

Entwicklung eines Temperatur-Blockkalibrators mit Temperaturabsolutwertbezug

Dissertation
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktoringenieur
(Dr.-Ing.)

vorgelegt der
Fakultät für Maschinenbau der
Technischen Universität Ilmenau

von Herrn
Ingeniero Mecanico Juan Sebastian Marin Toro
geboren am 12.09.1987 in El Carmen de Viboral, Kolumbien

Gutachter: Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Thomas Fröhlich, TU Ilmenau
Prof. Dr.-Ing. Olfa Kanoun, TU Chemnitz
Dr. rer. nat. Steffen Rudtsch, Physikalisch-Technische Bundesanstalt

vorgelegt am: 19.05.2020
verteidigt am: 18.06.2021

DOI: 10.22032/dbt.49288
URN: urn:nbn:de:gbv:ilm1-2021000160

Para lo único que siento como verdaderamente mio,
mi familia,
principalmente para él que me la dio
y cinco miembros muy especiales:
papá, mamá, hermano, esposa, hijo.

Vorwort und Dank

Bereits als kleiner Junge habe ich von meiner Mutter gelernt, dass Dankbarkeit zum guten Benehmen eines Menschen gehört. Nicht nur deshalb möchte ich mich gerne an dieser Stelle bei allen bedanken, die mich während meiner Zeit am Institut für Prozessmess- und Sensortechnik der TU Ilmenau persönlich oder fachlich begleitet haben, an dem die vorliegende Arbeit entstanden ist.

In erster Linie gilt mein Dank denen, die mir ihr Vertrauen für das Anfertigen dieser Dissertation entgegengebracht haben. Hierzu zählen mein Doktorvater, Herr Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Thomas Fröhlich, als Leiter des Institutes sowie Frau Dipl.-Ing. Silke Augustin. Sie war die Erste, die mich für die Temperaturmesstechnik und insbesondere für thermische Simulationen begeistern konnte. Bedanken möchte ich mich zudem bei Herrn Prof. Dr.-Ing. René Theska, der mich mit ihnen in Verbindung brachte und sich im Anschluss oftmals um meine persönlichen Belange kümmerte.

Auch den Kollegen der Forschungsgruppe Temperatur gilt mein herzlichster Dank: So möchte ich Herrn Dipl.-Ing. Helge Mammen für seine Ratschläge auf Basis langjähriger praktischer Erfahrungen danken. In gleicher Weise danke ich Herrn Dr.-Ing. Michael Pufke vor allem für seine emotionale Unterstützung, welcher zur gleichen Zeit mit dem Anfertigen seiner Dissertation am Institut beschäftigt war. Herrn Dr.-Ing. Marc Schalles bin ich für die fachlichen Beratungsrunden sowie sein jederzeit offenes Ohr dankbar. Herrn Enrico Mengs gilt mein Dank für die Kalibrierung der Thermometer, die im Rahmen meiner Experimente genutzt wurden. Darüber hinaus möchte ich Herrn Dr.-Ing. Michael Hohmann, meinem Projektkollegen, für das angenehme Arbeitsklima, die diversen fachlichen Diskussionen sowie seine persönliche Unterstützung danken.

Bedanken möchte ich mich auch bei demjenigen, der mir das erste Dach nach meiner Ankunft in Deutschland für eine „kleine Weile“ (drei Jahre) zu Verfügung gestellt hat und mich als seinen „kleinen Bruder“ bezeichnet, Herr Dipl.-Ing. Gunter Krapf. Auch Frau Dipl.-Ing. Susanne Ecke, Herrn M.Sc. Markus Pabst und Herrn Mathias Röser sei an dieser Stelle gleichfalls für die zahlreichen Gespräche ganz herzlich gedankt, die weit über fachliche Fragestellungen hinaus gingen. Für das Organisatorische, für ihre Hilfsbereitschaft und weil sie jederzeit für alles die richtige Ansprechpartnerin ist, bedanke ich mich von ganzem Herzen bei unserer Sekretärin Frau Cordula Höring.

Als Nichtmuttersprachler ist ein Korrekturlesen umso wichtiger. Für diese Leistung bedanke ich mich erneut bei Dr.-Ing. Michael Pufke und insbesondere bei Dr.-Ing. Marc Schalles. Hierfür bedanke ich mich ebenfalls bei Dipl.-Ing. Harald Lehmann, unter dessen Anleitung ich erste praktische Erfahrungen auf dem Gebiet der Temperaturmessung sammeln durfte. Die daraus entstandene Freundschaft hat es mir ermöglicht, mich in Deutschland heimisch zu fühlen. Diese Auflistung ließe sich endlos fortführen. Deshalb möchte ich mich an dieser Stelle gerne bei all denen bedanken, die bisher noch nicht namentlich genannt wurden, aber dennoch direkt oder indirekt zur erfolgreichen Anfertigung dieser Arbeit beigetragen haben.

Nicht zuletzt danke ich aus tiefstem Herzen dem wichtigsten Menschen in meinem Leben für ihre bedingungslose Unterstützung und bei dem jüngsten Mitglied meiner Familie, weil er meine größte Motivation wurde und ist.

Kurzfassung

Temperatur-Blockkalibratoren werden sehr häufig in der Industrie und in Kalibrierlaboratorien bei Vergleichskalibrierungen von Berührungsthermometern als Temperiereinrichtungen eingesetzt. Hierbei erfolgt die Temperierung der Thermometer in einem metallischen Ausgleichsblock, dessen Temperatur mit einem internen Referenzthermometer bestimmt wird. Für die Erzielung kleiner Messunsicherheiten stellen dabei die Ausbildung eines homogenen Temperaturfeldes im Ausgleichsblock sowie die Ermittlung dieser Temperatur mit rückführbar kalibrierten Referenzthermometern die größten Herausforderungen dar.

In dieser Dissertation wird ein neues Konzept eines Temperatur-Blockkalibrators im Temperaturbereich von 80 °C bis 430 °C vorgestellt. Abweichend zum Stand der Technik besitzt der neue Blockkalibrator eine Mehrzonenheizung und Wärmestromsensoren im Ausgleichsblock. Beides sorgt für die Verbesserung der Temperaturhomogenität. Außerdem ist eine kompakte Mehrfachfixpunktzelle für die rückführbare in situ Kalibrierung des internen Referenzthermometers enthalten.

Das Konzept des Temperatur-Blockkalibrators sowie seine konstruktive Realisierung werden mittels probabilistischer Berechnungen numerischer FEM-Simulationen untersucht und mit Zielrichtung bester Temperaturhomogenität im Ausgleichsblock optimiert. Auf dieses Modell gestützt werden die Heizleistungen für die Mehrzonenheizung abgeschätzt und ein Abkühlungskonzept erarbeitet. Zudem wird aus dem FEM-Modell ein Systemmodell in Zustandsraumdarstellung des Temperatur-Blockkalibrators hergeleitet. Dieses kann z.B. für eine Reglerauslegung verwendet werden.

Die internationale Temperaturskala von 1990 nutzt Phasenumwandlungstemperaturen hochreiner Stoffe für ihre Definition. Diese Temperaturen ϑ_{FP} sind idealerweise konstant, sehr gut reproduzierbar und international anerkannt. Die kompakte Mehrfachfixpunktzelle enthält die Fixpunktmaterialien Indium ($\vartheta_{\text{FP}} = 156,5985 \text{ °C}$), Zinn ($\vartheta_{\text{FP}} = 231,928 \text{ °C}$) und Zink ($\vartheta_{\text{FP}} = 419,527 \text{ °C}$). Anhand dieser Fixpunkttemperaturen kann das interne Referenzthermometer des Temperatur-Blockkalibrators in situ rückführbar zur internationalen Temperaturskala kalibriert werden. Der Entwicklungsprozess der kompakten Mehrfachfixpunktzelle wird in dieser Arbeit ausführlich beschrieben. Ihre Geometrie wird nach thermischen und mechanischen Kriterien entworfen und auf Grundlage von probabilistischen Berechnungen mit FEM-Modellen optimiert. Ausgehend von einer Langzeitmessung wurden Unsicherheiten für die drei Fixpunkttemperaturen von kleiner als 60 mK ($k = 2$) bestimmt.

Zuletzt werden probabilistische Berechnungen eines sehr detaillierten FEM-Modells der kompakten Mehrfachfixpunktzelle mit abschließender Auswertung der simulierten Fixpunkttemperatur und ihrer Unsicherheit benutzt, um eine Einschätzung der Prognosefähigkeit des FEM-Modells zu machen. Dafür wird eine Erweiterung der Area-Metrik Methode zum Vergleich der Verteilungsfunktionen der Mess- und Simulationsergebnisse eingesetzt.

Abstract

Temperature block calibrators are frequently used in industry and calibration laboratories for comparison calibrations of contact thermometers. Therefore thermometers are tempered in a metal normalization block, whose temperature is determined using an internal reference thermometer. To achieve low calibration uncertainties the biggest challenges in this situation are a homogeneous temperature field in the normalization block and the determination of this temperature by means of traceable calibrated reference thermometers.

This thesis presents a novel concept of a temperature block calibrator in the range of 80 °C to 430 °C. Alternatively to the state-of-the-art the new block calibrator contains a multi-zone heating and heat flow sensors in the normalization block. Both improve its temperature homogeneity. Furthermore a compact multiple fixed-point cell for the traceable in situ calibration of the internal reference thermometer is integrated.

The concept of the temperature block calibrator and its constructive implementation are investigated using probabilistic calculations of numerical FEM simulations and optimized to achieve best temperature homogeneity in the normalization block. Based on this model the power values for the multi-zone heating are estimated and also a cooling concept is processed. A system model in state-space formulation of the temperature block calibrator is also deduced from the FEM model. This can be used e.g. for control system design.

The international temperature scale from 1990 uses the phase change transition temperatures of high purity substances for its definition. These temperatures ϑ_{FP} are ideally constant, very reproducible and internationally accepted. The compact multiple fixed-point cell contains the fixed-point materials indium ($\vartheta_{FP} = 156,5985\text{ °C}$), tin ($\vartheta_{FP} = 231,928\text{ °C}$) and zinc ($\vartheta_{FP} = 419,527\text{ °C}$). Based on their fixed-point temperature values, the internal reference thermometer of the temperature block calibrator can be calibrated in situ traceable to the international temperature scale. This work describes the development process of the compact multiple fixed-point cell. Their geometry is designed according to thermal and mechanical criteria and optimized by probabilistic calculations of FEM models. The uncertainties of the three fixed-point temperatures were determined based on a long-term measurement. They are less than 60 mK ($k = 2$).

Finally probabilistic calculations of a very detailed FEM model of the compact multiple fixed-point cell were performed. The simulated fixed-point temperatures and its uncertainty were used to estimate the predictive capability of the FEM model. For this, comparisons of the cumulative distribution functions of the measurement and simulation results through the area metric method were made.

Inhaltsverzeichnis

1	Einführung und Überblick	1
2	Grundlagen	3
2.1	Hauptsätze der Thermodynamik	3
2.1.1	Nullter Hauptsatz und die Berührungstemperaturmessung	3
2.1.2	Erster Hauptsatz und die empirische Temperatur	4
2.1.3	Zweiter Hauptsatz und die thermodynamische Temperatur	4
2.2	Wärmeübertragungsarten	5
2.3	Phasenübergänge reiner Substanzen	7
2.4	Temperaturmesstechnik	10
2.4.1	Thermodynamische Temperaturskala	10
2.4.2	Praktische Temperaturskala: ITS-90	11
2.4.3	Kalibrierung und Rückführbarkeit	12
2.5	Methoden zur Modellierung und Simulationen	14
2.5.1	Finite-Elemente-Methode (FEM), thermische Simulationen	15
2.5.2	Reduktion der Modellordnung (MOR) eines Finite-Elemente-Modells	16
2.6	Probabilistische Berechnungen von Simulationsmodellen	18
2.7	Validierung und Prognosefähigkeit von Simulationsmodellen	20
2.8	Kapitelzusammenfassung	21
3	Stand der Technik	23
3.1	Fixpunktkalibrierung von Thermometern	23
3.1.1	Mehrfachfixpunktzellen	23
3.1.2	Auswertung der Fixpunkttemperatur für den Schmelzvorgang	26
3.2	Vergleichskalibrierung von Thermometern	27
3.3	Modellierung und Simulationen	30
3.3.1	Numerische Berechnung von Fixpunktzellen zur Fixpunktkalibrierung von Thermometern	30
3.3.2	Reduktion der Modellordnung thermischer Systeme	32
3.3.3	Unsicherheitsbetrachtung in Simulationsmodellen	33
3.3.4	Validierung von Simulationsmodellen unter Berücksichtigung von Un- sicherheiten	35
3.4	Kapitelzusammenfassung	37
4	Entwurf und Optimierung des Temperatur-Blockkalibrators (T-Bk)	39
4.1	Anforderungen an den neuen T-Bk und Lösungsansätze	39
4.2	Optimierung der Basisgeometrie des T-Bks durch thermische FEM-Simulationen	41
4.3	Optimiertes FEM-Modell des T-Bks für weitere Simulationen	43
4.4	Eingangsleistung und Aufheizzeiten der Heizzonen des T-Bks	45
4.5	Abkühlungssystem und Abkühlzeiten des T-Bks	46
4.6	Kapitelzusammenfassung	50

5	Systemmodell für die Regelung des Temperatur-Blockkalibrators (T-Bk)	51
5.1	Systemanregung des T-Bks	51
5.2	Vergleich MOR- und FEM-Modell des T-Bks	52
5.3	Anpassung des MOR-Modells des T-Bks	53
5.4	Regelung des MOR-Modells des T-Bks mit vorher ausgelegtem Regler	57
5.5	Kapitelzusammenfassung	59
6	Kompakte Mehrfachfixpunktzelle (k-MFZ) mit In, Sn und Zn als Temperatur- absolutwertbezug des Temperatur-Blockkalibrators (T-Bk)	61
6.1	Anforderungen an die k-MFZ	61
6.2	Optimierung der Geometrie der k-MFZ durch thermische und mechanische FEM-Simulationen	62
6.3	Konstruktion der k-MFZ	68
6.4	Geräte und Thermometer für messtechnische Untersuchungen der k-MFZ	70
6.5	Untersuchung der Mechanischen Stabilität der k-MFZ	71
6.6	Messtechnische Untersuchungen der k-MFZ im externen Messaufbau	73
6.6.1	Statisch-thermische Messabweichung des Messaufbaus	74
6.6.2	Homogenität des Ausgleichsblockes im Messaufbau	75
6.6.3	Temperaturprofil der k-MFZ	76
6.6.4	Langzeitstabilität der Fixpunkttemperatur der Fixpunktmaterialien in der k-MFZ	78
6.7	Kapitelzusammenfassung	81
7	Unsicherheitsbetrachtung der Fixpunkttemperatur von In, Sn und Zn in der kompakten Mehrfachfixpunktzelle (k-MFZ)	83
7.1	Unsicherheitsbeiträge zur Fixpunkttemperatur in der k-MFZ, Messsystem	83
7.2	Messunsicherheitsbudget der Fixpunkttemperaturen in der k-MFZ	88
7.3	Unsicherheitsbetrachtung eines FEM-Modells der k-MFZ im externen Messauf- bau	92
7.3.1	FEM-Modell der k-MFZ im externen Messaufbau	92
7.3.2	Simulationsablauf des FEM-Modells der k-MFZ im externen Messaufbau	93
7.3.3	Unsicherheitsbeiträge zur Fixpunkttemperatur in der k-MFZ, FEM- Modell	96
7.3.4	Überprüfung der Prognosefähigkeit des Modells der k-MFZ	101
7.4	Kapitelzusammenfassung	102
8	Zusammenfassung	103
	Anhang	107
	Abbildungsverzeichnis	125
	Tabellenverzeichnis	131
	Abkürzungsverzeichnis	133
	Symbolverzeichnis	137
	Literatur	141

1 Einführung und Überblick

Ein Temperatur-Blockkalibrator (T-Bk) ist ein Gerät zum Kalibrieren von Berührungsthermometern in einem breiten Temperaturbereich. Er besitzt einen austauschbaren metallischen Ausgleichsblock zur Aufnahme und Temperierung der Thermometer, eine geregelte Temperiereinrichtung zur Temperierung des Ausgleichsblockes und ein internes Thermometer zum Erfassen der Temperatur und zur Ermittlung der Regelgröße. Zielstellung ist es ein möglichst homogenes Temperaturfeld im Ausgleichsblock bereitzustellen.

Bei einer Kalibrierung mit einem T-Bk wird das zu kalibrierende Thermometer, der Prüfling, in den Ausgleichsblock eingebracht und das gesamte System auf eine definierte Temperatur gebracht. Sie wird mit dem internen Thermometer erfasst. Die Anzeige des Prüflings wird mit dieser Temperatur verglichen. Das wird als Vergleichskalibrierung bezeichnet. Die Rückführbarkeit einer Vergleichskalibrierung zur Internationalen Temperaturskala von 1990 (ITS-90) [Pre90] ist dann nur gewährleistet, wenn das Referenzthermometer rückführbar kalibriert ist. Als Referenzthermometer kann das interne Thermometer oder ein externes in den Ausgleichsblock gestecktes Thermometer verwendet werden. Die Kalibrierung des Referenzthermometers erfolgt entweder durch Vergleichskalibrierung mit einem rückführbar kalibrierten Thermometer oder durch Messungen an den Fixpunkten der ITS-90, Fixpunktkalibrierung, welche den erforderlichen Temperatureinsatzbereich abdecken.

Probleme einer Vergleichskalibrierung mit einem T-Bk kommen zustande, weil das homogene Temperaturfeld im Ausgleichsblock nur bedingt zur Verfügung gestellt werden kann. Dies führt dazu, dass Temperaturgradienten zwischen Referenzthermometer und Prüfling auftreten. Die Ursache dafür ist der Wärmeaustausch der Thermometer zur Umgebung. Dies wird als Wärmeableitfehler bezeichnet. Darüber hinaus ist die Rückführbarkeit der Kalibrierung mit dem Ausbau des Referenzthermometers und einer externen Kalibrierung verbunden.

Die Rückführbarkeit der Vergleichskalibrierung mit Hilfe eines T-Bks ohne Einsatz eines externen Thermometers sicherzustellen, war eine Zielstellung des im Rahmen des vom Bundesministerium für Bildung und Forschung finanzierten Projekts „TempKal“. Hier wurde das Konzept eines neuen T-Bks im Temperaturbereich von 80 °C bis 430 °C entwickelt, das zusätzlich eine homogenere Temperierung eines T-Bks als im Stand der Technik erzielt. Der entwickelte T-Bk enthält einen geteilten Ausgleichsblock mit Wärmestromsensoren für die Regelung einer Mehrzonenheizung. Ein Teil vom Ausgleichsblock besteht aus einer kompakten Mehrfachfixpunktzelle (k-MFZ) mit drei Fixpunktmaterialien. Das interne Thermometer des T-Bks wird als Referenzthermometer an den Fixpunkttemperaturen dieser Fixpunktmaterialien in situ rückführbar kalibriert. Die wesentlichen Schritte zur Verwirklichung dieses Projekts sind in der Abbildung 1.1 dargestellt. Die Rot markierten Teilbeiträge sind Bestandteil dieser Dissertation. Sie wurde wie folgt gegliedert.

Die Grundlagen und die verwendeten Begriffe werden im Kapitel 2 eingeführt. Kapitel 3 zeigt den Stand der Technik der bearbeiteten Thematik. Es werden die Kalibrierung von Thermometern und die numerische Berechnungen thermischer Systemen behandelt.

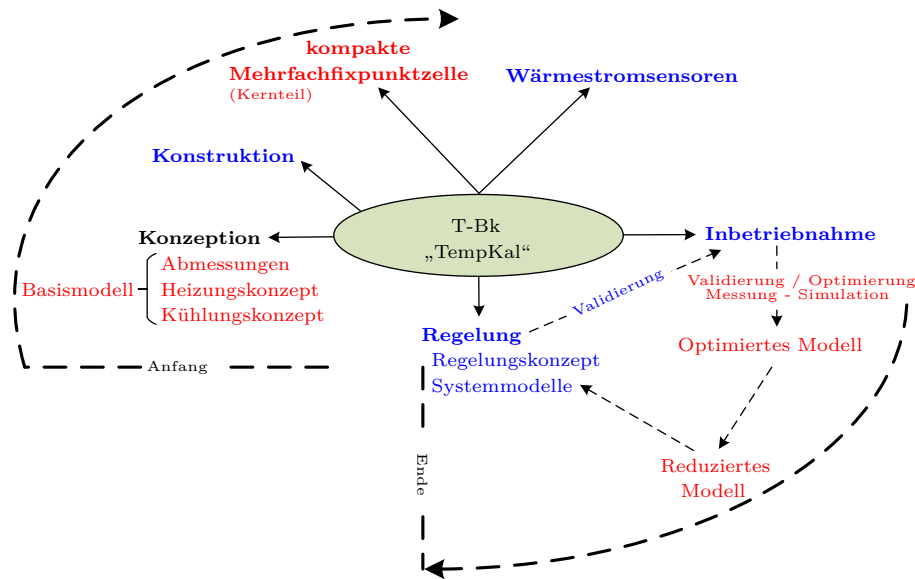


Abbildung 1.1: Entwicklungsschritte des neuen T-Bks. Blau markiert sind die Beiträge von Herrn Michael Hohmann [Hoh17].

Im Kapitel 4 wird anhand einer Anforderungsliste zur Konzeption des T-Bks ein Basismodell durch Finite-Elemente-Methode (FEM) Simulationen optimiert. Dafür wurden die Abmessungen des T-Bks sowie das Material des Ausgleichsblocks variiert. Hauptziel der Optimierung war die Minimierung der Temperaturgradienten innerhalb des Ausgleichsblocks (homogenes Temperaturfeld). Mit dem optimierten Modell, wurden die benötigten Heizleistungen der definierten Heizzonen eingeschätzt und ein Kühlungskonzept für den T-Bk durch FEM Simulationen vorgestellt.

Im Kapitel 5 werden die Sprungantworten des optimierten FEM-Modell des T-Bks mit Messungen verglichen und an diese durch Parametervariationen angepasst. Daraus wurde ein Modell in der Systemebene durch Modellordnungsreduktion (MOR) abgeleitet. Das MOR-Modell kann für die Reglerauslegung des komplexen Systems des T-Bks eingesetzt werden.

Kernteil dieser Dissertation ist die Entwicklung des Absolutwertbezugs zur ITS-90 einer Vergleichskalibrierung mit dem T-Bk. Dies wird mit den Fixpunkttemperaturen von Indium (In), Zinn (Sn) und Zink (Zn) in der k-MFZ realisiert. Im Kapitel 6 wird eine Basisgeometrie der k-MFZ anhand FEM Simulationen nach einer Anforderungsliste ausgewählt. Ihre Abmessungen und die Positionierung der Fixpunktmaterialien werden nach der Minimierung der Temperaturgradienten in der k-MFZ während der Phasenumwandlungen optimiert. Die gebaute k-MFZ wird thermisch und mechanisch in einem externen Aufbau mit ähnlichen thermischen Eigenschaften wie des T-Bks über eine lange Zeit untersucht. Die Betrachtung der Messunsicherheit der Fixpunkttemperaturen wird in Kapitel 7 ausführlich beschrieben. Eine Validierung eines FEM-Modells der k-MFZ im externen Messaufbau mit Berücksichtigung der Mess- und Simulationsunsicherheiten schließt dieses Kapitel ab.

In dieser Arbeit werden unterschiedliche Methoden der numerischen Simulation als Unterstützung einer wissenschaftlichen Entwicklung benutzt und ihre Grenzen für die Nachbildung realer Systeme untersucht.

2 Grundlagen

In diesem Kapitel werden die physikalischen Grundkonzepte der Thermodynamik und der Wärmeübertragung vorgestellt, auf denen die Berührungstemperaturmessung basiert. Darüber hinaus werden Definitionen und Methoden der Kalibrierung von Thermometern eingeführt. Die benutzten Simulationen sowie die Konzepte einer probabilistischen Berechnung werden erläutert. Zuletzt werden Grundkonzepte für die Validierung eines Simulationsmodells vorgestellt. Dieses Kapitel soll die wichtigsten theoretischen Grundlagen für diese Arbeit zusammenfassen.

2.1 Hauptsätze der Thermodynamik

2.1.1 Nullter Hauptsatz und die Berührungstemperaturmessung

Kommt ein sich im thermischen Gleichgewicht befindendes Thermometer A der Temperatur ϑ_1 in Kontakt mit einem ebenfalls sich im thermischen Gleichgewicht befindenden Körper B (Medium) der Temperatur ϑ_2 (a in Abb. 2.1) in einem geschlossenen System, dann findet zwischen ihnen ein thermischer Ausgleichsprozess statt. Nach einer endlichen Zeit t stellt sich ein thermisches Gleichgewicht mit der gemeinsamen Temperatur ϑ_3 ein (b in Abb. 2.1). Die Zuordnung der Wärmezustände der Körper auf die reellen Zahlen ist die empirische Temperatur ϑ des Systems [Str07] [Ste09, S. 18]. Sie ist ein Maß für die kinetische Energie (Bewegungsenergie der Teilchen) des Systems [Nic01, S. 18]. In diesem Fall wird sie durch das Thermometer erfasst bzw. gemessen und sie ist gleich sowohl für das Thermometer A als auch für das Medium B. Werden Thermometer und Medium getrennt, werden beide die angenommene Temperatur ϑ_3 beibehalten. Nach einem erneuten Zusammenbringen von Thermometer und Medium, stellt sich nicht die Summe der beiden Temperaturen ($\vartheta_3 + \vartheta_3$) ein, weil die Temperatur eine intensive Größe ist. Durch Hinzufügen eines anderen Körpers C der Temperatur ϑ_4 zum System in b (Abb. 2.1), stellt sich wiederum ein Ausgleichsprozess im gesamten System von A, B und C bis zum thermischen Gleichgewicht ein und eine andere Temperatur ϑ_5 wird angenommen (c in Abb. 2.1).

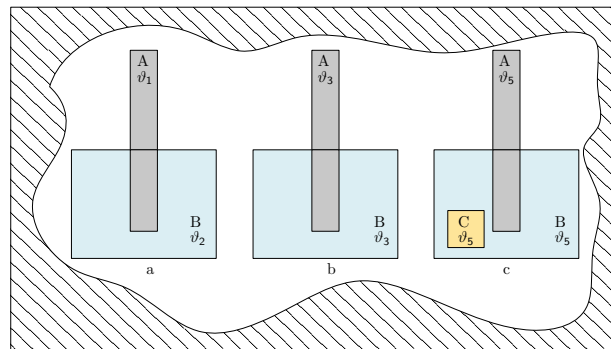


Abbildung 2.1: Thermisches Gleichgewicht der Fälle a, b und c.

Die Ausprägung dieses thermischen Gleichgewichts entspricht dem nullten Hauptsatz der Thermodynamik, der besagt, dass zwei Systeme, die jeweils im thermischen Gleichgewicht mit einem dritten stehen, auch untereinander im thermischen Gleichgewicht sind [Bae06, S. 31].

2.1.2 Erster Hauptsatz und die empirische Temperatur

Der erste Hauptsatz der Thermodynamik ist ein Ausdruck des Energieerhaltungssatzes [Çen09, S. 2]. Änderungen in der inneren Energie U (Gleichung (2.1)) eines Systems werden durch die Zufuhr von Wärme Q und Arbeit $p \cdot V$ (Druck und Volumenänderung) verursacht. Die Wärme ist die Form der Energie, die durch eine Temperaturdifferenz zwischen Systemen ausgetauscht werden kann [Çen09, S. 60]. Beim thermischen Gleichgewicht (b und c in Abb. 2.1) gibt es keine Temperaturdifferenz und dementsprechend keinen Wärmeaustausch mehr.

$$\Delta U = Q - p \cdot V \quad (2.1)$$

Zur Erläuterung des Zusammenhangs zwischen dem ersten Hauptsatz der Thermodynamik und der empirischen Temperatur wird ein homogenes Fluid als System angenommen. Sein Zustand wird durch das Volumen V und die empirische Temperatur ϑ bestimmt. Die Grundlage zur Berechnung der beiden Zustandsvariablen $V(t)$ und $\vartheta(t)$ wird durch den ersten Hauptsatz der Thermodynamik in Gleichung (2.2) gebildet.

$$\frac{dQ}{dt} = \frac{dU}{dt} + p \cdot \frac{dV}{dt} \quad (2.2)$$

Der Zustand eines homogenen Systems wird durch zwei unabhängige Größen (z. B. Volumen V und empirische Temperatur ϑ) beschrieben [Çen09, S. 14]. Deswegen müssen die in Gleichung (2.2) auftretenden Größen U und p Funktionen dieser Variablen sein.

$$U = U(V, \vartheta), \quad p = p(V, \vartheta) \quad (2.3)$$

Wenn die Zustandsgleichungen (2.3) in die Gleichung (2.2) eingesetzt werden, erhält man die Differentialgleichung (2.4).

$$\frac{dQ}{dt} = \left(\frac{\partial U}{\partial \vartheta} \right)_V \frac{d\vartheta}{dt} + \left[\left(\frac{\partial U}{\partial V} \right)_\vartheta + p \right] \frac{dV}{dt} \quad (2.4)$$

Die Gleichung (2.4) stellt nicht das vollständige Differential des ersten Hauptsatzes der Thermodynamik dar. Die Zustandsgleichungen (2.3) für ein reales Fluid im gesamten Zustandsraum sind nicht bekannt. Deswegen muss es Zustände geben, die adiabatisch ($dQ/dt = 0$) unerreichbar sind [Str07]. Dies lässt die Existenz einer anderen Temperatur als die empirische vermuten - die thermodynamische Temperatur.

2.1.3 Zweiter Hauptsatz und die thermodynamische Temperatur

Der zweite Hauptsatz der Thermodynamik schränkt die Allgemeinheit der Zustandsgleichungen (2.3) ein [Str07]. Aus der Integration der Gleichung (2.4) bei Berücksichtigung einer quasistatischen Zustandsänderung folgt die Gleichung (2.5).

$$\frac{dQ}{dt} = T(\vartheta) \frac{dS}{dt} \quad (2.5)$$

Dies bedeutet, dass eine Zustandsfunktion, genannt Entropie S , die ihr Maximum im Gleichgewicht erreicht, und eine vom Thermometer unabhängige (absolute) Temperatur T existieren. Nach Umformung dieser Gleichung ergibt sich ein direkt proportionaler Zusammenhang zwischen der empirischen Temperatur ϑ und der thermodynamischen Temperatur T (Gleichung (2.6)).

$$T = \frac{1}{k_\vartheta} \cdot \vartheta \quad (2.6)$$

Hierbei ist k_ϑ eine Konstante, die die Skala der Temperatur bestimmt (für eine vertiefende Erklärung der Zusammenhänge sei auf [Str07] und [Ste09, S. 140] verwiesen).

2.2 Wärmeübertragungsarten

Thermometer und Medium (Abb. 2.1) können ins thermische Gleichgewicht kommen - *nullter Hauptsatz* -, wenn die Wärme vom „wärmeren“ zum „kälteren“ Systemteil fließt (umgekehrt nur mit Hilfe einer externen Arbeitsform, weil die Wärmeübertragung eine Irreversibilitätsform der Thermodynamik darstellt) - *zweiter Hauptsatz* - bis das System die gleiche Temperatur angenommen hat. Bis dahin befindet sich das System in einer thermischen Wechselwirkung - *erster Hauptsatz* -, die durch 3 Arten der Wärmeübertragung geschehen kann: Wärmeleitung, Konvektion und Strahlung (Abb. 2.2). Sie können einzeln auftreten oder sich überlagern. Grundsätzlich muss aber eine Temperaturdifferenz ($\Delta\vartheta$ oder ΔT gemäß Gleichungen (2.9), (2.10) und (2.14)) vorliegen.

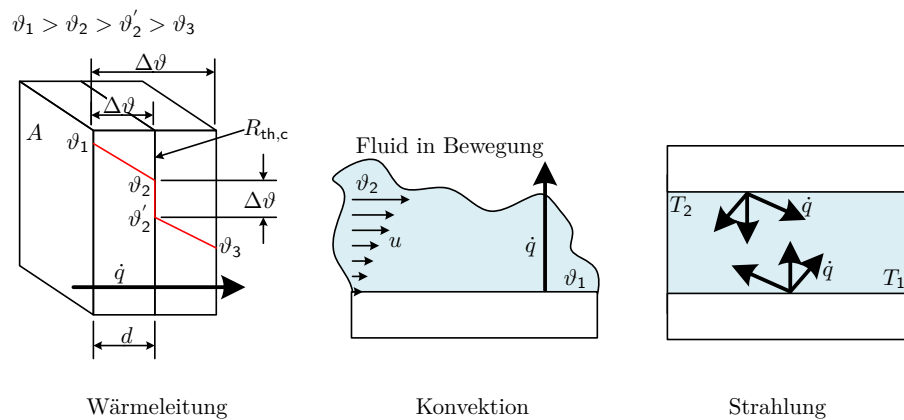


Abbildung 2.2: Wärmeübertragungsarten (angelehnt an [Böc06, S. 3]). Empirische Temperatur ϑ und absolute Temperatur T .

Wärmeleitung: Bei der Wärmeleitung wird die Energie von Molekülen höherer Temperatur zu benachbarten mit einer niedrigeren Temperatur durch molekulare Wechselwirkung (Stöße) übertragen. Diese Art der Wärmeübertragung setzt keine makroskopische Bewegung voraus und kann in allen Festkörpern, Flüssigkeiten oder Gasen stattfinden. In Metallen wird die Energie auch durch freie Elektronen übertragen [VDI13, S. 19]. Die Wärmeübertragung mittels Wärmeleitung \dot{q} wird durch das Fouriersche Gesetz (Gleichung (2.8)) beschrieben. Sie ist abhängig von der Wärmeleitfähigkeit λ eines Materials und findet in einer Ortskoordinate

n normal zu einer Fläche A konstanter Temperatur statt, wenn Temperaturgradienten $\partial\vartheta/\partial n$ existieren.

$$\dot{q} = \frac{\dot{Q}}{A} \quad (2.7)$$

$$\dot{q} = -\lambda \cdot \frac{\partial\vartheta}{\partial n} = -\lambda \cdot \nabla\vartheta = -\lambda \cdot \left(\mathbf{i} \frac{\partial\vartheta}{\partial x} + \mathbf{j} \frac{\partial\vartheta}{\partial y} + \mathbf{k} \frac{\partial\vartheta}{\partial z} \right) \quad (2.8)$$

In einer Richtung ist die Wärmeleitung wie in Abbildung 2.2 durch die Gleichung (2.9) gegeben. d stellt die Wanddicke dar.

$$\dot{q} = -\lambda \cdot \frac{\vartheta_1 - \vartheta_2}{d} = -\lambda \cdot A \cdot \frac{\Delta\vartheta}{d} \quad (2.9)$$

Konvektion: Bei der Konvektion findet der Wärmetransport zwischen einem Festkörper der Temperatur ϑ_1 und einem bewegten Medium (Flüssigkeit oder Gas) der Temperatur ϑ_2 statt (Abb. 2.2). Die Wärmeübertragung \dot{q} durch Konvektion entsteht aus den Zusammenwirkungen von Wärmeleitung, Enthalpie und kinetischer Energie bei Bewegung (mit Geschwindigkeit u) des Mediums [VDI13, S. 21]. Ohne Bewegung findet der Wärmetransport lediglich über Wärmeleitung statt. Diese Art der Wärmeübertragung wird durch das Newtonsche Abkühlungsgesetz (Gleichung (2.10)) beschrieben.

$$\dot{q} = \alpha \cdot (\vartheta_1 - \vartheta_2) = \alpha \cdot \Delta\vartheta \quad (2.10)$$

Der Wärmeübergangskoeffizient α ist keine Materialeigenschaft des Fluids, sondern ein Parameter, dessen Wert von Prozessfaktoren, wie den Oberflächeneigenschaften des Körpers, der Bewegungsrichtung des Fluids, der Strömungsgeschwindigkeit und dem Turbulenzgrad sowie der Konvektionsart abhängt. Es wird zwischen freier und erzwungener Konvektion unterschieden, wobei dies für die Berechnung der sogenannten Nusselt-Zahl Nu , als wichtigstem Parameter in der Gleichung (2.11) (abhängig von Grashof-Zahl Gr , Reynolds-Zahl Re und Prandtl-Zahl Pr), in der nachfolgenden Berechnung des Wärmübergangskoeffizienten α in Gleichung (2.12) eine Rolle spielt (λ_{Fluid} : Wärmeleitfähigkeit des Fluids und l_d : charakteristische Länge für die Strömung). Die freie Konvektion wird durch Bewegung des Fluids durch Dichteveränderungen aufgrund von Temperaturgradienten bewirkt. Die erzwungene Konvektion hingegen entsteht durch einen Differenzdruck, wobei die Mediumbewegung durch externe Mittel wie bspw. einen Lüfter erzeugt wird [Inc00, S. 7].

$$Nu_{\text{Freie Konvektion}} = f(Gr, Pr), \quad Nu_{\text{Erzwungene Konvektion}} = f(Re, Pr) \quad (2.11)$$

$$\alpha = \frac{Nu \cdot \lambda_{\text{Fluid}}}{l_d} \quad (2.12)$$

Wärmestrahlung: Die Wärmestrahlung ist die durch die Materie bei einer finiten Temperatur ($T > 0 \text{ K}$) von jedem Körper ausgestrahlte Energie. Die Übertragung dieser Energie erfolgt durch elektromagnetische Wellen, benötigt kein Medium und ist effizienter im Vakuum [Inc00, S. 8]. Die durch einen Körper emittierte Energie durch Wärmestrahlung E wird durch das Stefan-Boltzmann Gesetz (mit σ als Stefan-Boltzmann Konstante) beschrieben (Gleichung (2.13)), wobei der Emissionsgrad ϵ von der Beschaffenheit der Körperoberfläche abhängig ist und einen Wert zwischen 0 und 1 annehmen kann. Der Wert von 1 (schwarzer

Strahler) ist praktisch nicht realisierbar. A ist die Oberfläche des Körpers und T ihre absolute Temperatur.

$$E = \epsilon \cdot \sigma \cdot A \cdot T^4 \quad (2.13)$$

Der Wärmeaustausch durch Strahlung \dot{q} zwischen zwei festen Körpern oder einem festem Körper und einem Medium (Abb. 2.2) ist durch die Gleichung (2.14) beschrieben. In Analogie zu den vorher beschriebenen Übertragungsarten ist auch ein Strahlungsübergangskoeffizient α_r (Gleichung (2.15)) gebräuchlich.

$$\dot{q} = \epsilon \cdot \sigma (T_1^4 - T_2^4) = \alpha_r \cdot (T_1 - T_2) = \alpha_r \cdot \Delta T \quad (2.14)$$

$$\alpha_r = \epsilon \cdot \sigma (T_1 + T_2) \cdot (T_1^2 + T_2^2) \quad (2.15)$$

Überlagerung der Wärmeübertragungsarten: Oft erfolgt die Wärmeübertragung durch eine Kombination der Wärmeübertragungsarten [Böc06, S. 4]. Im Fall einer Überlagerung von Konvektion und Strahlung können beide Wärmeströme addiert werden. In Anlehnung an die RC-Modelle der Elektrotechnik kann ein thermisches Analogie-Modell (mit dem Wärmestrom \dot{Q} analog zum Strom I , dem Temperaturgradienten $\Delta\vartheta$ analog zur elektrischen Spannung V_e und den thermische Widerständen R_{th} analog zu den elektrischen R_e) genutzt werden [Inc00, S. 78], [Ber04, S. 278]. Damit wird die Berechnung eines Wärmestroms \dot{Q} analog dem Ohmschen Gesetz wie in Gleichung (2.16) durchgeführt [VDI13, S. 32]. Die thermischen Widerstände können dabei wie elektrische Widerstände parallel oder in Reihe geschaltet werden [Inc00, S. 78]. Die thermischen Widerstände werden aus den Gleichungen (2.7), (2.9), (2.10) und (2.14) berechnet.

$$\dot{Q} = \frac{\Delta\vartheta}{R_{th}} \quad (2.16)$$

Beim Berühren zweier Körper ist häufig ein zusätzlicher thermischer Widerstand $R_{th,c}$ zu berücksichtigen. In der Regel sind es Luftspalte oder andere Barrieren mit geringerer Wärmeleitfähigkeit, die bei der Wärmeübertragung von ϑ_3 zu ϑ_1 (siehe Abb. 2.2) zu einer Temperaturerniedrigung ($\vartheta_2 \neq \vartheta_2'$) führen. Diese zusätzlichen thermischen Widerstandswerte müssen zumeist experimentell ermittelt werden [Inc00, S. 80].

Welche Art der Wärmeübertragung den größten Anteil bei einer Anwendung darstellt und ob eine mögliche Überlagerung in Betracht gezogen werden sollte, muss stets einzeln geprüft werden.

2.3 Phasenübergänge reiner Substanzen

Eine Phase wird nach J. W. Gibbs als ein homogener Bereich eines Systems mit gleichen chemischen und physikalischen Eigenschaften bezeichnet [Bae06, S. 15]. Der Zustand einer Phase wird durch zwei unabhängige Größen beschrieben (Gleichung (2.3)). Ob eine reine Substanz (beständiger chemischer Aufbau) die feste, flüssige oder gasförmige Phase annimmt, ist von den Werten dieser Größen abhängig. Flächendiagramme werden mit intensiven Zustandsgrößen, wie z. B. p - h - ϑ (Druck-spezifische Enthalpie-Temperatur), konstruiert und aus ihren Projektionen können die Diagramme ϑ - h , p - h und p - ϑ abgeleitet werden. Die Ab-

Abbildung 2.3 zeigt das $p-h-\vartheta$ Diagramm für Wasser und seine projizierten zweidimensionalen Diagramme.

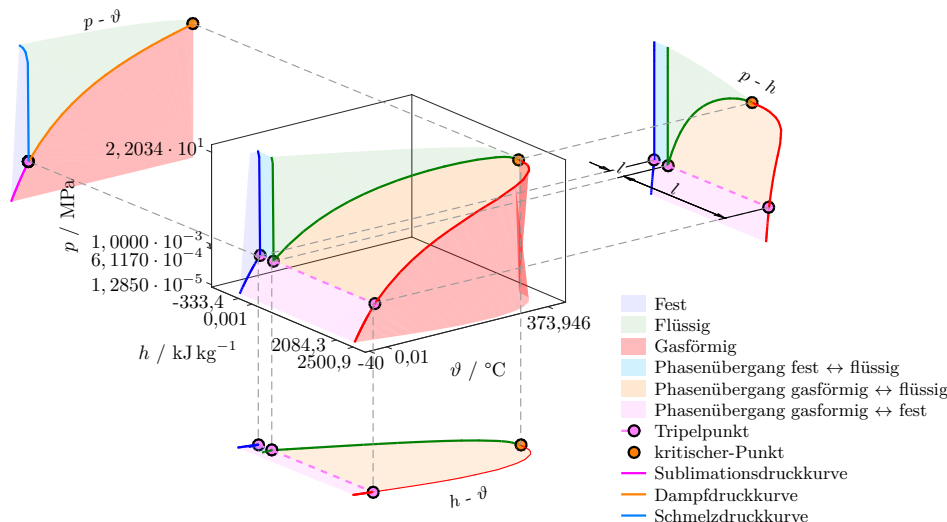


Abbildung 2.3: Phasendiagramm von Wasser. Daten aus [Çen09, S. 911 – 919] und [Gla04].

Die $p-\vartheta$ -Projektion zeigt die 3 Phasen, welche durch die Schmelzdruckkurve, die Dampfdruckkurve und die Sublimationsdruckkurve voneinander getrennt sind. Weiterhin werden der Tripelpunkt, wo die drei Phasen gleichzeitig existieren, und der kritische Punkt, ab dem die flüssige und gasförmige Phase nicht mehr unterschieden werden können, gezeigt [Sei07]. Unter bestimmten Bedingungen können die Phasen einer reinen Substanz im Gleichgewicht stehen, während gleichzeitig ein Phasenübergang erfolgt [Çen09, S. 114]. Dies ist der Fall entlang der oben genannten Kurven einschließlich des Tripelpunkts.

Während eines Phasenübergangs bei einem definierten Druck bleibt die Temperatur konstant solange die spezifische latente Wärme l (Abschnitt A.1) in der Substanz umgewandelt wird (z. B. Tripelpunkt in Abb. 2.3). Es ändern sich dabei jedoch die von der spezifischen Enthalpie h (Abschnitt A.1) abhängigen Zustandsgrößen, wie Dichte ρ (Abschnitt A.1), spezifisches Volumen v und/oder spezifische Wärmekapazität c (Abschnitt A.1). Ihre Änderung entspricht genau der Größe der spezifischen latenten Wärme für die Umwandlung (im $p-h$ -Diagramm in Abb. 2.3 l von fest bis flüssig und von flüssig bis gasförmig). Eine sprunghafte Änderung der Zustandsgrößen bei konstanten Temperatur- und Druckverhältnissen wird als eine Phasenumwandlung erster Ordnung klassifiziert. Bei der Phasenumwandlungstemperatur wird die spezifische Wärmekapazität c unendlich, weil die Zufuhr von Wärme nicht zu einer Temperaturänderung beitragen wird ($\Delta T = 0$ in Gleichungen (A.1.1) und (A.1.2) in Abschnitt A.1) [Por01, S. 359]. Die relative Stabilität einer Phasenumwandlung erster Ordnung richtet sich nach der freien Energie von Gibbs G (Gleichung (2.17)). Der Gleichgewichtszustand liegt vor, wenn die Änderung dieser Energie minimal wird ($dG = 0$) [Por01, S. 2].

$$G = H - T \cdot S \quad (2.17)$$

Von besonderem Interesse für diese Arbeit sind die Phasenübergänge reiner Substanzen: fest \rightarrow flüssig, der sogenannte Schmelzvorgang und flüssig \rightarrow fest, der Erstarrungsvorgang

(Abb. 2.3) bei atmosphärischem Druck. Bisher wurden die Phasenübergänge nur als ein Gleichgewichtszustand beschrieben. Eine detailliertere Betrachtung des Übergangs von einer zu anderen Phase erfolgt im nächsten Abschnitt.

Erstarrungsvorgang: Von einem flüssigen Material könnte man erwarten, dass es unterhalb seiner Phasenumwandlungstemperatur ϑ_{FP} sofort zu erstarren beginnt. Das ist aber nicht immer der Fall. Die Erstarrung fängt mit einer Keimbildung oder Nukleation in der flüssigen Phase an. Diese führt zu einer Erhöhung der Gibbschen freien Energie, weshalb die flüssige Phase in einem metastabilen Zustand unterhalb dieser Temperatur zunächst bestehen bleiben kann [Por01, S. 187]. Dieses Phänomen ist als Unterkühlung bekannt. Die Keimbildung kann in homogener Weise ΔG_{hom} oder in heterogener Weise ΔG_{het} (in Gleichung (2.18)) erfolgen. Die homogene Nukleation für reine Stoffe erfolgt in ausgedehnten Behältern während sich bei der heterogenen die Keime an den Wänden bspw. bei kleinen Tiegeln oder an Partikeln von Verunreinigungen bilden. Die Unterkühlung bei heterogener Nukleation ist geringer als bei der homogenen und die Änderung ihrer freien Enthalpie ΔG ist durch einen Faktor vom Benetzungswinkel $S(\theta_{SL})$ zwischen den Phasen abhängig (Gleichung (2.18)) [Por01, S. 195]. Je kleiner der Winkel, desto geringer die Unterkühlung.

$$\Delta G_{\text{het}} = S(\theta_{SL}) \cdot \Delta G_{\text{hom}} \quad (2.18)$$

In der Abbildung 2.4 links werden die Phasen beim Phasenübergang flüssig \rightarrow fest an einer Tiegelwand oder an einem Verunreinigungspartikel gezeigt. Ferner werden auch die relativen Oberflächenenergien (notwendige Arbeit zum Erhöhen der Fläche einer Phase [Car08, S. 1111]) der Fest/flüssig-Phasengrenze γ_{SL} und zwischen den Grenzen Flüssigphase/Wand (oder Verunreinigung) γ_{LW} und Festphase/Wand (oder Verunreinigung) γ_{SW} sowie die Benetzungswinkel θ_{SL} gezeigt.

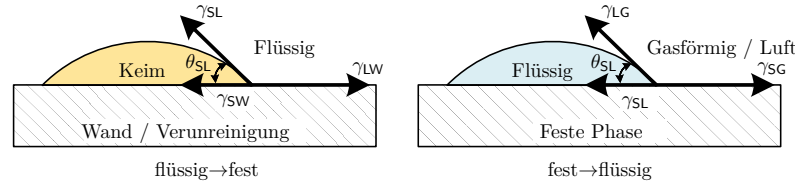


Abbildung 2.4: Benetzungswinkel während der Phasenübergänge fest \leftrightarrow flüssig angelehnt an [Por01, S. 192] und [Car08, S. 1115]

Schmelzvorgang: Ein Schmelzvorgang wird durch die Entstehung von Versetzungen, die den Aufbruch der geordneten Struktur der festen Phase verursachen, eingeleitet. Es gilt, dass die Summe der relativen Oberflächenenergien der fest/flüssig γ_{SL} und der flüssig/gasförmigen Phasengrenzen γ_{LG} kleiner als die der fest/gasförmigen Phasengrenze γ_{SG} ist (Gleichung (2.19) und Abb. 2.4 rechts).

$$\gamma_{SL} + \gamma_{LG} < \gamma_{SG} \quad (2.19)$$

Das bedeutet, dass der Benetzungswinkel θ_{SL} Null sein muss (Abb. 2.4 rechts), was dafür sorgt, dass ein festes Material schon unterhalb der Phasenumwandlungstemperatur ϑ_{FP} eine dünne Schicht der flüssigen Phase ausbildet. Demzufolge gibt es bei dieser Phasenumwandlung keinen zeitlichen Verzug (keine „Überwärmung“) [Por01, S. 197].

2.4 Temperaturmesstechnik

Temperatur lässt sich nur indirekt messen, wobei ihre Größe durch Sensoren in eine extensive Messgröße umgewandelt werden muss [Ber04, S. 21]. Die Umwandlung erfolgt nach unterschiedlichen physikalischen Prinzipien. Lassen sie sich vollständig auf natürliche stoff- und temperaturunabhängige Konstanten rückführen, so werden sie primäre oder thermodynamische Temperaturmessverfahren genannt. Dabei kommen sie sogar ohne eine Kalibrierung (Abschnitt 2.4.3) aus [Ber04, S. 23]. Dazu zählt z. B. das Gasthermometer, welches auf der Zustandsgleichung für ideale Gase (2.21) basiert. Diese Verfahren haben aber das Problem, dass sie für ideale Systeme ausgelegt und deswegen experimentell sehr aufwändig sind. Darüber hinaus sind ihre Messergebnisse mit verhältnismäßig großen Unsicherheiten behaftet ([Kos96, S. 308], siehe auch Abb. 2.5 [Fis11]) und erfordern umfangreiche Korrekturrechnungen [Ber04, S. 22]. Alle weiteren Messverfahren, die nicht den primären Messverfahren zugeordnet werden können, werden sekundäre Temperaturmessverfahren genannt. Diese nutzen z. B. die Ausdehnung eines Stoffes (Flüssigkeits-Glassthermometer [Kos96, S. 320]), die Änderung des elektrischen Widerstandes eines Metalls oder Halbleiters mit der Temperatur (Widerstandsthermometer [Kos96, S. 325]) oder die Entstehung einer elektrischen Spannung zwischen zwei elektrischen Leitern unter Einwirkung eines Temperaturgradienten, bekannt als Seebeck-Effekt (Thermoelemente [Kos96, S. 327]). Es gibt aber auch Verfahren zur Messung der Wärmestrahlung (Strahlungsthermometer [Kos96, S. 331]). Die Kennlinie der Sensoren sekundärer Messverfahren muss experimentell ermittelt werden. Um eine Vergleichbarkeit unterschiedlicher Sensoren zu erlangen, müssen diese auf einen gemeinsamen Standard oder eine Referenz rückführbar sein. Erst dann ist eine symbolische Repräsentation der Messergebnisse möglich [Nic01, S. 3], in diesem Fall als Temperaturskala.

2.4.1 Thermodynamische Temperaturskala

Die thermodynamische Temperaturskala ist eine metrische Skala, da sie eine natürliche Null hat, gezählt und unterteilt werden kann [Nic01, S. 6]. Darüber hinaus ist sie unabhängig von den Eigenschaften der benutzten Messverfahren [Çen09, S. 305]. Sie kann mit primären Messverfahren bestimmt werden. Basierend auf dem Carnotschen Prozess (eine besondere Art einer idealen Wärmekraftmaschine mit höchst möglichem Wirkungsgrad) wird gezeigt, dass der Wirkungsgrad von reversiblen Wärmekraftmaschinen nur von der bei höheren empirischen Temperaturen $f(\vartheta_1)$ zugeführte Wärme Q_1 und bei niedrigen empirischen Temperaturen $f(\vartheta_2)$ entzogenen Wärme Q_2 abhängig ist (Gleichung (2.20)) [Nic01, S. 17].

$$\left(\frac{Q_1}{Q_2}\right)_{\text{Reversible}} = \frac{f(\vartheta_1)}{f(\vartheta_2)} = \frac{T_1}{T_2} \quad (2.20)$$

Lord Kelvin schlug vor, dass die Funktion der empirischen Temperatur $f(\vartheta)$ durch die thermodynamische Temperatur T ersetzt werden kann und konnte auch zeigen, dass sie mit der durch die Zustandsgleichung (2.21) definierten Temperatur T für ideale Gase übereinstimmt (p Druck, V Volumen, n Stoffmenge, R Universelle Gaskonstante) [Kos96, Band 3, S. 305].

$$p \cdot V = n \cdot R \cdot T \quad (2.21)$$

Die thermodynamische Temperaturskala (Gleichung (2.20)) liefert nur ein Verhältnis zwischen Absoluttemperaturen. Der Nullpunkt ist auf 0 K festgelegt. Deswegen genügt es,

die Temperatureinheit als einen bestimmten Teil einer eindeutig festgelegten Temperatur zu definieren [Kos96, Band 3, S. 305]. Dies wurde 1967 auf der 13. Generalkonferenz für Maß und Gewicht (CGPM) international vollzogen [BIPM-CPGM-67, S. 104], wobei die Temperatur des Wasser-Tripelpunkts T_{WTP} auf 273,16 K festgelegt wurde. Dieser Wert entspricht auch der Konstante k_{ϑ} in Gleichung ((2.6)). T_{WTP} diente bis zum 20.05.2019 zur Definition der Einheit Kelvin innerhalb des Internationalen Einheitssystems SI (Gleichung (2.22), [DIN1301-1-10, S. 13]).

$$1 \text{ K} = \frac{1}{273,16} \cdot T_{\text{WTP}} \quad (2.22)$$

Weit verbreitet und häufiger verwendet wird ϑ - eine Differenz zur thermodynamischen Temperatur. Sie ist durch die Gleichung (2.23) definiert [Kos96, Band 3, S. 305].

$$T = \vartheta + 273,15 \quad (2.23)$$

Die Größe beider Temperatureinheiten ist gleich ($1 \text{ K} = 1^\circ\text{C}$), aber ihre Zahlenwerte unterscheiden sich durch die Konstante (273,15) [Çen09, S. 307].

Da der Tripelpunkt des Wassers von der Isotopen-Zusammensetzung und der Reinheit des verwendeten Wassers abhängig ist, basierte die Einheit Kelvin (wie auch das Kilogramm für die Masse) nicht auf Naturkonstanten. Dieser Mangel wurde mit der Neudefinition dieser Basiseinheiten des SI am 20.05.2019 behoben [BIPM-CPGM-18, S. 210]. Demnach entspricht die Änderung der thermodynamischen Temperatur T um 1 K einer Änderung der thermischen Energie $k_{\text{B}} \cdot T$ von $1,380\,649 \times 10^{-23}$ J. Der numerische Wert k_{B} ist die nach Boltzmann benannte Naturkonstante [New18]. Für die Neudefinition wurde sie durch unterschiedliche Messverfahren mit geringstmöglicher Messunsicherheit bestimmt. Beispielsweise wurde k_{B} einerseits mit einem Dielektrizitätskonstanten-Gasthermometer mit einer relativen Unsicherheit von 1,9 ppm [Gai17] und zum anderen mit einem akustischen Gasthermometer mit einer relativen Unsicherheit von 0,48 ppm [Pit17], bestimmt.

2.4.2 Praktische Temperaturskala: ITS-90

Da die Anwendung primärer Temperaturmessverfahren für die Bestimmung der thermodynamischen Temperaturskala (z. B. Gasthermometer) sowohl sehr geräte- und zeitaufwändig als auch mit relativ großen Unsicherheiten behaftet ist, wird sie durch eine praktische Temperaturskala, die international gültig ist, angenähert [Ber04, S. 26]. Die zur Zeit gültige praktische Skala ist die Internationale Temperaturskala von 1990 ITS-90 [Pre90]. Sie basiert auf der Temperatur von 17 sogenannten Fixpunkten im Temperaturbereich von $-270,15^\circ\text{C}$ bis $1084,62^\circ\text{C}$. Die Fixpunkte sind gut reproduzierbare Gleichgewichtszustände (Tripelpunkte, Erstarrungspunkte, Siedepunkte und Schmelzpunkte) zwischen den Phasen reiner Materialien, bei denen die Temperatur konstant bleibt solange die gesamte latente Wärme umgewandelt wird. Eine Fixpunkttemperatur wird absolut als T_{90} oder als Differenz zur thermodynamischen Temperatur (Gleichung (2.23)) mit t_{90} bzw. ϑ_{90} gekennzeichnet. Die Differenz zwischen der thermodynamischen Temperaturskala T und der ITS-90 ϑ_{90} wird in der Abbildung 2.5 für die Temperatur der 17 Fixpunkten ϑ_{FP} gezeigt [Fis11]. Zum Vergleich werden die Unsicherheiten der Fixpunktrealisierung an der Physikalischen Technischen Bundesanstalt PTB dargestellt [Sei07].

Im Temperaturbereich zwischen 80°C bis 430°C sind drei Fixpunkttemperaturen der ITS-90 zugewiesen: die Erstarrungsvorgänge von In, Sn und Zn (Abb. 2.5).

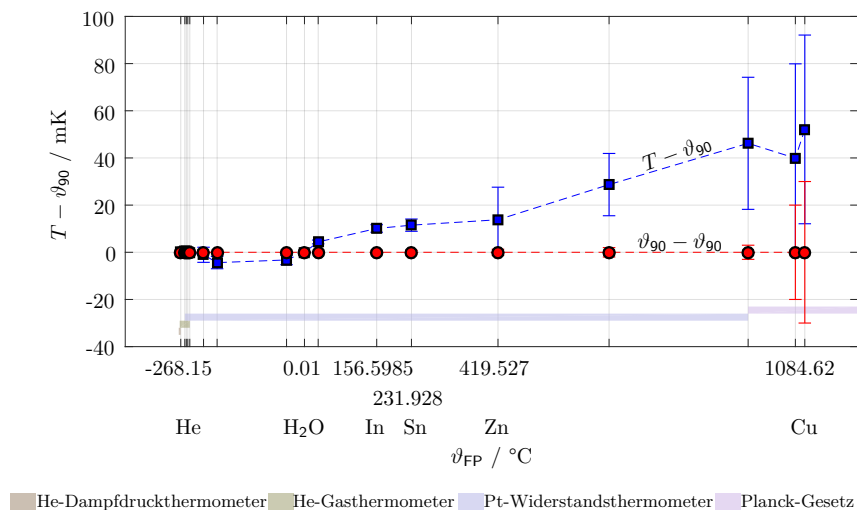


Abbildung 2.5: Differenz von thermodynamischer Temperaturskala T und praktischer Temperaturskala ϑ_{90} mit erweiterter Messunsicherheit aus [Fis11]. Zum Vergleich auf der Nulllinie die erweiterter Messunsicherheit für ϑ_{90} aus [Sei07]. Schattiert dargestellt sind die Messbereiche der dafür verwendeten Messgeräte.

2.4.3 Kalibrierung und Rückführbarkeit

Die experimentelle Bestimmung der Kennlinie eines Thermometers der sekundären Messverfahren liefert den Zusammenhang zwischen einer Anzahl von Messwerten und zugehörigen „wahren“ Werten, definiert durch die ITS-90. Das Verfahren dazu besteht in einem Vergleich und wird *Kalibrierung* genannt [DIN1319-1-95, S. 22]. Wenn die Vergleiche mit *Normalen* vorgenommen werden, die über eine ununterbrochene Kette auf SI-Einheiten zurückgeführt werden können [DIN10012-03, S. 32], sind die Messergebnisse *rückführbar*. Die Rückführbarkeit wird anhand der Kalibrierhierarchie-Pyramide in Abb. 2.6 veranschaulicht. Die *Primärnormale* sind die Fixpunkte FP und die Thermometer, die zur Darstellung der ITS-90 bei Nationalen Metrologieinstituten (NMI) dienen. Mit diesen Primärnormalen werden Temperatursensoren kalibriert, die als *Bezugsnormale* bei Kalibrierlaboratorien zum Einsatz kommen, z. B. Standard-Platinwiderstandsthermometer SPRT.

Mit den Bezugsnormalen wiederum werden *Gebrauchsnormale*, z. B. industrielle Widerstandsthermometer oder Edelmetall-Thermoelemente kalibriert. Mit ihnen werden andere Thermometer als Prüfgerät kalibriert, die ihre Verwendung außerhalb von Kalibrierlaboratorien finden. Die Unsicherheit der Kalibrierung nimmt in Richtung der Pyramidenbasis zu (siehe Pfeil in Abb. 2.6), dagegen sinkt der Kalibrier- und Zeitaufwand in derselben Richtung. Kleine

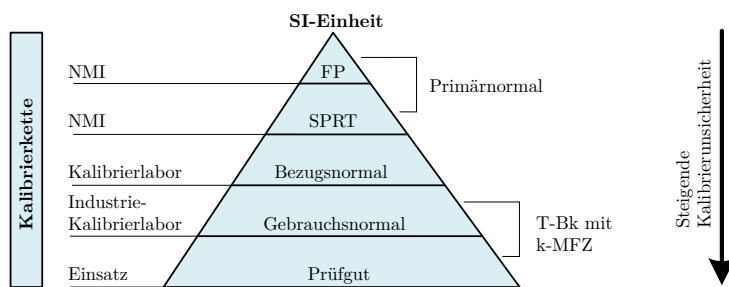


Abbildung 2.6: Kalibrierhierarchie angelehnt an [Ber04, S. 440]. Temperatur-Blockkalibrator T-Bk mit integrierter kompakter Mehrfachfixpunktzelle k-MFZ.

Unsicherheiten bei der Kalibrierung stellen hohe Anforderungen an die benutzten Geräte und Methoden [Ber04, S. 429].

Für eine Kalibrierung muss das zu kalibrierende Thermometer (der *Prüfling*) das thermische Gleichgewicht mit einem Medium bekannter Temperatur (die *Referenz*) in einem räumlich möglichst homogenen und zeitlich stabilen Temperaturprofil erreichen. Diese Voraussetzungen werden innerhalb von Fixpunktzellen (*Fixpunktkalibrierung*) oder innerhalb von Bädern oder Blockkalibratoren (*Vergleichskalibrierung*) erfüllt.

