

**Schlussbericht zum Forschungsvorhaben
MNPQ-00/07**

BMWi IID5_08-06

Dr. Jürgen Hartmann, Dr. Klaus Anhalt, AG 7.32

„Hochtemperaturstrahlungsthermometrie“

Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Abbestraße 2-12, 10587 Berlin

Dr. Stefan Sarge, AG 3.31 „Kalorische Größen“

Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Bundesallee 100, 38116 Braunschweig

**„Metall-Kohlenstoff Eutektika als Referenzmaterialien
für die dynamische Differenzkalorimetrie“**

Abschlussbericht zum MNPQ-Projekt

***Metall-Kohlenstoff Eutektika als Referenzmaterialien
für die dynamische Differenzkalorimetrie***

Projektteilnehmer

Physikalisch-Technische Bundesanstalt Braunschweig und Berlin

Netzsch Gerätebau GmbH, Selb

Techno Team Bildverarbeitung GmbH, Ilmenau

HTM Reetz GmbH, Berlin

ifa GmbH, Ulm

I Kurze Darstellung

1. Aufgabenstellung aus dem Bereich Messen, Normen, Prüfen oder Qualitätssicherung

Immer mehr industrielle Prozesse arbeiten bei hohen und höchsten Temperaturen ($> 1600\text{ °C}$), so sind z.B. in der Stahlindustrie Temperaturen von bis zu 1600 °C notwendig und bei der Herstellung von Kohlenstoff-Verbundmaterialien oder der Graphitpyrolyse werden sogar Temperaturen bis weit über 2000 °C benötigt. Der zunehmende Druck, ökologisch und ökonomisch zu produzieren, zwingt die Industrie dazu, die Prozessparameter, insbesondere die Temperatur, genau zu kontrollieren. Dies erfordert zum einen eine exakte Temperaturmessung, zum anderen aber auch im Vorfeld der Produktion eine möglichst genaue Berechnung bzw. Abschätzung der zu erwartenden thermischen Belastung der Werkstoffe, insbesondere im Temperaturbereich oberhalb 1000 °C . Kalorimetrische Messverfahren ermöglichen hier die Untersuchung und Messung der für diese Berechnungen notwendigen thermophysikalischen Stoffeigenschaften wie der spezifischen Wärme und der latenten Schmelzwärme. Die erreichbare Messgenauigkeit ist dabei entscheidend von der Empfindlichkeit und Genauigkeit der Temperaturmessung des jeweiligen Messverfahrens abhängig. Die für diese Methoden eingesetzten Temperatursensoren sind in diesem Temperaturbereich generell driftnfällig und erfordern eine regelmäßige Rekalibrierung. Dabei zeichnen sich die Temperatursensoren bei diesen Messverfahren oftmals durch eine kleine Bauart und die Installation in filigrane Messköpfe aus. Beides erschwert den Ein- und Ausbau für eine Rückführung und Überprüfung der Temperaturmessung gemäß den Methoden der Internationalen Temperaturskala von 1990 (ITS-90). Stattdessen werden bei der

in-situ Kalibrierung der Temperaturmessung in kalorimetrischen Messgeräten Referenzmaterialien verwendet, die aufgrund einer Phasenumwandlung einen definierten Temperaturwert liefern. Diese Referenzmaterialien werden auch als Temperaturfixpunkte bezeichnet. Im Temperaturbereich zwischen 1000 °C und 2000 °C stehen dabei neben den primären Temperaturfixpunkten der ITS-90, Au (1064 °C) und Cu (1086 °C), bislang Pd (1554,8 °C) und Pt (1768,2 °C) als sekundäre Fixpunktmaterialien zur Verfügung. Für die Anwendung in der dynamischen Differenzkalorimetrie sind die beiden aufgeführten Sekundärfixpunkte jedoch nur unbefriedigend einsetzbar. Zum einen fehlen Referenzmaterialien im industriell wichtigen Temperaturbereich zwischen 1086 °C und 1554,8 °C, zum anderen sind die eingesetzten Messapparaturen teilweise beschränkt auf Temperaturen unter 1500 °C, ein Interpolationsverfahren zur Kalibrierung ist dann nicht möglich. Des Weiteren reagieren die aufgeführten Materialien Pd und Pt mit dem im Hochtemperaturbereich typischen Tiegelmaterial Graphit unter Bildung einer Legierung, die eine Schmelztemperatur besitzt, die deutlich von der angegebenen Temperatur für das Reinstmaterial abweicht und die Fixpunkttemperatur der aufgeführten Materialien ist stark von deren Reinheit abhängig. Verunreinigungen des Referenzmaterials durch das Tiegel- oder Ofenmaterial (im Hochtemperaturbereich eben häufig Graphit) beeinflussen den Temperaturwert und damit die Reproduzierbarkeit und Wiederholbarkeit des Fixpunktes für die Kalorimetrie. Der Einfluss von Verunreinigungen auf die Phasenübergangstemperatur beschränkt daher auch die prinzipiell erreichbare Messgenauigkeit, da selbst mit den empfindlichsten thermometrischen Messmethoden die Phasenübergangstemperatur dieser Sekundärfixpunkte aufgrund der Verunreinigungen nur mit einer Unsicherheit von bis zu einigen Kelvin bestimmt werden kann.

Im Rahmen des MNPQ-Projektes *Metall-Kohlenstoff Eutektika als Referenzmaterialien für die dynamische Differenzkalorimetrie* wurde die Eignung von neuartigen Fixpunkten auf Basis von eutektischen Metall-Kohlenstoff-Legierungen als Temperaturreferenzpunkte zur in-situ Kalibrierung für die dynamische Differenzkalorimetrie untersucht. Dazu mussten geeignete Tiegelmaterialien identifiziert und Verfahren zur Herstellung hochreiner und dabei mit einigen 100 mg Masse sehr kleiner Temperaturreferenzpunkte entwickelt werden, mit dem Ziel diese neuartigen Referenzmaterialien für den Einsatz und den Vertrieb durch die Netzsch Gerätebau GmbH verfügbar zu machen.

