

Inhaltsverzeichnis

Vorwort der Herausgeber	i
Kurzfassung	iii
Abstract	v
Inhaltsverzeichnis	x
Symbole & Abkürzungen	xi
1. Einleitung	1
2. Theoretischer Hintergrund	5
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 Wärmetstrom-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 Wärmetstrom-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

vii

2.4. Niedertemperatur-Mehrlagenkeramiktechnologie	28
3. Stand der Technik	33
3.1. Typen von Dynamischen Differenzkalorimetern	33
3.1.1. Konventionelle DDK	34
3.1.2. DDK als Mikrokalorimeter	37
4. Das Konzept eines neuartigen DSC-Chips	39
5. Modellierung	41
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
6. Design und Herstellung	57
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
7. Charakterisierung	69
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

Inhaltsverzeichnis

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
8. Zusammenfassung und Ausblick	141
Literaturverzeichnis	145
A. Halbwertsbreite einer Gaussglocke	153
B. Differenztemperaturkurven von Indium, Zinn und Zink bei unterschiedlichen Heizraten	155
Danksagung	159
Lebenslauf	161