Fixpunktkalibrierung: Bei einer Fixpunktkalibrierung wird die Referenztemperatur und das Medium durch ein Fixpunktmaterial bereitgestellt. Die Temperatur ist die konstante Fixpunkttemperatur (ϑ_{FP} in Abb. 2.7) der ITS-90 während des Phasenübergangs eines Fixpunktmaterials. Sie ist universell reproduzierbar, wenn das Fixpunktmaterial hochrein ist (99,9999 %) und die Zelle wie beispielsweise in Abbildung 2.7 aufgebaut wird. Das Fixpunktmaterial befindet sich in einem axialsymmetrischen Tiegel, hergestellt aus hochreinem Graphit, eingehaust in einem Quarzbehälter. Isolationsmaterial hilft Wärmeverluste zur Umgebung zu vermeiden und abwechselnde Lagen von Graphit- und Isolierlingen dienen zur Verringerung von axialen Temperaturgradienten. Der Prüfling wird in das Quarz-Tauchrohr der Zelle eingetaucht, so dass sich die Bedingung $\vartheta_S \approx \vartheta_{FP}$ (in Abb. 2.7) erfüllt. Die Fixpunktzelle wird bei Normaldruck (101,325 kPa) und unter Schutzgasatmosphäre betrieben. Letzteres, damit das Fixpunktmaterial und die Graphitteile nicht oxidieren. Der Gasdruck muss hierbei geregelt werden, da er Einfluss auf die Phasenumwandlungstemperatur hat (Schmelzdruckkurve in der Projektion p - ϑ in Abb. 2.3). In der Regel werden Bezugsnormale bei den Fixpunkten kalibriert, die später als Referenz für Vergleichskalibrierungen zu Einsatz kommen [Ber04, S. 439]. Die gesamte Fixpunktzelle wird in einen Ausgleichsblock oder ein Wärmerohr (ab 420 °C) eingebracht und in einem Rohrofen, meist senkrecht angeordnet, betrieben [Ber04, S. 448].

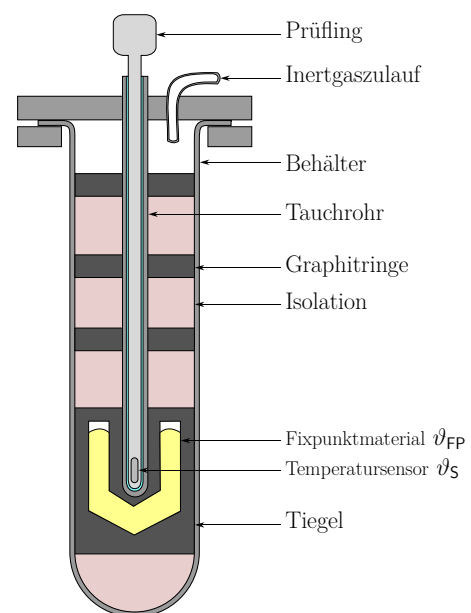


Abbildung 2.7: Schematische Darstellung einer Metallfixpunktzelle der ITS-90 angelehnt an [Ber04, S. 447] und [Nic01, S. 109].

Vergleichskalibrierung: Bei einer Vergleichskalibrierung wird die Referenztemperatur (ϑ_N in Abb. 2.8) durch ein Thermometer, das auf einer höheren Stufe der Kalibrierhierarchie-Pyramide (Abb. 2.6) als Prüfling (ϑ_S in Abb. 2.8) kalibriert wurde und nun als Normal verwendet wird, zur Verfügung gestellt. Als Medium (ϑ_B in Abb. 2.8) kommt entweder eine Flüssigkeit in einem Badthermostat im Temperaturbereich von typischerweise -180 °C bis 300 °C [Ber04, S. 498] oder ein Metall-Ausgleichsblock in einem Temperatur-Blockkalibrator im Temperaturbereich von 50 °C bis 1100 °C [Ber04, S. 509] zum Einsatz. Das Medium wird durch eine Heizung auf eine stabile Temperatur gebracht, wobei das Regelthermometer als Eingangssignal für die Regelung dient. Der Prüfling wird so nah wie möglich am Referenzthermometer positioniert (Voraussetzung für die Kalibrierung $\vartheta_B \approx \vartheta_N \approx \vartheta_S$ in Abb. 2.8).

Ferner könnte als Medium für eine Vergleichskalibrierung ein Ausgleichsblock (hergestellt aus Metall oder Keramik) oder ein Wärmerohr in einem Rohröfen dienen. In diesem Fall ist der Einsatztemperaturbereich von diesen Komponenten abhängig [Ber04, S. 506, 507].

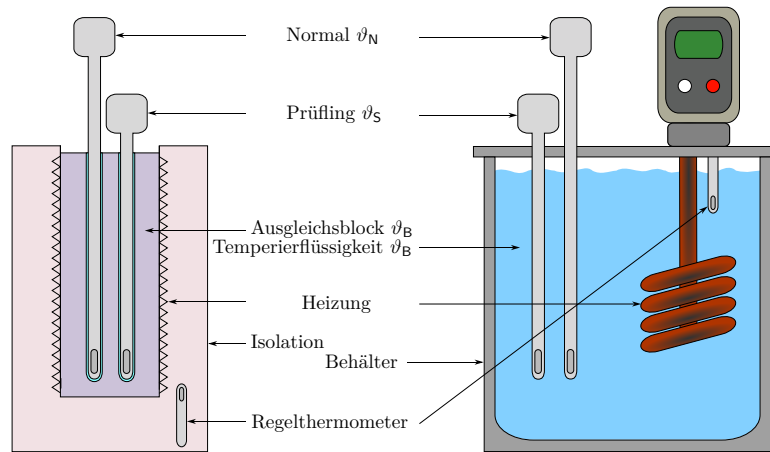


Abbildung 2.8: Schematische Darstellung eines Temperatur-Bockkalibrators (links) und eines Badthermostats (rechts), angelehnt an [Ber04, S. 496, 510] und [Nic01, S. 109]

Tabelle 2.1: Vor- und Nachteile von Badthermostaten (BTs) Temperatur-Blockkalibratoren (T-Bks) benutzt als Temperiereinrichtungen TeEn.

TeEn	Vorteile	Nachteile
BTs	Thermische Kopplung zwischen Normal und Prüfling mittels Temperierflüssigkeit. Geringere Wärmeableitung der Thermometer zur Umgebung wegen räumlich und zeitlich stabilem Temperaturfeld, dementsprechend häufig geringere Messunsicherheit als bei T-Bks.	Beschränkung der maximalen Einsatztemperatur durch die Temperierflüssigkeit. Größe und Transport der Flüssigkeit für einen Feldeinsatz nachteilig [Ber04, S. 495].
T-Bks	Kompakte tragbare Bauform und hohe maximale Einsatztemperatur verglichen mit BTs.	Luftschichten zwischen Ausgleichsblock und Thermometer (thermische Widerstände). Radiale Temperaturgradienten zwischen Prüfling und Normal und axiale Temperaturgradienten durch Wärmeströme entlang der Thermometerschutzrohre zur Umgebung (Wärmeableitfehler) [Ber04, S. 509]. Letzteres stellt den größten Beitrag zur Messunsicherheit dar [Nie11].

2.5 Methoden zur Modellierung und Simulationen

Ein Modell ist eine mathematische Beschreibung eines physikalischen Systems. Berechnungen mit einem Modell werden als Simulationen bezeichnet. Ziele einer Simulation sind wissenschaftliche Erkenntnisse über das physikalische System zu gewinnen, sein Verhalten vorherzusagen oder es zu steuern oder zu regeln [Obe10, S. 92]. Es gibt eine Vielzahl von Methoden zur Simulation. Die verwendete Theorie für die Beschreibung des Modells und die Durchführung der Berechnung geben der Methode den Namen, bspw.:

- Finite-Elemente-Methode, FEM: Unterteilung bzw. Diskretisierung des Systems in kleinere finite Systeme [Zie94, S. 1].
- RC-Methode: Thermisches Modell in Analogie zum Ohmschen Gesetz der Elektrotechnik (Abschnitt 2.2).
- Systemidentifikation: Ermittlung der Übertragungsfunktion des Systems nach Anregung, z. B. Sprungfunktion [Oga99, S. 60].
- Analytische Methode: Analytische mathematische Beschreibung für einfache Systemgeometrien, „exakte Lösung“ [Zie94, S. 1].

Die in dieser Arbeit verwendeten Simulationsmethoden werden in den folgenden Abschnitten näher erläutert.

2.5.1 Finite-Elemente-Methode (FEM), thermische Simulationen

Bei der Finiten-Elementen-Methode wird die Geometrie eines Gesamtsystems in eine endliche (finite) Anzahl von Teilgebieten mit vordefinierter einfacher Geometrie unterteilt bzw. diskretisiert. Diese Teilgebiete werden als Elemente und die Verbindung zwischen ihnen als Knoten bezeichnet. Verbindungen zwischen unterschiedlichen Bauteilen (Bauteile A und B in Abb. 2.9) in einem System werden als Kontakte definiert. Elemente und Knoten bilden das Netz der Systemgeometrie (Abb. 2.9). Die Netzqualität kann quantitativ nach unterschiedlichen Maßstäben bewertet werden. Einer davon ist die Schiefe. Damit wird das Verhältnis zwischen einem idealen Element (z.B. gleichseitiges Dreieck) und dem im Netz vorhandenen Element angegeben. Ein Wert von 0 entspricht dem idealen Element. Werte größer 0,75 sind bei der Vernetzung zu vermeiden [Ans10, S. 123].

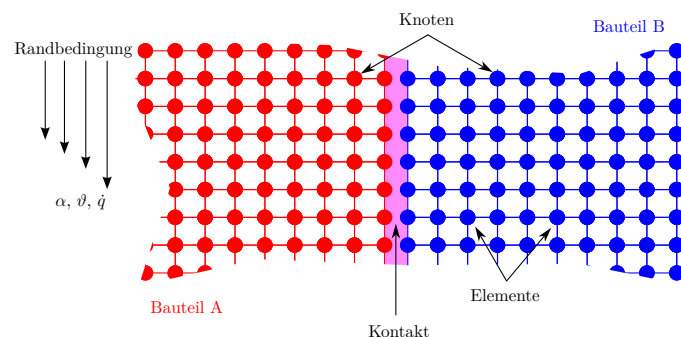


Abbildung 2.9: Netz eines Finiten-Elemente-Methode Modells.

Das Verhalten jedes Elements wird mit Differentialgleichungen beschrieben, die das Minimum der potentiellen Energie, Ritz-Verfahren [Zie94, S. X], [Gro09, S. 30] ausdrücken (Gleichung (2.24) für eine thermische Simulation). Die potentielle Energie Π setzt sich aus der Summe der inneren und der zu- und abgeführten Energien eines Elements zusammen [Gro09, S. 36]. Dies ergibt ein algebraisches Gleichungssystem, das vom Freiheitsgrad bestimmt wird. Bei einer thermischen Simulation ist das die Temperatur T [Gro09, S. 1]. Die individuellen Lösungen der einzelnen Elemente werden zu der Lösung des Gesamtsystems zusammengefügt. Das Diskretisieren in Elemente mit einfacher geometrischer Form erlaubt die Durchführung von Berechnungen für sehr komplexe Geometrien. Dabei können mit einer großen Anzahl an Elementen annähernd Ergebnisse analytischer Methoden erreicht werden.

$$\frac{\partial \Pi\{T\}}{\partial \{T\}} = 0 \quad (2.24)$$

Die Temperatur wird durch Lösung der Wärmeleitungsgleichung (2.25) berechnet, nachdem an den Systemgrenzen thermische Randbedingungen (z. B. Wärmeübergangskoeffizient α , Oberflächentemperatur ϑ oder Wärmestromdichte \dot{q} in Abb. 2.9) definiert wurden [Inc00, S. 56]. Es gibt drei Arten von thermischen Randbedingungen [Inc00, S. 60]:

- Dirichlet-Randbedingung: Konstante Oberflächentemperatur
- Neumann-Randbedingung: Konstante Wärmestromdichte
- Cauchy-Randbedingung: Konvektion

Die Wärmeleitungsgleichung ist eine andere Schreibweise des Energieerhaltungssatzes (erster Hauptsatz der Thermodynamik Gleichung (2.2)) und sagt aus, dass die Änderung des Energieaustauschs durch Wärmeleitung (λ) in einem Volumen plus die zugeführte Energie (\dot{q}) gleich der im Volumen gespeicherten thermischen Energie (Dichte ρ und spezifische Wärmekapazität c) ist. Im statischen Fall gibt es keine Temperaturänderung mit der Zeit t und dementsprechend keine Änderung der gespeicherten thermischen-Energie.

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial z} \right) + \dot{q} = \rho c \frac{\partial T}{\partial t} \quad (2.25)$$

Bei einer nichtlinearen Berechnung sind die Randbedingungen und/oder die Stoffeigenschaften temperaturabhängig. Bei der Simulation eines Phasenüberganges eines Fixpunktmaterials muss die Enthalpie temperaturabhängig definiert werden, um damit einen Sprung der latenten Wärme L nachbilden zu können [Gro09, S. 15].

Eine Simulation eines FEM-Modells wird in drei Phasen geteilt [Moa99, S. 6]:

- Preprozess-Phase: Diskretisierung des Systems, Definition der Randbedingungen und Aufstellung der Differentialgleichungen.
- Lösungsphase: Bestimmung der Freiheitsgrade, Speicherung der Ergebnisse.
- Postprozess-Phase: Auswertung der Ergebnisse.

In dieser Arbeit werden neben zumeist thermischen FEM-Simulationen auch statisch-mechanische und strömungsmechanische Simulationen durchgeführt. Analog zu der bereits vorgestellten Herangehensweise wird die lineare Elastostatik für ein Element nach dem Hooke'sche Federgesetz berechnet (statisch-mechanisch). Hier sind die Freiheitsgrade Verschiebungen und Rotationen der Knoten, während die Randbedingungen eingeleitete Kräfte darstellen [Rie00, S. 21]. In der Strömungsmechanik wird unter anderem die Navier-Stokes Gleichungen verwendet. Das Spektrum dieser Gleichungssysteme ist sehr breit, deswegen wird auf [Ans13] verwiesen. Geschwindigkeiten, Drücke und Temperaturen können in der Strömungsmechanik als Randbedingung definiert oder als Ergebnis ausgewertet werden.

2.5.2 Reduktion der Modellordnung (MOR) eines Finite-Elemente-Modells

Mit dem wachsenden Bedarf an einer realitätsnahen Nachbildung physikalischer Systeme, steigen die Anforderungen an die für die Simulation benutzten Rechner, was sich in einer großen Speicher- und Rechenleistung sowie einer langen Rechenzeit widerspiegelt. Ein Weg dies zu umgehen ist eine Reduktion der Modellordnung (Anzahl von Knoten eines FEM-Modells) des Systems. Hierbei wird eine Projektionsmatrix (V in Gleichung (2.26)) gefunden,

die die Projektion des Zustandsraums [Oga99, S. 70] des FEM-Modells (X) auf einen Zustandsraum niederer Ordnung (x_r) mit einem kleinen Approximationsfehler (ϵ_f) erlaubt [Rud06].

$$X = V \cdot x_r + \epsilon_f \quad (2.26)$$

Das reduzierte Modell ist unabhängig von Randbedingungen, was die Durchführung von Frequenzgang- und transiente System-Simulationen ermöglicht [Göd12]. Zusammengefasst werden die Differentialgleichungssysteme von FEM-Simulationen durch Verhaltensmodelle, z. B. Übertragungsfunktionen, approximiert. Ziel ist es, nicht nur schnellere Simulationen durchzuführen, sondern auch die Grundlage für den Entwurf eines Reglers für das System zu erhalten.

Die Gleichungen (2.27) und (2.28) stellen die mathematische Beschreibung des temperaturbezogenen reduzierten Zustandsraums (x_r gemäß Gleichung 2.26) dar. Diese ist wiederum eine Umschreibung der Wärmeleitungsgleichung (2.25). Die Matrizen A_r , B_r und C_r werden nach der Reduktion erhalten. Die Matrix D_r ist für Systeme erster Ordnung (nicht gedämpft) gleich Null. Beliebige Randbedingungen und Auswertepunkte des Systems können vor der Modellreduktion definiert werden und bleiben erhalten. Das reduzierte System hat n Knoten, p Randbedingungen und q Auswerte- oder Messpunkte (Abb. 2.10). Die Matrizen A , B , C und D stellen den Zustandsraum des FEM-Modells (X gemäß Gleichung (2.26)) dar. Dies hat ebenso p Randbedingungen und q Auswerte- oder Messpunkte. Die Größe N entspricht der Anzahl der Knoten.

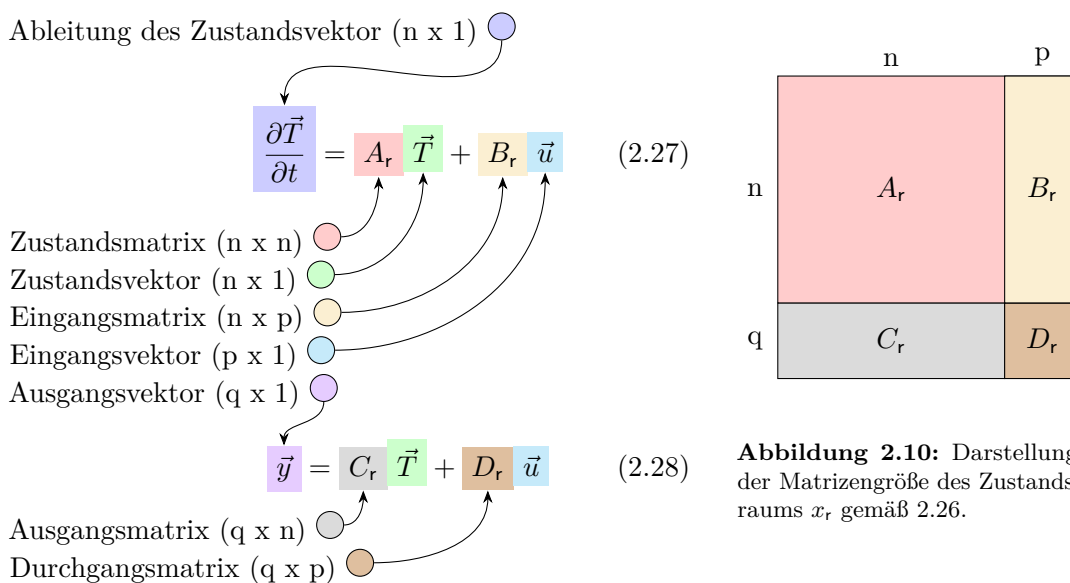


Abbildung 2.10: Darstellung der Matrixgröße des Zustandsraums x_r gemäß 2.26.

Es gibt hauptsächlich zwei Verfahren für die Modellreduktion: Die Singular Value Decomposition (SVD) [Ant05, S. 171] und die Krylow-Unterraum-basierte Approximationsmethode [Ant01, S. 279]. SVD-Verfahren können sowohl für lineare als auch für nicht-lineare Systeme angewendet werden. Sie sind aber, wegen der großen Anzahl von Berechnungsschritten bis hin zum reduzierten Modell, auf relativ kleine Systeme beschränkt (1000 Freiheitsgrade, [Ant05, S. 277]). SVD-Verfahren werden zu den Verfahren der Systemidentifikation (Blackbox Modell) zugeordnet [Sal05]. Das Krylow-Unterraum-basierte Verfahren kann nur für lineare Systeme eingesetzt werden. Diese dürfen aber bis 250000 Freiheitsgrade bzw. Knoten haben [Ant05, S. 284], [Rud06]. Zu Krylow-Unterraum-basierten Verfahren gehört der Arnoldi-Algorithmus

zur Modellordnungsreduktion, der von besonderem Interesse für diese Arbeit ist. Ziel dieses Verfahrens ist die Beschreibung der Übertragungsfunktion des Modells höherer Ordnung mittels einer Taylorreihenentwicklung, um dann ein reduziertes Modell zu finden, das die gleichen ersten Koeffizienten der Taylorreihe beinhaltet. Dies wird unter Verwendung der Projektionsmatrizen der Krylow-Unterräume erreicht. Die Krylow-Unterräume werden mit dem Arnoldi-Algorithmus berechnet.

2.6 Probabilistische Berechnungen von Simulationsmodellen

Ein Modell enthält Variablen, die Stoffeigenschaften (λ , ρ und c in der Wärmeleitungsgleichung (2.25)), geometrische Größen (x , y und z in der Gleichung (2.25)) oder Energieeinträge (\dot{q} in der Gleichung (2.25)) u. a. entsprechen können. Die Durchführung einer einzelnen Berechnung des Modells mit definierten konstanten Variablen ergibt ein einzelnes Ergebnis (T in der Wärmeleitungsgleichung (2.25)), welches als deterministisch bezeichnet werden kann (Abb. 2.11) [Bec77, S. 5]. Mehrere deterministische Berechnungen, bei denen die einzelnen Werte der Variablen mit Unsicherheiten behaftet sind bzw. einer Wahrscheinlichkeitsverteilung (Abschnitt A.4) folgen [Bec77, S. 65–77], stellen dagegen eine probabilistische Berechnung dar. In diesen Fall werden diese wahrscheinlichkeitsbehafteten Variablen als Eingangsparameter ($b_1 \dots b_n$ in Abb. 2.11) gesetzt. Durch die Kombination der Eingangsparameter in einer probabilistischen Berechnung des Modells haben die Ergebnisse (= Ausgangsparameter, y_1 in Abb. 2.11) ebenso eine Verteilungsfunktion bzw. eine Unsicherheit [Voi09, S. 15]. Jede deterministische Berechnungen innerhalb der probabilistischen Berechnung kann als Stichprobe bezeichnet werden.

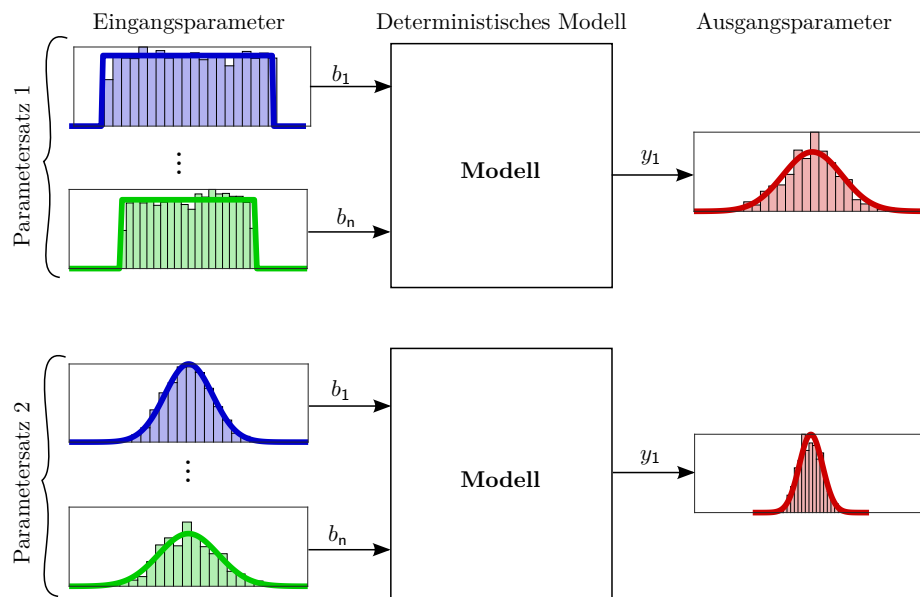


Abbildung 2.11: Schematische Darstellung einer probabilistischen Berechnung angelehnt an [Voi09, S. 15].

Die Kombination der Eingangsparameter untereinander wird durch Pseudozufallszahlgeneratoren mit sogenannten Sampling-Methoden generiert und bildet den Parameterraum der Stichproben. Die Kombination kann unsystematisch, wie bei Monte-Carlo Simulationsverfahren

ren (MCS) [Voi09, S. 40] oder systematisch wie beim Advanced-Latin-Hypercube-Sampling (ALHS), generiert werden. Beim ALHS wird die Breite der Verteilungsfunktion durch die Anzahl der Stichproben geteilt. Dadurch ist es möglich, den Parameterraum im gesamten Bereich auch mit wenigen äquidistanten Stichproben beschreiben zu können [Voi09, S. 45]. Der Umfang der mit dem ALHS-Verfahren generierten Stichprobe kann zehn mal kleiner sein als der mit MCS-Sampling generierten [Dyn12, S. 7].

Sensitivitätsanalyse: Nach einer probabilistischen Berechnung mit rechteckverteilten Eingangsparametern (Parametersatz 1 in Abb. 2.11) werden Korrelationen zwischen den Ein- und Ausgangsparametern gesucht und ausgewertet [Dyn12, S. 9], [Adu00, S. 6–1]. Korrelierte Eingangsparameter werden als sensitiv bezeichnet, weil ihre Änderung eine Änderung eines Ausgangsparameters ergibt. Antwortflächen werden durch eine Polynom-Regression der Ausgangsparameter als Stützpunkte generiert. Diese Form der Beschreibung des Modells durch Antwortflächen wird als Metamodell bezeichnet. Die Qualität dieser Beschreibung wird mit einem Bestimmtheitsmaß R^2 gemessen [Dyn12, S. 10] [Voi09, S. 55]. Bei der in dieser Arbeit benutzten Software optiSLang wurde durch die Firma Dynardo ein eigenes Metamodell, genannt Metamodel of Optimal Prognosis *MoP*, mit einem eigenen Bestimmtheitsmaß, genannt Coefficient of Prognosis *CoP*, entwickelt. Die Qualitätswerte *CoP* des Metamodells variieren zwischen 0 % und 100 %. Ein *CoP* von 100 % bedeutet, dass das Metamodell exakt das Modell nachbildet. *CoP*-Werte werden auch für die einzelne Eingangsparameter ausgewertet, wobei ihre Korrelation bzw. Sensitivität auf die Ausgangsparameter angegeben wird [Dyn12, S. 16]. Durch die Sensitivitätsanalyse kann die Anzahl der Eingangsparameter auf die für die Ausgangsparameter relevanten beschränkt und dementsprechend reduziert werden.

Robustheitsbewertung: Werden bei einer probabilistischen Berechnung neben der Rechteckverteilung weitere Wahrscheinlichkeitsverteilungen der Eingangsparameter angesetzt, spricht man auch von einer Robustheitsbewertung (Parametersatz 2 in Abb. 2.11) [Dyn12, S. 49]. Ferner kann die Variation der Ausgangsparameter beschränkt werden [Voi09, S. 33].

Optimierung: Auf den Antwortflächen des Metamodells kann eine (deterministische) Optimierung durch Lösung einer Maximierungs- oder Minimierungsaufgabe der Ausgangsparameter des Modells erfolgen. Eine Berechnung auf den Antwortflächen wird deutlich schneller als eine Optimierung des deterministischen Modells sein. Metamodelle erlauben die Berechnung mehrerer Kombinationen der sensitiven Eingangsparameter in einer sehr kurzen Zeit [Dyn12, S. 19]. Für eine Optimierungsaufgabe stehen unterschiedliche Lösungsverfahren zur Verfügung. Tabelle 2.2 gibt einen Überblick.

Tabelle 2.2: Übersicht Optimierungsalgorithmen. Eingangsparameteranzahl PA.

Basisverfahren	Algorithmen	Optimum	PA
Gradient [Dyn12, S. 22]	NLPQL: Nonlinear Programming by quadratic Lagrangian	Global	< 20
Antwortfläche [Dyn12, S. 16]	ARSM: Adaptive Response Surface Method	Global	< 20
Population [Dyn12, S. 27]	EA: Evolutionary Algorithms <ul style="list-style-type: none"> • GA: Genetic Algorithms • ES: Evolution Strategies • EP: Evolutionary Programming PSO: Particle Swarm Optimization	Lokal	> 20

Gradientbasierte und Antwortflächen-Verfahren benötigen mehr Berechnungen als populationsbasierte Algorithmen, liefern aber das globale Optimum des Metamodells.

2.7 Validierung und Prognosefähigkeit von Simulationsmodellen

Nach der American Society of Mechanical Engineers ASME entspricht die Validierung eines Simulationsmodells der Bewertung des Übereinstimmungsgrades des Modellverhaltens mit der Realität [Obe10, S. 29]. Eine einfachere Definition für Validierung wäre der Vergleich von Simulations- mit Messergebnissen. Solche Vergleiche können in verschiedener Form erfolgen [Obe10, S. 471]. Tabelle 2.3 zeigt 4 Formen und ihre jeweiligen angewandten Methoden zur Validierung von Simulationsmodellen.

Tabelle 2.3: Formen und Methoden zur Validierung von Simulationsmodellen.

Form	Methode	Voraussetzungen
Qualitativ	Graphischer Vergleich	Graphische Darstellung Mess- und Simulationsergebnisse z. B. Thermographie-Bild und Temperaturverteilung aus FEM-Simulation
Diskret	Punkt/ Kurve Vergleich	Punkt/ Kurve Mess- und Simulationsergebnisse
Bereich	Vergleich Punkt/ Kurve Simulation in Messergebnisbereich	Punkt/ Kurve Simulationsergebnisse. Unsicherheiten Messergebnisse nach GUM [JCGM 100:08]
Probabilistisch [Fer08], [Liu11]	Statistische Test <ul style="list-style-type: none"> • Kolmogorow-Smirnow-Anpassungstest [Voi09, S. 27] • Kullbach-Leibler-Divergenz [Obe10, S. 526] Satz von Bayes [Obe10, S. 483] Frequentist's Metric [Obe10, S. 484], [Liu11] Minkowski-Abstand erster Ordnung. Area-Metrik Methode	Unsicherheiten Mess- und Simulationsergebnisse

Simulationsmodelle werden validiert, um mit dem validierten Modell Optimierungen durchzuführen. Die Simulationsergebnisse des optimierten Modells können i. d. R. nicht validiert werden. Deswegen sollte das Modell bei der Validierung nach seiner Prognosefähigkeit bewertet werden. Damit wird die Fähigkeit des Modells gemessen, unter Bedingungen für die es noch nicht validiert wurde, ein Ergebnis vorherzusagen [Obe10, S. 39].

In dieser Arbeit wird die Validierung eines Simulationsmodells nach einer Erweiterung der Area-Metrik-Methode quantifiziert. Die Area-Metrik Methode wurde von Ferson [Fer08] vorgeschlagen. Damit wird die Fläche zwischen den Verteilungsfunktionen (Abb. A.4.1 rechts) der Mess- und Simulationsergebnisse gemessen. Eine Metrik (Fläche) von 0 Einheiten bedeutet, dass die kumulierten Verteilungen aufeinander liegen und die Mess- und Simulationsergebnisse im gesamten Bereich der Unsicherheiten gleich sind. Je größer die Metrik desto schlechter spiegeln die Simulationsergebnisse die Messergebnisse wider.

Der Einsatz der Area-Metrik-Methode setzt die Auswertung von Simulationsergebnissen mit Unsicherheiten voraus. Diese Unsicherheiten entstehen teilweise nach der Variation von Eingangsparametern in einer probabilistischen Berechnung. Zusätzliche Unsicherheiten entstehen durch die Vereinfachungen und Annahmen in der Konzeptualisierung der Modellgeometrie, durch die definierte Konvergenztoleranzen der numerischen Berechnung sowie durch Interpolation zwischen diskreten Zeitschrittweiten der Ergebnisse [Obe10, S. 117].

2.8 Kapitelzusammenfassung

Die Zusammenhänge zwischen der Thermodynamik und den Phasenübergängen reiner Substanzen mit der thermodynamischen- und der praktischen Temperaturskala wurden in diesem Kapitel vorgestellt. Darüber hinaus wurden die Wärmeübertragungsmechanismen als Grundlage der Berührungstemperaturmessung und der thermischen Simulationen eingeführt. Die Simulationmethoden der Finiten-Elemente und der Modellordnungsreduktion, ausgerichtet auf die thermische Aufgabenstellung, wurden erläutert. Ferner wurden die Konzepte von probabilistischen Simulationen ausgearbeitet. Zuletzt wurde die Validierung von Simulationsmodellen, insbesondere bei der Betrachtung von Unsicherheiten der Mess- und Simulationsergebnisse, dargelegt. Die in diesem Kapitel vorgestellte Thematik enthält die theoretischen Grundlagen für die Bearbeitung dieser Dissertation.

3 Stand der Technik

In diesem Kapitel wird der Stand der Technik der für die vorliegenden Arbeit relevanten Thematik vorgestellt. Es werden die Kalibrierung von Thermometern durch die zwei existierenden Methoden, Fixpunkt- und Vergleichskalibrierung, behandelt. Dabei wird sich auf definierte Merkmale von Mehrfachfixpunktzellen und Temperatur-Blockkalibratoren fokussiert. Unter den Merkmalen werden z. B. erreichbare Unsicherheiten, Größe und Materialien betrachtet. Darüber hinaus wird die Anwendung von numerischen Simulationen thermischer Systeme ausgeführt sowie das Vorgehen bei der Berechnung ihrer Unsicherheiten und deren Berücksichtigung für die Validierung der Simulationsergebnisse dargelegt.

3.1 Fixpunktkalibrierung von Thermometern

Mit einer Fixpunktkalibrierung (Abb. 2.6 und Abschnitt 2.4.3) können für die metallischen Fixpunkte In, Sn und Zn Kalibrierunsicherheiten bis 1 mK ($k = 2$) bei der Realisierung der ITS-90 durch die Nationale Metrologieinstitute erreicht werden. Bei den besten Kalibrierlaboratorien erhöht sich diese Unsicherheit bis 2,5 mK ($k = 2$) [Ber14, S. 505]. Im Kalibrierlabor am Institut für Prozessmess- und Sensortechnik liegen diese bei maximal 5 mK ($k = 2$) (Tab. 7.2). Der größte Unsicherheitsbeitrag der Fixpunkttemperatur entsteht durch im Material gelöste Verunreinigungen [Pea16]. Fixpunktzellen werden wie in Abbildung 2.7 gebaut und enthalten typischerweise 100 cm³ bis 150 cm³ hochreines Fixpunktmaterial. Sogenannte „slim“ Fixpunktzellen werden mit ca. 1/5 des Fixpunktmaterials einer großen Fixpunktzelle gebaut (Entspricht 20 cm³ bis 30 cm³ Fixpunktmaterial). Um die Unsicherheiten einer großen Fixpunktzelle zu erreichen, werden die Ofenbedingungen bei der Fixpunktkalibrierung angepasst [Fah11]. Aufgrund seiner hohen Wärmeleitfähigkeit, seiner einfachen Bearbeitbarkeit, seiner mechanischen Beständigkeit, dem hohen Emissionsgrad und vor allem, weil es chemisch gegenüber dem Fixpunktmaterial inert ist [Xia04], wird für die Tiegelherstellung in der Regel Graphit verwendet.

3.1.1 Mehrfachfixpunktzellen

Mehrfachfixpunktzellen werden mit dem Ziel entworfen Fixpunktkalibrierungen, hinsichtlich der benutzten Ofenapparatur und der Kalibrierprozedur zu vereinfachen und zeitlich zu verkürzen. Fixpunktzellen, die mehrere Kammern mit demselben Fixpunktmaterial besitzen, um die Temperaturhomogenität bei der Phasenumwandlung nach einer adiabatischen Methode zu verbessern [Fai10], werden hier nicht behandelt.

Die Konstruktion einer Zelle mit koaxialer Anordnung der Fixpunktmaterialien wurde von Schalles [Sch07] vorgestellt. Diese enthält die Fixpunktmaterialien Sn, Zn und Al in einem Al₂O₃-Tiegel und wurde mittels FEM-Simulationen optimiert entworfen [Sch09a]. Aus dem beschriebenen Befüllungsprozess kann angenommen werden, dass die Ausgangsformen der Fixpunktmaterialien Granulat oder Pellets waren. Die Zelle wurde in einem Rohrofen innerhalb eines Natriumwärmerohres unter Argonspülung betrieben und hatte als Zielanwendung die Kalibrierung von Strahlungsthermometern. Eine Messunsicherheitsbetrachtung der ermittelten Fixpunkttemperaturen wurde auch veröffentlicht [Sch09b].

Kim [Kim08] hat eine Fixpunktzelle für die Kalibrierung von Thermoelementen im Bereich vom 660 °C bis 1100 °C mit den Fixpunktmaterialien Al, Ag und Cu vorgestellt. Die Kammern der Fixpunktmaterialien verlaufen entlang der Zylinderachse und sind radial verteilt. Ihr Querschnitt ist bohnenförmig. Die Zelle wurde aus Graphit hergestellt und mit kontrolliertem Druck unter Schutzgas betrieben (ähnlich Abb. 2.7). Die Stabilität der Fixpunkttemperatur und die Beständigkeit der Plateaumerkmale wurden in einer Langzeitmessung über 1000 h bei 1100 °C untersucht [Kim16]. Eine festgestellte Abnahme der Fixpunkttemperatur sowie eine Änderung in der Plateauform wurden mit Selbstkontaminierung zwischen den Fixpunktmaterialien begründet.

Edler [Edl14] hat ebenso eine Mehrfachfixpunktzelle für die Kalibrierung von Thermoelementen ab 1100 °C untersucht. Diese besteht aus einem Graphitkörper mit einer zentralen Bohrung für die Thermometeraufnahme und 8 zusätzlichen Bohrungen. In diese sind 8 identische Graphittiegel, gefüllt mit eutektischen Kohlenstoff-Metall-Legierungen (Co–C, Ni–C, Pd–C, Rh–C), eingesteckt. Diese können nach einer Kalibrierung ohne zwischenzeitliche Abkühlung ausgetauscht werden, um bei einer anderen Fixpunkttemperatur die nächste Kalibrierung durchzuführen. Die Tiegel wurden mit Drahtstückchen bzw. mit Pulver als Ausgangsmaterial gefüllt und die Fixpunktzelle wurde unter Argonspülung in einem Rohrofen betrieben.

Ongrai [Ong15] hat eine miniaturisierte Mehrfachfixpunktzelle für die in situ Kalibrierung von Thermoelementen bei höheren Temperaturen entworfen. Das Ziel war die Driftkorrektur bedingt durch Materialinhomogenitäten der Thermoelementschenkel. Die Fixpunktzelle enthält zwei eutektische Kohlenstoff-Metall-Legierungen (Co–C, Fe–C) in einem Graphittiegel. Die Fixpunktmaterialien werden durch eine Graphitscheibe innerhalb des Tiegels getrennt und die Fixpunktzelle wurde unter Argonatmosphäre in einem Rohrofen betrieben.

Hao [Hao17] stellte eine Mehrfachfixpunktzelle für in situ Kalibrierung von Strahlungs- und Berührungsthermometern vor, die Ga und Ga-In in teflonbeschichteten Edeltalhtiegeln enthält. Diese besteht aus einem Ausgleichskörper mit 6 Bohrungen für die Aufnahme von 3 Thermometern und 3 Fixpunktzellen. In der unteren Seite befindet sich ein Hohlraumstrahler. Das ganze wird in einem Gefäß, evakuiert unter Inertgasspülung, innerhalb eines Bad-Thermostates betrieben. Die Langzeitstabilität der Fixpunkttemperatur wurde untersucht und liegt innerhalb von 2 mK.

Eine Mehrfachfixpunktzelle für die Kalibrierung von industriellen Widerstandsthermometern mit 3 Fixpunkten wurde von Ragay-Enot untersucht [Rag17]. Die Zelle wurde nach dem Design der Fixpunktzelle vom Kim konstruiert [Kim08]. Enthalten sind als Fixpunktmaterialien die eutektische Legierung In–Zn, Sn und Pb in einem Graphittiegel. Dieser wurde in einem Edelstahlbehälter unter Inertgasatmosphäre evakuiert und verschweißt. Die Zelle wurde in einem Temperatur-Blockkalibrator als Ausgleichsblock betrieben.

Tabelle 3.1 zeigt eine Zusammenfassung der wesentlichen Merkmale der bereits erwähnten Konstruktionen von Mehrfachfixpunktzellen. Zum Vergleich werden die Daten der im Rahmen dieser Arbeit vorgestellten kompakten Mehrfachfixpunktzelle (k-MFZ) in der Tabelle eingetragen.

Tabelle 3.1: Merkmale von Mehrfachfixpunktzellen aus dem Stand der Technik der k-MFZ gegenübergestellt. V : Volumen, FP: Fixpunktmaterial, ϑ_{FP_M} : Ermittelte Fixpunkttemperatur, u : Unsicherheit, r : Reproduzierbarkeit, \varnothing : Durchmesser, l : Länge, Gas: Schutzgas verwendet für Bt: Betrieb oder Bf: Befüllung.

Fixpunktzelle	V / cm^3	FP	$\vartheta_{FP_M} / \text{°C}$	Reinheit / %	$u, (r) (k = 2) / \text{mK}$	Befüllung	Tiegel Material	\varnothing / mm	l / mm	Gas	Anordnung
Schalles	15	Sn	231,920	99,99	77	Granulat	Al_2O_3	50	145	Bt	koaxial
	26	Zn	419,371	99,99	43	oder Pellets					
	38	Al	660,271	99,99	44						
Kim	12	Al	659,963	99,999	70	Granulat	Graphit	30	150	Bt	radial
	14	Ag	961,38	99,9999	120	oder Pellets					
	15	Cu	1084,11	99,9999	240						
Eidler	6	Co-C	1324	99,995	280	Draht - Pulver	Graphit Asche < 5 ppm	30	80	Bt	radial
	6	Ni-C	1328,15	99,996	280	Draht - Pulver					
	6	Pd-C	1492,2	99,99	552	Draht - Pulver					
	6	Rh-C	1657,3	99,97	604	Pulver - Pulver					
	0,18	Fe-C	1148	99,998	(111)	Granulat - Pulver					
	0,18	Co-C	1317	99,995	(110)	Granulat - Pulver					
Hao	2,3	Ga	29,758	99,999	(4)	-	Edelstahl teflonbeschichtet	-	-	Bt	axial
	2,3	Ga-In	15,602	99,9999	(4)	-					
Ragay-Ehot	7,3	In-Zn	143,11	99,999	120	Pellets	Graphit	33	118	Bf	radial
	7,3	Sn	231,7	99,999	100						
	7,3	Pb	327,15	99,999	130						
k-MFZ	8	In	156,641	99,999	49	Vollkörper	Graphit Asche < 15 ppm	48,5	62,5	nein	koaxial
	14,8	Sn	231,909	99,999	59						
	18,3	Zn	419,487	99,995	54						

Die Abbildung 3.1 zeigt die erweiterten Unsicherheiten der Fixpunkttemperaturen der Mehrfachfixpunktzellen über ihre jeweiligen Fixpunkttemperaturen aufgetragen. Daraus lässt sich die Abhängigkeit der Unsicherheit der Fixpunkttemperatur zu der Fixpunkttemperatur selbst erkennen. Ein Verhältnis zum Volumen bzw. Masse oder Ausgangsform des Fixpunktmaterials sowie zur Messmethode besteht nicht. Die Plausibilität der im Rahmen dieser Arbeit ermittelten Unsicherheiten wird in diesem Vergleich bestätigt. Die Ergebnisse von Ongrai und Hao werden in der Abbildung nicht gezeigt, da bei diesen Messungen nur Reproduzierbarkeiten veröffentlicht wurden.

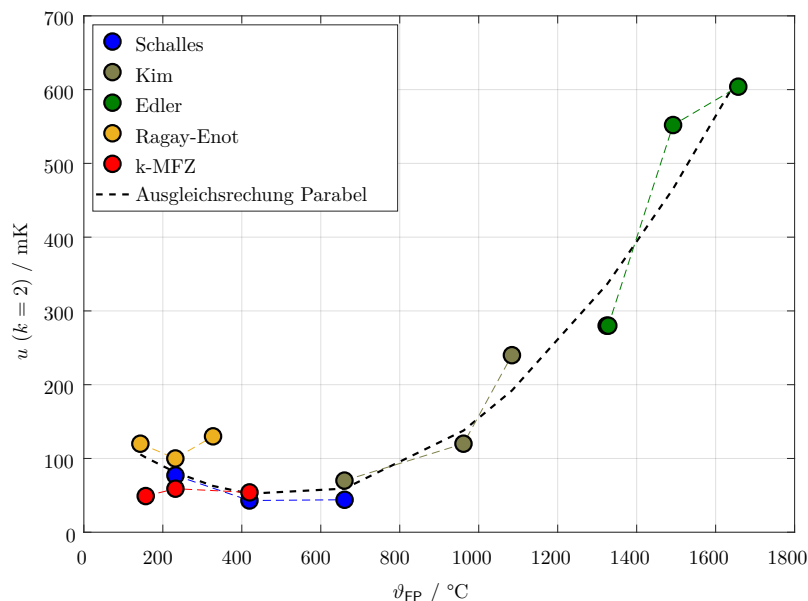


Abbildung 3.1: Erweiterte Unsicherheiten der Mehrfachfixpunktzellen aus dem Stand der Technik der kompakten Mehrfachfixpunktzelle k-MFZ gegenübergestellt.

Alle aus dem Stand der Technik bekannten Mehrfachfixpunktzellen werden mit Schutzgas entweder betrieben oder eingeschlossen. Darüber hinaus wurde keine von ihnen mit Fixpunktmaterialien aus Vollkörperelementen befüllt.

3.1.2 Auswertung der Fixpunkttemperatur für den Schmelzvorgang

Während einer Phasenumwandlung (Schmelze oder Erstarrung) wird dem Fixpunktmaterial Energie zu- oder abgeführt, ohne dass es zu einer Temperaturänderung kommt. Die Temperatur des Fixpunktmaterials bleibt konstant, solange die latente Wärme im Material umgewandelt wird (Abschnitt 2.3). Die konstante Temperatur wird durch ein Plateau charakterisiert ($T(t)$ zwischen T_b und T_e in Abb. 3.2). Die Fixpunkttemperatur wird aus dem Schmelzplateau der Phasenumwandlung nach 5 verschiedenen Auswertemethoden ermittelt. Welche Auswertung die kleinere Reproduzierbarkeit ergibt, ist von der Reinheit und der Menge des Fixpunktmaterials sowie von der Fixpunkttemperatur selbst abhängig. Methoden, die die Fixpunkttemperatur aus der Plateaumitte auswerten sind weniger empfindlich auf Verunreinigungen [Kra11], [Ber14, S. 552]. Die 5 Auswertemethoden sind im Folgenden aufgelistet und in der Abbildung 3.2 gekennzeichnet.

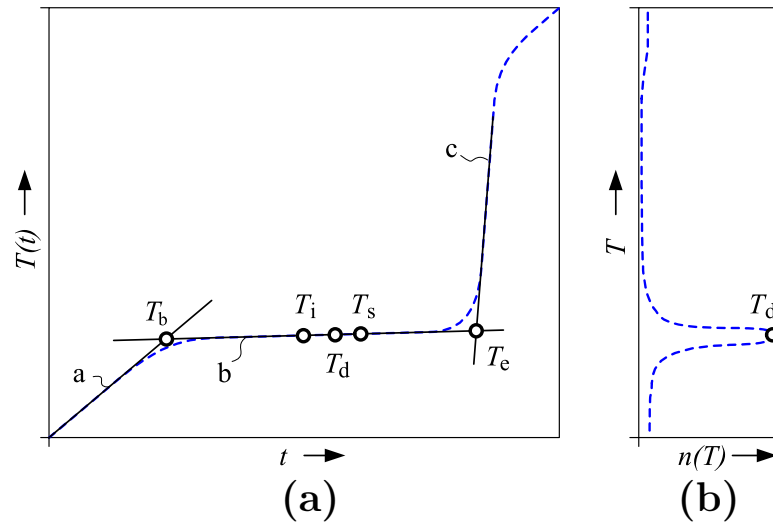


Fig. 6. Schematic diagram of suitable plateau points: (a) temperature T over time t during a phase transition and (b) distribution $T(n)$ of measured temperature values t .

Abbildung 3.2: Auswertemethoden für die Fixpunkttemperatur aus [Kra11].

1. T_b : extrapolierter Plateauanfang aus dem Schnittpunkt zweier Geraden (a, b).
2. T_e : extrapoliertes Plateauende aus dem Schnittpunkt zweier Geraden (b, c).
3. T_i : Wendepunkt einer kubischen Approximationsfunktion für den Schmelzverlauf der Temperaturwerte.
4. T_d : häufigste Temperatur des Histogramms der Plateautemperaturwerte.
5. T_s : Punkt der minimalen Steigung der Temperaturwerte des Plateauverlaufs (nach der ersten Ableitung).

3.2 Vergleichskalibrierung von Thermometern

Vergleichskalibrierungen sind die am häufigsten durchgeführten Kalibrierungen von Thermometern. In Badthermostaten können im besten Fall Unsicherheiten von 20 mK ($k = 2$) bei 180 °C erreicht werden [Ber14, S. 586]. Im Gegensatz dazu sind die erreichbaren Messunsicherheiten in Temperatur-Blockkalibratoren aufgrund der in der Tabelle 2.1 erläuterten Probleme deutlich größer und liegen im besten Fall im Bereich von 50 mK bis 100 mK ($k = 2$) bei 140 °C [Beh10].

Empfehlungen für die Ermittlung der Messunsicherheitsbeiträge bei der Kalibrierung eines Temperatur-Blockkalibrators, sowie den maximalen Durchmesser der Bohrung des Ausgleichsblockes und die minimale Eintauchtiefe der Thermometer werden auf europäischer Ebene in [EUR cg-13-17] und auf nationaler Ebene in [DKD-R 5-4-10] gegeben. Beide Richtlinien überdecken in guter Weise den Temperaturbereich bis 600 °C. Der Bereich bis 1200 °C wurde in [Wer17] gezielt untersucht und daraus werden die kleinsten angebbaren Unsicherheitsbeiträge der axialen Homogenität im Temperaturbereich von 600 °C bis 1200 °C ermittelt.

Im Temperaturbereich bis 450 °C wurden 5 Temperatur-Blockkalibratoren auf dem Markt gefunden. Diese werden in der Tabelle 3.2 mit ihren für diese Arbeit relevanten Merkma-

len dem hier entwickelten Temperatur-Blockkalibrator (T-Bk) gegenübergestellt. In alle 5 Temperatur-Blockkalibratoren werden die zu messenden Thermometer von oben in den Ausgleichsblock gesteckt. Dies führt immer zu einer radialen Anordnung bei der Kalibrierung mit einem externen Referenzthermometer.

Ein zusätzliches wesentliches Merkmal aktueller auf dem Markt zur Verfügung stehender Temperatur-Blockkalibratoren ist die Dynamische Last-Kompensation, DLC, der Referenz-Temperaturkalibratoren, RTC-Series von AMETEK Jofra für die Korrektur der Wärmeableitung [Ame12]. Sie ist mit einer 2-Zonen-Heizung realisiert. Weiterhin enthalten die Temperatur-Blockkalibratoren von Fluke ebenso eine 2-Zonen-Heizung [Flu12]. Blockkalibratoren der TP-Serie von SIKA enthalten eine modellbasierte Temperaturregelung [Fri16]. Damit sind Stabilitäten der Temperatur besser als 2 mK zu erreichen [Fri17b].

Tabelle 3.2: Merkmale kommerziell verfügbarer Temperatur-Blockkalibratoren dem T-Bk gegenübergestellt. ϑ : Temperatur, \varnothing : Durchmesser, l: Länge, Hom. l: homogene Länge, λ : Wärmeleitfähigkeit, H: Höhe, B: Breite, T: Tiefe, P: Leistungsaufnahme.

Hersteller	Typ	Temperaturbereich		Ausgleichsblock			Hom. l bei ϑ_{\max}		Abkühlung		Abmessungen			P / W
		ϑ_{\min} / °C	ϑ_{\max} / °C	\varnothing / mm	l / mm	Material	λ / $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	l / mm	$\Delta\vartheta$ / mK	Dauer / min	ϑ_{\max} / °C	ϑ_{\min} / °C	H B T / mm	
AMETEK [Amel9]	PTC-425	33	425	25,8	155	Messing	113	-	-	25 16	425 100	100 50	363 171 362	1150
Beamex [Beal1]	MB425	35	425	30	-	-	-	40	170	220 100	425 425	35 100	366 203 323	1025
Fluke [Flu12]	9172	35	425	-	203	Messing	113	60	200	220 100	425 425	35 100	366 203 323	1150
Kaye [Amp18]	HTR-420	30	420	60	-	-	-	-	-	40	350	50	345 215 290	1000
SIKA [Sik19]	TP 37450E.2	25	450	60	150	Aluminium	232	40	300	36	450	35	330 210 300	1000
T-Bk		80	430	48,5	202	Kupfer	330	72	55	80 120	415 100	100 25	400 200 200	1168

3.3 Modellierung und Simulationen

Mit der Entwicklung der digitalen Rechentechnik seit den sechziger Jahren und dem darauffolgenden schnellen Zuwachs numerischer Simulationen in Forschungs- und Industrieeinrichtungen wurden immer komplexeren Berechnungen möglich. Dies begünstigte die Einbeziehung von Ergebnissen aus wissenschaftlich-numerischen Berechnungen in Entwicklungsverfahren. Zunächst wurde dies auf Systeme der Luft- und Raumfahrt sowie der Rüstungsindustrie angewendet. Aufgrund der rasanten Entwicklung der Computertechnik werden heutzutage Simulationen vielfältiger Systeme durchgeführt, inklusive ökonomischer und sozialer Systeme. Die Geschwindigkeit des schnellsten Computers der Welt hat sich zwischen 1993 und 2008 alle 4 Jahre verzehnfacht. Deswegen wurde die Simulation, neben der Theorie und der Versuchsdurchführung, zur dritten Säule in der Wissenschaft und dem Ingenieurwesen [Obe10, S. 9].

Die mathematische Beschreibung gängiger physikalischer Prinzipien wurde in kommerzieller Software bereits hinterlegt. Darüber hinaus sind vordefinierte Elemente und das Eintragen der Daten in einer interaktiven Form sowie die Kopplung unterschiedlicher Simulationsdomänen, z. B. thermisch-strukturmechanischer Berechnungen, Stand der Technik [Gro09]. Eine Kopplung von Simulationssoftware unterschiedlicher Hersteller ist nach einer Selbstprogrammierung der Schnittstellen über Freeware auch möglich. Dies wird in [Bus12] sehr ausführlich beschrieben. Eine einfachere Kopplung wird über kommerzielle Software mit vorprogrammierten Schnittstellen, z. B. optiSLang [Dyn12], möglich.

3.3.1 Numerische Berechnung von Fixpunktzellen zur Fixpunktkalibrierung von Thermometern

Thematisch passende bereits durchgeführte Berechnungen von Fixpunktzellen werden hier kurz erläutert. Diese beschränken sich auf thermische Simulationen von Phasenumwandlungen erster Ordnung, sowie die Anwendung von Simulationen thermischer Effekte in Fixpunktmaterialien.

Lehmann [Leh97] stellte Berechnungen selbstkalibrierender Thermoelemente nach einer Modellierung mit Ersatzschaltbildern nach dem Prinzip der elektrothermischen Analogie vor (Abschnitt 2.2). Damit wurden sowohl Schmelz- als auch Erstarrungsvorgänge modelliert und Parameter daraus hergeleitet, die eine optimale Bauform der Thermoelemente bzw. der Fixpunktzellen ermöglichen.

Boguhn [Bog02] hat sich der selben Methode bedient, um die Einflüsse von geometrischen Parametern, Materialeigenschaften und Randbedingungen auf die Plateaumerkmale zweier unterschiedlicher Miniatur-Fixpunktzellen zu untersuchen.

Augustin [Aug06] hat mittels FEM-Simulationen neue Tiegelgeometrien zur vereinfachten Untersuchung von Verunreinigungen im Fixpunktmaterial berechnet. Die Berechnungen wurden mit kommerzieller Software durchgeführt.

Pearce [Pea08] hat den Einfluss thermischer Randbedingungen auf die Plateaumerkmale der Phasenumwandlung einer eutektischen Co-C-Legierung mittels FEM-Simulationen untersucht. Es wurden die Beiträge der axialen Temperaturverteilung des Ofens sowie der Korngrenzen der festen Phasen des Fixpunktmaterials auf die Fixpunkttemperatur berücksichtigt. Die Berechnungen wurden mit der kommerziellen Software COMSOL durchgeführt. Es wurde gefunden, dass eine homogene Temperaturverteilung vorteilhaft ist und dass die Korngrenze die Plateauform zu Beginn der Schmelze aber nicht die Fixpunkttemperatur beeinträchtigt.

Le Sant [Le.S08] hat die numerische Berechnung einer adiabatischen Indium-Fixpunktzelle

vorgestellt. Ziel der Simulationen war es, die thermischen Prozesse während der Phasenumwandlung besser zu verstehen. Es wurde die Schmelzphase mit der Software COMSOL berechnet.

Krizmanic [Kri11] hat den Einfluss der Temperaturverteilung des Ofens auf die Plateaulänge einer Zink-Fixpunktzelle untersucht. Die Berechnungen wurden für den Erstarrungsvorgang mit der kommerziellen Software Fluent durchgeführt.

Batagelj [Bat11] hat sich mit der Berechnung des Einflusses des hydrostatischen Drucks auf die Fixpunkttemperatur durch numerische Berechnungen einer In-Fixpunktzelle befasst. Durch den axial abhängigen Temperaturgradienten während des Phasenwechsels wird ein Wärmestrom hervorgerufen, der die Temperaturverteilung bei der Phasenumwandlung beeinträchtigt. Unterschiedliche Kontaktmaterialien zwischen dem Thermometer und der Fixpunktzelle wurden untersucht. Die Berechnungen wurden mit einer selbstprogrammierten Anwendung durchgeführt.

Machin [Mac11] hat den Einfluss von Fehlern bei der Befüllung von Metall-Kohlenstoff-Eutektika auf die Phasenumwandlung beschrieben. Dafür wurde ein 2D-axialsymmetrisches Modell in ANSYS Fluent berechnet. Die Erkenntnis daraus ist, dass auch bei höheren Temperaturen (berechnet bei 2747 K) die Wärmetransportvorgänge hauptsächlich durch Wärmeleitung stattfinden, wenn Fehleinschlüsse klein sind. Mit ihrer zunehmenden Größe nimmt der Einfluss der Wärmestrahlung zu.

Augustin [Aug12] hat mit der Software ANSYS Workbench Simulationen durchgeführt, um den Einsatz von Fixpunktthermoelementen bei niedrigen Eintauchtiefen zu überprüfen. Trotz der möglichen Abweichungen aufgrund thermischer Effekte konnten Phasenumwandlungen erkannt werden.

Castro [Cas13] hat den Einfluss der Messmethode (Thermoelement und Strahlungsthermometer) auf die Fixpunkttemperatur bei Metall-Kohlestoff-Eutektika untersucht. Die Berechnungen erfolgten mit der Software ANSYS Fluent und ergaben, dass unter Berücksichtigung der Temperaturgradienten des Ofens keine wesentlichen Unterschiede zwischen den zwei Messmethoden vorliegen.

Der selbe Autor [Cas14b] hat sich mit den Unsicherheitsbeiträgen zur Fixpunkttemperatur durch radiale Temperaturgradienten in der Fixpunktzelle und Emissionskoeffizienten der Tiegel bei Metall-Kohlestoff-Eutektika beschäftigt. Die Untersuchungen erfolgten mit einem 2D-axialsymmetrischen Modell in der Software ANSYS Fluent sowie STEEP3. Unterschiedliche axiale Verteilungen der Ofentemperatur wurden untersucht. Die Unsicherheitsbeiträge der untersuchten Effekte sind geringer als bisher berücksichtigt.

Ebenso hat er sich [Cas14a] mit dem Einfluss von Verunreinigungen auf die Phasenfrontentwicklung während der Phasenumwandlung des Platin-Kohlenstoff-Eutektikums befasst. Die Simulationen erfolgten mit einem 2D-axialsymmetrischen-Modell in der Software ANSYS Fluent. Variationsrechnungen mit Änderungen der zu- bzw. abgeführten Energie wurden vorgenommen. Mehr als eine Schmelzfront für das verunreinigte System konnte beobachtet werden.

Large [Lar14] hat den Einfluss der Temperaturverteilung des Ofens sowie der Technik zum Induzieren der Phasenumwandlung mittels der Phasenfeldmethode (Erstarrung mit Keimbildung) erforscht. Die Untersuchungen erfolgten mit einem 2D-axialsymmetrischen Modell in COMSOL an einer mit Zinn gefüllten Fixpunktzelle. Bereits experimentell gezeigte Effekte wurden durch Berechnungen bestätigt.

Batagelj [Bat14] hat Strahlungseffekte zwischen einer Zn-Fixpunktzelle und einem Standard-Platin-Widerstandsthermometer numerisch untersucht. Die Berechnungen erfolgten in einer selbst-programmierten Anwendung in Matlab und C++. Der interne Reflexionseffekt

in den Glasbauteilen der Zelle und des Thermometers konnte mit diesem Modell gezeigt werden.

Bloembergen [Blo15] hat den Einfluss der Temperaturverteilung und der Wärmeträgheit des Ofens, sowie des thermischen Zustands der Fixpunktzelle auf die Phasenumwandlung von Cobalt-Kohlestoff-Eutektika untersucht. Die Wärmeträgheit und der Zustand der Zelle wurden als thermische Widerstände berücksichtigt. Die Berechnungen erfolgten in der kommerziellen Software Abaqus. Eine gute Übereinstimmung mit experimentell ermittelten Ergebnissen ist mit dem Modell nicht gegeben.

Castro [Cas16] hat den Einfluss der Temperaturverteilung des Ofens auf das Plateau bei der Erstarrung der metallischen Fixpunkte Sn, Zn und Al untersucht. Zusätzlich wurde die Technik des Induzierens der Phasenumwandlung erprobt. Eine offene und eine geschlossene Zelle wurden für Zn modelliert. Alle Modelle wurden mit der Software Fluent berechnet. Makroskopische Effekte wie der Wärmetransport konnten mit den Modellen gut abgebildet werden. Eine Darstellung der Keimbildung (mikroskopischer Effekt) ist notwendig, um den Effekt des Induzierens der Phasenumwandlung auf die Fixpunkttemperatur beobachten zu können.

Pearce [Pea19] hat einen Entwurf einer mit Gallium gefüllten Miniatur-Fixpunktzelle für in situ rückführbare Kalibrierung eines schwarzen Strahlers im Weltraum vorgestellt. Ein Modell im COMSOL wurde benutzt, um den Einfluss von periodischen Temperaturschwankungen auf die Phasenumwandlung zu untersuchen.

3.3.2 Reduktion der Modellordnung thermischer Systeme

Die detaillierte Abbildung eines physikalischen Systems innerhalb eines Simulationsmodells beansprucht eine hohe Rechen- und Speicherkapazität. Eine geringe Abweichung zu den erzielten Ergebnissen bei einer mehrfachen Beschleunigung der Berechnung kann mit der Reduktion der Modellordnung erreicht werden. Eine ausführliche Darstellung der dafür verwendeten mathematischen Methoden wird in [Ant01] gegeben. Ein zusätzlicher großer Vorteil der Modellordnungsreduktion ist die Möglichkeit zur Darstellung von komplexen Modellen in der Systemebene, die einen Reglerentwurf möglich macht. Ebenso können einfache digitale Zwillinge der physikalischen Systeme erzeugt werden [Har17]. Ein digitaler Zwilling ist ein Modell, das ein reales System möglichst detailgetreu abbildet und ständig mit ihm verbunden ist. Das Konzept wird zurzeit auch im Rahmen der Industrie 4.0 beschrieben [Mad19].

In kommerziell verfügbarer Software, wie ANSYS [Cad19] [Rud06], COMSOL [Com18] und Matlab [Mat19], wurden Anwendungen bereits integriert, die eine Modellordnungsreduktion komplexer Systeme erlauben. Deutliche Vorteile werden in der Benutzung von mor4ansys (ANSYS) erkannt. Diese beziehen sich auf die maximale Größe des Ausgangsmodells sowie auf die Dauer der Reduktion der Systemmatrizen des Modells [Jun10].

Prinzipiell können alle Modelle reduziert werden, die mit Differentialgleichungen beschrieben wurden. Deswegen wird sich dieser Abschnitt nur auf die Modellordnungsreduktion thermischer Systeme konzentrieren.

Gouda [Gou02] hat sich mit der thermischen Modellierung eines Wohnraums beschäftigt. Solche Modelle werden i. d. R. für Berechnungen des thermischen Energieverbrauches, des menschlichen thermischen Komfortgefühls und für die Regelung von Klimaanlage benutzt. Das Modell wurde mit Ersatzschaltbildern nach dem Prinzip der elektrothermischen Analogie (2.2) mit 21 thermischen Widerständen und 20 Wärmekapazitäten beschrieben. Später wurde es auf 3 thermische Widerstände bzw. 2 Wärmekapazitäten reduziert. Sie wurden als

optimierte Werte nach dem Vergleich der Sprungantworten beide Modelle gefunden. Es lagen keine erheblichen Unterschiede der Ergebnisse der zwei Modelle vor. Die Simulationszeit wurde von 4000 s auf 0,2 s verringert.