2. Voraussetzungen, unter denen das Projekt durchgeführt wurde

Für die Entwicklung geeigneter Referenzmaterialien als Temperaturstandards in der Kalorimetrie konnte aus den beantragten Projektmitteln ein weltweit anerkannter Wissenschaftler auf dem Gebiet der eutektischen Fixpunkte als Postdoc für 24 Monate an der PTB beschäftigt werden. Die Validierung bezüglich Reproduzierbarkeit und Praktikabilität in Messapparaturen der Thermischen Analyse wurde in enger Zusammenarbeit mit den Projektpartnern Netzsch Gerätebau und IFA GmbH durchgeführt.

3. Wissenschaftlicher Ausgangspunkt

Die Physikalisch-Technische Bundesanstalt ist seit der Wiederentdeckung der eutektische Metall-Kohlenstoff Legierungen für die Thermometrie an deren Weiterentwicklung überaus aktiv beteiligt. Im Rahmen internationaler Projekte war die PTB mit federführend an der absoluten Temperaturbestimmung dieser Fixpunkte für die Strahlungsthermometrie und die Radiometrie beteiligt [1, 2, 3]. Einen Überblick über die Bandbreite der verfügbaren eutektischen Metall-Kohlenstoff Legierungen zeigt

Tabelle 1. Gegenüber den konventionellen Hochtemperatur-Fixpunkten wie Platin und Palladium liegt der Vorteil der eutektischen Metall-Kohlenstoff Legierungen in ihrer weitgehenden Immunität gegen Verunreinigung durch das Tiegelmaterial. Während konventionelle Hochtemperaturfixpunkte durch das Graphittiegelmaterial leicht verunreinigt werden und dadurch ihren Schmelzpunkt ändern, ist bei den eutektischen Metall-Kohlenstoff Legierungen Graphit bereits Bestandteil des Fixpunktmaterials, so dass das Graphit aus dem Tiegel, gleiche Reinheit wie das Graphit im Fixpunktmaterial vorausgesetzt, zu keiner Verunreinigung und somit zu keiner Schmelzpunktveränderung führt. Mit diesem einzigartigen Konzept konnten in vorangegangenen Untersuchungen Stabilitäten der Schmelztemperatur von unterschiedlichen Metall-Kohlenstoff Eutektika von besser als 200 mK bei Temperaturen bis nahe 2500 °C nachgewiesen werden [4, 5].

Ursprünglich geplante Untersuchungsmaterialien des Projektes waren insbesondere Fixpunktmaterialien, die ihren Schmelzpunkt zwischen dem höchsten Temperaturfixpunkt der ITS-90, dem Kupfererstarrungspunkt bei 1084,62 °C [6] und dem Erstarrungspunkt von Platin (1768,7 °C [7]) haben.

Tabelle 1: **Metall-Kohlenstoff Legierungen mit Angabe der ungefähren Schmelzpunkttemperatur**

Material	Schmelztemperatur in K	Schmelztemperatur in °C
Fe-C	1426	1153
Co-C	1597	1324
Ni-C	1602	1329
Pd-C	1765	1492
Rh-C	1930	1657
Pt-C	2011	1738
Ru-C	2227	1954
Ir-C	2564	2291

4. Planung und Ablauf des Projekts

Das im Antrag dargelegte Projektprogramm wurde im Projektzeitraum abgearbeitet. Die Arbeiten wurden dabei in enger Absprache zwischen allen Projektpartnern durchgeführt. Insgesamt fanden 6 Projekttreffen im Abstand von jeweils etwa 6 Monaten abwechselnd an der PTB in Berlin bzw. bei der Fa. Netzsch Gerätebau in Selb statt.

5. Zusammenarbeit mit Stellen außerhalb des Projektes mit zu den Projektthemen verwandten Themen

In Rahmen internationaler Kooperationen und unter Schirmherrschaft des Consultative Committee Thermometry am Bureau International des Poids et Mesures (BIPM, Paris) werden eutektische Metall-Kohlenstoff Fixpunkte weiterentwickelt und für Radiometrie und Strahlungsthermometrie etabliert. Die PTB koordinierte dabei im Projektzeitraum ein Teilprojekt zur Bestimmung der thermodynamischen Phasenübergangstemperatur. Die hier gemachten Erfahrungen in Bezug auf Fixpunkttherstellung und Bewertung der Fixpunktqualität flossen direkt in das MNPQ Projekt ein.

Referenzen:

1. G. Machin, P. Bloembergen, J. Hartmann, M. Sadli, Y. Yamada: A Concerted International Project to Establish High-Temperature Fixed Points for Primary Thermometry, Int J Thermophys 28 1976–1982 (2007)
2. K. Anhalt: Radiometric measurement of thermodynamic temperatures during the phase transformation of metal-carbon eutectic alloys for a new high temperature scale above 1000 °C PhD Thesis University of Berlin (2008) (<http://opus.kobv.de/tuberlin/volltexte/2008/1971>)
3. J. Hartmann: High-temperature measurement techniques for the application in photometry, radiometry and thermometry, Physics Reports 469 205-269 (2009)

4. K. Anhalt, J. Hartmann, D. Lowe, G. Machin, M. Sadli, Y. Yamada: Thermodynamic temperature determinations of Co-C, Pd-C Pt-C and Ru-C eutectic fixed-points cells, *Metrologia* 43(2) S78-S83 (2006)
5. E.R. Woolliams, G. Machin, D.H. Lowe, R. Winkler: Metal (carbide)–carbon eutectics for thermometry and radiometry: a review of the first seven years, *Metrologia* 43 R11–R25 (2006)
6. H. Preston-Thomas: The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90), *Metrologia* 27 3-10 (1990)
7. R.E. Bedford, G Bonnier, H. Maas, F. Pavese: Recommended values of temperature on the International Temperature Scale of 1990 for a selected set of secondary reference points, *Metrologia* 33 133-154 (1996)

II. Eingehende Darstellung

1. Darstellung der erzielten Ergebnisse

Im Folgenden wird zunächst das im Projektzeitraum entwickelte Herstellungsverfahren der Fixpunktmaterialien beschrieben, anschließend wird die Untersuchung der eutektischen Fixpunkt-Materialien als Temperaturreferenz in der Dynamischen Differenzkalorimetrie dargestellt.

