

Entwicklung einer simulationsgestützten Methodik zur Auslegung von Hochtemperatur- Mikrowellenprozessen

Von der Fakultät für Ingenieurwissenschaften
der Universität Bayreuth
zur Erlangung der Würde eines
Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)
genehmigte Dissertation

von

Dipl.-Ing. Andreas Rosin

aus

Düsseldorf

Erstgutachter: Prof. Dr. rer. nat. M. Willert-Porada

Zweitgutachter: Prof. Dr.-Ing. J. Jelonnek

Tag der mündlichen Prüfung: 10. März 2015

Lehrstuhl für Werkstoffverarbeitung

Universität Bayreuth

2015

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich zunächst sehr herzlich bei Frau Prof. Dr. Willert-Porada bedanken, an deren Lehrstuhl für Werkstoffverarbeitung ich die Gelegenheit bekommen habe, diese Arbeit anzufertigen. Frau Prof. Willert-Porada hat mir während meiner Arbeit große gestalterische Freiheit gelassen, und stand mir gleichzeitig mit fachlichem Rat und großem Engagement zur Seite, damit diese Arbeit gelingen konnte.

Herrn Prof. Dr. Jelonnek danke ich für die Bereitschaft, dass Zweitgutachten zu übernehmen, und die wichtigen Anregungen und Hinweise, die er zum Gelingen dieser Arbeit beigesteuert hat. Ebenso möchte ich mich bei den weiteren Mitgliedern des Prüfungsausschusses, Herrn Prof. Dr. Moos und Herrn Prof. Dr. Steinhilper, herzlich bedanken.

Allen früheren und aktuellen Kolleginnen und Kollegen am Lehrstuhl und bei InVerTec möchte ich für die kollegiale und stimulierende Arbeitsatmosphäre und die vielen kleinen und großen Hilfestellungen danken. Dr. Thorsten Gerdes und Achim Schmidt-Rodenkirchen danke ich unter anderem für viele spannende und lehrreiche Mikrowellenprojekte, die wir in den letzten Jahren gemeinsam durchgeführt haben, die den Anstoß für das Thema dieser Arbeit gegeben haben. Ho-Seon Park und Kanat Kyrgyzbaev danke ich für Unterstützung und Rat bezüglich Computersimulationen. Daniel Leykam danke ich für die Unterstützung bei der Einrichtung und Betreuung von Hardware und Software und dafür, dass er schnelle Lösungen parat hatte, wenn es irgendwo hakte. Meinen Bürokolleginnen und -kollegen, die über die Jahre wechselten, danke ich für viele ergiebige Diskussionen zu materialwissenschaftlichen Themen, aber auch den Einblick in ihre persönlichen Lebenserfahrungen und kulturelle Herkunft.

Den fleißigen Korrekturleserinnen und -lesern Harry Rosin, Annika Rosin, Johannes Dalmer, Mirjam Margraf und Rebekka Dalmer danke ich für ihren mühevollen Einsatz.

Und schließlich möchte ich mich bei den Familien bedanken, die mich die letzten Jahre unermüdlich unterstützt und mir den Rücken freigehalten haben:

Meinen Eltern danke ich dafür, dass sie meine Begeisterung für Technik früh gefördert, mir das Studium ermöglicht haben und all die Jahre eine wichtige Stütze waren.

Rebekkas Familie danke ich für die Unterstützung bei uns zuhause, wenn mal „Land unter“ war und sie sich um die alltäglichen Dinge des Lebens mit gekümmert haben.

Und schließlich gilt mein Dank Rebekka und Ida, die in den letzten beiden Jahren viel Geduld und Verzicht üben mussten, damit diese Arbeit fertiggestellt werden konnte. Eurer großer Rückhalt hat mir zusätzliche Kraft und Motivation gegeben, diese Arbeit erfolgreich abzuschließen.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	9
1.1. Überblick	9
1.2. Ziel der Arbeit	9
2. Theoretische Grundlagen	11
2.1. Wechselwirkung elektromagnetischer Wellen mit Materie	12
2.1.1. Elektromagnetischer Energieerhaltungssatz	12
2.1.2. Absorption und Streuung	16
2.1.3. Thermische Emission	23
2.2. Mikrowellenerzeugung und -applikatoren	24
2.2.1. Mikrowellenfrequenzen	25
2.2.2. Mikrowellenresonatoren	26
2.2.3. Hybride Heizsysteme	27
2.3. Anwendungsgebiete der Mikrowellenerwärmung	28
2.3.1. Mikrowellenerwärmung von biologischen und organischen Materialien	28
2.3.2. Mikrowellenerwärmung von anorganischen Werkstoffen	30
3. Mathematische und experimentelle Methoden	33
3.1. Vorgehensweise und betrachtete Materialien	33
3.1.1. Vergleich mathematischer Methoden zur Berechnung der Energieabsorption	33
3.1.2. Materialien	34
3.2. Mathematische Methoden	37
3.2.1. Analytische Berechnung der Mikrowellenabsorption	37
3.2.2. Numerische Methoden	37
3.2.3. Modellierung der differentiellen Wärmebilanz	41
3.2.4. Modellierung der Fluidströmung	43
3.3. Geometrische Modellbildung	44
3.3.1. Geometrisches Modell für die analytische Mikrowellenberechnung	44
3.3.2. Geometrisches Modell für die numerische Mikrowellenberechnung	45
3.3.3. Geometrisches Modell für die thermische Simulation	48
3.4. Anfangs- und Randbedingungen	49
3.4.1. Anfangsbedingungen Mikrowellensimulation	50
3.4.2. Randbedingungen Mikrowellensimulation	50
3.4.3. Anfangsbedingungen thermische Simulation	51
3.4.4. Randbedingungen thermische Simulation	51
3.5. Vernetzung, Modellgröße und Rechenzeit	52
3.5.1. Vernetzung bei der Mikrowellensimulation	52
3.5.2. Vernetzung bei der thermischen Simulation	54
3.6. Kopplung von elektromagnetischer und thermischer Simulation	54
3.6.1. Methode der seriellen, unidirektionalen Kopplung	56
3.6.2. Berechnung mit und ohne Sinterschrumpfung	59
3.6.3. PID-Regler für konstante Heizraten	60

3.7. Materialeigenschaften	63
3.7.1. Temperaturabhängige Stoffeigenschaften	64
3.7.2. Porositätsabhängige Eigenschaften	69
3.7.3. Effektive Permittivität	70
4. Ergebnisse	75
4.1. Überblick	75
4.2. Analytische Berechnung der Mikrowellenabsorption	75
4.2.1. Materialabhängige Absorption als Funktion von Durchmesser und Temperatur	76
4.2.2. Materialabhängige Absorption als Funktion der Frequenz	78
4.2.3. Einfluss der Materialporosität auf die Absorption	79
4.2.4. Prinzipielle Kategorisierung des Absorptionsverhaltens	80
4.3. Numerische Berechnung der Mikrowellenabsorption	82
4.3.1. Vergleich von analytischer Berechnung und numerischer Simulation	83
4.3.2. Einfluss der Geometrie von Resonator und Probe	84
4.3.3. Fehlerbetrachtung	87
4.4. Transiente Simulation der Mikrowellenerwärmung	88
4.4.1. Simulation der material-, temperatur- und volumenabhängigen Mikrowellendissipation	89
4.4.2. Simulation des zeitabhängigen Aufheizverhaltens	92
4.4.3. Berechnung der thermischen Spannungen beim Mikrowellenerwärmen	97
4.4.4. Temperaturverteilung und Wärmeströme	100
5. Diskussion	105
5.1. Kategorisierung des Mikrowellenabsorptionverhaltens von Dielektrika	105
5.2. Untersuchung der Mikrowellenabsorption in geschlossenen Resonatoren	107
5.3. Transiente Simulation von Mikrowellen-Erwärmungsprozessen	109
5.4. Methodik zur Auslegung von Hochtemperatur-Mikrowellenprozessen	116
6. Zusammenfassung	119
7. Summary	123
A. Grundlagen elektromagnetischer Wellen	127
A.1. Grundlagen der Maxwell-Gleichungen	127
A.1.1. Das Gaußsche Gesetz für elektrische Felder	127
A.1.2. Das Gaußsche Gesetz für magnetische Felder	127
A.1.3. Das Faradaysche Gesetz	128
A.1.4. Ampère-Maxwellsches Gesetz	128
A.2. Die Wellengleichung	130
A.3. Makroskopische und komplexe Maxwell-Gleichungen	131
A.4. Permittivität, Permeabilität und Suszeptibilität	134
A.4.1. Zusammenhang zwischen Permittivität und elektrischer Leitfähigkeit	137
A.4.2. Zusammenhang zwischen Permittivität und Brechungszahl	138
A.4.3. Frequenzabhängigkeit der dielektrischen Funktion	139
A.4.4. Temperaturabhängigkeit	150
B. Symbole und Zeichen	151
B.1. Liste der verwendeten Symbole	151
B.1.1. Symbole mit lateinischen Buchstaben	151
B.1.2. Symbole mit griechischen Buchstaben	152

B.1.3. Indizes	152
B.1.4. Liste der verwendeten Naturkonstanten	152
B.2. Verwendete Abkürzungen	153
C. Stoffeigenschaften	155
C.1. Thermische Eigenschaften	155
C.2. Dielektrische Eigenschaften	156
D. Resonatormoden	157
D.1. Resonante Moden der betrachteten Resonatoren	157
E. Programm-Code	159
E.1. R-Code für das erweiterte BHMIE-Skript	159
F. Persönliche Angaben	163
Literaturverzeichnis	166

1. Einleitung

1.1. Überblick

Mikrowellenerwärmungsverfahren finden in zahlreichen technologischen Bereichen Anwendung. Die Mikrowellenerwärmung ermöglicht, je nach Material und seiner dielektrischen Eigenschaft, eine volumetrische Erwärmung des Gutes oder eine selektive Erwärmung eines spezifischen Bestandteils des zu erwärmenden Gutes, da die elektromagnetische Strahlung eine material- und wellenlängenspezifische Eindringtiefe in das Bauteil besitzt. Damit weist die Mikrowellenerwärmung Vorteile gegenüber konventionellen Erwärmungsverfahren auf, bei denen die Wärme vor allem durch Wärmeleitung im zu erwärmenden Gut verteilt wird. Eine effektive Auslegung eines Mikrowellenerwärmungsprozesses muss allerdings weit mehr Randbedingungen berücksichtigen, als dies bei einem konventionellen Erwärmungsverfahren der Fall ist. Neben den wärmetechnischen Parametern und Stoffdaten, die für eine verfahrenstechnische Auslegung und/oder rechnergestützte Simulation eines klassischen Aufheizvorgangs benötigt werden, ist bei der Mikrowellenerwärmung zum einen die Kenntnis der temperaturabhängigen Permittivität des zu erwärmenden Materials eine entscheidende Voraussetzung, zum anderen spielen auch geometrische Faktoren des Bauteils bei der Umwandlung von elektromagnetischer Strahlung in Wärme eine wichtige Rolle. Als Fallbeispiel dient in dieser Arbeit die Erwärmung und Sinterung keramischer Werkstoffe durch Mikrowellen.

1.2. Ziel der Arbeit

Ziel dieser Arbeit ist es zum einen, das Absorptionsverhalten keramischer Materialien sowohl als Funktion ihrer dielektrischen Eigenschaften als auch der jeweiligen Objektgröße zu beschreiben und zu kategorisieren. Dazu sollen Methoden zur Berechnung und Klassifizierung entwickelt werden, die das potenzielle Absorptionsverhalten eines Materials als Funktion der Bauteilgröße, Temperatur und Materialdichte zu Beginn einer verfahrenstechnischen Auslegung bei einer Mikrowellenerwärmung mit der Frequenz 2.45 GHz abschätzen helfen.

Für die Detailauslegung von Hochtemperatur-Mikrowellenprozessen werden verstärkt numerische Berechnungsmethoden eingesetzt. Dazu ist eine Kopplung von elektromagnetischer und thermischer Berechnung erforderlich. Mikrowellen-Simulationsverfahren ermöglichen die frequenzabhängige Berechnung der elektromagnetischen Feldausbreitung im mikrowellenbeaufschlagten Raum, oft gekoppelt mit der Berechnung der lokal dissipierten Leistung. Die Kopplung von dissipierter Leistung pro Volumenelement mit einer thermischen Berechnung wird genutzt, um aus der Mikrowellendissipation das transiente, lokale Erwärmungsverhalten über wärmetechnische Berechnungen abzuleiten. Die Vor- und Nachteile der verfügbaren numerischen Verfahren bedingen, dass es nach wie vor schwierig ist, diese physikalische Kopplung mit einem numerischen Verfahren durchzuführen, aufgrund der unterschiedlichen Zeitskalen der Prozesse. Üblicherweise erfolgt die Kopplung zwischen den Berechnungsmodulen für elektromagnetische und thermische Berechnung durch eine zeitlich synchronisierte, sequenzielle Datenübergabe. Da dieses Vorgehen aufwändig und eine Vielzahl dieser Berechnungen für eine Prozessoptimierung erforderlich sind, wird ein Verfahren gesucht, das eine größere Flexibilität bei der verfahrenstechnischen Charakterisierung des Mikrowellenprozesses ermöglicht.

Einleitung

Weiteres Ziel der Arbeit ist es daher, eine Methode zur Kopplung vom Mikrowellen- und Temperatursimulation zu entwickeln, die ohne zeitliche Synchronisation der Simulationsteilprozesse auskommt. Es soll eine simulationsgestützte Methodik entworfen werden, mit der die Berechnung des Aufheizvorgangs am Beispiel keramischer Bauteile zu hohen Temperaturen unter Berücksichtigung der Sinterschrumpfung sowie aller relevanten Wärmetransportmechanismen wie Wärmeleitung, -konvektion und -strahlung möglich ist. Das Vorgehen soll sowohl eine frühe Rückmeldung über die thermische Effizienz des Mikrowellenverfahrens ergeben, um eine Optimierung der Erwärmung im Rahmen der Prozessauslegung zu erzielen, als auch eine multiphysikalische Berechnung des Aufheizverhaltens dielektrischer Materialien ermöglichen. Anhand von Fallbeispielen wird eine Bewertung verfahrenstechnischer Prozessvarianten durch Kombination mit alternativen Heizquellen hinsichtlich der energetischen Effizienz vorgenommen.

Ein zu entwickelnder methodischer Leitfaden soll schließlich die verfahrenstechnische Auslegung von Hochtemperatur-Mikrowellenprozessen auf Basis der oben beschriebenen Methoden erleichtern.

2. Theoretische Grundlagen

Elektromagnetische Wellen bestehen aus gekoppelten elektrischen und magnetischen Feldern. Sie entstehen durch Emission von Photonen (Lichtquanten) aus angeregten Elementarteilchen und treten in der Natur in einem weiten Frequenzbereich auf. Zum elektromagnetischen Wellenspektrum (s. Abbildung 2.1) gehören sowohl Radio- und Funkwellen der leitungslosen Telekommunikationssysteme, Radar- und Mikrowellen, sichtbares Licht, als auch Wärme-, UV-, Röntgen- sowie Gammastrahlung.

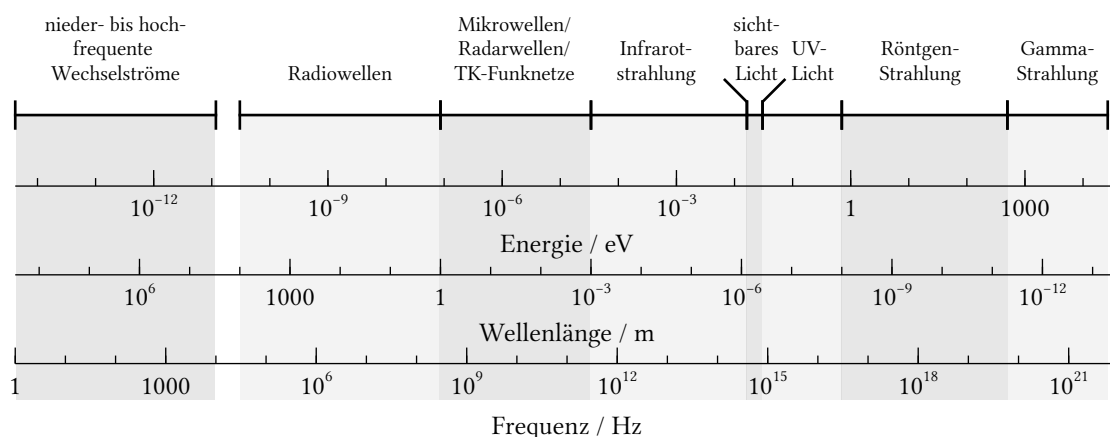


Abbildung 2.1: Elektromagnetisches Frequenzspektrum

Die Theorie der Elektrodynamik stellt die Grundlagen elektromagnetischer Wellen dar. Sie erklärt die Erzeugung elektromagnetischer Wellen durch die Interaktion elektrischer und magnetischer Felder mit elektrischen Ladungen [1]. Die 1864 von MAXWELL aufgestellten Gleichungen der Elektrodynamik [2] vereinigen elektrische und magnetische Kräfte zu einer einheitlichen Theorie und begründen die Existenz elektromagnetischer Wellen, deren experimenteller Nachweis HERTZ 1886 gelang [3]. Einige Jahre später wiesen PLANCK [4] sowie EINSTEIN [5] die quantenmechanische Natur elektromagnetischer Wellen nach. EINSTEIN postulierte 1909 den Welle-Teilchen-Dualismus für Licht [6] und die Existenz von Lichtquanten, später Photonen genannt, mit diskreten Energiezuständen. 1924 erweiterte DE BROGLIE in seiner Dissertation [7] die Vorstellung vom Welle-Teilchen-Dualismus von Photonen auf klassische Teilchen wie z.B. Elektronen und leitete den Zusammenhang zwischen Teilchen-Impuls und der später nach ihm benannten de-Broglie-Wellenlänge der Materie her ($\lambda = \frac{h}{p}$). In den 1940er Jahren wurde die klassische Elektrodynamik durch FEYNMAN [8], SCHWINGER sowie weitere Wissenschaftler [9] zur umfassenden Quantenelektrodynamik ausgebaut, die elektrodynamische Vorgänge auf mikroskopischer bzw. atomarer Ebene beschreibt und die klassische Elektrodynamik als Grenzfall einschließt.

Die von MAXWELL [10] zusammengefassten Relationen zur Beschreibung der Grundlagen des Elektromagnetismus teilen sich auf in folgende vier Gesetze, die auf den Arbeiten von GAUSS, FARADAY und AMPERE gründen, von HEAVISIDE in vektorielle Form gebracht wurden [11, S. 108-112] und nachfolgend für zeitharmonische Felder $\underline{g}(\vec{x}, t) = g_0(\vec{x}) \cos[-\omega t + \phi(\vec{x})]$ mittels Phasor $\underline{g}(\vec{x}) = g_0(\vec{x}) e^{i\phi(\vec{x})}$, es gilt $\underline{g}(\vec{x}, t) = \text{Re}(\underline{g}(\vec{x}) e^{-i\omega t})$, in komplexer Form beschrieben sind [12, S. 293-295]:

1. Gaußsches Gesetz für elektrische Felder: $\vec{\nabla} \cdot \vec{D} = \rho$
2. Gaußsches Gesetz für magnetische Felder: $\vec{\nabla} \cdot \vec{B} = 0$
3. Faradaysches Gesetz: $\vec{\nabla} \times \vec{E} = -i\omega\mu\vec{H}$
4. Ampère-Maxwellsches Gesetz: $\vec{\nabla} \times \vec{H} = \vec{J} + i\omega\varepsilon\vec{E}$ mit $\vec{J} = \vec{J}_s + \sigma\vec{E}$

Im Folgenden wird durchgängig das internationale Einheitensystem SI (frz. *Système international d'unités*) [13] mit den Grundeinheiten Kilogramm für Masse, Sekunde für Zeit und Coulomb für Ladung angewendet. Eine ausführliche Einführung in die Grundlagen der Maxwell'schen Gleichungen und zu dielektrischen Funktionen wird im Anhang A vorgestellt.

2.1. Wechselwirkung elektromagnetischer Wellen mit Materie

Trifft eine Mikrowelle auf ein Medium, kommt es zur Wechselwirkung zwischen elektromagnetischer Welle und Materie. Kennzeichende Größen sind dabei die Frequenz f der Welle und die Permittivität ε bzw. Permeabilität μ des Mediums. Die elektromagnetische Welle wird dabei gestreut und absorbiert. Der Anteil gestreuter wie absorbiertes Strahlung ist eine Funktion der Frequenz der Strahlung, der Größe und Form des Objekts sowie der Materialeigenschaften. Die Absorption (oder auch Dissipation) der elektromagnetischen Welle führt zur Umwandlung von elektromagnetischer Energie in andere Energieformen wie z.B. Wärme. Die Höhe der Dissipation wird durch die elektrischen, dielektrischen und magnetischen Eigenschaften des Mediums sowie die Höhe der Feldstärken bestimmt und geht aus der Energieerhaltung hervor, wie nachfolgend gezeigt. Die Relevanz der aus der Optik bekannten Streuung und Absorption elektromagnetischer Wellen für die Mikrowellenerwärmung wird in den folgenden Abschnitten erläutert.

2.1.1. Elektromagnetischer Energieerhaltungssatz

Wenn eine elektromagnetische Welle auf ein beliebig geformtes Objekt mit dem Volumen V und der Oberfläche S sowie den komplexen, Materialparametern $\hat{\sigma}$, $\hat{\varepsilon}$ und $\hat{\mu}$ gemäß Abbildung 2.2 trifft, wird sie an jedem Punkt innerhalb des Objekts zeit- und frequenzabhängige reversible und irreversible elektrische, dielektrische und magnetische Wechselwirkungen induzieren. Irreversibel dissipierte elektromagnetische Energie $\mathcal{E}_{\text{diss}}$ wird dabei in Wärme umgewandelt.

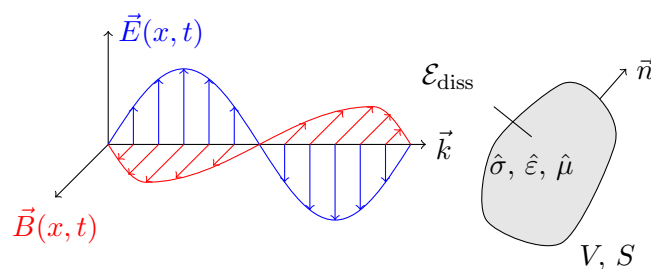


Abbildung 2.2: Wechselwirkung von elektromagnetischer Welle und Materie mit verlustbehafteten Eigenschaften

Die quantitative Bestimmung der Energiebilanz wird mit Hilfe der komplexen Maxwell-Gleichungen in Anlehnung an [14, Kap. 1] für quellenfreie Felder mit harmonischer Zeitabhängigkeit vollzogen. Nach der Eulerschen Formel gilt zwischen der trigonometrischen Formulierung einer harmonischen Schwingung und einer komplexen Exponentialfunktion die Relation $e^{i\alpha} = \cos(\alpha) + i \sin(\alpha)$. Für reelle und komplexe Feldgrößen gilt der Zusammenhang¹:

¹Der Vorfaktor $\sqrt{2}$ berücksichtigt die effektive Höhe der Feldstärke. Soll der Maximalwert betrachtet werden, fällt der Vorfaktor weg.

$$\vec{E}(t) = \sqrt{2} \left| \underline{\vec{E}} \right| \cos(\omega t + \alpha) = \sqrt{2} \operatorname{Re} \left(\left| \underline{\vec{E}} \right| e^{i\omega t} \right). \quad (2.1)$$

Ausgehend von den komplexen Gleichungen des Durchflutungs- und Induktionsgesetzes gilt für jeden beliebigen Punkt des Volumens nach Gleichung A.30 im komplexen Zahlenraum:

$$\vec{\nabla} \times \underline{\vec{E}} = -i\omega \hat{\mu} \underline{\vec{H}} \quad \vec{\nabla} \times \underline{\vec{H}} = (i\omega \hat{\varepsilon} + \hat{\sigma}) \underline{\vec{E}}. \quad (2.2)$$

Die linke Gleichung in Gleichung 2.2 wird mit dem komplex-konjugierten Vektor $\underline{\vec{H}}^*$ skalar multipliziert. Die rechte Gleichung wird nach Konjugieren mit dem komplexen Vektor $\underline{\vec{E}}$ multipliziert:

$$\underline{\vec{H}}^* \cdot (\vec{\nabla} \times \underline{\vec{E}}) = -i\omega \hat{\mu} \underline{\vec{H}}^* \cdot \underline{\vec{H}} \quad \underline{\vec{E}} \cdot (\vec{\nabla} \times \underline{\vec{H}}^*) = (\hat{\sigma} - i\omega \hat{\varepsilon}) \underline{\vec{E}} \cdot \underline{\vec{E}}^*. \quad (2.3)$$

Die Gleichung 2.3 gilt, solange $\hat{\varepsilon}$ und $\hat{\mu}$ skalare Größen ist. Wird die rechte Gleichung von der linken subtrahiert, entsteht aus Gleichung 2.3

$$\underline{\vec{H}}^* \cdot (\vec{\nabla} \times \underline{\vec{E}}) - \underline{\vec{E}} \cdot (\vec{\nabla} \times \underline{\vec{H}}^*) = -i\omega \hat{\mu} \underline{\vec{H}}^* \cdot \underline{\vec{H}} - (\hat{\sigma} - i\omega \hat{\varepsilon}) \underline{\vec{E}} \cdot \underline{\vec{E}}^*. \quad (2.4)$$

Die linke Seite in Gleichung 2.4 wird mit Hilfe der Produktregel für das Kreuzprodukt² umgeformt in $\vec{\nabla} \cdot (\underline{\vec{E}} \times \underline{\vec{H}}^*)$. Weiterhin gilt für das Produkt einer komplexen Zahl mit seiner Konjugierten $\underline{A} \cdot \underline{A}^* = |\underline{A}|^2$. Somit folgt aus Gleichung 2.4

$$\vec{\nabla} \cdot (\underline{\vec{E}} \times \underline{\vec{H}}^*) = -i\omega \hat{\mu} |\underline{\vec{H}}|^2 - (\hat{\sigma} - i\omega \hat{\varepsilon}) |\underline{\vec{E}}|^2 \quad (2.5)$$

Der komplexe Poyntingvektor [15] ist definiert als $\vec{\underline{S}} = (\underline{\vec{E}} \times \underline{\vec{H}}^*)$ und dessen zeitliches Mittel als $\langle \vec{\underline{S}} \rangle = \operatorname{Re} (\underline{\vec{E}} \times \underline{\vec{H}}^*)^3$ [14, S. 20]. Somit ergibt sich aus Gleichung 2.5 folgende Darstellung:

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{\underline{S}} + \hat{\sigma} |\underline{\vec{E}}|^2 + i\omega (\hat{\mu} |\underline{\vec{H}}|^2 - \hat{\varepsilon} |\underline{\vec{E}}|^2) = 0. \quad (2.6)$$

In integraler Schreibweise wird aus Gleichung 2.6 unter Anwendung des Gaußschen Integralsatzes⁴ die Gleichung für Energieerhaltung für die komplexe elektromagnetische Energieänderung im Objekt gebildet:

$$\underbrace{\oint_S \vec{\underline{S}} \cdot \vec{n} ds}_{\text{Term 1}} + \underbrace{\int_V \hat{\sigma} |\underline{\vec{E}}|^2 dV}_{\text{Term 2}} + \underbrace{+2i\omega \int_V \frac{1}{2} (\hat{\mu} |\underline{\vec{H}}|^2 - \hat{\varepsilon} |\underline{\vec{E}}|^2) dV}_{\text{Term 3}} = 0 \quad (2.7)$$

Physikalisch besagt Gleichung 2.7, dass der durch die Oberfläche eintretende Energiestrom der Änderung der im Volumen eingeschlossenen Energiedichte entspricht. Der Term 1 in Gleichung 2.7 beschreibt den komplexen elektromagnetischen Leistungsstrom \underline{P}_f , der das betrachtete Volumen über die Integrationsgrenzen erreicht [14, S. 21]. Der zweite und dritte Term in Gleichung 2.7

²Produktregel: $\vec{\nabla} \cdot (\vec{A} \times \vec{B}) = -\vec{A} \cdot (\vec{\nabla} \times \vec{B}) + \vec{B} \cdot (\vec{\nabla} \times \vec{A})$

³Die Definition des komplexen Poynting-Vektors und seines zeitlichen Mittelwerts weicht von der Definition in anderen Quellen wie z.B. [16] oder [17] ab, da hier nach [14] der Realteil der zeitharmonischen Feldgrößen den Vorfaktor $\sqrt{2}$ trägt und die effektive statt maximale Peakhöhe ausweist.

⁴Ist das Volumen V durch eine glatte Oberfläche S umschlossen und durch den Flächennormalenvektor \vec{n} orientiert, gilt für die stetig differenzierbare Funktion \vec{F} :

$$\int_V \operatorname{div} \vec{F} d^{(n)}V = \oint_S \vec{F} \cdot \vec{n} d^{(n-1)}s.$$

beschreiben die komplexe Energiedichteänderung im Objekt, die in eine reversible Energiedichteänderung (Speicherung) und eine irreversible Energiedichteänderung (Dissipation) unterteilt werden kann [17, S. 306 ff.]. Der Term 2 (Realteil der Energiedichte im Volumen) beschreibt die Verlustleistungsdichte $\underline{P}_{\text{diss}}$, der Term 3 (Imaginärteil) die gespeicherten elektrischen und magnetischen Energiedichten \underline{w}_e und \underline{w}_m (Blindleistung) [14, S. 22 ff.][17, S. 309]. Der Energieerhaltungssatz kann somit vereinfacht in der Form

$$\underline{P}_f + \underline{P}_{\text{diss}} + 2i\omega \int_V (\underline{w}_m - \underline{w}_e) dV = 0 \quad (2.8)$$

geschrieben werden. Sind die Materialeigenschaften ε , μ und σ reell, d.h. das Medium ist homogen, isotrop und dielektrisch bzw. magnetisch verlustfrei, dann berechnen sich die zeitgemittelten, reellen Werte der beschriebenen komplexen Größen über den Realteil der jeweiligen zeitharmonischen Funktion über die Definitionen $a(t) = \sqrt{2}\text{Re}(\underline{a}e^{i\omega t})$ und $\underline{a}\bar{\underline{b}} = \text{Re}(\underline{a} \cdot \bar{\underline{b}}^*)$:

$$\begin{aligned} \langle P \rangle_{\text{diss}} = \text{Re}(\underline{P}_{\text{diss}}) &= \int_V \sigma |E|^2 dV \\ \langle W \rangle_e = \text{Re}(\underline{w}_e) &= \frac{1}{2} \int_V \varepsilon |E|^2 dV \\ \langle W \rangle_m = \text{Re}(\underline{w}_m) &= \frac{1}{2} \int_V \mu |H|^2 dV \end{aligned} \quad (2.9)$$

Für dispersive Stoffsysteme mit den komplexen Größen $\hat{\varepsilon}(\omega) = \varepsilon_0(\varepsilon'_r - i\varepsilon''_r)$ und $\hat{\mu}(\omega) = \mu_0(\mu'_r - i\mu''_r)$ nimmt Gleichung 2.7 folgende Form an:

$$\oint_S \vec{S} \cdot \vec{n} ds + \int_V \left(\sigma |E|^2 + 2i\omega \left(\frac{1}{2} \hat{\mu}(\omega) |H|^2 - \frac{1}{2} \hat{\varepsilon}(\omega) |E|^2 \right) \right) dV = 0 \quad (2.10)$$

Bei dispersiven Medien umfasst $\langle P \rangle_{\text{diss}}$ neben dem elektrischen Leitungsverlust sowohl die dielektrische wie auch magnetische Verlustleistung. Die elektrische und magnetische Blindleistung $\langle W_e \rangle$ und $\langle W_m \rangle$ werden durch die erforderliche kinetische Energie zur Oszillation freier Ladungen sowie Feld- und Polarisierungsvorgängen im Wechselfeld beschrieben [14, S. 23]. Je nach Materialklasse und ihren jeweiligen Eigenschaften ergeben sich gemäß Gleichung 2.10 unterschiedlich ausgeprägte Blind- und Verlustleistungen. Tabelle 2.1 bietet eine Übersicht. Die in dieser Arbeit betrachteten keramischen Werkstoffe verhalten sich wie dielektrische Materialien, d.h. die Dissipation der elektromagnetischen Energie ist vor allem durch die komplexe Permittivität $\hat{\varepsilon}$ bestimmt.

Tabelle 2.1: Übersicht über die volumenbezogene, zeitlich gemittelte Verlust- und Blindleistung verschiedener Materialklassen.

Medium	$\langle P_V \rangle_{\text{diss}}$ (W/m ³)	$\langle w \rangle_e$ (W/m ³)	$\langle w \rangle_m$ (W/m ³)
Vakuum ($\sigma = 0$; $\varepsilon_r, \mu_r = 1$)	0	$\frac{1}{2}\omega\varepsilon_0 E ^2$	$\frac{1}{2}\omega\mu_0 H ^2$
paramagn. Metall ($\varepsilon_r \approx 1, \mu_r \approx 1, \sigma > 0$)	$\sigma E ^2$	$\frac{1}{2}\omega\varepsilon_0 E ^2$	$\frac{1}{2}\omega\mu_0 H ^2$
dielektr. Material ($\sigma \approx 0$; $\mu_r \approx 1$)	$\omega\varepsilon_0\varepsilon''_r E ^2$	$\frac{1}{2}\omega\varepsilon_0\varepsilon'_r E ^2$	$\frac{1}{2}\omega\mu_0 H ^2$

Die quantitative Bestimmung der Dissipation der elektromagnetischen Welle in Wärme gemäß Gleichung 2.10 stellt die Grundlage für die Berechnung der Mikrowellenerwärmung mittels numerischer Methoden dar, die in Unterabschnitt 3.2.2 vorgestellt werden.

Ausbreitung in Materie und Eindringtiefe Eine elektromagnetische Welle, die in ein absorbierendes Material eindringt, wird in Abhängigkeit von der Permittivität des Mediums und der Frequenz eine Abschwächung seiner Intensität während der Ausbreitung erfahren. Ausgehend von der Wellengleichung in Gleichung A.19 kann für eine planare elektromagnetische Welle, die sich in Richtung der z -Koordinate ausbreitet, die Orts-Zeitfunktion der elektrischen Feldstärke $E(z, t)$ im Material nach [18, S. 78-79] wie folgt abgeleitet werden:

$$E(z, t) = E_0 \exp(i\omega t - \hat{\gamma}z), \quad (2.11)$$

worin der komplexe Ausbreitungsfaktor $\hat{\gamma} = i\omega\sqrt{\hat{\epsilon}\hat{\mu}} = i\omega\sqrt{\epsilon_r\mu_r\epsilon_0\mu_0}$ ist. Der Realteil $\text{Re}(\hat{\gamma}) = \alpha$ stellt den Dämpfungs-, der Imaginärteil $\text{Im}(\hat{\gamma}) = \beta$ den Phasenfaktor der Welle im Medium dar. Die retardierende Hüllkurve des periodisch schwingenden E -Feldes wird im Medium durch die Funktion $E_0 \exp(-\alpha z)$ beschrieben. Die Eindringtiefe der Strahlung ins Medium beschreibt den Abstand zwischen Eintrittspunkt ins Medium und dem Punkt, an dem die Amplitude des elektrischen Feldes auf $e^{-1} \simeq 0.368$ seiner bei Eintritt in das Material bestehenden Amplitude E_0 abgefallen ist. Die Eindringtiefe δ_p berechnet sich für nach [18, S. 80] gemäß

$$\delta_p = \frac{1}{2\alpha} = \frac{1}{2\omega} \sqrt{\frac{2}{\mu_r'\mu_0\epsilon_r'\epsilon_0}} \cdot \frac{1}{\sqrt{\sqrt{1 + \left(\frac{\epsilon_r''}{\epsilon_r'}\right)^2} - 1}} \quad (2.12)$$

und gilt für isotrope, homogene Materialien. Die Eindringtiefe ins Medium wird entscheidend durch ϵ_r'' bestimmt. Ist ein Material dielektrisch verlustfrei, ist die Eindringtiefe theoretisch unendlich groß. Bei dielektrisch verlustbehafteten Materialien beträgt die Eindringtiefe in Abhängigkeit der Wellenlänge bzw. Betriebsfrequenz und dem Verlustfaktor z.B. zwischen wenigen Millimetern bis zu mehreren hundert Metern, wie anhand der in Tabelle 2.2 angegebenen Eindringtiefen für verschiedene keramische Materialien bei 2.45 GHz dargestellt ist. Die Bezugsquellen für die Daten für die Permittivität finden sich in Abschnitt 3.7. Die Wellenlänge im Medium berechnet zu [19]:

$$\lambda_{\text{Medium}} = \frac{2c}{f \cdot \sqrt{\sqrt{1 + \left(\frac{\epsilon_r''}{\epsilon_r'}\right)^2} + 1}} \quad (2.13)$$

Bei metallischen Leitern und Halbleitern tritt bei hochfrequenten Wechselfeldern der sogenannte Skin-Effekt auf, bei dem die elektromagnetische Welle nur eine kurze Distanz in den Leiter eindringt. Die Felder und der induzierte Strom J klingen exponentiell mit dem Abstand d zur Oberfläche ab: $J = J_S \exp(-d/\delta)$ [20]. Die Leitschichtdicke δ_{skin} ist für metallische Leiter $\delta_{\text{skin}} = \sqrt{\frac{2\rho}{\omega\mu}}$ abhängig von der Kreisfrequenz, absoluten Permeabilität $\mu = \mu_0\mu_r$ und dem spezifischen Widerstand ρ . Bei schlechten elektrischen Leitern ist sie zusätzlich abhängig von der absoluten Permittivität $\epsilon = \epsilon_0\epsilon_r$ [21]:

$$\delta_{\text{skin}} = \sqrt{\frac{2\rho}{\omega\mu}} \cdot \sqrt{\sqrt{1 + (\rho\omega\epsilon)^2} + \rho\omega\epsilon}. \quad (2.14)$$

Hohlleiter weisen deshalb so geringer Verluste auf, weil ein großer Teil der Innenfläche am Stromfluss beteiligt ist.

Tabelle 2.2: Eindringtiefe von Mikrowellenstrahlung ($f = 2.45$ GHz) in ausgewählten dielektrischen Materialien bei 25 °C. Magnetische Verluste werden vernachlässigt ($\hat{\mu}_r = 1$).

Parameter	SiO ₂	ZrO ₂	Al ₂ O ₃	Wasser	SiC
ϵ_r'	3.82	31.6	9.6	78.6	184
ϵ_r''	3.23×10^{-4}	0.028	0.034	10.79	159
δ_p	117.8 m	3.9 m	1.8 m	16 mm	1.8 mm

2.1.2. Absorption und Streuung

Trifft eine elektromagnetische Welle auf ein beliebiges Objekt, so wird die Welle nicht nur absorbiert sondern auch gestreut. Die Summe aus Streuung und Absorption ergibt die Extinktion. Eine polarisierte, monochromatische elektromagnetische Welle, die auf ein Objekt fällt (s. Abbildung 2.3), wird sich in diesem ausbreiten als auch von diesem gestreut werden. Aus der Überlagerung der einfallenden ($\vec{E}_{\text{ein}}, \vec{H}_{\text{ein}}$) und der in das umgebende Medium gestreuten Welle (\vec{E}_s, \vec{H}_s) stellt sich im umgebenden Medium des Objekts ein resultierendes Feld \vec{E}_2, \vec{H}_2 gemäß Superposition ein. Es gilt

$$\vec{E}_2 = \vec{E}_{\text{ein}} + \vec{E}_s \quad \vec{H}_2 = \vec{H}_{\text{ein}} + \vec{H}_s \quad (2.15)$$

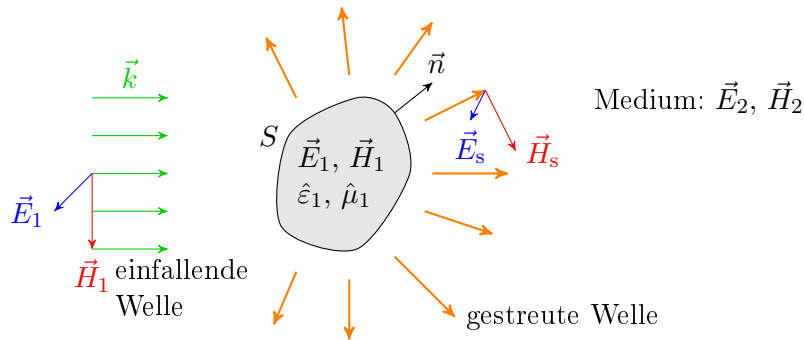


Abbildung 2.3: Die einfallende elektromagnetische Welle erzeugt ein Feld im Partikel sowie ein Streufeld im umgebenden Medium.

In Regionen, in denen $\hat{\epsilon}$ und $\hat{\mu}$ stetig sind, erfüllt das elektromagnetische Feld an jedem Punkt die Maxwell-Gleichungen. An der Grenzfläche zwischen Partikel und Medium tritt allerdings eine Unstetigkeit auf, wenn sich Permittivität $\hat{\epsilon}$ bzw. Permeabilität $\hat{\mu}$ von Medium und Partikel unterscheiden. Um die Bedingung der Energieerhaltung zu erfüllen, greift die Randbedingung, dass an den Phasengrenzen die tangentiellen Feldkomponenten gleich sein müssen [16, S. 59]. Das Kreuzprodukt aus tangentialer Feldkomponente inner- und außerhalb des Objekts mit dem Normalenvektor \vec{n} der Phasengrenzfläche ist somit identisch für jeden Punkt auf der Phasengrenze.

$$\begin{aligned} \vec{E}_1(x) \times \vec{n} = \vec{E}_2(x) \times \vec{n} &\iff (\vec{E}_1(x) - \vec{E}_2(x)) \times \vec{n} = 0 \\ \vec{H}_1(x) \times \vec{n} = \vec{H}_2(x) \times \vec{n} &\iff (\vec{H}_1(x) - \vec{H}_2(x)) \times \vec{n} = 0 \end{aligned} \quad \forall x \text{ auf } S \quad (2.16)$$

Wird das Flächenintegral für den Energiefluss über den Poyntingvektor über die gesamte Phasengrenze innen (1) wie außen (2) gebildet, folgt mit Hilfe des Spatprodukts aus Gleichung 2.16

$$\begin{aligned}
 \oint_S \vec{S}_1 \cdot \vec{n} ds &= (\vec{E}_1 \times \vec{H}_1) \cdot \vec{n} ds = -(\vec{E}_1 \times \vec{n}) \cdot \vec{H}_1 ds = -(\vec{E}_2 \times \vec{n}) \cdot \vec{H}_1 ds \\
 \oint_S \vec{S}_2 \cdot \vec{n} ds &= (\vec{H}_2 \times \vec{n}) \cdot \vec{E}_2 ds = (\vec{H}_1 \times \vec{n}) \cdot \vec{E}_2 ds = -(\vec{E}_2 \times \vec{n}) \cdot \vec{H}_1 ds \\
 \oint_S \vec{S}_1 \cdot \vec{n} ds &= \oint_S \vec{S}_2 \cdot \vec{n} ds
 \end{aligned} \tag{2.17}$$

Der eintretende Energiefluss ist gleich dem austretendem Energiestrom, d.h. dass die Phasengrenzfläche des Objekts ist energetisch quellen- und senkenfrei [16]. Für den Einzelpartikel gilt folgende Energiebilanz mit den Energieanteilen für Extinktion (ext), Absorption (abs) und Streuung (sca):

$$W_{\text{ext}} = W_{\text{abs}} + W_{\text{sca}} \tag{2.18}$$

Lumineszenz wird hierbei nicht berücksichtigt. Der Wirkungsquerschnitt C wird als Quotient aus Leistung W und der Intensität der einfallenden Strahlung pro Fläche I_{ein} (in W/m^2) definiert [16]. Mit $C_{\text{ext}} = W_{\text{ext}}/I_{\text{ein}}$, $C_{\text{abs}} = W_{\text{abs}}/I_{\text{ein}}$ und $C_{\text{sca}} = W_{\text{s}}/I_{\text{ein}}$ gilt in Folge der Energieerhaltung aus Gleichung 2.18:

$$C_{\text{ext}} = C_{\text{abs}} + C_{\text{sca}}. \tag{2.19}$$

Der Wirkungsquerschnitt C hat die SI-Einheit m^2 und beschreibt die Wahrscheinlichkeit, dass eine elektromagnetische Welle an einem Objekt gestreut oder absorbiert wird [22, S. 13]. Die „angestrahlte“ Querschnittsfläche ist dabei proportional zum jeweiligen Energiefluss. Hierbei ist nicht nur die Größe des Objekts entscheidend, sondern auch die Wellenlänge λ sowie Permittivität ε und Permeabilität μ des Mediums. Wird der Wirkungsquerschnitt C durch die geometrische Querschnittsfläche A_{quer} des angestrahnten Objekts dividiert, ergibt sich hieraus der jeweilige Effizienzfaktor Q [22, S. 14]. Es gilt

$$Q_{\text{ext}} = \frac{C_{\text{ext}}}{A_{\text{quer}}} \quad Q_{\text{abs}} = \frac{C_{\text{abs}}}{A_{\text{quer}}} \quad Q_{\text{sca}} = \frac{C_{\text{sca}}}{A_{\text{quer}}} \tag{2.20}$$

Für beliebig geformte Objekte oder Partikel sind diese Faktoren abhängig von der räumlichen Orientierung und der Polarisation der elektromagnetischen Welle. Aus dem Energieerhaltungssatz in Gleichung 2.18 folgt für beliebige Polarisationszustände und Objektformen der Effizienzfaktor der Absorption gemäß [22, S. 14]:

$$Q_{\text{abs}} = Q_{\text{ext}} - Q_{\text{sca}}. \tag{2.21}$$

Der geometrisch spezielle Fall der Absorption und Streuung an einem kugelförmigen Objekt wird im folgenden Abschnitt beleuchtet.

Absorption und Streuung an sphärischen Objekten Die Absorption und Streuung einer ebenen elektromagnetischen Welle an kugelförmigen Objekten geht auf die Arbeiten von LORENZ [23] und MIE [24] zurück. MIE untersuchte die Farberscheinungen kolloidaler Goldpartikel, um diese mathematisch-physikalisch zu erklären und zu beschreiben. Dazu bediente er sich der Vereinfachung, die Kolloide als Kugeln zu betrachten, und entwickelte eine analytische Lösung für dieses Problem. Die folgenden Ausführungen und Darstellungen gehen in weiten Teilen auf die Zusammenfassung der Mie-Theorie in [16, Kap. 4] und [22, Abs. 9.2 bis 9.4] zurück.

Zur Übertragung der Streuung einer ebenen, polarisierten elektromagnetischen Welle, wie im obigen Abschnitt dargestellt, werden die Feldkomponenten der Wellengleichungen (s. Abschnitt A.2)

ins Kugelkoordinatensystem mit r, θ, ϕ übertragen, um die Streuung an einer homogenen, isotropen Kugel zu beschreiben. Für eine elektromagnetische Welle, deren \vec{E} -Feld in x -Richtung polarisiert ist (s. Abbildung 2.4), lautet somit die zeitharmonische Form

$$\vec{E}_{\text{ein}} = E_0 e^{-i\hat{k}r \cos \theta} \vec{n}_x \quad (2.22)$$

mit $\hat{k} = \omega/c_0$ als dem Betrag des Wellenvektors \vec{k} und dem Einheitsvektor \vec{n}_x in x -Richtung. Für diesen wiederum gilt in Kugelkoordinaten

$$\vec{n}_x = \sin \theta \cos \phi \vec{n}_r + \cos \theta \cos \phi \vec{n}_\theta - \sin \phi \vec{n}_\phi \quad (2.23)$$

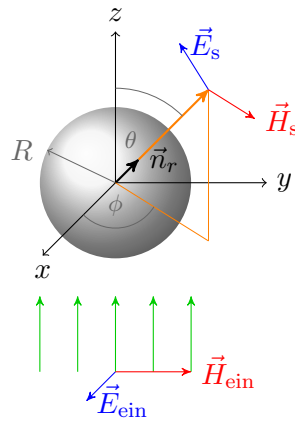


Abbildung 2.4: Streuung an einem kugelförmigen Objekt mit Radius R im Kugelkoordinatensystem (nach [16, S. 89]).

Die zugrunde liegende Idee der mathematischen Herleitung ist, das einfallende elektrische Feld in eine unendliche Anzahl harmonischer Vektoren \vec{M} und \vec{N} der Kugelflächenfunktion zu zerlegen. \vec{M} steht tangential zu jeder Kugeloberfläche, \vec{M} und \vec{N} sind orthogonal und erfüllen zudem die Wellengleichung. Zur Lösung der Wellengleichung in Kugelkoordinaten und der darin auftretenden Differentialgleichungen werden unter anderem zugeordnete Legendrepolynome⁵ sowie Bessel- und Hankelfunktionen⁶ angewendet, so dass schließlich das einfallende \vec{E} - und \vec{H} -Feld als Kugelfunktion in der Form

⁵Legendrepolynome sind partikuläre Lösungen der Legendreschen Differentialgleichung der Form [25, S. 446]

$$(1 - x^2) y'' - 2xy' + n(n - 1) y = 0$$

mit den speziellen Lösungen in Form der Legendrepolynome $P_n(x)$ für ganzzahlige $n \geq 0$ im Intervall $-0.5 < x < 1$

$$P_n(x) = \frac{1}{2^n n!} \frac{d^n}{dx^n} \left((x^2 - 1)^n \right).$$

⁶Besselfunktionen sind Lösungen der Besselschen Differentialgleichung der Form

$$x^2 y'' + xy' + (x^2 - n^2) y = 0,$$

wobei die komplexe Zahl n die Ordnung der Besselfunktion angibt. Gebräuchliche Fälle treten für ganzzahlige oder halbzahlige Werte von n auf. Es existieren Besselfunktionen erster Gattung (J_n), zweiter Gattung (Y_n) und dritter Gattung (H_n). Letztere werden auch Hankelfunktionen genannt und ergeben sich aus Addition von $H_n^{(1)}(z) = J_n(z) + iY_n(z)$ [25, S. 441].

$$\begin{aligned}\vec{E}_{\text{ein}} &= E_0 \sum_{n=1}^{\infty} i^n \frac{2n+1}{n(n+1)} \left(\vec{M}_{o1n}^{(1)} - i\vec{N}_{e1n}^{(1)} \right) \\ \vec{H}_{\text{ein}} &= -\frac{\hat{k}}{\omega\mu} E_0 \sum_{n=1}^{\infty} i^n \frac{2n+1}{n(n+1)} \left(\vec{M}_{e1n}^{(1)} - i\vec{N}_{o1n}^{(1)} \right)\end{aligned}\quad (2.24)$$

beschrieben werden kann [16, S. 92-93]. Die Indizes e und o kennzeichnen gerade (engl. *even*) und ungerade (engl. *odd*) Wellenperioden, der Index (1) steht für eine Besselfunktion 1. Gattung. Die Variable n ist ganzzahlig. Mit der Randbedingung, dass auf der Kugeloberfläche die Superposition der Tangentialkomponenten der Felder null ergibt (s. Gleichung 2.16), gilt somit:

$$\begin{aligned}\left(\vec{E}_{\text{ein}} + \vec{E}_{\text{sca}} - \vec{E}_1 \right) \times \vec{n}_r &= 0, \\ \left(\vec{H}_{\text{ein}} + \vec{H}_{\text{sca}} - \vec{H}_1 \right) \times \vec{n}_r &= 0.\end{aligned}\quad (2.25)$$

Unter erneuter Anwendung der Besselfunktion ergibt sich für das gestreute Feld folgende Lösung [16, S. 94]:

$$\begin{aligned}\vec{E}_{\text{sca}} &= \sum_{n=1}^{\infty} E_n \left(ia_n \vec{N}_{e1n}^{(3)} + b_n \vec{M}_{o1n}^{(3)} \right) \\ \vec{H}_{\text{sca}} &= \frac{k}{\omega\mu} \sum_{n=1}^{\infty} E_n \left(ib_n \vec{N}_{o1n}^{(3)} + a_n \vec{M}_{e1n}^{(3)} \right)\end{aligned}\quad (2.26)$$

Der Index (3) kennzeichnet eine Besselfunktion dritter Gattung (Hankelfunktion). Die Überlagerung der gestreuten Wellen außerhalb der Kugel nimmt bestimmte Partialschwingungen (Moden) an. Nach MIE [24] existieren elektrische und magnetische Partialschwingungen (Moden) ab erster Ordnung aufwärts. Die elektrische weist keine radiale elektrische Feldkomponente, die magnetische keine radiale magnetische Feldkomponente auf. Erstere wird auch als transversal elektrische Mode, letztere als transversal magnetische Mode bezeichnet [16, S. 97]. Die Streukoeffizienten a_n und b_n sind die Gewichtungsfaktoren dieser Moden. Eigenfrequenzen der Kugel sind diejenigen Frequenzen, bei denen allein a_n bzw. b_n die Moden dominieren. Für die Streukoeffizienten gilt [16, S. 100]

$$\begin{aligned}a_n &= \frac{\mu_2 m^2 j_n(mx_M) [x_M \cdot j_n(x_M)]' - \mu_1 j_n(x_M) [mx_M \cdot j_n(mx_M)]'}{\mu_2 m^2 j_n(mx_M) [x_M h_n^{(1)}(x_M)]' - \mu_1 h_n^{(1)}(x_M) [mx_M \cdot j_n(mx_M)]'} \\ b_n &= \frac{\mu_1 j_n(mx_M) [x_M \cdot j_n(x_M)]' - \mu_2 j_n(x_M) [mx_M \cdot j_n(mx_M)]'}{\mu_1 j_n(mx_M) [x_M h_n^{(1)}(x_M)]' - \mu_2 h_n^{(1)}(x_M) [mx_M \cdot j_n(mx_M)]'}\end{aligned}\quad (2.27)$$

Die Kennzeichnung ' zeigt die Ableitung der entsprechenden Größe nach der in Klammern gefassten Variablen. Der relative Brechungsindex $m = \frac{\hat{n}_1}{\hat{n}_2}$ definiert das Verhältnis der komplexen Brechungsindizes von Objekt \hat{n}_1 und Umgebung \hat{n}_2 . Der dimensionslose Mie-Faktor x_M berechnet sich gemäß

$$x_M = \frac{2\pi\hat{n}_2 R}{\lambda}\quad (2.28)$$

aus dem Radius R der Kugel, dem komplexen Brechungsindex \hat{n}_2 des umgebenden Mediums sowie der Wellenlänge λ der elektromagnetischen Strahlung im Umgebungsmedium. Die beiden

Größen \hat{n} und λ sind physikalisch gekoppelt, da nahezu jedes Material einen von der Wellenlänge abhängigen Brechungsindex aufweist. Durch Anwenden der Riccati-Bessel-Funktion⁷ in der Form

$$\psi_n(z) = x j_n(z) \quad \xi_n(z) = z h_n^{(1)}(z) \quad (2.29)$$

und unter der Annahme, dass die Permeabilität der Kugel und die des umgebenden Mediums gleich sind ($\mu_1 = \mu_2$), werden somit folgende Streukoeffizienten gebildet [16, S. 101] [22, S. 123]:

$$a_n = \frac{m\psi_n(mx_M)\psi'_n(x_M) - \psi(x_M)\psi'_n(mx_M)}{m\psi_n(mx_M)\xi'_n(x_M) - \xi_n(x_M)\psi'_n(mx_M)} \quad (2.30)$$

$$b_n = \frac{\psi_n(mx_M)\psi'_n(x_M) - m\psi(x_M)\psi'_n(mx_M)}{\psi_n(mx_M)\xi'_n(x_M) - m\xi_n(x_M)\psi'_n(mx_M)} \quad (2.31)$$

Aus den Streukoeffizienten werden schließlich der Streu- und Extinktionsquerschnitt C_{sca} und C_{ext} abgeleitet [16, S. 103] [24]. Die Wirkquerschnitte C_{sca} , C_{ext} entsprechen dem Quotienten aus Leistungsdichte W des jeweiligen elektromagnetischen Flusses und der Intensität der einfallenden Strahlung I_{ein} und werden wie folgt aus den Streukoeffizienten gebildet:

$$C_{\text{sca}} = \frac{W_{\text{sca}}}{I_{\text{ein}}} = \frac{2\pi}{k^2} \sum_{n=1}^{\infty} (2n+1) (|a_n|^2 + |b_n|^2) \quad (2.32)$$

$$C_{\text{ext}} = \frac{W_{\text{ext}}}{I_{\text{ein}}} = \frac{2\pi}{k^2} \sum_{n=1}^{\infty} (2n+1) \text{Re}(a_n + b_n) \quad (2.33)$$

Voraussetzung für Gleichung 2.32 und Gleichung 2.33 ist, dass die Umgebung nicht absorbiert und dass eine Fernfeldbetrachtung zulässig ist. Aus den Wirkquerschnitten kann abschließend der zugehörige, dimensionslose Effizienzfaktor Q gemäß Gleichung 2.20 für eine Kugel berechnet werden [16, S. 104].

$$Q_{\text{sca}} = \frac{C_{\text{sca}}}{\pi R^2} \quad (2.34)$$

$$Q_{\text{ext}} = \frac{C_{\text{ext}}}{\pi R^2}$$

Über den Energieerhaltungssatz in Gleichung 2.21 kann die dimensionslose Absorptionseffizienz Q_{abs} bestimmt werden, die das Maß der Wärmedissipation beschreibt. Wird die Absorptionseffizienz Q_{abs} über den Kugelradius R bzw. den Mie-Faktor x_{Mie} bei einer konstanten Frequenz f berechnet, ergibt sich ein charakteristisches Absorptionsspektrum (dito für Extinktion und Streuung). Abbildung 2.5 zeigt berechnete Spektren für vier verschiedene dielektrische Materialien bei der Mikrowellenfrequenz 2.45 GHz ($\lambda = 122$ mm). Alle vier Spektren weisen drei charakteristische Bereiche auf:

Bei Mie-Faktoren $x_M < 0.1$ bzw. $|m|x \ll 1$ verläuft die Absorption proportional zum Volumen der Kugeln. Die Absorptionseffizienz Q_{abs} kann für kleine Werte von x_M gemäß Gleichung 2.35 bestimmt werden [16, S. 136]. Die Streuung von Licht an sehr kleinen Partikeln geht auf den Physiker Baron RAYLEIGH zurück [27], weshalb dieser Bereich des Absorptionsspektrums auch Rayleigh-Bereich genannt wird. Die Absorption ist proportional zu ω , die Streuung ist hingegen proportional zu ω^4 . Das bedeutet, dass die Rayleigh-Streuung stark wellenlängenabhängig ist. Sie ist nicht nur auf runde Einzelpartikel anwendbar, sondern gilt auch für Medien mit statistisch

⁷Riccati-Bessel-Funktionen sind Variationen der sphärischen Besselfunktionen $j_n(z) = \sqrt{\frac{\pi}{2z}} J_{n+\frac{1}{2}}(z)$ und $y_n(z) = \sqrt{\frac{\pi}{2z}} Y_{n+\frac{1}{2}}(z)$ und erfüllen folgende Differentialgleichung: $x^2 y'' + [x^2 - n(n+1)] y = 0$. [26, S. 445]

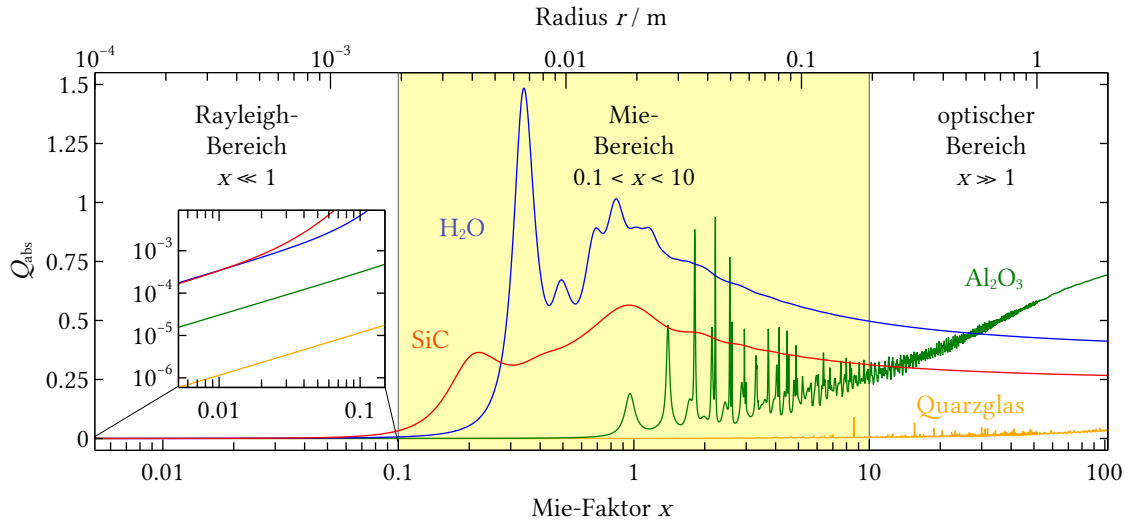


Abbildung 2.5: Absorption elektromagnetischer Strahlung dielektrischer Kugeln in Luft ($\hat{n} = 1$) nach der Mie-Theorie für die Mikrowellenfrequenz $f = 2.45$ GHz: Siliziumcarbid ($\hat{n} = 14.6 - i 5.44$), Wasser ($\hat{n} = 9.12 - i 1.16$), Aluminiumoxid $\hat{n} = 3.1 - i 5.5 \times 10^{-3}$ und Quarzglas (SiO_2 , $\hat{n} = 1.95 - i 8.3 \times 10^{-5}$); nach eigener Berechnung.

verteilten, geringen Partikelkonzentrationen [22]. Mit ansteigendem Partikelradius nimmt die Genauigkeit der Absorptionsberechnung nach Rayleigh in Gleichung 2.35 ab und geht in den Mie-Bereich über:

$$Q_{\text{abs, Rayleigh}} = 4x_M \text{Im} \left(\frac{m^2 - 1}{m^2 + 2} \right) \left(1 - \frac{4x_M^3}{3} \text{Im} \left(\frac{m^2 - 1}{m^2 + 2} \right)^2 \right). \quad (2.35)$$

Im Bereich $0.1 < x_M < 10$ bricht die Absorption bzw. Extinktion der elektromagnetischen Strahlung in deutliche Resonanzen auf, die auf Interferenzen der einfallenden mit den an der Kugel gebeugten Wellen zurückzuführen sind. Dieser Bereich wird Mie-Bereich genannt und ist dadurch gekennzeichnet, dass der Objektdurchmesser im Bereich der Wellenlänge des Objekts liegt. Die Absorption ist abhängig von der Frequenz der einfallenden Welle sowie des Brechungsindex der Kugel. Die Absorptions- oder auch die Streueffizienz kann Werte größer eins annehmen.