Salleras [Sal05] hat zwei Methoden zur Modellordnungsreduktion anhand der thermischen Berechnung einer Thermokette zur Infrarot Temperaturmessung vorgestellt. Eine Methode gehört zum Singular Value Decomposition (SVD) und die andere zu den Krylov-basierten Verfahren (Abschnitt 2.5.2). Eine bessere Übereinstimmung zu einem FEM-Modell wurde mit dem SVD Verfahren gefunden, allerdings mit einer längeren Rechenzeit der Ordnungsreduktion.

Gödecke [Göd12] hat einen Reglerentwurf für einen mobilen C-Bogen für Röntgenstrahlung vorgestellt. Geregelt wurde die maximale Wassertemperatur für die Kühlung des Gerätes. Das Modell wurde mit der Software mor4ansys in die Systemebene reduziert.

Bourdebala [Bou15] hat einen Temperaturegler für eine Rundheitsmessmaschine entworfen. Der Wärmeeintrag in das Messobjekt entsteht durch 4 Laserinterferometer. Das Modell wurde mittels Modellordnungsreduktion mit der Modal Identification Method (MIM) aus einem FEM-Modell in der Software COMSOL erstellt. Das MIM ist den SVD Verfahren zuzuordnen.

Friedrichs [Fri16] hat ein modellbasiertes Regelverfahren für schnellere Vergleichskalibrierungen (bis 33 % schneller) in einem Temperatur-Blockkalibrator vorgestellt. Die Temperatur der Temperiereinrichtung wird mit der Temperaturanzeige des Prüflings mittels eines Kalman-Filters prädiktiv geregelt. Das thermische Modell wurde mit einer Differenzialgleichung mit zunächst unbekanntem Zeitkonstanten erstellt. Mit der modellbasierten Regelung wird die thermische Trägheit des Prüflings im Modell mit berücksichtigt.

Bur [Bur18] hat einen Regler für die Geschwindigkeits- und Temperaturkontrolle während der Herstellung von Verbundwerkstoffen entworfen. Dieser wurde in einem reduzierten Modell implementiert, welches aus einem thermischen FEM-Modell entstammte. Die Modellordnungsreduktion wurde mit den Methoden der Proper Generalized Decomposition (PGD) und der Ideal Minimal Residual-based Proper Generalized Decomposition (IMR) durchgeführt. Diese Methoden werden ebenso zu den SVD-Verfahren zugeordnet.

Fernandez Rico [Fer18] hat eine Softwareanwendung für die Modellordnungsreduktion von Raumfahrzeugmodellen vorgestellt. Diese werden nach einem thermischen Ersatzschaltbild aus der kommerziellen Software ESATAN-TMS mit dem Verfahren der Proper Orthogonal Decomposition (POD) reduziert. Die Methode gehört auch zu den SVD-Verfahren und muss bei der thermischen Berechnung vom Raumfahrzeugen angewendet werden, weil die Wärmestrahlung und ihre Nichtlinearität in diesem Fall berücksichtigt werden müssen.

3.3.3 Unsicherheitsbetrachtung in Simulationsmodellen

Berechnungen sind bei Entwicklungsverfahren die einzige Möglichkeit, Systeme zu untersuchen, die experimentell nicht getestet werden können oder viele unterschiedliche Ausgangssituationen erfordern. Dazu zählen z. B. Erdbeben oder Lagerung von radioaktiven Abfällen. Hier wurden erstmals Unsicherheiten in Simulationsmodellen berücksichtigt [Obe10, S. 96].

Manuelle Variationen und Optimierungen von Simulationsmodellen werden als gängige Praxis durchgeführt. Dabei werden viele Lücken in der Kombination der Eingangsparameter im möglichen Parameterraum zugelassen. Probabilistische Berechnungen mit einer automatischen Erstellung des Parameterraumes sind in kommerziellen Programmen bereits implementiert. Ein Überblick wird in [Voi09, S. 63] gegeben. Matlab-Anwendungen für die Berechnung von Unsicherheiten in Simulationsmodellen werden im Lehrstuhl für reliability,

risk analysis and uncertainty quantification in engineering and applied sciences an der ETH Zürich unter dem Namen UQLab entwickelt [Mar14].

Mit einer probabilistischen Berechnung (Abschnitt 2.6) wird die Fortpflanzung der Änderung der Eingangsparameter eines Simulationsmodells ermittelt. Dies wird gemacht, indem das deterministische Modell mehrfach berechnet wird, die sogenannte Sampling-Methode, oder Abhängigkeiten zwischen den Ein- und Ausgängen des Modells durch Funktionale abgebildet werden, die sogenannte Spektrale Methode. Damit wird eine Auswertung von stochastisch verteilten Ergebnissen ermöglicht, wodurch Optimierungen durchgeführt oder Materialversagen vorhergesehen werden können. Eine weitere Anwendung solcher Ergebnisse ist eine Modellvalidierung unter Berücksichtigung von Modell- und Messunsicherheiten [Mar18]. Dies wird im nächsten Abschnitt 3.3.4 behandelt.

Ein Überblick der Methoden und deren Zuordnung für die Betrachtung von Unsicherheiten in Simulationsmodellen wird in [Wei16, S. 72] gegeben. Darin wird ein Beispiel vorgestellt, welches den Vorteil der Generalized Polynomial Chaos Expansion (spektrale Methode) gegenüber einer Monte-Carlo Berechnung (Sampling-Methode) bezüglich der Rechenzeit zeigt. Dabei reichen 36 Berechnungen gegenüber 1×10^6 Monte-Carlo Durchläufe, um die Ergebnisse mit einer maximalen Abweichung von 6×10^{-3} anzunähern. Die Anwendung von spektralen Methoden ist für rechenintensive Anwendungen vorteilhafter, aber diese verlangen vertiefte Kenntnisse für die mathematische Behandlung.

Eine Auflistung von Veröffentlichungen, die probabilistische Berechnungen nach der Sampling-Methode, inklusive Monte-Carlo Simulationen, nutzen, wäre sehr umfangreich. Deswegen ist dieser Abschnitt auf ausgewählte Veröffentlichungen in dem Bereich beschränkt.

Bucher [Buc09] zeigt einen fundierten Überblick über die Behandlung von zufälligen Eingangsparametern bei Berechnungen mechanischer Modelle. Enthalten sind Konzepte der Stochastik, die über die Berechnung von Wahrscheinlichkeiten, Korrelationen und Antwortflächen bis in die Ermittlung der Zuverlässigkeit der Ergebnisse von Risikoanalysen überführt werden. Die hier verwendeten Begriffe sind im Einklang mit den von optiSLang benutzten Begriffen (eingesetzte Software in dieser Arbeit).

Voigt [Voi09] hat eine Anwendung für die Auslegung von Turbinenschaufeln programmiert. Dabei werden die Verteilungen der Eingangsparameter berücksichtigt und eine Zuverlässigkeitsprüfung durchgeführt. Eine breite Auseinandersetzung mit der Theorie von probabilistischen Berechnungen macht diese Dissertation zu einem Referenzbuch zu dieser Thematik.

Gembarovic [Gem17] zeigt Anwendungen von Monte-Carlo-Simulationen bei eindimensionalen nicht stationären Wärmeleitungsproblemen für die drei Arten der Randbedingungen. Die Ergebnisse der Temperaturverteilungen nach den Monte-Carlo-Berechnungen werden mit den analytischen Ergebnissen verglichen. Dabei werden keine erheblichen Abweichungen festgestellt. Darüber hinaus wird in der Veröffentlichung eine ausführliche Literaturliste zum Einsatz von Monte-Carlo-Berechnungen bei Wärmeübertragungsproblemen gegeben.

Unsicherheiten von Typ B (Unsicherheiten nicht statistischer Art) nach GUM [JCGM 100:08] werden als epistemische Unsicherheiten bei Simulationsmodellen benannt. Das ist ein Begriff aus der Risikobewertung. Weitere mathematische Methoden für die Fortpflanzung dieser Unsicherheiten durch das Modell werden in [Obe01] referiert. Diese werden der possibility theory, der evidence theory, der fuzzy set theory, der imprecise probability theory und der Bayesian estimation zugeordnet. Aus dieser Reihe von Methoden (außer der Sampling-Methode) für die Berechnung der Fortpflanzung von Unsicherheiten in Simulationsmodellen werden in diesem Abschnitt nur wissenschaftliche Beiträge genannt, die sich mit thermischen Problemen auseinandersetzen.

Xiu [Xiu03] hat mittels des generalized polynomial chaos algorithm ein transientes zweidimensionales Wärmeleitungsproblem berechnet. Dabei wurden Unsicherheiten der Wärmeleitfähigkeit und der spezifischen Wärmekapazität mit Verteilungen in Betracht gezogen. Die Ergebnisse der Simulationen haben eine sehr gute Übereinstimmung zu Monte-Carlo-Berechnungen gezeigt. Die Lösung nach dem polynomial chaos Algorithmus hat nach 35 Iterationen konvergiert. Im Gegensatz dazu haben die Monte-Carlo-Berechnungen 20×10^3 Iterationen für den statischen und 150×10^3 Iterationen für den transienten Fall benötigt.

Wan [Wan04] hat das vorherige Modell von Xiu [Xiu03] dreidimensional berechnet. Die Anzahl von Berechnungen nach dem polynomial chaos Algorithmus blieb weiterhin kleiner als nach einer Monte-Carlo Berechnung, aber 150×10^9 unbekannte Polynomkoeffizienten mussten gefunden werden. Für diese Aufgabe sind 256 Kerne zum Einsatz gekommen.

Babuška [Bab11] hat die Einflüsse der Unsicherheiten von Materialeigenschaften in der Berechnung eines Wärmetauschers gezeigt. Die Unsicherheiten kommen durch fehlende Informationen zustande. Diese werden in der Berechnungsaufgabe mittels der Fuzzylogik [Ros04] behandelt. Ein Vergleich mit einer Monte-Carlo-Berechnung lässt erkennen, dass mit der Fuzzylogik Worst-Case Scenarios berechnet werden.

Der selbe Autor erweitert in [Bab14] die vorherigen Berechnungen, indem ein Teil der Unsicherheiten durch Wahrscheinlichkeitsrechnungen mit einbezogen werden. Die Veröffentlichung zeigt einen kurzen Überblick über die Ansätze der Behandlung von Unsicherheiten in Berechnungsmodellen und ihre Einsatzmöglichkeiten, davon abhängig welche Information zur Verfügung steht.

Bis auf Sampling-Methoden wurden alle auf thermischer Ebene angewandten Methoden nur in einfachen Geometrien eingesetzt und diese wurden deswegen analytisch ausgearbeitet. Darüber hinaus war die Anzahl der Eingangsparameter kleiner als 5. Die in dieser Arbeit berechneten Geometrien erscheinen gegenübergestellt als komplex und die Anzahl der Eingangsparameter ist größer. Deswegen wurden nur probabilistische Berechnungen nach Sampling-Methoden durchgeführt.

3.3.4 Validierung von Simulationsmodellen unter Berücksichtigung von Unsicherheiten

Die Validierung eines Simulationsmodells wird durch einen Vergleich von Simulations- und Messergebnissen geschaffen. Hauptziele einer Validierung sind die Überprüfung der Fähigkeit des Modells unter nicht validierten Bedingungen Prognosen zu machen oder Modelloptimierungen durchzuführen. Wenn probabilistische Berechnungen durchgeführt wurden und eine Messunsicherheit zur Verfügung steht, kann das Modell unter Berücksichtigung von Modell- und Messunsicherheiten validiert werden. Modellunsicherheiten werden i. d. R. mit Sicherheitsfaktoren oder mit der Berechnung beim Worst-Case Scenario kompensiert, weil die Ermittlung der Eingangsparameter (Stoffeigenschaften, geometrische Größen usw.) mit ihren Unsicherheiten (Verteilung, Mittelwert, Standardabweichung usw.) eine Herausforderung ist.

Methoden für die Ermittlung von Unsicherheiten in Simulationsmodellen sind weder weit verbreitet, noch standardisiert [Obe10, S. 93]. Eine Ausnahme stellt die Vereinbarung VANESSA (Validation of Numerical Engineering Simulations) vom Europäischen Komitee für Normung (CEN) im Bereich Validierung mechanischer Simulationen ([CEN14] und [Dvu18]).

Validierungen können qualitativ oder quantitativ durchgeführt werden. Die Entwicklung von Methoden für quantitative Validierungen, sogenannte Validierungsmetriken, ist ein relativ neues Forschungsfeld [Obe10, S. 479]. Dieser Abschnitt befasst sich mit Veröffentlichungen

aus dem Bereich der Validierung von Simulationsmodellen. Es werden nur diese betrachtet, bei denen Unsicherheitsanalysen im Rahmen der Validierung durchgeführt werden. Wegen der kleinen Anzahl an Veröffentlichungen aus dem Gebiet wird dieser Abschnitt nicht nur auf thermische Simulationen beschränkt.

Hills [Hil99] zeigt praktische Beispiele für die Anwendung von Modellvalidierung nach statistischen Methoden. Ferner enthält dieser Beitrag den kommentierten Stand der Technik aus dem Bereich der Modellvalidierungen bis zum Jahr der Veröffentlichung.

Chen [Che04] hat einen Ansatz für die Validierung von Simulationsmodellen mittels Fehlerfortpflanzung und Datentransformationen vorgestellt. Das Modell wird über ein Metamodell bzw. eine Antwortfläche nach Berechnungen mit dem Latin-Hypercube-Sampling vereinfacht. Auf die Antwortfläche werden die Modellunsicherheiten mit einer Monte-Carlo-Berechnung fortgepflanzt. Nicht normalverteilte Ein- und Ausgangsparameter wurden mit Datentransformationen normalisiert, damit diese nach der Methode von Hills [Hil99] validiert werden konnten. Die Simulationen erfolgten an zwei FEM-Modellen eines durch Bördeln bearbeiteten Blechs.

Hills [Hil06] zeigt erneut eine Literaturübersicht über das Thema Modellvalidierung und bemängelt, dass zumeist nur qualitative Vergleiche durchgeführt werden. Darüber hinaus wird eine Validierungsmetrik vorgestellt, wobei Metrik als Distanz (Differenz) zwischen Mess- und Simulationsergebnissen verstanden werden sollte. Die Metrik wird aus den gewichteten kleinsten Quadraten in Multivariaten statistischen Analyseverfahren berechnet. Sie beruht auf der Kovarianz der Eingangsparameter. Beispielhaft wurde die Metrik angewandt, darunter auf einen Aufbau für die Untersuchung von thermischen Kontakten.

Ferson [Fer08] hat als Metrik für die Validierung von Mess- und Simulationsergebnissen den Minkowski-Abstand erster Ordnung vorgeschlagen und hat es Area-Metrik genannt. Dabei wird die Fläche zwischen den Verteilungsfunktionen der Ergebnisse als Maß genommen. Je kleiner die Fläche desto höher die Übereinstimmung. Ferner werden in der Veröffentlichung eine Methode zur Vereinheitlichung der Ergebnisse an unterschiedlichen Validierungspunkten, benannt u-pooling method, vorgestellt sowie der Begriff der Validierung präzisiert. Darüber hinaus wird darin erläutert, warum andere statistische Tests für den Vergleich von verteilten Mess- und Simulationsergebnissen nicht benutzt werden sollten. Die Validierungsmethode wird auf ein thermisches Problem angewandt für das bereits Messergebnisse mit Unsicherheiten vorliegen [Dow08a]. Andere Ansätze für Modellvalidierung wurden auf das selbe Problem auf dem validation challenge workshop [Dow08b] sowie auf [Nav12] und [He19] vorgestellt. Diese letzte Veröffentlichung enthält eine neue Methode zur Vereinheitlichung der Ergebnisse an unterschiedlichen Validierungspunkten. In dieser Form kann ein Mittelwert in Wahrscheinlichkeitseinheiten (0 bis 1) gebildet werden. Die Bildung erfolgt mit Hilfe von probability-boxes, p-boxes, nach dem Ansatz von Roy [Roy11]. Im Gegensatz dazu werden in [Nav12] alle Ergebnisse für die Modellvalidierung berücksichtigt, indem die größte Abweichung als Verteilungsgrenze angesehen wird.

Liu [Liu11] zeigt einen fundierten Vergleich von 4 Validierungsmethoden für stochastische Größen (Mess- und Simulationsergebnisse mit Unsicherheiten): statistischer Test, Bayes Faktor, Frequentist Metrik und Area-Metrik. Die Haupteigenschaften der Methoden werden mit Beispielen untersucht. Die Area-Metrik Methode kann, wenn sie um die p-boxes erweitert wird [He19], alle untersuchten Eigenschaften der anderen 3 Methoden beinhalten.

Li [Li14] stellte eine Erweiterung der Metrik-Methode von Ferson [Fer08] auf korrelierte mehrdimensionale Ausgänge vor. Eine Vereinheitlichung der Ergebnisse an unterschiedlichen Validierungspunkten sowie unterschiedlichen Einheiten erfolgt mehrdimensional mit einer sogenannten t-pooling Methode. Die Herausforderung zur Anwendung dieser Methode wird

durch die Bildung der Multivariate Verteilung für die Berücksichtigung der Korrelationen gestellt.

Bogojević [Bog16] stellte eine Validierungsmetrik basierend auf dem Fisher-Test vor. Dabei werden die Verteilungsfunktionen der Mess- und Simulationsergebnisse verglichen. Das Resultat der Validierung ist ein normiertes Ergebnis zwischen 0 und 1, wobei 1 eine 100-prozentige Übereinstimmung bedeutet, was eine leichte Interpretation erlaubt. Systematische Abweichungen zwischen den Verteilungsfunktionen werden mit der geometrischen Distanz der Mittelwerte ausgewertet.

Korrelierte mehrdimensionale Ausgänge, sowie eine Vereinheitlichung der Ergebnisse werden von Zhao [Zha17] nach dem Mahalanobis-Abstand zusammengefasst. Die Validierung der Ergebnisse wird nach der Area-Metrik Methode von Ferson durchgeführt.

Zuletzt hat Vanslette [Van20] eine Zusammenfassung aller bisher untersuchten Validierungsmethoden sowie eine neue Methode, genannt Bayesian Validation Metric (BVM), vorgestellt. Die BVM wird als eine allgemeine Methode vorgeschlagen, die alle anderen Validierungsmethoden als Spezialfälle berücksichtigen kann.

3.4 Kapitelzusammenfassung

Den Stand der Technik der in dieser Dissertation behandelten Thematik wurde in diesem Abschnitt vorgestellt. Die Kalibrierung von Thermometern, sowohl durch Fixpunktkalibrierung mit Mehrfachfixpunktzellen, als auch durch Vergleichskalibrierung mittels Temperatur-Blockkalibratoren, wurde dargelegt und der entwickelten kompakten-Mehrfachfixpunktzelle (Tab. 3.1 und Abb. 3.1) bzw. dem entwickelten Temperatur-Blockkalibrator (Tab. 3.2) gegenübergestellt. Die angewandten Methoden der numerischen Simulation, thermischen Simulation von Fixpunktzellen und Modellordnungsreduktion wurden ausgearbeitet. Die Analyse der Vorgehensweise zur Berücksichtigung von Unsicherheiten in numerischen Modellen und insbesondere deren Verwendung für die Validierung des Modells schließen das Kapitel ab.

4 Entwurf und Optimierung des Temperatur-Blockkalibrators (T-Bk)

In diesem Kapitel werden die Anforderungen an den Temperatur-Blockkalibrator sowie die Entwicklungsschritte zur optimalen Dimensionierung seiner Geometrie durch probabilistische FEM-Simulationen behandelt. Darüber hinaus werden Berechnungen zur benötigten Eingangsleistung zum Aufheizen und das Abkühlungssystem vorgestellt. Ziele der Untersuchungen in diesem Abschnitt waren, eine homogene Temperaturverteilung im Ausgleichsblock, sowie eine schnelle Aufheizung und Abkühlung des Temperatur-Blockkalibrators zu erreichen.

4.1 Anforderungen an den neuen T-Bk und Lösungsansätze

Die Anforderungen an den neuen Temperatur-Blockkalibrator, T-Bk, sollten zur Beseitigung der bekannten Problemen der industriellen transportablen Kalibriermöglichkeiten helfen und werden im Folgenden aufgelistet:

- 1. Einsatztemperaturbereich von 80 °C bis 430 °C:** In diesem Temperaturbereich arbeiten über 40% der Temperaturmessstellen der wichtigsten Zweige der Verfahrensindustrie [Ber04, S. 1].
- 2. Transportierbarkeit:** Wegen der Möglichkeit einer kompakteren Bauweise, des Betriebs ohne Flüssigkeit und dementsprechend eines einfacheren Transports wird ein T-Bk gegenüber einem Badthermostat bevorzugt.
- 3. Radiale Homogenität:** In herkömmlichen T-Bks werden Prüfling und Referenzthermometer in radial verteilte Aufnahmebohrungen eingetaucht, was immer zu einem radialen Temperaturgradient zwischen ihnen führt. Im neuen T-Bk werden beide Thermometer axial fluchtend zueinander angeordnet. Zusätzlich dazu werden äußere Heizzonen integriert, die den Ausgleichsblock von der Umgebung mit einer Erhöhung der unmittelbaren Temperatur thermisch entkoppeln.
- 4. Axiale Homogenität:** Diese stellt den größten Beitrag zur Unsicherheit der Kalibrierung mit einem T-Bk dar. Die konventionelle Lösung mit Mehrzonenheizung bringt zwar eine Verbesserung, aber diese ist auf maximal 170 mK in einer homogenen Länge von 40 mm in der Aufnahmebohrung des Thermometers beschränkt (Tab. 3.2). Der Temperaturgradient in dieser homogenen Länge nimmt bei höheren Temperaturen erheblich zu [Hoh15]. Im neuen T-Bk soll ein alternativer Weg beschritten werden: Wärmestromsensoren zwischen einem geteilten Ausgleichsblock registrieren den axialen Wärmestrom. Die Heizzonen werden so geregelt, dass der detektierte Wärmestrom innerhalb des Ausgleichsblocks 0 W beträgt. Nach der Fourierschen Differentialgleichung (2.9) wird dann der axiale Temperaturgradient 0 K werden. Mit den Wärmestromsensoren wird zusätzlich das Problem der Drift bei der Anwendung zweier konstruktiv unterschiedlicher Thermometer für diese Regelung umgangen.
- 5. Schnelle Aufheiz- und Abkühlzeiten:** Die Leistung von mehreren separat regelbaren Heizzonen des T-Bks sollte eine schnelle Einstellung der Kalibriertemperatur

ermöglichen. Das Abkühlungssystem soll aber auch eine schnelle Abkühlung ermöglichen und damit bei Abkühlung eine gute Regelbarkeit erlauben.

6. Rückführbarkeit der Kalibrierung: Das Referenzthermometer des T-Bks wird sowohl für die Regelung der Soll- bzw. Kalibriertemperatur als auch als Temperaturreferenz für die Vergleichskalibrierung verwendet. Dieses Thermometer sollte innerhalb des T-Bks automatisch und ständig kalibriert werden (in situ Kalibrierung), um eine gute Langzeitstabilität der Referenztemperaturmessung zu ermöglichen. Als Referenz für die in situ Kalibrierung werden mehrere Fixpunkttemperaturen benutzt, die zeitlich stabil und auf die ITS-90 rückführbar bestimmt sind. Die Entwicklung dieser Referenz als eine kompakte Mehrfachfixpunktzelle mit Fixpunktmaterialien wird in Abschnitt 6 separat behandelt, da es den Kern dieser Arbeit darstellt.

Die somit aufgestellte Anforderungsliste und die Lösungsansätze wurden in den folgenden Entwurf eines Basismodells (Abb. 4.1) eingearbeitet. Das Basismodell umfasst eine geometrische Grundstruktur mit Eingangsparametern für Abmessungen (Parameter a bis i in Abb. 4.1) und Materialeigenschaften (Parameter $\lambda_{\text{Ausgleichsblock}}$), sowie Ausgangsparameter für thermische Größen ($\Delta\vartheta_{\text{Einsatzblock}}$ und $\vartheta_{\text{Außenwand}}$). Damit erfüllt es die Voraussetzungen für eine probabilistische Berechnung mit einer thermischen FEM-Simulation und eine anschließende Optimierung. Bei der Dimensionierung der Basisgeometrie wurden die EURAMET- [EUR cg-13-17] und DAkkS-Richtlinie [DKD-R 5-4-10] eingehalten, damit der T-Bk später im Sinne dieser Richtlinien kalibriert werden kann.

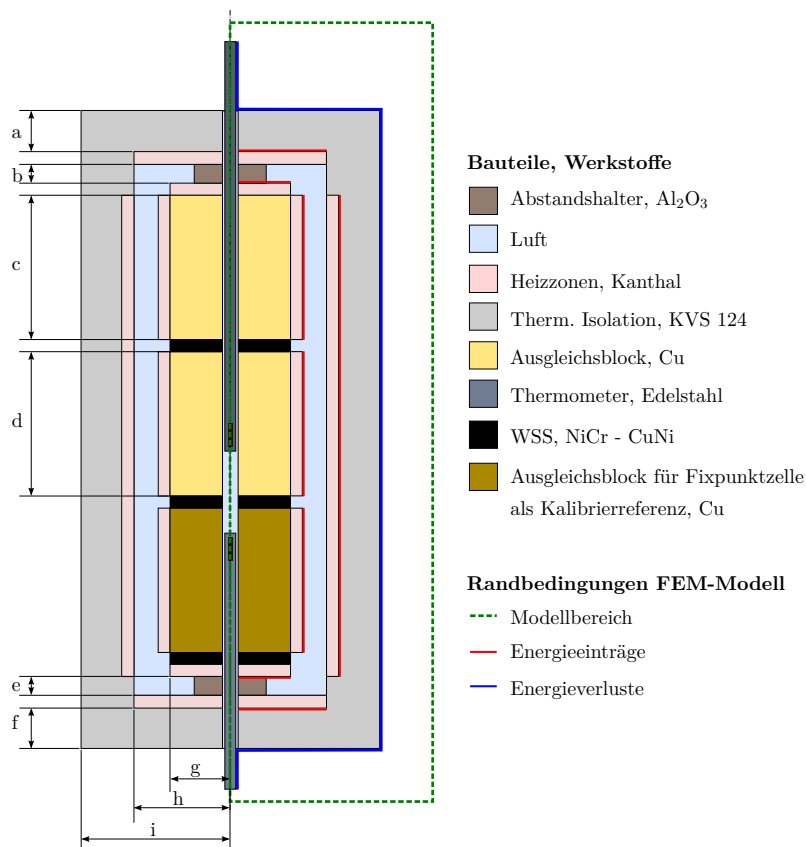


Abbildung 4.1: Schematische Darstellung der Basisgeometrie des T-Bks mit geometrischen Parametern zur nachfolgenden Optimierung. WSS: Wärmestromsensoren.

4.2 Optimierung der Basisgeometrie des T-Bks durch thermische FEM-Simulationen

Aus der Basisgeometrie des T-Bks (Abb. 4.1) wurde ein 2D-axialsymmetrisches FEM-Basismodell in der Software ANSYS erstellt. Mit diesem wurden statisch-thermische Simulationen bei der maximalen Einsatztemperatur von 430 °C durchgeführt. Das Modell wurde mit 15124 Knoten und 4114 Elementen vernetzt. Die Netzqualität, repräsentiert durch die Schiefe, betrug $0,058 \pm 0,186$ ($k = 2$). Da der maximale Wert geringer als 0,75 ist, kann die Netzqualität als sehr gut eingestuft werden (Abschnitt 2.5.1). Als Randbedingung für den Energieeintrag wurde Konvektion definiert, weil die benötigte Heizleistung, um das System auf die gewünschte Temperatur zur erwärmen bzw. bei dieser Temperatur zu halten, nicht bekannt ist. Konvektion wurde auch als Randbedingung zur Modellierung von Wärmeabgabe ausgewählt. Die Wärmeübergangskoeffizienten α wurden nach [VDI13, Fa 1 - Fa 6] berechnet und werden in folgenden mit ihrer entsprechenden Temperaturen ϑ aufgelistet:

- Energieeintrag an jeder Heizzone: $\alpha = 2000 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$, $\vartheta = 430 \text{ °C}$
- Wärmeabgabe an der vertikalen Wand: $\alpha = 5 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$, $\vartheta = 20 \text{ °C}$
- Wärmeabgabe an den horizontalen Wänden: $\alpha = 3 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$, $\vartheta = 20 \text{ °C}$
- Wärmeabgabe an den Thermometerschäften: $\alpha = 15 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$, $\vartheta = 20 \text{ °C}$

Für die Abkühlung des T-Bks wird ein Hohlraum zwischen dem Ausgleichsblock und den äußeren Heizzonen vorhergesehen, der von Luft als Kühlmedium durchströmt wird. Die Luft im Hohlraum wurde als Körper mit angepasster äquivalenter Wärmeleitfähigkeit modelliert [Mar15b]. Die Anpassung wird aus der Formulierung für den Strahlungsaustausch zwischen Innen- und Mantelrohr abgeleitet [VDI97, Ka 5]. Die den Bauteilen zugeordneten Stoffeigenschaften sind in der Tabelle A.2.2 zusammengefasst. Die Wärmestromsensoren wurden aus mehrlagigen NiCr- und CuNi-Scheiben, Thermoelement Typ E [Ber04, S. 790], hergestellt [Hoh16]. Als Stoffeigenschaften wurden diesen die Mittelwerte der Stoffeigenschaften der Legierungen (NiCr, CuNi) zugewiesen. Im Modell wurden keine thermische Widerstände $R_{th,c}$ zu den Kontakten definiert (Abschnitt 2.2), weil ihre Plausibilität nicht überprüft werden kann, da zunächst keine Validierung des FEM-Modells mit Messungen stattfinden wird. Probabilistische Berechnungen mit Änderungen der geometrischen Eingangsparameter des FEM-Modells und der Wärmeleitfähigkeit des Ausgleichsblockes $\lambda_{\text{Ausgleichsblock}}$ (Abb. 4.1 und Tab. 4.1) wurden mit der Software optiSLang durchgeführt. Die Wärmeleitfähigkeit wurde zwischen den Werten für Edelstahl und Kupfer variiert.

Die Eingangsparameter b und e und die Parameter a und f (Abb. 4.1) entsprechen ähnlichen geometrischen Größen, aber e und f sind jeweils sensitiver als b und a (nach dem größten CoP in Tab. 4.1 und Abschnitt 2.6). Dies wird hauptsächlich durch den Wärmestromsensor WSS unterhalb des Ausgleichsblockes für die Fixpunktzelle als Kalibrierreferenz (Abb. 4.1) hervorgerufen, weil die Wärmeübertragung zwischen der Heizzone und dem Ausgleichsblock durch ihn verschlechtert wird.

Tabelle 4.1: Thermische und geometrische Eingangsparameter des FEM-Basismodells (Abb. 4.1) des T-Bks. EP: Eingangsparameter, WB: Wertbereich, OW: optimierter Wert, *CoP*: Coefficient of Prognosis, GM: gesamtes Modell.

EP	WB		OW	<i>CoP</i>		
				Ausgleichsblock / %	Wandtemperatur / %	
a / mm	5	...	80	45	-	-
b / mm	4	...	30	9,5	-	-
c / mm	20	...	101	63	-	-
d / mm	10	...	101	74	-	-
e / mm	4	...	30	4,3	9	57
f / mm	5	...	80	50	42	-
g / mm	22,5	...	35	28,75	-	-
h / mm	42	...	80	45	-	21
i / mm	69	...	130	112,8	34	15
$\lambda_{\text{Ausgleichsblock}} / \text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	15	...	336	336	11	-
<i>CoP</i> GM					96	93

Eine Darstellung des Simulationsablaufs einer probabilistischen Berechnung mit anschließender Optimierung wird in der Abbildung 4.2 gezeigt. Das FEM-Basismodell wird importiert und die Ein- und Ausgangsparameter werden definiert. Parametersätze der Eingangsparameter werden über die Sampling-Methode nach einer definierten Verteilung erzeugt und an das Basismodell weitergegeben. Nach mehreren deterministischen Berechnungen werden die Korrelationen der Eingangs- zu den Ausgangsparametern gebildet und die Eingangsparameter werden auf die sensitivsten reduziert. Mit den sensitivsten Eingangsparametern werden Antwortflächen konstruiert (bspw. Abb. 4.3). Auf den Antwortflächen wird ein optimierter Parametersatz der Eingangsparameter zu der definierten Optimierungsaufgabe der Ausgangsparameter gefunden. Die optimierten Ausgangsparameter auf den Antwortflächen (Ergebnis) werden mit den innerhalb des FEM-Basismodell berechneten für den optimierten Parametersatz der Eingangsparameter, verglichen (bspw. Tab. 4.2). Hiermit findet eine Überprüfung der Antwortflächen und ihre Fähigkeit zum Einsatz für die Optimierungsaufgabe statt.

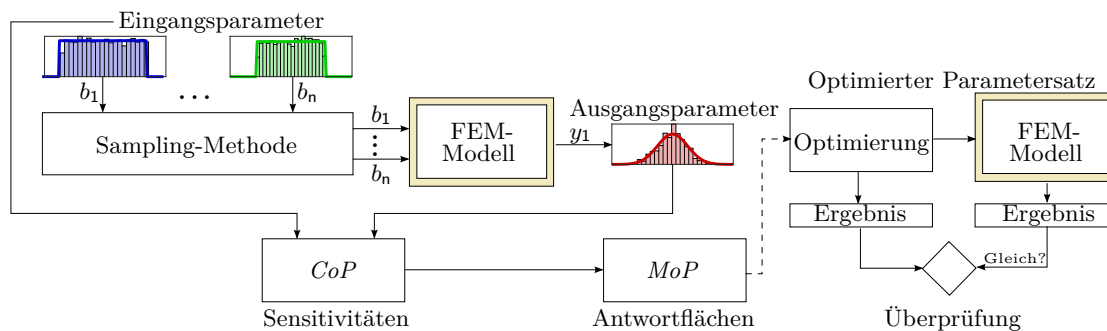


Abbildung 4.2: Optimierungsverlauf der Basisgeometrie des T-Bks.

Für die Sensitivitätsanalyse wurden die Eingangsparameter (Tab. 4.1) innerhalb ihres Wertebereichs mit einer Stichprobengröße von 200 variiert. Die sensitivsten Parameter (nach dem größten *CoP*, Abschnitt 2.6) wurden so optimiert, dass der Temperaturgradient innerhalb des Ausgleichsblockes $\Delta\vartheta_{\text{Ausgleichsblock}}$ und die Durchschnittstemperatur der Außenwand des T-Bks $\vartheta_{\text{Außenwand}}$ (Ausgangsparameter) minimiert wurden.

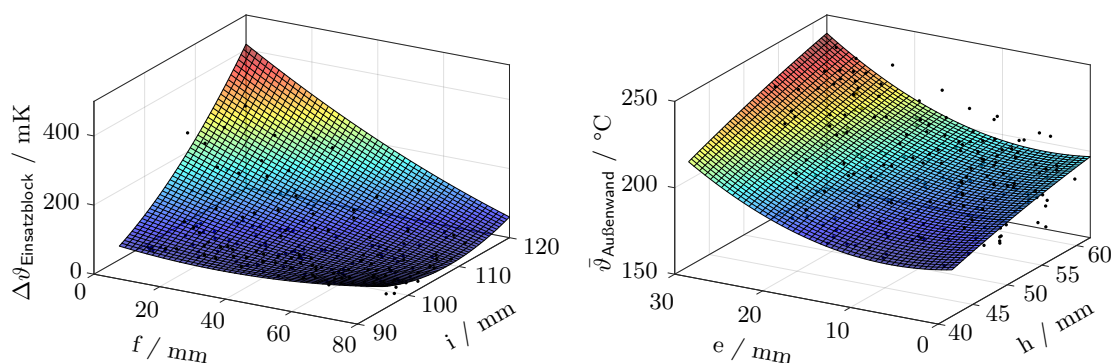


Abbildung 4.3: Berechnete Antwortflächen der zwei jeweils sensitivsten Eingangsparameter des Basismodells des T-Bks. Links: Temperaturdifferenz im Ausgleichsblock als Ausgangsparameter. Rechts: mittlere Temperatur der Außenwand als Ausgangsparameter. Die schwarzen Punkte zeigen die simulierten Werte.

Die Tabelle 4.2 stellt die Ergebnisse für den optimierten Parametersatz der Eingangsparameter, berechnet mit ANSYS, und die der Antwortflächen gegenüber. Die kleinen Abweichungen ergeben sich aufgrund der durchweg großen gesamten *CoP*-Werte (Tab. 4.1), was für eine sehr gute Beschreibung des FEM-Modells durch das *MoP* von optiSLang spricht.

Tabelle 4.2: Überprüfung (nach Abb. 4.2) der optimierten Ergebnisse auf den Antwortflächen (Abb. 4.3) der Basisgeometrie des T-Bks.

	$\Delta\vartheta_{\text{Ausgleichsblock}} / \text{mK}$	$\bar{\vartheta}_{\text{Außenwand}} / \text{°C}$
Antwortfläche	37,3	190,7
ANSYS	38,9	189,3
Differenz Antwortfläche - ANSYS / %	-4	1

4.3 Optimiertes FEM-Modell des T-Bks für weitere Simulationen

Der T-Bk wurde nach den Abmessungen des optimierten FEM-Basismodells hergestellt. Nicht sensitive Eingangsparameter (kein *CoP* in der Tab. 4.1) könnten dabei geändert werden, wenn es herstellungsbedingt vorteilhaft erscheint, da ihr Einfluss auf die Temperaturverteilung zu vernachlässigen ist. Ein Unterschied zwischen dem Basismodell (Abb. 4.1) und dem konstruierten Modell des T-Bks ergab sich durch die rechteckige Außengeometrie der Konstruktion (Abb. 4.4). Diese Geometrie wurde aber durch eine Anpassung des Außenradius (Parameter *i* in Abb. 4.1) der Basisgeometrie kompensiert. Der Außenradius wurde so angepasst, dass die thermische Masse (Wärmekapazität) des Körpers erhalten bleibt. Aus der Konstruktionszeichnung wurde ein neues vereinfachtes, bezüglich einer besseren Vernetzung, optimiertes FEM-Modell für weitere Berechnungen abgeleitet (Abb. 4.4).

Im optimierten FEM-Modell wurden thermische Widerstände, $R_{\text{th,c}}$ (Abschnitt 2.2), berücksichtigt. Diese wurden bei Kontakten (Abb. 2.9) zwischen Bauteilen mit hohen Wärmeleitfähigkeiten definiert. Darüber hinaus wurden auch sehr dünne, schwierig zu vernetzende Luftkörper durch thermische Widerstände ersetzt. Bei Luftkörpern mit einer kleinen thermischen Wärmekapazität hat dies erfahrungsgemäß keinen Einfluss auf das berechnete Ergebnis. Für deren Definition wird die Wärmeleitfähigkeit der Luft durch die Größe der

Luftspalte dividiert. Im Hohlraum für die Abkühlung wurde weiterhin die Strahlung mittels der berechneten äquivalenten Wärmeleitfähigkeit der Luft berücksichtigt.

Die Symmetrie der Konstruktion des T-Bks wurde zur Vereinfachung des Modells auf ein Viertel genutzt. Die Modellvernetzung enthält dennoch 248187 Knoten und 88169 Elemente. Die Netzqualität, ausgedrückt durch die Schiefe, betrug $0,313 \pm 0,328$, ($k = 2$). Eine weitere Netzverfeinerung des optimierten FEM-Modells war nicht möglich, weil die folgende Modellreduktion mit mor4ansys in Kapitel 5 maximal 250000 Knoten erlaubt.

Die zu jeder Heizzone zugewiesene Randbedingung für ihre Anregung (Energieeintrag) wird in Abschnitt 4.4 behandelt. Darüber hinaus wurde jeder Heizzone eine Messstelle zugewiesen (Abb. 4.4). Der Energieverlust des optimierten FEM-Modells wird wie beim FEM-Basismodell beibehalten. Kommerziell verfügbare Materialien wurden für den optimierten T-Bk ausgewählt (Abb. 4.4). Ihre Stoffeigenschaften befinden sich in der Tabelle A.2.2. Die Definition der Materialeigenschaften der Wärmestromsensoren wird, wie bereits beim FEM-Basismodell erklärt, erhalten.

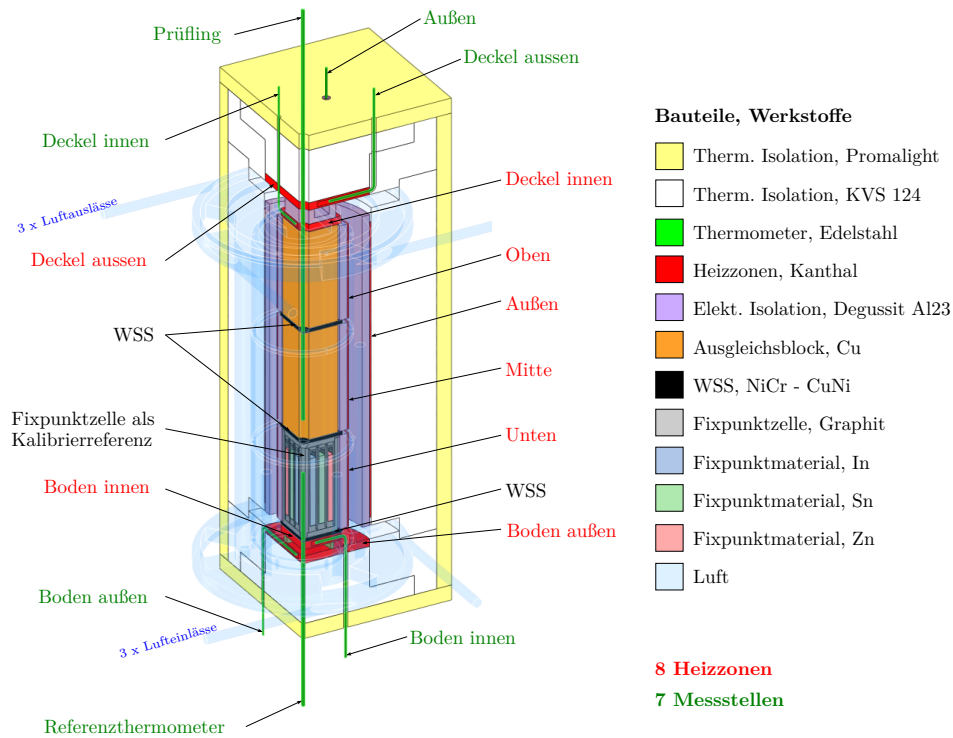


Abbildung 4.4: Optimiertes Modell des T-Bks mit Darstellung der Werkstoffe, Heizzonen und Messstellen, WSS, Wärmestromsensoren. Zur Veranschaulichung wird der Luftkörper mit Luften- und Luftauslässen für spätere Strömungssimulationen sowie die Fixpunktzelle mit Fixpunktmaterialien gezeigt.

Zur Optimierung der Temperaturverteilung im Ausgleichsblock wurde Kupfer wegen seiner höheren Wärmeleitfähigkeit ausgewählt. Da Kupfer bei hohen Temperaturen oxidiert [Car08, S. 179], wurde der Ausgleichsblock vor seiner Benutzung vernickelt. Die Funktionalität der äußeren Heizzonen und ihren Beitrag zur Verbesserung der Homogenität innerhalb des Ausgleichsblockes wurde in früheren Arbeiten untersucht und bestätigt [Hoh15]. Die Abbildung 4.4 enthält bereits die kompakte Mehrfachfixpunktzelle mit Fixpunktmaterialien. Ihre Entwicklung wird in Kapitel 6 gezeigt.

4.4 Eingangsleistung und Aufheizzeiten der Heizzonen des T-Bks

Aus der Masse jedes einzelnen Bauteils des T-Bks und ihrer entsprechenden spezifischen Wärmekapazitäten wurde mit der Wärmebilanzgleichung für den statischen Fall [Böc06, S. 9] eine gesamte Wärmekapazität des Systems berechnet. Diese wurde in einer Wärmekapazität des Ausgleichsblockes, C_{Block} , (Gleichung (4.1)) und eine für die restliche Bauteile, C_{Verlust} , (Gleichung (4.3)), geteilt. Daraus wurde eine überschlägige Berechnung der Energie durchgeführt, die benötigt wird, um den T-Bk auf die maximale Temperatur von 430 °C aufzuheizen (Gleichung (4.5)). Es wird dabei von einer Umgebungstemperatur von 20 °C und einer mittleren Temperatur der Außenwand des T-Bks von 100 °C ausgegangen. Je höher diese Temperatur angenommen wird, desto größer wird der Verlust berücksichtigt. Obwohl die durchschnittliche Temperatur an der Außenwand bei der Optimierung der Ausgangsgeometrie bei circa 150 °C lag (Abb. 4.3 rechts), wird erwartet, dass beim optimierten FEM-Modell mit der Berücksichtigung der thermischen Widerstände dies erheblich abnimmt. Nach dem Stand der Technik (Tab. 3.2) wird eine Aufheizzeit von 25 min angestrebt.

$$C_{\text{Block}} = 4,1 \text{ kJ K}^{-1} \quad (4.1)$$

$$P_{\text{Block}} = \frac{C_{\text{Block}} \cdot \Delta\vartheta}{t} = \frac{4,1 \text{ kJ K}^{-1} \cdot (430\text{ °C} - 20\text{ °C})}{25 \text{ min} \cdot 60 \text{ s/min}} = 1,1 \text{ kW} \quad (4.2)$$

$$C_{\text{Verlust}} = 3,7 \text{ kJ K}^{-1} \quad (4.3)$$

$$P_{\text{Verlust}} = \frac{C_{\text{Verlust}} \cdot \Delta\vartheta}{t} = \frac{3,7 \text{ kJ K}^{-1} \cdot (100\text{ °C} - 20\text{ °C})}{25 \text{ min} \cdot 60 \text{ s/min}} = 0,2 \text{ kW} \quad (4.4)$$

$$P_{\text{Total}} = 1,1 \text{ kW} + 0,2 \text{ kW} = 1,3 \text{ kW} \quad (4.5)$$

Aus der gesamten Leistung kann die Leistung der einzelnen Heizzonen nicht ohne weitere Annahmen berechnet werden, z. B. in Form von Gewichtungen. Mit dem optimierten FEM-Modell des T-Bks, lässt sich die Berechnung der benötigten Energie der einzelnen Heizzonen realisieren, indem auf jede Heizzone die konstante Temperatur von 430 °C als Randbedingung eingetragen und in einer thermisch-transienten Simulation bis zum Erreichen des statischen Zustands angeregt wird. Mit der Temperatur als Randbedingung wird in kurzer Zeit eine sehr hohe Energie zur Verfügung gestellt. Das ist mit einer elektrischen Heizung physikalisch nicht realisierbar und deswegen ist die Benutzung dieser Randbedingung nur für eine Umrechnung der benötigten Leistung sinnvoll.

In ANSYS ist es möglich sich eine Reaktionsstichprobe der Randbedingung ausgeben zu lassen. Diese wird wie im Abbildung 4.5 über die Zeit mit einer numerischen Integration approximiert [Bro08, S. 493]. Dabei wird die Energie (in J) gefunden, die von jeder Heizzone gebraucht wird, um den T-Bk auf 430 °C zu erwärmen. Nach dem Energieerhaltungsgesetz (Abschnitt 2.1.2) ist diese Energiemenge von der Randbedingung unabhängig. An der Stelle wird bemerkt, dass ANSYS keine Berechnungen bei $t = 0\text{ s}$ erlaubt (Abb. 4.5) [Gro09, S. 233]. Um die Leistung jeder Heizzone zu finden, wird die Energie durch die vorher definierte Zeit vom 25 min dividiert.

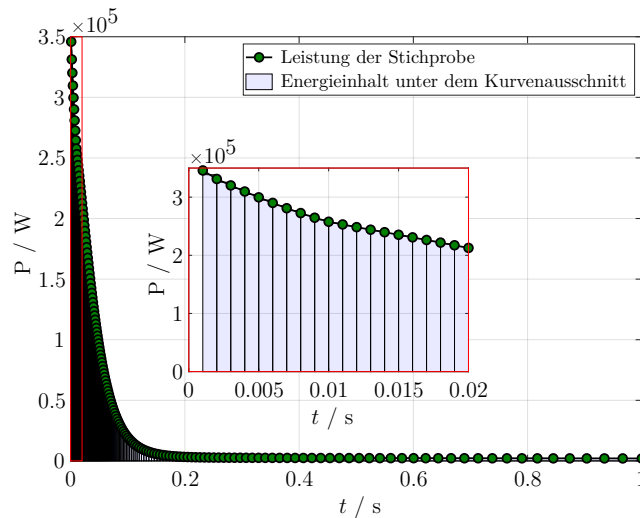


Abbildung 4.5: Reaktionsstichprobe der konstanten Temperatur (430 °C) als Randbedingung. Beispielhaft für die Heizzone „Unten“ (Abb. 4.4). Es wird 1 s von 2000 s gezeigt.

Die Tabelle 4.3 zeigt die berechneten Leistungen der einzelnen Heizzonen. Beide vorgestellten Methoden berechnen die Gesamtleistung unterschiedlich. Es ergibt sich ein Unterschied von 13 %. Damit beide gleich werden, sollte die Temperatur der Außenwand des T-Bks maximal 23 K mehr als die Umgebungstemperatur betragen (Gleichung (4.4)). Die Vorteile der Berechnung nach den Reaktionsstichproben liegen darin, dass die Leistungen der einzelnen Heizzonen direkt bestimmt werden können. Die aufgenommene Leistung von herkömmlichen T-Bks nach dem Stand der Technik liegt typischerweise zwischen 1 kW bis 1,15 kW (Tab. 3.2).

Tabelle 4.3: Berechnete Eingangsleistungen der Heizzonen (Abb. 4.4) des T-Bks.

Heizzone	Leistung nach Wärmekapazitäten / W	Leistung nach Temperaturstichprobe / W
Außen		456
Deckel außen		167
Deckel innen		110
Oben	1300	60
Mitte		120
Unten		106
Boden innen		45
Boden außen		104
Gesamte Leistung / W	1300	1168

4.5 Abkühlungssystem und Abkühlzeiten des T-Bks

Der T-Bk ist sehr gut isoliert und deswegen ist zu erwarten, dass eine passive Kühlung sehr langsam vonstatten gehen wird. Um einen schnellen Abkühlungsvorgang des T-Bks zu ermöglichen, wurden innerhalb einer probabilistischen Studie von einer stationären Strömungssimulation in ANSYS-Fluent (Druck-basierter Solver mit K - ϵ -Modell) [Ans13, S. 81], die minimalen Geschwindigkeits- und Druckverluste, sowie die maximale Lufttemperatur an den Luftauslässen (Abb. 4.4) des T-Bks gesucht. Dies wurde nach dem selben Prinzip wie bei der Geometrieoptimierung des FEM-Basismodells des T-Bks (Abb. 4.2) durchgeführt.

Als Eingangsparameter für die Parametervariation wurden die Durchmesser der Luftein- und -auslässe zum Hohlraum des T-Bks, sowie ihre Anzahl und die Luftgeschwindigkeit an den Lufteinlässen definiert. Aufgrund der Komplexität der Geometrie für die Vernetzung wurde den Körper in 3 Bereiche geteilt (Abb. 4.6 links), die über die Weitergabe der Ergebnisse von Temperatur ϑ , Geschwindigkeit u und Druck p , wieder verbunden wurden. Als Randbedingung wurde eine Festkörpertemperatur des T-Bks von 430 °C und der Umgebungsluft von 20 °C festgelegt. Die Anzahl von Knoten und Elementen sowie die Qualität (nach der Schiefe) des jeweiligen Netzes der getrennten Teile des Luftkörpers werden in der Tabelle 4.4 gezeigt.

Tabelle 4.4: Anzahl von Knoten und Elementen sowie Netzqualität der einzelnen Teile des Luftkörpers (Abb. 4.6).

Luftkörper	Knotenanzahl	Elementenanzahl	Netzqualität ($k = 2$)
1	2 646 048	1 386 053	$0,270 \pm 0,361$
2	215 934	207 144	$0,044 \pm 0,143$
3	763 691	380 187	$0,325 \pm 0,374$

Die minimalen Geschwindigkeits- und Druckverluste lagen bei der maximalen Fluidgeschwindigkeit, dem maximalen Durchmesser sowie der maximalen Anzahl von Luftein- und -auslässen. Wichtiger als diese Erkenntnis war zu wissen, wie groß der Druckverlust innerhalb des T-Bks sein könnte, um ein geeignetes Luftgebläse auszuwählen.

Um dem maximal auftretenden Druckverlust von circa 1600 Pa entgegenzuwirken und gleichzeitig eine hohe Luftgeschwindigkeit, sowie kleine Masse und kleines Volumen des Gerätes für eine Integration in die Konstruktion des T-Bks zu ermöglichen, wurde ein Hochdruck-Radialgebläse der Firma micronel ausgewählt (Abschnitt A.8) [Mic14]. Dieses erreicht bei erläuterten Druckwiderstand einen Durchfluss von 370 L min^{-1} , ohne Druckwiderstand sogar 510 L min^{-1} , jeweils bei 24 V Betriebsspannung. Diese Drücke entsprechen Luftgeschwindigkeiten von $37,5\text{ m s}^{-1}$ und $27,2\text{ m s}^{-1}$ für 17 mm Durchmesser des Gebläseausgangs.

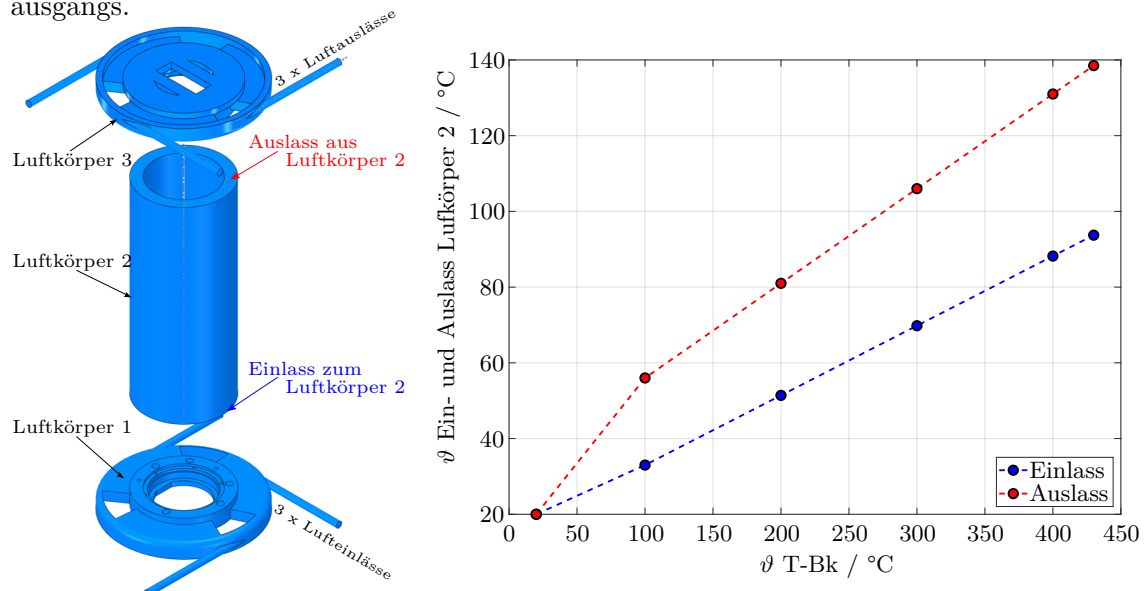


Abbildung 4.6: Links: geteilter Luftkörper für die Strömungssimulationen. Rechts: Temperatur am Ein- und Auslass des Körperteils 2 des geteilten Luftkörpers. Werte aus Strömungssimulationen bei unterschiedlichen Festkörpertemperaturen des T-Bks.

Für eine zusätzliche Simulation, die die Aufbausituation für vier Luftein- und vier Luftauslässe mit anschließender Abschätzung der Abkühlungskurve des T-Bks erlauben sollte, wurde überschlägig angenommen, dass die Bauteile (Schläuche, Adapter, Mehrwegverteiler) mit denen das Gebläse an den T-Bk verbunden wird (Abb. 4.8), einen zusätzlichen Druckverlust von 1600 Pa aufgrund der hohen Luftgeschwindigkeit verursachen werden. Bei einem Druckwiderstand von 3200 Pa liegt der Volumendurchfluss des Gebläses bei circa 250 L min^{-1} . Um die transiente Simulation für die Abkühlung des T-Bks einfacher zu gestalten, wurden mehrere statische Strömungssimulationen bei unterschiedlichen Festkörpertemperaturen des T-Bks durchgeführt, aus denen die örtlichen Verteilungen der Lufttemperatur und der Wärmeübergangskoeffizienten in eine thermisch-transiente Simulation des optimierten FEM-Modells des T-Bks exportiert wurden. Die Verteilung der Wärmeübergangskoeffizienten variiert mit der Festkörpertemperatur des T-Bks nicht erheblich, weil der Einfluss von anderen Faktoren, wie z.B. die Fluidgeschwindigkeit stärker eingehen. Die Wärmeübergangskoeffizienten für den Luftkörper 2 (Abb. 4.6 links) lagen zwischen $45 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ und $88 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$. Die Temperatur am Ein- und Auslass des selben Luftkörpers werden in der Abbildung 4.6 (rechts) gegenüber der Festkörpertemperatur des T-Bks während der Strömungssimulation gezeigt.

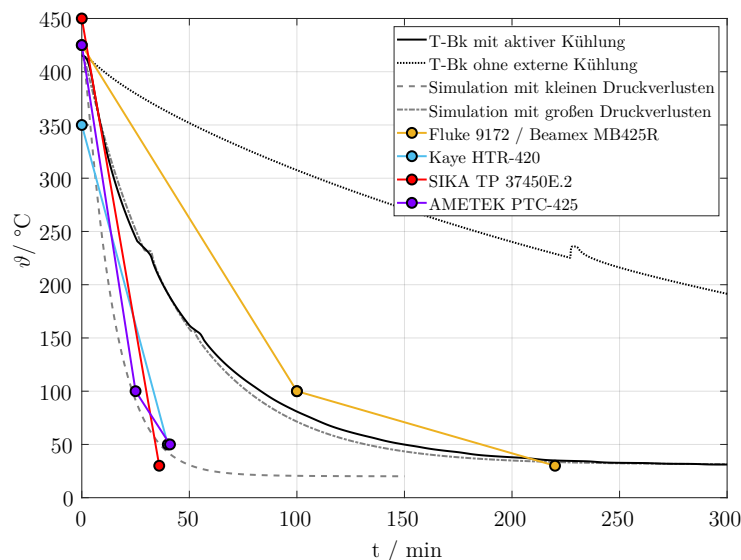


Abbildung 4.7: Gemessene und simulierte Abkühlungskurven des T-Bks dem Stand der Technik gegenübergestellt. Messstelle Referenzthermometer in Abbildung 4.4. Die Messungen und die Simulation mit großen Druckverlusten erfolgten mit eingebauter Fixpunktzelle und deswegen sind Phasenumwandlungen in den Abkühlungskurven zu sehen.

Nach dem Ergebnis dieser Simulation hätte man mit dem Abkühlungskonzept des T-Bks den Stand der Technik übertroffen (Simulation mit kleinen Druckverlusten in Abb. 4.7). Aber es musste auf jeweils einen Luftein- und -auslass, aufgrund der Verlegung elektrischer Teile innerhalb des T-Bks, verzichtet werden. Darüber hinaus entsprachen die mit 1600 Pa geschätzten Druckverluste an den Bauteilen für die Verbindung von T-Bk zum Radialgebläse (Schläuche, Adapter, Mehrwegverteiler in Abb. 4.8), nicht der Realität. Diese lagen nach Geschwindigkeitsmessungen bei circa 4700 Pa und der Volumendurchfluss bei 82 L min^{-1} . Nichtsdestotrotz ist die Verbesserung in der Abkühlungszeit des T-Bks durch die Benutzung des Radialgebläses sichtbar (Vergleich T-Bk mit und ohne Kühlung in Abb. 4.7).

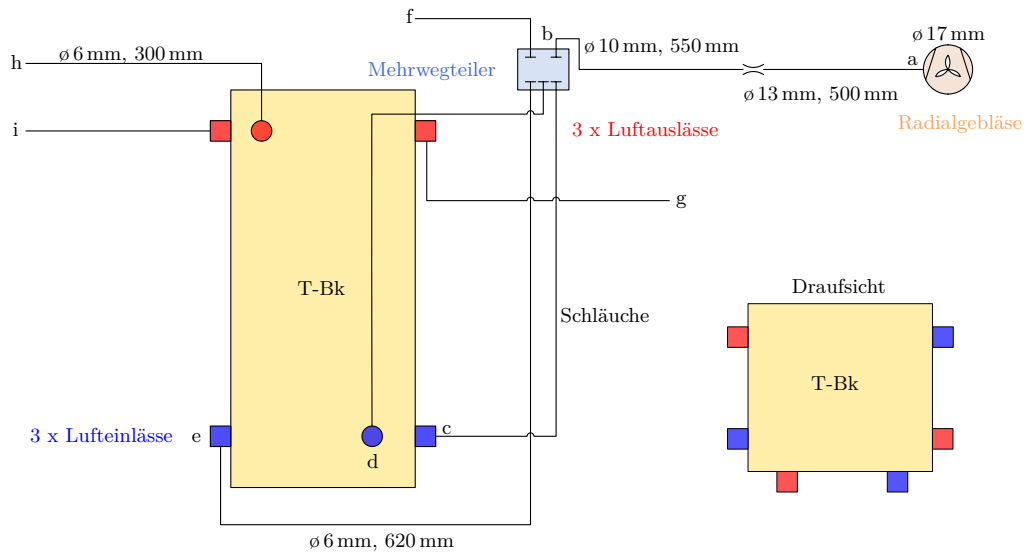


Abbildung 4.8: Schematische Darstellung des gesamten Abkühlungssystems des T-Bks.

Die Geschwindigkeitsmessungen für die Ermittlungen der in diesem Abschnitt erläuterten Volumendurchflüsse und Druckverluste wurden an den mit Buchstaben a bis i in Abbildung 4.8 markierten Stellen durchgeführt und werden in der Tabelle 4.5 belegt. Die Messungen erfolgten mit einem Hitzkugelanemometer, angeschlossen am Multifunktionsklimamessgerät testo 480. Es wurden bei jeder Messung 180 Messwerte über 3 Minuten gemittelt.

Tabelle 4.5: Gemessene Luftgeschwindigkeiten des Abkühlungssystems des T-Bks an den in der Abbildung 4.8 markierten Messstellen. Mittelwert \bar{x} und Standardabweichung s der Messergebnisse.

Messstelle	$\bar{x} / \text{m s}^{-1}$	$2s / \text{m s}^{-1}$
a	33,9	0,8
b	23,6	0,9
c	10,2	0,2
d	14,0	0,2
e	13,6	0,5
f	10,6	0,6
g	4,5	0,4
h	4,6	0,5
i	4,1	0,4

Die Umrechnungen in einen Volumendurchfluss erfolgten mit der Kontinuitätsgleichung [Küm07, S. 62].

Eine relative Unsicherheit der Messungen von maximal 14 % wurde eingeschätzt. Berücksichtigt wurden die Unsicherheitsbeiträge der mittigen Positionierung, sowie der Eintauchtiefe der Kugel in der Strömung. Eine Dichteänderung aufgrund von Temperaturerhöhungen, verursacht durch Reibungskräfte, wurden nicht untersucht. Es ist aber zu erwarten, dass dieser Beitrag sich innerhalb der großzügig eingeschätzten relativen Messunsicherheit befindet.

4.6 Kapitelzusammenfassung

Probabilistische Berechnungen und Optimierungen wurden in diesem Kapitel für die Auslegung der Geometrie des T-Bks sowie seines Abkühlungssystems durchgeführt. Mit dem optimierten FEM-Modell des T-Bks werden geringere Temperaturgradienten innerhalb des Ausgleichsblockes als im Stand der Technik (Homogene Länge in Tab. 3.2) erreicht ($\Delta\vartheta_{\text{Ausgleichsblock}}$ in Tab. 4.2). Die Aufheizzeiten des optimierten Modells des T-Bks sowie seine aufgenommene Leistung liegen im Bereich herkömmlicher Temperatur-Blockkalibratoren (Tab. 4.3). Eine schnellere Abkühlung als beim Stand der Technik konnte aufgrund des großen Druckwiderstands in den Bauteilen des Abkühlungssystems nicht erreicht werden. Dennoch ist eine erhebliche Verbesserung gegenüber einer passiven Abkühlung mit dem vorgestellten System deutlich sichtbar (Abb. 4.8).

