

# Inhaltsverzeichnis

<b>Vorwort der Herausgeber</b>	<b>i</b>
<b>Kurzfassung</b>	<b>iii</b>
<b>Abstract</b>	<b>v</b>
<b>Inhaltsverzeichnis</b>	<b>x</b>
<b>Symbole &amp; Abkürzungen</b>	<b>xi</b>
<b>1. Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2. Theoretischer Hintergrund</b>	<b>5</b>
2.1. Innere Energie, Enthalpie und Wärmekapazität . . . . .	5
2.2. Wärmetransportmechanismen . . . . .	6
2.2.1. Wärmeleitung . . . . .	7
2.2.2. Wärmestrahlung . . . . .	8
2.3. Dynamische Differenzkalorimetrie . . . . .	8
2.3.1. Messprinzip eines DSC-Geräts . . . . .	9
2.3.1.1. Kalorimetergleichung eines konventionellen Dynamischen Wärmestrom-Differenzkalorimeters . . . . .	10
2.3.2. Charakteristische Größen einer DSC-Messkurve . . . . .	14
2.3.2.1. Temperaturverläufe in einem Dynamischen Differenzkalorimeter . . . . .	14
2.3.2.2. Reaktionstemperatur . . . . .	16
2.3.2.3. Signalzeitkonstante . . . . .	17
2.3.2.4. Peakfläche . . . . .	18
2.3.3. Kalorimetrische Kalibrierung von Wärmestrom-Kalorimetern . . . . .	21
2.3.4. Direkte Methode der Wärmekapazitätsmessung . . . . .	22
2.3.5. Trennschärfe . . . . .	23
2.3.5.1. Indirekter Trennschärfetest . . . . .	24
2.3.5.2. Direkter Trennschärfetest . . . . .	26

2.4. Niedertemperatur-Mehrlagenkeramiktechnologie . . . . .	28
<b>3. Stand der Technik</b>	<b>33</b>
3.1. Typen von Dynamischen Differenzkalorimetern . . . . .	33
3.1.1. Konventionelle DDK . . . . .	34
3.1.2. DDK als Mikrokalorimeter . . . . .	37
<b>4. Das Konzept eines neuartigen DSC-Chips</b>	<b>39</b>
<b>5. Modellierung</b>	<b>41</b>
5.1. Nachbildung eines Schmelzpunktes im Simulator . . . . .	41
5.2. Simulationsmodell . . . . .	43
5.2.1. Geometrie . . . . .	44
5.2.2. Modellparameter . . . . .	45
5.3. Ergebnisse . . . . .	47
5.4. Modellverhalten bei Parametervariation . . . . .	49
5.4.1. Variation der Probenmasse . . . . .	49
5.4.2. Variation des Sensorabstands . . . . .	51
5.4.3. Variation der Wärmeleitfähigkeit des Chipmaterials . . . . .	53
5.5. Zusammenfassung und Ausblick . . . . .	55
<b>6. Design und Herstellung</b>	<b>57</b>
6.1. Anforderungen für die Umsetzung in ein Funktionsmuster . . . . .	57
6.2. Design . . . . .	59
6.3. Herstellung . . . . .	62
6.3.1. Vorbereitende Arbeiten . . . . .	62
6.3.2. Prozessablauf . . . . .	63
6.3.3. Vergleich gefertigter Chipvarianten . . . . .	65
<b>7. Charakterisierung</b>	<b>69</b>
7.1. Messaufbau . . . . .	69
7.1.1. Elektrischer Anschluss des keramischen DSC-Chips . . . . .	71
7.2. Thermische Kalibrierung . . . . .	72
7.2.1. Kalibrierung der Temperatursensoren mittels eines 1-Punkt-Verfahrens . .	72
7.2.2. Kalibrierung der Temperatursensoren mittels eines 3-Punkt-Verfahrens . .	74
7.3. Entstehung des DTA-Messsignals . . . . .	76
7.4. Vergleich mit einem kommerziellen DSC-Gerät . . . . .	80

7.5. Messung der Wärmeverteilung . . . . .	81
7.5.1. Messergebnisse . . . . .	82
7.5.2. Schlussfolgerungen und Ausblick . . . . .	88
7.6. Wiederholbarkeit . . . . .	88
7.6.1. Definitionen . . . . .	89
7.6.2. Messbedingungen . . . . .	90
7.6.3. Ergebnisse . . . . .	90
7.6.4. Fazit . . . . .	95
7.7. Kalorische Kalibrierung des DSC-Chips . . . . .	95
7.7.1. Abhängigkeit der Peakfläche von der Probenmasse . . . . .	96
7.7.2. Abhängigkeit der Peakfläche von der Heizrate und der Temperatur . . . . .	97
7.7.3. Ermittlung des Gerätefaktors . . . . .	98
7.7.4. Fazit . . . . .	101
7.8. Abhängigkeiten der charakteristischen Peakmerkmale von Messbedingungen . . . . .	102
7.8.1. Auswirkung der Probenposition auf den gemessenen Schmelzpunkt und die Trennschärfe . . . . .	103
7.8.1.1. Fazit . . . . .	106
7.8.2. Abhängigkeit des Schmelzpunktes von der Probenmasse und der Heizrate . . . . .	106
7.8.2.1. Fazit . . . . .	110
7.8.3. Abhängigkeit des Peakhöhe/Halbwertsbreite-Verhältnisses von der Probenmasse und der Heizrate . . . . .	110
7.8.3.1. Peakhöhe/Halbwertsbreite-Verhältnis verschiedener Chipvarianten bei direkten und indirekten Thermoanalysen . . . . .	114
7.8.3.2. Fazit . . . . .	116
7.8.4. Abhängigkeit der Signalzeit von der Probenmasse, Heizrate und der Temperatur . . . . .	116
7.8.4.1. Ermittlung der Signalzeitkonstante . . . . .	117
7.8.4.2. Abhängigkeit von der Probenmasse . . . . .	118
7.8.4.3. Abhängigkeit von der Heizrate . . . . .	120
7.8.4.4. Abhängigkeit von der Temperatur . . . . .	122
7.8.4.5. Fazit . . . . .	123
7.9. Validierung des Simulationsmodells . . . . .	123
7.10. Messung der Wärmekapazität . . . . .	125
7.10.1. Versuchsbeschreibung . . . . .	126
7.10.2. Leerkurvenkompensation . . . . .	126
7.10.3. Ergebnisse . . . . .	127

7.10.4. Fazit . . . . .	130
7.11. Trennschärfenbestimmung mittels des TAWN-Tests . . . . .	130
7.11.1. Versuchsbedingungen des Trennschärfetests . . . . .	130
7.11.2. Vergleich des DSC-Chips mit kommerziellem DSC . . . . .	131
7.11.3. Vergleich der Tiegeltypen . . . . .	133
7.11.4. Fazit . . . . .	137
7.12. Anwendung eines Entschmierungsverfahrens auf Messkurven des DSC-Chips . . .	137
7.12.1. Fazit . . . . .	139
<b>8. Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>141</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>145</b>
<b>A. Halbwertsbreite einer Gaussglocke</b>	<b>153</b>
<b>B. Differenztemperaturkurven von Indium, Zinn und Zink bei unterschiedlichen Heizra-</b> <b>ten</b>	<b>155</b>
<b>Danksagung</b>	<b>159</b>
<b>Lebenslauf</b>	<b>161</b>