Im Bereich $x_M > 10$ ist der Durchmesser des Objekts größer als die Wellenlänge der einfallenden Welle. Der Einfluss der Wellenlänge ist hier vernachlässigbar. Daher sind in diesem Bereich die Gesetzmäßigkeiten der klassischen geometrischen Optik gültig. Für schwach absorbierende Kugeln ($2\alpha R \ll 1$) wird Q_{abs} gemäß Gleichung 2.36 aus dem Realteil n und dem Imaginärteil κ des Brechungsindex sowie dem Absorptionskoeffizienten $\alpha = 4\pi\kappa/\lambda$ berechnet. Bei schwach absorbierenden Materialien ist der Absorptionsquerschnitt C_{abs} proportional zum Volumen der Kugel, bei stärker absorbierenden Materialien ist C_{abs} dagegen proportional zur Querschnittsfläche der Kugel [16, S. 169]:

$$Q_{\text{abs, Optik}} = \frac{C_{\text{abs}}}{A_{\text{quer}}} = \frac{4}{3} R \frac{\alpha}{n} \left(n^3 - (n^2 - 1)^{3/2} \right) \quad (2.36)$$

Abbildung 2.6 zeigt die Gültigkeitsgrenzen für die Rayleigh-Theorie und geometrische Optik anhand des Beispiels Quarzglas bei 2.45 GHz. Die nach der Mie-Theorie berechnete Absorptionseffizienz ist nicht nur für den Bereich $0.1 < x < 10$ gültig, sondern deckt den gesamten Größenbereich der Kugel ab. Rayleigh-Theorie und geometrische Optik beschreiben die Grenzfälle für jeweils sehr kleine bzw. sehr große Werte von x . Der obere Grenzwert der Absorption

lässt sich nach [28] durch

$$\lim_{x \rightarrow \infty} Q_{\text{abs}} = 1 - \int_0^{\pi/2} (|r_1|^2 + |r_2|^2) \cos(\theta) \sin(\theta) d\theta \quad (2.37)$$

über die Fresnelschen Reflexionskoeffizienten r_1 und r_2 in Abhängigkeit des Einfallswinkels θ beschreiben.

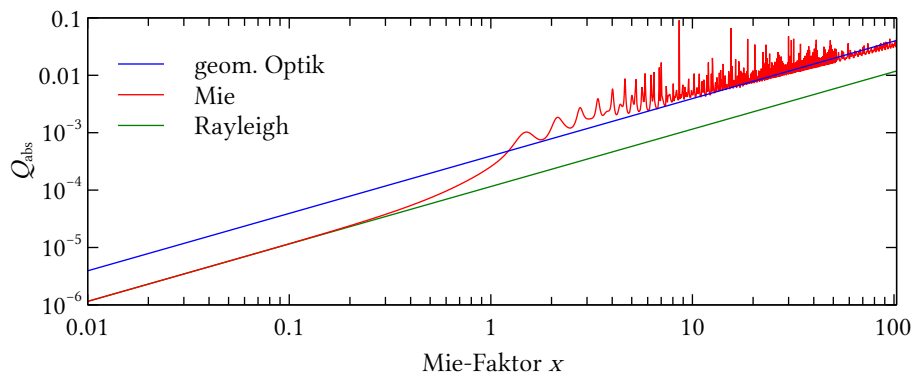


Abbildung 2.6: Absorptionseffizienz von Quarzglas-Kugeln ($\hat{n} = 1.95 - i8.3 \times 10^{-5}$) bei $f = 2.45$ GHz berechnet nach den Gesetzen von Rayleigh, Mie bzw. der geometrischen Optik (eigene Berechnung).

Aufgrund der Relation von Objektgröße zur Wellenlänge ($\lambda = 122$ mm bei 2.45 GHz) fallen viele Mikrowellenerwärmungsvorgänge in den Bereich der Mie-Absorption. Mit der Absorptionseffizienz Q_{abs} steht theoretisch eine quantitative Größe zur Verfügung, um die Energiedissipation eines einzelnen dielektrischen Objekts in Kugelform durch Mikrowellenstrahlung analytisch zu berechnen. Nach [29] bzw. [30] kann aus der Absorptionseffizienz Q_{abs} die normierte Leistungsaufnahme $\frac{P_V}{P_A}$ eines kugelförmigen Objekts in Abhängigkeit des Volumens V und der projizierten Querschnittsfläche A wie folgt berechnet werden.

$$\frac{P_V}{P_A} = Q_{\text{abs}} \frac{V}{A} = \frac{4Q_{\text{abs}}}{3R} \quad (2.38)$$

Allerdings gilt diese Annahme nur unter den bereits zuvor beschriebenen Randbedingungen:

- Die Absorption nach Mie gilt für ein homogenes, isotropes kugelförmiges Objekt.
- Die Absorption nach Mie bezieht sich auf Fernfeldbedingungen, d.h. es dürfen sich in der näheren Umgebung keine weiteren Objekte befinden.
- Die Mie-Theorie gilt für polarisierte elektromagnetische Wellen.

In Kapitel 3 und 4 wird untersucht, ob die quantitative Bestimmung der Absorption nach Mie, wie in [29] bzw. [30] vorgestellt, numerische Methoden für die Berechnung der Mikrowellenerwärmung von Objekten in geschlossenen Resonatoren substituieren kann.

Absorption und Streuung an nicht-sphärischen Objekten Ausgehend von der analytischen Lösung für Absorption und Streuung elektromagnetischer Wellen an homogenen Kugeln wurden weitere analytische Lösungen entwickelt, unter anderem für konzentrische, mehrschichtige Kugeln [31], inhomogene Kugeln [32], Sphäroide [33] oder unendlich lange (konzentrische) Zylinder [34, 35, 36].

Neben den exakten analytischen Lösungen haben numerische und experimentelle Näherungsmethoden zunehmend an Bedeutung gewonnen, um auch komplexere Absorptions- und Streuprobleme zu lösen [37]. Zu den numerischen Methoden zählen u.a. die Finite-Element-Methode (FEM)

und die Methode der Finite-Differenzen-Time-Domain (FDTD), die in Unterabschnitt 3.2.2 dieser Arbeit beschrieben werden. Werden numerisch berechnete Ergebnisse für nicht-sphärische Partikeln verglichen mit den Ergebnissen der Mie-Theorie für volumen- bzw. oberflächen-äquivalente Kugeln, zeigen sich deutliche Abweichungen zwischen diesen [38]. Eine Reduzierung von Absorption und Streuung an nicht-sphärischen Objekten auf kugelförmige Äquivalente ist unter Fernfeldbedingungen nicht ausreichend, obwohl oft eine relativ gute erste Annäherung erreicht wird [37]. Ähnliches gilt auch für mehrteilige Objekte und Aggregate [39]. Ob die analytisch bestimmte Absorption an Kugeln im Fernfeld mit der Absorption elektromagnetischer Energie durch sphärische Objekte in geschlossenen Resonatoren übereinstimmt, ist Gegenstand der Untersuchungen in Kapitel 3.

2.1.3. Thermische Emission

Thermische Strahlung stellt einen Teil des elektromagnetischen Spektrums dar und lässt sich durch die Maxwell-Gleichungen beschreiben. Wie jede elektromagnetische Welle stellt sie einen Fluss von Photonen dar, der sich in Richtung der ausbreitenden elektromagnetischen Welle bewegt. Während dieser Wanderung verändert ein Photon seine Energie nicht. Wird ein Photon durch Zusammenstoß absorbiert, geht die Energie auf das getroffene Elementarteilchen über, wobei die Energieänderung auf diskrete Energieniveaus (Quanten) beschränkt ist. Von dort geht die übertragene Energie auf die innere Energie des Mediums über oder wird in Form von Photonen als thermische Strahlung wieder emittiert [40]. Der Zusammenhang zwischen Frequenz der elektromagnetischen Welle ω und seiner Energie \mathcal{E} wird über das Plancksche Wirkungsquantum $h = 2\pi\hbar = 6.626 \dots \times 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}$ beschrieben

$$\hbar\omega = hf = \mathcal{E} \quad (2.39)$$

Die spontane Emission von Photonen wird im Gleichgewicht über das Plancksche Strahlungsgesetz für die Strahlung eines schwarzen Körpers in Form der Photonendichte n_{pE}

$$n_{pE} = \frac{8\pi\mathcal{E}^2}{c_0^3 h^3} \frac{1}{\exp(\mathcal{E}/k_B T) - 1} \quad (2.40)$$

beschrieben. Hierin ist \mathcal{E} die Energie für den quantisierten Energieübergang der Photonen, c_0 die Lichtgeschwindigkeit im Vakuum, h das Plancksche Wirkungsquantum, k_B die Boltzmann-Konstante sowie T die absolute Temperatur. Gemäß der Planckschen Quantentheorie geht die spontane Emission von Photonen gegen null, wenn einerseits die Photonenenergie $\mathcal{E} = 0$ bzw. die Frequenz f klein ist, oder wenn andererseits die Photonenenergie sehr groß wird, $\mathcal{E} \rightarrow \infty$, bzw. zu hohen Frequenzen hin. Die Anregungsschwelle der Photonen liegt bei hohen Frequenzen zu hoch, als dass sich diese ausreichend anregen lassen [40].

Die Wärmestrahlung eines schwarzen Körpers besteht aus der Überlagerung einer Vielzahl elektromagnetischer Wellen verschiedener Wellenlängen im Bereich zwischen infraroter und ultravioletter Strahlung ($1000\mu\text{m} > \lambda > 0.1\mu\text{m}$), so dass sich ein quasi-kontinuierliches Intensitätsspektrum mit einem Intensitätsmaximum bei mittleren Frequenzen ergibt. Mit steigender Temperatur verschiebt sich das Maximum des Strahlungsspektrums zu höheren Frequenzen (Wienscher Verschiebungssatz).

Da die von einer Fläche dA emittierte Wärmestrahlung \dot{q}_r gemäß Gleichung 2.40 abhängig ist von der Wellenlänge λ , gilt mit $\mathcal{E} = h \cdot c/\lambda$ und $c = c_0/n$

$$\dot{q}_r(\lambda) = \frac{2\pi c_0^2 n^2 h}{\lambda^5} \frac{1}{\exp\left(\frac{h \cdot c_0}{k_B \lambda T}\right) - 1} \quad (2.41)$$

mit dem Brechungsindex n des Mediums, dem Planckschen Wirkungsquantum h sowie der Lichtgeschwindigkeit in Vakuum c_0 . Wird Gleichung 2.41 über den gesamten Wellenlängenbereich mit Hilfe der Integrationsgröße $\xi = (hc_0)/\lambda k_B T$ integriert, ergibt sich hieraus das Stefan-Boltzmann-Gesetz [41, 40]

$$\dot{q}_{r,\text{ges}} = \frac{2\pi k_B^4}{h^3 c_0^3} T^4 \int_0^\xi \frac{\xi^3}{e^\xi - 1} d\xi = \sigma^* T^4 \quad (2.42)$$

Die Stefan-Boltzmann-Konstante hat den Wert $\sigma^* \simeq 5.670 \dots \times 10^{-8} \text{ Wm}^{-2}\text{K}^{-4}$.

Wird ein dielektrisches Objekt durch Absorption von Mikrowellen-Strahlung, z.B. der Frequenz 2.45 GHz ($\lambda = 122 \text{ mm}$), erwärmt, kann die aufgenommene Energie nicht in demselben Wellenlängenbereich emittiert werden, da hier die Photonenemission gegen Null geht. Der Überschuss von absorbiertem gegenüber emittierter Leistung bei 2.45 GHz wird dagegen zu einem Überschuss emittierter zu absorbiertem Strahlung bei höheren Frequenzen im Wellenlängenbereich thermischer Strahlung (siehe oben) in Abhängigkeit der Objekttemperatur führen. Ist die Strahlung die einzige Form der Energieübertragung, erwärmt sich der Körper, bis das thermodynamische Gleichgewicht erreicht ist [16].

Schwarze Strahler entsprechen einer idealen physikalischen Vorstellung. Reale Materialien verhalten sich oft wie graue Strahler, d.h. Absorption und Emission sind um einen materialspezifischen Faktor reduziert. Diese Reduzierung in Absorption und Emission wird durch den Emissionsgrad ϵ beschrieben, der eine Funktion der Wellenlänge und der Abstrahlrichtung der emittierten Strahlung ist. Der gerichtete Gesamtemissionsgrad ϵ' beschreibt die von einem Flächenelement bei einer Frequenz f entsprechend der durch Polar- und Azimutwinkel beschriebenen Richtung abgegebenen Strahldichte in Bezug zum unter denselben Bedingungen abgestrahlten Spektrum eines schwarzen Strahlers. Der hemisphärische Gesamt-Emissionsgrad ϵ stellt den über alle Wellenlängen und Raumwinkel gemittelten Emissionsgrad als Funktion der Oberflächentemperatur T dar [40].

$$\epsilon(T) = \frac{1}{\pi} \int \epsilon'(\theta, T) \cos \theta d\omega \quad (2.43)$$

Das Stefan-Boltzmann-Gesetz lautet für einen grauen Strahler

$$\dot{q}_{r,\text{ges}} = \epsilon(T) \sigma T^4 \quad (2.44)$$

In der vorliegenden Arbeit wird die durch Wärmestrahlung emittierte Leistung der mikrowellenerwärmten Objekte durch den hemisphärischen Gesamtemissionsgrad beschrieben und somit von einer wellenlängenabhängigen Betrachtung der Strahlung z.B. anhand der Mie-Theorie [42] entkoppelt.

2.2. Mikrowellenerzeugung und -applikatoren

Für die Erzeugung von Leistungen ab etwa 1 kW werden im Mikrowellenbereich (ca. 0.3 bis 300 GHz) vorwiegend Vakuumröhren eingesetzt. Mikrowellenstrahlung für Erwärmungszwecke wird zu über 98% durch Magnetrons erzeugt [43]. Das Magnetron wurde 1921 von HULL [44] entwickelt. Die Größe der Hohlraumresonatoren des Magnetrons bestimmt die Frequenz der elektromagnetischen Strahlung [45]. Der Wirkungsgrad von Magnetrons liegt zwischen 70% und 90% [46, 47].

Weitere Mikrowellen-Quellen sind Wanderfeldröhren, Klystrons, Gyrotrons [43, 45] sowie Solid-State-Geräte mit Hochleistungs-Transistoren und -Dioden auf Basis von GaAs, GaN, Si, SiC oder

InP [48]. Solid-State-Geräte (Halbleiterquellen) können nahezu monochromatische elektromagnetische Wellen mit einem sehr engen Frequenzspektrum erzeugen [49]. Moderne Halbleiterquellen erreichen einige hundert Watt Leistung und etwa 45% Wirkungsgrad [50].

2.2.1. Mikrowellenfrequenzen

Mikrowellen decken im elektromagnetischen Wellenspektrum den Bereich von 300 MHz bis 300 GHz ab und teilen sich das Frequenzspektrum u.a. mit den Funknetzen der Telekommunikation. Nur wenige abgegrenzte Frequenzbänder, die sogenannten Industrial, Scientific and Medical (ISM)-Bänder, sind für die industrielle, wissenschaftliche, medizinische und häusliche Nutzung freigegeben, also auch für Mikrowellen-Erwärmungsprozesse. Abbildung 2.7 zeigt einen Ausschnitt aus dem ISM-Spektrum mit benachbarten Funkfrequenzbändern der europäischen Telekommunikationssysteme im Mikrowellenbereich.

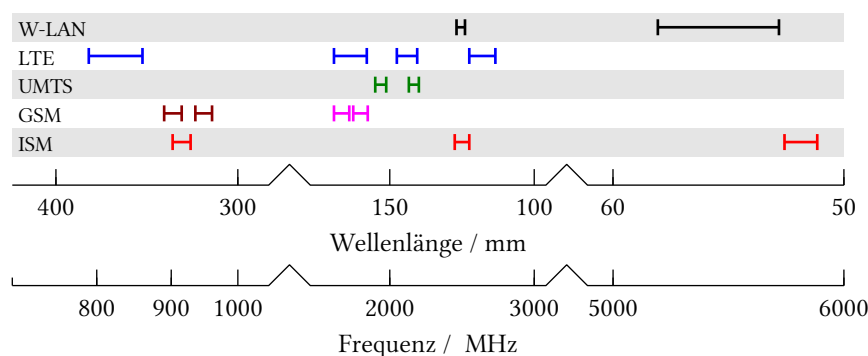


Abbildung 2.7: Gebräuchliche ISM-Frequenzen für die Mikrowellenerwärmung und benachbarte Frequenzen der Telekommunikation.

Tabelle 2.3 liefert eine Übersicht der gebräuchlichsten ISM-Frequenzbänder im Mikrowellenbereich. Hinzu kommen noch ISM-Frequenzen im Radiowellen- sowie GHz-Bereich. Maßgebend sind die jeweiligen nationalen Bestimmungen; für Deutschland siehe dazu [51]. Für die Mikrowellenerwärmung werden vor allem die Frequenz 915 MHz und 2.45 GHz verwendet. Dazu kommen noch die Frequenzen 433 MHz sowie 5.8 und 24.1 GHz.

Tabelle 2.3: ISM-Frequenzbänder für industrielle, wissenschaftliche, medizinische und häusliche Mikrowellennutzung [51]

ISM-Band	Mittelfrequenz	Anmerkung
433.05 - 434.79 MHz	433.92 MHz	ohne Einschränkung
902 - 928	915 MHz	uneingeschränkt zugelassen in Nord- und Südamerika sowie Großbritannien
2.4 - 2.5 GHz	2.45 GHz	ohne Einschränkung
5.725 - 5.875 GHz	5.8 GHz	ohne Einschränkung
24.0 - 24.25 GHz	24.125 GHz	ohne Einschränkung

Die durch Magnetrons erzeugte Mikrowellenstrahlung ist nur annähernd monochromatisch. Magnetrons für 2.45 GHz strahlen je nach Betriebsfall in einem Spektrum bis zu ± 35 MHz um die Mittelfrequenz ab [52] [45, S. 78-79]. Dieses Rauschen wird durch unerwünschte Resonanzen erzeugt, z.B. von an der Kathode gefangenen Ionen, die Plasmaoszillationen verursachen [53].

2.2.2. Mikrowellenresonatoren

Üblicherweise werden Mikrowellenerwärmungsprozesse in sogenannten Applikatoren durchgeführt. Form, Größe und Art dieser Applikatoren unterscheidet sich nach Anwendung bzw. Erwärmungsprozess. Die am häufigsten verwendeten Applikator-Arten sind [45]:

- *Wanderfeld-Applikatoren.* Sie sind dadurch gekennzeichnet, dass die eingestrahelte elektromagnetische Welle am Ende des Applikators von einer Last absorbiert wird, so dass keine stehende sondern eine fortlaufende Wellenform im Resonator existiert. Diese Form wird beispielsweise zur Erwärmung von Endlos-Gütern wie Folien, Bändern oder Fasern eingesetzt [18]. An Ein- und Ausgang befinden sich oft an Stellen mit geringen Wandströmen, um austretende Streustrahlung zu minimieren. Weitere Maßnahmen zur elektromagnetischen Schirmung sind in [18, S. 283-295] beschrieben.
- *Nahfeld-Applikatoren.* Sie besitzen offene abstrahlende Enden, durch die die elektromagnetische Strahlung in die unmittelbare Umgebung tritt. Diese Form wird z.B. in der Krebstherapie (Hyperthermie) [54] oder zum thermischen Zertrümmern von Gesteinen oder kontaminiertem Beton verwendet [55].
- *Resonante Applikatoren.* Das sind geschlossene oder halb-geschlossene Apparate mit einer elektrisch leitfähigen Hülle. Geschlossene Resonatoren besitzen den Vorteil, das ein Austreten der elektromagnetischen Strahlung und somit ein potenzieller Schaden für Mensch und Equipment per se vermieden wird. Halbgeschlossene Applikatoren werden für kontinuierliche bzw. semi-kontinuierliche Prozesse eingesetzt, bei denen das Erwärmungsgut durch den Applikator hindurch bewegt wird [45]. Maßnahmen zur elektromagnetischen Schirmung [18, S. 283-295] reduzieren die potenzielle Leckstrahlung an Ein- und Ausgang auf ein Minimum.

Weitere Applikator-Arten werden in [56, Kap. 8] bzw. [43, Kap. 4.2] beschrieben. Resonante, geschlossene Applikatoren werden in sogenannte Single-Mode (auch Monomode-) und Multimode-Resonatoren unterteilt. Durch Überlagerung von einfallender und an der metallischen Applikatorwand reflektierten Welle wird ein stehendes Wellenbild durch harmonische Oszillation im Resonator erzeugt. Ist bei einer gegebenen Mikrowellenfrequenz nur eine Resonatorresonanz ω_r im leeren Applikator existent, so liegt ein Single- oder Monomode-Applikator vor. Existiert eine Vielzahl Raumresonanzen, liegt ein Multimodenresonator vor. Die Existenz einer transversalen Mode wird durch die dreidimensionale Abmessung des Resonators bestimmt und kann für rechteckige Resonatoren bei gegebener Frequenz ω durch Lösen folgender Gleichung

$$\omega_{r,mnp} = \frac{c}{\sqrt{\mu_r \varepsilon_r}} \sqrt{\left[\frac{m\pi}{a}\right]^2 + \left[\frac{n\pi}{b}\right]^2 + \left[\frac{p\pi}{d}\right]^2} \quad \begin{cases} \text{TM:} & m, n > 0, p \geq 0 \\ \text{TE:} & m, p > 0, n \geq 0 \end{cases} \quad (2.45)$$

berechnet werden [57, 43, S. 132], worin a , b und d die Abmessungen des Applikators und m , n und p die Zahl der Halbwellen in x , y und z -Richtung sind; c ist die Lichtgeschwindigkeit im Medium. Für rechteckige Resonatoren mit metallischen Wänden werden die Moden in transversal elektrische TE_{mnp} - sowie transversal magnetische TM_{mnp} - Moden unterteilt. TE-Moden besitzen keine E -Feldkomponente in z -Richtung ($E_z = 0$) und TM-Moden keine H -Feldkomponente in z -Richtung ($H_z = 0$), wobei die z -Achse in Ausbreitungsrichtung der elektromagnetischen Welle zeigt [45, S. 88]. In ähnlicher Weise werden die resonanten Frequenzen für zylindrische Resonatoren berechnet [17, S. 428]. Die Resonanzfrequenz ω_r für TE_{mnp} - und TM_{mnp} -Moden berechnet sich wie folgt,

$$\begin{aligned}\omega_{r,mnp} &= \frac{c}{\sqrt{\mu_r \varepsilon_r}} \sqrt{\left(\frac{x_{nm}}{R}\right)^2 + \left(\frac{p\pi}{L}\right)^2} && \text{TM-Moden} \\ \omega_{r,mnp} &= \frac{c}{\sqrt{\mu_r \varepsilon_r}} \sqrt{\left(\frac{x'_{nm}}{R}\right)^2 + \left(\frac{p\pi}{L}\right)^2} && \text{TE-Moden}\end{aligned}\quad (2.46)$$

worin x_{mn} die Nullstellen der Besselfunktion erster Gattung $J_{m,n}$ und x'_{nm} die Nullstellen der Ableitung der Besselfunktion $J'_{m,n}$ sind. Die Nullstellen der Besselfunktionen können z.B. [58, S. 409-411] entnommen werden.

Die Phasendifferenz zwischen elektrischem und magnetischem Feld beträgt in idealen, verlustfreien rechtwinkligen Resonatoren 90° [45, S. 86]. Schwächt sich das magnetische Feld ab, nimmt die elektrische Feldstärke zu und umgekehrt. Wie bei elektrischen Resonanzkreisen wechselt die gespeicherte Energie von elektrischen zu magnetischen Feldern. Die eingetragene Energie wird volumetrisch im Resonator gespeichert, es sei denn Verluste durch Wände oder andere Lasten treten auf [45]. Das Verhältnis von im Resonator gespeicherter zu dissipierter Energie wird mit der Güte Q (oder Q -Faktor) des Resonators zum Ausdruck gebracht [18, S. 61-63].

$$Q = 2\pi \frac{\text{im Resonator gespeicherte Energie}}{\text{pro Zyklus dissipierte Energie}} \quad (2.47)$$

In einem leeren Resonator wird der Q -Faktor von den Verlusten in den Wänden und im Hohlleiter sowie die Ein- und Auskopplung bestimmt. Befindet sich eine dielektrische Last im Resonator, erhöht sich die dissipierte Leistung, und somit sinkt der Q -Faktor.

2.2.3. Hybride Heizsysteme

Bei hybrider Mikrowellenerwärmung wird im Allgemeinen eine weitere Heizmethode mit Mikrowellenstrahlung kombiniert. In der Literatur finden sich zahlreiche Beispiele für hybride Mikrowellenheizsysteme, u.a. in [59, 60, 61, 62, 63]. Bei einer der frühesten Anwendungen hybrider Erwärmung [64] wird die Abwärme des Magnetrons als Warmluftstrom in den Innenraum eines Mikrowellenofens geleitet. Neben konventioneller Elektrowärme (resistive Heizung) werden auch Infrarot [65] und/oder Heißluft [66], Induktion [67], Gasbrenner [68], Laser [69, 70, 71] und/oder Plasmen [72] als sekundäre Wärmequellen verwendet. Unterschieden wird zwischen konsekutiver⁸ und additiver⁹ Hybridbeheizung [68]. Folgende Vorteile lassen sich durch die teilweise Substitution von Mikrowellenenergie durch sekundäre Wärmeträger erzielen:

- Durch die hybride Erwärmung können Materialien, die bei niedrigen Temperaturen geringe dielektrische Verluste aufweisen, durch die sekundären Wärmequellen bis zu einem Temperaturniveau aufgeheizt werden, bei dem die Mikrowellenerwärmung dann dominierend wird.
- Durch Kombination der Erwärmungsarten stellt sich meist auch eine Kombination der räumlichen Wärmedissipation ein. Durch die Mikrowellenstrahlung wird gerade bei Materialien mit geringen bis mittleren dielektrischen Verlusten die Wärme im Probenvolumen dissipiert, während bei vielen der oben genannten sekundären Wärmequellen die Dissipation über die Probenoberfläche erfolgt und von dort über Wärmeleitung ins Innere geführt, so dass eine Vergleichmäßigung der Temperaturverteilung im Inneren der Probe möglich ist.

⁸Konventionelle Vorerwärmung auf Übergabetemperatur, anschließend Mikrowellenerwärmung

⁹Gleichzeitige Anwendung von konventioneller und Mikrowellenerwärmung

- Durch Kombination kann sowohl eine energetische als auch ökonomische Optimierung erreicht werden, da die Bereitstellung hochfrequenter, elektromagnetischer Strahlung mit Transformationsverlusten verbunden ist. Die spezifische Effizienz der Mikrowellenerwärmung liegt nach [18] im Bereich 50-70%

Neben den oben beschriebenen sekundären Wärmequellen können auch sogenannte Mikrowellenszeptoren als intrinsische Wärmequelle genutzt werden [73]. Suszeptoren stellen bei der Mikrowellenerwärmung technische Hilfsmittel dar, die ein hohes dielektrisches Erwärmungspotenzial aufweisen. Mit ihrer Hilfe wird elektromagnetische Energie in Wärmestrahlung umgewandelt, die ihrerseits Materialien mit niedrigeren dielektrischen Verlusten solange indirekt erwärmt, bis der dielektrische Verlustfaktor der zu erwärmenden Materialien soweit angestiegen ist, dass diese mit deutlich höherem Wirkungsgrad direkt von der Mikrowellenstrahlung geheizt werden können. Geeignete Suszeptoren weisen in der Regel eine hohe Permittivität und Emissivität auf, um möglichst effizient elektromagnetische Energie in Wärme umzuwandeln und in Form von Wärmestrahlung abzugeben. Als keramischer Suszeptor wird vor allem Siliziumcarbid verwendet, das sich je nach Herstellung, Form des Halbzeugs, Korngröße und Gefüge in der Mikrowellenabsorption unterscheidet [74, 75]. Desweiteren werden auch MoSi₂ [76], LaCrO₃ [77, 78, S. 58] oder Mischungen verschiedener keramischer Materialien als Suszeptor verwendet [77]. Für Lebensmittelverpackungen werden dünne Metallschichten auf Kunststofffolien als Suszeptoren verwendet [79, 80].

Kennzeichnend für die Suszeptorheizung ist die Mikrowellen durchlässige räumliche Anordnung der Suszeptoren um das zu erwärmende Gut, beispielsweise in Form eines umgebenden Pulverbetts [81], in flächiger Ausbringung [82], als geschichteter Aufbau [74], als sogenannte „Picket-Fence“-Anordnung, bei der Suszeptorstäbe in Abständen von einer halben Wellenlänge rund um das Gut angeordnet sind [73, 62] sowie als zylindrische Röhre [83] oder Abdeckung [84] um das zu erwärmende Gut.

2.3. Anwendungsgebiete der Mikrowellenerwärmung

Der erste Mikrowellenofen wurde 1945 von SPENCER [85] (Raytheon, USA) für die Erwärmung von Lebensmitteln entwickelt [86]. In den 1950er und 1960er Jahren erfolgten systematische Untersuchungen zur Wechselwirkung von Mikrowellen und dielektrischer Materie durch VAN HIPPEL [87] sowie VOSS und TINGA [88], wodurch der Grundstein für den Einzug der Mikrowellenerwärmung in zahlreiche technische Bereiche gelegt wurde (vgl. [89, 90]). Die nachfolgende Übersicht stellt eine Übersicht über Anwendungsmöglichkeiten und Besonderheiten der technischen Mikrowellenerwärmung vor, ohne Anspruch auf Vollständigkeit. Begleitend wird auf die Modellierung und Simulation der vorgestellten Mikrowellenerwärmungsprozesse verwiesen.

2.3.1. Mikrowellenerwärmung von biologischen und organischen Materialien

Der Einsatz von Mikrowellenstrahlung hat sich in der Lebensmitteltechnik bereits in den 1950er Jahren technologisch etablieren können [86, 91, 92, 93]. Hauptanwendungsgebiete der Mikrowellentechnik sind vor allem die Trocknung [94, 95] einschließlich Vakuum- [96] und Gefriertrocknung [97], das Auftauen [98], Erwärmen und Backen [99] sowie Pasteurisieren und Sterilisieren [100] einer großen Bandbreite von Lebensmitteln (z.B. Früchte, Gemüse, Getreideprodukte, Fertigprodukte etc.). Neben dem Wärmetransport steht der Stofftransport durch Diffusion und Verdampfung im Vordergrund [101, 102]. Die Modellierung dieser multiphysikalischen und Multiphasen-Systeme ist Gegenstand zahlreicher Publikationen, z.B. in [103, 104, 105, 106, 107].

Industrielle Anwendung findet die Mikrowellenerwärmung zudem bei der (Vakuum-)Trocknung von Holz und Holzprodukten [108, 109, 110]. Durch die Volumenheizung durch Mikrowellen [108]

kann das Holz wesentlich schneller trocknen bei etwa gleichem Energieeinsatz [110]. Gekoppelte elektrodynamische und thermische Simulationen zur Mikrowellentrocknung von Holz werden genutzt, um die Erwärmung im oft anisotropen Material zu kontrollieren und den Trocknungsfortschritt im Hinblick auf die Produktqualität zu optimieren [111, 112, 113].

Mikrowellenerwärmung findet auch bei polymeren Werkstoffen Anwendung [114, 115], u.a. beim Härten von Harzen z.B. in Composite-Werkstoffen [116, Kapitel 6], beim Vulkanisieren von Elastomeren [117, 118] sowie bei der Polymerisation [115]. Durch IR- oder Mikrowellenstrahlung können Polymere gezielt modifiziert werden, z.B. durch katalytisch-geförderte Bildung von Quervernetzungen, Änderung der Oberflächeneigenschaften und -struktur oder durch Degradation [118, 115]. Die wesentlichen Vorteile des Mikrowelleneinsatzes bei der Vulkanisierung bzw. der Polymerisation sind der gute Wärmetransfer, eine hohe Energieeffizienz, kürzere Prozesszeiten bzw. höherer Durchsatz bei gleicher Qualität und geringere Werkzeugkosten; Nachteile sind die höheren Investitions- und Wartungskosten, der hohe technische Aufwand für eine gleichmäßige Aushärtung [118]. Beim Härten von Composite-Werkstoffen stellt der Schichtaufbau und die damit verbundene Anisotropie der Werkstoffeigenschaften eine besondere Herausforderungen an den Mikrowelleneinsatz und die Simulation dieser Prozesse [119, 120]. Ein weiteres erfolgreiches Beispiel stellt die Depolymerisierung von Polytetrafluorethylen in einem mikrowellenbeheizten Wirbelbett dar [121].

Bei der Synthese organischer Verbindungen mit Hilfe von Mikrowellen wird seit der ersten Untersuchung [122] die Existenz eines nicht-thermischen Mikrowelleneinflusses aufgrund von direkten Wechselwirkungen zwischen Mikrowellen und chemischen Verbindungen diskutiert [123, 124, 125, 126]. Kennzeichnend für die überwiegend im Labormaßstab durchgeführten Mikrowellen-Synthesen sind hohe Aufheizraten, die sehr schnelle Reaktionsabläufe ermöglichen. Viele Autoren zweifeln jedoch die Existenz eines nicht-thermischen Mikrowellen-Effekts an und führen den Mikrowelleneinfluss letztlich auf thermo-kinetische Effekte zurück [127, 128, 129, 130, 131, 132]. Eine wichtige Voraussetzung für die Vergleichbarkeit von konventionell- und mikrowellen-beheizten Verfahren ist grundsätzlich eine exakte und vergleichbare Temperaturmessung [133]. Ursache für tatsächlich erhöhte Temperaturen und Umsätze bei der Mikrowellensynthese kann eine Siedepunktserhöhung des eingesetzten Lösungsmittel sein [134] bzw. eine selektive Überhitzung dielektrischer bzw. elektrisch-leitfähiger Materialien in einem vergleichsweise mikrowellentransparenten Medium [135, 136]. Dabei spielen die Umgebungsbedingungen eine entscheidende Rolle: in flüssigen Medien wird in [137, 138] eine geringe Temperaturerhöhung gegenüber dem umgebenden flüssigen Medium beobachtet; in [139] hingegen wird eine deutliche Temperaturerhöhung durch elektrische Entladungen aufgrund von Feldüberhöhungen an Ecken oder Kanten der Partikeln berichtet. Auch in gasförmigen Medien kann selektive Mikrowellenerwärmung beobachtet werden, z.B. bei Kohlenstoff-Kurzfasern in einer mikrowellenbeheizten Wirbelschicht [140, S. 64] oder bei MoS₂-Partikeln auf γ -Al₂O₃-Träger in einem mikrowellenbeheizten Festbettreaktor [141, 142]. Die thermodynamische Voraussetzung für die selektive Erwärmung werden in [143, 144, 145, 146] mittels Simulation untersucht.

Die Mikrowellenerwärmung findet auch Einsatz bei medizinischen Anwendungen - sowohl für die Diagnose als auch für die Therapie. Bei der Mikrowellenhyperthermie wird eine lokale Erwärmung bzw. Überhitzung des Gewebes erzielt, beispielsweise zur Zerstörung von Tumorzellen [147, 148] oder Behandlung von Muskelverletzungen [149]. Für die Hyperthermie wurden spezielle Mikrowellen-Applikatoren und -antennen für die ambulante Behandlung mit Hilfe von Simulationen entwickelt [150, 54]. Die Inaktivierung bzw. selektive Zerstörung von Zellstrukturen verschiedener Mikroorganismen mittels Mikrowellenstrahlung ist darüber hinaus Gegenstand in [151, 152, 153]. Diagnostischer Art ist der Einsatz von Mikrowellen bei der Radiometrie z.B. zur nicht-invasiven Messung der Gewebetemperatur [154].

2.3.2. Mikrowellenerwärmung von anorganischen Werkstoffen

Anorganische Werkstoffe wie Keramiken, Metalle, Glas, Glaskeramik sowie Composit- und Gradienten-Werkstoffen aus den genannten Materialien werden ebenfalls erfolgreich durch Mikrowellenstrahlung einer Wärmebehandlung unterzogen, wie z.B. Entbindern, Sintern, Tempern, Schmelzen und Beschichten [155, 156]. Glaswerkstoffe werden mittels Mikrowellenbehandlung hergestellt, erwärmt und geschmolzen [157, 158]. Die kontaktlose Erwärmung macht die Mikrowellennutzung auch interessant für gezielte physikalische Veränderungen anorganischer Werkstoffe wie z.B. Kristallisieren [159, 160], Zerkleinern und Aufschließen von Gesteinen/Erzen [161, 162, 163], Aufbereitung belasteter Böden durch Entfernen flüchtiger organischer Verbindungen [164, 165], Aufbereitung von Prozessabfällen wie Klärschlämmen [166], Aschen und Stäuben [167, 168] oder die Verglasung nuklearer Abfälle [169]. Zusätzlich werden Mikrowellen für die Synthese anorganischer Materialien genutzt [170, 171].

Bei keramischen Materialien kommt die Mikrowellenerwärmung vor allem beim Sintern zum Einsatz, wobei auch das Entbindern mit Mikrowellen durchgeführt werden kann [172, 173, 174]. Mikrowellen-Sintern wird sowohl bei oxidischen wie nicht-oxidischen Keramiken angewendet. Erste Arbeiten zur Mikrowellenerwärmung oxidischer Keramiken wurden in den 1960er und 1970er Jahren durchgeführt [175, 176]; einen Überblick über die geschichtliche Entwicklung der Mikrowellensinterung bieten [86, 177, 178, 179]. Insbesondere beim Sintern von z.B. hoch-reinem Al_2O_3 bzw. ZrO_2 traten zunächst Schwierigkeiten wie niedriges Ankopplungsvermögen der Keramik bei niedrigen bis mittleren Temperaturen, ungleichmäßiges Erwärmungsverhalten, das zu Hotspots und Thermal Runaway führte, Rissbildung aufgrund innerer Spannungen, Entstehung von Lichtbögen und Plasmen auf [177]. All diese Effekte erschweren zudem die Skalierbarkeit. Von 1980er Jahren bis heute wurde die Mikrowellensinterung stetig verbessert. Neben erweiterten materialwissenschaftlichen und verfahrenstechnischen Kenntnissen trugen vor allem folgende technische Maßnahmen, gestützt durch Modellierung und Simulation, zur Optimierung bei:

- Anwendung hybrider Heizkonzepte mittels Suszeptoren oder weiterer Energieträger (vgl. Unterabschnitt 2.2.3),
- verbesserte Einkopplung der Mikrowellenstrahlung durch Tuning-Maßnahmen wie Impedanzabstimmung durch Blenden oder Stifttuner [180], Resonator-Tuning [181, 182] bzw. Modenanpassung [183],
- optimierte Platzierung der Proben im Resonator [184, 185] bzw. der Mikrowellenquellen am Resonator [45],
- Vergleichmäßigung der elektromagnetischen Feldverteilung im zeitlichen Mittel durch Modenrührer [186, 187] oder kontinuierliche Probenbewegung [188],
- stabilisierte Aufheizbedingungen durch verbesserte Mess- und Regeltechnik [189, 190],
- Anwendung alternativer Mikrowellen- oder Radiofrequenzen [191, 192, 193],
- Sinterung bei erhöhtem Gasdruck [194],
- Anpassung der Probenzusammensetzung [195], Zugabe von dielektrischen Sinteradditiven [196] oder Vermeidung von Verunreinigungen durch umgebendes Inventar mit Hilfe von „Caskets“ [197],
- Bündelung des elektromagnetischen Feldes [198] bzw. gerichtete Abstrahlung durch z.B. Schlitz- [199, 200], Stab- [201, 202] oder Horn-Antennen [203] zur Steuerung der lokalen Mikrowellenausbreitung,
- innovatives Resonator-Design wie z.B. polygone Resonatorformen [204, 205].

Viele der oben genannten Optimierungsmaßnahmen wurden durch Anwendung numerischer Simulationen (vgl. Unterabschnitt 3.2.2) begleitet. In der vorliegenden Arbeit werden mehrere der oben genannten Techniken aufgeriffen und in die Simulation des Mikrowellenerwärmens von ZrO_2

einbezogen. Da das Mikrowellensintern von stabilisiertem Zirkoniumoxid in zahlreichen Publikationen behandelt wird, u.a. in [206, 207, 60, 208, 209, 210] (vgl. auch Unterabschnitt 3.1.2), eignet es sich als Modellsystem für die Modellierung besonders gut und wird auch in der vorliegenden Arbeit herangezogen.

Neben oxidischen Keramiken werden auch nichtoxidische Keramiken erfolgreich mit Mikrowellen gesintert, z.B. Siliziumkarbid [211], Siliziumnitrid [212, 213, 214], Aluminiumnitrid [215] oder Titanborid [216]. Hinzu kommen Verbundwerkstoffe aus Keramik/Keramik [217, 218, 219], Keramik/Hartmetall [220, 221], Metall/Hartmetall [222] als auch Gradientenwerkstoffe aus Metall/Keramik [223, 224, 225]. Partikuläre Metall-Systeme können ebenfalls mittels Mikrowellensinterung verdichtet [76, 226] oder geschmolzen werden [227], trotz extrem geringer Eindringtiefe der elektromagnetischen Strahlung bei Metallen [228]. Untersuchungen zeigen, dass zusätzlich magnetische Wechselwirkungen im Material zum Erwärmen von Metallpulvern im Mikrowellenfeld beitragen [225, 229].

Analog zur Mikrowellensynthese (siehe Unterabschnitt 2.3.1) wird auch bei der Mikrowellensinterung kontrovers diskutiert, ob nicht-thermische Mikrowellen-Effekte auftreten. Anlass zu dieser Annahme gibt die Beobachtung erhöhter Verdichtung keramischer Materialien [59], geringerer Korngrößen [230, 208] oder verstärkter Abbau offener Porosität [231] beim Vergleich von Mikrowellen- zu konventionell gesinterten Proben. Daraus wurde u.a. auf eine erhöhte Diffusion aufgrund spezifischer Wechselwirkungen von Mikrowellen mit kristalliner bzw. amorpher Materie geschlossen [232, 233], quantifizierbar durch scheinbar erniedrigte Aktivierungsenergien der Diffusionskoeffizienten, siehe z.B. [234]. Kritiker verweisen hingegen auf die extrem schwierige Vergleichbarkeit der Heizmethoden, die eine genaue Einhaltung aller relevanter Prozessparameter wie z.B. Temperatur, Temperaturgradienten und Heizraten erfordert [235, 236], und stellen geringere Aktivierungsenergien der Diffusion mangels physikalischer Modelle in Frage [237, 236]. Untersuchungen zur Mobilität von Kristalldefekten in ionischen Kristallen sollen durch ponderomotorische Kraft erfolgen [238, 239]. Der experimentelle Nachweis wird indirekt durch Messung von Ausgleichsströmen während und nach einem Mikrowellenimpuls in einem defektbehafteten, ionisch-leitfähigen Kristall geführt, wobei je nach Defektart der Strom mit $1/\sqrt{t}$ bzw. exponentiell mit der Zeit abfällt [240, 241]. Mit Hilfe numerischer Simulation wurde berechnet, dass die ponderomotorische Kraft mindestens gleich groß bzw. größer ist als andere treibende Kräfte während der Sinterung [242] und somit theoretisch in der Lage ist, Defekte an die Korngrenzen zu transportieren. Eine weitere experimentelle Untersuchung zeigt die Ausbildung einer Vorzugsorientierung von Poren in ZrO_2 entlang des E-Feldes bei linear polarisierter Mikrowellenstrahlung als mögliche Folge der ponderomotorischen Kraft [243], so dass diese nach [244] eine mögliche Erklärung für erhöhten Massentransport bei der Mikrowellensinterung darstellt [244]. Ein weiterer Effekt wird in [245] beschrieben: gestützt durch Simulationen konnte gezeigt werden, dass elektrische Feldüberhöhungen an den Rändern dünner leitfähiger Schichten aus Indium-dotiertem Zinnoxid (ITO) das Wachstum von kristallinen TiO_2 -Schichten aus einem Sol bei sehr niedrigen Temperaturen (150 °C) bewirken [245].

Unabhängig von möglichen Einflüssen nicht-thermischer Effekte liegt der Vorteil der Mikrowellensinterung generell in hohen Aufheizraten, wodurch eine Verkürzung der Prozesszeit und somit eine Energie- [246, S. 71-78] und Kosteneinsparung [247] möglich ist, trotz nur moderater elektrischer Effizienz der Mikrowellenerzeugung von 50-70% (vgl. Unterabschnitt 2.2.3).

Bei einer Mehrzahl der oben beschriebenen Anwendungsbeispiele stellt die Anwendung numerischer Simulationen ein wichtiges Instrument zur Planung und Optimierung der Mikrowellenverfahren dar, um eine energieeffiziente Behandlung zu erzielen. Die Anwendung erfolgt dabei meist auf Ebene der Makroprozesse, d.h. auf Applikator- und Kontinuumsebene. In zunehmenden Maße rückt aber auch die Modellierung und Simulation von Mikroprozessen auf Partikel- und Molekularebene in den Vordergrund.

3. Mathematische und experimentelle Methoden

3.1. Vorgehensweise und betrachtete Materialien

Ziel dieser Arbeit ist es, eine modellgestützte Methode zur Auslegung und Optimierung von Mikrowellenerwärmungsprozessen zu entwickeln. Wichtigstes Kriterium für die Erwärmung ist die Energie, die das zu erwärmende Gut aus der ihn umgebenden elektromagnetischen Welle absorbiert. Dazu werden verschiedene Berechnungsmethoden untersucht.

3.1.1. Vergleich mathematischer Methoden zur Berechnung der Energieabsorption

Zum einen wird eine analytische Berechnung der Absorption elektromagnetischer Strahlung nach der Mie-Theorie durchgeführt, zum anderen werden numerische Berechnungsverfahren herangezogen. Die von MIE & LORENZ veröffentlichte analytische Lösung für die Streuung und Absorption elektromagnetischer Wellen wurde für kolloidale sphäroide Partikel entwickelt (vgl. auch Unterabschnitt 2.1.2). Damit kann diese Lösung nur für kugelförmige Objekte herangezogen werden. Es gibt zwar auch analytische Lösungen für endlich lange zylindrische Proben, die hier aber nicht im Fokus der Untersuchungen stehen und daher nicht einbezogen werden. Die Mie-Lösung gilt zudem nur für Einzelpartikel. Weitere Streuzentren für die elektromagnetische Strahlung in der unmittelbaren Umgebung des Objekts (sprich im Nahfeld) werden nicht berücksichtigt. Somit stellt sie einen Fall dar, der bei der Erwärmung dielektrischer Materialien ungewöhnlich ist, da diese meist in geschlossenen oder halboffenen Resonatoren durchgeführt werden, wo die Wände des Resonators für Reflexion und Interferenz der elektromagnetischen Strahlung verantwortlich sind. Dennoch hat ROTHER gezeigt, dass die Mie-Lösung für die Beschreibung der spezifischen Mikrowellenabsorption dielektrischer Materialien in Resonatoren angewendet werden kann [29]. In der vorliegenden Arbeit wird die Mie-Theorie genutzt, um das grundsätzliche Absorptionsverhalten dielektrischer Materialien in Abhängigkeit ihrer Permittivität zu untersuchen und einen Vergleich zwischen der analytischen Lösung und der numerischen Simulation vorzunehmen. Sie wird *nicht* genutzt, um das Mikrowellenerwärmungsverhalten von Objekten zu berechnen.

Als charakteristische Größe für das Mikrowellenabsorptionsvermögen wird die von ROTHER [29] eingeführte Leistungsaufnahme $\frac{P_V}{P_A}$ verwendet, die die volumenbezogene Leistungsaufnahme P_V eines zu erwärmenden Objektes in Relation zur Flächenleistungsdichte P_A im Mikrowellenbeaufschlagten Raum setzt. Dieser normierte Parameter soll auch die Verbindung zwischen analytischer Lösung und numerischer Simulation herstellen. Als Referenzmedium für den Vergleich dient Wasser. Desweiteren werden die keramischen Werkstoffe Siliziumkarbid (SiC) und Zirkoniumoxid (ZrO₂) verwendet, die im folgenden Abschnitt vorgestellt werden. Die Beschreibung der Berechnungsmethoden folgt anschließend in Abschnitt 3.2, gefolgt von einer Beschreibung der Modellbildung, den Anfangs- und Randbedingungen, der Kopplung von elektromagnetischer und thermischer Simulation sowie abschließend den Stoffeigenschaften.

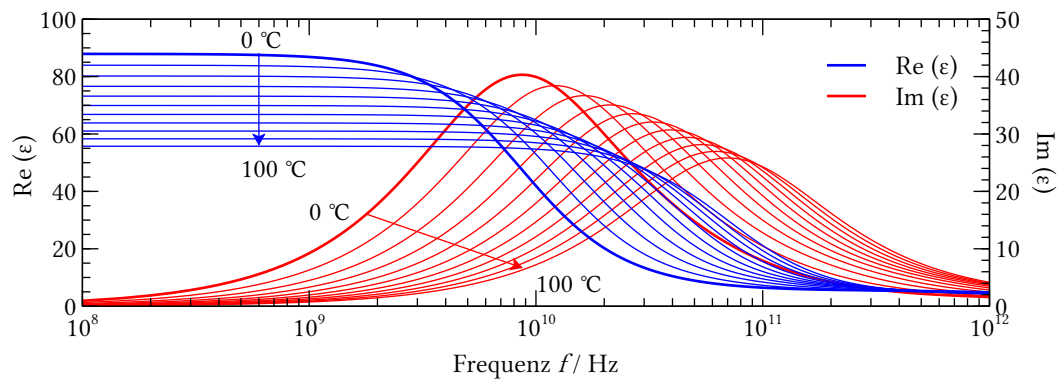


Abbildung 3.1: Permittivität von Wasser im Mikrowellenbereich als Funktion der Temperatur und Frequenz (berechnet nach [251]).

3.1.2. Materialien

Als Referenzmedium für den Vergleich zwischen numerischer und analytischer Berechnung der Wärmeabsorption an kugelförmigen Objekten dient an erster Stelle Wasser (H_2O) bei Raumtemperatur. Außerdem werden die bereits erwähnten keramischen Materialien SiC , ZrO_2 sowie vereinzelt Aluminiumoxid (Al_2O_3) betrachtet. Nachfolgend werden die Materialien kurz vorgestellt. Alle relevanten Stoffdaten finden sich in Abschnitt 3.7.

Wasser Wasser (H_2O) ist bei Raumtemperatur flüssig, gefriert bei 0 °C und siedet bei 100 °C unter Normaldruck. Damit eignet es sich nicht als Beispielsubstanz für die Auslegung von Hochtemperaturprozessen. Allerdings wechselwirkt Wasser als polares Molekül sehr gut mit elektromagnetischer Strahlung und wird in vielen technischen Mikrowellen-Erwärmungsprozessen als Wärmeträger/Wärmeüberträger genutzt wie z.B. in der Lebensmitteltechnik (vgl. auch Abschnitt 2.3). Die dielektrischen Eigenschaften sind zudem sehr gut beschrieben, siehe z.B. [248, 249, 250, 251], weshalb es hier als Referenzmedium dient.

Die beiden Wasserstoffatome des Wassermoleküls sind durch kovalente Bindungen an das Sauerstoffatom gebunden. Die Bindungsenergie beträgt $41146\text{ cm}^{-1} = 492\text{ kJ/mol}$ [252] und der Winkel zwischen den Bindungen 104.48° [253]. Durch die größere Elektronegativität des Sauerstoffs ist dieser partiell negativ (δ^-) und die beiden Wasserstoffatome partiell positiv (δ^+) geladen. Die Ladungsdifferenz innerhalb des Moleküls sorgt für ein permanentes Dipolmoment und elektrostatische Anziehung der Partialladungen zwischen Wassermolekülen unter Ausbildung von Wasserstoffbrückenbindungen (Bindungsenergie 23 kJ/mol [254]). Die Wasserstoffbrückenbindungen erzeugen dynamische netzwerkartige, polygone und polyedrische Strukturen, weisen kooperatives Verhalten auf, ermöglichen den Transport von Ladungen (H^+ und OH^-) und werden durch thermische Fluktuation aufgebrochen [255, 256]. Die Dynamik der Wasserstoffbrückenbindungen bestimmt auch die Polarisierung und Relaxation [257] und somit das Mikrowellenaufheizverhalten von Wasser [258]. Die Polarisierung verteilt sich auf gehinderte Rotationen und Schwingungen im Netzwerk der Wasserstoffbrückenbindungen [259]. Die Permittivität $\varepsilon(\omega)$ ist eine Funktion von Temperatur und Frequenz (s. Abbildung 3.1), die über eine Mehrfach-Debye-Relation beschrieben werden kann [251]. Die erste Resonanzfrequenz liegt bei 20 °C bei 16.2 GHz . Die häufig für die Erwärmung von Wasser verwendete Frequenz von 2.45 GHz entspricht also nicht der Resonanzfrequenz von flüssigem Wasser bei 20 °C . Bei 29.6 kHz besitzt Wasser einen isopermittiven Punkt, an dem die Permittivität unabhängig von der Temperatur ist [260].

Siliziumcarbid SiC ist eine Carbidkeramik mit halbleitender Eigenschaft und tritt in verschiedenen kristallographischen Polytypen auf. Das Si-Atom ist dabei immer tetraedrisch mit vier Kohlenstoffatome verbunden [261]. Das kubische β -SiC (auch 3C-SiC) ist dem Diamant ähnlich, das α -SiC (2H-SiC) zeigt eine hexagonale Struktur; zusätzlich existieren noch α , β -Mischphasen wie 4H-SiC (eine kubische zwischen zwei hexagonalen Schichten) und 6H-SiC (zwei kubische zwischen zwei hexagonalen Schichten) sowie rhomboedrische Strukturen (15R-SiC, 21R-SiC) sowie viele weitere Polytypen. Die SiC-Polytypen besitzen auch unterschiedliche Bandlücken, z.B. 3C-SiC bei 2.39 eV und 2H-SiC bei 3.33 eV [262]. SiC weist generell folgende Eigenschaften auf [263]:

- reines β -SiC ist farblos, α -SiC ist gelb, technisches SiC ist je nach Verunreinigung/Dotierung grün bis schwarz
- theoretische Dichte 3.214 g/cm^3
- niedriger thermischer Ausdehnungskoeffizient von $4.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (20-1000 °C)
- hohe Härte (9.5 Mohs)
- hohe Wärmeleitfähigkeit (SiC-Einkristall: $490 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, technisches SiC $110 \dots 140 \text{ W/m}\cdot\text{K}$)
- chemisch beständig und bis etwa 1600 °C oxidationsstabil durch eine passivierende SiO_2 -Schicht.

Die halbleitenden Eigenschaften variieren stark, sowohl abhängig von den kristallografischen Merkmalen als auch abhängig von der Anzahl und Art intrinsischer und extrinsischer Defekte. Durch Aluminiumdotierung wird SiC z.B. zum p-Typ Halbleiter, durch Stickstoffdotierung zum n-Typ.

SiC besitzt eine hohe Permittivität (s. Abbildung 3.16), weshalb es sich durch gute mikrowellenabsorbierende Eigenschaften auszeichnet [264]. Es lässt sich an Luft drucklos bis zu 1400-1500 °C aufheizen, bei Druckbeaufschlagung in Schutzatmosphäre (zur Reduzierung von Plasmenbildung) sogar bis 2200 °C [194]. Als Suszeptor wird es bei der Mikrowellenerwärmung (vgl. Unterabschnitt 2.2.3), als Resonator z.B. in der Mikrosystemtechnik verwendet [265]. In großen Mengen kommt SiC in anderen Bereichen der Technik zum Einsatz: SiC wird als Schleifmittel sowie zur Verstärkung von Verschleißteilen verwendet. In der Metallurgie wird SiC als Reduktionsmittel eingesetzt, um Oxide in der Eisenschmelze zu CO und silikatischen Schlacken umzusetzen [263].

Zirkoniumoxid ZrO_2 ist eine Oxidkeramik mit guter Beständigkeit gegen chemische, thermische und mechanische Einflüsse. In der Natur kommt es als Baddeleyit (ZrO_2) oder als Zirkon (ZrSiO_4) vor. Spezifische Eigenschaften von ZrO_2 sind [266]:

- hohe Bruchfestigkeit, Risszähigkeit und Verschleißbeständigkeit (in Abhängigkeit der Stabilisierung, s.u.)
- niedrige Wärmeleitfähigkeit
- hohe Sauerstoffionenleitfähigkeit

Bei niedrigen Temperaturen absorbiert ZrO_2 nur wenig Mikrowellenenergie, da der dielektrische Verlustfaktor im Bereich $\epsilon_r'' = 10^{-2}$ liegt (s. Abschnitt 3.7.1). Über 1000 °C steigt der dielektrische Verlustfaktor auf $\epsilon_r'' > 10$ und die Mikrowellenabsorption nimmt exponentiell zu [73]. ZrO_2 wird im Anlagen- und Maschinenbau, in Wärmedämmschichten, in der Sensorik und Medizintechnik, im Feuerfestbau sowie bei der Farbpigmentherstellung verwendet [266].

Bei Raumtemperatur liegt ZrO_2 in monokliner Kristallform vor; oberhalb von 1170 °C wandelt es sich in die tetragonale Form und ab 2370 °C in die kubische Form mit kubisch flächenzentriertem Gitter um [266]. Bei der martensitischen Umwandlung der tetragonalen in die monokline Phase entsteht eine Volumenänderung von etwa 4% infolge der Dichteänderung, die dazu führt, dass beim Aufheizen oder Abkühlen Spannungen im Sinterkörper auftreten und Risse induziert

werden können [266]. Durch Zugabe anderer Metalloxide können die Hochtemperaturphasen des ZrO_2 bei niedrigen Temperaturen stabilisiert werden, wobei zwischen teilstabilisierten (PSZ = partially stabilized zirconia), tetragonalstabilisiertem (TSZ) und vollstabilisiertem ZrO_2 (FSZ = fully stabilized zirconia) unterschieden wird. Durch die Umwandlungsstabilisierung können die mechanischen Eigenschaften von PSZ und TSZ modifiziert werden, z.B. durch Erhöhen der Zähigkeit [267]. Die Phasenumwandlung tetragonal zu monoklin und die sich einstellende Gefügebildung können inzwischen recht genau mit Hilfe der Phasenfeld-Methode simuliert werden [268]. Die PSZ und TSZ sind allerdings metastabil. Durch Niedertemperaturdegradation kann die stabilisierte Phase durch spontane Umwandlung in die monokline Form umgewandelt werden [266]. Beim FSZ wird durch Zugabe von z.B. 8 mol% Yttrium(III)-oxid (8YSZ) die kubische Hochtemperatur-Phase des ZrO_2 dauerhaft stabilisiert, so dass 8YSZ weder bei Erwärmung noch Abkühlung einer Phasenumwandlung unterliegt [266].

In dieser Arbeit wird die durch Yttrium vollstabilisierte Form 8YSZ betrachtet. Nachfolgend wird die Bezeichnung „ ZrO_2 “ synonym für die vollstabilisierte Form 8YSZ verwendet. In den folgenden Berechnungen wird ein vorverdichteter ZrO_2 -Grünling mit einer theoretischen Dichte von 50% auf 100% theoretische Dichte gebracht. In der Literatur finden sich zahlreiche Untersuchungen zur Mikrowellen-Sinterung von ZrO_2 , z.B. zu TSZ [269] oder FSZ [73, 270, 271, 272]. Die in diesen Arbeiten gewonnen Erkenntnisse dienen als Basis für die im Folgenden beschriebenen Berechnungen und Simulationen. Es gibt sehr umfangreiche Kenntnisse über die elektrischen Eigenschaften von 8YSZ. Deshalb eignet sich diese Keramik gut für die Simulation des Erwärmungsverhaltens im Mikrowellenfeld.

Aluminiumoxid hat die chemische Formel Al_2O_3 und kommt in der Natur vor allem als Korund, selten als Saphir oder Rubin (Cr-dotiert), vor. Die Dichte beträgt 3.94 g/cm^3 . Neben dem thermodynamisch stabilen $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ mit trigonaler Kristallstruktur existieren noch verschiedene weitere metastabile polymorphe Formen, darunter das $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ [273], das als Ausgangsstoff für die Keramik- und Aluminiumherstellung verwendet wird. $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ wird als Schleifmittel, Katalysator, Füllstoff, Pigment, Absorbens, in der Katalyse sowie in der Keramikherstellung eingesetzt [274]. Seine wichtigsten Eigenschaften sind:

- gute elektrische Isolierwirkung, die mit steigender Temperatur abnimmt (technisches Al_2O_3 : $10 \times 10^{14} \Omega\text{cm}$ bei $25 \text{ }^\circ\text{C}$, $2 \times 10^6 \Omega\text{cm}$ bei $1000 \text{ }^\circ\text{C}$) [275, S. 959]
- gute mechanische Festigkeit (bis 630 MPa)
- hohe Druckfestigkeit (2000 bis 4000 MPa)
- hohe Härte (9 bis 9.5 Mohs)
- Einsatztemperatur bis $1500 \text{ }^\circ\text{C}$
- bio- und lebensmittelkompatibel

Ähnlich wie beim ZrO_2 steigt die Permittivität von Al_2O_3 mit der Temperatur [264]. Bei Raumtemperatur ist Al_2O_3 ein sehr verlustarmes Material und wird daher als Substratmaterial für Mikrowellenstrukturen verwendet. Erst ab ca. $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ steigen die dielektrischen Verluste von Al_2O_3 soweit an, dass eine Mikrowellenerwärmung ohne zusätzliche Heizmethoden möglich ist. Die Mikrowellenerwärmung von Al_2O_3 wird zahlreichen Publikationen behandelt, u.a. in [178, 177, 276, 277, 278], jedoch sind nur relativ wenig Daten zur elektrischen Leitfähigkeit von Al_2O_3 bei hohen Temperaturen verfügbar [264]. Zudem variieren die elektrischen Eigenschaften extrem stark je nach Dotierung und Zusammensetzung der Korngrenzenphase der Keramik [279, 280, 281], sofern es sich nicht um einkristallines Al_2O_3 handelt. Daher eignet sich Al_2O_3 -Keramik zwar gut für die Simulation der Mikrowellenabsorption bei niedrigen Temperaturen, jedoch weniger gut bei hohen Temperaturen.

3.2. Mathematische Methoden

Dieser Abschnitt erläutert die verwendeten Berechnungsmethoden. Zu Beginn wird eine analytische Methode vorgestellt, die auf der Theorie von MIE zur Berechnung der Absorption und Streuung elektromagnetischer Wellen an kugelförmigen Objekten basiert (vgl. Unterabschnitt 2.1.2) und von Rother für die Auslegung von Mikrowellen-Erwärmungsprozessen verwendet wird. Als Zielgröße wird die im Objektvolumen absorbierte Leistung P_V in Relation zu dem in den charakteristischen Querschnitt eingespeiste Leistung P_A herangezogen.

3.2.1. Analytische Berechnung der Mikrowellenabsorption

Die analytische Methode nach Mie ermöglicht es, den Anteil und räumliche Verteilung der Streuung sowie die Effizienzkoeffizienten der Streuung bzw. Absorption einer planaren, monochromatischen elektromagnetischen Welle durch eine einzelne Kugel variabler Größe im Raum (Fernfeld) zu berechnen. Die Grundlagen hierzu werden in Unterabschnitt 2.1.2 erläutert. Ausgangspunkt für die hier vorgestellte Berechnung der Mie-Absorption ist ein MATLAB-Skript von MARKOWICZ [282]. Dieser MATLAB-Code basiert seinerseits auf einem FORTRAN-Code von BOHREN und HUFFMAN, veröffentlicht im Anhang zu [16]. Für die vorliegende Arbeit wurde der oben genannte MATLAB-Code in die mathematische Programmiersprache R [283] übersetzt und erweitert, um die Berechnung nicht nur für einen Radius, sondern für einen freiwählbaren Größenbereich bei einer festen Frequenz und Permittivität durchzuführen. Der Code findet sich im Anhang dieser Arbeit (s. Abschnitt E.1).