In Zusammenarbeit zwischen der PTB und der HTM Reetz GmbH konnten Fe-C, Co-C, Ni-C und Pd-C als sinnvolle Fixpunktmaterialien ausgewählt werden. Als Material für die Tiegel wurde Graphit und Al_2O_3 bestimmt. Aus den ausgewählten Materialien wurden von der PTB im Nagano-Hochtemperaturofen erste Fixpunkte hergestellt. Bilder der anfänglichen Herstellungsschritte sind in Abbildung 1 gezeigt.



Abbildung 1: Herstellung der MC-Fixpunkte im Ofen der PTB. Links: Kunststoff-Glovebox zum Mischen und Füllen der Tiegel mit der eutektischen Metall-Kohlenstoff-Mischung. Rechts: a) Isolationskörper des Ofens, b) Blick in den Isolationskörper mit Heizer, c) Heizer und Schutzrohr, d) Heizer ohne Schutzrohr mit Tiegel für die eutektischen Metall-Kohlenstoff-Fixpunkte

Die entsprechenden Metallpulver werden mit Graphitpulver gemischt und in die Graphit-Tiegel eingebracht. Die präparierten Fixpunkte in den Tiegeln sind in Abbildung 2 dargestellt.



Abbildung 2: Drei präparierte Fixpunktziegel in einem Graphithalter vor dem Einschmelzen

Nach dem Einschmelzen bilden sich in den Tiegeln Kügelchen des entsprechenden eutektischen Gemisches, die für Co-C und Fe-C exemplarisch in Abbildung 3 dargestellt sind. Überschüssiges Graphitpulver scheidet sich außerhalb der Kügelchen ab.



Abbildung 3: Fertige eutektische Metall-Kohlenstoff Fixpunkte (links Fe-C, rechts Co-C)

Das hier beschriebene Verfahren ermöglicht jedoch in einem Arbeitsschritt nur die Herstellung von 3 Fixpunkten. Da insbesondere für den späteren Einsatz und Vertrieb durch die Firma Netzsch Gerätebau GmbH eine deutlich höhere Anzahl von Fixpunkten notwendig ist, war eine neue Herstellungsmethode notwendig. Im Laufe des Projektes wurde daher ein neues, innovatives Verfahren zur schnellen Herstellung einer größeren Zahl von Fixpunkten erfolgreich entwickelt.

Die Bestimmung der Fixpunkttemperatur mit der Methode der dynamischen Differenzkalorimetrie (Dynamic Scanning Calorimetry DSC) ist in Abbildung 4 skizziert. Zur Bestimmung der Fixpunkttemperatur wird eine Ausgleichsgerade durch die ansteigende Flanke des DSC-Signals gelegt und deren Schnittpunkt mit der linear extrapolierten Anfangsbasislinie bestimmt. Man erhält die so genannte extrapolierte Peak-Onset-Temperatur, die in der dynamischen Differenzkalorimetrie der Schmelztemperatur zugeordnet wird. An der Abbildung 4 erkennt man, dass die Onset-Temperatur von der Wahl der Tangente abhängt, und diese ist wiederum von der Form des DSC-Signals abhängig. Bei eindeutigen DSC-Signalen ist die Lage der Ausgleichsgeraden und damit auch die Onset-Temperatur eindeutig definiert. Weicht die Signalform von der idealen Form ab, ergibt sich eine Unsicherheit in der Bestimmung der Onset-Temperatur, die in der Gesamtunsicherheit der Fixpunkttemperatur berücksichtigt werden muss. Durch Variation der Aufheizrate kann die Onset-Temperatur als Funktion der Aufheizrate bestimmt und auf die Aufheizrate null extrapoliert werden. Durch die Extrapolation auf die Heizrate Null werden apparative und methodenabhängige Einflüsse weitestgehend eliminiert und die Gleichgewichtsschmelztemperatur des untersuchten Materials ermittelt.

Die von der Firma Netzsch Gerätebau GmbH für die Laufzeit des Projektes zur Verfügung gestellte hochmoderne Apparatur STA Jupiter ermöglicht dynamische Differenzkalorimetrie im Temperaturbereich bis 1650 °C, mit Hilfe eines Rhodium-Ofens und simultane thermische Analysen mit einem Wolfram-Ofen sogar bis zu 2300 °C.

