

Dissertation

Judy Pauling

Verbesserung der Temperaturstabilität mithilfe von additiv gefertigten Bauteilen

ISSN 2941-1297
ISBN 978-3-944659-60-2

DOI 10.7795/110.20260330

Genauigkeit | Objektivität | Leidenschaft

www.ptb.de

Judy Pauling

Verbesserung der Temperaturstabilität mithilfe von additiv gefertigten Bauteilen

Dissertation

PTB-Diss- 28

Braunschweig, 30. März 2026

ISSN 2751-6598

ISBN 978-3-944659-60-2

DOI 10.7795/110.20260330

Empfohlene Zitierweise/recommended citation

Pauling, J., 2026. *Verbesserung der Temperaturstabilität mithilfe von additiv gefertigten Bauteilen*

Fakultät für Maschinenbau an der TU Braunschweig,
Additive Fertigung, Versuchsdesign, Temperaturstabilität,
Technische Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig.

Braunschweig: Physikalisch-Technische Bundesanstalt.

PTB-Bericht Diss-28. ISBN 978-3-944659-60-2.

Verfügbar unter: <https://doi.org/10.7795/110.20260330>

Herausgeber:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt

ISNI: 0000 0001 2186 1887

Presse und Öffentlichkeitsarbeit

Bundesallee 100

38116 Braunschweig

Telefon: (05 31) 592-93 21

Telefax: (05 31) 592-92 92

www.ptb.de

Verbesserung der Temperaturstabilität mithilfe von additiv gefertigten Bauteilen

**Von der Fakultät für Maschinenbau
der Technischen Universität Braunschweig**

zur Erlangung der Würde

einer Doktor-Ingenieurin (Dr.-Ing.)

genehmigte Dissertation

von: Judy Pauling
geboren in: Wolfsburg

eingereicht am: 09.07.2025
mündliche Prüfung am: 17.11.2025

Vorsitz:
Prof. Dr.-Ing. Stefan Scholl
Gutachter:
Prof. Dr.-Ing. Rainer Tutsch
Priv.-Doz. Dr.-Ing. Frank Löffler

2026

Danksagung

Die Fertigstellung dieser Arbeit war ein langer Weg. An der Ermutigung diesen Weg zu gehen, der Orientierung den Weg nicht zu verlieren und der Motivation ihn bis zum Ende zu gehen sind viele Menschen beteiligt gewesen. Ihnen möchte ich an dieser Stelle danken.

Allen voran danke ich Dr.-Ing. Frank Schmaljohann, der seitens der PTB mein Arbeitsgruppenleiter und Betreuer dieser Arbeit war. Ich danke dir für den gewährten Freiraum bei der Bearbeitung des Themas. Wie wir mehrfach diskutiert haben war dies Fluch und Segen zugleich. Meinen Weg in diesen vielen Möglichkeiten zu finden hast du mir erst ermöglicht. Dabei danke ich dir besonders für die fachlichen Einblicke und deine inspirierenden Ideen. Nicht zuletzt hast du zusammen mit deiner Arbeitsgruppe ein wertschätzendes und vor allem familiäres Arbeitsumfeld geschaffen. Das ist nicht selbstverständlich und dafür danke ich dir.

Prof. Dr.-Ing. Rainer Tutsch danke ich für die Betreuung dieser Arbeit auf der universitären Seite. Sie haben mich sehr engagiert, sowohl mit großem Interesse als auch mit regelmäßigen Gesprächen und wertvollem inhaltlichem Input, begleitet. Prof. Dr.-Ing. Stefan Scholl danke ich für die Übernahme des Vorsitz der Promotionskommission. Weiterhin danke ich Priv.-Doz. Dr.-Ing. Frank Löffler für das Begutachten dieser Arbeit. Auch als disziplinarischer Vorgesetzter waren Sie immer interessiert am aktuellen Stand dieser Arbeit. Ich danke Ihnen, genauso wie ich Dr. Harald Bosse danke, für Ihre fachlichen und inhaltliche Anregungen.

Für die technischen Umsetzungen danke ich den Kollegen aus dem Wissenschaftlichen Gerätebau. Ich danke euch für die Fertigung der Experimentierkammer, sowie der Unterstützung mit Material und Ideen. Namentlich genannt werden sollten Maximilian Peglow und Lukas Kükemück, die für die Fertigung der Isolationsbauteile verantwortlich waren. Außerdem möchte ich mich bei weiteren Kollegen in der PTB für die Unterstützung mit ergänzenden Messungen bedanken: Rüdiger Ohlendorf für die Messungen im GCMS, sowie Wiebke Brandes für die Messungen im CT.

Mein Dank gilt außerdem meinen direkten Kollegen der Arbeitsgruppe Konstruktion: Frank, Michael, Petra, Stephanie, Susanne und meinen Bürokollegen Sylvia, Holger, Angelika und Lukas. Ihr habt mich nicht nur fachlich immer unterstützt und wusstet bei organisatorischen Dingen Rat, sondern hattet auch immer ein offenes Ohr für jegliche Art von Herausforderungen.

An dieser Stelle danke ich herzlich meinen Eltern. Ihr habt mir all das ermöglicht und immer an mich geglaubt. Zu guter Letzt danke ich meinem Ehemann Florian. Du hast mir immer verständnisvoll zur Seite gestanden und mir jede Art der Unterstützung gegeben, die ich gebraucht habe. Danke, dass es dich gibt.

Abstract

Nearly all material properties are temperature-dependent. Consequently, temperature is the most frequently determined measurand and receives special attention in metrology. Temperature is often the reason why measurements are limited, because unstable temperature conditions lead to measured variables that cannot be determined accurately (e.g. as a result of noise). Thermal effects also lead to issues in industrial manufacturing, such as rejects due to a lack of dimensional accuracy. Thermal stability will therefore remain particularly important in the future. Due to the fact that metrology is pushing the limits of what can be measured, stable temperature conditions need to be improved in terms of their order of magnitude.

A needs analysis was conducted at Physikalisch-Technische Bundesanstalt, which summarises the requirements and current challenges of thermal systems in the field of metrology. In the course of the experiments, heat sources were identified as a frequent issue. However, they cannot be eliminated because they are essential for functions of the experiment. Based on this outcome and other results from the survey, it was determined that an investigation should be conducted into additively manufactured double-walled isolating boxes made by selective laser sintering or melting. This was with a view to reducing the influence of heat sources on the overall test setup. The isolating cubes were subjected to experimental testing and their insulating properties were compared with each other. It was determined that the leftover powder within the cavity of a double-walled insulating box is advantageous for insulation. The powder's insulating efficacy is attributable to surface effects.

A quantitative method is proposed with which it is possible to objectively compare insulations and their properties. The transfer function is indicative of the insulating capacity of the system within the specified frequency range. This method has been demonstrated to be particularly effective in the recognition of changes in temperature, that are the hallmark of diminished temperature stability.

Another approach is to create a buffer system for heat, which is realised by the use of phase change materials. Experiments have shown that the heat input undergoes a significant delay due to the presence of phase change material. Concurrently, rapid fluctuations in temperature are effectively insulated. However, it was also demonstrated that the implementation of phase change material was unable to offer better insulation in the long term when compared with the only use of double-walled insulation components. This is attributable to the heat absorption inherent to the melting process. In order to leverage the advantageous properties of phase change materials in subsequent applications, it is essential to establish a method for measuring the state using sensors. It has been demonstrated that it is feasible to draw conclusions regarding the state, by using capacitive measurements.

Zusammenfassung

Quasi alle Stoffeigenschaften sind temperaturabhängig. Das führt dazu, dass die Temperatur eine der am häufigsten bestimmten Messgrößen ist und ihr in der Metrologie besondere Aufmerksamkeit gilt. Instabile Temperaturbedingungen führen zu erhöhten Messunsicherheiten bei der Bestimmung von temperaturabhängigen Messgrößen. Auch in der Industrie können thermische Effekte zu Problemen wie Ausschuss aufgrund von mangelnder Maßhaltigkeit führen, wenn die thermische Ausdehnung von gefertigten Komponenten nicht korrekt berücksichtigt wurde. Die thermische Stabilität der Umgebung eines Messobjektes wird daher auch in Zukunft ihre besondere Wichtigkeit für die industrielle Qualitätssicherung behalten. Vor allem vor dem Hintergrund, dass die Metrologie die Grenzen des Messbaren immer mehr ausschöpft, stellen die Anforderungen an stabile Temperaturbedingungen eine immer größere Herausforderung dar.

In der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt wurde deshalb eine Bedarfsanalyse durchgeführt, die die Anforderungen und aktuellen Herausforderungen thermischer Systeme im Bereich der Metrologie zusammenfasst. Als eines der am häufigsten auftretenden Probleme wurden dabei Wärmequellen in den Versuchen identifiziert, die aber nicht entfernt werden können, weil sie zur Funktion des Versuches essentiell notwendig sind. Basierend auf diesem und weiteren Ergebnissen aus der Umfrage wurde entschieden, additiv im Pulverbettverfahren gefertigte doppelwandige Bauteile zu untersuchen, um den Einfluss von Wärmequellen auf den Gesamtversuchsaufbau zu reduzieren. Die Bauteile wurden experimentell erprobt und die Isolationseigenschaften miteinander verglichen. Dabei konnte ermittelt werden, dass es der Isolierung zuträglich ist, wenn in einem doppelwandig gefertigten Bauteil das Pulver im Zwischenraum belassen wird. Die gute Isolationswirkung des Pulvers ist dabei auf Oberflächeneffekte zurückzuführen.

Es wird eine quantitative Methode vorgeschlagen mit der es möglich ist, Isolierungen und ihre Eigenschaften objektiv miteinander zu vergleichen. Die Systemfunktion beschreibt die Isolierfähigkeit des Systems im Frequenzbereich. Insbesondere Temperaturschwankungen, die ein Kennzeichen einer schlechteren Temperaturstabilität sind, können hiermit sehr gut erkannt werden.

Ein weiterer Ansatz ist es, ein Puffersystem für Wärme zu schaffen, welches mithilfe von Phasenwechselmaterialien realisiert wird. Hier konnte experimentell gezeigt werden, dass der Wärmeeintrag durch das Phasenwechselmaterial verzögert wird und gleichzeitig schnelle Schwankungen in der Temperatur isoliert werden. Es zeigte sich aber auch, dass die Anwendung des Phasenwechselmaterials auf langen Zeitskalen keine bessere Isolation bieten konnte als die doppelwandigen Isolationsbauteile allein, da die Wärmeaufnahme durch den Schmelzprozess limitiert ist. Um die vorteilhaften Eigenschaften von Phasenwechselmaterialien in späteren Anwendungen nutzen zu können muss der Zustand mit Sensoren messbar sein. Es konnte gezeigt werden, dass es mit kapazitiven Messungen möglich ist Rückschlüsse auf den Zustand zu ziehen.

Inhaltsverzeichnis

Danksagung	iii
Abstract	v
Zusammenfassung	vii
Abbildungsverzeichnis	xiii
Tabellenverzeichnis	xvii
1 Einleitung	1
2 Physikalische Grundlagen	7
2.1 Was ist Temperatur?	7
2.2 Temperaturmessung	8
2.3 Wärmelehre	11
2.3.1 Grundbegriffe	11
2.3.2 Wärmetransport	13
2.3.3 Wärmespeicher	15
3 Bedarfsanalyse	17
3.1 Konzeption	17
3.1.1 Vorabbefragung	18
3.1.2 Fragebogen-Design	19
3.1.3 Der Fragebogen	21
3.2 Auswertung	32
3.3 Zusammenfassung der Erkenntnisse	40
4 Additiv gefertigte Isolationsbauteile	43
4.1 Additive Fertigung	43
4.1.1 Fertigungsverfahren	44
4.1.2 Vorteile der additiven Fertigung	45
4.2 Konstruktion und Fertigung von Isolationsboxen	46
4.2.1 Geometrische Anforderungen	46
4.2.2 Fertigung von Isolationsboxen im Pulverbettverfahren	47
4.2.3 Einfluss des Pulvers auf die Fertigungsqualität	49
4.2.4 Oberfläche, Fehlstellen und Gewicht der additiv gefertigten Bauteile	51

4.3	Versuchsaufbau	52
4.4	Durchführung	60
4.5	Ergebnisse	61
4.5.1	Referenz ohne Isolation	61
4.5.2	AlSi10Mg	63
4.5.3	Polyamid	64
4.6	Fazit Isolationsboxen	68
4.7	Konstruktionskatalog	69
4.8	Anwendungsfall in der Praxis	70
5	Systemfunktion	77
5.1	Mathematische Beschreibung	77
5.2	Auswertung der Messdaten mithilfe der Systemfunktion	78
5.2.1	Probleme durch die Fourier-Transformation	78
5.2.2	Wahl der Fensterfunktion	79
5.2.3	Mittelung und Quotient	81
5.2.4	Einfluss des Heizelementes: Zweipunkt- und PID-Regler	81
5.3	Ergebnisse	85
5.3.1	Interpretation der Systemfunktion	85
5.3.2	Aluminium - AlSi10Mg	86
5.3.3	Polyamid - PA2200	88
5.4	Zwischenfazit Systemfunktion	90
5.5	Modellentwicklung	91
5.5.1	Grundlagen der Modellierung	91
5.5.2	Rauschverhalten	95
5.5.3	Vergleich mit Messdaten	97
5.5.4	Fazit zur Modellentwicklung	98
6	Phasenwechselmaterial	101
6.1	Funktionsprinzip	101
6.2	Temperaturverhalten mit Phasenwechselmaterial	103
6.3	Systemfunktion für Phasenwechselmaterial	106
6.4	Aktualisierter Konstruktionskatalog	108
6.5	Kapazitive Messung des PCM	108
6.5.1	Auslegung des Kondensators	111
6.5.2	Fertigung der Kondensatorplatten	112
6.5.3	Bestimmung der relativen Permittivität	112
6.5.4	Alternative - Widerstand abhängig von der Temperatur	117
6.5.5	Fazit Kapazitive Messung des PCM	121
6.6	Fazit Phasenwechselmaterial	122
7	Zusammenfassung und Ausblick	123

Literatur **129**

Abbildungsverzeichnis

3.1	Abteilungszugehörigkeit der Teilnehmer der Umfrage.	33
3.2	Der Temperaturbereich in dem der jeweilige Versuch durchgeführt wird.	33
3.3	Die Umgebungsbedingungen in denen der jeweilige Versuch durchgeführt wird.	33
3.4	Anteil der schwingungsempfindlichen Versuche.	35
3.5	Zeitliche Dauer einer einzelnen Messung.	35
3.6	Zeitliche Dauer einer Gesamtmessung, bestehend aus mehreren Einzelmessungen.	35
3.7	Anteile von fest verbauten Wärmequellen in den Versuchen.	36
3.8	Häufigkeiten der Messunsicherheit der Temperatur.	37
3.9	Häufigkeiten der Stabilität der Temperatur. Aktuelle Stabilität in mittelblau. Gewünschte, zukünftige Stabilität in dunkelblau.	37
3.10	Art der Temperaturregelung, die aktuell in den Versuchen verwendet wird.	39
3.11	Aktuell verwendete Methode für die Temperaturregelung.	39
3.12	Der größte Optimierungsbedarf nach Selbsteinschätzung der Befragten.	39
4.1	Schnittansicht der doppelwandigen Isolationsbox im Modell.	47
4.2	Blick in das Innere einer Isolationsbox aus Polyamid. Im hinteren Bereich ist die Stützstruktur zu sehen, die aus Gründen der Fertigbarkeit in das Modell eingefügt werden musste.	48
4.3	Gedruckte Isolationsbox aus Aluminium. Links: geschlossen mit Blick auf die Kabeldurchführung. Rechts: Geöffnet mit Blick auf den Übergang zwischen Deckel und Boden.	48
4.4	Ergebnis der Lunkeranalyse eines Würfels mit 10 mm Kantenlänge gefertigt aus Polyamid. Links: Gesamtansicht des Probekörpers. Rechts: Ausschnitt einer Ebene des Würfels mit den in dieser Ebene vorhandenen Fehlstellen.	51
4.5	CAD-Modell der Experimentierkammer. Links: mit Styrodurisolierung und Flanschen. Rechts: ohne Isolierung mit dem Blick in die Kammer auf die Bohrungen in der Bodenplatte.	53
4.6	CAD-Modell einer Bohrung in der Bodenplatte der Experimentierkammer.	54
4.7	CAD-Modell einer Bohrung in der Bodenplatte der Experimentierkammer.	55
4.8	Platzierung der Temperatursensoren in der Experimentierkammer. In der Mitte der Kammer ist eine Isolationsbox zu sehen, in der sich noch ein weiterer Temperatursensor befindet. Nicht abgebildet ist ein achter Sensor, der die Raumtemperatur misst. Das Heizelement befindet sich in weißen Isolationsbox, die in der Mitte der Abbildung zu finden ist.	56
4.9	Kupferblock mit Bohrungen in denen Temperaturmessspitzen platziert sind.	57

4.10	Temperaturverläufe für die zu kalibrierenden Temperatursensoren im Kupferblock. Für die erste Konfiguration (links) wurden die Sensoren 1&5, 2&6, 3&7, sowie 4&8 in einer Bohrung kombiniert. In der zweiten Konfiguration (rechts) wurden die Sensoren 1&2, 3&4, 5&6, sowie 7&8 in einer Bohrung kombiniert.	57
4.11	Temperaturverläufe für die zu kalibrierenden Temperatursensoren im Kupferblock. Zu sehen ist ein Tauschen der Steckplätze der Messspitzen im Interface. Getauscht wurden Sensor 1&5 (oben links), Sensor 2&6 (oben rechts), Sensor 3&7 (unten links) und Sensor 4&8 (unten rechts).	59
4.12	Temperaturverlauf für die Versuchsdurchführung mit PID Regler und ohne Isolationsbox.	61
4.13	Temperaturverlauf für die Versuchsdurchführung ohne Isolationsbox.	62
4.14	Temperaturverläufe für die Isolationsboxen aus Aluminium. Links: mit leerem Zwischenraum. Rechts: mit Pulver im Zwischenraum.	63
4.15	Temperaturverläufe für die Isolationsboxen aus Polyamid. Links: mit leerem Zwischenraum. Rechts: mit Pulver im Zwischenraum.	65
4.16	Temperaturverlauf für eine Isolationsbox aus Polyamid mit voll gedrucktem Zwischenraum.	66
4.17	Temperaturverläufe für die Polystyrolboxen in verschiedenen Materialstärken. Links: Temperaturverlauf für eine Wandstärke von 5 mm. Rechts: Temperaturverlauf für eine Wandstärke von 10 mm.	67
4.18	Temperaturverläufe für die Polystyrolboxen in verschiedenen Materialstärken kombiniert mit der Polyamidbox mit pulvergefülltem Zwischenraum. Links: Temperaturverlauf für eine Wandstärke von 5 mm. Rechts: Temperaturverlauf für eine Wandstärke von 10 mm.	68
4.19	Referenzwiderstände in ihren provisorischen Abschirmungen.	71
4.20	Konstruktionszeichnung und Schnittbild der geplanten Isolationsbox.	73
4.21	Platzierung der Temperatursensoren zur Untersuchung der Isolierfähigkeit der Isolationsbox. Links: fünf Sensoren in unterschiedlichen Höhen innen in der Isolierbox. Rechts: vier Sensoren in der Nähe, aber außerhalb der Isolationsbox.	73
4.22	Temperaturverlauf in der Nähe der Isolationsbox für die Referenzwiderstände in rot und innenliegende Temperatursensoren in blau.	73
5.1	Nicht normierte Systemfunktionen bei der Verwendung verschiedener Fensterfunktionen für den Temperaturverlauf des Referenztemperaturverlaufes ohne Isolationsbox im Vergleich. In blau sind die einzelnen Systemfunktionen der Sensoren gezeigt und in rot eine Mittelung über die sechs Sensoren.	80
5.2	Systemfunktionen bei der Verwendung verschiedener Fensterfunktionen für den Temperaturverlauf der voll gedruckten Polyamidbox im Vergleich.	82
5.3	Referenz-Temperaturverlauf in Frequenzdarstellung mit Zweipunkt-Temperaturregler (links) gegenüber der Frequenzdarstellung mit PID-Regler (rechts).	84

5.4	Temperaturverlauf des Heizelementes mit Zweipunkt-Temperaturregler (links) im Vergleich zum PID-Regler (rechts).	84
5.5	Direkter Vergleich der normierten Systemfunktion einer beispielhaften Systemfunktion erstellt mit dem Zweipunkt-Temperaturregler (links) gegenüber dem PID-Regler (rechts).	86
5.6	Systemfunktion für die Aluminiumbox mit leerem Zwischenraum.	87
5.7	Systemfunktion für die Aluminiumbox mit Pulver im Zwischenraum.	87
5.8	Systemfunktion für die Polyamidbox mit leerem Zwischenraum.	89
5.9	Systemfunktion für die Polyamidbox mit Pulver im Zwischenraum.	89
5.10	Systemfunktion für eine Polyamidbox mit in Vollmaterial gedruckten Wänden.	90
5.11	Simulierter Verlauf für die Temperatur in der Experimentierkammer ohne Isolationsbox (schwarz) und mit einer voll gedruckten Polyamidisolationsbox (rot) im Vergleich. Die Darstellung zeigt jeweils den Temperaturverlauf der letzten Luftschicht des Modells.	94
5.12	Links: Aus den Modelldaten generierte Systemfunktion. Rechts: Dieselbe Systemfunktion in der Skala der Messdaten.	95
5.13	Aus den Modelldaten für die voll gedruckte Polyamidbox generierte Systemfunktion für verschiedene Abtastraten. Links: Abtastrate 1 s. Mitte: Abtastrate 4 s. Rechts: Abtastrate 10 s.	95
5.14	Vergleich der echten Systemfunktion mit der aus den Modelldaten generierte Systemfunktion. Links: Dargestellung in der Skalierung der Messdaten. Mitte: Darstellung in der Frequenz verschoben. Die Verschiebung ist mit einer veränderten Wahl der Abtastrate im Modell gleichzusetzen. Rechts: Gänzliche neu skalierte Systemfunktion aus Modelldaten.	97
6.1	Analyse des Phasenwechselmaterials Rubitherm RT21HC mittels Gaschromatographie und Massenspektrometrie. Das Ofenprogramm startet bei einer Temperatur von 80 °C (1 min) und endete bei 300 °C mit einer Heizrate von 15 °C/min. Die Probe wurde mit einer Analyse eines bekannten Gemisches aus Tetradekan, Pentadekan, und Hexadekan verglichen.	104
6.2	Temperaturverlauf für die Aluminiumbox mit Phasenwechselmaterial im Zwischenraum.	105
6.3	Temperaturverlauf für die Polyamidbox mit Phasenwechselmaterial im Zwischenraum.	106
6.4	Systemfunktion für die Isolierbox aus Aluminium gefüllt mit PCM verglichen mit den Systemfunktionen für die pulvergefüllte Box und die Box mit leerem Zwischenraum.	107
6.5	Systemfunktion für die Isolierbox aus Polyamid gefüllt mit PCM verglichen mit den Systemfunktionen für die pulvergefüllte Box und die Box mit leerem Zwischenraum.	108
6.6	Modelldarstellung des Kondensators.	113

6.8	PCM: Kapazität über der Temperatur für den Kondensator gefüllt mit PCM. . .	115
6.9	fig:H2O-Kondensator	116
6.10	Kapazität über der Temperatur für den Kondensator gefüllt mit Wasser.	117
6.11	Widerstand über der Temperatur für den Kondensator gefüllt mit PCM.	119
6.12	Widerstand über der Temperatur für den Kondensator in Wasser.	120
6.13	Widerstand über der Temperatur für den Kondensator in destilliertem Wasser. .	120

Tabellenverzeichnis

4.1	Gewicht der Isolationsboxen aus Aluminium und Polyamid mit und ohne Pulver im Zwischenraum und das sich daraus ergebende Gewicht des eingeschlossenen Pulvers.	52
4.2	Konstruktionskatalog in dem die Eigenschaften der additiv gefertigten Isolationsboxen zusammengefasst und miteinander verglichen werden.	71
6.1	Aktualisierter Konstruktionskatalog in dem die Eigenschaften der additiv gefertigten Isolationsboxen zusammengefasst und miteinander verglichen werden, ergänzt um die Erkenntnisse mit einem Phasenwechselmaterial.	109
6.2	Erwartete Kapazität des Kondensators für verschiedene Annahmen des Dielektrikums und der Kondensatorfläche.	112

1 Einleitung

Nahezu alle Stoffeigenschaften, seien sie mechanischer, elektrischer oder magnetischer Natur, sind temperaturabhängig. Und so ist es nicht verwunderlich, dass der Temperatur in der Betrachtung der Messunsicherheiten schon früh ein besonderer Stellenwert galt, denn bereits 1967 traf E. Engelhardt in einer Umfrage zu thermischen Effekten eine Aussage über temperaturbedingte Probleme, die noch immer Gültigkeit besitzt. So stellte er zu diesem Zeitpunkt fest, dass Probleme ausgelöst durch die Temperatur der limitierende Faktor in der absoluten Bestimmung der Länge seien (Bryan, J. und McClure, E. 1967). Drei Jahrzehnte später war diese Aussage nach wie vor aktuell, sodass Bryan (1990) selbst auf seine eigene Umfrage Bezug nahm. Und auch zum heutigen Zeitpunkt besitzt diese Aussage noch Gültigkeit. Dass die Temperatur eine der wichtigsten physikalisch-technischen Messgrößen ist, zeigt auch die Schätzung, dass 30 bis 50% aller Messstellen in der Industrie Temperaturmessstellen sind (Bernhard 2014). Die Temperatur wird wahrscheinlich auch in Zukunft immer einer der wichtigsten Parameter in der Metrologie sein, insbesondere wenn es darum geht, die Messunsicherheiten in immer kleinere Größenordnungen zu bringen. Umso wichtiger ist es, möglichst viel über die Möglichkeiten der thermischen Stabilisierung eines Gesamtsystems zu erfahren und durch die gewonnenen Erkenntnisse die Temperaturstabilität zu verbessern.

Aber nicht nur in Metrologie und Wissenschaft im Allgemeinen, sondern auch in der Industrie hat die Temperatur einen entscheidenden Einfluss auf die Fertigungsergebnisse. In der maschinellen Fertigung hat die Temperatur einen sehr großen Anteil an der Qualität des Fertigungsergebnisses (Brecher et al. 2019; Bryan 1990). So können bis zu 75% der geometrischen Abweichungen eines Werkstücks auf die Temperatur zurückgeführt werden (Mayr et al. 2012). Insbesondere schnelle Produktionszeiten sind dabei kritisch hinsichtlich der Maßhaltigkeit der Bauteile zu sehen, da hier die Fehler in der räumlichen Variation der Temperatur gegenüber dem thermischen Drift über der Zeit überwiegen. Schnelle Fertigungszeiten haben daher einen besonders negativen Einfluss auf das Fertigungsergebnis (Brecher et al. 2019). In Maschinen sind es dabei mehrere Einflussgrößen, die die thermische Stabilität beeinflussen. Die Wärme, die der Prozess mit sich bringt, die Wärme der Maschine, die Wärme des Kühlkreislaufes, die Wärme des Raumes und die Wärme von Menschen im Raum (Bryan 1990). In Modellen in denen die thermischen Fehler bedingt durch die instabile Umgebungstemperatur berechnet werden sollen basiert die Berechnung der Wärmeverteilung größtenteils auf den Abmessungen der Komponenten der Maschine. Die daraus entstehende Funktion der thermischen Fehler kann zur Analyse der Zeit- und Frequenzkonstante des Gesamtsystems verwendet werden. Im Vergleich zu den wirklich gemessenen Daten der Temperatur werden die Parameter identifiziert und können im

Anschluss zur Korrektur auf das System angewandt werden (Zhang, Gao und Yan 2017). Die Wichtigkeit dieses Themas in der industriellen Fertigung zeigt auch das EU-Projekt EMPRESS, in dem es darum ging, die Prozesskontrolle zu verbessern, indem die Temperaturmessung optimiert wird (Pearce et al. 2017). Dieses Projekt war primär auf die Luftfahrt ausgerichtet bei der Gasturbinen effizient arbeiten sollen und gleichzeitig das Gewicht der Bauteile reduziert werden soll. Hierfür wurden für temperatursensitive Umformprozesse neuartige Legierungen entwickelt. Der Ansatz hier war es, die Temperaturmessung möglichst gut zur internationalen Temperaturskala rückgeführt zu machen, um möglichst geringe Messunsicherheiten zu erlangen und damit eine gute Reproduzierbarkeit durch Kontrolle der Fertigungsprozesse zu erreichen.

Thermische Effekte in Versuchsaufbauten können reduziert werden indem mehrere Probleme adressiert werden. Zum einen die Kontrolle und das Minimieren des Wärmeflusses innerhalb des Einflussbereiches der Experimente, dann die Optimierung des Designs des Aufbaus hinsichtlich der Anfälligkeit für Wärmeeinträge, die Modellierung des Aufbaus und dadurch möglich gemacht, die Gegenrechnung der Temperaturfehler (Ruijl, Theo 2011). Doch bevor eine Temperaturregelung oder die Korrektur von gemessenen Temperaturen in Betracht gezogen wird, sollte zuerst immer die Ursache des Problems, sofern möglich, gelöst werden und damit eine Optimierung des Designs des Versuchs angestrebt werden (Bryan 1990).

Nach wie vor werden daher Materialien zur Isolation erprobt, miteinander verglichen (Khairulmaini et al. 2020) und neue Materialien zur Isolation entwickelt. Die Neuentwicklung von Materialien zur Isolation betrifft beispielsweise sogenannte Superisolatoren, die als Materialien mit einer Wärmeleitfähigkeit von unter $20 \frac{\text{mW}}{\text{m}\cdot\text{K}}$ charakterisiert werden. Unter extremen Bedingungen können zum Beispiel keramische Aerogele als Superisolatoren verwendet werden (X. Xu et al. 2019). Eine Anwendung dessen wurde in der Hülle eines Zugwaggons erprobt. Der thermische Widerstand ist zwei bis viermal besser gegenüber konventionellen Isolationsmaterialien bei derselben Dicke (Wernery et al. 2021). Negativ benannt wurde allerdings der Preis der Materialien, der, wenn Wirtschaftlichkeit wichtig ist, den Ausschlag geben kann weiterhin konventionelle Materialien zu verwenden.

Auch in der Industrie wurden Simulationen verwendet und experimentell validiert, die die Verbesserung von thermischem Design betreffen. Im speziellen Anwendungsfall um die geometrischen Veränderungen durch thermische Einflüsse in einer Schleifmaschine gering zu halten. Die Methode funktioniert auch, obwohl essentielle Teile der Maschine neben Wärmequellen positioniert sind. In der Simulation wird die Wärmeverteilung in der Maschine über alle Verbindungsstellen hinweg modelliert. Die Simulation zeigte auf, dass es möglich sei, 9% Verbesserung gegenüber einer thermisch nicht stabilisierten Maschine zu erreichen und die Realisierung zeigte final weniger als 10% Abweichung zur Simulation. (Sun et al. 2017) Auch der mehrschichtige Aufbau von Isolationsschichten ineinander ist ein möglicher Ansatz um Temperaturstabilität zu erreichen, insbesondere sofern keine aktive Temperaturregelung verwendet werden kann. Hier konnte mit einer Schachtelung von drei Schichten von Isolationen ineinander eine Temperaturstabilität von 0,01 K erreicht werden (Z. Xu et al. 2018).

Wenn die Temperaturstabilität konstruktiv nicht weiter verbessert werden kann, können dynamische Modelle eingesetzt werden um temperatursensitive Prozesse noch während der Messung zu korrigieren. Dazu werden die Temperaturen an mehreren Stellen im Versuch gemessen, um Modelle zu bilden. Auf diese Art wird das Temperaturverhalten der Temperaturverteilung im gesamten Gerät bestimmt, was insbesondere für hochpräzise Messgeräte von Bedeutung ist. Aus diesen Daten wird ein Modell erstellt, welches zur dynamischen Korrektur des Messinstrumentes angewandt wird. Im Fall von T. Fröhlich und Jäger (2000) konnte die bereits vorhandene statische Korrektur der untersuchten Waage durch die implementierte dynamische Korrektur deutlich verbessert werden. Dazu war es notwendig, nicht nur die Temperatur zu überwachen, sondern auch die Luftfeuchte. Aktive Temperaturregelung ist typischerweise nicht einfach umzusetzen. Ein Volumen besitzt drei Dimensionen, die Zeit kommt als vierte Dimension hinzu und diese müssen auch im Einklang untereinander kontrolliert werden. Außerdem wird primär an der Stelle die Temperaturregelung greifen, an der der Temperatursensor selbst sitzt. Meistens soll das Innere eines Objektes thermisch kontrolliert oder stabilisiert werden. Dieses Innere zu messen ist meist nicht realisierbar. Daher wird jede Messung, die zur Temperaturkontrolle verwendet wird, eine fehlerbehaftete Abschätzung der wahren Temperatur im Inneren sein (Tapping 1998). Eine besondere Herausforderung bei der Temperaturmessung ist, dass die Temperaturregelung das Wissen über die momentane Temperatur in hoher Genauigkeit und geringer Verzögerung voraussetzt.

Ein wichtiger Anwendungsfall für aktive Temperaturregelung in der Metrologie findet sich bei frequenzstabilisierten Lasern. Die Wellenlänge des Lasers wird dabei hauptsächlich von der Länge des Laserresonators bestimmt, variiert aber durch die Temperaturabhängigkeit des Gehäuses auch mit der Temperatur. Aufgrund dessen wird bei Laser oft nicht primär die Frequenz, sondern die Temperatur stabil gehalten. Dafür wird meist eine aktive Kühlung verwendet. Im Fall der von Shirvani-Mahdavi und Narges (2016) beschrieben wird, werden Peltierelemente verwendet, die einen Aluminiumblock temperieren. Außerdem wird der Laser mit zwei thermischen und einer akustischen Hülle von seiner Umgebung isoliert.

Im Falle von Präzisionsmessgeräten konnte gezeigt werden, dass es möglich ist, die gesamte thermische Masse des Versuchsaufbaus durch Dummy-Objekte mit einer jeweils eigenen Temperatur und eigenen thermischen Eigenschaften in einer FEM-Simulation zu berechnen. An einzelnen Dummy-Elementen wurden Temperatursensoren angebracht deren simulierte Temperaturen gut mit den im Experiment gemessenen Temperaturen übereinstimmten (Weis und Augustin 2008). Dieses Modell kann wiederum verwendet werden um die aktive Temperaturregelung mit einer Datengrundlage zu stützen. Liang et al. (2015) beschreibt wie dies in einem Primärthermometer eingesetzt wird, indem eine komplexe Gegenrechnung von temperaturbedingten Fehlern umgesetzt wurde. Hier wird allerdings auch angemerkt, dass es besser wäre, direkt stabilere thermische Bedingungen während der Versuchsdurchführung zu schaffen, sodass der Aufwand der Korrekturrechnung minimiert wird oder sogar entfällt.

Die Anwendungsfälle und Anforderungen an Temperaturstabilität werden mit der Zeit eher noch aufwändiger als sie es zum jetzigen Zeitpunkt sind. Die Herangehensweisen sind dabei vielfältig und müssen in den meisten Fällen auch miteinander kombiniert werden um ein Problem bestmöglich zu lösen. Diese Arbeit soll den Blick auf die Anforderungen für thermische Systeme lenken und das im Sinne des Designs und der Konstruktion von Versuchsaufbauten. Dabei sollen Ideen und Lösungen entwickelt und erprobt werden wie die Temperaturstabilität verbessert werden kann.

Diese Arbeit ist im Fachbereich „Wissenschaftlicher Gerätebau“, genauer genommen in der Arbeitsgruppe „Konstruktion“, der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) entstanden. Die PTB ist das nationale Metrologieinstitut der Bundesrepublik Deutschland, in dem das präzise und rückführbare Messen für Industrie und Wissenschaft sichergestellt und stetig weiterentwickelt wird. Der Wissenschaftliche Gerätebau in der PTB tritt dabei als Generaldienstleister auf, der die Fachabteilungen mit der Konstruktion und Fertigung neuer Versuchsaufbauten unterstützt. Für sich immer weiter entwickelnde Messungen auf kleiner werdenden Skalen wird der Wissenschaftliche Gerätebau und die Arbeitsgruppe Konstruktion daher in Zukunft vermehrt mit den Herausforderungen von Temperaturstabilität konfrontiert werden. Es wurde im Rahmen dieser Arbeit eine Umfrage innerhalb der PTB durchgeführt, um zu klären welche aktuellen Herausforderungen in den Fachbereichen bestehen und wie sich diese in der kommenden Zeit vermutlich verändern werden. Die (Neu)Entwicklungen und Ideen für Temperaturstabilität und Isolierungen sollten genau diesen Problemen gerecht werden, die derzeit im metrologischen Umfeld vorliegen. Grundbegriffe die zu der Klärung dieser Fragestellung benötigt werden, sollen zunächst in Kapitel 2 thematisiert werden.

Die Umfrage soll als ein Schwerpunktgeber dienen, wie im experimentellen Teil dieser Arbeit weiter verfahren wird. Klar ist jedoch, dass ein neuer Ansatz verfolgt werden soll, der die Isolation mithilfe von additiv gefertigten Bauteilen verfolgt. In Kapitel 3 wird zunächst die Bedarfsanalyse konzeptioniert, ausgeführt und ausgewertet. Dabei sollte geklärt werden, wie die Arbeitsgruppe Konstruktion in Zukunft unterstützen kann und welche Parameter dabei beachtet werden sollten. Dazu sind die primären Ziele der Umfrage zu klären, welche Stabilitäten der Temperatur aktuell bereits umgesetzt sind und welche Stabilitäten in Zukunft benötigt werden. Möglicherweise sind die Nutzer bereits mit der aktuellen Stabilität der Temperatur zufrieden, weshalb identifiziert werden sollte wie viel Handlungsbedarf intern besteht. Außerdem ist es interessant zu erfahren, welche Problemstellungen dabei bestehen und ob eine Art der Problemstellung in Versuchen besonders häufig anzutreffen ist. Weiterhin soll die Umfrage zwischen zwei Arten von Temperaturstabilität unterscheiden. Zum einen kann der Ansatz verfolgt werden eine ungefähre Temperatur zu erreichen, die aber am Ende möglichst stabil sein sollte. Der andere Ansatz ist es, eine ganz bestimmte absolute Temperatur erreichen zu wollen und diese bestmöglich zu stabilisieren. Ziel der Umfrage ist es hervorzubringen welche Art aktuell eher benötigt wird.

Die auf der Umfrage aufbauenden Experimente werden in Kapitel 4 vorgestellt. Hier werden verschiedene Isolierungen aus der additiven Fertigung in einem idealisierten Versuchsaufbau mit einer Wärmequelle experimentell untersucht. Dabei werden zwei verschiedene Materialien und

mehrere Druckkonfigurationen gegeneinander getestet. Die Funktion der aus den Experimenten favorisierten Materialkombination zur Isolation wird anhand eines konkreten Anwendungsfalls verifiziert.

Um die verschiedenen Isolationen besser objektiv miteinander vergleichen zu können wird in Kapitel 5 ein Konzept für eine Methode vorgestellt, wie die Daten mathematisch aufbereitet vergleichbar werden. Ein Ansatz diese Methode zu simulieren folgt im zweiten Teil dieses Kapitels.

Es wird eine Hypothese aufgestellt, Wärme in einer Art Pufferspeicher zwischen zu speichern. Eine vielversprechende Materialgruppe dafür sind Phasenwechselmaterialien. Wie diese Phasenwechselmaterialien in der Metrologie eingesetzt werden könnten, ist Inhalt von Kapitel 6. Der Einsatz von Phasenwechselmaterialien in Kombination mit den im vorherigen Kapitel vorgestellten Simulationsboxen wird in diesem Kapitel experimentell erprobt. Dies wird ergänzt durch Untersuchungen, die den Zweck haben den Zustand des PCM messbar zu machen.

Abschließend werden die Ergebnisse der Arbeit in Kapitel 7 zusammengefasst und ein Ausblick auf weitere Fragestellungen gegeben.

2 Physikalische Grundlagen

Um die in den folgenden Kapiteln erklärten Zusammenhänge und physikalischen Gesetzmäßigkeiten besser nachvollziehen zu können, wird an dieser Stelle auf die dafür benötigten Grundlagen eingegangen.

Diese beginnen mit der Definition der Temperatur als Messgröße und der Erklärung wie die Temperatur bestimmt werden kann. Anschließend folgt ein Exkurs in die Wärmelehre und der Erklärung dazu, aus welchen Gründen sich die Temperatur verändert. Es wird auf Wärmetransportmechanismen eingegangen und Wärmespeicher werden erklärt.

2.1 Was ist Temperatur?

Während der Revision des Internationalen Einheitensystems wurde die Temperatur am 20. Mai 2019 erstmals über eine Naturkonstante, die Boltzmannkonstante, definiert (Consultative Committee for Thermometry 2019). Dabei gilt

$$k_B = 1,380649 \cdot 10^{-23} \frac{\text{J}}{\text{K}}. \quad (2.1)$$

und die Temperatur hängt damit nur noch von den Basiseinheiten, die das Joule definieren ab. Diese sind das Kilogramm kg, das über das Plancksche Wirkungsquantum $h = 6,626070 \cdot 10^{-34} \text{Js}$ definiert ist, der Meter m, der über die Lichtgeschwindigkeit im Vakuum $c = 299792458 \frac{\text{m}}{\text{s}}$ definiert ist und die Sekunde, die über die Hyperfeinstrukturkonstante eines Cäsium-133 Atoms $\Delta\nu_{\text{Cs}} = 9192631770 \frac{1}{\text{s}}$ definiert ist. In Worten bedeutet die Boltzmann-Konstante, dass eine Temperaturänderung um ein Kelvin gleichbedeutend mit der Änderung der thermischen Energie eines Teilchens $k_B \cdot T$ um $1,380649 \cdot 10^{-23} \text{J}$ ist. Durch diese Definition sind mechanische und thermische Energie direkt gegenseitig darstellbar.

Nach dem international universellen Größensystem ISQ (International System of Quantities) ist die Temperatur, genauso wie die Masse oder Zeit, nach wie vor eine der Basisgrößen des SI-Einheitensystems, auch wenn es nach der neuen Definition nicht mehr unbedingt notwendig wäre in Basis- und abgeleitete Einheiten zu unterscheiden (Fellmuth und Gaiser 2020). Da sich die Einteilung der Temperaturskala allerdings vor allem in der Gesellschaft, gut etabliert hat und weiterhin mit der Definition der Standards der ISO/IEC 80000 zusammenpassen muss, kann auch das Konzept der Basis- und abgeleiteten Einheiten bestehen bleiben. Außerdem behält die Realisierung der Temperaturskala mit den bekannten Fixpunktzellen nach ITS-90 ihre Gültigkeit. Nach dieser entspricht die Temperatur des Tripelpunktes von Wasser 273,16 K, umgerechnet 0,01 °C (Fischer, Joachim 2019; Preston-Thomas 1990).

Eine bessere Vorstellung dessen was Temperatur ist, liefert eine andere Darstellung der Temperatur. Hier liefert besonders die kinetische Gastheorie für ideale Gase eine anschauliche Erklärung, denn sie verknüpft die makroskopisch beobachtbare Temperatur mit den mikroskopischen Eigenschaften der Gasteilchen. Die kinetische Energie aller Teilchen lässt sich statistisch über die Maxwell'sche Geschwindigkeitsverteilung beschreiben. Abhängig von der Temperatur kann den Teilchen mit dieser Verteilung eine mittlere Geschwindigkeit zugeordnet werden. Der Mittelwert der kinetischen Energie ist also ein Maß für die Temperatur des Gases. Bildlich gesprochen: je langsamer die Teilchen sich bewegen, umso geringer ist die Temperatur des Gases. (C. Lüdecke und D. Lüdecke 2020)

Nach dieser Definition und Deutung der Temperatur wird im Folgenden darauf eingegangen wie die Temperatur gemessen werden kann und worauf hinsichtlich der Messunsicherheit der Temperatur zu achten ist.

2.2 Temperaturmessung

In einigen Anwendungen wird sich die Temperaturabhängigkeit von Materialeigenschaften zu Nutze gemacht. Die wichtigste Anwendung dessen sind Thermometer.

Am dichtesten an den Stoffeigenschaften und besonders der eben erwähnten Boltzmann-Konstante ist die Temperaturmessung mittels Primärthermometrie, wie in Fischer (2010) beschrieben. Primärthermometer sind absolute Thermometer, bei denen der Wert der Temperatur auf die Boltzmann-Konstante zurückgeführt wird, sodass diese niemals kalibriert werden müssen.

Beispiele hierfür sind das Johnson-Rausch Thermometer, das die Spannung des Widerstandsrauschens eines Metallwiderstandes misst. Das Johnson-Rauschen entsteht durch Dichteschwankungen durch die im Metallwiderstand schwingenden Elektronen. In der akustischen Gasthermometrie wird sich eine Verknüpfung der kinetischen Gastheorie mit der Hydrodynamik zu Nutze gemacht indem ein Zusammenhang zwischen der durchschnittlichen Molekülgeschwindigkeit und der Schallgeschwindigkeit eines akustischen Signales hergestellt wird, welche wiederum einer bestimmten Temperatur zugeordnet werden kann.

Diese Methoden sind aufgrund ihrer Komplexität für den Endanwender nicht umsetzbar. Deswegen werden Sekundärthermometer verwendet, die auf Temperaturen kalibriert werden, die wiederum mit Primärthermometern bestimmt wurden.

Die Methoden zur Temperaturmessung mittels Sekundärthermometrie und die Möglichkeiten des Sensormaterials sind vielfältig, sodass es für jeden Anwendungsfall neu zu entscheiden gilt, welcher Temperatursensor für die Problemstellung am besten geeignet ist. Grundsätzlich spielen bei der Auswahl des richtigen Thermometers beispielsweise der Temperaturbereich, die erwartete Maximaltemperatur, die Heizrate, die Messunsicherheit, Ansprechzeit, Empfindlichkeit und Stabilität des Sensors, die Sicherheit, die Messumgebung und die Art der Kontaktierung neben noch weiteren Faktoren eine Rolle.

Grundsätzlich gibt es drei Möglichkeiten wie Temperatur gemessen werden kann. **Invasiv**, wobei das Thermometer in direktem Kontakt mit dem Objekt steht, **semi-invasiv** wobei das zu messende Objekt mit einer Art Indikator oberflächlich beschichtet wird, um Aussagen über die Temperatur treffen zu können und **nicht-invasiv** wobei das zu untersuchende Objekt mit dem Thermometer nicht in Kontakt steht, sodass die Temperatur aus der Entfernung gemessen wird (Childs, Greenwood und Long 2000).

Die bekanntesten Vertreter der invasiven Thermometer sind Ausdehnungsthermometer, die früher oftmals mit Quecksilber gefüllt waren. Semi-invasive Thermometer können beispielsweise Beschichtungen sein, die mit der sich verändernden Temperatur ihre Farbe verändern. Und die bekannteste Anwendung von nicht-invasiven Thermometern sind Infrarot-Thermometer. Diese detektieren die von einem Körper emittierte Strahlung im infraroten Bereich.

Die in technischen Anwendungen am weitesten verbreitete Methode der Temperaturmessung ist die elektrische Temperaturmessung mit Widerstandsthermometern und Thermoelementen. Das Messprinzip ist für das Widerstandsthermometer die Veränderung des elektrischen Widerstands mit der Temperatur. Platin-Widerstandsthermometer haben dabei die beste Genauigkeit und Langzeitstabilität und werden daher häufig in industriellen Anwendungen eingesetzt. Außerdem sind die Eigenschaften in der Herstellung der Thermometer gut reproduzierbar, sodass sie bei einem Defekt einfach austauschbar sind. Neben Platin-Widerstandsthermometern gibt es auch Nickel-Widerstandsthermometer, die vor allem kostengünstiger herstellbar sind. Der Temperaturbereich ist allerdings mit dem Schmelzpunkt des Nickel nach oben eingeschränkt, weshalb sie nur eine untergeordnete Rolle spielen. Thermoelemente basieren auf einer Ladungsverschiebung, die an der Grenzfläche zweier Metalle entsteht wenn ein Temperaturgefälle zwischen den beiden Metallen besteht. Gemessen wird dann die so genannte Thermospannung. Gegenüber Widerstandsthermometern können Thermoelemente deutlich höhere Temperaturen messen, haben aber eine geringere Messgenauigkeit und eine schlechtere Langzeitstabilität (Nau 2007). Obwohl sie für statische Messungen gut geeignet sind, eignen sich handelsübliche Thermoelemente und Widerstandsthermometer nicht so gut für die Messung von fließenden Medien, da sie eine hohe Antwortzeit haben, also verhältnismäßig lange brauchen, bis sie selbst die Temperatur des Mediums angenommen haben und korrekt messen. Anstelle dessen sollten optimalerweise Dünnschichtsensoren verwendet werden, die auch als Widerstandsthermometer ausgelegt werden können (Nabavi 2010).

Auch Thermometer werden nach wie vor weiter- oder sogar neu entwickelt. Hauptsächlich geht es dabei um die Verringerung von Messunsicherheiten, aber auch die Erschließung neuer Temperaturbereiche. Dies kann beispielsweise ermöglicht werden, in dem zusätzliche Messprinzipien erschlossen werden und auch andere physikalische Effekte zur Messung der Temperatur angewandt werden (Bernhard 2014). Auch Primärthermometer werden immer weiter entwickelt, wie am Gasthermometer zu sehen ist, das zu einem Breitband IR-Spektroskopiebasierten ro-vibrationalen Thermometer (bbSRVT) weiterentwickelt wird (Li, Werhahn und Ebert 2020).

Zuletzt muss bei der Auswahl und Anwendung von Temperatursensoren bekannt sein, dass nach dem 1. Hauptsatz der Thermodynamik auch die Temperatursensoren selbst einen Einfluss als Teil des Systems mit sich bringen. Und selbst kontaktlose Temperaturmessung ist nicht ohne Einbußen in der Präzision der Messungen möglich (Köhler, Thomy und Vollertsen 2016). Dazu kommt, dass die Thermometer selbst ihre Materialeigenschaften mit der Temperatur verändern (Augustin und Thomas Fröhlich 2019).

Nach Nau (2007) setzt sich die Gesamtmessunsicherheit der Temperaturmessung aus allen Anteilen zusammen, die an der Messung beteiligt sind. Dazu zählt neben der Auswertelektronik und dem Sensor selbst auch die Anzeige und alle Zuleitungen. Der Wärmeableitfehler des Thermometers entsteht dadurch, dass ein Wärmestrom im Sensor vorliegt, der zu einer Abkühlung oder Erwärmung und letztlich einem fehlerbehafteten Messsignal führt. Nach DIN EN 60 751 für Platin-Widerstandsthermometer (und DIN EN 60 584 für Thermolemente) gibt es Normkennlinien, die aber nur in Toleranzklassen eingehalten werden müssen. Die Auswertelektronik ist aber meist exakt auf die Normkennlinie eingestellt. Diese Abweichung führt zu einer Abweichung des Messsignals. Da der Sensor selbst immer erst die Temperatur des Messmediums annehmen muss bevor er korrekte Messergebnisse liefert, gibt es Messfehler durch nicht ausreichende Austemperierung. Diese werden stark von der Sensorgeometrie und den verwendeten Materialien beeinflusst. Besonders Widerstandsthermometer werden mit einem Messstrom betrieben, der dazu führt, dass sich der Sensor selbst erwärmt. Dies führt zu einem systematisch höheren Messsignal und somit zu einem Fehler durch Eigenerwärmung. Jeder Übergang von zwei Metallen zueinander im Messsystem führt unter Temperaturunterschied zu einer Thermospannung, genauso wie ein Thermolement. Diese Thermospannung führt zu einer Abweichung des Messsignals. Ist ein Isolationswiderstand zu gering kann eine unfreiwillige Parallelschaltung im Messsystem entstehen, die eine systematisch geringere Temperaturanzeige zur Folge hat. Der Leitungswiderstand ist davon abhängig wie der Temperatursensor angeschlossen ist. Insbesondere darf auch die Zuleitung nicht von Wärmequellen erwärmt werden, da dies zu einer Veränderung des Zuleitungswiderstandes führen kann. Für das Messsystem ist meist ein Wert für die einzuhaltende Spannung und Umgebungstemperatur angegeben. Wird davon abgewichen, entstehen Abweichungen im Messergebnis. Die Zuordnung von Temperaturen zum eigentlich nur messbaren Widerstand erfolgt mithilfe von Tabellen. Diese sind speicherplatzbedingt mit mehr oder weniger großer Stützstellendichte angegeben, weshalb dazwischen Linearisierungsfehler auftreten können. Der Eingangswiderstand der Auswertelektronik ist begrenzt, da das Ausgangssignal ansonsten nicht unbedingt stabil gehalten werden könnte. Dieser Fehler ist prozentual auf das Ausgangssignal aufzurechnen.

Diese Zusammenstellung zeigt, dass die Einflüsse auf das Messsystem und dessen Messunsicherheit vielfältig sind und die Temperaturmessung als solches sehr sensibel ist. Die Einflüsse sollten bei der Interpretation der Ergebnisse stets bedacht werden. Fraglich ist jedoch, wie groß der jeweilige Einfluss der Fehlerbeiträge im Einzelnen wirklich ist und ob sie alle für die Messunsicherheit im jeweils vorliegenden Fall eine entscheidende Rolle spielen.

2.3 Wärmelehre

Im vorherigen Abschnitt wurde erklärt wie die Temperatur gemessen werden kann und welche Messunsicherheiten dabei auftreten können. In diesem Abschnitt soll es darum gehen, welche Einflüsse zu einer Veränderung der Temperatur führen können. Im Besonderen soll es darum gehen wie eine Änderung der Zustandsgröße Temperatur durch die Prozessgröße Wärme zu verstehen ist.

2.3.1 Grundbegriffe

Ein System kann durch seine Zustandsgrößen beschrieben werden. Dies sind physikalische Größen, die zu einem bestimmten Zeitpunkt einen Wert annehmen. Dabei ist es für die Bestimmung der Zustandsgrößen nicht relevant über welchen Weg dieser Zustand erreicht wurde. Es kann zwischen einfachen und abgeleiteten Zustandsgrößen unterschieden werden. Einfache Zustandsgrößen, wie zum Beispiel die Temperatur T sind über die Änderung von Materialeigenschaften messbar. Abgeleitete Zustandsgrößen (z.B. die Wärmemenge) können nur indirekt über Messungen bestimmt werden. (Baehr und Kabelac 2016; C. Lüdecke und D. Lüdecke 2020)

Ein Zustand kann durch einen Prozess geändert werden. Dabei gibt es Energieformen, die nur während des Prozesses auftreten. Diese werden Prozessgrößen genannt. Nach Abschluss des Prozesses sind die Prozessgrößen nicht mehr vorhanden, sie können während des Prozesses aber die Zustandsgrößen eines Systems verändern. Beispiele hierfür sind die Arbeit W oder die Wärme Q .

Ein System kann weder Arbeit, noch Wärme enthalten, jedoch besitzt ein System durch seine enthaltene innere Energie U , mit der spezifischen Wärmekapazität c_p und seiner Masse m das Potential Arbeit zu verrichten oder Wärme freizusetzen. Beispielsweise kann durch die Änderung der inneren Energie gemäß

$$dU = c_p \cdot m \cdot dT \quad (2.2)$$

eine Temperaturdifferenz dT hervorgerufen werden (Hering, Ekbert et al. 2021). Im Gegensatz zu den Zustandsgrößen hängen die Prozessgrößen vom Weg ab über den sie zustande kamen, jedoch nicht von den Zustandsgrößen zu Beginn oder Ende des Prozesses. (C. Lüdecke und D. Lüdecke 2020)

0. Hauptsatz der Thermodynamik

Der sogenannte nullte Hauptsatz der Thermodynamik ist für die Messung der Temperatur besonders von Bedeutung und er trifft eine wichtige Aussage über das thermische Gleichgewicht. Nach diesem Hauptsatz befinden sich zwei thermische Systeme auch dann im thermischen Gleichgewicht, wenn sie beide nur über ein drittes System miteinander verbunden sind. Folglich ist auch die Temperatur in diesen drei Systemen überall die gleiche. (Baehr und Kabelac 2016; C. Lüdecke und D. Lüdecke 2020)

Für die Messung der Temperatur ist gerade diese Äquivalenz besonders wichtig, da nur so angenommen werden kann, dass ein Thermometer, das selbst ein thermisches System darstellt, dieselbe Temperatur wie das System besitzt mit dem es in Kontakt ist.

Gleichzeitig bedeutet der 0. Hauptsatz, dass, sofern ein Ungleichgewicht zwischen diesen verbundenen Systemen besteht, ein Wärmestrom wirkt, der das Gleichgewicht der Systeme wieder herstellt. Ein Thermometer, das sich zur Messung in einem thermischen System befindet, wird, da es bei Kontakt zu einem System immer einen Wärmestrom zur Folge haben wird, das System an sich stören und durch die Messung selbst einen Messfehler verursachen.