Die Mie-Absorption wird für Wasser sowie die keramischen Materialien Al_2O_3 , SiC und ZrO_2 (Stoffwerte siehe Abschnitt 3.7) bei 2.45 GHz als Funktion des Radius und der Temperatur berechnet. Zusätzlich wird der Einfluss der Frequenz und Porosität an je einem Beispiel untersucht. Abschließend wird anhand einer 6×5 Matrix das Spektrum des Absorptionsverhaltens dielektrischer Materialien für die dielektrischen Konstanten $\epsilon' = 1, 2, 5, 10, 20$ und 100 sowie die dielektrischen Verlustwinkeln $\tan \delta = 10^{-4}, 10^{-3}, 10^{-2}, 10^{-1}$ und 10^0 untersucht. Basierend auf der Arbeit von ROTHER [29] wird die Absorptionseffizienz Q_{abs} der Kugel in die normierte volumenbezogene Leistungsaufnahme P_V/P_A wie folgt umgerechnet:

$$\frac{P_V}{P_A} = \frac{3Q_{\text{abs}}}{4 \cdot r}. \quad (3.1)$$

Somit ist sie mit der nachfolgend beschriebenen numerisch ermittelten Leistungsaufnahme der untersuchten Objekte und Materialien vergleichbar.

3.2.2. Numerische Methoden

Es existieren verschiedene numerische Methoden zur Lösung der Maxwell'schen Differentialgleichungssysteme. Zu ihnen zählen u.a. die Finite-Differenzen-Methode im Zeitbereich (engl. *finite-difference time-domain* - FDTD), die Finite-Elementen-Methode (FEM), die Method-of-Moments (MoM) sowie die Transmission-Line-Matrix (TLM) Methode [284]. Die FEM hat Vorteile bei der Berechnung von hochgütigen Strukturen, während die FDTD-Methode für die Berechnung von breitbandigen Strukturen bzw. transiente Vorgänge Vorteile besitzt. Die in der vorliegenden Arbeit verwendete FDTD- und FE-Methode werden in den folgenden Abschnitten näher vorgestellt. Zentraler Ansatzpunkt der numerischen Methoden ist die Diskretisierung einer unbekanntem elektromagnetischen Größe. Bei der MoM ist das der Oberflächenstrom, bei der FEM das E -Feld und bei der FDTD-Methode E - und H -Feld [285]. Diskretisierung bedeutet, dass das betrachtete geometrische Objekt in zahlreiche kleine Elemente zerlegt wird, deren Summe das Originalobjekt approximieren. Diese Zerlegung in Elemente wird auch als Meshing

Tabelle 3.1: Stärken und Schwächen der numerischen FDTD- und FE-Methode für die elektromagnetische Simulation von elektrischen und dielektrischen Materialien nach [285]

Numerische Methode		FDTD	FEM
Gleichungssystem		differenziell	differenziell
Lösung im Zeit-/Frequenzbereich?		Zeitbereich	Frequenzbereich
Frequenzband-Berechnung		geeignet	weniger geeignet
Berechnung hochgütiger Strukturen		weniger geeignet	geeignet
Berechnung Fernfeld (offene Abstrahlung)	elektr.	ungeeignet	ungeeignet
	dielektr.	geeignet	geeignet
Berechnung (quasi-)geschlossener Systeme	elektr.	geeignet	geeignet
	dielektr.	geeignet	geeignet

bezeichnet. In eindimensionalen (1D) Strukturen bestehen die Netze aus linearen Segmenten, in 2D-Strukturen aus Dreiecken und in 3D-Strukturen aus Tetraedern oder regelmäßigen, rechtwinkligen Gitternetzen. In jedem dieser Elemente wird eine einfache Ansatzfunktion oder eine Differenz für die räumliche Verteilung der unbekannt GröÙe anstelle der lokalen Ableitungen gebildet, so dass das Gleichungssystem für ein Element aus linearen bzw. nicht-linearen Gleichungen besteht. Dieses wird mit Hilfe des gewählten numerischen Verfahrens für alle Elemente gelöst. Die Genauigkeit der Approximation ist abhängig von Diskretisierung. Je feiner das gebildete Netz (Mesh), desto besser ist die Genauigkeit der numerischen Methode und desto größer wird der Rechenaufwand [285]. Tabelle 3.1 fasst die Eignung der betrachteten numerischen Verfahren für elektrische und dielektrische Materialien zusammen.

Methode der Finite-Differenzen im Zeitbereich Entwickelt wurde die FDTD-Methode in den 1960er Jahren unter anderem von YEE [286]. Anwendung fand sie ab den 1980er Jahren mit der wachsenden Rechenleistung von Computern und neuen zivilen Anwendungsgebieten [285, 287]. Bei der FDTD-Methode werden die Ableitungen des elektrischen und magnetischen Feldes durch finite Differenzen z.B. in einem Rechteckgitter angenähert (alternativ auch Zylinder- und Kugelkoordinaten). Durch diskrete Zeitschritte wird die Entwicklung der Feldausbreitung vom Startwert aus fortlaufend berechnet [37, 285]. Die FDTD-Methode ist ein explizites Verfahren, d.h. es werden zur Lösung des nächsten Zeitschrittes nur der vorangegangene sowie der aktuelle Zeitschritt herangezogen. Somit entfällt die Bildung einer Gleichungsmatrix, und der Speicherbedarf ist lediglich proportional zur Anzahl Gitterpunkte. Da die FDTD-Methode die elektromagnetische Wechselwirkung eines Objekts im Nahfeldbereich und außerdem im Zeitbereich berechnet, ist eine spezielle Nah- zu Fernfeld-Transformation erforderlich, um beispielsweise die Streuung im Fernfeld zu berechnen [37]. Die FDTD-Methode basiert auf einer Taylorreihenentwicklung der Funktion $U(x, t)$ vom Raumpunkt x_i zum Punkt $x_i + \Delta x$ während der Zeitpunkt t_n konstant bleibt. Unter Verwendung zentraler Differenzen lauten die Funktionen $U(x_i + \Delta x)$ und $U(x_i - \Delta x)$ [285]:

$$\begin{aligned}
 U(x_i + \Delta x) |_{t_n} &= U(x_0) + \Delta x \frac{\partial U}{\partial x} |_{x_i} + \frac{(\Delta x)^2}{2} \cdot \frac{\partial^2 U}{\partial x^2} |_{x_i} + \frac{(\Delta x)^3}{6} \cdot \frac{\partial^3 U}{\partial x^3} |_{x_i} \\
 &\quad + \frac{(\Delta x)^4}{24} \cdot \frac{\partial^4 U}{\partial x^4} |_{x=\xi_1} \\
 U(x_i - \Delta x) |_{t_n} &= U(x_0) - \Delta x \frac{\partial U}{\partial x} |_{x_i} + \frac{(\Delta x)^2}{2} \cdot \frac{\partial^2 U}{\partial x^2} |_{x_i} - \frac{(\Delta x)^3}{6} \cdot \frac{\partial^3 U}{\partial x^3} |_{x_i} \\
 &\quad + \frac{(\Delta x)^4}{24} \cdot \frac{\partial^4 U}{\partial x^4} |_{x=\xi_2}
 \end{aligned} \tag{3.2}$$

wobei ξ_1 im Intervall $(x_i, x_i + \Delta x)$ und ξ_2 im Intervall $(x_i, x_i - \Delta x)$ liegt. Werden die beiden Gleichungen in Gleichung 3.2 subtrahiert, ergibt sich daraus die Finite-Differenzen Approximation der ersten Ableitung von U [285]:

$$\frac{\partial U}{\partial x} \Big|_{x_i, t_n} = \left[\frac{U(x_0 + \Delta x) - U(x_0 - \Delta x)}{2\Delta x} \right] - \frac{(\Delta x)^2}{6} \cdot \frac{\partial^3 U}{\partial x^3} + \mathcal{O}[(\Delta x)^4]. \quad (3.3)$$

Werden die beiden Gleichungen addiert, resultiert daraus die Approximation der zweiten Ableitung von U [287]:

$$\frac{\partial^2 U}{\partial x^2} \Big|_{x_i, t_n} = \left[\frac{U(x_0 + \Delta x) - 2U(x_0) + U(x_0 - \Delta x)}{(\Delta x)^2} \right]_{t_n} + \mathcal{O}[(\Delta x)^2]. \quad (3.4)$$

Der Term $\mathcal{O}[(\Delta x)^n]$ fasst die verbleibenden Terme höhere Ordnung der Taylorreihe zusammen, die für kleine Schritte gegen Null gehen. Analog werden die Differenzterme für die zeitliche Ableitung von U gebildet. Mit Hilfe der Approximation der zweiten Ableitungen kann die Wellengleichung aus Gleichung 3.4 wie folgt beschrieben werden (die \mathcal{O} -Terme der Taylorreihe werden vernachlässigt):

$$U_i^{n+1} = (c\Delta t)^2 \left[\frac{U_{i+1}^n - 2U_i^n + U_{i-1}^n}{(\Delta x)^2} \right] + 2U_i^n - U_i^{n-1}. \quad (3.5)$$

Alle erforderlichen Größen auf der rechten Seite von Gleichung 3.5 zur Lösung von U sind somit aus den Zeitschritten n und $n - 1$ bekannt. Das Verfahren ist somit explizit. Die Vorteile der FDTD-Methode sind die Einfachheit und Robustheit des Verfahrens, die gleichzeitige Berechnung von ganzen Frequenzbereichen in einem Durchgang, die Berücksichtigung von Materialinhomogenitäten sowie das gute Skalierverhalten. Die Nachteile liegen dagegen im unflexiblen Meshing, die Unsicherheit bei der Position der Materialgrenzen von etwa einer halben Zellbreite sowie die ungenügende Genauigkeit bei perfekten bzw. sehr gut elektrisch leitfähigen Materialien [285]. Die erforderliche Weite der Zeitschritte Δt bei der Diskretisierung für kubische Zellen ergibt sich aus der Courant-Bedingung und beträgt nach [288, S. 17]:

$$\Delta t = \frac{\Delta x}{\sqrt{3c}}. \quad (3.6)$$

Δx ist die mittlere Zellenlänge. Die Anzahl der notwendigen Zeitschritte \mathcal{T} ergibt sich aus der Anzahl der Zellen N zu $\mathcal{T} = 10 \times \sqrt{3}N^{1/3}$. Beispiele für die Anwendung der FDTD-Methode für die Modellierung elektromagnetischer Erwärmungsvorgänge finden sich unter anderem in [289, 290, 291, 292, 293, 294].

Verwendete Software

Zur Berechnung der Ausbreitung der elektromagnetischen Felder und der dissipierten Leistung wird die kommerzielle FDTD-Software Quickwave3D in Version 7.5C (©2010 QWED Sp z.o.o, Polen) eingesetzt, deren Entwicklung in den 1980er Jahren für zweidimensionale Systeme begann. Die Software wurde 1997 kommerziell zugänglich gemacht. Die Software-Entwicklung wurde von zahlreichen wissenschaftlichen Veröffentlichungen der Autoren begleitet, z.B. [295, 296, 297]. Quickwave3D ist speziell für numerische Berechnungen im Mikrowellenbereich konzipiert [298]. Bei vergleichenden Untersuchungen verschiedener Simulationsprogramme für die elektromagnetische Modellierung wird die Eignung von Quickwave3D für das anwendungsnahe Auslegen von Mikrowellenerwärmungsprozessen dank spezifischer Erweiterungen und Funktionen hervorgehoben [299, 300], unter anderem durch die Bestimmung der dissipierten Mikrowellenenergie. Mit

dem Erweiterungsmodul BHM von Quickwave3D [301, 302] existiert ein Tool zur Temperaturberechnung in Quickwave3D, das jedoch keine Wärmekonvektion und -strahlung an die Umgebung berücksichtigt, weshalb es für diese Arbeit nicht eingesetzt wird. Neben Quickwave3D bietet z.B. auch die Software CST MICROWAVE STUDIO[®] eine Temperaturberechnung bei Mikrowellenerwärmungsprozessen an.

Finite Elemente-Methode Die Finite Elemente-Methode (FEM) in der heutigen Form wurde in den 1950er Jahren entwickelt. Ihre Hauptanwendungsgebiete liegen vor allem in der Strukturmechanik und der Thermodynamik. In den 1960er Jahren wurde die FEM auch für elektromagnetische Berechnungen eingesetzt [285]. Ausgangspunkt stellen die partiellen Differentialgleichungen der Maxwell-Gleichungen dar. Bei der FEM wird für jedes finite Element die Lösung der partiellen Differentialgleichung numerisch angenähert. Für diese Approximation werden Ansatzfunktionen genutzt, deren Minimum mit der Lösung der partiellen Differentialgleichungen übereinstimmt. Die Diskretisierung erfolgt durch das geometrische Zerlegen des Objekts in eine Vielzahl finiter Elemente, die sich in Knotenpunkten treffen. Das zu erstellende Gleichungssystem wird auf diese Knotenpunkte bezogen und beinhaltet physikalisch interpretierbare Parameter, wie z.B. Temperatur oder elektrische Spannung [303]. Die finiten Elemente bestehen im dreidimensionalen Fall üblicherweise aus Tetraedern, aber auch Penta- oder Hexaeder sind möglich [304].

Als Beispiel soll hier die aus den Maxwell-Gleichungen abgeleitete Differentialgleichung zweiter Ordnung für das E -Feld in der Form

$$\vec{\nabla} \times (\vec{\nabla} \times \vec{E}) - \hat{k}^2 \vec{E} = 0 \quad (3.7)$$

mit der komplexen Wellenzahl $\hat{k} = \omega \sqrt{\hat{\epsilon} \hat{\mu}}$ dienen. Gleichung 3.7 wird durch Volumenintegration in die folgende schwache Formulierung¹ mit den Ansatzfunktionen ϕ_i überführt:

$$\int_V [\vec{\nabla} \times (\vec{\nabla} \times \vec{E})] \phi_i dV - \int_V \hat{k}^2 \vec{E} \phi_i dV = 0. \quad (3.8)$$

Durch Anwenden eines Integraltheorems ergibt sich aus obiger Gleichung nach [306, 307]:

$$\int_V (\vec{\nabla} \times \vec{E}) \times \vec{\nabla} \phi_i dV - \int_V \hat{k}^2 \vec{E} \phi_i dV = i\omega\mu \oint_s \vec{H} \times \vec{n} \phi_i ds. \quad (3.9)$$

Damit ist \vec{E} an der Oberfläche des Volumens über \vec{H} bestimmbar und umgekehrt. Die unbekannte und zu lösende Vektor-Funktion \vec{E} wird bei der FEM durch die genäherte Form \vec{E}^* ersetzt, die sich aus den überlagerten Ansatzfunktionen \vec{E}_j zusammensetzt, die ihrerseits über die skalaren Faktoren ϕ_j gewichtet werden [306, 307]. Es gilt

$$\vec{E} \simeq \vec{E}^* = \sum_{j=1}^N \vec{E}_j \phi_j \quad (3.10)$$

¹Die schwache Formulierung wird genutzt, um höhere Ableitungen durch Ansatzfunktionen zu vermeiden und partielle Differentialgleichung zu lösen. Beispielsweise wird die partielle, eindimensionale DGL $u'' = f$ in $\Omega = (0, 1)$ mit $u(0) = u(1) = 0$ mit der „glatten“ Funktion v multipliziert, so dass für alle v gilt: $u'' \cdot v = f \cdot v$. Beide Seiten werden nun integriert: $\int_{\Omega} u'' \cdot v d\Omega = \int_{\Omega} f \cdot v d\Omega$. Mit $(u' \cdot v)' = u'' \cdot v + u' \cdot v'$ und $v(0) = v(1) = 0$ folgt schließlich: $-\int_{\Omega} u' \cdot v' d\Omega = \int_{\Omega} f \cdot v d\Omega$, auch in der Form $a(u, v) = F(v)$ geschrieben. Zur Lösung muss Ω in endlich viele Teilstücke N („Elemente“) zerlegt werden und der Funktionenraum von v endlichdimensional sein. Nach Ritz und Galerkin gilt dann: $u_h = \sum_i^N v_j \phi_j$ und $a(u_h, \phi_i) = -\int_{\Omega} (\sum_i^N v_j \phi_j)' \cdot v' d\Omega = \sum_i^N a(\phi_j, \phi_i) \cdot v_j = F(\phi_i)$. Der Term $\sum_i^N a(\phi_j, \phi_i)$ bildet dann die sog. Steifigkeitsmatrix. Die Basisfunktionen ϕ_j sollten einfach zu berechnende Funktionen wie z.B. Hutfunktionen sein.[304, 305]

Gemäß des Verfahrens von Ritz [308] und Galerkin nähert sich die approximierte Lösung für $N \rightarrow \infty$ der exakten Lösung an. Als Ansatzfunktionen werden einfache Funktionen niedriger Ordnung gewählt [303]. Die unbekannt Parameter ϕ_j werden durch das Minimum der Fehlerquadrate oder der potentiellen Energie ermittelt, d.h. die erste Ableitung ist gleich null. Mit Hilfe der Dirichlet- (Vorgabe eines Funktionswertes) und Neumann-Randbedingungen (Vorgabe der Ableitung eines Funktionswertes) an den Knotenpunkten wird die Anzahl der Unbekannten reduziert und die Vektorgleichung in Matrixform überführt, so dass ein lineares algebraisches Gleichungssystem entsteht [304]. Da die Parameter physikalisch interpretierbare Größen darstellen, wird die Matrix z.B. bei Temperaturfeldern „Leitfähigkeitsmatrix“ genannt, die das Verhältnis des Wärmestroms zur Temperaturdifferenz beschreibt [303]. In der Strukturmechanik wird die Matrix „Steifigkeitsmatrix“ genannt.

Die Vorteile der FEM liegen in der unkomplizierten Behandlung komplexer Geometrien aufgrund des tetraedrischen Netzes, im einfachen Umgang mit dispersiven Materialien, der Berechnung hochgütiger Strukturen sowie das „Multiphysik“-Potenzial, d.h. die Möglichkeit thermische sowie strömungs- und/oder strukturmechanische Lösungen mit der elektromagnetischen Simulation zu koppeln. Schwachpunkte sind die ineffiziente Behandlung elektrisch gut leitfähiger Materialien, die aufwändige Mesh-Generierung für komplexe, dreidimensionale Modelle, die aufwändige Programmierung, der erhöhte Speicherbedarf für die Matrizenrechnung sowie die Notwendigkeit effizient konditionierter iterativer Solver, insbesondere wenn Elemente höherer Ordnung eingesetzt werden [285]. Beispiele für die Anwendung der FEM für elektromagnetische Erwärmungsvorgänge finden sich u.a. in [309, 310, 311].

Verwendete Software

In der vorliegenden Arbeit wird die kommerzielle FEM-Software COMSOL Multiphysics® (© 2008 COMSOL AB, Schweden) in der Version 3.5a vor allem für die thermische Berechnung eingesetzt. Die Ergebnisse in [312, Abs. 5.5] zeigen, dass bei Mikrowellensimulationen generell eine gute Übereinstimmung zwischen FDTD- und FE-Methode im Vergleich zu analytischen Lösungen erreicht werden kann. Die Wahl zugunsten der FDTD-Software Quickwave3D® für die Mikrowellensimulation fiel aufgrund der bereits am Lehrstuhl vorhandenen Erfahrung mit der Software Quickwave3D®.

3.2.3. Modellierung der differentiellen Wärmebilanz

Wichtigste physikalische Größe bei der Wärmebilanzierung ist die skalare Temperatur T . Sie hat die SI-Einheit K, gebräuchlicher ist jedoch die Einheit °C ($0^\circ\text{C} = 273.15\text{ K}$). Eine Wärmebilanz erfasst die drei Transportvorgänge Wärmeleitung, Konvektion und Strahlung. Diese werden durch einen räumlichen (und/oder zeitlichen) Temperaturgradienten bedingt. Im kartesischen Koordinatensystem ist der Temperaturgradient wie folgt definiert:

$$\vec{\nabla}T \equiv \vec{n}_x \frac{\partial T}{\partial x} + \vec{n}_y \frac{\partial T}{\partial y} + \vec{n}_z \frac{\partial T}{\partial z} . \quad (3.11)$$

Darin sind x, y, z die kartesischen Raumkoordinaten und $\vec{n}_{x,y,z}$ die jeweiligen Einheitsvektoren. Existiert ein Temperaturgradient $\vec{\nabla}T$, ist die resultierende Wärmestromdichte \vec{q} in W/m^2 proportional zu ihm, $\vec{q} \propto \vec{\nabla}T$. Die Wärme fließt von Bereichen höherer Temperatur in Bereiche mit niedriger Temperatur. Nach dem Fourierschen Gesetz ist die Wärmeleitfähigkeit k die Proportionalitätskonstante zwischen \vec{q} und $\vec{\nabla}T$ [313, S. 51]:

$$\vec{q} = -k \cdot \vec{\nabla}T . \quad (3.12)$$

Die Höhe der Wärmeleitfähigkeit ist materialabhängig und kann zudem orts- und temperaturabhängig sein, $k(\vec{x}, T(t))$. Für anisotrope Materialien ist k ein Tensor, für isotrope Materialien ein

Skalar. Die Wärmeleitung in keramischen Materialien ist ein irreversibler, statistischer Prozess, bei dem die Energie ohne Materialtransport durch Phononen, den Quasiteilchen zur Beschreibung von Gitterschwingungen, übertragen wird². Die Wärmeleitfähigkeit ist abhängig von mittlerer freier Weglänge l und Geschwindigkeit u der Phononen sowie der isochoren Wärmekapazität c_v , $k = \frac{1}{3}c_v u \cdot l$. Die freie Weglänge der Phononen ist proportional zu $1/T$ und wird beeinflusst durch Phononenstößen, Streuung an Kristallfehlern und unharmonischen Gitterwechselwirkungen. Durch sogenannte Umklappprozesse wird ein Teil des Impuls der zusammenstoßenden Phononen an das Kristallgitter übertragen, so dass die Phononenverteilung lokal ins thermische Gleichgewicht gebracht werden kann [314, S. 141-145].

Wird die in einem beliebigen Volumenelement V dissipierte thermische Energie $\frac{\partial Q_V}{\partial t}$ zusammen mit der darin gespeicherten und über die Oberfläche S geleiteten Wärmemenge bilanziert, ergibt sich folgende integrale Bilanz:

$$\int_S k \nabla T \cdot \vec{n} dS = \int_V \left[\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} - \frac{\partial Q_V}{\partial t} \right] dV . \quad (3.13)$$

Darin ist ρ die Massendichte des Materials in kg/m^3 , c_p seine isobare Wärmekapazität in $\text{J}/\text{kg}\cdot\text{K}$ und Q_V die durch innere oder äußere Quellen (z.B. durch Mikrowellenstrahlung) eingetragene volumenspezifische thermische Energie oder Wärmemenge³ in W/m^3 . Ist das Volumenelement inkompressibel und unbewegt, d.h es gibt keine innere Konvektion, und kann eine Phasenumwandlung ausgeschlossen werden, ergibt sich aus Gleichung 3.13 die transiente Wärmeleitungsgleichung in der Form einer Differentialgleichung 2. Ordnung [313, S. 55]:

$$\vec{\nabla} \cdot (k \vec{\nabla} T) = \rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} - \frac{\partial Q_V}{\partial t} . \quad (3.14)$$

An den Außenflächen des Volumenelements wird Wärme zusätzlich durch Konvektion und Strahlung an die Umgebung übertragen. Bei der Konvektion wird innere Energie von einem strömenden Fluid an die Oberfläche herangezogen bzw. von dort entfernt. Die Höhe der übertragenen Wärmemenge hängt von der Geometrie des umströmten Körpers, seiner Oberflächenbeschaffenheit, der Strömungsgeschwindigkeit und der Turbulenz der Strömung ab. Konvektion kann durch natürliche oder durch erzwungene Strömung auftreten. Kennzeichnend für die Konvektion ist die Bildung einer fluiddynamischen Grenzschicht zwischen Fluid-Kernströmung und Objekt Oberfläche. Durch Reibung wird das Geschwindigkeitsprofil in Oberflächennähe bestimmt. Bei laminarer Strömung bzw. kleiner Reynoldszahl ($\text{Re} = \frac{u \cdot d}{\nu}$) ist die Fluidgeschwindigkeit an der Wand gleich null und die Wärmeübertragung wird in dieser Schicht weitgehend durch Wärmeleitung bestimmt. Mit steigender Reynoldszahl nimmt die Grenzschichtdicke ab und der Wärmeübergang wird erhöht. Der übertragene Wärmestrom \dot{Q}_{konv} wird über die Oberfläche A , die Temperaturdifferenz ΔT zwischen Oberfläche und Fluidkernströmung sowie den Wärmeübergangskoeffizienten α in $\text{W}/\text{m}^2\text{K}$ berechnet:

$$\dot{Q}_{\text{konv}} = \alpha A \cdot \Delta T . \quad (3.15)$$

Die dimensionslose Nußelt-Zahl Nu wird zur Beschreibung des konvektiven Wärmeübergangs zwischen einem Fluid und der Objekt Oberfläche genutzt. Aus Wärmeübergangskoeffizient α , Überströmlänge l und der Wärmeleitfähigkeit des Fluids k_{Fluid} ergibt sich die Nu-Zahl wie folgt:

$$\text{Nu} = \frac{\alpha \cdot l}{k_{\text{Fluid}}} . \quad (3.16)$$

²Bei Metallen erfolgt der Wärmetransport im Wesentlichen über den Elektronentransport.

³In der Wärmetechnik wird die zeitliche Änderung der thermischen Energie Q als Wärmestrom \dot{Q} bezeichnet.

Einschlägige Literatur wie z.B. [315] hält umfangreiche Berechnungsvorschriften für die Nu-Zahl in Abhängigkeit von Objektgeometrie, Anströmsituation und Turbulenzverhalten bereit. Die Nu-Zahl für den hier betrachteten Fall vertikaler Zylinder mit natürlicher Konvektion wird in Unterabschnitt 3.4.1 beschrieben.

Die formal ähnlich definierte dimensionslose Biot-Zahl Bi ist dagegen der Quotient aus dem Produkt des Wärmeübergangskoeffizienten α und der charakteristischen Länge L eines Körpers und seiner Wärmeleitfähigkeit k_{Objekt} . Sie beschreibt das Verhältnis des äußeren Wärmeübergangswiderstands durch Konvektion zum inneren durch Wärmeleitung:

$$Bi = \frac{\alpha \cdot L}{k_{\text{Objekt}}} . \quad (3.17)$$

Für große Bi-Zahlen besteht bei Mikrowellenprozessen ein erhöhtes Risiko für Hot-Spots, da die Temperaturgradienten im Objekt größer sind als die im umgebenden Medium und somit die dissipierte Leistung nicht schnell genug abgeführt werden kann [316, 77, 317].

Bei der Wärmestrahlung wird Wärme in Form elektromagnetischer Strahlung, bei Temperaturen bis ca. 600 °C vorwiegend im Infrarotbereich, zwischen Oberflächen übertragen. Gemäß Stefan-Boltzmann-Gesetz [41] (s. auch Unterabschnitt 2.1.3) ist der durch Strahlung übertragene Wärmestrom \dot{Q}_{rad} zwischen zwei Oberflächen definiert über [313, S. 32]:

$$\dot{Q}_{\text{rad}} = \epsilon(T) \mathcal{F}_{1,2} A_1 \sigma^* (T_2^4 - T_1^4) , \quad (3.18)$$

mit der Stefan-Boltzmann-Konstante $\sigma^* \simeq 5.670 \times 10^{-8} \text{ Wm}^{-2}\text{T}^{-4}$, dem hemisphärischen Emissionsgrad ϵ und dem Formfaktor $\mathcal{F}_{1,2}$, der die projizierten Flächenverhältnisse abbildet. Die Oberfläche einer mikrowellenbeheizten Probe wird Wärme an die Umgebung abstrahlen. Im Fall ohne Proben-Isolierung wird die Resonatorumgebung als beliebig große Wärmesenke für die Wärmestrahlung der Probe betrachtet (vereinfachte Berechnung Oberfläche-zu-Umgebung). Im Fall der isolierten Probe wechselwirkt die Innenwand der Isolierung mit der Probenoberfläche (Oberflächen-zu-Oberflächen Berechnung). Durch die Erweiterung der instationären Wärmeleitungsgleichung durch Konvektion und Strahlung ist in der Regel eine analytische Lösung der aus der Wärmebilanz abgeleiteten partiellen Differentialgleichung nicht möglich, insbesondere durch die vierte Potenz der Temperatur durch das Stefan-Boltzmann-Gesetz, weshalb numerische Verfahren zur Lösung herangezogen werden [318, Kap. 1].

Verwendete Software

Die numerische Berechnung der Wärmebilanz und der freien Konvektion um das mikrowellenbeheizte Objekt erfolgt durch die FEM-Methode, die bereits in Abschnitt 3.2.2 beschrieben wurde. Für die thermische und fluiddynamische Simulation wird die kommerzielle FEM-Software COMSOL Multiphysics[®] mit dem Modul „General Heat Transfer“ verwendet. Die Kopplung dieses Moduls ermöglicht den Einfluss auf die Temperaturverteilung im mikrowellenbeheizten Objekt durch Wärmestrahlung und -leitung sowie Wärmetransport durch freie Konvektion in der umgebenden Gasphase in die Simulation einzubeziehen (s.u.). Das Prinzip der Kopplung zwischen Mikrowellen- und thermischer Simulation wird nachfolgend in Abschnitt 3.6 beschrieben.

3.2.4. Modellierung der Fluidströmung

Im betrachteten Fall ruft die Erwärmung des Probenkörpers die Ausbildung einer natürlichen Konvektionsströmung an der Probenoberfläche hervor. Um den Einfluss der Konvektion in die Wärmebetrachtung einzubeziehen, soll die Luftbewegung in die Simulation einbezogen werden. Die Strömung eines newtonschen Fluids wird durch die Navier-Stokes-Gleichung beschrieben, die die Impulserhaltung eines reibungsbehafteten Fluids beinhaltet [319, S. 10]:

$$\rho \vec{v} = \rho \left(\frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + (\vec{v} \cdot \vec{\nabla}) \vec{v} \right) = -\vec{\nabla} p + \eta \Delta \vec{v} + \rho \vec{g} + \vec{F}_B \quad (3.19)$$

Darin ist \vec{v} die Strömungsgeschwindigkeit in m/s, p der Druck in Pa, ρ die Dichte in kg/m³ und η die dynamische Viskosität des Fluids in Pa · s, \vec{g} die Erdbeschleunigung und \vec{F}_B eine Volumenkraftdichte in N/m³ z.B. infolge von Gravitation oder Zentrifugalkraft. Für ein inkompressibles, isothermes Fluid vereinfacht sich die Gleichung durch die Divergenzfreiheit des Strömungsgeschwindigkeitsfeldes $\vec{\nabla} \cdot \vec{v} = 0$ zu

$$\frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + (\vec{v} \cdot \vec{\nabla}) \vec{v} = -\frac{1}{\rho} \vec{\nabla} p + \nu \Delta \vec{v} + \vec{g} + \frac{\vec{F}_B}{\rho} . \quad (3.20)$$

Zur Vervollständigung der Kontinuitätsgleichungen wird noch die Masse- und Energieerhaltung zur Impulserhaltung ergänzt. Daraus leitet sich ein Satz nichtlinearer partieller Differentialgleichungen ab, die mit Hilfe numerischer Näherungsverfahren wie z.B. der Finite Elementen- (vgl. Abschnitt 3.2.2), Finite Volumen- oder Finiten Differenzen-Methode (vgl. Abschnitt 3.2.2) gelöst werden können.

Verwendete Software

Zum Einsatz kommt die FEM-Software COMSOL Multiphysics 3.5a. Zur Berechnung der Strömungsmechanik wird das Modul „Weakly Compressible Navier Stokes“ eingesetzt. Die Bedingung für schwach kompressible Fluide liegt vor, wenn das Fluid sich nahe am Gleichgewicht befindet und seine Viskosität und Wärmeleitfähigkeit klein sind. Damit können schwache Ableitungen der Navier-Stokes Gleichungen zur Lösung verwendet werden [320]. Die Kopplung mit der Wärmeberechnung erfolgt dem multiphysikalischen Ansatz von COMSOL entsprechend software-intern. Zur Lösung des Gleichungssystems wird der Solver UMFPACK [321, 322] verwendet.

3.3. Geometrische Modellbildung

Der Schritt der Modellbildung schafft ein in Form und Inhalt möglichst ähnliches Abbild des zu berechnenden Systems, das die für die Simulation wichtigen Merkmale enthält. Andere weniger wichtige Merkmale werden dagegen oft vernachlässigt, um den Rechenaufwand zu begrenzen. Das geometrische Modell bildet speziell die Form des zu berechnenden Gegenstands und seiner Umgebung nach. Das Modell umfasst auch die System- und Bilanzgrenzen des zu betrachtenden Systems.

3.3.1. Geometrisches Modell für die analytische Mikrowellenberechnung

Wie eingangs beschrieben gilt die Mie-Lösung nur für einzelne, kugelförmige Objekte. Alle durchgeführten analytischen Berechnungen fallen somit unter diese Einschränkung. Betrachtet werden homogene, isotrope, kugelförmige Objekte im Durchmesserbereich von 0.2 mm bis 500 mm, die im Strahlungsbereich einer monochromatischen planaren elektromagnetischen Welle liegen. Die Streuung der elektromagnetischen Welle an der Kugeloberfläche wird nicht weiter betrachtet, da sie keinen Beitrag zur Erwärmung liefert. Ebenso werden fremde Streuzentren in Objektnähe ausgeschlossen. Berücksichtigt wird also nur die von der Kugel absorbierte Leistung. Diese ist abhängig vom Kugeldurchmesser sowie der Permittivität des Materials und der Frequenz der elektromagnetischen Strahlung. Für die Berechnung wird das in Unterabschnitt 3.2.1 beschriebene Skript angewendet.

3.3.2. Geometrisches Modell für die numerische Mikrowellenberechnung

Im Folgenden wird zwischen den Objekten innerhalb des Resonators sowie dem geschlossenen Resonator selber unterschieden. Der Resonator stellt die innere Begrenzung des Mikrowellenofens dar. Er besteht in dieser Untersuchung aus einem perfekten elektrischen Leiter, d.h. er erzeugt keine Wandverluste, sondern reflektiert die eintreffende Welle zu 100%. Die im Resonator platzierten Objekte bestehen aus dielektrischen Materialien, die mit der elektromagnetischen Strahlung wechselwirken und durch diese erwärmt werden. Dazu gehört das eigentliche Erwärmungsgut (die Probe) sowie weitere Objekte, die als Isolierung oder Mikrowellen-Suszeptor dienen. Im ersten Teil der Untersuchungen wird das Mikrowellen-Absorptionsverhalten verschiedener Objektgeometrien, -formen und Orientierung in geschlossenen Resonatoren mittels FDTD-Simulation untersucht. Im zweiten Teil der Untersuchung wird eine Kopplung von elektromagnetischer und thermischer Simulation vorgenommen, wobei sich die Geometrie der Probe auf zylindrische Objekte beschränkt.

Geometrie der zu erwärmenden Objekte Hiermit sind die eigentlichen mikrowellenbeheizten Objekte (Proben) gemeint. Das Erwärmungsgut wird jeweils zentral im jeweiligen Resonator angeordnet. Untersucht werden, wie nachfolgend beschrieben, neben kugelförmigen Objekten vor allem zylindrische Proben aber auch würfelförmige Objekte.

Für den Vergleich der analytischen Berechnung und der numerischen Simulation der Mikrowellenabsorption an Kugeln im Fernfeld, wird die dissipierte Leistung an kugelförmigen Objekten mit Durchmessern zwischen 3 und 100 mm mittels Quickwave3D ermittelt. Untersucht und verglichen wird die Absorption von Wasser bei Raumtemperatur sowie für SiC bei 20 °C und 1000 °C (s. auch Abschnitt 3.7). Um die Bedingung eines unendlichen ausgedehnten Raumes (Fernfeld) in der FDTD-Simulation zu erzeugen, wird das sogenannte Near-to-Far Field (NTF) Element von Quickwave3D verwendet. Dieses stellt einen Resonator mit super-absorbierenden Wänden zur Verfügung [301], um das Verhalten einer endlos in den Raum hinein fortlaufenden Welle nachzuahmen.

Nach der Untersuchung der Mikrowellen-Absorption kugelförmiger Objekte im Fernfeld, wird die Absorption in geschlossenen Räumen (Resonatoren) in Abgrenzung zum offenen Fernfeld betrachtet. Ergänzend zur Untersuchung von einzelnen kugelförmigen Objekten werden auch zylinder- und würfelförmige Objekte in einem Rechteckresonator untersucht. Dabei wird die Größe des jeweiligen Objekts variiert. Anschließend wird für zylindrische Objekte der Einfluss der Orientierung im Raum entlang der kartesischen Koordinatenachsen als auch des Aspektverhältnisses von Durchmesser D zur Länge L hinsichtlich ihres Absorptionsverhaltens untersucht. Abbildung 3.2 stellt die Variationen in geometrischer Form, Orientierung und Aspektverhältnis grafisch zusammen.

Für die Untersuchungen zum Mikrowellenaufheizverhalten wird ein zylindrisches Objekt mit dem Aspektverhältnis $D : L = 1$ bei $D = 48$ mm als Referenzobjekt ausgewählt. Mit einem Mie-Faktor von $x \simeq 1.24$ liegt dieses im sogenannten Mie-Bereich, ist also den in Unterabschnitt 3.2.1 beschriebenen Resonanzen in der Absorption unterworfen. Eine Größenänderung aufgrund einer Sinterschrumpfung könnte somit Einfluss auf die Mikrowellenabsorption nehmen. Dies wird anhand des Beispiels ZrO_2 , bei dem sich das Volumen des zylindrischen Objekts während der Wärmebehandlung halbiert und der Mie-Faktor von $x_{20^\circ\text{C}} = 1.24$ auf $x_{1400^\circ\text{C}} = 0.98$ sinkt, untersucht.

Mikrowellen-Resonatoren Als charakteristische Größe zur Beschreibung des Absorptionsverhaltens eines zu erwärmenden Objekts in Relation zur Strahlungsintensität wird die objektbezogene Wärmedissipation P_V in W/m^3 auf die in einen bestimmten Leistungsquerschnitt eingestrahlte Mikrowellenleistung P_A in W/m^2 bezogen (s. Gleichung 3.1). Bei geschlossenen Resonatoren

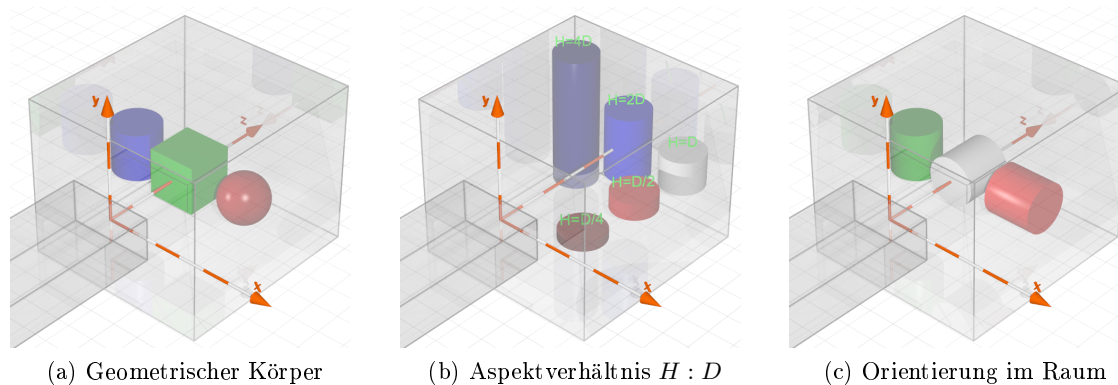


Abbildung 3.2: Untersuchung des Einflusses von Objektgeometrie, Aspektverhältnis sowie der Orientierung im Raum.

Tabelle 3.2: Variation der Resonatorgeometrie durch Vergrößern der Querschnittsfläche.

Resonator	B (mm)	H (mm)	L (mm)	A_q (cm ²)	$\frac{A_{q,Rn}}{A_{q,R1}}$	V (l)
R1	140	110	200	15.4	1	3.08
R2	190	162	200	30.8	2	6.16
R3	280	220	200	61.6	4	12.32
R4	420	330	200	138.6	9	27.72

wird der senkrecht zum Hohlleiter und somit zur Einstrahlrichtung stehende Resonatorquerschnitt A eingesetzt. Untersucht werden quaderförmige Resonatoren, deren Querschnitt sich mit dem Faktor $N = 1, 2, 4, 9$ vergrößert, um zu untersuchen, ob die Resonatorquerschnittsfläche linear mit der Mikrowellenabsorption skaliert. Die Länge L wird dabei konstant gehalten. Tabelle 3.2 stellt die betrachteten Resonatoren vor. Zum Vergleich: der Einfluss polygoner Resonatorformen auf die Mikrowellenabsorption und die Homogenität der Feldverteilung wird in [116, S. 70] beschrieben.

Das die Mikrowellen absorbierende Objekt wird jeweils in der Mitte des Resonators platziert. Die Mikrowellenstrahlung tritt über einen Rechteckhohlleiter WR340 mit den Maßen $86 \text{ mm} \times 43 \text{ mm}$ in den Resonator ein. Abbildung 3.3 illustriert die verwendeten Resonatorvarianten. Resonator 1 ist ein Monomodens-Resonator, d.h. es tritt nur die TE_{103} -Mode auf. Resonator 1 stellt die interne Referenz dar. In ihm werden die oben beschriebenen Untersuchungen zum Einfluss der Objektgröße, -form und -lage durchgeführt. Resonator 1 dient auch als geometrisches Modell für den Einsatz der Near-to-Farfield (NTF) Bedingung durch superabsorbierende Wände. Diese Bedingung wird für den Vergleich der numerischen und der analytischen Absorptionsberechnung herangezogen. Die Resonatoren R2 bis R4 weisen mit zunehmender Größe eine steigende Zahl Raumresonanzen auf, d.h. die Zahl der ausbreitungsfähigen Moden wächst. Bei einer Störung können sämtliche TE- und TM-Moden angeregt werden. Die in den leeren Resonatoren 1 bis 4 resonanten TE- und TM-Eigenmoden wurden mit Hilfe des in [45] veröffentlichten MATLAB-Codes für den Frequenzbereich 2.4 bis 2.5 GHz ermittelt und sind im Anhang in Tabelle D.1 aufgeführt. Im leeren Resonator R2 ist z.B. die TE_{031} -Mode dominant, wie eine S_{11} -Berechnung mit Quickwave3D zeigt.

Mikrowellen-Suszeptoren als offene Resonatoren In der vorliegenden Arbeit sollen im Resonator eingesetzte SiC-Scheiben zwei Funktionen erfüllen: (a) als klassische Suszeptoren zur indirekten Erwärmung des Gutes, (b) als offene Resonatoren nach FABRY-PEROT. In der Optik

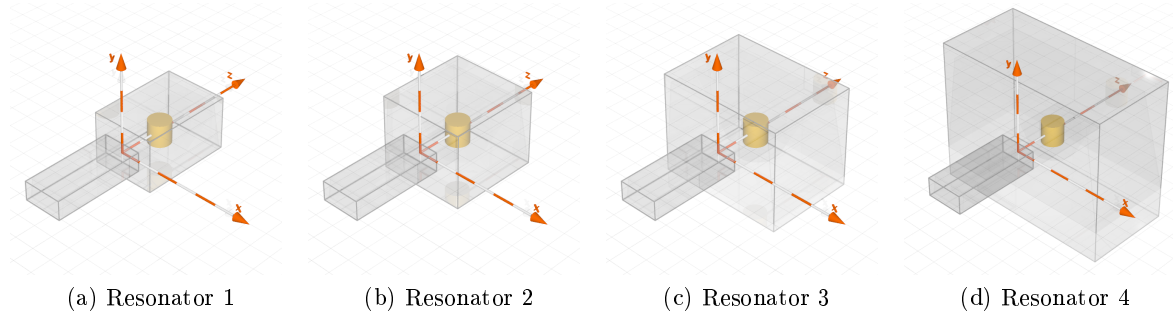


Abbildung 3.3: Verwendete Mikrowellenresonatoren mit zunehmendem Querschnitt bei konstanter Resonatorlänge.

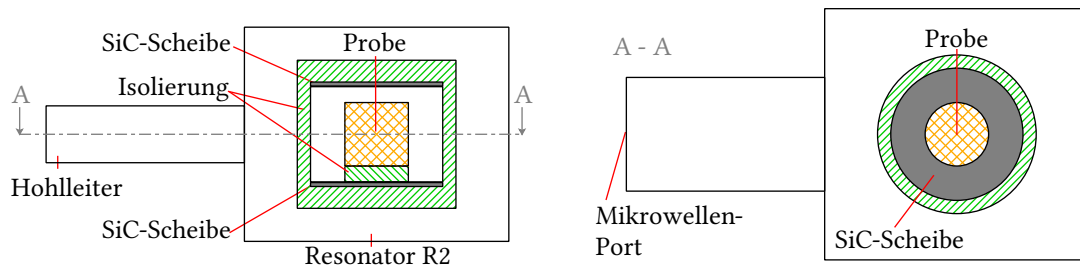


Abbildung 3.4: Aufbau mit SiC-Scheiben als Mikrowellensuszeptoren und offener Resonator innerhalb des geschlossenen Resonators R2.

bestehen Fabry-Perot Interferometer aus zwei parallelen teilreflektierenden Spiegeln, deren Abstand ein Vielfaches der halben Wellenlänge $\lambda/2$ beträgt, um eine Resonanz zu erzeugen [323]. Der Q -Faktor (Güte) dieser offenen Resonatoren kann durch $Q = \frac{\omega L}{\alpha_d}$ beschrieben werden, mit der Länge L des Resonators, der Kreisfrequenz ω und dem prozentualen Leistungsverlust pro Welledurchgang α_d [324]. Eine Fabry-Perot Resonanz mit hohem Q -Faktor kann nur durch exakte Ausrichtung der planparallelen Reflektoren erzielt werden [323]. Wird mindestens ein planarer durch einen konkaven Reflektor ersetzt, wird das Feld auf ein kleineres Volumen gebündelt und Beugungseffekte minimiert. Konkave Reflektoren (meist Kugelkalotten) werden oft bevorzugt und finden breite Anwendung [323].

In der vorliegenden Arbeit werden planparallele dissipative „Reflektoren“ aus SiC als Suszeptoren eingesetzt. Planare Oberflächen sind im hier verwendeten orthogonalen Mesh der FDTD-Methode exakt beschreibbar. Für das Simulationsmodell werden zwei SiC-Scheiben mit Radius $R = 50$ mm (Dicke 3 mm) in einem Abstand von $d = 72$ mm innerhalb der thermischen Isolierung untergebracht. Die Außenmaße der isolierten Kammer bleiben erhalten, um die Vergleichbarkeit zu erhalten. Das zu erwärmende Objekt, ein ZrO_2 -Zylinder, wird auf einer scheibenförmigen Isolierung mittig zwischen den SiC-Scheiben ausgerichtet (s. Abbildung 3.4).

Der hier vorgestellte offene SiC-Resonator entspricht keinesfalls den klassischen Auslegungsregeln eines Fabry-Perot-Resonators. Die Anordnung „offener Resonator im geschlossenem Resonator“ stellt eine weitere Abweichung vom klassischen Fabry-Perot-Resonator dar. Die vorgestellte Anordnung dient als alternative Suszeptor-Anordnung für die Mikrowellenerwärmung. Die SiC-Scheiben sollen die Mikrowellenstrahlung an das zu erwärmende Objekt gelangen lassen und als hybride Heizquelle über Wärmestrahlung das Objekt zusätzlich erwärmen und Temperaturgradienten minimieren. Die thermischen und elektromagnetischen Verluste an den Resonator-Scheiben werden dabei berücksichtigt.

Tabelle 3.3: Zusammenfassung der untersuchten Modelle zur Evaluierung der Mikrowellenabsorption verschiedener Objekt- bzw. Resonatorgeometrien bzw. Fernfeld-Bedingung (NTF).

Resonator	Geometrie	V (cm ³)	Orientierung	$L : D$	Material	T (°C)
R1	Kugel	0.01–523	—	—	W, S	20 °C
	Zylinder	0.05–785	x, y, z	1/4–4	W	20 °C
	Würfel	0.06–100	—	—	W	20 °C
R1/NTF	Kugel	0.01–523	—	—	W, S	20, 1000 °C*
R2	Zylinder	0.1–1045	y	1	W, S, Z	20 °C
R3	Zylinder	0.1–1045	y	1	W	20 °C
R4	Zylinder	0.1–785	y	1	W	20 °C
<i>Materialien:</i> W = H ₂ O, S = SiC, Z = ZrO ₂						* SiC

Thermische Isolierung Mit Blick auf die Kopplung von elektromagnetischer und thermischer Simulation wird das zu erwärmende Objekt zum einen alleinstehend im geschlossenen Resonator, zum anderen umgeben von einer thermischen Isolierung im Resonator platziert. Die zylindrische Isolierung besitzt eine Höhe von 100 mm und einen Außendurchmesser von 120 mm. Im Inneren befindet sich eine Kammer, in der die Probe auf dem Boden positioniert ist. Die Innenkammer weist eine Höhe von 60 mm sowie einen Innendurchmesser von 80 mm auf. Die thermische Isolierung wird durch eine alumosilikatische Faserplatte (KVS 145, Rath GmbH) gebildet, die nur geringe Wechselwirkung mit der elektromagnetischen Welle aufweist, also weitgehend „mikrowellentransparent“ ist, und zudem eine geringe Dichte und Wärmeleitfähigkeit aufweist.

Tabelle 3.3 stellt abschließend eine Übersicht der verwendeten Kombinationen von Materialien und Resonator- und Objektgeometrien für die Mikrowellensimulation zusammen.

3.3.3. Geometrisches Modell für die thermische Simulation

Gegenüber dem Mikrowellenmodell wird das thermische Modell insofern vereinfacht, dass das Objekt vom Resonator freigestellt wird, d.h. dass der Mikrowellenresonator nicht in das Modell einbezogen wird. Hintergrund ist die vereinfachende Annahme, dass der Resonator selber nicht erwärmt wird, also seine Temperatur immer mit der Umgebungstemperatur gleichgesetzt werden kann. Der Resonator weist quasi sehr hohe Wärmeverluste auf und kann keine Wärme speichern. In die Berechnung einbezogen werden hingegen das zu erwärmende Objekt (die Probe) sowie je nach untersuchtem Fall zusätzlich die thermische Isolierung sowie die Mikrowellen-Suszeptoren (s. Abbildung 3.5). Da der Aufbau aus Erwärmungsgut und Ofeninventar rotationssymmetrisch ist, wird aus den dreidimensionalen Modellen jeweils ein zweidimensionales, achsensymmetrisches Modell abgeleitet, um den Rechenaufwand zu minimieren.

Es werden zwei keramische Materialien betrachtet: vollständig verdichtetes SiC und vollstabilisiertes ZrO₂ mit einer Gründichte von 50%, das auf über 99% theoretische Dichte verdichtet werden soll. Neben verschiedenen Aufbauten werden auch verschiedene Aufheizraten und -arten untersucht: (a) reines Mikrowellen-Heizen, (b) konsekutives Hybrid-Heizen und (c) additives Hybrid-Heizen mit Suszeptor (s. auch Unterabschnitt 2.2.3). Insgesamt werden fünf Simulationsszenarien definiert: In *Fall A* und *B* besteht die zylindrische Probe aus SiC, in den *Fällen C* bis *E* wird vollstabilisiertes ZrO₂ erwärmt. Im *Fall A* und *C* befindet sich außer der Probe kein weiteres Objekt im Resonator. *Fall B*, *D* und *E* verwenden eine thermische Isolierung. Im *Fall E* werden zusätzlich die oben beschriebenen Suszeptoren/Reflektoren aus SiC unter- und oberhalb der Probe eingesetzt. Eine thermische Unterlage separiert die ZrO₂-Probe von der unteren SiC-Scheibe, um so den direkten Wärmeleitungstransport zur Probe zu unterbinden. Tabelle 3.4 fasst

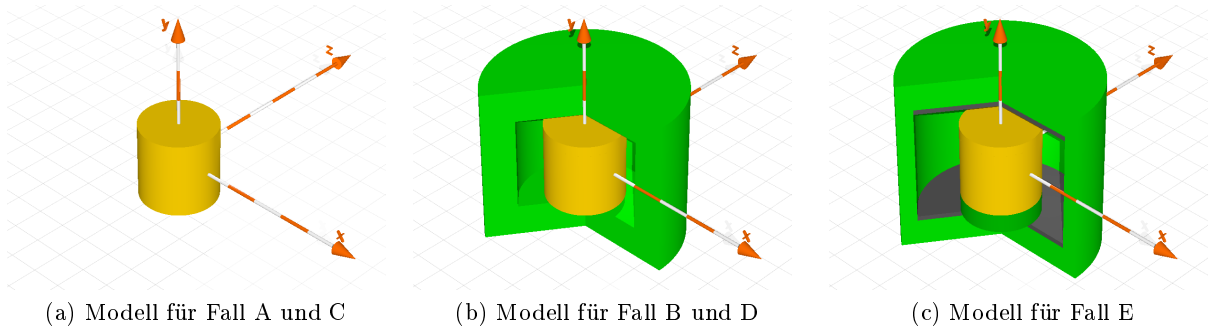


Abbildung 3.5: 3D-Modelle für die thermische Simulation. Gelb: zu erwärmendes Gut (A & B = SiC, C-E = ZrO₂), grün: Isolierung, schwarz: Suszeptor.

Tabelle 3.4: Geometrische Modelle für die kombinierte Simulation elektromagnetischer und thermischer Felder im Resonator R2.

Objekt	Grösse	Simulations-Szenario				
		A	B	C	D	E
Probe	D (mm)	48		48–38.1		
	H (mm)	48		48–38.1		
	Material	SiC		ZrO ₂		
zylindr. Proben- isolierung	D_a (mm)	—	120	—	120	120
	D_i (mm)	—	80	—	80	100
	H_a (mm)	—	100	—	100	112
	H_i (mm)	—	60	—	60	72
Isolier-Unterlage	D (mm)	—	—	—	—	48
	H (mm)	—	—	—	—	12
SiC-Suszeptor	D (mm)	—	—	—	—	100
	H (mm)	—	—	—	—	3
Aufheizrate und -art	h (K/min)	5,20,40,60,100		5, 20	5	
		Mikrowelle und Hybridheizung				

die Modelle für die beschriebenen Simulationsszenarien *A* bis *E* in einer Übersicht zusammen.

3.4. Anfangs- und Randbedingungen

Anfangsbedingungen geben die Funktionswerte partieller Differentialgleichungen für den Startpunkt der Berechnung (üblicherweise $t = 0$) vor, Randbedingungen definieren hingegen die Übergangsbedingungen bzw. Lösung der Differentialgleichungen an den räumlichen Systemgrenzen des Modells, den sogenannten Rändern. Auch an Rändern aneinander grenzender Modellgebiete wie z.B. der Phasengrenze zwischen Feststoffoberfläche und umgebendem Fluid werden Randbedingungen verwendet. Je nach verwendeter Software werden solche internen Grenzen oft mit voreinstellbaren, modellspezifisch gewählten Randbedingungen belegt. Die Anzahl der zu definierenden Anfangs- und Randbedingungen korreliert mit der Anzahl zu berechnender Variablen, um ein lösbares Gleichungssystem zu erhalten. Nachfolgend werden die Anfangs- und Randbedingungen für die Mikrowellen- und thermische Simulation vorgestellt.

3.4.1. Anfangsbedingungen Mikrowellensimulation

Zu Beginn der Simulation sind die Felder im kompletten Modell gleich Null. Der Ausgangspunkt der elektromagnetischen Wellenausbreitung ist der sogenannte „Port“ am Beginn des Hohlleiters, der eine elektromagnetische Welle in der TE_{10} -Mode abstrahlt. In Abhängigkeit von Meshgröße und Wellenlänge der Mikrowellenstrahlung breitet sich die elektromagnetische Welle mit zunehmender Anzahl Zeitschritte im gesamten Modell aus. Die Betriebsfrequenz beträgt hier in allen Modellen $f = 2.45$ GHz. Die Standard-Mikrowellenleistung P_0 beträgt 200 W, die Amplitude der elektromagnetischen Welle ist $A_{MW} = 20$. Die Anfangstemperatur der Materialien und somit ihre Permittivität orientiert sich an der Kopplung mit dem thermischen Modell. Es werden Starttemperaturen von 20 °C und 800 °C verwendet. Letztere steht für den Fall einer Hybridheizung, d.h. die elektromagnetische Strahlung wird durch eine zweite konventionelle Wärmequelle unterstützt, die eine Grundtemperatur von konstant 800 °C gewährleistet. Der weitere Erwärmungsvorgang wird nachfolgend durch Mikrowellenheizung erbracht. Dazu werden die Objekttemperaturen im Modell schrittweise erhöht und entsprechend die Permittivität der Materialien angepasst. Die Temperaturschrittweite an der Probe beträgt zwischen 25 und 200 °C und ist z.B. an die temperaturabhängige Volumenabnahme von ZrO_2 angepasst. Einzelheiten sind in Abschnitt 3.6 beschrieben. Für jede Temperaturstufe wird eine Mikrowellensimulation unter konstanten Bedingungen durchgeführt, d.h für jeden Temperaturschritt werden konstante Temperaturen und Volumina der Objekte angenommen. Der gesamte Erwärmungsprozess und Sintervorgang wird schließlich durch eine Stufenfunktion approximiert.

3.4.2. Randbedingungen Mikrowellensimulation

Bei elektromagnetischen Feldern gelten an den Übergangflächen zwischen zwei Medien mit unterschiedlichen elektrischen, magnetischen oder dielektrischen Eigenschaften unterschiedliche Randbedingungen. Bei einem idealen, elektrischen Leiter ist die elektrische Feldkomponente E_{tan} tangential zur Oberfläche sowie die magnetische Feldkomponente H_{norm} normal zur Grenzfläche jeweils null [284, S. 32]:

$$E_{tan} = 0 \quad H_{norm} = 0. \quad (3.21)$$

Das bedeutet, dass elektrische Feldlinien normal zur Oberfläche des elektrischen Leiter terminiert werden, während die magnetischen Feldlinien tangential zu ihr verlaufen.

Beim Übergang zwischen zwei dielektrischen Materialien 1 und 2 sind hingegen die tangentialen Feldkomponenten E_{tan} und H_{tan} sowie die normalen Flussdichten D_{norm} und B_{norm} der beiden Medien 1 und 2 an der Phasengrenze jeweils gleich groß, d.h. die tangentiellen Komponenten des elektromagnetischen Feldes kontinuierlich über die diskontinuierliche Materialgrenze sind. Auf der Phasengrenze gilt nach [284, S. 32]:

$$E_{tan,1} = E_{tan,2} \quad H_{tan,1} = H_{tan,2} \quad D_{norm,1} = D_{norm,2} \quad B_{norm,1} = B_{norm,2} \quad (3.22)$$

unter der Annahme, dass die Phasengrenze immer quellen- und senkenfrei ist. Die Herleitung dieser Randbedingungen ist in [16, S. 59-60] beschrieben.

Die Wände der nachfolgend beschriebenen metallischen Resonatoren stellen ideale elektrische Leiter dar und sind dielektrisch verlustfrei ($\sigma \rightarrow \infty$). Die Gasatmosphäre in den Resonatoren entspricht Luft, die als verlustfrei betrachtet wird ($\epsilon_{Luft} = 1+0i$). Die von der Quelle eingestrahlte Leistung wird somit nur von den eingestellten keramischen Materialien absorbiert. In realen Systemen würde ein Teil der Leistung von den Wänden des Resonators bzw. der Hohlleiterstrecke absorbiert werden und stünde damit nicht für den Erwärmungsprozess zur Verfügung. Wie diese

Verluste in die FDTD-Simulationen eingebunden werden können, zeigt [325]. In der vorliegenden Arbeit wird der Wandverlust vernachlässigt.

3.4.3. Anfangsbedingungen thermische Simulation

Die Anfangsbedingung $T(\vec{x}, t = 0)$ bei der thermischen Simulation unterteilt sich in zwei Fälle: (a) die direkte Mikrowellenerwärmung von einer Starttemperatur von 20 °C an und (b) die konsekutive Hybriderwärmung von einer Starttemperatur von 800 °C aufwärts. Die Anfangstemperatur gilt für das gesamte Ofeninventar. Im Fall der Hybridheizung übernimmt theoretisch eine - im Modell nicht enthaltene - alternative Heizmethode die Vorheizung bis 800 °C und erzielt eine homogene Temperaturverteilung im Resonator. Die Mikrowellen heizen anschließend das Objekt von 800 °C auf die Zieltemperatur von 1430 °C auf. Der Wärmeeintrag durch die Mikrowellenstrahlung wird durch die in Gleichung 3.1 beschriebene volumenbezogene dissipierte Leistung P_V/P_A berücksichtigt. Diese wird über die elektromagnetische Simulation ermittelt und wie nachfolgend beschrieben als Randbedingung an das thermische Modell übergeben. Die Strömungsgeschwindigkeit $u(\vec{x}, t = 0)$ im Gasraum beträgt zu Beginn der Simulation 0 m/s, der Druck $p(\vec{x}, t = 0)$ entspricht dem Normaldruck von 101325 Pa. Bei der abschnittswisen Berechnung wird das Ergebnis für $T(\vec{x}, t = t_{i,n})$ und $u(\vec{x}, t = t_{i,n})$ des Abschnitts i als Anfangsbedingung $T(\vec{x}, t_{0,i+1} = t_{i,n})$ und $u(\vec{x}, t_{0,i+1} = t_{i,n})$ an den nächsten Abschnitt $i + 1$ übergeben.

3.4.4. Randbedingungen thermische Simulation

Wie bereits in Unterabschnitt 3.3.3 beschrieben wird in der thermischen Simulation der Resonator nicht berücksichtigt. Die Modellgrenze wird auf die freigestellten, mikrowellen-erwärmten Objekte gesetzt. Von diesen Rändern aus wird die Wärme an die Umgebung dissipiert. Im Fall A/C besteht das Modell nur aus der freigestellten Probe (s. Abbildung 3.5a). Die gesamte Probenoberfläche ist der umgebenden Gasatmosphäre (Luft) ausgesetzt. Die Wärmedissipation der Probe erfolgt über freie Konvektion und über Wärmeabstrahlung. Gaskonvektion innerhalb der porösen Körper wird vernachlässigt.

Wärmekonvektion Der Wärmeübergang durch freie Konvektion zwischen dem Probenkörper und dem umgebenden Fluid kann über empirische Gleichungen mittels der dimensionslosen Nusselt-Zahl Nu gemäß Gleichung 3.16 beschrieben werden. Der Wärmeübergang dabei ist abhängig von der geometrischen Form des Körpers, den Stoffwerten des Fluids sowie den Temperaturbedingungen an der Oberfläche des Körpers und des Fluids. Der Wärmeübergang durch freie Konvektion an einem vertikalen Zylinder wird nach [315, Abschnitt Fa] über die Nusselt-Zahl wie folgt bestimmt:

$$Nu = \left(0.825 + 0.387 [Ra \cdot f_1(Pr)]^{1/6}\right)^2 + 0.435 \frac{h}{D} \quad (3.23)$$

Die dimensionslose Rayleigh-Zahl Ra ist das Produkt aus der dimensionslosen Grashof-Zahl Gr und Prandtl-Zahl Pr . Die Grashof-Zahl Gr für einen vertikalen Zylinder ist [315]:

$$Gr = \frac{g l^3 \beta \cdot (T_s - T_\infty)}{\nu^2} \quad (3.24)$$

Die Anströmlänge l für Gr - und Nu -Zahl ist gleich der Höhe des Zylinders H . Der thermische Ausdehnungskoeffizient β der Luft gilt für die Temperatur T_∞ des Fluids außerhalb der Grenzschicht; der Einfluss der Prandtl-Zahl auf den Wärmeübergang fließt über die Funktion f_1 in die Berechnung ein [315]:

$$f_1 = \left(1 + \left(\frac{0.559}{\text{Pr}} \right)^{9/16} \right)^{-16/9} \quad (3.25)$$

Die temperaturabhängigen Stoffwerte Wärmeleitfähigkeit k , kinematische Viskosität ν und Pr-Zahl für Luft werden [315, Abschnit Db] entnommen. Die Bezugstemperatur entspricht der mittlere Temperatur $T_m = \frac{1}{2}(T_s + T_\infty)$, gebildet aus der Oberflächentemperatur des Zylinders T_s und der Umgebungstemperatur T_∞ des Fluids. Die Fluidtemperatur beträgt bei direkter Mikrowellenheizung 20 °C, bei hybrider Heizung hingegen 800 °C.