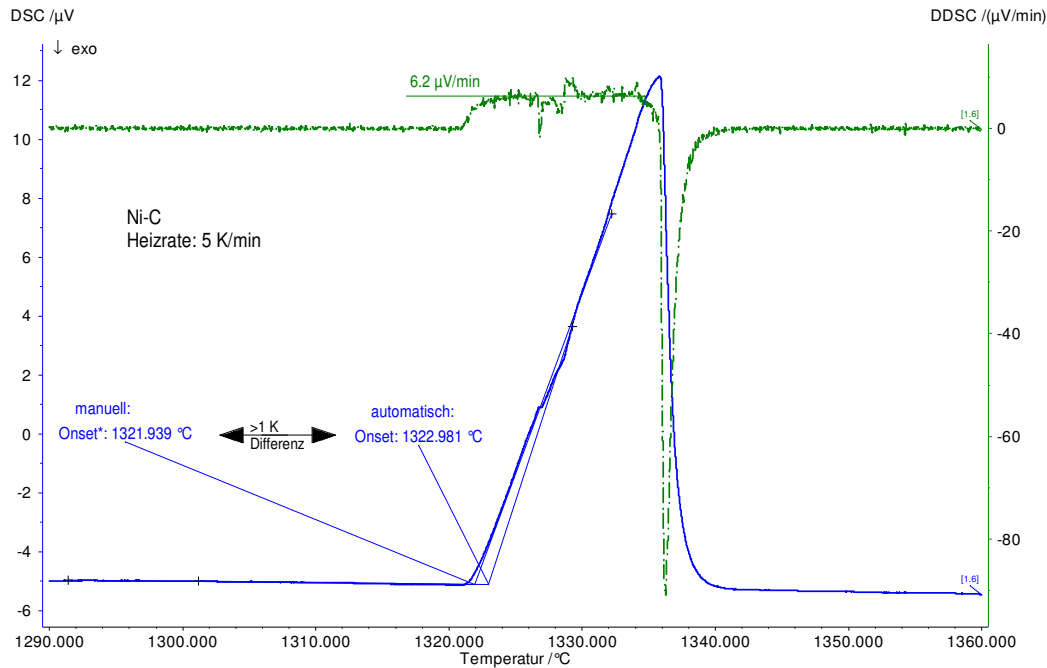


Abbildung 4: Prinzip der Bestimmung der Fixpunkttemperatur über die Onset-Temperatur des Signals aus der dynamischen Differenzkalorimetrie

Die von der PTB hergestellten vorläufigen Fixpunkte wurden von der Firma Netzsch Gerätebau GmbH in ihren Apparaturen für die dynamische Differenzkalorimetrie zunächst eingehend auf Funktionalität und insbesondere Reproduzierbarkeit untersucht. Nach dieser positiven Validierung wurden die eigentlichen Fixpunkte an der PTB mit dem oben beschriebenen innovativen Verfahren hergestellt. Diese endgültigen Fixpunkte wurden dann an der PTB mit der von der Firma Netzsch Gerätebau GmbH zur Verfügung gestellten Apparatur auf höchstem metrologischen Niveau auf Stabilität und Reproduzierbarkeit untersucht. Zusätzlich wurden mit dem oben beschriebenen Verfahren die Schmelztemperaturen dieser Fixpunkte ermittelt.

Als Ergebnis der Untersuchung konnte festgestellt werden, dass alle Materialien eine gute bis sehr gute Reproduzierbarkeit innerhalb weniger 100 mK bieten.

Bei der Verwendung von Al_2O_3 Tiegel wurde deutlich, dass diese mit dem Kohlenstoff der Legierung reagieren, was die Stabilität der eutektischen Fixpunkte beeinflussen, aber durch die Verwendung eines Graphitscheibchens zwischen Al_2O_3 Tiegel und eutektischem Fixpunktmaterial unterbunden werden kann. Die Möglichkeit somit auch Al_2O_3 Tiegel einzusetzen, ist von hoher praktischer Bedeutung, da diese Tiegel im Temperaturbereich bis 1500 $^{\circ}\text{C}$ deutlich häufiger als Graphittiegel angewandt werden.

Typische Messkurven für Fe-C im Al_2O_3 -Tiegel zeigt Abbildung 5. In Abbildung 6 sind die Ergebnisse für die unterschiedlichen Heizraten sowie die erhaltene, extrapolierte Schmelztemperatur nebst ihrer Standardabweichung aufgetragen.

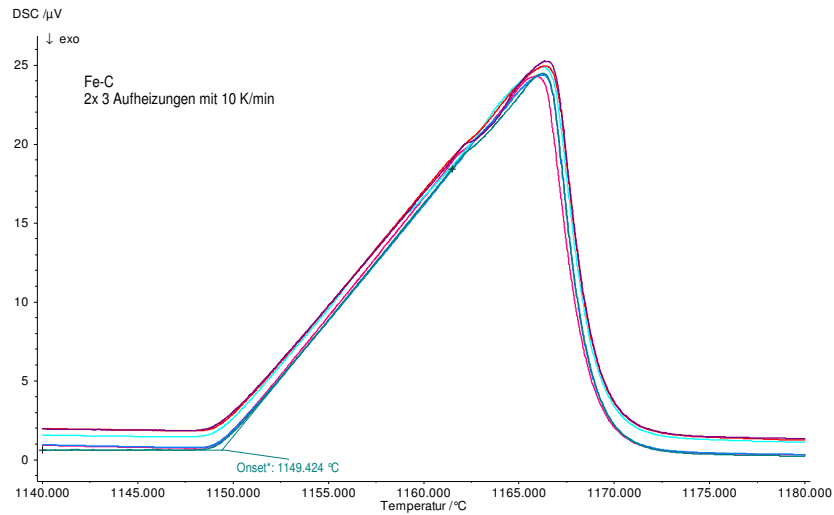


Abbildung 5: DSC-Messkurven für Fe-C im Graphit-Tiegel.