1. Hauptsatz der Thermodynamik

Der 1. Hauptsatz der Thermodynamik ist der Energieerhaltungssatz. Dieser sagt aus, dass die Energie in einem geschlossenen System immer konstant ist. Es gilt $\delta Q = 0$. Mit anderen Worten kann Energie weder erzeugt noch vernichtet, sondern lediglich umgewandelt werden. Wird die innere Energie U eines Systems betrachtet, so gilt für die Bilanzgleichung der inneren Energie

$$dU = \delta Q + \delta W \quad (2.3)$$

mit der Wärme Q und der Arbeit W . Die innere Energie eines isolierten Systems bleibt immer unverändert, da es weder Energie noch Materie mit der Umgebung austauschen kann. In einem geschlossenen System hingegen ist ein Energieaustausch möglich, aber kein Materieaustausch. Hier kann beispielsweise die innere Energie erhöht werden, indem dem System Wärme hinzugefügt oder Arbeit verrichtet wird. (Baehr und Kabelac 2016; Hering, Ekbert et al. 2021; C. Lüdecke und D. Lüdecke 2020; Weingärtner 2003)

Sofern ein System im thermischen Gleichgewicht ist, wird davon ausgegangen, dass sich die Energie der darin enthaltenen Teilchen (hauptsächlich kinetische und potentielle Energie) statistisch mit einer Häufigkeitsverteilung beschreiben lässt. Speziell beim idealen Gas ist die Temperatur nun ein Maß für den Erwartungswert der Energien der einzelnen Teilchen, da sich die Form dieser Häufigkeitsverteilung abhängig von der Temperatur beschreiben lässt. (Hering, Ekbert et al. 2021; C. Lüdecke und D. Lüdecke 2020)

Die Abhängigkeit in Gleichung 2.3 macht sich auch die neue Definition des Kelvin (siehe Gleichung 2.1) zu Nutze.

2. Hauptsatz der Thermodynamik

Nachdem der erste Hauptsatz die innere Energie abgeschlossener Systeme beschreibt, trifft der zweite Hauptsatz eine Aussage über die Entropie abgeschlossener Systeme. Aus den nach dem ersten Hauptsatz energetischen möglichen Vorgängen werden durch den zweiten Hauptsatz die spontan ablaufenden Vorgänge ermittelt.

Der zweite Hauptsatz der Thermodynamik führt die Entropie als Maß der Umkehrbarkeit von Zuständen eines Systems ein (C. Lüdecke und D. Lüdecke 2020). Für ein geschlossenes System

lässt sich die Entropiebilanz wie folgt aufstellen:

$$dS \geq \frac{\delta Q}{T} \quad (2.4)$$

Das bedeutet, dass die Entropie eines abgeschlossenen Systems, in dem $\delta Q = 0$ gilt, niemals abnimmt, sondern lediglich gleich bleiben (reversible Prozesse) oder zunehmen kann (irreversible Prozesse). Damit lässt sich gleichzeitig eine Aussage über die Freiwilligkeit von Prozessen treffen, denn wenn ein Vorgang irreversibel ist, läuft er immer in die Richtung ab, in die auch die Entropie zunimmt. Reversible Prozesse sind möglich, da sie die Entropie nicht erhöhen. Gleichzeitig können sie nicht spontan ablaufen. (Hering, Ekbert et al. 2021; C. Lüdecke und D. Lüdecke 2020)

Aus der Ungleichung $dS > \frac{\delta Q}{T}$ für irreversible Prozesse folgt gleichzeitig eine Aussage über die Wärmeübertragung. Es ist nicht möglich, mit einem freiwillig ablaufenden Prozess Wärme von einem Körper geringerer Temperatur auf einen Körper höherer Temperatur zu übertragen. (Baehr und Kabelac 2016)

2.3.2 Wärmetransport

Wie beim nullten Hauptsatz der Thermodynamik beschrieben, bedeutet ein thermisches Ungleichgewicht zwischen verbundenen Systemen, dass automatisch ein Wärmestrom wirkt, der das Gleichgewicht der Systeme wieder herstellt, da er dem Ungleichgewicht entgegen wirkt. Treibende Kraft bei einem Wärmetransport ist also immer eine Temperaturdifferenz ΔT .

Das thermische Verhalten eines Systems wird über folgende Gleichung bestimmt, die allen Berechnungen zur Wärmeübertragung zu Grunde liegt. Die Berechnung des übertragenen Wärmestroms an einer Grenzfläche A erfolgt über

$$Q = \alpha \cdot A \cdot (T_1 - T_2) \quad (2.5)$$

Der Wärmeübertragungskoeffizient α ist immer systemspezifisch, weshalb er für jedes Problem der Wärmeübertragung individuell bestimmt werden muss. Nur damit kann das thermische Verhalten des Systems mathematisch beschrieben werden. Der Wärmeleitkoeffizient ist dabei von vielen Parametern abhängig. Neben der Geometrie spielen verschiedene Faktoren für die drei Varianten der Wärmeübertragung eine Rolle. Die beteiligten Materialien/Stoffe für die Berechnung der Wärmeleitung, die Strömung und Zusammensetzung des Fluids das das Material umgibt und die Oberflächeneigenschaften für die Berechnung der Konvektion und die Berechnung der Wärmestrahlung für sich stehend. Währenddessen kann es notwendig sein je nach Problemstellung numerische Lösungen für Teilberechnungen zu nutzen und es müssen viele korrekte Annahmen für die Umgebungsparameter getroffen werden.

Um Probleme, die durch die Temperatur hervorgerufen werden, zu verstehen und beeinflussen zu können ist es nicht nur wichtig zu wissen wie Wärme entsteht, sondern auch wie sich

diese verhält. Daher wird im Folgenden darauf eingegangen über welche Mechanismen Wärme übertragen werden kann.

Wärmeleitung

Die Wärmeleitung ist immer an Materie gebunden, da hier Energie übertragen wird, indem Schwingungsenergien zwischen Molekülen bei direktem Kontakt übertragen werden. Sie erfolgt innerhalb eines Festkörpers gemäß des Wärmeübertragungskoeffizienten λ , der abhängig vom Material, aber auch von der Temperatur ist.

$$\dot{Q} = \frac{\lambda}{d} \cdot A \cdot \Delta T \quad (2.6)$$

Dabei ist d die Dicke der Schicht und A die Kontaktfläche, die zur Wärmeleitung beiträgt. (Hering, Ekbert et al. 2021; Sterner und Stadler 2017)

Konvektion

Bei strömenden Medien, die sich relativ zueinander bewegen, tritt ein konvektiver Wärmeübergang auf. So kann bei Fluiden (Flüssigkeiten oder Gasen) zusätzlich zur Wärmeleitung Konvektion auftreten. Diese beschreibt den Transport von Wärme durch frei bewegliche Teilchen, die ihre innere Energie während der Bewegung durch den Raum mit transportieren. Konvektion wird daher immer durch Strömungen beschrieben. (Hering, Ekbert et al. 2021) Es wird unterschieden zwischen erzwungener und freier Konvektion. Bei der erzwungenen Konvektion gibt es eine äußere treibende Kraft, die die Fluidbewegung erzwingt. Bei der freien Konvektion, zum Beispiel in geschlossenen Systemen, ist meist die Temperaturabhängigkeit der Dichte der Grund für die Teilchenbewegung und damit den Wärmetransport. (Sterner und Stadler 2017)

Wärmestrahlung

Gemäß der Schwarzkörperstrahlung strahlt jeder Körper der eine Temperatur besitzt zu jeder Zeit Wärme ab. Die Wärmestrahlung hängt dabei nur von der Temperatur, der Größe und der Struktur der abstrahlenden Oberfläche ab (Hering, Ekbert et al. 2021). Anders als für die Wärmeübertragung über Wärmeleitung und Konvektion wird für die Wärmestrahlung kein Medium benötigt. Mathematisch wird diese Strahlung durch das Stefan-Boltzmann-Gesetz

$$\dot{Q} = \epsilon \cdot \sigma \cdot A \cdot T^4 \quad (2.7)$$

beschrieben, das beschreibt wie viel Leistung ein Objekt bei einer bestimmten Temperatur T abstrahlt. Dabei ist ϵ der Emissionskoeffizient, der von der Oberfläche abhängt, $\sigma = 5,67 \cdot 10^{-8} \frac{\text{W}}{\text{m}^2\text{K}^4}$ die Stefan-Boltzmann-Konstante und A die Fläche mit der das Objekt abstrahlt. (Sterner und Stadler 2017)

2.3.3 Wärmespeicher

Wärme kann nicht nur transportiert, sondern auch durch einen Wärmespeicher für diverse Anwendungen nutzbar gemacht werden. Zumeist ist der Zweck, dass Wärme zu einem bestimmten Zeitpunkt im Speicher aufgenommen wird, um sie zu einem späteren Zeitpunkt wieder abzugeben. Durch die Definition der Prozessgrößen (Wärme tritt nur während einer Zustandsänderung auf) wird klar, dass ein Wärmespeicher streng genommen keine Energie enthalten kann. Vielmehr besitzt ein Wärmespeicher das thermodynamische Potential eine Wärmemenge zu übertragen. (ebd.)

Dabei kann die Wärme auf verschiedene Arten gespeichert werden. In einem **sensiblen Wärmespeicher** wird Wärme in Form von einer messbaren Temperaturerhöhung gespeichert. Wie gut das gewählte Material Wärme speichert, lässt sich an der spezifischen Wärmekapazität c_p feststellen. Je höher sie ist, umso mehr Wärme kann ein Körper speichern bis er eine bestimmte Temperatur T erreicht. Ein **thermochemischer Wärmespeicher** ist in der Lage, durch eine reversible chemische Reaktion Wärme durch die entstehenden Reaktionsprodukte zu speichern. Bei der Entladung gibt eine exotherme Reaktion der gespeicherten Produkte die Energie wieder frei. **Latentwärmespeicher** speichern Wärme, zusätzlich zur sensiblen Wärme, durch einen isothermen Phasenwechsel. Daher werden diese Materialien auch als Phasenwechselmaterialien bezeichnet. Aufgrund der latenten Speicherung der Wärme in ihrem Phasenwechsel haben sie sensiblen Wärmespeichern gegenüber zwei entscheidende Vorteile. Zum einen können sie bei kleinen Temperaturen wesentlich mehr Energie aufnehmen. Zum anderen ist die Temperatur des Latentwärmespeichers während der Energieaufnahme und -abgabe über lange Zeit konstant. (ebd.)

Die wichtigsten Eigenschaften mit denen Wärmespeicher charakterisiert werden können sind der **Nutzungsgrad**, also das Verhältnis aus zugeführter und nutzbarer Energie, die sich je nach Art des Speichers über die Nutzungszeit verändern kann, die **Energiespeicherdichte**, ähnlich der Wärmekapazität ein Maß dafür wie viel Energie pro Volumen gespeichert werden kann, die **Be- und Entladezeit**, die bestimmt wie schnell Energie zugeführt oder entnommen werden kann, die **maximale Temperatur** und die **Anzahl der durchführbaren Speicherzyklen**, die endlich und eng mit dem Nutzungsgrad verknüpft ist, insbesondere bei irreversiblen Umwandlungsprozessen im Speicher.

Nach dieser Klärung der wichtigsten Begrifflichkeiten für diese Arbeit, vom Begriff der Temperatur über die Definition der Wärme und deren Transport sowie die Speicherung derselbigen, kann mit dem experimentellen Teil begonnen werden.

3 Bedarfsanalyse

Für ein Neudenken der thermischen Isolation von Versuchsaufbauten ist es notwendig die Gegebenheiten und aktuellen Probleme der Anwender zu verstehen. Da der Wissenschaftliche Gerätebau innerhalb der PTB als Generaldienstleister für die Konstruktion und Fertigung von Sonderaufbauten für die Metrologie auftritt, sind die aktuellen Herausforderungen der experimentell arbeitenden Wissenschaftler und Ingenieure in der PTB von Bedeutung. Der Bedarf an thermischen Systemen kann nur im direkten Austausch mit den Anwendern ermittelt werden, weshalb für die Erstellung einer Bedarfsanalyse das Mittel einer Umfrage gewählt wurde.

Die Kernfrage ist daher, welche Verbesserungsmöglichkeiten Wissenschaftler in ihren eigenen metrologischen Anwendungen hinsichtlich der Temperatur sehen. Die Umfrage soll jedoch auch erfassen, welcher Bedarf aktuell besteht und sie soll aktuelle Herausforderungen in Versuchen identifizieren. Dadurch ergeben sich möglicherweise weitere Lösungsansätze. Aufgrund der gewonnenen Einblicke sollen im Anschluss Lösungsmöglichkeiten entwickelt werden, um die wichtigsten Probleme zu lösen.

3.1 Konzeption

Mit dem Fragebogen steht und fällt die Qualität des Ergebnisses einer Befragung. Um die eben geschilderten Ziele zu erreichen, ist es notwendig, bereits bei der Formulierung des Fragebogens die gewünschte Erkenntnis und die dafür benötigte Zielgruppe und die Art der Befragung zu berücksichtigen. Insbesondere bei der ingenieurwissenschaftlichen Fragestellung wie hier vorliegend, kann nur eine bestimmte Zielgruppe die Umfragevoraussetzungen überhaupt erst erfüllen.

Die Zielgruppe der Umfrage umfasst daher Wissenschaftler im metrologischen Umfeld, die experimentell arbeiten. Diese soll durch eine Stichprobe von Wissenschaftlern der PTB repräsentiert werden. Wichtig dabei ist, dass diese metrologisch und nicht dienstleistend tätig sind. Bei einer kleinen, klar definierbaren Grundgesamtheit liegt ein idealer Anwendungsfall für Online-Befragungen vor, weshalb innerhalb der PTB eine Online-Umfrage angestrebt wird. Diese hat den weiteren Vorteil, dass sie ohne viel Mehraufwand fachbereichs- und standortübergreifend Einblicke bieten kann. Online-Befragungen von Mitgliedern einer Organisation sind als Spezialfall zu sehen, bei dem die Ziel- und Auswahlgesamtheit nahezu übereinstimmen (Von Maurer und Jandura 2009). Abdeckungsprobleme verlieren bei dieser Art von kleinen Zielgruppen an Wichtigkeit (Wagner-Schelewsky und Hering 2022). Lediglich eine geringe Rückmeldungsquote, also eine zu kleine Stichprobe wird als Problem angesehen (Von Maurer und Jandura 2009).

Der Fragebogen wird daher bereits mit der Intention erstellt, eine Online-Umfrage durchzuführen. Die Hauptforschungsfrage, die mit der Umfrage beantwortet werden soll ist, welche Verbesserungsmöglichkeiten Wissenschaftler in ihren eigenen metrologischen Anwendungen hinsichtlich der Temperatur sehen. Ergänzende Ziele sind die Beantwortung der Frage danach ob räumliche oder zeitliche Stabilität von größerer Bedeutung ist und ob es wichtiger ist eine spezielle absolute Temperatur zu erreichen oder ob hohe Temperaturstabilität bei einer nicht näher definierten Temperatur das Ziel sein sollte.

3.1.1 Vorabbefragung

Da es nicht möglich ist, jede einzelne Aufgabe innerhalb der PTB zu betrachten, wurden stichpunktartig Mitarbeitende gesucht, die ihren Versuchsaufbau und kritische Punkte daran detaillierter erläutern. Anhand dieser Versuchsaufbauten wurde der Fragebogen erstellt und geprüft. Dies dient der Validierung des Fragebogens, testet ob alle Fälle abgebildet sind und prüft außerdem das Verständnis bei der Formulierung und Eineindeutigkeit der Fragen.

Erstes Beispiel ist ein Verschiebeinterferometer, das zur Längenmessung verwendet wird. Hier ist die besondere Herausforderung, dass sowohl das Messobjekt als auch das Messmittel von Ausdehnungen mit der Temperatur betroffen sind. Sowohl räumliche als auch zeitliche Veränderungen der Temperatur sind eine Herausforderung. Außerdem ist die Alterung von Teilen ein Problem, die sich in ihrer Ausdehnung in einem größeren Betrag als die Messunsicherheit verändern. Größte Wärmequelle in den Versuchen sind Motoren, deren Einfluss mithilfe von Wasserkühlungen reduziert wird. In vergangenen Versuchen waren auch Luftströmungen, die durch die Klimaanlage bedingt waren ein Problem, sodass diese zeitweise während Messungen ausgeschaltet werden musste. Der räumliche Gradient sollte unter 100 mK/m liegen, was mit der aktuellen Klimaanlage nicht möglich sei.

Ein weiteres Beispiel ist eine optische Uhr, die als ein optischer Resonator gebaut wurde. In diesem Aufbau ist die Planparallelität zweier Spiegel von besonderer Wichtigkeit. Für die dafür benötigte Temperaturstabilität wurde ein zwiebelartiger Aufbau mit mehreren umeinander liegenden Hüllen gefertigt. Der Versuch wird wegen der Temperaturstabilität im Vakuum bei bis zu 10^{-8} mbar betrieben. Eine Wärmequelle im Versuch stellt der Laser selbst dar, auf dem die optische Uhr basiert. Dieser hat einen lokalen Wärmeeintrag zur Folge, der mithilfe einer Photodiode am Ende des Resonators geregelt wird. Die aktuell erreichte thermische Stabilität liegt unter einem Millikelvin für etwa eine Stunde und unterliegt dann über mehrere Tage einem Drift.

Als weiterer Versuch wurde ein Rasterkraftmikroskop mit Nanometer-Genauigkeit betrachtet, dessen Bildqualität stark durch das Geräterauschen beeinflusst wird. Schwingungen durch Schallwellen beeinflussen die Qualität hier genauso wie der Einfluss der Temperatur, die hauptsächlich einen Drift aufgrund von thermischer Ausdehnung des gesamten Messaufbaus zur Folge hat. Größte Wärmequelle im Versuch ist der Messkopf, aber auch der Hubtisch, mithilfe dessen die Probe bewegt wird. Zur Schallisolierung wird der Versuch mit einer Haube abgeschirmt und steht zusätzlich zur Isolation von Schwingungen auf einem Dämpfungstisch. Gesamtmessungen

für eine Probenoberfläche dauern mehrere Stunden, sodass innerhalb dieser Zeit die Temperatur möglichst stabil sein sollte.

Das letzte Beispiel ist die Kalibrierung von kapazitiven Verschiebesensoren. Diese werden in einer Klimakammer untersucht, in der das Dielektrikum möglichst gut hinsichtlich der Luftfeuchte, dem Druck und der Temperatur kontrolliert wird, da alle diese Faktoren einen Einfluss auf die Messung der Kapazität haben. Weiterhin steht in der Klimakammer ein Interferometer, das für die Verschiebemessung eingesetzt wird. Dieses wird zum einen selbst von der Temperatur in der Klimakammer beeinflusst, aber bringt auch durch den Laser Wärme und damit eine lokale Störung in den Versuch.

Auffällig ist, dass all diese Beispiele eine Gemeinsamkeit darin besitzen, dass in den Versuchen Bauteile vorhanden sind, die eine thermische Störung verursachen. Diese sollte daher in der Umfrage mit erfragt werden. Die Temperaturbereiche sind in dieser Vorabbefragung in allen Fällen Labortemperatur um 20 °C bis 25 °C, sollten aber in der Umfrage weiter gefasst werden, sodass auch Hochtemperatur, sowie Kryoanwendungen Beachtung finden. Bei den Umgebungsbedingungen sticht die Klimakammer heraus, in der sowohl die Luftfeuchte als auch der Druck geregelt und aufgezeichnet werden. Neben Umgebungsluft aus dem Labor sind auch Vakuumbedingungen genannt worden. Die Erfragung der Umgebungsbedingungen benötigen daher mehrere unterschiedliche Fragen, in denen die Temperatur, der Druck, auch Vakuum, und die Luftfeuchte aufgegriffen und kategorisiert werden.

Außerdem unterschiedlich ist der Anspruch der Messungen an die Unsicherheit und Schwankungen in der Temperatur. Die einzig konkrete Angabe ist eine Schwankung von unter einem Millikelvin, was einen anwendungsbezogenen Ausnahmefall darstellt. In den meisten der hier thematisierten Anwendungsfälle ist der Absolutwert der Temperatur nicht wichtig, sondern nur, dass die Temperatur während der gesamten Messung stabil bleibt. Dennoch sollte auf jeden Fall abgefragt werden wie stabil die Temperatur aktuell ist und wie stabil diese für zukünftige Anwendungen sein sollte.

3.1.2 Fragebogen-Design

Für die in der Einleitung zu diesem Kapitel genannten Ziele stehen verschiedene Möglichkeiten in der Gestaltung des Fragebogens zur Verfügung, auf die im Folgenden eingegangen wird.

Oberstes Ziel einer Befragung ist, dass die Forschungsfrage valide und verlässlich beantwortet wird. Dafür müssen die Antworten verallgemeinert werden können. Daraus ergeben sich auch Anforderungen an die Fragen, die der Fragebogen enthält. Zunächst sollen die Fragen verständlich sein. Dafür müssen sie präzise, eindeutig und spezifisch formuliert werden (Möhring und Schlütz 2019). Ferner gelten diese Anforderungen nicht nur für die Fragen selbst, sondern auch für vorgegebene Antwortmöglichkeiten. Sofern ein Teilnehmer kein Wissen über eine Frage besitzt, muss auch dieser Fall in den Antwortmöglichkeiten abgedeckt sein. Um Eindeutigkeit sicherzustellen kann es notwendig sein, eine Frage mit weiteren Erläuterungen zu ergänzen.

Fragetypen

Zur Erfüllung dieser Ziele gibt es verschiedene Arten von Fragen, die für unterschiedliche Anforderungen geeignet sind. Erst einmal muss zwischen den zwei Typen der offenen und geschlossenen Fragen unterschieden werden.

Offene Fragen sind an sich nicht selbst offen, sondern beschreiben die Möglichkeit einer freien Antwort des Befragten. Sie sind besonders geeignet, um spontane Assoziationen zu fördern. Außerdem geben sie dem Befragten den Eindruck, dass die persönliche Situation und Meinung wichtig ist. Insbesondere bei offenen Fragen ist es wichtig, dass sie eindeutig und verständlich formuliert sind, da es keine Antwortmöglichkeiten gibt, anhand derer der Befragte sich den Sinn der Frage erschließen kann. Ein klarer Nachteil offener Fragen ist die aufwändigere Auswertung der Antworten, da sie nicht immer kategorisierbar sind. **Geschlossene Fragen** sind Fragen, bei denen die Antwortmöglichkeiten vorgegeben werden. Diese haben in der Regel eine größere Zuverlässigkeit, insbesondere wenn es darum geht, Wertebereiche abzufragen (Coromina, Lluís und Saris, Willem E. 2009). Der große Vorteil von geschlossenen Fragen ist, dass die Ergebnisse durch die Einheitlichkeit der Antworten sehr gut miteinander vergleichbar sind. Der Nachteil ist, dass es keinen Raum für persönliche Assoziationen gibt, bedingt durch die Vorgabe der Antwortmöglichkeiten.

Bei der Vorgabe der Antwortmöglichkeiten muss darauf geachtet werden, dass sie zur Frage passen und das volle Spektrum der denkbaren Möglichkeiten abdecken. Die Antworten müssen allerdings auch klar voneinander differenzierbar sein, also Trennschärfe besitzen. Sofern Intervalle als Antwortmöglichkeiten vorliegen, lässt sich im Anschluss ein arithmetisches Mittel der Antworten bilden. Sofern diese Intervalle äquidistant (gleichmäßig) sind, wird von Intervallskalen gesprochen. Wie die Antwortmöglichkeiten vorgegeben werden, hängt vom Ziel der Frage ab. **Mehrfach-Auswahlfragen** werden verwendet, um die Möglichkeit zu geben mehrere oder alle zutreffenden Antworten auswählen zu können. Dabei sollte darauf geachtet werden auf sehr lange, monotone Fragen und Antwortmöglichkeiten, zu verzichten, da diese zu vermehrtem Abbrechen des Fragebogens führen (Möhring und Schlütz 2019). **Ja/Nein-Fragen** werden oft als Filter innerhalb des Fragebogens verwendet. Insgesamt lässt sich festhalten, dass die Formulierung der Antwortmöglichkeiten mindestens genauso viel Aufmerksamkeit bedarf wie die Formulierung der Fragen.

Dramaturgische Fragetypen

Dramaturgische Fragen werden ergänzend benötigt, erfragen aber nicht notwendigerweise tiefgehende Informationen, da es keine Testfragen sind. Es gibt verschiedene Arten von dramaturgischen Fragetypen, die unterschiedliche Zwecke erfüllen und den Fragebogen hinsichtlich verschiedener Aspekte optimieren.

Zur Einleitung eines neuen Themengebietes innerhalb des Fragebogen werden **Übergangsfragen** verwendet. Eigentlich sind dies keine Fragen im klassischen Sinne, sondern einleitende

Sätze, die direkt vor einer Frage des neuen Themengebietes platziert werden. Sie dienen dem besseren Verständnis durch das Hinweisen auf das neue Thema. Wenn ein bestimmter Personenkreis eine Gruppe an Fragen nicht beantworten muss (oder kann) werden dafür **Filterfragen** verwendet. Filterfragen sind meist simpel. Falls sie am Anfang eines Fragebogens gestellt werden müssen, lässt sich dies nicht verhindern. In der Mitte eines Fragebogens können sie ein gutes Verhältnis zwischen komplexen und einfachen Fragen wiederherstellen. Um die Begeisterung für das Thema beizubehalten werden **Motivationsfragen** verwendet. Diese können gleichzeitig die Antwortbereitschaft erhöhen.

Unerwünschte Effekte durch Fragen

Da Informationen subjektiv wahrgenommen werden, können auch Fragen unterschiedlich aufgefasst werden. Diese sogenannten **Kontexteffekte** können beispielsweise durch nacheinander gestellte Fragen entstehen, die in einen ungewollten inhaltlichen Zusammenhang gebracht werden. Weiterhin ist es notwendig, den Fragebogen weder zu anspruchsvoll zu gestalten, noch zu simpel zu formulieren. Beide Extreme können zu einer (kognitiven) Ermüdung führen, die das Abbrechen des Fragebogens wahrscheinlicher machen. Diese unerwünschten Effekte lassen sich niemals gänzlich vermeiden, können durch die bewusste Gestaltung des Fragebogens aber abgeschwächt (reduziert) werden.

Die sogenannte Fragebogendramaturgie beschreibt genau diese bewusste Gestaltung des Fragebogens, um einen Spannungsbogen aufrecht zu erhalten und Kontexteffekte zu minimieren. Damit wird gleichzeitig die Abbruchhäufigkeit reduziert und eine die Realität abbildende Beantwortung des Fragebogens ermöglicht.

3.1.3 Der Fragebogen

Bei der Formulierung des Fragebogens gilt besondere Vorsicht, denn das Umschreiben der gewünschten Erkenntnisse in Testfragen entscheidet über die Qualität der Ergebnisse. Die Fragen sollten einem roten Faden folgen und innerhalb des Fragebogens strategisch angeordnet werden (Reihenfolge), sodass die Anzahl der vollständig beantworteten Fragebögen möglichst hoch ist. Beispielsweise ist es wichtig, dass die Komplexität der Fragen variiert wird, da inhaltlich komplexe Fragen den Komplettabbruch des Fragebogens begünstigen können (Peytchev 2009).

Thematisch wurde beim Fragebogen darauf geachtet, dass er einen roten Faden beibehält, der sich am Thema orientiert. Daher beinhaltet der erste Teil des Fragebogens die Gegebenheiten der Versuche. Die Bedingungen in denen die Messungen stattfinden werden erfragt, genauso wie die Zeit, die die Messungen benötigen, um zu erkennen über welchen Zeitraum die Temperatur stabil gehalten werden muss. Im Weiteren geht es darum ob und welche Wärmequellen im Versuch vorliegen, die zur Funktion beitragen. Der zweite Themenblock beschäftigt sich mit der Temperatur. Neben der Temperaturmessung wird beispielsweise erfragt, wie stabil die Temperatur aktuell in den Versuchen ist und, falls bereits eine Temperaturregelung verwendet wird, die Spezifikationen erfragt. Ebenfalls wird im letzten Themenblock darauf eingegangen, wie die Teilnehmer der Umfrage das Optimierungspotential einschätzen.

Der Fragebogaufbau orientiert sich daher an den in Möhring und Schlütz (2019) vorgestellten Prinzipien eines idealtypischen Aufbaus eines Fragebogens.

Vorab

Noch vor Teilnahme an der Umfrage muss Vertrauen geschaffen werden, damit überhaupt der Link angeklickt wird. Insbesondere bei Online-Umfragen entscheidet daher das Anschreiben über die generelle Teilnahmebereitschaft.

Auf der ersten Folie, die beim Öffnen der Umfrage erscheint, müssen alle grundlegenden Informationen genannt werden. Das betrifft die erhebende Person, die auch meist der Ansprechpartner bei Fragen ist, das Ziel der Befragung, sowie den geschätzten Zeitaufwand. Außerdem sollte insbesondere bei Institutionen auf die Freiwilligkeit der Teilnahme und einen jederzeit möglichen Abbruch des Fragebogens hingewiesen werden. Auch ein Datenschutz-Hinweis gehört zur vollständigen Information.

Das Anschreiben erklärt hier die Zielsetzung der Umfrage und den angesprochenen Personenkreis. Sie setzt einen zeitlichen Rahmen, sodass die Befragten vorab entscheiden können, wann sie diese Zeit aufbringen können. Ein Ansprechpartner wurde für Fragen zur Verfügung gestellt. Im Fall dieser Umfrage wurde das Anschreiben auf der ersten Seite der Online-Befragung wie folgt gewählt.

Diese Umfrage richtet sich an Wissenschaftler*innen und Ingenieur*innen der PTB, die thermische Systeme benötigen oder bereits einsetzen. Als thermische Systeme sehen wir insbesondere Geräte oder Versuchsaufbauten, bei denen die Temperatur eine bedeutende Rolle spielt.

Mit der Umfrage verfolgen wir die folgenden Ziele:

- Erstellen einer **Bedarfsanalyse** für thermische Systeme. Diese dient dazu die häufigsten Problemstellungen im Zusammenhang mit thermischen Systemen zu charakterisieren und diese zu priorisieren.
- Entwicklung eines **Leitfadens** zur Nutzung von thermischen Systemen in der PTB, insbesondere für Messgeräte und Versuchsaufbauten. Dabei geht es konkret um das Erstellen, Erproben und Optimieren von Mess-, System- und Regelungstechnik für thermische Systeme.

Die Beantwortung der Umfrage wird etwa **20 Minuten** in Anspruch nehmen.

Sollten Sie mehrere Versuche/Anlagen betreuen, füllen Sie diese Umfrage gerne für jede dieser Aufbauten separat aus.

Fragen beantworte ich gerne unter der -5512 oder per Mail (judy.ratte@ptb.de). Für Ihre Mühe möchte ich mich im Voraus herzlich bedanken.

Viele Grüße,
Judy Ratte

Einstieg

Der Einstieg startet mit einer Eisbrecherfrage. Diese entscheidet darüber, ob der Teilnehmer an der Umfrage teilnimmt oder nicht, da sie den ersten Eindruck des Fragebogens prägt. Daher sollte sie möglichst interessant sein. Sollte es nicht möglich sein eine Eisbrecherfrage zu stellen, sollte die erste Frage zumindest möglichst einfach zu beantworten sein. Daher wird als Einstiegsfrage häufig eine offene Frage verwendet.

Im Anschluss folgen mehrere Fragen, die jede befragte Person einfach beantworten kann, da sie lediglich den Versuch charakterisieren, aber keinen kritischen Charakter besitzen. Von einer psychologisch motivierten falschen Beantwortung, zum Beispiel um den eigenen Versuchsaufbau besser darzustellen, ist hier also nicht auszugehen.

Frage 1. Kontaktdaten

Für den Fall, dass mich die Problemstellung Ihres Versuches besonders interessiert würde ich mir gerne die Möglichkeit offenhalten, Sie dazu zu kontaktieren.

Mich würde es daher sehr freuen, wenn Sie mir hier Ihre Kontaktdaten (Name und Mailadresse) hinterlassen könnten.

(*offen*)

Die offene und optionale Frage lässt eindeutige Informationen über die Teilnehmer der Umfrage zu. Diese Information kann daher rein freiwillig eingegeben werden und der Zweck der Informationsspeicherung wird klar erklärt.

Frage 2. Die Anlage

An was für einem Versuch/Anlage/Aufbau arbeiten Sie?

z.B. AFM, Interferometer, Laserspektroskop, ...

(*offen*)

Diese Frage dient der Einschätzung der verwendeten Versuchsaufbauten und deren Besonderheiten. Optische Versuche sind oftmals schwingungsempfindlich und daher auf Luftlagertischen aufgebaut, Längenmessungen benötigen besonders räumliche Stabilität der Temperatur, und so weiter. Die Beantwortung verrät also schon vorab etwas über die Anforderungen der Versuche. Die Frage wurde als offene Frage gewählt, sodass individuell erklärt werden kann was für ein Versuch vorliegt, ohne diesen in Kategorien einordnen zu müssen und so möglicherweise Details oder wichtige Informationen zu verlieren.

Frage 3. Temperaturbereich

In welchem Temperaturbereich wird der Versuch betrieben?

<4 K	4 K bis 77 K	77 K bis 0 °C
0 °C bis 100 °C	100 °C bis 1000 °C	>1000 °C

Diese Frage ist obligatorisch, da der Temperaturbereich essentiell wichtig ist um die Herangehensweise zu wählen, die zur Stabilisierung der Temperatur notwendig ist. Sie soll außerdem hervorbringen, welche Temperaturbedingungen in Versuchen am häufigsten anzutreffen sind. Unterschieden wird bei der Abfrage zwischen dem Temperaturbereich flüssigen Heliums (<4 K), flüssigen Stickstoffs (<77 K), dem Schmelzpunkt von Wasser (<0 °C), dem Siedepunkt des Wassers (<100 °C), regulären Brandtemperaturen und Hochtemperaturanwendungen (>1000 °C).

Frage 4. Umgebungsbedingungen

In was für einer (Luft)Umgebung führen Sie Ihre Messungen durch?

Raumluft	Stickstoffumgebung	eine andere Umgebung, und zwar: (<i>offen</i>)
----------	--------------------	--

Die Umgebung der Messungen ist relevant dafür, wie kompliziert es wäre, die Temperatur zu kontrollieren. Beispielsweise sind neben Stickstoff auch brennbare Gase als Medium des Versuches denkbar. Die folgende Frage nach den Druckbedingungen zielt auf eine ähnliche Art der

Problemstellung ab. Im Vakuum gibt es zum Beispiel keine Konvektion und Durchführungen in eine Versuchskammer sind schwieriger umzusetzen. Normale Raumluft hingegen hat primär Einschränkungen in der räumlichen Anordnung hinsichtlich der Erreichbarkeit des thermisch zu stabilisierenden Objektes.

Frage 5. Druckbereich

In welchem Druckbereich wird der Versuch betrieben?

(*offen*)

Diese und die folgenden Fragen nach dem gemessenen Druck und der Luftfeuchte zielen darauf ab, dass die Luftfeuchtigkeit und der Druck einen Einfluss auf die Messergebnisse haben können. Diese Versuche sind daran zu erkennen, dass der Druck mindestens aufgezeichnet und in einigen Fällen sogar geregelt wird.

Frage 6. Druckmessung

Messen Sie den Druck während der Messung?

| Ja und es gibt eine Druckregelung. | Ja, aber ohne Druckregelung | Nein |

Wird der Druck gemessen ist dies sehr oft ein Indiz dafür, dass entweder die Messung besonders sensibel auf Druckschwankungen reagiert oder, dass der Versuch nicht bei Umgebungsdruck durchgeführt werden kann. Der Druckbereich wird in einer der folgenden Fragen spezifiziert. Diese Frage ist verpflichtend zu beantworten, sodass bei der Formulierung darauf geachtet wurde alle möglichen Fälle abzudecken, auch in Experimenten bei denen der Druck nicht gemessen oder geregelt wird.

Frage 7. Luftfeuchtemessung

Wird die Luftfeuchtigkeit gemessen?

| Ja, mit Luftfeuchteregelung. | Ja, ohne Luftfeuchteregelung. | Nein |

Die Frage nach der Luftfeuchtemessung ist optional. Sie ist überhaupt relevant, da sich bei höherer Temperatur die Höchstmenge von Wasserdampf erhöht, die dasselbe Volumen Luft aufnehmen kann. Es gibt Sensoren (z.B. kapazitive), die sensibel auf diese Veränderungen reagieren. In der Längenmesstechnik sind beispielsweise Führungen aus Stein weit verbreitet, die auf Änderungen der Luftfeuchtigkeit mit einer Längenänderung reagieren könnten (VDI/VDE 2627 Blatt 1 2015).

In einigen Fällen ist es möglich, dass Druck und Luftfeuchte zwar einen Einfluss auf das Messergebnis haben, diese jedoch bislang nicht erfasst werden. Für diesen Fall wurde die folgende Frage integriert.

Frage 8. Einfluss Druck und Luftfeuchte

Haben der Druck und/oder die Luftfeuchte einen erheblichen Einfluss auf das Messergebnis?

| Ja, der Druck. | Ja, die Luftfeuchte. | Beides | Nein |

Diese Frage ist verpflichtend gestellt, um eine Übersicht darüber zu bekommen bei wie vielen Versuchen diese Faktoren eine Rolle spielen und ob diese in der Isolation mit bedacht werden sollten. Auch der Fall, dass nicht bekannt ist ob einer oder beide der Faktoren eine Rolle spielen wurde abgedeckt. Es kann davon ausgegangen werden, dass es dem Anwender bewusst ist, sollte es eine Empfindlichkeit geben. Sofern dies nicht der Fall ist, haben sehr wahrscheinlich weder Druck noch Luftfeuchte einen maßgeblichen Einfluss auf das Messergebnis, bzw. die Messunsicherheit.

Frage 9. Schwingungsempfindlichkeit

Ist ihr Versuch Vibrations- bzw. Schwingungsempfindlich?

| Ja | Nein |

Je nachdem ob ein Versuch schwingungsempfindlich ist oder nicht können einige Arten der Temperaturstabilisierung nicht anwendbar sein. Beispielsweise sind alle Arten der Regelung mit Fluiden, und daher auch Pumpen schwingungs-, beziehungsweise vibrationsbehaftet. Laut VDI/VDE 2627 Blatt 1 (2015) ist bei der Schwingungsauswirkung von Messeinrichtungen meist ein Frequenzbereich von 1 Hz bis 100 Hz wichtig.

Frage 10. Zeit - Einzelmessung

Wie lange dauert ein einzelner Messpunkt?

| Tage | Stunden | Minuten | Sekunden | <Sekunden |

Die Fragen zur Dauer der Messungen lassen Rückschlüsse darauf zu, wie lange die Temperatur stabilisiert werden müsste. Mindestens während der Dauer einer Einzelmessung sollte die Temperatur stabil sein. Es wurde sich dazu entschieden, lediglich die Größenordnung der Zeitdauer zu erfragen, um die Antworten besser kategorisierbar zu machen. Für die kommende Frage der Größenordnung der Dauer von einer gesamten Messung wurde genauso vorgegangen.

Frage 11. Zeit - Gesamtmessung

Wie lange dauert die gesamte Messung?

| Tage | Stunden | Minuten | Sekunden | <Sekunden |

Für eine Gesamtmessung, die mehrere Tage dauert, ist es je nach benötigter Stabilität nicht unbedingt umsetzbar die Temperatur über die gesamte Messdauer zu stabilisieren. Mindestens Schwingungen müssten reduziert werden, denn ein zusätzlich vorkommender linearer Drift der Temperatur über den gesamten Messzeitraum kann in den meisten Fällen über Korrekturrechnungen bereinigt werden.

Anfang des Hauptfragenteils

Nach dem Einstieg in den Fragebogen sollten Fragen platziert werden, bei denen zu erwarten ist, dass die Befragungssituation andernfalls ein verfälschtes Antwortverhalten hervorruft. Dieses Verhalten ist insbesondere bei psychologisch-sozialen Befragungen relevant, kann aber auch im ingenieurwissenschaftlichen Kontext nicht ausgeschlossen werden. Diese Fragen erfordern meist

ein spontanes Antwortverhalten.

Ab hier beginnen die Fragen, die Wärmequellen im Versuchsaufbau charakterisieren und die Temperaturmessung betreffen. Da diese die eigentlich wichtigen Fragen der Umfrage sind, finden sie ihren Platz direkt nach den Fragen zum Versuchsaufbau und werden mithilfe einer neuen Webpage in der Umfrage auch optisch als neuer Abschnitt kenntlich gemacht.

Frage 12. Wärmequellen und -senken

Haben Sie Bauteile in Ihrem Versuch, die eine Wärmequelle oder -senke darstellen?

Bezogen auf nicht aktiv temperierte Komponenten, Fragen zur aktiven Temperierung (z.B. von Sensoren) siehe Frage 19ff.

	Laser	Motor	Sensoren	Druckluft	
Licht (auch Raumbeleuchtung oder Sonnenlicht)		Nichts dergleichen.			
		etwas anderes, und zwar: (<i>offen</i>)			

Bekannt ist, dass quasi jedes nicht-mechanische Bauteil mehr oder weniger Wärme produziert und mindestens Messelektronik in den Versuchen verbaut ist. Diese Frage dient daher einer Art Statusabfrage, was für Arten von Bauteilen existieren könnten und wie häufig diese jeweils vorkommen. Aufgrund dessen wurde die letzte Antwortmöglichkeit auch offen gehalten; um die Möglichkeit zu geben, noch nicht bedachte Wärmequellen und -senken zu schildern.

Frage 13. Positionsstabilität

Wird das Messobjekt oder die Wärmequelle bewegt?

Mit zu betrachten sind auch Wärmesenken (siehe vorherige Frage).

Ja, das Messobjekt.		Ja, die Wärmequelle (oder -senke).		Ja, beides.	
		Nein, keins von beidem.			

Zur Funktion der Versuche ist es teilweise notwendig bewegliche Bauteile vorzusehen. Je nachdem wie der Versuch konstruiert wurde, bewegen sich nur das Messobjekt oder genauso die Wärmequelle oder -senke. Für den Fall, dass die Wärmequelle bewegt wird, kann es schwieriger sein diese thermisch zu isolieren oder stabilisieren, weshalb die Häufigkeit dieser Problematik von Interesse ist.

Frage 14. Besonderheiten

Gibt es Besonderheiten am Versuch, die wichtig zu erwähnen sind?

z.B. wird der Versuch unter Reinraumbedingungen durchgeführt? Gibt es Luftströmungen innerhalb des Versuchsbereiches?

(*offen*)

Je nachdem welche individuellen Bedingungen ein Versuch besitzt kommen auch Einschränkungen damit einher. Um ein grobes Verständnis dessen zu erhalten werden diese Besonderheiten erfragt. Für solch individuelle Antworten ist eine offene Frage notwendig.

Frage 15. Temperaturmessung

Welches Messsystem/Sensoren nutzen Sie, um die Temperatur in Ihrem Aufbau zu bestimmen?

z.B. Pt100

(*offen*)

Die Frage nach der Art der Temperaturmessung ist als eine einfach zu beantwortende Frage zwischendurch zu bewerten, nachdem kurz vorher vermehrt offene Fragen gestellt wurden. Diese dient der Bestimmung der aktuellen Nutzung von Temperatursensoren und einer Inspiration für die Verwendung von Sensoren in eigenen Versuchsaufbauten.

Frage 16. Messunsicherheit Temperatur

Mit welcher Messunsicherheit können Sie die Temperatur aktuell bestimmen?

Messunsicherheit nach allen Korrekturen.

| >1 K | ca. 1 K | ca. 0,1 K | ca. 10 mK | <10 mK |

Die Messunsicherheit hängt zu großen Teilen von der Art der verwendeten Sensoren ab, sowie deren gewählter Position im Versuchsaufbau, aber auch an einem nachgeschalteten Messsystem. Die Intervalle in denen die Messunsicherheit angegeben werden kann, wurden für die Mehrfach-Auswahlfrage logarithmisch gewählt, um später Größenordnungen zu bestimmen. Es ist zwar keine Intervallskalenfrage im klassischen Sinne, jedoch kann bei der Rückführung der logarithmischen auf eine lineare Skala später dennoch ein Mittelwert gebildet werden.

Frage 17. Zufriedenheit

Sind Sie aktuell zufrieden mit der Temperaturmessung?

| Ja | Nein, weil (*offen*) |

Der Vollständigkeit halber soll auch identifiziert werden, ob die Teilnehmer der Umfrage Unterstützung bei der Messung der Temperatur benötigen. Gründe für die Unzufriedenheit in der Temperaturmessung können in der offenen Antwortmöglichkeit erfasst werden.

Frage 18. Zeitliche Stabilität - aktueller Stand

Wie stabil ist die Temperatur in Ihrem Versuch zum jetzigen Zeitpunkt?

Bezogen auf die zeitliche Stabilität. Räumliche Stabilität siehe nächste Frage.

| >1 K | ca. 1 K | ca. 0,1 K | ca. 10 mK | ca. 1 mK | <1 mK |

Die Frage nach der aktuellen Stabilität der Temperatur ist eine der wichtigsten Fragen der Umfrage. Da es primär darum geht, die Temperatur zu stabilisieren, ist es essentiell herauszufinden wie die Stabilität der Temperatur in den Versuchen aktuell ist. In dieser Frage wird dazu die Stabilität der Temperatur über der Zeit erfragt.

Frage 19. Räumliche Stabilität - aktueller Stand

Wie groß ist der Gradient der Temperatur innerhalb des Versuchs / der Anlage?

| ≤100 mK/m | >100 mK/m | nicht bekannt |

Nicht nur die Stabilität der Temperatur mit der Zeit ist wichtig zu betrachten, sondern auch die Stabilität räumlich über den Versuch verteilt. Besonders große Messobjekte sollen beispielsweise keinen Gradienten im Werkstück aufweisen, da dies die Messung beeinträchtigen würde. Daher wird bei der Abfrage der aktuellen Stabilität der Temperatur auch die räumliche Stabilität mit erfragt. In der Klassifizierung von Messräumen müssen Messräume der Güteklasse A eine längenbezogene Temperaturdifferenz von $0,2 \frac{\text{K}}{\text{m}}$ unterschreiten (VDI/VDE 2627 Blatt 1 2015). Für Spezialanwendungen in der Längenmessung können besondere, individuell festgelegte Grenzen gelten die nach Güteklasse S eingeordnet werden. Für die Anwendung des Verschiebeinterferometers in der PTB, das in der Vorabbefragung thematisiert wurde, haben sich 100 mK/m als eine anzustrebende Grenze durchgesetzt weshalb diese Grenze auch hier als Kriterium in der Umfrage verwendet wird. Da diese Norm der Längenmessung nicht bei allen Forschenden Anwendung findet, ist es notwendig ein Auswahlfeld vorzusehen, für alle denen dieses Kriterium beim eigenen Versuch bisher nicht bekannt ist.

Frage 20. aktive Temperaturregelung

Nutzen Sie derzeit eine aktive Temperaturregelung? z.B. ein Temperiermedium, Peltierelemente, Heatpipes, Klimaanlage des Raumes, ...

| Ja | Nein |

Diese Frage agiert als Filterfrage für die kommenden drei Fragen, da nur der Personenkreis, der eine aktive Temperaturregelung verwendet, Fragen zu dieser beantworten kann. Entsprechend ist diese Frage obligatorisch und einfach zu beantworten. Die Erläuterung zur genau gemeinten Temperaturregelung wurde gewählt, um klar abzugrenzen und daran zu erinnern, was unter dem allgemeinen Begriff Temperaturregelung verstanden werden soll.

Mitte des Fragebogens

Hier können in Sozialstudien heiklere Themen und übertragen auf ingenieurwissenschaftliche Studien komplexere fachliche Fragen platziert werden.

In diesem Abschnitt werden nach der Filterfrage daher Fragen zur Temperaturregelung gestellt.

Frage 21. Art der Temperaturregelung

Welche Art der Temperaturregelung verfolgen Sie? Je nach Anwendungsfall ist die hohe Temperaturstabilität relevant (bei der die genaue Temperatur nur sekundär wichtig ist) oder das Erreichen einer absoluten Temperatur ist das primäre Ziel (die Stabilität nur sekundär, z.B. für eine Rauschverringerung von Sensoren).

| Hohe Temperaturstabilität | Absolute Temperatur |
 | Beide Arten sind im Versuch vertreten. |

Welche Art der Temperaturregelung verwendet wird ist unter dem Aspekt der zukünftigen Herangehensweise interessant und wichtig. Eine ganz konkrete absolute Temperatur zu halten ist in den meisten Fällen schwieriger umzusetzen, als die Temperatur bei Umgebungstemperatur

möglichst zu stabilisieren. Je nach Anwendung kann dies aber dennoch notwendig sein. Je nachdem wie aktuell die Verwendung ist können die Herangehensweisen abgewandelt werden. Da diese Frage nicht von allen Teilnehmenden beantwortet wird, können die Antworten eine Art Erfahrungswert für zukünftig benötigte Temperaturstabilisierungen bieten.

Frage 22. Methode der Temperaturregelung

Was für eine Methode der Temperaturregelung nutzen Sie?

(Mehrfachauswahl möglich)

| Klimaanlage (des Raumes) | Kühlmittel (flüssig/gasförmig) | Peltierelemente |
 | Heatpipes | Lüfter | eine andere, und zwar: (*offen*) |

Welche Temperaturregelung aktuell verwendet wird ist interessant vor der kommenden Frage ob die Teilnehmer mit der aktuellen Temperaturregelung zufrieden sind. Je nachdem können unzuverlässige oder unzureichende Methoden ausgeschlossen und zufriedenstellende Arten identifiziert werden. Natürlich besitzt jeder Versuchsaufbau individuelle Anforderungen, die individuell gelöst werden müssen, jedoch sind möglicherweise Tendenzen in der Beurteilung zu erkennen.

Frage 23. Zufriedenheit Temperaturregelung

Sind Sie mit der Temperaturregelung in der jetzigen Form zufrieden?

| Ja | Nein, weil (*offen*) |

Wie vorangehend erwähnt ist diese Frage dazu geeignet gute und nicht so optimale Möglichkeiten der Temperaturregelung zu identifizieren. Sie verrät mit der offenen Art der Antwort voraussichtlich zusätzlich individuelle Inkompatibilitäten mit dem Versuch und möglicherweise individuelle Probleme mit der Regelung der Temperatur.

Ende des Fragebogens

Das Ende ist gut geeignet für Fragen, die langweilig oder unangenehm zu beantworten sind. Die Wahrscheinlichkeit, dass kurz vor dem Schluss der Fragebogen noch abgebrochen wird ist geringer, als wenn diese Art der Fragen direkt zu Beginn gestellt würden.

Im finalen Teil der Umfrage wird fokussiert auf die vom Nutzer gewünschten Veränderungen eingegangen. Die erste Frage in diesem Abschnitt zielt daher auf Ideen und Wünsche für Verbesserungen ab.

Frage 24. Optimierung

Angenommen, Sie können sofort etwas an Ihrem Versuchsaufbau verbessern.

Was wäre es?

Dies bezieht sich nur auf die Temperaturaspekte. (z.B. zeitliche Stabilität, räumliche Stabilität, Messunsicherheit, ...)

(*offen*)

Hier ist ein möglichst spontanes Antwortverhalten gewünscht, weshalb sich bewusst für eine

offene Frage entschieden wurde. Sie soll möglichst individuell beantwortet werden können. Um die Wünsche in Zahlen zu fassen, wird weiterhin auf die zukünftig gewünschte Stabilität der Temperatur eingegangen. Angelehnt an Frage 18 wird die zukünftig gewünschte Stabilität der Temperatur in derselben Skala erfragt wie die aktuelle Stabilität der Temperatur zu Beginn des Fragebogens.

Frage 25. Stabilität - zukünftig

Welche Stabilität der Temperatur würden Sie sich für Ihren Versuch in Zukunft wünschen?

Bezogen auf die zeitliche Stabilität der Temperatur.

| >1 K | ca. 1 K | ca. 0,1 K | ca. 10 mK | ca. 1 mK | <1 mK |

Ausstieg

Der Ausstieg aus dem Fragebogen sollte einen positiven Eindruck der Befragung hinterlassen. Nach Beendigung des Fragebogens sollte den Teilnehmenden daher für ihre Zeit und Mühe gedankt werden. Wird eine Schlussfrage als offene Frage gewählt ist sie prädestiniert um inhaltliche Ergänzungen oder jede andere Art der Anregung zu bitten.

Als Abschlussfrage wurde in der Befragung zunächst die Möglichkeit Feedback zu erhalten gewählt.

Frage 26. Anmerkungen

An dieser Stelle ist Platz für alle weiteren Anmerkungen, Hinweise und Kommentare.

(offen)

Diese ist als offene Frage formuliert und bietet die Möglichkeit für individuelle Ergänzungen und Anregungen. Nach Absenden des Fragebogens wird auf eine Seite mit folgendem Text verwiesen:

Vielen Dank!

Ihre Teilnahme an der Umfrage hilft uns weiter, unsere Dienstleistung auf Ihren Bedarf abzustimmen.

Falls Sie noch Fragen haben, so zögern Sie bitte nicht uns zu kontaktieren.

Dr. Frank Löffler - Tel.: 5500

Der Text ist als Erinnerung zu verstehen, wer die Umfrage erhebt und inhaltlich verantwortlich ist, sodass auch hier im Zweifel Fragen adressiert werden können. Außerdem enthält der Text einen Dank für die Teilnahme an der Umfrage.

3.2 Auswertung

Die Umfrage wurde über einen Zeitraum von vier Wochen geöffnet. Dafür wurde sie im Intranet der PTB angekündigt und verlinkt. Nach einem Zeitraum von zwei Wochen ab dem Beginn wurde noch einmal per Mail durch die Fachbereichsleitungen an die Teilnahme an der Umfrage erinnert.

Insgesamt 41 Personen nahmen innerhalb eines Zeitraumes von vier Wochen an der Umfrage teil. Dabei waren acht der neun Fachabteilungen vertreten. Die genaue Verteilung ist in Abbildung 3.1 zu sehen. Der größte Anteil der befragten Personen (25%) stammt von Wissenschaftlern aus der Abteilung „Fertigungsmesstechnik“, die im Bereich der Längen- und Winkelmessung und Härtemessung forschen. Danach folgen mit jeweils 17% die Abteilungen „Optik“, sowie „Mechanik und Akustik“. Jeweils 10% Anteil der Teilnehmenden stammen aus den Abteilungen „Elektrizität“, „Chemische Physik und Explosionsschutz“ und „Temperatur und Synchrotronstrahlung“. Die kleinsten Anteile bilden die Abteilungen „Ionisierende Strahlung“ und „Medizinphysik und metrologische Informationstechnik“. Die Versuche reichen von Koordinatenmessgeräten zu verschiedenen Anwendungen von Interferometern und insbesondere diverse Kalibrieraufgaben von z.B. Solarzellen, Durchflussmessgeräten und Berührungsthermometern. Insgesamt bietet sich so ein großes Spektrum an Anwendungsgebieten und Einblicken in die Metrologie.

Der größte Anteil aller Anwendungen erfordert einen Temperaturbereich von 0 °C bis 100 °C (siehe Abbildung 3.2). Kryo- und Hochtemperaturanwendungen spielen in der PTB eine eher untergeordnete Rolle. Ein genauerer Blick in die Umfrageergebnisse verrät, dass der Temperaturbereich von 0 °C bis 100 °C weiter konkretisiert werden kann auf Anwendungen in und um Raumluft. Das ist sowohl übereinstimmend mit den Ergebnissen aus Frage 4, bei der herauskam, dass 76% aller Anwendungen bei Raumluft ablaufen (Abbildung 3.3), als auch mit der DIN EN ISO 1:2022-10 (2022) in der 20 °C als Referenztemperatur für Messräume der Längenmesstechnik festgelegt ist. Die Bezugstemperatur für elektrische Größen beträgt beispielsweise 23 °C (VDI/VDE 2627 Blatt 1 2015).

Zur Frage nach den Umgebungsbedingungen kommen neben den 76% Raumluft noch 17% die unter Vakuumbedingungen messen und weitere 7% der Anwender, die Gase wie zum Beispiel Helium verwenden. Speziell die Anwendungen unter Helium können auch klar mit den geringen Temperaturen von 4 K bis 77 K aus der vorangehenden Fragestellung verknüpft werden.

Frage 5 konkretisierte den Druckbereich in Zahlen, wobei 61% einfach den Atmosphärendruck als gegeben annehmen. Rund ein Viertel der Anwender verwendet Vakuum in unterschiedlichen Ausprägungen, das heißt von Ultrahochvakuum bis nur geringfügig unter Atmosphärendruck sind verschiedene Druckbereiche vertreten. Die Übrigen 15% bilden mit der Anwendung von Prozessdrücken bis zu 10 bar die Minderheit.

Insgesamt 71% der Befragten dokumentieren den Druck während der Messungen, aber nur 22% verwenden eine Druckregelung in ihren Versuchen. Ähnlich sind diese Angaben bei der Dokumentation der Luftfeuchte, die von 66% der Befragten dokumentiert und von 22% aktiv beeinflusst wird.