5 Systemmodell für die Regelung des Temperatur-Blockkalibrators (T-Bk)

In diesem Kapitel wird eine Umsetzung der Modellreduktion gezeigt, um die Rechenzeit des komplexen FEM-Simulationsmodells des T-Bks zu verringern. Das reduzierte Modell wird mittels probabilistischer Berechnungen an Messungen angepasst und anschließend wird dies mit einem bereits ausgelegten und implementierten Regler ausgeregelt. Ziel der Untersuchungen in diesem Abschnitt war die Möglichkeit, schnellere Simulationsergebnisse in der Systemebene auf Grundlage eines FEM-Modells zu erzielen und auf dieser Basis das System zu regeln.

5.1 Systemanregung des T-Bks

Um eine Validierung des Simulationsmodells mit dem realen System zu ermöglichen, wurde jede der 8 Heizzonen des T-Bks (Abb. 4.4) sowohl im Simulationsmodell als auch im realen System durch eine Sprungfunktion von 5 W bis zu einem quasi-statischen Zustand angeregt. Dieser wurde als quasi-statisch definiert, wenn die Temperaturänderungen an den Messstellen (Abb. 4.4) kleiner als 500 mK h^{-1} waren. Die Leistungseinträge der Heizzonen wurden nach dem Erreichen des quasi-statischen Zustands ausgeschaltet, bis sich nach der Abkühlung des T-Bks ein weiterer quasi-statischer Zustand eingestellt hat. Danach wurde eine weitere Heizzone eingeschaltet (Abb. A.5.1 und Abb. A.5.2).

Der T-Bk ist ein sehr träges thermisches System, was in der Tabelle 5.1 anhand der Messzeiten zum Erreichen des definierten statischen Zustands zu sehen ist. Die Simulationszeiten des thermisch-transienten FEM-Modells (Abschnitt 4.3) sind aufgrund der Modellgröße (ca. 250000 Knoten) und der maximal ausgewählten Schrittweite (500 s) ebenfalls sehr lang (FEM in Tab. 5.1) und erlauben keine probabilistische Berechnung (Abschnitt 2.6). Auch eine mögliche Anpassung der Simulations- an die Messergebnisse ist nicht mit kurzer Rechenzeit durchführbar. Die Anpassung hat als Ziel, dass das Modell eine bessere mathematische Abbildung des realen Systems darstellt (Abschnitt 2.7).

Tabelle 5.1: Messzeiten der Sprungantworten und Simulationszeiten des T-Bks. FEM-Modell 248187 Knoten, Maximale Zeitschrittweite 500 s. MOR-Modell 30 Zustände, Abtastzeit 3 s.

Heizzone	Messzeit / s	FEM / s	MOR / s
Außen	81800	18400	0,85
Deckel außen	74100	20855	1,07
Deckel innen	74600	18157	0,99
Oben	86000	22044	1,06
Mitte	85900	18021	1,12
Unten	85500	20595	1,01
Boden innen	84100	24894	0,90
Boden außen	80100	20242	0,88

Eine Modellordnungsreduktion stellt derzeit die einzige Möglichkeit dar, die Simulationen an die Messergebnisse mit vertretbaren Simulationszeiten anzupassen. Die Reduktion der Modellordnung wurde mit der Anwendung `mor4ansys` durchgeführt. Die Anwendung funktioniert nach dem Arnoldi-Algorithmus. Dieser ist dem Krylow-Unterraum basierten Verfahren zugeordnet (Abschnitt 2.5.2). Zusätzlich zu der erheblich schnelleren Simulationszeit (MOR in Tab. 5.1) ist bei dieser Methode vorteilhaft, dass das reduzierte Modell, MOR-Modell, bereits in einer Zustandsraumdarstellung in der Systemebene (Gleichungen (2.27) und (2.28)) vorliegt. Das Modell kann somit in Matlab exportiert und bearbeitet werden. Damit bieten sich weitere Implementierungen vom MOR-Modell, abgeleitet vom FEM-Modell, an, z. B. für einen Reglerentwurf. Ein direkter Reglerentwurf mit einem FEM-Modell ist sehr zeit- und rechenintensiv [Wei12]. Die Modellreduktion mit 30 Zuständen betrug beim FEM-Modell des T-Bks 193 s. Diese Anzahl von Zuständen ist in der Lage, das originale FEM-Modell höherer Ordnung mit der modellbedingten bestmöglichen Genauigkeit widerzuspiegeln [Rud06].

Einen großen Vorteil des MOR-Modells gegenüber einem identifizierten System, einem sogenannten Blackbox-Modell, ist, dass die Physik hinter der mathematischen Beschreibung nachvollzogen werden kann [Ott08]. Abstriche in der Ergebnisdarstellung gegenüber einem FEM-Modell in Form einer Temperaturverteilung müssen teilweise gemacht werden, da man sich diese Ergebnisse nur bei bestimmten Zeiten durch einen sogenannten expansion point in ANSYS ausgeben lassen kann [Rud05].

5.2 Vergleich MOR- und FEM-Modell des T-Bks

Das reduzierte Modell erhält man in `mor4ansys` aus einer in APDL programmierten Frequenzganganalyse, wobei die einzelnen definierten Eingänge (8 Heizzonen in Abb. 4.4) hintereinander ein- bzw. ausgeschaltet werden. Um das reduzierte Modell überprüfen zu können, müssen die transienten FEM-Simulationen mindestens einmal durchgeführt und ihre Ergebnisse mit denen vom MOR-Modell (simuliert in MATLAB) verglichen werden. Die simulierten Zeiten entsprechen den Messzeiten der Sprungantworten in der Tabelle 5.1. Die Abbildung 5.1 zeigt die prozentualen Abweichungen der normierten simulierten Sprungantworten für die Anregung jeder Heizzone auf alle Messstellen (8 Heizzonen und 7 Messstellen in Abb. 4.4, insgesamt 56 Antworten). Der zeitliche Verlauf der simulierten Sprungantworten wurde in Mittelwert, doppelte Standardabweichung und maximale Abweichung zusammengefasst.

Die Mittelwerte der Abweichungen der Modelle liegen für alle Anregungen der Heizzonen unter 1 % und die größte Abweichung aller Antworten bei ca. 4,2 %. Die maximale Zeitschrittweite der FEM-Simulationen betrug 500 s und die Abtastzeit der MOR-Simulationen betrug 3 s. Der Einfluss der maximalen Zeitschrittweite des FEM-Modells wurde beispielhaft mit 100 s für die Anregung der Heizzone „Deckel Außen“ untersucht. Damit hat sich die Simulationszeit verdreifacht und die maximale prozentuale Abweichung wurde nur um 0,5 % verbessert. Das Kosten-Nutzen-Verhältnis rechtfertigt nicht eine Verkleinerung der maximalen Zeitschrittweite. Änderungen der Abtastzeit des reduzierten Modells haben keine weitere Änderung bewirkt. Für den Vergleich der Simulationsmodelle muss nur das dynamische Verhalten betrachtet werden, da die erste Verifizierung der Modellreduktion mit einer statisch-thermischen FEM-Simulation durchgeführt wird und diese 100 % Übereinstimmung haben muss.

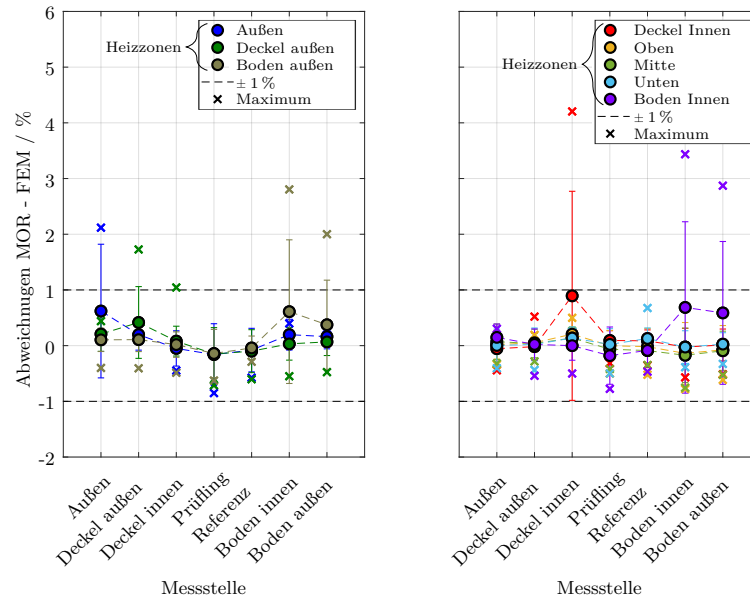


Abbildung 5.1: Prozentuale Abweichung der Simulationsergebnisse von MOR- und FEM-Modell des T-Bks. Heizzonen und Messstellen aus Abb. 4.4. Abgebildet sind Mittelwerte, doppelte Standardabweichung sowie größte Abweichung jeder Messstelle und Anregung. Links, äußere Heizzonen und rechts, innere Heizzonen des T-Bks.

5.3 Anpassung des MOR-Modells des T-Bks

Mit dem Zweck, eine bessere Beschreibung des T-Bks durch das MOR-Modell zu erreichen, wurde eine Anpassung seiner Sprungantworten an Messergebnisse in zwei unabhängigen probabilistischen Simulationen durchgeführt. Dies erfolgte nach dem selben Verfahren wie in Abbildung 4.2 gezeigt wurde.

Zunächst erfolgte eine Minimierung der Abweichungen der statischen Endwerte durch statisch-thermische Simulationen mit dem FEM-Modell. Anschließend wurde die Differenz der simulierten zu den gemessenen Sprungantworten durch transienten Simulationen mit dem MOR-Modell minimiert. Ein Ausgangsparameter von 0 % bedeutet 100 % Übereinstimmung. Die Größe der jeweiligen Stichproben für die Sensitivitätsanalysen betrug 250. Die Trennung der Optimierung des Modells nach seinem statischen und dynamischen Verhalten ermöglicht die Verringerung der Parameteranzahl der thermisch-transienten Simulation um die sensitiven Parameter der statisch-thermische Simulation. Die Tabelle 5.2 zeigt eine Zusammenfassung der Eingangsparameter und ihre Abweichungsgrenzen, die für die Sensitivitätsanalysen in diesem Abschnitt festgelegt wurden. Die 11 Stoffe sind in der Abbildung 4.4 jedem Bauteil zugeordnet. Ihre thermischen Stoffeigenschaften, Wärmeleitfähigkeit λ , spezifische Wärmekapazität c und Dichte ρ werden in der Tabelle A.2.2 angegeben. Die Änderungen der Eigenschaften der Isolationsmaterialien erstrecken sich über einen größeren Bereich, da sie unterhalb von 200 °C nicht ausreichend belegt sind. Die thermischen Widerstände $R_{th,c}$ wurden, wie im Abschnitt 4.3 erläutert, definiert. Dieser Eingangsparameter wird durch die Dicke der Luftspalte variiert. Die Wärmeübergangskoeffizienten zur Umgebung α wurden in den Grenzen der zu erreichenden Präzision nach der Berechnung mit empirischen Gleichungen für seine Bestimmung [Inc00, S. 355, 358, 371] variiert. Die experimentell ermittelten Abweichungen der Leistungen der Heizzonen liegen bei etwa 30 mW. Dies ist

bezüglich der 5 W Leistung für die Anregung der Sprungantworten sehr gering und wurde deshalb nicht als Eingangsparameter berücksichtigt.

Tabelle 5.2: Anzahl der Eingangsparametern des zu reduzierenden Modell.

Eingangsparameter		Statisch	Dynamisch	Änderung (Isolationsmaterialien)
Stoffeigenschaften	λ	11	9	10 % (30 %)
	c	0	11	10 % (30 %)
	ρ	0	11	10 % (30 %)
$R_{th,c}$		30	30	0,000 001 mm bis 2 mm
Randbedingungen	α	3	3	20 %
Gesamt		44	64	

Statisch-thermische Simulationen: Als Ausgangsparameter für die Anpassung wurde die Summe der absoluten prozentualen Abweichungen aller 56 statischen Endwerte an den Messstellen für die Anregung jeder Heizzone definiert. Dieser Wert ist laut *MoP* von optiSLang mit einem *CoP* von 97 % (Tab. 5.3 und Abb. 5.3 links) hauptsächlich von den Wärmeleitfähigkeiten der Isolationsmaterialien (KVS und Promalight in Tab. A.2.2) abhängig.

Tabelle 5.3: Sensitivste Eingangsparameter des MOR-Modells nach den Sensitivitätsanalysen des statischen und dynamischen Verhaltens. EP: Eingangsparameter, AW: Anfangswert, OW: Optimierter Wert, GM: Gesamtes Modell.

EP	<i>CoP</i> / %	Statisch		<i>CoP</i> / %	Dynamisch	
		AW	OW		AW	OW
$\lambda_{KVS} / \text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	84	0,09	0,190	-	-	-
$\lambda_{PROMALIGHT} / \text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	13	0,023	0,036	-	-	-
$c_{KVS} / \text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	-	-	-	25	1050	735
$c_{Degussit} / \text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	-	-	-	7	900	907,04
$\rho_{KVS} / \text{kg m}^{-3}$	-	-	-	16	300	210
$\rho_{Degussit} / \text{kg m}^{-3}$	-	-	-	8	3839	3800
$\rho_{Cu} / \text{kg m}^{-3}$	-	-	-	4	8910	9810
$R_{th,c} / \text{mm}$	-	-	-	-	-	-
Heizzone Außen - Isolationsrohr Außen	-	-	-	3	1×10^{-6}	$3,4125 \times 10^{-3}$
$\alpha_{\text{Vertikal}} / \text{W m}^{-2} \text{K}$	-	-	-	3	5	4,523
<i>CoP</i> GM	97			66		

Eine Optimierung der sensitivste Eingangsparametern in den definierten Bereichen (Tab. 5.2) bringt eine erhebliche Verbesserung der Modellanpassung an die Messergebnisse. Die Abbildung 5.2 rechts zeigt die prozentuale Verbesserung des angepassten Modells zum Anfangsmodell. Ein Wert oberhalb von 0 % entspricht einer Verbesserung. Danach liegen die Mehrheit der prozentualen Abweichungen der statischen Endwerte des FEM-Modells zu den Messergebnissen (42 von 56 Antworten) im Bereich von ± 25 % (Abb. 5.2 links). Trotz der Verbesserung bleiben große Differenzen bestehen, die durch den Einfluss folgender Faktoren

erklärt werden könnten. Bei der Messung wird zunächst eine Differenz des Temperatur-sprunges zu der jeweiligen Anfangstemperatur für den Vergleich gebildet, weil ein absoluter Vergleich nicht sinnvoll erscheint, da die Thermometer der Messstellen bis auf den Prüfling und das Referenzthermometer fest eingebaut sind und deswegen nicht kalibriert wurden. Darüber hinaus ist die Definition der thermischen Widerstände nicht ausreichend für die Abbildung der Anregungen dieser Heizzonen, deren Sprungantworten stark getrennt von den anderen Messstellen sind (Anregungen mit kleineren Querkorrelationen). Das ist der Fall für beide Heizzonen an den Deckeln sowie für die Heizzone "Boden außen,, (Abb. A.5.1 und Abb. A.5.2).

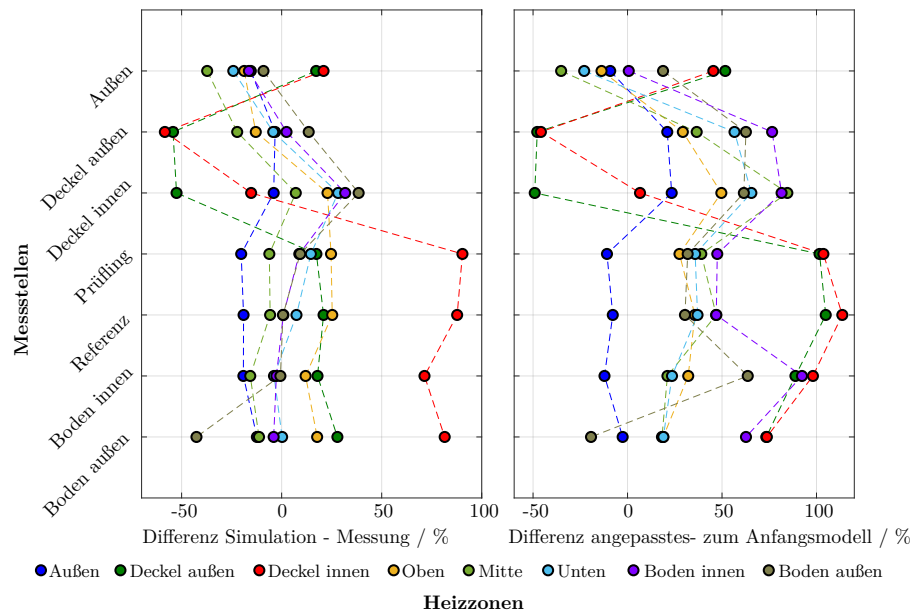


Abbildung 5.2: Links: prozentuale Abweichung der statischen Endwerte aller Messstellen zu den Anregungen der Heizzonen. Rechts: prozentuale Verbesserung des angepassten bezüglich dem Anfangsmodell. Heizzonen und Messstellen aus Abb. 4.4.

Weitere gezielte Untersuchungen dieser Eingangsparameter haben nicht zu einer Verbesserung der Abweichungen (Abb. 5.2 rechts) beigetragen, da eine bessere Anpassung der statischen Endwerte der zugehörigen Messstellen der genannten Heizzonen die der anderen verschlechtert hat. Darüber hinaus findet der Vergleich mit Messergebnissen eines quasi-statischen Zustands statt. Eine bessere Stabilisierung der gemessenen Temperatur als (die vorher definierte von) 500 mK h^{-1} ist ohne eine Regelung wegen der thermischen Trägheit des Systems und der Temperaturschwankungen im Laborraum während der langen Messzeit (Tab. 5.1) nicht möglich. Nichtsdestotrotz wird das statische angepasste Modell benutzt und sein dynamisches Verhalten weiterhin durch transiente Simulationen angepasst. Als Überprüfung der auf den Antwortflächen (Abb. 5.3 links) von optiSLang berechneten optimierten Ergebnisse wurde die Berechnung mit den optimierten Eingangsparametern in ANSYS durchgeführt. Der Vergleich wird in Tabelle 5.4 gezeigt. Eine gute Übereinstimmung ist wegen des großen $CoPs$ zu erwarten. Die Anfangsdifferenz vor der Optimierung für den statischen Fall lag bei 4164 %.

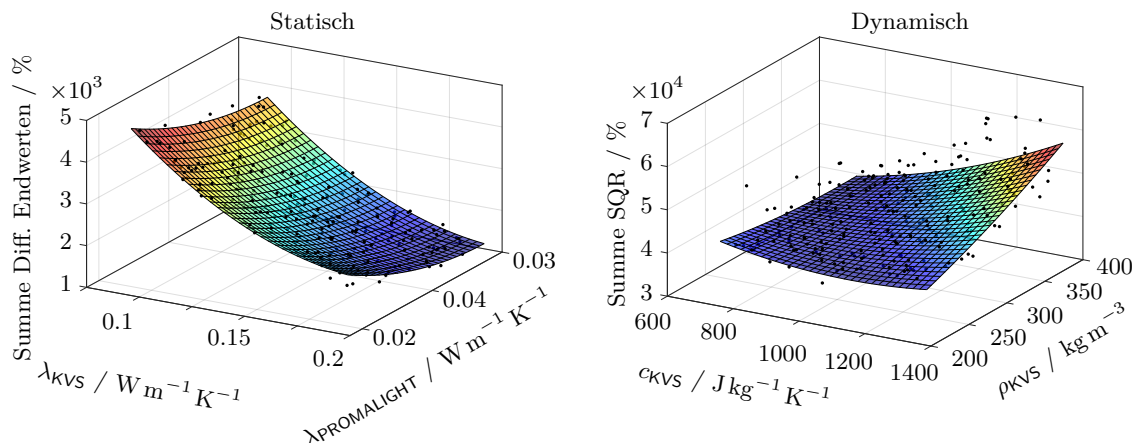


Abbildung 5.3: Berechnete Antwortflächen der zwei sensitivsten Eingangsparameter der statisch-thermischen und der transient-thermischen Simulationen. Ausgangsparameter sind die Differenzen zu den Messwerten. Die schwarzen Punkte zeigen die simulierten Werte. SQR: Residuenquadratsumme.

Transient-thermische Simulationen: Als Ausgangsparameter für die Anpassung des dynamischen Verhaltens wurde die Addition der Residuenquadratsumme (SQR) der Differenzen der 56 normierten simulierten zu den normierten gemessenen Sprungantworten definiert. Dieser Wert ist mit einem *CoP* von 66 % (Tab. 5.3 und Abb. 5.3 rechts) hauptsächlich von der Dichte ρ und der spezifischen thermischen Wärmekapazität c des Isolationsmaterials KVS (Tab. A.2.2) abhängig. Der *CoP* ist nicht besonders hoch, aber ausreichend genug, um eine kleine Abweichung zwischen den Ergebnissen der Optimierung auf dem *MoP* und den in ANSYS simulierten Ergebnissen (Tab. 5.4) zu bekommen. Für den Vergleich wird die normierte Differenz angenommen, weil die Anfangstemperaturverteilung des T-Bks vor jeder Anregung nicht bekannt ist, die Thermometer nicht kalibriert und die statischen Endwerte im vorigen Schritt bereits überprüft wurden.

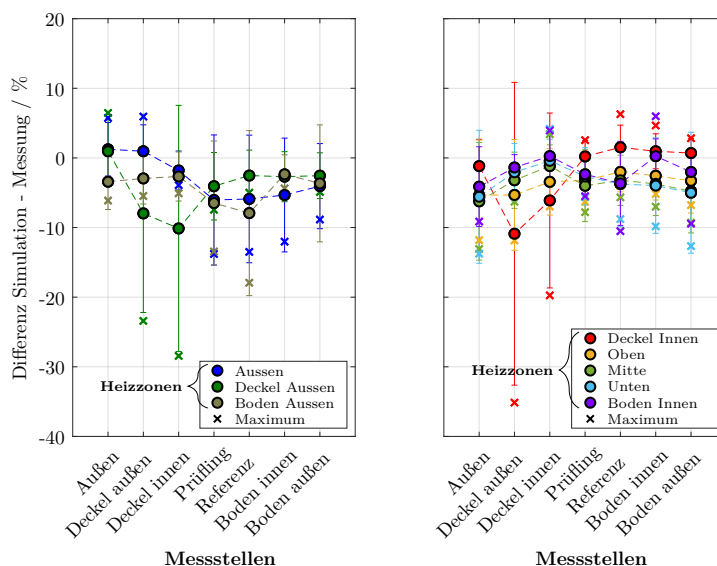


Abbildung 5.4: Prozentuale Abweichung der Ergebnisse vom MOR-Modell zu den Messungen des T-Bks. Heizzonen und Messstellen aus Abb. 4.4. Abgebildet sind Mittelwerte, doppelte Standardabweichung und größte Abweichung jeder Messstelle und Anregung. Links, äußere Heizzonen und rechts, innere Heizzonen.

Die Mehrheit der prozentualen Abweichungen der Sprungantworten des MOR-Modells zu den Messergebnissen (40 von 56 Antworten) liegen nach der Optimierung im Bereich von $\pm 10\%$ (Abb. 5.4). Die größten Abweichungen liegen weiterhin bei den vorher genannten Anregungen der Heizzonen bei ihren eigenen Messstellen, "Deckel außen," und "Deckel innen,,". Diesmal können die Abweichungen auf der Annahme der Linearität des Modells beruhen, da die Materialeigenschaften nach der Modellreduktion nicht temperaturabhängig definiert werden können. Dieses beeinflusst Systemdynamik [Aug19].

Einige der maximalen Differenzen in der Abbildung 5.4 liegen innerhalb des Bereiches der doppelten Standardabweichung, was dafür spricht, dass bei diesem bestimmten Fall die Differenzen nicht normalverteilt sind. Der SQR des MOR-Modells wurde durch die Anpassung der Simulations- an die Messergebnisse von 43 000 % auf 37 116 % (Tab. 5.4) verbessert.

Tabelle 5.4: Überprüfung (nach Abb. 4.2) der optimierten Ergebnisse auf den Antwortflächen für die statisch-thermische (Abb. 5.3 links) und die thermisch-transiente Simulationen (Abb. 5.3 rechts).

	Statisch	Dynamisch
Antwortflächen / %	1298	40361
ANSYS (Matlab) / %	1219	(37116)
Differenz Antwortflächen - ANSYS (Matlab) / %	7	9

5.4 Regelung des MOR-Modells des T-Bks mit vorher ausgelegtem Regler

Ein für den T-Bk entworfener und implementierter Regler [Hoh17] wurde in das optimierte MOR-Modell eingesetzt. Eine eigene Reglerauslegung gehörte nicht zum Bestandteil dieser Arbeit. Für die Regelung wurde das Signal des Prüflings (Abb. 4.4) nicht benutzt. Als Grundlage für den Vergleich der geregelten Systemantworten wurde ein Sollwert von $415\text{ }^\circ\text{C}$ festgelegt. Die Differenzen zwischen den Simulations- und den Messergebnissen werden in der Abbildung 5.5, sowie die simulierten und die gemessenen Verläufe für die Bildung dieser Differenzen in Abbildung A.5.3 gezeigt.

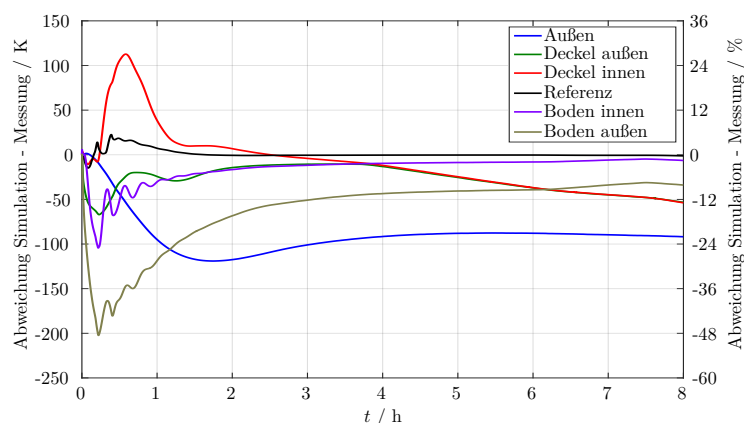


Abbildung 5.5: Abweichung des geregelten MOR-Modells und der geregelten Messung mit dem T-Bk. Sollwert $415\text{ }^\circ\text{C}$. Kurven entsprechen den Messstellen in Abb. 4.4. Die rechte vertikale Achse stellt die prozentuale Abweichung für Vergleichszwecke mit der Literatur dar. Diese wurde aus Temperaturen in $^\circ\text{C}$ berechnet.

Eine Bewertung der erzielten Ergebnisse mit dem geregelten MOR-Modell wird in der Tabelle 5.5 zusammengefasst. Es werden nur die Ursachen für große Abweichungen der einzelnen Messstellen zur Messung diskutiert. Zu den in der Tabelle 5.5 erläuterten Ursachen für die Abweichungen muss für alle hinzugefügt werden, dass das MOR-Modell nach seiner Optimierung in Abschnitt 5.3 nicht auf 100 % mit dem realen System übereinstimmt.

Tabelle 5.5: Auswertung der Ergebnisse des geregelten MOR-Modells.

Messstelle	Ergebnis	Mögliche Ursache
Außen	Messstelle wird im MOR-Modell zu einer niedrigeren Temperatur als im Messergebnis geregelt. Die Abweichung beträgt maximal 119 K (30 %).	Linearisierung des Systems und dementsprechend keine ordentliche Abbildung der Strahlung bei einer Temperatur (415 °C), bei der sie eine führende Rolle in der Wärmeübertragung übernimmt.
Deckel außen	Messstelle wird kurzzeitig zu einer Abweichung der Solltemperatur von ca. 10 K (5 %) ausgegeregelt. Dabei weist die maximal auftretende Abweichung zum Messergebnis 66 K (16 %) auf. Die Abweichung nimmt nach ca. 4 h stetig zu.	Die stetig wachsende Differenz liegt an den Messergebnissen selbst, da die Messstelle nicht ausgegeregelt und konstant gehalten wird, sondern sich immer weiter erwärmt (Abb. A.5.3).
Deckel innen	Abweichung zum Messergebnis ist mit einer Spitze ausgeprägt und weist dabei maximal 112 K (28 %) auf. Mit der Zeit fäät die Abweichung auf ein Minimum, ändert ihr Vorzeichen und wird stetig größer.	Die maximale Abweichung könnte auf eine schlechte Abbildung der thermischen Kontakte beruhen. Die stetig wachsende Differenz liegt an den Messergebnissen selbst, da die Messstelle nicht ausgegeregelt und konstant gehalten wird, sondern sich immer weiter erwärmt (Abb. A.5.3).
Referenzthermometer	Messstelle wird zur Solltemperatur geregelt und die Abweichung zum Messergebnis weist maximal 22 K (5 %) auf.	-
Boden innen	Abweichung zum Messergebnis ist mit einer Spitze ausgeprägt und weist dabei maximal 104 K (25 %) auf. Danach wird die Temperatur der Messstelle zu einer Abweichung der Solltemperatur von ca. 9 K (3 %) ausgegeregelt.	-
Boden außen	Abweichung zum Messergebnis ist mit einer Spitze ausgeprägt und weist dabei maximal 200 K (48 %) auf. Nach der maximalen Abweichung wird diese bis auf eine Konstante von ca. 40 K (10 %) ausgegeregelt	Könnte auf eine schlechte Abbildung der thermischen Kontakte beruhen.

Zusätzliche Messungen bei 80 °C und 200 °C wurden durchgeführt, um die Fehlereinflüsse durch die Linearisierung des Systems (Berücksichtigung der Wärmestrahlung nur in der Wärmeleitfähigkeit des Luftkörpers) und die bereits erwähnte temperaturabhängige Änderung der Materialeigenschaften zu untersuchen. Daraus wurde eindeutig, dass mit zunehmender Temperatur die Differenz der Messstelle ‘Außen,’ zwischen Simulations- und Messergebnis auch zunimmt, was die Ursache in der Tabelle 5.5 bestätigt. Alle anderen Messstellen verhalten sich so, wie es bereits gezeigt wurde (Abb. 5.5 und A.5.3).

Auf den ersten Blick sind die Differenzen zwischen den Simulations- und Messergebnissen

der geregelten Antwort des T-Bks sehr groß. Es muss aber dazu angemerkt werden, dass diese Differenzen zwischen 20 % bis zum 25 % bei unterschiedlichen Methoden in einfacheren Modellen auch zu erwarten sind [Mar15a]. Weit außerhalb dieses Bereiches liegt nur die Antwort der Messstelle "Boden außen,,. Da diese sich im Verlauf der Messung zum plausiblen Bereich hinbewegt, werden mögliche Hintergründe für diese Differenz nicht weiter diskutiert.

5.5 Kapitelzusammenfassung

Mit der Modellreduktion wird die schnellere Durchführung von Berechnungen mit hinreichender Genauigkeit in der Systemebene auf Grundlage eines FEM-Modells ermöglicht. Dabei beträgt die Abweichung von MOR- zum komplexeren FEM-Modell des T-Bks maximal ca. 4 % (Abb. 5.1). Durch die kürzeren Simulationszeiten des MOR-Modells wird damit die Gelegenheit geboten, Systemantworten von komplexen Modellen an reale Systeme mittels probabilistischer Berechnungen anzupassen. Verbesserungen in der Übereinstimmung der Ergebnisse von MOR-Modell zu den Messungen wurden im statischen und im dynamischen Verhalten des T-Bks erreicht (Abb. 5.2, rechts und Abb. 5.4). Dies erlaubte eine Übereinstimmung der geregelten Antworten des MOR-Modells mit den Messergebnissen beim Einsatz eines im T-Bk bereits implementierten Reglers im Rahmen akzeptabler Abweichungen. Aus diesem Grund könnte auch das MOR-Modell selbst für die Reglerauslegung komplexer Systeme verwendet werden. Ein zusätzlicher Vorteil der Benutzung des MOR-Modells besteht darin, dass im Hintergrund die Physik des Systems über die Abbildung des FEM-Modells verstanden werden kann.

6 Kompakte Mehrfachfixpunktzelle (k-MFZ) mit In, Sn und Zn als Temperaturabsolutwertbezug des Temperatur-Blockkalibrators (T-Bk)

In diesem Kapitel werden die Entwicklung und Festlegungen zur Konstruktion der kompakten Mehrfachfixpunktzelle anhand thermischer und mechanischer FEM-Simulationen gezeigt. Die thermisch-mechanische Belastbarkeit der Zelle wird untersucht, um daraus ihre Lebensdauer, bedingt durch die Graphitoxidation, zu prognostizieren. Abschließend wird die Langzeituntersuchung der Zelle zur Ermittlung der Fixpunkttemperaturen der enthaltenden Fixpunktmaterialien durchgeführt. Ziele der Untersuchungen in dieser Abschnitt waren, eine für den Temperatur-Blockkalibrator optimierte Mehrfachfixpunktzelle zu entwickeln und ihre Umsetzbarkeit als in situ Kalibrierreferenz zu überprüfen.

6.1 Anforderungen an die k-MFZ

Um die Rückführbarkeit der Kalibrierung mit dem T-Bk zu gewährleisten (Punkt 6 in der Liste im Abschnitt 4.1), enthält der Einsatzblock des T-Bks eine kompakte Mehrfachfixpunktzelle (k-MFZ) (Abb. 4.4), in der das Referenzthermometer des T-Bks kalibriert wird. Um die Unsicherheit dieser Kalibrierung zu minimieren, beinhaltet die k-MFZ die drei Fixpunktmaterialien der ITS-90 (Abb. 2.5), die im Temperatureinsatzbereich des T-Bks (von 80 °C bis 430 °C) ihre Fixpunkttemperatur haben.

Die Geometrie der k-MFZ wird durch den Durchmesser (57,5 mm in Abb. 4.1) des T-Bks nach der Optimierung begrenzt. Konstruktionsbedingt wurden für die k-MFZ ein Durchmesser von 47,5 mm und eine Höhe von 62,5 mm festgelegt.

Der innere Aufbau der k-MFZ wird nach den folgenden Kriterien optimiert:

- 1. Temperaturhomogenität:** Es wird vorausgesetzt, dass während der Phasenumwandlung jedes Fixpunktmaterials die gesamte Zelle möglichst die Fixpunkttemperatur übernimmt.
- 2. Plateaumerkmale:** Die Zelle wird so konstruiert, dass die Plateaus (siehe Abschnitt 3.1.2) möglichst flach und lang sind, dass sie gemessen und ausgewertet werden können.
- 3. Reaktionszeit:** Die thermische Kopplung zwischen dem Referenzthermometer und der Zelle muss so sein, dass der Anfang der Phasenumwandlung der Fixpunktmaterialien innerhalb weniger Sekunden erkannt werden kann.
- 4. Mechanische Stabilität:** Die Zelle muss die durch die Temperatur verursachten mechanischen Spannungen wegen der unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten der Bauteile aushalten können. Im Fall von Graphit als Tiegelmateriale, muss sein Oxidationsverhalten eine lange Benutzung der Zelle erlauben.
- 5. Reproduzierbarkeit:** Die aus den Phasenumwandlungsplateaus bestimmten Fixpunkttemperaturen müssen von externen Einflüssen, wie Raumtemperatur- und Druckschwankungen oder Heizregimen, möglichst unabhängig sein oder ihre Abhängigkeiten müssen sich ermitteln lassen.

6. Langzeitstabilität: Die Fixpunkttemperatur darf sich mit der Zeit nicht ändern.

Die Kriterien **1** und **3** werden durch Simulationen untersucht. Die Kriterien **5** und **6** werden durch Experimente überprüft und die Kriterien **2** und **4** werden sowohl durch Simulationen als auch experimentell kontrolliert.

6.2 Optimierung der Geometrie der k-MFZ durch thermische und mechanische FEM-Simulationen

Die Kriterien **1**, **2**, **3** und **4** der Anforderungen an die k-MFZ werden in diesem Abschnitt zur Festlegung ihres Designs mit einbezogen.

Unterschiedliche Bauformen der k-MFZ und Anordnungen der Fixpunktmaterialien innerhalb der Zelle wurden verglichen (Abb. 6.1). Sogar eine Implementierung mehrerer baugleicher miniaturisierter Fixpunktzellen [Leh95], [Bog02, S. 32] in die Konstruktion wurde überlegt (Modell 4 und Modell 5 in Abb. 6.1). Dies wurde aber aufgrund der schlechten Temperaturhomogenität solcher Zellenausführungen während der Phasenumwandlung nicht weiter verfolgt. Homogenere Temperaturfelder in der Zelle entstehen bei coaxialer Anordnung der Fixpunktmaterialien [Sch09a, S. 25]. Deswegen wurde diese Art der Anordnung als Ausgangspunkt für die Auswahl und die Optimierung der Geometrie der k-MFZ nach den thermischen Kriterien **1**, **2**, und **3** untersucht.

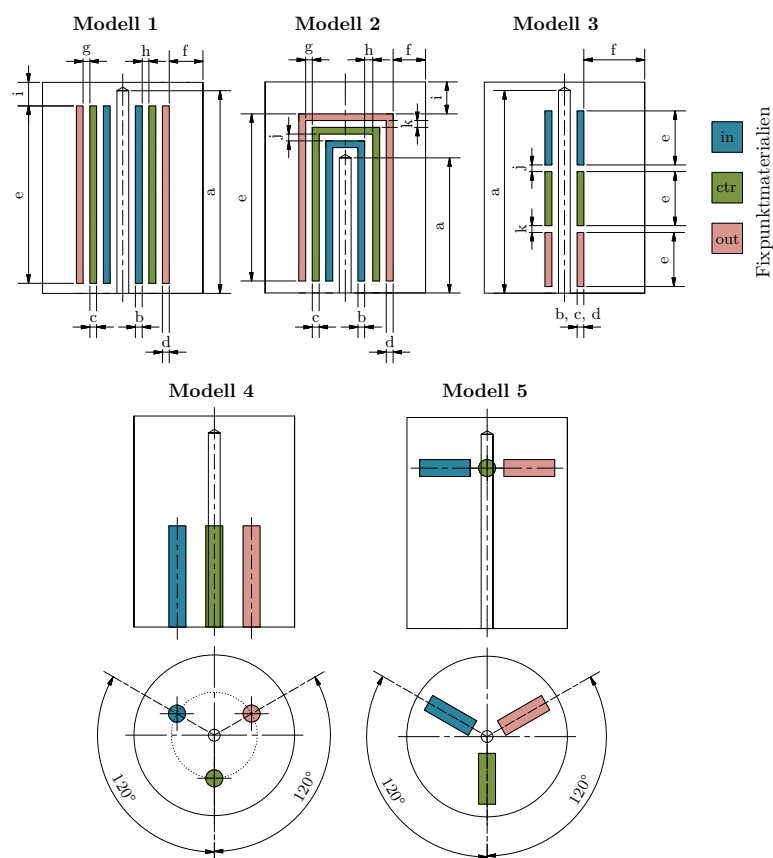


Abbildung 6.1: Ausgangsmodelle und ihre Parameter für den Entwurf und die Optimierung der k-MFZ.

Eingangsparameter der Simulationsmodelle der k-MFZ waren geometrische Abmessungen (a bis j in Abb. 6.1) sowie die Position der Fixpunktmaterialien innerhalb der Zelle (in, ctr, out in Abb. 6.1). Verschiedene Materialien für die Anfertigung der Tiegel wurden untersucht [Hie13, S. 20], wobei Graphit ausgewählt wurde. Dieses Material wird wegen seiner großen Wärmeleitfähigkeit, der guten chemischen Verträglichkeit mit den Fixpunktmaterialien und der guten mechanischen Bearbeitbarkeit typischerweise zu Herstellung von Fixpunktzellen verwendet [Ber04, S. 446].

Für die Simulationen wurde ein 2D-axialsymmetrisches Modell der optimierten Geometrie des T-Bks (Abb. 4.4) verwendet. Mit der Anpassung des Außenradius des T-Bks wird seine thermische Masse, wie in Abschnitt 4.3 erklärt, berücksichtigt, um eine bessere Vernetzung, bei Beibehaltung der Anzahl der Knoten und Elementen, zu bekommen. Eine Erhöhung der Netzqualität ist wegen der Nichtlinearität des Systems aufgrund der Phasenumwandlungen für eine einfachere Simulationskonvergenz gewünscht. Die Energieverluste durch Konvektion wurden für das Modell in Abschnitt 4.3 bereits aufgelistet. Die Luft im Hohlraum zwischen den internen und externen Heizzonen für die Abkühlung wird als ruhender Körper berücksichtigt. Die Strahlung im Hohlraum wird weiterhin mit der berechneten äquivalenten Wärmeleitfähigkeit der Luft berücksichtigt. Der Energieeintrag durch die Heizzonen wird mittels eines äquivalenten Wärmeübergangskoeffizienten von $2816 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ realisiert. Eine Erklärung der Umrechnung aus einer Leistung bzw. einem Wärmestrom findet man in [Hoh15]. Die Definition von Wärmeströmen als Randbedingungen ist für die folgenden Simulationen nicht sinnvoll, da eine definierte Temperatur eingehalten bzw. ein Temperaturregime gefahren wird. Die Regelung dieser Temperatur wird mit Konvektion als Randbedingung sehr einfach realisiert.

Die thermischen FEM-Simulationen für die Optimierung der k-MFZ wurden in zwei Schritten durchgeführt. Zunächst wurde mittels probabilistischer Studien (wie in der Abbildung 4.2 erklärt wurde) einer statisch-thermischen Simulation mit dem Modell 1, dem Modell 2 und dem Modell 3 in Abb. 6.1 das beste Design für die k-MFZ nach dem Kriterium **1** ausgewählt, sowie die geometrische Größen und die Positionierung der Fixpunktmaterialien festgelegt. Anschließend wurden mit einzelnen Variationen des besten Designs die Kriterien **2** und **3** in einer thermisch-transienten Simulation untersucht. Das Kriterium **4** wurde separat in einer thermisch-mechanischen FEM-Simulation untersucht.

Statisch-thermische Simulationen: Diese Simulationen wurden in drei Schritten für jedes Modell der k-MFZ (Abb. 6.1) durchgeführt, wobei immer der maximale Temperaturunterschied zwischen der Zelle und dem Sensor vom Referenzthermometer bei jedem Schritt bzw. in der Schmelzphase von jedem Fixpunktmaterial ausgewertet wurde. Die Summe aller drei maximalen Temperaturunterschiede ($\Delta\vartheta_{\text{T}}$ in Gleichung (6.1)) wurde als Minimierungsaufgabe (Ausgangsparameter) für die Optimierung ausgewählt.

$$\Delta\vartheta_{\text{T}} = (\vartheta_{\text{max}} - \vartheta_{\text{min}})_{\text{T}} = (\vartheta_{\text{max}} - \vartheta_{\text{min}})_{\text{In}} + (\vartheta_{\text{max}} - \vartheta_{\text{min}})_{\text{Sn}} + (\vartheta_{\text{max}} - \vartheta_{\text{min}})_{\text{Zn}} \quad (6.1)$$

Es wurde bei den statisch-thermischen Simulationen angenommen, dass während der Phasenumwandlung das gesamte Fixpunktmaterial die Fixpunkttemperatur hat und dass die Heizzonen vom T-Bk eine Temperatur von 2 K mehr haben. Die Anzahl der Stichproben für die Sensitivitätsanalyse wurde auf 700 gesetzt. Restriktionskriterien (z. B. geometrische Grenzen) wurden für die Durchführbarkeit der automatischen Simulationen auch festgelegt und deswegen ist der Anzahl der tatsächlich durchgeführten Berechnungen nicht für alle Modelle gleich (Abb. 6.2).

6 Kompakte Mehrfachfixpunktzelle (k-MFZ) mit In, Sn und Zn als Temperaturabsolutwertbezug des Temperatur-Blockkalibrators (T-Bk)

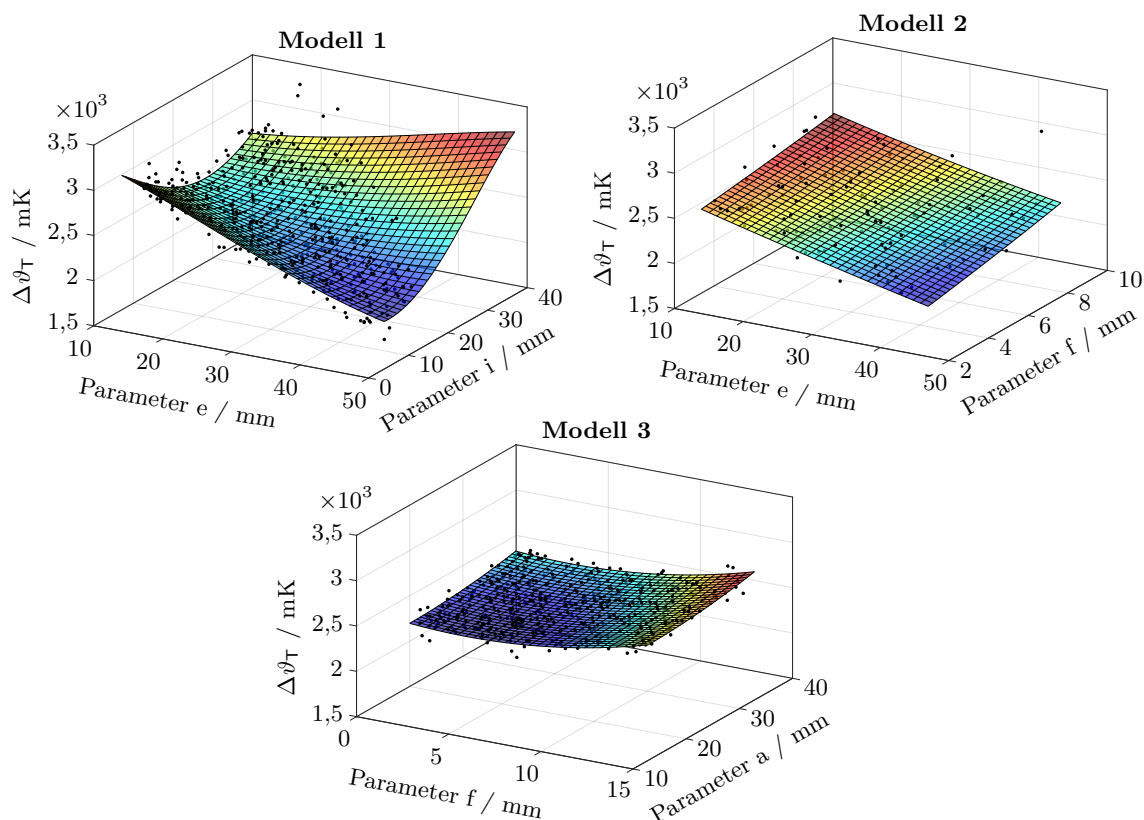


Abbildung 6.2: Berechnete Antwortflächen der zwei sensitivsten Eingangsparameter jedes Simulationsmodells. Die schwarzen Punkte zeigen die simulierten Werte.

Die Modelle 1 und 2 sind am stärksten von der Länge der Kavitäten (Parameter e) und das Modell 3 von der radialen Positionierung der Fixpunktmaterialien (Parameter f) abhängig (Tab. 6.1), weil die CoP s dieser Parameter am größten sind. Die minimalen Temperaturunterschiede können nach der Optimierung bei den Modellen 1 und 2 gefunden werden (Abb. 6.2). Diese liegen bei circa 1600 mK.

Tabelle 6.1: Sensitivste Eingangsparameter EP der Modelle nach der Sensitivitätsanalyse mit $\Delta\vartheta_{\tau}$ als Ausgangsparameter. AW: Anfangswert, OW: Optimierter Wert, GM: Gesamtes Modell. Die Temperaturwerte in der Tabelle entsprechen den Fixpunkttemperaturen von In, Sn und Zn (Abb. 2.5).

EP	CoP %	Modell 1		CoP %	Modell 2		CoP %	Modell 3	
		AW	OW		AW	OW		AW	OW
a	18	23 mm	13 mm	6	23 mm	20 mm	14	13 mm	25,3 mm
e	48	40 mm	48,5 mm	52	40 mm	40 mm	3	11 mm	5 mm
f	3	5 mm	3,25 mm	9	5 mm	3,25 mm	46	15 mm	4,9 mm
i	21	10 mm	7 mm	-	-	-	5	10 mm	26,6 mm
j	-	-	-	-	-	-	5	3 mm	1 mm
in	-	-	-	-	-	-	10	157 °C	232 °C
ctr	3	232 °C	232 °C	-	-	-	10	232 °C	157 °C
out	2	420 °C	420 °C	3	420 °C	420 °C	-	-	-
CoP GM		90		70		83			

Eine Überprüfung der auf den Antwortflächen optimierten Ergebnisse erfolgte, indem die Modelle mit optimierten Parametern innerhalb ANSYS berechnet wurden. Weil die *CoPs* aller drei Modelle größer als 70 % sind (Tab. 6.1), liegen die Ergebnisse nicht sehr weit auseinander (Tab. 6.2).

Tabelle 6.2: Überprüfung (nach Abb. 4.2) der optimierten Ergebnisse auf den Antwortflächen (Abb. 6.2) für jedes Simulationsmodell.

	$\Delta\vartheta_T / \text{mK}$		
	Modell 1	Modell 2	Modell 3
Antwortflächen	1605	1803	2501
ANSYS	1620	1695	2562
Differenz Antwortflächen - ANSYS / %	-1	6	-2

Die Temperaturhomogenität der k-MFZ (Kriterium **1**) ist besser beim Modell 1, obwohl diese sich nicht erheblich von der des Modells 2 unterscheidet. Modell 1 wird auch bevorzugt, weil es die Möglichkeit bietet, Thermometer von beiden Seiten in die Bohrung einzutauchen. Damit könnte der Prüfling im T-Bk auch innerhalb der k-MFZ kalibriert werden (Abb. 4.4). Aus der Tabelle 6.1 lässt sich die günstigste Anordnung der Fixpunktmaterialien im Modell 1 der k-MFZ herauslesen. Indium ist in der inneren, Zinn in der mittleren und Zink in der äußeren Kammer. Diese Anordnung wird für den transienten Fall ebenfalls bevorzugt, da die äußere Kammer das größte Volumen und Zink die größte latente Wärme (Tab. A.2.2) besitzt, was trotz des größeren Abstands und dementsprechend der schlechteren thermischen Kopplung zwischen Fixpunktmaterial und Referenzthermometer eine Kalibrierung erlauben würde. Indium und Zinn werden mit der selben Argumentation nach der geringeren latenten Wärme von innen nach außen angeordnet.

Transient-thermische Simulationen: Drei Varianten (Tab. 6.3) der nicht sensitiven Eingangsparameter (b, c, d, g, h in Abb. 6.1) des Modells 1 wurden mit diesen Simulationen durchgeführt, um die Kriterien **2** und **3** des Zellenentwurfs zu untersuchen. Diese Parameter wurden während der Sensitivitätsanalyse von der Software optiSLang automatisch gefiltert. Das Modell 1A entspricht der optimierten Ausgangssituation nach den statischen Simulationen, das Modell 1B hat breitere Fixpunktkammern (b, c, d in Abb. 6.1) und das Modell 1C hat neben breiteren Fixpunktkammern einen größeren Abstand zwischen ihnen (g, h in Abb. 6.1).

Tabelle 6.3: Optimierte Varianten der nicht sensitiven Parameter des Modells 1 für die transient-thermischen Simulationen.

Parameter	Modell 1A	Modell 1B	Modell 1C
b	2	4	3
c	2	4	3
d	2	3,5	3

Der Schmelzvorgang für jedes Fixpunktmaterial wurde getrennt ab einer Temperatur von 2 K unterhalb der jeweiligen Fixpunkttemperatur mit einer Heizrate von $0,1 \text{ K min}^{-1}$ simuliert (ϑ_{Ofen} in Abb. 6.3 links). Eine probabilistische Studie der transienten Simulationen wurde

nicht in Betracht gezogen, da die Schmelzprozesse der drei Fixpunktmaterialien zwischen 1 h und 2 h mit einer maximalen Zeitschrittweite von 5 s dauern, und dies ein Vielfaches dieser Zeit in Anspruch nehmen würde. Ausgewertet wurde die Temperatur am Temperatursensor des Referenzthermometers während des Heizvorgangs (Abb. 6.3 links), sowie ihre Differenz zu der räumlich maximalen Temperatur im Fixpunktmaterial ϑ_{MaxFP} ab dem Anfang der Schmelzphase für die Bewertung der Reaktionszeiten (Abb. 6.3 rechts). Die Flachheit und Länge der Plateaus sind von der Fixpunktmaterialmenge abhängig. Mit dem Modell 1B, lassen sich Plateaus der Schmelze der Fixpunktmaterialien mit einer Länge von 12 min für Indium, 25 min für Zinn und 43 min für Zink (Abb. 6.3 links) ermitteln. Darüber hinaus werden die Phasenumwandlungen jedes Fixpunktmaterials in ca. 40 s für alle Modellvarianten durch das Thermometer erkannt (Abb. 6.3 rechts).

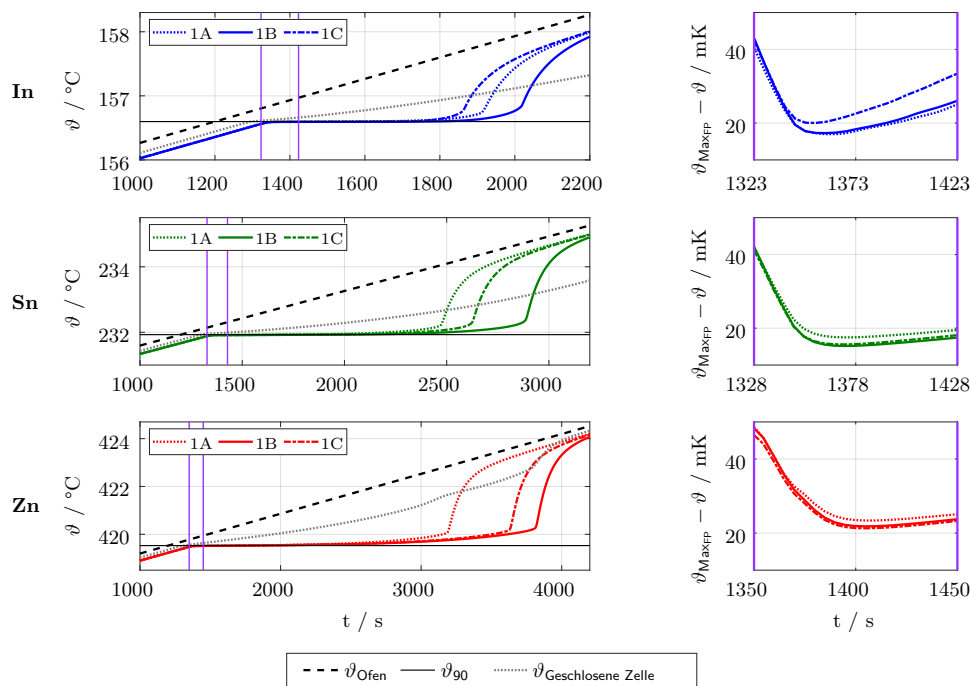


Abbildung 6.3: Links, simulierte Phasenumwandlungen der untersuchten Modellvarianten. Temperatur, ϑ , ermittelt am Sensor des Referenzthermometers. Rechts, Reaktionszeiten ab dem Anfang der Schmelzphase. Differenz der ermittelten Temperatur, ϑ , zu der räumlich maximalen Temperatur im Fixpunktmaterial ϑ_{MaxFP} .

Obwohl das Modell der k-MFZ nicht validiert wird, kann es trotzdem als Unterstützung angewendet werden, um den Entwurf der Zelle nach den Kriterien **1**, **2** und **3** festzulegen. Als Gegenprobe dafür, dass die Entscheidung, zunächst die statisch-thermischen Simulationen durchlaufen zu lassen, die richtige war, wurden die Temperaturverteilungen des Modells 1 und seine Varianten A, B und C für alle drei Fixpunktmaterialien gegenübergestellt. Bei den transient-thermischen Simulationen wurde als Zeitpunkt für den Vergleich die Hälfte des Plateauverlaufs ausgewählt. In Abbildung 6.4 lässt sich die Ähnlichkeit der Temperaturfelder am Beispiel der Phasenumwandlung von Indium erkennen. Wegen der bereits dargelegten Gründe wird die kompakte Mehrfachfixpunktzelle nach dem Modell 1B gebaut.

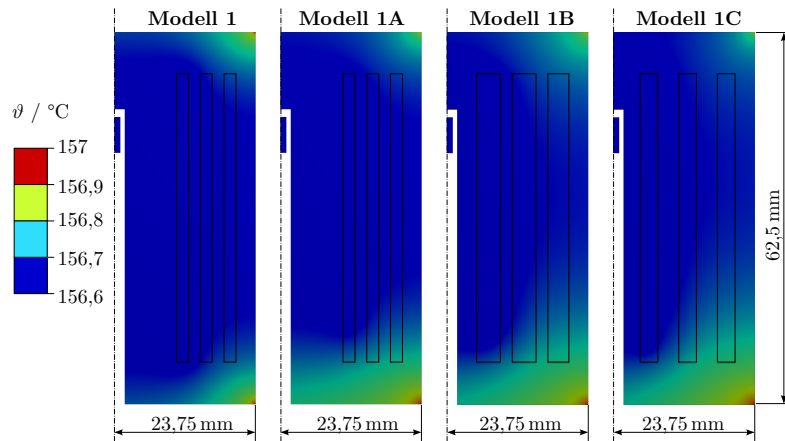


Abbildung 6.4: Temperaturverteilung des optimierten Modells 1 und seiner Varianten 1A, 1B und 1C während der Schmelzphase von Indium. Die Abbildung enthält die Fixpunktzelle mit den drei Fixpunktmaterialien sowie den Temperatursensor des Referenzthermometers.

Thermisch-mechanische Simulationen: Erste Überlegungen und thermische Berechnungen zur Auslegung der Konstruktion einer geschlossenen Zelle wurden bereits in Betracht gezogen [Hie13, S. 60]. Sie würde aus einem Edelstahl-Behälter, gebaut mit kommerziellen Rohren und einzelnen Graphittiegeln befüllt mit den Fixpunktmaterialien, bestehen. Die Tiegel mit den Fixpunktmaterialien würden einzeln in Vakuum unter Inertgasatmosphäre mit Argon geschlossen werden. Das ist notwendig damit sich der Normaldruck (1 bar), unter dem die Fixpunkttemperaturen der ITS-90 definiert sind (Abschnitte 2.3 und 2.4.2), bei jeder Phasenumwandlung einstellen kann.

Durch die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Edelstahl und Graphit (Tab. A.2.1) muss bei dieser Konstruktion der Zelle freier Platz bzw. Abstände zwischen den Behälterkammern und den einzelnen Tiegeln vorgesehen werden, damit bei hohen Temperaturen die Tiegel durch den Behälter nicht zerbrechen. Die Größe dieser Abstände wurde in einer thermisch-mechanischen Simulation berechnet. Die thermische Ausdehnung nimmt mit der Temperatur zu. Deswegen wurde die Berechnung bei der höchsten Einsatztemperatur des T-Bks (430 °C) durchgeführt. Zusätzliche Randbedingungen spielen bezüglich der Temperatur keine große Rolle und wurden deswegen nicht berücksichtigt. Diese wären Druck vom Inertgas innerhalb des Behälters, Gewicht der Bauteile des T-Bks oder Gas- [Gei87] [Kli05] und hydrostatischer Druck der Fixpunktmaterialien selber [Pre90].

Die Abbildung 6.5, rechts, zeigt die Ausdehnungen sowie ihre Differenzen zwischen dem Edelstahl-Behälter und den Graphittiegeln.

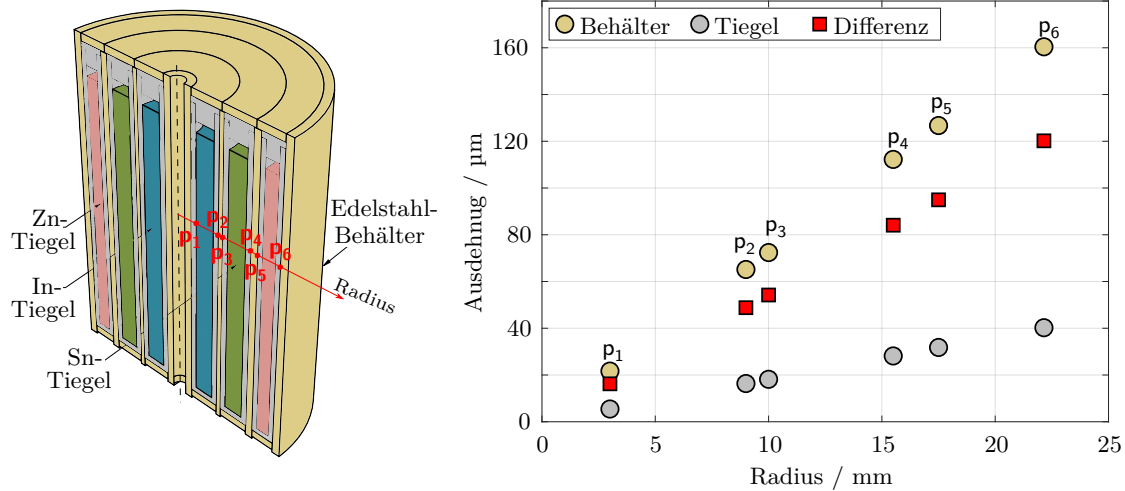


Abbildung 6.5: Links, Entwurf einer geschlossenen Mehrfachfixpunktzelle. Rechts, Ausdehnungen zwischen Edelstahl-Behälter und Graphittiegel an den markierten Stellen.

Die Abstände in der Konstruktion der geschlossenen Zelle werden als thermische Widerstände $R_{th,c}$ dienen (Abschnitt 2.2) und die Temperaturhomogenität der gesamten Zelle, die Plateaumerkmale und die Reaktionszeit des Thermometers verschlechtern. In der Abbildung 6.3 werden die Ergebnisse, $\vartheta_{\text{Geschlossene Zelle}}$, der transienten Simulationen unter Berücksichtigung der thermischen Widerstände gezeigt. Damit wird deutlich, warum der Aufbau einer offenen Zelle bevorzugt wurde. Ferner wird diese kleineren Spannungen ausgesetzt, da sie nur aus Graphit besteht. Das Modell 1B wird die hier untersuchte mechanische Belastung aushalten. Deswegen wird das Kriterium 4 durch Simulationen bestätigt.

6.3 Konstruktion der k-MFZ

Die k-MFZ wurde in einem modularen Design aus Graphit SIGRAFINE® R6650 (Tab. A.2.3) mit einem Aschewert <15 ppm der Firma SGL GROUP durch die Firma EST Andrä Grafitechnik GmbH hergestellt. Der Aschewert bezeichnet die Reinheit des Graphits, je kleiner desto besser (siehe Tiegel in Tab. 3.1). Die Abmessungen und die Anordnung der Fixpunktmaterialien wurden aus der Optimierung übernommen (Modell 1B). Insgesamt wurden vier einzelne Tiegel gebaut. Drei davon enthalten jeweils ein Fixpunktmaterial und werden in den vierten konzentrisch eingesteckt (Abb. 6.6). Eine sehr enge Passung von $5/100$ mm wurde definiert, um mögliche thermische Widerstände durch Luftspalte innerhalb der Zelle zu vermeiden. Die Länge der Fixpunktmaterialien innerhalb jedes Tiegels bei Umgebungstemperatur wurde aus dessen Länge bei 430 °C zurückgerechnet. Die relativen Abweichungen der Dichte für diese Berechnung beträgt bis 1% (Tab. A.2.3). Deswegen wurde eine Nut in den Deckel der Tiegel gefräst, die das doppelte des zusätzlichen Volumens speichern könnte. Um Druckerhöhungen innerhalb der Tiegel zu vermeiden und eine Kalibrierung bei Normaldruck zu gewährleisten, wurde außerdem jeder Deckel mit einer $0,5$ mm Bohrung versehen. Ein Thermometer kann für die Kalibrierung von beiden Seiten der k-MFZ eingesteckt werden (Das ist nicht in der Abb. 6.6 auf dem Foto zu sehen).