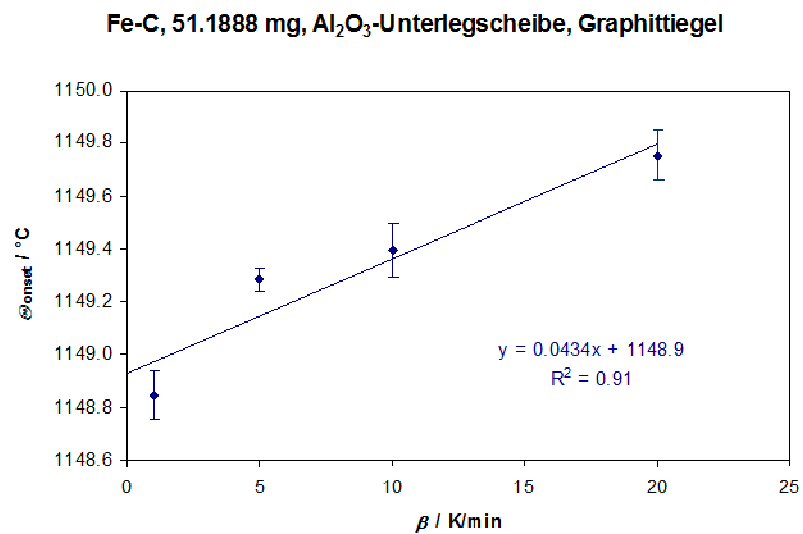
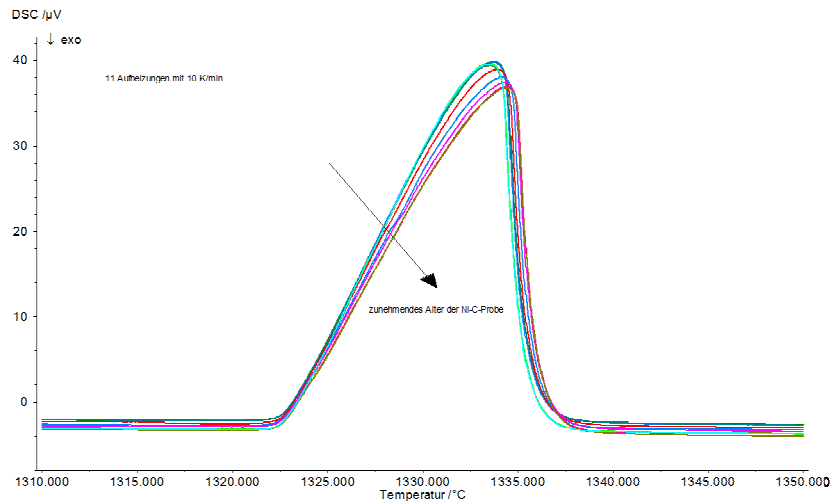


Abbildung 6: Ergebnisse der Bestimmung der Onset-Temperatur für Fe-C im Graphit-Tiegel

Die entsprechenden Messkurven für Ni-C sind in Abbildung 7 dargestellt.



Ni-C, 50.2191 mg, Al_2O_3 -Unterlegscheibe, Graphittiegel

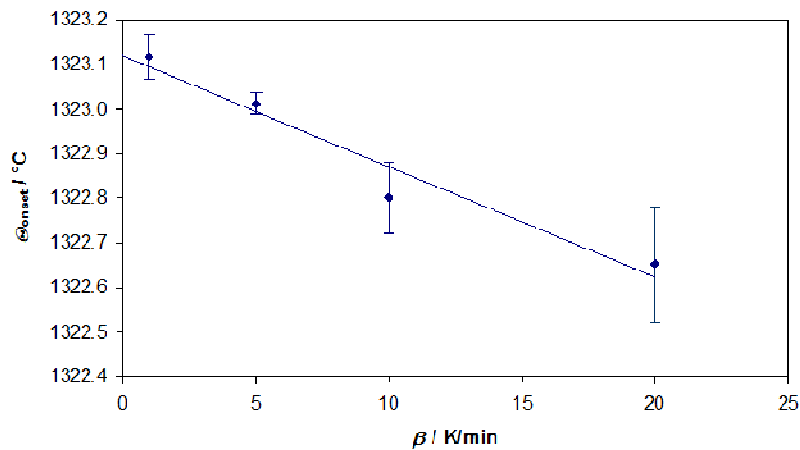


Abbildung 7: Oben: DSC Messkurven für Ni-C im Graphit-Tiegel. Unten: Ergebnis der Onset-Temperaturbestimmung

Ursprünglich war die Untersuchung und Anwendung der eutektischen Fixpunktmaterialien vorwiegend für den Temperaturbereich zwischen 1000 $^{\circ}\text{C}$ und 1500 $^{\circ}\text{C}$ geplant. Die sehr guten Erfahrungen mit dieser Materialklasse im ersten Projekthalbjahr in diesem Temperaturbereich führten zur Erweiterung des Temperaturbereichs bis 2000 $^{\circ}\text{C}$ im Rahmen einer kostenneutralen Verlängerung des Projektes. Untenstehend sind die ersten DSC-Messkurven in diesem erweiterten Temperaturbereich für Fixpunkte aus Pt-C (1738 $^{\circ}\text{C}$) und Ru-C (1953 $^{\circ}\text{C}$) zu sehen.