Für die Simulationsfälle B , D und E wird der konvektive Wärmeübergang von der Probenoberfläche an das Fluid software-seitig durch COMSOL berücksichtigt. In diesen Fällen liegt die Modellgrenze auf den Außenflächen der thermischen Isolierung. Hier wird nach der gleichen Vorgehensweise der konvektive Wärmeübergang an die Umgebung berücksichtigt. Eine Druckausgleichsfläche verhindert zudem, dass sich aufgrund der Erwärmung das Gasvolumen innerhalb des isolierten Raums verdichtet.

Wärmestrahlung Neben der konvektiven Wärmeabgabe an die Umgebung wird Wärme auch durch Strahlung dissipiert. Hierbei wird ebenfalls eine Fallunterscheidung getroffen. Im Fall A und C strahlt die Probenoberfläche direkt an die (Resonator-)Umgebung ab. Diese verhält sich in diesem Fall wie ein unendlich große Senke für die Wärmestrahlung, d.h. sie wirft keine Strahlung auf die Probe zurück und erwärmt sich nicht selber durch die Wärmestrahlung. Im Fall direkter Mikrowellenheizung beträgt die Umgebungstemperatur 20 °C, bei Hybridheizung 800 °C. In den Fällen B, D und E wechselwirkt die von der Probenoberfläche abgestrahlte Wärme mit der Innenseite der thermischen Isolierung, d.h. hier wird die gegenseitige Beeinflussung auf den Wärmeaustausch über die Oberflächentemperaturen, die Emissionsgrade und den Formfaktor (s. Unterabschnitt 3.2.3) berücksichtigt. Die Emissivität der gewählten Materialien ist weitgehend temperaturunabhängig, $\epsilon \neq f(T)$ wie in Unterabschnitt 3.7.1 erläutert, weshalb konstante Emissionsgrade eingesetzt werden.

Mikrowellenabsorption Die Mikrowellenenergie, die von den jeweiligen Objekten absorbiert wird, wird als volumenspezifische bzw. flächenspezifische Wärmequelle definiert. Nähere Erläuterungen finden sich in Abschnitt 3.6. Jedem einzelnen Objekt werden ein oder mehrere, in Subvolumen unterteilte, individuelle Absorptionsterme zugeordnet, um das objektspezifische Aufheizen mit Mikrowellen zu berechnen.

3.5. Vernetzung, Modellgröße und Rechenzeit

Nach dem Erstellen der oben beschriebenen geometrischen Modelle und Setzen der Anfangs- und Randbedingungen wird das Modell vernetzt (engl. Meshing). Die nachfolgenden Abschnitte beschreiben das Vorgehen und die jeweils verwendeten Meshgeometrien, die Meshgröße und resultierende Modellgröße. Alle Berechnungen werden auf einem Multithreading-fähigen PC mit 2.83 GHz Quad-Core CPU und 8 GByte RAM-Speicher ausgeführt. Quickwave3D[®] nutzt in der vorliegenden Version nur einen CPU-Kern, COMSOL[®] macht mittels Multithreading von bis zu vier Kernen Gebrauch.

3.5.1. Vernetzung bei der Mikrowellensimulation

Wie bei der FDTD-Methode üblich erstellt Quickwave3D ein orthogonales Netz des Rechenmodells. Quickwave3D beherrscht zusätzlich das konformale Meshing, um im kartesischen Koordinatensystem angewinkelte oder gekrümmte Oberflächen besser an das Netz zu adaptieren

Tabelle 3.5: Bestimmung der max. Meshgröße in Abhängigkeit der Permittivität des Mediums.

Medium	Permittivität $\hat{\epsilon}_r$ (20 ° C)	Brechungsindex n	max. Mesh-Größe
Luft	$1 - i0$	1	12 mm
Isolierung	$1.2 - i3 \times 10^{-4}$	3.3	11 mm
ZrO ₂ ($\varphi = 0.5$)	$11.1 - i9 \times 10^{-3}$	3.3	3.7 mm
ZrO ₂ ($\varphi = 1.0$)	$31.6 - i3 \times 10^{-2}$	5.6	2.2 mm
SiC	$184 - i147$	14.5	0.84 mm

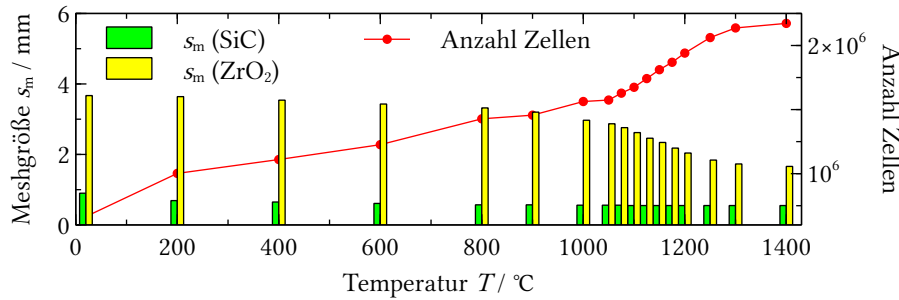


Abbildung 3.6: Modellgröße: Steigende Anzahl Zellen durch Anpassung der Meshgröße s_m an die mit der Temperatur und dem Grad der Verdichtung steigende Permittivität der Materialien.

[298, 301]. Die Meshgröße im FDTD-Modell wird durch die Frequenz der Mikrowellenstrahlung und der Permittivität der Materialien bestimmt. Basierend auf dem Nyquist-Theorem müssen mindestens zwei Stellen innerhalb einer räumlichen Periode (Wellenlänge) für eine adäquate Berechnung liegen [288, S. 30]. Als Daumenregel gilt für 1D-Strukturen, dass die Meshgröße s_m ein Zehntel der Wellenlänge im Medium λ_{Medium} , also des Quotienten aus der Freiluftwellenlänge λ_0 und dem Brechungsindex n des Mediums betragen sollte (s. Gleichung 3.26) [285, S. 58] [288, S. 30-31]; bei 2D-Strukturen wird eine Meshzahl von 100 Zellen pro Quadrat-Wellenlänge und bei 3D-Strukturen 1000 Zellen pro Kubik-Wellenlänge gefordert [285].

$$s_{m,1D} = \frac{\lambda_{\text{Medium}}}{10} = \frac{\lambda_0}{10n} = \frac{\lambda_0}{10\sqrt{\mu_r \epsilon_r}} \quad (3.26)$$

Exemplarisch wird die maximale Meshgröße $s_{m,1D}$ für die verwendeten Materialien in Tabelle 3.5 aufgeführt. Dabei ist allerdings zu berücksichtigen, dass die Permittivität bei steigender Temperatur in den hier beschriebenen Fällen ansteigt. Die Meshgröße wird daher im Verlauf der Erwärmung reduziert, um der steigenden Permittivität Rechnung zu tragen. Hinzu kommt bei ZrO₂ die Verdichtung des Werkstoffs bei höheren Temperaturen, die ebenfalls einen Permittivitätsanstieg bedingt und ebenfalls bei der Meshgröße berücksichtigt werden muss.

Abbildung 3.6 illustriert für das Modell im Fall E die Zunahme der Zellzahl bedingt durch die Reduzierung der Meshgröße für ZrO₂ mit steigender Temperatur bzw. Verdichtungsgrad. Der Speicherbedarf des FDTD-Modells steigt von 60 MByte auf etwa 200 MByte RAM (Random Access Memory). Nach Start der Simulationen wird eine transiente Initialisierungsphase von 50 000 bis 60 000 Iterationen durchlaufen. Anschließend erfolgt die arithmetische Mittelung („Enveloping“) der Feld- und Dissipationsdaten über mindestens 25 000 Iterationen zur Berechnung des stationären Zustands. Die Initialisierungsphase benötigt je nach Modellgröße $\frac{1}{2}$ bis 2 Stunden, die Envelope-Phase je nach Modellgröße 4 bis 22 Stunden Rechenzeit ⁴.

⁴Quickwave3D wird ohne Multithreading verwendet, d.h. die Berechnung läuft nur auf einem Kern.

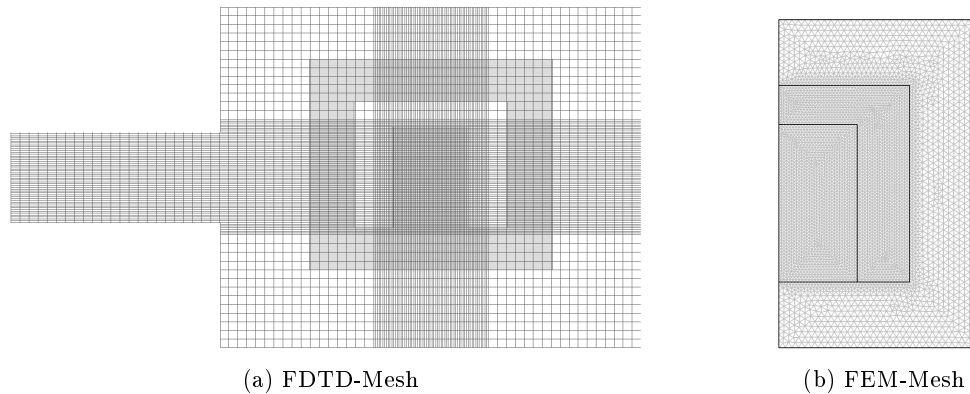


Abbildung 3.7: Vergleich der FDTD/FEM-Vernetzung von Modell D (ZrO_2) zu Beginn des Erwärmungsvorgangs: (a) Schnitt durch orthogonal vernetztes 3D-FDTD-Modell des Resonators mit Hohlleiter und Probenraum in Quickwave3D, (b) trigonal-planar vernetztes 2D FEM-Halbmodell des Probenraums in COMSOL.

3.5.2. Vernetzung bei der thermischen Simulation

Das thermische Modell wird mit der Software COMSOL Multiphysics[®] erstellt. Aufgrund der Ausnutzung der Rotationssymmetrie ist das Modell auf eine halbseitige, zweidimensionale Abbildung des zylindrischen ZrO_2 -Objekts reduziert. Die Mesh-Größe wird adaptiv an den Radius des Objekts angepasst. Die maximale Größe der Elemente beträgt in der Probe immer ein 25tel des Objektradius R , d.h. sie variiert von etwa 1 mm bis 0.76 mm. Die maximale Meshgröße in der thermischen Isolierung beträgt 2 mm, in den SiC-Suszeptoren 1 mm. Somit besteht das Modell bei der Simulation von *Fall A* und *C* aus 3148 finiten Elementen, bei *Fall B* und *D* aus 9845 Elementen und bei *Fall E* aus 13600 Elementen. Der Speicherbedarf liegt bei etwa 180 MByte. Die Rechenzeit beträgt etwa 1 Minute pro 100 K Erwärmung. Abbildung 3.7 zeigt einen Vergleich des vernetzten Modells *E* für die elektromagnetische Simulation in Quickwave3D[®] und die thermische Simulation in COMSOL Multiphysics[®].

3.6. Kopplung von elektromagnetischer und thermischer Simulation

Die multiphysikalische Analyse elektromagnetischer Wärmedissipation zur Berechnung von Temperatur-, Diffusions-, Spannungs- oder Strömungsprofilen ist eine wichtige Grundlage zur Auslegung von Mikrowellenprozessen. Die gekoppelte elektromagnetische und thermische Berechnung für Mikrowellenerwärmungsprozesse mittels numerischer Methoden geht bereits auf Arbeiten in den 1990er Jahren zurück [309, 326, 290, 291]. Eine Übersicht über die Anwendungsgebiete solcher Berechnungen bietet [284].

Im Kern besteht die Kopplung aus der Lösung der Maxwell-Gleichungen sowie der Wärmetransport-Gleichung, wobei der externe, zeitabhängige Quellterm $\dot{Q}_{\text{ext}}(t)$ der transienten Wärmebilanz durch die dissipierte Leistung $P_V(t)$ der elektromagnetischen Strahlung definiert wird:

$$m \cdot c_p \frac{\partial T}{\partial t} + \dot{Q}_{\text{ext}}(t) = \dot{Q}_{\text{konv}} + \dot{Q}_{\text{cond}} + \dot{Q}_{\text{rad}}. \quad (3.27)$$

Durch den Temperaturanstieg infolge der Mikrowellendissipation kann sich die Permittivität der bestrahlten Materialien ändern, was wiederum Einfluss auf die räumliche und zeitliche Ausbreitung sowie die Absorption der elektromagnetischen Welle hat. Zur mathematischen Abbildung

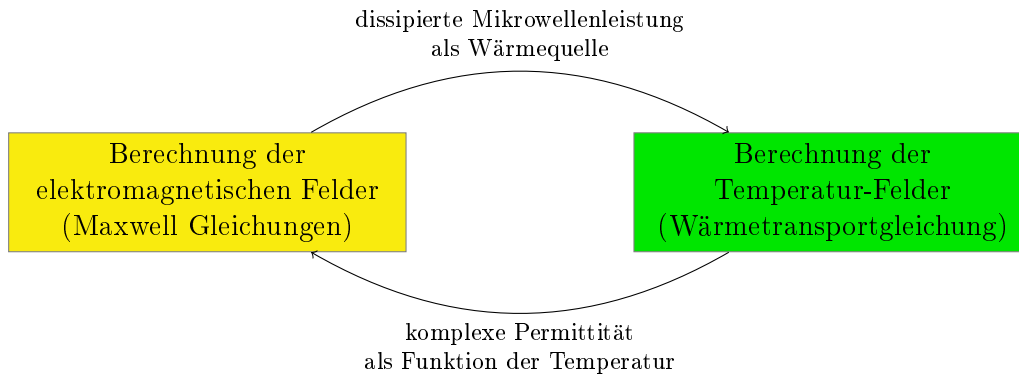


Abbildung 3.8: Prinzip der multiphysikalischen Kopplung von elektromagnetischer und thermischer Simulationen nach [284]

dieses Vorgangs wird die elektromagnetische und thermische Feldberechnung üblicherweise gekoppelt, wie in Abbildung 3.8 schematisch dargestellt. Neben der Berechnung von Temperaturprofilen können in Erweiterung z.B. auch Stofftransport und -umwandlung [327, 328], Sintervorgänge [329], mechanische Belastungen [330] oder Strömungsprofile [331, 332] simuliert werden.

Für die parallele Lösung von elektromagnetischer Energiedissipation und thermischen Wärmeströmen innerhalb eines numerischen Näherungsverfahrens stellen sich zwei wesentliche Herausforderungen [284]:

- die Zeitskala für thermische Prozesse liegt im Sekunden- bis Minutenbereich, während die benötigte Zeit für das Erreichen stationärer elektromagnetischer Wechselwirkungen bei GHz-Wellen hingegen im Nanosekundenbereich liegt.
- Die Berechnung der elektromagnetischen Felder bedarf der Lösung komplexer Vektor-Differentialgleichungen, während die Wärmebilanzgleichung eine skalare Differentialgleichung darstellt.

Für die Kopplung elektromagnetischer und thermischer Simulation innerhalb eines numerischen Lösungsansatzes kann daher ein Skalierungsfaktor für die Kontrolle der zeitabhängigen Rechenschritte eingesetzt werden, so wie in [292] mittels FDTD angewendet, oder alternativ die Leapfrog-Methode eingesetzt werden [333]. Als Alternative dazu werden oftmals zwei individuelle numerische Näherungsverfahren zur Lösung eingesetzt und die Ergebnisse sequentiell von der Mikrowellensimulation an die thermische Simulation und umgekehrt wie in Abbildung 3.9 schematisch dargestellt übergeben (s. z.B. [309, 334, 335, 336, 302, 330]). Im ersten Schritt wird für eine Ausgangstemperatur T_0 die orts aufgelöste Wärmedissipation $P_V(T_0)$ als Funktion der lokalen Permittivität $\varepsilon(T_0)$ errechnet. Im nächsten Schritt wird dieses Ergebnis als Initialwert an die thermische Simulation übergeben. Unter Berücksichtigung der definierten Randbedingungen und temperaturabhängigen Stoffeigenschaften wird die Erwärmung der Objekte für ein definiertes Zeitintervall Δt berechnet, so dass ortsabhängig eine neue Temperaturverteilung $T_i = T(t_0 + \Delta t)$ erzielt wird.

Durch Rückgabe der Temperaturinformation T_i an die Mikrowellensimulation wird die lokale Permittivität $\varepsilon(T_i)$ aktualisiert. Mit einer Wiederholung der Mikrowellensimulation wird erneut die lokale Wärmeabsorption $P_V(T_i)$ bestimmt. Dieses bidirektionale, sequentielle Vorgehen wird solange fortgesetzt, bis die gewünschte Zieltemperatur T_n oder eine vorgegebene Erwärmungszeit t_n erreicht ist [330]. Die Vorteile dieser geschlossenen, sequentiellen Kopplung von elektromagnetischer und thermischer Simulation sind:

- eine hohe Genauigkeit der gekoppelten Berechnung von elektromagnetischen und thermischen Vorgängen unter der Voraussetzung hinreichend kleiner Zeitschritte [302],

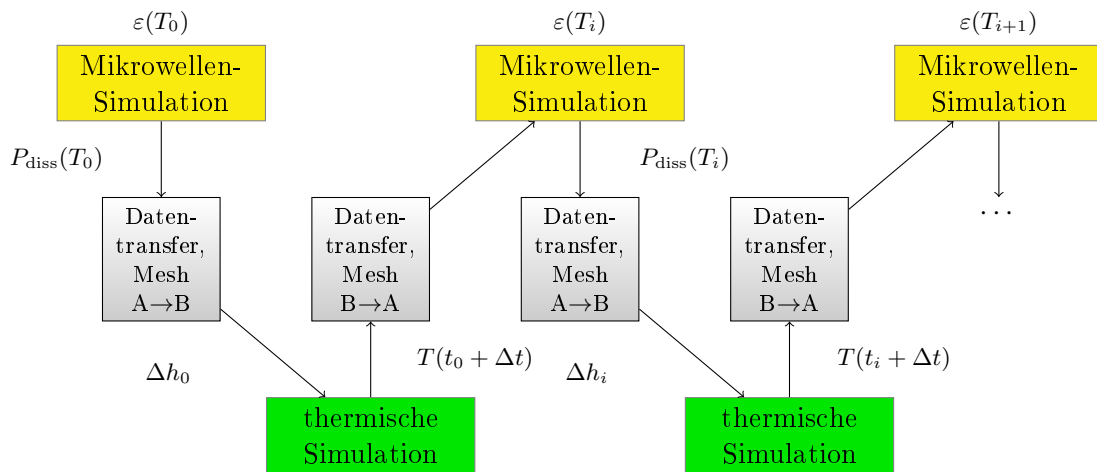


Abbildung 3.9: Bidirektionaler, sequentieller Ansatz zur Kopplung von elektromagnetischer und thermischer Simulation für die Mikrowellenerwärmung.

- eine hohe lokale Auflösung der Mikrowellenerwärmung und damit die Möglichkeit Erwärmungsphänomene wie Hotspots [336] oder Thermal Runaways [335, 329, 337],
- die Möglichkeit hybride Heizkonzepte zu simulieren [338].

Durch software-übergreifendes Datenmanagement ist prinzipiell auch ein extern kontrollierter Ablauf der Simulationsschritte möglich. Allerdings ist ein solches Datenmanagement abhängig von der jeweiligen Simulationssoftware und den vorhandenen Datenschnittstellen. Die Nachteile dieses Verfahrens sind:

- eine komplexe Datenübergabe mit Management verschiedener Datenformate,
- eine notwendige Interpolation zwischen Datenpunkten aufgrund unterschiedlichen Meshings bei elektromagnetischer und thermischer Simulation [339],
- eine aufwändige Fehlersuche und Organisation der Berechnung, da sich die Simulation in eine Vielzahl von Einzelschritten gliedert.

Auch die Einbindung der Wärmestrahlung in die thermische Mikrowellensimulation, die aufgrund der Nichtlinearität der entstehenden Differentialgleichung, höheren numerischen Aufwand bedeutet, ist mit oben beschriebener Herangehensweise möglich und wird in einigen Publikationen vorgestellt [340, 341, 65, 342, 338]. Desweiteren wurden bereits Mikrowellenprozesse mit multiplen Objekten [341, 343, 338], Mehrphasen-Materialien [344] oder Materialien mit veränderlicher Materialdichte [329, 345] simuliert. Weitgehend unberücksichtigt blieb bislang der Einfluss der Volumenänderung einer Sinterprobe während des Erwärmungsprozesses.

3.6.1. Methode der seriellen, unidirektionalen Kopplung

In der vorliegenden Arbeit wird ein alternativer Ansatz zur Kopplung von elektromagnetischer und thermischer Simulation vorgestellt und erprobt. Im Vergleich zum oben beschriebenen Vorgehen bei externer Kopplung von elektromagnetischer und thermischer Simulation durch eine periodische Datenübergabe zwischen den Berechnungsmodulen in zeitlicher Reihung, wird hier eine „serielle“ Vorgehensweise vorgestellt, bei der im ersten Schritt die temperaturabhängige Berechnung der Mikrowellenabsorption und im zweiten Schritt die zeitabhängige Temperaturberechnung erfolgt. Dieses Verfahren wird nachfolgend unidirektionales, serielles Vorgehen genannt und ist in Abbildung 3.10 schematisch abgebildet. Zunächst wird die gewünschte Temperaturerhöhung für das zu erwärmende Objekt festgelegt. Anschließend wird das Aufheizprofil in mehrere Temperaturintervalle unterteilt. Die Einteilung der Temperaturintervalle richtet sich sowohl nach

3.6 Kopplung von elektromagnetischer und thermischer Simulation

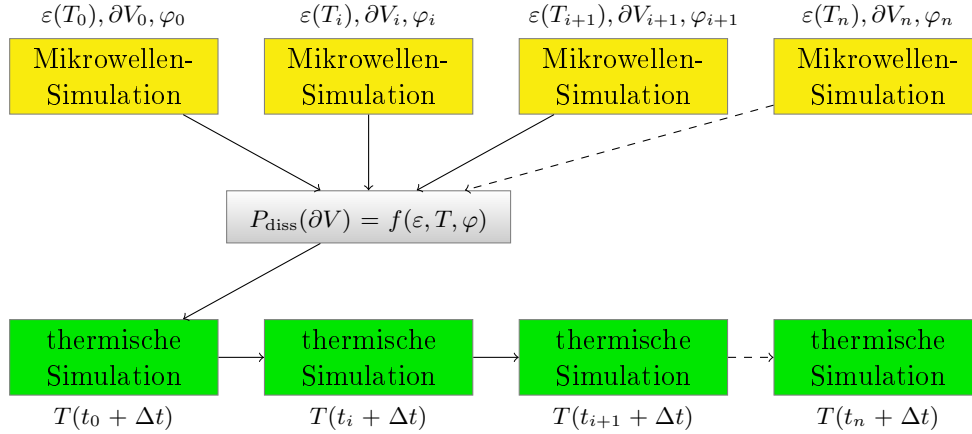


Abbildung 3.10: Unidirektionale, serielle Kopplung der elektromagnetischen und thermischen Simulation für die Mikrowellenerwärmung.

der Änderung der Permittivität als auch des Volumens des Zielobjekts z.B. infolge der Sinterschrumpfung, da die Größenänderung des Zielobjekts Einfluss auf die Mikrowellenabsorption hat (siehe auch Abbildung 4.9). Für jedes Temperaturintervall wird schließlich die Wärmedissipation P_V durch Mikrowellenstrahlung ermittelt. Anschließend wird das Ergebnis als Funktion der Temperatur $P_V(T)$ formuliert und an die thermische Simulation übergeben.

Im Unterschied zum oben beschriebenen sequentiellen Vorgehen wird das Ergebnis beim seriellen Verfahren nicht als Anfangsbedingung an die thermische Simulation übergeben, sondern als flächen- bzw. volumenbezogene Randbedingung. Randbedingungen haben den Vorteil, dass sie im Gegensatz zu Anfangsbedingungen als Funktion der Temperatur bzw. Zeit definiert sein können. Mit der volumenbezogenen Definition der Wärmedissipation durch Mikrowellenstrahlung $P_V(T)$ steht eine geeignete Übertragungsgröße zur Verfügung, um den mikrowelleninduzierten Wärmeeintrag von der elektromagnetischen in die thermische Simulation zu übertragen. Durch Bezug von P_V auf die in den Resonatorquerschnitt eingestrahelte Leistung P_A wird die absorbierte Leistung normalisiert. Der Term $\frac{P_V}{P_A}$ stellt somit eine skalierbare, volumenbezogene Größe für die Energieübertragung durch Mikrowellen dar. Die Beschreibung der dissipierten Leistung als Funktion des Objektvolumens ist ein wesentliches Merkmal der hier vorgestellten Vorgehensweise, weil einerseits eine Vergleichbarkeit mit der analytischen Lösung der Mie-Methode gegeben ist, andererseits eine Berücksichtigung des Probenvolumens inhärent implementiert ist und eine Volumenänderung z.B. durch Sinterschrumpfung bei der Mikrowellenerwärmung betrachtet werden kann. Desweiteren wird der Gesamtwärmeeintrag $P_{V,ges}$ durch Mikrowellen auf Ziel- und Nebenobjekte verteilt (siehe Abbildung 3.11), um die Erwärmung einzelner Objekte zu ermitteln. Die Objekte können darüber hinaus in Subvolumina unterteilt werden, um die lokale Auflösung der Simulation der Mikrowellenerwärmung zu erhöhen und lokal ausgeprägte Temperaturverteilungen wie z.B. Randzonenerwärmung oder überhitzte Kernbereiche („hot spots“) ansatzweise abzubilden. Je weiter die Aufteilung in Subvolumina erfolgt, desto genauer wird das Ergebnis der thermischen Simulation ausfallen. Die maximale Auflösung würde erreicht, wenn die kleinste Informationseinheit genau ein Netzelement darstellt. Es gilt, dass jedes Subvolumen isotrop und während der Mikrowellensimulation isotherm.

Die zu erzielende Aufheizrampe des Zielobjekts wird von vorneherein festgelegt und durch die Kopplung von elektromagnetischer und thermischer Simulation abgebildet. Das Erwärmungsverhalten umgebender Objekte bzw. des umgebenden Ofeninventars (Nebenobjekte) muss ebenfalls als Funktion der Temperatur simuliert werden. Um die Wärmeverteilung zwischen zu erwärmendem Gut und Umgebung zu berechnen, wird z.B. basierend auf experimentellen Erkenntnissen

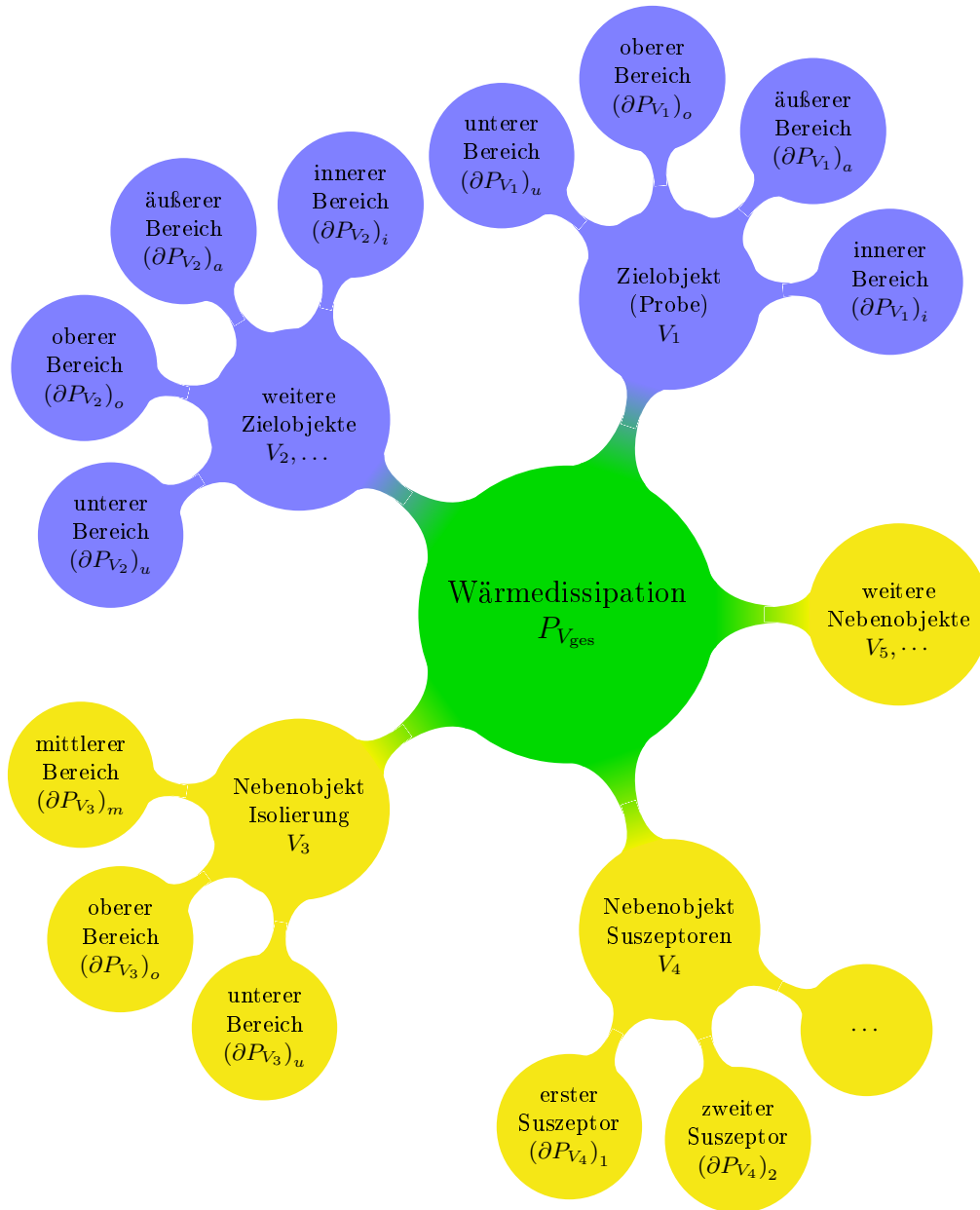


Abbildung 3.11: Schema der Dissipation der Mikrowellenenergie bei der seriellen Kopplung von Mikrowellen- und thermischer Simulation: Aufteilung der Mikrowellen-Wärmedissipation nach Hauptobjekten (Proben) und Nebenobjekten (Isolierung, Suszeptoren etc.) sowie in deren Subvolumina.

oder Vorabberechnungen ein Temperaturprofil für die umgebenden Objekte vorgegeben. Ist die Permittivität eines oder mehrerer umgebenden Objekte größer als die des Zielobjekts bzw. ändert sich die Permittivität der umgebenden Objekte mit steigender Temperatur stärker als die des Zielobjekts, werden die umgebenden Objekte während der Erwärmung mehr Energieanteile absorbieren und somit das eigentliche Zielobjekt vor der Mikrowellenstrahlung abschirmen. In Folge wird das Zielobjekt weniger Energie aufnehmen und weniger schnell erwärmen. ROTHER bezeichnet dieses Verhalten als „Erwärmung unter Konkurrenz“ [29]. Um diesem Verhalten Rechnung zu tragen, werden Temperaturprofile für alle Objekte definiert.

Die Berechnung eines lokal begrenzten, extrem raschen Temperaturanstiegs („thermal runaway“) ist durch die auf vergleichsweise große Volumen bezogenen Energiedissipation nicht gänzlich auflösbar. Für die Verteilung der Wärmemenge auf die Volumenelemente werden daher zwei Varianten untersucht:

- *Variante 1*: Eine temperaturabhängige Verteilungsfunktion $\sum_i^n \phi_i(T) = 1$ definiert den Anteil ϕ_i der dissipierten Wärme $\phi_i \cdot P_{V,ges}$, der bei einer bestimmten Temperatur auf das i -te (Teil-)Volumen dV_i entfällt. Die Wärmestromverteilung ϕ folgt weitgehend dem in der Mikrowellensimulation vorgegebenen Temperaturprofil, da die interne Kopplung nur eine gedämpfte individuelle Energiedissipation erwarten lässt.⁵
- *Variante 2*: $P_{V,i}(T)$ wird als individuelle Temperaturfunktion für jedes Volumenelement dV_i aufgestellt. Somit wird eine (begrenzt) freie Erwärmung der Objekte in Abhängigkeit der eingestrahnten Mikrowellenleistung P_{MW} erreicht, da die Erwärmung der Objekte in der thermischen Simulation durch die sich tatsächlich einstellende Temperatur gesteuert wird. Absorbiert ein Objekt durch thermischen Einfluss mehr Energie als in der Mikrowellensimulation vorgesehen, wird die Gesamtmikrowellenleistung P_{MW} entsprechend erhöht.

Variante 1 wird bei Simulationsmodell *A* bis *D* für die Verteilung der Wärme innerhalb eines Objektes genutzt. *Variante 2* wird zur Beschreibung der individuellen Erwärmung mehrerer Objekte wie Probe, Isolierung, Suszeptor etc. verwendet im *Fall B* und *D* eingesetzt. Im Simulationszenario *E* wird *Variante 2* für alle Objekte und deren Subvolumina eingesetzt.

3.6.2. Berechnung mit und ohne Sinterschrumpfung

Die Kopplung von elektromagnetischer und thermischer Simulation wird an den bereits beschriebenen Szenarien *A* bis *E* erprobt. Im *Fall A* und *B* ändert sich das Probenvolumen des SiC-Zylinders nicht, im *Fall C* bis *E* wird der ZrO₂-Zylinder von 50% Gründichte auf über 99% theoretische Dichte gesintert. Das Zielobjekt, die keramische Probe, ist jeweils mittig im Mikrowellenresonator R2 platziert. Im *Fall A* und *C* befindet sich nur die Probe im Resonator, im *Fall B*, *D* und *E* ist die Probe von einer thermischen Isolierung umgeben, und im *Fall E* wird die Probe noch zusätzlich durch scheibenförmige Suszeptoren aus SiC innerhalb der Isolierkammer geheizt (vgl. Abschnitt 3.3). Die Anzahl der Objekte und deren Unterteilung in Subvolumen ist in Tabelle 3.6 zusammengefasst.

Die Aufteilung des Zielobjekts (Probe aus SiC oder ZrO₂) erfolgt im *Fall A-D* in die Zonen *Innen* und *Außen*, da die Mikrowellenabsorption je nach dielektrischer Eigenschaft der Keramik vorzugsweise im Volumen, sprich im Innern, oder eher am äußeren Rand der Probe stattfindet. Im *Fall A* und *B* wird der Bereich *Außen* aufgrund der geringen Eindringtiefe der Mikrowellenstrahlung bei SiC (<2 mm) auf die Mantelfläche des SiC-Zylinders bezogen. Die Dicke des äußeren Bereichs geht gegen Null. Die thermische Isolierung in *Fall B* und *D* wird nicht unterteilt (s. Abb. 3.12a). Im *Fall E* wird die äußere Isolierung in drei Subvolumina unterteilt (oben, Mitte,

⁵Eine Abweichung der Temperaturprofile kann entstehen, da in der Mikrowellensimulation isotherme Bedingungen in einem Volumenelement angenommen werden, in der thermischen Simulation sich durch die Randbedingungen anisotherme Temperaturprofile einstellen.

Tabelle 3.6: Aufteilung des Modells in Ziel- und Nebenobjekte sowie Anzahl der Subvolumina

Fall	Zielobjekt	SV	Nebenobjekt 1	Anz. (SV)	Nebenobjekt 2	Anz. (SV)	Σ
A	SiC-Zylinder	2	—	—	—	—	2
B	SiC-Zylinder	2	Isolierung	1	—	—	3
C	ZrO ₂ -Zylinder	2	—	—	—	—	2
A	ZrO ₂ -Zylinder	2	Isolierung	1	—	—	3
A	ZrO ₂ -Zylinder	4	Isolierung	2×2	Suszeptoren	2×1	10

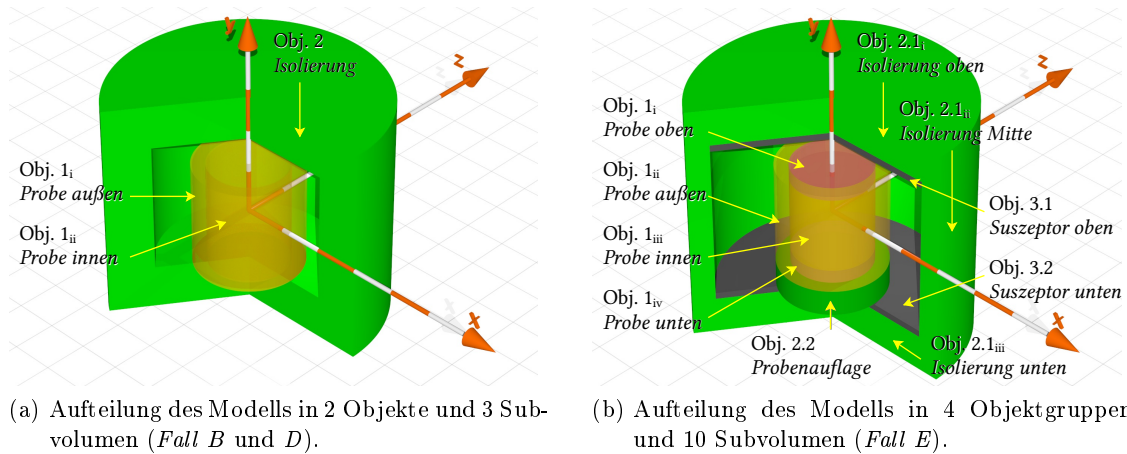


Abbildung 3.12: Aufteilung der Modellobjekte in geeignete Teilvolumen zur gekoppelten Berechnung der Wärmedissipation durch Mikrowellen für die serielle Kopplung von EM- und thermischer Simulation.

unten). Hinzu kommt die isolierende Probenauflage und die Suszeptoren ober- und unterhalb der Probe (s. Abb. 3.12b). Die ZrO₂-Probe wird im *Fall E* in vier Subvolumina unterteilt (innen, außen, oben, unten), um den Einfluss der Suszeptoren besser aufzulösen. Die Subvolumina werden mit zunehmender Sinterschrumpfung kleiner, wobei das Verhältnis der Volumina zueinander im Rahmen der Meshgenauigkeit konstant gehalten wird. Auf das Probeninnenvolumen ($V_{1,i}$) entfallen 38.5 Vol.%, auf die äußere Hülle ($V_{1,ii}$) 47.1 Vol.% und auf Boden- und Deckel ($V_{1,iii/iv}$) jeweils 7.2 Vol.%. Eine Übersicht über die geometrischen Abmessungen der Einzelobjekte liefert Tabelle 3.4.

Wie oben bereits beschrieben wird im ersten Schritt die Energieabsorption der Objekte durch Mikrowellenstrahlung mittels FDTD-Simulation berechnet. Als Führungsgröße dient die Temperatur des Zielobjekts. Die Temperaturschritte werden gemäß dem Verlauf der Permittivität mit der Temperatur sowie der Dichteänderung während der Sinterung gewählt. Im Fall des SiC (*Fall A* und *B*) werden äquidistante Temperaturintervalle von 200 K verwendet, bei ZrO₂ (*Fall C* bis *E*) werden die Schrittweiten von 100 K und 200 K auf 50 K bis 25 K im Schrumpfungsbereich der Keramik reduziert (s. Abbildung 3.13). Im zweiten Schritt der gekoppelten seriellen Simulation wird das Ergebnis in Form der absorbierten Leistung als Funktion der Temperatur und des Probenvolumens an die thermodynamische Simulation mittels FEM übergeben.

3.6.3. PID-Regler für konstante Heizraten

Um eine Vergleichbarkeit der Aufheizvorgänge zu erzielen, wird die oben beschriebene serielle Methode um eine Temperaturregelung im thermischen Modell erweitert. Dadurch sollen konstante Aufheizraten bis zur gewünschten Zieltemperatur eingehalten werden. Um dieses Ziel zu

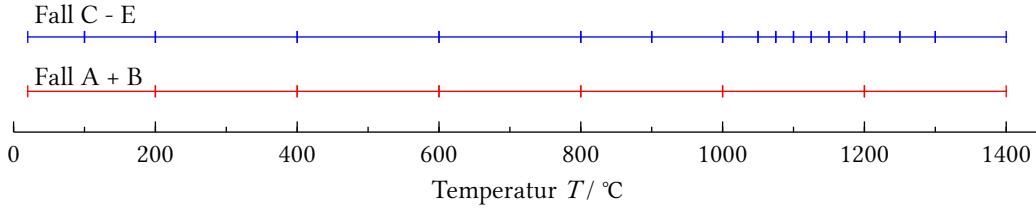


Abbildung 3.13: Einteilung der Temperaturintervalle für die Berechnung der Energieabsorption der Objekte nach der seriellen, unidirektionalen Kopplung von elektromagnetischer und thermodynamischer Simulation.

erreichen, wird ein Regelkreis mit einem Einzel-Input implementiert, um die Erwärmung an einem bestimmten Punkt zu kontrollieren. Als Regelgröße wird die Temperatur in der Objektmitte gewählt⁶, die Stellgröße ist die eingespeiste Mikrowellenleistung. Für größere oder multiple Objekte sowie bei Einsatz mehrerer Mikrowellenquellen ist anstelle einer Single-Input eine Multiple-Input-Multiple-Output (MIMO) Regelung vorteilhaft, um die Energie- oder Temperaturlast ideal zu verteilen. Der erfolgreiche Einsatz von MIMO mit Hilfe der Model Predictive Control (MPC) für die Mikrowellenerwärmung ist in [346] beschrieben. Die MPC benutzt zur Regelung ein zeit-diskretes dynamisches Modell des zu regelnden Prozesses. Damit kann dieses Verfahren bessere Voraussagen über das zukünftige Verhalten des Systems bei Änderungen der Eingangsgrößen treffen. Bei MPC wird eine Regeländerung bereits vor Änderung des Sollwerts eingeleitet, beim PID-Regler erst danach. Die MPC kann im Vergleich zum PID-Regler besser mit Regelgrenzen umgehen, Änderungen der Systemparameter tolerieren und mehrere Eingangs- und Ausgangsgrößen besitzen. [347]

In der vorliegenden Arbeit wird aufgrund zentrischen Objektaufstellung und der Verwendung einer einzelnen Mikrowellenquelle ein Single-Input PID-Regelkreis realisiert. PID-Regler besitzen drei Korrektur-Terme zur Reduzierung von Regelabweichungen zwischen Führungs- (Sollwert) und Regelgröße (Istwert). Diese bestehen aus je einem parallelen Proportional- (P), Integral- (I) und Differentialglied (D). Die Laplace-transformierte Übertragungsfunktion des idealen, parallelen PID-Reglers lautet [348]:

$$\mathcal{L}\left(\frac{U}{E}(t)\right) = \frac{U}{E}(s) = K_P + K_I \frac{1}{s} + K_D \cdot s \quad (3.28)$$

mit der Verstärkung K_P des Proportional-, der Verstärkung K_I des Integral- und dem Differenzierbeiwert K_D des Differentialglieds. Gleichung 3.28 wird auch in der Form

$$\frac{U}{E}(s) = K_P \left(1 + \frac{1}{T_N \cdot s} + T_V \cdot s\right) \quad (3.29)$$

angewendet, mit der der integralen Zeitkonstante T_N (Nachstellzeit) und der differentiellen Zeitkonstante T_V (Vorhaltzeit). Die Funktionalität der einzelnen Glieder des PID-Reglers lässt sich wie folgt zusammenfassen [348]:

- Das Proportionalglied sorgt übergreifend für einen Regeleingriff proportional zur Regelabweichung. Je höher die Regelabweichung, desto stärker ist die Wirkung des Proportionalglieds. Nähert sich der Istwert dem Sollwert an, geht die Korrektur gegen Null.
- Das Integralglied reduziert den stationären Fehler durch eine niederfrequente Kompensation mittels Integration (stetiges Aufsummieren) der Regelabweichung. Besteht die Rege-

⁶Die Temperatur in der Objektmitte steht bei realen Hochtemperatur-Systemen nicht immer als Regelgröße zur Verfügung, da oft geeignete Temperatursensoren fehlen, um die Temperatur dort zu erfassen.

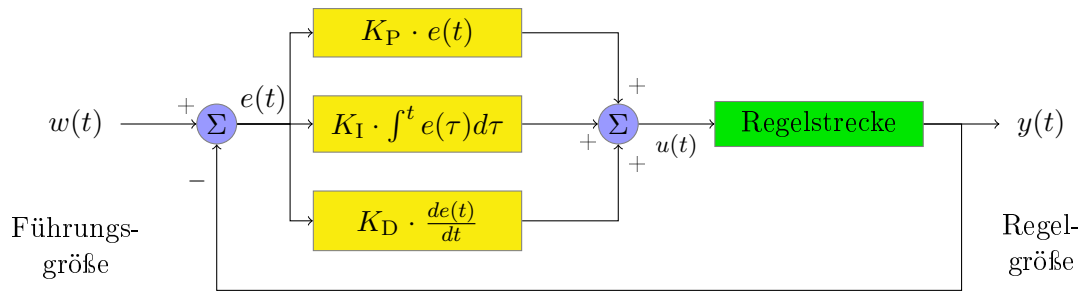


Abbildung 3.14: Blockschaltbild des Regelkreises zur Temperaturregelung in der thermischen Simulation

labweichung über einen längeren Zeitraum, wird der Einfluss des Integralglieds verstärkt („rückblickende“ Korrektur).

- Das Differentialglied verbessert das Zeitverhalten durch eine hochfrequente Kompensation mittels zeitlicher Ableitung der Regelgröße. Steigt die Geschwindigkeit der Regelabweichung, wird die Wirkung des Differentialglieds erhöht („vorausschauender“ Eingriff).

Die Wirkung der einzelnen Glieder wird addiert. Für ein optimales Regelverhalten, müssen die Koeffizienten K_P , K_I und K_D für jede Regelstrecke individuell angepasst werden. Abbildung 3.14 illustriert schematisch den Aufbau des PID-Regelkreises.

Im hier behandelten System ist die Regelgröße $y(t)$ des Regelkreises die Temperatur $T_1(t)$ in der Probenmitte. Alternativ könnte auch die Oberflächentemperatur gewählt werden, die im realen Experiment als Regelgröße leichter zur Verfügung stünde. Als Führungsgröße $w(t)$ wird das vorgegebene Heizprofil eingesetzt. Die Differenz aus $w(t)$ und $y(t)$ führt zur Regelabweichung $e(t)$, die einen Eingriff des Reglers erforderlich macht. Als Regelgröße $u(t)$ greift der Regler auf die Mikrowellenleistung $P_{MW}(t)$ zurück, um die Temperatur der Probe $T_1(t)$ dem Sollwert $T_{Soll}(t)$, der durch das vorgegebene Heizprofil definiert wird, anzunähern, so dass $e(t) = [T_1(t) - T_{Soll}(t)] \rightarrow 0$. Die abgegebene Leistung unterliegt dabei der Bedingung $P_{MW} > 0$. Mathematisch erfolgt die Einbindung des PID-Reglers in das Modell in differentieller Schreibweise wie folgt

$$P_{MW}(t) = K_P \cdot e(t) + K_I \cdot \int_0^t e(\tau) d\tau + K_D \frac{d}{dt} e(t) \quad (3.30)$$

Die Bestimmung der Reglerparameter K_P , K_I und K_D orientiert sich an der heuristischen Methode von ZIEGLER und NICHOLS [349], indem eine Sprungantwort der Regelstrecke ohne Reglereingriff berechnet und die Zeitkonstanten nach dem Wendetangentenverfahren ausgewertet werden. Dabei wird die Regelstrecke als ein Übertragungsglied erster Ordnung mit Totzeit betrachtet. Der Regelstrecke wird zum Zeitpunkt t_0 ein Sprung der Regelgröße u aufgeprägt. Aus der Sprungantwort der Regelstrecke wird anschließend die statische Verstärkung K_S , die Zeitkonstante T_g sowie die Totzeit T_t abgeleitet [350]. Abbildung 3.15 veranschaulicht das Verfahren.

Die Reglerparameter werden gemäß den heuristischen Regeln von ZIEGLER und NICHOLS [349] gemäß Gleichung 3.31 aus den ermittelten Kennwerten K_S , T_g und T_t der Sprungantwort ermittelt und bei Bedarf manuell angepasst. Anhaltspunkte für die manuelle Anpassung der Reglerparameter gibt Tabelle 3.7.

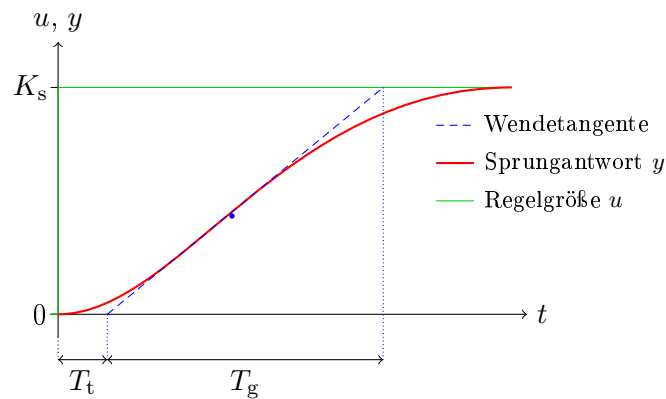


Abbildung 3.15: Bestimmung der Zeitkonstanten T_g und Totzeit T_t nach dem Wendetangentenverfahren.

Tabelle 3.7: Einfluss der Reglerparameter auf das PID-Regelverhalten nach [348].

Parameter	Anstiegszeit	Überschwingen	Einschwingzeit	bleibende Regelabweichung	Stabilität
K_P hoch	nimmt ab	steigt an	steigt leicht an	nimmt ab	nimmt ab
K_I hoch	nimmt leicht ab	steigt an	steigt an	nimmt ab	nimmt ab
K_D hoch	nimmt leicht ab	nimmt ab	nimmt ab	kaum Einfluss	steigt an

$$\begin{aligned}
 K_P &= \frac{1.2 T_g}{K_s \cdot T_t} \\
 K_D = \frac{K_P}{T_N} &= \frac{0.5 K_P}{T_t} \\
 K_I &= K_P \cdot T_V = 0.5 K_P \cdot T_t
 \end{aligned} \tag{3.31}$$

Die beschriebene Reglerauslegung basiert auf empirischen Regeln, die je nach Systemverhalten zum gewünschten stabilen oder auch zu einem instabilen Regelverhalten führen kann. Der Stabilitätsrand kann z.B. durch Erhöhen des P-Glieds bis zum Erreichen einer Dauerschwingung erreicht werden. Aus der kritischen Regelverstärkung $K_{R,krit}$ und der Periodendauer T_{krit} kann eine Reglerparameterauslegung erfolgen. Die Stabilität eines Reglers kann außerdem mit dem Nyquist-Kriterium untersucht werden [351]. Alternative Auslegungsregeln für die Reglerparameter bieten je nach Anwendungsfall Vorteile wie höhere Stabilität, geringeres Überschwingen oder kürzere Ausregelzeit und sind z.B. in [352, 353, 354, 355] beschrieben.

Durch Einhaltung einer konstanten Aufheizrate und Erreichen einer einheitlichen Zieltemperatur bei allen Simulationen wird die Vergleichbarkeit der oben vorgestellten Simulationsfälle hinsichtlich ihres thermischen Profils und des Leistungsbedarfs gewährleistet. Sie ist ein wichtiges Charakteristikum bei der hier vorgestellten Kopplung von elektromagnetischer und thermischer Simulation.

3.7. Materialeigenschaften

Nach der Vorstellung des methodischen Vorgehens in dieser Arbeit werden in den folgenden Abschnitten die Materialeigenschaften der verwendeten Materialien, die für die Simulation relevant

sind, beschrieben. Dazu gehören Permittivität, thermophysikalische Eigenschaften wie Wärmeleitfähigkeit, Wärmeausdehnung, Wärmekapazität und Emissivität sowie mechanische Eigenschaften wie Elastizitätsmodul, Biegefestigkeit und die Porosität bzw. Materialdichte als Kennzeichen für den Verdichtungsprozess während des Sinterns. Nachfolgend werden alle Materialien grundsätzlich als isotrop, linear und homogen betrachtet. Die Stoffeigenschaften können daher auf Funktionen der Temperatur und der Dichte bzw. Porosität sowie der Frequenz reduziert werden.

3.7.1. Temperaturabhängige Stoffeigenschaften

Permittivität Die nachfolgenden dielektrischen Eigenschaften und ihre Temperaturabhängigkeit der in den Modellen eingesetzten Materialien beziehen sich, soweit nicht anders angegeben, auf die Mikrowellenfrequenz $f = 2.45$ GHz.

SiC und ZrO₂ In einer Vergleichsstudie von BATT et al. [264] wurde die temperaturabhängige Permittivität der keramischen Werkstoffe SiC, tetragonales ZrO₂ und α -Al₂O₃ untersucht. Die Autoren haben Proben der genannten Materialien an verschiedenen Instituten vermessen lassen und anschließend die Ergebnisse verglichen. Dabei zeichnen sich teils große Abweichungen zwischen den Messungen ab, insbesondere bei hohen dielektrischen Verlusten und Temperaturen über 1000 °C. Dies zeigt die Schwierigkeit, exakte Messwerte zur Temperaturabhängigkeit der Permittivität zu erhalten. Da den Messungen kein Referenzwert gegenüber steht, wird nachfolgend der Mittelwert aus den Messreihen gebildet. Die Messdaten wurden grafisch aus den Diagrammen mittels der Software JMICROVISION in Version 1.2.7 [356] und G3DATA in Vers. 1.5.4 [357] extrahiert.

In der genannten Studie von BATT et al. [264] wurde ein n-Typ SiC mit hoher Permittivität untersucht. In Abb. 3.16a sind die Mittelwerte und die Standardabweichungen für ϵ'_r und ϵ''_r aus den vier Messungen aufgetragen. Das verwendete SiC weist eine sehr hohe Permittivität auf. Der Imaginärteil der Permittivität steigt bis 1500 °C um etwa das Fünffache an. Beim Vergleich der Messungen fallen auch die hohen Abweichungen bei ϵ'_r und ϵ''_r auf. Die Autoren stellen bei Materialien mit hohen dielektrischen Verlustwinkeln $\tan \delta$ generell größere Fehler im Vergleich zu solchen mit geringen Verlustwinkeln fest. Aufgrund der Halbleitereigenschaft von SiC variiert die Permittivität in Abhängigkeit von Reinheit, Dotierung, Korngröße und Herstellungsprozess. In der Literatur variieren die Werte für SiC daher von Quelle zu Quelle, z.B. $\epsilon'_r \simeq 20$ und $\epsilon''_r \simeq 17$ in [358], $\epsilon'_r \simeq 60$ und $\epsilon''_r \simeq 35$ in [279] oder $\epsilon'_r = 90$ und $\epsilon''_r = 80$ in [74]. Die Werte gelten jeweils für Raumtemperatur und 2.45 GHz. Eine Validierung der Daten in [264] mit anderen Quellen ist schwierig, da nicht davon ausgegangen werden kann, dass dieselbe SiC-Qualität betrachtet wird. Die Frequenzabhängigkeit der Permittivität von technischem, polykristallinen α -SiC weist nach [358] Debye-Verhalten auf. In [16] wird dagegen Lorentz-Verhalten für α -SiC beschrieben (vgl. S. 143). In der vorliegenden Arbeit wird das Temperaturverhalten von ϵ'_r und ϵ''_r in Abb. 3.16a mit einem Potenzansatz der Form $a \cdot x^b + c$ gefittet. Eine tabellarische Übersicht über die Permittivität sowie der weiteren verwendeten Materialien ist in Anhang C zu finden.

Abb. 3.16b zeigt die Permittivität von tetragonal stabilisiertem ZrO₂ bei 2.45 GHz von Raumtemperatur bis 1200 °C, die aus derselben Quelle [264] stammt wie für das oben beschriebene SiC. Wiederum wird aus Einzelmessungen das arithmetische Mittel gebildet und der Verlauf bis 1500 °C extrapoliert. Der Verlauf zeigt einen exponentiellen Anstieg sowohl des Real- wie des Imaginärteils der Permittivität mit der Temperatur. Der Imaginärteil vergrößert sich von Raumtemperatur bis 1200 °C über fünf Größenordnungen hinweg, d.h. ZrO₂ wandelt sich mit zunehmender Temperatur von einem schwachen zu einem guten Mikrowellenabsorber [74]. Eine umfangreiche Untersuchung zur Permittivität von stabilisiertem ZrO₂ und verschiedener Einflüsse wie der Yttria-Konzentration, Korngröße, Porosität, Perkolation oder Temperatur auf die

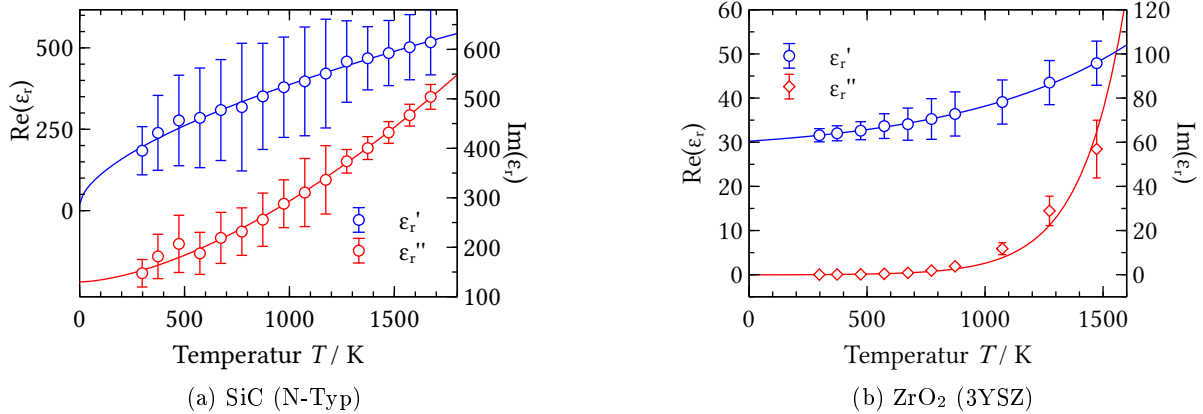


Abbildung 3.16: Temperaturverlauf der Permittivität von SiC und tetragonal stabilisiertem ZrO_2 bei 2.45 GHz nach [264] durch Bildung des arithmetischen Mittels aus vier unabhängigen Messkurven.

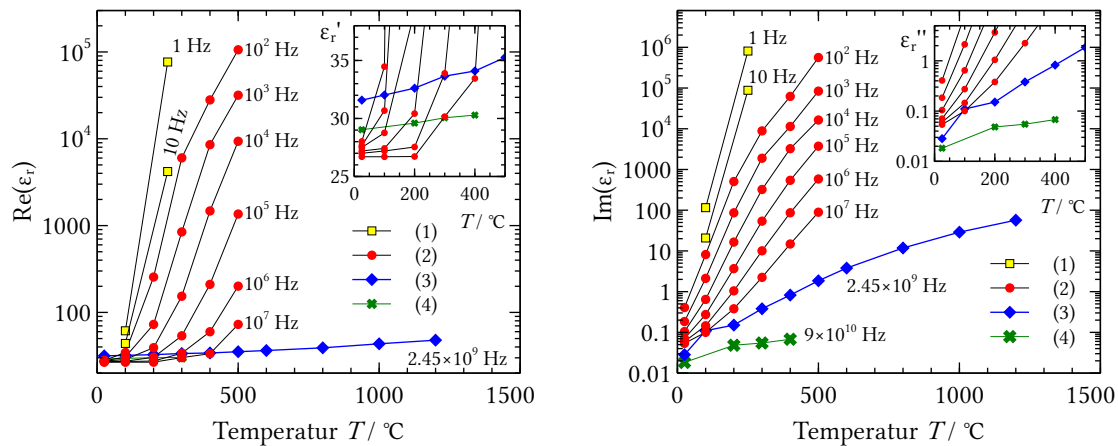


Abbildung 3.17: Einfluss von Temperatur- und Frequenz auf die Permittivität von Ytria-stabilisiertem ZrO_2 . Diagramm erstellt mit Hilfe folgender Quellen: (1) 8Y- ZrO_2 [359], (2) 8Y- ZrO_2 [279, S. 119], (3) 3Y- ZrO_2 [264] und (4) 8Y- ZrO_2 [360].

elektrische Leitfähigkeit bzw. Permittivität von mono- und polykristallinen ZrO_2 -Morphologien bis 10^7 Hz mittels Impedanzspektroskopie wird in [359] beschrieben, wonach der Realteil der Permittivität von tetragonal (3Y- ZrO_2) im Vergleich zu kubisch stabilisiertem 8Y- ZrO_2 bei hohen Frequenzen etwa 10% größer ist. In Anbetracht von teils mehr als 10% Abweichungen zwischen den Messungen an tetragonal stabilisiertem ZrO_2 in [264] wird der Unterschied in der Permittivität von tetragonal und kubisch-stabilisiertem ZrO_2 in der folgenden Betrachtung vernachlässigt und die aus [264] ermittelte Permittivitäts-Temperaturkurve von 3Y- ZrO_2 aufgrund der passenden Messfrequenz von 2.45 GHz und des weiten Temperaturbereichs bis 1200 °C stellvertretend für 8Y- ZrO_2 verwendet. Eine grafische Einordnung der gewählten Werte in Frequenz und Temperatur liefert Abbildung 3.17 (blaue Linie, Rautensymbol).

