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

Sachbericht zum Verwendungsnachweis

Teil I: Kurzbericht

Moderne industrielle Anwendungen – insbesondere im Kontext von Industrie 4.0 und der additiven Fertigung – erfordern exakte Kenntnisse der Materialeigenschaften bei sehr hohen Temperaturen. Neue, innovative Fertigungstechnologien wie das selektive Laserschmelzen arbeiten weit jenseits des Schmelzpunktes der Arbeitsmaterialien. Für die Effizienzsteigerung thermischer Energiewandlungsprozesse ist eine Steigerung der Arbeitstemperatur erforderlich, was höhere Anforderung an die verwendeten Funktionsmaterialien bedingt. In beiden Bereichen ist für sichere Prozessführung, aussagekräftige Modellierungen und technische Weiterentwicklung die verlässliche Kenntnis thermophysikalischer Materialeigenschaften wie der Temperaturleitfähigkeit und der spezifischen Wärmekapazität bei hohen Temperaturen Voraussetzung. 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.

Eine konventionelle Methode zur Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität, die Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC), ist aktuell auf Temperaturen unter 1000 °C beschränkt, da die üblicherweise zur Temperaturmessung eingesetzten Thermoelemente bei höheren Temperaturen zunehmend ungenau und störanfällig werden. Es mangelt somit derzeit an validierten Verfahren zur Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität im Bereich über 1000 °C.

Das Projekt „OptiMa“ adressiert diese Lücke mit dem Ziel, eine innovative Hochtemperatur-DSC-Anlage mit berührungsloser, optischer Temperaturmessung zu entwickeln. Die verwendeten Methoden basieren auf punktförmigen und bildgebenden optischen Messsystemen, die auch große oder komplexe Proben erfassen können. Mit induktiver oder optischer Heizung soll die Einsatztemperatur auf mindestens 2000 °C ausgedehnt werden.

Zu den Projektaufgaben gehören der Laboraufbau einer optischen Hochtemperatur-DSC („opLa-DSC“), die hierzu erforderliche Entwicklung und Implementierung der optischen Mess- und Regelungstechnik und die Übertragung des neuen Messverfahrens in industrielle Anwendungen. Abschließend sind Vergleichsmessungen mit vorhandenen Apparaturen unter Verwendung standardisierter Referenzproben für hohe Temperaturen zur Validierung der neuen Anlage vorgesehen.

Zur Umsetzung des Projektvorhabens wurde zunächst der Laboraufbau realisiert. Dieser wurde als Experimentierplattform konzipiert, die eine flexible Anordnung von Messinstrumenten um eine evakuierbare Messzelle ermöglicht. Zu untersuchende Materialproben können in der Messzelle durch eine Induktions-Heizanlage erhitzt und ihre Temperatur währenddessen von mehreren Sensoren wie Thermografiekameras und Strahlungsthermometern erfasst und aufgezeichnet werden, bei deren Auswahl die Firma Heitronics unterstützte.

Zentrale Bedeutung für die neue Messmethode kommt dem Design des Probenhaltersystems zu, welches die zu untersuchenden Materialproben während einer Messung trägt und in Verbindung mit der Induktions-Heizanlage Maßgebend für die Probenerwärmung ist. Es wurde ein Tripelzellen-Design für das Probenhaltersystem entwickelt, welches im Gegensatz zu gebräuchlichen DSC-Anlagen weniger Messdurchläufe benötigt, um die spezifische Wärmekapazität einer Probe zu erhalten. Bei der Herstellung des Probenhaltersystems flossen die umfangreichen Erfahrungen der Firma NETZSCH Gerätebau mit ein.

Im Rahmen erster Testmessungen mit dem neuen Laboraufbau konnte die technische Funktionsfähigkeit aller Komponenten erfolgreich nachgewiesen werden. Allerdings wiesen die bei der Messung aufgezeichneten Temperaturdaten darauf hin, dass es während des Heizvorganges zu unerwarteten Wärmeeinträgen in das Probenhaltersystem kam, die eine Ermittlung der spezifischen Wärmekapazität aus den Messdaten verhinderte. Die Beobachtungen führten zu der Erkenntnis, dass noch weiterer Optimierungsbedarf am Probenhaltersystem besteht.