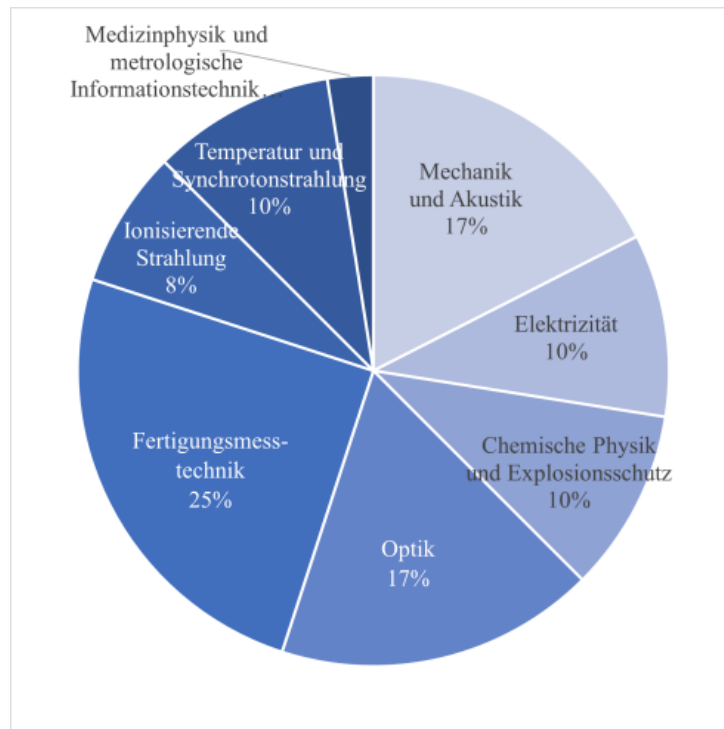


Abbildung 3.1: Abteilungszugehörigkeit der Teilnehmer der Umfrage.

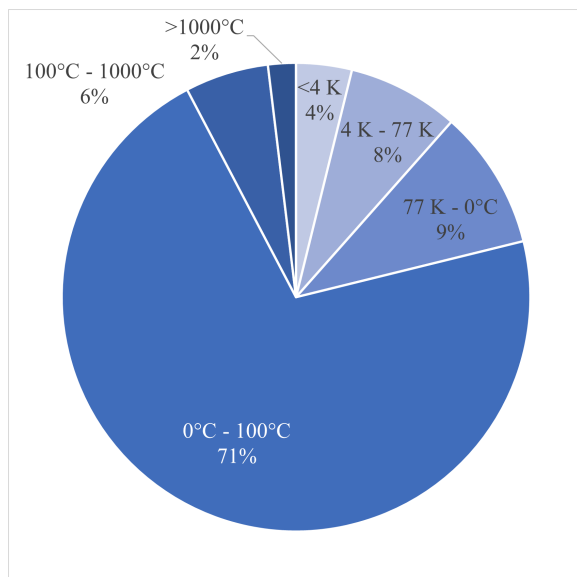


Abbildung 3.2: Der Temperaturbereich in dem der jeweilige Versuch durchgeführt wird.

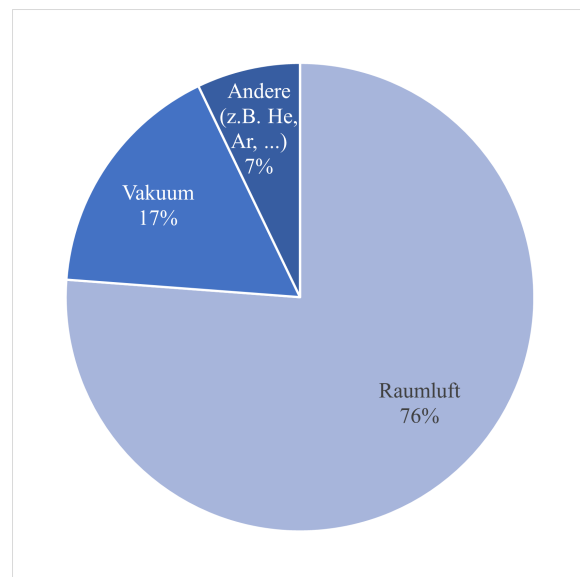


Abbildung 3.3: Die Umgebungsbedingungen in denen der jeweilige Versuch durchgeführt wird.

Dies ist übereinstimmend mit der Frage danach, ob Druck oder Luftfeuchte die Messergebnisse beeinflussen. Etwa ein Drittel der Befragten (36%) erwartet weder einen Einfluss des Druckes noch der Luftfeuchte. Nochmal 36% erwarten einen Einfluss beider Faktoren auf ihre Ergebnisse, 7% erwarten nur einen Einfluss der Luftfeuchte und 22% erwarten nur einen Einfluss des Druckes auf ihren Versuch.

Die Einzelfrage nach der Schwingungsempfindlichkeit des Versuches beantworteten 78% der Teilnehmer mit Ja (siehe Abbildung 3.4). Hinsichtlich der möglichen Optionen für eine Temperaturregelung ist das eine wichtige Aussage. Letztlich ist diese Erkenntnis gleichbedeutend damit, dass bei vier von fünf Anwendungen eine Temperaturregelung mit Fluiden nicht in Frage kommt.

Einzelmessungen, zu sehen in Abbildung 3.5, dauern von weniger als einer Sekunde (15%) bis hin zu mehreren Tagen (2%). Die Mehrheit der einzelnen Messungen läuft im Bereich von Minuten (42%) bis Stunden (29%) ab. Die Darstellung für die Dauer der Gesamtmessungen ist in Abbildung 3.6 zu sehen. Diese dauern den Einzelmessungen gegenüber meist Tage (39%), im Großteil der Fälle mehrere Stunden (54%) und in seltenen Fällen auch nur Minuten (7%). Diese Zeitangaben lassen sich nur schwierig mathematisch zusammenfassen. Für den Großteil der Anwendungen kann jedoch angenommen werden, dass die Temperatur während einer Einzelmessung für mehrere Minuten lang stabil sein sollte und für Gesamtmessungen mindestens für ein paar Stunden.

Bis auf zwei befragte Personen haben alle Teilnehmer der Umfrage Wärmequellen oder -senken in ihren Versuchsaufbauten oder Messräumen. Eine Zusammenstellung der Häufigkeiten ist in Abbildung 3.7 zu sehen. Den größten Anteil machen die Lichtquellen des Raumes aus. Diese reichen von LEDs über Glühlampen, aber auch Sonnenlicht wird als Einflussfaktor genannt. Den zweitgrößten Anteil haben jeweils Motoren oder diverse Arten von Sensoren. Etwa ein Fünftel der Befragten arbeitet in ihren Experimenten mit Lasern, die selbst eine Wärmequelle darstellen. Insgesamt gibt es neben den Sensoren viele elektrische Kleinbauteile, wie Generatoren, Netzteile, Messköpfe, Schaltschränke oder Messverstärker. Auch die Raumluftklimaanlage wurde als Störfaktor genannt. Eine untergeordnete Rolle spielen Wärmesenken, die zumeist bedingt durch Druckluft sind, aber auch allgemein durch Gase hervorgerufen werden. Alle diese Komponenten (bis auf Lichtquellen und die Raumluftklimaanlage) haben gemein, dass sie absichtlich in den Versuchen platziert wurden, da sie zwingend für die Funktion des Versuches notwendig sind und daher nicht einfach entfernt werden können.

Die Positionsstabilität von Messobjekt und Wärmequelle ist in 61% der Versuchsaufbauten gegeben. In jeweils 17% der Fälle werden entweder nur das Messobjekt oder Messobjekt und Wärmequelle bewegt. In einem kleinen Anteil der Versuche (5%) wird nur die Wärmequelle bewegt. Da fast zwei Drittel der Befragten weder Messobjekt noch Wärmequelle bewegen, muss die Bewegung von Messobjekt oder Wärmequelle bei der Verbesserung der Temperaturstabilität erst einmal nicht mit bedacht werden.

Zu den Besonderheiten der Versuche gab es sehr vielfältige Antworten und komplexe Pro-

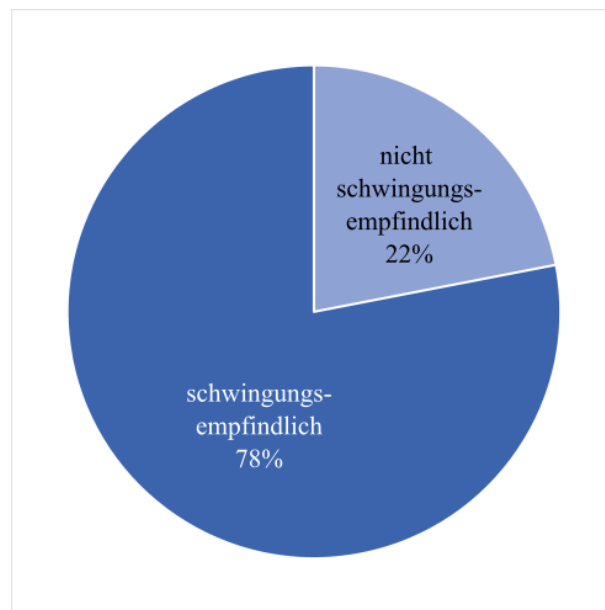


Abbildung 3.4: Anteil der schwingungsempfindlichen Versuche.

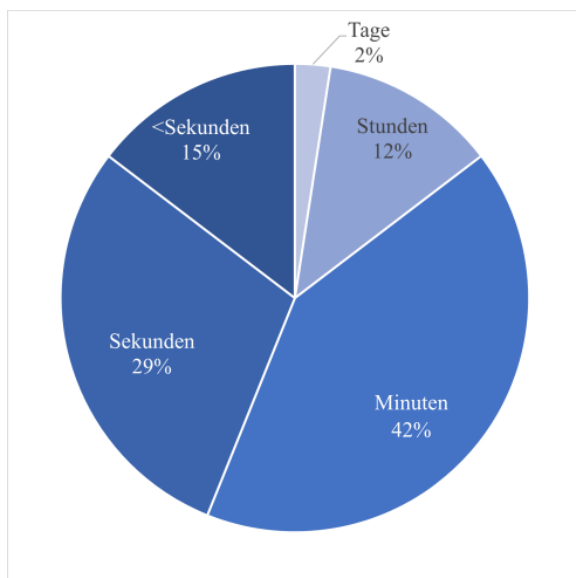


Abbildung 3.5: Zeitliche Dauer einer einzelnen Messung.

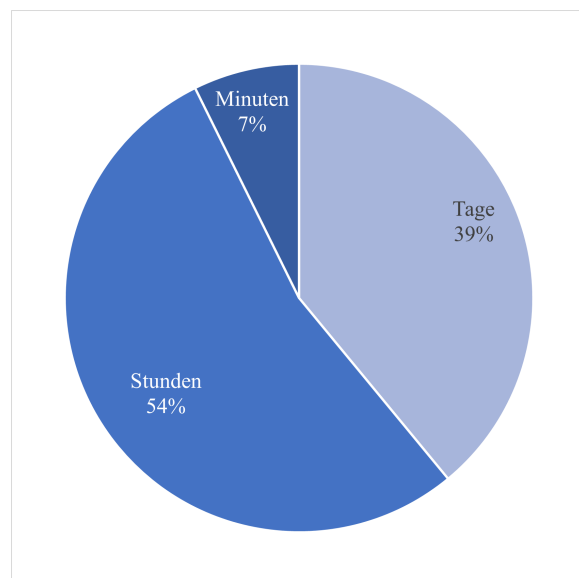


Abbildung 3.6: Zeitliche Dauer einer Gesamtmessung, bestehend aus mehreren Einzelmessungen.

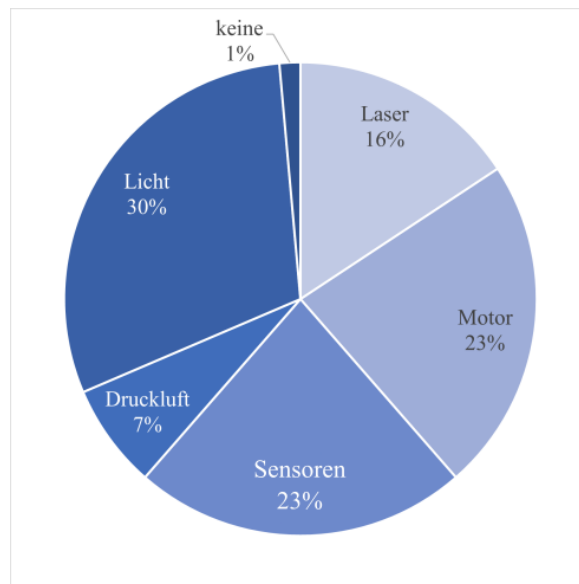


Abbildung 3.7: Anteile von fest verbauten Wärmequellen in den Versuchen.

blemstellungen. So gibt es beispielsweise Versuche, die in Reinstwasser oder einem zündfähigen Gasgemisch durchgeführt werden, Versuche die in einem Klimaschrank platziert sind oder unter Reinraumbedingungen durchgeführt werden. Diese Rückmeldung zeigt eindrücklich wie wichtig es ist, Experimente individuell zu betrachten und in der Konstruktion für jede Problemstellung besondere Lösungen suchen zu müssen. Daher wird es sehr wahrscheinlich nicht eine einzige perfekt passende Lösung zur thermischen Isolation von Versuchen geben, sondern auch diese muss individuell betrachtet und angepasst werden.

Zur Messung der Temperatur verwendet die absolute Mehrheit von 67% der Befragten Pt100-Sensoren. Ein weiterer Anteil von 19% verwendet artverwandte Sensoren in Form von Pt25 oder Pt1000. Ein sehr kleiner Anteil verwendet andere Formen der Widerstandsthermometer und zu 14% werden Thermoelemente zur Temperaturmessung verwendet. Mit diesen Temperatursensoren liegen die Messunsicherheiten am Häufigsten bei ca. 0,1 K, wie in Abbildung 3.8 zu sehen ist. Der zweitgrößte Anteil erreicht eine Messunsicherheit von weniger als 1 mK, was nach Beantwortung der vorhergehenden Frage meistens mit Messbrücken und Widerstandsthermometern realisiert wird. Fast ein Viertel erreicht eine Messunsicherheit von ungefähr 10 mK. Sinnvoll ist es, die Messunsicherheit kleiner zu gestalten als die angestrebte Temperaturstabilität, sodass die Veränderungen der Temperatur im Rahmen der Messunsicherheit sinnvoll bestimmbar sind. Mit der Temperaturmessung sind aktuell 61% der Befragten zufrieden. Diejenigen die es nicht sind, wünschen sich mehr Messstellen und eine aussagekräftigere Möglichkeit, die Temperatur der Luft an einer bestimmten Stelle zu bestimmen.

Aktuell liegt die Stabilität der Temperatur für etwa ein Viertel der Befragten bei ca. 0,1 K, gezeigt in Abbildung 3.9. Jeweils gleich viele Versuchsaufbauten liefern ca. 1 K oder weniger als 1 mK Stabilität. Alle anderen Befragten liegen entweder dazwischen oder sogar über 1 K. Da die Skala logarithmisch aufgestellt wurde wird der Mittelwert der Potenzen als grober Anhaltspunkt

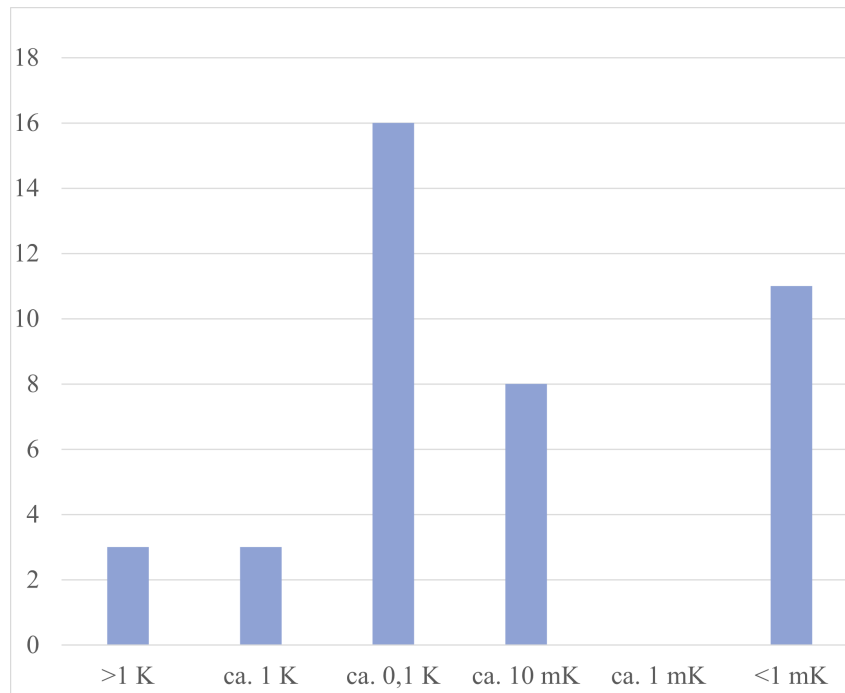


Abbildung 3.8: Häufigkeiten der Messunsicherheit der Temperatur.

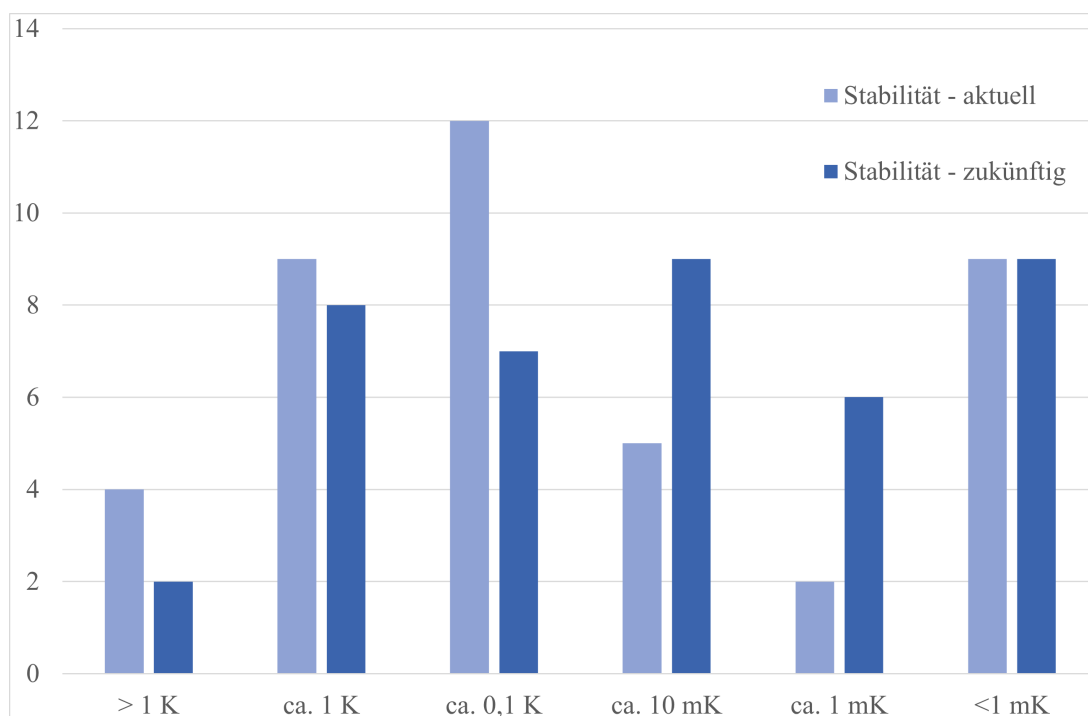


Abbildung 3.9: Häufigkeiten der Stabilität der Temperatur. Aktuelle Stabilität in mittelblau. Gewünschte, zukünftige Stabilität in dunkelblau.

für die meist vertretene aktuelle Stabilität verwendet. Daraus ergibt sich eine durchschnittliche Stabilität der Temperatur von $10^{-1,46 \pm 1,64}$ K, sie liegt also im Bereich von 0,1 K.

Für die räumliche Stabilität liegen 32% unterhalb des Grenzwertes von 100 mK/m und erfüllen zumindest in diesem Charakteristikum die höchste Klassifizierung von Messräumen (VDI/VDE 2627 Blatt 1 2015). Ein Viertel der Befragten liegt oberhalb von 100 mK/m und 44% der Befragten ist die räumliche Stabilität nicht bekannt.

Die Frage, ob eine Temperaturregelung verwendet wird, beantworteten 83% aller Befragten mit ja. Die Umfrage wird nach dieser Filterfrage also mit 34 von 41 Personen fortgesetzt. Alle nachfolgenden Ergebnisse und Prozentsätze beziehen sich daher auf die Antworten dieser 34 Personen.

Welche Art der Temperaturregelung verfolgt wird, ist anteilig in Abbildung 3.10 aufgetragen. Etwa zwei Drittel der Befragten verwenden eine Temperaturregelung, die sowohl auf hohe Temperaturstabilität, als auch auf eine bestimmte Temperatur abzielt. Je nach Anwendungszweck teilt sich dies auch auf mehrere verschiedene Temperaturregelungen innerhalb eines Versuchsaufbaues auf. Werden diese 65%, die beide Arten der Temperaturregelung verwenden in die anderen beiden Kategorien mit hineingezählt ergibt sich, dass 68% der Anwender eine bestimmte absolute Temperatur anfordern und ganze 97% der Anwender eine hohe Temperaturstabilität benötigen. Dies zeigt die Wichtigkeit von einer stabilen Temperatur, vor allem über kurze Zeiträume. Fluktuationen in der Temperatur über kurze Zeitskalen sollten soweit möglich reduziert werden. Wie in Abbildung 3.11 zu sehen, ist mit 40% die meistverwendete Methode zur Stabilisierung der Temperatur die Klimanlage des Labores in dem der Versuch steht. Diese wird in den meisten Fällen mit einer der anderen Methoden kombiniert verwendet. Ein fließendes Kühlmittel, welches flüssig oder gasförmig sein kann, wird in 23% der Anwendungen zur Temperierung verwendet. 21% verwenden eine elektrische Methode zur Temperaturregelung und jeweils 8% Heatpipes oder Lüfter.

Interessant ist, dass nur 47% der Nutzer, die eine Temperaturregelung verwenden, damit zufrieden sind. Ganze 29% beklagen Probleme mit der Klimaanlage der Gebäude. Diese reichen von regelmäßigen Ausfällen über Temperaturgradienten im Raum von bis zu 1 K, zu unzureichend ausgelegten Klimaanlagen, sodass die benötigte Temperaturstabilität technisch nicht erreicht werden kann. Das größte Optimierungspotential sieht ein Drittel (29%) der Befragten in der zeitlichen Stabilität der Temperatur (siehe Abbildung 3.12) und ein Fünftel (20%) in der räumlichen Stabilität der Temperatur. Die Messung der Temperatur sehen 16% als aktuell größtes Hindernis und 13% wollen eine Temperaturregelung in ihren Versuch integrieren. Nur 2% benötigen eine Isolierung. Wichtig zu erwähnen sind jedoch die 20%, die ihre Klimaanlage optimieren wollen. Dieser Personenkreis ist nahezu deckungsgleich mit den 29% der Personen aus der vorhergehenden Frage, die eine Temperaturregelung verwenden.

Wie bereits erwähnt, liegt die aktuelle Stabilität der Temperatur bei etwa 0,1 K. Dem gegenüber wurde die gewünschte Temperaturstabilität in einem Diagramm aufgetragen und ist in Abbildung 3.9 zu sehen. Zukünftig scheint es zwei wichtige Größenordnungen für die Stabili-

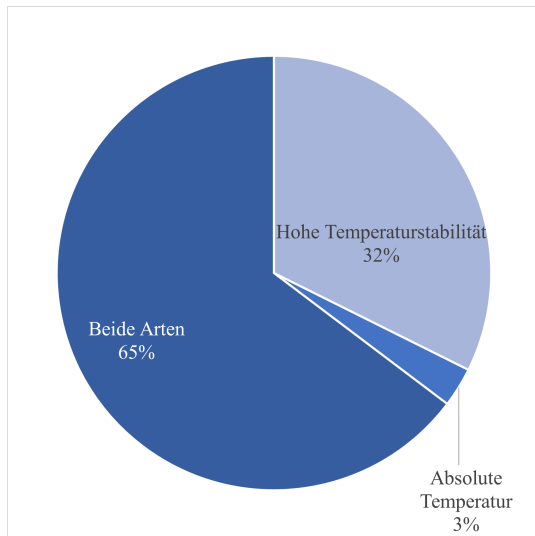


Abbildung 3.10: Art der Temperaturregelung, die aktuell in den Versuchen verwendet wird.

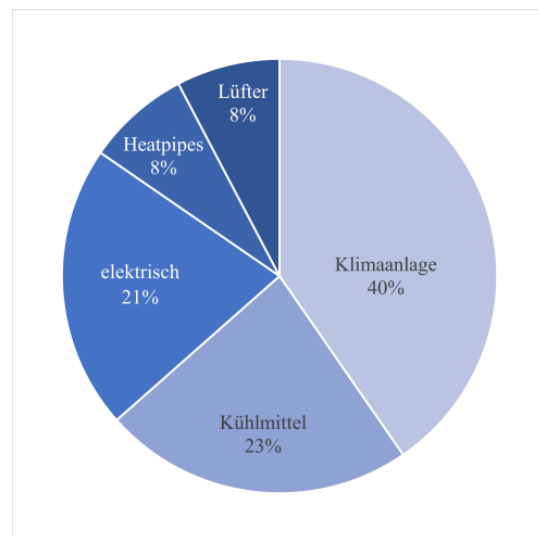


Abbildung 3.11: Aktuell verwendete Methode für die Temperaturregelung

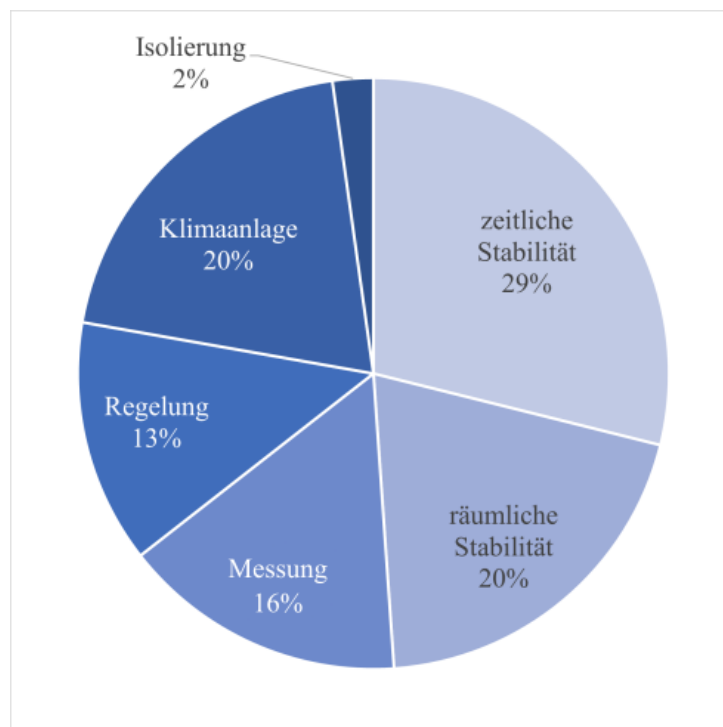


Abbildung 3.12: Der größte Optimierungsbedarf nach Selbsteinschätzung der Befragten.

tät der Temperatur zu geben. Einmal ca. 10 mK und weniger als 1 mK. Dicht gefolgt von ca. 1 K. Anschließend folgen nach Häufigkeit 0,1 K und 1 mK. Genau zwei Befragte gaben für die zukünftige Stabilität der Temperatur weiterhin mehr als 1 K an, diese scheinen also mit der Temperaturstabilität zufrieden zu sein. Genauso wie bei der aktuellen Stabilität der Temperatur kann auch hier ein Mittelwert über die Häufigkeit der genannten Potenzen gebildet werden. Dieser ist $10^{1,88 \pm 1,55}$ K, also ca. 0,01 K, als zukünftig angestrebte Genauigkeit.

In den Abschlussbemerkungen wurden zum Teil weitere Erklärungen für die Versuchsaufbauten untergebracht. Es gab auch Hilfsangebote für den weiteren Verlauf der Bedarfsanalyse und Interessensbekundungen für die Ergebnisse der Umfrage.

3.3 Zusammenfassung der Erkenntnisse

Die meisten Anwendungen benötigen einen Temperaturbereich von 0 °C bis 100 °C und werden um 20 °C herum bei Raumtemperatur und Normaldruck durchgeführt. Kryo- und Hochtemperaturanwendungen spielen nur eine untergeordnete Rolle. Da das größte Optimierungspotential bei der zeitlichen Stabilität der Temperatur gesehen wird, sollte sich auf Möglichkeiten fokussiert werden, diese zu verbessern. Für Einzelmessungen sollte die Temperatur für mehrere Minuten stabil sein, für die Gesamtmessung wird die Stabilität für mehrere Stunden benötigt. Diese sollte von aktuell zumeist 0,1 K perspektivisch auf eine Größenordnung von 10 mK, besser noch auf 1 mK verbessert werden. Die Temperaturstabilisierung sollte nach Möglichkeit keine Schwingungen in den Versuch bringen. Vorrangig ist Stabilität der Temperatur anzustreben, nicht unbedingt bei einer konkreten absoluten Temperatur.

Da fast alle Teilnehmer der Umfrage Wärmequellen in ihren Versuchen haben, sollte auf diese besonderes Augenmerk gelegt werden, auch vor dem Hintergrund, dass die räumliche Stabilität als zweitgrößtes Optimierungspotential gesehen wurde. Denkbar wäre es beispielsweise, die Wärmequellen so thermisch zu isolieren, dass diese einen geringeren Einfluss auf den gesamten Versuchsaufbau haben. Die Isolierung der Wärmequellen hat das Potential, beide Arten der Temperaturstabilität zu verbessern.

Insgesamt als kritisch ist der Umgang mit Wärmequellen des Raumes, wie Licht durch zum Beispiel Sonneneinstrahlung in einem Drittel der Versuchsaufbauten zu beurteilen. Bereits Bryan (1990) postulierte genau diese Problematik in Fabriken und Laboren. Sein Empfinden war es, dass es eher mangelnde Kenntnis über die Problematik als die Kosten sind, die dazu führt dass die Sonne direkt auf Maschinen und Messaufbauten scheint. Seine Beobachtung betrifft zwar hauptsächlich Maschinen in Fabriken, aber er erwähnte auch explizit universitäre Forschungseinrichtungen weltweit. Sollte diese Umfrage repräsentativ sein, konnte dieses Empfinden von 1990 in 2024 nach wie vor bestätigt werden. Dieser Problematik sollte also besondere Aufmerksamkeit geschenkt werden. Verantwortlich ist hier allerdings der Nutzer selbst in enger Absprache mit der Person oder Abteilung, die für das Gebäude zuständig ist.

Ob die Erkenntnisse und Aussagen dieser Umfrage allgemeingültig für den Bedarf von metrologischen Anwendungen auch in anderen Instituten und Behörden, national und international, sind, kann nicht beantwortet werden. Sicherlich lassen sich Hinweise auf aktuelle Herausforderungen finden, jedoch ist die Zielgruppe für verallgemeinernde Aussagen nicht geeignet gewählt. Da dies aber nicht das originäre Ziel dieser Umfrage war, ist dies an dieser Stelle nicht negativ zu bewerten. Das Ziel, ein aktuelles Bild über die Probleme hinsichtlich thermischer Störungen und dem Umgang mit Temperaturstabilität innerhalb der PTB zu erhalten, wurde erfüllt. Mithilfe dieser Erkenntnisse können im Folgenden Ansätze entwickelt und Lösungsideen untersucht werden um die genannten Probleme zu verbessern. Diese sollten unbedingt Vibrationen vermeiden und passive Isolation gegenüber aktiver Temperaturregelung vorziehen.

4 Additiv gefertigte Isolationsbauteile

Die wichtigste Erkenntnis aus der Umfrage ist, dass es sinnvoll sein kann, noch einmal einen Schritt zurückzugehen und anstatt eine komplexe Temperaturregelung zu entwickeln, die konstruktive Gestaltung des Versuchsaufbaues in den Fokus zu nehmen. Dies passt auch mit der Beobachtung von Bryan (1990) zusammen, dass die konstruktive thermische Optimierung vor der Regelung der Temperatur optimiert werden sollte und mit der Aussage von Bejan, Tsatsaronis und Moran (1996), die Konstruktion möglichst simpel zu gestalten. Aus der Umfrage entstand die Idee Wärmequellen zu isolieren, sodass der Einfluss auf den gesamten Versuchsaufbau minimiert wird. Daher sollen die Ansätze aus Abschnitt 3.3 dafür genutzt werden, um passive Isolation neu zu denken.

Ein Fertigungsverfahren, das sich aktuell von der Prototypenfertigung zu einer etablierten Fertigungsmethode hin entwickelt, ist die additive Fertigung. Dadurch bietet diese Art der Fertigung noch großes Potential für neue Entwicklungen und steht im Fokus der Forschung. Für die Verbesserung von Temperaturstabilität wurde daher entschieden, die Möglichkeiten der additiven Fertigung zu untersuchen.

4.1 Additive Fertigung

Unter der additiven Fertigung können verschiedene Verfahren verstanden werden, die eine Konstruktion, beziehungsweise ein CAD-Modell, schichtweise aufbauen. Dem gegenüber steht die herkömmliche, subtraktive Fertigung, bei der gezielt Material abgetragen wird um ein Bauteil herzustellen. Hier muss die Bauteilgeometrie vor der Fertigung im Detail erfasst werden, um zu entscheiden in welcher Reihenfolge die subtraktiven Bearbeitungsschritte erfolgen müssen um das gewünschte Bauteil, zum Beispiel durch Zerspanen, herzustellen (Gibson, Rosen und Stucker 2015). Nach den klassischen Fertigungsverfahren der DIN 8580 kann die additive Fertigung als eine Sonderform des Urformens betrachtet werden (Lachmayer, Ehlers und Lippert 2022).

Ursprünglich wurde die Additive Fertigung dafür genutzt, Modelle auf eine schnelle Art noch während der Entwicklung zu visualisieren. Sowohl die Form und Größe eines Objektes konnte so 'greifbarer' gemacht werden, genauso wie die Passform in einem möglicherweise begrenzten Baureaum geprüft und auch eine mögliche Funktion in einem frühen Stadium der Produktentwicklung überprüft werden. Aus diesem ehemaligen Ansatz, schnell Modelle zu visualisieren, entwickelten sich die Fertigungsmethoden ständig weiter, was das verwendbare Material, die Präzision und generelle Qualität des Bauteils angeht. Einige Fertigungsverfahren lieferten mit der Zeit so gute

Ergebnisse, dass das Ergebnis der Entwicklung bereits geeignet war, den ehemals angedachten Zweck zu erfüllen. Dies führte dazu, dass die additive Fertigung als eine eigenständige Fertigungsoption angenommen wird (Gibson, Rosen und Stucker 2015).

4.1.1 Fertigungsverfahren

Nach Bourell et al. (2017) kann die additive Fertigung in sieben verschiedene Verfahren kategorisiert werden: Beim **Freistrah-Bindemittelauftrag** (englisch: binder jetting) wird pulverförmiges Material schichtweise aufgetragen und an den gewünschten Stellen lokal mit dem Bindemittel, zumeist ein flüssiger Kleber, zusammengefügt. Die **Direkte Energieabscheidung** (englisch: directed energy deposition) verbindet das pulverförmige zu druckende Material mithilfe einer Quelle hoher Energie. Das kann zum Beispiel ein Plasmabogen oder Elektronenstrahl sein. Das Druckmaterial wird meistens simultan mithilfe einer Düse aufgetragen. Es kann pulverförmig oder als Filament vorliegen. Das wahrscheinlich am meisten verbreitete Verfahren ist die **Materialextrusion** (englisch: material extrusion) bei der ein als Filament vorliegender Thermoplast, oder ein Kompositmaterial, direkt in der Düse des Druckkopfes erhitzt und Bahn für Bahn auf die Bauplattform aufgetragen wird. Beim **material jetting** wird das aufgeschmolzene Druckmaterial mithilfe einer Düse tröpfchenweise auf die Bauplattform gesprüht. Das **pulverbettbasierte Laserstrahlschmelzen** (englisch: powder bed fusion) stellt das Material in Form eines Pulverbetts bereit und es wird mithilfe einer Energiequelle lokal geschmolzen oder gesintert und damit verbunden. Die Energiequelle muss nicht unbedingt ein Laser (selective laser melting), sondern kann auch ein Elektronenstrahl (electron beam melting) sein. Die **Schichtlaminiierung** (englisch: sheet lamination) verwendet als Material Folien, die zunächst einzeln geschnitten und im Fertigungsverlauf miteinander verklebt werden. Bei der **Vat-Polymerisation** (englisch: vat polymerization) wird ein flüssiges Polymerharz stellenweise mit UV-Strahlung belichtet, um es auszuhärten.

Nicht jedes Material kann mit jedem Verfahren gefertigt werden. Weiterhin haben die verschiedenen Verfahren individuelle Nachteile, wie beispielsweise Porosität und Risse, Verformungen (relativ zum Modell) oder Oberflächenrauheiten. Diese hängen dabei stark vom verwendeten Ausgangsmaterial und dessen Zustand ab. Insbesondere die Wiederverwendbarkeit von Pulver aus der additiven Fertigung ist Gegenstand aktueller Forschung (Fedina et al. 2022; Gong et al. 2013; Gorji et al. 2020; Nguyen et al. 2017; Raza et al. 2021; Sanders et al. 2022; Slotwinski und Garboczi 2015; Vock et al. 2019). Aufgrund der Materialeigenschaften sind auch thermische, elektrische und andere Eigenschaften gegenüber denen des Vollmaterials verändert und können daher nicht einfach vom Vollmaterial übernommen werden.

Die in dieser Arbeit für die Fertigung der Bauteile verwendeten Pulverbettdrucker arbeiten nach dem Prinzip des pulverbettbasierten Laserstrahlschmelzens. Dabei trägt der Drucker eine dünne Pulverschicht des zu druckenden Materials auf die Bauplattform auf. An den Stellen, die darauffolgend mit dem Laser belichtet werden schmilzt, beziehungsweise sintert das Material und verbindet sich zu einem Festkörper. Eine neue Pulverschicht wird aufgetragen und der Pro-

zess beginnt von neuem.

Es können unter anderem eine Aluminiumlegierung (3.2381 AlSi10Mg, im Folgenden als Aluminium bezeichnet) und Polyamid (PA2200) verarbeitet werden. Für das Fertigen der Bauteile aus Aluminium wird ein DMG Mori Lasertec 30 SLM 2nd Gen. verwendet, der entsprechend des Schmelzpunktes des AlSi10Mg (530 °C bei 20 – 63 μm Partikelgröße) nach dem Prinzip des selektiven Laserschmelzens (**S**elective **L**aser **M**elting) arbeitet. Für das Verarbeiten des Polyamids PA2200 steht ein EOS Formiga P110 zur Verfügung, der entsprechend des geringeren Schmelzpunktes (176 °C bei im Mittel 56 μm Partikelgröße) nach dem Prinzip des selektiven Lasersinterns (**S**elective **L**aser **S**intering) funktioniert.

4.1.2 Vorteile der additiven Fertigung

Durch die schichtweise Art wie additiv gefertigte Bauteile entstehen, eröffnen sich neue Möglichkeiten für innovative Konstruktionen, die mit konventionellen Fertigungsverfahren nicht oder nur unter sehr hohem Aufwand umsetzbar sind. Individuelle Geometrien sind nicht nur an der Oberfläche, sondern auch im Inneren eines Objektes möglich. So finden beispielsweise poröse Strukturen aus Metallen oder netzartige Objekte Verwendung in der Orthopädie. Der Vorteil liegt hier insbesondere in der Stabilität des Endproduktes unter gleichzeitiger Reduktion von Material und damit einer Einsparung von Gewicht (Leary et al. 2016; Ryan, Pandit und Apatidis 2006). Weiterhin ist es möglich, zwei Materialien gleichzeitig zu verarbeiten oder fließende Übergänge zwischen zwei Materialien innerhalb eines Bauteils zu erschaffen (Prüß und Viotor 2015; Vaezi et al. 2013). Außerdem kann der Fertigungsprozess pausiert werden, um zwischen durch Sensoren in das Innere von gefertigten Strukturen einzufügen, wie es auf herkömmliche Art gar nicht möglich wäre ohne das Bauteil zu beschädigen (Lopes, Macdonald und Wicker 2012). Bewegliche Objekte, wie beispielsweise Getriebe, Ketten und andere kinematische Verbindungen können an Ort und Stelle gefertigt werden. Aufgrund dessen können Montageschritte eingespart werden und unter Umständen auch die Anzahl der zur Montage notwendigen Bauteile reduziert werden (Gibson, Rosen und Stucker 2015).

Die thermischen Eigenschaften additiv gefertigter Materialien werden bisher hauptsächlich in einem anderen Kontext als der thermischen Isolation erforscht, denn sie hat einen maßgeblichen Einfluss auf das Fertigungsergebnis, insbesondere hinsichtlich der Maßhaltigkeit der Bauteile. Hauptsächlich wird sich hier auf die Wärmeleitfähigkeit der verwendeten Materialien fokussiert. Im Widerstand gegenüber Temperaturschwankungen und der damit verbundenen Stabilität des Bauteils in der Nutzungsphase hat diese einen Einfluss. Aktuelles Fokusthema der Forschung in der additiven Fertigung ist es, die Funktionalität von Bauteilen hinsichtlich ihrer Wärmeleitfähigkeit, elektrischen Leitfähigkeit, Dielektrizität, und Biokompatibilität zu verbessern. Für die Verbesserung der thermischen Eigenschaften von Polyamid sind insbesondere Mischmaterialien mit beispielsweise Kupfer oder Aluminium in der Entwicklung. Diese werden derzeit hauptsächlich in Filamente eingebracht. Bei Harzen, für die Anwendung in der Vat-Polymerisation, gibt es ein Äquivalent, welches als Nanofiller bezeichnet wird (Tan, Zhu und Zhou 2020).

Die Eigenschaften additiv gefertigter Materialien sind jedoch nicht notwendigerweise dieselben wie die des gewählten Druckmaterials als Vollmaterial. Diese könnten zwar auch theoretisch berechnet werden, jedoch werden insbesondere thermische Simulationen schnell sehr komplex. Aufgrund dieser Komplexität thermischer Simulationen ist es sinnvoll, mindestens ergänzend Experimente zur Untersuchung neuer Materialien oder Herangehensweisen durchzuführen. Die Anwendung von Bauteilen aus additiver Fertigung zur Isolation von Wärmequellen in der Praxis soll daher in dieser Arbeit untersucht werden.

4.2 Konstruktion und Fertigung von Isolationsboxen

Wie genau die Wärmequellen mithilfe von additiv gefertigten Bauteilen abgeschirmt werden sollen, wird im Folgenden beschrieben. In das Design der Isolationsboxen gehen einige Anforderungen und Annahmen ein, die im Folgenden erläutert werden.

4.2.1 Geometrische Anforderungen

Gase und damit auch Luft haben eine vergleichsweise geringe Wärmeleitfähigkeit, weshalb sie oft zur Isolation eingesetzt werden. Diese werden unter anderem in Form von doppelwandigen Konstruktionen im Bereich von Dewargefäßen, Thermoskannen und ähnlichem integriert. Ein Ansatz ist es daher, doppelwandige Isolationsgefäße additiv zu fertigen. Der Vorteil besteht darin, dass spätere Wärmequellen, die abgeschirmt werden sollen, individuell von doppelwandigen Gefäßen umformt werden können, um auch schwierigen räumlichen Verhältnissen und kompliziert geformten Wärmequellen in Versuchsaufbauten gerecht zu werden. Kombiniert werden sollte ein Luftzwischenraum dann mit einem Material mit geringer Wärmeleitfähigkeit und gleichzeitig möglichst großer spezifischer Wärmekapazität.

Die Anforderungen, die an die Konstruktion der Isolationsboxen gestellt werden, sind dabei hauptsächlich geometrischer und fertigungstechnischer Natur. Das Bauteil sollte symmetrisch sein, um eventuelle Simulationen nur in einer Dimension durchführen zu müssen. Die Idee ist es daher einen doppelwandigen Würfel mit den Innenmaßen von ca. 50 mm x 50 mm x 50 mm zu fertigen, sodass ein bereits vorhandenes Thermoelement in den Isolationswürfel hineinpasst. Die Wandstärke, beziehungsweise der Hohlraum in Wänden, Deckel und Boden, soll 10 mm breit sein, damit der Würfel insgesamt nicht zu groß und somit mechanisch instabil wird, aber dennoch Isolationswirkung festgestellt werden kann. Insbesondere Konstruktionen die der thermischen Optimierung dienen sollten nach Bejan, Tsatsaronis und Moran (1996) möglichst simpel sein.

Da die Bauteile additiv gefertigt werden sollen muss die Konstruktion nicht den Anforderungen der konventionellen Fertigung entsprechen. Stützstrukturen für die additive Fertigung sollten minimal gehalten werden, um Wärmeleitung insbesondere in inneren Bereichen und Nachbearbeitung an Außenbereichen zu vermeiden. Es sollte eine Durchführung für Kabel geben, um Sensoren und Elektronik ansteuern zu können. In diesem Fall insbesondere für die Ansteuerung des Thermoelements im Inneren der Box und für die Temperaturkontrolle mit Sensoren.

Das Ergebnis der Konstruktion ist die in Abbildung 4.1 gezeigte Isolationsbox. Der Teil des Wandzwischenraumes wurde als übergreifende Strukturen konstruiert, sodass diese zugleich den Verschluss der Isolationsbox darstellen.

Bei der Umsetzung der Konstruktion als Druckdatei für die additive Fertigung müssen Stützstrukturen bedacht werden. Insbesondere horizontale Deckplatten können nicht in jedem Material frei tragend im Pulverbett gesintert oder geschmolzen werden. Außerdem ist eine große Problematik, dass sich die freitragenden Wände beim Sintern von Aluminium verziehen können. Die Stützstrukturen sollten für die Isolationsbox, vor allem beim Aluminium, möglichst gering gehalten werden, sodass die Wärmeleitung von Innen- zur Außenwand nicht durch die Stützstrukturen überhaupt erst ermöglicht wird. Innenliegende Stützstrukturen können im Gegensatz zu außenliegenden auch nicht entfernt werden. Deshalb wurde der Ansatz gewählt, indem die Box während des Druckes im 45° Winkel schräg auf eine der Außenkanten in den Bauraum gestellt wird. Das Ergebnis ist zwar ein größeres Volumen an Stützmaterial im Außenbereich der Isolationsbox, aber eine Reduktion der Stützstrukturen im Inneren auf das absolute Minimum. Das Ergebnis dessen ist in Abbildung 4.2 für den Fall einer Polyamidbox zu sehen. Es gibt eine sich an der Außenkante des Zwischenraumes abstützende Konstruktion aus Dreiecken, die es ermöglichen, die innere Schicht des Zwischenraumes ohne weitere Stützen zu fertigen. Im Falle der Isolationsbox aus Aluminium stellten die außenliegenden Stützstrukturen die Forderung nach einer nachträglichen Bearbeitung. Zur Entfernung wurde das Drahterodieren gewählt, was die in Abbildung 4.3 gezeigte Oberfläche liefert.

4.2.2 Fertigung von Isolationsboxen im Pulverbettverfahren

Eine Besonderheit, die sich aus der Funktionsweise von Pulverbettdruckern ergibt, ist das im Zwischenraum der Box verbleibende pulverförmige Druckmaterial. Dieses zurückbleibende, nicht gesinterte, Druckmedium ist im Normalfall eine Art Abfallprodukt, das nur unter bestimmten Umständen wieder der Additiven Fertigung zugeführt werden kann (Fedina et al. 2022; Gorji et al. 2020; Raza et al. 2021; Sanders et al. 2022). An dieser Stelle könnte es jedoch möglicherwei-

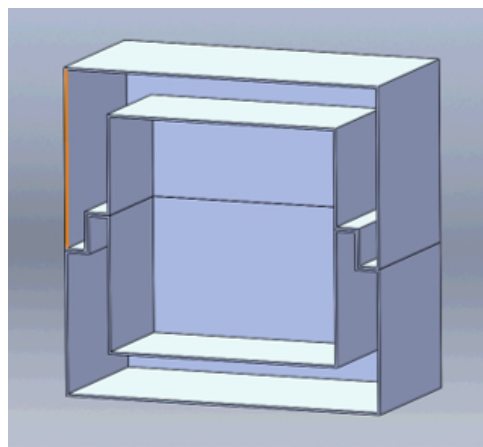


Abbildung 4.1: Schnittansicht der doppelwandigen Isolationsbox im Modell.

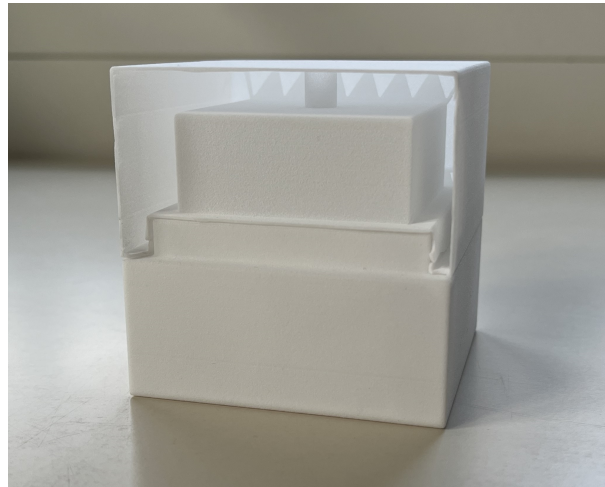


Abbildung 4.2: Blick in das Innere einer Isolationsbox aus Polyamid. Im hinteren Bereich ist die Stützstruktur zu sehen, die aus Gründen der Fertigbarkeit in das Modell eingefügt werden musste.

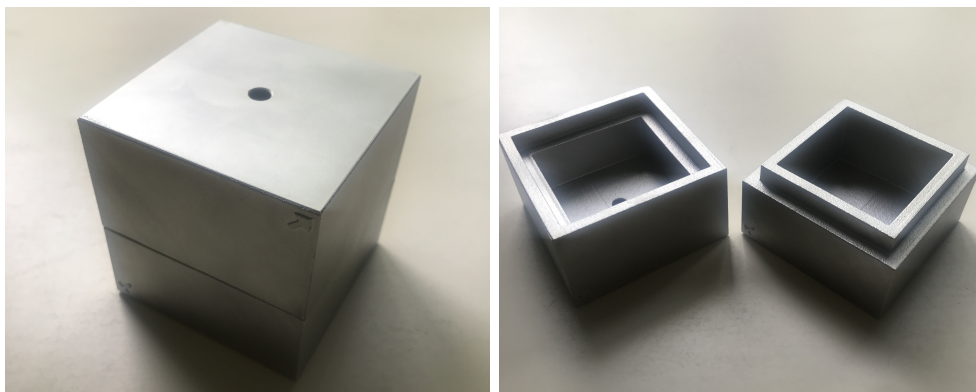


Abbildung 4.3: Gedruckte Isolationsbox aus Aluminium. Links: geschlossen mit Blick auf die Kabeldurchführung. Rechts: Geöffnet mit Blick auf den Übergang zwischen Deckel und Boden.

se zum Vorteil genutzt werden. Insbesondere die Isolationseigenschaften des im Zwischenraum verbleibenden Pulvers wurde bislang nicht systematisch untersucht. Aufgrund dessen soll experimentell bestimmt werden, inwieweit das Pulver im Zwischenraum die thermischen Eigenschaften beeinflusst und welches der verfügbaren Druckmaterialien in welcher Konfiguration die besten Isolationseigenschaften besitzt.

Aus den verwendeten Materialien werden daher jeweils mehrere Boxen gefertigt. Für die erste Box wird das Pulver im Zwischenraum belassen, das verfahrensbedingt ohnehin eingeschlossen ist. Dann wird bei einer Box das Pulver aus dem Zwischenraum entfernt, um den doppelwandigen Hohlraum gefüllt mit Luft, wie in der Konstruktion vorgesehen, zu untersuchen. Final wird eine Box mit einem Phasenwechselmaterial befüllt (weitere Erläuterungen siehe Kapitel 6). So ergeben sich pro Material mindestens drei gedruckte Isolationsboxen, die sowohl untereinander als auch miteinander in ihren Eigenschaften verglichen werden. Beispielfhaft ist eine der gedruckten Aluminiumboxen in Abbildung 4.3 dargestellt.

Besonders bei den Isolationsboxen aus Polyamid zeigt sich eine höhere Rauigkeit der Oberfläche als bei einer spanenden Fertigung der Bauteile. Diese hat aufgrund der Erhöhungen der Oberfläche, gegenüber glatten Flächen, einen Einfluss auf die Eigenschaften an der Oberfläche. Da sich diese Rauigkeit durch das verwendete Pulver beim Druck ergeben haben könnte, ist weiterhin fraglich, ob sich die Fehlstellen auch in der inneren Struktur der Bauteile aus Polyamid zeigen und somit auf noch weitere Materialeigenschaften, wie beispielsweise die Dichte, Einfluss nehmen. Aufgrund dessen soll an dieser Stelle untersucht werden welche Parameter während der Fertigung einen Einfluss auf das finale Bauteil haben.

Als erstes ist die Wahl der Belichtungsgeschwindigkeit und der Abstand der Bahnen zu nennen, die beide einen großen Einfluss auf die Qualität des gefertigten Bauteils haben (Slotwinski, Garboczi und Hebenstreit 2014). Auch eine optimierte Scanstrategie, also die Wahl in welcher Bewegungsrichtung die jeweilige Pulverschicht zur Fertigung belichtet wird und in welcher Art diese von Schicht zu Schicht variiert wird, kann die Fehlstellen und Maßhaltigkeit additiv gefertigter Bauteile maßgeblich positiv beeinflussen (Krasniqi, Löffler und Tutsch 2024).

Einen weiteren großen Einfluss auf die Fertigungsqualität der Bauteile hat das verwendete Pulver. Die Eigenschaften des Pulvers haben aber auch einen direkten Einfluss auf die Isolationseigenschaften der Bauteile, die ungedrucktes Pulver beinhalten, weshalb darauf im Folgenden genauer eingegangen wird.

4.2.3 Einfluss des Pulvers auf die Fertigungsqualität

Auf das Pulver, als Ausgangsmaterial für die Bauteile, sollte bei der Fertigung ein hohes Augenmerk gelegt werden. So hat schon die Pulvergrößenverteilung einen Einfluss auf die Qualität des Druckes. Eine breitere Verteilung der Größenverteilung des Pulvers, mit einer Tendenz zu feineren Partikeln, wird in der Literatur mit einer größeren Schichtdichte in Verbindung gebracht (Vock et al. 2019). Selbst wie das Pulver im Druckbett verteilt wird, hat einen maßgeblichen

Einfluss auf die Qualität des gefertigten Bauteils (Miao et al. 2022). Die exakte Kraft, die eine Maschine bei der Ausbreitung des Pulvers im Pulverbett ausüben kann, ist bisher unbekannt und noch nicht genauer untersucht worden (ebd.). Gemäß der Aussage von Vock et al. (2019), dass eine Größenverteilung des Pulvers mit Tendenz zu kleineren Partikel vorteilhaft ist, kann jedoch davon ausgegangen werden, dass auch das Komprimieren für die Dichte des gefertigten Bauteils vorteilhaft ist, da kleinere Partikel in der Größenverteilung zu einem besseren Formschluss führen. Auch die Wärmeleitung ist stark abhängig von der Größenverteilung der Pulverpartikel. Hierdurch wird wiederum das Schmelzverhalten des Pulvers und damit auch die Druckqualität maßgeblich beeinflusst (Gong et al. 2013).

Das verwendete Material hat im Fall der Aluminiumlegierung eine Pulvergrößenverteilung von $25\ \mu\text{m} - 70\ \mu\text{m}$. Für das Polyamidpulver gibt es keine Angaben zur Größenverteilung, sondern nur zum Median, der mit $56\ \mu\text{m}$ angegeben wird.

Wichtig für die Fertigungsqualität sind jedoch nicht nur die Eigenschaften des gekauften Pulvers im frischen Zustand, sondern auch der Zustand des Pulvers zum Zeitpunkt des Druckes. So konnte gezeigt werden, dass sich die Größenverteilung der Pulverpartikel mit der Alterung des Pulvers verändert (Fedina et al. 2022). Aufgrund dessen hat auch das Alter des Pulvers einen Einfluss auf die Dichte der additiv gefertigten Bauteile, typischerweise auf eine unerwünschte Art (Powell et al. 2020).

Ein weiterer Effekt ist die zusätzliche Alterung des Pulvers durch vorhergehende Druckprozesse. In PA erhöht sich das Molekulargewicht des Pulvers umso mehr, je höher die Temperatur während der Fertigung eines Bauteils im Pulverbett war. Dies lässt sich nach Wudy und Drummer (2019) klar auf Kondensation nach dem Fertigungsverfahren zurückführen. Kristallisation ist hier der treibende Effekt der Alterung innerhalb der ersten 100 Stunden. Mit steigender Alterungsdauer wird die thermo-oxidative Degradation der treibende Faktor der Alterung von PA-Pulver. Als Hauptgrund konnte hierfür Feuchtigkeit im Pulver ausgemacht werden (Sanders et al. 2022). Es muss also gut überwacht werden wie die Historie des bereits im Bauraum befindlichen Pulvers ist und ob dieses wiederverwendet werden kann. Typischerweise wird nur ein bestimmter Anteil recyceltes Pulver einer Menge an frischen Pulver untergemischt. Beim Aluminium konnte bei einmaliger Verwendung kaum eine Veränderung am Pulver festgestellt werden, für mehrmals verwendetes Aluminiumpulver stieg jedoch der Sauerstoffgehalt im Pulver, ausgelöst durch Oxidation, bis auf ein Vielfaches an (Fedina et al. 2022). Dieser erhöhte Sauerstoffgehalt führte im Folgenden zu einer erhöhten Wahrscheinlichkeit und Größe von im gedruckten Teil auftretenden Poren. Diese porösere Struktur konnte nicht nur in den gefertigten Bauteilen, sondern auch in bereits verwendeten einzelnen Pulverpartikeln nachgewiesen werden (Gorji et al. 2020).