Zur mathematischen Beschreibung des Dispersionsverhaltens von ZrO_2 ist das Debye-Modell nicht uneingeschränkt anwendbar; das Frequenzverhalten lässt sich nach [361] und [359, S. 306ff.] z.B. mit dem universellen Relaxationsgesetz nach Jonscher (vgl. Seite 147) wiedergeben. Die mathematische Erfassung des Temperatureinflusses auf die Permittivität von ZrO_2 ist weder über Arrhenius- noch Eyring-Ansatz möglich [359, S. 307]. In der vorliegenden Arbeit wird eine

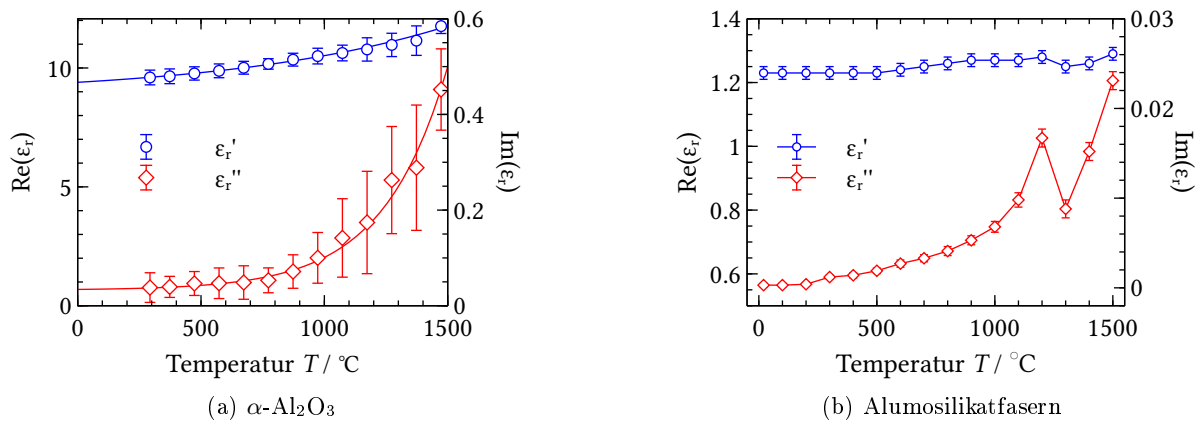


Abbildung 3.18: Temperaturabhängige Permittivität von Al_2O_3 gemittelt aus vier unabhängigen Messungen nach [264] und Alumosilikat-Fasermaterial KVS400 nach [365].

Exponentialfunktion der Form $a \cdot b^{x+c}$ zum Anfitzen der temperaturabhängigen Permittivität verwendet.

Al_2O_3 und Alumosilikat Einen qualitativ ähnlichen Temperaturverlauf wie ZrO_2 weist auch $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (Reinheit 96%) in Abb. 3.18a auf. Sowohl Real- als auch Imaginärteil der Permittivität steigen exponentiell mit der Temperatur an (s. Abbildung 3.18). Von Raumtemperatur bis 1200 °C steigt der Imaginärteil um etwa das Zehnfache auf $\epsilon_r''_{r,\text{Al}_2\text{O}_3} = 0.5$ an. Ein qualitativ ähnlicher Verlauf ist in [279, S. 5] für 8.5 GHz dokumentiert, wobei $\epsilon_r''(8.5 \text{ GHz})$ etwas unter den Werten bei 2.45 GHz liegt. Die dielektrische Konstante von Al_2O_3 variiert nur wenig mit der Frequenz und die Dispersion kann durch das universelle Relaxationsgesetz nach Jonscher beschrieben werden [362]. Die statische Konstante ϵ_s beträgt für polykristallines Al_2O_3 etwa 11.5 [363]; ϵ_r' verläuft vom MHz- bis in den THz-Bereich relativ konstant bei $\epsilon_r' \simeq 9.2$ bei Raumtemperatur und bricht erst im Infrarotbereich bei etwa 10 THz in drei eng beieinander liegende Resonanzen auf [364]. Im Vergleich zu ZrO_2 ist Al_2O_3 durch geringere dielektrische Verluste gekennzeichnet.

Als weiteres oxidisches Material wird im Modell eine Faserisolierung aus Alumosilikatfasern eingesetzt. Temperaturabhängige Messwerte für die Permittivität des Materials KVS400 (Rath GmbH) stammen aus [365] und sind in Abb. 3.18b abgebildet. Die dielektrischen Verluste bewegen sich auf insgesamt niedrigem Niveau und zeigen einen leichten Anstieg zu höheren Temperaturen hin. Vergleichbare Permittivitätswerte für Alumosilikatfaserisolierung finden sich in [366, S. 102].

Wasser Die frequenzabhängige Permittivität von Wasser ist vergleichsweise gut untersucht [367, 248, 249] und bietet sich daher als Referenz an. In [251] wird die Permittivität von Wasser mit einem Mehrfach-Debye-Modell auf Basis einer umfangreichen Datensammlung aus Literaturquellen gefittet und eine Interpolationsfunktion für den Frequenzbereich 0-25 THz sowie den Temperaturbereich 0-100 °C bei Normaldruck ermittelt. Identifiziert wurden drei Relaxationsfrequenzen im Mikrowellenbereich (GHz) sowie zwei Resonanzfrequenzen im Fern-Infrarotbereich (THz). Basierend auf der in [251] erstellten Interpolationsfunktion wurde die Permittivität von Wasser bei den drei ISM-Frequenzen 915 MHz, 2.45 GHz und 5.8 GHz exemplarisch berechnet. Der Verlauf als Funktion der Temperatur von 0 bis 100 °C ist in Abbildung 3.19 dargestellt.

Im Gegensatz zu den oben vorgestellten keramischen Materialien sinkt die Permittivität von Wasser mit steigender Temperatur bei 915 MHz und 2.45 GHz. Bei 5.8 GHz durchläuft ϵ_r' ein Maximum bei 20-25 °C und fällt dann ebenfalls zu höheren Temperaturen hin ab. Mit steigender

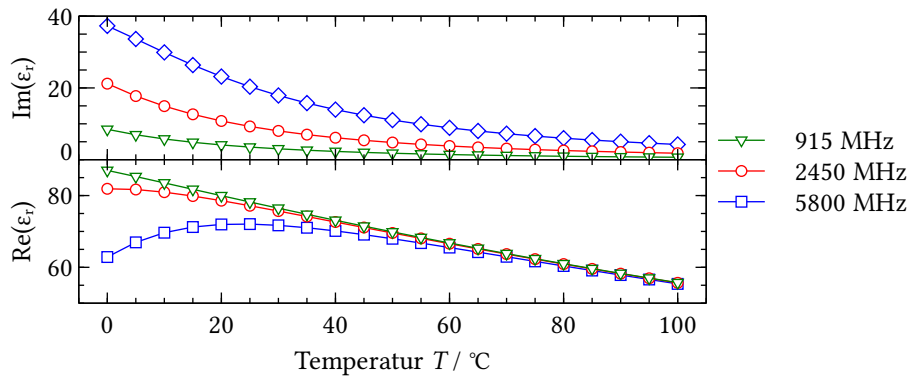


Abbildung 3.19: Permittivität von Wasser bei den ISM-Frequenzen 915 MHz, 2.45 und 5.8 GHz.

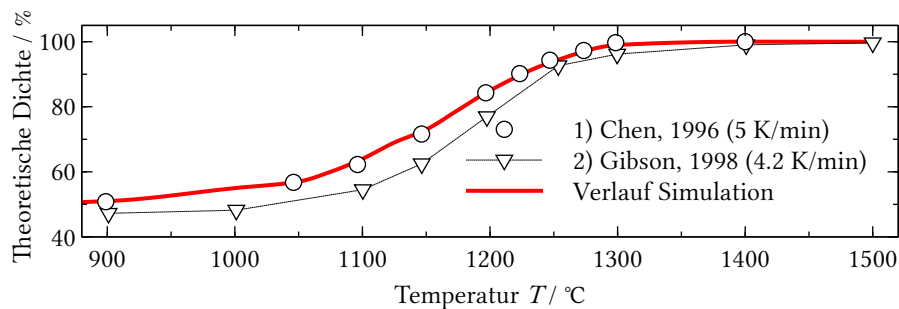


Abbildung 3.20: Zunahme der theoretischen Dichte als Funktion der Temperatur während der Sinterung von 8YSZ. Quellen: 1) [378] und 2) [379]. Rote Linie: gewählter Verlauf für die Simulation.

Mikrowellenfrequenz steigt der Imaginärteil, während der Realteil der Permittivität mit zunehmender Frequenz abnimmt. Bei Temperaturen oberhalb von 50 °C nähern sich die Kurvenverläufe für die drei Frequenzen an.

Thermophysikalische Eigenschaften Temperaturabhängige Werte für die Wärmeleitfähigkeit k und die Wärmekapazität c_p der in den Simulationen verwendeten Materialien SiC, ZrO₂ und KVS400 finden sich im Anhang. Die Werte für ZrO₂ stammen aus [368] und [369], die Werte für SiC wurden aus [370] und [371] entnommen. Zwischenwerte werden interpoliert.

Für die Berechnung der Wärmeübertragung durch Strahlung wird außerdem der hemisphärische Emissionsgrad ϵ benötigt. Gemäß [318, S. 747] und [372] liegt der Wert für SiC bei $\epsilon = 0.8$ bis 0.9 und unterliegt nur einem geringen Temperatureinfluss, weshalb vereinfachend ein konstanter Emissionsgrad $\epsilon = 0.85$ angenommen wird. Für ZrO₂ sind divergierende Daten für den Temperaturbereich bis 1500 °C veröffentlicht. Die Werte streuen uneinheitlich zwischen $\epsilon = 0.4$ und 0.8 [373, 374, 375, 376]. Für die vorliegende Arbeit wird der Empfehlung in [377] folgend ein über den Temperaturbereich konstanter, mittlerer hemisphärischer Emissionswert von $\epsilon = 0.6$ angenommen.

Sinterschrumpfung und Wärmeausdehnung Ausgehend von einem vorverdichteten Grünzustand mit 50% theoretischer Dichte wird im zu berechnenden Fall die ZrO₂-Probe während der Sinterung schrumpfen. Typische Sinterverläufe für die theoretische Dichte als Funktion der Temperatur finden sich für ZrO₂ (8YSZ) z.B. in [378] und [379] und sind in Abbildung 3.20 grafisch dargestellt. Für die Simulation wird der Verlauf aus [378] aufgrund der Heizrate gewählt.

Die Dichte ρ des vollständig verdichteten ZrO₂ (8YSZ) beträgt bei Normalbedingungen 5.7

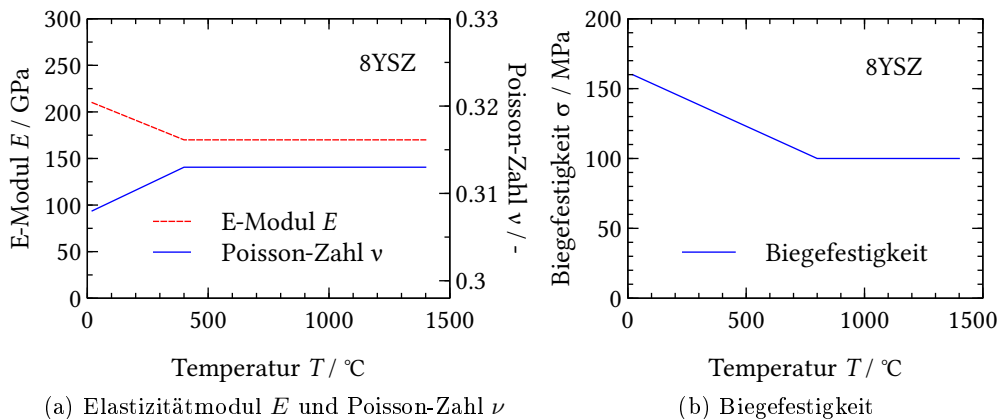


Abbildung 3.21: Vereinfachter Verlauf von E-Modul, Poisson-Zahl und Biegefestigkeit von gepressten YSZ-Proben als Funktion der Temperatur nach [382] und [383].

g/cm^3 , die von SiC beträgt 2.85 g/cm^3 . Die Faserisolierung KVS 400 besitzt eine Dichte von 0.128 g/cm^3 . Der Wärmeausdehnungskoeffizient α_{WAK} beträgt für ZrO_2 $11 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ sowie für SiC $4 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Aufgrund der vergleichsweise geringen Wärmeausdehnung und der damit verbundenen geringen Größenänderung der SiC- und ZrO_2 -Objekte wird in den Simulationen die thermische Volumenzunahme der Materialien vernachlässigt.

Mechanische Eigenschaften Um die Wärmespannung in den keramischen Objekten abzuschätzen, kann der Thermoschockparameter R_s (in K) nach HASSELMANN [380] verwendet werden. Er beschreibt das Verhältnis der Energie für Rissinitiierung und -ausbreitung und kann mit der maximalen tolerierbaren Temperatur ΔT_{krit} im Bauteil gleichgesetzt werden. Keramiken können Druckspannungen gut aufnehmen, sind aber empfindlich bei Zugspannungen. Deshalb wird als Maximalbelastung die Zugspannung an der Oberfläche für einen Vollzylinder mit der Durchschnittstemperatur T_a und der Oberflächentemperatur T_s an der Stirnfläche nach [381, S. 819] berechnet und in Relation zum Thermoschockparameter R_s gesetzt:

$$R_s = \Delta T_{\text{krit}} = T_a - T_s = \sigma_{\text{krit}} \cdot \frac{1 - \nu}{E \cdot \alpha_{\text{WAK}}}. \quad (3.32)$$

In Gleichung 3.32 geht der lineare thermische Ausdehnungskoeffizient α_{WAK} ebenso ein wie die kritische Biegefestigkeit σ_{krit} , der Elastizitätsmodul E sowie die Poisson- oder Querkontraktionszahl ν . Letztere sind Funktionen der Temperatur T als auch der Porosität φ . Für die Temperaturabhängigkeit der genannten Größen finden sich für stabilisiertes ZrO_2 Messwerte in [382] und [383], aus denen vereinfachte Temperaturverläufe abgeleitet und in dieser Arbeit angewendet werden (s. Abbildung 3.21). Der Einfluss der Porosität auf die mechanischen Eigenschaften von ZrO_2 wird im nachfolgenden Abschnitt 3.7.2 diskutiert.

Der Thermoschockparameter R_s beschreibt die maximale Temperaturdifferenz, die ein Objekt rissfrei aufnehmen kann. Für die Rissfreiheit des Objekts gilt somit die Forderung

$$\Delta T_{\text{max}} < R_s \quad (3.33)$$

Unberücksichtigt bleibt in Gleichung 3.32 der Einfluss der Wärmeleitfähigkeit des Materials. Materialien mit einer großen Wärmeleitfähigkeit sind weniger anfällig für Thermoschock. Entsprechende Erweiterungen des Thermoschockparameters werden z.B. in [384] beschrieben. In der vorliegenden Arbeit wird für eine erste Einschätzung der thermischen Spannungen der vereinfachte Parameter R_s gemäß Gleichung 3.32 angewendet.

3.7.2. Porositätsabhängige Eigenschaften

Nachfolgend werden die Stoffwerte behandelt, die neben dem Einfluss durch den Temperaturanstieg auch dem Einfluss durch die Porositätsabnahme während der Sinterung unterliegen. Ausgenommen vom Porositätseinfluss ist die massenbezogene Wärmekapazität c_p der Materialien. An ihrer statt verändert sich die volumenbezogene Wärmespeicherung infolge der Dichtezunahme der Probe.

Wärmeleitfähigkeit Die Wärmeleitfähigkeit eines porösen Mediums kann nach MAXWELL [10] über eine Mischungsregel aus den Anteilen der kontinuierlichen und dispersen Phase wie folgt berechnet werden,

$$\frac{k_{\text{mix}}}{k_p} = \frac{[1 + 2\delta - 2\varphi(\delta - 1)]}{[1 + 2\delta + \varphi(\delta - 1)]} \quad (3.34)$$

wobei φ dem Volumenanteil der Einschlüsse entspricht (hier Luft; φ ist somit gleichzusetzen mit der Porosität); k_p entspricht der Phononenleitfähigkeit der kontinuierlichen Phase und δ dem Verhältnis der Wärmeleitfähigkeit des kontinuierlichen Mediums zu der des eingeschlossenen, dispersen Mediums: $\delta = \frac{k_{\text{kont}}}{k_{\text{disp}}}$. Für den Fall $\delta \rightarrow \infty$ vereinfacht sich Gleichung 3.34 zu

$$\frac{k_{\text{porös}}}{k_{\text{dicht}}} = 1 - \frac{3}{2}\varphi \quad (3.35)$$

Für den zu betrachtenden Fall einer Sinterung von poröser ZrO_2 -Keramik kann diese Annahme geltend gemacht werden, da die Wärmeleitfähigkeit der eingeschlossenen Luft z.B. bei $T = 1000^\circ\text{C}$ etwa $k = 0.08 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ beträgt und somit etwa 25mal kleiner ist als die von ZrO_2 ($k = 2 \text{ W/m}\cdot\text{K}$) [368].

Mechanische Eigenschaften Der Einfluss der Porosität auf die mechanischen Eigenschaften keramischer Materialien ist Gegenstand zahlreicher Veröffentlichungen, u.a. [385, 386, 387, 388, 389, 390], in denen nicht-lineare, empirische und mechanische Modelle beschrieben werden, die den Einfluss der Porosität abbilden sollen. In diesen Modellen werden vorwiegend die relativen, mechanischen Kenngrößen die $E_{\text{rel}} = \frac{E}{E_0}$, $G_{\text{rel}} = \frac{G}{G_0}$ oder $\nu_{\text{rel}} = \frac{\nu}{\nu_0}$ als Funktion der Porosität φ beschrieben. PABST et al. [391] vergleichen diese Ansätze und kommen zu dem Schluss, dass sich der Einfluss der Porosität auf den Elastizitätsmodul E physikalisch sinnvoll durch folgenden nicht-linearen Ansatz beschreiben lässt,

$$E_{\text{rel}} = (1 - \varphi)\left(1 - \frac{\varphi}{\varphi_{\text{krit}}}\right) \quad (3.36)$$

worin E_0 der Elastizitätsmodul des dichten Mediums als Funktion der Temperatur und φ_{krit} die kritische Porosität des Materials ist. Die kritische Porosität ist bestimmt durch den Verlust der Integrität eines porösen Körpers und durch das Abfallen des Elastizitätsmoduls auf Null. Aus experimentellen Daten haben PABST et al. [391] für verschiedene keramische Materialien, darunter auch ZrO_2 , eine kritische Porosität $\varphi_{\text{krit}} = 0.684$ ermittelt und die Gültigkeit des Ansatzes für Materialien mit einem intrinsischen E-Modul $[E] = 2$ und einer Poisson-Zahl im Bereich $\nu = 0.2 \dots 0.33$ nachgewiesen. Die Poisson-Zahl ν ist ebenfalls abhängig von der Porosität φ . Hier wird eine lineare, sogenannte Dewey–Mackenzie-Relation [392, 391] gemäß der Gleichung

$$\nu_{\text{rel}} = 1 + \frac{3(1 - \nu_0^2)(1 - 5\nu_0)}{2\nu_0(7 - 5\nu_0)} \cdot \varphi \quad (3.37)$$

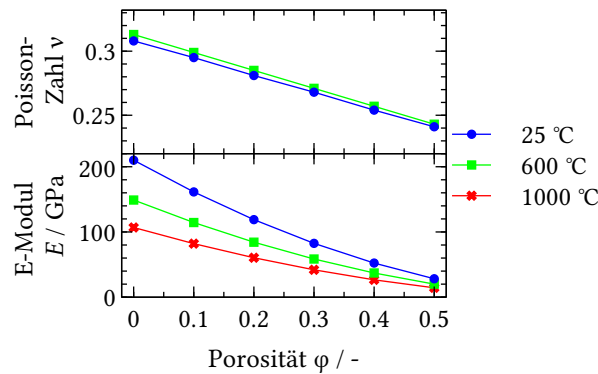


Abbildung 3.22: Einfluss der Porosität auf die mechanischen Kennwerte von ZrO_2 .

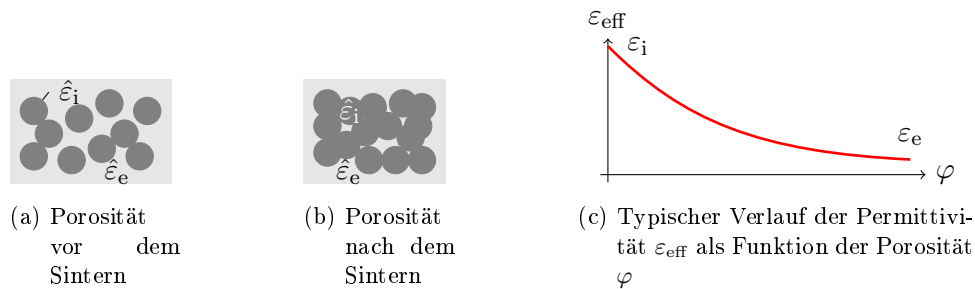


Abbildung 3.23: Abhängigkeit der effektiven Permittivität von der Porosität

angewendet, mit ν_0 als Poisson-Zahl der vollständig dichten Keramik. Abbildung 3.22 illustriert die nach Gleichung 3.36 und Gleichung 3.37 berechneten Verläufe von Elastizitätsmodul und Poisson-Zahl als Funktion der Porosität.

Die Biegefestigkeit von porösem ZrO_2 wird aus Literaturdaten abgeleitet. ADAMS et al. [383] haben die Biegefestigkeit von gepressten YSZ-Proben mit Porosität im Bereich $\varphi = 0.01 \dots 0.08$ mittels 4-Punkt-Biegeversuch bestimmt. Um den Einfluss der Porosität in die Berechnung der Thermospannungen einfließen zu lassen, wurden für $T < 800 \text{ °C}$ Biegefestigkeitswerte für poröses ZrO_2 und für $T > 800 \text{ °C}$ Werte für dichtes ZrO_2 , wie in Abb. 3.21b dargestellt, ausgewählt. Mit den gewonnenen mechanischen Kennwerten von ZrO_2 kann eine grundsätzliche Abschätzung zu den Thermoschockbedingungen bei der Mikrowellenerwärmung getroffen werden.

3.7.3. Effektive Permittivität

Die Porosität φ hat ebenfalls Einfluss auf die effektive Permittivität ϵ_{eff} eines Mediums. Ein poröser, keramischer Werkstoff kann vereinfacht als zwei Komponentensystem bestehend aus Feststoff als erste und umgebender Atmosphäre als zweite Komponente betrachtet werden. Bei einer Porosität $\varphi \rightarrow 1$ nähert sich ϵ_{eff} der Permittivität ϵ_e des umgebenden Mediums, mit steigender Verdichtung $\varphi \rightarrow 0$ nähert sich ϵ_{eff} der des dichten Mediums ϵ_i an. Ursache für die Verdichtung keramischer Pulver ist, dass die Pulverpartikel durch Stofftransportvorgänge an den Korngrenzen Materialbrücken ausbilden, freie Oberfläche abbauen und somit den Volumenanteil des keramischen Mediums entsprechend erhöhen (s. Abbildung 3.23). Da die Gesamtmasse des Sinterobjekts erhalten bleibt, muss folglich die Dichte zunehmen. Die sinkende Porosität beeinflusst auch das Eindringverhalten der elektromagnetischen Welle. Die effektive Medien-Theorie versucht das makroskopische Verhalten von Composite-Werkstoffen als Funktion der Zusammensetzung in Form von Mischungsregeln zu beschreiben.

Für die mathematische Beschreibung der Permittivität von dispersen Medien werden volumenbezogene Mischungsregeln eingesetzt, wobei die kontinuierliche Phase das umgebende Medium, z.B. Luft, und die disperse Phase den homogen verteilten, kugelförmigen Feststoff, z.B. die Keramikpartikel, darstellt. Gebräuchliche, nichtlineare Mischungsregeln sind die Maxwell-Garnett-Regel, dargestellt in Gleichung 3.38 [393], die Bruggeman-Gleichung [394] (auch als Polder-van-Santen-Gleichung bezeichnet) in Gleichung 3.39 oder die als Coherent-Potential-Approximation bezeichnete Gleichung in Gleichung 3.40 [395, S. 475]:

$$\frac{\hat{\epsilon}_{\text{eff}} - \hat{\epsilon}_e}{\hat{\epsilon}_{\text{eff}} + 2\hat{\epsilon}_e} = \phi \frac{\hat{\epsilon}_i - \hat{\epsilon}_e}{\hat{\epsilon}_i + 2\hat{\epsilon}_e} \quad \text{Maxwell-Garnett} \quad (3.38)$$

$$(1 - \phi) \frac{\hat{\epsilon}_e - \hat{\epsilon}_{\text{eff}}}{\hat{\epsilon}_e + \hat{\epsilon}_{\text{eff}}} + \phi \frac{\hat{\epsilon}_i - \hat{\epsilon}_{\text{eff}}}{\hat{\epsilon}_i + \hat{\epsilon}_{\text{eff}}} = 0 \quad \text{Bruggeman} \quad (3.39)$$

$$\hat{\epsilon}_{\text{eff}} = \epsilon_e + \varphi(\hat{\epsilon}_i - \hat{\epsilon}_e) \frac{3\hat{\epsilon}_{\text{eff}}}{3\hat{\epsilon}_{\text{eff}} + (1 - \varphi)(\hat{\epsilon}_i - \hat{\epsilon}_e)} \quad \text{Coherent-Potential} \quad (3.40)$$

In den beschriebenen Gleichungen steht ϕ für den Volumenanteil der dispersen Phase am Gesamtvolumen. Für die Porosität gilt $\varphi = 1 - \phi$. Die obigen Mischungsregeln gelten jeweils für zweiphasige Systeme mit kugelförmigen, konstant großen Partikeln. Berechnungsansätze für Ellipsoide und weitere Geometrien sowie inhomogene Verteilungen werden in [396, 397, 398] diskutiert. In [399] wird darüberhinaus das Maßschneiden dielektrischer Eigenschaften durch gezielt eingestellte Porositätsstrukturen behandelt. In der vorliegenden Arbeit wird die verallgemeinerte Mischungsregel nach SIHVOLA [400] angewandt, die die oben aufgeführten Mischungsregeln vereint und an realen Modellsystemen validiert wurde [401]:

$$\frac{\hat{\epsilon}_{\text{eff}} - \hat{\epsilon}_e}{\hat{\epsilon}_{\text{eff}} + \hat{\epsilon}_e + v(\hat{\epsilon}_{\text{eff}} - \hat{\epsilon}_e)} = \phi \frac{\hat{\epsilon}_i - \hat{\epsilon}_e}{\hat{\epsilon}_i + \hat{\epsilon}_e + v(\hat{\epsilon}_{\text{eff}} - \hat{\epsilon}_e)}. \quad (3.41)$$

In Gleichung 3.41 wird der dimensionslose Parameter v eingeführt. Durch entsprechende Wahl von v können die oben genannten Mischungsregeln aus der verallgemeinerten Mischungsregel nach [400] abgeleitet bzw. angenähert werden. Für $v = 1$ ergibt sich aus Gleichung 3.41 die Bruggeman-Gleichung (Gleichung 3.38). Für $v = 0$ nähert sich das Ergebnis dem der Maxwell-Garnett Gleichung an (Gleichung 3.39) sowie für $v = 2$ dem der Coherent-Potential Theorie (Gleichung 3.40) [401]. Der Parameter v erlaubt, die Mischungsregel in einem weiten Gebiet an das tatsächliche Materialverhalten anzupassen. Zur Bestimmung des nicht direkt messbaren Parameters v sind experimentelle Daten zur Bestimmung notwendig, entweder durch Messung der Permittivität ϵ der porösen und dichten Materialien oder durch Mikrowellen-Aufheizversuche, wie nachfolgend erläutert wird. Zur Berechnung der effektiven Permittivität wird die Gleichung 3.41 nach ϵ_{eff} umgeformt, so dass sich folgende quadratische Gleichung ergibt:

$$\begin{aligned} \hat{\epsilon}_{\text{eff}}^2 + \frac{1}{v}\hat{\epsilon}_{\text{eff}}(C_1\hat{\epsilon}_e + C_2\hat{\epsilon}_i) + \frac{1}{v}(C_3\hat{\epsilon}_e\hat{\epsilon}_i + C_4\hat{\epsilon}_e^2) &= 0 \quad \text{mit} \quad (3.42) \\ C_1 &= 1 - 2v + \phi(1 + v) \\ C_2 &= 1 - \phi(1 + v) \\ C_3 &= -1 - \phi(1 - v) \\ C_4 &= v - 1 + \phi(1 - v) \end{aligned}$$

Die Lösung der quadratischen Gleichung lautet:

$$\hat{\epsilon}_{\text{eff},2} = -\frac{C_1\hat{\epsilon}_e + C_2\hat{\epsilon}_i}{2\nu} \pm \sqrt{\left(\frac{C_1\hat{\epsilon}_e + C_2\hat{\epsilon}_i}{2\nu}\right)^2 - \frac{C_3\hat{\epsilon}_e\hat{\epsilon}_i + C_4\hat{\epsilon}_e^2}{\nu}}. \quad (3.43)$$

Da dielektrische Materialien in der Regel Permittivitäten $\epsilon > 0$ haben, ist somit die Lösung 1 in Gleichung 3.43 gültig.

Vorstellung einer Methode zur Bestimmung von ν aus Mikrowellenaufheizversuchen Um den Parameter ν experimentell zu bestimmen, wird ein Näherungsverfahren gewählt, um ν an reale Daten zu fitten. Dies kann wie in [401] beschrieben über Permittivitätsmessungen an Kompositmaterialien mit variabler Zusammensetzung erfolgen. In der vorliegenden Arbeit wird ein Verfahren vorgeschlagen, das diese Anpassung durch vergleichende Mikrowellen-Aufheizversuche an porösen und vollständig dichten Materialien ermöglicht. Die bei der Mikrowellenerwärmung einer Probe absorbierte Leistung pro Volumen $P_{V,\text{abs}}$ steht in Relation zu der in einem bestimmten Zeitintervall Δt erzielten Temperaturerhöhung ΔT . Können Wärmeverluste durch Konvektion, Wärmeleitung oder -strahlung vernachlässigt werden, was für geringe Temperaturanstiege bis ca. 100 °C eine hinreichende Abschätzung ist, folgt daraus folgende Wärmebilanz:

$$P_{V,\text{abs}} = \frac{m}{V} \cdot c_p \frac{\Delta T}{\Delta t} \quad (\text{W/m}^3). \quad (3.44)$$

Gemäß Tabelle 2.1 ist die absorbierte Mikrowellen-Leistung $P_{V,\text{abs}}$ für dielektrische Materialien proportional ist zu ϵ_r'' . Für eine vergleichende Untersuchung des Mikrowellenaufheizverhalten an porösen und dichten Proben eines Werkstoffs müssen folgende Voraussetzungen erfüllt sein:

- Die dichte Probe (Objekt 1) und die zu untersuchende poröse Probe (Objekt 2) bestehen aus dem gleichen Werkstoff.
- Die dichte und die poröse Probe weisen das gleiche Volumen $V_1 = V_2$ auf.
- Beide Proben befinden sich am selben Ort innerhalb des Mikrowellenfeldes/-ofens,
- Beide Proben werden bei gleicher Mikrowellenfrequenz f mit der gleichen Leistung P_{MW} beaufschlagt, damit die elektrische Feldstärke E in beiden Fällen gleich groß ist.
- Die Wärmekapazität der dichten und porösen Probe ist identisch.

In diesem Fall kann angenommen werden, dass das Verhältnis $\frac{\epsilon_2''}{\epsilon_1''}$ (es gilt $\epsilon_1 = \epsilon_i$) proportional ist zum Verhältnis des Produkte aus Masse m und Heizrate $\frac{\Delta T}{\Delta t}$ der beiden Proben 1 und 2.

$$\frac{\epsilon_2''}{\epsilon_1''} = \frac{m_2 \left(\frac{\Delta T}{\Delta t}\right)_2}{m_1 \left(\frac{\Delta T}{\Delta t}\right)_1} \quad (3.45)$$

Zur Überprüfung der vorgeschlagenen Methode wurde stabilisiertes ZrO_2 -Pulver (TZ-8YS, TO-SOH) auf 52% Gründichte verdichtet und bei 1000°C sowie 1500 °C wärmebehandelt. Die Probenabmessung bei Messung beträgt jeweils $D = 5 \pm 0.03 \text{ mm}$ und $H = 0.7 \pm 0.04 \text{ mm}$. Anschließend wurden die Proben bei Raumtemperatur gemäß dem oben beschriebenen Verfahren mit Mikrowellen bei 2.45 GHz bis max. 100 °C erwärmt und die jeweilige Aufheizrate $\frac{\Delta T}{\Delta t}$ ermittelt. Die Temperaturerfassung erfolgte berührungslos über ein Niedertemperaturpyrometer (Keller PH31AF1, $\lambda = 8 \dots 14 \mu\text{m}$). Mit Hilfe des Newtonschen Näherungsverfahrens⁷ [402] wird ν iterativ gelöst, bis die in Gleichung 3.45 beschriebene Bedingung erfüllt ist. Abbildung 3.24 verdeutlicht das Vorgehen.

⁷Newtonverfahren erfolgt nach dem Schema $x_{i+1} = x_i - f(x_i)/f'(x_i)$, bis die Abweichung zwischen x_i und x_{i+1} hinreichend klein ist.

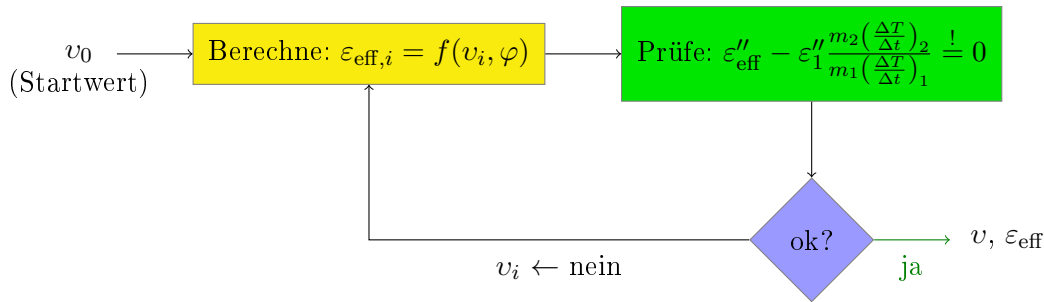


Abbildung 3.24: Schema des Näherungsverfahrens zur Lösung der effektiven Permittivität ε_{eff} eines porösen Materials über Mikrowellenaufheizversuche mittels der verallgemeinerten Mischungsregel nach [400].

Tabelle 3.8: Berechnete und gemessene Permittivität von verschiedenen dichten ZrO_2 (8YSZ) Proben bei Raumtemperatur.

T_{Sinter} (°C)	Porosität φ	$\frac{(\Delta T/\Delta t)_2}{(\Delta T/\Delta t)_1}$	ν	effektive Permittivität ε_{eff}	
				berechnet	gemessen (1 MHz)
20	0.48	0.129	2.3	11.1 – i0.009	12.0 – i0.0045
1000	0.47	0.131	2.3	11.5 – i0.010	13.0 – i0.0054
1500	0.007	0.99	2.3	31.3 – i0.028	31.6 – i0.028

Die berechnete Permittivität ε_{eff} für ZrO_2 wurde anhand von gemessenen Daten verifiziert. Die Vergleichsmessungen wurden mittels Impedanzspektroskopie⁸ in einer planparallelen Messzelle im Frequenzbereich 0.1 Hz bis 10 MHz bei 500 mV durchgeführt. Da die Permittivität von ZrO_2 (8YSZ) bei Raumtemperatur im Frequenzbereich von MHz bis THz nahezu unverändert bleibt [279, 403] (s. Abbildung 3.17), wird hier vereinfachend der Messwert bei 1 MHz mit dem bei 2.45 GHz gleichgesetzt, $\varepsilon(10^6\text{Hz}) \simeq \varepsilon(10^9\text{Hz})$. Die Ergebnisse der Untersuchung an der auf 1000 °C und 1500 °C erwärmten Probe sind in Tabelle 3.8 zusammengefasst.

Der Vergleich des Aufheizverhaltens verschieden dichter ZrO_2 -Proben nach der oben beschriebenen Methode ergibt für $\nu \simeq 2.3$. Die Übereinstimmung der berechneten mit gemessenen Daten ist für $\varepsilon'_{r,\text{eff}}$ zufriedenstellend. Bei $\varepsilon''_{r,\text{eff}}$ ist die Übereinstimmung zwischen berechnetem und gemessenem Wert für die beiden porösen Proben in Tabelle 3.8 moderat und für die dicht gesinterte Probe gut. Unter der Voraussetzung, dass der Parameter ν unabhängig von der Temperatur ist, wird der ermittelte Wert für ν zur Berechnung der effektiven Permittivität des teilverdichteten ZrO_2 in Gleichung 3.41 eingesetzt. Der resultierende Verlauf von Real- und Imaginärteil von ε_{eff} während der Sinterung von ZrO_2 ist in Abbildung 3.25 dargestellt. Während des zu simulierenden Sintervorgangs nimmt die Porosität gemäß der in Abbildung 3.13 definierten Temperaturintervalle stufenweise von $\varphi = 0.5$ auf $\varphi = 0$ ab.

Damit stehen alle wesentlichen Material- und Prozessparameter für die Simulation des Aufheiz- und Sintervorgangs mit Mikrowellen zur Verfügung. Das nächste Kapitel stellt die auf Basis der hier beschriebenen Methoden erzielten Ergebnisse vor.

⁸Durchgeführt mittels Alpha-Analyzer A/WinDETA 5.5 (Novocontrol) am Lehrstuhl für Funktionsmaterialien (Prof. Dr.-Ing. R. Moos) der Uni Bayreuth mit freundlicher Unterstützung durch Herrn Dr.-Ing. Gunther Hagen und Herrn Dipl.-Ing. Sebastian Reis.

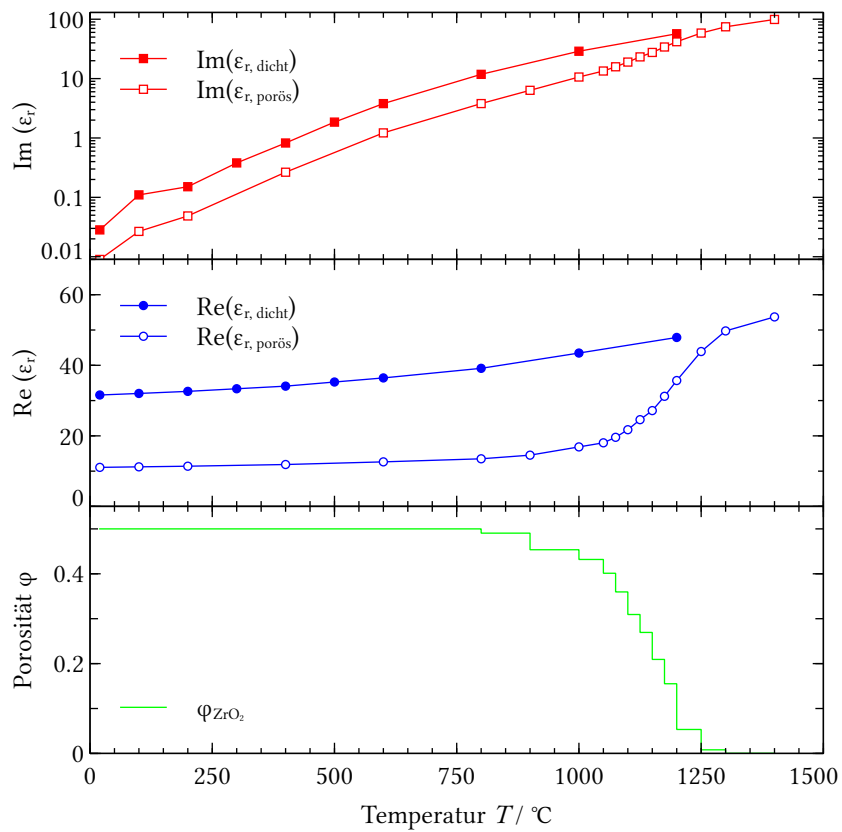


Abbildung 3.25: Permittivität ϵ von porösem ZrO_2 (8YSZ) im Vergleich zu dichtem ZrO_2 als Funktion der Temperatur und Porosität φ während der Sinterung. Die Permittivität wurde berechnet nach Gleichung 3.41 mit $\nu = 2.3$. Permittivität von dichtem ZrO_2 gemäß Abb. 3.16b.

4. Ergebnisse

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der durchgeführten Berechnungen und Simulationen zur Absorption von Mikrowellenstrahlung durch dielektrische Materialien vorgestellt. Einen einleitenden Überblick über die Vorgehensweise gibt der folgende Abschnitt.

4.1. Überblick

Die nachfolgenden Abschnitte stellen die Ergebnisse zur analytischen und numerischen Berechnung der stationären Mikrowellenabsorption eines einzelnen dielektrischen Objekts sowie die Ergebnisse der dynamischen Mikrowellenerwärmung zylinderförmiger, keramischer Objekte in einer Multiobjektumgebung mit thermischer Isolierung und Mikrowellen-Suszeptoren vor. Die Berechnungen beziehen sich, soweit nicht anders vermerkt, auf die ISM-Frequenz 2.45 GHz. Der erste Teil der Untersuchungen bedient sich der Mie-Theorie, um mit Hilfe ihres analytischen Lösungsansatzes Erkenntnisse zum Einfluss der Permittivität, der Materialdichte, des Proben-durchmessers, der Frequenz und der Temperatur des Objekts auf dessen Mikrowellenabsorption zu gewinnen. Im zweiten Teil der Untersuchungen werden numerische Berechnungen zur stationären Mikrowellenabsorption durchgeführt und ein Vergleich zwischen der analytischen und der numerischen Methode vorgestellt. Als Vergleichsbasis dient die Relation aus volumenspezifischer Mikrowellenabsorption und der in den Wirkquerschnitt eingestrahelten Leistung. Im nächsten Schritt wird der Einfluss geschlossener Resonatoren auf die Mikrowellenabsorption dielektrischer Proben ermittelt. Dazu wird der Querschnitt der Resonatoren sowie die Größe, Form und räumliche Lage der dielektrischen Proben variiert. Eine Fehlerbetrachtung beschließt diesen Abschnitt. Im dritten und abschließenden Teil der Untersuchungen werden elektromagnetische und thermische Simulation gekoppelt, um das transiente Erwärmungsverhalten ausgewählter keramischer Materialien mathematisch abzubilden. Die Kopplung von elektromagnetischer und thermischer Berechnung erfolgt nacheinander. Zunächst wird die material-, temperatur-, volumen- und dichteabhängige Wärmedissipation durch Mikrowellen ermittelt. Im zweiten Schritt folgt die Berechnung des zeitabhängigen Aufheizverhaltens auf Basis der dissipierten Mikrowellenleistung. Ergänzend wird die Mikrowelle mit konventionellen Heizmethoden kombiniert, um den Einfluss auf die energetische Effizienz zu untersuchen, und eine Abschätzung der Wärmespannungen im Bauteil getroffen, um rissgefährdende Bedingungen zu identifizieren.

4.2. Analytische Berechnung der Mikrowellenabsorption

Die folgenden Berechnungen beziehen sich auf die in Unterabschnitt 2.1.2 vorgestellte Mie-Theorie zur analytischen Berechnung der Absorption elektromagnetischer Wellen an kugelförmigen Objekten im Fernfeld, d.h. bei freier, ungestörter Ausbreitung der Welle im Raum. Der Vorteil einer analytischen Lösung der Maxwell-Gleichungen liegt in der gegenüber numerischen Methoden deutlich kürzeren Rechenzeit. Deshalb wird die Methode hier genutzt, um das Absorptionsverhalten verschiedener dielektrischer Materialien zu untersuchen und zu kategorisieren. Entscheidende Parameter für die Berechnung sind die Größe des Objekts, die Permittivität des Materials und die Frequenz der elektromagnetischen Strahlung. Da die Permittivität wiederum eine Funktion der Temperatur und der Dichte eines Materials ist, werden nachfolgend

Parameterstudien durchgeführt, um eine prinzipielle Klassifizierung des Absorptionsverhaltens in Abhängigkeit von Material und Bauteilgröße vornehmen zu können.

Zur Berechnung der Absorption nach MIE wird der Code BHMIE verwendet, dessen Ursprung in [16] liegt und u.a. in MATLAB [282] übertragen wurde. Die Autoren von BHMIE geben an, ihren Code geprüft und die Ergebnisse mit anderen Berechnungsprogrammen verglichen zu haben, z.B. Wiscombes MIEV0-Code [404, 405], so dass sie ihren Code als fehlerfrei und exakt einschätzen [16, S. 478]. Neuere Code-Varianten wie in [406] stellen lediglich punktuelle Verbesserungen z.B. beim Umgang mit den Besselfunktionen dar. In der vorliegenden Arbeit wurde die MATLAB-Version von BHMIE in die Programmiersprache R [283] portiert und die Funktion des Codes anhand der MATLAB-Version erfolgreich validiert. Der Code wurde erweitert (s. Abschnitt E.1), so dass in einer Programmschleife die Absorptionseffizienz Q_{abs} als Funktion des Probenvolumens V für einen weiten Skalenbereich berechnet werden kann. Die Eingabeparameter sind die komplexe Brechungszahl \hat{n} , die Frequenz f , kleinster und größter Kugelradius sowie die Schrittzahl für die Winkel-Iteration (fester Wert 180). Je nach gewähltem Objektgrößenbereich liegt die Anzahl der Datenpunkte einer Berechnung zwischen 2800 und 3600 Punkten.

4.2.1. Materialabhängige Absorption als Funktion von Durchmesser und Temperatur

Die Permittivität von Wasser wird als Referenz genutzt, u.a. für eine Modellvalidierung mit [29]. Wasser besitzt eine mit steigender Temperatur abnehmende Permittivität (s. Abschnitt 3.7.1). Abbildung 4.1 stellt die Absorptionsberechnung für Wasser von 20 °C bis 100 °C in 20 K Schritten vor. Bei kleinen Volumina, im sogenannten Rayleigh-Bereich, verläuft die Absorption auf niedrigem Niveau mit leichtem Anstieg zu höheren Volumina. Mit Erreichen des Mie-Bereichs bei etwa $V < 10^{-6} \text{ m}^3$ bricht die Absorption in Resonanzen auf. Oberhalb von 10^{-3} m^3 sind die Resonanzen sichtbar gedämpft, bei $V > 10^{-1} \text{ m}^3$ verläuft die Kurve wieder glatt. Mit steigender Temperatur und damit sinkender Permittivität verschieben sich die Resonanzen zu größeren Volumina und die Amplitude der Resonanzen wird stärker.

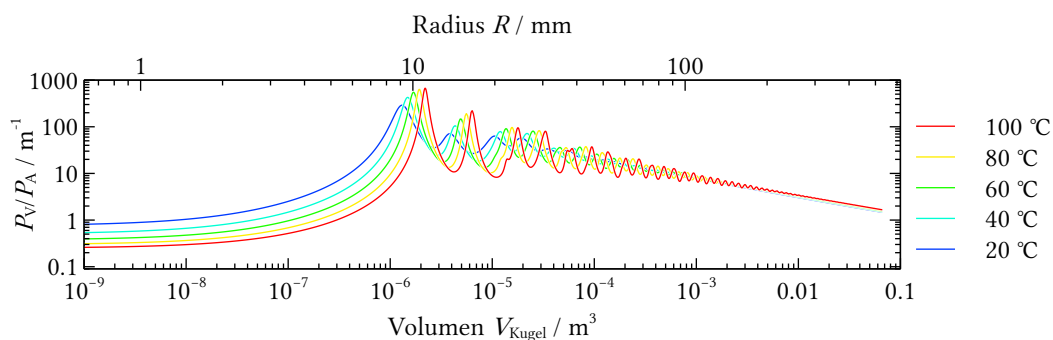


Abbildung 4.1: Temperaturabhängige Mikrowellenabsorption einer Kugel aus Wasser im Fernfeld bei 2.45 GHz nach der Mie-Theorie.

Das Resonanzverhalten bei der Absorption elektromagnetischer Strahlung ist bekannt und entsteht durch konstruktive Interferenzen der im Probenkörper fortschreitenden Mikrowelle, s. z.B. [407, 408, 409]. Die Größe der Probe steht dabei im Zusammenhang mit der Wellenlänge im Medium, λ_{Medium} , der Eindringtiefe und der resonanten Länge der Probe [19]. Die Resonanzen wurden für verschiedene Geometrien [410, 411] und als Ursache für Hot-Spots beim Mikrowellenheizen [412] untersucht. In Abbildung 4.2 ist die Medienwellenlänge gegen die Eindringtiefe für die untersuchten Materialien als Funktion der Temperatur aufgetragen.

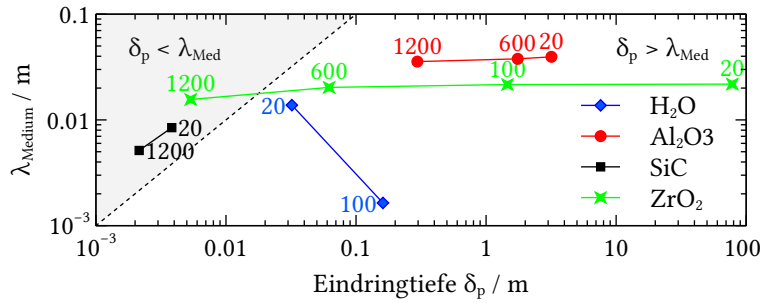


Abbildung 4.2: Temperaturabhängiges Verhältnis von Eindringtiefe zu Medienwellenlänge.

Die nächsten Berechnungen untersuchen das Absorptionsverhalten für keramische Materialien bei 2.45 GHz. Abbildung 4.3 zeigt das Absorptionsverhalten von Al_2O_3 bei verschiedenen Temperaturen. Die Absorption nimmt mit steigender Temperatur aufgrund des Anstiegs des dielektrischen Verlusts zu. Der Resonanzbereich erstreckt sich etwa von 10 bis 100 mm Objektradius.

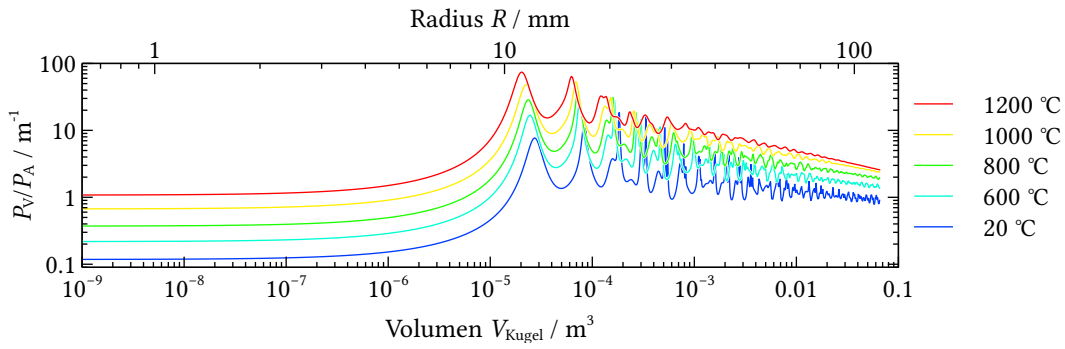


Abbildung 4.3: Temperaturabhängige Mikrowellenabsorption einer Al_2O_3 -Kugel im Fernfeld bei 2.45 GHz nach der Mie-Theorie.

Das Absorptionsverhalten von SiC in Abbildung 3.16 verläuft nahezu resonanzfrei. Eine schwache Resonanz tritt bei $0.5 \dots 5 \times 10^{-7} \text{ m}^3$ auf. Die Kurven weisen ansonsten einen glatten Verlauf auf. Die Höhe der Absorption bleibt nahezu auf gleichem Niveau, allerdings erfahren die Absorptionskurven mit zunehmender Temperatur eine Verschiebung zu kleineren Volumina. Da die Permittivität von SiC ist deutlich größer als die von Al_2O_3 , ist die Eindringtiefe deutlich geringer, weshalb innerhalb der Probe keine Interferenzen auftreten.

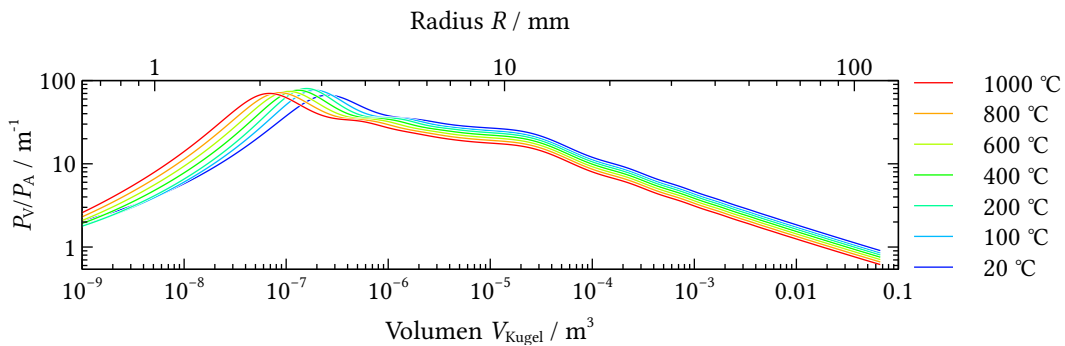


Abbildung 4.4: Temperaturabhängige Mikrowellenabsorption einer SiC-Kugel im Fernfeld bei 2.45 GHz nach der Mie-Theorie.

Das Absorptionsverhalten von ZrO_2 , dargestellt in Abbildung 4.5, zeigt bei niedrigen Tempera-

turen ähnlich ausgeprägte Resonanzen wie Al_2O_3 . Hier ist die Eindringtiefe noch hoch, so dass es zu konstruktiven Interferenzen innerhalb der Probe kommt. Von Raumtemperatur bis $1400\text{ }^\circ\text{C}$ nimmt die dielektrische Verlustzahl um etwa fünf Zehnerpotenzen zu (s. Abbildung 3.16), so dass bei hohen Temperaturen - ähnlich wie bei SiC - die Eindringtiefe abnimmt. Der Absorptionsverlauf von ZrO_2 glättet sich ab etwa $800\text{ }^\circ\text{C}$. Ab $1200\text{ }^\circ\text{C}$ nimmt die Absorption leicht ab.

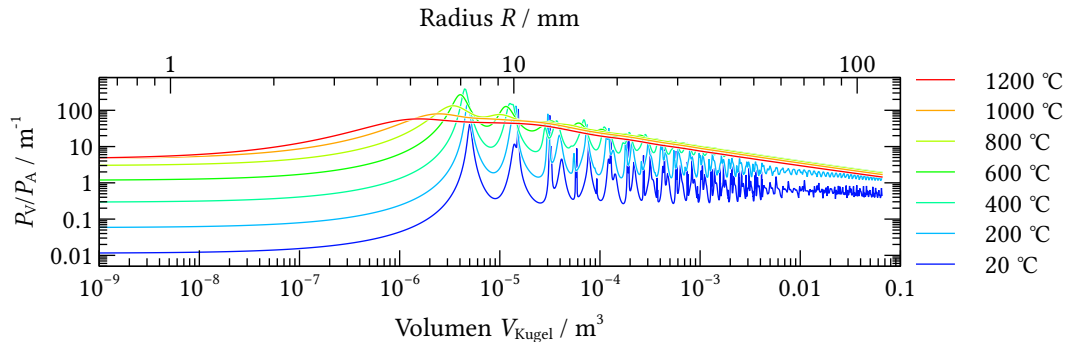


Abbildung 4.5: Temperaturabhängige Mikrowellenabsorption einer ZrO_2 -Kugel im Fernfeld bei 2.45 GHz nach der Mie-Theorie.

Die vorgestellten Ergebnisse zeigen, dass die Höhe der Absorption erwartungsgemäß mit dem Imaginärteil der Permittivität korreliert. Das Verhältnis von Real- und Imaginärteil bestimmt die Eindringtiefe der Mikrowellenstrahlung in die Proben und ist somit für das Auftreten von Resonanzen entscheidend. Das Absorptionsverhalten keramischer Materialien ändert sich wesentlich mit dem Grad des Anstiegs der Permittivität bei Temperaturanstieg.

4.2.2. Materialabhängige Absorption als Funktion der Frequenz

Bislang wurden die Berechnungen für die 2.45 GHz durchgeführt, da sie die gebräuchlichste Frequenz bei der Mikrowellenerwärmung ist. Nachfolgend soll der Einfluss der Frequenz auf das Absorptionsverhalten von ZrO_2 untersucht werden. Dazu werden frequenzspezifisch Permittivitätswerte eingesetzt (s. Abbildung 3.17). Abbildung 4.6 stellt die Absorptionsverläufe bei 10 MHz , 2.45 GHz und 90 GHz zusammen. Bei Raumtemperatur liegen die Werte für Real- und Imaginärteil der Permittivität relativ nah beieinander. Infolgedessen ergibt sich bei allen drei Frequenzen ein qualitativ ähnliches Absorptionsverhalten, das allerdings mit zunehmender Frequenz eine erhöhte Absorption zeigt, da durch die kleinere Wellenlänge eine höhere Durchdringung der Körper durch die elektromagnetischen Wellen erreicht wird.

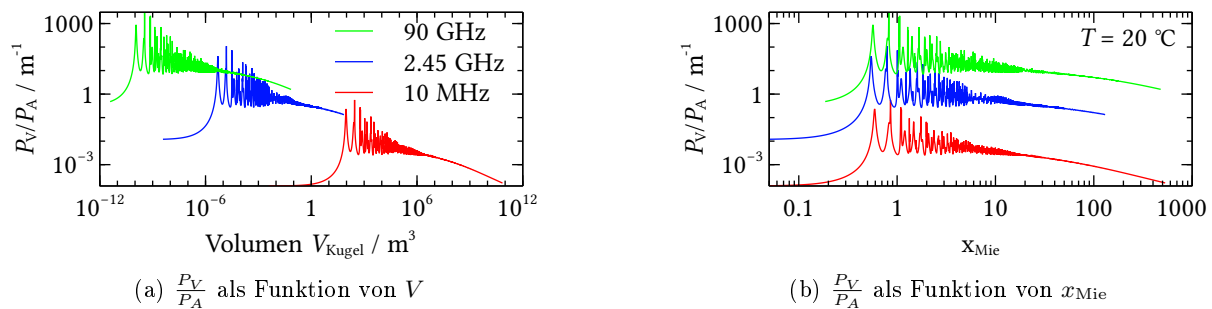


Abbildung 4.6: Einfluss der Frequenz der elektromagnetischen Strahlung auf Absorption von ZrO_2 ($20\text{ }^\circ\text{C}$)

4.2.3. Einfluss der Materialporosität auf die Absorption

Neben dem Einfluss der Temperatur spielt bei der Sinterung auch die Porosität der Materialien eine wichtige Rolle. Da sich das Material durch die Sinterung verdichtet, verändert sich die Permittivität des Materials. Im Sinne der effektiven Medientheorie kann das poröse Medium als eine Mischung aus dichtem Material und Gasphase (hier Luft) betrachtet werden und die Permittivität des porösen Materials über Mischungsregeln berechnet werden (s. auch Unterabschnitt 3.7.3). Mit Hilfe der Gleichung 3.41 und dem in Abbildung 3.24 vorgestellten Verfahren kann die Permittivität von ZrO_2 als Funktion der Temperatur und Porosität berechnet werden. Die zunehmende Dichte bedeutet eine Zunahme der Permittivität. Abbildung 4.7 stellt den Einfluss der theoretischen Dichte auf die Absorption an einer ZrO_2 -Kugel bei drei verschiedenen Temperaturen vor. Der Temperaturbereich wurde so ausgewählt, dass er mit dem Bereich der Verdichtung von ZrO_2 zusammenfällt (vgl. Abbildung 3.20). Die vertikalen Linien kennzeichnen die exemplarisch ausgewählten Kugelradien 8 mm und 24 mm. Bei Betrachtung der Absorptionskurven kann festgestellt werden, dass die Kurven mit steigender Dichte, hier über den Prozentsatz der theoretischen Dichte (T.D.) dargestellt, mit steigender Permittivität nach links verschoben werden. Das lokale Maximum wird dabei von $R = 24$ mm bei 25% T.D. zu etwa 8 mm bei 100% T.D. verschoben. Bei 800 °C verändert sich auch die Höhe der Maxima, während bei 1000 °C und 1200 °C der Unterschied vernachlässigbar ist.

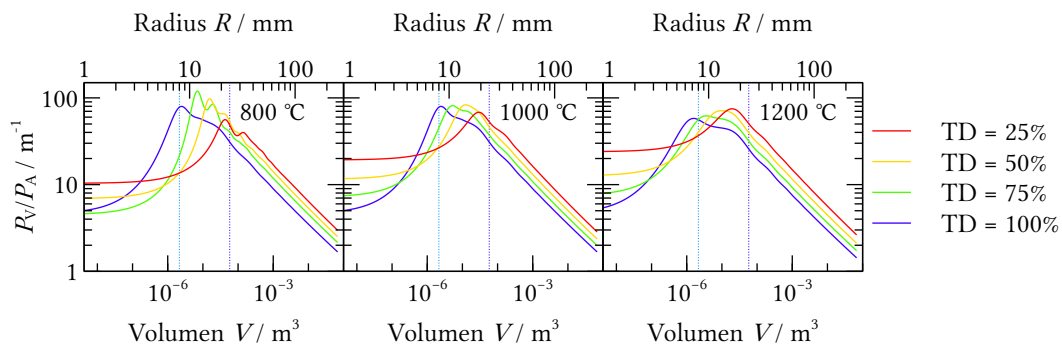


Abbildung 4.7: Einfluss der Porosität von ZrO_2 (8YSZ) auf die Energieabsorption bei variablem Radius

Für eine ZrO_2 -Kugel mit 8 mm Radius würde das bedeuten, dass die Absorption bei isothermen Bedingungen mit zunehmender Dichte steigt, bei einer Kugel mit 24 mm Radius dagegen abnimmt (s. Abbildung 4.8). Bei steigenden Temperaturen wiederum würde eine Kugel mit 8 mm Radius und konstanter Dichte mehr Leistung aufnehmen (ausgenommen 100% T.D.), eine mit 24 mm Radius weniger Leistung, wobei die Unterschiede im letzteren Fall geringer sind.

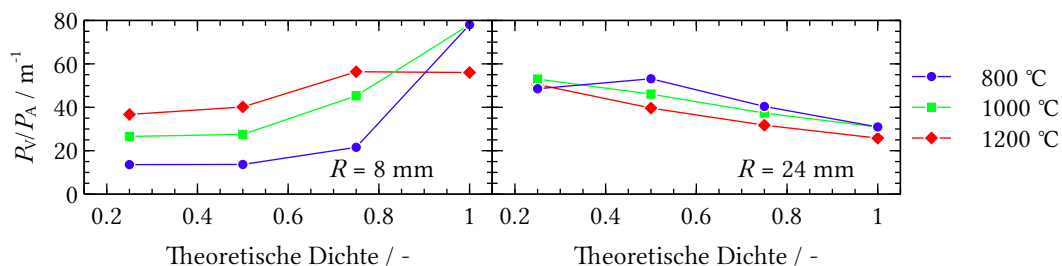


Abbildung 4.8: Abhängigkeit der Energieabsorption für eine ZrO_2 -Kugel mit 8 mm Radius (links) und 24 mm Radius (rechts) bei 800 °C, 1000 °C und 1200 °C und variierender Dichte (25%, 50%, 75% und 100% theoretische Dichte).

Als nächstes Beispiel wird eine ZrO_2 -Kugel mit 24 mm Ausgangsradius betrachtet. Unter der Annahme, dass die Kugel zu Beginn des Aufheizvorgangs 50% T.D. aufweist und im Verlauf der Sinterung auf 100% verdichtet wird, beträgt ihr Radius am Ende etwa 19 mm. Abbildung 4.9 zeigt die Absorptionskurven im Bereich von 18-25 mm ($0.9 < x_M < 1.3$) in Abhängigkeit der zunehmenden Temperatur und Dichte. Im beschriebenen Volumenbereich treten drei Resonanzen auf, vor allem im unteren Temperaturbereich. Ab 1000 °C glättet sich die Absorptionskurve und fällt bei 1200 °C leicht ab.