Daher wurden zusätzlich aufwändige, thermische Simulationen durchgeführt, welche bezweckten, die optimale Geometrie für das Drei-Tiegel-Setup zu bestimmen. Die Simulationen erfolgten mit FlexPDE, einer Software zur

Lösung partieller Differentialgleichungen, und basiert auf der Wärmeleitungsgleichung. Wesentliche Unterstützung bei der Entwicklung der Simulation kam von der Firma TechnoTeam. Besondere Anforderungen an den Probenhalter betreffen die Temperaturhomogenität innerhalb der Tiegel und die Nachvollziehbarkeit der Wärmeströme im Setup, da Abweichungen die Bestimmung des spezifischen Wärmekapazitätswerts verfälschen könnten. Die Simulation analysiert die Verteilung der Wärmeströme über ortsaufgelöste Darstellungen und Temperaturberechnungen an Kontrollpunkten. Mit den gewonnenen Daten wird die Effizienz der Wärmeübertragung beurteilt und die bestmögliche Geometrie für verlässliche DSC-Experimente bestimmt. Diese Analyse unterstützt nicht nur die messtechnischen Anforderungen, sondern fördert auch das Verständnis der thermodynamischen Prozesse im System.

Die gewählte hohe Rotationssymmetrie des Aufbaus bietet erhebliche Vorteile, indem sie gleichmäßige Temperaturverteilungen und vergleichbare thermische Widerstände ermöglicht. Diese Symmetrie trägt dazu bei, unerwünschte lokale Hotspots zu minimieren und eine gleichmäßige Erwärmung zu gewährleisten. Für die Simulation wird die diskrete Lösung der Wärmeleitungsgleichung angewendet, die Temperaturänderungen als Folge von Wärmeleitung modelliert. Diese Gleichung berücksichtigt die spezifische Wärmekapazität, Dichte und Wärmeleitfähigkeit der Materialien, um die thermodynamischen Prozesse genau abzubilden.

In der Simulation ist 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 den radialsymmetrischen Temperaturanstieg erwärmt sich der Probenhalter gleichmäßig. Über die Stege wird der Temperaturanstieg auf die Tiegel übertragen. Hier werden bereits erste Unterschiede in den Temperaturen deutlich erkennbar (vgl. Abbildung 1). Je nach 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.

Aus den Temperaturunterschieden kann die spezifische Wärmekapazität c_p der Probe in Bezug auf die spezifische Wärmekapazität des Referenzmaterials bestimmt werden [1]. Das Verhältnis zwischen berechnetem $c_{p_Sample_calc}$ und dem in die Simulation eingehend $c_{p_{Sample}_start}$ wird als Gütekriterium für die Qualität der Simulation genutzt, um die Parameter der Geometrie zu optimieren.

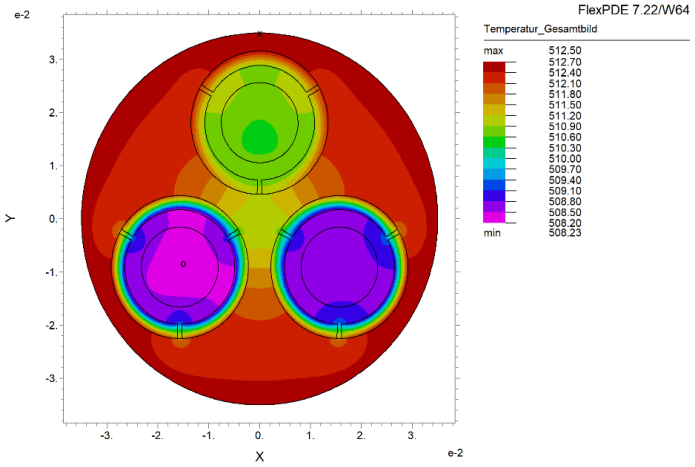

Abbildung 1: Darstellung des simulierten, ortsaufgelösten Temperaturverlaufs an der optimierten Probenhaltergeometrie

Aus den Ergebnissen der umfangreichen Simulationen konnten so bereits Ansatzpunkte für weitere Optimierungen am Design des Probenhaltersystems gewonnen werden und damit können sie Grundlage für mögliche Folgeprojekte sein.

Die im Projektzeitraum aufgebaute Hochtemperartur-DSC-Anlage ermöglicht die Verifizierung der bisher gewonnenen Erkenntnisse. Dadurch wird eine Fortführung der Arbeiten am neuen Hochtemperatur-DSC-Verfahren, beispielsweise im Rahmen von Fortsetzungsprojekten, ermöglicht, was vielversprechende Ergebnisse erwarten lässt

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