Nguyen et al. (2017) fasst für Inconel Pulver gut zusammen, was auch für Polyamidpulver und Aluminiumpulver gilt. Solange das Pulver mit Bedacht gelagert, bei Bedarf gesiebt und kontrolliert verwendet wird, spricht nichts gegen das Recycling von Pulver aus additiver Fertigung. Die in dieser Arbeit hergestellten Bauteile wurden aus einer Mischung von jeweils 50% gebrauchtem und neuem Pulver hergestellt.

4.2.4 Oberfläche, Fehlstellen und Gewicht der additiv gefertigten Bauteile

Um eine Einschätzung über die Oberfläche und Fehlstellen der hier additiv gefertigten Bauteile zu gewinnen, wurde eine Analyse eines Probekörpers durchgeführt. Eine sogenannte Lunckeranalyse, die Analyse der Fehlstellen in einem Computertomographen (CT), verrät die innere Struktur der additiv gefertigten Bauteile. Dafür wurde ein Polyamidwürfel mit einer Kantenlänge von 10 mm mit den Standardparametern hergestellt und in einem Werth TomoScope XS 160 kV mit der zugehörigen Software WinWerth auf Fehlstellen analysiert. Das Ergebnis dieser Analyse ist in Abbildung 4.4 hinsichtlich der Fehlstellen im Würfelvolumen und der Fehlstellen einer einzelnen Ebene des Würfels zu sehen. Dabei wurde eine Auflösung des CT verwendet, die eine minimale Voxelgröße von $11,1 \mu\text{m}$ auflösen kann. Das Gesamtvolumen des Würfels ließ sich zu $1011,16 \text{ mm}^3$ bestimmen, was bereits Aufschlüsse darüber gibt, dass die gefertigte Kantenlänge von 10 mm nicht exakt eingehalten wurde und die bereits festgestellte raue Oberfläche abbildet. Das eingeschlossene Volumen größer als $11,1 \mu\text{m}$ beträgt in Summe $51,55 \text{ mm}^3$, sodass sich rein rechnerisch ein Volumenanteil von 5,1% Einschlüssen ergibt.

Diese Menge der Einschlüsse kann auch für die gefertigten Isolationsboxen erwartet werden. Hinsichtlich der Isolationseigenschaften kann durch die Einschlüsse erwartet werden, dass das Polyamid besser isoliert als es ein Festkörper aus Polyamid würde, da die Dichte geringer ist und die Fehlstellen nicht zum Wärmetransport beitragen. Besonders bei einem voll gedruckten Isolationsbauteil könnte dies relevant sein. Für das Befüllen des Zwischenraumes mit einem anderen Material können die Fehlstellen auch bedeuten, dass die Isolationsbox aus Polyamid nicht dicht sein wird.

Die gefertigten doppelwandigen Isolationsboxen wurden nicht im CT analysiert, sondern hinsichtlich ihrer Masse untersucht. Besonders interessant ist an dieser Stelle die Masse des eingeschlossenen Pulvers, da dies voraussichtlich die isolierenden Eigenschaften der Boxen verändern wird. Das Ergebnis sind für das Aluminium etwa $(169,93 \pm 0,53)$ g schwere Isolationsboxen und für das Polyamid Boxen mit einem Gewicht von etwa $(33,42 \pm 1,25)$ g für die Kombination aus Boden und Deckel. Die pulvergefüllte Aluminiumbox wiegt $401,53$ g, was ein reines Pulvergewicht von $231,60$ g bedeutet. Die pulvergefüllte Box aus Polyamid mit einem Gesamtgewicht von

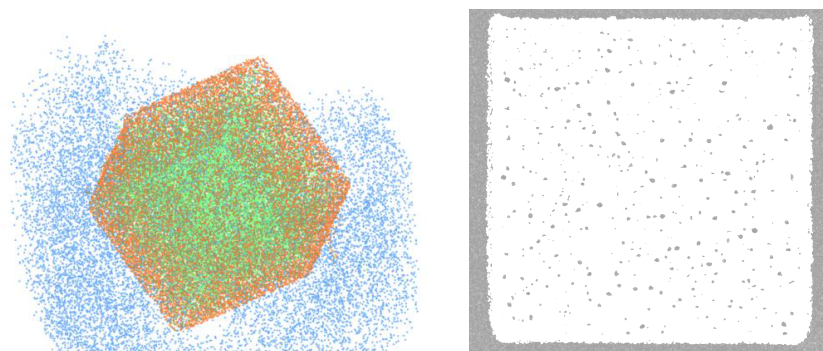


Abbildung 4.4: Ergebnis der Lunckeranalyse eines Würfels mit 10 mm Kantenlänge gefertigt aus Polyamid. Links: Gesamtansicht des Probekörpers. Rechts: Ausschnitt einer Ebene des Würfels mit den in dieser Ebene vorhandenen Fehlstellen.

Material	Gewicht (in g)		
	ohne Pulver	mit Pulver	reines Pulver
Aluminium	169,93	401,53	231,60
Polyamid	33,42	112,05	78,63

Tabelle 4.1: Gewicht der Isolationsboxen aus Aluminium und Polyamid mit und ohne Pulver im Zwischenraum und das sich daraus ergebende Gewicht des eingeschlossenen Pulvers.

112,05 g enthält eine Pulvermenge von etwa 78,63 g. Tabellarisch zusammengefasst sind die Ergebnisse auch in Tabelle 4.1 zu finden. Auffällig ist der große Gewichtsunterschied zwischen der Aluminium- und Polyamidbox der aufgrund der hohen Dichte des Aluminiums erwartbar ist. Ob das zusätzliche Pulver aufgrund seiner Masse einen verstärkenden oder abschwächenden Effekt auf den Wärmeeintrag haben wird und ob sich ein Unterschied zwischen der Aluminiumbox und der Polyamidbox zeigt, wird sich in den kommenden Untersuchungen zeigen.

4.3 Versuchsaufbau

Die Art und der Umfang der zu charakterisierenden Isolationsbauteile wurde im vergangenen Abschnitt erläutert. Hier soll darauf eingegangen werden, wie der Versuchsaufbau gestaltet wird, in dem diese Charakterisierung durchgeführt wird. Besonderes Augenmerk wird dabei auf die Vergleichbarkeit aller Messungen untereinander gelegt, weshalb auch die Versuchsdurchführung selbst bei möglichst stabilen Temperaturbedingungen vorgenommen werden muss.

Wie bereits in Abschnitt 3.2 thematisiert, gibt es in vielen Laborräumen Schwankungen in der Temperatur trotz, und zum Teil gerade wegen, der verwendeten Klimaanlage. Dennoch würde die Temperatur ohne Klimaanlage nicht über alle Versuche hinweg dieselbe sein, weshalb die Experimente für eine bessere Vergleichbarkeit in einem klimatisierten Labor durchgeführt werden sollen. Um von den Schwankungen der Temperatur durch die Klimaanlage möglichst unabhängig zu sein, soll in diesem klimatisierten Labor eine Experimentierkammer aufgestellt werden, in der die Versuche durchgeführt werden können. Dadurch können kleinste Veränderungen der Temperatur, ausgelöst durch die Messungen selbst, besser differenziert werden.

Ein CAD-Modell der fertig konstruierten Experimentierkammer ist in Abbildung 4.5 zu sehen. Die Kammer besitzt ein Innenmaß von 500 mm x 500 mm x 500 mm. Die Innenmaße wurden gewählt um das Luftvolumen möglichst gut bestimmen zu können, falls dies notwendig werden sollte. Durch die gewählten Kantenlängen von 500 mm ergibt sich ein Kammervolumen von $\frac{1}{8} \text{ m}^3$. Der Temperaturbereich bei Verwendung ist Raumtemperatur und ergibt sich aus den Anforderungen der Umfrage. Das Material soll so gewählt werden, dass Temperaturgradienten in der Kammer vorgebeugt werden kann. Aufgrund dessen wurde entschieden, ein Material mit einer hohen Wärmeleitfähigkeit zu verwenden. In diesem Fall wurde die Aluminiumlegierung

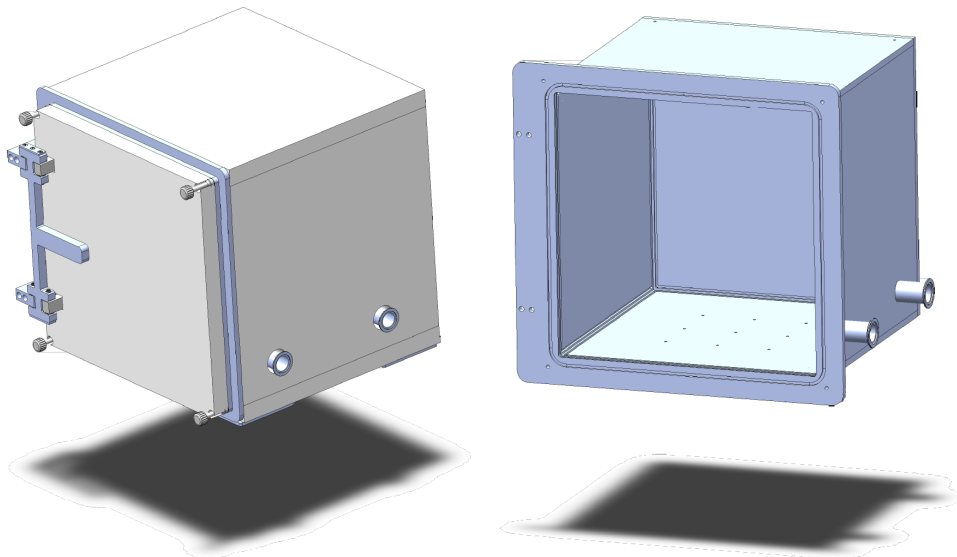


Abbildung 4.5: CAD-Modell der Experimentierkammer. Links: mit Styrodurisolierung und Flanschen. Rechts: ohne Isolierung mit dem Blick in die Kammer auf die Bohrungen in der Bodenplatte.

EN AW 2007 mit einer Wandstärke von 10 mm gewählt. Ein weiterer Grund für die gewählte Aluminiumlegierung ist, dass das Material gut zu zerspanen ist. Gegen ein noch besser Wärme leitendes Kupfer wurde sich wegen des hohen Gewichts, der Oxidation von Kupfer und zuletzt die hohen Kosten entschieden. Die Kammer soll vakuumgeeignet sein, um in späteren Messungen die Möglichkeit zu haben, Konvektion zu unterbinden. Dies dient dazu die Anteile der Konvektion aus der Wärmetransportgleichung streichen zu können. Eine Seite sollte aufklapp- oder demontierbar sein, um den darin befindlichen Versuchsaufbau und Messobjekte platzieren und tauschen zu können. Welche Seite dafür vorgesehen wird ergibt sich aus der Platzierung der Kammer im Labor. Um Kabel für Sensoren ohne Störung der Wärmeübertragung in die Kammer führen zu können wird eine Art der Durchführung benötigt. Hier wurde sich für KF-Flansche entschieden, da es für diese Art der Flansche bereits viele fertige Lösungen gibt. Die Kammer selbst muss sehr wahrscheinlich isoliert werden um den Einfluss der Raumtemperatur auf die Temperatur in der Versuchskammer so gut wie möglich zu reduzieren, sodass es hier notwendig ist eine Isolierung anzubringen. Falls die Isolierung nicht ausreichend ist, sollte die weitere Möglichkeit bestehen, eine Art der aktiven Temperaturregelung anzubringen.

In Abbildung 4.6 rechts sind auf der Bodenplatte Gewindebohrungen sichtbar, die mehrere Zwecke erfüllen sollen. Zum einen können so über einen Halter die Isolationsboxen immer an derselben Stelle mittig in der Experimentierkammer platziert werden. Zum anderen dienen die Bohrungen aber auch der Befestigung von Temperatursensoren, die später in den Kammerecken angebracht werden. Detaillierte Erklärungen hierzu sind in Unterunterabschnitt 4.3 zu finden. Da die Bohrungen 8 mm tief in einer 10 mm Platte gebohrt würden stellt sich vorab die Frage, ob Temperaturschwankungen außerhalb der Experimentierkammer so einen Einfluss auf die Temperaturen in der Experimentierkammer haben könnten. Bevor diese Bohrungen also in die Platten gesetzt werden, wird eine Analyse des Wärmeflusses durchgeführt.

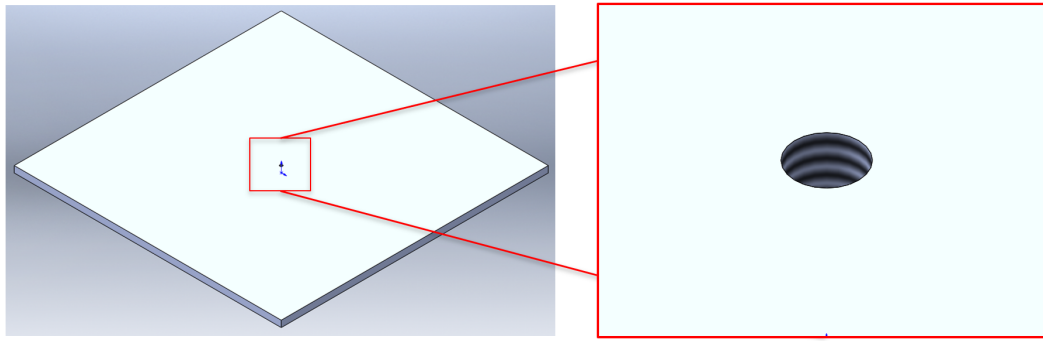


Abbildung 4.6: CAD-Modell einer Bohrung in der Bodenplatte der Experimentierkammer.

Die Bohrungen wurden aus der Konstruktion heraus, direkt mit Solidworks mittels einer FEM-Analyse simuliert. Folgende Parameter wurden dabei angenommen: der Wärmeeintrag erfolgt von der Innenseite der Kammer mit einer Innentemperatur von 22 °C. Die Außentemperatur der Kammer wurde mit 20 °C angenommen. Diese Herangehensweise wurde gewählt, da die Wirkung der Wärme so auf eine homogene Fläche abgebildet wird. Die Temperaturdifferenz beträgt nur 2 °C, da nur kleine Schwankungen in der Temperatur der Klimaanlage angenommen werden, die für den Einfluss der Bohrungen wichtig wären. Der Wärmeübergangskoeffizient vom Aluminium zur Luft wurde mit $10 \frac{\text{W}}{\text{m}^2\text{K}}$ angenommen. Das Ergebnis der Simulation ist in Abbildung 4.7 zu sehen. Es zeigt sich, dass auf der Rückseite der Platte die Veränderung der Temperatur durch die Bohrung (im stationären Zustand) 0,003 K beträgt. Diese Veränderungen liegen in der Größenordnung der Messunsicherheit und werden daher voraussichtlich keinen wesentlichen Beitrag leisten. Aufgrund dessen wurde sich letztendlich für die Platzierung der Bohrungen in Kammerdecke und -boden, wie in Abbildung 4.5 zu sehen, entschieden.

Heizelement

In der Experimentierkammer wird absichtlich ein Heizwiderstand platziert, um die Effektivität der Isolierungen zu testen. Auf diese Weise können transiente Messungen des Isolationssystems, also Messungen bei denen ein impulshafter Temperaturanstieg aufgebracht wird, durchgeführt werden, die gegenüber statischen Messungen mehr Erkenntnisgewinn liefern (Ruijl, Theo 2011). Der Vorteil liegt darin, dass das System so auf eine kontrollierte Anregung reagiert und die Reaktion des Systems beobachtet werden kann. Die in der Umfrage in Kapitel 3 thematisierten Wärmequellen, wie Motoren, Laser oder generell elektrische Kleinbauteile, geben in der Regel keinen konstanten Wärmestrom ab, sodass es damit sehr schwierig wäre, verschiedene Isolierungen zu vergleichen. Wird ein Heizwiderstand fortlaufend auf einer Temperatur gehalten, werden die Messergebnisse im klimatisierten Messraum miteinander vergleichbar.

Der Heizwiderstand ist eine Heizpatrone mit 6,5 mm Durchmesser, 50 mm Länge und einer Leistung von 250 W, die mit 230 V betrieben wird. Um den Heizwiderstand für die hier beschriebene Anwendung verwendbar zu machen, wird er formschlüssig in einem Kupferzylinder

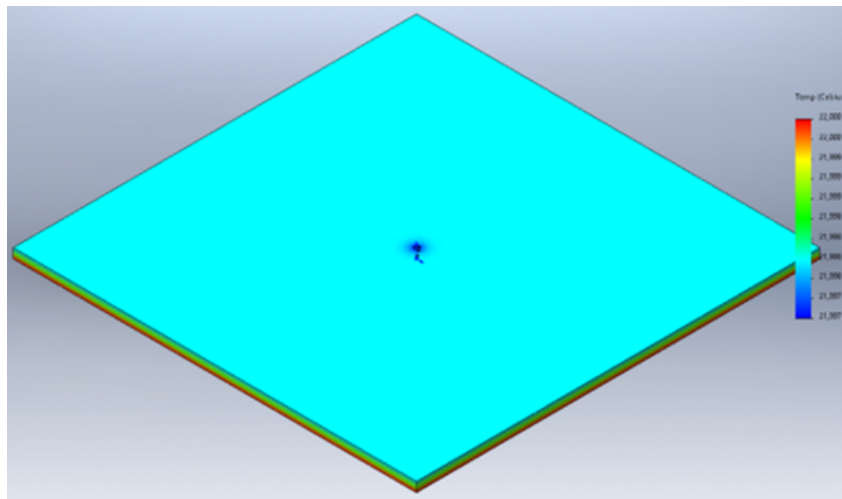


Abbildung 4.7: CAD-Modell einer Bohrung in der Bodenplatte der Experimentierkammer.

mit einer Masse von etwa 150 g platziert. Der Kupferzylinder ermöglicht eine möglichst gleichmäßige Temperaturabgabe. Zum einen stellt er durch seine hohe Wärmeleitfähigkeit eine homogene Wärmeabgabe über die festgelegte Oberfläche des Kupferzylinders sicher. Zum anderen reduziert der Kupferzylinder die Häufigkeit mit der das Heizelement angesteuert werden muss, da das Kupfer Wärme mit einer hohen Wärmekapazität speichert und somit träge reagiert. Dadurch stellt er auch eine hohe zeitliche Stabilität der Temperatur der Wärmequelle sicher.

Angesteuert wird der Heizwiderstand mit einem konventionellen PID-Regler, der eine Temperatur von 50 °C anzielt. (Vorab wurde ein Zweipunkt-Temperaturregler verwendet, der in der Auswertung ein Problem hervorbrachte. Details hierzu sind in Unterabschnitt 5.2.4 beschrieben.) Die Temperaturdifferenz der Experimentierkammer zum Heizelement beträgt somit $\Delta T \approx 30$ K, sodass die Veränderungen der Temperatur in der Kammer eindeutig dem Heizelement zugeordnet werden können. Die Temperatur für die Regelung des Heizwiderstandes wird mithilfe eines Thermoelements Typ K direkt an der Mantelfläche des Zylinders gemessen. Dazu stehen beide in direktem Kontakt. Weiterhin befindet sich an der Mantelfläche ein Pt100 Widerstandsthermometer, dessen gemessene Temperatur aufgezeichnet wird. Auf diese Art kann nicht nur die Temperatur zur Dokumentation hinterlegt werden, sondern gleichzeitig eine Kontrolle der Funktion des Temperaturreglers erfolgen.

Sensoren

Die Platzierung der Sensoren in der Kammer ist in Abbildung 4.8 zu sehen. In der Kammer wurden sechs Sensoren verteilt. Sie sitzen an der Deckplatte vorne und hinten links und vorne rechts. Die drei unteren Sensoren sitzen vorne links, hinten rechts und genau in der Mitte der Kammer. Sie alle berühren die Außenwände nicht, da sie mithilfe von ABS-Kunststoff-Haltern parallel zur Kammerfläche fixiert sind. Der ABS-Halter hat außerdem den Vorteil, dass die Temperatursensoren keinen direkten Einfluss durch die Metallwände der Kammer erfahren. Weitere zwei Sensoren befinden sich nicht direkt in der Experimentierkammer, sondern einer der verbleibenden zwei Sensoren ist ein Pt100 in kleinerer Ausführung direkt in der Isolationsbox, also

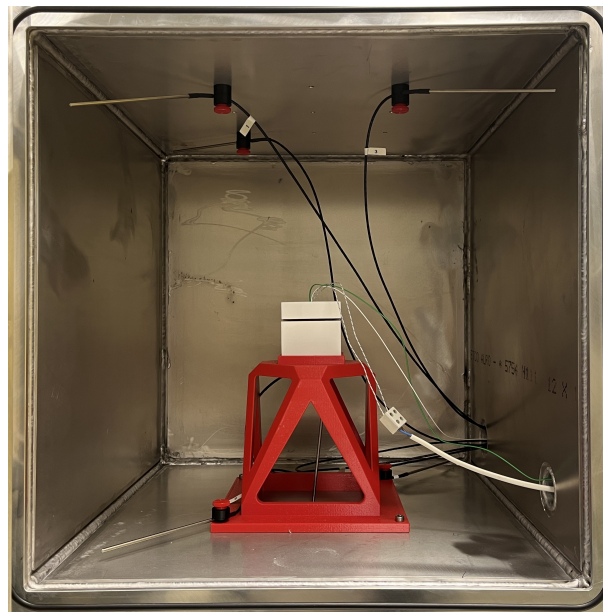


Abbildung 4.8: Platzierung der Temperatursensoren in der Experimentierkammer. In der Mitte der Kammer ist eine Isolationsbox zu sehen, in der sich noch ein weiterer Temperatursensor befindet. Nicht abgebildet ist ein achter Sensor, der die Raumtemperatur misst. Das Heizelement befindet sich in weißen Isolationsbox, die in der Mitte der Abbildung zu finden ist.

in der Kammermitte. Dieser ist in der Nähe des Thermoelement Typ K platziert, um die aufgetragte Temperatur durch den Kupferzylinder zu überwachen und mit aufzuzeichnen. Der letzte der acht Sensoren befindet sich außerhalb, aber in naher Umgebung zur Experimentierkammer, um die Temperatur der Laborluft aufzuzeichnen. Die Durchführungen der Kabel in die Kammer wurden an die vorgesehenen Flansche mithilfe von Kabeldurchführungen befestigt. Diese sind nicht vakuumgeeignet, verhindern aber den Luftaustausch mit der Laborluft.

Kalibrierung der Temperatursensoren

Nach VDI/VDE 2627 Blatt 1 (2015) sollten in Messräumen als Temperatursensoren Pt100-Sensoren zur Dokumentation der Raumtemperatur verwendet werden, wofür sich hier auch entschieden wurde. Diese haben bei 0 °C einen Widerstand von 100 Ω, der mit steigender Temperatur steigt. Die Platin-Widerstandsthermometer werden über ein USB-Interface ausgelesen, welches kalibriert werden muss. Diese kalibrierenden Messungen wurden durch den Hersteller durchgeführt und die Daten der Kalibrierung für die Widerstände an den jeweiligen Anschlüssen mitgeliefert. Über die Linearisierungsgleichung

$$R(T) = R_0 \left(1 + A \cdot T + B \cdot T^2 + C (T - 100) \cdot T^3 \right) \quad (4.1)$$

mit $A = 3,9083 \cdot 10^{-3}$, $B = -5,775 \cdot 10^{-7}$ und $C = 0$ (über 0 °C) wird die Temperatur T aus dem gemessenen Widerstand $R(T)$ am Platin-Widerstandsthermometer berechnet und kann daher



Abbildung 4.9: Kupferblock mit Bohrungen in denen Temperaturmessspitzen platziert sind.

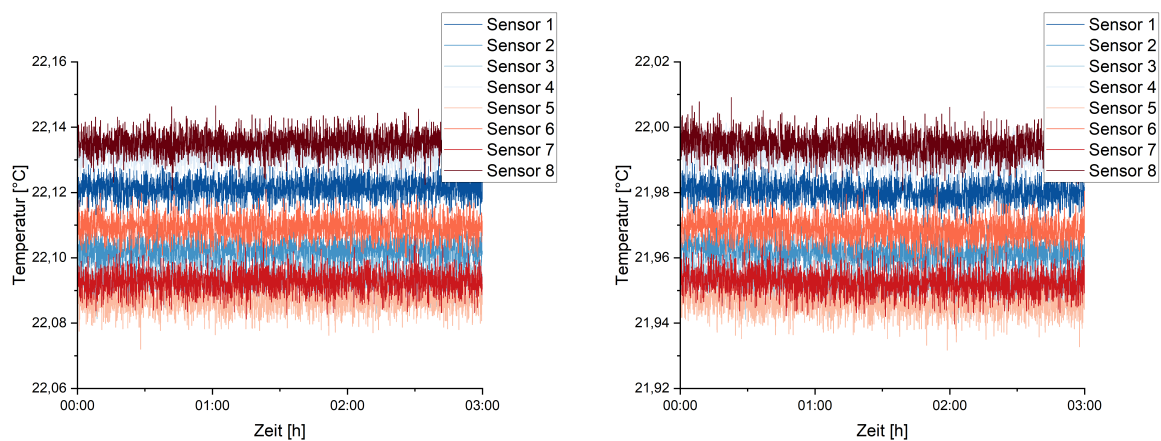


Abbildung 4.10: Temperaturverläufe für die zu kalibrierenden Temperatursensoren im Kupferblock. Für die erste Konfiguration (links) wurden die Sensoren 1&5, 2&6, 3&7, sowie 4&8 in einer Bohrung kombiniert. In der zweiten Konfiguration (rechts) wurden die Sensoren 1&2, 3&4, 5&6, sowie 7&8 in einer Bohrung kombiniert.

auch nur an dieser Stelle der Berechnung korrigiert werden.

Nach diesen Korrekturen lagen die gemessenen Temperaturwerte in der Experimentierkammer jedoch weiterhin bis zu 0,1 °C auseinander, sodass nicht klar ist, woher diese Differenzen der Temperatur resultieren. Die Differenzen könnten durch einen systematischen Fehler bedingt oder echte gemessene Differenzen der Temperatur sein. Für einen systematischen Fehler spricht, dass eine Temperaturänderung um 1 °C bereits eine Veränderung des Widerstandes um 0,483 Ω hervorruft (pico Technology 2023). Bereits kleine Änderungen des Widerstandes, zum Beispiel durch einen nicht optimalen elektrischen Kontakt, haben daher einen nicht zu vernachlässigenden Einfluss auf das Messergebnis der Temperatur.

Dies kann über eine Messung überprüft werden, bei der alle Temperatursensoren gesichert dieselbe Temperatur messen. Dies wird so umgesetzt, dass alle Temperatursensoren derselben Temperatur ausgesetzt werden. Normalerweise wird dies über Fixpunktzellen realisiert, die zu meist eine Flüssigkeit an ihrem Siedepunkt halten, bei dem die Temperatur sehr stabil ist. Hier wurde zur Annäherung entschieden, einen Kupferblock mit großer thermischer Masse zu verwenden, in dessen Bohrungen die Temperaturmessspitzen gesteckt werden. Um die Einflüsse durch Luft zu minimieren und die thermische Kopplung der Messspitzen an den Kupferblock sicherzustellen, werden die Bohrungen mit einem Maschinenöl gefüllt. Diese Versuchsanordnung der Temperatursensoren im Kupferblock ist in Abbildung 4.9 zu sehen. Der Kupferblock selbst befindet sich in einer Hülle, bestehend aus Styropor und wurde zusätzlich abgedeckt, um ihn insbesondere von Luftbewegungen abzuschirmen. Für die Messung wird er dann für mehrere Tage in einem klimatisierten Laborraum zur Messung platziert. Es ergeben sich die in Abbildung 4.10 gezeigten Temperaturverläufe.

Insgesamt lässt sich sagen, dass die Temperaturen sich sehr gleichmäßig miteinander verändern, nicht nur im gezeigten Zeitabschnitt, sondern während der gesamten Messdauer. Es zeigt sich, dass die gemessenen Temperaturen zwischen den Sensoren im Extremfall um maximal 0,06 °C voneinander abweichen. Da alle Sensoren in der Theorie dieselbe Temperatur messen müssten, vorausgesetzt der Kupferblock ist homogen in der Temperatur, kann von einem systematischen Fehler ausgegangen werden. Die Messunsicherheit wird für den Datenlogger mit $\pm 0,01$ °C bei einer Auflösung von 0,001 °C angegeben und die Temperaturmessspitzen werden mit einer Genauigkeit von $\pm 0,03$ °C benannt. Der maximale Unterschied in der Temperatur von 0,06 °C lässt sich also genau mit der angegebenen Messunsicherheit der Temperaturmessspitzen erklären.

Um dies zu verifizieren wurden die Temperatursensoren in denselben vier Bohrungen auf verschiedene Arten kombiniert. Das Umstecken ergibt, wie in Abbildung 4.10 im Vergleich von der linken zur rechten Abbildung, dieselbe Anordnung der Temperaturverläufe mit denselben Differenzen in der Temperatur. Dies ist wiederum ein Hinweis darauf, dass diese Unterschiede in der Temperatur auch durch das Interface bedingt sind und nicht alleine durch die Messspitzen. Um diese These zu überprüfen wird derselbe Messaufbau wiederholt und anstelle die Messspitzen im Kupferblock zu tauschen die Stecker am Interface umgesteckt.

Es ergeben sich die in Abbildung 4.11 gezeigten Temperaturverläufe. Durch die Unterbrechung der Temperaturverläufe bei 5:45 h ist klar zu erkennen, zu welchem Zeitpunkt die Stecker im

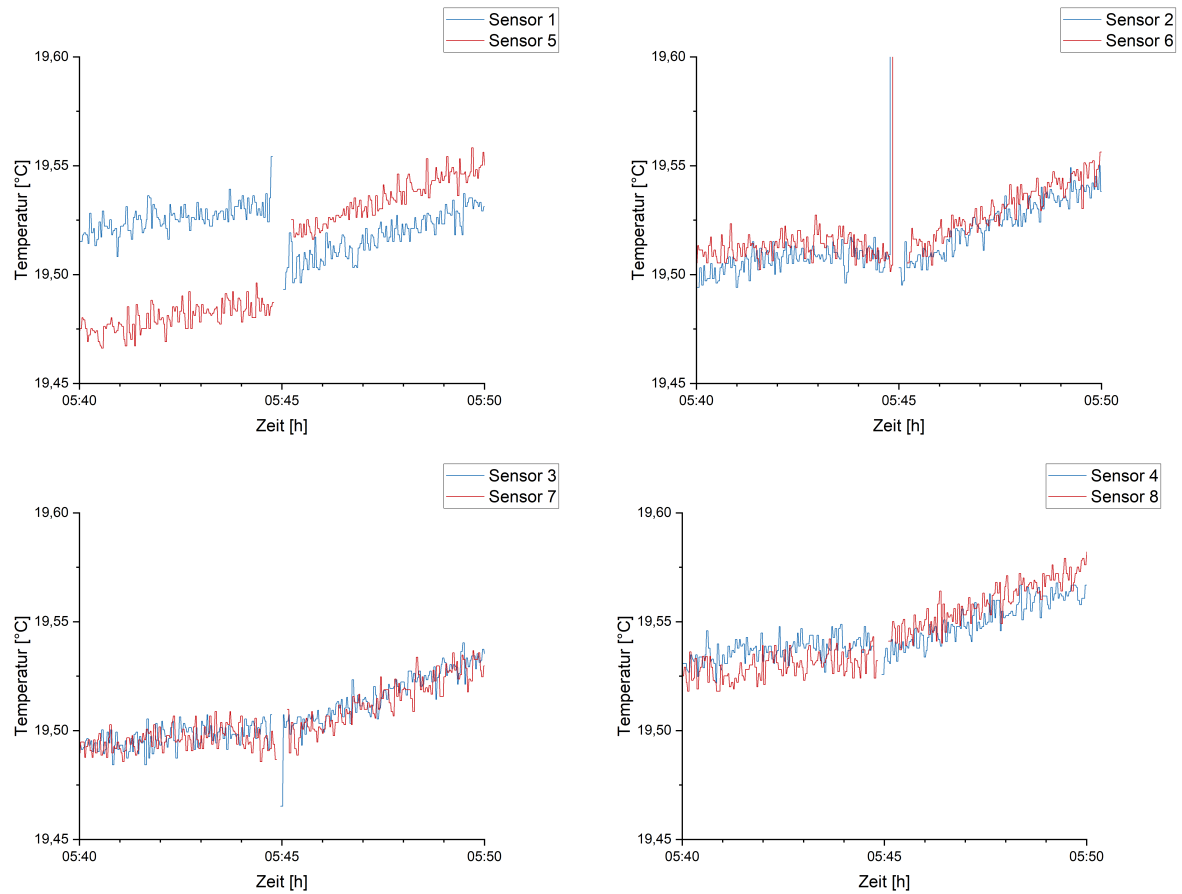


Abbildung 4.11: Temperaturverläufe für die zu kalibrierenden Temperatursensoren im Kupferblock. Zu sehen ist ein Tauschen der Steckplätze der Messspitzen im Interface. Getauscht wurden Sensor 1&5 (oben links), Sensor 2&6 (oben rechts), Sensor 3&7 (unten links) und Sensor 4&8 (unten rechts).

Interface getauscht wurden. Es ist bei fast allen Steckerpaaren zu sehen, dass der Verlauf nach dem Umstecken den Verlauf vor dem Umstecken weiterführt, was dafür spricht, dass diese Abweichungen durch die Messspitzen bedingt sind. Eine Korrektur dieses Effekts wäre möglich, indem die verbleibenden Abweichungen durch Kalibrierung in einer Fixpunktzelle bestimmt und schließlich durch das Bilden von Differenzen aus den Messdaten eliminiert würden. Lediglich das Steckerpaar 1&5 näherte sich nach dem Umstecken in der Temperatur an. Für fast alle Steckplätze macht es also keinen Unterschied in welchem Steckplatz ein jeweiliger Stecker steckt. Lediglich das Stecker- und Buchsenpaar 1&5 sollte in der Interpretation und Messung der absoluten Temperatur nicht verwendet werden und genauso belassen werden wie nach dem Umstecken in dieser Untersuchung.

Letztlich wird sich zeigen, dass die Kenntnis über die absolute Temperatur für diese Arbeit nicht entscheidend ist, da besonders Veränderungen in der Temperatur von Bedeutung für die Beobachtungen sind. Es ist sogar im Gegenteil vorteilhaft, wenn die einzelnen Temperaturverläufe der Sensoren in einer Grafik gut auseinander gehalten werden können, um Unterschiede in den Verläufen besser erkennen zu können. Es werden im Folgenden daher, bis auf die Anwendung der Kalibrierung des Interfaces, keine weiteren Korrekturen zur absoluten Temperatur durchgeführt.

Nachdem die Art der Datenerfassung und Darstellung erklärt wurde wird folgend der genaue Ablauf der experimentellen Untersuchungen erläutert.

4.4 Durchführung

Gemessen werden soll der zeitliche Verlauf der Temperatur in der Experimentierkammer als Reaktion auf das Heizelement. Verglichen wird hierbei zwischen einem Messdurchgang mit Isolationsbox, der einem Messdurchgang ohne Isolationsbox gegenüber gestellt wird, um die Isolationswirkung der einzelnen Materialkonfiguration feststellen zu können. Ein Messdurchgang dauert 24 Stunden. Innerhalb dieser Zeit wird die Reaktion des Systems auf den Wärmeeintrag aufgezeichnet. Ein Durchgang startet damit, dass das System seinen thermischen Gleichgewichtszustand erreichen kann. Dafür wird das Heizelement zwischen zwei Messdurchgängen für weitere 24 Stunden nicht eingeschaltet. Das Heizelement wird angeschaltet und die Reaktion des Systems abgewartet. Nach zwölf Stunden wird das Heizelement wieder ausgeschaltet und weitere zwölf Stunden gewartet, um festzustellen wie das System auf das Ausschalten reagiert. Optimalerweise hat das System nach diesen zwölf Stunden bereits seinen Gleichgewichtszustand erreicht. Abschließend wird vor Beginn des nächsten Messdurchgangs 24 Stunden gewartet und der Messzyklus beginnt von Neuem. Während der Messungen wird die Temperatur an allen Sensoren mit einer Abtastrate von $\Delta t = 4$ s durchgängig aufgezeichnet. Für jede zu testende Isolationsbox wird dieser Ablauf mindestens drei Mal wiederholt.

Vorab wird diese Messung nur mit dem Heizelement, also ohne Isolationsbox, in der Experimentierkammer durchgeführt um eine Referenz zu haben, gegen die die verschiedenen Isolierungen verglichen werden können. Beispielhaft ist diese in Abbildung 4.12 als Temperaturverlauf

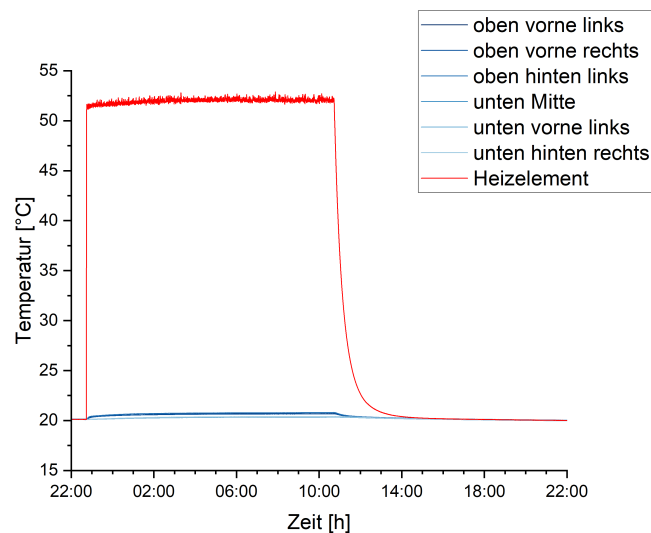


Abbildung 4.12: Temperaturverlauf für die Versuchsdurchführung mit PID Regler und ohne Isolationsbox.

über der Zeit dargestellt. Klar zu erkennen ist der Beginn der Heizperiode zwischen 23 Uhr und Mitternacht. Die Temperatur am Heizelement wird konstant bei knapp über 50 °C gehalten, im Bereich von 21 °C ist die Reaktion der anderen Temperatursensoren auf diesen Temperatursprung zu sehen. Zwischen 12 und 13 Uhr wird das Heizelement wieder ausgeschaltet, was am Fallen der Temperatur erkennbar ist. Auch die anderen Temperatursensoren reagieren mit einem Abfallen der Temperatur. Ab ungefähr 14 Uhr nähert sich der Temperaturverlauf in der Isolationsbox den anderen gemessenen Temperaturen wieder an.

4.5 Ergebnisse

Für die eigentlichen Vergleiche wird die Wärmequelle nacheinander in den verschiedenen Isolationsboxen platziert und wie oben beschrieben vermessen. Die Isolationseigenschaften der Boxen werden ermittelt, indem die Daten der Temperaturaufzeichnung mit den Daten ohne Isolierung verglichen werden. Differenzen sowie Verzögerungen können direkt in der Darstellung der Temperatur über der Zeit beobachtet werden.

4.5.1 Referenz ohne Isolation

Für den Referenzfall, also die Durchführung ohne Isolationsbox wurde der in Abbildung 4.13 gezeigte Temperaturverlauf beobachtet. Der Verlauf namens *Isolationsbox* ist dabei der Kontrollsensor, der direkt am Kupferblock die Temperatur des Heizelementes, dessen Temperatur auf 50 °C geregelt wird, aufzeichnet. Daher ist dieser in der Darstellung abgeschnitten. Auffällig ist, dass sich die sechs in der Kammer gezeigten Sensoren in zwei Gruppen aufteilen lassen. Die unteren drei Sensoren verzeichnen einen nicht so starken Temperaturanstieg wie die im oberen Bereich der Kammer angebrachten Sensoren. Möglicherweise ist dies ein Effekt dessen, dass

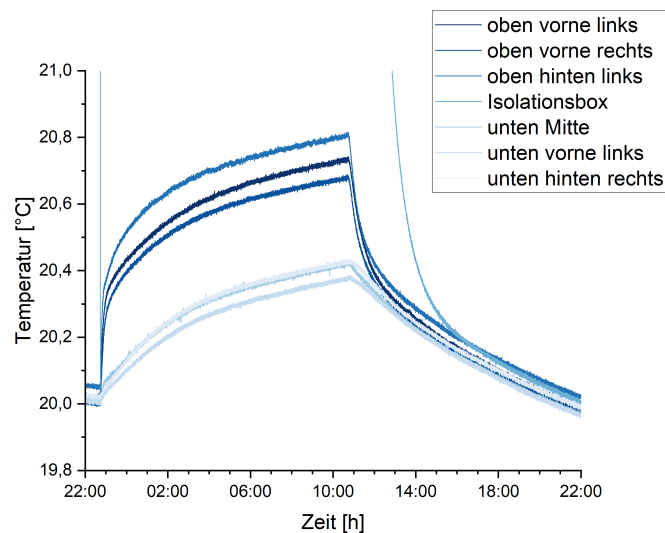


Abbildung 4.13: Temperaturverlauf für die Versuchsdurchführung ohne Isolationsbox.

warme Luft aufgrund der erhöhten Teilchenbewegung eine geringere Dichte hat als kalte Luft, und die warme Luft in Folge der geringeren Dichte durch Konvektion nach oben steigt. Da in der Umfrage auch der räumliche Temperaturgradient als ein Problem dargestellt wurde (siehe Abschnitt 3.3) soll in den nachfolgenden Analysen primär auf den starken Temperaturanstieg, den die oberen Sensoren verzeichneten, eingegangen werden. Ein weiterer Vorteil, primär die Temperaturdaten der oberen Temperatursensoren zu verwenden ist, dass größere Temperaturunterschiede besser miteinander vergleichbar sind.

Die Temperatur steigt innerhalb von Minuten nach dem Anschalten des Heizwiderstandes um 0,3 K. Über 12 Stunden Heizen steigt die Temperatur um weitere 0,5 K, was einer finalen Temperaturdifferenz von 0,8 K entspricht. Während der Heizperiode des Heizwiderstandes regelt der PID-Regler die Temperatur mit Schwankungen im Bereich von 2 K, was in Abbildung 4.12 deutlich wird. Diese Schwankungen sind in Abbildung 4.13 in den daraus resultierenden Temperaturverläufen in der Kammer nicht mehr sichtbar. Lediglich ein Rauschen das in der Größenordnung der Auflösung des Datenloggers liegt zeigt sich in den Daten. Abschließend kühlt sich der Kupferblock mit einer Verzögerung wieder ab, weshalb das Abkühlen in der Isolationsbox auf der Zeitachse erst zwei Stunden nach Ausschalten des Heizelementes sichtbar wird.

An diesem Temperaturanstieg messen sich nun alle in den kommenden Versuchen verwendeten Arten von Isolationsboxen. Wird eine Temperaturdifferenz von weniger als 0,8 K erreicht kann davon ausgegangen werden, dass das Testobjekt die Wärme zu einem entsprechenden Anteil isoliert. Im Folgenden werden daher die Isolationsboxen untersucht und die Ergebnisse der Messungen analysiert. Begonnen wird dabei mit den Isolationsboxen gefertigt aus AlSi10Mg, gefolgt von den Isolationsboxen aus Polyamid.

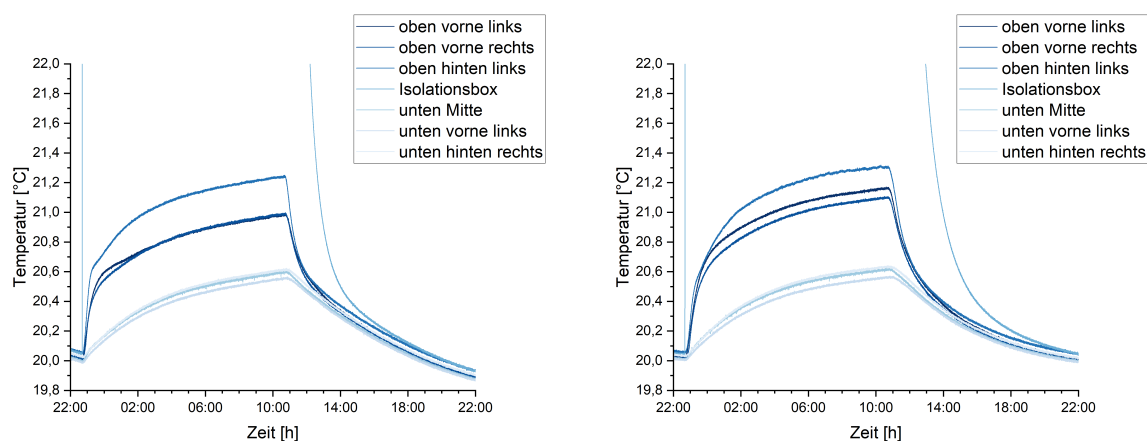


Abbildung 4.14: Temperaturverläufe für die Isolationsboxen aus Aluminium. Links: mit leerem Zwischenraum. Rechts: mit Pulver im Zwischenraum.

4.5.2 AISi10Mg

Die Wirkung der Aluminiumbox mit leerem Zwischenraum ist in Abbildung 4.14 zu sehen. Der initiale Temperaturanstieg, der nur wenige Minuten nach dem Anschalten auftritt und der erste messbare Temperaturanstieg ist, beträgt 0,4 K. Nach zwölf Stunden erhöhte sich die Temperatur um weitere 0,85 K, was insgesamt ein Temperaturanstieg um 1,25 K bedeutet. Der Temperaturanstieg ist also um 0,45 K höher als im Verlauf ohne Isolationsbox. Der Temperaturverlauf der Aluminiumbox mit Pulver im Zwischenraum sieht sehr ähnlich aus. Die Temperatur stieg initial um 0,7 K. Nach 12 Stunden erreichte die Temperatur einen Temperaturanstieg um weitere 0,9 K, was insgesamt einem Temperaturanstieg von 1,3 K entspricht.

Ein kleiner Unterschied ist beim genaueren Hinsehen bei der Verzögerung der Wirkung der Wärmequelle zu sehen. Beim Einschalten des Heizelementes reagiert die pulvergefüllte Box minimal langsamer als die mit leerem Hohlraum, was eine Verzögerung von 5 min ausmacht. Beim Abkühlen ist die Verzögerung etwas deutlicher zu sehen. Statt nach zwei Stunden kühlt sich die Isolationsbox mit dem Pulver im Zwischenraum eher nach drei bis vier Stunden wieder auf die Raumtemperatur ab.

Für beide Boxen lässt sich also sagen, dass das Aluminium die Wirkung des Heizelementes verstärkt. Dies war zu erwarten, da Aluminium eine verhältnismäßig hohe Wärmeleitfähigkeit ($160 \frac{\text{W}}{\text{K}\cdot\text{m}}$) besitzt und daher typischerweise nicht für Isolationen verwendet wird. Die höhere Endtemperatur bei Verwendung der Isolationsboxen aus Aluminium kann allerdings auch mit der Temperaturregelung für das Heizelement erklärt werden. Denn durch die größere Wärmekapazität des umschließenden Aluminiums muss eine viel größere Heizenergie in das Thermoelement gesteckt werden, um dieses bei derselben Temperatur, 50 °C, zu halten.

Keine Erfahrungswerte gibt es bislang für einen Vergleich zwischen den beiden additiv gefertigten Boxen und den Effekt den das eingeschlossene Pulver hat. Denn der mit Aluminiumpulver gefüllte Zwischenraum isoliert weder schlechter, noch besser als der luftgefüllte Hohlraum. Durch die Erhöhung der Kontaktflächen zwischen den beiden Oberflächen hätte genauso gut von ei-

ner Verbesserung der Wärmeleitfähigkeit und somit einem noch größeren Verstärkungseffekt ausgegangen werden können. Dies ist nicht eingetreten. Eine Erklärung für die Verzögerung des Wärmeeintrages und der verzögerten Abkühlung kann die höhere Masse sein. Gemäß Gleichung 2.2 ist die Änderung der inneren Energie proportional zur Masse, weshalb die doppelte innere Energie notwendig ist um bei der doppelten Masse dieselbe Temperaturerhöhung zu bewirken. Hier bleibt die Wärmemenge, die die innere Energie erhöhen kann, konstant, weshalb sich die Isolationsschicht mit mehr Masse nicht so stark erwärmt. Dies ist ein möglicher Grund dafür, dass die Wirkung des Heizelementes außerhalb der Isolation erst verzögert detektiert wird. Eine andere mögliche Erklärung ist die Alterung des AlSi10Mg Pulvers durch eine Anlagerung von Sauerstoff in einer Oxidschicht (Al_2O_3) auf der Oberfläche der Partikel (Fedina et al. 2022; Raza et al. 2021). Diese Alterung ist beim Aluminiumpulver bereits beim reinen Handling, ohne dass es thermischen Stress durch den additiven Fertigungsprozess ausgesetzt wurde, beobachtbar (Powell et al. 2020). Die Oxidschicht verändert die thermischen Eigenschaften des Pulvers insoweit, dass es besser isoliert als reines Aluminiumpulver, was die mit leerem Zwischenraum vergleichbare Isolation begründen könnte.

4.5.3 Polyamid

Die Temperaturverläufe für die Isolationsboxen aus Polyamid sind in Abbildung 4.15 zu sehen. Bei der Polyamidbox mit leerem Zwischenraum beträgt der erste messbare, initiale Temperaturanstieg 0,3 K. Im Weiteren steigt die Temperatur um 0,25 K, sodass final eine Temperaturdifferenz von 0,55 K zu beobachten ist. Der Verlauf für die Polyamidbox mit Pulver im Zwischenraum zeigt dem gegenüber einen initialen Temperaturanstieg von 0,25 K. Während des Versuches steigt die Temperatur um weitere 0,15 K. Final lässt sich also ein Temperaturanstieg von 0,4 K festhalten. Eine Verzögerung der Wirkung der Wärmequelle kann für die pulvergefüllte Isolationsbox nur für den Aufwärmvorgang beobachtet werden und beträgt etwa 5 Minuten.

Verglichen mit den Aluminiumboxen zeigen die Polyamidboxen einen isolierenden Verlauf. Die ursprüngliche Temperaturerhöhung ohne Isolationsbox konnte von 0,8 K auf 0,55 K, beziehungsweise 0,4 K, reduziert werden. Außerdem ist ein Unterschied zwischen der pulvergefüllten Isolationsbox und der Box mit leerem Zwischenraum zu beobachten, denn alleine das Pulver reduzierte die Wirkung der Wärmequelle um weitere 0,15 K. Die pulvergefüllte Polyamidbox isoliert also besser als ihr Pendant mit leerem Zwischenraum und verzögert zusätzlich den Wärmeeintrag.

Das zusätzliche Material und eine damit verbundene höhere Masse Polyamid könnte eine Erklärung für die besseren Isolationseigenschaften sein. Allerdings besitzt das Polyamid eine höhere Wärmeleitfähigkeit ($0,23 \frac{\text{W}}{\text{Km}}$ für Polyamid als Festkörper) als ruhende Luft ($0,025 \frac{\text{W}}{\text{Km}}$) die vorher im Zwischenraum vorlag. Das zusätzliche Material Polyamid liefert daher keine Erklärung für die besseren Isolationseigenschaften. Genauso wie beim Aluminiumpulver im Hohlraum der Aluminiumbox, liegt hier wahrscheinlich noch ein anderer Effekt zu Grunde. Für das Polyamidpulver wurden ähnliche Alterungseffekte beobachtet, wie auch schon für das Aluminiumpulver. Der Fokus lag zunächst darauf, dass die Qualität der gedruckten Teile mit öfter verwendetem

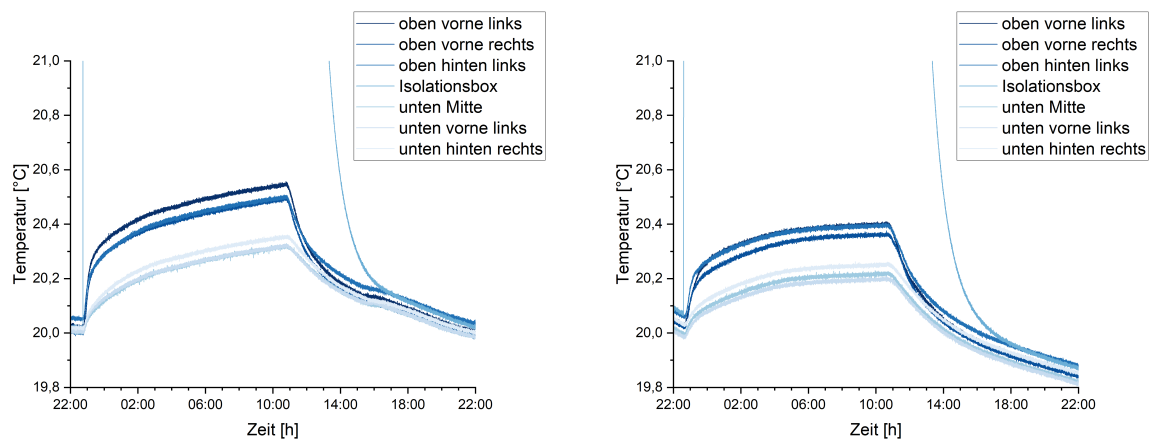


Abbildung 4.15: Temperaturverläufe für die Isolationsboxen aus Polyamid. Links: mit leerem Zwischenraum. Rechts: mit Pulver im Zwischenraum.

Pulver abnimmt bis zu dem Punkt dass kein Druck mehr möglich ist. Der Grund hierfür ist beim Polyamidpulver eine Anreicherung von Feuchtigkeit bedingt durch Kondensation (Puttonen, Salmi und Partanen 2021; Wudy und Drummer 2019). Die Vermutung liegt daher nah, dass beim Polyamid die Feuchtigkeit im Pulver zu den besseren Isolationseigenschaften beiträgt.

Um die These, der besseren Isolationswirkung durch die Oberflächeneffekte des Polyamidpulvers und nicht durch das Material selbst, klar beantworten zu können wurde eine Isolationsbox aus voll gedruckten Polyamid ohne Zwischenraum hergestellt und auf dieselbe Weise untersucht.

Polyamid - Volldruck

Als Sonderfall ist hier eine Polyamidbox aufgeführt, die anstatt eines Zwischenraumes aus Pulver einen vollständig gedruckten Körper besitzt. Die Frage die sich mit der Untersuchung der Isolationsbox in dieser Konfiguration beantworten lässt ist, ob die minimal besseren Isoliereigenschaften der pulvergefüllten Polyamidbox mit der Menge des gedruckten Materials erklärbar sind. Der Temperaturverlauf der voll gedruckten Polyamidbox ist in Abbildung 4.16 zu sehen. Zu Beginn steigt die Temperatur um 0,3 K und geht in einen flacheren Temperaturanstieg über, sodass final eine Temperaturdifferenz von 0,6 K beobachtet werden kann. Auch hier kann eine Verzögerung des Temperaturanstiegs von 5 min beobachtet werden.

Verglichen mit den Temperaturverläufen für die anderen Polyamidboxen ist dies eine höherer Temperaturanstieg. Es kann daher davon ausgegangen werden, dass ein Zwischenraum zur Isolation bei Polyamid vorteilhaft ist. Beide nicht voll gedruckten Boxen haben gemeinsam, dass sich neben dem Pulver auch Luft in der Zwischenschicht befindet, die im Gegensatz zum gedruckten Polyamid mit 0,23 K/m einen Wärmeleitkoeffizient von 0,025 K/m besitzt. Verglichen mit dem Temperaturverlauf ohne Isolationsbox ($\Delta T = 0,8$ K) ist bei der voll gedruckten Box mit $\Delta T = 0,6$ K klar eine Isolationswirkung zu erkennen, die aber nicht an die Wirkung der Isolationsbox mit Hohlraum und ebenso nicht an die mit Pulver im Zwischenraum heranreicht. Dies

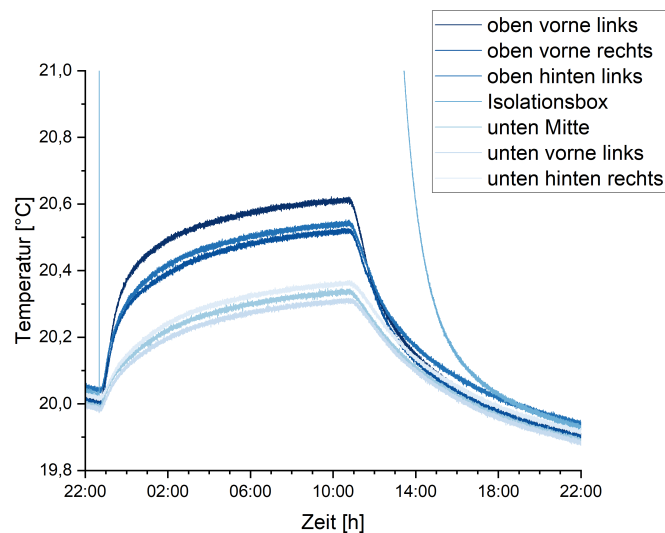


Abbildung 4.16: Temperaturverlauf für eine Isolationsbox aus Polyamid mit voll gedrucktem Zwischenraum.

ist ein eindeutiger Hinweis darauf, dass die Oberflächeneffekte auf den Polyamidpartikeln für die gute Isolationswirkung verantwortlich sein müssen.

