and the Effect of Temperature-Scale Differences on Thermodynamic Properties. Journal of Physical and Chemical Reference Data, 22 (1993) 1441-1453