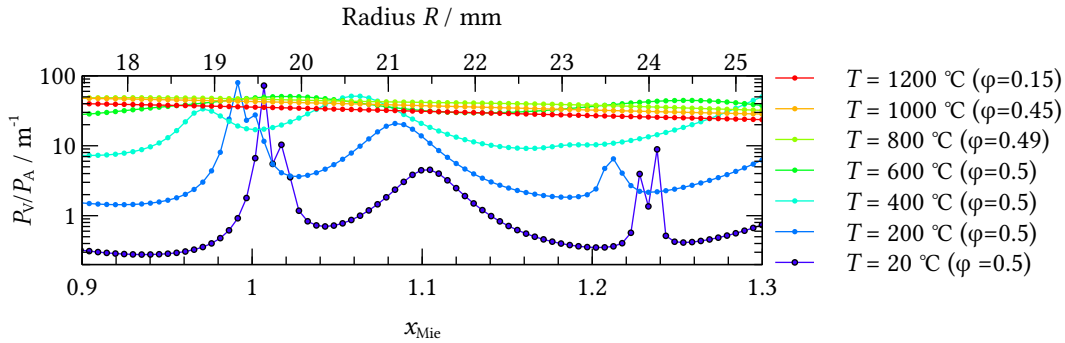


Abbildung 4.9: Mikrowellenabsorption einer ZrO_2 -Kugel mit zunehmender Dichte (50% Grün- dichte bis 100% T.D.) und Temperatur im Größenbereich $0.9 < x_M < 1.3$

Die Ergebnisse zeigen, dass die Absorption durch Dichteänderungen ebenfalls deutlich beeinflusst wird. So ist für ein Objekt mit bekanntem Radius trotz steigendem dielektrischen Verlust eine abnehmende Absorption möglich, wenn sich durch Größen-, Dichte- und/oder Temperaturänderung der Probe die Absorptionskurve entsprechend verschiebt. Umgekehrt kann bei sinkendem dielektrischen Verlust entsprechend eine erhöhte Absorption auftreten. Bei der Absorption dielektrischer Materialien bestimmt also der temperaturabhängige Verlauf von Größe und Dichte zusätzlich zur Permittivität die Energieabsorption kugelförmiger Objekte.

4.2.4. Prinzipielle Kategorisierung des Absorptionsverhaltens

Den Abschluss der Untersuchungen zur analytischen Berechnung nach MIE soll eine Untersuchung des Absorptionsverhaltens bei stark veränderlichen dielektrischen Eigenschaften bei 2.45 GHz bilden. Dazu wird eine 6×5 -Matrix aufgestellt, bei der ε'_r in sechs Stufen von 1 bis 100 und $\tan(\delta) = \frac{\varepsilon''_r}{\varepsilon'_r}$ in fünf Dekadenschritten von 10^{-4} bis 1 variiert wird. Die berechneten Verläufe der Absorptionseffizienz Q_{abs} bei 2.45 GHz als Funktion des Mie-Faktors $x_{\text{Mie}} = \frac{2\pi nr}{\lambda}$ im Intervall $[0.005, 50]$ (Radien von 0.1 mm bis 1 m) sind in Abbildung 4.10 dargestellt.

Zunächst ist ersichtlich, dass die Absorption mit zunehmendem $\tan(\delta)$ grundsätzlich ansteigt. Bei $\varepsilon'_r = 1$ sind die Absorptionskurven glatt. Die Absorption steigt für alle $\tan(\delta)$ mit dem Probenvolumen an und erreicht ein Maximum, dessen Lage von $\tan(\delta)$ abhängig ist. Die Absorptionskurve eines elektrischen Leiters ($\sigma = 10^6 \text{ S/m}$) mit einem hohen $\tan(\delta) = 8 \times 10^6$ verläuft im Vergleich zu den dielektrischen Materialien weitgehend unabhängig von der Objektgröße und glatt bei vergleichsweise geringer Absorption. Durch die hohe elektrische Leitfähigkeit reflektiert das Metall die Mikrowelle, die nur in Höhe der Leitschichtdicke δ_{skin} (s. Gleichung 2.14) in das Material einzudringen vermag.

Mit zunehmendem ε'_r nimmt vor allem die Resonanzneigung der Absorption zu. Der Beginn des resonanten Bereichs verschiebt sich von hohen x_M -Werten in den Bereich zwischen $0.1 < x_M < 1$. Die Resonanzen sind stärker ausgeprägt, je kleiner der $\tan(\delta)$ -Wert ist. Im betrachteten Bereich werden die Resonanzen bei hohen $\tan(\delta)$ -Werten, $\tan(\delta) \rightarrow 1$, gedämpft.

Um eine leicht interpretierbare größenunabhängige Kategorisierung des Mikrowellenabsorptionsverhaltens keramischer Materialien in Abhängigkeit der Permittivität anhand von Kennzahlen vorzunehmen, wird zum einen die integrale Absorptionseffizienz \bar{Q}_{abs} aller in Abbildung 4.10 dargestellten Absorptionskurven im untersuchten Bereich von x_M gebildet. Als Kennzahl für die Resonanzneigung bei bestimmten Permittivitätswerten wird die Krümmung Ψ der Absorptionskurven in Abbildung 4.10 durch Differenzieren gemäß folgender Gleichung herangezogen [413]:

$$\Psi(Q_{\text{abs}}) = \frac{\frac{d^2 Q_{\text{abs}}}{dx_M^2}}{\left(1 - \left(\frac{dQ_{\text{abs}}}{dx_M}\right)^2\right)^{3/2}} \quad (4.1)$$

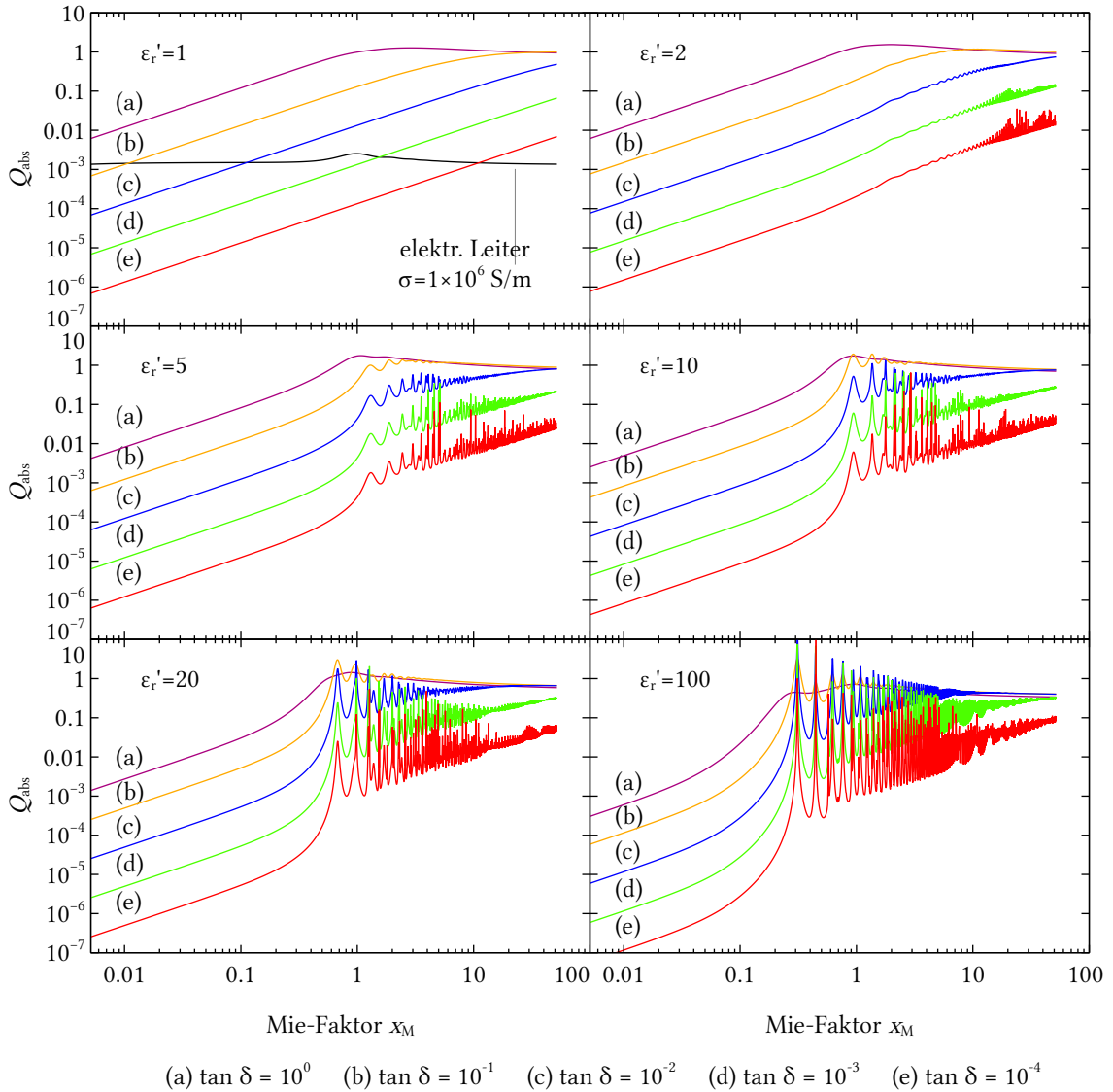


Abbildung 4.10: Mikrowellen-Absorptionsverhalten in Abhängigkeit von x_{Mie} bei verschiedenen dielektrischen Konstanten und Verlustwinkeln.

Die Differenzierung der diskreten Kurvenverläufe erfolgt über die Differenzen $\Delta x_i = (x_{i+1} - x_i)$ und Δy_i , die Berechnung des Kurvenintegrals mittels Trapezmethode. Die integralen Kennwerte $\bar{\Psi}$ und \bar{Q}_{abs} werden für alle Kurven von Q_{abs} im Bereich $x_M \in (5 \times 10^{-3}, 50)$ gebildet und stellen

relative Kennzahlen für eine rein qualitative Bewertung dar:

$$\bar{\Psi} = \int_{x_M=0.005}^{x_M=50} |\Psi| dx_M \quad (4.2)$$

$$\bar{Q}_{\text{abs}} = \int_{x_M=0.005}^{x_M=50} Q_{\text{abs}} dx_M \quad (4.3)$$

Der Verlauf der ermittelten integralen Kennwerte in Abhängigkeit von $\tan(\delta)$ ist in Abbildung 4.11 dargestellt. Wie zu erwarten steigt die Absorption \bar{Q}_{abs} mit zunehmendem $\tan(\delta)$ und erreicht abhängig von ϵ_r' ein Maximum bei $0.1 < \tan(\delta) < 1$. Danach sinkt die Absorption \bar{Q}_{abs} zu höheren $\tan(\delta)$ -Werten wieder ab. Die Resonanzneigung $\bar{\Psi}$ ist im Bereich $10^{-4} < \tan(\delta) < 10^{-3}$ besonders deutlich ausgeprägt, insbesondere für hohe ϵ_r' -Werte. Für sehr große Werte von $\tan(\delta)$ geht die Resonanzneigung $\bar{\Psi}$ auf Null zurück, weil die Eindringtiefe abnimmt.

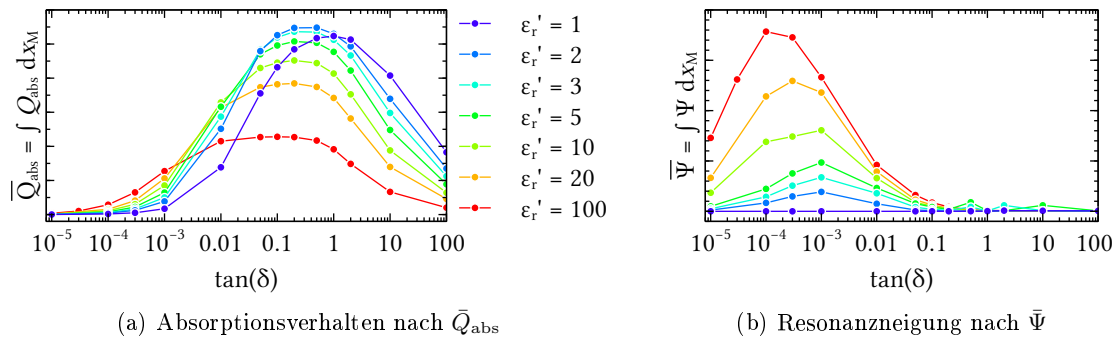


Abbildung 4.11: Qualitative Bewertung von Absorption und Resonanzneigung dielektrischer Materialien als Funktion ihrer dielektrischen Eigenschaften ihres Resonanzverhaltens basierend auf der Mie-Methode $\tan(\delta)$.

Der Maximumsverlauf der Absorption in Abbildung 4.11 zeigt, dass die Mikrowellenabsorption nicht beliebig mit steigender Permittivität erhöht werden kann. Es kann aber in Abhängigkeit von ϵ_r' ein Optimalbereich zwischen $0.01 < \tan(\delta) < 10$ bestimmt werden. Das Diagramm liefert anwendungsrelevante Hinweise bei einer ersten Bewertung des zu erwartenden Absorptionsverhaltens eines Materials z.B. mit steigender Temperatur, unabhängig von der Objektgröße und den Appliktoreigenschaften. Der Kennwert $\bar{\Psi}$ hilft zu erkennen, ob die Resonanzbedingungen bei der Auslegung des Mikrowellenprozesses zu beachten sind.

4.3. Numerische Berechnung der Mikrowellenabsorption

Nach der analytischen Berechnung der Mikrowellenabsorption widmet sich dieser Abschnitt der numerischen Berechnung der Absorption von Mikrowellenstrahlung mit dem Ziel eine Multiphysikberechnung des Mikrowellen-Aufheizprozesses zu erstellen. Im ersten Schritt wird ein Vergleich zwischen der analytischen Lösung nach MIE und der mittels numerischem FDTD-Verfahren ermittelten Lösung gezogen.

4.3.1. Vergleich von analytischer Berechnung und numerischer Simulation

Die vorausgegangenen Mie-Berechnungen gelten für die Bestrahlung eines Einzelobjekts mit Mikrowellen in unendlicher Umgebung (Fernfeld). Bei der numerischen Simulation mit Quickwave3D, die für die Berechnung geschlossener Applikatoren ausgelegt ist, muss diese Bedingung durch einen sogenannten Near-To-Farfield Wandler erzeugt werden. Dieser unterdrückt Reflexionen an den Wänden des Resonators vollständig durch super-absorbierende Wände.

Der Vergleich von analytischer und numerischer Berechnung wird hier mit Hilfe von Wasser und Siliziumcarbid bei 2.45 GHz durchgeführt. Die Objektform entspricht immer einer Kugel. Als Vergleichsgröße dient die spezifische Absorptionsrate, die sich aus dem Quotienten der volumenbezogenen Wärmedissipation P_V und der in den Resonatorquerschnitt eingestrahlenen, flächenbezogenen Mikrowellenleistung P_A zusammensetzt. Wie bei der Berechnung nach MIE wird die spezifische Absorption $\frac{P_V}{P_A}$ bei diskreten Objektradien bzw. -volumen bestimmt. Die Anzahl der Datenpunkte einer größenabhängigen Absorptionskurve ist bei der Simulation (50 Datenpunkte) aufgrund der wesentlich höheren Rechenzeit deutlich geringer als bei der analytischen Methode (≈ 3000 Datenpunkte). Die Berechnung mit Wasser wird bei Raumtemperatur (s. Abbildung 4.12), die Berechnung mit SiC bei Raumtemperatur und 1000 °C durchgeführt (s. Abbildung 4.13). Beide Materialien zeigen insgesamt eine gute Übereinstimmung in den Ergebnissen. Etwas größere Abweichungen treten vor allem bei kleineren Volumina auf und führen zu einer mittleren prozentualen Abweichung zwischen Mie- und FDTD-Berechnung zwischen 6% und 18%. Die Fehler sind vor allem auf Diskretisierungsfehler zurückzuführen, wie weiter unten erörtert wird.

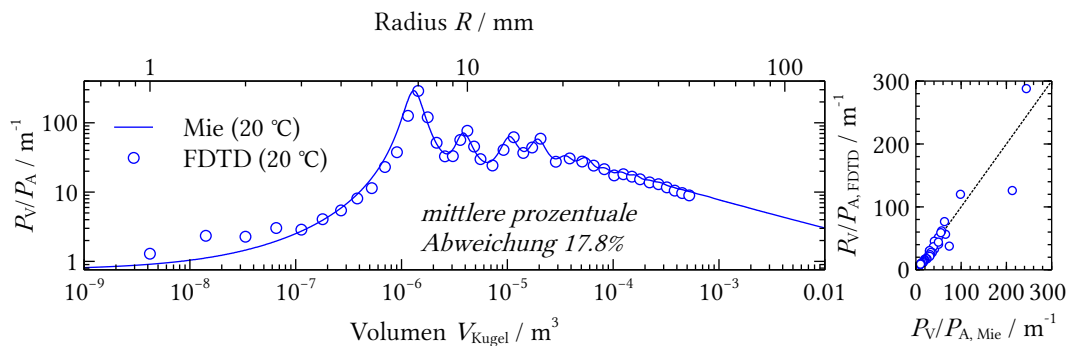


Abbildung 4.12: Vergleich der Mikrowellenabsorption nach Mie- und FDTD-Methode für Wasser.

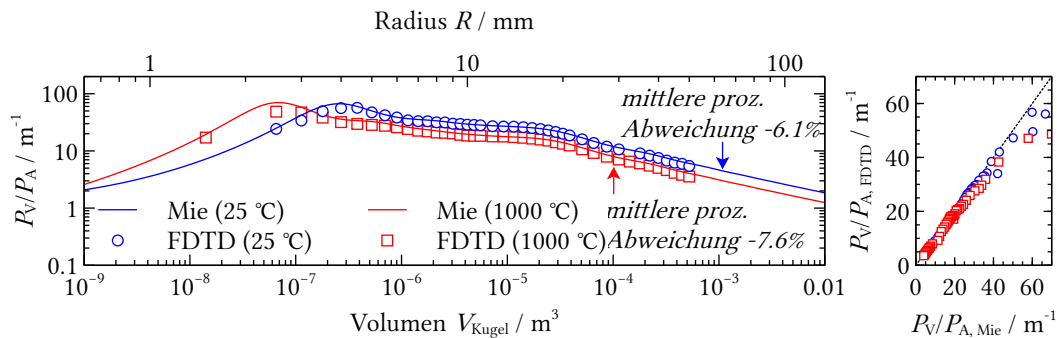


Abbildung 4.13: Vergleich der Mikrowellenabsorption nach Mie- und FDTD-Methode für SiC.

4.3.2. Einfluss der Geometrie von Resonator und Probe

Nach Abgleich zwischen analytischer und numerischer Lösung werden im Folgenden geschlossene Applikatoren eingesetzt, deren Wände ideal elektrisch leitfähig sind, d.h. die Welle an der Resonatorwand reflektiert wird. Wie in Unterabschnitt 3.3.2 beschrieben, wird in dieser Untersuchung der Resonatorquerschnitt strikt vergrößert ohne die Länge des Resonators zu verändern. In der Mitte des Resonators wird zunächst eine kugelförmige Probe aus Wasser „freischwebend“ platziert. Die Mikrowellenfrequenz beträgt 2.45 GHz. Abbildung 4.14 zeigt die spezifische Absorptionsrate $\left(\frac{P_V}{P_A}\right)$ der Probe als Funktion des Probenvolumens bzw. des Radius in den vier Resonatorgeometrien R1 bis R4. Zum Vergleich wird die maximal mögliche Absorptionsrate $\left(\frac{P_V}{P_A}\right)_{\max}$ für jeden Resonator bei theoretisch 100% Absorption dargestellt (gestrichelte Linien). Vergleichend wird der Verlauf der Absorption nach Mie dargestellt.

Wie bei der Mie-Berechnung treten größenabhängige Unterschiede der spezifische Absorptionsrate $\left(\frac{P_V}{P_A}\right)$ auf, wobei die Lage der Absorptionsmaxima für alle Resonatoren annähernd bei den gleichen Kugelvolumina auftritt. Erwartungsgemäß treten die oben beschriebenen konstruktiven Interferenzen bei Durchdringen der Welle durch den Körper im geschlossenen Resonator ebenfalls auf. Allerdings ist nicht jedes Maximum in jedem Resonator gleich ausgeprägt. Es gibt somit Unterschiede durch die Resonatorform. Der Vergleich mit der Mie-Berechnung zeigt, dass die Absorption im Resonator mindestens ähnlich hoch, in der Regel jedoch deutlich höher im geschlossenen Resonator ausfällt, da die Resonatoren durch ihre Güte Wellenenergie speichern. Die Resonatoren weisen Unterschiede bei der Effizienz der Mikrowellenabsorption auf. Resonator R2 erzielt bereits bei relativ kleinen Probenvolumen eine Annäherung an die maximale Absorptionsrate, während R1 und R4 erst bei größeren Volumen das maximale Absorptionspotenzial erreichen. R3 und R4 zeigen aufgrund ihrer höheren Güte eine bessere Absorption bei großen Objektvolumina im Vergleich zu den kleineren Resonatorvarianten.

Im untersuchten Fall schneiden die Resonatoren hinsichtlich der Mikrowellenabsorption unterschiedlich ab. Offensichtlich jedoch skaliert die Absorption im Volumenbereich $< 10^{-3} \text{ m}^3$ nicht linear mit dem Resonatorquerschnitt. Die unterschiedliche Ausbreitung des elektrischen Feldes in den Resonatoren bei gleichem Probendurchmesser wird in Abbildung 4.15 deutlich. Resonator R1 mit Last zeigt eine TE_{103} -Mode, bei den beladenen Multimoden-Resonatoren R2 bis R4 überlagern sich verschiedene Moden.

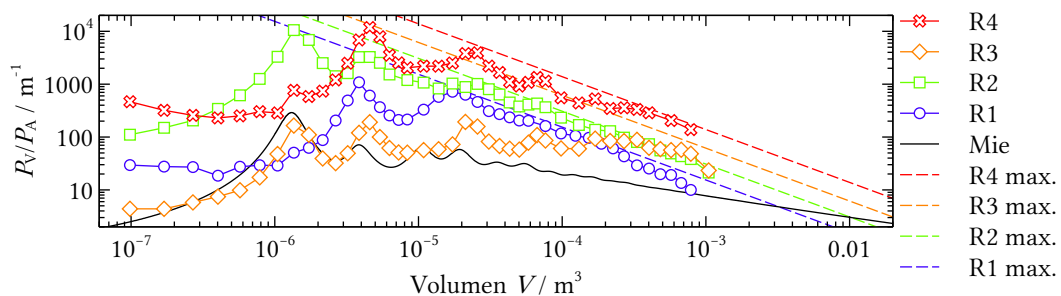


Abbildung 4.14: Mikrowellenabsorption an Wasser bei Variation des Resonatorquerschnitts

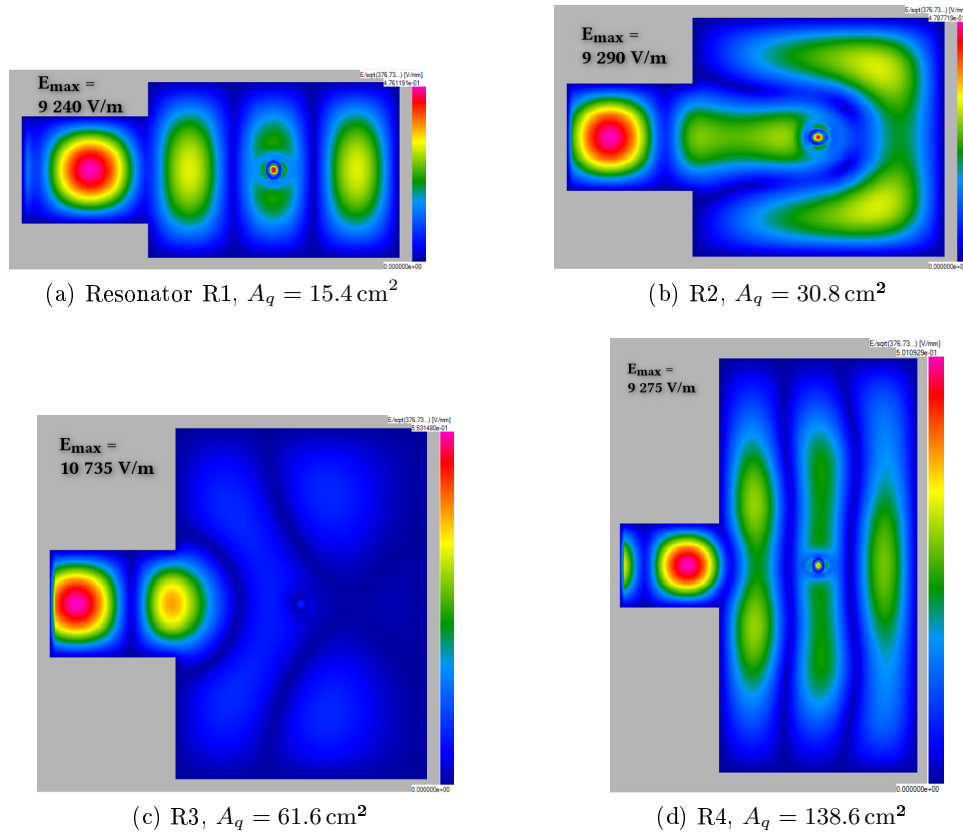


Abbildung 4.15: Ausbreitung des elektrischen Feldes für die vier Resonatoren bei einer Probengröße $D = 180 \text{ mm}$.

Die nächsten Simulationen sind auf die Untersuchung des Einflusses der Probengeometrie auf das Absorptionsverhalten ausgerichtet. Zunächst wird die Kugelform mit einem Würfel ($a = b = c$) und einem gleichseitigen Zylinder mit $H = 2R$ im Resonator R1 verglichen. Als dielektrisches Medium wird weiterhin Wasser eingesetzt. Die Mikrowellenfrequenz beträgt 2.45 GHz . Abbildung 4.16 zeigt, dass die Abweichungen zwischen Kugel und Würfel bzw. gleichseitigem Zylinder relativ gering sind. Die mittlere Abweichung liegt bei etwa 5% zur Kugelform, so dass gleichseitige nicht-sphärische Objekte mit einer vertretbaren Fehlertoleranz durch eine Kugel angenähert werden können, da hier die resonanten Längen vergleichbar sind.

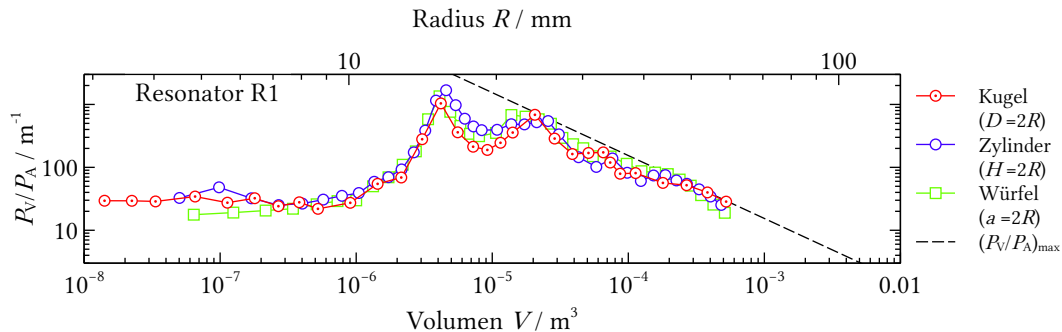


Abbildung 4.16: Einfluss der geometrischen Form Kugel, Zylinder, Würfel auf das Absorptionsverhalten von Wasser.

Wird das Aspektverhältnis der Form verändert, wie im nachfolgenden Fall das Verhältnis von

Höhe H zu Durchmesser D des Zylinders, treten deutliche Unterschiede in der Mikrowellenabsorption - vor allem bei kleinen Probenvolumen - auf. Bei Volumina größer 10^{-5} m^3 ($R \gtrsim 10 \text{ mm}$) nähern sich alle Absorptionslinien der maximalen Absorption an und der quantitative Unterschied zwischen den Geometrien wird geringer. Im vorliegenden Fall absorbiert der abgeflachte Zylinder mit $H = D/4$ unterhalb von 10 mm am schlechtesten, der Zylinder mit $H = D/2$ am besten. Die Unterschiede in den Resonanzen lassen sich über die Änderungen der resonanten Länge der Probenkörper erklären, die dazu führen, dass im Vergleich zu gleichseitigen Objekten unterschiedliche Moden angeregt werden und eine Abweichung der Mikrowellenabsorption bewirken [408, 410].

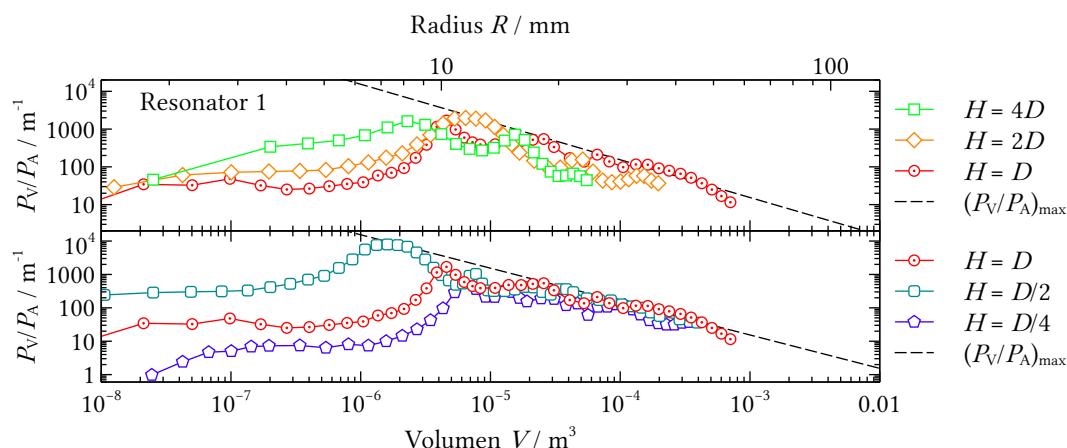
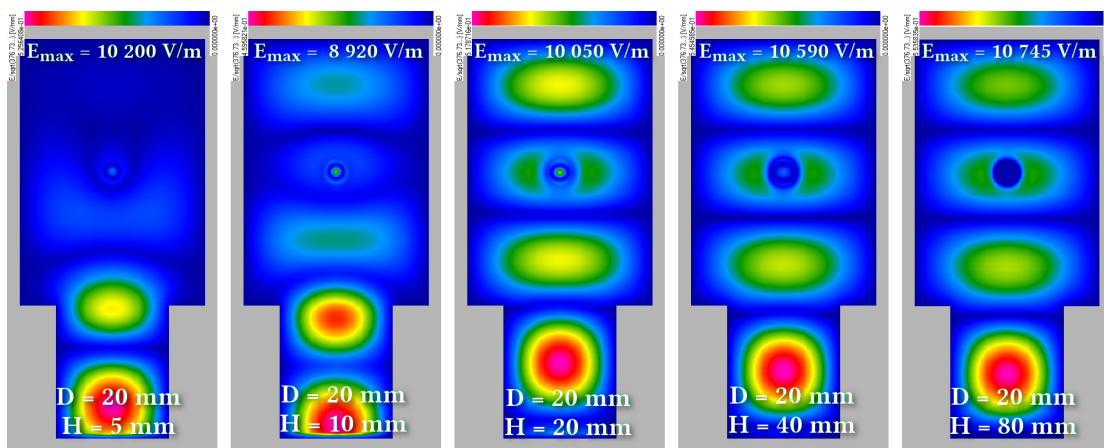


Abbildung 4.17: Einfluss des Formfaktors $D : H$ eines Zylinders (Wasser) auf das Mikrowellenabsorptionsverhalten.

Die Unterschiede in der Modenanregung (Resonanz) in der Probe bei Änderung des Aspektverhältnisses $D : H$ des Zylinders wird exemplarisch in Abbildung 4.18 verdeutlicht, in der das Ergebnis der elektrischen Feldverteilung im Resonator und in der Probe für den Durchmesser $D = 20 \text{ mm}$ bei veränderlicher Probenlänge H dargestellt ist.



(a) E -Feldverteilung

Abbildung 4.18: E -Feldverteilung für einen Zylinder mit variierendem Formfaktor $D : H$ bei konstantem Durchmesser ($D = 20 \text{ mm}$) in Resonator R1.

Die folgende Berechnung soll zeigen, ob die Orientierung gleichseitiger Zylinder im Raum Einfluss auf die Absorption hat [412]. Dafür wird ein Zylinder entlang der drei Koordinatenrichtungen

ausgerichtet und die spezifische Absorption ermittelt. Das Ergebnis ist in Abbildung 4.19 dargestellt. Beim Wechsel der Ausrichtung von y - in x -Richtung ist die Änderung gering. Etwas größer fällt dieser beim Wechsel von y - auf z -Achse aus, wenn die Probenachse in Richtung des Hohlleiters zeigt.

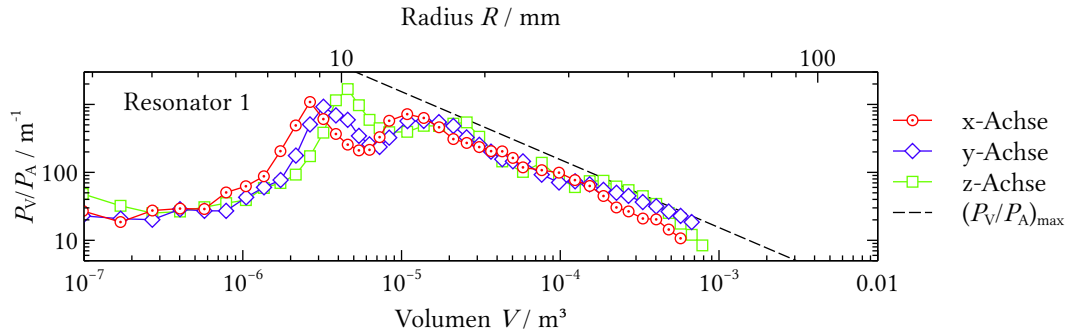


Abbildung 4.19: Einfluss der Orientierung eines Zylinders (Wasser) entlang der Koordinatenachsen auf die Absorption.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass die Höhe der absorbierten Leistung in geschlossenen Resonatoren höher ist als unter den Freifeldbedingungen der Mie-Theorie aufgrund der hohen Güte der Resonatoren. Das Beispiel Wasser zeigt mit zunehmendem Probenvolumen bzw. $x_{\text{Mie}} > 1$ eine Verstärkung der Mikrowellenabsorption und Annäherung an die maximale Absorption (100% Effizienz, vgl. [29, S. 52]). Die dielektrischen Proben wirken als erwartungsgemäß als resonante Strukturen, die durch Interferenz der eindringenden Welle Resonanzmoden in Abhängigkeit des Aspektverhältnisses und der Orientierung im Raum aufweisen. Weitere Erläuterungen und Auslegungsgrundlagen finden sich in der angegebenen Literatur. Für die zeitabhängige Simulation der Mikrowellensinterung keramischer Bauteile ist eine Berücksichtigung der Größen- und auch Dichteänderung eine wichtige Voraussetzung für die Multiphysik-Simulation, deren Umsetzung in Abschnitt 4.4 beschrieben wird.

4.3.3. Fehlerbetrachtung

Bei der numerischen Berechnung können verschiedene Fehlerursachen auftreten. Zum einen tritt bei kleinen Objekten eine starke Oberflächenkrümmung auf. Quickwave3D berücksichtigt diese Krümmung bei der Vernetzung als Treppenstufen-Modell, um den verbundenen Fehler der FDTD-Methode [288, S. 244 ff.] durch erweiterte konformale Meshbedingungen zu umgehen [414]. Das Approximieren durch abschnittsweise lineare Flächen gelingt umso besser, je mehr Stützstellen existieren, also bei kleinen Zellgrößen Δz . Bei zu grober Vernetzung gekrümmter Oberflächen entstehen aufgrund von Kanten oder Ecken numerische Fehler, die das Ergebnis beeinflussen. Auch die numerische Dispersion der FDTD-Methode wird mit einem ausreichend feinen Netz kontrolliert [287, S. 114].

Ein weiterer Fehler rührt aus der zeitlichen Mittelung der Ergebnisse bei der FDTD-Methode. Um ein stationäres Ergebnis zu erhalten, werden nach einer Initialisierungsphase die Ergebnisse mittels „Volume average“ in Quickwave3D gemittelt. Aus Erfahrung hat sich eine Mindestanzahl Iterationen von mindestens 50 000 als sinnvoll erwiesen. Durch Kontrolle der Gesamtdissipation wird geprüft, ob das Abweichung zwischen jeweils 100 Iterationsschritten kleiner 1% ist, um sicherzustellen, dass das Ergebnisse stationär ist. In manchen Fällen wurde dabei nach 50 000 Iterationen noch eine Veränderung des Mittelwertes festgestellt, sog. „späte Zeitinstabilitäten“ [285, S. 50], weshalb die Mittelung von Fall zu Fall um weitere 10 000 Iterationen verlängert wurde. Es ist nicht sichergestellt, dass in jedem Fall eine „späte Zeitinstabilität“ der Werte erkannt

wurde. Die Berechnungen wurden in der Regel ein zweites Mal durchgeführt und das Ergebnis gemittelt wurde. Nach eigenen Schätzungen liegt der Fehler hier im Bereich von etwa 2%.

Eine weitere Abweichung im Ergebnis resultiert daraus, dass zwei Verfahren zur Bestimmung der im Objekt dissipierten Leistung angewendet wurden. Die erste Methode besteht darin, über die interne Berechnung in Quickwave3D („Power, Energy and Q-Factor“) die im Gesamtmodell dissipierte Leistung zu ermitteln. Befindet sich nur ein einzelnes dielektrisch verlustbehaftetes Material im Modell, ist das Ergebnis mit der objektbezogenen Wärmedissipation identisch. Bei mehr als einem Material kann die Dichte für alle nicht in die Auswertung einbezogenen Materialien auf Null gesetzt werden und so z.B. die in der Probe dissipierte Leistung bestimmt werden. Durch Wiederholung der Simulation mit wechselndem „Einschalten“ der weiteren Materialien könnte so die dissipierte Leistung in verschiedenen Objekten ermittelt werden. Da dieses Vorgehen sehr zeitaufwändig ist, wird eine zweite Methode angewendet, bei der die dreidimensionale Feldinformation der dissipierten Leistung für das jeweilige Gebiet gespeichert und die im jeweiligen Gebiet/Objekt dissipierte Leistung in einer Tabellenkalkulation summiert wird. Da die räumliche Materialzuordnung anhand der Koordinaten aufwändig und daher angenähert bzw. vereinfacht wird, liegt die Abweichung zwischen beiden Methoden im Bereich 1-16%, und im Mittel bei etwa 3%.

Der Vergleich zwischen numerischer und analytischer Berechnung der Wärmedissipation weist einen mittleren Fehler im Bereich von 6-18% auf, wobei insbesondere der Größenbereich $d < \lambda/10$ fehlerbehaftet ist, was auf Diskretisierungsfehler aufgrund ungenügender Netzfeinheit bei kleinen Objekten zurückzuführen ist. Unter der Annahme, dass der Fehler der analytischen Berechnung vergleichsweise klein ist, unterliegt die numerische Simulation größeren Fehlern, und die Genauigkeit der numerischen Berechnungen in der vorliegenden Arbeit liegt somit im genannten Prozentbereich. Zum Vergleich sei auf [288, S. 250] verwiesen. Gute Programmkenntnisse, sorgfältige Vernetzung sowie verlässliche Stoffwerte lassen Fehler kleiner als 5% für die numerische Simulation möglich erscheinen. Andere numerische Methoden weisen keine signifikanten Vorteile gegenüber der FDTD-Methode auf, wie [288, S. 253-255] und [312, Abs. 5.5] zeigen.

4.4. Transiente Simulation der Mikrowellenerwärmung

Im nächsten Schritt wird die numerische Simulation genutzt, um die Mikrowellen-Erwärmung keramischer Objekte in einem geschlossenen Resonator zu berechnen. Der Resonator wird als isotherm und idealer elektrischer Leiter betrachtet, so dass er eine ideale Wärmesenke bzw. einen idealen Reflektor für die elektromagnetische Welle darstellt. Wandverluste in Hohlleiter und Resonator [325] werden vernachlässigt. Die Kopplung von elektromagnetischer, thermodynamischer und fluiddynamischer Simulation erfolgt gemäß der in Abschnitt 3.6 beschriebenen Methode. Im Folgenden werden die in Abschnitt 3.3 beschriebenen fünf Szenarien betrachtet:

- *Fall A*: zylindrischer Einzelkörper aus SiC freischwebend im Mikrowellenresonator R2
- *Fall B*: zylindrischer SiC-Probenkörper umgeben von thermischer Isolierung im Mikrowellenresonator R2
- *Fall C*: zylindrische ZrO₂-Probe ($D = 48$ mm, $H = 48$ mm) freischwebend in Mikrowellenresonator R2
- *Fall D*: zylindrische ZrO₂-Probe umgeben von thermischer Isolierung im Mikrowellenresonator R2
- *Fall E*: zylindrische ZrO₂-Probe umgeben von Isolierung und einem offenen Resonator aus planaren SiC-Scheiben in Applikator R2

Im ersten Schritt wird für jeden der beschriebenen Fälle die temperatur- und volumenabhängige absorbierte Leistung P_{abs} durch Mikrowellen im Probenkörper wie auch in den umgebenden

Objekten wie Isolierung und Suszeptoren berechnet. Im zweiten Schritt wird diese Information an die thermodynamische Simulation übergeben und unter der Annahme linearen Materialverhaltens das tatsächliche Aufheizen der Probe als Funktion von Ort und Zeit ermittelt. Die Aufheizrate wird über einen *PID*-Regelkreis (s. Unterabschnitt 3.6.3) eingestellt. Somit ist eine Vergleichbarkeit der betrachteten Fälle hinsichtlich notwendiger Heizenergie, auftretender Temperaturdifferenzen und, daraus abgeleitet, entstandener Thermospannungen im Erwärmungsgut gegeben.

4.4.1. Simulation der material-, temperatur- und volumenabhängigen Mikrowellendissipation

Wie bereits erläutert wird zunächst die Mikrowellendissipation des Probenzylinders schrittweise ermittelt. Dazu werden nacheinander Mikrowellensimulationen mit Quickwave3D durchgeführt, in denen die Stoffeigenschaften sowie die Volumenabnahme der Probe entsprechend der Temperatur, die in diskreten Schritten von Raum- bis zur Zieltemperatur erhöht wird, angepasst werden. Die eingestrahlte Mikrowellenleistung beträgt in allen Simulationen 200 W, die Mikrowellenfrequenz 2.45 GHz.

SiC (Fall A und B) Eine zylindrische Probe aus dichtem SiC wird mittig im Resonator platziert. Im *Fall B* kommt eine thermische Faserisolierung hinzu (KVS 400, Fa. Rath, s. auch Abbildung 3.18). Aufgrund seiner hohen Permittivität absorbiert SiC sowohl im *Fall A* wie *B* von Raumtemperatur an die Mikrowellenstrahlung gut. Mit zunehmender Temperatur nimmt dann die Absorption trotz steigender Permittivität ab. Die Isolierung, die sich um die SiC-Probe herum befindet, nimmt deutlich weniger Leistung auf, was an ihrer hohen Porosität und den geringen dielektrischen Verlusten liegt. Im *Fall B* liegt die Absorption des SiC im Vergleich zu *Fall A* etwa 16% niedriger, dafür wird ein Teil der Mikrowellenenergie in der Isolierung dissipiert.

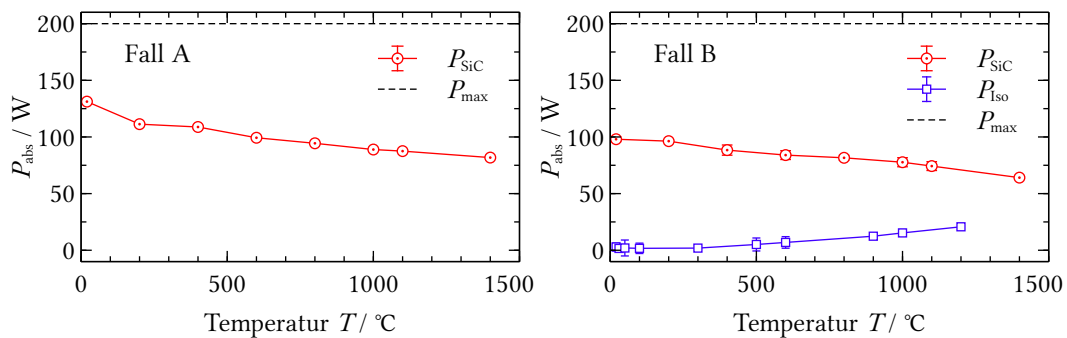


Abbildung 4.20: Ergebnis SiC Quickwave

Die elektrische Feldverteilung im Resonator, dargestellt in Abbildung 4.21 oben, bleibt bei der Erwärmung der Probe nahezu unverändert. Die elektrische Feldverteilung ergibt aus der Überlagerung ausbreitungs- und nicht-ausbreitungsfähigen Moden, sobald ein verlustbehafteter Probenkörper in den als ideal angenommen Resonator eingebracht wird. Die Resonanzfrequenz ändert sich dann gemäß $\omega_L = \sqrt{\omega_0^2 - \sigma^2}$ [415, S. 10]. Aufgrund der hohen Permittivität des SiC und der damit verbundenen geringen Eindringtiefe aufgrund des Skin-Effekts ist die Felddausbreitung innerhalb der Probe vernachlässigbar. Demzufolge wird nur eine Randzone des Probenkörpers von 1-2 mm Tiefe durch die Mikrowellen erwärmt, wie aus Abbildung 4.21 (unten) ersichtlich. Eine achsensymmetrische Energieverteilung, die als Annahme für das zweidimensionale thermische Modell getroffen wurde (vgl. Unterabschnitt 3.3.3), trifft nicht vollständig zu. An den im Bild dargestellten oberen und unteren Rand rechtwinklig zum Hohlleiter ist die Dissipation erhöht.

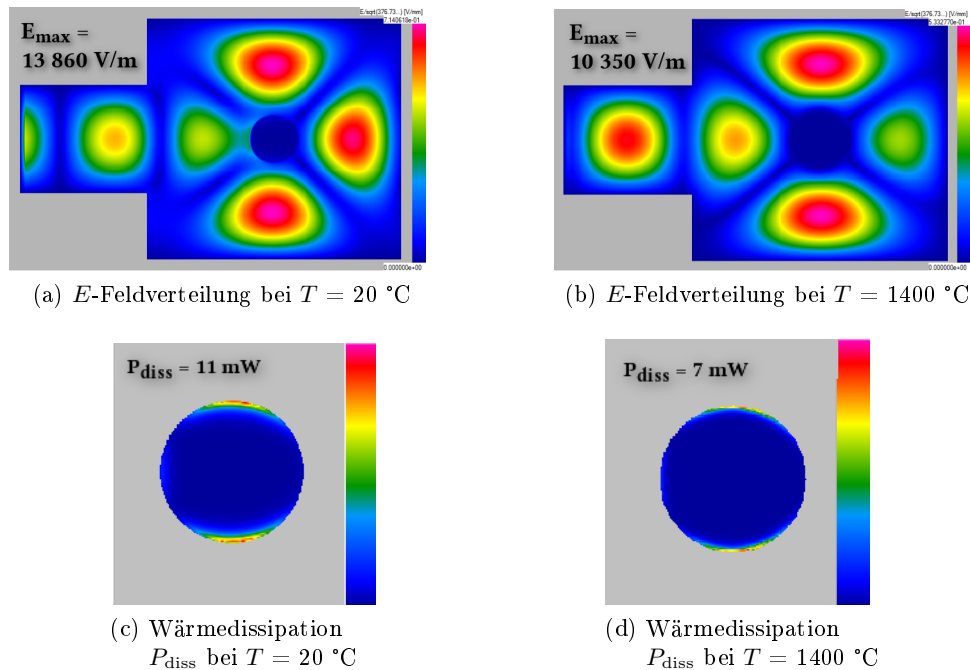


Abbildung 4.21: Elektrische Feldverteilung im Resonator (a, b) und Wärmedissipation im Probenkörper aus SiC (c, d) im *Fall A* bei 20 °C und 1400 °C.

ZrO₂ (Fall C, D und E) Die Volumenabnahme der teilverdichtete ZrO₂-Probe und die damit verbundene Verdichtung des Materials aufgrund des Sintervorgangs wird in mehreren Temperaturschritten (s. Abbildung 3.13) umgesetzt. Das Ergebnis ist in Abbildung 4.22 dargestellt. Alle drei Simulationen zeigen zu Beginn des Aufheizvorgangs eine niedrige Mikrowellenabsorption des ZrO₂-Zylinders an, die ab 300-400 °C aufgrund des Anstiegs der Permittivität des porösen ZrO₂ deutlich zunimmt. Das Maximum der Absorption wird bei etwa 1000 °C erreicht. Im *Fall C* erreicht $P_{\max} = 200$ W, was einer Effizienz von 100% entspricht. Danach sinkt die Absorption wieder. Analog zur Simulation mit SiC reduziert sich die Absorption der Probe um 15-16%, wenn die Probe isoliert wird (*Fall D*). Die Hybriderwärmung mit Suszeptorscheiben aus SiC im *Fall E* reduziert die Mikrowellenabsorption der ZrO₂-Keramik nochmals. Die SiC-Scheiben tragen eine „Grundlast“ bei der Absorption von konstant 80-100 W über dem Temperaturbereich und bestätigen das Prinzip der Suszeptorheizung bei der Mikrowellenerwärmung. So wird die Mikrowellenenergie über den Suszeptor in Form von Wärmestrahlung an das Erwärmungsgut geleitet. Die Summe aus $P_{\text{ZrO}_2} + P_{\text{Susz}}$ im *Fall E* ergibt in etwa P_{ZrO_2} aus *Fall C*.

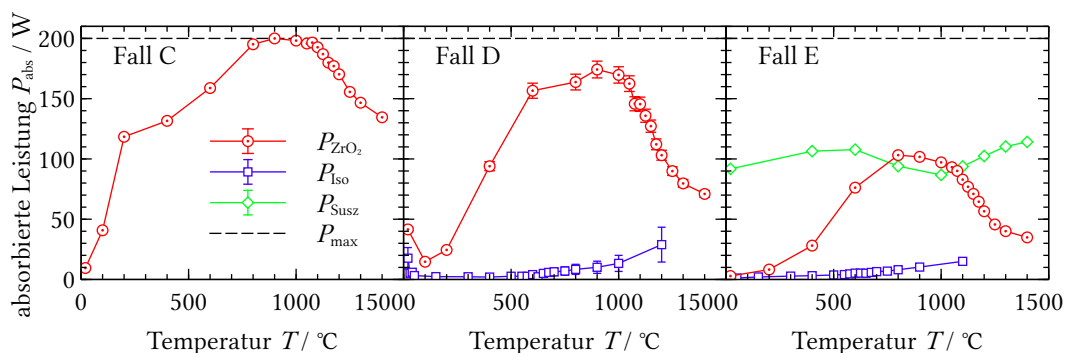


Abbildung 4.22: Mikrowellenabsorption für *Fall C* bis *E*.

Die Verteilung der elektrischen Feldstärke und der Dissipation im keramischen ZrO_2 -Probenkörper im Szenario *C* ist in Abbildung 4.23 veranschaulicht. Die Abbildung zeigt einen Schnitt durch die Resonatormitte in der x, y -Ebene, d.h. in der Draufsicht. Im Temperaturbereich 20 °C bis 1400 °C ändert sich die elektrische Feldausbreitung in Probe und Resonator (s. Abbildung 4.23a-c) wie auch die Wärmedissipation innerhalb der Probe (s. Abbildung 4.23d-f). Die Wärmedissipation nimmt mit steigender Temperatur zu. Gleichzeitig verlagert sich die Erwärmungszone von der Probenmitte nach außen, so dass ähnlich wie bei SiC bei hohen Temperaturen vor allem der Probenrand durch die Mikrowellen erwärmt wird. Die Annahme, dass die Energieverteilung durch ein rotationssymmetrisches Modell darstellbar ist, trifft im Fall von ZrO_2 nur bei bestimmten Temperaturen zu. Die Reduktion der thermischen Simulation auf ein 2D achsensymmetrisches Modell mit nur zwei Subvolumina stellt somit im ungünstigen Fall eine räumliche Vergleichmäßigung der energetischen Last dar, die nicht der tatsächlichen Situation entspricht. Hier würde sich eine Erhöhung der Objektzahl anbieten.

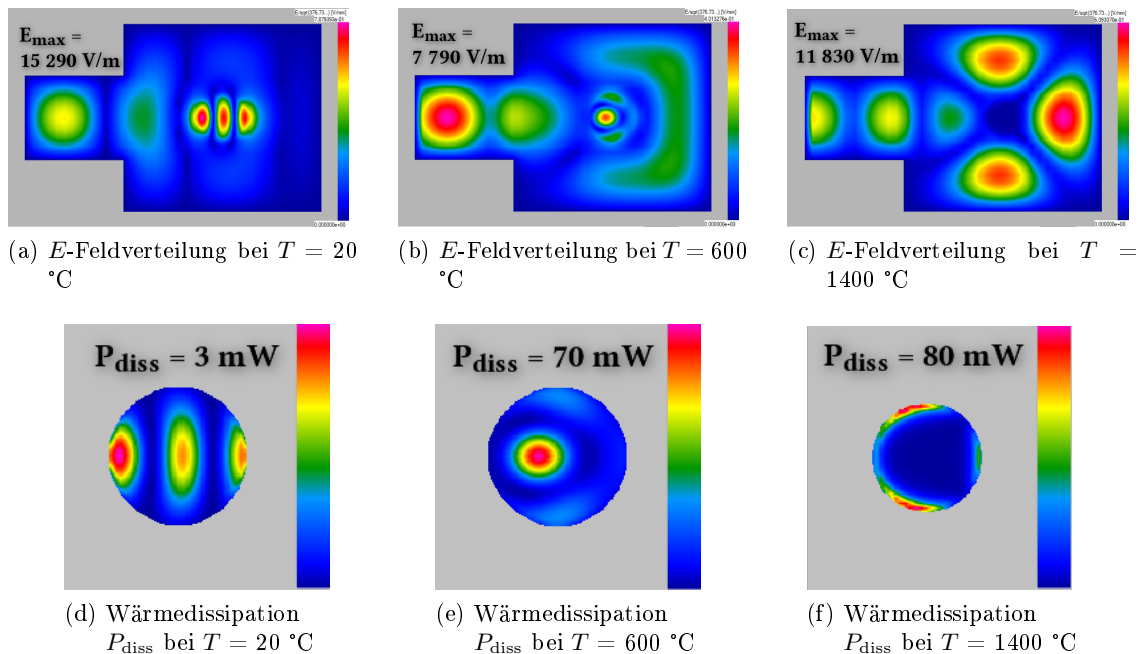


Abbildung 4.23: Fall C: Verteilung des E -Feldes im Resonator (a-c) und der Wärmedissipation im ZrO_2 -Probenkörper (d-f) als Funktion der Temperatur. Schnittebene durch Resonatormitte in der x, y -Ebene.

Die E -Feldverteilung und Dissipation in Resonator bzw. Keramik-Probe im *Fall D* und *E* bei 600 °C ist in Abbildung 4.24 als Draufsicht (a, b) und Querschnitt (c, d) dargestellt. Die Keramikprobe ist nun von einer thermischen Isolierung umgeben. Im *Fall E* befinden sich noch zusätzlich die zwei Suszeptorscheiben ober- und unterhalb der Probe. Gegenüber *Fall C* ändert sich die Feldausbreitung. Die SiC-Scheiben, die als offene Resonatoren dienen, verändern die Ausbreitung des elektrischen Feldes innerhalb des Resonators und der Probe ebenfalls, allerdings ist ihr Einfluss auf die Probe geringer als der Einfluss der Isolierung.

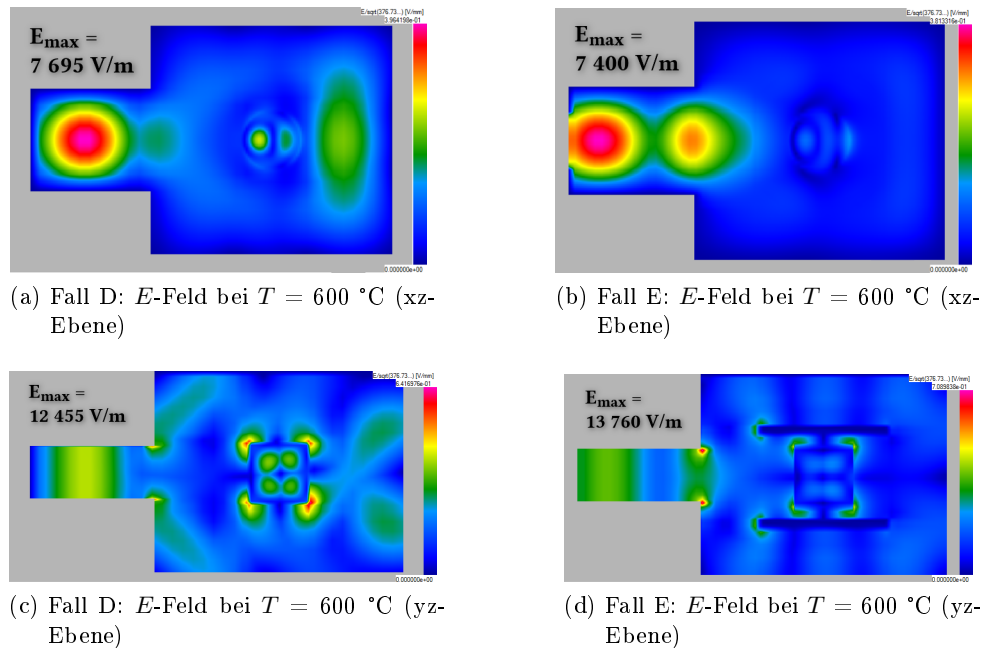


Abbildung 4.24: Verteilung des E -Feldes in Resonator und ZrO_2 -Probe für *Fall D* und *E* bei 600 °C im Quer- (a), (b) und Längsschnitt (c), (d).

4.4.2. Simulation des zeitabhängigen Aufheizverhaltens

Die absorbierte Leistung, die aus den oben beschriebenen Simulationen mit Quickwave3D gewonnen wurde, wird als skalierbare Größe in die thermische Simulation übernommen. Dazu wird die objektbezogene Absorption P in W auf das jeweilige Volumen normiert, $P_{V, \text{Objekt}}$ in W/m^3 , und in Bezug zu der in den Resonatorquerschnitt eingestrahlten Leistung P_A in W/m^2 gesetzt. Die resultierende spezifische Absorptionsrate $\left(\frac{P_V}{P_A}\right)$ wurde als Vergleichsgröße von [30, 29] eingeführt und wird hier als Leitgröße für den Wärmeeintrag durch Mikrowellen genutzt. Die folgenden Simulationen für das zeitabhängige Erwärmen der Probe verlaufen von Raumtemperatur bis 1430 °C ($\Delta T \geq 1400$ K) bzw. von 800 °C bis 1430 °C ($\Delta T > 600$ K) mit einer anschließenden Haltezeit von 50 Minuten. Die Aufheizkurven folgen vorgegebenen Heizraten. Bis auf *Fall E* werden sowohl 5 K/min als auch 20 K/min Heizrate verwendet. Ein Regelkreis kontrolliert die eingesetzte Mikrowellenleistung (vgl. Unterabschnitt 3.6.3). Als Regelgröße dient die Temperatur in der Mitte der Keramikprobe. Für die Darstellung der Temperaturverläufe wird die dimensionslose Temperatur Θ verwendet, die sich aus der Start- und Umgebungstemperatur T_∞ , der Zieltemperatur T_{Ziel} sowie der mittleren Probestemperatur $T_m(t)$ errechnet, die durch Integration über das Probevolumen ermittelt wird:

$$\Theta = \frac{T_m(t) - T_\infty}{T_{\text{Ziel}} - T_\infty} \quad \text{mit} \quad T_m(t) = \int_V T(t) dV. \quad (4.4)$$

Die folgenden Diagramme zeigen die Ergebnisse der Temperaturberechnung für *Fall A* bis *E*. Abbildung 4.25 illustriert das Aufheizprofil im *Fall A*. Für diese wie auch alle nachfolgenden Simulationen gilt, dass die jeweils vorgegebene Heizrate mit Hilfe des PID-Reglers eingehalten werden kann. Da SiC eine hohe Wärmeleitfähigkeit besitzt, wird eine sehr gute Vergleichmäßigkeit der Temperatur innerhalb der Probe erzielt, so dass sich auch die in Abbildung 4.25 verwendete mittlere Probestemperatur eng an der Solltemperatur orientiert. Die eingestrahlte Mikrowellenleistung \dot{Q}_{MW} steigt während der Erwärmung auf max. 11 kW an. Nach Erreichen

der Haltetemperatur tritt eine gedämpfte Schwingung der Mikrowellenleistung auf, die durch den PID-Regelkreis erzeugt wird und zeigt, dass die Einstellung der Regelparameter mit zunehmender Temperatur und verändertem Systemverhalten nicht ideal ist.

Unterschiede werden beim Vergleich der Heizraten und Starttemperaturen deutlich. Bei 20 °C Umgebungstemperatur ist eine Mikrowellenleistung von 11 kW notwendig, bei 800 °C Umgebungstemperatur hingegen 9 kW. Das bedeutet, durch Hybridheizen können in diesem Fall 2 kW bzw. 18% Mikrowellenleistung eingespart werden. Für eine energetische Gesamtbetrachtung muss ergänzend die Leistung für die konventionelle Heizung berücksichtigt werden. Nach [416, S. 299] kann der Wärmeverlust von elektrischen Öfen wie folgt abgeschätzt werden:

$$\dot{Q}_{\text{Verlust}} = 0.5 \cdot V^{2/3} T^{5/3} \quad (4.5)$$

Das Volumen V wird in m^3 , die Temperatur in $^{\circ}\text{C}$ angegeben. Der Wärmeverlust hat die Einheit W. Für eine Ofentemperatur von 800 °C ergibt sich für R2 mit 6.16 L Volumen ein Heizbedarf von 1.15 kW für die konventionelle Heizung. Somit bleibt ein Nettogewinn von 850 W bei Hybridheizung.

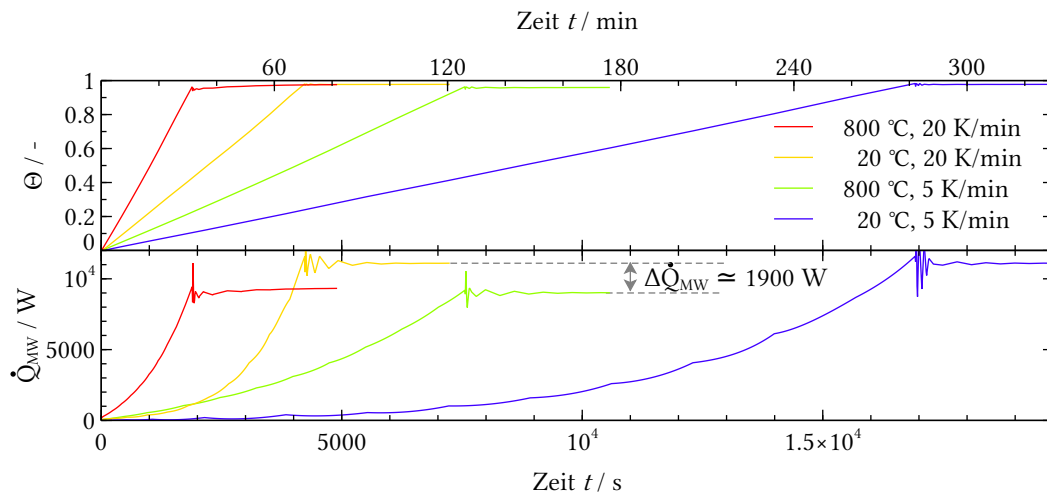


Abbildung 4.25: *Fall A*: Aufheizprofile für SiC-Zylinder ($D = H = 48 \text{ mm}$) ohne thermische Isolierung.