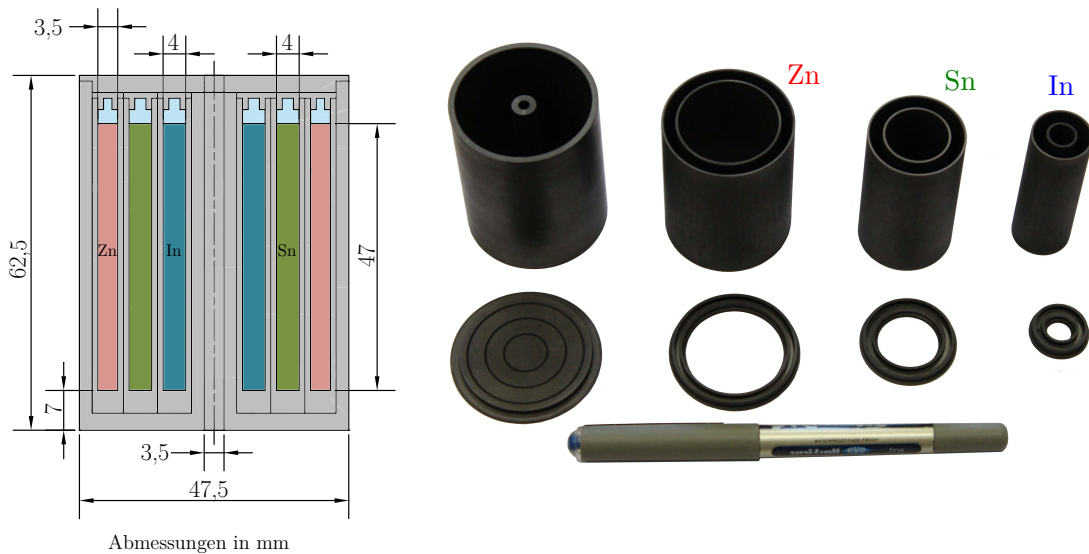


Abbildung 6.6: Links: schematische Darstellung nach optimierten Abmessungen von Modell 1B in Tab. 6.3. Rechts: Foto der k-MFZ (freigestellt von Dipl.-Ing. Susanne Ecke).

Die Wände des größten Tiegels und dessen Deckel wurden dicker als die der anderen Tiegel hergestellt, damit der temperaturabhängige Massenverlust vom Graphit, bedingt durch seine chemische Reaktion mit O_2 hauptsächlich bei diesen Teilen stattfindet (Abschnitt 6.5). Das Betreiben der k-MFZ (offene Zelle) unter Inertgasspülung würde der gewünschten Transportierbarkeit des T-Bks widersprechen. Nichtsdestotrotz bleibt der Einsatz der Zelle unter kontrolliertem Druck mit einem Schutzgas die beste Alternative zum Erreichen der kleinstmöglichen Unsicherheit infolge der Verunreinigung der Fixpunktmaterialien [Ber04, S. 446].

Die Fixpunktmaterialien wurden durch die Firma HMW Hauner GmbH als Hohlzylinder gefertigt (Abb. 6.7 links). Damit wollte man die Befüllung der einzelnen Tiegel mit Granulat vermeiden, da es ohne eine mechanische Einwirkung nicht immer möglich ist die Oberflächenspannungen zu brechen [Bat12]. Luft zwischen den flachen Bällchen würde als thermischer Widerstand agieren mit dem unerwünschten bekannten Effekt. Abbildung 6.7, rechts zeigt die Änderung nach 5 Schmelzyklen in einem mit Zinn-Granulat gefüllten Tiegel.

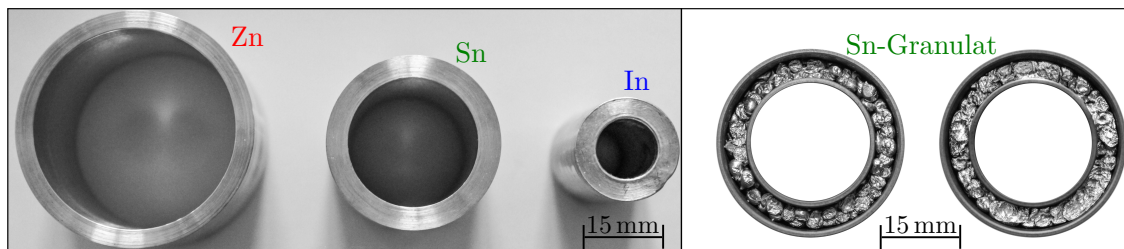


Abbildung 6.7: Links, Fixpunktmaterialien Indium, Zinn und Zink als Hohlzylinder gefertigt. Rechts, Tiegel gefüllt mit Zinn-Granulat. Rechter Tiegel stellt den selben Tiegel nach 5 zusätzlichen Schmelz- und Erstarrungszyklen dar. Das Granulat ist immer noch nicht zu einem kompakten Block verschmolzen.

Die Reinheit der gefertigten Fixpunktmaterialien entsprach für Indium 99,999 %, für Zinn 99,999 % und für Zink 99,995 % (5N bzw. 4N5). Ein Analysezertifikat der Verunreinigung wurde mitgeliefert (Tab. A.3). Die Masse der Fixpunktmaterialien wurde mit einer Laborwaa-

ge Sartorius Genius ME235S [Sar16] bestimmt. Diese entsprach 55,7 g für Indium, 105,1 g für Zinn und 123,2 g für Zink. Aus den Massen und den Abmessungen der Fixpunktmaterialien (Abb. 6.7 links) wurden die Volumen berechnet, die in der Tabelle 3.1 angegeben werden.

6.4 Geräte und Thermometer für messtechnische Untersuchungen der k-MFZ

Ein vertikalbetriebener Rohrofen GERO SR 100-500/1 (äquivalent CARBOLITE GERO FHA 13/110/500 [Car19]) ist als Temperiereinrichtung für alle in dieser Schrift gezeigten experimentellen Untersuchungen zum Einsatz gekommen (Abb. 6.11 rechts). Der Ofen hat, laut Datenblatt, eine homogene Zone ($\pm 5^\circ\text{C}$) von 200 mm um die Mitte seines Keramikeinsatzrohres.

Für die Temperaturmessungen wurden zwei unterschiedliche Bauformen von Widerstandsthermometern verwendet. Das Referenzthermometer (Abb. 6.11 links) ist ein Pt100 in Vierleiterschaltung mit Drahtmesswiderstand in Keramikausführung mit Innenwicklung [Ber04, S. 615]. Es hat einen Außendurchmesser von 3 mm und eine Länge von 300 mm (Abb. 6.8 Unten). Dieses Thermometer wurde an ein Multimeter HP3458A [Key14] angeschlossen. Die Ofentemperatur und die Homogenität des Ausgleichsblockes (Abb. 6.11) (Abschnitt 6.6.2) wurden mit drei Mantel-Widerstandsthermometern Pt100 (Abb. 6.11 rechts) in Vierleiterschaltung gemessen. Diese Thermometer wurden als Drahtmesswiderstände in Keramikausführung mit Außenwicklung gebaut (Abb. 6.8 Oben). Sie sind 500 mm lang und haben einen Durchmesser von 1 mm. Die Thermometer wurden mit einer Multiplexer-Karte HP34901A [Key18, S. 21] verbunden, die an ein Messdatenerfassungssystem HP34970A [Key18] angeschlossen wurde. Ein zusätzliches Thermometer derselben Art wurde für die Bestimmung der Wärmeableitung des Referenzthermometers benutzt. Mit ihm wurde das Temperaturprofil der k-MFZ während der Phasenumwandlungen gemessen (Abschnitt 6.6.3). Es wurde dafür an ein Multimeter HP3458A angeschlossen.

Die Messkette der Pt100 mit 1 mm-Durchmesser wurde im zum Institut gehörenden Temperatur-Kalibrierlabor (durch Herrn Enrico Mengs) am Wassertripelpunkt (Abb. 2.3), am Schmelzpunkt von Gallium und an den Erstarrungspunkten von Indium, Zinn und Zink kalibriert (Abb. 2.5).

Das Referenzthermometer wurde an den selben Fixpunkten insgesamt 4 Mal zwischen den unterschiedlichen Messzyklen kalibriert (Tab. 6.4).

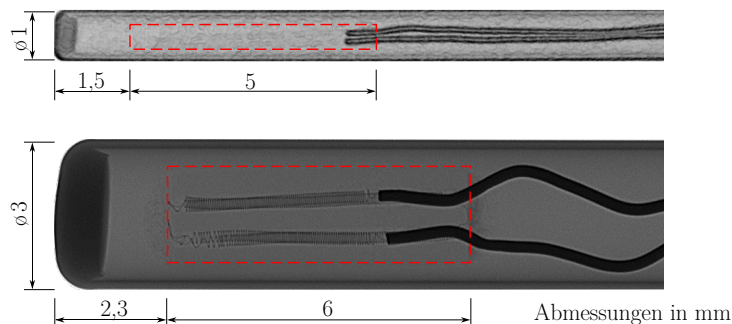


Abbildung 6.8: Röntgenbilder der für die Messungen benutzten Thermometerenden. Die Messwiderstandslänge wird mit den gestrichelten Linien gezeigt. Das obere Bild wurde von Dipl.-Ing. Gunter Krapf aus dem Institut für Prozessmess- und Sensortechnik, TU Ilmenau, zu Verfügung gestellt. Das untere Bild wurde durch Prof. Dr.-Ing. habil. Lothar Spieß vom Fachgebiet Werkstoffe der Elektrotechnik, TU Ilmenau, erstellt.

6.5 Untersuchung der Mechanischen Stabilität der k-MFZ

In diesem Abschnitt wird die mechanische Stabilität der k-MFZ (Kriterium 4) in zwei Teilen experimentell untersucht. Im ersten wird der temperaturabhängige Massenverlust der Graphitbauteile der k-MFZ ermittelt und im zweiten Teil wird ihre Beständigkeit bezüglich der Ausdehnung der Fixpunktmaterialien in der festen Phase überprüft, insbesondere für Zink, weil es bis nahe der höchsten Einsatztemperatur des T-Bks in dieser Phase bleibt. Die Untersuchungsgegenstände wurden auf einer Aluminiumplatte mit drei Drahtseilen in der homogenen Zone des Rohrofens eingesteckt. Die Temperatur wurde mit dem Referenzthermometer (Abb. 6.8 unten) gemessen.

Oxidation des Graphits: Graphit ist eine der Vorkommensformen vom Kohlenstoff und reagiert chemisch unter Präsenz vom O_2 , wobei CO_2 gasförmig als Produkt entsteht. Diese Oxidation wird mit Zunahme der Temperatur begünstigt und wird in der Literatur nach drei Mechanismen der chemischen Reaktion unterteilt:

1. **Regime 1:** näherungsweise zeitunabhängige Oxidation, kontrolliert nur durch die chemische Reaktion selber. Wird durch Verunreinigungen (Na, K, Ca, Cu, Ti, Fe, Mo, Cr, Co, Ni und V) katalysiert [Xia04].
2. **Regime 2:** genannt Diffusion in-Pore, ist eine Mischung von Regime 1 und Regime 3. Es ist zeitabhängig, also je länger das Graphit dem O_2 ausgesetzt wird, desto mehr Masse wird es verlieren [Pro98].
3. **Regime 3:** sehr schnelle Reaktion an der heißen Oberfläche der Bauteile, dominiert durch die Grenzschichtdiffusion des Gases (O_2 in der Luft). Es ist zeitabhängig.

Außer der Temperatur gibt es eine unzählige Liste von Faktoren, die die Gas-Fest-Reaktion beeinflussen können. Deswegen kann nicht genau definiert werden, bei welcher Temperatur ein gewisses Regime das Oxidationsverfahren bestimmt. Dazu zählen u. a. Luftdruck und Luftgeschwindigkeit sowie geometrische Form, Porendurchmesser, Oberflächenbeschaffenheit, oder Aschenwert der Graphitbauteile.

Die Graphitoxidation verursacht einen Massenverlust und damit die Entstehung von Poren bzw. Löchern, die die mechanischen und thermischen Eigenschaften der Bauteile beeinträchtigen können. Deswegen ist wünschenswert, dass die k-MFZ im ersten Regime betrieben wird, um ihre Lebensdauer zu verlängern. Das geschieht aufgrund einer entschleunigten, weil näherungsweise zeitunabhängigen, chemischen Reaktion mit dem O_2 in der Luft. Die Endtemperatur dieses Regimes wird zwischen 500 °C bis 825 °C in der Literatur festgelegt [Pro98].

Für die experimentelle Untersuchung wurden 6 Bauteile der k-MFZ (4 Deckel und die Tiegel für Indium und Zink in Abb. 6.6) verwendet. Sie wurden im Rohrofen bei Temperaturen zwischen 50 °C und 450 °C über 5 Stunden gehalten. Die Bauteile wurden nach jedem Heizzyklus mit der Laborwaage Sartorius Genius ME235S [Sar16] gewogen, um den Massenverlust zu ermitteln (Abb. 6.9).

6 Kompakte Mehrfachfixpunktzelle (k-MFZ) mit In, Sn und Zn als Temperaturabsolutwertbezug des Temperatur-Blockkalibrators (T-Bk)

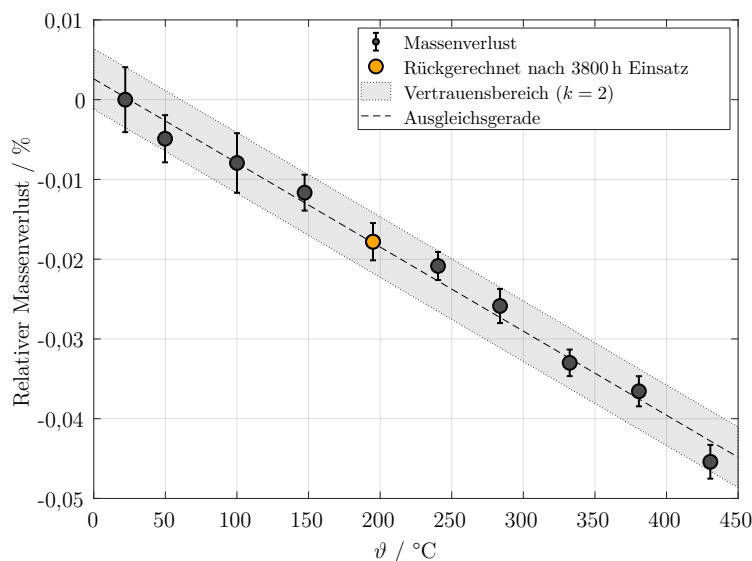


Abbildung 6.9: Relativer Massenverlust der Graphitteile der k-MFZ. Rückgerechnet nach 3800 h Einsatz zeigt der gegenwärtigen Massenverlust der k-MFZ (siehe Abb. 6.10).

In [Xia04] wurde ein Massenverlust von 0,042 % bei 400 °C ermittelt. Der hier bestimmte Wert liegt im selben Bereich. In der Abbildung 6.9 ist kein Wendepunkt, was einen Regimewechsel im Oxidationsverfahren vom Graphit zeigen würde. Damit wird deutlich, dass im Betriebstemperaturbereich des T-Bks die k-MFZ nur der Graphitoxidation im Regime 1 ausgesetzt wird. Das Verhältnis des Massenverlustes zur Temperatur entspricht $-0,0001 \text{ \% K}^{-1}$ oder äquivalent $-0,1 \mu\text{g g}^{-1} \text{ K}^{-1}$.

Die kleinste Masse der Tiegelbauteile hat der Indium-Deckel mit 1,1 g. Wenn davon ausgegangen wird, dass dieses Bauteil der maximalen Temperatur von 430 °C konstant ausgesetzt wird, wird es nach dem Massenverlust von 0,045 % (Abb. 6.9) ca. 2200 Messzyklen (5 h) aushalten, was über 11000 Stunden Einsatz entsprechen würde. Darüber hinaus wird erwartet, dass der äußere Tiegel mit der größten Fläche und Masse als Opfermaterial dienen wird und deswegen die anderen Bauteile sogar länger halten könnten. Die Abbildung 6.10 zeigt die Fixpunktzelle nach über 3800 Stunden Einsatz im untersuchten Temperaturbereich (20 °C bis 430 °C).



Abbildung 6.10: Foto der k-MFZ nach 3800 h Einsatz mit Deckel des äußeren Tiegels (Abbildung vergrößert). (Abbildungen freigestellt von Dipl.-Ing. Susanne Ecke).

Der Massenverlust am Deckel des äußeren Tiegels ist tatsächlich am größten gewesen und entspricht 9 % seiner Ausgangsmasse. Dieser Wert, überschlägig zurückgerechnet mit der Einsatzstundenanzahl (3800 h) und je 5 h pro gemessenem Zyklus, würde einem Verlust von 0,0118 % in der Abbildung 6.9 entsprechen, was bei einer Einsatztemperatur von ca. 200 °C liegen würde. Damit ist die Plausibilität der erzielten Ergebnisse bestätigt. Dieses Ergebnis lässt sogar eine längere mögliche Betriebsdauer der k-MFZ vermuten und dient als Nachweis ihrer mechanischen Stabilität (Kriterium 4) nach der Graphitoxidation.

Auf eine thermogravimetrische Analyse wurde verzichtet, weil bei Temperaturen bis zur Transition zum zweiten Oxidationsregime große Abweichungen zu den hier gezeigten Ergebnissen aufgrund der Probengröße zu erwarten sind [Xia04].

Beständigkeit gegenüber thermischen Ausdehnungen der Fixpunktmaterialien: Im zweiten Teil der Untersuchung wurden die einzelnen Tiegel mit den Fixpunktmaterialien befüllt und ineinander in den größten Tiegel eingesteckt. Die Deckel wurden nicht verwendet, damit eine einfachere und bessere Inspektion der Tiegel nach der thermischen Belastung gewährleistet werden kann.

Vier doppelte Phasenumwandlungen, Schmelze und Erstarrung, mit jedem Fixpunktmaterial wurden mit stufenförmigen Zeitverläufen der Ofentemperatur induziert. Zuletzt wurde eine rampenförmige Aufheizung und Abkühlung des Rohrofens mit Induktion der doppelten Phasenumwandlungen aller drei Fixpunktmaterialien durchgeführt. Insgesamt befand sich die Zelle für circa 200 h unter thermischer Belastung. Aus der Untersuchung wurden keine Strukturänderungen der Bauteile sichtbar und die mechanische Stabilität (Kriterium 4) nach der thermischen Ausdehnung der Fixpunktmaterialien in der festen-Phase wurde nachgewiesen.

6.6 Messtechnische Untersuchungen der k-MFZ im externen Messaufbau

Die gleichzeitige Entwicklung des T-Bks und der k-MFZ haben nicht erlaubt, die Untersuchung des thermischen Verhaltens der k-MFZ über eine lange Zeit integriert im T-Bk durchzuführen. Ein Messaufbau mit ähnlicher thermischer Charakteristik wurde deswegen dafür benutzt. Er besteht aus einem, in 3 Stücke geteilten Ausgleichsblock, hergestellt aus Aluminium, der von oben und unten isoliert wurde, um eine radiale Wärmeübertragung zu favorisieren. Der ganze Aufbau wurde auf eine Aluminiumplatte gelegt und in den Rohrofen GERO SR 100-500/1 [Car19] mittels Drahtseilen eingesteckt. Diese wurden an der Aluminiumplatte fixiert (Abbildung 6.11 rechts). Die k-MFZ wurde in der homogenen Zone, um die Mitte des Rohrofens, angebracht.

Um die k-MFZ im unteren Teil des Ausgleichsblockes zu positionieren, wurde dieser mit einer Erhebung in der Mitte, die als Zentrierachse fungiert hat, versehen. Darüber hinaus wurde die Bohrung des zweiten Teils des Ausgleichsblockes größer als der äußere Durchmesser der k-MFZ gemacht, um die Zelle beim Zusammenbauen nicht zu gefährden. Der dabei entstehende Raum wurde ab dem zweiten Messzyklus (M2 in Tab. 6.4) mit Isolierwolle gefüllt.

6 Kompakte Mehrfachfixpunktzelle (k-MFZ) mit In, Sn und Zn als Temperaturabsolutwertbezug des Temperatur-Blockkalibrators (T-Bk)

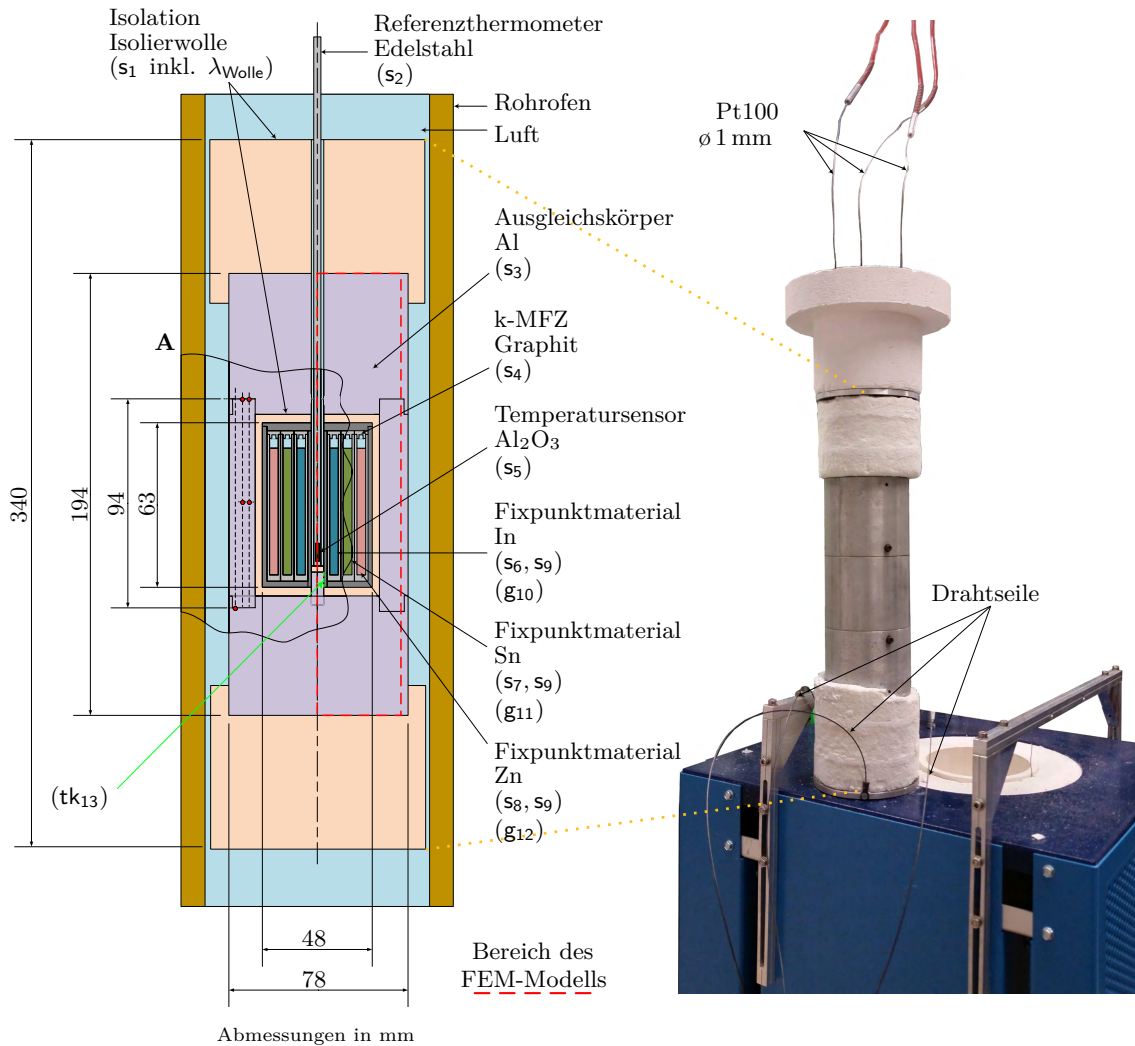


Abbildung 6.11: Links, schematische Darstellung mit Stoffzuweisung und rechts, Foto des Messaufbaus mit der integrierten k-MFZ. Ausschnitt A für Abb. 6.13. Kennzeichnung der Modellparameter des FEM-Modellbereiches für Simulationsmodell im Abschnitt 7.3 (s_x , 9 Stoffeigenschaften, g_x , 3 geometrische Größen, tk_x , 1 thermischer Kontakt). (Foto freigestellt von Dipl.-Ing. Susanne Ecke).

In den folgenden Abschnitten werden die Temperaturverteilungen des Messaufbaus und der k-MFZ sowie die Plateaumerkmale der Fixpunktmaterialien in der k-MFZ (Kriterium 2) in 9 Messzyklen (M1 bis M9 in Tab. 6.4) untersucht. Daraus werden die Reproduzierbarkeit der Fixpunkttemperaturen (Kriterium 5) sowie ihre Langzeitstabilität (Kriterium 6) ermittelt. Die durchgeführten Messungen werden als Grundlage für die Ermittlung der Unsicherheit der Fixpunkttemperaturen der Fixpunktmaterialien in der k-MFZ dienen.

6.6.1 Statisch-thermische Messabweichung des Messaufbaus

Damit die Phasenumwandlungstemperaturen der Fixpunktmaterialien in Abbildung 6.11 gezeigten Aufbau gezielt induziert werden können, muss die Abweichung der eingestellten Ofentemperatur $\vartheta_{\text{Ofenregler}}$ zur Temperatur innerhalb der k-MFZ, gemessen mit dem Refe-

renzthermometer $\vartheta_{\text{Referenzthermometer}}$, ermittelt werden. Diese Abweichung kommt aufgrund der statisch-thermischen Messabweichung zustande [Ber04, S. 55].

Für die Ermittlung der Abweichungen wurden 7 unterschiedliche Temperaturen im Ofen eingestellt und für 15 h konstant gehalten (Abb. 6.12 links). Nach dem Erreichen des statischen Zustands, nach ca. 10 h, wurden die Abweichungen gemittelt und bestimmt ($\Delta\vartheta$ in Abb. 6.12 rechts). Von Interesse für spätere Auswertungen ist die statisch-thermische Messabweichung bei den Fixpunkttemperaturen. Diese kann wegen der Phasenumwandlung nicht gemessen werden und wurde deshalb jeweils zwischen zwei statisch-thermischen Messabweichungen, in der Abbildung 6.12 rechts, linear interpoliert.

Die Stabilität der Temperatur, gemessen innerhalb der k-MFZ, beträgt im gesamten Bereich 250 mK ($k = 2$).

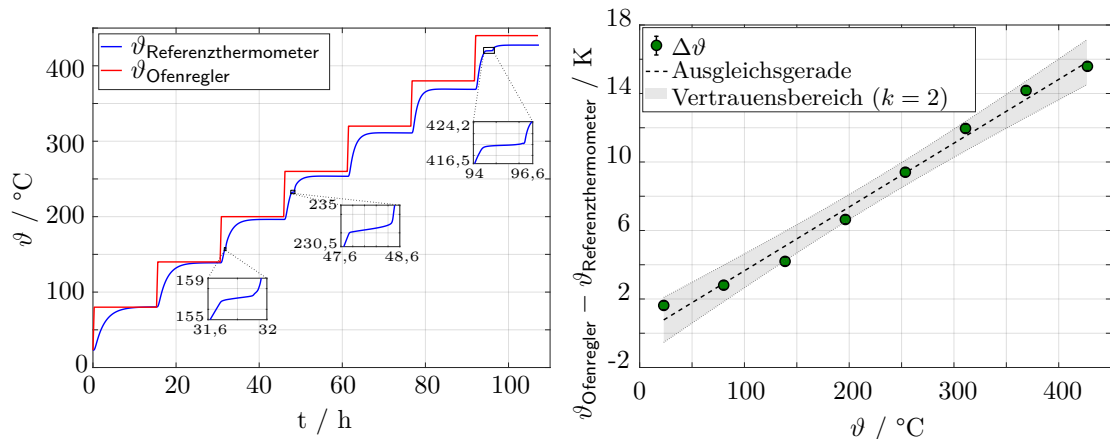


Abbildung 6.12: Links: Sprungantworten bei unterschiedlichen eingestellten Ofentemperaturen. Temperatur ermittelt mit dem Referenzthermometer im Messaufbau (Abb. 6.11 links). Rechts: temperaturabhängige statisch-thermische Messabweichung der k-MFZ im Messaufbau (Abb. 6.11).

6.6.2 Homogenität des Ausgleichsblockes im Messaufbau

Drei kleine Bohrungen ($\varnothing 1,3$ mm) (a, m, i in Abb. 6.13 links), bei unterschiedlichen Durchmesser vom Ausgleichsblock und jeweils um 120° voneinander gedreht, wurden entlang des Ausgleichsblockes erodiert. Zweck davon war, dessen axiales und radiales Temperaturprofil bei der Fixpunkttemperatur ϑ_{FP} jedes Fixpunktmaterials zu ermitteln, zunächst für die Bestimmung der Beiträge für die Messunsicherheit der Fixpunkttemperatur und später für die Definition der Randbedingungen eines Simulationsmodells des Messaufbaus im Abschnitt 7.3. Die Messungen wurden gleichzeitig mit den Messungen für die Bestimmung der statisch-thermischen Messabweichung des Messaufbaus durchgeführt. Drei Thermometer (Abb. 6.8 oben) wurden für diese Messungen verwendet (Pt100 in Abb. 6.11). Ihre Position wurde in der Höhe (o, c, u in Abb. 6.13 links) variiert. Die Homogenität des Ausgleichsblockes wurde anhand von fünf Punkten (mo, ic, au, mc und io in Abb. 6.13 links) ausgewertet. Daraus wurde ermittelt, dass die radialen Gradienten deutlich kleiner als die axialen Gradienten sind. Ein approximiertes Temperaturprofil des Ausgleichsblockes entlang der äußeren Bohrung (R30,875 in Abb. 6.13 links) wurde berechnet. Dieses wird für das Simulationsmodell des Messaufbaus genommen (rb_x in der Abbildung sind Eingangsparameter des Simulationsmodells). Das Temperaturprofil wurde zwei Mal ab der Mitte pro Fixpunktmaterial linear extrapoliert (Abb. 6.13 rechts).

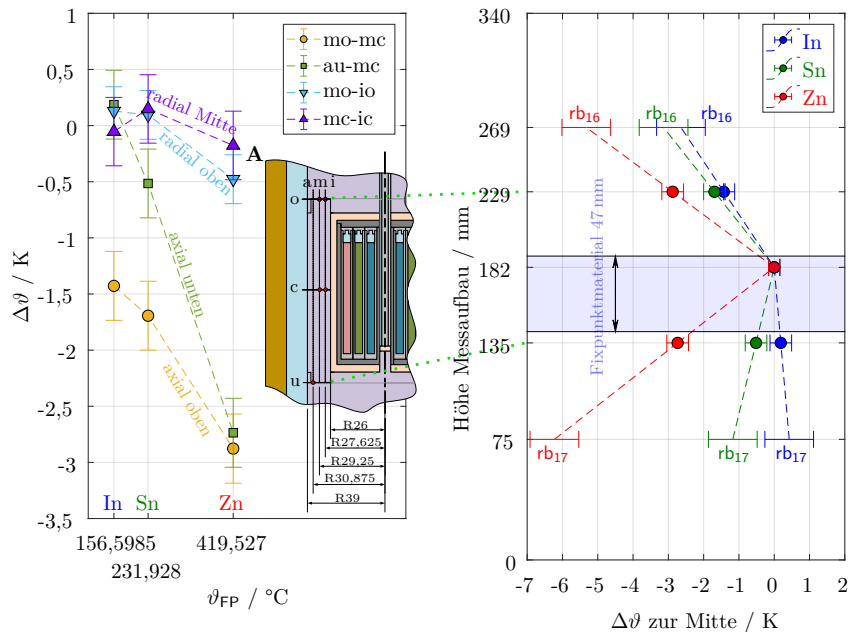


Abbildung 6.13: Links: interpolierte axiale und radiale Temperaturprofile im Ausgleichsblock. Ausschnitt A aus Abb. 6.11. Rechts: approximierte axiale Temperaturprofile entlang des Ausgleichsblockes (Randbedingungen für Simulationsmodell im Abschnitt 7.3). Höhe des Messaufbaus aus Abb. 6.11.

6.6.3 Temperaturprofil der k-MFZ

Das Temperaturprofil entlang der k-MFZ wurde mit dem Referenzthermometer ($\varnothing 3$ mm, Abb. 6.8 unten) und mit einem Pt100 mit $\varnothing 1$ mm (Abb. 6.8 unten) ermittelt. Dies wurde während der Phasenumwandlung fest-flüssig bei allen drei Fixpunktmaterialien durchgeführt. Eine automatische Eintaucheinrichtung, betrieben mit einem Schrittmotor, wurde vom Herrn Gunter Krapf zu Verfügung gestellt. Die Reproduzierbarkeit der Positionierung für schnelle Bewegungen wurde vor den Messungen untersucht und dabei wurden keine signifikanten Schwankungen festgestellt. Eine schnelle stufenweise Verschiebung alle 140 s in 5 mm Schritten wurde programmiert. Diese Zeit war für beide Thermometer ausreichend, um einen quasi-statischen Zustand zu erreichen. Mit der programmierten Verschiebung werden, bis auf den Anfang und das Ende der Messungen, drei nicht kontinuierliche Messreihen für die Mittelwertbildung an jeweils dreizehn Messpunkten in der Höhe der k-MFZ aufgenommen (Abb. 6.14). Wegen der Zentrierachse für die k-MFZ im Ausgleichsblock (Abbildung 6.11) liegt die tiefste Position des Thermometers bei 3 mm. Die Plateausteigung während der Phasenumwandlung wurde nicht berücksichtigt, weil dadurch die Unsicherheiten der Ermittlung des Temperaturprofils unnötigerweise deutlich erhöht werden. Diese Steigung macht sich mit fortschreitender Phasenumwandlung bemerkbar (Abb. 6.14 ab 4500 s).

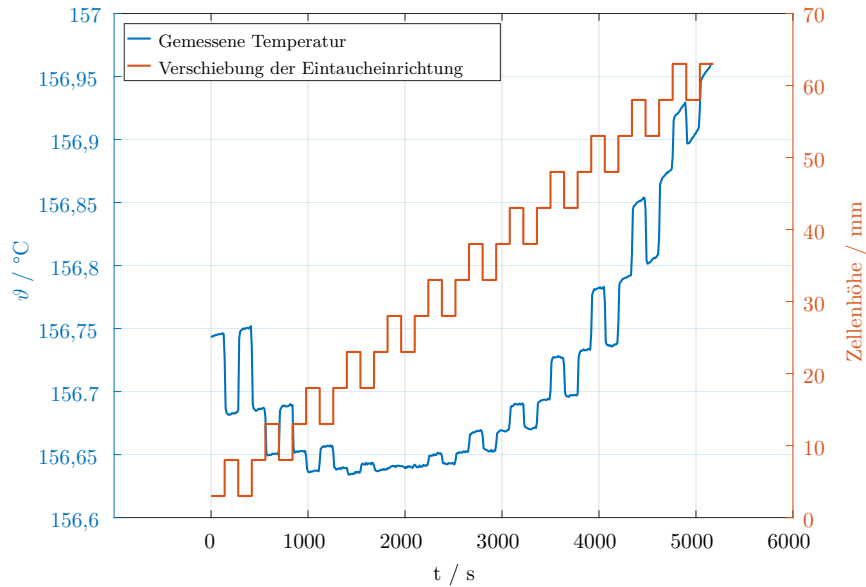


Abbildung 6.14: Stufenförmige Verschiebung und Temperatur des Thermometers (\varnothing 3 mm) zur Ermittlung des Temperaturprofils der k-MFZ am Beispiel von Indium.

Eine Überlagerung der Wärmeableitung und der Einflüsse des Rohrofens auf das Temperaturprofil der k-MFZ wird mit der relativen Differenz der Messungen beider Thermometer in der rechten Graphik der Abbildung 6.15 gezeigt. “Fixpunktmaterial 47 mm,“ stellt in beiden Graphiken die ungefähre Höhe des geschmolzenen Fixpunktmaterials in der Zelle dar. Im unteren Bereich der Zelle (bei 3 mm Zellenhöhe) sind die Thermometer in Kontakt mit dem Ausgleichsblock, was in Form einer deutlichen Wärmezufuhr in der Abbildung 6.15, links zu sehen ist. Eine Korrektur des Temperaturprofils und der Wärmeableitung auf die Messwiderstandslänge (gestrichelte Linien in Abb. 6.8) wird im Abschnitt 7.1 für die Ermittlung des Unsicherheitsbeitrags auf die Fixpunkttemperatur durchgeführt.

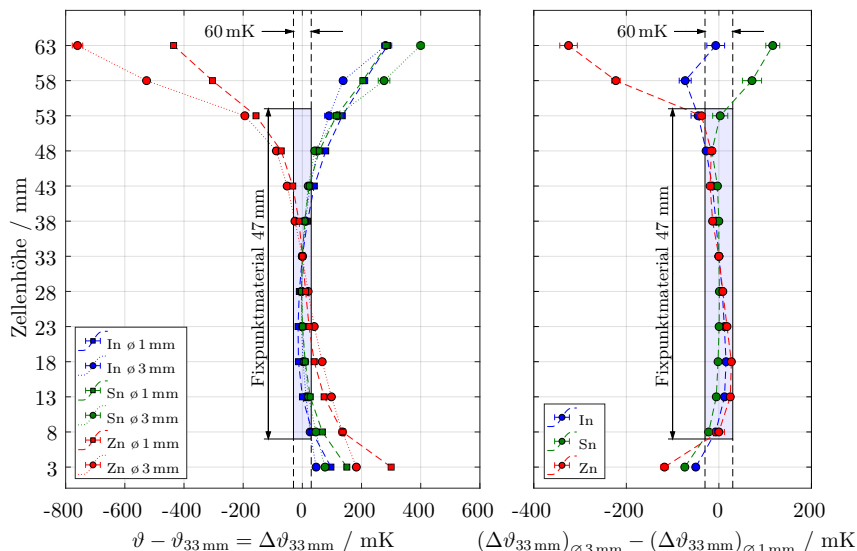


Abbildung 6.15: Links, gemessene Temperaturprofile der k-MFZ bezüglich der Mitte der Zellenhöhe. Rechts, Differenz der, mit dem \varnothing 1 mm und dem \varnothing 3 mm Thermometer gemessenen Profile. Standardunsicherheit des Mittelwertes $k = 2$.

6.6.4 Langzeitstabilität der Fixpunkttemperatur der Fixpunktmaterialien in der k-MFZ

Diese Messungen erfolgten mit dem selben Aufbau im Rohrofen (Abb. 6.11) innerhalb von 16 Monaten. Die Dauer der Temperierung entsprach ca. 5 Monaten. Die Messungen wurden in 9 Messzyklen eingeteilt (M1 bis M9 in Tab. 6.4). Dabei wurden die Eintauchtiefe des Referenzthermometers (3 mm und 33 mm), das Heizregime (Rampe oder Sprung) und die eingestellte Ofentemperatur bezüglich der Fixpunkttemperatur variiert.

Mehrere Phasenumwandlungen jedes Fixpunktmaterials wurden sowohl beim Aufheizen als auch beim Abkühlen induziert, bevor der Vorgang mit einem anderen Fixpunktmaterial weitergeführt wurde. Die genannten Messeinstellungen werden in der Tabelle 6.4 zusammengefasst und für die folgenden Auswertungen als M1 bis M9 gekennzeichnet.

Tabelle 6.4: Messeinstellungen für die Langzeitmessung mit der k-MFZ im Rohrofen (Abb. 6.11). TP: Thermometerpositionierung, TK: Thermometerkalibrierung, ZB: Zyklusbezeichnung, SPA: Schmelzplateauanzahl.

TP / mm	ZB	Monat			Ofeneinstellung			Messzeit / h			SPA	
		In	Sn	Zn	In	Sn	Zn	In	Sn	Zn		
		TK										
3	M1	1	2	3	Rampe 0,5 K/h	Rampe 0,5 K/h	Rampe 1 K/h	420	504	350	14	
		TK										
33	M2				Sprung	Sprung	Sprung	65	72	104	8	
	M3	8	8	9	Sprung	Sprung	Sprung	65	72	104	8	
	M4				Sprung	Sprung	Sprung	65	72	104	8	
		TK										
3	M5	15	14	14	Rampe 0,5 K/h	Rampe 0,5 K/h	Rampe 0,5 K/h	112	156	162	4	
	M6	15	15	14	Rampe 1 K/h	Rampe 1 K/h	Rampe 1 K/h	76	120	134	4	
	M7	15	15	13	Sprung	Sprung	Sprung	40	48	68	4	
	M8	16	15	14	Sprung	Sprung	Sprung	40	48	68	4	
	M9	16	15	14	Sprung	Sprung	Sprung	40	48	68	4	
		TK										
					Messzeit und SPA pro Fixpunktmaterial			923	1140	1162	58	
					Gesamte Messzeit der k-MFZ			3225				

Die Fixpunkttemperatur wurde nach der im Abschnitt 3.1.2 vorgestellten Wendepunkt-
methode ausgewertet. Abbildung 6.16 zeigt ein ausgewähltes Schmelzplateau für jeden
Messzyklus. Die Schmelzplateaus werden zu Vergleichszwecken auf den Wendepunkt zentriert
und auf die jeweilige Fixpunkttemperatur nach der ITS-90 (Abb. 2.5) bezogen. Dabei kann
beobachtet werden, dass alle induzierten Phasenumwandlungen ausgeprägt und deutlich
erkennbar sind. Dies bestätigt das Kriterium **2** der Liste der Anforderungen an die k-MFZ
(Abschnitt 6.1).

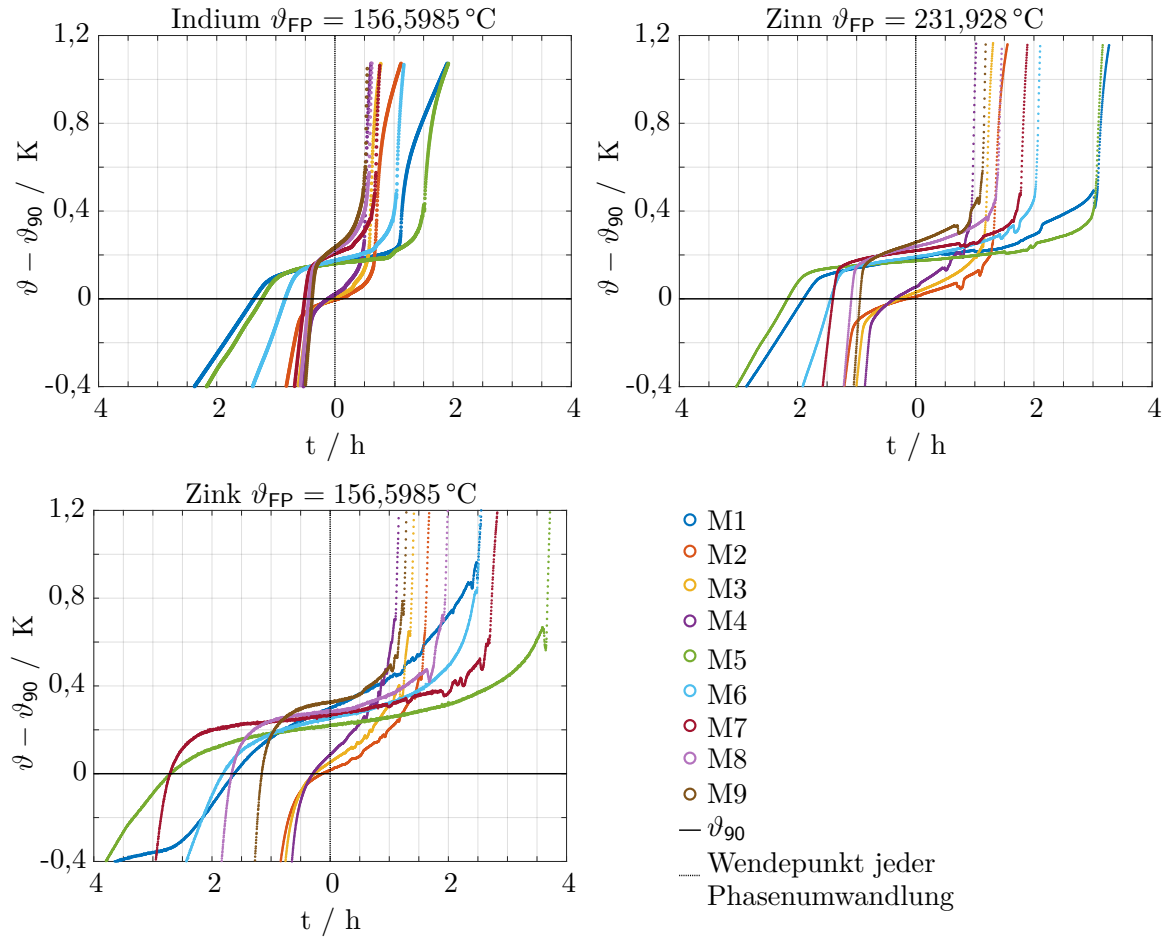


Abbildung 6.16: Schmelzplateaus der Fixpunktmaterialien nach Einstellungen in Tabelle 6.4.

Die Länge und Steigung des Plateaus und somit die ausgewertete Fixpunkttemperatur sind von der eingestellten Ofentemperatur, aber nicht vom ausgewählten Heizregime (Rampe oder Sprung) abhängig. Diese Abhängigkeit zeigt einen linearen Trend, der sich ermitteln lässt (Ausgleichsgeraden in Abb. 6.17). Damit wird das Kriterium der Reproduzierbarkeit **5** bestätigt. In der Abbildung 6.17 wird die statisch-thermische Messabweichung (Abschnitt 6.6.1) der eingestellten Ofentemperatur ϑ_{Ofen} berücksichtigt. Die Achsen der Abbildung 6.17 werden der Verständlichkeit halber auf die Fixpunkttemperatur ϑ_{90} des jeweiligen Fixpunktmaterials bezogen.

Die Fixpunkttemperatur ϑ_{FP} zeigt Reproduzierbarkeiten ($k = 2$) für alle Messzyklen und Positionen des Referenzthermometers besser als 10 mK für Indium, 30 mK für Zinn und 42 mK für Zink (Unsicherheitsbalken von M1 bis M9 in der Abb. 6.17). Für die Auswertung der Messunsicherheit der Fixpunkttemperatur (in Abschnitt 7.1) wird diese extrapoliert, auf die adiabatische Bedingung bezogen (In-, Sn- und Zn-extrp. in Abb. 6.17), um die Abhängigkeit der Ofentemperatur zu umgehen. Die adiabatische Bedingung liegt vor, wenn $\vartheta_{\text{Ofen}} - \vartheta_{90}$ in Abb. 6.17 sich an 0 K nähert.

6 Kompakte Mehrfachfixpunktzelle (k-MFZ) mit In, Sn und Zn als
Temperaturabsolutwertbezug des Temperatur-Blockkalibrators (T-Bk)

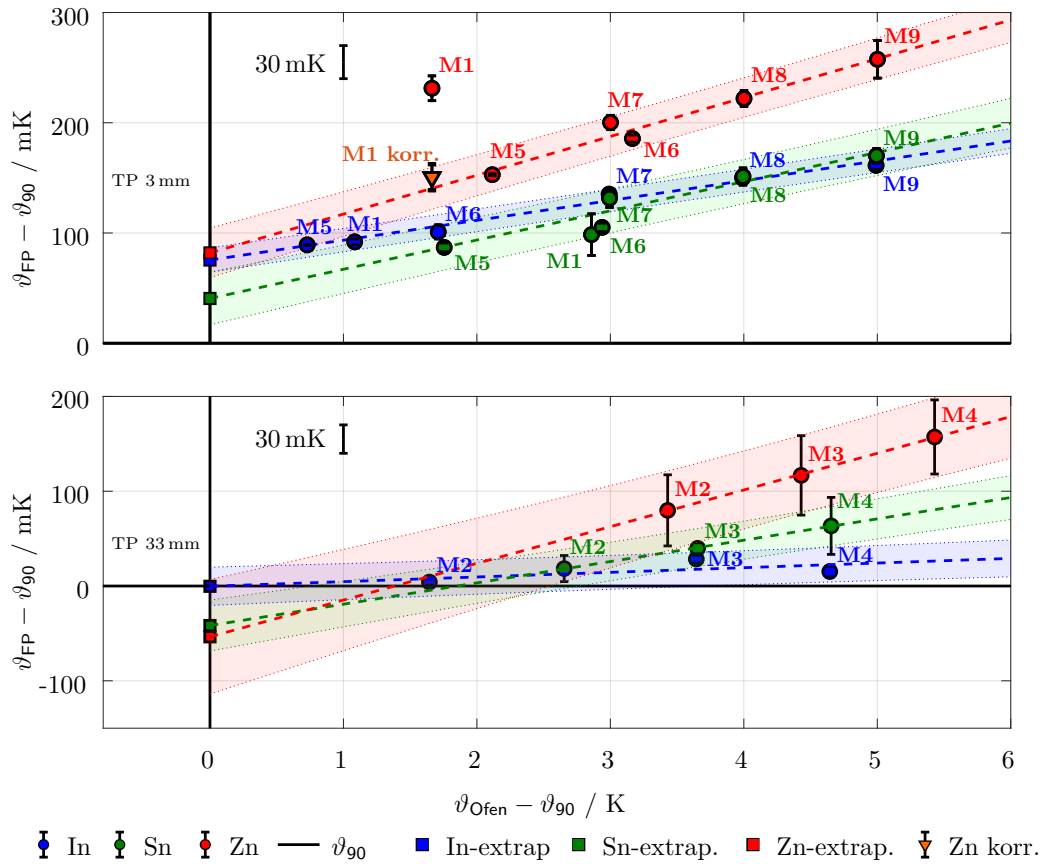


Abbildung 6.17: Ausgewertete Fixpunkttemperaturen von In, Sn und Zn, gemessen bei einer Thermometerpositionierung TP von 3 mm, oben, und 33 mm, unten, abhängig von der eingestellten Ofentemperatur. Schattierte Bereiche zeigen den Vertrauensbereich ($k = 2$).

Um eine mögliche Drift der Fixpunkttemperatur zu ermitteln, wurden die Ausgleichsgeraden bei der 3 mm Positionierung des Referenzthermometers ohne die Ergebnisse des Messzyklus M1 berechnet (Abb. 6.17 oben). Für Indium (nach 2783 h im Einsatz) und Zinn (nach 2519 h im Einsatz) liegen die Ergebnisse (M1) in den jeweiligen berechneten Vertrauensbereichen. Dies bestätigt die Stabilität der Fixpunkttemperatur (Kriterium 6) nach 15 Monaten (Tab. 6.4).

Bei Zink liegen die Ergebnisse des Messzyklus M1 außerhalb des berechneten Vertrauensbereiches. Das liegt daran, dass sich bei diesem Messzyklus keine Isolierwolle zwischen der k-MFZ und dem Ausgleichsblock befand (Abb. 6.11). Zink liegt im äußerten Tiegel und deswegen ist der Einfluss der eingestellten Ofentemperatur größer als bei Indium und Zinn (Zink zeigt kein konkaves oder parabolische Profil in Abb. 6.15). Dies lässt sich anhand der unterschiedlichen Steigungen von M1 und M5 bei gleichen Heizregimen erkennen (Abb. 6.16). Eine Korrektur der Steigung wurde bei M1 vorgenommen. Das führt dazu, dass das Ergebnis von M1 korr. (in Abb. 6.17) innerhalb des berechneten Vertrauensbereiches liegt. Damit wird nach 12 Monaten (2363 h in Einsatz, Tab. 6.4) die Stabilität der Fixpunkttemperatur (Kriterium 6) von Zink auch bestätigt.

Die Messungen mit einer Positionierung des Referenzthermometers bei 33 mm zeigen eine niedrigere Fixpunkttemperatur (Abb. 6.17). Dies ist durch das Ofenbedingte Tempera-

turprofil entlang der Zelle (Abb. 6.15) sowie durch die Wärmeableitung zur Umgebung erklärbar.

Wegen der Regelung des T-Bks werden die Fixpunkttemperaturen auf den Schmelzplateaus ausgewertet. Aus diesem Grund werden hier keine Auswertungen der Erstarrungsplateaus gezeigt.

6.7 Kapitelzusammenfassung

Der Absolutwertbezug des T-Bks wird mit einer kompakten Mehrfachfixpunktzelle mit drei integrierten Fixpunktmaterialien der ITS-90 realisiert. Die k-MFZ wurde nach einer Liste von Anforderungen entwickelt, die sowohl die mechanische und die thermische Beständigkeit als auch ihre Einsetzbarkeit als rückführbare Kalibrierreferenz berücksichtigt haben. Das Design der k-MFZ wurde durch probabilistische Berechnungen mit FEM-Simulationen thermisch optimiert und danach real aufgebaut. Die gebaute k-MFZ wurde auf mechanische Haltbarkeit, hinsichtlich des Massenverlustes von Graphit, und auf Langzeitstabilität der Fixpunkttemperatur der Fixpunktmaterialien in einem externen Aufbau untersucht. Reproduzierbarkeiten der Fixpunkttemperaturen besser als 42 mK wurden für alle Fixpunktmaterialien in 9 unterschiedlichen Messzyklen über einem Zeitraum von 16 Monaten erreicht.

7 Unsicherheitsbetrachtung der Fixpunkttemperatur von In, Sn und Zn in der kompakten Mehrfachfixpunktzelle (k-MFZ)

In diesem Kapitel werden die Messunsicherheitsbetrachtung und die Erstellung eines Messunsicherheitsbudgets für die Fixpunkttemperaturen von Indium, Zinn und Zink in der k-MFZ behandelt. Dies wird sowohl für das Messsystem, im bereits vorgestellten Aufbau im Rohofen, als auch für ein FEM-Simulationsmodell des selben Aufbaus durchgeführt. Außer der Qualifizierung der Fixpunkttemperatur war Zweck dieser Untersuchungen, die Simulationsergebnisse unter Berücksichtigung ihrer Unsicherheiten zu validieren, um daraus die Prognosefähigkeit des FEM-Modells zu ermitteln.

7.1 Unsicherheitsbeiträge zur Fixpunkttemperatur in der k-MFZ, Messsystem

Die Fixpunkttemperatur unter adiabatischen Bedingungen ϑ_{FP_M} in der k-MFZ setzt sich gemäß Gleichung (7.1) zusammen.

$$\vartheta_{\text{FP}_M} = \vartheta_{\text{FP Adiabatisch}} \pm u_{\text{FP}_M} \quad (7.1)$$

$\vartheta_{\text{FP Adiabatisch}}$ entspricht der auf adiabatische Bedingungen durch eine Ausgleichsrechnung extrapolierten Fixpunkttemperatur nach der Langzeitmessung (In-, Sn- und Zn-extrp. in Abb. 6.17). Hiermit wird der Einfluss der eingestellten Ofentemperatur unterbunden.

Die Messunsicherheit u_{FP_M} setzt sich wie in der Tabelle 7.1 zusammen. Sie wurde aus den Ergebnissen der messtechnischen Untersuchungen (Abschnitt 6.6) ermittelt. Die Beiträge wurden des Verständnisses halber in 5 Gruppen eingeteilt. Sowohl $\vartheta_{\text{FP Adiabatisch}}$ als auch u_{FP_M} wurden bei einer Positionierung des Referenzthermometers TP in der Zellenhöhe von 3 mm bzw. 33 mm ermittelt.

Tabelle 7.1: Quadratische Addition von Standardunsicherheiten ($k = 1$) für die Ermittlung von u_{FP_M} .

Unsicherheitsbeiträge	Gruppe
$\delta\vartheta_{\text{FP Adiabatisch}} + \delta\vartheta_{\text{Wendepunkt}}$	1. Auswertung
$+\delta\vartheta_{\text{Kalibrierung}} + \delta\vartheta_{\text{Hysterese}} + \delta\vartheta_{\text{Drift Therm.}} + \delta\vartheta_{\text{Wärmeableitung}}$ $+\delta\vartheta_{\text{Isolationswiderstand}} + \delta\vartheta_{\text{Eigenerwärmung}}$	2. Thermometer
$+\delta\vartheta_{\text{Drift Zelle}} + \delta\vartheta_{\text{Profil}}$ $+\delta\vartheta_{\text{Verunreinigung}} + \delta\vartheta_{\text{Druck}}$	3. k-MFZ
$+\delta\vartheta_{\text{Radiale Homogenität}} + \delta\vartheta_{\text{Axiale Homogenität}}$	4. Ausgleichsblock
$+\delta\vartheta_{\text{Multimeter}}$	5. Elektrische Messung

- 1. Auswertung:** In dieser Gruppe werden die Unsicherheiten behandelt, die durch die Auswertung der Reproduzierbarkeit der Fixpunkttemperatur (Abschnitt 6.6.4) zustande kommen.

$\delta\vartheta_{\text{FP Adiabatisch}}$: Unsicherheit der Ausgleichsrechnung zur Extrapolation der Fixpunkttemperatur (Abb. 6.17).

$\delta\vartheta_{\text{Wendepunkt}}$: Berücksichtigt die Differenz der Auswertung der Fixpunkttemperatur am Wendepunkt der kubischen Funktion (Abschnitt 3.1.2) zur gemessenen Temperatur.

- 2. Thermometer:** In dieser Gruppe werden die Unsicherheiten berücksichtigt, die sich aus der Messung mit dem verwendeten Thermometer ergeben. Es wurde in zum Institut für Prozessmess- und Sensortechnik gehörenden Temperatur-Kalibrierlabor während der Untersuchung der Langzeitstabilität der Fixpunkttemperaturen insgesamt vier Mal kalibriert (Tab. 6.4).

$\delta\vartheta_{\text{Kalibrierung}}$: Entsteht durch die Kennlinienapproximation infolge einer Ausgleichsrechnung auf die für die Kalibrierung verwendeten Fixpunkte. Die Unsicherheiten der einzelnen Stützstellen (vom Kalibrierlabor) wurden zusätzlich mit einer Monte-Carlo-Berechnung berücksichtigt [Sch17]. Sie werden in der Tabelle 7.2 gezeigt. Der größte Beitrag der Stützstellen kommt aus der Hysterese des Thermometers im mittleren Messbereich. Die Referenzfunktion wurde nach der Callender-van-Dusen-Gleichung ermittelt [DKD-R 5-6-10].

Tabelle 7.2: Unsicherheit der für die Kalibrierung benutzten Fixpunkte der ITS-90 im Kalibrierlabor des Instituts für Prozessmess- und Sensortechnik der TU Ilmenau.

Fixpunktmaterial	$\vartheta_{\text{FP Labor}} /$ °C	$\vartheta_{\text{FP Labor}} - \vartheta_{90} /$ mK	$\delta\vartheta_{\text{FP Labor}} /$ mK ($k = 2$)
Wasser, H ₂ O	0,01	-0,2	4,2
Gallium, Ga	29,764	-0,3	4,2
Indium, In	156,599	0,6	4,4
Zinn, Sn	231,927	-0,4	4,4
Zink, Zn	419,527	0,3	5,2

$\delta\vartheta_{\text{Hysterese}}$: Wurde anhand einer Doppelmessung (Aufwärm- und Abkühlvorgang) am Wassertripelpunkt und am Erstarrungspunkt von Zinn ermittelt. Dieser befindet sich im mittleren Messbereich, wobei die Hysterese nach Definition am größten ist. Sie wurde mit 15,6 mK ($k = 2$) ermittelt. Dies wurde zusammen mit dem vorherigen Beitrag berücksichtigt. Der Unsicherheitsbeitrag wurde aus der größten Kennlinienunsicherheit genommen (Abb. 7.1).

$\delta\vartheta_{\text{Drift Therm.}}$: Das Driftverhalten des Temperatursensors wird u. a. durch seine mechanische Belastung aufgrund von Temperaturänderungen beeinflusst, da diese Spannungen durch thermische Ausdehnungen hervorrufen können [Ber04, S. 622]. Dieser Beitrag wurde als der Mittelwert der Kennliniendifferenz ($\delta\vartheta_{\text{Drift Therm.}}$ bei ϑ_{FP} in Abb. 7.1) zwischen der zweiten und der dritten Kalibrierung (TK in Tab. 6.4) gewonnen. Zwischen beiden Kalibrierungen sind fünf Monate vergangen.

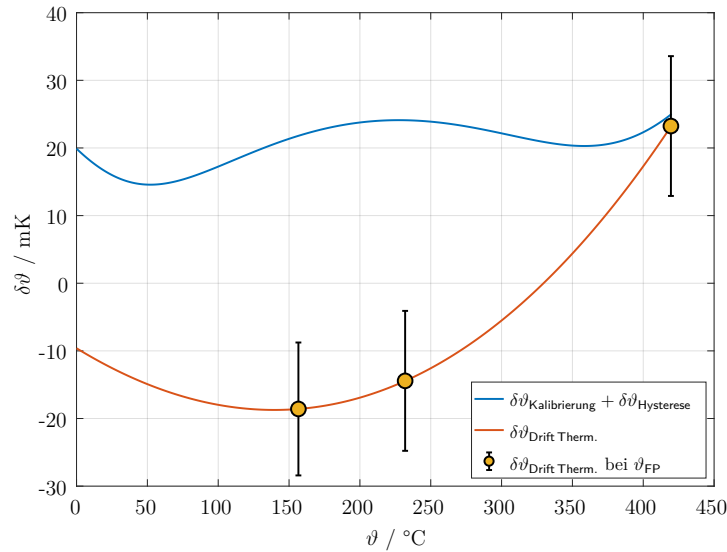


Abbildung 7.1: Unsicherheit der Kennlinienapproximation und Drift des Temperatursensors. Die Unsicherheitsbalken stellen die Unsicherheiten der Kennlinien dar ($k = 2$).

$\delta\vartheta_{\text{Wärmeableitung}}$: Dieser Beitrag wurde aus der Differenz der gemessenen Temperaturprofile der k-MFZ hergeleitet (Abb. 6.15). Es wurde davon ausgegangen, dass das $\varnothing 1$ mm-Thermometer keine Wärmeableitung sondern nur das tatsächliche Temperaturprofil der Zelle misst. Dadurch, dass die Widerstandslänge und ihre Position in den Thermometern unterschiedlich sind (Abb. 6.8), wurde ein gewichteter Mittelwert, wo die Sensoren in der Zellenhöhe koinzidieren, nach der Gleichung (7.2) berechnet (Abb. 7.2 rechts). $\vartheta(p_x)_{\varnothing 3 \text{ mm}}$ und $\vartheta(p_x)_{\varnothing 1 \text{ mm}}$ entsprechen den Temperaturen für die Position x der Thermometer in der k-MFZ (Abb. 7.2 links). Die addierte Widerstandslänge des $\varnothing 1$ mm-Thermometers wird auf die 6 mm des $\varnothing 3$ mm-Thermometers berücksichtigt. Das Verfahren wurde für 12 Messpunkte in der Zellenhöhe wiederholt.

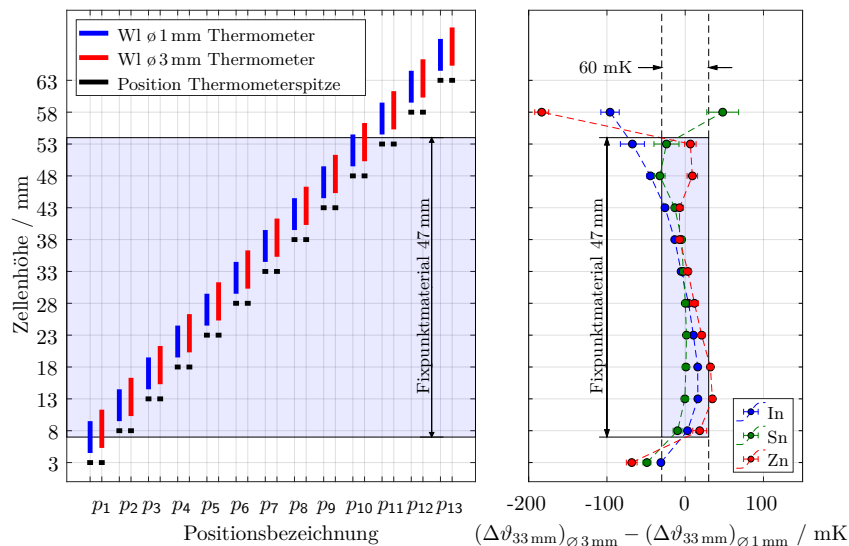


Abbildung 7.2: Links, Positionierung der Thermometer und Widerstandslänge Wl während der Profilmessungen bezüglich der jeweiligen Thermometerspitze. Rechts, Wärmeableitung des Referenzthermometers. Standardunsicherheit des Mittelwertes $k = 2$.