Für die Fertigung ergeben sich aus dieser Erkenntnis zukünftig Vorteile. Denn um eine gute Isolationswirkung zu erzielen ist es nicht notwendig, den gesamten Zwischenraum durch Sintern zu einem Feststoff zu verbinden. Ein leerer Zwischenraum würde Material sparen, hat aber nicht die bestmögliche Isolation. Ungesintertes Pulver im Zwischenraum zu belassen spart Energie, da es nicht durch den Laser gesintert werden muss. Ebenso spart das Pulver im Zwischenraum Zeit in der Nachbearbeitung der Bauteile, da die Reinigung nach der Fertigung, hauptsächlich das Entfernen von losem Pulver, nur an den Oberflächen und nicht in den Innenräumen der Bauteile vorgenommen werden muss.

Äußere Hülle aus Polystyrol

Ergänzend wird zu einer Einhausung in den allermeisten Fällen zusätzlich eine Isolierung aus Styropor oder extrudiertem Polystyrol (XPS) verwendet, in die die Messgeräte, Wärmequellen oder das Messobjekt weitestgehend eingepasst werden. Daher wurden zwei verschiedene Dicken von Polystyrolisierungen gefertigt, die in die Isolationsboxen formschlüssig hineinpassen. Diese wurden ebenfalls den Untersuchungen wie oben beschrieben unterzogen.

In Abbildung 4.17 sind die Temperaturverläufe der Polystyrolboxen, die ohne weitere Isolationsboxen verwendet wurden mit Wandstärken von 5 mm und 10 mm zu sehen. Bei der 5 mm starken Box ist ein initialer Temperaturanstieg von 0,3 K zu beobachten. Eine Verzögerungswirkung gibt es nicht. Der Temperaturanstieg erhöht sich im Verlauf der zwölf Stunden um weitere 0,25 K auf insgesamt 0,55 K. Insgesamt scheint die Isolationswirkung der Polystyrolbox mit der Isolationswirkung der Polyamidboxen mit und ohne Pulver im Zwischenraum vergleichbar zu

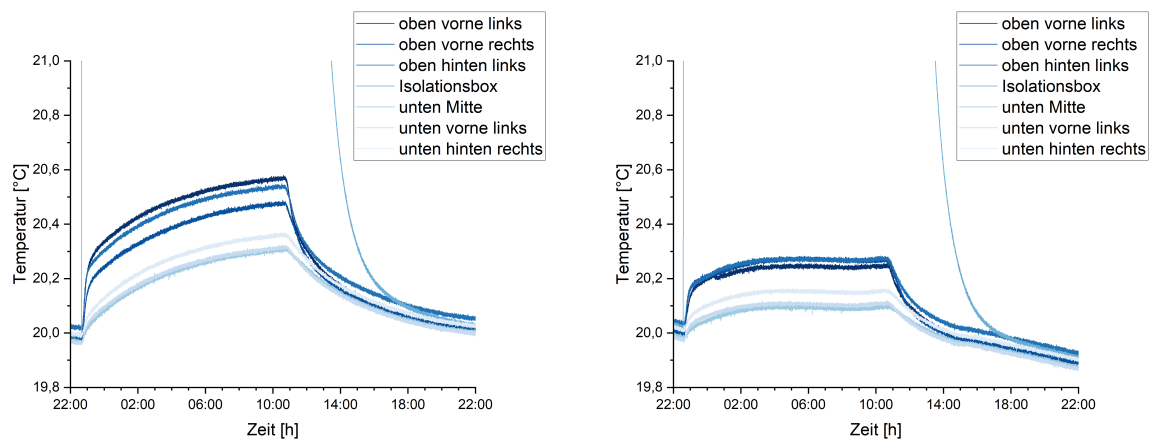


Abbildung 4.17: Temperaturverläufe für die Polystyrolboxen in verschiedenen Materialstärken. Links: Temperaturverlauf für eine Wandstärke von 5 mm. Rechts: Temperaturverlauf für eine Wandstärke von 10 mm.

sein. Herauszustellen ist hier allerdings, dass die Polystyrolisolierung dies mit der halben Dicke der Isolationsboxen erreichte.

Die 10 mm starke Polystyrolbox reduziert den initialen Temperaturanstieg auf nur noch 0,2 K mit einer gleichzeitigen Verzögerung von 5 min. Über die weiteren zwölf Stunden steigt die Temperatur nur noch minimal um weitere 0,05 K auf letztendlich 0,25 K. In den Temperaturdaten ist zu sehen, dass die Temperatur im Labor über die Zeit kälter wurde, sodass das Abfallen der Temperatur nach etwa sechs Stunden damit erklärt werden kann. Wäre dies so nicht der Fall gewesen könnte ein Temperaturanstieg von insgesamt 0,3 K für diese Isolationsmethode angenommen werden. Insgesamt weist die 10 mm Polystyrolbox die bis hierhin besten Isolationsseigenschaften auf.

Sollte eine Isolationsmethode also nicht ausreichen oder der Platzbedarf zu groß sein, kann eindeutig empfohlen werden, weiterhin Polystyrol-Isolierungen zu verwenden. Besonders wenn Schnelligkeit gefragt ist oder Kosten ein Faktor sind, ist Polystyrol eine sehr gute Option.

Auch die Kombination der Polystyrolisolierungen mit der bisher am besten funktionierenden Polyamidbox mit Pulver wurde in Versuchen erprobt, da die Praxis zeigt, dass schon vorhandene Einhausungen oftmals noch mit einer zusätzlichen Einhausung mit Polystyrol-Dämmplatten ausgestattet werden. Die Ergebnisse dieser Vorgehensweise sind in Abbildung 4.18 zu sehen.

Für die Polyamidbox mit der 5 mm Polystyrolisolierung beträgt der initiale Anstieg der Temperatur 0,2 K. Dieser tritt nicht sofort, sondern mit 5 Minuten Verzögerung auf. Über die gesamten zwölf Stunden steigt die Temperatur in der Experimentierkammer insgesamt auf etwa 20,4 °C an und hat daher eine Temperaturdifferenz von insgesamt 0,4 K zur Folge. Für die Kombination aus Polyamidbox und 10 mm starker Polystyrolisolierung beträgt der initiale Temperaturanstieg ebenfalls 0,2 K, die Temperatur stieg insgesamt um 0,3 K an. Die isolierende Wirkung der pulvergefüllten Polyamidbox konnte also mit der 5 mm starken Polystyrolisolierung noch weiter verbessert werden, die pulvergefüllte Polyamidbox mit der 10 mm starken Polystyrol-

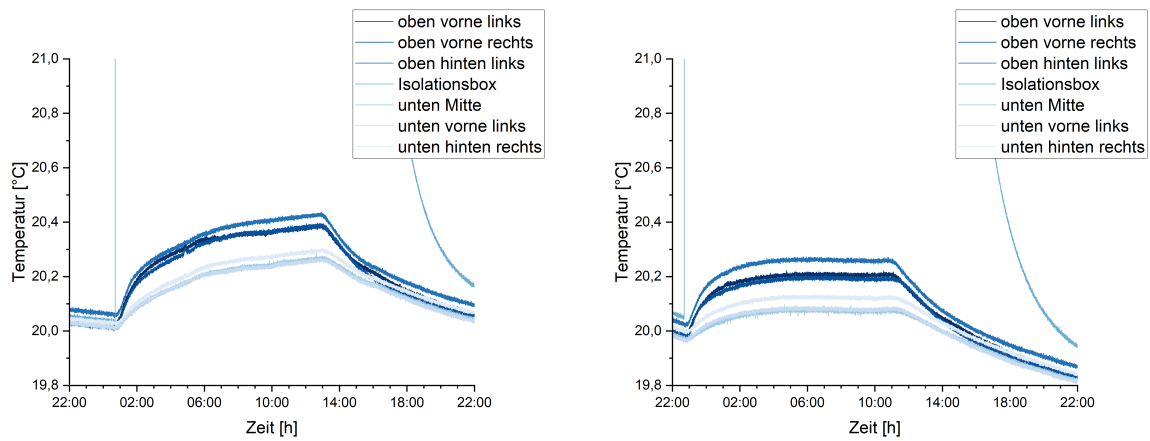


Abbildung 4.18: Temperaturverläufe für die Polystyrolboxen in verschiedenen Materialstärken kombiniert mit der Polyamidbox mit pulvergefülltem Zwischenraum. Links: Temperaturverlauf für eine Wandstärke von 5 mm. Rechts: Temperaturverlauf für eine Wandstärke von 10 mm.

Isolierung lieferte hingegen ein vergleichbares Ergebnis wie ohne Polyamidbox. Beim genaueren Hinsehen kann jedoch zusätzlich beobachtet werden, dass die erste Wirkung des Wärmeeintrags um 10 Minuten, statt 5 Minuten verzögert werden konnte.

Es scheint, als würde durch die Kombination der pulvergefüllten Polyamidbox mit der 10 mm dicken Polystyrolisolierung ein kritischer Punkt in der Isolierung erreicht worden zu sein. Hier hat eine Kombination der beiden Materialien keine Verbesserung der Isolationswirkung gegenüber der 10 mm Polystyrolisolierung allein mehr zur Folge. Lediglich der Zeitpunkt des Wärmeeintrags konnte noch weiter verzögert werden.

Insbesondere bei komplizierten Geometrien kann die Ergänzung einer pulvergefüllten Polyamidbox durch eine Polystyrolisolierung also sinnvoll sein. Denkbar wäre es beispielsweise, mit einer additiv gefertigten inneren Schicht, die Geometrien bestmöglich an ein kompliziert geformtes Objekt anzupassen und damit durch eine geschickte Konstruktion eine möglichst simple äußere Geometrie zu schaffen. Diese könnte in einem weiteren Schritt final mit einer Schicht Polystyrol eingehaust werden, die aber gleichzeitig nicht zu dick sein darf.

4.6 Fazit Isolationsboxen

Wie anhand der Materialeigenschaften erwartet werden konnte, isolieren die Polyamidboxen besser als die Aluminiumboxen, die die Wirkung der Wärmequelle verstärkten. Neu beobachtet werden konnte der Effekt, den das im Zwischenraum zurückgelassene Pulver beider Materialien auf die Isolationseigenschaften hat. Im Falle des Aluminiums wurde die Isolation weder verbessert noch verschlechtert. Im Falle des Polyamidpulvers konnte die Isolationswirkung des Pulvers aber klar gezeigt werden. Die Frage an dieser Stelle ist, worauf der Isolationseffekt zurückgeführt werden kann. Ob es ein Effekt vermehrten Materials ist, ob der Grund ist, dass die Luftkonvektion behindert wurde oder ob die Alterungseffekte und Anlagerungen auf der Oberfläche des

Pulvers den Effekt dominieren, lässt sich an dieser Stelle nicht abschließend klären. Deutliche Hinweise darauf, dass die Isolationswirkung durch Oberflächeneffekte zustande kommt lieferten die Vergleichsmessungen mit einer voll gedruckten Polyamidbox. Um genaueres Verständnis darüber zu erlangen, könnten weitere Untersuchungen durchgeführt oder alternativ und ergänzend Simulationen des Wärmedurchflusses durch Partikel durchgeführt werden.

Festhalten lässt sich in jeden Fall, dass doppelwandig konstruierte additiv gefertigte Isolationsbauteile nicht notwendigerweise von ihrem Pulver befreit werden müssen, sondern dass es durchaus hilfreich sein kann, ein Bauteil so zu konstruieren, dass es absichtlich Pulver in seinem Zwischenraum behält. Auch die zusätzliche Kombination mit einer Polystyrolisolierung kann je nach Anwendungsfall sinnvoll sein.

Diese Ergebnisse sollen im Folgenden systematisch und übersichtlich zusammengefasst werden. Am besten gelingt dies in einer tabellarischen Darstellung, beispielsweise durch einen Konstruktionskatalog.

4.7 Konstruktionskatalog

Ein Konstruktionskatalog ist eine Möglichkeit, Informationen entsprechend ihrer Eigenschaften strukturiert aufzuführen. In ihrer Art sind Konstruktionskataloge darauf ausgelegt, das methodische Konstruieren zu unterstützen. Kennzeichen eines Konstruktionskataloges ist nahezu Vollständigkeit, eine klare Gliederung, hinter der ein klares System steht und die Existenz von Zugriffsmerkmalen anhand derer sich für eine Lösung aus dem Konstruktionskatalog entschieden werden kann. Sie sind widerspruchsfrei und erweiterbar. (Roth 2001)

Konstruktionskataloge werden unterschieden in **Lösungskataloge**, die eine möglichst vollständige Sammlung von Lösungselementen auflisten. Das können beispielsweise Maschinenelemente oder Normteile nach Eigenschaften sortiert sein. **Objektkataloge** katalogisieren aufgabenunabhängig Sachverhalte, zum Beispiel physikalische Effekte und **Operationskataloge** die Verfahren oder ihre Teilschritte für das Konstruieren, sowie ihre Anwendungs- und Einsatzkriterien katalogisieren. (Conrad 2018; Roth 2001)

Sie sind meist in drei Teile aufteilbar, die tabellarisch angeordnet werden. Der erste Teil ist der Gliederungsteil, der die Systematik des Kataloges festlegt und auch mit mehreren Unterebenen aufgeteilt werden kann. Der zweite Teil ist der Hauptteil, der den Inhalt des Konstruktionskataloges enthält. Das können zum Beispiel Objekte oder Lösungen für die Probleme sein die der Katalog lösen soll. Der sogenannte Zugriffsteil enthält dann Merkmale, die die Lösungen aus dem Hauptteil charakterisieren. Optional ist ein Anhang mit detaillierteren Erklärungen, beispielsweise zu einem Objekt aus dem Hauptteil. (Conrad 2018; Roth 2001)

Hier sollen die Eigenschaften der Isolationswürfel aus der additiven Fertigung in einem Lösungskatalog zusammengefasst werden. Das erste unterscheidbare Merkmal der Bauteile ist das Material aus dem sie gefertigt sind. Danach folgt eine Sortierung in die gedruckte Konfiguration, die sich für beide Materialien ähnelt. Als Material sollte auch die Styrodurisolierung

berücksichtigt werden, die einigen der Isolationsboxen in verschiedenen Dicken ergänzt wurde. Die Eigenschaften der Isolationen unterscheiden sich hinsichtlich dessen, wie gut sie die Temperatur isoliert haben. Dies kann normiert auf den Verlauf ohne Isolationsbox angegeben werden. Da die maximale Temperaturdifferenz bei der Durchführung ohne Isolationsbox 0,8 K beträgt wird der Quotient mit der jeweiligen maximalen Temperaturdifferenz gebildet. Das zweite Merkmal ist eine Verzögerung des Wärmeeintrags, der hier als Zeit angegeben werden kann, die aus den Temperaturverläufen direkt abgelesen wird.

Der Konstruktionskatalog mit der eben erklärten Zusammenstellung und Sortierung ist in Tabelle 4.2 zu sehen. Dieser könnte problemlos mithilfe von weiteren Materialien oder Druckkonfigurationen ergänzt werden. Ebenso wäre es möglich, im Zugriffsteil Parameter für die Systemfunktion einzutragen sofern diese in einer Simulation ermittelt würden. Auf die Angabe der Materialparameter wurde an dieser Stelle verzichtet, da sie die Angaben seitens des Herstellers nur das voll gedruckte Material beschreiben, nicht aber Konfigurationen mit leerem Zwischenraum oder Pulver.

Die Gültigkeit der Angaben im Konstruktionskatalog kann daher wahrscheinlich nicht verallgemeinert werden. Dies liegt zum einen an der Normierung der Angabe der Isolation auf den Verlauf ohne Isolationsbox und zum zweiten an der Angabe der Verzögerung des Wärmeeintrags als Zeitangabe. Die Gültigkeit beschränkt sich also lediglich auf den in dieser Arbeit beschriebenen Anwendungsfall der Isolationsboxen in einer Experimentierkammer mit einer Umgebungstemperatur von 20 °C und mit der Wärmequelle im Inneren der Isolationsboxen mit einer Temperatur von 50 °C. Daher erfüllt der Katalog damit die Anforderung, dass Konstruktionskataloge allgemeingültig sein sollten nicht. Dennoch können die Konfigurationen gut voneinander differenziert werden und Tendenzen und Einschränkungen werden klar. Nach Conrad (2018) kann der Katalog daher als systematische Lösungssammlung charakterisiert werden. Diese sind übersichtliche Tabellen, die nicht alle Charakteristika eines Konstruktionskataloges erfüllen. Um zu entscheiden, welche Konfiguration für eine Isolation ausgewählt werden kann, ist der Katalog daher trotz dessen geeignet. Zukünftig müsste für einen allgemeingültigen Katalog noch die Angabe der Isolationsfähigkeit mit Materialparametern beschrieben werden.

4.8 Anwendungsfall in der Praxis

In diesem Kapitel wird ein Anwendungsfall für Isolationsboxen aus der additiven Fertigung vorgestellt. Dieser dient dazu, die im letzten Kapitel gewonnenen Erkenntnisse an einem realen Anwendungsfall zu verifizieren und mögliche Probleme an einem echten Anwendungsfall aufzudecken, die in Erprobungen möglicherweise nicht auftreten würden.

Die Arbeitsgruppe 1.13 „Festkörperdichte“ in der PTB nutzt Referenzwiderstände als Normal für ihre Messungen. Diese dürfen sich im Wert des Widerstandes nicht verändern. Da der Widerstand temperaturabhängig ist werden sie in einem klimatisierten Labor aufbewahrt und darin zusätzlich thermisch isoliert. Die verwendeten Referenzwiderstände sind in Abbildung 4.19 mit der aktuellen Isolierung gezeigt. Die Schwankungen der Temperatur betragen dabei aktuell 0,01 K

Material	Konfiguration	Nummer	Isolation (normiert)	Verzögerung
PA	leer	1.1	0,69	-
	Pulver	1.2	0,5	5 min
	voll	1.4	0,75	5 min
Alu	leer	2.1	1,56	-
	Pulver	2.2	1,63	5 min
Styrodur(0,5 cm)		3.1.1	0,69	-
	+ PA leer	3.1.2	0,5	5 min
Styrodur(1 cm)		3.2.1	0,38	5 min
	+ PA leer	3.2.2	0,38	10 min

Tabelle 4.2: Konstruktionskatalog in dem die Eigenschaften der additiv gefertigten Isolationsboxen zusammengefasst und miteinander verglichen werden.



Abbildung 4.19: Referenzwiderstände in ihren provisorischen Abschirmungen.

innerhalb von Minuten. Dabei sind Veränderungen in der Temperatur generell kontraproduktiv und insbesondere schnelle Schwankungen in der Temperatur für die Messungen problematisch. Ein Drift der Temperatur des Widerstandes ist zwar auch nicht gewünscht, kann aber über eine Regression aus den Messdaten heraus gerechnet werden, da die stetige Veränderung der Temperatur eine stetige und vorhersagbare Änderung des Widerstands hervorruft. Die Arbeitsgruppe ist nicht zufrieden mit der aktuellen Isolation und wünscht sich eine besser handelbare und professionellere Lösung für die Isolation der Referenzwiderstände.

Die derzeitige Lösung dieses Problems ist die Verwendung von zwei improvisierten Plastik-, beziehungsweise Styroporboxen (gezeigt in Abbildung 4.19), die mit isolierenden Materialien bis zu einer Dicke von insgesamt etwa 3 cm und dem Referenzwiderstand bestückt wird. Die Kabeldurchführung wird mit einem Ausschnitt im Deckel umgesetzt. Aufgrund der Raumklimaanlage bewegt sich die Temperatur über den Tag um etwa 19,35 °C mit Schwankungen von bis zu 0,4 °C innerhalb weniger als einer Stunde. Die aktuelle Isolationsbox hält die Temperatur bis auf einen Drift konstant, mit Schwankungen im Bereich von 0,01 °C.

Eine neue Lösung für die Isolation sollte daher mindestens genauso gut isolieren wie die aktuell verwendete Box. Sie sollte nach Möglichkeit beide Referenzwiderstände beinhalten, sodass diese an demselben Ort aufbewahrt werden können und dadurch jederzeit dieselbe Temperatur haben. Um das Konzept der doppelwandig gefertigten Isolationsboxen aus Abschnitt 4.6 an einem echten Beispiel zu überprüfen, soll die neue Isolierung doppelwandig aus Polyamid additiv gefertigt werden mit im Zwischenraum verbleibenden Pulver.

Aus diesen Anforderungen entstand die Konstruktion, die in Abbildung 4.20 zu sehen ist. Die Isolationsbox wurde im Volumen so maximiert, dass sie im Bauraum des 3D-Druckers gerade noch zu fertigen ist und beide Widerstände hinein passen. Im Inneren sind Halterungen vorgesehen mit denen es möglich ist, die Widerstände reproduzierbar an dieselbe Stelle zu stellen. Auch eine Halterung für einen Temperatursensor in der Box wurde in der Mitte vorgesehen. Die Isolationsbox hat eine doppelwandige Struktur mit 2 mm starken Wänden und einem 10 mm breit angelegten Zwischenraum zwischen den Wänden. Dieser ist darauf ausgelegt das Pulver aus der additiven Fertigung im Zwischenraum zu belassen. Der Deckel wurde so konstruiert, dass er nahtlos auf dem Unterteil aufgesetzt und in einer Nut gegen Verrutschen eingesetzt werden kann. Der Stopfen in der Mitte des Deckels ist entfernbar, sodass der Temperatursensor durch die Öffnung in die Box eingebracht werden kann. Für die Verkabelung der Referenzwiderstände wurden Durchführungen an den Stirnseiten der Box in Form eines Ovals vorgesehen, die aber auch mit Stopfen verschlossen werden können. Die Box steht auf länglichen abgerundeten Füßen, sodass die Auflagefläche am späteren Verwendungsort möglichst gering ist. Es gibt die Option, die Box im Nachhinein mit Styrodur oder einer anderen Isolationsschicht zu verkleiden, um die Isolationswirkung bei Bedarf noch weiter zu erhöhen. Durch die längliche Gestaltung der Füße würde die Box trotz einer Styrodurummantelung weiterhin auf den Füßen und nicht direkt auf der Isolation stehen. Um die Isolationsfähigkeit zu bestimmen, wurde die Box vom Anwender über eine Nacht im später vorgesehenen Labor in Bodennähe platziert. Insgesamt

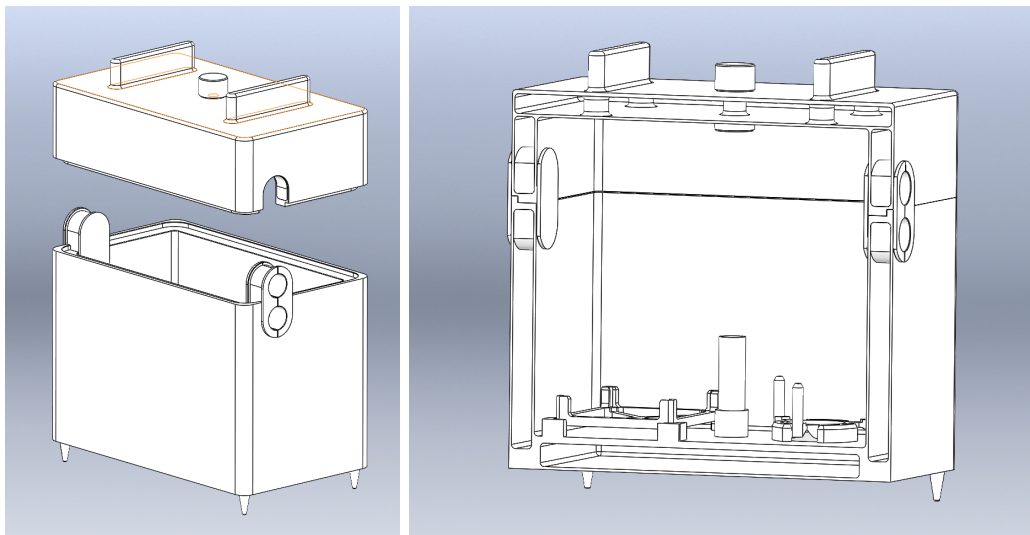


Abbildung 4.20: Konstruktionszeichnung und Schnittbild der geplanten Isolationsbox.

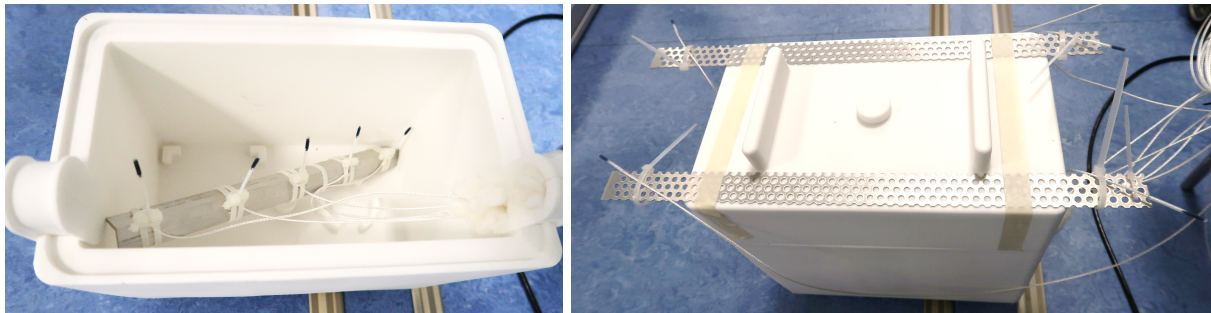


Abbildung 4.21: Platzierung der Temperatursensoren zur Untersuchung der Isolierfähigkeit der Isolationsbox. Links: fünf Sensoren in unterschiedlichen Höhen innen in der Isolierbox. Rechts: vier Sensoren in der Nähe, aber außerhalb der Isolationsbox.

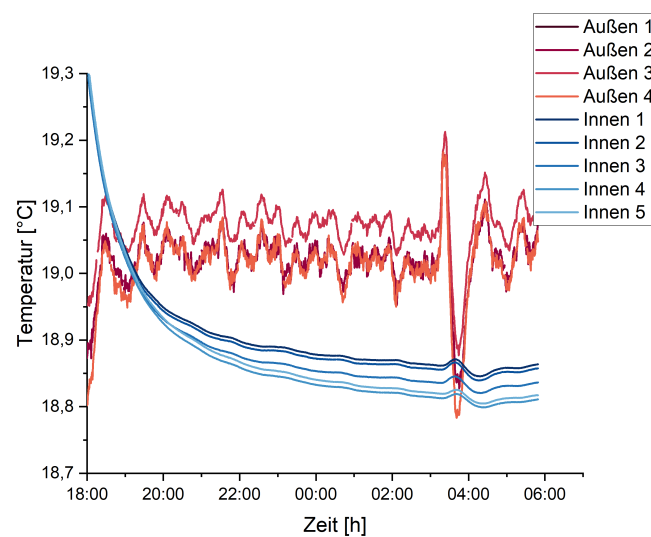


Abbildung 4.22: Temperaturverlauf in der Nähe der Isolationsbox für die Referenzwiderstände in rot und innenliegende Temperatursensoren in blau.

neun Temperatursensoren wurden an der Außenseite und der Innenseite der Isolationsbox wie in Abbildung 4.21 zu sehen angebracht.

Es ergibt sich der in Abbildung 4.22 gezeigte Temperaturverlauf. Aufgetragen ist die gemessene Temperatur der Sensoren über der Uhrzeit der Messungen. Zu Beginn zeigt sich ein Einschwingverhalten, da die verwendeten Komponenten beim Zusammenbau vermutlich nicht im Labor platziert waren oder durch Berührung vorab aufgewärmt wurden. Da die Sensoren laut Auftraggeber noch nicht kalibriert sind, zeigen die Sensoren noch keine miteinander vergleichbaren Temperaturen, was aber für die Aussagekraft der Temperaturstabilität über der Zeit nicht von Bedeutung ist. Um die Isolierfähigkeit zu beurteilen können die Temperaturverläufe in der Raumluft in rot mit den Temperaturverläufen in der Isolationsbox in blau direkt gegenüber gestellt werden. Über den gesamten Messzeitraum sind bei der Messung der Raumtemperatur Schwankungen im Bereich von etwa 0,1 K zu beobachten. Durch die Isolationsbox konnten diese auf weniger als 0,01 K reduziert werden. Um kurz vor 4:00 Uhr ist im Temperaturverlauf ein starker Ausschlag, zunächst nach oben und anschließend zu einer 0,45 K kälteren Temperatur zu beobachten. Vermutlich liegt dies an einem für die Klimaanlage vorerst nicht registrierten Wärmeeintrag, der anschließend durch die Klimaanlage extrem unterdrückt wurde. Ob der Versuchsaufbau in der Nähe eines Klimaauslasses steht ist nicht bekannt. Aufgrund der Verwendung von Klimaauslässen sollte in Laboren der Güteklasse 1 diese Art von Temperaturschwankungen nicht auftreten (VDI/VDE 2627 Blatt 1 2015). Jedoch ist diese extreme Schwankung sehr gut, um zu erkennen wie sehr die Temperatur in der Isolationsbox auf diese Anregung reagiert. Die Veränderung von 0,45 K konnte auf eine Veränderung von etwa 0,02 K abgeschwächt werden. Außerdem kann eine Verzögerung der Wärmeeinwirkung von etwa 15 min festgestellt werden. Dies ist etwa dieselbe Zeit, die die Klimaanlage benötigte um auf die erhöhte Temperatur zu reagieren, was daran zu erkennen ist, dass das Minimum der Raumtemperatur zeitlich mit dem Maximum der Temperatur in der Isolationsbox auftritt. Abschließend geht die Temperatur in der Isolationsbox in ein thermisches Gleichgewicht über. Sie scheint also insgesamt mindestens zwölf Stunden zu benötigen bis sie ein thermisches Gleichgewicht im neuen Raum erreicht und somit für Messungen mit dem Referenzwiderstand verwendbar wird.

Insgesamt kann also eine gute Isolierfähigkeit gezeigt werden, die aber letztlich den Nutzer zufriedenstellen muss. Dies wird sich voraussichtlich im Messbetrieb zeigen, wofür aktuell noch keine Daten vorliegen. Die Vermutung ist, dass für die Verwendung des Referenzwiderstandes final nur noch ein Drift und unvorhersehbare Wärmeeinträge von Bedeutung sein werden. Wie vorab besprochen, kann der Drift aus den Messungen herausgerechnet werden. Aufgrund der Stabilität der Temperatur der vorherigen Lösung von etwa 0,01 °C ist die hier präsentierte Isolationsbox eine bessere Variante. Sollte die Isolationswirkung trotzdem nicht ausreichend sein, können weitere Maßnahmen getroffen werden, wie zum Beispiel den Innenraum mit Schaumstoff noch besser auf den Referenzwiderstand anzupassen und damit gleichzeitig zu isolieren.

An diesem Beispiel konnte gezeigt werden, dass die Anwendung von additiv gefertigten Bauteilen zur Isolation funktioniert. Insbesondere die Verwendung des Druckpulvers ist ein essentieller Baustein der Isolation. Es wurde hiermit auch ein weiterer Anwendungsfall für diese Art

der Isolation erschlossen: ein einzelnes Bauteil eines Versuchsaufbaues, das keinen Temperaturschwankungen ausgesetzt sein sollte und von diesen isoliert werden muss.

5 Systemfunktion

Die qualitative, deskriptive, Auswertung aus Kapitel 4 soll nicht die einzige Art der Charakterisierung der Isolationseigenschaften bleiben. Die Analyse der Reduktion einer Wärmequelle ist zwar ein erster Anhaltspunkt für die Qualität einer Isolierung, kann aber beispielsweise schnelle Schwankungen in der Temperatur nicht charakterisieren und vergleichen.

Eine quantitative Methode der Auswertung hat weiterhin den Vorteil, dass sie nicht von subjektiven Einflüssen geprägt ist. Sie basiert auf mathematischen Zusammenhängen und ist daher wiederholbar. Im folgenden Kapitel wird daher eine Methode vorgestellt mithilfe derer die Isolationseigenschaften mathematisch beschreiben und analysiert werden können.

Für eine quantitative Beschreibung der Effektivität der Isolationsmethoden wird eine aus der Ingenieurmathematik bekannte Methode vorgestellt, die aber bislang noch nicht auf thermische Systeme angewandt wurde. Die Rede ist hier von der Fourieranalyse und die Berechnung der Systemfunktion.

Die Fourieranalyse wird grundsätzlich bei der Untersuchung von Wellensignalen verwendet und oftmals auch in Form von Filtern zur Signalverarbeitung eingesetzt (Meyer 2021). Thummerer et al. (2020) hat in der Analyse der Thermischen Bildrekonstruktion nun das Virtual Wave Concept zugrunde gelegt und somit angenommen, dass sich Wärme, die sich durch ein Material ausbreitet, in Form von Wellen beschrieben werden kann. Eine ähnliche Tatsache beschrieb auch Tapping (1998) damit, dass sich Wärme als oszillierende Wellen durch ein Medium ausbreite. Besonders dann mache diese Beschreibung Sinn, wenn bereits die Temperatur des heizenden Elementes des Versuchs oszilliere. Mit genau dieser Annahme, dass sich Wärme als Welle durch ein Medium ausbreitet, ist die Anwendung der Systemfunktion ein nächster möglicher Schritt, um die Charakteristiken thermischer Systeme zu beschreiben. Denn die Analyse von Signalen, die Wellen enthalten, ist einer der hauptsächlichen Anwendungsfälle der Fourieranalyse.

5.1 Mathematische Beschreibung

Die Systemantwort (Ausgangsfunktion) $f * g(t)$ ist die Antwort des Systems auf eine Anregung (Eingangsfunktion). Diese Ausgangsfunktion kann durch die Faltung der Eingangsfunktion $f(t)$ mit der Systemfunktion (Übertragungsfunktion) $g(t)$ berechnet werden.

$$f(t) * g(t) \longrightarrow f * g(t) \quad (5.1)$$

Um aus dem bekannten Ausgangs- und Eingangssignal die Systemfunktion zu bestimmen, wird auf das Faltungstheorem zurückgegriffen. Nach dem Faltungstheorem kann die Faltung zweier

Funktionen im Zeitbereich als Produkt der beiden Funktionen im Frequenzbereich mithilfe von

$$\mathcal{F}(f * g) = (2\pi)^{\frac{1}{2}} \cdot \mathcal{F}(f) \cdot \mathcal{F}(g) \quad (5.2)$$

beschrieben werden. Die Annahme hierbei ist, dass die Faltung der Eingangsfunktionen, hier der Temperaturverlauf des Heizelements f gefaltet mit der (gesuchten) Funktion der Isolationsbox g , den gemessenen Temperaturverlauf mit Heizelement ergibt. Da der Temperaturverlauf des Heizelements im Frequenzbereich $\mathcal{F}(f)$ bekannt ist, bzw. einfach aus dem Temperaturverlauf des Heizelements im Zeitbereich f berechnet werden kann, ist es auf diese Weise möglich die Funktion der Isolationsbox $\mathcal{F}(g)$ im Frequenzbereich und somit die Systemcharakteristik zu bestimmen.

5.2 Auswertung der Messdaten mithilfe der Systemfunktion

Bevor die Systemfunktion auf die Messdaten angewendet wird, werden an dieser Stelle die damit einhergehenden Probleme und Einschränkungen thematisiert. Außerdem wird in diesem Kapitel auf die für die Systemfunktion getroffenen Annahmen eingegangen und die Rechenschritte bis zur fertig berechneten Systemfunktion erklärt.

5.2.1 Probleme durch die Fourier-Transformation

Jede Art der Datenverarbeitung unterliegt gewissen Interpretationsgrenzen und Einschränkungen. Letztlich ist es ein Modell, welches dazu verwendet wird um die Daten angemessen zu beschreiben und nur in bestimmten Grenzen gültig ist. Die Kenntnis dieser Grenzen ist essentiell zur Interpretation der vorliegenden Daten.

Auch die Anwendung der Fourier-Transformation zur Berechnung der Systemfunktion ist nicht frei von Einschränkungen, die im folgenden frei nach Meyer (2021) beschrieben werden.

Leakage effect

In der Realität kommen nur endliche Signale vor. Um nun eine Fouriertransformation digital umzusetzen, wird das Eingangssignal in Blöcken verarbeitet. Wenn die Länge dieser Blöcke kein ganzzahliges Vielfaches der Periode des Signals ist, wird es falsch abgetastet. Im Frequenzspektrum wird die abgetastete Frequenz breiter und somit über die nebenliegenden Frequenzen verschmiert. Dieser Effekt ist der Leakage-Effekt. Aufgrund der zeitlichen Begrenzung von Messungen kann dieser Effekt nicht vermieden werden. Durch eine möglichst lange Messdauer kann er jedoch abgeschwächt werden. Außerdem kann die Wahl einer geeigneten Fensterfunktion den Leakage Effekt minimieren.

Fensterfunktion

Mit der Fensterfunktion wird bei der Fouriertransformation entschieden, wie die Werte des Eingangssignals gewichtet werden. Dazu wird die Fensterfunktion mit dem Eingangssignal multipli-

ziert, was zu der im oberen Abschnitt erwähnten Verarbeitung des Signals in Blöcken entspricht. Die Fensterfunktionen können im simpelsten Fall ein Rechteckfenster sein, gehen aber in den meisten Fällen, ähnlich einer Glockenkurve, an den Rändern gegen null. Auf diese Weise wird das Signal innerhalb des Fensters künstlich periodisiert. Durch die Modulation der Amplitude des Signals werden auch die Amplitudenwerte der Transformaten beeinflusst. Außerdem kann die Abtastung zu einer Frequenzverschiebung, bzw. -verbreiterung führen. Aufgrund dessen muss die Fensterfunktion immer auf das entsprechend vorliegende Signal und das Ziel der Fouriertransformation angepasst werden.

Aliasing-Problem

Im Abtasttheorem ist festgehalten, wie viele Funktionswerte im Zeitbereich mindestens benötigt werden, um eine darin vorhandene Frequenz eindeutig zu bestimmen. Es besagt, dass für die zu bestimmende Signalfrequenz ν_S mehr als zwei Werte pro Periode der Abtastung gemäß $\nu_A > 2\nu_S$ vorliegen müssen. Liegen weniger Messwerte vor, so wird ein Signal unterabgetastet und es kommt zum Aliasing-Effekt. Dieser erhielt seinen Namen, da das Signal mit der Frequenz ν_S im Amplitudenspektrum bei Unterabtastung unter einer falschen Frequenz ν_f gezählt wird. Wenn die Abtastfrequenz vorgegeben ist, muss, um den Aliasing-Effekt zu vermeiden, für eine abgetastete Frequenz gelten: $\nu_S < \frac{\nu_A}{2} = \nu_N$. Diese Grenzfrequenz ν_N heißt Nyquist-Frequenz.

5.2.2 Wahl der Fensterfunktion

Wie bereits in Abschnitt 5.2 erwähnt, hat die Auswahl der Fensterfunktion einen entscheidenden Einfluss auf das Ergebnis der Fouriertransformation. Welchen Einfluss die verschiedenen Fenster auf das Ergebnis haben und für welches Fenster sich final entschieden wurde soll hier diskutiert werden.

Wird ein ungeeignetes Fenster gewählt, kann das zu messende Signal im schlechtesten Fall herausgefiltert und durch ungewünschte Anteile überlagert werden. Dabei ist es wichtig zu wissen, dass es bei der Fensterauswahl kein richtig oder falsch gibt, denn es wird niemals ein Fenster geben, das perfekte Analysen in jeglicher Hinsicht bietet. Die Auswahl einer geeigneten Fensterfunktion ist immer ein Kompromiss zwischen Amplituden- oder Frequenzauflösung. In Abbildung 5.1 ist eine Übersicht der Wirkung der Fensterfunktionen auf die Messdaten zu sehen. In blau zu sehen ist die Systemfunktion für die sechs verschiedenen Sensoren und in rot die über alle sechs Sensoren gemittelte Systemfunktion.

Es zeigen sich zwei in der Amplitude weit gefächerte Systemfunktionen, die aber eine hohe Amplitudengenauigkeit zu haben scheinen, und zwar die Bartlett- und Dreieckfenster. Die Gauss-, Kaiser- und Rechteckfenster zeigen zwischen 10^{-4} Hz und 0,001 Hz auf der logarithmischen Skala periodische Schwingungen, was wie ein systematischer Fehler wirkt, der auf ein Abtastproblem hindeutet. Gleichzeitig haben sie oberhalb von 0,01 Hz den Verlauf mit den am wenigsten ausgeprägten störenden Frequenzen. Beim Welch-Fenster dominieren die Frequenzen zwischen 10^{-4} Hz und 0,001 Hz mit einem 10-fach höheren Vorkommen die Systemfunktion, wobei die Amplitudengenauigkeit in diesem Bereich nicht besonders gut zu sein scheint. Die

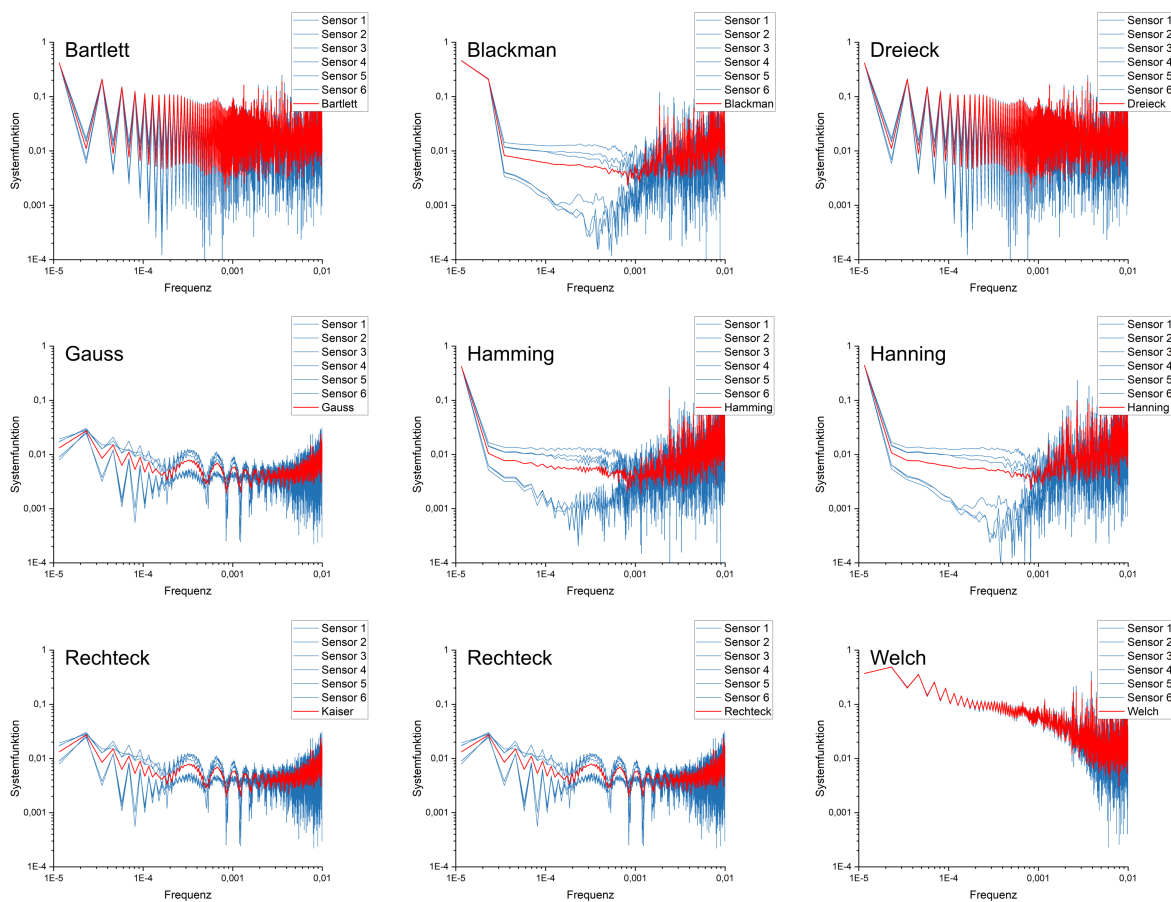


Abbildung 5.1: Nicht normierte Systemfunktionen bei der Verwendung verschiedener Fensterfunktionen für den Temperaturverlauf des Referenztemperaturverlaufes ohne Isolationsbox im Vergleich. In blau sind die einzelnen Systemfunktionen der Sensoren gezeigt und in rot eine Mittelung über die sechs Sensoren.

besten Kompromisse liefern das Blackman-, das Hamming- und das Hanning-Fenster. Von diesen drei Fenstern zeigt das Hamming-Fenster im Bereich von 10^{-4} Hz bis 0,001 Hz minimal größeres Rauschen.

Nun könnte angenommen werden, dass die Besonderheiten der einzelnen Fensterfunktionen durch das Normieren auf die Referenz diese Besonderheiten verschwinden lässt, da sowohl der Datensatz selbst als auch die Referenz mit derselben Fensterfunktion abgetastet werden. Um dies zu überprüfen wird ein Blick auf die normierten Fensterfunktionen der voll gedruckten Polyamid-Isolationsbox gewendet, die nach 5.1 berechnet werden. In dieser Darstellung der Systemfunktion der voll gedruckten Polyamid-Isolationsbox in Abbildung 5.2 sind die Charakteristika der einzelnen Fensterfunktionen weniger stark ausgeprägt aber dennoch nach wie vor sichtbar. Die Fensterfunktionen mit gut aufgelösten Frequenzen, wie die Bartlett- und Dreieckfunktion zeigen nach wie vor starke Schwankungen in der Amplitude. Gauss-, Kaiser- und Rechteckfenster haben systematisch wirkende Schwankungen im Bereich zwischen 10^{-4} Hz und 0,001 Hz und haben zwischen 0,001 Hz und 0,01 Hz die beste Abbildung mit den wenigsten verstärkten Frequenzen unter allen Fensterfunktionen. Das Welch-Fenster verliert im Bereich zwischen 10^{-4} Hz und 0,001 Hz an Details und die scheinbar besten Kompromisse aus Frequenz- und Amplitudengenauigkeit liefern das Blackman und das Hanning-Fenster.

Wie bereits in Abschnitt 4.5 gezeigt, sind im Temperaturverlauf primär Unterschiede der Temperatur im Bereich von mehreren Minuten bis Stunden (10^{-4} Hz \approx 2,778 h und 0,001 Hz \approx 16,667 min) relevant, weshalb sich final für das Blackman-Fenster für die Auswertung entschieden wurde. Dieses bringt eine gute Amplitudengenauigkeit aber eine weniger gute Frequenzauflösung mit sich, was bei der Analyse der Systemfunktionen immer beachtet werden sollte.

5.2.3 Mittelung und Quotient

Um eine bessere Vergleichbarkeit zu gewährleisten wird die Systemfunktion auf den Verlauf ohne Isolationsbox normiert. Dazu wird der Quotient aus der Systemfunktion der zu untersuchenden Isolationsmethode mit der Systemfunktion ohne Isolationsbox gebildet.

Weiterhin besteht jeder Datensatz aus sechs Teildatensätzen (wegen der sechs in der Kammer platzierten Sensoren), die in Summe zu einer Systemfunktion gemittelt werden können. Außerdem wird der Versuch pro Isolationsbox immer sechs Mal durchgeführt, und anschließend über die sechs entstehenden Systemfunktionen gemittelt um eine geeignete Stichprobe zu erreichen. Hinter einer Systemfunktion stehen also in Summe 36 Datensätze aus denen ein Mittelwert für die finale Systemfunktion für ein spezifisches Material gebildet wird.

5.2.4 Einfluss des Heizelementes: Zweipunkt- und PID-Regler

Vor den eigentlichen Messungen wurde eine Änderung im Versuchsaufbau vorgenommen, die im Ergebnis der Systemfunktion einen großen Unterschied macht, da sie störende Frequenzen aus dem Spektrum deutlich minimiert. Ein Vorgriff dieser Problematik wurde in Abschnitt 4.3 ge-

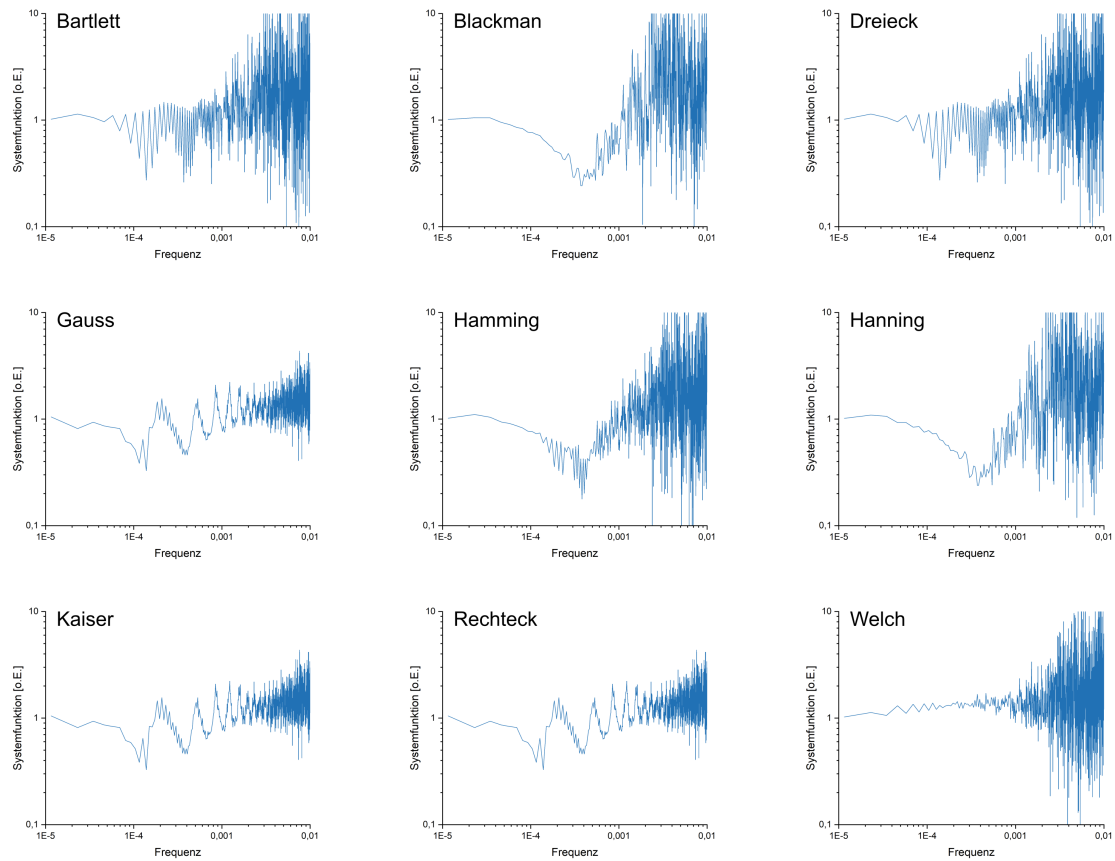


Abbildung 5.2: Systemfunktionen bei der Verwendung verschiedener Fensterfunktionen für den Temperaturverlauf der voll gedruckten Polyamidbox im Vergleich.

ben, in dem das verwendete Heizelement und dessen Integration in den Versuchsaufbau erklärt wurde. Diese Anpassung soll an dieser Stelle vollständig erklärt werden.

In ersten Messungen wurde für die Regelung des Heizwiderstandes ein Zweipunkt-Temperaturregler verwendet, der allerdings im Zuge der Auswertung ein Problem hervorbrachte. In den Frequenzdarstellungen der Temperatur sind störende Frequenzen oberhalb von 0,01 Hz sichtbar, die das Signal überlagern (siehe Abbildung 5.3 links). Die Wahl verschiedener Fensterfunktion (wie in Unterabschnitt 5.2.2 gezeigt) verbesserte dies nicht. In Verdacht als eine der Störgrößen steht der verwendete Temperaturregler.

Zweipunkt-Temperaturregler (oder allgemein Zweipunktregler) vergleichen die Regelgröße mit einem vorgegebenen Wert und schalten entsprechend aus oder ein. Dabei gelten eine Ober- und eine Untergrenze für die Temperatur, die im Fall der hier durchgeführten Versuche auf 51 °C und 50 °C eingestellt wurden. Durch den verwendeten Kupferzylinder am Heizwiderstand wirkt die entstehende Wärme aber nicht sofort auf den für die Regelung verwendeten Temperatursensor, sondern mit einer Verzögerung. Das Erreichen der unteren Grenze von 50 °C wird dabei sofort vom Thermoelement detektiert und das Heizelement wieder aktiviert. Bis die Wärme durch das Anschalten des Heizelementes am Kupferzylinder ankommt kann aber die Verzögerung entstehen. Das Ergebnis der Zweipunkt-Regelung ist in Abbildung 5.4 zu sehen. Es resultiert in einem fast 6 K breiten Temperaturband und nicht in einer eigentlich gewünschten fast linear auf 50 °C verlaufenden Temperatur. Innerhalb dieses Temperaturbandes ist das Nachregeln der Temperatur durch den Zweipunktregler in einer sinusartigen Schwingung sichtbar. Das Nachregeln erfolgt dabei im Fall des Referenzverlaufes ohne Isolationsbox mit einer Frequenz von etwa 0,004 Hz (177 Mal in 12 Stunden, also $14,75 \frac{1}{\text{h}} \approx 0,004 \text{ Hz}$), was exakt mit einer der Störfrequenzen aus Abbildung 5.3 übereinstimmt. Mit großer Wahrscheinlichkeit sind also auch die anderen Störfrequenzen systematisch bedingt und daher durch die Wahl eines anderen Reglers vermeidbar.

Aufgrund dessen wurde entschieden, den Zweipunkt-Temperaturregler gegen einen PID-Regler (**P**roportional **I**ntegral **D**ifferential Regler) zu tauschen. Dieser hat, wie auch schon der Zweipunkt-Temperaturregler, die Aufgabe die Temperatur auf einen vorgegebenen Sollwert auszuregeln. Er hat zusätzlich, wie aus seiner Bezeichnung hervorgeht, drei charakteristische Regelungseigenschaften. Die **Proportionalität** ist abhängig von der Solltemperatur und der aktuell gemessenen Temperatur. Je geringer die Differenz zwischen diesen beiden Werten wird, umso weniger stark wird die Temperatur durch den Regler nachgeregelt. Theoretisch kann so der Sollwert niemals erreicht werden und der Proportionalanteil verlangsamt die Regelung auf diese Weise. Ein Gegenspieler hierzu ist der **Integral**-Anteil. Dieser integriert die Differenz zwischen Soll- und gemessenem Wert. Auf diese Art wird auch bei kleinen Differenzen der Regelwert groß genug, um den Sollwert erreichen zu können. Der **Differential**-Anteil kann die Differenz verstärken, um die Regelung kurzzeitig zu beschleunigen. Dies kann notwendig werden, damit das Reglersignal niemals größer wird als die Differenz groß ist.

Der Temperaturverlauf nach dem Austausch des Zweipunkt-Temperaturreglers in den PID-

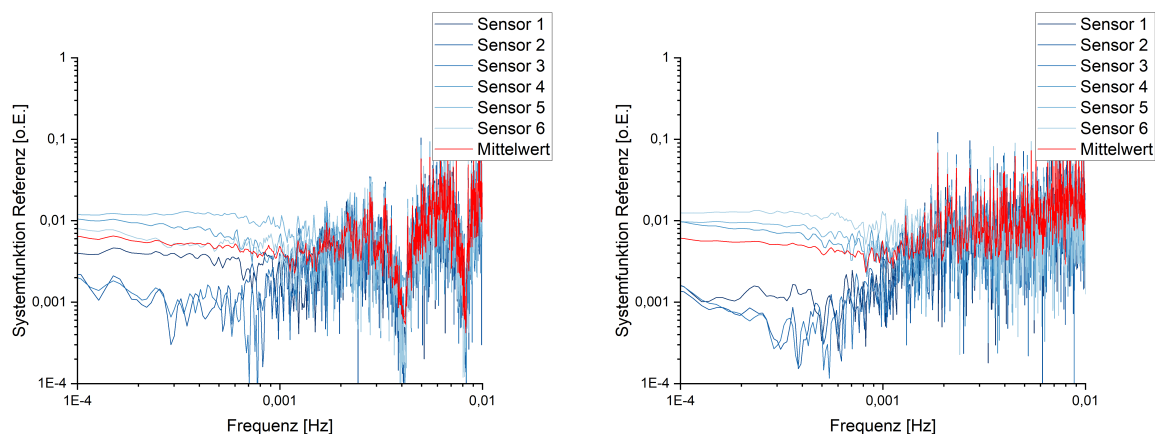


Abbildung 5.3: Referenz-Temperaturverlauf in Frequenzdarstellung mit Zweipunkt-Temperaturregler (links) gegenüber der Frequenzdarstellung mit PID-Regler (rechts).