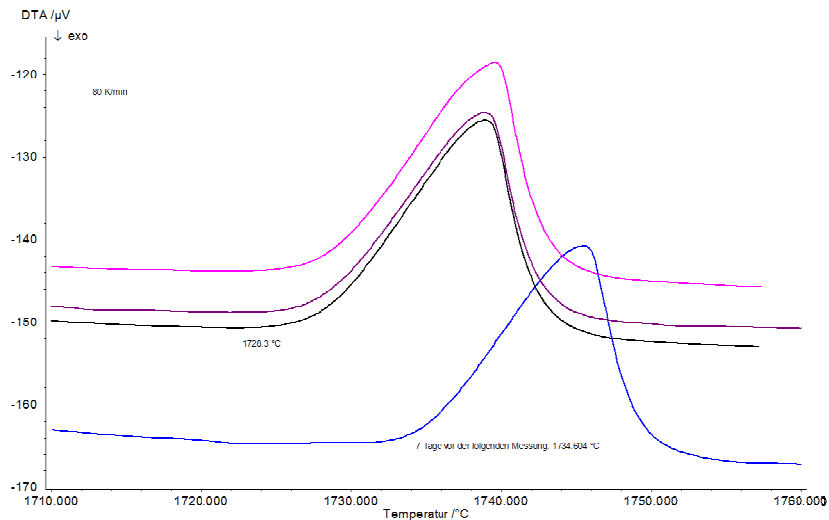


Abbildung 8: DSC-Messkurven für Pt-C im Graphittiegel

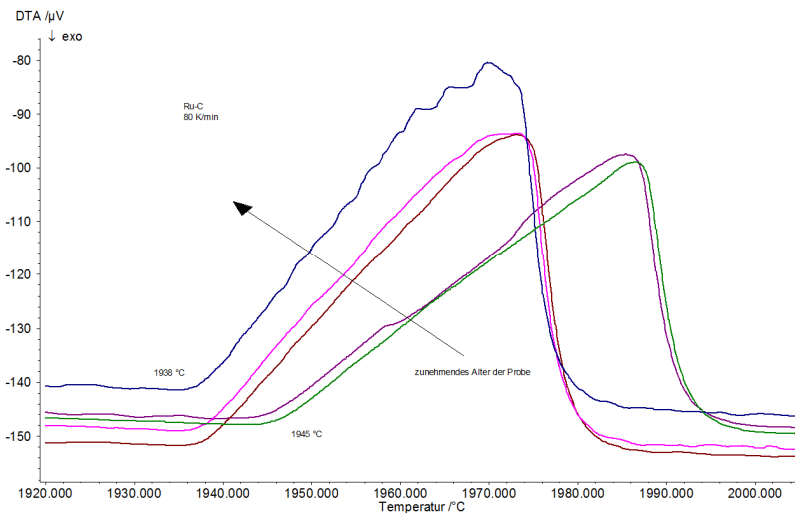


Abbildung 9: DSC-Messkurven für Ru-C im Graphittiegel

Aufbauend auf diesen erfolgversprechenden Ergebnissen wurden die Untersuchungen der hochschmelzenden Eutektika in der von der Firma Netzsch zur Verfügung gestellten STA Jupiter detailliert fortgesetzt. Die dabei erzielten Ergebnisse zeigen die Abbildungen 13-18. In Abbildung 10 sind die DSC-Kurven für die Messungen an Pd-C gezeigt. Diese Messungen wurden in verschiedenen Zeiträumen wiederholt. Die Ergebnisse der Onset-Temperaturbestimmung an zwei nach einer Zeitspanne von zwei Wochen durchgeführten Messphasen sind in Abbildung 11 dargestellt. Zwischen diesen beiden Messphasen wurde die Apparatur für die Messung höherschmelzender Eutektika verwendet. Die jeweils auf die Heizrate null extrapolierten Onset-Temperaturen weichen um 10 K voneinander ab. Nach ausführlichem Literaturstudium und der Konsultation von Experten für Hochtemperatur-Thermoelemente spiegelt dieses Ergebnis die Instabilität der Hochtemperatur-Thermoelemente

auf Basis von Wolfram-Rhenium-Legierungen wieder, die in der STA Jupiter zum Einsatz kommen.

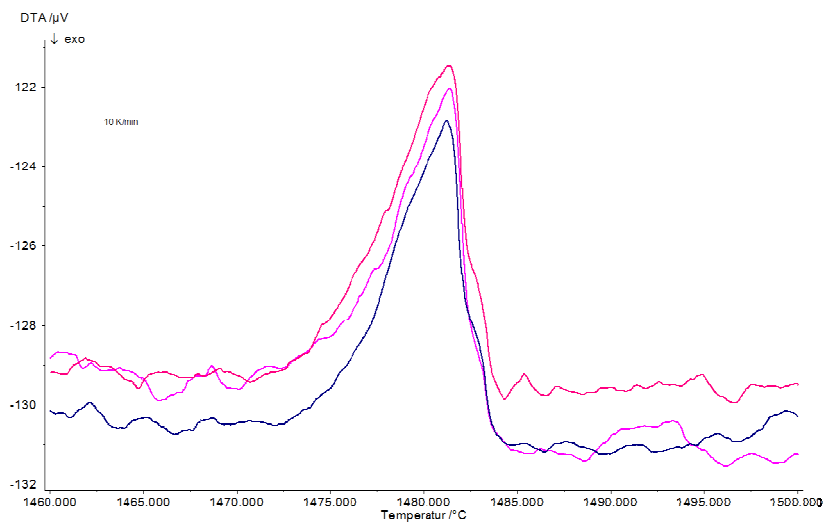


Abbildung 10: DSC Kurven für die Pd-C Messungen

Daher ist Abbildung 11 ein fundierter Beweis dafür, dass die Zielstellung dieses MNPQ-Projektes absolut richtig und wegweisend ist, zeigt diese doch klar die Notwendigkeit von Temperaturfixpunkten für die dynamische Differenzkalorimetrie und die simultane thermische Analyse. Durch die Verwendung der hier entwickelten Fixpunkte kann die Temperaturunsicherheit im Bereich oberhalb 1700 °C um ca. einen Faktor 10 verbessert werden.

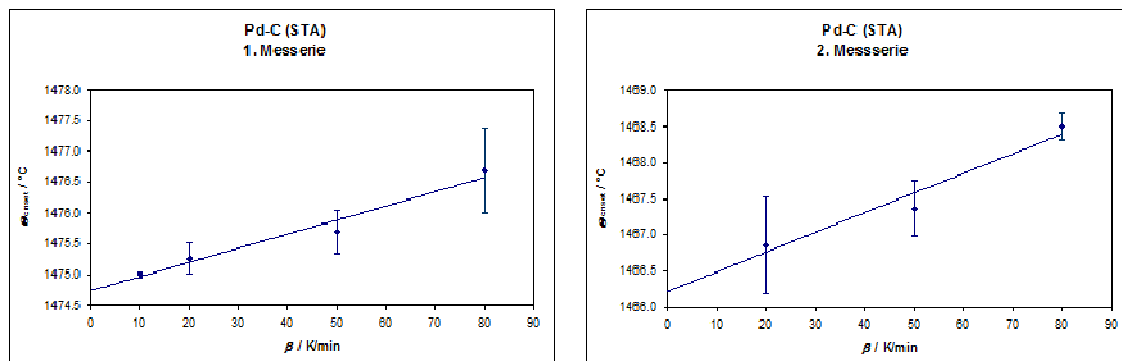


Abbildung 11: Bestimmung der Onset-Temperatur für Pd-C an zwei unterschiedlichen Messreihen mit zweiwöchigem Abstand

Aufgrund der hier deutlich gewordenen Problematik mit den verwendeten Wolfram-Rhenium-Hochtemperatur-Thermoelementen waren auch Messungen an Pt-C, Ru-C und Ir-C (siehe Abbildung 12, Abbildung 13 und Abbildung 14) mit hohen Unsicherheiten behaftet, so dass in der Kürze der zur Verfügung stehenden Projektverlängerung leider keine abschließende Bestimmung der Onset-Temperatur erfolgen konnte.