7 Unsicherheitsbetrachtung der Fixpunkttemperatur von In, Sn und Zn in der kompakten Mehrfachfixpunktzelle (k-MFZ)

$$\delta\vartheta_{\text{Wärmeableitung}} = \vartheta(p_x)_{\varnothing 3\text{ mm}} - \frac{4,2\text{ mm} \cdot \vartheta(p_x)_{\varnothing 1\text{ mm}} + 1,8\text{ mm} \cdot \vartheta(p_{x+1})_{\varnothing 1\text{ mm}}}{6\text{ mm}} \quad (7.2)$$

$\delta\vartheta_{\text{Isolationswiderstand}}$: Der Isolationswiderstand des Thermometers wurde mit dem Isolationsmessgerät Metriso Xtra der Firma Gossen Metrawatt [GMC14] bei Umgebungstemperatur und bei 430 °C zwischen jedem Leiter und dem Schutzrohr gemessen [DIN60751-09]. Der bei 430 °C am geringsten gemessene Isolationswiderstand (40 M Ω) wurde genommen und ein Ersatzwiderstand berechnet [Ber04, S. 703]. Als Unsicherheitsbeitrag wurde die Differenz zwischen den Ersatz- und den Messwiderstand bei 430 °C eingesetzt.

$\delta\vartheta_{\text{Eigenerwärmung}}$: Um die temperaturabhängige Änderung eines Widerstandsthermometers messen zu können, muss ein Strom I durch ihn fließen, was durch die umgesetzte elektrische Leistung P eine Erwärmung des Messwiderstandes verursacht [Ber04, S. 666]. Für die experimentelle Bestimmung dieses Beitrags wird die Temperatur bei zwei unterschiedlichen Stromeinspeisungen bzw. Leistungen gemessen und auf eine Leistung von 0 W extrapoliert [Ber04, S. 673]. Die Temperatur wird bezüglich des für die Messungen verwendeten Stroms korrigiert. Der Messstrom betrug 1 mA bzw. $\sqrt{2}$ mA. Die Abbildung 7.3 zeigt die Korrekturwerte der jeweiligen Fixpunktmaterialien bei 1 mA. Die ermittelten Unsicherheiten dieser Messungen wurden aus den Kalibrierungen berechnet.

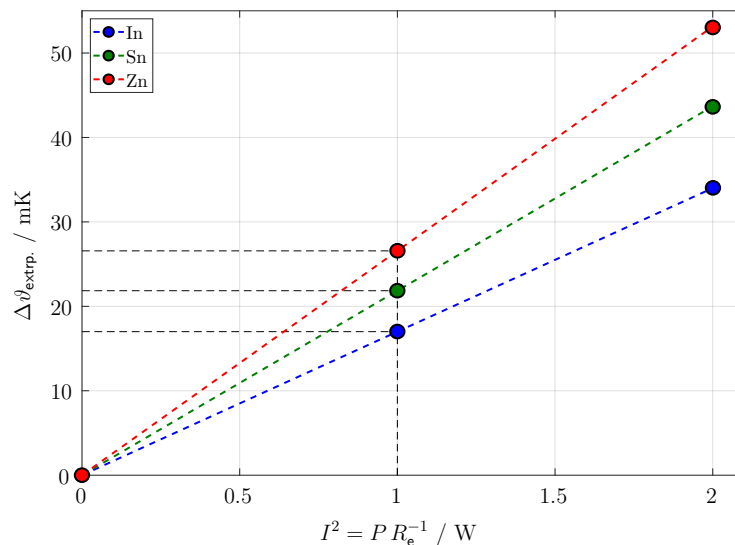


Abbildung 7.3: Eigenerwärmungsbeitrag bei der Messung der einzelnen Fixpunkttemperaturen bezüglich des Extrapolationswertes auf eine relative Leistung P von 0 W. I : Strom, R_e : elektrischer Widerstand.

- 3. k-MFZ:** In dieser Gruppe werden die Unsicherheiten behandelt, die sich durch den Einsatz der Fixpunktmaterialien in der Zelle und durch die Benutzung der Zelle selber ergeben.

$\delta\vartheta_{\text{Drift Zelle}}$: Dieser Beitrag wurde bereits in Abschnitt 6.6.4 in Abbildung 6.17 behandelt. Die Fixpunkttemperatur aller drei Fixpunktmaterialien liegt in der untersuchten

Zeit innerhalb der Vertrauensbereiche der berechneten Ausgleichsgeraden und somit ist keine Drift gegeben.

$\delta\vartheta_{\text{Profil}}$: Wie bereits erwähnt, wird davon ausgegangen, dass das gemessene Temperaturprofil mit dem \varnothing 1 mm-Thermometer dem tatsächlichen entspricht. Nach der selben Prozedur für die Berechnung der Wärmeableitung wird das Profil der k-MFZ als ein gewichteter Mittelwert mit der Gleichung (7.3) berechnet, diesmal aber für drei Nachbarbereiche 3 mm, 8 mm und 13 mm (p_1 , p_2 und p_3 in Abb. 7.2 links) für die Thermometerpositionierung bei 3 mm. Weiterhin für die Nachbarbereiche 28 mm, 33 mm und 38 mm (p_6 , p_7 und p_8 in Abb. 7.2 links) für die Thermometerpositionierung bei 33 mm.

$$\delta\vartheta_{\text{Profil}} = \frac{(4,2 \cdot \vartheta(p_x) + 1,8 \cdot \vartheta(p_{x+1}) + 3,2 \cdot \vartheta(p_{x+1}) + 2,8 \cdot \vartheta(p_{x+2}))_{\varnothing 1 \text{ mm}}}{12} \quad (7.3)$$

$\delta\vartheta_{\text{Verunreinigungen}}$: Gelöste Verunreinigungen in hochreinen metallischen Werkstoffen können eine Änderung seiner Fixpunkttemperatur verursachen. Es existieren mehrere Methoden, mit denen diese Änderungen abgeschätzt werden können. Die vom Consultative Committee for Thermometry (CCT), [Fel17] empfohlene Methode ist die sogenannte Sum of Individual Estimates (SIE), wobei die Konzentration der Verunreinigung und die Steigung der Liquiduslinien des binären Phasendiagramms, das Fixpunktmaterial und die Verunreinigung bekannt sein müssen [Pea16]. Eine Materialanalyse der Fixpunktmaterialien wurde von der Firma HMW Hauner mitgeliefert. Aufgrund dieser Konzentrationen wurden die Änderung der Fixpunkttemperaturen und ihre jeweiligen Unsicherheiten berechnet (Tabellen in Anhang A.3). Die Anstiege der Liquiduslinien wurden für Indium und Zinn aus der Mittelwertberechnung aus unterschiedlichen Quellen von [Pea16] und für Zink nach den Literaturdaten von [Kra12] berücksichtigt.

$\delta\vartheta_{\text{Druck}}$: Die Fixpunkttemperaturen der ITS-90 (Abb. 2.5) sind für Normaldruck (101 325 Pa) definiert. Da es sich bei der k-MFZ um eine offene Zelle handelt, herrscht bei den Messungen bzw. Phasenumwandlungen der atmosphärische Druck. Der atmosphärische Druck wird im Labor mittels eines Datenloggers ständig gemessen. Es handelt sich um einen Druck von im Mittel ca. 950 hPa wegen der Höhe des Labors. Die Fixpunkttemperaturänderung bezüglich der Druckänderung ($\Delta\vartheta/\Delta p$) für jedes Fixpunktmaterial wurde aus [Pre90] entnommen. $\Delta\bar{p}_{\text{Normal}}$ in der Tabelle 7.3 zeigt den Mittelwert der Abweichung des gemessenen zum normalen Druck bei allen Messzyklen (M1 bis M9 in Tab. 6.4). Der Anstieg von $\Delta\bar{p}_{\text{Normal}}$ mit zunehmender Fixpunkttemperatur in der Tabelle 7.3 ist zufällig.

Tabelle 7.3: Beiträge zur Berücksichtigung von $\delta\vartheta_{\text{Druck}}$. s : Standardabweichung, u : Standardunsicherheit.

Fixpunktmaterial	$\Delta\bar{p}_{\text{Normal}} /$ Pa	$s \Delta\bar{p}_{\text{Normal}} /$ Pa	$\Delta\vartheta/\Delta p /$ mK Pa ⁻¹	$\delta\vartheta_{\text{Druck}} /$ mK	$u \delta\vartheta_{\text{Druck}} /$ mK
Indium	5846	884	4,9e-5	0,3	0,05
Zinn	6134	570	3,3e-5	0,2	0,02
Zink	6271	820	4,3e-5	0,3	0,04

4. Ausgleichsblock: Der für die Messungen benutzte Rohofen weist ein axiales Temperaturprofil auf, was sich auf dem Ausgleichsblock widerspiegelt (Abb. 6.13). Dies ist zusätzlich auf den Temperaturprofilen der k-MFZ zu sehen (Abb. 6.15). Am stärksten wird davon das Fixpunktmaterial Zink wegen seiner Positionierung geprägt. Während der Phasenumwandlung stellt sich eine nahezu konstante Temperatur in der Zelle und im Ausgleichsblock selber ein. Deswegen kann in allen drei Bohrungen des Ausgleichsblockes (Abschnitt 6.6.2) ein Plateau beobachtet werden. Für die Auswertung der hier betrachteten Beiträge muss die Plateausteigung wegen des Einflusses der eingestellten Ofentemperatur (Abb. 6.17) berücksichtigt werden. Deswegen werden die Messdaten auf 15 min vor und nach der ausgewerteten Fixpunkttemperatur ϑ_{FP} beschränkt. Die radialen und die axialen Homogenitäten werden aus Differenzen der Messstellen (mo, ic, au, mc und io in Abb. 6.13 links) gebildet. Die Unsicherheiten in der Abbildung sind größer, weil keine zeitliche Beschränkung für ihre Auswertung vorgenommen wurde.

$\delta\vartheta_{\text{Radiale Homogenität}}$: Wurde aus der Differenz $mc - ic$ (Abb. 6.13 links) berechnet.

$\delta\vartheta_{\text{Axiale Homogenität}}$: Wurde aus der Differenz $au - mc$ (Abb. 6.13 links) berechnet.

5. Elektrische Messung: Nach jedem Messzyklus (M1 bis M9 Tab. 6.4) wurde das Multimeter (HP3458A) automatisch mit seiner Funktion AUTOCAL kalibriert. Ein kalibrierter $1\text{ k}\Omega$ Referenzwiderstand wurde für die Bestimmung der systematischen Abweichung benutzt.

$\delta\vartheta_{\text{Multimeter}}$: Die relative Unsicherheit des Multimeters wird durch seine Auflösung im Messbereich ($1\text{ k}\Omega$), die Drift nach einer Langzeitmessung (es wurden 90 Tage angenommen), die Temperaturschwankungen im Labor ($6\text{ }^\circ\text{C}$) und die Anzahl der Messzyklen, über der angezeigte Wert integriert wird (NPLC = 50), bedingt. Diese Werte wurden aus dem Datenblatt [Key14] entnommen und entsprechen in der Summe 16 mK . Zusätzlich dazu wurde die Unsicherheit der Kalibrierung des Referenzwiderstandes (19 mK) addiert.

7.2 Messunsicherheitsbudget der Fixpunkttemperaturen in der k-MFZ

Die Fixpunkttemperaturen ϑ_{FP_M} von Indium, Zinn und Zink in der k-MFZ mit ihren jeweiligen erweiterten Messunsicherheiten u_{FP_M} wurden bei einer Positionierung des Referenzthermometers TP von 3 mm und 33 mm in der Zellenhöhe ermittelt. Die gesamten Ergebnisse werden in der Tabelle 7.4 zusammengefasst.

Tabelle 7.4: ϑ_{FP_M} mit Messunsicherheiten u_{FP_M} ($k = 2$) bei Thermometerpositionierungen bei 3 mm und 33 mm in der Zellenhöhe.

Thermometerpositionierung Fixpunktmaterial	3 mm		33 mm	
	$\vartheta_{FP_M} \pm u_{FP_M} /$ $^\circ\text{C} \pm \text{mK}$	$\vartheta_{FP_M} - \vartheta_{90} /$ mK	$\vartheta_{FP_M} \pm u_{FP_M} /$ $^\circ\text{C} \pm \text{mK}$	$\vartheta_{FP_M} - \vartheta_{90} /$ mK
Indium	$156,641 \pm 49$	43	$156,586 \pm 52$	-13
Zinn	$231,909 \pm 59$	-19	$231,865 \pm 61$	-63
Zink	$419,487 \pm 54$	-40	$419,465 \pm 77$	-62

Die ermittelten Ergebnisse der beiden Thermometerpositionierungen überdecken sich in einem sehr großen Bereich für alle Fixpunktmaterialien (Abb. 7.4). Der Verständlichkeit halber werden die Temperaturen beider TPs in der Zelle nebeneinander sowie die systematischen Abweichungen bezüglich der ITS-90 ($\vartheta_{\text{FP}_M} - \vartheta_{90}$) gezeigt.

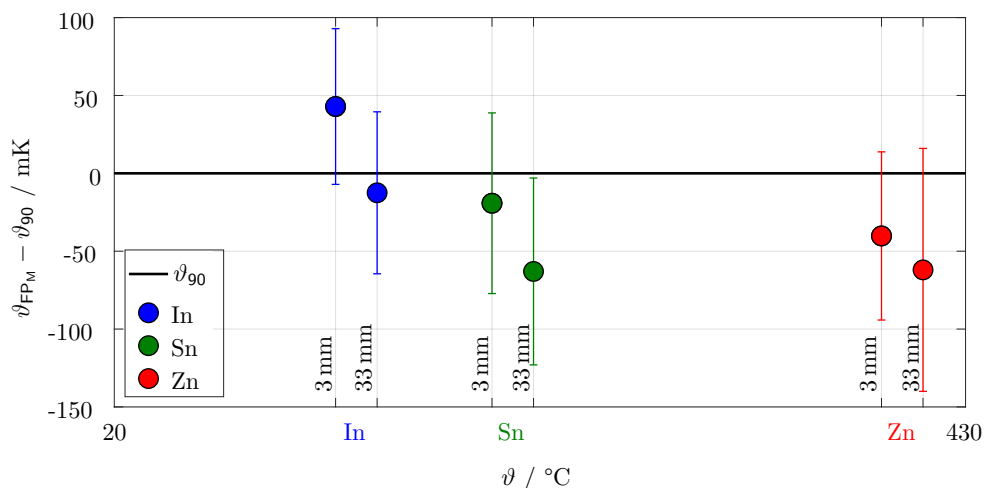


Abbildung 7.4: Abweichung und erweiterte Messunsicherheit ($k = 2$) der gemessenen Fixpunkttemperaturen der Fixpunktmaterialien bezüglich ϑ_{90} bei 3 mm bzw. 33 mm TP in der k-MFZ.

In den Tabellen 7.6 und 7.7 werden die Ergebnisse der Messunsicherheitsbetrachtung detailliert dargestellt. Diese werden in der Tabelle 7.5 diskutiert.

Tabelle 7.5: Auswertung des Messunsicherheitsbudgets. TP: Thermometerpositionierung.

TP	Systematische Abweichung	Unsicherheitsbeiträge
3 mm	Die größten Abweichungen ergeben sich aus dem Profil der k-MFZ (Abb. 6.15), aus der Extrapolation der Fixpunkttemperatur auf adiabatische Bedingungen (Abb. 6.17) sowie aus der Wärmeableitung des Referenzthermometers wegen der Wärmezufuhr durch den Ausgleichsblock (Abb. 7.2). Die Eigenerwärmung des Referenzthermometers trägt auch einen sehr großen Anteil bei (Abb. 7.3).	Die Unsicherheit der Fixpunkttemperatur aller Fixpunktmaterialien wird hauptsächlich durch die Unsicherheitsbeiträge des Referenzthermometers und die Homogenität des Ausgleichsblockes beeinflusst (84 % für In, 68 % für Sn, 67 % für Zn in Tab. 7.6).
33 mm	Die größten Abweichungen ergeben sich aus dem Profil der k-MFZ (Abb. 6.15), aus der Extrapolation der Fixpunkttemperatur auf adiabatische Bedingungen (Abb. 6.17) sowie aus der Eigenerwärmung des Referenzthermometers (Abb. 7.3).	Die Unsicherheit der Fixpunkttemperatur von In und Sn wird hauptsächlich durch die Unsicherheitsbeiträge des Referenzthermometers und die Homogenität des Ausgleichsblockes beeinflusst (78 % für In und 64 % für Sn in Tab. 7.7). Die von Zn (60 % in Tab. 7.7) wird hauptsächlich von der Reproduzierbarkeit der Fixpunkttemperatur selbst beeinflusst (Abb. 6.17).

7 Unsicherheitsbetrachtung der Fixpunkttemperatur von In, Sn und Zn in der kompakten Mehrfachfixpunktzelle (k-MFZ)

Tabelle 7.6: ϑ_{FP_M} bei 3 mm Zellenhöhe. SU: Standardunsicherheit, WV: Wahrscheinlichkeitsverteilung, SK: Sensitivitätskoeffizient, UB: Unsicherheitsbeitrag.

Gruppe	Beitrag	$\vartheta - \vartheta_{90} /$ mK (°C)			SU / mK (mΩ)			WV	SK	In		UB / mK (%)					
		In	Sn	Zn	In	Sn	Zn			In	Sn	Zn					
1. Auswertung	ϑ_{90}	(156,5985)	(231,928)	(419,527)	0	0	0	-	-	0	(0)	0	(0)	0	(0)		
	$\delta\vartheta_{FP}$ Adiabatisch + $\delta\vartheta_{FP}$ Adiabatisch	76	41	82	5,5	11,9	11,2	Normal	1	1	6	(6)	12	(17)	11	(17)	
	$\delta\vartheta_{Wendepunkt}$	0	-0,2	1,3	0,6	0,6	1,5	Normal	1	1	1	(0)	1	(0)	2	(1)	
	$\delta\vartheta_{Kalibrierung} + \delta\vartheta_{Hysterese}$	0	0	0	14,4	14,4	14,4	Rechteck	1	1	14	(33)	14	(23)	14	(27)	
	$\delta\vartheta_{Drift}$	0	0	0	10,7	8,3	13,4	Rechteck	1	1	11	(20)	8	(7)	13	(23)	
	$\delta\vartheta_{Wärmeableitung}$	31,1	48,9	68,3	1,1	2,5	3,4	Normal	1	1	1	(0)	3	(1)	3	(1)	
	$\delta\vartheta_{Isolationswiderstand}$	0	0	0	2,9	2,9	2,9	Rechteck	1	1	3	(1)	3	(1)	3	(1)	
	$\delta\vartheta_{Eigenwärmung}$	-17,0	-21,8	-26,6	0,6	2,6	1,9	Normal	1	1	1	(0)	3	(1)	2	(1)	
	3. k-MFZ	$\delta\vartheta_{Drift}$	0	0	0	1,6	9,4	6,3	Rechteck	1	1	2	(1)	9	(9)	6	(5)
		$\delta\vartheta_{Profil}$	-47,7	-87,0	-178,8	0,7	0,9	2,7	Normal	1	1	1	(0)	1	(0)	3	(1)
$\delta\vartheta_{Verunreinigungen}$		2,0	1,5	15,1	0,5	0,5	4,8	Normal	1	1	1	(0)	1	(0)	5	(3)	
4. Ausgleichsblock	$\delta\vartheta_{Druck}$	0,3	0,2	0,3	0,05	0,02	0,04	Normal	1	1	0	(0)	0	(0)	0	(0)	
	$\delta\vartheta_{Radiale\ Homogenität}$ $\delta\vartheta_{Axiale\ Homogenität}$	0	0	0	9,3	9,2	5,6	Normal	1	1	9	(13)	9	(9)	6	(5)	
5. Elektrische Messung	$\delta\vartheta_{Multimeter}$	-6,7 mΩ	-6,7 mΩ	-6,7 mΩ	9,5	14,7	7,7	Normal	1	1	10	(17)	15	(26)	8	(9)	
	$\delta\vartheta_{90}$	-1,8	-1,8	-1,8	6,7	6,7	7,2	Normal	1	1	7	(8)	7	(7)	7	(7)	
Fixpunkttemperatur	ϑ_{FP_M}	(156,641)	(231,909)	(419,487)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		
Erweiterte Messunsicherheit	u_{FP_M}	49	59	54	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		

^aFür In und Sn.
^bFür Zn.

Tabelle 7.7: ϑ_{FP_M} bei 33 mm Zellenhöhe. SU: Standardunsicherheit, WV: Wahrscheinlichkeitsverteilung, SK: Sensitivitätskoeffizient, UB: Unsicherheitsbeitrag.

Gruppe	Beitrag	$\vartheta - \vartheta_{90}$ / mK (°C)		SU / mK(mΩ)		WV	SK	In	UB / mK (%)	
		In	Sn	In	Sn				In	Sn
	ϑ_{90}	(156,5985)	(231,928)	(419,527)	0	0	-	0	0	0
1. Definition	ϑ_{FP} Adiabatisch + $\delta\vartheta_{FP}$ Adiabatisch	-0,3	-42	-54	10,1	30,2	Normal	1	10	14
	$\delta\vartheta_{Wendepunkt}$	-0,4	-0,6	9,1	0,2	0,6	Normal	1	1	1
2. Thermometer	$\delta\vartheta_{Kalibrierung} + \delta\vartheta_{Hysterese}$	0	0	0	14,4	14,4	Rechteck	1	14	14
	$\delta\vartheta_{Drift}$	0	0	0	10,7	8,3	Rechteck	1	11	8
	$\delta\vartheta_{Wärmeleitung}$	5,2	2,4	-3,4	0,8	1,7	Normal	1	1	2
	$\delta\vartheta_{Isolationswiderstand}$	0	0	0	2,9	2,9	Rechteck	1	3	3
	$\delta\vartheta_{Eigenerwärmung}$	-17,0	-21,8	-26,6	0,6	2,6	Normal	1	1	3
3. k-MFZ	$\delta\vartheta_{Drift}$	0	0	0	1,6	9,4	Rechteck	1	2	9
	$\delta\vartheta_{Profil}$	-0,5	-0,8	-1,2	0,5	0,9	Normal	1	1	1
	$\delta\vartheta_{Verunreinigungen}$	2,0	1,5	15,1	0,5	0,5	Normal	1	1	1
	$\delta\vartheta_{Druck}$	0,3	0,2	0,3	0,05	0,02	Normal	1	0	0
4. Ausgleichsblock	$\delta\vartheta_{Radiale\ Homogenität}$	0	0	0	9,3	9,2	Normal	1	9	9
	$\delta\vartheta_{Axiale\ Homogenität}$	0	0	0	9,5	14,7	Normal	1	10	15
5. Elektrische Messung	$\delta\vartheta_{Multimeter}$	-6,7 mΩ	-6,7 mΩ	-6,7 mΩ	(24,7)	(24,7)	Normal	0,27 mK mΩ ^{-1 a}	7	7
		-1,8	-1,8	-1,8	6,7	6,7	Normal	0,29 mK mΩ ^{-1 b}	7	7
Fixpunkttemperatur	ϑ_{FP_M}	(156,586)		(231,865)		(419,465)		-	-	-
Erweiterte Messunsicherheit	u_{FP_M}	52		61		77		-	-	-

^aFür In und Sn.^bFür Zn.

7.3 Unsicherheitsbetrachtung eines FEM-Modells der k-MFZ im externen Messaufbau

In den folgenden Abschnitten wird ein Ablauf gezeigt, um die Prognosefähigkeit eines FEM-Modells des in Abbildung 6.11 vorgestellten Messaufbaus zu ermitteln. Dafür wird von einer Robustheitsbewertung (Abschnitt 2.6) sowie von einer expandierten Vergleichsmethode der Mess- und Simulationsergebnisse unter Berücksichtigung ihrer Unsicherheiten nach der Area-Metrik Methode (Abschnitt 2.7) Gebrauch gemacht. Zunächst wird das FEM-Modell mit den Reproduzierbarkeiten der Fixpunkttemperatur (Abb. 6.17), sowie der Plateaulänge (Abb. A.6.1) und der Plateausteigung (Abb. A.6.2) bei einer Thermometerpositionierung von 3 mm in der Zellenhöhe validiert. Daraus wird die Prognosefähigkeit des FEM-Modells ermittelt. Um den Wert der Prognosefähigkeit wird den Vertrauensbereich der Simulationsergebnisse beschränkt. Ein erneuter Vergleich der Simulationsergebnisse mit den ermittelten Fixpunkttemperaturen unter adiabatischen Bedingungen ($\vartheta_{\text{FP}_M} \pm u_{\text{FP}_M}$ bei 3 mm in Tab. 7.4) wird als Überprüfung der Prognosefähigkeit des Modells dienen.

7.3.1 FEM-Modell der k-MFZ im externen Messaufbau

Das Simulationsmodell wurde mit dem Ziel der Verkürzung der Rechenzeit als ein 2D- Axial-symmetrisches Modell des inneren Messaufbaus für die Messungen im Rohrofen konstruiert (Bereich des FEM-Modells in Abb. 6.11). Dieses wurde mit 52619 Knoten und 15572 Elementen vernetzt. Die Netzqualität nach der Schiefe betrug $0,014 \pm 0,065$ ($k = 2$). Die Heizung im Rohrofen wurde mit Konvektion als Randbedingung definiert. Der Wärmeübergangskoeffizient wurde nach [VDI13, Fa 1 - Fa 6] für freie Konvektion berechnet und für das Modell mit einer Heizrate von $0,5 \text{ K min}^{-1}$ (Messzyklus M5 in Tab. 6.4) angewandt. Das Ofentemperaturprofil wurde aus der Abbildung 6.13 rechts, genommen.

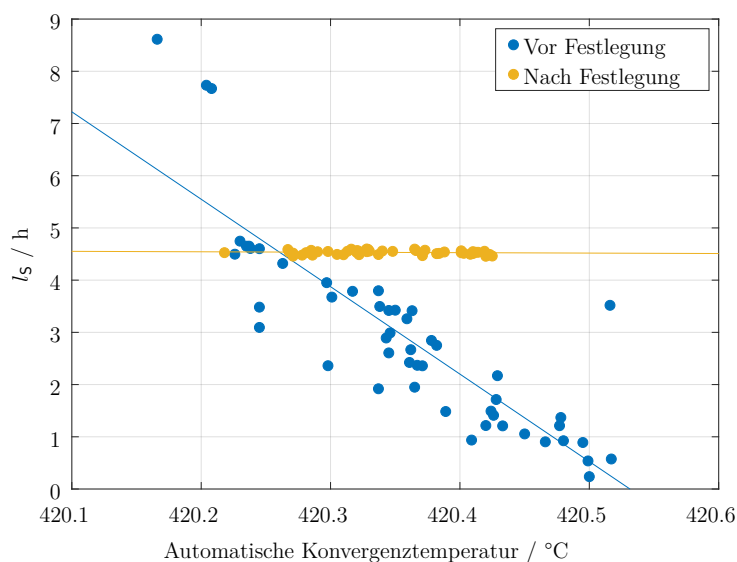


Abbildung 7.5: Plateaulänge am Beispiel von Zink für zwei Berechnungen mit jeweils 50 Stichproben vor und nach der Festlegung der Konvergenzkriterien.

An den Stellen, wo sich die externen Isolationskörper im Aufbau befinden, wurde eine

adiabatische Randbedingung eingesetzt. Luftspalte bis 0,25 mm wurden als thermische Widerstände $R_{th,c}$ modelliert. Dickere Luftspalte wurden als Luftkörper simuliert, wobei mit einer Erhöhung der Wärmeleitfähigkeit die Strahlung berücksichtigt wurde.

Die Unabhängigkeit der Simulationsergebnisse von den Toleranzen der Konvergenzkriterien [Ans09, S. 942] wurde für alle Fixpunktmaterialien untersucht und ist gewährleistet. Das spielt eine sehr große Rolle bei der Plateaulänge l_S und wegen der Korrelationen auch bei der Plateauaussteigung m_S und der Fixpunkttemperatur ϑ_{FP_S} . Dies wird in Abbildung 7.5 beispielhaft für Zink gezeigt.

Das Referenzthermometer befand sich im Modell bei der maximal möglichen Eintauchtiefe (TP 3 mm in Tab. 6.4) mit dem Hintergrund, dass bei einer Sensorpositionierung in der Mitte der Zelle (33 mm) die Wärmeableitung durch den Sensor für die Simulation berücksichtigt werden müsste. Ein Simulationsdurchlauf nahm pro Fixpunktmaterial zwischen 10 min und 13 min in Anspruch.

7.3.2 Simulationsablauf des FEM-Modells der k-MFZ im externen Messaufbau

Geometrische Größen, Randbedingungen, Stoffeigenschaften und thermische Kontakte (Zuweisung in Abb. 6.11) wurden als Eingangsparameter für die Berechnung des FEM-Modells der k-MFZ im externen Messaufbau definiert. Diesen Eingangsparametern (insgesamt 18 in Tab. 7.8) wurden Wahrscheinlichkeitsverteilungen zugewiesen (Abb. A.4.1) und nach dem Flussdiagramm der Abbildung 7.7 Berechnungen für jedes Fixpunktmaterial durchgeführt.

Tabelle 7.8: Eingangsparameter für die Berechnung des FEM-Modells der k-MFZ im externen Messaufbau.

Anzahl	Eingangsparameter	Definition	Bemerkungen (Änderungen)
9	thermische Stoffeigenschaften	Kombiniert zu $a = \frac{\lambda}{\rho c}$ ϑ_{FP}	λ c und ρ oder h s_1 bis s_9 (aus Abb. 7.12 und Tab. A.2.3) (aus Tab. A.3.1, A.3.2 und A.3.3)
3	Geometrische Größen	Höhe der Fixpunktmaterialien	g_{10}, g_{11}, g_{12} (aus Abb. 6.11 und Tab. A.2.3)
1	Thermischer Kontakt	Luftspalte für $R_{th,c}$	tk_{13} (0 mm bis 0,25 mm (aus Abb. 6.11)
5	Randbedingungen	Anfangstemperatur α Temperaturprofil Max. Simulationszeitschritt	rb_{14} ($\vartheta_{FP} \pm 1$) rb_{15} ($\pm 20\%$) rb_{16} und rb_{17} (Abb. 6.13) rb_{18} in (50 s bis 150 s in Abb. 7.13)

Mehrere transient-thermische Simulationen in ANSYS jedes Fixpunktmaterials wurden automatisch innerhalb optiSLang (nach Abb. 4.2) durchgeführt. Nach jeder Simulation in ANSYS wurde das Plateau der Phasenumwandlung wie in Abbildung 7.6 ausgewertet. Die Fixpunkttemperatur ϑ_{FP_S} entspricht dem Wendepunkt der kubischen Funktion, die Plateaulänge l_S , ihrer Länge während der Phasenumwandlung und die Plateauaussteigung m_S , dem Mittelwert ihrer ersten Ableitung. Diese drei Werte wurden als Ausgangsparameter für die probabilistische Berechnungen verwendet.

7 Unsicherheitsbetrachtung der Fixpunkttemperatur von In, Sn und Zn in der kompakten Mehrfachfixpunktzelle (k-MFZ)

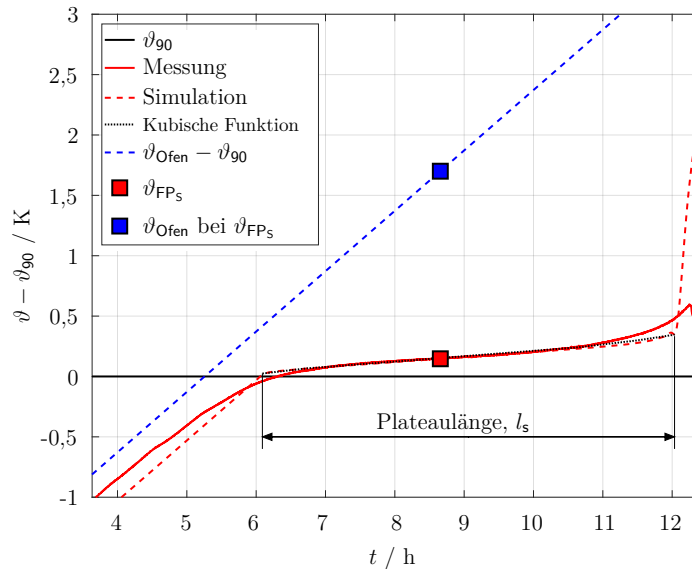


Abbildung 7.6: Simulierte und gemessene Phasenumwandlung von Zink mit Kennzeichnungen für ihre Auswertung.

Zur Validierung der Ergebnisse wurden die Reproduzierbarkeiten der Fixpunkttemperatur am Wendepunkt ϑ_{FP} (Abb. 6.17), sowie der Plateaulänge l_M (Abb. A.6.1) und der Plateau­steigung m (Abb. A.6.2) jedes Fixpunktmaterials bei der ausgewählten Positionierung des Referenzthermometers (TP 3 mm in Tab. 6.4) genommen. Die Ofentemperatur ϑ_{Ofen} wurde im Bereich von ± 250 mK als konstant angenommen. Dies entspricht der Stabilität der gemessenen Ofentemperatur (Abschnitt 6.6.1).

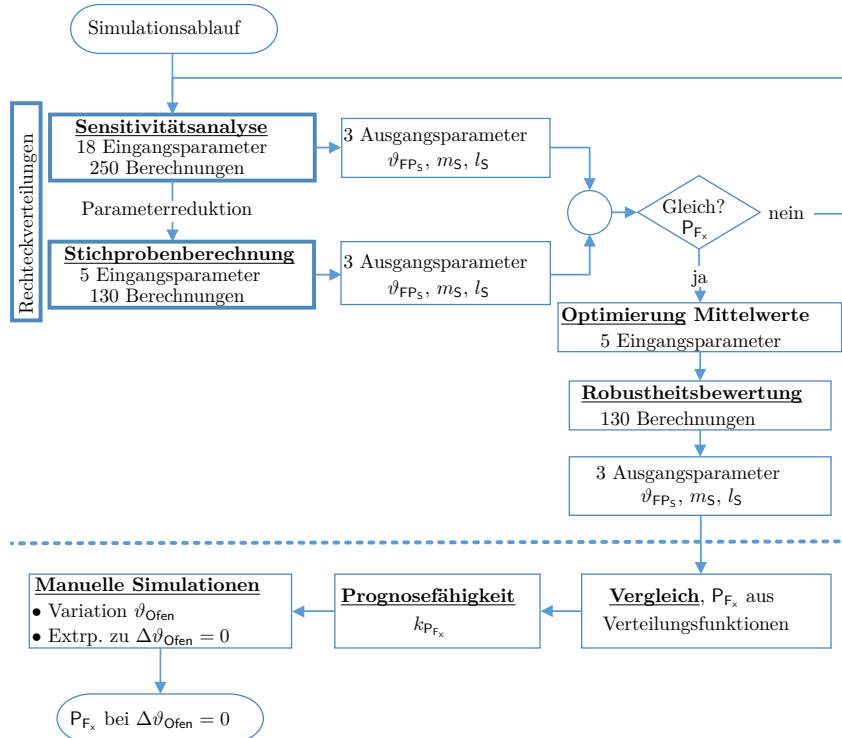


Abbildung 7.7: Simulationsablaufs für die Berechnung der Prognosefähigkeit des Modells der k-MFZ.

Im gesamten Simulationsablauf (Abb. 7.7) wurde zunächst eine Sensitivitätsanalyse durchgeführt und dabei erfolgte eine Reduktion der Eingangsparameter. Diese wurden mit einer zweiten probabilistischen Berechnung überprüft. Die Verteilungen der Eingangsparameter wurden als rechteckverteilt angenommen, dadurch bedingt, dass nur wenige Daten zur Verfügung gestanden haben. Die Abbildung A.7.1 zeigt die durch optiSLang berechneten Korrelationen beispielhaft für Zinn nach der ersten Sensitivitätsanalyse. Dabei können auch die rechteckverteilten Eingangsparameter und die Anzahl von durchgeführten Simulationen beobachtet werden.

Wegen der rechteckverteilten Eingangsparameter wurde in einem dritten Schritt eine Optimierung durchgeführt, um die Mittelwerte der Eingangsparameter zu finden. Dafür wurden die ausgewerteten Ausgangsparameter an die Reproduzierbarkeiten der Messergebnisse angepasst. Die ermittelten Mittelwerte wurden als Mittelwerte einer Normalverteilung definiert, denen eine Standardabweichung von 5 % zugewiesen wurde. Dieser Wert wurde ausgewählt, weil er der maximalen relativen Abweichung von gut bekannten Stoffeigenschaften entspricht (Abb. 7.12). Neue Simulationen wurden damit innerhalb einer probabilistischen Berechnung mit normalverteilten Eingangsparametern (Robustheitsbewertung Abschnitt 2.6) durchgeführt. Die Ergebnisse der verteilten Ausgangsparameter, sowohl der Messung als auch der Simulationen, wurden anhand einer Anpassung der Area-Metrik nach Ferson [Fer08] (Abschnitt 2.7) verglichen.

Abbildung 7.8 zeigt die Simulationsergebnisse nach der Robustheitsbewertung innerhalb der Vertrauensbereiche der Messungen aus der Abbildung 6.17 beispielhaft für die Fixpunkttemperatur. Die Verteilungsfunktionen dieser Ergebnisse werden in der Abbildung 7.9 für die Fixpunkttemperatur von Zinn gezeigt.

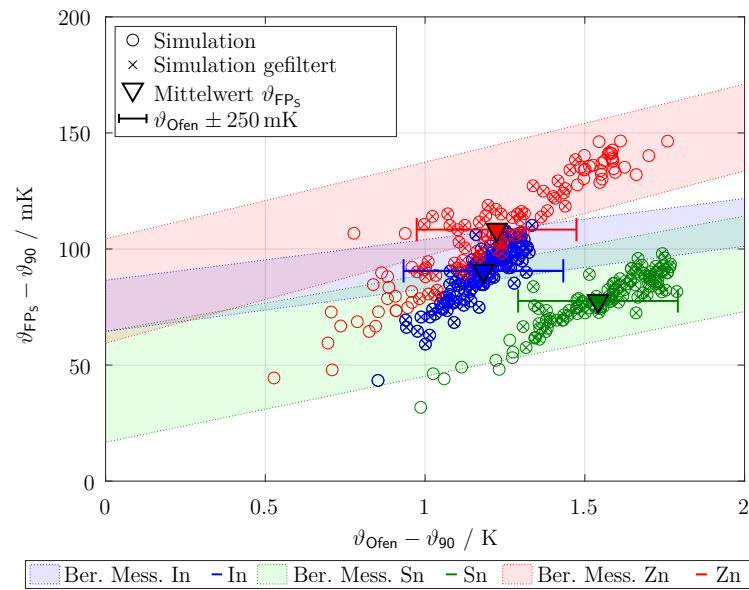
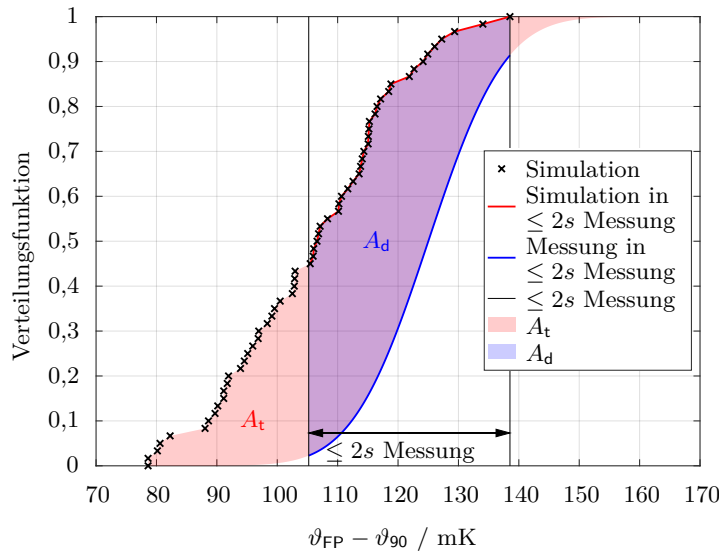


Abbildung 7.8: Validierung der Simulationsergebnisse gegen die Reproduzierbarkeiten der Messergebnisse (Ausschnitt aus Abb. 6.17) am Beispiel der Fixpunkttemperatur der drei Fixpunktmaterialien. Vertrauensbereich Messergebnisse Ber. Mess. ($k = 2$).

Für den Vergleich wird ein Verhältnis von Flächen (A_d und A_t in Abb. 7.9 und Gleichung (7.4)) zwischen den Verteilungsfunktionen im Vertrauensbereich von bis zu 95 % ($2s$) des Messergebnisses als Übereinstimmungsmaß (P_{F_x} in Gleichung (7.4)) implementiert. Damit

wird die Interpretation und die Vergleichbarkeit unterschiedlicher Größen erleichtert, da das Übereinstimmungsmaß normiert wird. Eine große Fläche ohne Vertrauensbereich bedeutet eine 0-prozentige Übereinstimmung und keine Fläche entspricht einer 100-prozentigen Übereinstimmung der Mess- und Simulationsergebnisse.



$$P_{F_x} = \left(\frac{A_d}{A_t} \right) \cdot 100\% \quad (7.4)$$

Abbildung 7.9: Graphische Darstellung der Berechnung des Übereinstimmungsmaßes am Beispiel der Fixpunkttemperatur von Zn. Simulationsergebnisse aus Abb. 7.8.

Die Tabelle 7.9 zeigt die Übereinstimmungsmaße der drei Ausgangsparameter für alle Fixpunktmaterialien. Der Mittelwert davon, \bar{x} , wird später als Prognosefähigkeit $k_{P_{F_x}}$ in der Berechnung der Unsicherheit der Fixpunkttemperatur des Simulationsmodells (Tab. 7.10) Verwendung finden.

Tabelle 7.9: Prozentuale Übereinstimmung der Validierung der Mess- und Simulationsergebnissen nach P_{F_x} in Gleichung 7.4.

Ausgangsparameter	P_{F_x}			Prognosefähigkeit
	In	Sn	Zn	
v_{FP_s}	53	81	70	$k_{P_{F_x}}$
m_s	69	73	64	
l_s	59	69	63	
\bar{x}	61	75	67	67
s	5	3	2	6

7.3.3 Unsicherheitsbeiträge zur Fixpunkttemperatur in der k-MFZ, FEM-Modell

Die Unsicherheitsbetrachtung der Fixpunkttemperatur des Simulationsmodells unter adiabatischen Bedingungen $v_{FP_{S_0}}$ setzt sich gemäß Gleichung (7.5) zusammen.

$$v_{FP_{S_0}} = v_{FP \text{ Adiabatisch S}} \pm u_{FP_s} \quad (7.5)$$

$\vartheta_{\text{FP Adiabatisch S}}$ ist die simulierte Fixpunkttemperatur unter adiabatischen Bedingungen ($\vartheta_{\text{Ofen}} - \vartheta_{90} = 0 \text{ K}$ in Abb. 7.10), ermittelt mit einer Ausgleichsgerade. Dafür wurden zunächst 5 einzelne Simulationen mit unterschiedlich festgelegten Ofentemperaturen für jedes Fixpunktmaterial durchgeführt (manuelle Simulationen in Abb. 7.7).

Die Unsicherheit des Simulationsmodells u_{FP_5} setzt sich wie in der Tabelle 7.10 zusammen. Probabilistische Berechnungen wurden durchgeführt, um den Einfluss vordefinierter Eingangsparameter auf die zu untersuchenden Ausgangsparameter abzuschätzen und diesen mit einer Unsicherheit der Simulationsergebnisse bei der Berechnung der Prognosefähigkeit des Modells $k_{\text{P}_{\text{F}_x}}$ in der Tabelle 7.10 zu versehen. Die Unsicherheitsbeiträge wurden des Verständnisses halber in 3 Gruppen eingeteilt.

Tabelle 7.10: Quadratische Addition von Standardunsicherheiten ($k = 1$) für die Ermittlung von u_{FP_5} .

Unsicherheitsbeiträge	Gruppe
$\delta\vartheta_{\text{FP Adiabatisch S}} + \delta\vartheta_{\text{FP}_5}$	1. Auswertung
$+\delta\vartheta_{\text{Modell}} + k_{\text{P}_{\text{F}_x}}(\delta\vartheta_{\text{Geometrie}} + \delta\vartheta_{\text{therm. Kontakte}} + \delta\vartheta_{\text{RB}} + \delta\vartheta_{\text{Stoff}} + \delta\vartheta_{\text{numerisch}})$	2. Modellierungsunsicherheiten
	3. Numerische Unsicherheit

- 1. Auswertung:** In dieser Gruppe wird die Auswertung der Phasenumwandlungstemperatur berücksichtigt.

$\delta\vartheta_{\text{FP Adiabatisch S}}$: Berücksichtigt die Unsicherheit der Ausgleichsgerade zur Extrapolation der Fixpunkttemperatur (Abb. 7.10) im Vertrauensbereich der Prognosefähigkeit des Modells $k_{\text{P}_{\text{F}_x}}$. Der Vertrauensbereich wurde um den Wert von $k_{\text{P}_{\text{F}_x}}$ (Tab. 7.9) beschränkt bzw. verkleinert.

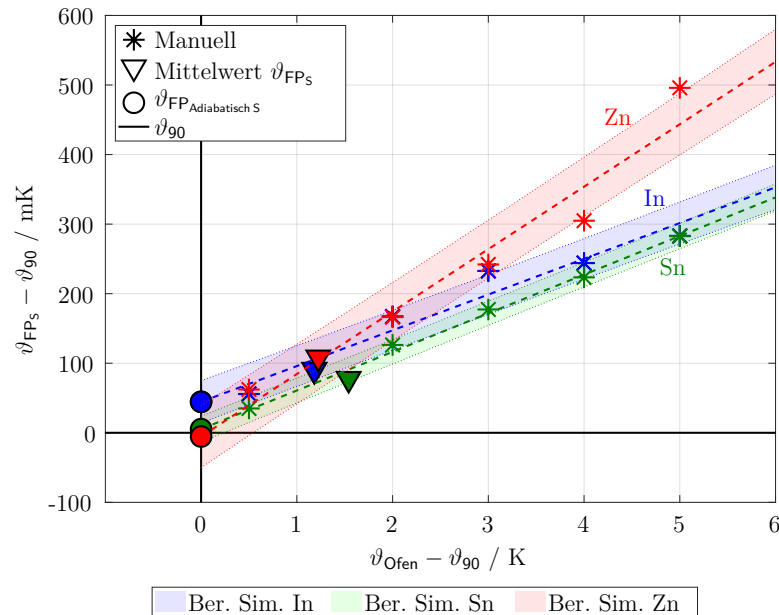


Abbildung 7.10: Manuell durchgeführte Simulationen für die Ermittlung von $\vartheta_{\text{FP Adiabatisch S}}$ der drei Fixpunktmaterialien. Vertrauensbereich Simulationsergebnisse (Ber. Sim.) zeigt das Vertrauensintervall der Berechnung jeder Ausgleichsgerade, beschränkt um $k_{\text{P}_{\text{F}_x}}$. Mittelwert ϑ_{FP_5} aus Abbildung 7.8.

$\delta\vartheta_{\text{FP}_5}$: Berücksichtigt die Differenz der Auswertung der Fixpunkttemperatur am Wendepunkt der kubischen Funktion zum Simulationsergebnis selber (Abb. 7.6).

- 2. Modellierungsunsicherheiten:** In dieser Gruppe werden die Unsicherheiten berücksichtigt, die durch Annahmen zustande kommen können. Bis auf den Modellbeitrag können die anderen Beiträge der Gruppe nicht spezifisch ermittelt werden, da der gesamte Term ($\delta\vartheta_{\text{Geometrie}} + \delta\vartheta_{\text{therm. Kontakte}} + \delta\vartheta_{\text{RB}} + \delta\vartheta_{\text{Stoff}} + \delta\vartheta_{\text{numerisch}}$) der Reproduzierbarkeit der Simulationsergebnisse von ϑ_{FP_5} (Abb. 7.8), sowie der Plateaulänge l_5 und der Plateausteigung m_5 entspricht. Der Term wird aus den probabilistischen Berechnungen erhalten.

$\delta\vartheta_{\text{Modell}}$: Durch Annahmen bei der Modellerstellung wird in der Regel das Modell vereinfacht, um erheblich Rechenzeit und Rechenkapazität zu sparen. Die Tabelle 7.11 begründet beispielhaft diese Aussage. Damit eine Einschätzung dieses Unsicherheitsbeitrags gemacht werden kann, wurde ein sehr detailliertes 3D-Modell und ein vereinfachtes axialsymmetrisches 2D-Modell bei einer Berechnung der Phasenumwandlungen der drei Fixpunktmaterialien miteinander verglichen. Die Unterschiede sind kleiner als 0,05 %. Ähnliches kann in [Mül15] beobachtet werden.

Tabelle 7.11: Vergleich detailliertes (3D) und vereinfachtes Modell (2D).

Merkmal	Modell						Vereinfachung um Faktor		
	2D		3D			In	Sn	Zn	
	In	Sn	Zn	In	Sn				Zn
Rechenzeit in s	146	246	362	3129	5670	8196	21,4	23,1	22,6
Dateigröße in GB	0,7	1,08	1,6	7,29	11,2	16,5	10,4	10,4	10,3
Körperanzahl	13		48			3,7			
Kontaktenanzahl	21		135			6,4			
Knotenanzahl	52619		431411			8,2			
Elementenanzahl	15572		99300			6,4			

$k_{\text{P}_{\text{F}_x}}$: Entspricht der Prognosefähigkeit des Modells (Tab. 7.9). Um diesen Wert wird das Vertrauensintervall für die Berechnung der Ausgleichsgerade für die Ermittlung der simulierten Fixpunkttemperatur unter adiabatischen Bedingungen $\vartheta_{\text{FP}_{5_0}}$ beschränkt.

$\delta\vartheta_{\text{Geometrie}}$: Es wurde die räumliche Ausdehnung der einzelnen Fixpunktmaterialien in Abhängigkeit der Dichteänderung mit der Temperatur variiert ($g_{10} - g_{12}$ in Abb. 6.11).

$\delta\vartheta_{\text{therm. Kontakte}}$: Der Einfluss jedes einzelnen Kontakts (insgesamt 21, Tabelle 7.11) auf die Ergebnisse im Simulationsmodell wurde durch Simulationen von Sprungantworten im Bereich von 80 °C bis 140 °C untersucht. Jedes Ergebnis wurde mit dem Ergebnis einer Berechnung ohne Berücksichtigung der thermischen Kontakte verglichen. Kontakte, bei denen die Differenz der Ergebnisse sich erheblich unterschieden haben, wurden als relevant für die probabilistischen Berechnungen eingestuft. Beim übrigen Kontakt (tk_{13} in Abb. 6.11) wurde die Dicke der Luftspalte gefunden, ab der sich die Ergebnisse nicht mehr ändern. Diese wurde mit 0,25 mm festgelegt.

$\delta\vartheta_{\text{RB}}$: Die Anfangstemperatur (unbekannte Temperaturverteilung rb_{14} in Tab. 7.8), der Wärmeübergangskoeffizient (rb_{15} in Tab. 7.8 berechnet nach empirischen Gleichungen [Inc00, S. 355, 358, 371]) und das Temperaturprofil (rb_{16} und rb_{17} in Abb. 6.13, Fortpflanzung der Messunsicherheiten bei der Extrapolation) des FEM-Modells

wurden mit diesem Beitrag berücksichtigt. Eine ausführliche Erklärung der Definition einer Randbedingung, die sich sowohl zeitlich als auch örtlich ändert, wurde in [Mül15] gemacht.

$\delta\vartheta_{\text{Stoff}}$: Die Materialeigenschaften wurden für ϑ_{90} jedes Fixpunktmaterials (Abb. 2.5) aus Literaturdaten (Tab. A.2.3) interpoliert. Allen gefundenen Eigenschaften jeder Literaturquelle wurde die gleiche Wahrscheinlichkeit zugewiesen. Das wird beispielhaft in der Abbildung 7.11 gezeigt. Die thermischen Stoffeigenschaften wurden der Einfachheit halber zu einer Temperaturleitfähigkeit (a [Inc00, S. 50] in Tab. 7.8) pro Material kombiniert. Luft wurde nicht berücksichtigt, weil keine Unterschiede ihrer thermischen Eigenschaften vorlagen. Die sprunghafte Änderung (Nichtlinearität) der spezifischen Enthalpie h wird in ANSYS für den Phasenübergang verwendet [Gro09]. Die Fixpunkttemperatur weist eine Unsicherheit bezüglich der Konzentration von Verunreinigungen in den Fixpunktmaterialien auf [Kra12], [Pea16]. Dies wird zusätzlich als Eingangsparameter nach den Werten der Tabellen A.3.1, A.3.2 und A.3.3 behandelt.

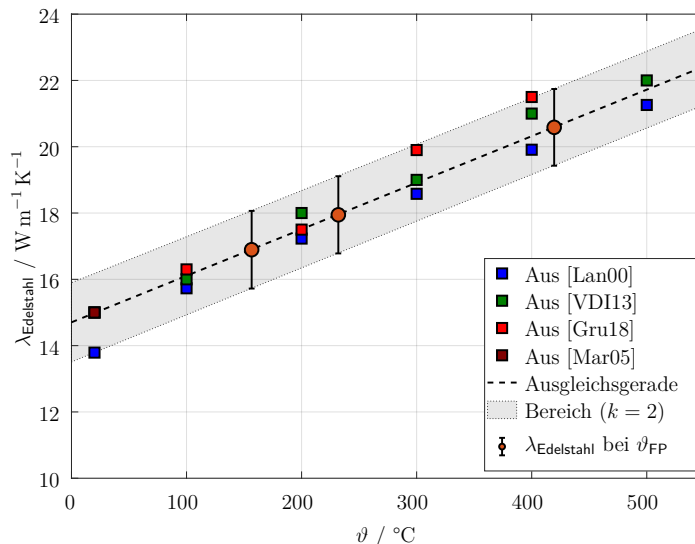


Abbildung 7.11: Interpolation aus Literaturdaten der Stoffeigenschaft λ bei ϑ_{FP} für Indium, Zinn und Zink am Beispiel von Edelstahl (Tab. A.2.3).

Abbildung 7.12 zeigt die relative Abweichung der thermischen Stoffeigenschaften (spezifische Wärmekapazität c , Dichte ρ , Wärmeleitfähigkeit λ und spezifische Enthalpie h) des Messaufbaus (Abb. 6.11). Für das Isolationsmaterial ist die relative Abweichung von λ auffällig groß, vor allem bei niedrigen Temperaturen, da Literaturwerte in der Regel bei höheren Temperaturen (600 °C bis 1000 °C) angegeben werden. Für Indium ist die relative Abweichung von λ nach seiner Phasenumwandlung deutlich größer als bei den anderen zwei Temperaturen, weil die gefundenen Daten entweder vor der Fixpunkttemperatur aufhören oder nach ihr anfangen. Die relative Abweichung aller thermischen Eigenschaften von Graphit und Aluminiumoxid ist relativ groß wegen der nicht genau bekannten Porosität der Materialien. Die Abweichung von h für die Fixpunktmaterialien wurde mit der Abweichung von ρ berücksichtigt, weil nur eine Literaturquelle für diese Daten gefunden wurde [Bar89]. Anhand der Graphik 7.12 konnte festgestellt werden, dass gut bekannte Materialeigenschaften eine relative Abweichung von maximal 5 % aufweisen.

7 Unsicherheitsbetrachtung der Fixpunkttemperatur von In, Sn und Zn in der kompakten Mehrfachfixpunktzelle (k-MFZ)

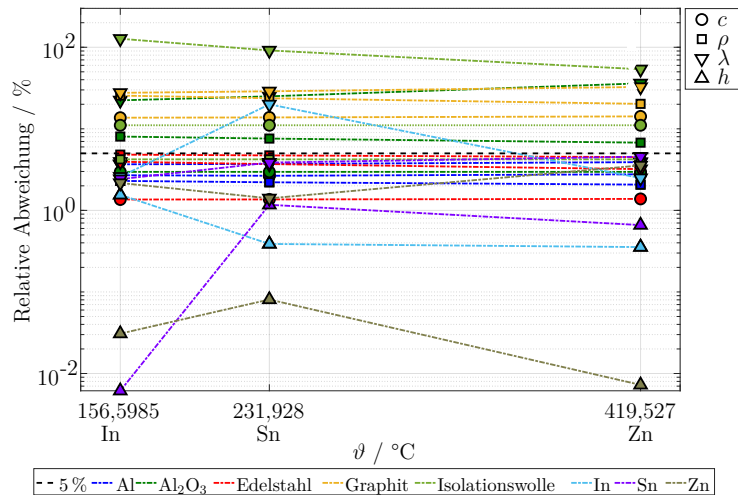


Abbildung 7.12: Relative Abweichung der Stoffeigenschaften des FEM-Modells (Abb. 6.11) bei ϑ_{FP} für Indium, Zinn und Zink. Daten aus Tab. A.2.3.

3. Numerische Unsicherheit: Dieser Unsicherheitsbeitrag wird mit drei Parametern festgelegt, zwei davon sind die Konvergenztoleranzen der Konvergenzkriterien Temperatur (Abb. 7.5) und Wärme [Ans09, S. 942] und der dritte die maximale automatische Zeitschrittsteuerung der Simulation. Bis zu diesem Zeitpunkt müssen die Ergebnisse der durchgeführten Berechnungen von der Modellvernetzung unabhängig sein.

$\delta\vartheta_{\text{numerisch}}$: Es wurde zunächst der maximale automatische Zeitschritt $\Delta t_{\text{S}_{\text{max}}}$ der Simulation gefunden, der einen guten Kompromiss zur Dauer einer Berechnung darstellt. Dieser Wert liegt bei ca. 150s für die drei Fixpunktmaterialien (Abb. 7.13 anhand des Beispiels für Zink). Ab diesem Zeitpunkt wird die erste Ableitung der bestimmten Potenzfunktion Null. Deswegen gibt es keine große Änderung der Rechenzeit mehr mit zunehmender Größe von $\Delta t_{\text{S}_{\text{max}}}$.

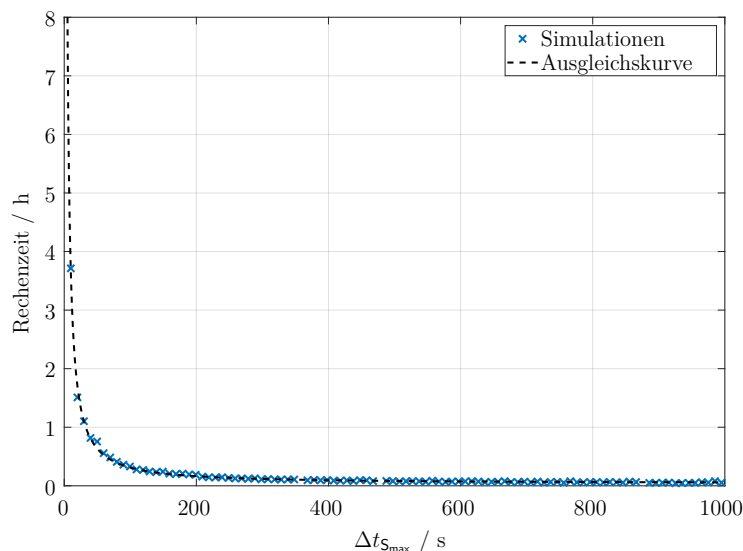


Abbildung 7.13: Automatischer maximaler Zeitschritt zur Rechenzeit, beispielsweise aus der Simulation der Phasenumwandlung von Zink.

Alle Eingangsparameter dieser probabilistischen Simulationen werden in der Tabelle 7.8 zusammengefasst.

7.3.4 Überprüfung der Prognosefähigkeit des Modells der k-MFZ

Das Unsicherheitsmodell für die Fixpunkttemperatur unter adiabatischen Bedingungen des FEM-Modells $\vartheta_{FP_{S_0}}$ (Tab. 7.10) wurde eingesetzt. Die Mess- und Simulationsergebnisse (Abb. 7.4 und Abb. 7.10) bei einer Thermometerpositionierung von 3 mm wurden wieder mit dem vorgestellten Übereinstimmungsmaß verglichen (Gleichung (7.4) und Abb. 7.9). Da die berechnete Prognosefähigkeit selber eine Unsicherheit hat ($67\% \pm 12\%$, $k = 2$, Tab. 7.9) wurde der neue Vergleich durch Stichprobenberechnungen mehrfach wiederholt. Daraus resultierte, dass die Wahrscheinlichkeit, mit der das FEM-Modell die Fixpunkttemperaturen aller drei Fixpunktmaterialien unter adiabatischen Bedingungen vorhersagen kann, bei $64\% \pm 16\%$, $k = 2$, liegt (Abb. 7.14). Dieses Ergebnis bestätigt die hier vorgestellte Herangehensweise für die Bestimmung der Prognosefähigkeit $k_{P_{F_x}}$ des FEM-Modells, weil die Übereinstimmungsmaße am Validierungs- und am Extrapolationspunkt im selben Bereich liegen.

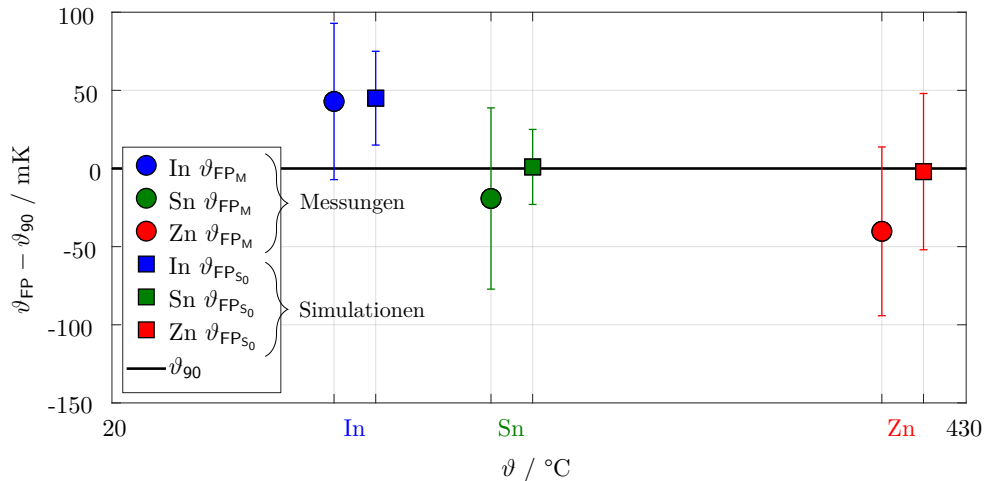


Abbildung 7.14: Abweichung bezüglich ϑ_{90} von ϑ_{FP} der Mess- und Simulationsergebnissen unter adiabatischen Bedingungen ($k = 2$). Der Verständlichkeit halber werden die Ergebnisse jedes Fixpunktes nebeneinander gezeigt.

Das Übereinstimmungsmaß von $\vartheta_{FP_{S_0}}$ erstreckt sich über den Bereich von circa 50 % bis 80 %. Wenn betrachtet wird, dass das thermische FEM-Modell der k-MFZ nicht alle physikalischen Effekte abbilden kann, wirkt dieses Ergebnis plausibel. Diese Effekte sind z. B. im Fixpunktmaterial gelösten Verunreinigungen, was einen undeutlichen Anfang des Phasenüberganges verursachen oder die Bewegungen von noch festen Material während der Phasenumwandlung bewirken kann. Das lässt sich im Form eines leichten Temperaturabfalls beobachten (Messung in Abb. 7.6). Weiterhin können sogar Luftströmungen innerhalb der simulierten Luftspalte auftreten, was die Temperaturverteilung innerhalb des Systems ändern würde, oder eine temperaturbedingte Materialausdehnung, was die Kontaktwiderstände beeinflussen würde. Wichtig ist hierbei, dass für den Fall, dass man eine Optimierung durchführt, die Grenzen in denen das System abgebildet wird bzw. bekannt ist, für die Auswertung in Betracht gezogen werden.