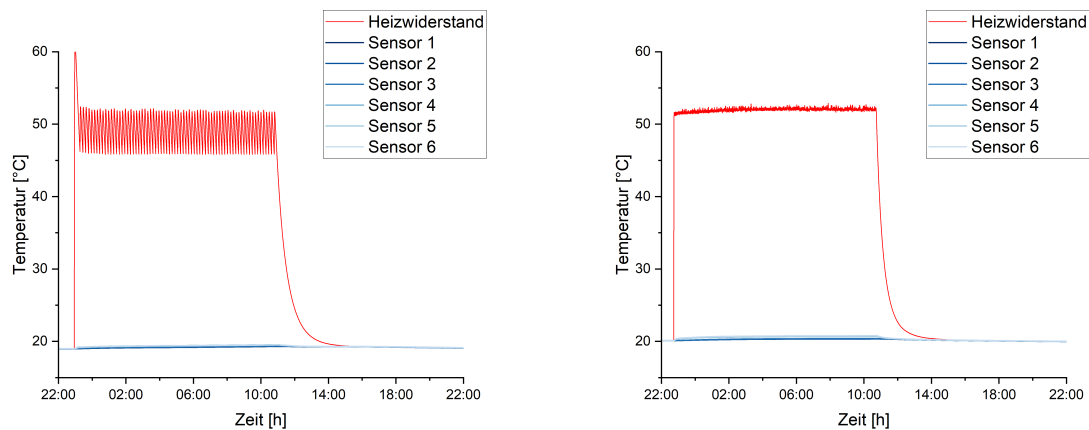


Abbildung 5.4: Temperaturverlauf des Heizelementes mit Zweipunkt-Temperaturregler (links) im Vergleich zum PID-Regler (rechts).

Regler ist in Abbildung 5.4 (rechts) zu sehen. Das Regelungsband der Temperatur des Heizelementes ist schmaler geworden und von $\Delta T \approx 6 \text{ K}$ auf $\Delta T \approx 1,5 \text{ K}$ reduziert. Auch in der Frequenzdarstellung des Referenztemperaturverlaufes in Abbildung 5.3 (rechts) zeigen sich Verbesserungen mit Einführung des PID-Reglers. Die störenden Frequenzen zwischen 0,001 Hz und 0,01 Hz und die Störfrequenz bei etwa 0,004 Hz, sind gänzlich verschwunden. Bis auf diese Veränderungen scheint sich der Verlauf der Systemfunktion nicht verändert zu haben. Der Schnittpunkt mit der y-Achse bei 0,03 Hz ist noch immer derselbe und auch der Verlauf insgesamt hat sich nicht maßgeblich verändert.

All dies spricht dafür, dass die Systemfunktion durch den Tausch des Reglers nicht verändert wurde, sondern lediglich die überlagernden Frequenzen, die durch die Regelung der Temperatur entstehen, reduziert wurden. Final wurde sich aufgrund dessen für die Verwendung des PID-Reglers zur Regelung der Temperatur des Heizelementes entschieden. Dieser Vergleich zeigt die Wichtigkeit der Gestaltung des Versuchsaufbaus. Insbesondere in einer Frequenzdarstellung können und müssen über die geeignete Wahl von Komponenten und verschiedene Herangehensweisen der Auswertung, Störungen schon vor der eigentlichen Messung minimiert werden.

5.3 Ergebnisse

In den folgenden Kapiteln wird die Anwendung der Systemfunktion auf die Messdaten thematisiert. Vorab wird erklärt, wie die Systemfunktion in der oben beschriebenen Auswertung interpretiert werden kann. Im Anschluss werden die Systemfunktionen für die Isolationsboxen in allen Materialien und Konfigurationen thematisiert und die daraus abzuleitenden Eigenschaften der Materialien diskutiert.

5.3.1 Interpretation der Systemfunktion

Wie bereits beschrieben, wird jede Systemfunktion normiert auf die Systemfunktion ohne Isolationsbox. Da die Wärme sich im Fall ohne Isolationsbox ungehindert von der Wärmequelle in der Mitte der Kammer zu den Sensoren hin bewegen kann, zeigen die Systemfunktionen direkt ihre Isolationsfähigkeit in der Amplitude. Eine Amplitude größer als eins kommt zustande, wenn die Isolationsbox die Wärme besser in die Umgebung transportiert, als es im Fall der Referenzmessung der Fall ist. Eine Systemfunktion gleich Eins bedeutet, dass sich die Wirkung der Wärmequelle nicht verändert hat. Und eine Systemfunktion kleiner als eins weist die Isolationsfähigkeit einer Box nach, da dies bedeutet, dass weniger Wärme in die Außenbereiche der Kammer transportiert wurde als zuvor.

Die Frequenzdarstellung auf der x-Achse der Systemfunktion ist vergleichbar mit einer Geschwindigkeit in der die Änderungen der Temperatur auftreten. Eine Frequenz von $1 \cdot 10^{-4} \text{ Hz}$ ist gleichbedeutend mit einer Zeitkonstante von $\frac{1}{1 \cdot 10^{-4} \text{ Hz}} = 1 \cdot 10^4 \text{ s} = 2,778 \text{ h}$. Entsprechend ist die Frequenz 0,001 Hz gleichbedeutend mit einer Zeitkonstante von 16,667 min und die Frequenz 0,01 Hz mit 1,667 min. Je kleiner die Frequenz, in der eine Isolationsbox gut isoliert, umso besser isoliert sie insgesamt über lange Zeitskalen. Und je besser eine Isolationsbox für hohe Frequenzen isoliert, umso besser isoliert sie auch schnelle Änderungen der Temperatur.

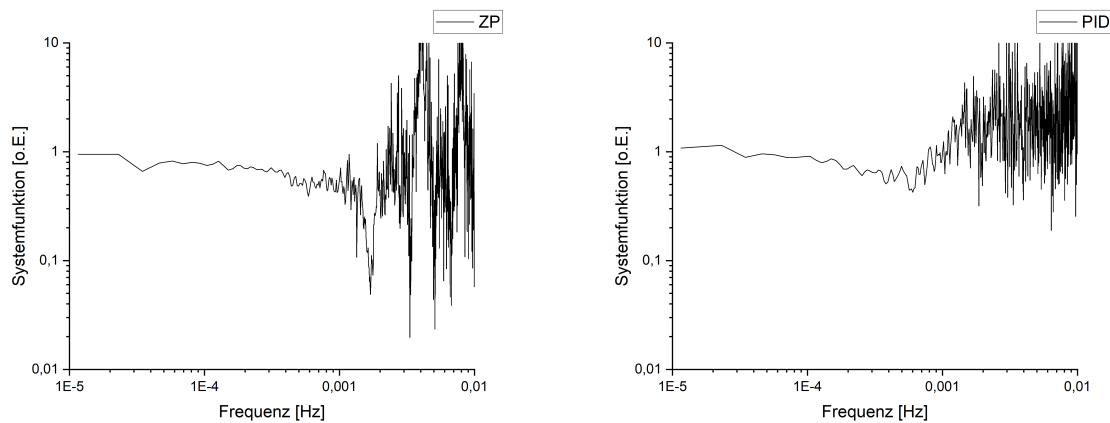


Abbildung 5.5: Direkter Vergleich der normierten Systemfunktion einer beispielhaften Systemfunktion erstellt mit dem Zweipunkt-Temperaturregler (links) gegenüber dem PID-Regler (rechts).

Die Nyquist Frequenz ist mit einer Abtastrate von $\nu_S = \frac{1}{4 \text{ s}}$ auf $\nu_N = \frac{1}{8 \text{ s}} = 0,125 \frac{1}{\text{s}}$ bestimmt, sodass alle Werte der Fouriertransformation oberhalb von $0,125 \frac{1}{\text{s}}$ nicht aussagekräftig sind und abgeschnitten werden können. Mit einem Sicherheitszuschlag wird in den folgenden Analysen ab einer Frequenz von $\nu = 0,1 \frac{1}{\text{s}}$ oder kleiner abgeschnitten.

Im Folgenden werden die Systemfunktionen aller Isolationsboxen und Konfigurationen, die in Abschnitt 4.1 beschrieben wurden gezeigt, analysiert und in ihren Isolationseigenschaften verglichen. Dabei ist zu beachten, dass aufgrund der Verwendung des Blackman-Fensters über konkrete Frequenzen keine geeignete Aussage getroffen werden kann, weshalb sich in den Analysen zumeist auf Frequenzbereiche bezogen wird (siehe Unterabschnitt 5.2.2).

5.3.2 Aluminium - AlSi10Mg

Für die Aluminiumbox mit leerem Zwischenraum ist die Systemfunktion in Abbildung 5.6 zu sehen. Im Bereich von 10^{-5} Hz liegt die Systemfunktion über eins, weshalb davon ausgegangen werden kann, dass die Aluminiumbox mit leerem Zwischenraum die Wirkung der Wärmequelle verstärkt hat. Da diese geringen Frequenzen gleichbedeutend mit einer Zeitkonstante eines ganzen Tages sind, hat die Aluminiumbox nicht isoliert. Das bestätigen auch die Beobachtungen aus Abschnitt 4.5. Für den Bereich um 10^{-4} Hz herum, übertragen also eine Zeitkonstante von 2,77 h, sinkt die Systemfunktion auf knapp unter eins, wenn das Mittel des Rauschens betrachtet wird. Dies könnte ein Hinweis darauf sein, dass das Eintreten der Wirkung der Wärmequelle bei der leeren Aluminiumbox im Bereich von etwa einer Stunde verzögert wurde. Über 10^{-4} Hz lässt sich keine Aussage mehr treffen, da das Rauschen dominiert.

Die Systemfunktion der Aluminiumbox mit pulvergefülltem Zwischenraum sieht im ersten Moment unterschiedlich zu der mit leerem Zwischenraum aus, im zweiten Moment können aber klar Parallelen gezogen werden. Auch diese Systemfunktion, gezeigt in Abbildung 5.7, liegt im Bereich von 10^{-5} Hz über eins, was auf eine Verstärkung der Wirkung der Wärmequelle insgesamt hindeutet. Um 10^{-4} Hz herum liegt die Systemfunktion in einem ähnlichen Bereich, knapp

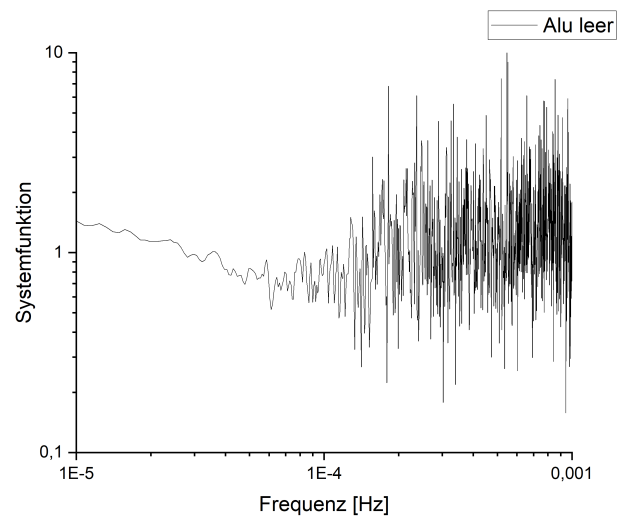


Abbildung 5.6: Systemfunktion für die Aluminiumbox mit leerem Zwischenraum.

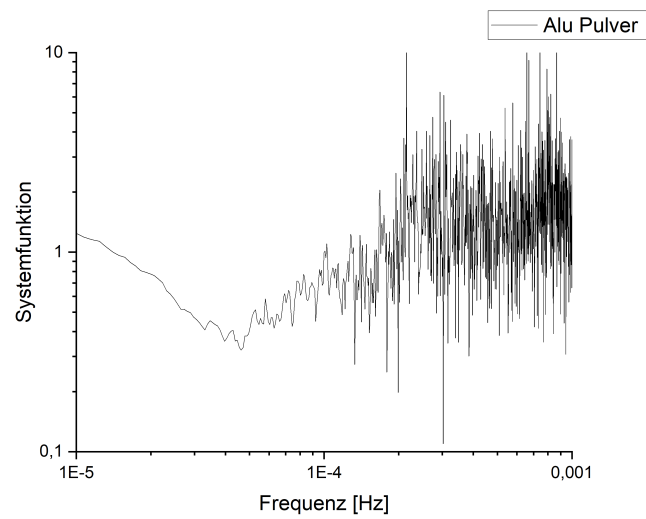


Abbildung 5.7: Systemfunktion für die Aluminiumbox mit Pulver im Zwischenraum.

unter eins, wie bei der anderen Aluminiumbox. Deutlich unterschiedlich ist sie jedoch genau zwischen diesen beiden Zeitkonstanten mit einem Minimum in Höhe von 0,3 bei etwa $4 \cdot 10^{-5}$ Hz. Die einzige Veränderung ist das Pulver im Zwischenraum, weshalb dieser Isolationseffekt mit einer Zeitkonstante von etwa 7 h sehr wahrscheinlich durch das Aluminiumpulver zustande gekommen ist. Da die pulvergefüllte Aluminiumbox den Temperatureintritt im direkten Vergleich minimal mehr verzögerte, könnte dies der Hinweis darauf in der Systemfunktion sein.

5.3.3 Polyamid - PA2200

Der Temperaturverlauf der Polyamidbox mit leerem Zwischenraum ist in Abbildung 5.8 gezeigt. Es zeigt sich, dass die Systemfunktion im Bereich zwischen 10^{-5} Hz und 10^{-4} Hz unter eins, bei etwa 0,6 im Minimum, liegt woran die Isolationsfähigkeit auf langen Zeitskalen erkennbar ist, die auch schon in 4.5 gezeigt wurde. Im Frequenzbereich über 10^{-4} Hz, also in Zeitskalen von kleiner als 2,77 h liegt die Systemfunktion über eins, was dafür sprechen würden, dass schnelle Temperaturveränderungen von der Polyamidbox ohne Pulver im Zwischenraum nicht isoliert werden können. Dazu sei gesagt, dass dieser Verlauf stark mit Rauschen überlagert ist.

Für die Polyamidbox mit pulvergefülltem Zwischenraum zeigt die Systemfunktion in Abbildung 5.9 einen insgesamt ähnlichen Verlauf. Zwischen 10^{-5} Hz und 10^{-4} Hz liegt sie deutlich unter eins, mit einem Minimum bei 0,25. Dies ist ein deutliches Zeichen dafür, dass die Isolationsbox in Zeiträumen zwischen 2,77 h und 27,77 h gut isoliert. Ab 10^{-4} Hz erreicht die Systemfunktion wieder eine nicht verändernde Wirkung der Isolation, mit einer Amplitude von ungefähr eins. Darüber überwiegt das Rauschen. Innerhalb des Rauschens über der Frequenz von 10^{-4} Hz sinkt die Amplitude nochmals auf eins ab und steigt danach wieder.

Insgesamt kann an der Systemfunktion der pulvergefüllten Polyamidbox die bislang beste Isolationsfähigkeit abgelesen werden. Dies gilt besonders für Zeitskalen von zwei bis mehreren Stunden. Über der Frequenz von 10^{-4} Hz, also auf Zeitskalen kleiner als 2,77 h könnte eine für diese Box schlechtere Isolationsfähigkeit interpretiert werden, jedoch dominiert in diesem Bereich das Rauschen, sodass diese Aussage nur mit einer sehr großen Unsicherheit getroffen werden kann.

Polyamid - Volldruck

Auch für eine Isolationsbox aus Polyamid mit voll gesintertem Zwischenraum wurde eine Systemfunktion erstellt, die in Abbildung 5.10 zu sehen ist. Da für das gesinterte Material PA2200 vom Hersteller des Materials eine Wärmeleitfähigkeit angegeben wurde, lassen sich mit der voll gedruckten Box Annahmen für ein Modell besser treffen. Dies liegt vorrangig an der geringeren Zahl an Wärmeübergangskoeffizienten, da weniger Grenzflächen, zwei anstelle von vier, betrachtet werden müssen.

Diese Systemfunktion beginnt für kleine Frequenzen und damit langen Zeitskalen bei unter eins und sinkt auch im Bereich zwischen 10^{-5} Hz und 10^{-4} Hz bis auf eine Amplitude von 0,3

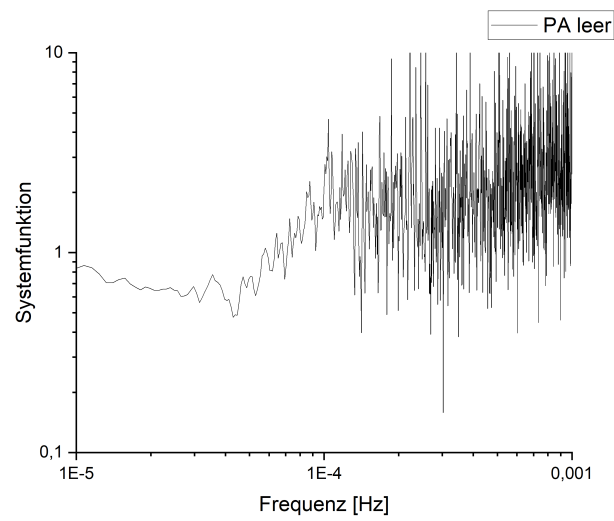


Abbildung 5.8: Systemfunktion für die Polyamidbox mit leerem Zwischenraum.

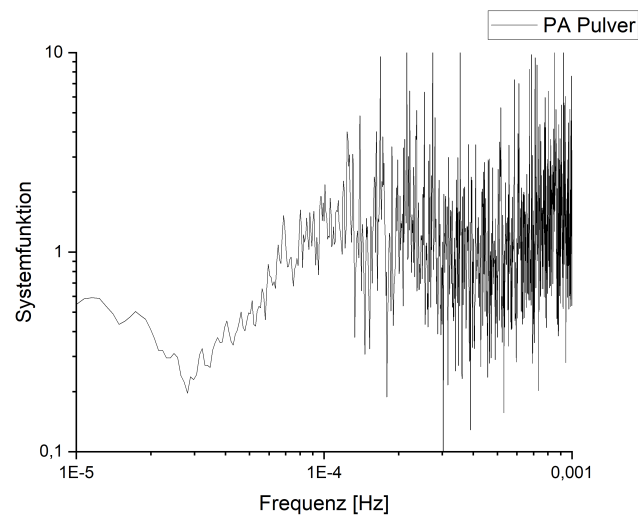


Abbildung 5.9: Systemfunktion für die Polyamidbox mit Pulver im Zwischenraum.

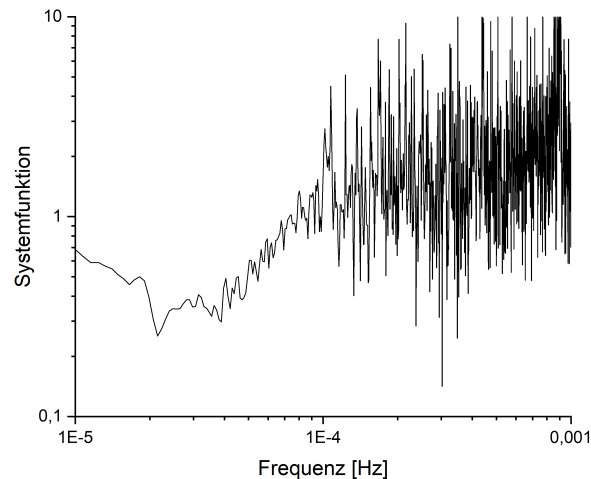


Abbildung 5.10: Systemfunktion für eine Polyamidbox mit in Vollmaterial gedruckten Wänden.

weiter ab. Bei der Frequenz von 10^{-4} Hz hat sie wieder eine Amplitude von eins erreicht und steigt oberhalb davon nur noch leicht an. Ab dieser Frequenz nimmt allerdings auch das Rauschen stark zu, weshalb Aussagen für Frequenzen oberhalb von 10^{-4} Hz nur schwierig zu treffen sind.

Insgesamt liegt diese Systemfunktion also zwischen derjenigen der leeren Polyamidbox und der pulvergefüllten Polyamidbox und deutet damit auf Isolationseigenschaften hin, die zwischen diesen beiden Boxen liegen. Die Menge an Material hat sich zur pulvergefüllten Isolationsbox nicht verändert, was insoweit interessant ist, als dass die beiden Boxen nicht dieselben Eigenschaften besitzen. Lediglich durch das Sintern verschlechterten sich die Eigenschaften minimal. Dies lässt die Vermutung zu, dass nicht nur das reine Material Polyamid zur Isolation beigetragen hat, sondern auch mögliche Oberflächeneffekt auf dem losen Pulver im Zwischenraum der pulvergefüllten Isolationsbox.

5.4 Zwischenfazit Systemfunktion

Grundsätzlich hat sich gezeigt, dass die Systemfunktion in der Lage ist, die in der Temperaturdarstellung beobachteten Gegebenheiten im Frequenzraum zu beschreiben. Insbesondere für die Beurteilung der Stabilität der Temperatur ist diese vorteilhaft, da die Systemfunktion den Fokus auf die Veränderungen in der Temperatur legt. Die Systemfunktion ist also eine vielversprechende Methode um thermische Systeme und Isolationen quantitativ zu charakterisieren.

Bislang ist es allerdings nicht möglich, die Systemfunktion mit nur wenigen Parametern, zum Beispiel in einer Gleichung anzugeben. Sollte dies möglich sein wäre es denkbar, dass es auch Materialcharakteristika gibt, die die Systemfunktion vollständig beschreiben. Aufgrund dessen soll die Systemfunktion im Folgenden durch ein Modell beschrieben werden.

5.5 Modellentwicklung

Die gemessenen Temperaturdaten werden im folgenden Kapitel mithilfe von physikalischen Theorien nachempfunden, um einen modellhaften Temperaturverlauf zu bilden. Im Anschluss wird daraus die mit Modelldaten erstellte Systemfunktion gebildet. Die Modellparameter könnten daraufhin möglicherweise dafür verwendet werden, um auch die aus dem Modell erstellte Systemfunktion in nur wenigen Konstanten und Modellparametern zu beschreiben.

Physikalische Theorien und Modelle bedingen sich gegenseitig. Einerseits können aus Theorien Modelle erstellt werden, um diese in eine andere Form der Darstellung zu bringen. Genauso gut können Modelle zum weiteren Erkenntnisgewinn genutzt werden. Sie sind daher die wichtigsten Arbeitsmittel der Naturwissenschaften. Dabei ist ein Bewusstsein für den Anwendungsbereich und die Grenzen des Modells von besonderer Bedeutung (Krüger, Kauertz und Upmeier zu Belzen 2018). Thermische Berechnungen, beziehungsweise Modelle, werden dabei sehr schnell sehr kompliziert, bis zu einem Grad an dem neue Algorithmen entwickelt werden müssen um mehrdimensionale Gleichungen lösen zu können (Khokhulin 1981). Und auch bereits für die Berechnung von Konvektion ist es anspruchsvoll den Wärmeübertragungskoeffizient für ein System zu bestimmen und besonders abhängig von den Annahmen die in diesem Prozess getroffen werden. T. Fröhlich und Jäger (2000) plädiert auf den Einsatz möglichst weniger Modellparameter, denn je mehr Parameter der Modelldatensatz erhalte, umso genauer werde er zwar die Daten repräsentieren, aber umso ungenauer werde das Ergebnis wenn das Modell auf neue Datensätze derselben Gegebenheiten gelegt werden soll. Die Frage ist daher, ob es eine Möglichkeit gibt, thermische Eigenschaften eines System einfacher, also mit weniger Variablen und damit Unsicherheiten, zu beschreiben und dabei möglicherweise nur in der Genauigkeit der Berechnungen Einschränkungen zu machen.

Daher sollen die gemessenen Temperaturdaten aus modellierten Daten nachempfunden werden. Dies dient dazu, besser zu verstehen welche Einflüsse in der Systemfunktion welche Rolle spielen, um die beobachtete Systemfunktion mithilfe von physikalischen Theorien und Berechnungen reproduzieren zu können. Die Modellierungen sollen daher mit den Stoffkonstanten und Eigenschaften der im Versuch verwendeten Materialien durchgeführt werden, um eine Systemfunktion in Abhängigkeit dieser bekannten Parameter aufstellen zu können.

5.5.1 Grundlagen der Modellierung

Die Berechnung der Systemfunktion basiert auf den Daten der Veränderung der Temperatur im Experiment mit der Zeit. Aufgrund dessen kann an dieser Stelle der Verlauf der Temperatur modelliert werden, um im Folgenden daraus die Systemfunktionen zu berechnen. Die Temperatur verändert sich, da das Heizelement der Isolationsbox von innen eine Temperatur aufprägt. Auf der Außenseite der Isolationsbox liegt dabei nach wie vor die Umgebungstemperatur vor, sodass durch diesen Temperaturgradienten ein Wärmefluss innerhalb der Schicht in Richtung

der kälteren Außenwand entsteht.

Die Gesamtwärmebilanz \dot{q} kann durch die Differenz des zufließenden Wärmestroms, der aus Richtung des Heizelement stammt \dot{q}_+ , und des abfließenden Wärmestroms \dot{q}_- , der in Richtung der kalten Außenwand zeigt, beschrieben werden.

$$\dot{q} = \dot{q}_+ - \dot{q}_- \quad (5.3)$$

Die zufließenden Wärmeströme werden nach dem Fourier'schen Gesetz der Wärmeleitung berechnet über

$$\dot{q}_+ = \frac{\lambda}{\delta} (T_{n-1}(t) - T_n(t)). \quad (5.4)$$

Mit der Temperaturen T_n der aktuell betrachteten Schicht n , der Schichtdicke δ und der innen daneben liegenden Schicht $n-1$ zum aktuellen Zeitpunkt t . Äquivalent gilt für den abfließenden Wärmestrom mit der nächst äußeren liegenden Schicht $n+1$ die folgende Beziehung.

$$\dot{q}_- = \frac{\lambda}{\delta} (T_n(t) - T_{n+1}(t)). \quad (5.5)$$

Die Erwärmung eines Körpers ohne Phasenwechsel wird berechnet über

$$\dot{q} = \frac{c_p \dot{m} \Delta T}{A}. \quad (5.6)$$

Berechnet sich die Masse des erwärmten Körpers über $m = \rho \cdot V = \rho \cdot \delta \cdot A$ ergibt sich die Temperaturänderung des Körpers zu

$$\Delta T = \frac{\dot{q}}{c_p \cdot \rho \cdot \delta} \quad (5.7)$$

Die neue Temperatur der Schicht n nach einem Zeitschritt Δt wird daher berechnet über die alte Temperatur der Schicht $T_n(t)$, die aufgenommene Wärmemenge \dot{q} und die Materialkonstanten der Schicht: die spezifische Wärmekapazität c_p , Dichte ρ und die Schichtdicke δ .

$$T_n(t + \Delta t) = T_n(t) + \frac{\dot{q}}{c_p \cdot \rho \cdot \delta} \quad (5.8)$$

Für den Fall der Simulation der Isolationsboxen wird ein symmetrischer Versuchsaufbau angenommen und daher nur eine Hälfte der Kammer simuliert. Aufgrund der Dicke der Wände der Isolationsboxen von 10 mm und der Größe der Experimentierkammer mit einer Gesamttinnenraumlänge von 500 mm werden 25 Schichten mit jeweils 10 mm Schichtdicke für eine eindimensionale Wärmeübertragung angelegt. Diese Schichten sind aufeinander folgend, stehen aber dennoch mit ihren beiden direkten Nachbarn in Wärmeaustausch. Jeder Schicht werden thermische Eigenschaften zugewiesen, die für den Wärmetransport relevant sind. Das sind hier die spezifische Wärmekapazität, die Wärmeleitfähigkeit und die Dichte. Die innerste Schicht ist die Schicht der Isolationsbox, die in zwei Fällen betrachtet wird. Einmal mit den Eigenschaften von Luft, der Fall ohne Isolationsbox, und einmal mit den Eigenschaften von voll gedrucktem

Polyamid. Darauf folgen 25 Schichten Luft und abschließend eine Schicht für die Experimentierkammer, die die Wärme aufnimmt, aber gleichzeitig die Raumtemperatur auf die Experimentierkammer wirken lässt. Der Wärmetransport, und die damit verbundene Entwicklung der Temperatur, wird über die mathematische Beschreibung von oben umgesetzt.

Die aufgeprägten Temperaturen, außerhalb der Schichten, sind für die innerste Schicht im Fall des Aufwärmens 50 °C und die äußerste Schicht wird mit 20 °C angenommen. Ab dem Moment des Abkühlens, nach 12 Stunden, wird auch der innersten Schicht eine Temperatur von 20 °C aufgeprägt. Dies passiert in der Realität nicht schlagartig, da sich die Kammer insgesamt gleichmäßig abkühlt und ist somit durch das Modell bedingt. (Anmerkung: Die Simulation durch eigenes Abkühlen von der äußersten bis zur innersten Schicht lieferte in den hier angenommenen Zeitskalen unrealistisch hohe Temperaturen und wurde daher als Ansatz verworfen.) Ein Zeitschritt wird mit einer Zeit von $\Delta t = 1$ s angenommen. Diese stammt aus der Beziehung $\dot{Q} = \frac{\Delta Q}{\Delta t}$, da die Einheit der Wärmemenge \dot{Q} typischerweise in $\frac{\text{W}}{\text{m}^2} = \frac{\text{J}}{\text{s m}^2}$ angegeben wird, weshalb davon angenommen werden kann, dass diese entsprechende Wärmemenge in einer Sekunde übertragen wird.

Es ergeben sich die in Abbildung 5.11 gezeigten Temperaturverläufe für die Simulation ohne Isolationsbox (schwarz) und mit Isolationsbox (rot). Dabei wird hier die Temperatur der letzten 1 cm dicken Luftschicht des Modells dargestellt, da in der Realität die Temperatursensoren ebenfalls knapp neben den Wänden der Experimentierkammer angebracht sind. Zunächst ist auf der x-Achse die zeitliche Dimension der Simulation erkennbar. Nach einer Sekunde beginnen beide Temperaturverläufe zu steigen und bei 43.200 s fallen beide wieder ab. Nach 86.400 s endet der Datensatz. Wie beim echten Experiment wurde entschieden, den Temperatureintrag durch den Heizwiderstand nach zwölf Stunden zu beenden und den Datensatz auf 24 Stunden begrenzt zu betrachten.

Im Fall ohne Isolationsbox steigt die Modelltemperatur innerhalb von nur etwa 4000 s auf 21,2 °C und erhöht sich ab diesem Zeitpunkt auch nicht weiter. Dies spricht dafür, dass diese Temperatur die Gleichgewichtstemperatur für die gewählten Modellannahmen ist. Diese kann nur entstehen, da ein konstanter Wärmestrom in das Schichtelement des Modells einwirkt und ein konstanter Wärmestrom an das folgende Schichtelement abgegeben wird. Der Temperaturverlauf mit Isolationsbox ist vom generellen Verlauf ähnlich zu dem ohne Isolationsbox. Mit Isolationsbox zeigt sich eine zeitliche Verzögerung beim Erreichen der Gleichgewichtstemperatur, sodass diese erst nach 13000 s erreicht ist. Die Gleichgewichtstemperatur beträgt aber wieder dieselben 21,2 °C. Der Grund hierfür ist das gewählte Modell, da hier keine konstante Wärme durch die jeweiligen Schichten transportiert wird, sondern die Wärmemenge aus der aufgeprägten Temperatur Schicht für Schicht neu berechnet wird. Aus Gleichung 5.7 ist ersichtlich, dass alleine die Veränderung der Dichte der Isolationsschicht ρ eine andere resultierende Temperatur in der ersten Schicht ergeben müsste. Aus einer Erhöhung der Dichte folgt beispielsweise eine geringere Wärmemenge und damit im zweiten Berechnungsschritt eine kleinere Temperaturdifferenz. Viel erheblicher ist jedoch, dass die transportierte Wärme mithilfe der Temperaturdifferenz berechnet wird. Je geringer der Temperaturunterschied im vorherigen Zeitschritt aufgrund der besseren

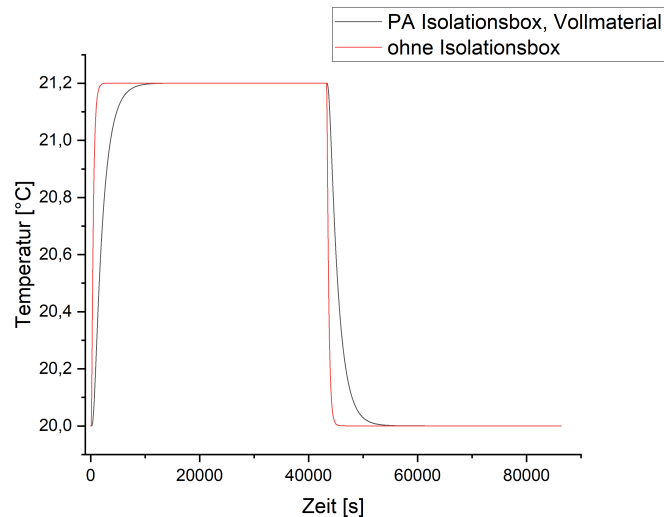


Abbildung 5.11: Simulierter Verlauf für die Temperatur in der Experimentierkammer ohne Isolationsbox (schwarz) und mit einer voll gedruckten Polyamidisolationsbox (rot) im Vergleich. Die Darstellung zeigt jeweils den Temperaturverlauf der letzten Luftschicht des Modells.

Isolation war, umso höher bleibt die zu transportierende Wärme im aktuellen Zeitschritt. Letztendlich wird durch die immer gleiche aufgeprägte Temperatur daher immer dieselbe finale Schichttemperatur resultieren. Lediglich eine zeitliche Verzögerung entsteht durch die Annahme eines besser isolierenden Materials.

Die aus diesen Temperaturdaten generierte Systemfunktion ist in Abbildung 5.12 zu sehen. Für die Berechnung wurde in der Fourieranalyse dieselbe Abtastrate wie in den echten Modelldaten (4 s) verwendet. Die modellbasierte Systemfunktion an sich scheint realistisch, da sie im Bereich niedriger Frequenzen 10^{-5} Hz mit einer Amplitude von eins andeutet, dass die Isolation den Temperaturverlauf nicht verbessert oder verschlechtert hat. Dies ist genau der Fall des Gleichgewichtszustandes, der auch in der Temperaturdarstellung in Abbildung 5.11 beobachtet wurde. Für größer werdende Frequenzen nimmt die Systemfunktion in der Amplitude ab, bis auf ein Minimum der Amplitude von etwa 0,01 bei einer Frequenz von 0,004 Hz. Dies würde bedeuten, dass die Veränderungen im Zeitrahmen von 4,2 min auf ein Zehntel reduziert wurden. Verglichen mit dem Modelltemperaturverlauf über der Zeit in Abbildung 5.11 ist dies der Anstieg der Temperatur nach dem Einschalten des Temperaturelementes. Dieser wird erst in der Systemfunktion sichtbar, da die einzige Veränderung im Temperaturverlauf in der Modellrechnung das Einschalten und Ausschalten des Heizelementes und die damit verbundene Verzögerung der Temperatur durch die Isolationsbox ist. Die Angabe der Zeit von 4,2 min kann an dieser Stelle nur als Richtwert dienen, da die Analyse mithilfe des Blackman-Fensters keine gute Frequenzauflösung besitzt (siehe Unterabschnitt 5.2.2).

Insgesamt beschreibt die Systemfunktion in Abbildung 5.12 gut die Temperaturdaten aus Abbildung 5.11, sodass diese im Folgenden hinsichtlich weiterer Eigenschaften analysiert wird. Auf

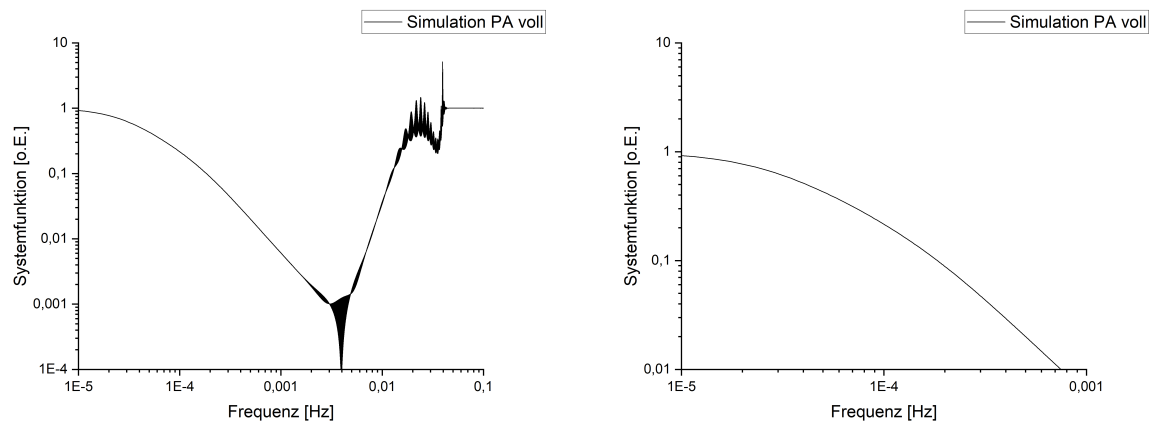


Abbildung 5.12: Links: Aus den Modelldaten generierte Systemfunktion. Rechts: Dieselbe Systemfunktion in der Skala der Messdaten.

das Rauschverhalten im Bereich höherer Frequenzen soll im Folgenden allerdings detaillierter eingegangen werden, um es möglicherweise zu verbessern.

5.5.2 Rauschverhalten

Ob das Rauschen im Bereich höherer Frequenzen durch die Analyse bedingt ist oder durch andere Parameter in der Modellierung beeinflusst wird ist bislang nicht bekannt. Zu erwarten wäre, dass sich die Nyquist-Frequenz, also die Frequenz nach der das Signal aufgrund der Auflösung als nicht mehr sinnvoll angesehen werden kann, mit der veränderten Abtastrate verschiebt. Außerdem sollte das Signal in den kleineren Frequenzen für eine größer werdende Abtastrate ungenauer werden, da die kleinen Frequenzen schlechter abgetastet werden.

Eine mögliche Erklärung für das Rauschen sind numerische Effekte, bedingt durch die gewählte Abtastrate. Um diese These zu überprüfen, wird die Systemfunktion der Modelltemperaturen auch für andere Abtastraten (1 s und 10 s) bestimmt. Diese sind in Abbildung 5.13 zu sehen. Zugrunde liegt derselbe Datensatz der modellierten Daten für die Systemfunktion für die voll

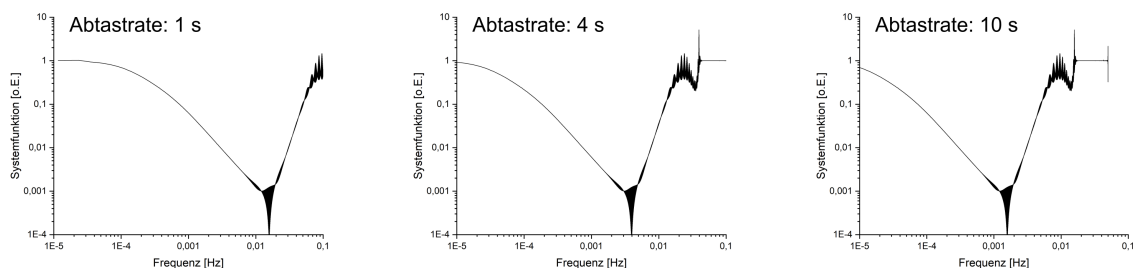


Abbildung 5.13: Aus den Modelldaten für die voll gedruckte Polyamidbox generierte Systemfunktion für verschiedene Abtastraten. Links: Abtastrate 1 s. Mitte: Abtastrate 4 s. Rechts: Abtastrate 10 s.

gedruckte Polyamidbox mit einem simulierten Messwert der Temperatur für jede Sekunde. Der einzige Unterschied ist, dass bei einer geringeren Abtastrate breitere Abtastungen vorgenommen werden.

Es scheint zunächst so, als würde sich nur die Frequenz des Rauschens verschieben. Von 0,02 Hz für eine Abtastrate von 1 s über 0,004 Hz für eine Abtastrate von 4 s und 0,002 Hz für eine Abtastrate von 10 s. Beim genaueren Hinsehen wird deutlich, dass sich die gesamte Systemfunktion durch die veränderte Abtastrate in Richtung kleinere Frequenzen verschiebt. Dies ist zunächst am Bereich, in dem die Systemfunktion abfällt, zu erkennen, denn dieser verschiebt sich von $3 \cdot 10^{-4}$ Hz für eine Abtastrate von 1 s zu einer Frequenz von $2 \cdot 10^{-5}$ Hz für eine Abtastrate von 4 s, bis zu einer Frequenz von unter $1 \cdot 10^{-5}$ Hz für eine Abtastrate von 10 s. Die Verschiebung lässt sich aber auch daran erkennen, dass die einzelnen Störfrequenzen in der Amplitude unverändert bleiben und sich nur in der Frequenz verschieben.

Diese Verschiebung ist möglicherweise in der Umsetzung der Fouriertransformation über die Näherung als Fast-Fourier-Transformation entstanden (die FFT wurde in Origin durchgeführt), denn sie lässt sich nicht mit der Veränderung der Abtastrate erklären. Diese sollte eigentlich lediglich die Auflösung der Daten insbesondere im Bereich kleinerer Frequenzen verändern. Der Verschiebungssatz gibt einen Hinweis darauf, dass der Funktion ein Faktor hinzugefügt worden sein könnte.

Für die echten Messdaten würde dieses Ergebnis der Verschiebung bedeuten, dass das Rauschen und auch das Ergebnis der Systemfunktion im Frequenzverlauf, ebenfalls durch die Abtastfrequenz beeinflusst wurde. Ablesegenauigkeit in der Frequenz wäre also nicht gegeben, wovon aufgrund der Verwendung des Blackman-Fensters aber auch schon ausgegangen wurde.

Ein anderer Grund für die Oszillationen im Bereich höherer Frequenzen ist möglicherweise die Diskretisierung der Schichten im Modell. Um dies zu prüfen, wurden kleinere Stützstellen in der Wahl der Schichten des Modells angestrebt. Diese liefert keine physikalisch sinnvollen Ergebnisse, da mit dem Übergang der Wärme von der Isolation zur Luft die nachfolgenden Schichten eine höhere Temperatur besitzen, als die vorherigen Schichten. Dies widerspricht dem zweiten Hauptsatz der Thermodynamik.

Dieser Effekt entsteht, da das Modell nur mit der Wärmeleitfähigkeit der Schichten rechnet. Die übertragene Wärme \dot{q} wird zwar mit jeder folgenden Schicht kleiner, jedoch wird bei der Wärmeübertragung von der Isolation auf die Luftschicht $c_p \cdot \rho \cdot \delta$ in Gleichung 5.8 für die Luftschicht so klein, dass die resultierende neue Temperatur der Schicht in der fünften Nachkommastelle über der Temperatur der Isolation liegt. Aufgrund des 2. Hauptsatzes der Thermodynamik ist dies physikalisch nicht möglich. Dies führt im weiteren Verlauf der Modellierung zu negativer Wärme \dot{q} , was ebenso wenig physikalisch sinnvoll ist und außerdem im Modell zu alternierenden Temperaturen und unrealistisch hohen Werten für Wärme und Temperatur führt. Im Falle der oben verwendeten Schichtdicke im Modell von 1 cm tritt das Problem des klein werdenden Faktors $c_p \cdot \rho \cdot \delta$ zwar ebenfalls auf, fällt aber nicht ins Gewicht, da die Isolationsschicht auf einer Seite die Temperatur von 50 °C aufgeprägt bekommt, die Temperaturdifferenz von der Isolati-

onsschicht zur Luftschicht daher viel höher ist und damit auch niemals das Problem auftritt, dass eine $n+1$ -te Schicht wärmer als eine n -te Schicht wird.

Insgesamt ist die Modellierung aber aufgrund dieser Erkenntnisse als kritisch zu betrachten, da die Berechnung der Temperaturen bei der Schichtdicke von 1 cm nur durch eine zufällig gut gewählte Schichtdicke funktioniert. Die Aussagekraft der Ergebnisse der Temperatur sind daher fraglich.

Ein einfaches Modell für die Wärmeübertragung bleibt daher vorerst verwehrt. Um die Temperatur zu modellieren sollte daher ein anderer Ansatz gewählt werden, der auch für die Diskretisierung der Schichten sinnvolle Ergebnisse liefert.

Ob das Rauschverhalten durch die Analyse oder andere Parameter in der Modellierung bedingt ist kann aufgrund der Grenzen mit der Schichtdicke nicht ermittelt werden.

5.5.3 Vergleich mit Messdaten

Für eine vollständige Analyse der generierten Systemfunktion soll diese hier mit der Systemfunktion, die aus echten Messdaten berechnet wurde, verglichen werden. Dafür wird die Systemfunktion der voll gedruckten Polyamid Isolationsbox in Abbildung 5.10 verwendet, da die Materialeigenschaften des voll gedruckten Polyamids den Modelldaten zugrunde liegen. Auf den ersten Blick scheint es schwierig, den Verlauf mit der Systemfunktion des Modells direkt zu vergleichen, da die Frequenzverläufe der Systemfunktionen um mehrere Größenordnung verschoben sind. Wie oben gezeigt, kann diese Verschiebung bereits durch die im Modell verwendete Abtastrate beeinflusst werden, weshalb im Folgenden die grundsätzlichen Verläufe, jeweils unterschiedlich skaliert, verglichen werden.

Die Gegenüberstellung der Systemfunktion aus gemessenen Daten und der Systemfunktion aus den Modelldaten für eine Abtastrate von 4 s ist in Abbildung 5.14 zu sehen. Die Abbildung ist dreigeteilt, da die Systemfunktion aus Modelldaten in der Frequenz und Amplitude um mehrere Größenordnungen von der Systemfunktion aus echten Daten abweicht. In der Darstellung ganz links wurden die Modelldaten in der Skalierung den Messdaten angepasst. Hier zeigt sich, dass

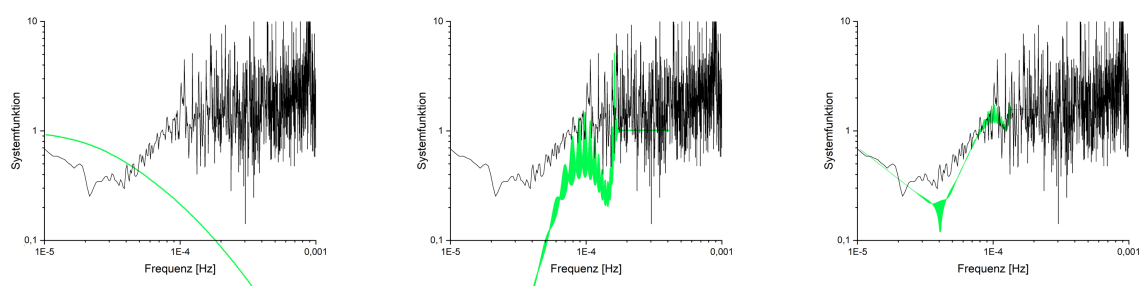


Abbildung 5.14: Vergleich der echten Systemfunktion mit der aus den Modelldaten generierte Systemfunktion. Links: Dargestellung in der Skalierung der Messdaten. Mitte: Darstellung in der Frequenz verschoben. Die Verschiebung ist mit einer veränderten Wahl der Abtastrate im Modell gleichzusetzen. Rechts: Gänzliche neu skalierte Systemfunktion aus Modelldaten.

beide Verläufe bei einer Frequenz von 10^{-5} Hz mit einer Amplitude von etwa 1 beginnen und bis hin zu 10^{-5} Hz abfallen. Die Systemfunktion der echten Messdaten beginnt bei 0,7, fällt für höher werdende Frequenzen auf 0,3 ab und steigt dann wieder bis auf 1 bis sie bei der nächsten Größenordnung der Frequenz in Rauschen übergeht. Das Ansteigen ist für die Modelldaten nicht zu beobachten.

Die Darstellung in der Mitte wurde um mehrere Größenordnungen in der Frequenz verschoben, was mit einer Veränderung der Abtastrate im Modell gleichgesetzt werden kann. Hier ist der Anstieg der Systemfunktion beobachtbar, der in ein Rauschen übergeht. Für kleinere Frequenzen stimmen die Verläufe nicht überein.

Die Darstellung rechts wurde so skaliert, dass die Modelldaten die echten Daten möglichst gut beschreiben. Die Systemfunktion der generierten Daten beginnt bei 1 und fällt stetig bis zur nächsten Größenordnung bis auf 0,1 in der Amplitude ab. Erst danach geht sie in ein kurzes Rauschen über und steigt mit dem Rauschen wieder auf 1 an. Dieser Verlauf beschreibt die gemessenen Daten gut.

Es lassen sich also grundsätzliche Parallelen zwischen den Verläufen feststellen, die aber insbesondere durch die vorherige Neuskalierung der Modelldaten in der beobachteten Frequenz und Amplitude in den absoluten Zahlenwerten stark voneinander abweichen. In beiden Fällen konnten die Beobachtungen des Temperaturverlaufes in der Frequenzdarstellung wieder gefunden werden, sodass die Vermutung besteht, dass die Unterschiede in der Systemfunktion durch die Modellierung der Temperaturdaten bedingt sind. Da die generelle Aussagekraft der Modellierung in Frage gestellt werden konnte, wird dies noch einmal wahrscheinlicher.

5.5.4 Fazit zur Modellentwicklung

Das Modell für die Temperaturübertragung wurde als ein Wärmedurchgangsmodell beschrieben. Treibende Kraft für den Wärmedurchgang ist eine Temperaturdifferenz die durch die Aufprägung der Temperatur des Heizelementes in der innersten Schicht zustande kommt. Es ließen sich Parallelen zwischen den Verläufen der Systemfunktionen der generierten Daten und der Messdaten feststellen, die aber insbesondere in der beobachteten Frequenz voneinander abwichen. In beiden Fällen konnten die im Temperaturverlauf gemachten Beobachtungen in der Frequenzdarstellung wiedergefunden werden, sodass die Vermutung besteht, dass die Unterschiede in der Frequenz durch die Modellierung der Temperaturdaten bedingt sind. Da die generelle Aussagekraft der Modellierung in Frage gestellt werden muss, ist dies die wahrscheinlichste Erklärung. Die Systemfunktion mithilfe einer Simulation darzustellen, ist nach diesen Erkenntnissen nicht mit Hilfe von einfachen Methoden möglich, da das dafür benötigte Modell für den Temperaturverlauf nur eingeschränkt geeignet ist. Insbesondere komplexere Arten des Wärmedurchgangs, wie zum Beispiel die Isolierung durch pulvergefüllte Zwischenräume sind hier eine Herausforderung. Eine Modellrechnung, die darauf basiert die Wärmeleitung in einem Festkörper zu berechnen, ist an dieser Stelle nicht ausreichend.

Die Modellierung zeigt aber, dass die Systemfunktion insbesondere für die Beurteilung der Stabilität der Temperatur vorteilhaft ist, da der Fokus durch die Verlagerung in den Frequenzraum auf den Veränderungen in der Temperatur liegt. Die Systemfunktion ist also eine vielverspre-

chende Methode um thermische Systeme und Isolationen quantitativ zu charakterisieren.

Ein Ansatz für die Zukunft ist es nach wie vor die Systemfunktion anhand weniger Parameter zu beschreiben. Diese könnten ein Charakteristikum der jeweilig gewählten Isolation werden. Eine Möglichkeit wäre es beispielsweise, eine FEM-Simulation durchzuführen bei der auch komplexere Annahmen, als nur Wärmeleitung, als Input in ein dreidimensionales Modell gegeben werden können. Eine Herausforderung könnte über diese Herangehensweise allerdings werden, die dadurch generierte Systemfunktion wieder auf die Modellparameter zurückzuführen. Die Systemfunktion sollte zur Verifikation in Zukunft auch auf andere Systeme angewandt werden, um die Eignung für andere Arten von thermischen Systemen nicht nur in der Simulation sondern auch anhand von gemessenen Daten zu untermauern.

6 Phasenwechselmaterial

In diesem Kapitel wird die Anwendung von Phasenwechselmaterialien thematisiert. Die in dieser Arbeit fokussierte Problemstellung sind Wärmequellen in einem wissenschaftlichen Experiment, die nicht entfernt werden können da sie zur Versuchsdurchführung beitragen. Diese in einer sehr guten Isolierung zu verpacken um ihren Einfluss auf das Experiment zu reduzieren würde langfristig zu Problemen führen. Denn bei Verwendung einer, in der Realität nicht möglichen, perfekten Isolierung würde sich die Wärme innerhalb der Isolierung sammeln, die Temperatur erhöhen und später zu einer Überhitzung und daher Fehlfunktion der Bauteile führen. In der Realität ist eine perfekte Isolierung nicht umsetzbar, weshalb davon ausgegangen werden muss, dass innerhalb einer Isolierung immer ein Gleichgewichtszustand, von zufließender und abfließender Wärme, erreicht wird, der je nach Eigenschaften der Isolierung eine bestimmte Gleichgewichtstemperatur zur Folge hat (genauer erklärt in Abschnitt 5.5). Letztlich führt eine Isolierung also erst einmal zu einer Abschwächung des Wärmeeintrags in auf die Isolierung folgenden Bereichen und im Nachgang zu einer Verzögerung. Das Problem der nicht abfließenden Wärme bleibt dennoch bestehen.

Daher ist es notwendig die Wärme abzuführen. Nach den Ergebnissen der Umfrage (siehe Kapitel 3) sollte dies möglichst ohne Schwingungen geschehen. Wärmeübertragung in Form eines Stofftransportes oder Wärmetauschers, zum Beispiel mit Fluiden, kommt daher nicht in Frage. Eine Möglichkeit Schwingungen zu umgehen sind Heat Pipes (Merlone et al. 2020), die aber erst dann gut funktionieren, wenn ein großer Temperaturgradient vorliegt. An anderer Stelle müsste außerdem eine Wärmesenke in Kauf genommen werden, was zu einem räumlichen Gradienten führen würde, der ebenso wenig erwünscht ist. Außerdem ist es fraglich wie effektiv die Wärme von der Wärmequelle direkt zur Heat Pipe übertragen werden kann ohne anderweitige Temperaturprobleme in der Messumgebung entstehen zu lassen.

Eine andere Idee ist es, innerhalb der Isolation einen Speicher für die Wärme zu erzeugen, der als Puffer agiert. So muss die Wärme nicht direkt abgeführt werden, sondern kann zu einem späteren Zeitpunkt kontrolliert herausgeführt werden. Nach Möglichkeit sollte dieser Wärmespeicher keine zusätzliche Wärmequelle darstellen, sondern die Wärme in einer anderen Form als in der Erhöhung seiner Temperatur speichern. Eine vielversprechende Möglichkeit diese Bedingungen zu erfüllen bietet ein Phasenwechselmaterial (PCM, aus dem englischen: **p**hase **c**hange **m**aterial).

6.1 Funktionsprinzip

Wie in Unterabschnitt 2.3.3 erläutert, speichert ein Wärmespeicher nicht die Wärme, sondern besitzt das thermodynamische Potential eine Wärmemenge zu übertragen. Ein Phasenwech-

seldmaterial speichert dieses Potential durch Umwandlungsenthalpie in seinem Phasenwechsel. Zudem besitzt es zu einem kleinen Anteil zusätzlich eine Eigenschaft als sensibler Wärmespeicher. Da die Aufnahme der Energie im Phasenwechsel nicht durch eine Temperaturerhöhung nachgewiesen werden kann, wird dieser Anteil auch als latente Wärme bezeichnet. Je nach gewähltem Material unterscheidet sich die Temperatur des Phasenwechsels. Da das PCM während der Wärmespeicherung die Temperatur beibehält ist es besonders für Anwendungen interessant die eine konstante Temperatur für eine längere Zeitdauer benötigen. Außerdem können durch unterschiedliche Temperaturen des Phasenwechsels je nach Material, verschiedene Materialien auf verschiedene Anwendungen optimiert eingesetzt werden. (Sternier und Stadler 2017)

Aktuell werden Phasenwechselmaterialien in elektronischen Bauteilen (Kötter 2017; Maxa 2019), in Batteriemanagementsystemen von Kraftfahrzeugen (Ghadbeigi et al. 2018; Luo et al. 2022), zur Temperaturstabilisierung von Gebäuden (Becker, Roland 2006; L. Cabeza et al. 2011) oder sogar für die homogene Temperaturverteilung in Solarzellen eingesetzt (Hassan et al. 2020). Dabei wird das PCM nicht unbedingt in reiner Form verwendet, sondern kann als Nanopartikel verkapselt werden, um die Wärmekapazität der Trägerflüssigkeit zu verbessern (Valizadeh, Ehsani und Torabí Angaji 2020). Auch ohne Verkapselung ist es möglich, ein PCM als Nanoemulsion in eine Trägerflüssigkeit einzubringen. Puupponen et al. (2015) beschreiben dies für Stearinsäure und Paraffin. Ein Risiko dabei ist die Entmischung und die sich dadurch verändernden Eigenschaften.