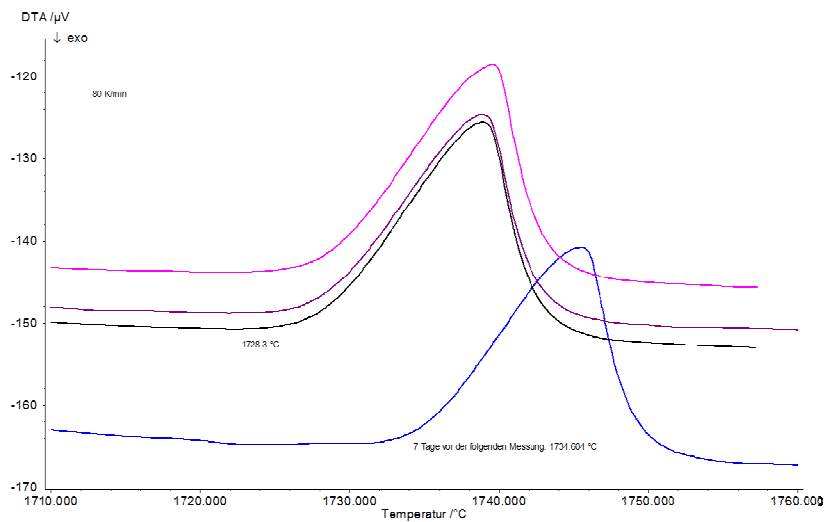


Abbildung 12: Ergebnisse für die Pt-C-Messungen

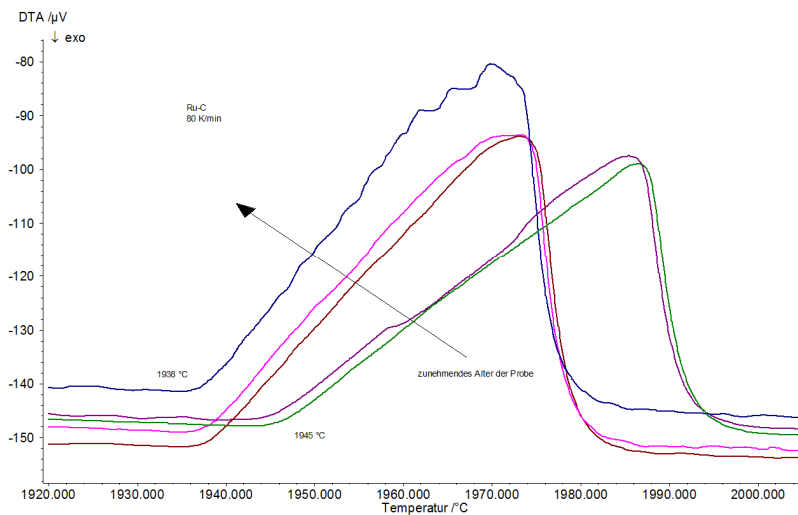


Abbildung 13: Ergebnisse für die Ru-C-Messungen

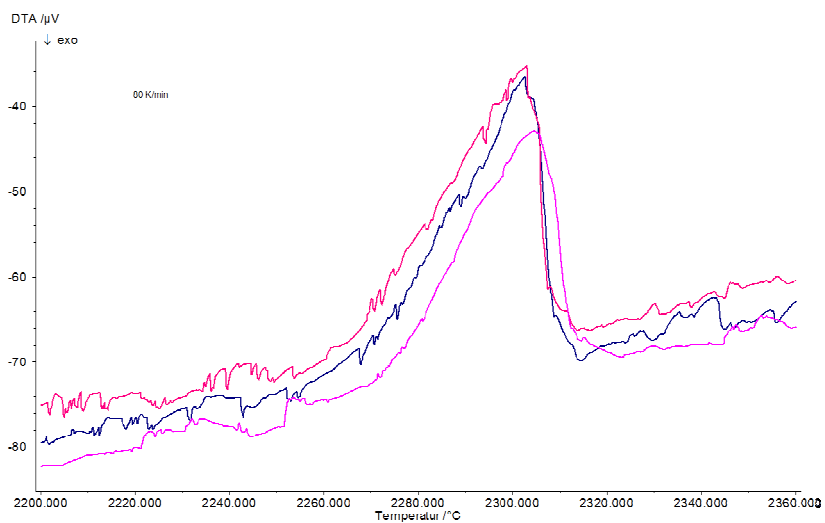


Abbildung 14: Ergebnisse für die Ir-C-Messungen

Aufgrund der Problematik der Wolfram-Rhenium Hochtemperatur-Thermoelemente kann noch keine abschließende Aussage über die reproduzierbare Anwendbarkeit der Eutektika Pt-C, Ru-C sowie Ir-C vorgelegt werden. Die im nächsten Kapitel dargestellte Temperaturvalidierung mit Hilfe der Strahlungsthermometrie bestätigt aber eindrucksvoll die Stabilität dieser Eutektika, so dass die wahrscheinlichste Erklärung für die in den Abbildungen 15 bis 17 sichtbare Drift der Onset-Temperatur in der Stabilität der Hochtemperaturthermoelemente zu suchen ist. Die Ergebnisse der Messungen sind in Tabelle 2 zusammengefasst.

Tabelle 2: Ergebnisse der Differenzkalorimetrischen Untersuchung der Metall-Kohlenstoff-Eutektika. Angegeben sind die gemessenen Standardabweichungen der Onset-Temperaturen.