Bei *Fall B* muss aufgrund der thermischen Isolierung deutlich weniger Mikrowellenleistung zum Heizen aufgebracht werden: bei $T_{\infty} = 20^{\circ}\text{C}$ beträgt $\dot{Q}_{\text{MW}} = 1335 \text{ W}$ in der Haltephase, und bei 800 °C beträgt sie 745 W. Die Hybridheizung reduziert die Mikrowellenleistung um 590 W, die den Heizbedarf für die konventionelle Heizung in diesem Fall nicht kompensiert.

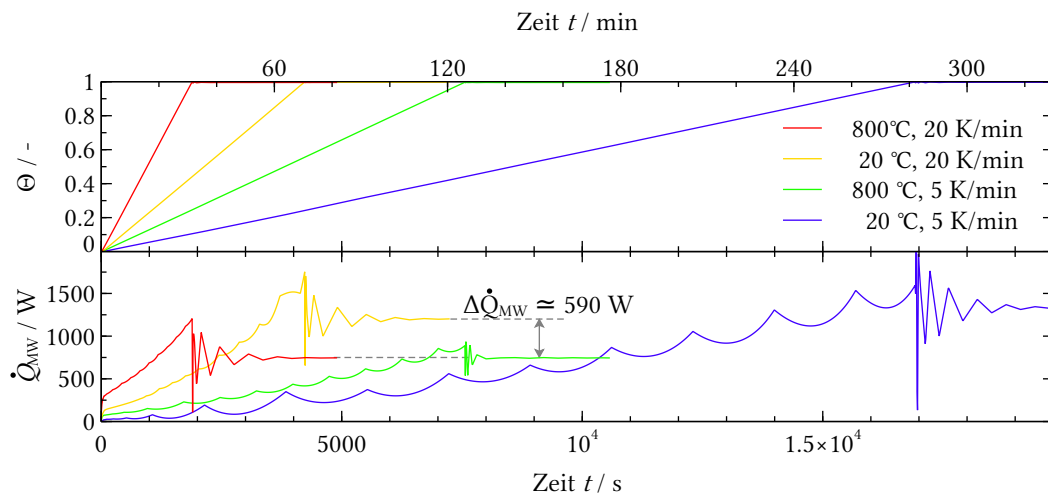


Abbildung 4.26: *Fall B*: Aufheizprofile für SiC-Zylinder ($D = H = 48$ mm) mit thermischer Isolierung.

Mit den nächsten Diagrammen erfolgt der Wechsel von SiC zu ZrO_2 . Der Temperaturverlauf des Aufheizvorgangs wird wieder mit Hilfe der dimensionslosen Temperatur $\Theta(t)$ dargestellt (s. Abbildung 4.27). Die ZrO_2 -Probe weist aufgrund ihrer (anfänglichen) Porosität und im Vergleich mit seiner zu SiC geringeren Wärmeleitfähigkeit höhere innere Temperaturdifferenzen auf. Deshalb ist der Verlauf der mittleren dimensionslosen Temperatur Θ über die Zeit t nicht so linear wie im Fall von SiC. Mit Beginn der Verdichtung bei etwa 900 °C tritt ein Knick im Verlauf von Θ auf, der auf die zunehmende Verdichtung und höhere Wärmeleitung im Inneren hindeutet. Die Mikrowellenleistung beträgt für die nicht-isolierte ZrO_2 -Probe ohne Hybridheizung ($T_\infty = 20$ °C) etwa 2700 W und mit Hybridheizung ($T_\infty = 800$ °C) etwa 2215 W. Die Differenz beträgt 485 W, welche nicht durch den Heizbedarf für die konventionelle Heizung (1.15 kW) kompensiert wird.

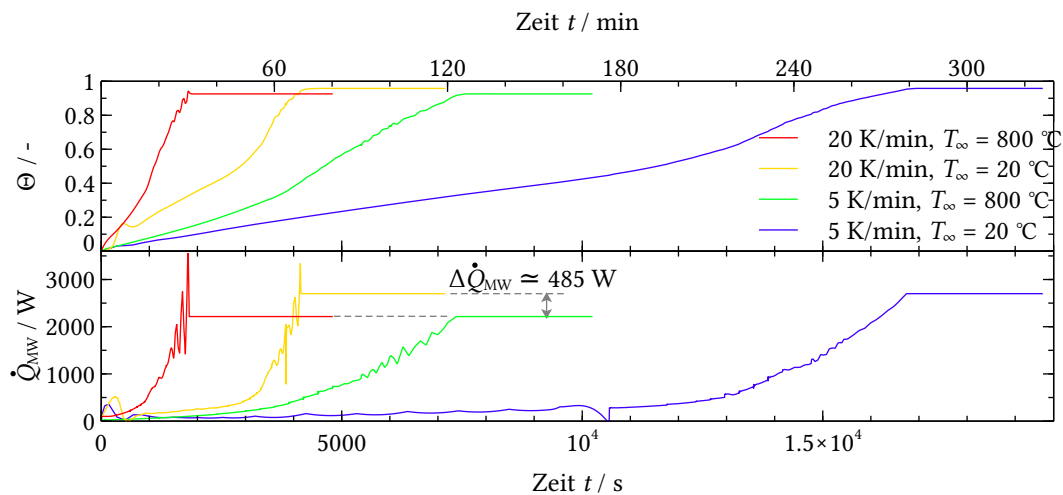


Abbildung 4.27: *Fall C*: Zeitlicher Verlauf des Aufheizprofils und der Mikrowellen-Heizleistung für die ZrO_2 -Probe ohne Isolierung.

Wie zuvor bei der SiC-Probe wird eine thermische Isolierung im *Fall D* um die ZrO_2 platziert. Im Vergleich zu SiC kann die Leistungsaufnahme der ZrO_2 -Probe durch die Isolierung deutlich gesenkt werden (s. Abbildung 4.28). So benötigt die Mikrowellenheizung ohne Hybridheizung ($T_\infty = 20$ °C) etwa 1000 W, gegenüber 2700 W für die nicht isolierte Probe im *Fall C*. Die

Leistungsaufnahme mit Hybridheizung ($T_\infty = 800\text{ °C}$) beträgt 640 W. Die Differenz von 360 W kompensiert nicht den Heizbedarf für das Hybridheizen (1150 W).

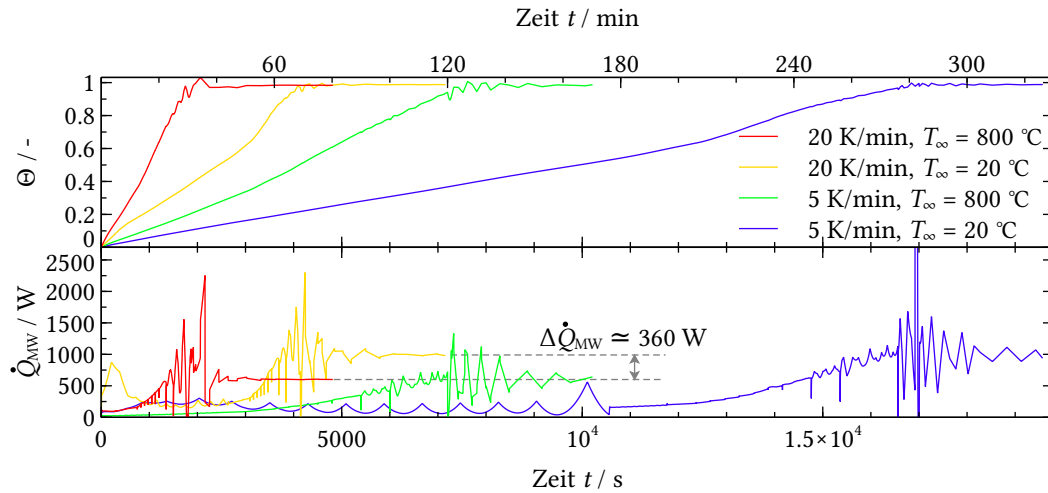


Abbildung 4.28: *Fall D*: Zeitlicher Verlauf des Aufheizprofils und der Mikrowellen-Heizleistung für die ZrO_2 -Probe mit Isolierung.

Ergänzend zur Isolierung wird im *Fall E* innerhalb der Isolierkammer ober- und unterhalb der Probe jeweils eine Scheibe aus SiC als Suszeptor und offener Resonator vorgesehen. Die thermische Last wird erhöht. Mit den SiC-Scheiben befindet sich zudem ein guter Mikrowellenabsorber im Resonator. Abbildung 4.29 präsentiert den Temperatur- und Leistungsverlauf für den Aufheizvorgang (im *Fall E* wurde nur mit 5 K/min Heizrate gerechnet). Wie zuvor in *Fall C* und *D* gibt es einen kleinen Knick in der Aufheizkurve bei 900 °C aufgrund der zunehmenden Wärmeleitfähigkeit innerhalb der Probe. Die Leistungsaufnahme bei $T_\infty = 20\text{ °C}$ beträgt 1150 W, bei $T_\infty = 800\text{ °C}$ beträgt sie 740 W. Die Differenz von 310 W kann den Heizbedarf für die konventionelle Zusatzheizung (1150 W) wiederum nicht ausgleichen.

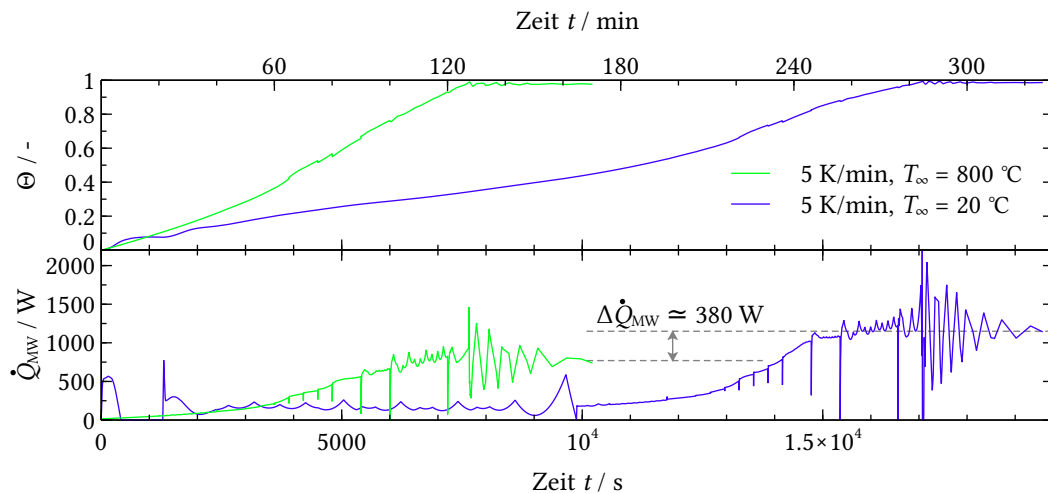


Abbildung 4.29: *Fall E*: Zeitlicher Verlauf des Aufheizprofils und der Mikrowellen-Heizleistung für die ZrO_2 -Probe mit Isolierung und offenem Resonator aus SiC-Suszeptoren.

In Abbildung 4.30 sind die Ergebnisse in Bezug auf die aufgewendete Heizenergie $E_{\text{MW}} = \int_0^{t^*} P dt$ zusammengefasst, wobei t^* den gesamten Heizvorgang vom Startpunkt bis zur Zieltemperatur, einschließlich Haltezeit umfasst. Die Heizenergie sinkt zum einen mit steigender Heizrate, zum

anderen zeigen sowohl Isolierung als auch Hybridheizung eine reduzierende Wirkung auf den Energiebedarf.

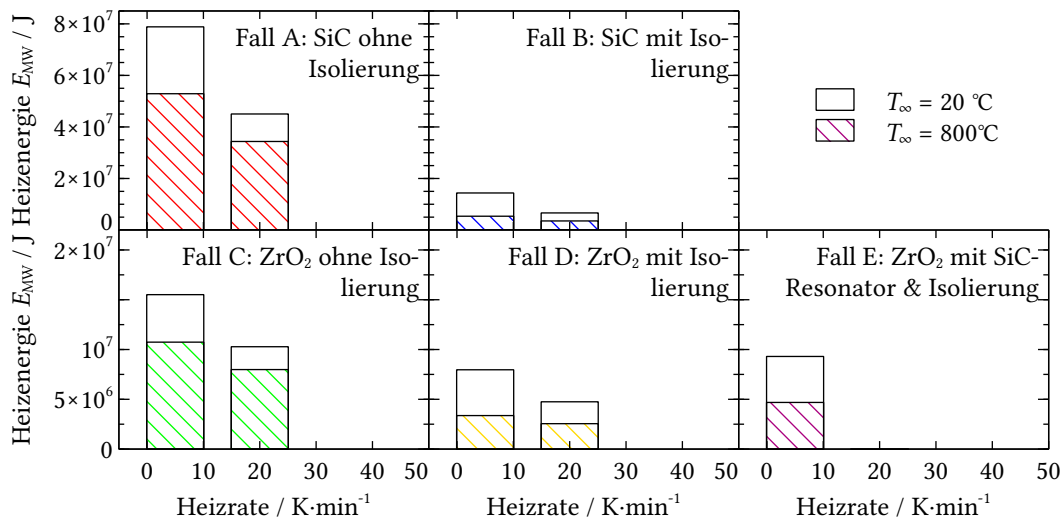


Abbildung 4.30: Vergleich der benötigten Mikrowellenenergie

Für eine Evaluierung der Effizienz der Mikrowellenerwärmung wird der zeitlich gemittelte Wirkungsgrad $\langle \eta \rangle$ der mikrowellen-beheizten Probe wie folgt aus dem Quotienten aus absorbierter und eingesetzter Mikrowellenenergie errechnet:

$$\langle \eta \rangle = \frac{\frac{1}{t^*} \int_0^{t^*} P_{\text{Probe}} dt}{\frac{1}{t^*} \int_0^{t^*} P_{\text{MW}} dt}. \quad (4.6)$$

Tabelle 4.1 stellt die resultierenden Wirkungsgrade zusammen. Bei den nicht-isolierten, nicht-hybridbeheizten Proben beträgt der Wirkungsgrad bei SiC 39-40%, bei ZrO₂ 58-59%. Die konsekutive Hybridheizung führt zu einer leichten Effizienzsteigerung sowohl bei nicht-isoliertem SiC als auch bei ZrO₂. Nach Isolieren der Proben hat die konsekutive Hybridheizung nur geringen steigernden, z.T. sogar retardierenden Effekt auf den Wirkungsgrad. Der Vergleich von isolierten und nicht-isolierten Proben zeigt zudem einen deutlichen Rückgang des Wirkungsgrads bei Isolation auf, welcher in Verbindung mit der reduzierten Mikrowellenabsorption in Abbildung 4.20 und Abbildung 4.22 zu sehen ist. Im *Fall E* mit Isolierung, konsekutiver Hybrid- und Suszeptorheizung beträgt der Wirkungsgrad der Probenerwärmung nur ein Fünftel bis Viertel des Wirkungsgrads der nicht-isolierten Probe.

Tabelle 4.1: Effizienz $\langle \eta \rangle$ der Mikrowellenbeheizung im zeitlichen Mittel bezogen auf die SiC- bzw. ZrO₂-Probe bei den betrachteten Modellvariationen.

Werkstoff	SiC		ZrO ₂	
	5 K/min	20 K/min	5 K/min	20 K/min
Probe nicht isoliert	39.8%	38.7%	57.9%	58.8%
+kons. Hybridheizung	40.6%	40.1%	66.7%	64.1%
Probe mit Isolierung	30.4%	34.7%	42.9%	39.0%
+kons. Hybridheizung	33.7%	33.1%	42.1%	39.1%
+Suszeptorheizung	—	—	15.2%	—
+kons. HH. + Suszeptor	—	—	13.8%	—

Bei der Prozessauslegung sind energieeffiziente Prozesse ein wichtiges Ziel. Ein weiteres essentielles Ziel der Erwärmung/Sinterung keramischer Bauteile ist deren Rissfreiheit. Da schnelle (Mikrowellen-)Aufheizprozesse zu thermisch induzierter Rissbildung aufgrund von Wärmespannungen führen können, vgl. [73], werden nachfolgend die Wärmespannungen im Bauteil gemäß den Berechnungsgrundlagen auf Seite 68 als Funktion der Temperatur untersucht, um die Bedingungen zur Vermeidung von Bauteilrissen zu evaluieren.

4.4.3. Berechnung der thermischen Spannungen beim Mikrowellenerwärmen

Ein wichtiges Kriterium für die Rissfreiheit sind Temperaturgradienten im Bauteil bei Erwärmung. Abbildung 4.31 stellt die zeitlich und räumlich durch Integration gemittelten Temperaturgradienten für die Fälle A bis E zusammen. Die isolierten Proben weisen geringere Temperaturgradienten im Vergleich mit den nicht-isolierten Proben auf. Bei SiC sind die Temperaturgradienten aufgrund der höheren Wärmeleitfähigkeit von SiC im Vergleich zu ZrO₂ deutlich geringer. Erwartungsgemäß steigt bei den SiC-Proben mit zunehmender Heizrate der Temperaturgradient innerhalb der Probe, während beim isolierten ZrO₂ kein nennenswerter Unterschied in den Temperaturgradienten bei 5 K/min und 20 K/min Heizrate festzustellen ist. Die Hybridheizung führt bei SiC zu höheren Temperaturgradienten. Dagegen können bei ZrO₂ niedrigere Temperaturgradienten durch Hybridheizen erzielt werden.

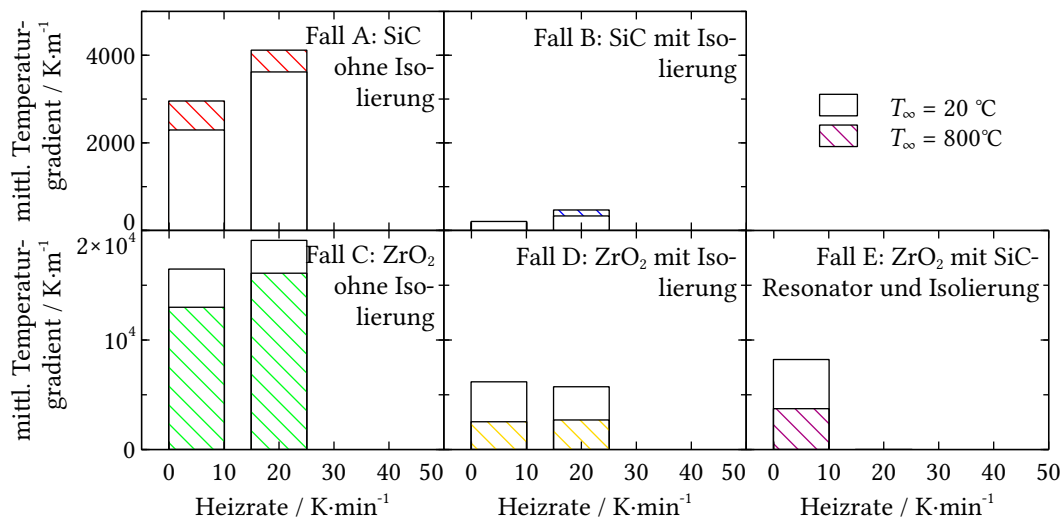


Abbildung 4.31: Vergleich der auftretenden mittleren Temperaturgradienten in den SiC- und ZrO₂-Proben.

Die Risswahrscheinlichkeit soll mit Hilfe des Thermoschockparameters R_s abgeschätzt werden. Die folgenden Berechnungen konzentrieren sich dabei auf die Fälle C bis E, da die poröse ZrO₂-Keramik, wie oben gezeigt, die größeren Temperaturgradienten und damit ein erhöhtes Rissrisiko aufweist. Im Abschnitt 3.7.2 wurden die mechanischen Eigenschaften von ZrO₂ und der Einfluss der Porosität auf diese beschrieben. Das Risiko für eine Rissinitiierung und -ausbreitung wird hier über den Thermoschockparameter R_s [380] abgeschätzt (s. Gleichung 3.32). Überschreitet die Temperaturdifferenz ΔT_{krit} innerhalb des Bauteils den Thermoschockparameter R_s , ist Thermoschock und somit eine Rissbildung wahrscheinlich. Es gilt somit:

$$R_s \begin{cases} > \Delta T_{\text{krit}} & \text{thermoschockbeständig} \\ < \Delta T_{\text{krit}} & \text{Thermoschockrisiko gegeben} \end{cases} \quad (4.7)$$

Die kritische Temperaturdifferenz ΔT_{krit} wird für einen Vollzylinder aus der mittleren Temperatur T_m und der Oberflächentemperatur T_s an der Stirnseite gebildet [381]. Die folgenden Abbildungen zeigen den Verlauf von R_s und ΔT_{krit} als $f(t)$ während des Erwärmungsvorgangs. Zu Beginn verläuft R_s bei allen Simulationsfällen oberhalb von ΔT_{krit} , weil Elastizitätsmodul und Biegefestigkeit im unteren Temperaturbereich entsprechend groß sind. Mit zunehmender Temperatur sinken beide Materialkennwerte (s. Abbildung 3.21), während die Temperaturgradienten im Bauteil steigen.

Der *Fall C* wird in Abbildung 4.32 dargestellt. Bei 5 K/min Heizrate und $T_\infty = 20^\circ\text{C}$ kreuzen sich die beiden Kurven nach 160 Min. Die Temperatur der Probe beträgt $\approx 600^\circ\text{C}$. Im weiteren Erwärmungsverlauf unterschreitet R_s die kritische Temperaturdifferenz, so dass eine Rissausbildung sehr wahrscheinlich wird. Ein ähnlicher Verlauf stellt sich bei Hybridheizung mit $T_\infty = 800^\circ\text{C}$ ein. Der Zeitpunkt der Unterschreitung von ΔT_{krit} erfolgt hier bei 60 Min ($\approx 900^\circ\text{C}$). Im Vergleich zu 5 K/min Heizrate ist der Verlauf bei 20 K/min ungünstiger, denn R_s unterschreitet noch früher ΔT_{krit} . *Fall C*, die Mikrowellen-Erwärmung von ZrO_2 ohne Maßnahmen zur Temperaturhomogenisation, ist somit für das Mikrowellensintern von ZrO_2 ungeeignet.

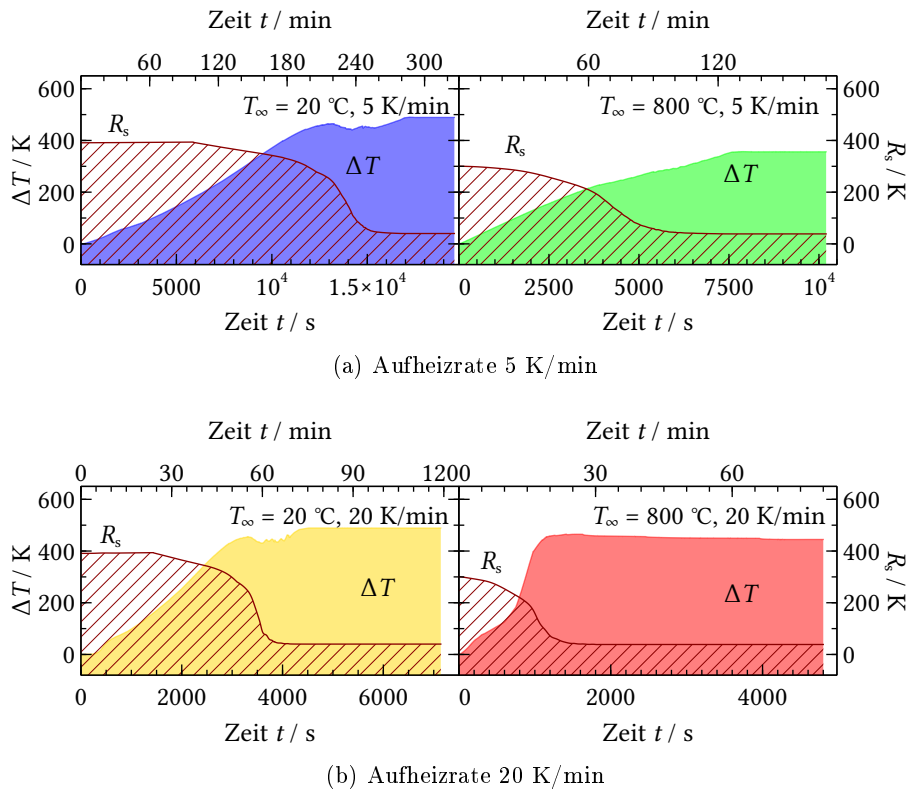


Abbildung 4.32: Vergleich des Temperaturgradienten ΔT_{krit} und des Thermoschockparameters R_s für *Fall C*: zylindrische ZrO_2 -Probe ohne Isolierung bei zwei Aufheizraten.

Positiver fällt das Ergebnis im *Fall D* aus (s. Abbildung 4.33). Bei 5 K/min und $T_\infty = 20^\circ\text{C}$ unterschreitet R_s den Verlauf von ΔT_{krit} erst nach 210 Min ($\approx 950^\circ\text{C}$), bei $T_\infty = 800^\circ\text{C}$ nach 80 Min ($\approx 1250^\circ\text{C}$). Der Abstand der beiden Kurven nach der Unterschneidung ist zudem gering, was auf beide Heizraten gleichermaßen zutrifft und das Ergebnis in Abbildung 4.31 bestätigt. Durch Hybridheizung kann der Abstand der Kurven für R_s und ΔT_{krit} nochmals verringert werden, so dass die Risswahrscheinlichkeit deutlich geringer wird. Die Isolierung sorgt für eine Homogenisierung der Temperaturverteilung und ermöglicht auch höhere Aufheizraten bei gleicher Risswahrscheinlichkeit.

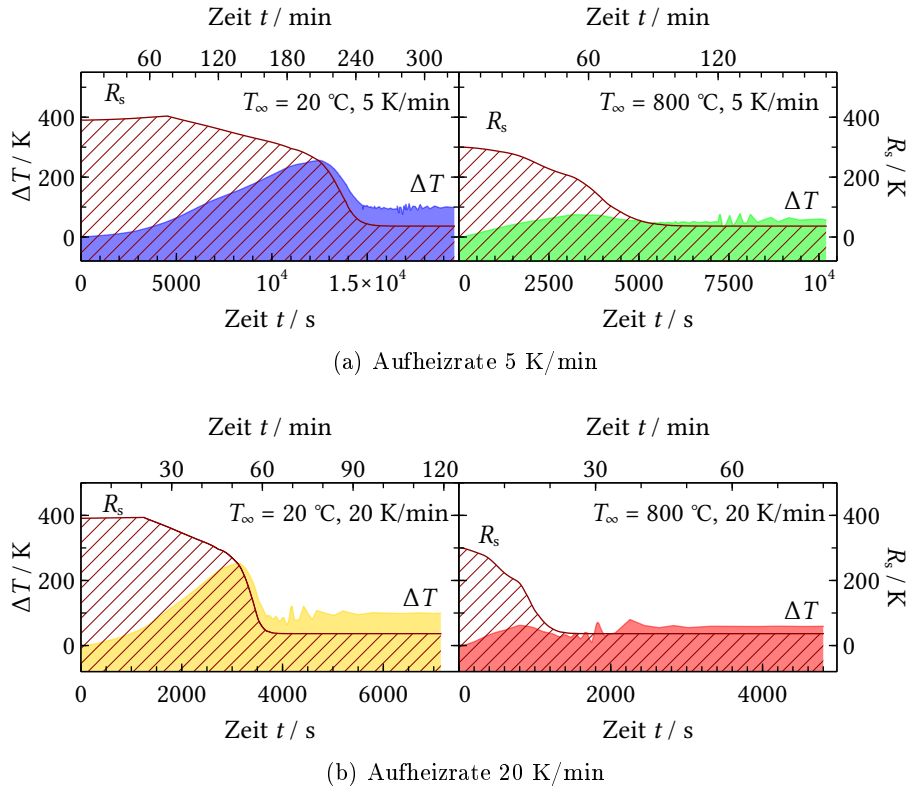


Abbildung 4.33: Vergleich des Temperaturgradienten ΔT_{krit} und des Thermoschockparameters R_s für *Fall D*: zylindrische ZrO_2 -Probe mit thermischer Isolierung bei zwei Aufheizraten.

Bei *Fall E* ist der Verlauf von R_s und ΔT_{krit} ohne Hybridheizung etwas ungünstiger als im *Fall D* (vgl. Abbildung 4.34 und Abbildung 4.33). Erst bei Hybridheizung ($T_\infty = 800\text{ °C}$) bleibt im *Fall E* der Thermoschockparameter R_s während des gesamten Heizvorgangs, mit Ausnahme von ein paar kurzzeitigen regelungsbedingten Überschwingern zwischen 120 und 140 min, knapp oberhalb der Risschwelle ΔT_{krit} .

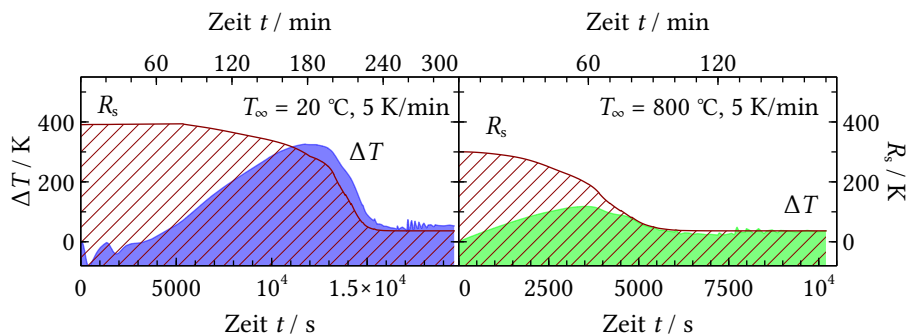


Abbildung 4.34: Vergleich des Temperaturgradienten ΔT_{krit} und des Thermoschockparameters R_s für *Fall E*: zylindrische ZrO_2 -Probe mit thermischer Isolierung und SiC-Suszeptoren bei einer Aufheizrate von 5 K/min.

Die vorgestellten Ergebnisse stellen eine Möglichkeit für eine Abschätzung der Wärmespannungen im Bauteil dar. Mit Hilfe der numerischen Simulation ist es möglich, die Spannungsberechnung in die multiphysikalische Berechnung einzubeziehen, um zu einer detaillierten, orts aufgelösten

Spannungsverteilung im Bauteil zu kommen.

4.4.4. Temperaturverteilung und Wärmeströme

Nach Betrachtung der globalen Kennwerte der Mikrowellenerwärmung soll abschließend ein Blick auf die ortsaufgelöste Wärme- und Temperaturverteilung geworfen werden. Die Wechselwirkungen der Wärmeströme werden exemplarisch für *Fall D* und *E* (Heizrate 5 K/min, $T_\infty = 20^\circ\text{C}$) veranschaulicht, um das Wirken des Modells zu verdeutlichen.

Abbildung 4.35 zeigt eine Serie der lokalen Temperaturverteilung für *Fall D* in 40 Minuten-Schritten, wobei der letzte Zeitschritt um 10 Minuten vorgezogen wurde ($t = 270$ min), um den Temperaturschwingungen des Reglers auszuweichen. Die Diagramme zeigen durch die Farbgebung die lokale Temperatur, die Pfeile zeigen die Strömungsgeschwindigkeit in der umgebenden Luft an. Aus der Bilderserie wird zunächst der volumetrische Energieeintrag der Mikrowellenstrahlung in die Probe deutlich. Mit steigender Probentemperatur verlagert sich die Dissipationszone von der Mitte gleichmäßig auf die gesamte Probe ($t = 240$ Min.). Mit Annäherung an die Zieltemperatur bei $t \geq 270$ min erfolgt eine verstärkte Erwärmung der Probenseite.

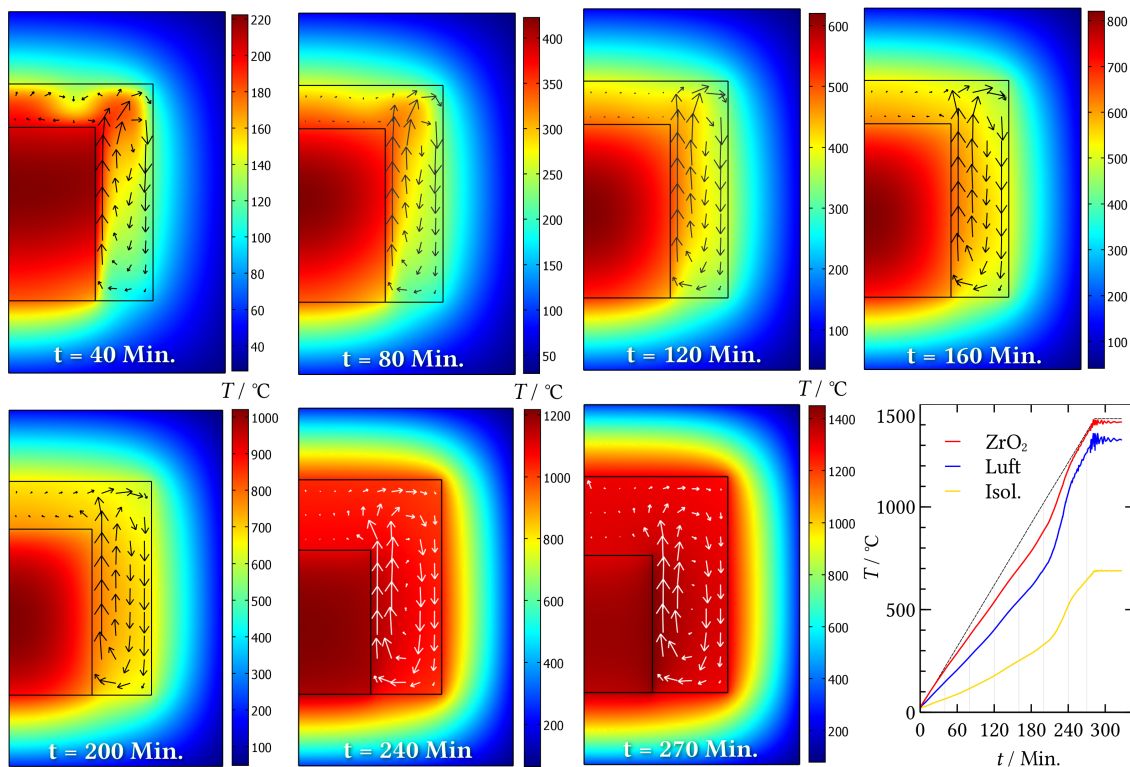


Abbildung 4.35: Temperaturverteilung in $^\circ\text{C}$ (gekennzeichnet durch Farbskala) und Luftbewegung (gekennzeichnet durch Vektorpfeile) innerhalb des Isolier-Caskets für *Fall D* bei $T_\infty = 20^\circ\text{C}$ und 5 K/min Aufheizrate in Zeitschritten von 40 Minuten.

Die Isolierung wird vor allem durch die von der Probe abgegebene Wärme geheizt. Zu Beginn des Aufheizprozesses ($t = 40 \dots 120$ Min.) wird die Verlustwärme der Probe vor allem durch freie Konvektion und Wärmeleitung der umgebenden Luft abtransportiert. Bei 240 min hat die Temperatur der Probenoberfläche mehr als 1000°C erreicht. Die Wärmestrahlung nimmt nun einen überwiegenden Anteil bei der Wärmeabgabe der Probe ein. Dabei schrumpft die Probe durch die Verdichtung des ZrO_2 und die Wärmeleitfähigkeit in der Probe steigt (s. Abbildung 4.36).

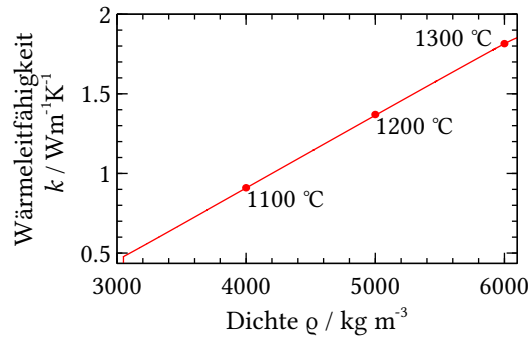


Abbildung 4.36: Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von der zunehmenden Dichte des ZrO_2 während der Sinterung.

Durch die Volumenabnahme der Probe während des Sinterns wird die wärmeübertragende Fläche nach außen kleiner. Dadurch kann die ZrO_2 -Probe den Wärmeverlust begrenzen und die innere Wärme besser vergleichmäßigen, wodurch die Abnahme von ΔT_{krit} nach Erreichen eines Maximums in Abbildung 4.33 und Abbildung 4.34 erklärbar wird. Zur Verdeutlichung der lokalen dissipierten Mikrowellenleistung stellt Abbildung 4.37 in gleicher zeitlicher Reihung wie oben den Verlauf der Absorption dar. Die Farbcodierung kennzeichnet die Intensität der dissipierten, volumensspezifischen Mikrowellenleistung P_V , die Pfeile zeigen Intensität und Richtung des Gesamtwärmefflusses \dot{Q} an. Das Diagramm rechts unten verdeutlicht die Aufteilung der absorbierten Leistung auf ZrO_2 -Probe (rot) und Isolierung (gelbe Linie). Die hellrote Fläche kennzeichnet den in der Probenmitte absorbierten Anteil der Mikrowellenleistung.

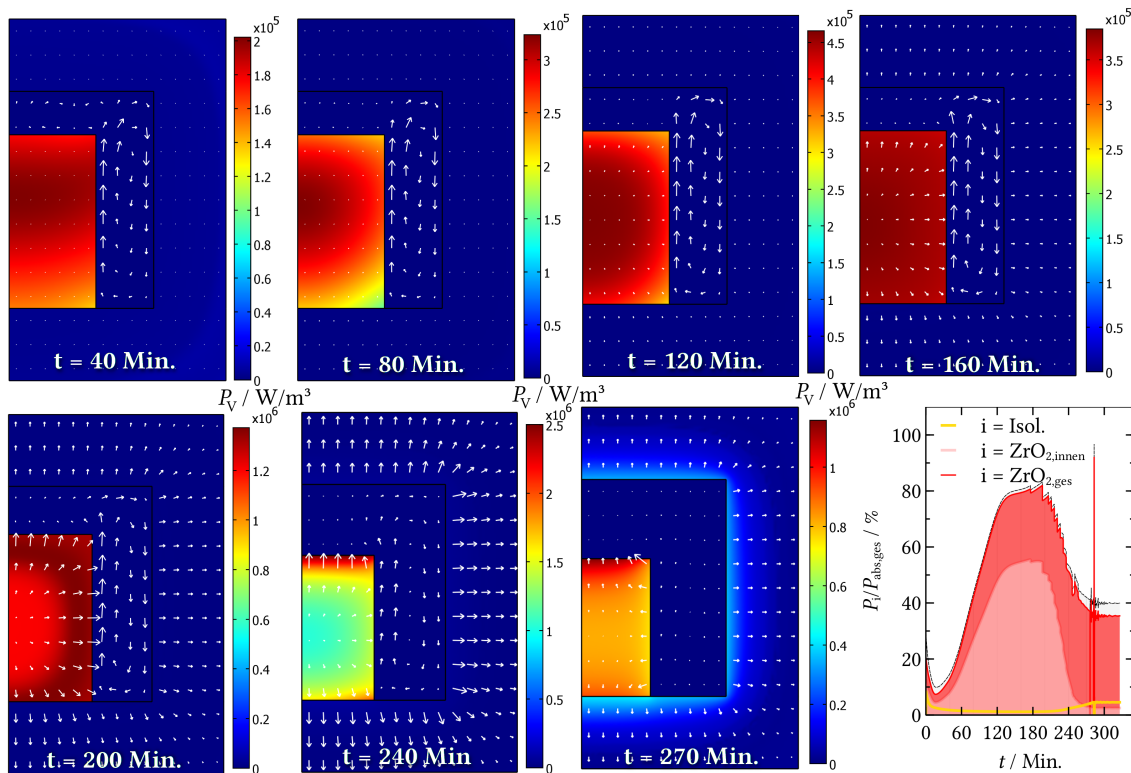


Abbildung 4.37: Wärmedissipation durch Mikrowellenstrahlung in W/m^3 und Gesamtwärme-
strom (Vektorpfeile) innerhalb des Isolier-Caskets für *Fall D* bei $T_{\infty} = 20^{\circ}\text{C}$
und 5 K/min Aufheizrate in Zeitschritten von 40 Minuten.

Etwas anders stellt sich die Temperatur- und Wärmeverteilung im *Fall E* dar. Im Unterschied zu den vorangegangenen Fällen werden die Modell-Objekte in weitere Subvolumina unterteilt. Die ZrO_2 -Probe besteht nun aus vier Subvolumen (oben, Mitte, unten, außen) anstelle von zuvor zwei (Mitte und Zylindermantel). Jedem Subvolumen wird ein spezifischer temperaturabhängiger Absorptionsterm $\left(\frac{P_V}{P_A}\right)_i$ zugewiesen. Neben der ZrO_2 -Probe befinden sich zwei SiC-Suszeptoren ober- und unterhalb der Probe, die ebenfalls einen Teil der zur Verfügung stehenden Mikrowellenleistung absorbieren. Die ZrO_2 -Probe wird auf einen kleinen Sockel aus Isoliermaterial mittig zwischen den Suszeptorscheiben platziert. Das Zusammenspiel von Suszeptoren und Probe wird in Abbildung 4.38 deutlich. Zu Beginn der Erwärmung werden vor allem die SiC-Suszeptoren durch Mikrowellen erwärmt. Von dort wird ein Teil der Wärme über Konvektion im Innenraum des Casket verteilt. Die Strahlung spielt in diesem Temperaturbereich ($< 300\text{ °C}$) eine untergeordnete Rolle. Nach 80 min hat sich eine relativ gleichmäßige Temperaturverteilung zwischen Suszeptoren und Probe eingestellt. Die Probertemperatur liegt zwischen $400\text{--}500\text{ °C}$, und die ZrO_2 -Probe absorbiert ihrerseits verstärkt Mikrowellenleistung (vgl. Abbildung 4.22), so dass zwischen 120 und 200 min ein Absorptionsmaximum bei der ZrO_2 -Probe vorliegt. Ab $t = 240\text{ min}$ vergleichmäßig sich das Temperaturfeld innerhalb des Caskets und die Wärmestrahlung nimmt wieder eine dominierende Rolle beim Wärmetransfer ein. Das Temperaturdiagramm rechts unten verdeutlicht, dass die ZrO_2 -Probe ab der 60. Minute wärmer ist als die Umgebung, und unterstreicht den hybriden Charakter der Erwärmung.

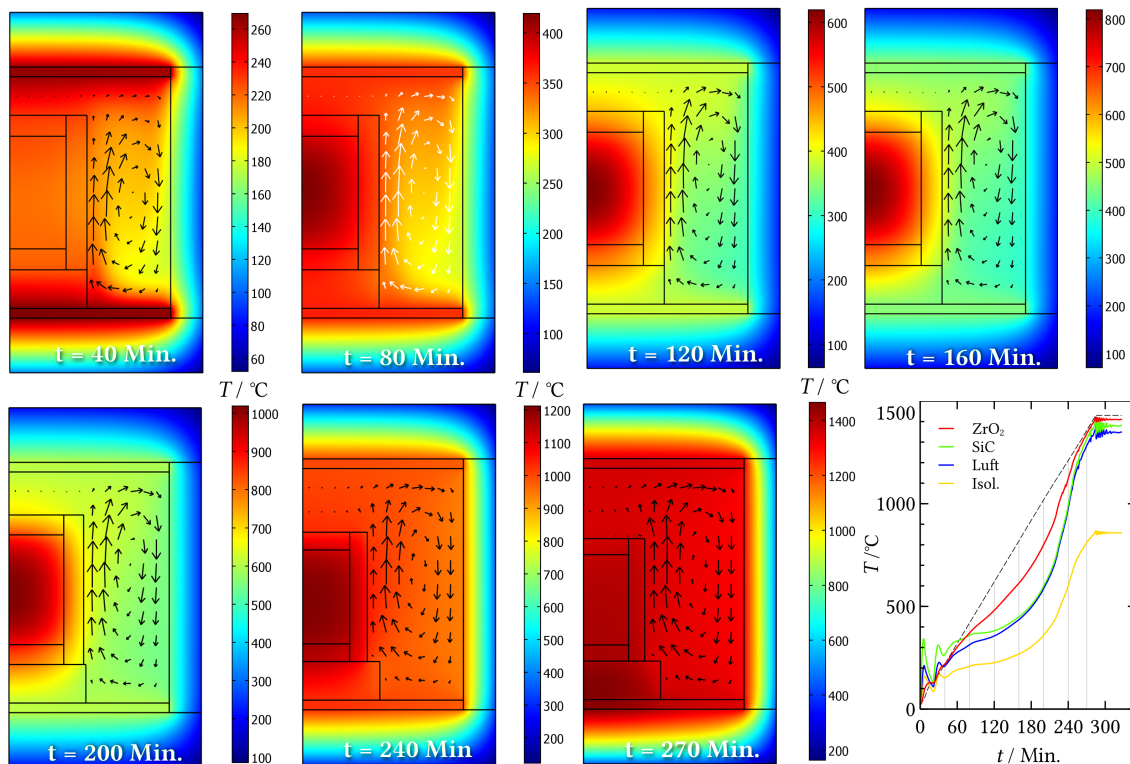


Abbildung 4.38: Temperaturverteilung in $^{\circ}\text{C}$ (gekennzeichnet durch Farbskala) und Luftbewegung (gekennzeichnet durch Vektorpfeile) innerhalb des Isolier-Caskets für *Fall E* bei $T_{\infty} = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ und 5 K/min Aufheizrate in Zeitschritten von 40 Minuten.

Die Verteilung der Wärmedissipation und die Wärmestromrichtung für *Fall E* wird in Abbildung 4.39 dargestellt. Zu allen Zeitpunkten absorbieren die Suszeptoren die meiste Mikrowellenenergie. Die ZrO_2 -Probe koppelt ab 120 Minuten ($\approx 450\text{ }^{\circ}\text{C}$) erkennbar an. Der Schwerpunkt der Absorption liegt dabei zunächst in der Probenmitte und verschiebt sich mit zunehmender Temperatur nach

5. Diskussion

Nachfolgend werden die analytisch wie numerisch ermittelten Ergebnisse zur Mikrowellenabsorption diskutiert und verglichen. Dabei soll untersucht werden, welchen Einflüssen die Mikrowellenabsorption im Fernfeld und im geschlossenen Resonator unterliegt. Die daraus abgeleiteten Erkenntnisse fließen in die Simulation des Aufheizvorgangs keramischer Proben ein. Die Bewertung hinsichtlich des energetischen Wirkungsgrads und der Wärmespannungen erfolgt auf Basis dieser Berechnungen.

5.1. Kategorisierung des Mikrowellenabsorptionverhaltens von Dielektrika

Für die Anwendung der analytischen Lösung der Maxwell-Gleichungen nach MIE wurde der BHMIE-Code aus [16, 282] in die Sprache R portiert, modifiziert und zur Berechnung der Absorptionseffizienz Q_{abs} im Fernfeld angewendet. Dazu wurden aus Literaturdaten temperatur- und teilweise auch frequenzabhängige komplexe Permittivitätswerte für ausgewählte Materialien zusammengestellt und die Absorptionseffizienz Q_{abs} für homogene, isotrope kugelförmige Objekte über einen weiten Volumen- bzw. Radienbereich bei Bestrahlung mit Mikrowellen ermittelt.

Die in Abschnitt 4.2 vorgestellten Ergebnisse von Berechnungen mittels der Mie-Methode können zunächst hinsichtlich einer Kategorisierung des Absorptionsverhaltens verschiedener Materialien bei einer konstant gehaltenen Wellenlänge der Mikrowellenstrahlung (2.45 GHz) analysiert werden. Die in Abbildung 4.10 dargestellten Absorptionskurven zeigen zunächst den wohlbekannten Zusammenhang einer zunehmenden Mikrowellenabsorption mit zunehmendem $\tan(\delta)$ (jeweils Kurven e bis a) für Materialien mit stark unterschiedlichem Realteil der Permittivität für Probenabmessungen, die um fünf Zehnerpotenzen variieren.

Eine qualitative Bewertung des Absorptionsverhaltens eines Materials unabhängig von der Bauteilgröße kann mit Hilfe der in Gleichung 4.2 und Gleichung 4.3 eingeführten Kennwerte $\bar{\Psi}$ und \bar{Q}_{abs} z.B. bei steigender Temperatur oder zunehmender Dichte vorgenommen werden. So ist z.B. die Lage für die untersuchten Materialien Al_2O_3 , ZrO_2 (dicht und mit Sinterschrumpfung) und SiC im $\bar{Q}_{\text{abs}}, \tan(\delta)$ - und $\bar{\Psi}, \tan(\delta)$ -Diagramm in Abbildung 5.1 dargestellt.

Damit ist ersichtlich, dass bei ZrO_2 das Auftreten von Resonanzen bei niedrigen Temperaturen ausgeprägt ist, und damit ein großer Einfluss der Bauteilgröße gegeben ist. Ab 600 °C ist dagegen von einer weitgehend stabilen, größenunabhängigen Absorption auszugehen. Das potenzielle Absorptionsverhalten von ZrO_2 ist bei niedrigen Temperaturen gering, steigt bei 600 °C bereits auf sehr hohe Werte an und sinkt über 1000 °C etwas ab. Die poröse ZrO_2 -Sinterprobe absorbiert die Wärme sogar besser als die dichte ZrO_2 -Probe. Beide Kurven treffen sich dann bei etwa 1200 °C. Bei Al_2O_3 ist die potenzielle Resonanzneigung im unteren bis mittleren Temperaturbereich moderat hoch und fällt zu höheren Temperaturen ab. Die Absorption liegt bei niedrigen Temperaturen bereits in einem moderaten Bereich und steigt mit zunehmender Temperatur weiter an. SiC dagegen besitzt keine Resonanzneigung im untersuchten Bereich. Das Absorptionsverhalten ist moderat mit leicht fallender Tendenz zu hohen Temperaturen.

Die Berechnungen mittels Mie-Methode ermöglichen ferner die Formulierung einer auf 1 normierten Kennzahl n^* , die nur materialspezifische Eigenschaften enthält und aus dem komplexen

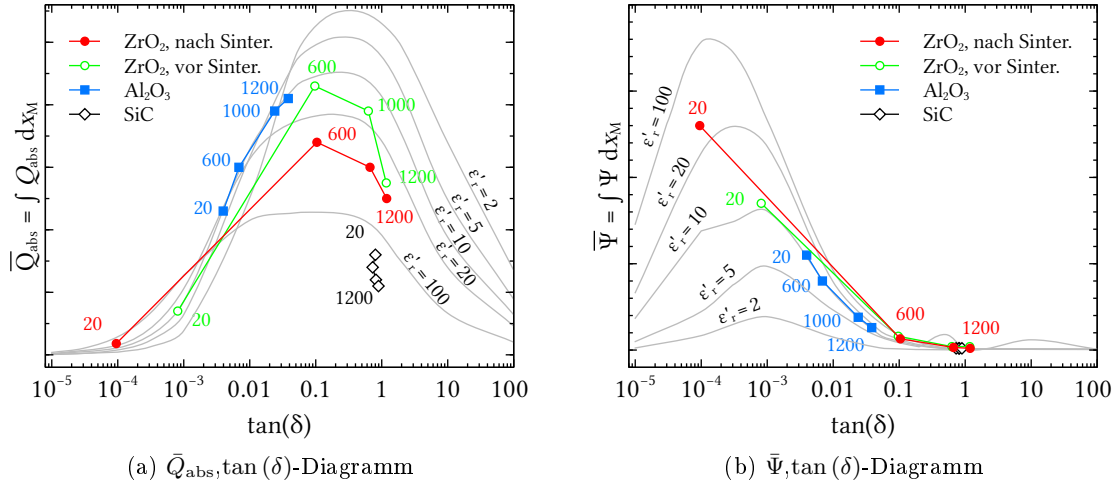


Abbildung 5.1: Kategorisierung des Absorptions- und Resonanzverhaltens der Modellmaterialien bei Mikrowellenerwärmung bei 2.45 GHz mittels der Kennzahl \bar{Q}_{abs} und $\bar{\Psi}$ als Funktion von $\tan(\delta)$.

Brechungsindex mit dem Realteil n und dem Imaginärteil κ abgeleitet ist, wie in Gleichung 5.1 gezeigt:

$$n^* = \frac{n - \kappa}{n + \kappa}. \quad (5.1)$$

In Kombination dieser Kennzahl mit dem Mie-Faktor x_M ist es nun möglich, die Sensitivität der Mikrowellenabsorption hinsichtlich einer Änderung der geometrischen Abmessungen des Probekörpers zu beurteilen. Gewünscht sind Aussagen darüber, ob die Probe Abmessungen aufweist, die im Bereich von Absorptionsresonanzen liegen und daher selbst geringe Änderungen der Probenabmessungen eine starke Auswirkung auf die Höhe der Mikrowellenabsorption haben oder ob die Probenabmessungen in einem Bereich liegen, der zwar nur eine moderate aber dafür von Geometrieänderungen unabhängige Absorption ermöglicht. Die schematische Auftragung der Kennzahl $1 - n^*$ gegen x_M ist in Abbildung 5.2 gezeigt. Als umgebendes Medium wird Luft angenommen, die verlustfrei ist ($\hat{\epsilon}_r = 1, \hat{n} = 1$). Der Wertebereich von $1 - n^*$ liegt zwischen 0 und 1, wobei die untere Grenze die Schnittstelle zu nicht-absorbierenden Materialien, die obere Grenze die zu reflektierenden Materialien bildet. Ähnliche Kategorien sind für optische Anwendungen aus der Literatur bekannt [22, S. 131 ff.]. Bei 2.45 GHz steigt die Absorption von kleinen zu mittleren Radien an, bis im Größenbereich 3 bis 10 mm ($0.1 < x_{\text{Mie}} < 1$) ein erstes Maximum erreicht wird. Je nach Permittivität des Materials bricht der Verlauf von Q_{abs} danach in starke Resonanzen auf, wie z.B. bei Wasser, Al_2O_3 oder ZrO_2 , oder fällt stetig, mit glattem Verlauf zu hohen Radien ab wie bei SiC. Dieser Resonanzbereich wird auch Mie-Bereich genannt, und stellt den Übergang zwischen Rayleigh-Bereich und geometrischer Optik dar.

Das Auftreten von starken Resonanzen ist mit steigenden ϵ'_r -Werten zu erwarten. Ein Anstieg von ϵ'_r kann bei keramischen Materialien mit ansteigender Temperatur erfolgen, während ϵ'_r bei Wasser beispielsweise mit steigender Temperatur abnimmt. Bereits im Bereich 3 bis 10 mm Probenabmessung ($0.1 < x_{\text{Mie}} < 1$) muss bei $\epsilon'_r \geq 5$ mit dem Auftreten von Resonanzen gerechnet werden. Bei gegebenen ϵ'_r -Wert tritt resonante Absorption verstärkt mit fallendem $\tan(\delta)$ auf. Das Verschwinden der Resonanzen ist bei Probengrößen zu erwarten, bei denen die Wellenlänge der verwendeten Strahlung klein gegenüber den geometrischen Abmessungen der Körper ist, so dass die Gesetze für Absorption, Beugung und Reflexion gemäß geometrischer Optik gelten. Die Einführung einer solchen Konstante erfolgt in Anlehnung an van de Hulsts m, x -Diagramm für

nicht-absorbierende Partikel im Bereich sichtbaren Lichts [22, S. 132-133]. Das Absorptionsverhalten lässt sich in folgende Kategorien einteilen:

- $x_M \ll 1$: Rayleigh-Bereich, Absorption sehr gering, $Q_{\text{abs}} \propto \omega$ bzw. als Potenzgesetz $Q_{\text{abs}} \propto r^{1+i}$ mit $i > 0$
- $0.1 < x_M < 10$: Mie-Bereich, Absorption unterliegt Resonanzen, Q_{abs} nach Mie-Theorie
- $x_M \gg 1$: Bereich der geometrischen Optik, bei schwachen Absorbern $Q_{\text{abs}} \propto r$
- $1 - n^* \rightarrow 1$: metallische Materialien, Welle wird reflektiert bzw. gestreut, $Q_{\text{abs}} \rightarrow 0$
- $1 - n^* \rightarrow 0$: transparente Materialien/Vakuum, $Q_{\text{abs}} \rightarrow 0$

Der Anwendungsbereich der hier vorgestellten Diagramme zur Kategorisierung des potenziellen Absorptions- und Resonanzverhaltens liegt bei Objekten und Bauteilen, deren Aspektverhältnis ≈ 1 beträgt. Aufgrund der Erkenntnisse aus Unterabschnitt 4.3.2 sind neben kugelförmigen auch gleichseitige zylindrische oder quaderförmige Bauteile beurteilbar. Weiterhin nimmt auch der Applikator Einfluss auf die Absorption, wie nachfolgend diskutiert wird.

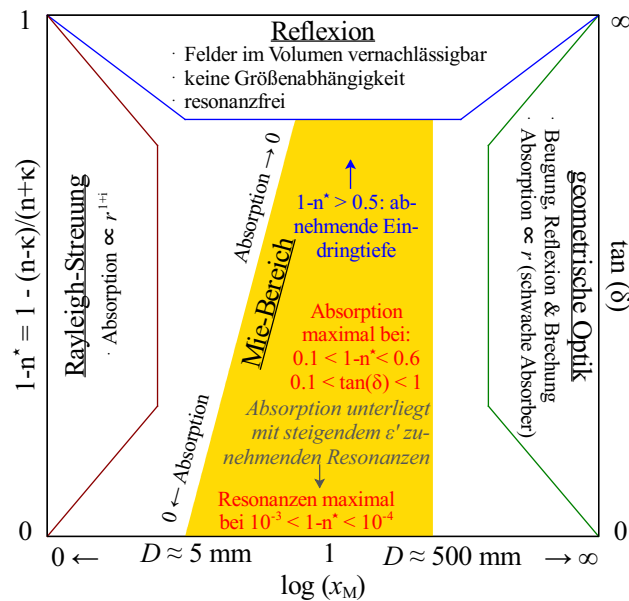


Abbildung 5.2: Einteilung des Absorptionsverhaltens bei Mikrowellenerwärmung keramischer Proben bei 2.45 GHz als Funktion des Mie-Faktors x_M .

5.2. Untersuchung der Mikrowellenabsorption in geschlossenen Resonatoren

Bei 2.45 GHz in Luft umfasst der Mie-Bereich kugelförmige Objekte mit einem Durchmesser von 5 bis 500 mm. Für technische Mikrowellenanwendungen ist das, nach eigener Erfahrung, ein typischer Größenbereich für mit Mikrowellen geheizte Güter. Die Untersuchungen in Abschnitt 4.2 zeigen, dass sowohl eine Temperatur- als auch Größen- bzw. Dichteänderung das Absorptions- und Resonanzverhalten beeinflusst. Aus dieser Erkenntnis heraus wurde mit Hilfe numerischer Simulation eine Übertragung dieser Einflussfaktoren auf geschlossene Resonatorsysteme vorgenommen, um eine Multiphysik-Simulation der Sinterung eines keramischen Bauteils unter Einbeziehung der Sinterschrumpfung zu entwickeln. Als Vergleichsgröße wurde die in [30, 29] eingeführte spezifische Absorptionsrate $\frac{P_V}{P_A}$ ausgewählt, die die objektbezogene, volumetrische Mikrowellenabsorption P_V zu der in einen Wirkungsquerschnitt eingespeisten Mikrowellenleistung P_A in Relation setzt.

Für die numerische Mikrowellensimulation stehen verschiedene numerische Methoden zur Verfügung, darunter die Finite-Elemente Methode (FEM) und die Finite-Differenzen-Methode im Zeitbereich (FDTD). Ein Vergleich der Methoden findet sich in Unterabschnitt 3.2.2. Hier wurde die FDTD-Methode für die Mikrowellenberechnung gewählt. Die Stabilität wird durch die Courant-Bedingung sichergestellt. Dazu muss die Netzgröße sinnvoll gewählt sein (Nyquist-Grenze: $\Delta z < \lambda/2$); dann können exponentiell wachsende Instabilitäten weitgehend vermieden werden [285, S. 69]. Dennoch sind Instabilitäten möglich, deren Ursache in linear anwachsenden Moden liegt, die durch kleine Störungen wie Rundungsfehler durch Anwenden des magischen Zeitschritts nach YEE [417] oder ungünstige Randbedingungen hervorgerufen werden [285, S. 71]. Der Rechenaufwand ist bei der FDTD bei N^3 Zellen proportional zu N^4 . Der Rechenaufwand orientiert sich also an der Modellgröße und ist gut vorhersehbar. Außerdem erfordert die FDTD weniger Speicherplatz. Die simultane Frequenzbandberechnung ist ein weiteres Merkmal der FDTD und erlaubt, das Frequenzverhalten von Resonatoren in einem Simulationsschritt zu untersuchen. Die Konvergenz im stationären Zustand ist abhängig vom Q -Faktor. Mit sinkendem Q -Faktor, d.h. zunehmender elektromagnetischer Last, steigt die Rechenzeit. Einschränkungen bestehen nach wie vor bei der Multiphysik-Funktionalität von kommerzieller FDTD-Software. Zwar bieten Quickwave3D[©] oder CST MWS[©] inzwischen Module zur thermischen Berechnung an, allerdings ist es mit diesen z.B. nicht möglich die Wärmeübertragung durch Wärmestrahlung, die für Hochtemperaturprozesse entscheidend ist, zu berechnen. Nachteilig ist bei der FDTD zudem die unflexible Vernetzung [285].

Den ersten Teil der numerischen Mikrowellen-Berechnungen bildet ein Vergleich zwischen analytischer Berechnung nach der Mie-Theorie und numerischen FDTD-Berechnungen zur Prüfung der Genauigkeit der berechneten dissipierten Leistung. Dazu wird die Energieabsorption von Wasser- und SiC-Kugeln mit Durchmessern im Bereich von 2 mm bis 100 mm bei 2.45 GHz simuliert. Der Vergleich zwischen Mie-Lösung und FDTD-Simulation zeigt eine gute Übereinstimmung zwischen analytischer und numerischer Lösung über einen weiten Größenbereich der kugelförmigen Objekte. Die mittlere prozentuale Abweichung beträgt hier 6-18%. Eine ähnliche oder teils bessere Übereinstimmung von analytischer und FDTD-Lösung wird auch in [418] und [419] berichtet.