Eine Prognosefähigkeit von 100% würde für den hier berechneten Fall eine Übereinstimmung der Ergebnisse unter adiabatischen Bedingungen zwischen 70% und 95% bringen.

Zusätzlich muss aber beachtet werden, dass, wenn die Unsicherheit der Simulationsergebnisse größer als die der Messergebnisse wird, die Übereinstimmung von beiden wieder kleiner wird.

7.4 Kapitelzusammenfassung

Die Erstellung eines Messunsicherheitsmodells für die k-MFZ im externen Messaufbau sowie die detaillierte Bearbeitung seiner einzelnen Unsicherheitsbeiträge wurden am Anfang dieses Kapitels behandelt. Die Fixpunkttemperaturen von Indium, Zinn und Zink in der k-MFZ wurden bei zwei unterschiedlichen Thermometerpositionierungen unter adiabatischen Bedingungen (kein Einfluss der eingestellte Ofentemperatur) ermittelt. Diese überdecken sich in einem sehr großen Bereich, was die Plausibilität der erzielten Ergebnisse belegt. Ein FEM-Modell der k-MFZ im externen Messaufbau wurde erstellt und mit der Reproduzierbarkeit der Messergebnisse unter Anwendung einer expandierten Area-Metrik Methode validiert. Mit der Vergleichsmethode können Unsicherheiten sowohl der Mess- als auch der Simulationsergebnisse berücksichtigt werden. Für das FEM-Modell wurde ein Unsicherheitsmodell der simulierten Fixpunkttemperatur unter adiabatischen Bedingungen erstellt und dessen Beiträge abgearbeitet. Zuletzt erfolgte ein erneuter Vergleich der Mess- und Simulationsergebnisse unter adiabatischen Bedingungen, um die Nachvollziehbarkeit der Simulationsergebnisse zu überprüfen.

8 Zusammenfassung

Die Entwicklung eines neuartigen Temperatur-Blockkalibrators (T-Bk) für den Einsatztemperaturbereich von 80 °C bis 430 °C mit Absoluttemperaturwertbezug durch die Fixpunkttemperaturen von Indium, Zinn und Zink wurde in dieser Arbeit dargelegt. Der T-Bk entspricht hinsichtlich Größe, Heizleistung und Abkühlungszeiten dem Stand der Technik. Eine erhebliche Verbesserung gegenüber dem Stand der Technik zeigt sich in einem homogenen Temperaturfeld im Ausgleichsblock. Bei ca. 430 °C ergibt sich eine Verdoppelung des thermisch homogenen Bereiches, wobei die Temperaturschwankungen auf ein Drittel bezüglich des besten auf dem Markt verfügbaren Gerätes (Beamex MB425 in Tab. 3.2) reduziert werden. Diese Verbesserung wird u. a. durch die Optimierung der Geometrie des T-Bks und die Auswahl von Kupfer als Material für den Ausgleichsblock erreicht.

Ein weiteres Alleinstellungsmerkmal gegenüber dem Stand der Technik wird mit der Möglichkeit zur in situ Kalibrierung des internen Thermometers des T-Bks mittels der Fixpunktmaterialien in der kompakten Mehrfachfixpunktzelle (k-MFZ) gegeben. Die Geometrie der k-MFZ wurde bezüglich der Temperaturhomogenität innerhalb der Zelle während der Phasenumwandlungen optimiert. In der Praxis konnte infolge dieser Optimierung ein Temperaturgradient von maximal 60 mK entlang 20 mm um die Mitte der Eintauchbohrung der k-MFZ aller drei Fixpunktmaterialien experimentell nachgewiesen werden. Die Höhe des geschmolzenen Fixpunktmaterials in der k-MFZ beträgt ca. 47 mm (Abb. 7.2, rechts).

Es konnte nachgewiesen werden, dass der zuverlässige Betrieb der k-MFZ auch ohne Schutzgas in einer offenen Zelle möglich ist. Die Fixpunktmaterialien der k-MFZ wurden als zylindrische Vollkörper in die Zelle eingefüllt, während Mehrfachfixpunktzellen in der Regel mit Granulat, Pellets oder Draht befüllt werden (Tab. 3.1).

Die Fixpunkttemperaturen während des Schmelzvorgangs der drei Fixpunktmaterialien der k-MFZ bei einer Thermometerpositionierung von 3 mm bzw. 33 mm in der Zellenhöhe (Abb. 7.2, links) betragen mit einer um $k = 2$ erweiterten Messunsicherheit:

	3 mm	33 mm
Indium	156,641 °C ± 49 mK	156,586 °C ± 52 mK
Zinn	231,909 °C ± 59 mK	231,865 °C ± 61 mK
Zink	419,487 °C ± 54 mK	419,465 °C ± 77 mK

Die resultierenden Unsicherheiten der Fixpunkttemperaturen der drei Fixpunktmaterialien in der k-MFZ sind im direkten Vergleich zum Stand der Technik für Mehrfachfixpunktzellen nachweislich geringer (Abb. 3.1). Der Unsicherheitsbeitrag eines an metrologischen Fixpunktzellen kalibrierten Normals bei der direkten Kontrollmessung der drei Fixpunkttemperaturen innerhalb der k-MFZ trägt diesbezüglich alleine mit 13 % und 33 % zur Gesamtunsicherheit bei (Tab. 7.6 und Tab. 7.7).

Die Stabilität der Fixpunkttemperatur der drei Fixpunktmaterialien wurde anhand der Reproduzierbarkeit der Messung über eine Einsatzzeit von ca. 2500 h nachgewiesen (Abb. 6.17).

Als unterstützendes Werkzeug dienten während der beschriebenen Entwicklungsschritte zahlreiche Modellierungen und Simulationen. Durch probabilistische Berechnungen wurden

neben Optimierungen unbekanntem Faktoren, wie thermische Kontakte und Materialeigenschaften, parametrisch definiert und im Rahmen von Literaturdaten variiert (Abb. 7.12).

Modelle können nur bedingt die Realität nachbilden. Deswegen wurden zusätzlich probabilistische Berechnungen mit einem Modell der k-MFZ in einem externen Aufbau benutzt, um Unsicherheiten der Simulationsergebnisse zu bewerten. Dies erlaubt eine Validierung von Mess- und Simulationsergebnissen unter Berücksichtigung ihrer Unsicherheiten - eine sogenannte probabilistische Validierung. Eine Erweiterung der Area-Metrik Methode wurde als Übereinstimmungsmaß der gemessenen und simulierten Fixpunkttemperatur vorgestellt. Die vorgestellte Metrik erlaubt eine einfachere Interpretation der Übereinstimmung in Prozentangaben (Abb. 7.9 und Gleichung (7.4)).

Probabilistische Berechnungen wurden auch für eine Anpassung der Simulationsmodelle an die realen Messergebnisse der Sprungantworten des T-Bks durchgeführt. Hier wurden auch thermische Kontakte und Materialeigenschaften variiert. Aus dem angepassten FEM-Modell wurde ein Modell reduzierter Ordnung abgeleitet. Damit können mittels Modellreduktionen notwendige Simulationen mit geringeren mittleren Abweichungen von unter 1 % zum FEM-Modell ca. 100 Mal schneller berechnet werden (Tab. 5.1). Das reduzierte Modell kann nach einer Validierung mit Messergebnissen für die Auslegung des Reglers der 8 Heizzonen und 7 Messstellen des sehr komplexen T-Bks benutzt werden.

Anhang

A.1	Thermophysikalische Stoffeigenschaften	107
A.2	Tabellarische mechanische und thermophysikalische Stoffeigenschaften	108
A.3	Verunreinigung der Fixpunktmaterialien	115
A.4	Wahrscheinlichkeitsverteilungen	119
A.5	Sprungantworten Temperatur-Blockkalibrator	120
A.6	Reproduzierbarkeiten der Plateaulänge und der Plateausteigung	122
A.7	Korrelationsmatrix aus optiSLang	123
A.8	Miniatur Radialgebläse micronel U51DL-024KK-4	124

A.1 Thermophysikalische Stoffeigenschaften

Ein erheblicher Teil dieser Arbeit befasst sich mit thermischen Berechnungen, wobei insbesondere thermophysikalische Stoffeigenschaften eine Rolle spielen. Deswegen werden sie in diesem Abschnitt kurz erläutert. Die spezifischen Stoffeigenschaften ergeben sich aus der Division ihrer entsprechenden extensiven Größe durch die Masse des Systems m .

Wärmeleitfähigkeit λ : Gibt an, wie viel Wärme in Richtung des Wärmestroms pro Kelvin Temperaturdifferenz und pro Längeneinheit durch ein Material geleitet wird [Nic01, S. 132]. Sie ist druck- und temperaturabhängig [Böc06, S. 11].

Spezifische Wärmekapazität c : Ist definiert als die Wärmemenge, die benötigt wird, um eine Einheitsmasse einer Substanz um 1 K zu erhöhen und gibt an, wie viel Wärme ein Material speichern kann [Çen09, S. 178]. Für Festkörper oder Flüssigkeiten (inkompressible Substanzen) wird eine Änderung der spezifischen inneren Energie u mit der Gleichung (A.1.1) beschrieben [Çen09, S. 189].

$$\Delta u = \int_1^2 c(T) dT \approx c \cdot \Delta T \quad (\text{A.1.1})$$

Enthalpie H : Kennzeichnet den Energiegehalt eines thermodynamischen Systems und ist als die Summe seiner inneren Energie U und dem Produkt aus seinem Druck p und seinem Volumen V definiert [Lan06, S. 71]. In einem isobaren ($\Delta p = 0$) oder isochoren ($\Delta V = 0$) Prozess eines geschlossenen Systems ist sein Wärmeaustausch mit der Umgebung gleich seiner Enthalpieänderung [Bar89, S. I–3]. Aus der Gleichung (A.1.1) folgt für die spezifische Enthalpie h :

$$\Delta h = \Delta u \quad (\text{A.1.2})$$

Spezifische latente Wärme l : Sie ist die Wärmemenge, die während einer Phasenänderung einer Substanz (fest-flüssig-gasförmig oder umgekehrt) zu- oder abgeführt wird. Sie wird benötigt, um die Atomkraftbindungen aufzulösen. Eine Phasenänderung oder Phasenumwandlung ist erst abgeschlossen, wenn die spezifische latente Wärme l komplett in der Substanz umgewandelt wurde. Dabei bleibt die Temperatur konstant [Nic01, S. 134]. Sie ist gleich der Differenz der Enthalpien zweier Zustände ein und des selben Stoffes (l in Abb. 2.3). Abhängig von der Phasenumwandlung wird der Name der latenten Wärme mit dem des Prozesses ergänzt oder geändert, z. B. Schmelzwärme oder Kristallisationswärme.

Dichte ρ : Sie ist definiert als die Masse eines Stoffes dividiert durch sein Volumen. Sie ist sowohl von der Temperatur als auch vom Druck abhängig. Die Dichte einer reinen Substanz ist unterschiedlich je nach Phase; in der Regel nimmt sie in der Reihenfolge $\rho_{\text{fest}} > \rho_{\text{flüssig}} > \rho_{\text{gasförmig}}$ ab, weil die Moleküle/Atome der Phasen weiter entfernt voneinander sind. Es gibt jedoch Ausnahmen, wie z. B. Wasser, wo die Dichte in der festen Phase geringer als in der flüssigen Phase ist [Çen09, S. 122]. Der Kehrwert der Dichte ρ ist das spezifische Volumen v .

Temperaturleitfähigkeit a : Sie ist das Verhältnis zwischen der Wärmeleitfähigkeit λ und dem Produkt aus Dichte ρ und spezifischer Wärmekapazität c (Gleichung (A.1.3)). Die Temperaturleitfähigkeit ist Ausdruck für das Verhältnis der Fähigkeiten eines Stoffes, Wärme zu leiten und Wärme zu speichern. Eine höhere Temperaturleitfähigkeit a bedeutet eine

schnellere Anpassung eines Stoffes an Änderungen ihrer thermischen Umgebung [Inc00, S. 51], weil die instationäre Wärmeleitung lediglich durch sie und eine Temperaturdifferenz bestimmt wird. [Böc06, S. 47].

$$a = \frac{\lambda}{\rho \cdot c} \tag{A.1.3}$$

A.2 Tabellarische mechanische und thermophysikalische Stoffeigenschaften

Tabelle A.2.1: Mechanische Stoffeigenschaften der für die Simulationen im Abschnitt 6.2 benutzten Materialien.

Stoff	Thermische Ausdehnung		Elastizitätsmodul		Querkontraktionszahl	Quelle
	$\vartheta / ^\circ\text{C}$	$\mu / \mu\text{m m}^{-1} \text{K}^{-1}$	$\vartheta / ^\circ\text{C}$	E / GPa		
Edelstahl	20 - 500	18	500	165	0,29	[Deu15], [DIN10088-1-12]
Graphit	20 - 200	4,1	-	12,5	0,2	[SGL15], [VDI97]

Tabelle A.2.2: Thermische Stoffeigenschaften der für die Simulationen in den Kapiteln 4, 5 und 6 benutzten Materialien.

Stoff	$\vartheta / ^\circ\text{C}$	Dichte $\rho / \text{kg m}^{-3}$	$\vartheta / ^\circ\text{C}$	Wärmeleitfähigkeit $\lambda / \text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	$\vartheta / ^\circ\text{C}$	Spezifische Wärme $c / \text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	$\vartheta / ^\circ\text{C}$	Enthalpie $h / \text{kJ kg}^{-1}$	Atommasse	Quelle
ALTRA [®] KVS 124	-	300	400	0,09	-	-	-	-	-	[Rat18]
	-	-	600	0,12	-	-	-	-	-	
	-	-	800	0,15	-	-	-	-	-	
	-	-	1000	0,19	-	-	-	-	-	
Al_2O_3 (> 99%)	-	3700	30 - 100	19 - 30	30 - 600	850 - 1050	-	-	-	[Ker03]
	-	-	21,85	0,0124	-	-	-	-	-	
Argon	-	-	126,85	0,0226	-	-	-	-	-	[You86], [Hos86]
	-	-	226,85	0,0268	-	-	-	-	-	
	-	-	326,85	0,0307	-	-	-	-	-	
	-	-	426,85	0,0343	-	-	-	-	-	
Degussit Al23	-	3700 - 3900	100	30	20	900	-	-	-	[Fri17a]
Edelstahl 1.4301	-	7900	20	15	20	500	-	-	-	[Deu15], [DIN10088-1-12]
Graphit	-	1840	20	95	20	1000	-	-	-	[SGL15], [VDI13]
	-	7000	26,85	82	25	233	25	0,00	114,8181	
In	-	-	126,85	75	26,85	233	26,85	0,43	-	[Bar89], [Gri97], [Mej16]
	-	-	326,85	43	126,85	252	126,85	24,34	-	
	-	-	526,85	48	156,61	264	156,61	32,02	-	
	-	-	-	-	156,61	257	156,61	60,45	-	
	-	-	-	-	226,85	256	226,85	78,46	-	
	-	-	-	-	326,85	255	326,85	104,05	-	
	-	-	-	-	426,85	255	426,85	129,56	-	
	-	-	-	-	526,85	254	526,85	155,00	-	

Fortsetzung **Tabelle A.2.2**

Stoff	$\vartheta / ^\circ\text{C}$	Dichte $\rho / \text{kg m}^{-3}$	Wärmeleitfähigkeit $\lambda / \text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	Spezifische Wärme $c / \text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	Enthalpie $h / \text{kJ kg}^{-1}$	Atommasse	Quelle	
Kantthal® A1	-	7100	11	20	460	-	[Kan18]	
	-	-	20	200	560	-		
	-	-	800	22	400	630		-
	-	-	800	22	600	750		-
	-	-	800	22	800	710		-
	-	-	800	22	800	710		-
CuCrZr (2.1293)	20	8910	310	20	370	-	[Deu05]	
	-	-	100	100	450	-		
	-	-	200	200	480	-		
	-	-	300	300	500	-		
	-	-	400	400	500	-		
	20	8910	310	20	370	-		
	30	1.149	0,026 62	30	1007	-		
	40	1.112	0,027 35	40	1007	-		
	50	1.078	0,028 08	50	1008	-		
	60	1.046	0,028 80	60	1008	-		
70	1.015	0,029 52	70	1009	-			
80	0,986	0,030 22	80	1010	-			
90	0,959	0,030 93	90	1011	-			
100	0,933	0,031 62	100	1011	-			
120	0,886	0,032 99	120	1014	-			
140	0,843	0,034 34	140	1016	-			
160	0,804	0,035 66	160	1019	-			
180	0,768	0,036 96	180	1022	-			
200	0,736	0,038 25	200	1025	-			
250	0,666	0,041 38	250	1035	-			
300	0,608	0,044 42	300	1045	-			
350	0,559	0,047 37	350	1057	-			
400	0,517	0,050 24	400	1069	-			
450	0,482	0,053 05	450	1081	-			
500	0,450	0,055 80	500	1093	-			
550	0,423	0,058 49	550	1104	-			
Luft	20	1,189	0,025 87	20	1006	-	[VD113]	
	30	1,149	0,026 62	30	1007	-		
	40	1,112	0,027 35	40	1007	-		
	50	1,078	0,028 08	50	1008	-		
	60	1,046	0,028 80	60	1008	-		
	70	1,015	0,029 52	70	1009	-		
	80	0,986	0,030 22	80	1010	-		
	90	0,959	0,030 93	90	1011	-		
	100	0,933	0,031 62	100	1011	-		
	120	0,886	0,032 99	120	1014	-		
	140	0,843	0,034 34	140	1016	-		
	160	0,804	0,035 66	160	1019	-		

Fortsetzung **Tabelle A.2.2**

Stoff	$\theta / ^\circ\text{C}$	Dichte $\rho / \text{kg m}^{-3}$	Wärmeleitfähigkeit		Spezifische Wärme		$\theta / ^\circ\text{C}$	Enthalpie $h / \text{kJ kg}^{-1}$	Atommasse	Quelle
			$\lambda / \text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	$\lambda / \text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	$c / \text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	$c / \text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$				
NiCr - CuNi	-	8670	23	21,4	23	377	-	-	-	[Goo18a] [Goo18b]
	-	21 450	26,85	72	-	133	-	-	195,0849	
	-	-	126,85	72	-	-	-	-	-	[Gri97], [Mej16]
	-	-	326,85	73	-	-	-	-	-	
Pt	-	-	526,85	76	-	-	-	-	-	
	-	280	200	0,023	200	860	-	-	-	
	-	-	400	0,026	400	960	-	-	-	[Pro18]
PROMALIGHT®	-	-	600	0,030	600	1030	-	-	-	
	-	-	800	0,036	800	1070	-	-	-	
	-	7000	25	66,6	25	227	25	0,0	118,7107	
	-	-	26,85	62,2	26,85	228	26,85	0,4	-	
Sn	-	-	126,85	59,6	126,85	243	126,85	23,9	-	
	-	-	226,85	32,3	226,85	257	226,85	49,0	-	
	-	-	326,85	34,3	231,91	259	231,91	50,3	-	
	-	-	426,85	36,4	231,91	250	231,91	109,5	-	[Bar89], [Gri97], [Sha00], [Mej16]
	-	-	526,85	38,4	326,85	243	326,85	132,9	-	
	-	-	-	-	426,85	240	426,85	157,0	-	
	-	-	-	-	526,85	240	526,85	180,9	-	
Zn	-	7133	26,85	116	25	389	25	0,0	65,382	
	-	-	126,85	111	26,85	389	26,85	0,7	-	
	-	-	326,85	103	126,85	402	126,85	40,2	-	
	-	-	526,85	56	226,85	418	226,85	81,2	-	[Bar89], [Gri97], [Mej16]
	-	-	-	-	326,85	435	326,85	123,8	-	
	-	-	-	-	419,5	452	419,5	164,9	-	
	-	-	-	-	419,5	480	419,5	276,9	-	
-	-	-	-	426,85	480	426,85	280,5	-		
-	-	-	-	526,85	480	526,85	328,5	-		

Tabelle A.2.3: Thermische Stoffeigenschaften der für die Simulationen in Abschnitt 7.3 benutzten Materialien, interpoliert bei den Fixpunkttemperaturen von Indium, Zinn und Zink wie in Abb. 7.11. Mittelwert, \bar{x} , und Standardabweichung, s .

Stoff	Stoffeigenschaft	$\vartheta = 156,5985\text{ }^{\circ}\text{C}$		$\vartheta = 231,928\text{ }^{\circ}\text{C}$		$\vartheta = 419,527\text{ }^{\circ}\text{C}$		Quelle
		\bar{x}	s	\bar{x}	s	\bar{x}	s	
Al	$\rho / \text{kg m}^{-3}$	2614,462	70,483	2649,449	70,391	2594,668	71,837	[Car08], [Lan00], [Lid02], [Mar05], [VD113], [Wei15]
	$c / \text{kJ kg}^{-1}$	958,490	22,025	998,764	22,077	1099,062	22,751	[Bar89], [Car08], [Lid02], [VD113]
	$\lambda / \text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	232,842	8,550	231,047	8,570	226,578	8,836	[Car08], [Lid02], [Mar05], [Pow66], [VD113], [Wei15]
Al_2O_3	$\rho / \text{kg m}^{-3}$	3795,000	112,583	3795,00	112,583	3795,000	112,583	[Car08], [Fr106]
	$c / \text{kJ kg}^{-1}$	930,039	74,763	978,995	74,355	1100,035	74,422	[Bar89], [Bm99], [Sha08]
	$\lambda / \text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	27,071	6,049	24,088	6,026	16,660	6,015	[Fr106], [Lid02], [Pow66], [Sha08]
Edelstahl	$\rho / \text{kg m}^{-3}$	7793,640	105,913	7743,467	105,472	7618,516	105,315	[Deu15], [Woi12], [Mar05], [Spi09], [VD113]
	$c / \text{kJ kg}^{-1}$	511,750	24,691	520,909	24,581	543,717	24,479	[Deu15], [Fr18], [Woi12], [Spi09], [VD113]
	$\lambda / \text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	16,902	0,667	17,959	0,664	20,592	0,660	[Fr18], [Mar05], [Spi09], [VD113]

Fortsetzung **Tabelle A.2.3**

Stoff	Stoffeigenschaft	$\vartheta = 156,5985\text{ }^{\circ}\text{C}$		$\vartheta = 231,928\text{ }^{\circ}\text{C}$		$\vartheta = 419,527\text{ }^{\circ}\text{C}$		Quelle
		\bar{x}	s	\bar{x}	s	\bar{x}	s	
Graphit	$\rho / \text{kg m}^{-3}$	1862,457	254,921	1839,752	253,747	1783,326	253,217	[Car08], [Int08], [SGL15], [VDI13], [Wei15]
	$c / \text{kJ kg}^{-1}$	1017,067	259,790	1092,058	259,079	1278,814	258,799	[Bar89], [Int08], [Lid02], [VDI13]
	$\lambda / \text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	84,505	23,340	80,689	23,277	71,186	23,189	[Int08], [SGL15], [VDI13], [Wei15]
Isolierwolle	$\rho / \text{kg m}^{-3}$	235,000	25,981	235,000	25,981	235,000	25,981	[Mor19], [Mor17], [Ref16]
	$c / \text{kJ kg}^{-1}$	1025,000	43,301	1025,000	43,301	1025,000	43,301	[Pro17]
	$\lambda / \text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	0,036	0,045	0,049	0,045	0,082	0,044	[Bun13], [Mor19], [Mor17], [Pro17], [Ref16]
In	$\rho / \text{kg m}^{-3}$	7161,575 ^a 6995,200 ^b	85,693 ^a 20,092 ^b	6922,221	26,835	6781,421	24,063	[Ass12], [Int08], [Mar05], [Ste74], [VDI13]
	$h (L) / \text{MJ m}^{-3}$	(193,525)	(3,001)	543,131	2,105	878,596	3,118	[Bar89]
	$\lambda / \text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	73,188	1,894	38,250	7,630	48,198	1,200	[Int08], [Mad91], [Mar05], [Per01], [VDI13]

^a Fest

^b Flüssig

Fortsetzung **Tabelle A.2.3**

Stoff	Stoffeigenschaft	$\vartheta = 156,5985\text{ }^{\circ}\text{C}$		$\vartheta = 231,928\text{ }^{\circ}\text{C}$		$\vartheta = 419,527\text{ }^{\circ}\text{C}$		Quelle
		\bar{x}	s	\bar{x}	s	\bar{x}	s	
Sn	$\rho / \text{kg m}^{-3}$	7251,677	0,445	7201,950 ^a 6937,225 ^b	0,306 ^a 42,484 ^b	6797,340	44,871	[Ass10], [Car08], [Gan13], [Mar05], [Ste74], [VD113], [Wei15]
	$h (L) / \text{MJ m}^{-3}$	173,671	0,011	(397,446)	(4,653)	1066,869	7,043	[Bar89]
	$\lambda / \text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	58,766	1,420	30,611	1,180	32,015	1,458	[Car08], [Lid02], [Mad91], [Mar05], [Per01], [VD113], [Yam03]
Zn	$\rho / \text{kg m}^{-3}$	7044,912	2,170	6976,915	5,631	6848,459 ^a 6556,800 ^b	20,101 ^a 13,395 ^b	[Ass12], [Car08], [Gan13], [Mar05], [Ste74], [VD113], [Wei15]
	$h (L) / \text{MJ m}^{-3}$	283,132	0,087	566,134	0,457	(686,090)	(0,050)	[Bar89]
	$\lambda / \text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	112,013	2,426	109,168	1,534	52,750	1,876	[Gri97], [Ho74], [Lid02], [Mad91]

^afest^bflüssig

A.3 Verunreinigung der Fixpunktmaterialien

Tabelle A.3.1: Beitrag zur Unsicherheit von θ_{FP_m} durch Verunreinigungen für Indium.

Elementname	Elementsymbol	$m / \text{g mol}^{-1}$ ^a	Z	c_i / ppm	$c_i / \text{mg kg}^{-1}$	$u(c_i) / \text{mg kg}^{-1}$ ^b	$m_i / \text{mK} (\text{mg kg}^{-1})^{-1}$ ^c	$u(m_i) / \text{mK} (\text{mg kg}^{-1})^{-1}$	θ_i / mK	$u(\theta_i) / \text{mK}$
Eisen	Fe	55,845	26	1	0,5	0,146	-0,960	-0,288 ^b	-0,467	0,198
Nickel	Ni	58,693	28	1	0,5	0,153	-0,920	-0,276 ^b	-0,470	0,199
Kupfer	Cu	63,546	29	1	0,6	0,166	-0,753	0,247	-0,416	0,185
Zink	Zn	65,380	30	1	0,6	0,171	-0,413	0,219	-0,235	0,143
Cadmium	Cd	112,904	48	1	1,0	0,295	-0,153	0,076	-0,150	0,087
Zinn	Sn	118,710	50	1	1,0	0,310	-0,090	0,043	-0,093	0,052
Thallium	Tl	204,385	81	1	1,8	0,534	-0,070	0,129	-0,125	0,232
Blei	Pb	207,200	82	1	1,8	0,541	0,001	0,011	0,002	0,020
Indium	In	114,905	49	(99999)2,0	999992,3	-	-	-	-	-
\sum_{x_i}	-	-	-	8	7,7	-	-	-	-1,954	0,446

^aDaten aus [Meij16].

^bAngenommene relative Unsicherheit von 30%, da keine Daten vorhanden.

^cDaten aus der Mittelwertberechnung unterschiedlicher Quellen von [Peal6].

Keine Oxidierung, Oxidierung, keine Daten [Peal6], Fixpunktmaterial, (Materialreinheit 5N).

Tabelle A.3.2: Beitrag zur Unsicherheit von ϑ_{FP_M} durch Verunreinigungen für Zinn.

Elementname	Elementsymbol	$m / \text{g mol}^{-1} \text{ }^a$	Z	c_i / ppm	$c_i / \text{mg kg}^{-1}$	$u(c_i) / \text{mg kg}^{-1}$	$m_i / \text{mg kg}^{-1} \text{ }^b$	$m_i / \text{mK (mg kg}^{-1})^{-1} \text{ }^c$	$u(m_i) / \text{mK (mg kg}^{-1})^{-1}$	ϑ_i / mK	$u(\vartheta_i) / \text{mK}$
Eisen	Fe	55,845	26	2,1	1,0	0,296	0,296	-0,516	0,295	-0,510	0,329
Nickel	Ni	58,693	28	0,1	0,05	0,015	0,015	-0,571	0,022	-0,028	0,009
Kupfer	Cu	63,546	29	0,2	0,1	0,032	0,032	-0,566	0,084	-0,061	0,020
Zink	Zn	65,380	30	0,1	0,1	0,017	0,017	-0,500	0,058	-0,028	0,009
Arsen	As	74,922	33	0,1	0,1	0,019	0,019	-0,269	0,215	-0,017	0,014
Silber	Ag	107,868	47	0,1	0,1	0,019	0,019	-0,328	0,027	-0,030	0,009
Cadmium	Cd	112,904	48	0,1	0,1	0,029	0,029	-0,208	0,037	-0,020	0,007
Indium	In	114,905	49	0,1	0,1	0,029	0,029	-0,181	0,049	-0,018	0,007
Antimon	Sb	121,760	51	0,8	0,8	0,246	0,246	0,304	0,102	0,249	0,112
Blei	Pb	207,200	82	3,9	6,8	2,042	2,042	-0,149	0,011	-1,014	0,313
Bismut	Bi	208,980	83	0,1	0,2	0,053	0,053	-0,100	0,060	-0,018	0,012
Zinn	Sn	118,710	50	(99999)2,3	999991,8	-	-	-	-	-	-
\sum_{ϑ_i}	-	-	-	7,7	9,3	-	-	-	-	-1,493	0,469

^aDaten aus [Mej16].

^bAngenommene relative Unsicherheit von 30 %, da keine Daten vorhanden.

^cDaten aus der Mittelwertberechnung unterschiedlicher Quellen von [Pea16].

Keine Oxidierung, [Pea16], **Fixpunktmaterial**, (Materialreinheit 5N).

Tabelle A.3.3: Beitrag zur Unsicherheit von ϑ_{Fp_m} durch Verunreinigungen für Zink.

Elementname	Elementsymbol	$m / \text{g mol}^{-1}$ ^a	Z	c_i / ppm	$c_i / \text{mg kg}^{-1}$	$u(c_i) / \text{mg kg}^{-1}$ ^b	$m_i / \text{mK}(\text{mg kg}^{-1})^{-1}$ ^c	$u(m_i) / \text{mK}(\text{mg kg}^{-1})^{-1}$	ϑ_i / mK	$u(\vartheta_i) / \text{mK}$
Eisen	Fe	55,845	26	11	1,1	0,330	-0,397	0,116	-0,437	0,183
Kupfer	Cu	63,546	29	4	0,4	0,120	0,233	0,004	0,093	0,028
Cadmium	Cd	112,904	48	9	0,9	0,270	-0,311	0,038	-0,280	0,091
Zinn	Sn	118,710	50	1	0,1	0,030	-0,267	0,018	-0,027	0,008
Blei	Pb	207,200	82	18	57	17,114	-0,254	0,034	-14,469	4,746
Zink	Zn	65,380	30	(9999)57,0	999940,5	-	-	-	-	-
\sum_{x_i}	-	-	-	43,0	59,5	-	-	-	-15,119	4,751

^aDaten aus [Mej16].

^bAngenommene relative Unsicherheit von 30%, da keine Daten vorhanden.

^cDaten aus Literaturdaten von [Kra12].

Keine Oxidierung, [Pea16], **Fixpunktmaterial**, (Materialreinheit 4N).

A.4 Wahrscheinlichkeitsverteilungen

In dieser Arbeit wurden hauptsächlich zwei Verteilungen benutzt. Deshalb werden sie hier kurz eingeführt. In einem Intervall werden zufällig angenommene Werte durch die Gaußsche Normalverteilung und konstante Werte durch die Rechteckverteilung beschrieben [Bec77, S. 67]. Die Verteilungen werden durch eine Wahrscheinlichkeitsdichte (Abb. A.4.1 links) und deren Ableitung, die sogenannte Verteilungsfunktion (Abb. A.4.1 rechts), repräsentiert.

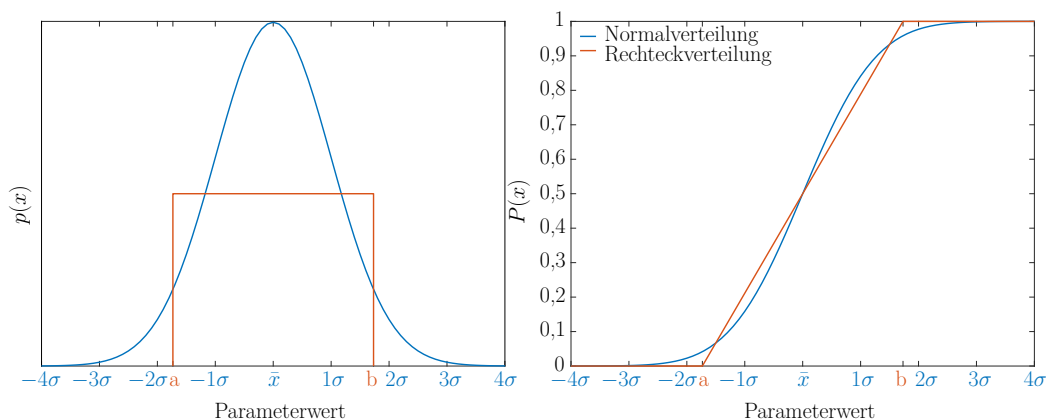


Abbildung A.4.1: Links Dichtefunktion und rechts Verteilungsfunktion der Normal- und der Rechteckverteilung.

Die Dichtefunktion stellt die Häufigkeit des Auftretens der Werte $p(x)$ und die Verteilungsfunktion ihre kumulierte Häufigkeit $P(x)$ im Intervall dar. Darüber hinaus, werden die Verteilungen mit den Parametern Erwartungswert μ und Standardabweichung σ definiert. Für eine begrenzte Größe der Stichprobe werden beide Werte durch den arithmetischen Mittelwert \bar{x} und die empirische Standardabweichung s ersetzt (Tab. A.4.1).

Tabelle A.4.1: Parameter der Normal- Rechteck und Studentverteilung angelehnt an [Adu00, S. 4–12, 4–13] und [Bec77, S. 67]. k -Faktor für $N > 10$.

Verteilung	\bar{x}	s	$p_{1\sigma}$ in %	$p \approx 95\%$	$p = 100\%$
Normal	$\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i$	$\sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}$	68,3	$k = 2$	$k \rightarrow \infty$
Rechteck	$\frac{a+b}{2}$	$\frac{b-a}{2\sqrt{3}}$	57,74	$k = 1,653$	$k = \sqrt{3}$

Das Intervall kann in Subintervalle, die sogenannten Vertrauensbereiche (Tab. A.4.1) unterteilt werden. Ein häufig verwendeter Vertrauensbereich ist 95 % oder $k = 2$ in der Messtechnik. Das bedeutet, dass im Bereich, 95 % aller Werte liegen ($\mu \pm 2\sigma$ in Abb. A.4.1). Der Erweiterungsfaktor k wird aus der Studentschen t-Verteilung ([Adu00, S. 4–16]) abhängig von der Anzahl der Freiheitsgrade N genommen, da sie nicht unendlich ist. Wenn dass der Fall wäre, ginge die t-Verteilung in die Gaußsche Normalverteilung über.

A.5 Sprungantworten Temperatur-Blockkalibrator

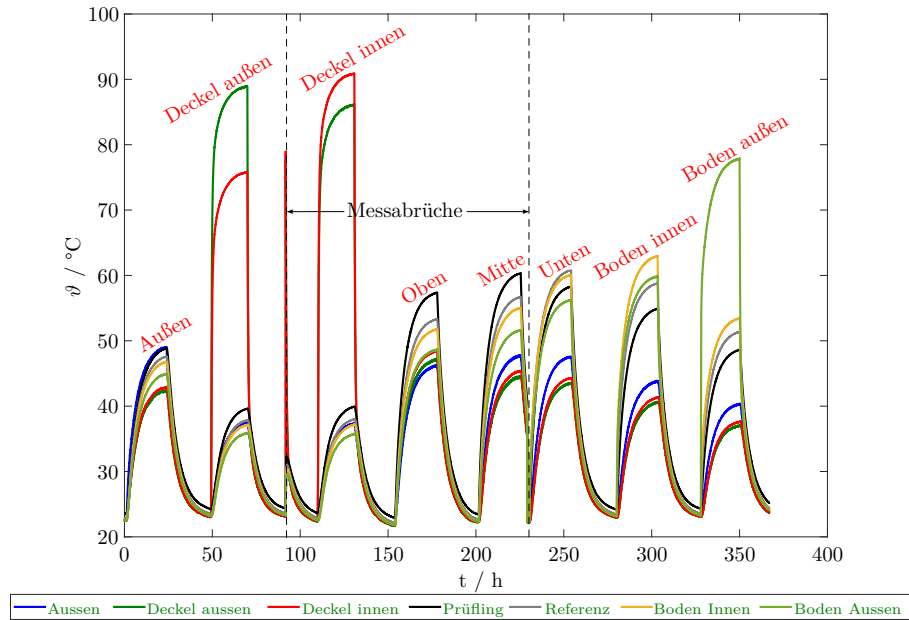


Abbildung A.5.1: Sprungantworten an den 7 Messstellen (Abbildung 4.4) nach den 5 W Anregungen der 8 Heizzonen des T-Bks. Messabbrüche zwischen den Anregungen der Heizzonen Deckel außen und Deckel innen, sowie Mitte und Unten.

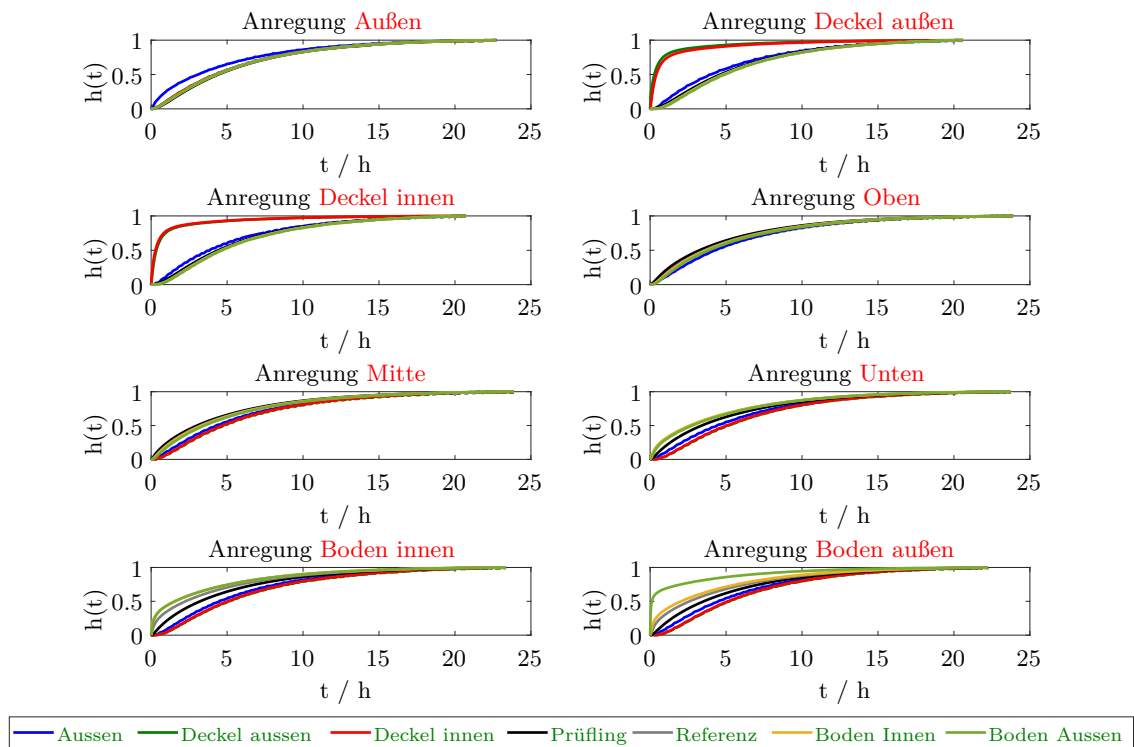


Abbildung A.5.2: Normierte Sprungantworten an den 7 Messstellen (Abb. 4.4) nach den 5 W Anregungen der 8 Heizzonen des T-Bks.

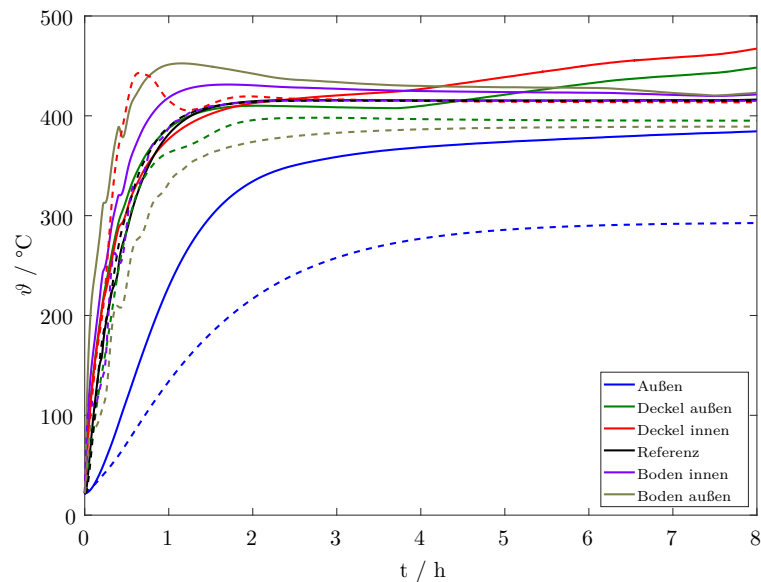


Abbildung A.5.3: Geregelte Sprungantwort an den Messstellen des T-Bks (Abb. 4.4). Gestrichelt werden die simulierten und durchgezogen die gemessenen Ergebnisse gezeigt. Sollwert 415 $^\circ\text{C}$.

A.6 Reproduzierbarkeiten der Plateaulänge und der Plateausteigung

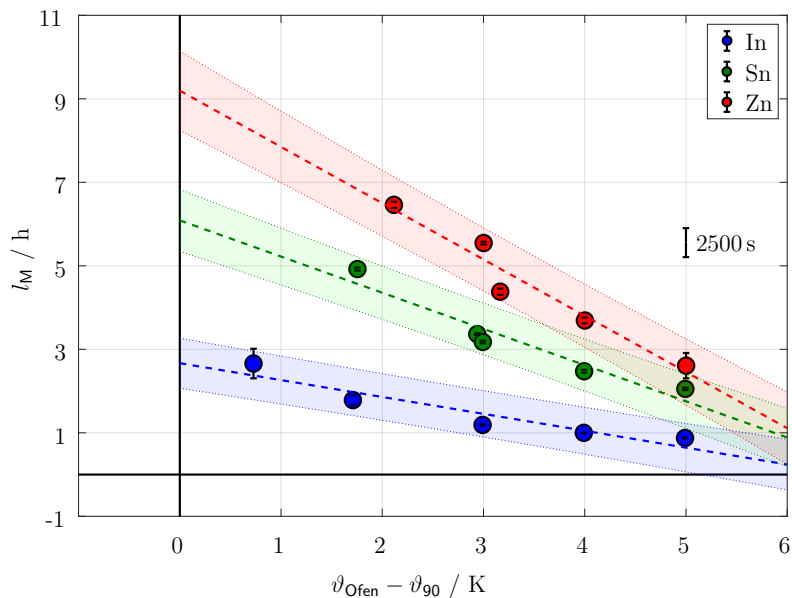


Abbildung A.6.1: Reproduzierbarkeit der Plateaulänge von Indium, Zinn und Zink abhängig von der eingestellten Ofentemperatur, gemessen bei einer Thermometerpositionierung, TP, von 3 mm im externen Aufbau im Rohrofen (6.11). Vertrauensbereich schattiert ($k = 2$).

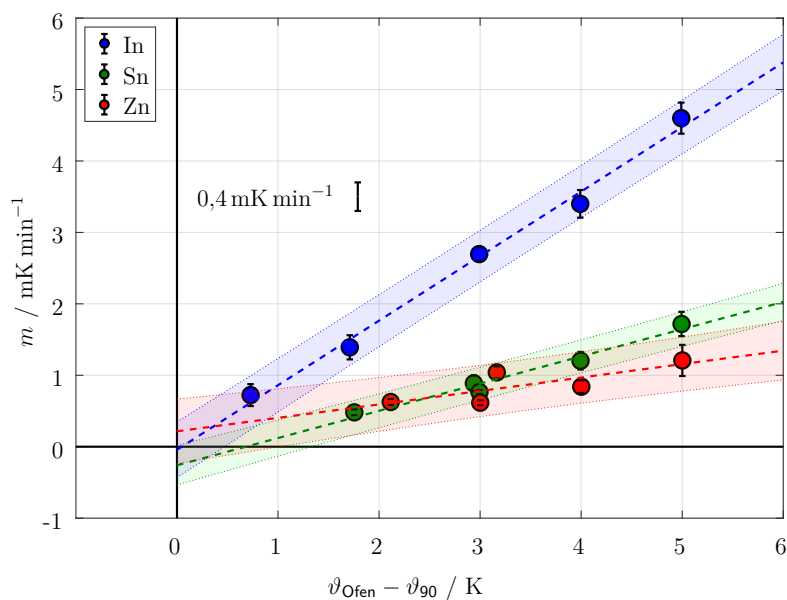


Abbildung A.6.2: Reproduzierbarkeit der Plateausteigung von In, Sn und Zn abhängig von der eingestellten Ofentemperatur, gemessen bei einer Thermometerpositionierung, TP, von 3 mm im externen Aufbau im Rohrofen (6.11). Vertrauensbereich schattiert ($k = 2$).

A.7 Korrelationsmatrix aus optiSLang

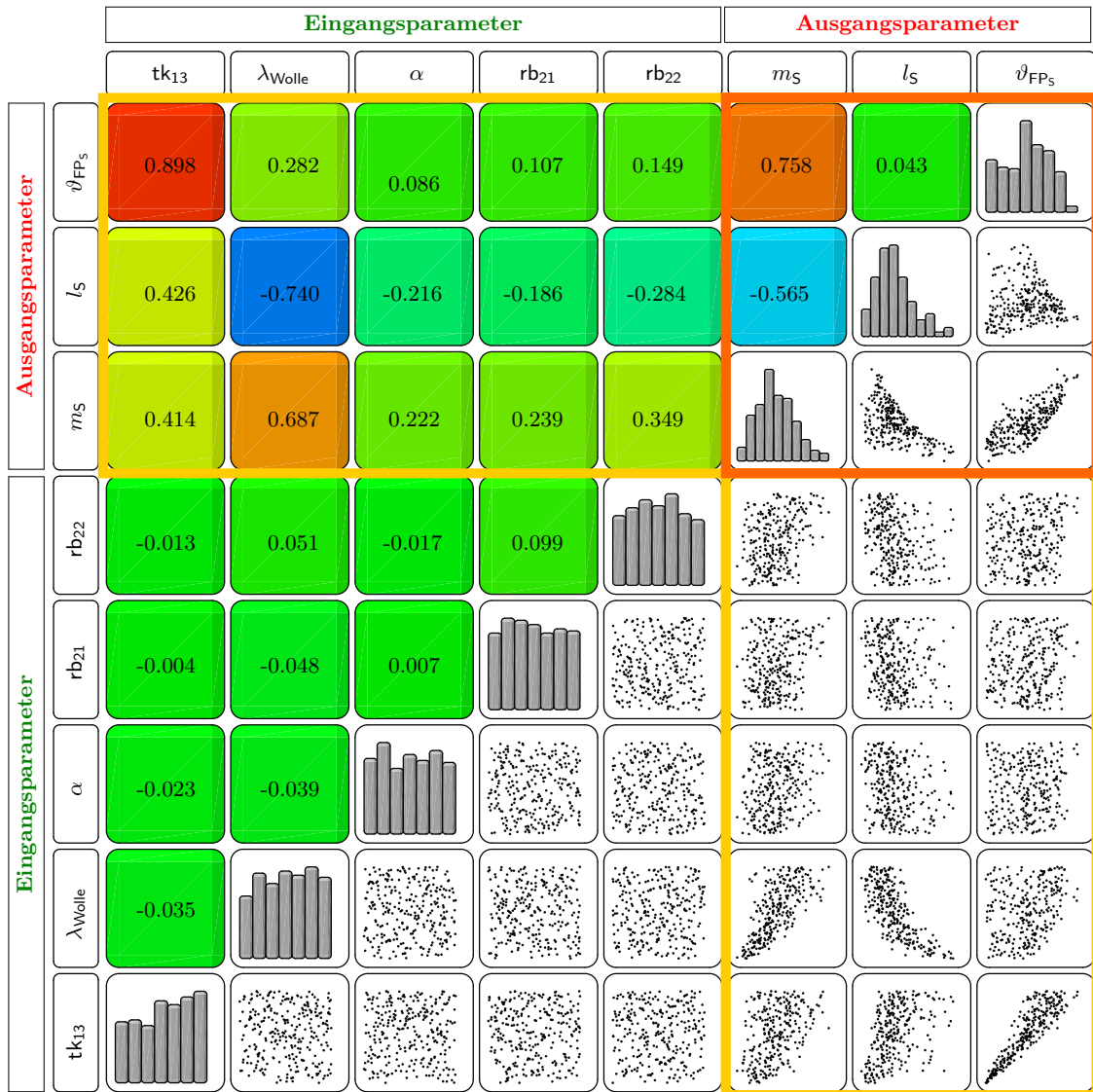


Abbildung A.7.1: Korrelationsmatrix mit den 5 sensitivsten Eingangsparametern und den 3 Ausgangsparametern am Beispiel der Sensitivitätsanalyse für Zinn im Abschnitt 7.3.2. Blau entspricht einer Korrelation von -1 , Rot von 1 und Grün von 0 . Orange eingeschlossen sind die Korrelationen der Ausgangsparameter miteinander, gelb eingeschlossen sind die Korrelationen der Ein- auf die Ausgangsparameter. Jeder Punkt in einem Streudiagramm entspricht einem Simulationsschritt.

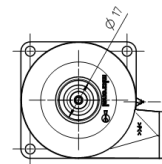
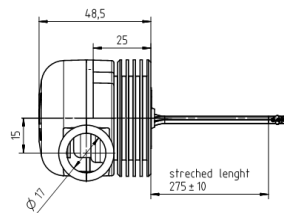
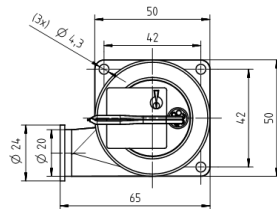
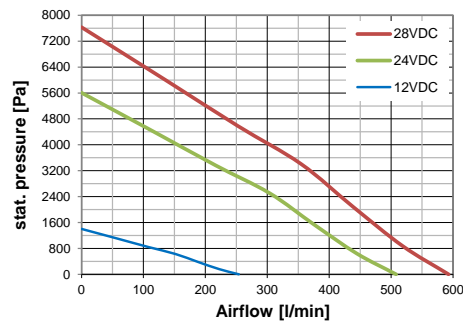
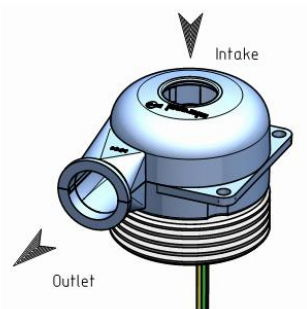
A.8 Miniatur Radialgebläse micronel U51DL-024KK-4



Datenblatt / Data Sheet

U51DL-024KK-4

Miniatur Radial Gebläse mit integrierter Elektronik
Miniature Radial Blower with integrated electronic



Direction of rotation CCW



Micronel AG Zürcherstrasse 51, 8317 Tagelswangen, Switzerland, T. +41 (0)52 355 16 16, F. +41 (0)52 355 16 20
info@micronel.com, micronel.com

Abbildungsverzeichnis

1.1	Entwicklungsschritte des neuen T-Bks. Blau markiert sind die Beiträge von Herrn Michael Hohmann [Hoh17].	2
2.1	Thermisches Gleichgewicht der Fälle a, b und c.	3
2.2	Wärmeübertragungsarten (angelehnt an [Böc06, S. 3]). Empirische Temperatur ϑ und absolute Temperatur T	5
2.3	Phasendiagramm von Wasser. Daten aus [Çen09, S. 911 – 919] und [Gla04].	8
2.4	Benetzungswinkel während der Phasenübergänge fest \leftrightarrow flüssig angelehnt an [Por01, S. 192] und [Car08, S. 1115]	9
2.5	Differenz von thermodynamischer Temperaturskala T und praktischer Temperaturskala ϑ_{90} mit erweiterter Messunsicherheit aus [Fis11]. Zum Vergleich auf der Nulllinie die erweiterte Messunsicherheit für ϑ_{90} aus [Sei07]. Schattiert dargestellt sind die Messbereiche der dafür verwendeten Messgeräte.	12
2.6	Kalibrierhierarchie angelehnt an [Ber04, S. 440]. Temperatur-Blockkalibrator T-Bk mit integrierter kompakten Mehrfachfixpunktzelle k-MFZ.	12
2.7	Schematische Darstellung einer Metallfixpunktzelle der ITS-90 angelehnt an [Ber04, S. 447] und [Nic01, S. 109].	13
2.8	Schematische Darstellung eines Temperatur-Bockkalibrators (links) und eines Badthermostats (rechts), angelehnt an [Ber04, S. 496, 510] und [Nic01, S. 109]	14
2.9	Netz eines Finiten-Elemente-Methode Modells.	15
2.10	Darstellung der Matrizengröße des Zustandsraums x_r gemäß 2.26.	17
2.11	Schematische Darstellung einer probabilistischen Berechnung angelehnt an [Voi09, S. 15].	18
3.1	Erweiterte Unsicherheiten der Mehrfachfixpunktzellen aus dem Stand der Technik der kompakten Mehrfachfixpunktzelle k-MFZ gegenübergestellt. .	26
3.2	Auswertemethoden für die Fixpunkttemperatur aus [Kra11].	27
4.1	Schematische Darstellung der Basisgeometrie des T-Bks mit geometrischen Parametern zur nachfolgenden Optimierung. WSS: Wärmestromsensoren.	40
4.2	Optimierungsverlauf der Basisgeometrie des T-Bks.	42
4.3	Berechnete Antwortflächen der zwei jeweils sensitivsten Eingangsparameter des Basismodells des T-Bks. Links: Temperaturdifferenz im Ausgleichsblock als Ausgangsparameter. Rechts: mittlere Temperatur der Außenwand als Ausgangsparameter. Die schwarzen Punkte zeigen die simulierten Werte.	43
4.4	Optimiertes Modell des T-Bks mit Darstellung der Werkstoffe, Heizzonen und Messstellen, WSS, Wärmestromsensoren. Zur Veranschaulichung wird der Luftkörper mit Luftein- und Luftauslässen für spätere Strömungssimulationen sowie die Fixpunktzelle mit Fixpunktmaterialien gezeigt. . . .	44

4.5	Reaktionsstichprobe der konstanten Temperatur (430 °C) als Randbedingung. Beispielhaft für die Heizzone „Unten“ (Abb. 4.4). Es wird 1 s von 2000 s gezeigt.	46
4.6	Links: geteilter Luftkörper für die Strömungssimulationen. Rechts: Temperatur am Ein- und Auslass des Körperteils 2 des geteilten Luftkörpers. Werte aus Strömungssimulationen bei unterschiedlichen Festkörpertemperaturen des T-Bks.	47
4.7	Gemessene und simulierte Abkühlungskurven des T-Bks dem Stand der Technik gegenübergestellt. Messstelle Referenzthermometer in Abbildung 4.4. Die Messungen und die Simulation mit großen Druckverlusten erfolgten mit eingebauter Fixpunktzelle und deswegen sind Phasenumwandlungen in den Abkühlungskurven zu sehen.	48
4.8	Schematische Darstellung des gesamten Abkühlungssystems des T-Bks.	49
5.1	Prozentuale Abweichung der Simulationsergebnisse von MOR- und FEM-Modell des T-Bks. Heizzonen und Messstellen aus Abb. 4.4. Abgebildet sind Mittelwerte, doppelte Standardabweichung sowie größte Abweichung jeder Messstelle und Anregung. Links, äußere Heizzonen und rechts, innere Heizzonen des T-Bks.	53
5.2	Links: prozentuale Abweichung der statischen Endwerte aller Messstellen zu den Anregungen der Heizzonen. Rechts: prozentuale Verbesserung des angepassten bezüglich dem Anfangsmodell. Heizzonen und Messstellen aus Abb. 4.4.	55
5.3	Berechnete Antwortflächen der zwei sensitivsten Eingangsparameter der statisch-thermischen und der transient-thermischen Simulationen. Ausgangsparameter sind die Differenzen zu den Messwerten. Die schwarzen Punkte zeigen die simulierten Werte. SQR: Residuenquadratsumme.	56
5.4	Prozentuale Abweichung der Ergebnisse vom MOR-Modell zu den Messungen des T-Bks. Heizzonen und Messstellen aus Abb. 4.4. Abgebildet sind Mittelwerte, doppelte Standardabweichung und größte Abweichung jeder Messstelle und Anregung. Links, äußere Heizzonen und rechts, innere Heizzonen.	56
5.5	Abweichung des geregelten MOR-Modells und der geregelten Messung mit dem T-Bk. Sollwert 415 °C. Kurven entsprechen den Messstellen in Abb. 4.4. Die rechte vertikale Achse stellt die prozentuale Abweichung für Vergleichszwecke mit der Literatur dar. Diese wurde aus Temperaturen in °C berechnet.	57
6.1	Ausgangsmodelle und ihre Parameter für den Entwurf und die Optimierung der k-MFZ.	62
6.2	Berechnete Antwortflächen der zwei sensitivsten Eingangsparameter jedes Simulationsmodells. Die schwarzen Punkte zeigen die simulierten Werte.	64
6.3	Links, simulierte Phasenumwandlungen der untersuchten Modellvarianten. Temperatur, ϑ , ermittelt am Sensor des Referenzthermometers. Rechts, Reaktionszeiten ab dem Anfang der Schmelzphase. Differenz der ermittelten Temperatur, ϑ , zu der räumlich maximalen Temperatur im Fixpunktmaterial ϑ_{MaxFP}	66

6.4	Temperaturverteilung des optimierten Modells 1 und seiner Varianten 1A, 1B und 1C während der Schmelzphase von Indium. Die Abbildung enthält die Fixpunktzelle mit den drei Fixpunktmaterialien sowie den Temperatursensor des Referenzthermometers.	67
6.5	Links, Entwurf einer geschlossenen Mehrfachfixpunktzelle. Rechts, Ausdehnungen zwischen Edelstahl-Behälter und Graphittiegel an den markierten Stellen.	68
6.6	Links: schematische Darstellung nach optimierten Abmessungen von Modell 1B in Tab. 6.3. Rechts: Foto der k-MFZ (freigestellt von Dipl.-Ing. Susanne Ecke).	69
6.7	Links, Fixpunktmaterialien Indium, Zinn und Zink als Hohlzylinder gefertigt. Rechts, Tiegel gefüllt mit Zinn-Granulat. Rechter Tiegel stellt den selben Tiegel nach 5 zusätzlichen Schmelz- und Erstarrungszyklen dar. Das Granulat ist immer noch nicht zu einem kompakten Block verschmolzen.	69
6.8	Röntgenbilder der für die Messungen benutzten Thermometerenden. Die Messwiderstandslänge wird mit den gestrichelten Linien gezeigt. Das obere Bild wurde von Dipl.-Ing. Gunter Krapf aus dem Institut für Prozessmess- und Sensortechnik, TU Ilmenau, zu Verfügung gestellt. Das untere Bild wurde durch Prof. Dr.-Ing. habil. Lothar Spieß vom Fachgebiet Werkstoffe der Elektrotechnik, TU Ilmenau, erstellt.	70
6.9	Relativer Massenverlust der Graphitteile der k-MFZ. Rückgerechnet nach 3800 h Einsatz zeigt der gegenwärtigen Massenverlust der k-MFZ (siehe Abb. 6.10).	72
6.10	Foto der k-MFZ nach 3800 h Einsatz mit Deckel des äußeren Tiegels (Abbildung vergrößert). (Abbildungen freigestellt von Dipl.-Ing. Susanne Ecke).	72
6.11	Links, schematische Darstellung mit Stoffzuweisung und rechts, Foto des Messaufbaus mit der integrierten k-MFZ. Ausschnitt A für Abb. 6.13. Kennzeichnung der Modellparameter des FEM-Modellbereiches für Simulationsmodell im Abschnitt 7.3 (s_x , 9 Stoffeigenschaften, g_x , 3 geometrische Größen, tk_x , 1 thermischer Kontakt). (Foto freigestellt von Dipl.-Ing. Susanne Ecke).	74
6.12	Links: Sprungantworten bei unterschiedlichen eingestellten Ofentemperaturen. Temperatur ermittelt mit dem Referenzthermometer im Messaufbau (Abb. 6.11 links). Rechts: temperaturabhängige statisch-thermische Messabweichung der k-MFZ im Messaufbau (Abb. 6.11).	75
6.13	Links: interpolierte axiale und radiale Temperaturprofile im Ausgleichsblock. Ausschnitt A aus Abb. 6.11. Rechts: approximierete axiale Temperaturprofile entlang des Ausgleichsblockes (Randbedingungen für Simulationsmodell im Abschnitt 7.3). Höhe des Messaufbaus aus Abb. 6.11.	76
6.14	Stufenförmige Verschiebung und Temperatur des Thermometers (\varnothing 3 mm) zur Ermittlung des Temperaturprofils der k-MFZ am Beispiel von Indium.	77
6.15	Links, gemessene Temperaturprofile der k-MFZ bezüglich der Mitte der Zellenhöhe. Rechts, Differenz der, mit dem \varnothing 1 mm und dem \varnothing 3 mm Thermometer gemessenen Profile. Standardunsicherheit des Mittelwertes $k = 2$	77
6.16	Schmelzplateaus der Fixpunktmaterialien nach Einstellungen in Tabelle 6.4.	79