Die Entmischung der Materialien ist kein Problem bei der Verkapselung von PCM in einem Festkörper oder als Reinstoff. So kann ein PCM auch in gebundener Form als Plattenware präpariert werden (Othmen et al. 2021). Außerdem ist die Makroverkapselung von PCM mit einem fest-flüssig Phasenübergang eine gängige Methode. Ostrý, Bantová und Struhala (2020) zeigten, dass Aluminium das für eine Makroverkapselung von flüssig-festen PCM hinsichtlich der Korrosion das am besten geeignete Material aus einer Auswahl verschiedener Metalle ist.

Um spezielle Eigenschaften, wie beispielsweise eine spezielle Phasenwechseltemperatur zu erhalten können auch verschiedene PCM miteinander vermischt werden (Mehling und L. F. Cabeza 2008). Nach Udangawa et al. (2019) ist es sogar möglich ein PCM aus natürlichen Fetten zu gestalten. Mit einer Verkapselung aus biologisch abbaubarer Cellulose wurde Kokosöl als PCM verwendet. Durch eine Mischung mit verschiedenen anderen nachhaltigen Ölen konnte sowohl die Wärmekapazität um 24% erhöht werden, als auch Phasenwechselmaterialien mit Schmelzpunkten im Bereich von 7 °C bis 22 °C gemischt werden, die eine geringe Volumenausdehnung haben. Die am häufigsten eingesetzten PCM sind Salze und organische Phasenwechselmaterialien (Chandel und Agarwal 2017).

In dieser Arbeit wird ein Phasenwechselmaterial der Firma Rubitherm verwendet. Die genaue Zusammensetzung ist nicht bekannt, da der Hersteller nur die Charakteristika angibt. Bekannt ist jedoch, dass es sich um ein Paraffin-basiertes Phasenwechselmaterial handelt. Paraffine (organisches Material) haben je nach Sorte sehr verschiedene Schmelzpunkte zwischen 0 °C und 100 °C und zudem auch eine hohe Schmelzenthalpie. Je nach Mischung verschiedener Paraffine

lassen sich die verschiedensten Schmelzpunkte realisieren. Das hier verwendete RT21HC von Rubitherm wird mit einer hohen Kristallinität beworben und verspricht eine höhere Speicherkapazität gegenüber anderen PCM zu besitzen. Es ist chemisch inert und daher besonders langlebig (Rubitherm Technologies GmbH 2020).

Aus eigenem Interesse wurde eine Analyse der genauen chemischen Zusammensetzung mithilfe eines kombinierten Gaschromatografen und Massenspektrometers (GC/MS) beauftragt, die mit der Grundannahme auf Paraffine ein eindeutiges Ergebnis lieferte. Wie in Abbildung 6.1 gezeigt konnten die beiden langkettigen unverzweigten Kohlenwasserstoffe Hexadekan und Octadekan eindeutig identifiziert und nachgewiesen werden. Die Mischung besteht zu 36% aus Hexadekan und zu ca. 64% aus Octadekan und enthält keine weiteren nachweisbaren Stoffe oder Isodekane. Durch die Verwendung einer Mischung der beiden Materialien besitzt es keine klar definierte Schmelztemperatur, sondern einen Temperaturbereich in dem es seinen Phasenwechsel vollführt (Mehling und L. F. Cabeza 2008). Der Schmelzbereich der Mischung wird vom Hersteller mit einem Bereich von 20 °C bis 23 °C und einem Maximum bei 21 °C angegeben und liegt somit genau zwischen den Schmelztemperaturen von Hexadekan mit 20 °C (Patil et al. 2023) und Octadekan mit 28 °C (L. Cabeza et al. 2011). Die Wärmespeicherkapazität des Materials beträgt $190 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}}$, es hat eine spezifische Wärmekapazität von $2 \frac{\text{kJ}}{\text{kg}\cdot\text{K}}$ und eine Wärmeleitfähigkeit von $0,2 \frac{\text{W}}{\text{m}\cdot\text{K}}$ (Rubitherm Technologies GmbH 2020).

Jedes Phasenwechselmaterial benötigt eine Verkapselung als eine Art der Verpackung. Nachfolgend wird darauf eingegangen wie das PCM im hier vorliegenden Anwendungsfall verkapselt werden soll.

6.2 Temperaturverhalten mit Phasenwechselmaterial

Die Isolationsboxen für beide verfügbaren Materialien wurden doppelwandig konstruiert, wie in Abschnitt 4.1 bereits beschrieben wurde und es in Abbildung 4.1 zu sehen ist. Diese eignen sich daher grundsätzlich dafür, ein Material in den Zwischenraum zu füllen. Zur Erprobung von Phasenwechselmaterialien als Wärmespeicher in metrologischen Anwendungen wird daher das in Abschnitt 6.1 beschriebene PCM in den Zwischenraum von bislang leeren Isolationsboxen verfüllt. Dies wird jeweils für eine Isolationsbox aus Polyamid und eine Isolationsbox aus Aluminium durchgeführt.

Die Menge des Phasenwechselmaterials, die in die Hohlräume der beiden Isolationsboxen gefüllt wird beträgt in etwa $m_{\text{PCM}} \approx 140 \text{ g}$. Als Herausforderung stellte sich insbesondere bei der Box aus Polyamid die Dichtigkeit des Materials heraus. Durch seine Porosität (vgl. Unterabschnitt 4.2.4) diffundierte das bei höheren Temperaturen flüssige Material aus den zuerst verwendeten Isolationsboxen heraus. Eine ausreichend dicke Wandstärke wird daher für das Material Polyamid empfohlen. Die Öffnungen der Boxen wurden mit einem zwei-komponentigen Epoxidkleber verschlossen. Dabei zeigte sich eine zweite Herausforderung; die öligen Eigenschaften der Paraffine. Es stellte sich schwierig dar, nach dem Befüllen eine saubere Klebefläche zu

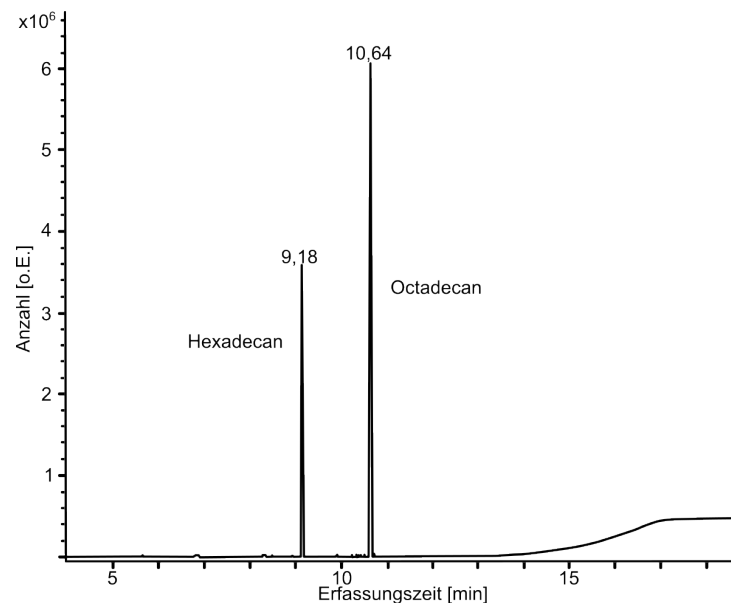


Abbildung 6.1: Analyse des Phasenwechselmaterials Rubitherm RT21HC mittels Gaschromatographie und Massenspektrometrie. Das Ofenprogramm startet bei einer Temperatur von 80 °C (1 min) und endet bei 300 °C mit einer Heizrate von 15 °C/min. Die Probe wurde mit einer Analyse eines bekannten Gemisches aus Tetradekan, Pentadekan, und Hexadecan verglichen.

erhalten, sodass sichergestellt werden muss, die Klebeflächen ausgiebig zu reinigen und zu entfetten. Bei den verwendeten Aluminiumbauteilen hielten die Klebestellen sehr zuverlässig dicht.

Äquivalent zu Abschnitt 4.4 wird an dieser Stelle das Temperaturverhalten für die Isolationsboxen mit Phasenwechselmaterial bestimmt. Der Verlauf der Temperatur ist für die Aluminiumbox gefüllt mit PCM in Abbildung 6.2 zu sehen. Nach dem Anschalten des Heizelementes zeigt sich ein zunächst nicht sofort eintretender Anstieg der Temperatur, denn der Anstieg ist im Vergleich zu dem Temperaturverlauf ohne Isolationsbox (siehe Abbildung 4.13) flach. Nach einer halben Stunde bis Stunde steigt die Temperatur stark an. Dieser initiale Anstieg der Temperatur von rund 0,9 K, der über die vollen zwölf Stunden noch weiter ansteigt, flacht zum Ende der Zeit ab und erreicht final etwa 1,6 K. Im Vergleich zur Isolationsbox aus Aluminium (mit einem Temperaturanstieg von 1,25 K) ist dies eine noch höhere finale Temperatur. Während der Heizphase sind immer wieder Schwankungen in der gemessenen Temperatur der oben angebrachten Sensoren zu sehen.

Die Verzögerung des ersten Anstieges der Temperatur kann nur mit dem verwendeten Phasenwechselmaterial erklärt werden. Allerdings ist offen, ob es ein Effekt des Phasenwechsels ist oder durch die erhöhte Menge an Material bedingt ist, das erwärmt wird bevor die Wärme an der Außenseite der Isolationsbox detektierbar wird. Der starke Temperaturanstieg spricht für eine sehr gute Wärmeübertragung durch das Aluminium an das Phasenwechselmaterial. Und auch die Schwankungen im Temperaturverlauf sind ein Indiz für eine gute Wärmeübertragung. In größeren Einhausungen für Gerätschaften kann dies durchaus als Vorteil genutzt werden, jedoch

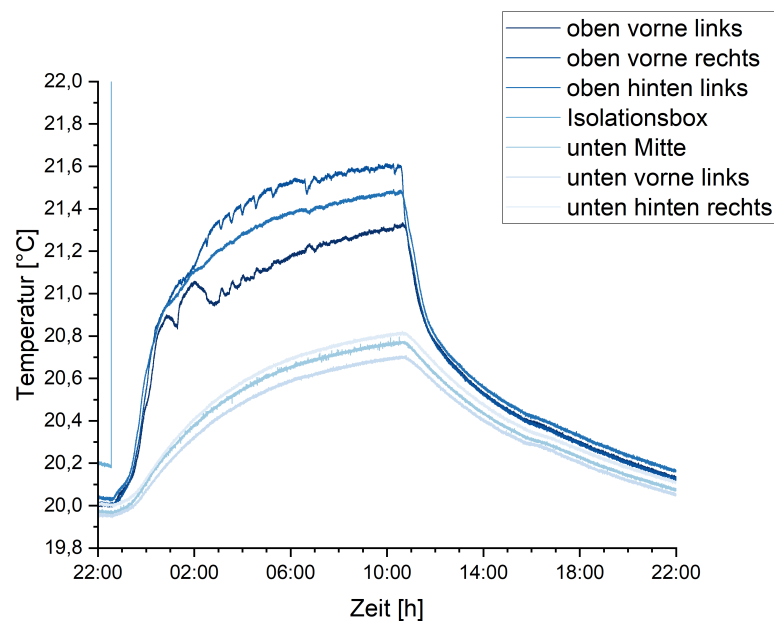


Abbildung 6.2: Temperaturverlauf für die Aluminiumbox mit Phasenwechselmaterial im Zwischenraum.

wirkt sich die gute Wärmeübertragung negativ auf die isolierenden Eigenschaften aus. Dass die finale Temperaturdifferenz noch größer ist als bei der Aluminiumbox, spricht dafür, dass die Wirkung des Heizwiderstandes durch das verwendete PCM noch weiter verstärkt wurde und auf langen Zeitskalen, nach dem vollständigen Aufschmelzen des PCM, keine Isolationswirkung festgestellt werden kann.

Für die Polyamidbox gefüllt mit PCM ist der Temperaturverlauf in Abbildung 6.3 zu sehen. Es zeigt sich nach dem Anschalten des Heizelementes eine deutliche Verzögerung im Anstieg der Temperatur. Erst nach etwa einer Stunde nach Anschalten des Heizelementes beginnt die Temperatur in der Kammer zu steigen. Der verzögerte initiale Anstieg der Temperatur beträgt rund 0,7 K und erstreckt sich über etwa drei Stunden und wurde damit ebenso verlangsamt. Über die insgesamt zwölf Stunden steigt die Temperatur deutlich langsamer zu einer finalen Temperaturdifferenz von 0,9 K an. Im Vergleich hatte die Isolationsbox aus Polyamid mit leerem Zwischenraum eine Temperaturdifferenz von 0,55 K, sodass auch hier davon ausgegangen werden kann, dass das PCM auf langen Zeitskalen zu einer besseren Wärmeübertragung führt. Die, im Gegensatz zur Aluminiumbox, noch größere zeitliche Verzögerung des Wärmeeintritts kommt vermutlich durch die Wahl der Einhausung aus Polyamid zustande, da diese besser isoliert und wahrscheinlich auch die Wärme deutlich langsamer an das PCM abgibt. Der initiale Anstieg der Temperatur verläuft langsamer als bei der Aluminiumbox und auch die finale Temperaturdifferenz ist geringer. Trotz seiner Wärmespeichereigenschaften auf kurzen Zeitskalen hat das PCM auf langen Zeitskalen keine Isolationswirkung, sondern trägt, wahrscheinlich durch eine gute Wärmeleitfähigkeit, vorrangig zu einer guten Wärmeübertragung durch die Box hindurch bei. Auch verglichen mit dem Referenztemperaturverlauf ganz ohne Isolationsbox kann diese

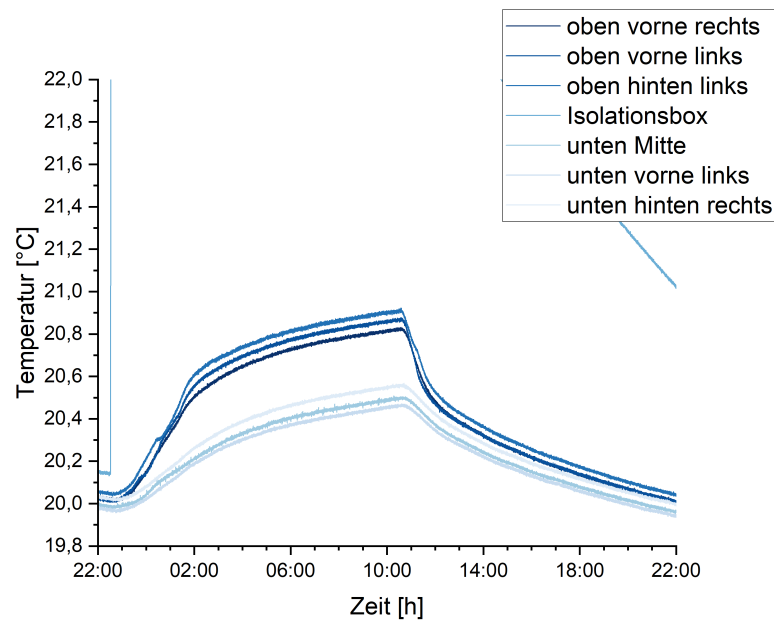


Abbildung 6.3: Temperaturverlauf für die Polyamidbox mit Phasenwechselmaterial im Zwischenraum.

Beobachtung festgestellt werden. Insgesamt liegt die Vermutung daher nah, dass das Medium im Zwischenraum einen erheblichen Einfluss auf die Isolation hat, so wie es auch schon das eingeschlossene Pulver vermuten ließ.

Für kleine Temperaturdifferenzen und nicht so langanhaltende Schwankungen der Temperatur ist das Phasenwechselmaterial eine sehr gute Möglichkeit, einen Puffer zu schaffen um Wärme aufzunehmen, ohne dass sie direkt an die Umgebung abgegeben wird. Insbesondere die Verwendung der Polyamid-Isolationsbox gefüllt mit PCM scheint hier durch ihre gute Verzögerungswirkung des Wärmeeintrags vielversprechend für spätere Anwendungszwecke zu sein.

An dieser Stelle stellt sich die Frage, ob auch die Temperaturdaten für die Isolationsboxen mit Phasenwechselmaterial mithilfe der Systemfunktion beschrieben werden können. Da hier auch komplexere Vorgänge als eine reine Wärmeleitung in den Schichten abläuft ist die Anwendung dieses Modells für diesen Fall nicht trivial.

6.3 Systemfunktion für Phasenwechselmaterial

Der Verlauf der Systemfunktion für die Aluminiumbox gefüllt mit PCM ist in Abbildung 6.4 im direkten Vergleich zu den anderen Systemfunktionen der Boxen aus Aluminium zu sehen. Zunächst ist auffällig, dass die Systemfunktion über eins beginnt. Im Verlauf zwischen 10^{-5} Hz und 10^{-4} Hz bewegt sich diese auch weiterhin über eins, bis sie dann bei ungefähr 10^{-4} Hz auf eins abfällt. Für größere Frequenzen ist die Aussagekraft ähnlich wie schon bei den anderen Systemfunktionen schwierig, da hier das Rauschen überwiegt.

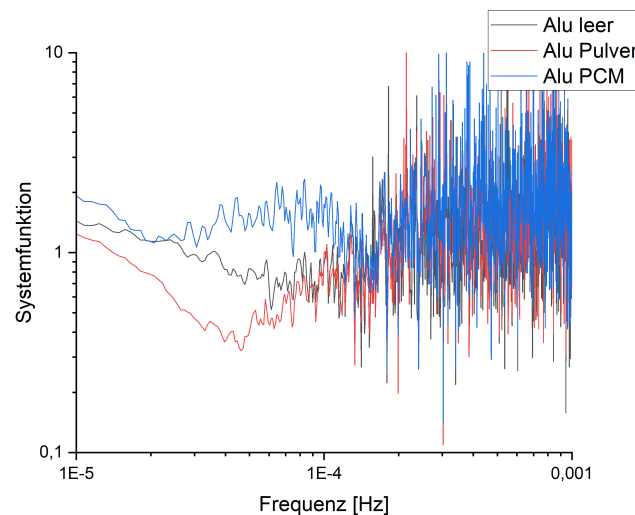


Abbildung 6.4: Systemfunktion für die Isolierbox aus Aluminium gefüllt mit PCM verglichen mit den Systemfunktionen für die pulvergefüllte Box und die Box mit leerem Zwischenraum.

Der Verlauf der Systemfunktion bei geringen Frequenzen über eins deutet auf die fehlende Isolationswirkung hin, die bereits aus den Temperaturdaten ersichtlich ist. Der Abfall bei 10^{-4} Hz auf eins, spricht dafür, dass die Isolationsbox mit PCM aus Aluminium im Zeitrahmen von 2,78 h weder verstärkend noch isolierend wirkt. Grundsätzlich lässt sich aus der Abbildung festhalten, dass auch in der Systemfunktion sichtbar ist, dass die Aluminiumbox gefüllt mit Pulver weiterhin die besten Isolationseigenschaften besitzt. Außerdem verbessert die Isolationsbox gefüllt mit PCM den Wärmeeintrag in die Experimentierkammer, was für die Isolationswirkung nachteilig ist. Dies liegt vermutlich an der höheren Dichte des PCM oder einer besseren Wärmeleitfähigkeit im Zwischenraum, da beim flüssigen PCM keine Oberflächeneffekte zwischen den Partikeln auftreten, wie es beim Aluminium-Pulver der Fall ist.

Für die Polyamidbox gefüllt mit PCM ist der Verlauf der Systemfunktion in Abbildung 6.5 im direkten Vergleich zu den anderen Systemfunktionen der Boxen aus Polyamid zu sehen. Der Verlauf der Systemfunktion beginnt für geringe Frequenzen bei eins und bleibt bis zwischen 10^{-5} Hz und 10^{-4} Hz mit nur minimalen Veränderungen konstant. Bei 10^{-4} Hz, gleichbedeutend mit 2,78 h, ist ein kleiner Anstieg zu beobachten, der Verlauf über dieser Frequenz ist wegen der Überlagerung mit Rauschen nicht mehr klar zuzuordnen.

Der Verlauf der Systemfunktion um eins herum bedeutet, dass die Polyamidbox gefüllt mit PCM weder eine isolierende noch eine verstärkende Wirkung hat. Der Anstieg für die zeitlichen Veränderungen im Bereich von 2,78 h bedeutet hier eine minimale Verstärkung der Wirkung der Wärmequelle. Es sollte jedoch nicht unerwähnt bleiben, dass diese Aussage im Rahmen der Auswertung mithilfe der Fouriertransformation und des gewählten Blackman-Fensters in der Größenordnung der Unsicherheiten liegt. Für Polyamid insgesamt bleibt die mit Pulver gefüllte Box die mit der besten Isolationswirkung. In der Betrachtung der Systemfunktionen scheinen

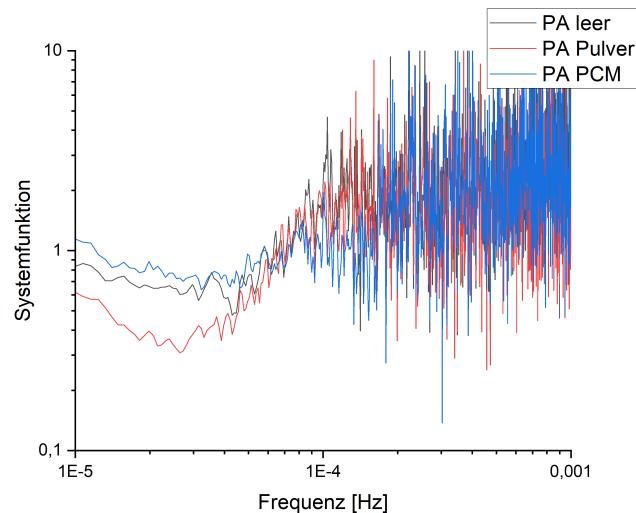


Abbildung 6.5: Systemfunktion für die Isolierbox aus Polyamid gefüllt mit PCM verglichen mit den Systemfunktionen für die pulvergefüllte Box und die Box mit leerem Zwischenraum.

die leere und die mit PCM gefüllte Polyamidbox ähnliche thermische Eigenschaften zu besitzen.

Grundsätzlich liefern die Systemfunktionen eine gute Beschreibung der zeitlichen Verläufe der Temperatur mit Phasenwechselmaterial. Insbesondere die Isolationswirkung kann gut abgelesen werden. Die zeitliche Verzögerung des Eintretens der Wärmewirkung kann in den Systemfunktionen allerdings nur schwer wiedergefunden werden. Physikalisch gesehen wird diese durch den Phasenwechsel des PCM hervorgerufen, was ein nichtlinearer Effekt in der Systemfunktion ist. Es lässt sich also festhalten, dass das hier angenommene lineare Modell der Übertragungsfunktion zur Beschreibung des Phasenwechsels nicht geeignet ist.

6.4 Aktualisierter Konstruktionskatalog

Mit den in diesem Kapitel neu gewonnenen Erkenntnissen über die Anwendung des Phasenwechselmaterials als Wärmepufferspeicher lässt sich die systematische Lösungssammlung aus Abschnitt 4.7 ergänzen. Die aktualisierte Version ist in Tabelle 6.1 zu finden.

Neben neuen Einträgen für die Kombination mit PCM wurde auch eine Hinweisspalte ergänzt. Durch die vermutlich poröse Struktur des Polyamids (vgl. Unterabschnitt 4.2.4) trat ein Teil des PCM aus der Oberfläche des Isolationswürfels aus. Aus diesem Grund wurde der Hinweis ergänzt, dass es zu Problemen mit der Dichtigkeit der Isolationsboxen kommen kann.

6.5 Kapazitive Messung des PCM

Nach wie vor bleibt das Problem ungelöst, dass das Phasenwechselmaterial während einer Versuchsdurchführung oder anderen Anwendung mit permanenter Wärmequelle komplett aufschmelzen würde, da die Wärme nicht abgegeben werden kann. Dies limitiert den zeitlichen

Material	Konfiguration	Nummer	Isolation (normiert)	Verzögerung	Hinweise
PA	leer	1.1	0,69	-	
	Pulver	1.2	0,5	5 min	
	PCM	1.3	1,13	60 min	Probleme mit Dichtigkeit
	voll	1.4	0,75	5 min	
Alu	leer	2.1	1,56	-	
	Pulver	2.2	1,63	5 min	
	PCM	2.3	2	60 min	
Styrodur(0,5 cm)		3.1.1	0,69	-	
	+ PA leer	3.1.2	0,5	5 min	
Styrodur(1 cm)		3.2.1	0,38	5 min	
	+ PA leer	3.2.2	0,38	10 min	

Tabelle 6.1: Aktualisierter Konstruktionskatalog in dem die Eigenschaften der additiv gefertigten Isolationsboxen zusammengefasst und miteinander verglichen werden, ergänzt um die Erkenntnisse mit einem Phasenwechselmaterial.

Umfang eines Versuches, der von der Pufferwirkung des PCM profitieren würde erheblich, da es im geschmolzenen Zustand keine Wärme mehr aufnehmen kann (Schalles et al. 2015). Der klare Vorteil eines Puffersystems läge darin, dass schnelle Änderungen in der Temperatur nicht direkt in den Versuchsaufbau hineingetragen werden, sondern zunächst im Puffersystem gespeichert werden, sodass die Wärme nicht direkt weitergetragen wird. Aber auch die Wirkung eines Bauteils mit konstanter Wärmeabgabe könnte mithilfe eines PCM verzögert werden.

Möglicherweise kann ein Gleichgewicht im PCM hergestellt werden, wenn die gespeicherte Wärme durch eine Temperatursenke auch wieder daraus heraus transportiert werden kann. Denkbar wären beispielsweise Heatpipes oder ein Thermoelement, bei dem die warme Seite keinen negativen Einfluss auf den Versuchsaufbau hat. Für die Umsetzung einer elektrischen Methode (und die Kontrolle einer anderen) wird jedoch ein Regelkreis benötigt, der den Status des PCM und nicht nur seine momentane Temperatur feststellen kann. Wünschenswert wäre es, eine Sprungfunktion abhängig von den Eigenschaften des PCM zu sehen, sodass dem späteren Regelkreis der Zustand (fest oder flüssig) aus einem Messwert zugeordnet werden kann. Der Fokus soll an dieser Stelle auf der Erprobung eines Sensors liegen, der den Zustand des PCM für eine spätere Regelung detektieren kann.

Grundsätzlich kommen dafür mehrere Eigenschaften in Frage, denn verschiedene physikalische Eigenschaften können mit verschiedenen Sensoren und Methoden untersucht werden. Welcher Sensor hier verwendet wird, soll an dieser Stelle erläutert werden. Wichtig dabei ist, dass die Methode möglichst einfach sein sollte und auch auf kleinem Raum, also innerhalb einer Makroverkapselung eines PCM untergebracht werden kann. Hierfür mögliche physikalische Eigenschaften sind beispielsweise die Dichte, die elektrische Leitfähigkeit und die Kapazität des Phasenwechselmaterials.

Die Dichte könnte beispielsweise über die Ausbreitungsgeschwindigkeit von Schall im PCM bestimmt werden. Dafür könnte auf einer Seite des Behälters eine Schwingung mit einem Piezo-Element erzeugt und auf der anderen Seite des Behälters detektiert werden. Zu erwarten ist eine höhere Ausbreitungsgeschwindigkeit im Festkörper gegenüber dem flüssig gewordenen PCM. Allerdings würde diese Methode Schwingungen verursachen, was in Konflikt zu den in Abschnitt 3.3 gefundenen Ergebnissen steht, dass Schwingungen so gut wie möglich verhindert werden sollten. Je nach Anwendungsfall mag die Bestimmung der Schallgeschwindigkeit dennoch eine Option sein, wird jedoch an dieser Stelle nicht weiter verfolgt.

Eine andere Möglichkeit ist es, den elektrischen Widerstand des PCM zu bestimmen. Dieser ist mindestens temperaturabhängig und möglicherweise ist auch der Übergang vom festen zum flüssigen Zustand des PCM in den Daten sichtbar. Der elektrische Widerstand kann über das Ohmsche Gesetz über den Quotienten von elektrischer Spannung und Stromstärke bestimmt werden. Allerdings ist das zu testende Material ein Paraffin, welches nahezu elektrisch isolierend ist. Der zu erwartende elektrische Widerstand ist also sehr hoch und die für die Messung zu erwartende Stromstärke sehr klein, sodass fraglich ist, ob überhaupt eine hinreichend gute Messung des Widerstandes möglich ist.

Die Dielektrizitätszahl, beziehungsweise stoffabhängige Permittivitätszahl ist aufgrund der isolierenden Eigenschaften des PCM eine gut geeignete Möglichkeit es als Dielektrikum eines Kon-

densators zu charakterisieren. Die Permittivität kann mithilfe eines Kondensators bestimmt werden, der das Verhältnis von Ladung und elektrischer Spannung als Kapazität ins Verhältnis setzt. Die Kapazität hängt dabei unter anderem direkt von der Permittivität des sich zwischen den Kondensatorplatten befindlichen Materials ab. Der Grund für das Sinken der Permittivität mit der Temperatur ist, dass die Eigenbewegung der Ladungsträger aufgrund der mit der Temperatur steigenden inneren Energie zunimmt und die Polarisierbarkeit aufgrund dessen abnimmt. Möglicherweise ist auch der Phasenwechsel in den Daten ersichtlich.

Aus diesem Grund wird ein Kondensator gefertigt, mithilfe dessen die Permittivität des PCM bestimmt werden kann.

6.5.1 Auslegung des Kondensators

Es soll ein bereits vorhandenes Messgerät verwendet werden, um die Kapazität des Kondensators zu bestimmen. Damit die Veränderungen der Kapazität nicht im Bereich der Messunsicherheit des Multimeters liegen, wird vor der Konstruktion der Kondensatorplatten eine Abschätzung der zu erwartenden Kapazität durchgeführt. Das zu verwendende Digitalmultimeter ist ein kommerziell erhältliches Agilent 34405A, das die Kapazität mit minimalen Auflösung von einem pF bestimmen kann. Aufgrund dessen soll der Kondensator so konstruiert werden, dass sich die Kapazität in einer Größenordnung von 0,100 nF bewegt. Die in einem Plattenkondensator wählbaren Parameter sind dabei die Fläche der Kondensatorplatten A , sowie der Abstand der Kondensatorplatten d . Die resultierende Kapazität C wird über

$$C = \epsilon_r \cdot \epsilon_0 \cdot \frac{A}{d} \quad (6.1)$$

bestimmt. Mit der relativen Permittivität ϵ_r und der elektrischen Feldkonstante des Vakuums ϵ_0 kann die zu erwartende Kapazität bestimmt werden.

Über die relative Permittivität von Hexadekan und Octadekan lassen sich keine Informationen finden. Zur besseren Einschätzung wird die relative Permittivität über die Stoffwerte von Paraffin und Vaseline abgeschätzt, da die Eigenschaften des PCM seitens des Herstellers als solche angegeben werden. Paraffin im Allgemeinen wird mit einer Dielektrizitätskonstante von $\epsilon_{r,\text{Paraffin}} = 2 \dots 4$ angegeben. Vaseline liegt bei $\epsilon_{r,\text{Paraffin}} = 2, 2 \dots 2, 9$. Im Folgenden wird für die abschätzenden Rechnungen daher eine Annahme von $\epsilon_r = 2$ als untere Grenze und $\epsilon_r = 4$ als obere Grenze verwendet. Da primär die Größenordnung der Kapazität für die Auslegung des Kondensators wichtig ist, sind diese abschätzenden Annahmen ausreichend.

Da der Kondensator nicht zu groß konstruiert werden soll, um die Menge an benötigtem PCM gering zu halten, wird zunächst mit einer Kondensatorfläche von $A = 12 \text{ cm}^2$ und einer verdreifachten Fläche von $A = 36 \text{ cm}^2$ gerechnet. Eine Verdreifachung lässt sich gut durch das Parallelschalten von drei Plattenpaaren erreichen und nimmt gleichzeitig nicht viel mehr Platz ein. Weiterhin wird die Dielektrizitätskonstante in ihren unteren und oberen Grenzen mit $2 \leq \epsilon_r \leq 4$ angenommen. Die sich damit aus Gleichung 6.1 ergebenden Kapazitäten sind in Tabelle 6.2 aufgeführt.

C (in F)		
	$\epsilon = 2$	$\epsilon = 4$
$A = 12 \text{ cm}^2$	$4,25 \cdot 10^{-11}$	$8,50 \cdot 10^{-11}$
$A = 36 \text{ cm}^2$	$1,27 \cdot 10^{-10}$	$2,55 \cdot 10^{-10}$

Tabelle 6.2: Erwartete Kapazität des Kondensators für verschiedene Annahmen des Dielektrikums und der Kondensatorfläche.

Es ergeben sich Kapazitäten im Bereich von $4,25 \cdot 10^{-11} \text{ F} \leq C \leq 2,55 \cdot 10^{-10} \text{ F}$, sodass im Experiment Kapazitäten in einer Größenordnung von $C \approx 1 \cdot 10^{-11} \text{ F}$ zu erwarten sind und mit dem oben genannten Gerät messbar sein sollten.

6.5.2 Fertigung der Kondensatorplatten

Das Metall, das zur Fertigung der Kondensatorplatten verwendet wird, ist nicht relevant bei der Auslegung des Kondensators, da die Kapazität nur von der Fläche, dem Plattenabstand und dem Medium innerhalb der Kondensatorplatten abhängt. Allerdings hat es in diesem Versuch einen Vorteil ein Material mit großer Wärmeleitfähigkeit zu verwenden. Die relativ großen Kondensatorplatten können zu einer homogenen Wärmeverteilung im Kondensator beitragen und daher ein gleichmäßigeres Schmelzverhalten fördern. Aufgrund dessen wurde sich hier für die Verwendung von Kupferplatten entschieden. Der korrekte Plattenabstand wird mit elektrisch nicht leitfähigen Distanzscheiben aus Polyamid sichergestellt. Die korrekte Positionierung der Platten zueinander erfolgt mithilfe von Schrauben aus Polyamid.

Eine Modelldarstellung des Kondensators ist in Abbildung 6.6 zu sehen. Es werden drei Kondensatorplattenpaare gefertigt, um die Kapazität des Kondensators bei Bedarf flexibel erhöhen zu können. Dies ist besonders hilfreich bei Materialien mit geringer relativer Permittivität ϵ_r , da, je nach Messgerät, die Messung im Bereich der minimalen Auflösung des Geräts liegen kann. Gleichzeitig muss die Menge des PCM nicht erhöht werden, da die Verdopplung der Kondensatorfläche auf diese Weise nicht viel mehr Fläche benötigt.

6.5.3 Bestimmung der relativen Permittivität

Zur systematischen Bestimmung der Dielektrizitätskonstante wird der Kondensator in ein Gefäß gestellt, das mit dem Phasenwechselmaterial so weit aufgefüllt wird, dass die Kondensatorplatten vollständig im PCM eingetaucht stehen. Das Gefäß wird auf eine Heizplatte gestellt. Permanent aufgezeichnet werden sowohl die Temperatur des PCM und Kondensators, als auch die Kapazität. Die Temperatur wird dabei mit einem Pt100 gemessen, das in Kontakt mit einer der äußeren Kondensatorplatten steht. Die Dielektrizitätskonstante kann nicht direkt bestimmt werden, sondern wird über die Kapazität des Kondensators bestimmt. Der elektrische Widerstand kann direkt gemessen werden.

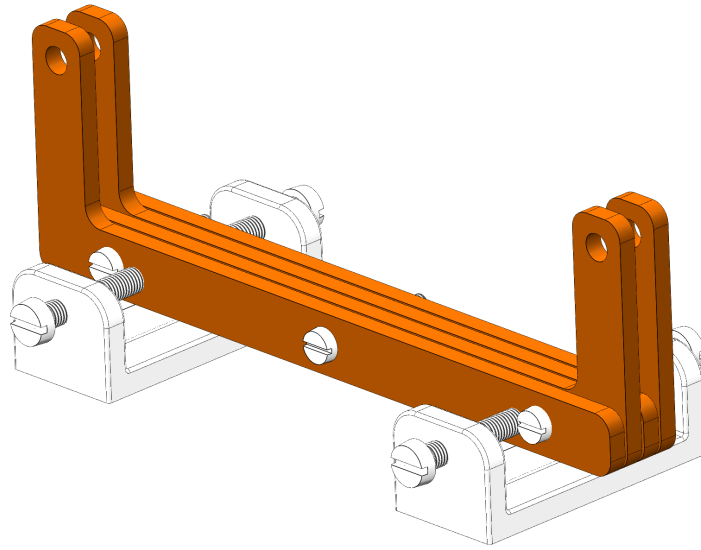
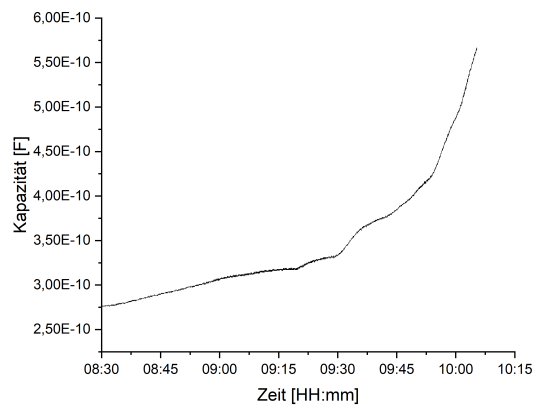
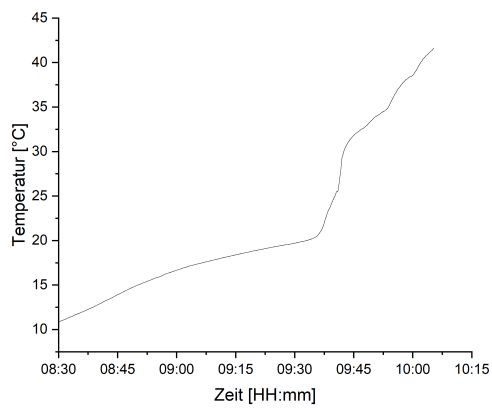


Abbildung 6.6: Modelldarstellung des Kondensators.



(a) Temperatur über der Zeit für den Kondensator (b) Kapazität über der Zeit für den Kondensator gefüllt mit PCM.

In Abbildung 6.7a ist der resultierende Temperaturverlauf über der Zeit dargestellt. Innerhalb der ersten Stunde steigt die Temperatur langsam von knapp über 10 °C auf 20 °C. Danach setzt ein starker Temperaturanstieg ein, der schnell 30 °C erreicht und dann langsamer über die folgenden 30 Minuten auf über 40 °C ansteigt. Der sehr langsame Anstieg bis auf 20 °C lässt sich sehr wahrscheinlich mit der Wärmeaufnahme des PCM in Form von latenter Wärme erklären. Knapp über 20 °C ist dies, mindestens im Bereich des Temperatursensors, abgeschlossen, sodass sich die Temperatur des Materials hier schnell, aber rein über sensible Wärmespeicherung, auf 30 °C erhöht. Abbildung 6.7b zeigt wie sich die gemessene Kapazität in demselben Zeitintervall verändert. Diese steigt von 0,275 nF innerhalb der ersten Stunde gleichmäßig auf 0,325 nF. Danach ist ein kleinerer Sprung auf 0,350 nF zu beobachten. Während der letzten halben Stunde ist ein deutlich stärkerer Anstieg der Kapazität bis auf 0,575 nF zu sehen. Wirklich aussagekräftig ist erst ein Verlauf der Kapazität über der Temperatur. Dieser ist in Abbildung 6.8 aufgetragen. Es zeigt sich, dass die Kapazität bei 10 °C 0,275 nF beträgt. Bis zur Temperatur von 20 °C stieg die Kapazität langsam bis auf 0,325 nF an. Bei der Temperatur von 20 °C zeigt die Kapazität einen Sprung auf 0,360 nF, bei welcher sie bis 30 °C verweilt. Erst über 30 °C steigt die Kapazität bis auf 0,575 nF bei etwa 40 °C. Die Unsicherheit der Kapazität seitens des Multimeters beträgt in dieser Größenordnung etwa 0,02 nF.

Da der Phasenwechsel nach der Analyse des Temperaturdiagramms bei 20 °C abgeschlossen war, ist dies die Temperatur bei der eine Veränderung in der Kapazität des Phasenwechselmaterials zu erwarten ist. Der sprunghafte Anstieg der Kapazität bei 20 °C ist entsprechend der Bereich in dem der Phasenwechsel zu erwarten ist. Die gleichbleibende Temperatur im Phasenwechsel ist der Grund für die vielen Werte für die Kapazität, die im Diagramm für denselben Wert der Temperatur eingetragen sind. Und die sich verändernde Kapazität bei dieser Temperatur spricht dafür, dass sich das Dielektrikum verändert, sodass der Sprung in der Kapazität sehr wahrscheinlich durch den Phasenwechsel zwischen den Kondensatorplatten ausgelöst ist. Das Plateau der Kapazität zwischen der Temperatur von 20 °C und 30 °C kann mit einem Mischzustand des PCM erklärt werden. Denn während der Versuchsdurchführung konnte beobachtet werden, dass das PCM im Kondensator früher schmolz, als in anderen Bereichen oder an der Oberfläche des Gefäßes. Die größere Steigung der Kapazität über der Temperatur beginnt bei 30 °C, sodass diese sehr wahrscheinlich mit dem Zustand gleichzusetzen ist in dem wirklich alle Anteile des PCM geschmolzen waren.

Um auszuschließen, dass die thermische Ausdehnung des Kondensators einen maßgeblichen Fehler in der Kapazität verursacht, wird eine mathematische Abschätzung durchgeführt. Zu erwarten ist eine steigende Kapazität durch die steigende Temperatur, denn durch die Ausdehnung der Kondensatorplatten verringert sich der Abstand der Plattenpaare, der direkt über Gleichung 6.1 in die Kapazität des Kondensators eingeht. Insgesamt hat sich die Kapazität von $C_{\text{fest}} = 0,275 \text{ nF}$ auf $C_{\text{geschmolzen}} = 0,475 \text{ nF}$ im Zeitraum des Schmelzens des PCM erhöht. Würde sich die relative Permittivität verändern, bei konstantem Plattenabstand, ist von einer Veränderung von $\epsilon_{r,\text{fest}} = 8,6$ zu $\epsilon_{r,\text{geschmolzen}} = 14,9$ auszugehen. Bei der Annahme einer

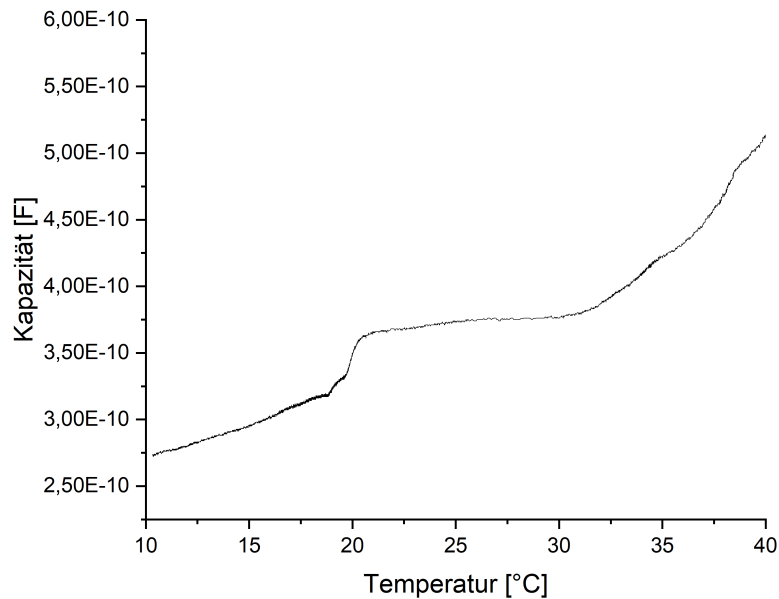
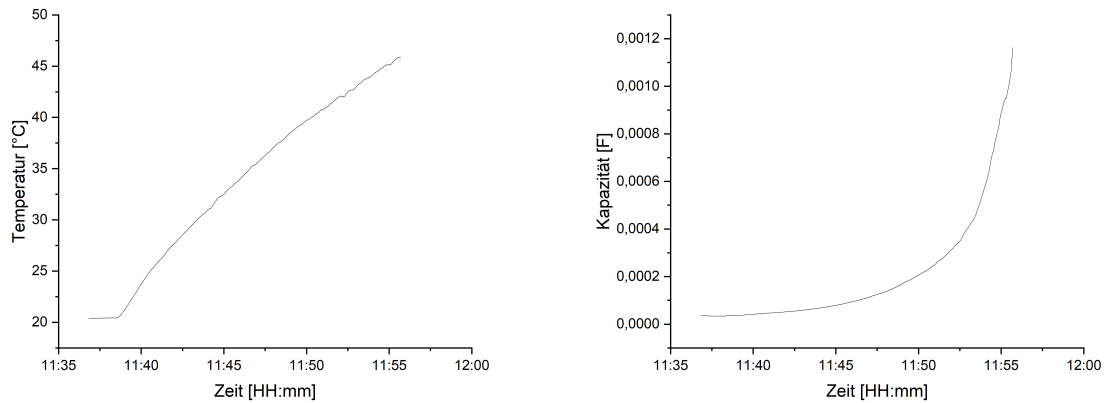


Abbildung 6.8: PCM: Kapazität über der Temperatur für den Kondensator gefüllt mit PCM.

gleich bleibenden relativen Permittivität würde sich der Plattenabstand von $d = 1$ mm auf $d = 0,6$ mm reduzieren. Angesichts der thermischen Ausdehnung von Kupfer mit einem Faktor von $17 \cdot 10^{-6}/K$, ist eine Ausdehnung von 3 mm auf etwa 3,00005 mm bei einer Temperaturerhöhung um 1 K möglich. Eine Verringerung des Plattenabstandes um 0,4 mm ist daher auf diese Weise nicht zu erklären. Bestärkt werden kann diese Vermutung damit, dass nach der Veränderung des Aggregatzustandes die Kapazität immer weiter steigt. Die steigende Kapazität ist also wahrscheinlich ein Effekt der steigenden Temperatur des Dielektrikums, und kann daher indirekt mit dem Zustandswechsel verknüpft werden.

Der Versuch wird im Anschluss mit Wasser als Dielektrikum in demselben Versuchsaufbau wiederholt um den Einfluss des Phasenwechsels abschätzen zu können. Wasser hat bei 20 °C keinen Phasenwechsel, weshalb Einflüsse durch das PCM besser differenziert werden können. An dieser Stelle sei erwähnt, dass die Messung der Kapazität mit entionisiertem und destilliertem Wasser, vermutlich aufgrund der fehlenden Salze und somit Ladungsträger, nicht möglich war. Die Kapazität war für das vorhandene Messgerät nicht mehr messbar. Aufgrund dessen wurden die folgenden Untersuchungen mit Leitungswasser durchgeführt. Die Temperatur wurde für die Untersuchung des Wassers über 20 Minuten von 20 °C auf 45 °C erhöht (siehe Abbildung 6.9a). Diese erfolgte nach einer kurzen Wartezeit von ca. 5 Minuten gleichmäßig über die gesamte Zeit. Im gleichen Zeitraum erhöhte sich die Kapazität des Kondensators exponentiell von etwa 0,0001 F auf 0,0012 F (siehe Abbildung 6.9b). Die Unsicherheit der Kapazität bedingt durch das Multimeter beträgt in dieser Größenordnung etwa 0,008 nF, liegt also in der Größenordnung der Messwerte. Vielmehr ist an dieser Stelle aber der Verlauf interessant, nicht die konkreten



(a) Temperatur über der Zeit für den Kondensator (b) Kapazität über der Zeit für den Kondensator gefüllt mit Wasser.

Abbildung 6.9: fig:H2O-Kondensator

Werte für die Kapazität, weshalb die Messunsicherheit hier eine untergeordnete Rolle spielt. Bereits bei der Auftragung der Temperatur ist ersichtlich, dass ein anderes Material verwendet wurde. Es gibt keinerlei Plateau, das auf einen Phasenwechsel schließen lässt. Die Temperatur steigt, ähnlich wie bei einer Wurzelfunktion, zunächst stärker an, und flacht im späteren Verlauf ab. Dies liegt an der hohen Temperaturdifferenz des Wassers zur Heizplatte zu Beginn. Diese Differenz wird durch die sich erhöhende Temperatur des Wassers immer geringer, weshalb die Temperatur später nur noch langsam steigt. Dies ist klar das Charakteristikum der reinen Wärmeleitung, die durch die Temperaturdifferenz bedingt ist. Die sich exponentiell verändernde Kapazität über der Zeit bestätigt eine Erwärmung und daraufhin Veränderung der Eigenschaften im Dielektrikum Wasser.

Die Kapazität aufgetragen über der Temperatur für den Kondensator gefüllt mit Wasser ist in Abbildung 6.10 gezeigt. Hier zeigt sich ebenfalls ein exponentieller Anstieg, diesmal mit der Temperatur. Das Maximum der Kapazität scheint bei 45 °C erreicht zu sein. Das verwendete Kondensatormedium Wasser hat bei 45 °C keine bekannten Änderungen der Eigenschaften. Die einzig mögliche Erklärung ist, dass sich die Leitfähigkeit des Wassers (Leitungswasser, nicht destilliert) mit steigender Temperatur verbessert und daher die höhere Kapazität zustande kommt. Dies folgt direkt aus der Definition der Kapazität, die über

$$C = \frac{Q}{U} \quad (6.2)$$

beschrieben wird. Es ist ersichtlich, dass die Kapazität mit steigender Ladungsmenge steigt. Zwar ist in dieser Anwendung die Ladungsmenge unveränderlich, jedoch ist die für diese Gesetzmäßigkeit angenommene konstante Temperatur nicht konstant. Es steigt die Volatilität der Ladungsträger mit steigender Temperatur, was zu einer Verringerung des elektrischen Widerstandes führt und daher vermutlich auch die Kapazität erhöht.

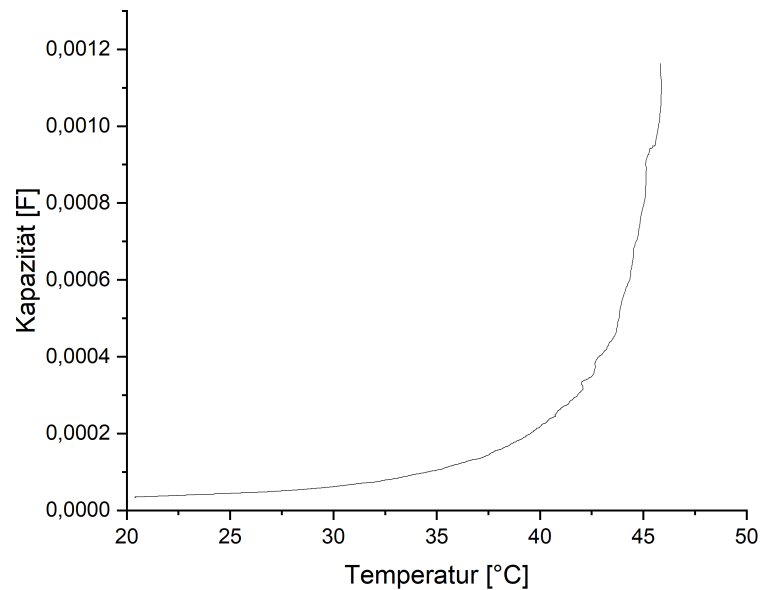


Abbildung 6.10: Kapazität über der Temperatur für den Kondensator gefüllt mit Wasser.

Rückblickend bedeutet dieses Ergebnis für die gemessene Kapazität des Kondensators mit PCM gefüllt, dass die Veränderungen mit der Temperatur klar auf den Zustand, beziehungsweise die Temperatur, des Phasenwechselmaterials zurückzuführen sind. Besonders der starke Anstieg der Kapazität bei der Temperatur von 20 °C ist überhaupt erst aufgrund der beim Phasenwechsel konstant bleibenden Temperatur zu beobachten. Grundsätzlich scheint die Messung der Kapazität eine geeignete Möglichkeit zu sein als Sensor in späterer Regelungstechnik verwendet zu werden.

Die gemessene Kapazität wäre dabei in zukünftigen Anwendungen nicht dieselbe wie in den hier durchgeführten Versuchen, da diese stark von den gewählten Dimensionen des Kondensators abhängt. Umgerechnet in die Dielektrizitätskonstante ergeben sich über Gleichung 6.1 im Bereich des Phasenwechsels Werte in einer Größenordnung von $\epsilon_r(T) = 10, 2 \dots 11, 8$, die bei einer späteren Konstruktion berücksichtigt werden sollten.

6.5.4 Alternative - Widerstand abhängig von der Temperatur

Es ist auch möglich, mit demselben Versuchsaufbau in modifizierter Form einen weiteren Zusammenhang zu untersuchen, der in späteren Anwendungen einfacher umsetzbar wäre um den Zustand des PCM zu untersuchen. Dies ist die Messung des elektrischen Widerstands.

In ersten Wiederholungen der Versuche mit dem Phasenwechselmaterial zeigt sich eine Schwierigkeit in der Umsetzung. Es zeigen sich Unregelmäßigkeiten beim gemessenen Widerstand. Es scheint so, dass das inhomogene Schmelzen des Phasenwechselmaterials innerhalb der Kondensatorplatten ein Problem darstellt. Es scheint so, als würde innerhalb des Kondensators immer wieder ein anderer Bereich den Strom leiten. Aufgrund der elektrisch isolierenden Eigenschaften des

PCM ist dies auch gut nachvollziehbar, denn der Widerstand wird durch die Kondensatorplatten über eine Fläche von 10 cm^2 gemessen. Um dieses Problem zu umgehen wurde entschieden, die Versuche zum Widerstand des Phasenwechselmaterials nicht mit dem Kondensator durchzuführen, sondern mit Messspitzen. Diese messen fixiert immer an derselben Stelle den Widerstand. Die Temperaturmessspitze wurde soweit möglich nah an den Widerstandsmessspitzen platziert, um die Temperatur möglichst an derselben Stelle wie den Widerstand zu messen. Ansonsten liefen die Versuche analog zu der Untersuchung der Kapazität ab. Anstelle des Messmodus für die Kapazität wurde das Multimeter in der Konfiguration für die Messung des elektrischen Widerstandes betrieben.

In der Auftragung des Widerstandes über der Temperatur für das Phasenwechselmaterial in Abbildung 6.11 zeigt sich, dass der Widerstand mit steigender Temperatur grundsätzlich abnimmt. In diesem Fall sinkt er von $33 \text{ M}\Omega$ bei $10 \text{ }^\circ\text{C}$ auf $5 \text{ M}\Omega$ bei $40 \text{ }^\circ\text{C}$. An den sehr großen Werten für den Widerstand lässt sich die elektrische Isolationsfähigkeit des Materials erkennen. Im Temperaturbereich von $20 \text{ }^\circ\text{C}$ lässt sich ein kleines Plateau, kein Temperatursprung, bis zu etwa $22 \text{ }^\circ\text{C}$ erkennen. Erst danach sinkt der Widerstand weiter. Die Messunsicherheit für den Widerstand liegt hier bei etwa $0,7 \text{ M}\Omega$, sodass die abgelesenen Werte nicht in der Größenordnung der Messunsicherheit liegen.

Der sehr hohe Widerstand spricht dafür, dass das Phasenwechselmaterial ein elektrischer Isolator ist. Die Verringerung des Widerstandes mit der Temperatur ist mit einer besseren Volatilität von Teilchen, die zum Ladungstransport beitragen, im Material erklärbar, wobei der Anteil nur sehr klein sein kann.

Erwartet wurde bei ungefähr $20 \text{ }^\circ\text{C}$ ein Sprung im Widerstand beim Phasenwechsel des Materials, denn die Temperatur müsste wegen des Phasenwechsels eine gewisse Zeit stabil um $20 \text{ }^\circ\text{C}$ bleiben, während sich der Widerstand aufgrund des zunehmenden Schmelzens des PCM verändert. Dies wurde bereits für die Kapazität beobachtet (siehe Abbildung 6.8). Aufgrund dessen ist es unintuitiv, dass der Widerstand im Bereich des Phasenwechsels nahezu konstant geblieben ist. Es bleibt daher offen, ob diese Beobachtungen durch andere Effekte wie Störeinflüsse oder Fehler in den Messungen bedingt ist oder der beobachtete Zusammenhang reproduzierbar ist. Während der Messungen konnte beispielsweise beobachtet werden wie kleinste Luftblasen, die im PCM eingeschlossen waren, sich während des Versuchs zwischen den Kondensatorplatten befanden und durch das Erwärmen aufstiegen. In der Kapazität äußerte sich dies in kleineren Sprüngen. Ein anderer Störeinfluss ist die Lage des Temperatursensors. Dieser kann nicht zwischen den Kondensatorplatten platziert werden, wo aber die Kapazität gemessen wird. Um dies bestmöglich zu korrigieren, wurde die mit den Platten in Kontakt stehende Position von außen gewählt, jedoch bildet dies nicht die echte Situation zwischen den Platten ab. Beispielsweise könnte durch Konvektion an den Außenflächen des Kondensators die Temperatur zu hoch abgeschätzt werden. Wiederholungen der Versuchsdurchführung liefen nicht erfolgreich ab, da es nicht immer möglich war die Temperatur möglichst konstant zu erhöhen. Auch dies ist ein Zeichen für eine hohe Empfindlichkeit und daher Fehleranfälligkeit des Systems.