M-C	Graphittiegel	Al ₂ O ₃ -Tiegel
Fe-C	250 mK in 20 Schmelzen	280 mK in 16 Schmelzen 500 mK in 25 Schmelzen
Co-C	130 mK in 7 Schmelzen	140 mK in 5 Schmelzen
Ni-C	390 mK in 25 Schmelzen	470 mK in 10 Schmelzen
Pd-C	470 mK in 25 Schmelzen	Möglich mit Graphitscheibe im Tiegel

Zur Validierung der Fixpunktmaterialien kam die etablierte Methode der Strahlungsthermometrie zum Einsatz. Dazu wurden aus der gleichen Materialcharge neben den kleinen Fixpunkten auch große strahlungsthermometrische Fixpunkte hergestellt, wie sie in Abbildung 15 gezeigt sind.

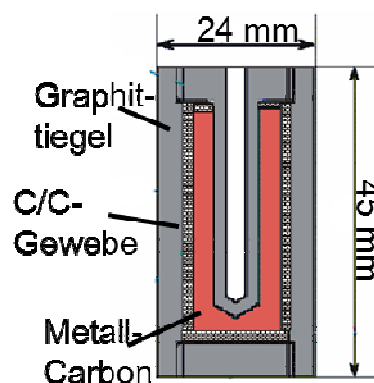


Abbildung 15: Strahlungsthermometrische Fixpunktzellen

Die Durchführung der strahlungsthermometrischen Validierung erfolgte gemäß Abbildung 16 und die Ergebnisse sind in Tabelle 4 aufgelistet.

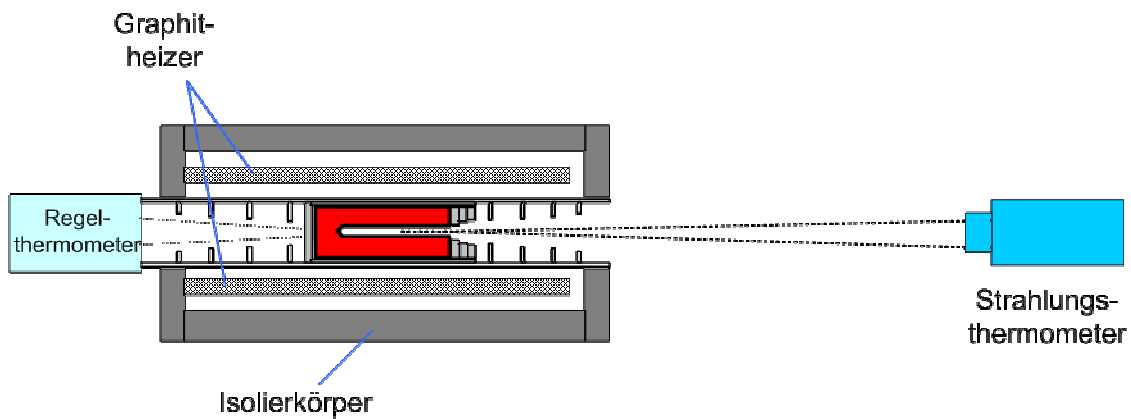


Abbildung 16: Strahlungsthermometrische Bestimmung der Fixpunkttemperatur

Tabelle 3: Ergebnisse der Stabilitätsuntersuchung der eutektischen Fixpunkte mit Hilfe der Strahlungsthermometrie

	Schmelztemperatur	Stdabw. (3-4 Schmelzen) / K	<i>u</i> (Temperatur- messung, <i>k</i>=1) / K
Fe-C, 18 g	1154.78 °C	0.04	0.30
Ni-C, 22 g	1329.31 °C	0.01	0.32
Pd-C, 24 g	1492.39 °C	0.02	0.36
Pt-C, 44 g	1738.3 °C	0.03	0.50
Ru-C, 26 g	1953 °C	0.04	0.62

3. Erfolgte und geplante Veröffentlichung des Ergebnisses

Die Anwendung der Metall-Kohlenstoff-Eutektika in der Kalorimetrie in Verbindung mit einer Graphitunterlegscheibe wurde im Rahmen dieses Projektes bereits zum Patent eingereicht, welches sich aktuell in der Prüfung befindet. Die Ergebnisse dieser Arbeit wurden auf verschiedenen Konferenzen präsentiert und mit der Fachwelt diskutiert. Die Resonanz dieser Publikationen und Diskussionen war durchweg positiv. Eine Posterpräsentation auf der ESTAC 2010 in Rotterdam wurde sogar mit dem Preis für eines der besten Poster ausgezeichnet.

Im Einzelnen handelte es sich um folgende Publikationen:

K. Anhalt, S. M. Sarge, R. Pagel, A. Schindler, T. Denner, J. Hartmann, Eutectic high-temperature fixed-points for improved traceability in DSC/DTA, 9. Workshop on subsecond thermophysics, Graz (Österreich), September 2010

S. Sarge, K. Anhalt, R. Pagel, J. Hartmann: Temperature calibration of thermoanalytical apparatus above 1000 °C by means of Metal-Carbon Eutectics, ESTAC 2010, August 2010, Rotterdam (Niederlande) (Poster, Best Poster Award)

K. Anhalt, A. Schindler, Y. Moriya, S. Sarge, R. Pagel, T. Denner, J. Hartmann: Metal(carbide)-carbon eutectic high-temperature fixed-points for dynamic differential scanning calorimetry, Tempmeko 2010, Juni 2010, Portoroz (Slovenien)

K. Anhalt, A. Schindler, T. Denner, S. Sarge, R. Pagel, J. Hartmann: Eutektische Hochtemperatur Fixpunkte für die dynamische Differenzkalorimetrie, Sensoren und Messsysteme 2010, Mai 2010, Nürnberg

K. Anhalt, A. Schindler, T. Denner, S. Sarge, R. Pagel, J. Hartmann: Eutektische Hochtemperatur Fixpunkte für die dynamische Differenzkalorimetrie, Vortrag, Treffen des AK Thermophysik 2010, 4. - 5. März 2010, Karlsruhe