6.17	Ausgewertete Fixpunkttemperaturen von In, Sn und Zn, gemessen bei einer Thermometerpositionierung TP von 3 mm, oben, und 33 mm, unten, abhängig von der eingestellten Ofentemperatur. Schattierte Bereiche zeigen den Vertrauensbereich ($k = 2$).	80
7.1	Unsicherheit der Kennlinienapproximation und Drift des Temperatursensors. Die Unsicherheitsbalken stellen die Unsicherheiten der Kennlinien dar ($k = 2$).	85
7.2	Links, Positionierung der Thermometer und Widerstandslänge Wl während der Profilmessungen bezüglich der jeweiligen Thermometerspitze. Rechts, Wärmeableitung des Referenzthermometers. Standardunsicherheit des Mittelwertes $k = 2$	85
7.3	Eigenerwärmungsbeitrag bei der Messung der einzelnen Fixpunkttemperaturen bezüglich des Extrapolationswertes auf eine relative Leistung P von 0 W. I : Strom, R_e : elektrischer Widerstand.	86
7.4	Abweichung und erweiterte Messunsicherheit ($k = 2$) der gemessenen Fixpunkttemperaturen der Fixpunktmaterialien bezüglich ϑ_{90} bei 3 mm bzw. 33 mm TP in der k-MFZ.	89
7.5	Plateaulänge am Beispiel von Zink für zwei Berechnungen mit jeweils 50 Stichproben vor und nach der Festlegung der Konvergenzkriterien.	92
7.6	Simulierte und gemessene Phasenumwandlung von Zink mit Kennzeichnungen für ihre Auswertung.	94
7.7	Simulationsablaufs für die Berechnung der Prognosefähigkeit des Modells der k-MFZ.	94
7.8	Validierung der Simulationsergebnisse gegen die Reproduzierbarkeiten der Messergebnisse (Ausschnitt aus Abb. 6.17) am Beispiel der Fixpunkttemperatur der drei Fixpunktmaterialien. Vertrauensbereich Messergebnisse Ber. Mess. ($k = 2$).	95
7.9	Graphische Darstellung der Berechnung des Übereinstimmungsmaßes am Beispiel der Fixpunkttemperatur von Zn. Simulationsergebnisse aus Abb. 7.8.	96
7.10	Manuell durchgeführte Simulationen für die Ermittlung von $\vartheta_{FP}^{\text{Adiabatisch S}}$ der drei Fixpunktmaterialien. Vertrauensbereich Simulationsergebnisse (Ber. Sim.) zeigt das Vertrauensintervall der Berechnung jeder Ausgleichsgerade, beschränkt um $k_{P_{F_x}}$. Mittelwert ϑ_{FP_S} aus Abbildung 7.8.	97
7.11	Interpolation aus Literaturdaten der Stoffeigenschaft λ bei ϑ_{FP} für Indium, Zinn und Zink am Beispiel von Edelstahl (Tab. A.2.3).	99
7.12	Relative Abweichung der Stoffeigenschaften des FEM-Modells (Abb. 6.11) bei ϑ_{FP} für Indium, Zinn und Zink. Daten aus Tab. A.2.3.	100
7.13	Automatischer maximaler Zeitschritt zur Rechenzeit, beispielsweise aus der Simulation der Phasenumwandlung von Zink.	100
7.14	Abweichung bezüglich ϑ_{90} von ϑ_{FP} der Mess- und Simulationsergebnissen unter adiabatischen Bedingungen ($k = 2$). Der Verständlichkeit halber werden die Ergebnisse jedes Fixpunktes nebeneinander gezeigt.	101
A.4.1	Links Dichtefunktion und rechts Verteilungsfunktion der Normal- und der Rechteckverteilung.	119

A.5.1	Sprungantworten an den 7 Messstellen (Abbildung 4.4) nach den 5 W Anregungen der 8 Heizzonen des T-Bks. Messabbrüche zwischen den Anregungen der Heizzonen Deckel außen und Deckel innen, sowie Mitte und Unten.	120
A.5.2	Normierte Sprungantworten an den 7 Messstellen (Abb. 4.4) nach den 5 W Anregungen der 8 Heizzonen des T-Bks.	121
A.5.3	Geregelte Sprungantwort an den Messstellen des T-Bks (Abb. 4.4). Gestrichelt werden die simulierten und durchgezogen die gemessenen Ergebnissen gezeigt. Sollwert 415 °C.	121
A.6.1	Reproduzierbarkeit der Plateaulänge von Indium, Zinn und Zink abhängig von der eingestellten Ofentemperatur, gemessen bei einer Thermometerpositionierung, TP, von 3 mm im externen Aufbau im Rohrofen (6.11). Vertrauensbereich schattiert ($k = 2$).	122
A.6.2	Reproduzierbarkeit der Plateausteigung von In, Sn und Zn abhängig von der eingestellten Ofentemperatur, gemessen bei einer Thermometerpositionierung, TP, von 3 mm im externen Aufbau im Rohrofen (6.11). Vertrauensbereich schattiert ($k = 2$).	122
A.7.1	Korrelationsmatrix mit den 5 sensitivsten Eingangsparametern und den 3 Ausgangsparametern am Beispiel der Sensitivitätsanalyse für Zinn im Abschnitt 7.3.2. Blau entspricht einer Korrelation von -1 , Rot von 1 und Grün von 0 . Orange eingeschlossen sind die Korrelationen der Ausgangsparameter miteinander, gelb eingeschlossen sind die Korrelationen der Ein- auf die Ausgangsparameter. Jeder Punkt in einem Streudiagramm entspricht einem Simulationsschritt.	123

Tabellenverzeichnis

2.1	Vor- und Nachteile von Badthermostaten (BTs) Temperatur-Blockkalibratoren (T-Bks) benutzt als Temperiereinrichtungen TeEn.	14
2.2	Übersicht Optimierungsalgorithmen. Eingangsparameteranzahl PA.	20
2.3	Formen und Methoden zur Validierung von Simulationsmodellen.	20
3.1	Merkmale von Mehrfachfixpunktzellen aus dem Stand der Technik der k-MFZ gegenübergestellt. V : Volumen, FP: Fixpunktmaterial, ϑ_{FPM} : Ermittelte Fixpunkttemperatur, u : Unsicherheit, r : Reproduzierbarkeit, \emptyset : Durchmesser, l : Länge, Gas: Schutzgas verwendet für Bt: Betrieb oder Bf: Befüllung.	25
3.2	Merkmale kommerziell verfügbarer Temperatur-Blockkalibratoren dem T-Bk gegenübergestellt. ϑ : Temperatur, \emptyset : Durchmesser, l : Länge, Hom. l : homogene Länge, λ : Wärmeleitfähigkeit, H: Höhe, B: Breite, T: Tiefe, P: Leistungsaufnahme.	29
4.1	Thermische und geometrische Eingangsparameter des FEM-Basismodells (Abb. 4.1) des T-Bks. EP: Eingangsparameter, WB: Wertbereich, OW: optimierter Wert, CoP : Coefficient of Prognosis, GM: gesamtes Modell.	42
4.2	Überprüfung (nach Abb. 4.2) der optimierten Ergebnisse auf den Antwortflächen (Abb. 4.3) der Basisgeometrie des T-Bks.	43
4.3	Berechnete Eingangsleistungen der Heizzonen (Abb. 4.4) des T-Bks.	46
4.4	Anzahl von Knoten und Elementen sowie Netzqualität der einzelnen Teile des Luftkörpers (Abb. 4.6).	47
4.5	Gemessene Luftgeschwindigkeiten des Abkühlungssystem des T-Bks an den in der Abbildung 4.8 markierten Messstellen. Mittelwert \bar{x} und Standardabweichung s der Messergebnisse.	49
5.1	Messzeiten der Sprungantworten und Simulationszeiten des T-Bks. FEM-Modell 248187 Knoten, Maximale Zeitschrittweite 500 s. MOR-Modell 30 Zustände, Abtastzeit 3 s.	51
5.2	Anzahl der Eingangsparametern des zu reduzierenden Modell.	54
5.3	Sensitivste Eingangsparameter des MOR-Modells nach den Sensitivitätsanalysen des statischen und dynamischen Verhaltens. EP: Eingangsparameter, AW: Anfangswert, OW: Optimierter Wert, GM: Gesamtes Modell.	54
5.4	Überprüfung (nach Abb. 4.2) der optimierten Ergebnisse auf den Antwortflächen für die statisch-thermische (Abb. 5.3 links) und die thermisch-transiente Simulationen (Abb. 5.3 rechts).	57
5.5	Auswertung der Ergebnisse des geregelten MOR-Modells.	58
6.1	Sensitivste Eingangsparameter EP der Modelle nach der Sensitivitätsanalyse mit $\Delta\vartheta_{\tau}$ als Ausgangsparameter. AW: Anfangswert, OW: Optimierter Wert, GM: Gesamtes Modell. Die Temperaturwerte in der Tabelle entsprechen den Fixpunkttemperaturen von In, Sn und Zn (Abb. 2.5).	64

6.2	Überprüfung (nach Abb. 4.2) der optimierten Ergebnisse auf den Antwortflächen (Abb. 6.2) für jedes Simulationsmodell.	65
6.3	Optimierte Varianten der nicht sensitiven Parameter des Modells 1 für die transient-thermischen Simulationen.	65
6.4	Messeinstellungen für die Langzeitmessung mit der k-MFZ im Rohrofen (Abb. 6.11). TP Thermometerpositionierung, TK: Thermometerkalibrierung, ZB: Zyklusbezeichnung, SPA: Schmelzplateauanzahl.	78
7.1	Quadratische Addition von Standardunsicherheiten ($k = 1$) für die Ermittlung von u_{FP_M}	83
7.2	Unsicherheit der für die Kalibrierung benutzten Fixpunkte der ITS-90 im Kalibrierlabor des Instituts für Prozessmess- und Sensortechnik der TU Ilmenau.	84
7.3	Beiträge zur Berücksichtigung von $\delta\vartheta_{Druck}$. s : Standardabweichung, u : Standardunsicherheit.	87
7.4	ϑ_{FP_M} mit Messunsicherheiten u_{FP_M} ($k = 2$) bei Thermometerpositionierungen bei 3 mm und 33 mm in der Zellenhöhe.	88
7.5	Auswertung des Messunsicherheitsbudgets. TP: Thermometerpositionierung.	89
7.6	ϑ_{FP_M} bei 3 mm Zellenhöhe. SU: Standardunsicherheit, WV: Wahrscheinlichkeitsverteilung, SK: Sensitivitätskoeffizient, UB: Unsicherheitsbeitrag.	90
7.7	ϑ_{FP_M} bei 33 mm Zellenhöhe. SU: Standardunsicherheit, WV: Wahrscheinlichkeitsverteilung, SK: Sensitivitätskoeffizient, UB: Unsicherheitsbeitrag.	91
7.8	Eingangsparameter für die Berechnung des FEM-Modells der k-MFZ im externen Messaufbau.	93
7.9	Prozentuale Übereinstimmung der Validierung der Mess- und Simulationsergebnissen nach P_{F_x} in Gleichung 7.4.	96
7.10	Quadratische Addition von Standardunsicherheiten ($k = 1$) für die Ermittlung von u_{FP_S}	97
7.11	Vergleich detailliertes (3D) und vereinfachtes Modell (2D).	98
A.2.1	Mechanische Stoffeigenschaften der für die Simulationen im Abschnitt 6.2 benutzten Materialien.	108
A.2.2	Thermische Stoffeigenschaften der für die Simulationen in den Kapiteln 4, 5 und 6 benutzten Materialien.	109
A.2.3	Thermische Stoffeigenschaften der für die Simulationen in Abschnitt 7.3 benutzten Materialien, interpoliert bei den Fixpunkttemperaturen von Indium, Zinn und Zink wie in Abb. 7.11. Mittelwert, \bar{x} , und Standardabweichung, s	112
A.3.1	Beitrag zur Unsicherheit von ϑ_{FP_M} durch Verunreinigungen für Indium.	116
A.3.2	Beitrag zur Unsicherheit von ϑ_{FP_M} durch Verunreinigungen für Zinn.	117
A.3.3	Beitrag zur Unsicherheit von ϑ_{FP_M} durch Verunreinigungen für Zink.	118
A.4.1	Parameter der Normal- Rechteck und Studentverteilung angelehnt an [Adu00, S. 4–12, 4–13] und [Bec77, S. 67]. k -Faktor für $N > 10$	119

Abkürzungverzeichnis

Abkürzung	Bedeutung
ALHS	Advanced-Latin-Hypercube-Sampling
APDL	Ansys Parametric Design Language
ARSM	Adaptive Response Surface Method
ASME	American Society of Mechanical Engineers
AW	Anfangswert
Bf	Befüllung
BT	Badthermostat
Bt	Betrieb
BVM	Bayesian Validation Metric
CCT	Consultative Committee for Thermometry
CEN	Europäisches Komitee für Normung
CPGM	Generalkonferenz für Maß und Gewicht
<i>CoP</i>	Coefficient of Prognosis
DAkkS	Deutsche Akkreditierungsstelle
EA	Evolutionary Algorithmus
EP	Eingangsparameter
EP	Evolutionary Programming
ES	Evolution Strategies
EURAMET	European Association of National Metrology Institutes
FEM	Finite-Elemente-Methode
FP	Fixpunktmaterial
GA	Genetic-Algorithms
Gas	Schutzgas
<i>Gr</i>	Grashof-Zahl
GM	Gesamtes Modell

IMR	Ideal Minimal Residual-based Proper Generalized Decomposition
ITS-90	Internationale Temperaturskala von 1990
k	Erweiterungsfaktor für die Unsicherheit
k-MFZ	Kompakte Mehrfachfixpunktzelle
KVS	Isolationsmaterial ALTRA [®] Kerform [®] aus Aluminiumsilikatwolle 124
MCS	Monte-Carlo Simulationsverfahren
MIM	Model Identification Method
<i>MoP</i>	Metamodel of Optimal Prognosis
MOR	Modellordnungsreduktion
Mx	Messzyklus x=1...9
NLPQL	Nonlinear Programming by Quadratic Lagrangian
NMI	Nationales Metrologieinstitut
<i>Nu</i>	Nusselt-Zahl
OW	Optimierter Wert
PA	Eingangsparameteranzahl
PGD	Proper Generalized Decomposition
POD	Proper Orthogonal Decomposition
<i>Pr</i>	Prandtl-Zahl
PSO	Particle Swarm Optimization
PTB	Physikalisch-Technische Bundesanstalt
RC-Modell	Widerstand-Kapazität-Modell
<i>Re</i>	Reynolds-Zahl
SI	Internationales Einheitensystem
SIE	Sum of Individual Estimates
SK	Sensitivitätskoeffizient
SP	Sensorpositionierung
SPA	Schmelzplateauanzahl
SPRT	Standard-Platinwiderstandsthermometer

SQR	Addition der Residuenquadratsumme
SU	Standardunsicherheit
SVD	Singular Value Decomposition
T-Bk	Temperatur-Blockkalibrator
TeEn	Temperiereinrichtungen
TK	Thermometerkalibrierung
u	Unsicherheit
UB	Unsicherheitsbeitrag
VANESSA	Validation of Numerical Engineering Simulations
WB	Wertbereich
WV	Warscheinlichkeitsverteilung
ZB	Zyklusbezeichnung

Symbolverzeichnis

Symbol	Einheit	Erläuterung
A	m^2	Fläche
A	1	Zustandsmatrix FEM Zustandsraum
A_r	1	Zustandsmatrix MOR Zustandsraum
A_t	1	Gesamte Fläche Differenz Messung - Simulation
A_d	1	Koinzidenzfläche Differenz Messung - Simulation
a	$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$	Temperaturleitfähigkeit
α	$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$	Wärmeübergangskoeffizient
α_r	$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-3}$	Strahlungsübergangskoeffizient
B	1	Eingangsmatrix FEM Zustandsraum
B_r	1	Eingangsmatrix MOR Zustandsraum
b	1	Eingangsparameter probabilistischen Berechnung
C	J	Wärmekapazität
c	J kg^{-1}	Spezifische Wärmekapazität
C	1	Ausgangsmatrix FEM Zustandsraum
C_r	1	Ausgangsmatrix MOR Zustandsraum
d	m	Länge
D	1	Durchgangsmatrix FEM Zustandsraum
D_r	1	Durchgangsmatrix MOR Zustandsraum
ΔG	J	Änderung der Gibbschen Energie
ΔT	K	Temperaturdifferenz
$\Delta t_{\text{S}_{\text{max}}}$	s	Maximaler Zeitschritt einer Simulation
$\Delta \vartheta$	K	Temperaturdifferenz
Δp	Pa	Druckänderung
δ	mK	Unsicherheitsbeitrag

E	J	Emittierte Energie durch Wärmestrahlung
ϵ		Emissionsgrad
ϵ_f	1	Approximationsfehler MOR
G	J	Freie Energie von Gibbs
g_x	1	Parametrisierte geometrische Größe
γ	J m^{-2}	Relative Oberflächenenergie
H	J	Enthalpie
h	J kg^{-1}	Spezifische Enthalpie
I	A	Elektrischer Strom
k		Erweiterungsfaktor des Vertrauensbereichs
k_B	$\text{m}^2 \text{kg s}^{-2} \text{K}^{-1}$	Boltzmann-Konstante
$k_{P_{F_x}}$	%	Prognosefähigkeit eines Simulationsmodells
k_θ	$^\circ\text{C K}^{-1}$	Konstante für Definition einer Temperaturskala
L	J	Latente Wärme
l	J kg	Spezifische latente Wärme
l_d	m	Charakteristische Länge für die Strömung
l_M	h	Gemessene Plateaulänge
l_S	h	Simulierte Plateaulänge
λ	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	Wärmeleitfähigkeit
m	mK/min	Gemessene Plateausteigung
m_S	mK/min	Simulierte Plateausteigung
N	1	Knotenanzahl FEM-Modell
n	1	Knotenanzahl MOR-Modell
n		Normale Ortskoordinate zur Fläche A
n	mol	Stoffmenge
∇		Nabla-Operator für Ortskoordinaten x, y und z
\emptyset	m	Durchmesser

P	W	Leistung
p	Pa	Druck
p	1	Anzahl Randbedingungen FEM- oder MOR-Modell
p_x		Position der Widerstandslänge $x=1...13$
P_{F_x}	%	Übereinstimmungsmaß Messung - Simulation
Π	W	Potentielle Energie
Q	J	Wärme
q	1	Anzahl von Systemausgängen FEM- oder MOR-Modell
\dot{Q}	W	Wärmestrom
\dot{q}	W m^{-2}	Wärmestromdichte
R	$\text{kg m}^2 \text{s}^{-2} \text{mol}^{-1} \text{K}^{-1}$	Universelle Gaskonstante
R_e	Ω	Elektrischer Widerstand
R_{th}	K W^{-1}	Thermischer Widerstand
$R_{th,c}$	K W^{-1}	Thermischer Kontaktwiderstand
rb_x	1	Parametrisierte Randbedingung
ρ	kg m^{-3}	Dichte
S	J K^{-1}	Entropie
$S(\theta)$		Benetzungswinkelfaktor
s	1	Standardabweichung einer Messreihe
s_x	1	Parametrisierte Stoffeigenschaft
σ	$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-4}$	Stefan-Boltzmann-Konstante
T	K	Thermodynamische Temperatur
\vec{T}	1	Zustandsvektor MOR Zustandsraum
T_{WTP}	$^{\circ}\text{C}$	Temperatur des Wasser-Tripelpunkts
T_{90}	K	Absolute Fixpunkttemperatur der ITS-90
t	s	Zeit
tk_x	$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$	Parametrisierter thermischer Kontakt
θ	rad	Benetzungswinkel
ϑ	$^{\circ}\text{C}$	Empirische Temperatur
$\bar{\vartheta}$	$^{\circ}\text{C}$	Durchschnittstemperatur
ϑ_B	$^{\circ}\text{C}$	Temperatur Kalibriermedium

Symbolverzeichnis

ϑ_{FP_M}	$^{\circ}\text{C}$	Adiabatische Fixpunkttemperatur, gemessen
ϑ_{FP_S}	$^{\circ}\text{C}$	Simulierte Fixpunkttemperatur
$\vartheta_{\text{FP}_{S_0}}$	$^{\circ}\text{C}$	Adiabatische Fixpunkttemperatur, simuliert
ϑ_N	$^{\circ}\text{C}$	Referenztemperatur
ϑ_S	$^{\circ}\text{C}$	Gemessenen Temperatur Prüfling
ϑ_{90}	$^{\circ}\text{C}$	Fixpunkttemperatur der ITS-90
U	J	Innere Energie
u	m s^{-1}	Geschwindigkeit
u	1	Standardunsicherheit
\bar{u}	1	Eingangsvektor MOR Zustandsraum
V	m^3	Volumen
V	1	Projektionsmatrix FEM-Modell höhere Ordnung
V_e	V	Elektrische Spannung
v	$\text{m}^3 \text{kg}^{-1}$	Spezifisches Volumen
X	1	Zustandsraum FEM-Modell höhere Ordnung
X_r	1	Zustandsraum FEM-Modell niedere Ordnung
\bar{x}	1	Mittelwert einer Messreihe
y	1	Ausgangsparameter probabilistischen Berechnung
\bar{y}	1	Ausgangsvektor MOR Zustandsraum

Literatur

- [Adu00] Franz Adunka: *Meßunsicherheiten. Theorie und Praxis*. 2. Auflage. Essen: Vulkan-Verlag, 2000.
- [Ame12] AMETEK: *User Manual Dynamic Load Compensation JOFRA DLC-155/158/159/250/700*. 2012. URL: https://www.ametekcalibration.de/-/media/ametekcalibration/download_links/temperature%20sensors/dlc/dynamic-load-compensation-dlc-user-manual-us.pdf?rev=1565268285254.
- [Ame19] AMETEK: *JOFRA Calibration PTC Series*. 2019. URL: https://www.ametekcalibration.com/-/media/ametekcalibration/download_links/temperature/ptc/professional-temperature-calibrator-ptc-155-350-425-660-datasheet-us.pdf?rev=1565267711357.
- [Amp18] Amphenol Corporation: *Kaye HTR-420 Dry Block Temperature Calibrator flexible - easy to use (30 to 420 °C)*. 2018. URL: <https://www.kayeinstruments.com/en/calibration-references/the-htr-and-ltr-series/htr-420#downloads>.
- [Ans09] ANSYS Inc.: *Theory Reference for the Mechanical APDL and Mechanical Applications V12*. Canonsburg, 2009.
- [Ans10] ANSYS, Inc.: *ANSYS Meshing User's Guide*. Release 13.0. 2010.
- [Ans13] ANSYS, Inc.: *ANSYS Fluent Theory Guide*. Release 15.0. 2013.
- [Ant05] Athanasios C. Antoulas: *Approximation of Large-Scale Dynamical Systems*. 1. Aufl. Society for Industrial und Applied Mathematics, 2005.
- [Ant01] Athanasios. C. Antoulas, Danny C. Sorensen und Serkan Gugercin: „A survey of model reduction methods for large-scale systems“. In: *Structured Matrices in Mathematics, Computer Science, and Engineering I*. Hrsg. von Vadim Olshevsky. Bd. 280. Contemporary Mathematics. Providence und Rhode Island: American Mathematical Society, 2001, S. 193–219.
- [Ass10] Marc J. Assael et al.: „Reference Data for the Density and Viscosity of Liquid Copper and Liquid Tin“. In: *Journal of Physical and Chemical Reference Data* Bd. 39, Nr. 3 (2010), S. 033105.
- [Ass12] Marc J. Assael et al.: „Reference Data for the Density and Viscosity of Liquid Cadmium, Cobalt, Gallium, Indium, Mercury, Silicon, Thallium, and Zinc“. In: *Journal of Physical and Chemical Reference Data* Bd. 41, Nr. 3 (2012), S. 033101.
- [Aug19] Silke Augustin und Thomas Fröhlich: „Temperature Dependence of the Dynamic Parameters of Contact Thermometers“. In: *Sensors (Basel, Switzerland)* Bd. 19, Nr. 10 (2019).

- [Aug06] Silke Augustin et al.: „Entwicklung von Fixpunktzellen zur gezielten Untersuchung des Einflusses von Verunreinigungen auf die Phasengleichgewichtstemperaturen von Reinstmetallen“. In: *Temperatur 2006: Fachtagung; PTB Institut Berlin, 16./17. Mai 2006*. S. 317-322. Braunschweig und Berlin: PTB, Physikalisch-Technische Bundesanstalt, 2006.
- [Aug12] Silke Augustin et al.: „Fixpunktthermometer für kleine Rohrquerschnitte“. In: *tm - Technisches Messen* Bd. 79, Nr. 12 (2012), S. 559–562.
- [Bab11] Ivo Babuška und Renato S. Silva: „Numerical treatment of engineering problems with uncertainties. The fuzzy set approach and its application to the heat exchanger problem“. In: *International Journal for Numerical Methods in Engineering* Bd. 87, Nr. 1-5 (2011), S. 115–148.
- [Bab14] Ivo Babuška und Renato S. Silva: „Dealing with uncertainties in engineering problems using only available data“. In: *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* Bd. 270 (2014), S. 57–75.
- [Bae06] Hans Dieter Baehr: *Thermodynamik: Grundlagen und technische Anwendungen*. 12. Aufl. Springer Berlin Heidelberg, 2006.
- [Bar89] Ihsan Barin: *Thermochemical Data of Pure Substances*. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH, 1989.
- [Bat11] V. Batagelj, J. Bojkovski und J. Drnovšek: „Numerical Modeling of Heat Flux in Fixed-Point Cells Due to the Hydrostatic-Head Effect“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 32, Nr. 11-12 (2011), S. 2295–2303.
- [Bat14] V. Batagelj et al.: „Numerical Modeling of Thermal Effects in Fixed-Point Cells“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 35, Nr. 6-7 (2014), S. 1156–1168.
- [Bat12] M. Battuello, F. Girard und M. Florio: „Small copper fixed-point cells of the hybrid type to be used in place of normal larger cells“. In: *Measurement Science and Technology* Bd. 23, Nr. 10 (2012), S. 105002.
- [Bea11] Beamex: *FB & MB a smarter way to calibrate temperature*. 2011. URL: <https://www.beamex.com/wp-content/uploads/2017/04/Beamex-FB-and-MB-Temperature-blocks-GER.pdf>.
- [Bec77] James V. Beck und K.J. Arnold: *Parameter Estimation in Engineering and Science*. 1st Edition. United States of America: John Wiley & Sons Inc, 1977.
- [Beh10] H.-G. Behnke, S. Friederici und S. Rudtsch: „Intercomparison of Temperature Block Calibrators“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 31, Nr. 8-9 (2010), S. 1703–1709.
- [Ber04] Frank Bernhard, (Hrsg.): *Technische Temperaturmessung: Physikalische und meßtechnische Grundlagen, Sensoren und Meßverfahren, Meßfehler und Kalibrierung (VDI-Buch)*. Berlin, Heidelberg: Springer, 2004.
- [Ber14] Frank Bernhard, (Hrsg.): *Handbuch der Technischen Temperaturmessung 2. Auflage (VDI-Buch)*. Berlin, Heidelberg: Springer, 2014.
- [Bin99] M. Binnewies und E. Milke: *Thermochemical data of elements and compounds*. Weinheim: Wiley-VCH, 1999.

- [Blo15] P. Bloembergen et al.: „On the Influence of the Furnace and Cell Conditions on the Phase Transition of the Eutectic Co–C“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 36, Nr. 8 (2015), S. 1859–1887.
- [Böc06] Peter von Böckh: *Wärmeübertragung: Grundlagen und Praxis*. 2., bearb. Aufl. Berlin, Heidelberg: Springer, 2006.
- [Bog16] N. Bogojević und V. Lučanin: „The proposal of validation metrics for the assessment of the quality of simulations of the dynamic behaviour of railway vehicles“. In: *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part F: Journal of Rail and Rapid Transit* Bd. 230, Nr. 2 (2016), S. 585–597.
- [Bog02] Dirk Boguhn: *Miniatur-Fixpunktzellen als Basis selbstkalibrierender elektrischer Berührungsthermometer*. Diss. Technische Universität Ilmenau, 2002.
- [Bou15] K. Bouderbala et al.: „Model Reduction and Thermal Regulation by Model Predictive Control of a New Cylindricity Measuring Machine“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 36, Nr. 8 (2015), S. 2099–2114.
- [Bro08] Ilja N. Bronštejn et al.: *Taschenbuch der Mathematik*. 7., vollst. überarb. u. erg. A. Frankfurt am Main: Deutsch Harri GmbH, 2008.
- [Buc09] Christian Bucher: *Computational analysis of randomness in structural mechanics*. Bd. v. 3. Structures and infrastructures series. Boca Raton [Fla.] und London: CRC Press, 2009.
- [Bun13] Bundesanstalt für Arbeitsschutz und Arbeitsmedizin: *Technical Rules for Hazardous Substances TRGS 619: Substitute materials for aluminium silicate wool products*. 2013. URL: https://www.baua.de/EN/Service/Legislative-texts-and-technical-rules/Rules/TRGS/pdf/TRGS-619.pdf?__blob=publicationFile&v=2.
- [Bur18] Nicolas Bur, Pierre Joyot und Pierre Villon: „Reduced-order model of optimal temperature control for the automated fibre placement process“. In: *Comptes Rendus Mécanique* Bd. 346, Nr. 7 (2018), S. 556–570.
- [BIPM-CPGM-67] Bureau International des Poids et Mesures: *Comptes rendus de Séances de la trèzieme Conférence générale des poids et mesures. Unité de Température thermodynamique (kelvin). Résolution 3*. Techn. Ber. BIPM, 1967.
- [BIPM-CPGM-18] Bureau International des Poids et Mesures: *Comptes rendus de la 26 réunion de la Conférence générale des poids et mesures (novembre 2018). Résolution 1*. Techn. Ber. BIPM, 2018.
- [Bus12] Martin Busch: *Zur effizienten Kopplung von Simulationsprogrammen*. Kassel: Kassel University Press, 2012.
- [Cad19] CADFEM GmbH: *Model Reduction inside ANSYS. CADFEM ANSYS Extension zur Systembetrachtung von 3D-FEM Modellen*. Release ANSYS Workbench 19.1. 2019. URL: <https://www.cadfem.net/de/de/unsere-loesungen/cadfem-ansys-extensions/model-reduction-inside-ansys.html>.

- [Car19] Carbolite Gero GmbH & Co. KG: *Rohröfen bis 1350 °C - FHA/FHC. Allgemeine Informationen*. 2019. URL: <https://www.carbolite-gero.de/de/produkte/rohröfen/universal-rohroefen/fha-fhc/function-features/>.
- [Car08] François Cardarelli: *Materials Handbook: A Concise Desktop Reference*. 2nd ed. Springer, 2008.
- [Cas14a] P. Castro, P. Bloembergen und W. Dong: „The Effect of Impurities on the Evolution of the Melting Front Analyzed in a Two-Dimensional Representation for the Eutectic Pt–C“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 35, Nr. 6-7 (2014), S. 1378–1390.
- [Cas13] P. Castro, G. Machin und J.V. Pearce: „Thermal Modelling Comparing High Temperature Fixed Point Measurement by Contact and Non-Contact Thermometry“. In: *AIP Conference Proceedings* 1552. AIP, 2013, S. 358–362.
- [Cas14b] P. Castro et al.: „Thermodynamic Temperatures of High-Temperature Fixed Points: Uncertainties Due to Temperature Drop and Emissivity“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 35, Nr. 6-7 (2014), S. 1341–1352.
- [Cas16] P. Castro et al.: „The use of computational fluid dynamics to study furnace effects in ITS-90 fixed points realizations“. In: *Measurement* Bd. 91 (2016), S. 703–706.
- [Çen09] Yunus A. Çengel und Michael A. Boles: *Termodinámica*. 6^a ed. México: McGraw-Hill, 2009.
- [Che04] Wei Chen et al.: „Model Validation via Uncertainty Propagation and Data Transformations“. In: *AIAA Journal* Bd. 42, Nr. 7 (2004), S. 1406–1415.
- [CEN14] Comité Européen de Normalisation (CEN): *CEN workshop agreement: Validation of computational solid mechanics models*. Techn. Ber. CWA 16799. Brussels, 2014.
- [Com18] COMSOL Multiphysics GmbH: *Thermal Controller, Reduced Order Model*. Release 5.4. 2018. URL: <https://www.comsol.de/model/thermal-controller-reduced-order-model-56861>.
- [DKD-R 5-4-10] DAkkS Deutsche Akkreditierungsstelle: *Richtlinie DAkkS-DKD-R 5-4 Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren*. Norm. Juni 2010.
- [DKD-R 5-6-10] DAkkS Deutsche Akkreditierungsstelle: *Richtlinie DAkkS-DKD-R 5-6 Bestimmung von Thermometerkennlinien*. Norm. März 2010.
- [Deu15] Deutsche Edelstahlwerke GmbH: *Acidur 4541: Werkstoffdatenblatt X6CRNiTi18-10 1.4541*. 2015. URL: https://www.dew-stahl.com/fileadmin/files/dew-stahl.com/documents/Publikationen/Werkstoffdatenblaetter/RSH/1.4541_de.pdf.
- [Deu05] Deutsches Kupferinstitut: *Werkstoff-Datenblätter: CuCr1Zr*. 2005. URL: https://www.kupferinstitut.de/fileadmin/user_upload/kupferinstitut.de/de/Documents/Shop/Verlag/Downloads/Werkstoffe/Datenblaetter/Niedriglegierte/CuCr1Zr.pdf.

- [DIN10088-1-12] DIN 10088-1:2012-01: *Nichtrostende Stähle - Teil 1: Deutsche Fassung prEN 10088-1:2011*. Norm. Jan. 2012.
- [DIN1301-1-10] DIN 1301-1:2010-10: *Einheiten - Teil 1: Einheitenamen, Einheitenzeichen*. Norm. Okt. 2010.
- [DIN1319-1-95] DIN 1319-1:1995-01: *Grundlagen der Messtechnik - Teil 1: Grundbegriffe*. Norm. Jan. 1995.
- [DIN60751-09] DIN EN 60751:2009-05: *Industrielle Platin-Widerstandsthermometer und Platin-Temperatur Sensoren (IEC 60751:2008); Deutsche Fassung EN 60751:2008*. Norm. Mai 2009.
- [DIN10012-03] DIN EN ISO 10012:2003 (D/E/F): *Messmanagementsysteme - Anforderungen an Messprozesse und Messmittel (ISO 10012:2003) Dreisprachige Fassung EN ISO 10012:2003*. Norm. März 2003.
- [Dow08a] Kevin J. Dowding, Martin Pilch und Richard G. Hills: „Formulation of the thermal problem“. In: *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* Bd. 197, Nr. 29-32 (2008), S. 2385–2389.
- [Dow08b] Kevin J. Dowding et al.: „Validation challenge workshop summary“. In: *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* Bd. 197, Nr. 29-32 (2008), S. 2381–2384.
- [Dvu18] Ksenija Dvurecenska et al.: „A probabilistic metric for the validation of computational models“. In: *Royal Society open science* Bd. 5, Nr. 11 (2018).
- [Dyn12] Dynardo GmbH: *Methods for multidisciplinary optimization and robustness analysis*. 2012.
- [Edl14] F. Edler und P. Ederer: „Multiple Fixed-Point Cell“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 35, Nr. 6-7 (2014), S. 1180–1189.
- [EUR cg-13-17] EURAMET: *Guidelines on the Calibration of Temperature Block Calibrators Version 4.0*. Norm. Sep. 2017.
- [Fah11] M. Fahr, S. Rudtsch und A.-K. Gerlitzke: „Fixed-Point Comparison Uncertainties for Two Cell Geometries“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 32, Nr. 11 (2011), S. 2269–2280.
- [Fai10] G. Failleau et al.: „Adiabatic Calorimetry Approach to Assess Thermal Influences on the Indium Melting Point“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 31, Nr. 8-9 (2010), S. 1608–1621.
- [Fel17] Bernd Fellmuth et al.: *Guide to the Realization of the ITS-90. Fixed Points: Influence of Impurities*. Techn. Ber. BIPM, 2017.
- [Fer18] Germán Fernández Rico: *Quasi-Autonomous Spacecraft Thermal Model Reduction*. Diss. Universidad Politécnica de Madrid, 2018.
- [Fer08] Scott Ferson, William L. Oberkampf und Lev Ginzburg: „Model validation and predictive capability for the thermal challenge problem“. In: *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* Bd. 197, Nr. 29 - 32 (2008), S. 2408–2430.
- [Fis11] Joachim Fischer et al.: „Present Estimates of the Differences Between Thermodynamic Temperatures and the ITS-90“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 32, Nr. 1 (2011), S. 12–25.

- [Flu12] Fluke Calibration: *9170 Series Metrology Well Calibrators. Technical Data*. 2012. URL: https://dam-assets.fluke.com/s3fs-public/2458660_6203_ENG_C_W.PDF.
- [Fri17a] Friatec GmbH: *Materialien Anwendungen und Eigenschaften - FRIALIT® - DEGUSSIT® Hochleistungskeramik*. 2017. URL: https://www.friatec.de/content/friatec/de/Keramik/FRIALIT-DEGUSSIT-Oxidkeramik/downloads/BR_FRIALIT-DEGUSSIT-Produkteigenschaften.pdf.
- [Fri06] Horst E. Friedrich und Barry L. Mordike: *Magnesium Technology*. [New York]: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2006.
- [Fri16] René Friedrichs und Eike Christian Weiß: „Temperaturkalibrator mit schneller Temperierung des Prüflings“. In: *Tagungsband 18. GMA/ITG-Fachtagung Sensoren und Messsysteme 2016*. S. 645-650. Wunstorf: AMA Service GmbH, 2016.
- [Fri17b] René Friedrichs et al.: „Mikrobad- und Trockenblock-Temperaturkalibrator mit modellbasierter Regelung“. In: *Tagungsband Fachtagung Temperatur 2017*. S. 309-314. Braunschweig, Berlin: Physikalisch-Technische Bundesanstalt Berlin, 2017.
- [Gai17] Christof Gaiser et al.: „Final determination of the Boltzmann constant by dielectric-constant gas thermometry“. In: *Metrologia* Bd. 54, Nr. 3 (2017), S. 280–289.
- [Gan13] Tomasz Gancarz, Władysław Gąsior und Hani Henein: „Physicochemical Properties of Sb, Sn, Zn, and Sb–Sn System“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 34, Nr. 2 (2013), S. 250–266.
- [Gei87] F. Geiger, C. A. Busse und R. I. Loehrke: „The vapor pressure of indium, silver, gallium, copper, tin, and gold between 0.1 and 3.0 bar“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 8, Nr. 4 (1987), S. 425–436.
- [Gem17] Jozef Gembarovic: *Using Monte Carlo Simulation for Solving Heat Conduction Problems*. 2017.
- [Gla04] Leslie Glasser: „Water, Water, Everywhere: Phase Diagrams of Ordinary Water Substance“. In: *Journal of Chemical Education* Bd. 81, Nr. 3 (2004), S. 414.
- [GMC14] GMC-I Messtechnik GmbH, (Hrsg.): *METRISO XTRA - Hochpräzises Isolations- Niederohm- und Spannungsmessgerät*. 3-349-818-01. 2014.
- [Göd12] Andreas Gödecke et al.: „FEM models in System Simulations using Model Order Reduction and Functional Mockup Interface“. In: *9th International Modelica Conference, Munich, Germany, September 3-5, 2012. Proceedings*. Munich, Germany, 2012.
- [Goo18a] Goodfellow GmbH: *Kupfer/Nickel (Cu70/Ni30)*. 2018.
- [Goo18b] Goodfellow GmbH: *Nickel/Chrom (Ni80/Sr20)*. 2018.
- [Gou02] M. M. Gouda, S. Danaher und C. P. Underwood: „Building thermal model reduction using nonlinear constrained optimization“. In: *Building and Environment* Bd. 37, Nr. 12 (2002), S. 1255–1265.

- [Gri97] Igor S. Grigoriev und Eugenii Z. Meilikhov: *Handbook of physical quantities*. Boca Raton, Florida: CRC Press, 1997.
- [Gro09] Clemens Groth und Günter Müller: *FEM für Praktiker. Band 3: Temperaturfelder*. 5., neu bearbeitete Auflage. Germany: expert verlag, 2009.
- [Gru18] Gruppo Lucefin S.P.A.: *Austenitic Stainless Steel 1.4541: Technical card 2018*. 2018. URL: http://www.lucefin.com/wp-content/files_mf/15235429301.4541A321.pdf.
- [Hao17] X. P. Hao et al.: „Miniature Fixed Points as Temperature Standards for In Situ Calibration of Temperature Sensors“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 38, Nr. 6 (2017), S. 3.
- [Har17] Dirk Hartmann, Matthias Herz und Uwe Wever: „Model Order Reduction A Key technology for Digital Twins“. In: *Reduced-Order Modeling (ROM) for Simulation and Optimization*. Cham: Springer International Publishing, 2017.
- [He19] Qinshu He: „Model validation based on probability boxes under mixed uncertainties“. In: *Advances in Mechanical Engineering* Bd. 11, Nr. 5 (2019).
- [Hie13] Philipp Hielscher: *Numerische Untersuchungen des thermischen Verhaltens von in Temperaturkalibratoren integrierten Fixpunktzellen*. Masterarbeit. Technische Universität Ilmenau, 2013.
- [Hil99] Richard Hills und Timothy Trucano: *Statistical Validation of Engineering and Scientific Models: Background*. Techn. Ber. Albuquerque, NM: Sandia National Labs., Rept. SAND99-1256, Mai 1999.
- [Hil06] Richard G. Hills: „Model Validation: Model Parameter and Measurement Uncertainty“. In: *Journal of Heat Transfer* Bd. 128, Nr. 4 (2006), S. 339–351.
- [Ho74] C. Y. Ho, R. W. Powell und P. E. Liley: „Thermal conductivity of the elements: A comprehensive review“. In: *J. Phys. Chem. Ref. Data, Suppl. 1*, Nr. 3 (1974), S. 1–796.
- [Hoh17] Michael Hohmann: *Realisierung eines Blockkalibrators mit Wärmestromsensoren und integrierten Fixpunktzellen*. Diss. Technische Universität Ilmenau, 2017.
- [Hoh15] Michael Hohmann, Sebastian Marin und Thomas Fröhlich: *BMBF-Projekt zur Validierung des Innovationspotenzials wissenschaftlicher Forschung (VIP): "Temperaturkalibratoren zur universellen, automatischen Kalibrierung von Thermometern mit Absolutwertbezug (Tempkal)": Schlussbericht: Laufzeit: 01.02.2012-30.04.2015*. 2015.
- [Hoh16] Michael Hohmann et al.: „Dry Block Calibrator with Improved Temperature Field and Integrated Fixed-Point Cells“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 38, Nr. 2 (2016), S. 17.
- [Hos86] T. Hoshino et al.: „Determination of the Thermal Conductivity of Argon and Nitrogen over a Wide Temperature Range Through Data Evaluation and Shock-Tube Experiments“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 7, Nr. 3 (1986), S. 647–662.

- [Inc00] Frank R. Incropera und David P. de Witt: *Fundamentos de Transferencia de Calor (Spanish Edition)*. 4^a ed. México: Prentice Hall, 2000.
- [Int08] International Atomic Energy Agency: *Thermophysical properties of materials for nuclear engineering: A tutorial and collection of data*. Vienna: International Atomic Energy Agency, 2008.
- [JCGM 100:08] Joint Committee for Guides in Metrology JCGM 100:2008: *Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement*. Norm. Sep. 2008.
- [Jun10] M. Jungwith, D. Hofinger und H. Weinzierl: „A Comparison of Model Order Reduction Methods used in different FE Software Tools“. In: *11th. Int. Conf. on Thermal, Mechanical, and Multiphysics Simulation and Experiments in Micro-Electronics and Micro-Systems, EuroSimE 2010, Bourdeaux, France, April 26-28, 2010. Proceedings*. Piscataway, N.J.: IEEE, 2010.
- [Kan18] Kanthal: *Kanthal[®] A-1 Resistance heating wire and resistance wire. Datasheet*. 2018. URL: <https://www.kanthal.com/en/products/material-datasheets/wire/resistance-heating-wire-and-resistance-wire/kanthal-a-1/>.
- [Ker03] Verband der Keramischen Industrie, (Hrsg.): *Brevier technische Keramik*. Lauf: Fahner Verlag, 2003.
- [Key14] Keysight Technologies, (Hrsg.): *Keysight 3458A Multimeter - Data Sheet*. 5965-4971E. 2014.
- [Key18] Keysight Technologies, (Hrsg.): *Keysight 34970A Data Acquisition/Switch Unit Family - Technical Overview*. 5965-5290EN. 2018.
- [Kim08] Yong-Gyoo Kim, Kee Sool Gam und Inseok Yang: „First measurement using three-in-one cell: A new design of the fixed-point cell for the calibration of thermometers“. In: *Metrologia* Bd. 45, Nr. 3 (2008), S. 356–361.
- [Kim16] Yong-Gyoo Kim, Inseok Yang und Wukchul Joung: „High Temperature Long-Term Stability of an (Al–Ag–Cu) Three-in-One Multicell“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 37, Nr. 1 (2016), S. 356.
- [Kli05] A. M. Klimova et al.: „Investigation of the Saturated Vapor Pressure of Zinc, Selenium, and Zinc Selenide“. In: *Glass Physics and Chemistry* Bd. 31, Nr. 6 (2005), S. 760–762.
- [Kos96] Volkmar Kose, (Hrsg.): *Kohlrausch Praktische Physik: Zum Gebrauch für Unterricht, Forschung und Technik*. 24. Aufl. Vieweg+Teubner Verlag, 1996.
- [Kra11] Gunter Krapf, Marc Schalles und Thomas Fröhlich: „Estimation of fixed-point temperatures – A practical approach“. In: *Measurement* Bd. 44, Nr. 2 (2011), S. 385–390.
- [Kra12] Gunter Krapf et al.: „Influence of impurities on the fixed-point temperature of zinc: estimations by the SIE method and practical limitations“. In: *Measurement Science and Technology* Bd. 23, Nr. 7 (2012), S. 074022.

-
- [Kri11] S. Krizmanic, T. Veliki und D. Zvizdic: „Modeling of Transient Heat Transfer in Zinc Fixed-Point Cell“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 32, Nr. 1-2 (2011), S. 326–336.
- [Küm07] Wolfgang Kümmel: *Technische Strömungsmechanik: Theorie und Praxis*. 3. Aufl. Vieweg+Teubner Verlag, 2007.
- [Lan00] Hans Landolt et al.: *Numerical data and functional relationships in science and technology: New series*. Group 4, Physical chemistry. Vol. 19: Thermodynamic properties of inorganic materials, subvol. A: Pure substances. Berlin: Springer, 2000.
- [Lan06] Klaus Langeheinecke, (Hrsg.): *Thermodynamik für Ingenieure: Ein Lehr- und Arbeitsbuch für das Studium*. 6., vollst. überarb. und erw. Aufl. Wiesbaden: Vieweg, 2006.
- [Lar14] M. J. Large und J. V. Pearce: „A Phase-Field Solidification Model of Almost Pure ITS-90 Fixed Points“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 35, Nr. 6-7 (2014), S. 1109–1126.
- [Le.S08] V. Le Sant, R. Morice und G. Failleau: „Modeling of Transient Heat Transfer in Temperature Fixed Points: Indium Cell Design“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 29, Nr. 5 (2008), S. 1772–1784.
- [Leh95] Harald Lehmann: „Miniaturisierte Fixpunktzelle aus Keramik zur in-situ Kalibration von Temperatursensoren“. Offenlegungsschrift DE 19532077 A1 (DE). 1995.
- [Leh97] Harald Lehmann und Frank Bernhard: „Selbstkalibrierende Thermoelemente - Modeling und Design“. In: *tm - Technisches Messen* Bd. 64, Nr. JG (1997).
- [Li14] Wei Li et al.: „New validation metrics for models with multiple correlated responses“. In: *Reliability Engineering & System Safety* Bd. 127 (2014), S. 1–11.
- [Lid02] David R. Lide: *CRC handbook of chemistry and physics: A ready-reference book of chemical and physical data*. 83. ed. Boca Raton: CRC Press, 2002.
- [Liu11] Yu Liu et al.: „Toward a Better Understanding of Model Validation Metrics“. In: *Journal of Mechanical Design* Bd. 133, Nr. 7 (2011), S. 071005-1 –071005-13.
- [Mac11] Graham Machin et al.: „Temperature effects of imperfectly formed metal-ingots in high temperature fixed point crucibles“. In: *Measurement* Bd. 44, Nr. 4 (2011), S. 738–742.
- [Mad91] O. Madelung und G. K. White, (Hrsg.): *Thermal Conductivity of Pure Metals and Alloys*. Landolt-Börnstein - Group III Condensed Matter. Berlin: Springer, 1991.
- [Mad19] Azad Madni, Carla Madni und Scott Lucero: „Leveraging Digital Twin Technology in Model-Based Systems Engineering“. In: *Systems* Bd. 7, Nr. 1 (2019).

- [Mar14] Stefano Marelli: „UQLab: A Framework for uncertainty quantification in Matlab“. In: *Proc. 2nd Int. Conf. on Vulnerability, Risk Analysis and Management (ICVRAM2014), Liverpool, United Kingdom, July 13-16, 2014. Proceedings*. Hrsg. von Michael Beer, Siu-Kui Au und Jim W. Hall. Reston, VA: American Society of Civil Engineers, 2014.
- [Mar18] Sebastian Marin und Thomas Fröhlich: „Ansatz zur Bestimmung der Unsicherheit und Prognosefähigkeit eines FEM-Simulationsmodells einer kleinen Mehrfachfixpunktzelle für Kalibrierung von Berührungsthermometern“. In: *tm - Technisches Messen* Bd. 85, Nr. s1 (2018), S. 86–94.
- [Mar15a] Sebastian Marin, Michael Hohmann und Thomas Fröhlich: „System Simulation of a Calibration Bench for Heat Flux Sensors based on a FEM-Modell optimized by means of parameter calibration“. In: *12th Weimar Optimization and Stochastic Days WOST 2015, Weimar, Germany, November 5-6, 2015. Proceedings*. Weimar: Dynardo GmbH, 2015. URL: https://www.dynardo.de/fileadmin/Material_Dynardo/bibliothek/WOST12/21_WOST2015_Session6_Marin_Paper.pdf.
- [Mar15b] Sebastian Marin et al.: „Einsatzblock mit einer Mehrfachfixpunktzelle für einen Temperatur-Blockkalibrator“. In: *tm - Technisches Messen* Bd. 82, Nr. 7-8 (2015).
- [Mar05] Werner Martienssen und Hans Warlimont: *Springer Handbook of Condensed Matter and Materials Data*. New York: Springer, 2005.
- [Mat19] MathWorks: *Reduced Model Order Using the Model Reducer App*. Release 19.1. 2019. URL: <https://de.mathworks.com/help/control/examples/reduce-model-order-using-the-model-reducer-app.html>.
- [Mej16] Juris Mejia et al.: „Atomic weights of the elements 2013 (IUPAC Technical Report)“. In: *Pure and Applied Chemistry* Bd. 88, Nr. 3 (2016), S. 265–291.
- [Mic14] Micronel AG: *Datenblatt: Miniatur Radial Gebläse mit integrierter Elektronik*. 2014. URL: https://www.micronel.com/uploads/tx_micronel/U51DL-024KK-4_with_integrated_electronics.pdf.
- [Moa99] Saeed Moaveni: *Finite Element Analysis: Theory and Application With Ansys*. 1st. New Jersey: Prentice Hall, 1999.
- [Mor17] Morgan Advanced Materials: *Thermal Ceramic Products: Product data book: Kaowool 500*. 2017. URL: http://www.morganthermalceramics.com/media/5454/morgan-advanced-materials_thermal-ceramics-product-data-book-e-version_2.pdf.
- [Mor19] Morgan Advanced Materials: *Thermal Ceramic: Data sheet: Superwool Paper*. 2019. URL: http://www.morganthermalceramics.com/media/2943/sw-paper-data-sheet-english_wme_21012019.pdf.
- [Mül15] Thomas Müller: *Numerische Untersuchung einer Mehrfachfixpunktzelle für die Kalibrierung von Berührungsthermometern*. Bachelorarbeit. Technische Universität Ilmenau, 2015.
- [Nav12] Jaime Nava und Vladik Kreinovich: „Towards interval techniques for model validation“. In: *Computing* Bd. 94, Nr. 2-4 (2012), S. 257–269.

- [New18] D B Newell et al.: „The CODATA 2017 values of h , e , k , and N_A for the revision of the SI“. In: *Metrologia* Bd. 55, Nr. 1 (2018), S. L13–L16.
- [Nic01] John V. Nicholas und David R. White: *Traceable Temperatures: An Introduction to Temperature Measurement and Calibration*. 2. Aufl. Wiley, 2001.
- [Nie11] Josefina Nielsen, J. Domino und Morten B. Nielsen: „Disseminating the ITS-90 Traceability in Industry—An Intercomparison of Temperature Block Calibrators“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 32, Nr. 7 (2011), S. 1485.
- [Obe10] William L. Oberkamp und Christopher J. Roy: *Verification and Validation in Scientific Computing*. 1. Aufl. Cambridge University Press, 2010.
- [Obe01] William L. Oberkamp et al.: „Error and uncertainty in modeling and simulation“. In: *Reliability Engineering & System Safety* Bd. 75, Nr. 3 (2001), S. 333–357.
- [Oga99] Katsushiko Ogata: *Ingenieria de Control Moderna*. Tercera edición. Prentice Hall, 1999.
- [Ong15] O. Ongrai et al.: „Multi-Mini-Eutectic Fixed-Point Cell for Type C Thermocouple Self-Calibration“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 36, Nr. 2-3 (2015), S. 423–432.
- [Ott08] Manfred Ottens: *Praktische Verfahren zur experimentellen SYSTEMIDENTIFIKATION, Vorlesungsskript*. 2008.
- [Pea08] J. V. Pearce et al.: „Optimizing Contact Thermometry High-Temperature Fixed-Point Cells (1100 °C) Using Finite-Element Analysis“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 29, Nr. 1 (2008), S. 250–260.
- [Pea19] J. V. Pearce et al.: „Miniature gallium phase-change cells for in situ thermometry calibrations in space“. In: *Measurement Science and Technology* Bd. 30, Nr. 12 (2019), S. 124003.
- [Pea16] Jonathan V. Pearce, John A. Gisby und Peter P. M. Steur: „Liquidus slopes of impurities in ITS-90 fixed points from the mercury point to the copper point in the low concentration limit“. In: *Metrologia* Bd. 53, Nr. 4 (2016), S. 1101–1114.
- [Per01] M. V. Peralta-Martinez und W. A. Wakeham: „Thermal Conductivity of Liquid Tin and Indium“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 22, Nr. 2 (2001), S. 395–403.
- [Pit17] L Pitre et al.: „New measurement of the Boltzmann constant k by acoustic thermometry of helium-4 gas“. In: *Metrologia* Bd. 54, Nr. 6 (2017), S. 856–873.
- [Por01] David A. Porter und Kenneth. E. Easterling: *Phase Transformations in Metals and Alloys*. 2. Aufl. Cheltenham: Stanley Thornes, 2001.
- [Pow66] R. W. Powell, C. Y. Ho und P. E. Liley: *Thermal Conductivity of Selected Materials*. NSRDS-NBS. Washington: U.S. Gov. Print. Off, 1966.

- [Pre90] Hugh Preston-Thomas: „The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)“. In: *Metrologia* Bd. 27, Nr. 1 (1990), S. 3–10.
- [Pro17] Promat GmbH: *Technisches Datenblatt ALSIFLEX: Produkte: 1230, 1260, 1400, 1430, 1600*. 2017. URL: <http://www.promat-hpi.com/de-de/downloads> (Eingesehen am 14.12.2018).
- [Pro18] Promat GmbH: *PROMALIGHT[®]-1000X. Mikroporöse Hochtemperatur-Wärmedämmplatten*. 2018. URL: <https://www.promat-hpi.com/de-de/produkte/mikropor%C3%B6s-promalight/promalight-1000x-de>.
- [Pro98] W. A. Propp: *Graphite Oxidation Thermodynamics/Reactions*. Techn. Ber. DOE/SNF/REP-018. United States Department of Energy. Office of Environmental Management, 1998.
- [Rag17] Monalisa Ragay-Enot, Young Hee Lee und Yong-Gyoo Kim: „Fabrication of a mini multi-fixed-point cell for the calibration of industrial platinum resistance thermometers“. In: *Measurement Science and Technology* Bd. 28, Nr. 7 (2017), S. 075007.
- [Rat18] RATH AG: *ALTRA[®] KVS. High Temperature Vacuum Formed Boards and Shapes*. 2018. URL: <https://www.rath-usa.com/datasheets/ALTRA-KVS-HIGH-TEMPERATURE-VACUUM-FORMED-BOARDS-AND-SHAPES.pdf>.
- [Ref16] Refrastraße S.A, subsidiaria de Keramische Technologie LLC: *Catálogo de Productos: TEK Papier 1260*. 2016. URL: <http://www.refrastrabe.com/index.php/aislamientostermicos-p/productos-de-alta-temperatura-mayores-900-1650-c/papel-paper>.
- [Rie00] Frank Rieg und Reinhard Hackenschmidt: *Finite Elemente Analyse für Ingenieure. Eine leicht verständliche Einführung*. Germany: Carl Hanser Verlag, 2000.
- [Ros04] Timothy J. Ross: *Fuzzy logic with engineering applications*. 2nd ed. Hoboken, NJ: John Wiley, 2004.
- [Roy11] Christopher J. Roy und William L. Oberkampf: „A comprehensive framework for verification, validation, and uncertainty quantification in scientific computing“. In: *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* Bd. 200, Nr. 25-28 (2011), S. 2131–2144.
- [Rud05] Evgenii B. Rudnyi und Jan G. Korvink: *mor4ansys (version 1.8): Compact Behavioral Models from ANSYS by Means of Model Order Reduction*. Freiburg, 2005.
- [Rud06] Evgenii B. Rudnyi und Jan G. Korvink: „Model Order Reduction for Large Scale Engineering Models Developed in ANSYS“. In: *Applied Parallel Computing. State of the Art in Scientific Computing: 7th International Workshop, PARA 2004, Lyngby, Denmark, June 20-23, 2004. Revised Selected Papers*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2006, S. 349–356.

-
- [Sal05] M. Salleras et al.: „Comparison of Model Order Reduction Methodologies for Thermal Problems“. In: *6th. Int. Conf. on Thermal, Mechanical, and Multiphysics Simulation and Experiments in Micro-Electronics and Micro-Systems, EuroSimE 2005, Berlin, Germany, April 18-20, 2005. Proceedings*. Piscataway, N.J.: IEEE, 2005.
- [Sar16] Sartorius Lab Instruments GmbH & Co. KG, (Hrsg.): *Betriebsanleitung Sartorius ME- und SE-Modelle. Elektronische Analysen-, Halbmikro-, Mikro- und Ultra-Mikrowaagen*. 98648-008-83. Göttingen, 2016.
- [Sch09a] Marc Schalles: *Dreifach-Fixpunktstrahler zur Kalibrierung von Strahlungsthermometern*. Diss. Technische Universität Ilmenau, 2009.
- [Sch09b] Marc Schalles: „Uncertainty budget for the temperature realisation with a triple-fixed-point blackbody“. In: *Accreditation and Quality Assurance* Bd. 14, Nr. 6 (2009), S. 313–317.
- [Sch07] Marc Schalles und F. Bernhard: „Triple-Fixed-Point Blackbody for the Calibration of Radiation Thermometers“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 28, Nr. 6 (2007), S. 2049–2058.
- [Sch17] Marc Schalles und Michael Hohmann: „Ermittlung der Unsicherheit von Thermometerkennlinien mittels Monte-Carlo-Simulation“. In: *Tagungsband Fachtagung Temperatur 2017*. S. 309-314. Braunschweig, Berlin: Physikalisch-Technische Bundesanstalt Berlin, 2017.
- [Sei07] Joachim Seidel et al.: „Die Internationalen Temperaturskalen: ITS-90 und PLTS-2000“. In: *PTB-Mitteilungen* Bd. 3, Nr. 117 (2007). Hrsg. von Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) Braunschweig und Berlin, S. 236–242.
- [SGL15] SGL CARBON GmbH: *Materialdaten SIGRAFINE® R6650*. 2015. URL: <https://www.sglcarbon.com/pdf/SGL-Datenblatt-SIGRAFINE-R6650-DE.pdf>.
- [Sha00] James F. Shackelford und William Alexander, (Hrsg.): *CRC Materials and Engineering Handbook*. Boca Raton: CRC Press, 2000.
- [Sha08] James F. Shackelford und Robert H. Doremus: *Ceramic and glass materials: Structure, properties and processing*. New York: Springer, 2008.
- [Sik19] SIKA Dr. Siebert & Kühn GmbH & Co. KG: *Technisches Datenblatt TP*. 2019. URL: <https://www.sika.net/services/downloads/send/344-temperaturkalibratoren/2130-datenblatt-tp-37-premium.html>.
- [Spi09] M. Spittel und T. Spittel: „Steel symbol/number: X5CrNi18–10/1.4301.“ In: *Materials - Metal Forming Data of Ferrous Alloys - deformation behaviour. Landolt-Börnstein - Group VIII Advanced Materials and Technologies*. Hrsg. von H. Warlimont. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2009.
- [Ste74] D. J. Steinberg: „A simple relationship between the temperature dependence of the density of liquid metals and their boiling temperatures“. In: *Metallurgical Transactions* Bd. 5, Nr. 6 (1974), S. 1341–1343.
-

- [Ste09] Peter Stephan et al.: *Thermodynamik: Grundlagen und technische Anwendungen; Band 1: Einstoffsysteme*. 18. Aufl. Springer-Lehrbuch. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2009.
- [Str07] Peter Strehlow und Joachim Seidel: „Definition der Temperatur und ihre Grenzen“. In: *PTB-Mitteilungen* Bd. 3, Nr. 117 (2007). Hrsg. von Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) Braunschweig und Berlin, S. 228–235.
- [Van20] Kevin Vanslette, Tony Tohme und Kamal Youcef-Toumi: „A general model validation and testing tool“. In: *Reliability Engineering & System Safety* Bd. 195 (2020).
- [VDI97] VDI e.V., (Hrsg.): *VDI-Wärmeatlas: Berechnungsblätter für den Wärmeübergang*. 8., überarb. und erw. Aufl. Berlin [u.a.]: Springer, 1997.
- [VDI13] VDI e.V., (Hrsg.): *VDI-Wärmeatlas*. 11. Aufl. Berlin Heidelberg: Springer Vieweg, 2013.
- [Voi09] Matthias Voigt: *Probabilistische Simulation des strukturellemechanischen Verhaltens von Turbinenschaukeln*. Diss. Universität Dresden, 2009.
- [Wan04] X. Wan, D. Xiu und G.E. Karniadakis: „Modeling uncertainty in three-dimensional heat transfer problems“. In: *Heat transfer VIII: Advanced computational methods in heat transfer*. Hrsg. von Bengt Sundén, C. A. Brebbia und A. Mendes. Bd. v. 5. Computational studies. Southampton und Boston: WIT Press, 2004.
- [Wei12] Hanna Weis et al.: „Mechatronic FEM model of an electromagnetic-force-compensated load cell“. In: *Measurement Science and Technology* Bd. 23, Nr. 7 (2012), S. 074018.
- [Wei16] Konstantin Weise: *Advanced Modeling in Lorentz Force Eddy Current Testing*. Diss. Technische Universität Ilmenau, 2016.
- [Wei15] Wolfgang Weißbach, Michael Dahms und Christoph Jaroschek: „Metallische Werkstoffe“. In: *Werkstoffkunde*. Hrsg. von Wolfgang Weißbach, Michael Dahms und Christoph Jaroschek. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2015, S. 25–109.
- [Wer17] Barbara Werner et al.: *Kalibrierung von Temperatur- Blockkalibratoren bei Temperaturen oberhalb von 600 °C / Pilotstudie zur Ermittlung der Messunsicherheit: Vergleichsbericht DKD-V 5.1*. Berlin, Dez. 2017.
- [Woi12] Woite, M.: *Sonderwerkstoffe Edelstähle. Werkstoff Nr.: 1.4541*. 2012. URL: <http://www.woite-edelstahl.info/14541de.html#>.
- [Xia04] Luo Xiaowei, Robin Jean-Charles und Yu Suyuan: „Effect of temperature on graphite oxidation behavior“. In: *Nuclear Engineering and Design* Bd. 227, Nr. 3 (2004), S. 273–280.
- [Xiu03] Dongbin Xiu und George Em Karniadakis: „A new stochastic approach to transient heat conduction modeling with uncertainty“. In: *International Journal of Heat and Mass Transfer* Bd. 46, Nr. 24 (2003), S. 4681–4693.

- [Yam03] E. Yamasue et al.: „Deviation from Wiedemann–Franz Law for the Thermal Conductivity of Liquid Tin and Lead at Elevated Temperature“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 24, Nr. 3 (2003), S. 713–730.
- [You86] B. A. Younglove und H. J. M. Hanley: „The Viscosity and Thermal Conductivity Coefficients of Gaseous and Liquid Argon“. In: *Journal of Physical and Chemical Reference Data* Bd. 15, Nr. 4 (1986), S. 1323–1337.
- [Zha17] Lufeng Zhao et al.: „Validation metric based on Mahalanobis distance for models with multiple correlated responses“. In: *Reliability Engineering & System Safety* Bd. 159 (2017), S. 80–89.
- [Zie94] Olgierd C. Zienkiewicz und Robert L. Taylor: *El método de los elementos finitos. Volumen 1: Formulación básica y problemas lineales*. Cuarta edición. Madrid: McGraw-Hill, 1994.