Mit den hier gemachten Beobachtungen ist daher davon auszugehen, dass der elektrische Wi-

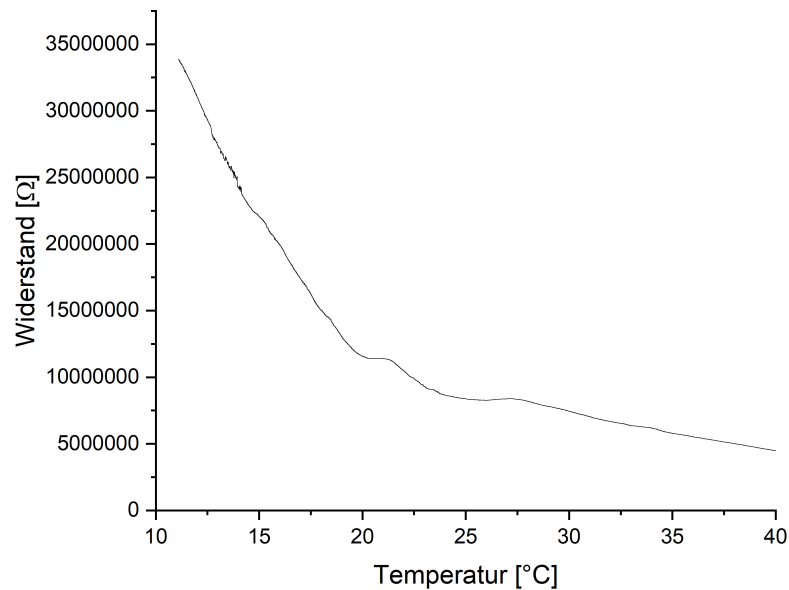


Abbildung 6.11: Widerstand über der Temperatur für den Kondensator gefüllt mit PCM.

derstand nicht dafür geeignet ist, um den Zustand des Phasenwechselmaterials zu bestimmen.

Für eine abschließende Klärung des Verhaltens des Widerstandes des PCM, wird auch diese Versuchsreihe mit Leitungswasser wiederholt. Bei der durchgeführten Versuchsreihe wurde die Temperatur des Wassers konstant von 5 °C auf 45 °C erhöht. Wird der Widerstand über der Temperatur aufgetragen ergibt sich eine exponentielle Abnahme (siehe Abbildung 6.12). Die untere Grenze der Temperatur, etwa 5 °C, zeigt einen über 2700 Ω hinaus gehenden Trend für kleine Temperaturen. Der Widerstand sinkt exponentiell über der Temperatur bis zu einem Widerstand von 700 Ω bei 50 °C. Die Messunsicherheit für den Widerstand liegt in dieser Größenordnung der Messwerte bei nur etwa 0,7 Ω, sodass diese eine untergeordnete Rolle spielt. Der mit der Temperatur sinkende elektrische Widerstand ist durch die Verwendung von Leitungswasser anstelle von entionisiertem Wasser zu erklären. Durch die im Trinkwasser enthaltenen Ionen wirkt es wie ein schwaches Elektrolyt (Matissek 2023). In diesem wird ein elektrischer Strom durch die enthaltenen Ionen der Salze übertragen. Die Leitfähigkeit und damit auch der Widerstand des Elektrolyts hängen von der Konzentration in Wasser, der Art der gelösten Ionen und der Teilchenbewegung ab. Mit der Temperatur ändert sich nur die Mobilität der Ionen. Der Widerstand ist umso größer je immobilere die Ionen werden. Bei kleineren Temperaturen ist der Widerstand des Trinkwassers daher entsprechend hoch.

Diese Messung wurde mit destilliertem Wasser wiederholt um einen Widerstandsverlauf für Wasser ohne enthaltene Elektrolyte nachzuvollziehen. Der Verlauf für den Widerstand über der Temperatur mit destilliertem Wasser ist daher in Abbildung 6.13 zu sehen.

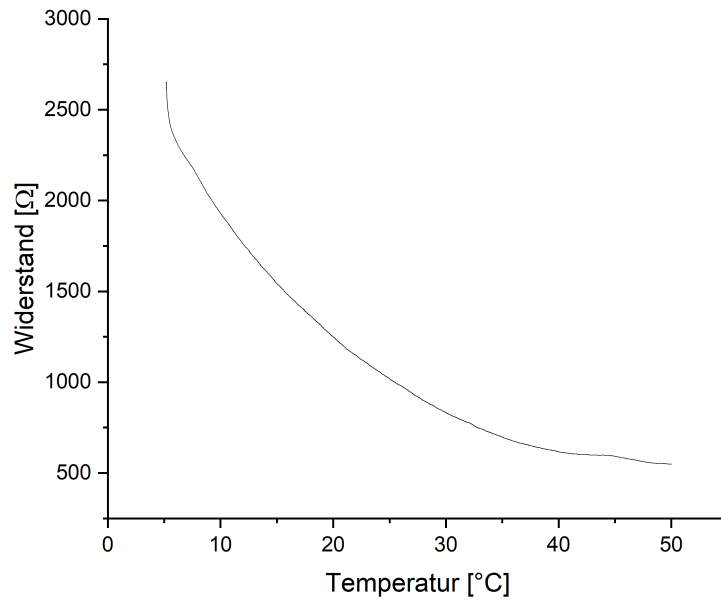


Abbildung 6.12: Widerstand über der Temperatur für den Kondensator in Wasser.

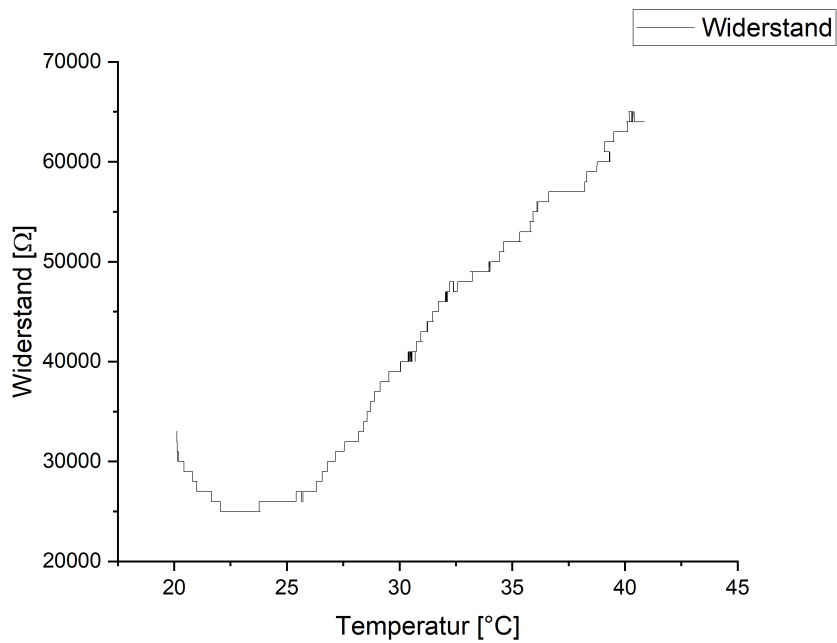


Abbildung 6.13: Widerstand über der Temperatur für den Kondensator in destilliertem Wasser.

Hier ist der Verlauf des Widerstandes genau gegensätzlich zu dem mit Leitungswasser. Der Widerstand steigt mit der Temperatur, wie es für Wasser ohne Ionen zu erwarten ist. In Zahlen steigt der Widerstand von 25 k Ω bei 22,5 °C bis auf 65 k Ω bei 40 °C. Die Messunsicherheit liegt im Bereich von 0,04 k Ω . Fraglich ist die stufige Struktur des Datensatzes, da das Messgerät noch nicht an die Grenze der Auflösengenauigkeit stieß. Möglicherweise kommt diese durch die geringe Anzahl von Ladungsträgern im entionisierten Wasser zustande.

Das Steigen des Widerstandes bei der Erwärmung des entionisierten Wassers lässt sich mit zwei Mechanismen erklären, die möglicherweise gleichzeitig, aber in unterschiedlich starker Ausprägung stattfinden. Zum einen nimmt die Anzahl der Gitterschwingungen ähnlich wie im Festkörper bei steigender Temperatur zu, womit die Wassermoleküle die ohnehin schon wenig vorhandenen Ionen behindern. Somit steigt der elektrische Widerstand mit steigender Temperatur und Teilchenbewegung. Außerdem reduziert sich aufgrund der vermehrten Teilchenbewegung bei einer höheren Temperatur die Dichte des Materials, was zu einer noch besseren Isolation und daher zu einem erhöhten elektrischen Widerstand führt.

Der für das PCM beobachtete Verlauf sieht dem Verlauf des Trinkwassers in Abbildung 6.12, bis auf das Plateau um 20 °C, ähnlich. Nicht aber dem Verlauf für das entionisierte Wasser. Dennoch verrät dies nichts darüber ob das Phasenwechselmaterial als Elektrolyt angesehen werden kann, denn der hohe Widerstand deutet eindeutig auf die Wirkung als elektrischen Isolator hin. Die Mechanismen die zum fallenden Widerstand mit der Temperatur geführt haben sind also wahrscheinlich unterschiedliche. Ob das Plateau im Widerstand dem Phasenwechsel des PCM zuzuordnen ist lässt sich abschließend nicht klären.

6.5.5 Fazit Kapazitive Messung des PCM

Die Messung des Zustandes des PCM durch die Messung der Kapazität scheint vielversprechend. In der praktischen Anwendung muss sich zeigen, ob die recht kleinen Unterschiede in der relativen Permittivität, beziehungsweise der gemessenen Kapazität, ausreichend groß sind um in der Zukunft eine automatisierte Regelung aufzubauen. Grundsätzlich scheint die Messung der Kapazität des PCM aber eine geeignete Methode zu sein, um Rückschlüsse auf den Zustand zu führen.

Für den einfacher zu messenden elektrischen Widerstand wäre es für die Implementierung einer kontrollierten Wärmeabfuhr wichtig, mithilfe eines Sensors den Phasenwechsel klar zuordnen zu können. Es ist jedoch weiterhin fraglich ob die Unregelmäßigkeit im Verlauf durch den Phasenwechsel entstand. Zum jetzigen Zeitpunkt kann davon ausgegangen werden, dass die Messung des Widerstandes nicht dafür geeignet ist den Zustand des PCM festzustellen.

Neben den hier vorgestellten Methoden ist es noch denkbar, eine weitere Eigenschaft des PCM zu nutzen: die Ausdehnung beim Phasenübergang. Durch den Phasenwechsel dehnt sich das Material aus, was auch hier im Versuch zu Undichtigkeiten führte. Dieser Hub könnte dazu genutzt werden, Drucksensoren als Aktoren auf die Oberfläche aufzubringen. Möglicherweise könnte auch

eine weitestgehend flexible Einhausung, beispielsweise aus einem Kunststoff, verwendet werden, bei der sich die Oberfläche mit der Ausdehnung des Materials verbiegt. Auf dieser Oberfläche kämen zur Messung der Ausdehnung auch Dehn- oder Biegestreifen in Frage. Die grundsätzliche Machbarkeit der Aufbringung solcher Sensoren auf Teile aus der additiven Fertigung wurde in Hossain et al. (2024) gezeigt. Ob hier eine Dichtigkeit des Kunststoffes gewährleistet werden kann, wäre eine kommende Frage, die es zu klären gilt. Die Einhausung sollte für diese Art der Anwendung daher sehr gut überlegt und konstruiert werden.

6.6 Fazit Phasenwechselmaterial

Nach wie vor ist die Verwendung eines Phasenwechselmaterials bislang zwar ein vielversprechender Puffer für Wärme in metrologischen Anwendungen, jedoch stellt sich die Umsetzung dessen als eine große Herausforderung dar. Das große Problem ist es, das PCM betriebsbereit zu halten, also das Schmelzen im laufenden Betrieb zu überwachen und die ursächliche Wärme abzuleiten. Um dieses Problem zu lösen müssen zwei Faktoren gegeben sein. Zum ersten muss es möglich sein, den Zustand des PCM im laufenden Experiment zu messen, um einen Sensor für eine spätere Regelung zu haben. Die Messung der Kapazität könnte dafür, wie in dieser Arbeit gezeigt, eine grundsätzlich geeignete Methode sein.

Der zweite Punkt ist eine Aufgabe zukünftiger Forschung. Es muss eine geeignete Methode gefunden werden, um Wärme aus dem System heraus zu transportieren, ohne Schwingungen oder Vibrationen zu verursachen. Um Wärme aus dem PCM heraus zu transportieren ist beispielsweise die Anwendung eines Wärmerohres denkbar (Krenek und Rudtsch 2018). Theoretisch ist es möglich, damit auch den umgekehrten Fall umzusetzen und ein PCM schmelzen zu lassen (Sharifi et al. 2012). Dies kann beispielsweise für eine homogene Wärmeverteilung im PCM von Vorteil sein.

Eine weitere denkbare Option ist es, ein Phasenwechselmaterial mit einem Peltierelement zu kombinieren mithilfe dessen ein Heizen und Kühlen des Wärmespeichermaterials möglich wäre. In bekannten Anwendungen wird dieses in Kombination mit einem Fluid als Wärmetransportmedium kombiniert (Heuberger, Vanicek und Zäch 2001). Möglicherweise ist es jedoch aufgrund der Schwingungssensibilität möglich darauf zu verzichten. Da Peltierelemente hohe Temperaturgradienten innerhalb des Bauteils hervorrufen, müsste die Unterbringung im Experiment außerdem mit großer Sorgfalt, am besten außerhalb des Messraumes geschehen.

7 Zusammenfassung und Ausblick

Die Temperaturabhängigkeit nahezu aller Stoffeigenschaften macht die Temperatur zu einem der wichtigsten Parameter wenn es darum geht, Rauschen in Messdaten zu reduzieren und so die Messunsicherheiten in immer kleinere Größenordnungen zu bringen. Zur Verbesserung der Gegebenheiten ist es daher essentiell, Potentiale zu ermitteln und neue Ansätze für die thermische Stabilisierung herauszufinden, um damit die Temperaturstabilität zu verbessern. Dafür ist es wiederum notwendig, die Gegebenheiten und aktuellen Probleme der Anwender thermischer Systeme zu ermitteln, zu verstehen und dann an diesen Punkten für Neuentwicklungen anzusetzen.

Der Startpunkt dieser Arbeit ist daher eine Bedarfsanalyse für thermische Systeme und Temperaturstabilität in der Metrologie. Für die Bedarfsanalyse wurde eine Umfrage gewählt. Als Zielgruppe wurden hierbei Wissenschaftler in der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) befragt. Die Kernfrage der Umfrage ist, welche Verbesserungsmöglichkeiten die Wissenschaftler in ihren eigenen metrologischen Anwendungen hinsichtlich der Temperatur sehen. Die Umfrage sollte jedoch auch aktuelle Herausforderungen in Versuchen identifizieren. Aufgrund der aus der Umfrage gewonnenen Einblicke sollen im Anschluss neue Ansätze für Temperaturstabilität entwickelt werden.

Hinsichtlich der in den Versuchen verwendeten Umgebungsbedingungen kam in der Umfrage heraus, dass die meisten der Anwendungen in einem Temperaturbereich von 0 °C bis 100 °C ablaufen, genauer genommen um 20 °C herum. Außerdem werden diese bei Raumtemperatur und Normaldruck durchgeführt. Kryo- und Hochtemperaturanwendungen spielen in der PTB nur eine untergeordnete Rolle. Das größte Optimierungspotential wird bei der zeitlichen Stabilität der Temperatur gesehen. Schnelle Schwankungen in der Temperatur sollen reduziert werden. Für einzelne Messungen sollte die Temperatur dabei für mehrere Minuten stabil sein, für die Gesamtmessung wird die Stabilität in der Temperatur für mehrere Stunden benötigt. Diese sollte von aktuell zumeist 0,1 K perspektivisch auf eine Größenordnung von 10 mK, besser noch auf 1 mK verringert werden. Die Temperaturstabilisierung sollte nach Möglichkeit keine Schwingungen in den Versuch bringen. Vorrangig ist eine Stabilität in der Temperatur anzustreben, die absolute Temperatur bei der diese stabil gehalten wird spielt keine große Rolle. Da fast alle Teilnehmer der Umfrage Wärmequellen in ihren Versuchen haben, die nicht entfernt werden können, da diese zur Funktion maßgeblich beitragen, sollte auf diese ein besonderes Augenmerk gelegt werden. Außerdem wurde die räumliche Stabilität der Temperatur als zweitgrößtes Optimierungspotential gesehen. Ein Ansatz ist es daher, Wärmequellen so thermisch zu isolieren, dass diese einen geringeren Einfluss auf den gesamten Versuchsaufbau haben. Die Isolierung der Wärmequellen

hat das Potential, beide Arten der Temperaturstabilität zu verbessern.

Das Ziel der Umfrage, ein aktuelles Bild über die Herausforderungen hinsichtlich thermischer Störungen und dem Optimierungspotential in metrologischen Anwendungen zu erhalten, wurde erfüllt. Außerdem wurden Ansätze für Verbesserungsmöglichkeiten identifiziert.

Aus der Bedarfsanalyse ergab sich als einer der wichtigsten Ansätze, den Einfluss der sich in den Versuchen befindlichen Wärmequellen auf den gesamten Versuchsaufbau zu reduzieren. Hier werden additiv gefertigte Bauteile für die thermische Isolation von Wärmequellen erprobt. Durch den schichtweisen Aufbau additiv gefertigter Bauteile ergeben sich innovative Möglichkeiten für das Design von Bauteilen, die konventionell gar nicht oder nur unter hohem Aufwand zu fertigen wären. Die thermischen Eigenschaften additiv gefertigter Bauteile wurden bisher hauptsächlich unter dem Aspekt der Qualität und Maßhaltigkeit des Fertigungsergebnisses erforscht, selten unter dem Aspekt der thermischen Isolation. Die Eigenschaften additiv gefertigter Materialien sind jedoch nicht unbedingt dieselben wie die des gewählten Materials als Vollmaterial. Aufgrund dessen ist es sinnvoll, ergänzend zu Simulationen, Experimente zur Untersuchung neuer Materialien oder Herangehensweisen durchzuführen. Die Anwendung von Bauteilen aus additiver Fertigung zur Isolation von Wärmequellen wurde daher in dieser Arbeit experimentell untersucht.

Dafür wurde in einer Experimentierkammer absichtlich eine Wärmequelle platziert und der Verlauf der Temperatur in dieser Kammer aufgezeichnet. Anschließend wurden verschiedene Arten additiv gefertigter Isolationsboxen verwendet um die Wärmequelle zu umschließen und somit ihren Einfluss auf die Experimentierkammer zu reduzieren. Dabei wurden doppelwandige Isolationsboxen aus Polyamid und einer Aluminiumlegierung in verschiedenen Konfigurationen, leerer Zwischenraum und Pulver im Zwischenraum, gefertigt und verwendet. Diese Ergebnisse wurden miteinander verglichen.

Wie anhand der Materialeigenschaften erwartet werden konnte, isolieren beide Isolationsboxen mit Polyamid die Wärmequelle, sodass der Wärmeeintrag in die Experimentierkammer geringer ausfällt als ohne Isolation. Die Boxen aus Aluminium verstärkten entsprechend ihrer Materialeigenschaften die Wärmequelle, sodass der Temperaturanstieg in der Experimentierkammer höher ausfiel als ohne Isolationsbox. Neu beobachtet wurde der Vergleich der Wirkung der beiden pulvergefüllten Boxen gegenüber ihrer Pendanten mit leerer Isolationsschicht. Für das Aluminium hatte das zusätzliche Pulver im Zwischenraum keine Auswirkung auf die isolierenden Eigenschaften. Für das Polyamid hingegen konnte die Isolationswirkung durch das Pulver verbessert werden. Fraglich war, worauf genau der Isolationseffekt zurückgeführt werden kann. Durch Vergleichsmessungen mit einem voll gedruckten Isolationswürfel aus Polyamid, in dem nicht dieselbe Isolation erreicht werden konnte wie mit dem Polyamidpulver, besteht die Vermutung, dass die Isolation durch Oberflächeneffekte auf den Pulverpartikeln zustande kommt.

Festhalten lässt sich, dass das Pulver nicht notwendigerweise aus dem Zwischenraum eines additiv gefertigten Bauteils entfernt werden muss. Im Gegenteil kann es hilfreich sein ein Bauteil zur Verbesserung der Isolationswirkung so zu konstruieren, dass es absichtlich Pulver in seinem Zwischenraum enthält. In Zukunft sollte daher die Isolierfähigkeit von Pulver in additiv gefertigten Bauteilen untersucht werden.

tigten Bauteilen auch anhand anderer Materialien im Pulverdruckverfahren untersucht werden.

Die Praktikabilität der additiv gefertigten Isolationsbauteile konnte in einem Anwendungsbeispiel gezeigt werden. Hier galt es, Referenzwiderstände, die als Normal für Messungen verwendet werden, aufgrund von der Temperaturabhängigkeit des Widerstandes von Temperaturschwankungen zu isolieren. Insbesondere schnelle Veränderungen in der Temperatur sind für die Messungen problematisch. Aufgrund der Raumklimaanlage bewegt sich die Temperatur über den Tag um etwa 19,35 °C mit Schwankungen von bis zu 0,4 °C innerhalb von einem Zeitraum von weniger als einer Stunde. Die für diesen Anwendungsfall konstruierte Isolationsbox hält die Temperatur bis auf einen Drift konstant, mit Schwankungen im Bereich von nur noch 0,01 °C. Hiermit wurde ein weiterer Anwendungsfall für diese Art der Isolation gezeigt: ein einzelnes Bauteil, das keinen Temperaturschwankungen ausgesetzt sein sollte und von diesen isoliert werden muss. Insgesamt konnte hier eine gute Isolierfähigkeit, insbesondere in den schnellen Veränderungen der Temperatur, gezeigt werden.

Noch besser als Polyamid isoliert lediglich Styrodur, das für eine Vergleichsmessung verwendet wurde. Der Vorteil, den die additiv gefertigten Boxen durch ihre Art der Fertigung bieten, ist hier nicht gegeben, aber die additiv gefertigten Polyamidboxen können als eine sinnvolle Ergänzung zum klassischen Isolationsmaterial angesehen werden. Denkbar wäre es beispielsweise, komplizierte Geometrien mit einer additiv gefertigten inneren Schicht zu versehen, um die Isolation bestmöglich an ein kompliziert geformtes Objekt anzupassen. Die äußere Schicht der Konstruktion könnte anschließend möglichst einfach gehalten werden, um diese final mit einer Schicht Styrodur zu umhüllen.

Die qualitative, deskriptive, Auswertung der Eigenschaften der Isolationsboxen soll nicht die einzige Art der Charakterisierung der Isolationseigenschaften bleiben. Die Analyse der Veränderung der Temperaturreaktion des Systems ist zwar ein erster Anhaltspunkt für die Qualität einer Isolierung, kann aber beispielsweise schnelle Schwankungen in der Temperatur nicht charakterisieren und vergleichen. Eine quantitative Methode der Auswertung hat weiterhin den Vorteil, dass sie nicht von subjektiven Einflüssen geprägt ist. Sie basiert auf mathematischen Zusammenhängen und ist wiederholbar. Daher wurde die Systemfunktion als eine Methode eingeführt, Isolationseigenschaften mathematisch zu beschreiben und analysieren.

Die Berechnung der Systemfunktion ist aus der Signalverarbeitung bekannt, um Signale die im Zeitbereich vorliegen im Frequenzbereich darstellen und analysieren zu können. Mithilfe des Faltungstheorems wird aus der gemessenen Systemantwort und der bekannten Eingangsfunktion die Systemfunktion berechnet. Die Faltung im Zeitbereich kann hier durch eine Division im Frequenzbereich aufgehoben werden. Im Anschluss an die Berechnung wird jede einzelne Systemfunktion auf diejenige ohne Isolation normiert. Da die Wärme sich im Fall ohne Isolationsbox ungehindert von der Wärmequelle zu den Sensoren hin bewegen kann, zeigt die Systemfunktion direkt die Isolationsfähigkeit in der Amplitude. Durch die Normierung bedeutet eine Amplitude gleich eins, dass sich die Wirkung der Wärmequelle durch die gewählte Isolation nicht verändert hat. Eine Systemfunktion größer als eins kommt zustande, wenn die Isolationsbox die Wärme

besser in die Umgebung transportiert, als es im Fall der Referenzmessung der Fall ist. Und eine Systemfunktion kleiner als eins weist die Isolationsfähigkeit einer Box nach, da dies bedeutet, dass weniger Wärme in die Außenbereiche der Kammer transportiert wurde als zuvor. Die Frequenzdarstellung der Systemfunktion lässt sich mit der Geschwindigkeit in der Änderungen in der Temperatur auftreten übersetzen. Je kleiner die Frequenz ist, in der eine Isolationsbox gut isoliert, umso besser isoliert sie insgesamt über lange Zeitskalen. Und je besser eine Isolationsbox für hohe Frequenzen isoliert, umso besser isoliert sie schnelle Änderungen der Temperatur. Es hat sich gezeigt, dass es mit der Systemfunktion möglich ist, die in der Temperaturdarstellung beobachteten Gegebenheiten im Frequenzraum zu beschreiben. Insbesondere für die Beurteilung der Stabilität der Temperatur ist die Systemfunktion gegenüber anderen Darstellungen der Messdaten vorteilhaft, da der Fokus bei ihr auf den Veränderungen in der Temperatur liegt. Die Systemfunktion ist also eine vielversprechende Methode um thermische Systeme und Isolationen quantitativ zu charakterisieren.

Um die Systemfunktion weiter zu verifizieren und zu charakterisieren wurden die gemessenen Temperaturdaten aus modellierten Daten mithilfe von physikalischen Theorien nachempfunden, um im Anschluss die Systemfunktion nachzubilden. Dies kann dabei helfen zu identifizieren welche Einflüsse in der Systemfunktion welche Rolle spielen.

Das Modell für die Temperaturübertragung wurde als ein Wärmedurchgangsmodell beschrieben. Der Innenraum der Kammer wird als Schichten angenommen, denen Eigenschaften zugewiesen werden. So konnte einer der inneren Schichten durch die geeignete Wahl von spezifischer Wärmekapazität und Dichte isolierende Eigenschaften zugewiesen werden. Treibende Kraft für den Wärmedurchgang ist eine Temperaturdifferenz die durch die Aufprägung der Temperatur des Heizelementes in der innersten Schicht zustande kommt. So setzt sich die Wärmeübertragung von Schicht zu Schicht fort und wird schließlich für eine vorgegebene Dauer simuliert.

Es lassen sich Parallelen zwischen den Verläufen der Systemfunktionen der generierten Daten und der Messdaten feststellen, die aber insbesondere in der beobachteten Frequenz voneinander abweichen. In beiden Fällen konnten die im Temperaturverlauf gemachten Beobachtungen in der Frequenzdarstellung wiedergefunden werden, sodass die Vermutung besteht, dass die Unterschiede in der Frequenz durch die Modellierung der Temperaturdaten bedingt sind. Da die generelle Aussagekraft der Modellierung in Frage gestellt wurde, ist dies noch einmal wahrscheinlicher.

Die Modellierung zeigt, dass die Systemfunktion insbesondere für die Beurteilung der Stabilität der Temperatur vorteilhaft ist, da der Fokus durch die Verlagerung in den Frequenzraum auf den Veränderungen in der Temperatur liegt. Die Systemfunktion ist also eine vielversprechende Methode um thermische Systeme und Isolationen quantitativ zu charakterisieren. Diese Systemfunktion mithilfe einer Simulation darzustellen, ist jedoch nicht mit Hilfe von einfachen Methoden möglich. Das für den Temperaturverlauf benötigte Modell ist nur eingeschränkt dazu geeignet, die Gegebenheiten in den Isolationsboxen und der Experimentierkammer zu beschreiben. Insbesondere komplexere Arten des Wärmedurchgangs, wie den Wärmedurchgang durch pulvergefüllte Zwischenräume sind hier eine Herausforderung. Eine Modellrechnung, die darauf basiert, die Wärmeleitung in einem Festkörper zu berechnen, ist an dieser Stelle nicht ausrei-

chend.

Ein Ansatz für die Zukunft ist es daher, die Systemfunktion anhand weniger Parameter zu beschreiben. Diese könnten dann als ein Charakteristikum der jeweilig gewählten Isolation verglichen werden. Für die Durchführung dieser Modellierung müssen komplexere Annahmen gewählt werden. Eine Möglichkeit wäre beispielsweise, eine FEM-Simulation durchzuführen, bei der auch komplexere Annahmen als Input in ein dreidimensionales Modell gegeben werden können. Eine Herausforderung könnte über diese Herangehensweise werden, die dadurch generierte Systemfunktion wieder auf nur wenige Modellparameter zurückzuführen. Außerdem sollte die Systemfunktion in Zukunft auch auf andere Systeme angewandt werden, um ihre Eignung für andere Arten von thermischen Systemen nicht nur in der Simulation sondern auch anhand von Messdaten zu untermauern.

Selbst wenn es ein Material geben würde, das perfekt isoliert, würde sich die Wärme innerhalb der Isolation sammeln und zu einem Überhitzen der Bauteile im Inneren der Isolierung führen. Die Wärme muss also auf lange Sicht abgeführt werden, damit die Isolierung funktionieren kann. Nach den Ergebnissen der Umfrage sollte dies ohne Schwingungen geschehen. Eine Idee ist es daher, innerhalb der Isolation einen Speicher für Wärme zu erzeugen, der als Puffer agiert. Der klare Vorteil eines Puffersystems liegt darin, dass schnelle Änderungen in der Temperatur nicht direkt in den Versuchsaufbau hineingetragen werden, sondern zunächst im Puffersystem zwischengespeichert werden. So muss die Wärme nicht sofort abgeführt werden, sondern kann kontrolliert herausgeführt werden. Eine Möglichkeit dafür ist es, ein Phasenwechselmaterial (PCM) zu integrieren.

Die hier bereits beschriebenen Isolationsboxen wurden doppelwandig konstruiert und eignen sich dafür, ein Material in den Zwischenraum zu füllen. Das PCM wurde daher für weiterführende Experimente in eine Isolationsbox aus Polyamid und eine Isolationsbox aus Aluminium verfüllt. Insbesondere für schnelle Veränderungen in der Temperatur konnte gezeigt werden, dass das Phasenwechselmaterial eine gute Möglichkeit ist um einen Puffer zu schaffen um Wärme aufzunehmen, ohne dass die Wärme sofort an die Umgebung abgegeben wird. Insbesondere die Verwendung der Polyamid-Isolationsbox ist hierfür durch ihre Verzögerungswirkung des Wärmeeintrags vielversprechend. Trotz seiner Wärmespeichereigenschaften auf kurzen Zeitskalen hat das PCM auf langen Zeitskalen keine Isolationswirkung, sondern trägt im Gegenteil eher zu einer guten Wärmeübertragung bei.

Für die Anwendung als Wärmepufferspeicher bleibt das Problem ungelöst, dass das PCM während einer Versuchsdurchführung oder anderen Anwendung mit Wärmequelle komplett aufschmelzen würde. Dies limitiert den zeitlichen Umfang der Anwendung, die von der Pufferwirkung des PCM profitieren würde. Möglicherweise kann ein Gleichgewicht im PCM hergestellt werden, wenn die gespeicherte Wärme durch eine Temperatursenke auch wieder heraus transportiert werden kann. Denkbar wären hierfür beispielsweise Heatpipes oder ein Thermoelement. Für die Umsetzung einer elektrischen Methode wird jedoch ein Regelkreis benötigt, der den Status des PCM und nicht nur seine momentane Temperatur feststellen kann. Ein erster Schritt für eine solche Regelung ist es mit einem Sensor detektieren zu können, in welchem Zustand sich

das PCM befindet. Es wurden daher mehrere Möglichkeiten für einen Sensor erprobt, um den Zustand des PCM zu detektieren. Die kapazitive Messung des Zustandes des PCM scheint zu funktionieren und eine geeignete Methode zu sein, um Rückschlüsse auf den Zustand zu führen. In der praktischen Anwendung muss sich zeigen, ob die kleinen Unterschiede in der relativen Permittivität, beziehungsweise der gemessenen Kapazität, ausreichend groß sind um in der Zukunft eine automatisierte Regelung aufzubauen. Der elektrische Widerstand hingegen ist nicht dafür geeignet den Zustand des PCM festzustellen. Der für die Anwendung des PCM als Wärmepufferspeicher zweite zu lösende Punkt ist, dass die im Messaufbau entstandene Wärme ohne Schwingungen oder Vibrationen zu verursachen aus dem Versuchsaufbau heraus transportiert werden muss. Eine Herangehensweise hierfür zu entwickeln ist eine zukünftig zu lösende Aufgabe.

Zusammengefasst wurden in dieser Arbeit Isolierungen aus additiver Fertigung und verschiedene Isolationsmaterialien untersucht und verglichen und eine neue Herangehensweise an die Darstellung der Isolationsfähigkeit eines Systems vorgestellt. Gemeinsam mit der Bedarfsanalyse, die die Grundlage dessen darstellt ergibt sich ein Gesamtbild über die passiven Varianten thermischer Isolierung, ihre Charakterisierung und mathematische Beschreibung sowie einige spannende Ansätze diese passive Isolierung zu verbessern.

Thermische Stabilität wird eine fortwährende Herausforderung der Metrologie bleiben, während die Grenzen des Messbaren immer weiter ausgereizt werden.

Literatur

- Augustin, Silke und Thomas Fröhlich (2019). “Temperature dependence of the dynamic parameters of contact thermometers”. In: *Sensors (Switzerland)* 19.10, S. 9. ISSN: 14248220. DOI: 10.3390/s19102299.
- Baehr, Hans Dieter und Stephan Kabelac (2016). *Thermodynamik. Grundlagen und technische Anwendungen*. Springer Berlin Heidelberg. ISBN: 9783662495681. DOI: 10.1007/978-3-662-49568-1.
- Becker, Roland (Apr. 2006). “Optimierung thermischer Systeme in dezentralen Energieversorgungsanlagen”. Diss. Universität Dortmund.
- Bejan, A, G Tsatsaronis und M Moran (1996). “Introduction to thermal system design”. In: *Thermal Design and Optimization*. New York: John Wiley & Sons Inc., S. 1–37. ISBN: 978-0-471-58467-4.
- Bernhard, Frank (2014). *Handbuch der Technischen Temperaturmessung*. Hrsg. von Frank Bernhard. VDI-Buch. Springer Vieweg. ISBN: 978-3-642-24505-3. DOI: 10.1007/978-3-642-24506-0.
- Bourell, David et al. (2017). “Materials for additive manufacturing”. In: *CIRP Annals - Manufacturing Technology* 66.2, S. 659–681. ISSN: 17260604. DOI: 10.1016/j.cirp.2017.05.009.
- Brecher, Christian et al. (2019). “Hybrid modeling of thermo-elastic behavior of a three-axis machining center using integral deformation sensors”. In: *Procedia CIRP*. Bd. 81. Elsevier Ltd, S. 1301–1306. DOI: 10.1016/j.procir.2019.04.017.
- Bryan, J. (1990). “International Status of Thermal Error Research (1990)”. In: *CIRP Annals - Manufacturing Technology* 39.2, S. 645–656. ISSN: 17260604. DOI: 10.1016/S0007-8506(07)63001-7.
- Bryan, J. und McClure, E. (1967). *Survey of thermal effects in manufacturing*. Techn. Ber. California Univ., Livermore. Lawrence Radiation Lab.
- Cabeza, L.F. et al. (2011). “Materials used as PCM in thermal energy storage in buildings: A review”. In: *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 15.3, S. 1675–1695. ISSN: 1364-0321. DOI: 10.1016/j.rser.2010.11.018.
- Chandel, S. S. und Tanya Agarwal (2017). “Review of current state of research on energy storage, toxicity, health hazards and commercialization of phase changing materials”. In: *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 67, S. 581–596. ISSN: 18790690. DOI: 10.1016/j.rser.2016.09.070.
- Childs, P. R.N., J. R. Greenwood und C. A. Long (2000). “Review of temperature measurement”. In: *Review of Scientific Instruments* 71.8, S. 2959–2978. ISSN: 00346748. DOI: 10.1063/1.1305516.

- Conrad, Klaus-Jörg (2018). *Grundlagen der Konstruktionslehre: Maschinenbau-Anwendungen und Orientierung auf Menschen*. Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG. ISBN: 9783446453227. DOI: 10.3139/9783446453227.
- Consultative Committee for Thermometry (2019). “Mise en pratique for the definition of the kelvin in the SI”. In: *SI Brochure*.
- Coromina, Lluís und Saris, Willem E. (2009). “Quality of Media Use Measurement”. In: *International Journal of Public Opinion Research* 21.4, S. 424–450. ISSN: 0954-2892. DOI: 10.1093/ijpor/edp014.
- DIN EN ISO 1:2022-10 (2022). *Geometrische Produktspezifikation (GPS) - Standardreferenztemperatur für die Spezifikation der geometrischen und maßlichen Eigenschaften (ISO 1:2022)*. Techn. Ber. Berlin: Deutsches Institut für Normung.
- Fedina, Tatiana et al. (2022). “Influence of AlSi10Mg powder aging on the material degradation and its processing in laser powder bed fusion”. In: *Powder Technology* 412.October, S. 118024. ISSN: 1873328X. DOI: 10.1016/j.powtec.2022.118024.
- Fellmuth, Bernd und Christof Gaiser (Jan. 2020). “Die Messgröße Temperatur im verbesserten Internationalen Einheitensystem”. In: *tm - Technisches Messen* 87.4, S. 266–279. ISSN: 0171-8096. DOI: 10.1515/teme-2019-0147.
- Fischer, Joachim (2010). “Temperature measurement”. In: *Handbook of metrology*. Hrsg. von Michael Gläser und Manfred Kochsiek. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, S. 349–381. ISBN: 978-3-527-40666-1.
- Fischer, Joachim (2019). “The Boltzmann Constant for the Definition and Realization of the Kelvin”. In: *Annalen der Physik* 531.5, S. 1–12. ISSN: 15213889. DOI: 10.1002/andp.201800304.
- Fröhlich, T. und G. Jäger (2000). “Dynamische Temperaturkompensation von Präzisionsmessgeräten (Dynamical Temperature Compensation of Precision Instruments)”. In: *tm - Technisches Messen* 67.4/2000, S. 166–170. ISSN: 0171-8096. DOI: 10.1524/teme.2000.67.4.166.
- Ghadbeigi, Leila et al. (2018). “Cold temperature performance of phase change material based battery thermal management systems”. In: *Energy Reports* 4, S. 303–307. ISSN: 23524847. DOI: 10.1016/j.egyr.2018.04.001.
- Gibson, Ian, David Rosen und Brent Stucker (2015). *Additive Manufacturing Technologies*. New York, NY: Springer New York. ISBN: 978-1-4939-2112-6. DOI: 10.1007/978-1-4939-2113-3.
- Gong, Xibing et al. (Nov. 2013). “Powder-bed electron-beam-melting additive manufacturing: Powder characterization, process simulation and metrology”. In: Bd. 12.
- Gorji, Nima E. et al. (2020). “A new method for assessing the recyclability of powders within Powder Bed Fusion process”. In: *Materials Characterization* 161.January, S. 110167. ISSN: 10445803. DOI: 10.1016/j.matchar.2020.110167.
- Hassan, Ali et al. (2020). “Thermal management and uniform temperature regulation of photovoltaic modules using hybrid phase change materials-nanofluids system”. In: *Renewable Energy* 145.June, S. 282–293. ISSN: 18790682. DOI: 10.1016/j.renene.2019.05.130.
- Hering, Ekbert et al. (2021). *Thermodynamik*. Springer Berlin Heidelberg, S. 153–235. ISBN: 9783662631775. DOI: 10.1007/978-3-662-63177-5_3.

- Heuberger, M., J. Vanicek und M. Zäch (2001). “The extended surface forces apparatus. II. Precision temperature control”. In: *Review of Scientific Instruments* 72.9, S. 3556–3560. ISSN: 00346748. DOI: 10.1063/1.1392340.
- Hossain, Md Jarir et al. (Mai 2024). “Additive Manufacturing of Sensors: A Comprehensive Review”. In: *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology* 12.1, S. 277–300. ISSN: 2198-0810. DOI: <https://doi.org/10.1007/s40684-024-00629-5>.
- Khairulmaini, M. et al. (2020). “Improvement of insulation material for cool box application”. In: *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. Bd. 834. 1. DOI: 10.1088/1757-899X/834/1/012019.
- Khokhulin, V. S. (1981). “Thermal models in thermal design”. In: *Journal of Engineering Physics* 39.2, S. 845–847. ISSN: 1573871X. DOI: 10.1007/BF00823236.
- Köhler, H., C. Thomy und F. Vollertsen (2016). “Contact-less temperature measurement and control with applications to laser cladding”. In: *Welding in the World* 60.1, S. 1–9. ISSN: 00432288. DOI: 10.1007/s40194-015-0275-7.
- Kötter, Tobias (2017). “Hochleistungsdichte Phasenwechsel-Komposit-Materialien für das thermische Management elektrotechnischer Systeme”. Dissertation. Erlangen: Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg, S. 272. ISBN: 9783961470525.
- Krasniqi, Mergim, Frank Löffler und Rainer Tutsch (2024). “Influence of Scanning Strategies on Dimensional Accuracy in Laser Powder Bed Fusion (unveröffentlicht)”. In: *Measurement: Sensors*. ISSN: 2665-9174.
- Krenek, Stephan und Steffen Rudtsch (2018). “Temperatur-Komparator auf Basis eines druckgeregelten Wärmerohres”. In: *Technisches Messen* 85.1, S. 49–55. ISSN: 21967113. DOI: 10.1515/teme-2017-0072.
- Krüger, Dirk, Alexander Kauertz und Annette Upmeier zu Belzen (2018). “Modelle und das Modellieren in den Naturwissenschaften”. In: *Theorien in der naturwissenschaftsdidaktischen Forschung*. Hrsg. von Dirk Krüger, Ilka Parchmann und Horst Schecker. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, S. 141–157. ISBN: 978-3-662-56320-5. DOI: 10.1007/978-3-662-56320-5_9.
- Lachmayer, Roland, Tobias Ehlers und Rene Lippert (2022). *Entwicklungsmethodik für die Additive Fertigung*. ISBN: 978-3-662-65923-6. DOI: 10.1007/978-3-662-65924-3.
- Leary, M. et al. (2016). “Selective laser melting (SLM) of AlSi12Mg lattice structures”. In: *Materials & Design* 98. DOI: 10.1016/j.matdes.2016.02.127.
- Li, Gang, Olav Werhahn und Volker Ebert (2020). “Ro-vibrational spectroscopy-based temperature measurements - Metrology concepts and outlines”. In: S. 4.
- Liang, Yingchun et al. (2015). “Thermal optimization of an ultra-precision machine tool by the thermal displacement decomposition and counteraction method”. In: *International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 76.1-4, S. 635–645. ISSN: 14333015. DOI: 10.1007/s00170-014-6304-7.

- Lopes, Amit, Eric Macdonald und Ryan Wicker (2012). "Integrating Stereolithography and Direct Print Technologies for 3D Structural Electronics Fabrication". In: *Rapid Prototyping Journal* 18, S. 129–143. DOI: 10.1108/13552541211212113.
- Lüdecke, Christa und Dorothea Lüdecke (2020). *Thermodynamik*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg. ISBN: 978-3-662-58799-7. DOI: 10.1007/978-3-662-58800-0.
- Luo, Jie et al. (2022). "Battery thermal management systems (BTMs) based on phase change material (PCM): A comprehensive review". In: *Chemical Engineering Journal* 430, S. 132741. ISSN: 13858947. DOI: 10.1016/j.cej.2021.132741.
- Matissek, Reinhard (2023). "Trinkwasser". In: *Lebensmittelchemie*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, S. 923–934. ISBN: 978-3-662-66925-9. DOI: 10.1007/978-3-662-66925-9_33.
- Maxa, Jacob (2019). "Organische Latentwärmespeicher als thermische Puffer in der Elektronik". In: S. 142.
- Mayr, Josef et al. (2012). "Thermal issues in machine tools". In: *CIRP Annals - Manufacturing Technology* 61.2, S. 20. ISSN: 00078506. DOI: 10.1016/j.cirp.2012.05.008.
- Mehling, Harald und Luisa F. Cabeza (Apr. 2008). *Heat and cold storage with PCM*. Hrsg. von Luisa F. Mehling Harald; Cabeza. Bd. 1. Heat and Mass Transfer. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg. ISBN: 978-3-540-68556-2. DOI: 10.1007/978-3-540-68557-9.
- Merlone, A. et al. (2020). "Gas-controlled heat pipes in metrology: More than 30 years of technical and scientific progresses". In: *Measurement: Journal of the International Measurement Confederation* 164, S. 19. ISSN: 02632241. DOI: 10.1016/j.measurement.2020.108103.
- Meyer, Martin (2021). *Signalverarbeitung: Analoge und digitale Signale, Systeme und Filter*. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden. ISBN: 978-3-658-32801-6. DOI: 10.1007/978-3-658-32801-6_1.
- Miao, Guanxiong et al. (2022). "A literature review on powder spreading in additive manufacturing". In: *Additive Manufacturing* 58.May, S. 103029. ISSN: 22148604. DOI: 10.1016/j.addma.2022.103029.
- Möhring, Wiebke und Daniela Schlütz (Dez. 2019). *Die Befragung in der Medien- und Kommunikationswissenschaft*. Bd. 49. Studienbücher zur Kommunikations- und Medienwissenschaft 4. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, S. 1–40. ISBN: 978-3-658-25864-1. DOI: 10.1007/978-3-658-25865-8.
- Nabavi, Majid (2010). "Invited review article: Unsteady and pulsating pressure and temperature: a review of experimental techniques." In: *The Review of scientific instruments* 81.3, S. 031101. ISSN: 10897623. DOI: 10.1063/1.3327886.
- Nau, Matthias (2007). *Elektrische Temperaturmessung mit Thermoelementen und Widerstandsthermometern (FAS 146)*.
- Nguyen, Quy Bau et al. (2017). "Characteristics of Inconel Powders for Powder-Bed Additive Manufacturing". In: *Engineering* 3.5, S. 695–700. ISSN: 20958099. DOI: 10.1016/J.ENG.2017.05.012.

- Ostrý, Milan, Sylva Bantová und Karel Struhala (2020). “Compatibility of Phase Change Materials and Metals: Experimental Evaluation Based on the Corrosion Rate”. In: *Molecules* 25.12. ISSN: 14203049. DOI: 10.3390/molecules25122823.
- Othmen, Marwa et al. (2021). “Monitor and control test room for investigating thermal performance of panels incorporating phase-change material”. In: *Journal of Sensors and Sensor Systems* 10.2, S. 281–288. ISSN: 2194878X. DOI: 10.5194/jsss-10-281-2021.
- Patil, Jayesh R. et al. (2023). “A review of the thermal storage of phase change material, morphology, synthesis methods, characterization, and applications of microencapsulated phase change material”. In: *Journal of Polymer Engineering* 43.4, S. 354–375. DOI: doi:10.1515/polyeng-2022-0254.
- Pearce, J. V. et al. (2017). “EMPRESS: A European Project to Enhance Process Control Through Improved Temperature Measurement”. In: *International Journal of Thermophysics* 38.8, S. 13. ISSN: 0195928X. DOI: 10.1007/s10765-017-2253-3.
- Peytchev, Andy (2009). “Survey breakoff”. In: *Public Opinion Quarterly* 73.1, S. 74–97. ISSN: 0033362X. DOI: 10.1093/poq/nfp014.
- pico Technology (2023). *PT-104 PRT temperature data logger User’s Guide*. Letzter Zugriff: 03.01.2025. Pico Technology Ltd. URL: <https://www.picotech.com/download/manuals/pt-104-prt-data-logger-users-guide.pdf>.
- Powell, Daniel et al. (2020). “Understanding powder degradation in metal additive manufacturing to allow the upcycling of recycled powders”. In: *Journal of Cleaner Production* 268, S. 122077. ISSN: 09596526. DOI: 10.1016/j.jclepro.2020.122077.
- Preston-Thomas, H (Jan. 1990). “The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)”. In: *Metrologia* 27.1, S. 3–10. ISSN: 1681-7575. DOI: 10.1088/0026-1394/27/1/002.
- Prüß, Hauke und Thomas Vietor (2015). “Design for Fiber-Reinforced Additive Manufacturing”. In: *Journal of Mechanical Design*. DOI: 10.1115/1.4030993.
- Puttonen, Tuomas, Mika Salmi und Jouni Partanen (2021). “Mechanical properties and fracture characterization of additive manufacturing polyamide 12 after accelerated weathering”. In: *Polymer Testing* 104.October, S. 107376. ISSN: 01429418. DOI: 10.1016/j.polymertesting.2021.107376.
- Puupponen, Salla et al. (2015). “Preparation of paraffin and fatty acid phase changing nanoemulsions for heat transfer”. In: *Thermochimica Acta* 601, S. 33–38. ISSN: 00406031. DOI: 10.1016/j.tca.2014.12.020.
- Raza, Ahmad et al. (2021). “Degradation of AlSi10Mg powder during laser based powder bed fusion processing”. In: *Materials and Design* 198. ISSN: 18734197. DOI: 10.1016/j.matdes.2020.109358.
- Roth, Karlheinz (2001). *Konstruieren mit Konstruktionskatalogen. Band 2: Kataloge*. Springer Berlin Heidelberg. ISBN: 9783642174674. DOI: 10.1007/978-3-642-17467-4.
- Rubitherm Technologies GmbH (Okt. 2020). *Technisches Datenblatt RT21HC*. Letzter Zugriff: 03.01.2025. Rubitherm Technologies GmbH. URL: https://www.rubitherm.eu/media/products/datasheets/Techdata_RT21HC_DE_09102020.PDF.

- Ruijl, Theo (Okt. 2011). “Thermal effects in precision systems: Design considerations, modelling, compensation and validation techniques”. In: *Diamond Light Source Proceedings* 1. DOI: 10.1017/S2044820111000141.
- Ryan, Garrett, Abhay Pandit und Dimitrios Panagiotis Apatsidis (2006). “Fabrication methods of porous metals for use in orthopaedic applications”. In: *Biomaterials* 27.13, S. 2651–2670. ISSN: 01429612. DOI: 10.1016/j.biomaterials.2005.12.002.
- Sanders, Benjamin et al. (2022). “The Effect of Physical Aging and Degradation on the Re-Use of Polyamide 12 in Powder Bed Fusion”. In: *Polymers* 14.13. ISSN: 20734360. DOI: 10.3390/polym14132682.
- Schalles, M. et al. (2015). “Thermal decoupling of heat sources by means of PCM-shielding”. In: *SENSOR 2015 and IRS2 2015*. AMA Conferences 2015, S. 500–504. DOI: 10.5162/sensor2015/c8.5.
- Sharifi, Nourouddin et al. (2012). “Heat pipe-assisted melting of a phase change material”. In: *International Journal of Heat and Mass Transfer* 55.13-14, S. 3458–3469. ISSN: 00179310. DOI: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2012.03.023.
- Shirvani-Mahdavi, Hamidreza und Yaghoubi Narges (2016). “Frequency stabilization of ambience-isolated internal-mirror He–Ne lasers by thermoelectric-cooling thermal compensation”. In: *Journal of Theoretical and Applied Physics* 10.4, S. 315–321. ISSN: 22517235. DOI: 10.1007/s40094-016-0231-y.
- Slotwinski, John A. und Edward J. Garboczi (2015). “Metrology Needs for Metal Additive Manufacturing Powders”. In: *Jom* 67.3, S. 538–543. ISSN: 15431851. DOI: 10.1007/s11837-014-1290-7.
- Slotwinski, John A., Edward J. Garboczi und Keith M. Hebenstreit (2014). “Porosity Measurements and Analysis for Metal Additive Manufacturing Process Control”. In: *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology* 119, S. 494. ISSN: 2165-7254. DOI: 10.6028/jres.119.019.
- Sterner, Michael und Ingo Stadler, Hrsg. (2017). *Energiespeicher - Bedarf, Technologien, Integration*. 2. Aufl. Bd. 14. 5. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, S. 1–23. ISBN: 978-3-662-48892-8. DOI: 10.1007/978-3-662-48893-5.
- Sun, Lijian et al. (2017). “Thermal error reduction based on thermodynamics structure optimization method for an ultra-precision machine tool”. In: *International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 88.5-8, S. 9. ISSN: 14333015. DOI: 10.1007/s00170-016-8868-x.
- Tan, Lisa Jiaying, Wei Zhu und Kun Zhou (2020). “Recent Progress on Polymer Materials for Additive Manufacturing”. In: *Advanced Functional Materials* 30.43, S. 1–54. ISSN: 16163028. DOI: 10.1002/adfm.202003062.
- Tapping, Jeffrey (1998). “Temperature and humidity measurement”. In: *Handbook of temperature measurement*. Hrsg. von Robin E. Bentley. Bd. 1. Singapore: Springer. Kap. 10 - Tempe, S. 203–214. ISBN: 981-4021-09-1.
- Thummerer, G. et al. (2020). “Photothermal image reconstruction in opaque media with virtual wave backpropagation”. In: *NDT and E International* 112.October 2019, S. 102239. ISSN: 09638695. DOI: 10.1016/j.ndteint.2020.102239.

- Udangawa, W. M. Ranodhi N. et al. (2019). “Coconut oil-cellulose beaded microfibers by coaxial electrospinning: An eco-model system to study thermoregulation of confined phase change materials”. In: *Cellulose* 26.3, S. 1855–1868. ISSN: 1572882X. DOI: 10.1007/s10570-018-2151-2.
- Vaezi, Mohammad et al. (2013). “Multiple Material Additive Manufacturing – Part 1: A Review”. In: *Virtual and Physical Prototyping* 8. DOI: 10.1080/17452759.2013.778175.
- Valizadeh, S., M. Ehsani und M. Torabí Angaji (2020). “Preparation, characterization and thermal properties of PCM nanocapsules with polystyrene/nano garaphen oxide shell for energy storage”. In: *Heat and Mass Transfer/Wärme- und Stoffübertragung* 56.2, S. 575–586. ISSN: 14321181. DOI: 10.1007/s00231-019-02723-w.
- VDI/VDE 2627 Blatt 1 (2015). *Messräume - Klassifizierung und Kenngrößen - Planung und Ausführung*. Techn. Ber. Düsseldorf: Verein deutscher Ingenieure.
- Vock, Silvia et al. (2019). “Powders for powder bed fusion: a review”. In: *Progress in Additive Manufacturing* 4. DOI: 10.1007/s40964-019-00078-6.
- Von Maurer, Marcus und Olaf Jandura (2009). “Masse statt Klasse? Einige kritische Anmerkungen zu Repräsentativität und Validität von Online-Befragungen”. In: *Sozialforschung im Internet*. Wiesbaden: VS Verlag für Sozialwissenschaften, S. 61–73.
- Wagner-Schelewsky, Pia und Linda Hering (2022). *Handbuch Methoden der empirischen Sozialforschung*. Springer Fachmedien Wiesbaden, S. 1051–1065. ISBN: 9783658379858. DOI: 10.1007/978-3-658-37985-8.
- Weingärtner, Hermann (2003). *Chemische Thermodynamik. Einführung für Chemiker und Chemieingenieure*. Vieweg+Teubner Verlag. ISBN: 9783322912213. DOI: 10.1007/978-3-322-91221-3.
- Weis, Hanna Sophie und Silke Augustin (2008). “Simulation of thermal behavior in high-precision measurement instruments”. In: *International Journal of Thermophysics* 29.3, S. 1184–1192. ISSN: 0195928X. DOI: 10.1007/s10765-007-0365-x.
- Wernery, Jannis et al. (2021). “Superinsulation materials for energy-efficient train envelopes”. In: *Applied Sciences (Switzerland)* 11.7, S. 1–19. ISSN: 20763417. DOI: 10.3390/app11072939.
- Wudy, Katrin und Dietmar Drummer (2019). “Aging effects of polyamide 12 in selective laser sintering: Molecular weight distribution and thermal properties”. In: *Additive Manufacturing* 25. September 2018, S. 1–9. ISSN: 22148604. DOI: 10.1016/j.addma.2018.11.007.
- Xu, Xiang et al. (2019). “Double-negative-index ceramic aerogels for thermal superinsulation”. In: *Science* 363.6428, S. 723–727. ISSN: 10959203. DOI: 10.1126/science.aav7304.
- Xu, Zhiming et al. (2018). “High-precision, temperature control based on grading-structure and PID-feedback strategies”. In: *Transactions of the Japan Society for Aeronautical and Space Sciences* 61.2, S. 51–59. ISSN: 05493811. DOI: 10.2322/tjsass.61.51.
- Zhang, Chengxin, Feng Gao und Li Yan (2017). “Thermal error characteristic analysis and modeling for machine tools due to time-varying environmental temperature”. In: *Precision Engineering* 47, S. 231–238. ISSN: 01416359. DOI: 10.1016/j.precisioneng.2016.08.008.



Die Physikalisch-Technische Bundesanstalt, das nationale Metrologieinstitut, ist eine wissenschaftlich-technische Bundesoberbehörde im Geschäftsbereich des Bundesministeriums für Wirtschaft und Energie.



Physikalisch-Technische Bundesanstalt
Nationales Metrologieinstitut
ISNI: 0000 0001 2186 1887

Bundesallee 100
38116 Braunschweig

Presse- und Öffentlichkeitsarbeit

Telefon: (0531) 592-93 21
Fax: (0531) 592-30 08
E-Mail: presse@ptb.de
www.ptb.de