Die folgende numerische Berechnung zur größenabhängigen Absorption von Einzelkörpern in geschlossenen Resonatoren zeigt, dass die Absorption nicht linear mit steigender Querschnittsfläche skaliert, wie der spezifische Absorptionsterm $\frac{P_V}{P_A}$ suggerieren könnte. Aufgrund ihrer Speicherefähigkeit für elektromagnetische Energie bzw. ihrer jeweiligen Güte ist die Absorption in den untersuchten Resonatoren höher als unter Freifeld-Bedingungen. Durch Reflektionen und Interferenzen innerhalb des Resonators verstärkt sich die Absorption des Objekts. Das Ergebnis der numerischen Berechnungen an Einzelobjekten zeigt, dass die Absorption in geschlossenen Resonatoren bezüglich der Probengröße einem ähnlichen Resonanzverhalten unterliegt wie im Fernfeld. Allerdings zeigen die Resonatoren unterschiedliche Absorptionsverläufe aufgrund unterschiedlicher Modenanregung im Applikator (s. Abbildung 4.14), bei denen nicht immer jede Probenresonanz, die in der Mie-Berechnung auftritt, im geschlossenen Applikator hervortritt. Die Resonanzen in den Probekörpern entstehen durch konstruktive Interferenzen der im Objekt eindringenden elektromagnetischen Welle [407, 408]. Die Größe der Probe steht dabei im Zusammenhang mit der Wellenlänge λ_{Medium} im Medium, der Eindringtiefe δ_p der Strahlung und der resonanten Länge L der Proben, s. z.B. [19]. Die Ergebnisse zeigen (s. Abbildung 5.4), dass mit zunehmender Probengröße sich die Absorptionsrate der maximal möglichen Absorption annähert. Im in Abbildung 5.3 vorgestellten Fall kann die Probe aus Wasser ab einem Radius von 25 mm nahezu 100% der angebotenen Mikrowellenleistung in Wärme umwandeln. Bei einem Radius kleiner 5 mm hingegen entfernt sich die Absorptionskurve deutlich von der maximalen Absorption.

Aufgrund ihrer unterschiedlichen Geometrien treten Veränderungen bei den Resonanzenbedin-

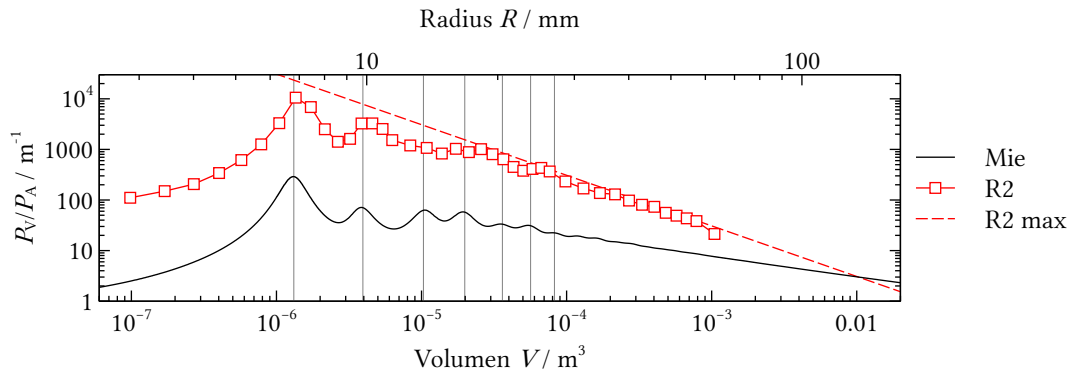


Abbildung 5.3: Vergleich zwischen der volumenspezifischen Absorption von Kugeln aus Wasser im Fernfeld, berechnet nach Mie, und im geschlossenen Resonator R2, simuliert mit FDTD.

gungen in den Applikatoren auf.¹ Bei Resonator R1, der als Monomodens-Resonator die geringste Moden-Variabilität aufweist, erfolgt scheinbar ein Übergang von einer TE_{103} zu TE_{102} -Mode bei steigendem Probenradius R . Gut erkennbar ist in Abbildung 5.4 (oben) die Modenanregung innerhalb der Probe, deren Ordnung mit steigendem Durchmesser zunimmt. Besonders stark ausgeprägte Resonanzen der elektrischen Feldverteilung wie bei $R \simeq 10\text{ mm}$ oder $R \simeq 24\text{ mm}$ fallen mit Maxima der spezifischen Absorptionsrate $\left(\frac{P_V}{P_A}\right)$ in Abbildung 4.14 zusammen.

Im Vergleich zu R1 ändert sich das Resonanzverhalten des Resonators R4 noch deutlicher mit zunehmendem Probenradius, wie in Abbildung 5.4 (unten) gezeigt. Auch hier bilden sich Resonanzen in der Probe aus, die mit denen des Resonators wechselwirken. Mit zunehmender Probengröße bildet sich ein anderes E -Feldmuster innerhalb des Resonators R4 aus. Die Wechselwirkung zwischen den Resonanzen der Probe und des Applikators ist somit mitentscheidend über die Effizienz der Mikrowellenabsorption und der Wärmegenerierung mittels Mikrowellenstrahlung. Die umfassende Auslegung von Mikrowellenapplikator soll hier nicht Gegenstand der Untersuchungen sein, da der Fokus der Arbeit auf der Prozessentwicklung bei der Mikrowellenerwärmung liegt. Deswegen wird für die Applikatorauslegung auf weiterführende Literatur verwiesen, z.B. [18, 45].

Es besteht eine komplexe Wechselwirkung zwischen dem dielektrischen Objekt und dem Hohlraum-Resonator. Neben der Änderung der Permittivität kann auch die Änderung der Proben- oder Resonatorgeometrie eine deutliche Veränderung der Resonanzsituation für das Objekt bewirken [420]. Die Modellierung, Berechnung und Optimierung der Mikrowellenabsorption wie z.B. bei der Mikrowellensinterung keramischer Werkstoffe in geschlossenen Resonatoren ist daher auf numerische Verfahren angewiesen [421].

5.3. Transiente Simulation von Mikrowellen-Erwärmungsprozessen

Für die verfahrenstechnische Auslegung von Mikrowellenerwärmungsprozessen ist, wie oben dargestellt, die numerische Simulation ein unverzichtbares Werkzeug. Die kombinierte Berechnung transienter elektromagnetischer Feldausbreitung und Energiedissipation sowie Temperaturfeldern erfordert eine Kopplung unterschiedlicher mathematischer Solver (vgl. Abschnitt 3.6). In der vorliegenden Arbeit wird die FDTD-Methode für die elektromagnetische und die FEM für die thermische Simulation genutzt. Die Kopplung zwischen beiden Berechnungen erfolgt nach dem in Abschnitt 3.6 entwickelten eigenen Ansatz einer „seriellen“ Verschaltung von Mikrowellen- und

¹Die Resonanzfrequenzen können z.B. mit Hilfe der frequenzabhängigen Reflektion im $|S_{11}|$ -Diagramm bestimmt werden.

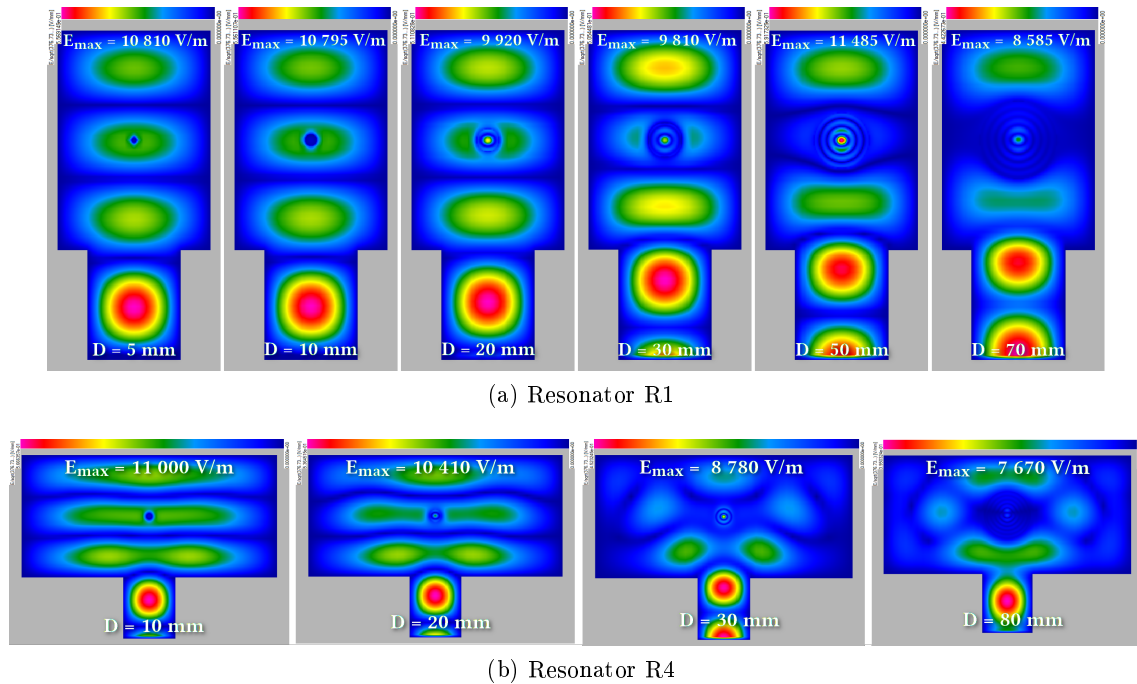


Abbildung 5.4: Modenausbreitung im Resonator R1 und R4: E -Feldverteilung in der Draufsicht bei steigendem Probendurchmesser (Material Wasser). Skalierung des elektrischen Feldes erfolgt nach jeweiligem Maximalwert.

thermischer Simulation, bei dem zunächst die Mikrowellenabsorption eines oder mehrerer Objekte in einer festgelegten räumlichen Anordnung in mehreren Temperaturschritten berechnet wird. Anschließend wird das Ergebnis in Form von Objekt- bzw. Teilvolumina-bezogenen Absorptionsraten als Funktion der Temperatur als Quellterm in die thermische Simulation übertragen. In der Literatur beschriebene Verfahren übergeben ihre Ergebnisse in fortlaufender zeitlicher Folge in einer geschlossenen Feedback-Schleife zwischen elektromagnetischer und thermischer Simulation, bis das gewünschte Ergebnis erzielt wird (s. Übersicht in [284]). Zur Unterscheidung wird dieses Verfahren als „sequenziell“ bezeichnet.

Neben den oben beschriebenen Einflussfaktoren auf die Mikrowellenabsorption haben auch Anzahl und räumliche Anordnung der Proben einen Einfluss auf das Ergebnis, wie beispielsweise in [343, 422, 338] diskutiert. Hinzu kommt das Ofeninventar bestehend aus Isolierung, Suszeptoren etc. Die Mikrowellenerwärmung von Bauteilen ist zusammenfassend eine Funktion von:

- Resonatorgeometrie und Hohlleiterposition und -orientierung
- Objektgeometrie und -position
- Permittivität als Funktion von Temperatur und Dichte
- Ofeninventar wie z.B. thermischer Isolierung, Suszeptor-Aufbauten etc.

Für die Berechnung des Aufheiz- und Schrumpfungsverhaltens keramischer Proben wird das Probenvolumen gemäß seiner Sinterkurve in der Mikrowellen- als auch in der thermischen Simulation in Abhängigkeit der Temperatur verkleinert und die Dichte bzw. Permittivität der Probe entsprechend angepasst. Dieses Vorgehen erfordert von der thermischen Simulation ebenfalls eine Aufteilung des Aufheizvorgangs in entsprechende Temperaturschritte (s. Abbildung 3.13), um die Probengröße zu verändern. Die Umsetzung eines kontinuierlich schrumpfenden Volumens während der Simulation ist auf Nachfrage bei COMSOL Multiphysics theoretisch möglich, erfordert aber einen hohen Aufwand z.B. durch Anwendung relativ neuer adaptiver Mesh-Methoden [423]. Um eine bessere Kontrolle über die Berechnung zu haben, fiel die Entscheidung zugunsten der

schrittweisen Größenanpassung. Die Vorteile des entwickelten „seriellen“ Kopplungsverfahrens zwischen Mikrowellen- und thermischer Simulation lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- Gute Kontrolle über die Ergebnisse bei der Mikrowellenabsorption, so dass eine frühzeitige Bewertung des Erwärmungsverhaltens möglich ist, um eine Prozess- oder Ofenanpassung zu ermöglichen.
- Änderungen des Objektvolumens können durch schrittweises Anpassen der Objektgröße berücksichtigt werden.
- Keine Dateninterpolation zwischen den verschiedenen Meshformen von FDTD und FEM bei der Übergabe notwendig, da die Wärmeinformation volumen- und nicht punktwise übergeben wird.
- Aufbauend auf einer Mikrowellensimulation können mehrere Temperaturberechnungen mit verschiedenen Randbedingungen wie z.B. unterschiedlichen Heizraten, Ziel- oder Umgebungstemperaturen durchgeführt werden.
- Die thermische Simulation kann um weitere Physikmodule erweitert werden, wie z.B. mechanische Spannungsberechnung, Stofftransportprozesse oder die Konvektion in der Gasphase.

Die Nachteile des „seriellen“ Ansatzes zur Kopplung von Mikrowellen- und thermischer Simulation sind:

- Die objektbezogene Auflösung der Energiedissipation liefert bei einer geringen Anzahl von Volumenelementen eine eingeschränkte Genauigkeit bei der lokalen Wärmedissipation. Dadurch sind lokale Effekte wie Erwärmung aufgrund des Skin-Effekts, Hot spots oder Thermal Runaway nur im Trend erfassbar. Eine Verbesserung ist durch Unterteilung in weitere Teilobjekte möglich.
- Die serielle Kopplung ist nur für ortsunveränderliche Objekte geeignet. Tritt eine Ortsänderung eines Objektes oder eine Bewegung innerhalb eines Objektes auf, ist die „serielle“, nicht-synchrone Kopplung nicht in der Lage, diese abzubilden.

Umgehen lassen sich die genannten Einschränkungen teilweise durch elementweise Übergabe der Informationen, wie sie z.B. bei einer software-internen Kopplung der elektromagnetischen und thermischen Berechnungen in kommerzieller Simulationssoftware möglich ist. Die Herausforderungen bestehen bislang in der Integration unterschiedlicher Solver und die damit verbundenen Konvergenzanforderungen der mathematischen Verfahren.

Um eine Multiphysik-Simulation der Mikrowellenerwärmung bzw. -sinterung keramischer Proben durchzuführen und dabei verfahrenstechnische Auslegungsvarianten zu untersuchen, wird die elektromagnetische Simulation mittels QUICKWAVE3D[©] in 3D und die thermische (und fluid-dynamische) Simulation mittels COMSOL MULTIPHYSICS[©] in 2D unter Nutzung der Rotations-symmetrie der Probe verknüpft. Für diese Aufgabe wurden fünf Simulationsszenarien mit dichten SiC-Proben (*Fall A-B*) bzw. teilverdichteten ZrO₂-Grünkörpern (*Fall C-E*) erstellt und berechnet (s. Abschnitt 4.4). Die temperatur- als auch porositätsabhängige, komplexe Permittivität von ZrO₂ wird mit Hilfe des auf S. 72 entwickelten Verfahrens bestimmt. Für eine verfahrenstechnische Abschätzung der Mikrowellenerwärmung werden die keramischen Proben jeweils ohne und mit Isolierung sowie mit Hybridheizung erwärmt. Bei ZrO₂ kommt im *Fall E* zusätzlich eine Suszeptorheizung aus SiC hinzu. Durch die Implementierung einer PID-Reglerstruktur im thermischen Modell wird eine konstante Heizrate bei den Erwärmungsprozessen eingehalten, so dass die Ergebnisse hinsichtlich Energiebedarf und mechanischer Spannungen vergleichbar sind.

Die numerisch berechnete Mikrowellenabsorption von nicht-isolierter SiC- und ZrO₂-Probe ist in Abbildung 5.5 dargestellt. Das Verhalten stimmt qualitativ gut mit dem oben abgeschätzten Verhalten mittels der Kennzahl \bar{Q}_{abs} in (Abbildung 5.1) überein. Für SiC gilt $1 - n^* > 0.45$ und $x_M = 1.24$ im ganzen Temperaturbereich, so der Arbeitspunkt in Abbildung 5.2 relativ mittig

liegt und eine gute Absorption erwarten lässt. ZrO_2 weist bei niedrigen Temperaturen geringe dielektrische Verluste auf. Dem entsprechend niedrig ist die Absorptionsrate der Mikrowellenstrahlung. Erst mit steigender Temperatur erhöht sich die Absorption durch den temperaturbedingten Anstieg des dielektrischen Verlusts. Ab 800 °C setzt die Sinterschrumpfung ein und nimmt zusätzlich Einfluss auf die Permittivität. Der Abfall der Absorptionsrate ab etwa 1250 °C erklärt sich mit dem schnellen Anstieg der Permittivität als Folge der Verdichtung und der Abnahme der Eindringtiefe (s. Abbildung 3.25 und Abbildung 4.2) und deckt sich qualitativ mit der Einschätzung mittels \bar{Q}_{abs} in Abbildung 5.1. Die Kenngröße $1 - n^*$ steigt von $1 - n^* = 2 \times 10^{-3}$ bei 20 °C auf $1 - n^* = 0.4$ bei 1000 °C und schließlich auf $1 - n^* = 0.66$ bei 1250 °C .

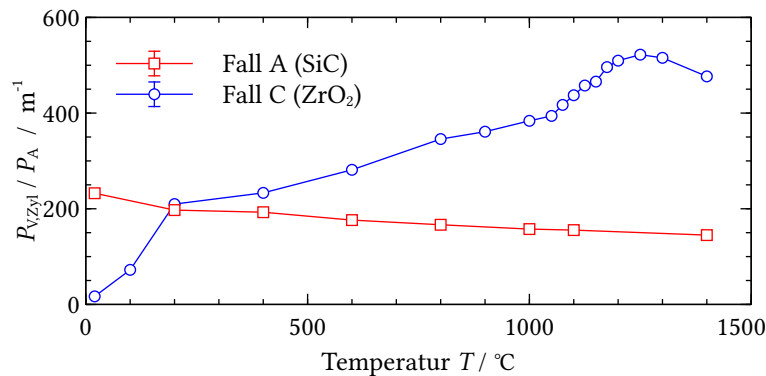


Abbildung 5.5: Vergleich der simulierten Mikrowellenabsorption der SiC-Probe (ohne Sinterschrumpfung) und der ZrO_2 -Probe (mit Sinterschrumpfung) als Funktion von Temperatur, Dichte und Volumen.

Die Veränderung der E -Feldausbreitung in und um die ZrO_2 -Probe als Folge des Temperaturanstiegs wird aus der Bildserie in Abbildung 5.6 deutlich, die jeweils einen Ausschnitt des Resonators in der Draufsicht mit Schnitt durch die Probenmitte zeigt. Die Resonanz der Probe verändert sich zwischen 20 °C und 1000 °C ; ab 1200 °C ist die Eindringtiefe so niedrig, dass die Welle nicht mehr in die ZrO_2 -Probe eindringen kann (vgl. Abbildung 4.2).

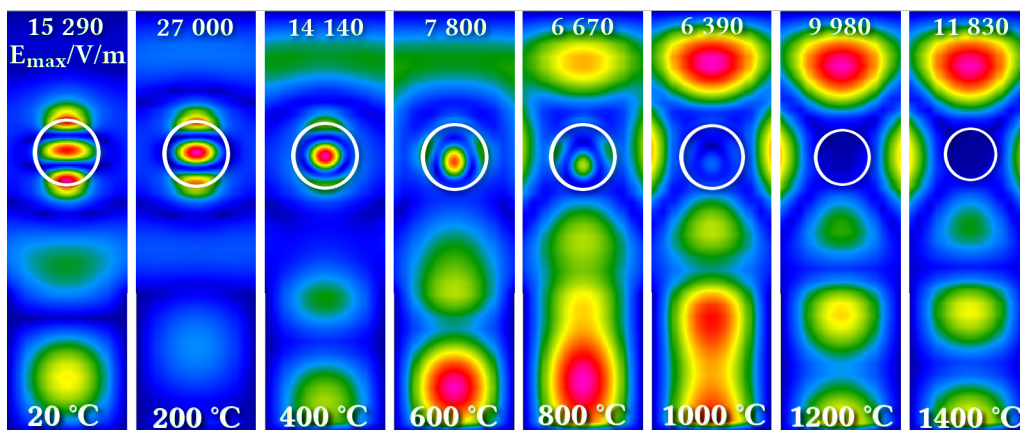


Abbildung 5.6: Veränderung der E -Feldausbreitung in und um die zylindrische ZrO_2 -Probe in Abhängigkeit der Temperaturerhöhung durch FDTD-Simulation (der Kreis markiert die Probenposition; es wird jeweils nur ein zentraler Ausschnitt des Resonators abgebildet).

Werden weitere Objekte wie Isolierung und Suszeptoren in den Resonatorraum eingebracht, sinkt die Absorption der keramischen Proben in Abbildung 4.20 und Abbildung 4.22 im Vergleich zur nicht-isolierten Probe. Die zusätzlich eingebrachten Objekte verändern das Resonanzverhalten

des Resonators zusätzlich. Das wird auch im $|S_{11}|$ -Plot in Abbildung 5.7 für *Fall C* bis *E* deutlich. Im *Fall D* verschiebt sich das Reflexionsspektrum um etwa 100 MHz zu niedrigeren Frequenzen. Im *Fall E* überlagern sich die Spektren von SiC-Suszeptoren und ZrO_2 -Probe, so dass ein breitbandiges Absorptionsverhalten entsteht, das ab Raumtemperatur ein besseres Absorptionsverhalten im Vergleich zu *Fall C* und *D* aufweist.

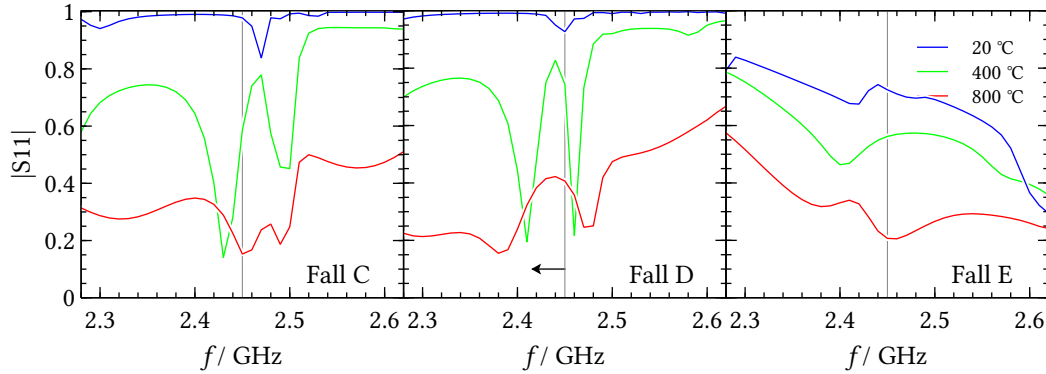


Abbildung 5.7: Veränderung des Resonanzverhaltens anhand eines $|S_{11}|$ -Plots für *Fall C* bis *E* mit ZrO_2 -Probe.

Abschließend soll anhand der *Fälle A* und *C* diskutiert werden, ob die Berechnung mittels Mie-Methode eine numerische Simulation substituieren kann. In beiden Szenarien befindet sich nur die jeweilige keramische Probe im Resonator. Wie bereits in Abbildung 5.3 gezeigt, ist die Absorption im geschlossenen Resonator deutlich größer als im Fernfeld. Deshalb wird untersucht, ob die Absorption im Resonator durch die Mie-Absorption ersetzt werden kann, wenn das Mie-Ergebnis quantitativ mit einem konstanten Verstärkungsfaktor Θ für den Aufheizvorgang beaufschlagt wird:

$$\left(\frac{P_V}{P_A}\right)_{\text{Resonator}} = \Theta \cdot \left(\frac{P_V}{P_A}\right)_{\text{Mie, Fernfeld}}. \quad (5.2)$$

Gemäß Abbildung 5.8 ist im *Fall A* für die SiC-Probe tatsächlich eine gute Übereinstimmung für den gesamten Temperaturbereich mit $\Theta = 14.7$ möglich. Die mittlere Abweichung ist kleiner 2%. Im *Fall C* lässt sich dagegen keine ausreichende Übereinstimmung feststellen. Ein Vergleich des Resonanzverhaltens des Resonators im *Fall A* in Abbildung 4.21 und im *Fall C* in Abbildung 4.23 verdeutlicht, dass im *Fall A* keine Änderung der Raumresonanzen mit zunehmender Temperatur erfolgt, während im *Fall C* wechselnde Raumresonanzen während des Aufheizens auftreten. Eine Berechnung der Mikrowellenabsorption für geschlossene Resonatoren über die Mie-Theorie ist nur dann zulässig, wenn keine Modenänderung im Resonator während der Erwärmung auftritt. Die Ergebnisse der transienten Mikrowellenerwärmung für die *Fälle A* bis *E* nach Übergabe der MW-Ergebnisse an die thermische Simulation wurde in Unterabschnitt 4.4.2 beschrieben. Das Ergebnis für Fall A/C soll nachfolgend durch eine Gegenrechnung validiert werden, indem der Wärmeverlust durch Wärmestrahlung der nicht-isolierten Zylinders berechnet wird. Konvektion und Wärmeleitung werden aufgrund ihres geringen Beitrags zum Wärmeverlust vernachlässigt. Es gilt somit:

$$\dot{Q}_v = \epsilon A \sigma (T_s^4 - T_\infty^4). \quad (5.3)$$

Die Stefan-Boltzmann-Konstante beträgt $\sigma \simeq 5.67 \times 10^{-8} \frac{\text{W}}{\text{m}^2 \text{K}^4}$, die Oberfläche des SiC-Zylinders beträgt 108.6 cm^2 , die Oberfläche des verdichteten ZrO_2 -Zylinders 68.4 cm^2 . Der Emissionsgrad von SiC beträgt $\epsilon = 0.85$, von ZrO_2 $\epsilon = 0.6$ (vgl. Abschnitt 3.7.1). Die Umgebungstemperaturen

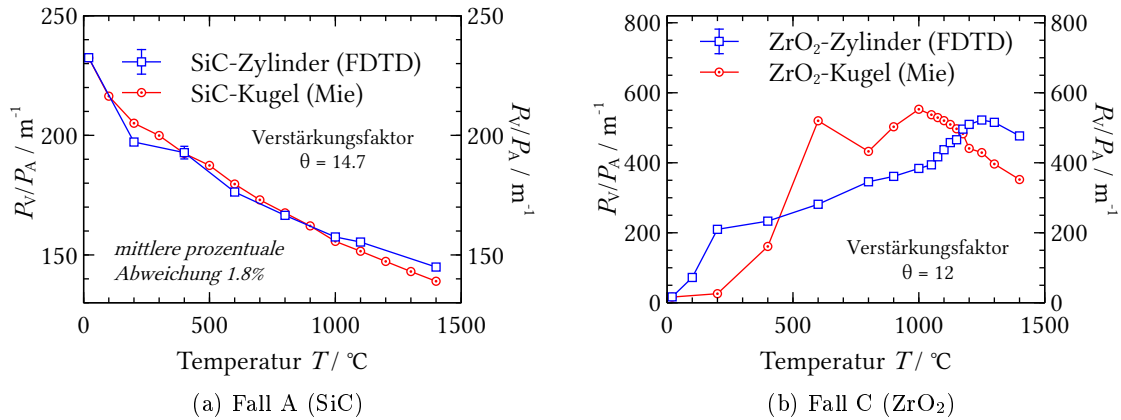


Abbildung 5.8: Vergleich der mittels Mie-Theorie berechneten Absorptionsrate über einen Verstärkungsfaktor Θ an die über FDTD berechneten Absorptionsrate.

des isothermen Ofens betragen $T_\infty = 20\text{ °C}$ und $T_\infty = 800\text{ °C}$. Die durchschnittlichen Oberflächentemperaturen sind zusammen mit den jeweiligen Wirkungsgraden der Mikrowellenerwärmung in Tabelle 4.1 angegeben. Die Validierung zeigt, dass die Wärmeverluste über Strahlung recht genau zu den Leistungsaufnahmen der Simulationen passen. Die Differenz kann durch die fehlenden Beiträge von Konvektion und Wärmeleitung erklärt werden.

Tabelle 5.1: Vergleich und Validierung der Mikrowellenleistung bei der Haltetemperatur

	Simulation		Validierung	
	$T_\infty = 20\text{ °C}$	800 °C	20 °C	800 °C
Fall A	11.1 kW	9.0 kW	10.0 kW	8.2 kW
	$T_s = 1388\text{ °C}$	1396 °C		
	$\eta = 39\%$	41%		
Fall C	2.7 kW	2.2 kW	2.5 kW	2.0 kW
	$T_s = 1310\text{ °C}$	1348 °C		
	$\eta = 58\%$	66%		

Der Vergleich zwischen der Heizleistung der mikrowellen-beheizten, hybrid-beheizten und allein konventionell geheizten Prozesse (hier berechnet nach Gleichung 4.5) ist in Abbildung 5.9 abgebildet und auf den stationären Zustand bei Erreichen der Zieltemperatur bezogen.

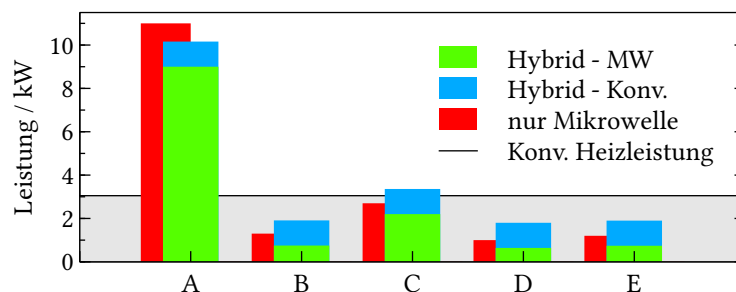


Abbildung 5.9: Auswertung der stationären Heizleistung bei 1430 °C .

Folgende Erkenntnisse lassen sich aus der energetischen Auswertung der Simulationen in Abbildung 4.30 ableiten:

1. Die konsekutive Hybridheizung mit Übergabetemperatur bei 800 °C reduziert die notwendige Mikrowellen-Heizenergie deutlich. Je nach Fall beträgt die Einsparung einige hundert Watt (-40 bis -70%). Dem gegenüber steht ein nach [416] abgeschätzter Energieaufwand für die konventionelle Heizung in Höhe von etwa 1.1 kW. Aus energetischer Sicht ist die Hybridheizung nur im *Fall A* günstiger als die reine Mikrowellenerwärmung. In den anderen Fällen kann der Energiegewinn bei der Hybridheizung den zusätzlichen Heizbedarf nicht kompensieren.
2. Das Isolieren der Probe mittels Isoliercasket kann den Energieaufwand erheblich senken. Dies wird bei SiC mit seinem hohen Emissionsgrad von $\epsilon = 0.85$ besonders deutlich. Hier beträgt die Ersparnis 80-90%. Bei ZrO_2 ($\epsilon = 0.6$) liegt die Energieeinsparung bei 50-70%. Der probenbezogene Wirkungsgrad sinkt allerdings leicht, weil ein Teil der Mikrowellenleistung in der Isolierung dissipiert wird.
3. Die Addition von Isolierung und Hybridheizung bringt keinen Wirkungsgrad-Vorteil gegenüber der isolierten Probe, die Gesamtleistung steigt sogar im stationären Zustand.
4. Je höher die Heizrate, desto weniger Energie wird benötigt. Dieser Umstand ist auf die zeitlich verkürzte Erwärmungsphase zurückzuführen. Dadurch wird die Gesamtdauer der thermischen Behandlung reduziert und das Temperatur-Zeit-Integral reduziert, was gleich bedeutend ist mit einem reduzierten Wärmeverlust während der Wärmebehandlung.
5. Das Suszeptor-Konzept führt im Vergleich zum Aufbau mit Isolation zu einer Erhöhung der Heizenergie, da die Suszeptoren zusätzlich geheizt werden müssen und die thermische Masse steigt.

Das Risiko von Hot-Spots oder Thermal Runaways bei Mikrowellenerwärmung kann mit Hilfe der Biot-Zahl abgeschätzt werden (vgl. Seite 43). Ein Blick auf die Biot-Zahl für die nicht-isolierte SiC-Probe in Abbildung 5.10 zeigt, dass während des gesamten Aufheizvorgangs $\text{Bi} < 0.01$ bleibt und somit die Wärmeleitung gegenüber der konvektiven Wärmeabgabe dominiert. Bei ZrO_2 steigt die Biot-Zahl zunächst bis 700 °C auf 0.7 an und geht dann zurück auf $\text{Bi} \simeq 0.2$ bei 1400 °C. Ein Hotspot-Risiko ist in beiden Fällen nicht gegeben ($\text{Bi} < 10$ [317]), so dass auch bei ZrO_2 kein Thermal Runaway zu erwarten ist. Aufgrund der mechanischen Eigenschaften von ZrO_2 besteht allerdings eine erhöhte Rissgefahr aufgrund von Wärmespannungen.

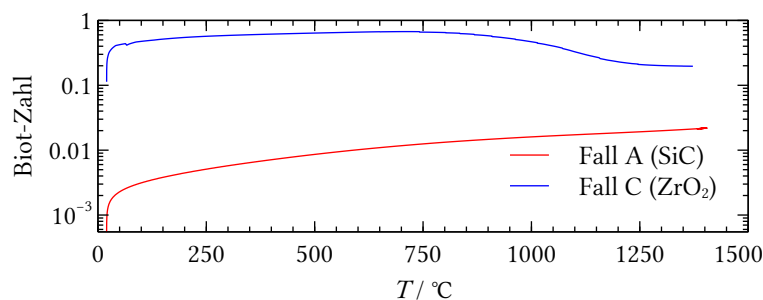


Abbildung 5.10: Vergleich der Biot-Zahl für SiC- und ZrO_2 -Probe

Die Untersuchung der Wärmespannungen anhand des Thermoschockparameters R_s am Beispiel der ZrO_2 -Probe zeigt, dass die nicht-isolierten Proben selbst bei Hybridheizung einer hohen Risswahrscheinlichkeit ausgesetzt sind. Bei Isolierung wird die Risswahrscheinlichkeit auch bei höherer Heizrate sichtbar reduziert, aber eine Rissbildung ist weiterhin wahrscheinlich. Die zusätzliche Hybridheizung hilft die Temperaturgradienten weiter zu reduzieren, so dass eine weitere Minimierung der Temperaturgradienten im Bauteil erreicht wird. Aber eine Rissbildung kann nicht vollständig ausgeschlossen werden. Auch das Suszeptorkonzept schafft es erst mit zusätzlicher Unterstützung durch die Hybridbeheizung, die Temperaturgradienten soweit zu kontrollieren, dass diese den Thermoschockparameter nicht überschreiten. Somit ist nur bei gleichzeitiger additiver

Hybriderwärmung in der hier vorgestellten Variante mit SiC-Suszeptoren als offene Resonatoren und konsekutiver Hybridheizung, hier stellvertretend durch eine konstante Hintergrundtemperatur von 800 °C realisiert, eine vollständig rissfreie Sinterung erzielbar - zum Preis eines etwa 40% höheren Energiebedarfs im Vergleich zu *Fall D* nur mit Hybridheizung (exklusive Wärmebedarf der Hybridheizung).

Die hier vorgestellte Kopplung zwischen Mikrowellen- und transientscher Temperatursimulation beweist die gewünschte Flexibilität, um die Ausbildung von Temperatur- und Wärmestromgradienten in den Objekten zu modellieren, so dass lokal differenzierte Wärmestromverteilungen eintreten. Das wird z.B. nach $t = 210$ min in Abbildung 4.37 deutlich, wenn die Zone der höchsten Energieabsorption weder in der Probenmitte noch -seite, also dort wo Mikrowellenabsorption vorliegt, sondern an der oberen Stirnfläche auftritt. Da die Mikrowellenabsorption bei hohen Temperaturen wieder abnimmt (s. Abbildung 4.22), wird mehr Energie in kältere Bereiche der Probe dissipiert - wie z.B. an der Stirnfläche. Als weiteres Beispiel sei der Einfluss der Strahlung erwähnt. Mit zunehmender Wärmeübertragung durch Strahlung wird mehr Wärme von der Probe an die Isolierung übertragen, wodurch diese ebenfalls mehr Mikrowellenleistung absorbiert, erkennbar ab $t = 270$ min an dem helleren Saum an der Innenseite der Isolierung und an dem Anstieg der absorbierten Leistung (s. Abbildung 4.37 rechts unten, gelbe Linie). Die auf Seite 59 beschriebene *Variante 2* mit einer entkoppelten objektbezogenen Wärmedissipation besitzt dabei eine höhere Flexibilität. An den Phasengrenzen der Teilvolumen treten in der Wärmestromverteilung zwar Diskontinuitäten auf, die sich jedoch nicht negativ auf die Temperaturverteilung auswirken. Eine weitere Unterteilung in Subvolumina sollte zu einer weiteren Vergleichmäßigung, höheren Flexibilität und besseren lokalen Auflösung der Wärmeverteilung führen. Die Durchführung der thermischen Simulation mit einem dreidimensionalen Modell kann zudem die Ortsauflösung bei der Temperaturberechnung erhöhen.

Die Alternative zur hier vorgestellten Methode ist die programmintern durchgeführte Multiphysik-Simulation mit Datenübergabe an jedem Netzknoten. Durch die Weiterentwicklung kommerzieller Simulationsoftware wird die Integration von Physikmodulen kontinuierlich verbessert. Arbeiten mit programmintern durchgeführten multiphysikalischen Mikrowellen-Simulationen sind für spezielle Anwendungen z.B. in [311, 424, 337, 425, 426] beschrieben.

5.4. Methodik zur Auslegung von Hochtemperatur-Mikrowellenprozessen

Aus den oben vorgestellten Methoden dieser Arbeit ist ein Leitfaden entstanden, der dem Verfahreningenieur auch ohne tiefere Kenntnisse der Hochfrequenztechnik eine Methodik für die effiziente Auslegung eines Mikrowellen-Prozesses bietet und die folgende Schritte umfasst (s. auch Abbildung 5.11):

1. Bestimmung der temperaturabhängigen Permittivität der betrachteten Materialien/Komposite als Funktion der Dichte oder der Zusammensetzung, ggf. unter Einsatz des in dieser Arbeit beschriebenen Verfahrens mittels Aufheizversuche.
2. Beurteilung des Potenzials einer Mikrowellenerwärmung anhand des Absorptions- und Resonanzverhaltens eines Materials/Kompositwerkstoffs basierend auf der temperatur-/dichteabhängigen Permittivität mit Hilfe der in Abbildung 5.1 vorgestellten Nomogramme - zunächst unabhängig von der Bauteilgröße.
3. Beurteilung der Mikrowellenabsorption nach Bauteilgröße:
 - a) Aspektverhältnis ≈ 1 : Beurteilung des Größeneinflusses des Bauteils auf die potenzielle Absorption und Resonanzneigung mit Hilfe des Diagramms in Abbildung 5.2 sowie ergänzenden Berechnungen nach Mie

- b) Aspektverhältnis ≤ 1 : Beurteilung des Bauteils bzgl. Absorption mittels numerischer Simulation für den gewünschten Temperaturverlauf
4. Bei zu erwartenden ungünstigen Absorptionsbedingungen: Mikrowellentechnische Anpassung von Applikator- und/oder Proben-Design mit dem Ziel einer über den gesamten Prozess gleichbleibend guten Mikrowellenabsorption im Gut z.B. mittels numerischer Simulation (in dieser Arbeit nur kurz angerissen, deshalb sei der Verweis auf weiterführende Literatur gestattet):
- a) Variation der Resonatorgeometrie (vgl. Unterabschnitt 4.3.2 oder [18, 45, 427])
 - b) Variation der Einkopplungsposition in den Resonator oder Verteilung auf mehrere Einkopplungen (s. z.B. [45, 428])
 - c) Variation der Objektposition bzw. des Ofeninventars (vgl. [188, 184, 183])
 - d) Anwendung von Methoden zur Feldvergleichmäßigung oder Impedanzanpassung (s. z.B. [180, 187])
5. Optimierung des transienten Mikrowellenprozesses z.B. mittels des hier vorgestellten „seriellen“ Verfahrens zur Multiphysik-Simulation von Mikrowellenprozessen hinsichtlich:
- a) energieeffiziente Wärmebehandlung:
 - i. Einsatz und Optimierung der Ofenisolierung z.B. durch Caskets
 - ii. Kombination der Mikrowellenheizung mit anderen Wärmequellen wie Widerstandsheizung oder passiven Infrarotstrahlern/Suszeptoren z.B. bei unzureichender Mikrowellenabsorption im unteren Temperaturbereich bzw. zur Erhöhung des thermischen Wirkungsgrades (vgl. Abbildung 4.30)
 - iii. Abschätzen des Gesamt-Energiebedarfs und Vergleich mit konventionellen Öfen oder Verfahren. Als Benchmark sollte eine Brutto-Energieeffizienz von 50-75% bei Mikrowellen-Erwärmungsprozessen gelten
 - b) produktschonende Wärmebehandlung (z.B. durch Minimierung von Wärmespannungen zur Vermeidung von Bauteilrissen):
 - i. Untersuchung auf Einsatz von Suszeptoren zur Reduktion von Temperaturgradienten, z.B. als offener Resonator (vgl. Abbildung 4.34) oder als semi-geschlossener Resonator (vgl. [221])
 - ii. Optimierung der Heizprofile zur Reduzierung von Temperaturgradienten in kritischen Temperaturbereichen

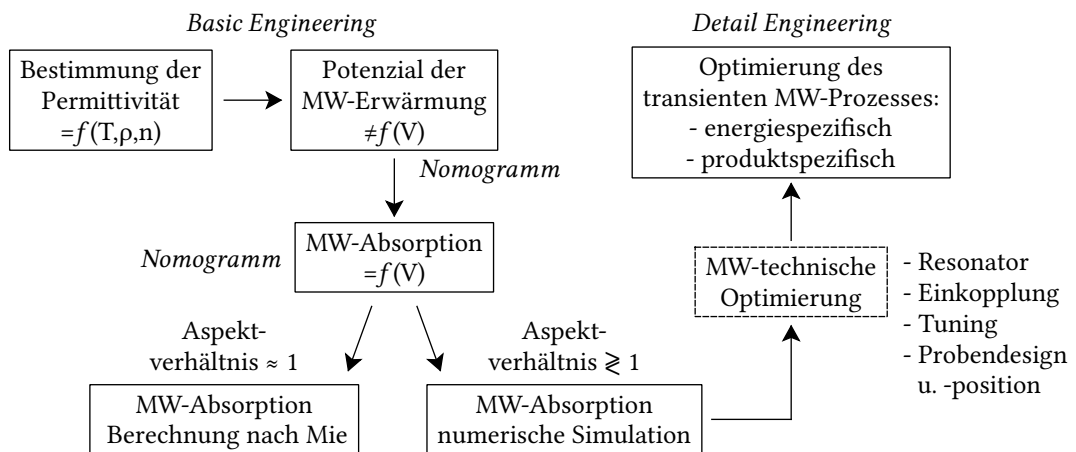


Abbildung 5.11: Vorgehen bei der Auslegung eines Hochtemperatur-Mikrowellenprozesses.

6. Zusammenfassung

Ziel der Arbeit war es, erstmals verfahrenstechnisch nutzbare materialspezifische Parameter zu definieren, mit deren Hilfe die energetische Effizienz von Hochtemperatur-Mikrowellenprozessen über einen großen Temperaturbereich optimiert werden kann. Denn der für Mikrowellenerwärmung qualitativ gegenüber konventionellen Heizmethoden angenommene Vorteil der volumetrischen Erwärmung von dielektrischen Materialien, der prinzipiell genutzt werden kann, um Wärme schneller in schlecht oder moderat wärmeleitfähigen Materialien zu dissipieren, lässt sich bei einem konkreten Verfahren nur unter bestimmten genau definierten Material- und Apparateparametern verwirklichen. Bei einem mikrowellenbeheizten Bauteil bestimmt vor allem die Permittivität, wie viel Energie dieses Bauteil absorbieren kann. Jedoch ist die Permittivität sowohl materialabhängig als auch abhängig von der konkreten Materialzusammensetzung, der Dichte, der inneren Struktur - also dem sogenannten Gefüge - und dem augenblicklichen Temperaturniveau. Daher war es auch Ziel der vorliegenden Arbeit, vereinfachte Methoden zur Ermittlung der Permittivität eines porösen Materials als Funktion der Temperatur zu entwickeln. Da zudem die makroskopische Geometrie eines Bauteils die Mikrowellenabsorption erheblich beeinflusst, sollte auch dieser Aspekt der Mikrowellenerwärmung genauer untersucht werden. Daher war es wichtig, Grundlagen für eine Kategorisierung des materialspezifischen Absorptionsverhaltens bei gleichzeitiger Berücksichtigung der Bauteilgrößen zu erarbeiten, um mit deren Hilfe vereinfachte Kennzahlen aufzufinden, die dem Verfahreningenieur ein Abschätzen der energetischen Effizienz der Umwandlung von Mikrowellen- in Wärmeenergie für die Prozessauslegung für einen großen Temperaturbereich ermöglichen.

Um die materialspezifischen Aspekte der Mikrowellenerwärmung umfassend zu untersuchen, sind drei Modellwerkstoffe herangezogen worden, deren Temperaturabhängigkeit der Permittivität jeweils einen ganz spezifischen Verlauf zeigt: Al_2O_3 für einen moderat ansteigenden dielektrischen Verlust, ZrO_2 für einen stark ansteigenden dielektrischen Verlust und SiC für einen bei hoher Permittivität gering ansteigenden dielektrischen Verlust. Mit Hilfe dieser Werkstoffe erfolgte eine makroskopische Multi-Skalenuntersuchung der Mikrowellenabsorption bei Objektgrößen, die von mm bis m variierten, um den Einfluss der Bauteilgröße auf die Effizienz der Mikrowellendissipation zu erfassen. Für diese Untersuchung wurde ein analytisches Berechnungsverfahren gemäß Mie-Theorie herangezogen. Aus diesen Berechnungen ist es gelungen, die bisher nicht verfügbaren vereinfachten Kennzahlen für die Auslegung von Hochtemperaturprozessen abzuleiten.

Für die Betrachtung realer Prozesse wie Sinterung von Werkstoffen in konkreten Apparaten/Applikatoren kamen numerische Methoden zum Einsatz. Ziel dieser Simulationen war es, die Gesamtenergiebilanz eines Prozesses für spezifische Materialien durch Kombination verschiedener Energiequellen - Mikrowellenenergie der Frequenz 2.45 GHz und Widerstandsheizung oder passive Infrarotstrahler/Suszeptoren - zu optimieren.

Die Berechnung von elektromagnetischen und Wärmeübertragungsvorgängen bedarf spezifischer numerischer Methoden: die Mikrowellensimulation kann im Zeit- oder Frequenzbereich erfolgen, während die Wärmesimulation im Zeitbereich erfolgt, wobei sich die Zeitskalen, die jeweils betrachtet werden, stark unterscheiden. Es war eine Aufgabe der vorliegenden Arbeit, eine Methode für die Kopplung von Mikrowellen- und Temperatursimulation zu entwickeln, die keine Synchronisation der Zeitskalen erfordert, um die Mikrowellendissipation und die Entwicklung der Wärmeverteilung auch unabhängig voneinander betrachten zu können. Zudem sollte die numerische Simulation Veränderungen der Probengröße, die typischerweise bei der Sinterung von kerami-

schen Materialien auftreten, ermöglichen, mit dem Ziel eine hinreichende energetische Effizienz und Prozessstabilität über den gesamten Temperaturbereich des Sinterprozesses sicherstellen zu können.

Aus der Summe der Ergebnisse wurde ein Leitfaden für den Verfahreningenieur abgeleitet, der sowohl bei der Beurteilung der materialbezogenen Anwendungsmöglichkeit eines Mikrowellenverfahrens als auch bei der konkreten Auslegung unterstützen soll. Die in der vorliegenden Arbeit erzielten Ergebnisse sind nachfolgend detaillierter ausgeführt.

Permittivität poröser Keramik

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde eine Methode entwickelt (vgl. Unterabschnitt 3.7.3), um die Permittivität von porösen, teilverdichteten Proben als Funktion ihrer Porosität zu bestimmen. Nach der effektiven Medien-Theorie kann die Permittivität aus Mischungsregeln für zwei oder mehr Komponenten über den jeweiligen Volumenanteil berechnet werden. Eine flexible, universelle Mischungsregel für Zwei-Komponenten-Systeme stellt die Regel von SIHVOLA dar, mit der über den Anpassungskoeffizient ν das Mischungsverhalten in weiten Grenzen mathematisch an das reale Materialverhalten anpassbar ist. Die Gleichung umfasst neben den Real- und Imaginärteilen der Permittivität, ϵ'_r und ϵ''_r , für die beiden Komponenten den Volumenphasenanteil φ sowie den Koeffizienten ν . Damit ist das Gleichungssystem unterbestimmt. Deshalb wird der nicht direkt messbare Koeffizient ν üblicherweise an Messergebnisse angefitet, was jedoch voraussetzt, dass eine geeignete Messeinrichtung zur Verfügung steht und eine Vielzahl von Messungen durchgeführt wird.

In der vorliegenden Arbeit wurde der experimentelle Ansatz durch ein semi-analytisches Verfahren ersetzt, mit dem die Bestimmung des Anpassungskoeffizienten über eine Kombination aus Mikrowellenaufheizversuch und mathematischem Näherungsverfahren durch mindestens einen Datenpunkt bestimmbar ist, ohne auf dielektrische Messungen zurückgreifen zu müssen. Dieses neu entwickelte Verfahren erfordert allerdings, dass die Permittivität des dichten Materials vorher aus Literatur- oder Messdaten bekannt sein muss, was jedoch für die hier als Modellmaterialien untersuchten Keramiken gegeben ist, insbesondere für die ZrO_2 -Keramik, für die ein Großteil der numerischen Simulationen durchgeführt wurden.

Die neu entwickelte Methode beruht auf dem Vergleich der Aufheizraten einer porösen und einer dichten Materialprobe. Der Quotient der Heizraten ist dabei proportional zum Verhältnis der dielektrischen Verlustzahlen ϵ''_r beider Proben. Bei den Aufheizversuchen muss strikt auf geometrische Ähnlichkeit geachtet werden, damit eine Vergleichbarkeit gegeben ist. Über ein mathematisches Näherungsverfahren wie das Newton-Verfahren kann der Koeffizient ν dann iterativ ermittelt werden. Die Methode wurde anhand poröser Yttrium-stabilsierter ZrO_2 -Proben (8YSZ) erprobt und die Ergebnisse mittels Impedanzspektroskopie validiert.

Materialspezifische und Bauteilgrößen-abhängige Kategorisierung der Mikrowellenabsorption

Um eine Multiskalenbetrachtung der Mikrowellenabsorption vorzunehmen, wurde die Methode nach MIE gewählt. Die Mie-Theorie stammt aus der Optik und stellt eine analytische Lösung der Maxwell-Gleichungen für kugelförmige Objekt dar, die sich im unendlichen Raum befinden (Fernfeld-Bedingung) und ist geeignet, neben der Streuung elektromagnetischer Wellen an Partikeln auch die Absorption als Maß für die aufgenommene Wärme zu berechnen. Zudem ist sie für einen weiten Objektgrößenbereich gültig. Mit Hilfe des dimensionslosen Mie-Faktors x_M , der das Verhältnis von Objektdurchmesser zur Wellenlänge der Strahlung beschreibt, wurde über

den komplexen Brechungsindex $\hat{n}(\omega)$ bei der Mikrowellenfrequenz 2.45 GHz der materialspezifische Zusammenhang zwischen absorbierter Mikrowellenleistung und Bauteilgröße für kugelförmige Geometrie untersucht. Die Berechnungen wurden durchgeführt mit einem frei verfügbaren Programm-Code, der für eine Multi-Skalenberechnung modifiziert wurde. Neben Berechnungen für die keramischen Materialien Al_2O_3 , SiC und ZrO_2 wurden auch materialunabhängig Absorptionsspektren für einen Permittivitätsbereich von $1 < \varepsilon_r' < 100$ und $10^{-4} < \varepsilon_r'' < 100$ für die Mikrowellenfrequenz $f = 2.45$ GHz berechnet, um die Relevanz der Permittivität als Funktion der Temperatur genauer analysieren zu können. Da der komplexe Brechungsindex $\hat{n}(\omega)$ des Materials über $\hat{n} = \sqrt{\hat{\varepsilon}_r}$ mit der komplexen Permittivität des Materials verknüpft ist, lieferten diese Berechnungen Aussagen über die Absorptionseffizienz als Funktion des Materials und der Bauteilabmessungen - insbesondere auch über das Auftreten von Resonanzen, die abhängig von der Permittivität für eine gegebene Frequenz bei bestimmten Bauteilabmessungen auftreten.

Die Ergebnisse dieser Berechnungen wurden mit Hilfe von im Rahmen dieser Arbeit eingeführten integralen Kennwerten für die potenzielle Absorption \bar{Q}_{abs} und Resonanzneigung $\bar{\Psi}$ weiterführend analysiert. Die Analyse erfolgte durch Auftragung des Absorptionspotenzials \bar{Q}_{abs} und der Resonanzneigung $\bar{\Psi}$ als größenunabhängige Parameter als Funktion von $\tan(\delta)$, woraus Nomogramme entstanden zur qualitativen Einschätzung des Absorptions- und Resonanzverhaltens in Abhängigkeit der Material-Permittivität, wie am Beispiel der Modellmaterialien Al_2O_3 , SiC und ZrO_2 demonstriert werden konnte.

Die Betrachtung des Absorptions- und Resonanzverhaltens von Materialien mit Hilfe der Mie-Theorie erlaubt zusätzlich die Definition eines weiteren Kennwerts $n^* = (n - \kappa)/(n + \kappa)$, der eine globale Einteilung aller Materialien - absorbierender, reflektierender und transmittierender Stoffe - hinsichtlich des Verhaltens im Mikrowellenfeld der Frequenz 2.45 GHz ermöglicht. Dieser weitere Kennwert enthält den Real- und Imaginärteil des komplexen Brechungsindex, und damit indirekt den $\tan(\delta)$ eines Materials, ergibt aber eine Normierung des gesamten Bereichs möglicher Wechselwirkung mit Mikrowellen im Bereich 0 bis 1, anstelle von 0 bis ∞ , falls $\tan(\delta)$ betrachtet wird. Aufgetragen über den Mie-Faktor x_M ergibt sich damit eine einfache Kategorisierung des größenabhängigen Absorptions- und Resonanzverhaltens für 2.45 GHz für alle Materialien, die bei einer ersten materialspezifischen Beurteilung eines Bauteils hinsichtlich Eignung für Mikrowellenerwärmung hilfreich ist.

Simulation der Mikrowellensinterung von Keramik

Bei komplex geformten Bauteilen oder bei Geometrien, die sich z.B. durch Sinterschrumpfung während des Prozesses verändern, ist die Anwendung numerischer Simulation zur Ermittlung der Absorption und der Berechnung des zeitabhängigen Aufheizverhaltens notwendig. Für das oben definierte Ziel einer Kopplung von elektromagnetischer und thermischer Simulation ohne Synchronisation der Zeitskalen wurde im Rahmen dieser Arbeit eine Methode entwickelt, bei der im ersten Schritt aus diskreten Temperaturschritten die temperaturabhängige Mikrowellenabsorption mittels Finite-Differenzen-Methode im Zeitbereich, im zweiten Schritt die zeitabhängige Erwärmung des Bauteils mittels Finite-Elemente-Methode simuliert wurde, weshalb dieses Vorgehen als „*serielles Verfahren*“ bezeichnet wurde.

Die Mikrowellensimulation des betrachteten Modells aus isothermem Mikrowellenapplikator sowie den darin enthaltenen Objekten, wie zylindrischer Keramik-Probe und, je nach Fall, weiterem Inventar wie Isolierung oder Suszeptoren, wurde für 2.45 GHz bei konstanter Mikrowellenleistung durchgeführt. Den Objekten wurde eine material- und temperaturspezifische Permittivität zugeordnet. Aus den Ergebnissen der jeweiligen Simulation wurde die in den Objekten dissipierte Leistung P_V ermittelt. Diese wiederum wurde in Relation zur eingestrahlenen Leistung P_A und Temperatur gestellt: $(P_V/P_A)_{\text{Objekt}} = f(T)$. Die Unterteilung in Objekte bzw. Unterobjekte

erfolgte mit dem Ziel, so wenig Bilanzräume wie nötig zu generieren. Die Berücksichtigung der Sinterschrumpfung erfolgte durch die schrittweise Verkleinerung der Probengeometrie im jeweiligen Temperaturintervall in Übereinstimmung mit der Sinterkurve des verwendeten Materials - in diesem Fall ZrO_2 - und Berücksichtigung der veränderten Permittivität als Funktion von Dichte und Temperatur.

Die aus der Mikrowellensimulation ermittelte relative Mikrowellenabsorption wurde in der anschließenden thermischen Simulation, als volumen- und temperaturabhängiger Quellterm für die jeweiligen Objekte eingesetzt. Die Einhaltung einer vorgegebenen Heizrate wurde durch einen implementierten Regler sichergestellt, bei dem die Temperatur der Probe als Sollwert und die Mikrowellenleistung als Regelgröße diente. Die Sinterschrumpfung wurde wiederum durch schrittweise Anpassung der Probengröße in den definierten Temperaturintervallen erzielt. Die transiente Simulation der Erwärmung der Objekte erfolgte unter Berücksichtigung der Wärmeverluste durch Strahlung, Wärmeleitung und Konvektion, die mittels fluiddynamischer Simulation umgesetzt wurde.

Das beschriebene Verfahren wurde schließlich erfolgreich zur Berechnung der transienten Mikrowellen-Erwärmung von SiC- und ZrO_2 -Proben auf über 1400 °C angewendet. Zudem konnten wärmetechnische Varianten zur Minimierung von Wärmespannungen sowie zur Erhöhung der Effizienz und des Wirkungsgrads durch Hybrid- und Suszeptorheizung durchgeführt und quantitativ ausgewertet werden.

Durch den modularen Aufbau der Simulation können auf Basis einer Mikrowellensimulation mehrere thermische Simulationen unter variierenden Randbedingungen durchgeführt werden, um eine Optimierung des Mikrowellenprozesses zu erzielen. Die Genauigkeit der Methode kann durch Erhöhung der Anzahl von Unterobjekten weiter verbessert werden.

Methodik zur Auslegung von Hochtemperatur-Mikrowellenprozessen

Das in Abschnitt 5.4 vorgestellte Vorgehen zur Auslegung von Hochtemperatur-Mikrowellenprozessen, das auf den oben beschriebenen Methoden aus Nomogrammen, analytischer und numerischer Berechnung aufbauend entwickelte wurde, kann dem Verfahreningenieur als Leitfaden bei der Abschätzung der Machbarkeit und dem Basic- und Detail-Engineering eines Mikrowellenprozesses dienen. Beim Detail-Engineering ist Spezialistenwissen bei der mikrowellentechnischen Optimierung gefordert, z.B. beim Resonatordesign und -tuning. Die mikrowellentechnische Optimierung greift vor allem auf numerische Methoden zu. Die verfahrenstechnische Optimierung kann auf Basis der hier vorgestellten „seriellen“ Simulationsmethode als flexible Simulations-Plattform auf Anlagenebene genutzt und durch zusätzliche physikalische Berechnungen, wie z.B. mechanische Spannungen, Stofftransport oder chemische Reaktionen, verfahrenstechnisch weiter ausgebaut werden.

Bislang liegt der Schwerpunkt der multiphysikalischen Simulationen von Mikrowellenprozessen vor allem auf Anlagen- und Kontinuumsebene. Die Einbindung mikroskopischer und molekularer Prozesse, wie z.B. die Dipolrelaxation und damit verbundener Transportprozesse von Ladungsträgern oder Defekten, kann künftig interessante Anwendungsgebiete für die Mikrowellensimulation auf Materialebene eröffnen.

7. Summary

The objective of this work was to define for the first time material-specific engineering parameters, which allow to optimize the efficiency of high-temperature microwave processes for a wide range of temperatures. Because the assumed advantage of microwave heating - in comparison to conventional heating methods - of a volumetric heating effect for dielectric materials, which can be used in principle for faster dissipation of heat in materials with poor or moderate thermal conductivity, can only be realized for a specific process by well-defined material and device parameters. In case of a microwave heated component, first of all permittivity determines the amount of heat that is absorbed by the object. However, the permittivity is material-dependent, and dependent on material composition, density, internal structure and the momentary temperature level. Therefore one aim of this work was to develop simplified methods to determine the permittivity of porous materials as a function of temperature. Because the macroscopic shape of an object is relevant for its microwave absorption as well, this aspect of microwave heating should be included into the investigation. Therefore it was essential to lay foundations for categorizing the material-specific microwave absorption behaviour considering the component size in order to define simplified characteristic numbers which allow a process engineer evaluating the energetic efficiency and the conversion of microwave energy into heat for processes, which cover a wide temperature range.

In order to review the material-specific aspects of microwave heating three model materials were selected. Each temperature-dependent permittivity shows a characteristic behaviour: Al_2O_3 for a moderate increase of dielectric loss, ZrO_2 for high increase of dielectric loss, and SiC for low increase of dielectric loss at a high permittivity level. With help of these materials a macroscopic multi-scale investigation of microwave absorption was performed for objects, whose size ranged from mm to m, in order to investigate the influence of object size on microwave absorption efficiency. For this investigation an analytic method for calculation was selected based on Mie theory. With help of these calculations so far unavailable simplified characteristic numbers for evaluation and design of high-temperature microwave processes could be compiled.

Numerical procedures were applied for investigating real processes like sintering of ceramic materials in practical devices/applicators. The objective of these simulations was to evaluate and optimize the energy balance of the processes for specific materials by combination of different heat sources like microwave heating at 2.45 GHz, resistive heating, and passive infrared radiators/susceptors.

The calculation of electromagnetic and heat transfer processes requires different numerical methods: microwave simulation is either conducted in time or frequency domain while heat simulation is conducted in time domain, in which the applied time scales differ significantly. The aim of this work was to develop a method for the coupling of microwave and thermal simulation, which does not require a synchronisation of time scales in order to evaluate microwave dissipation and the heat distribution in the component and its environment apart from each other. Therefore a new procedure for numerical simulation of microwave processes was developed and tested that allows considering changes in sample size typical for sintering of ceramic materials, and is aiming at realizing adequate energy efficiency and process stability over the complete temperature range of the sintering process.

From the sum of results a guideline for the process engineer was developed, which shall support evaluating the material-related feasibility of microwave heating as well as supporting the process

design of a microwave heating process. Details of the present work are explained subsequently.

Permittivity of porous ceramics

Within the frame of this work a method was developed (see pages 70 ff.) to determine the permittivity of porous pre-densified samples as a function of porosity. According to effective media theory the permittivity can be calculated with help of mixing rules for two or more components via volume fractions. A flexible universal mixing rule for two-component systems is presented by SIHVOLA, which allows adopting the mixing behaviour mathematically in a wide range to the real material behaviour with help of the coefficient ν . The equation contains, besides the real and imaginary parts of the complex permittivity of both components, the volume fraction φ and the coefficient ν . Consequently the equation system is under-determined, and the coefficient ν , that cannot be measured directly, is normally fitted to experimental results. That means an appropriate measurement equipment must be available, and a large number of measurements has to be carried out.

In the present work the experimental approach was replaced by a semi-analytical procedure which allows determining the coefficient ν by combining microwave heating experiments and a mathematical approximation procedure with at least one data point without accessing permittivity measurements. This new procedure requires that the permittivity of the dense material is known from literature or measurement data in advance. This pre-condition was met for the herein chosen model substances, especially for ZrO_2 , which covers in large part of the numerical simulations.

The newly developed method is based on a comparison of microwave heating rates at 2.45 GHz of a porous and a dense material sample. The ratio of heating rates is proportional to the ratio of dielectric loss numbers ε_r'' of both samples, provided that the condition of geometric similarity is fulfilled. With help of e.g. Newton's approximation procedure the coefficient ν can be determined stepwise. The method was tested with porous yttria-stabilized ZrO_2 samples and validated with help of impedance spectroscopy.

Material-related and component size dependent categorization of microwave absorption

In order to carry out multi-scale investigations on microwave absorption, the MIE method was selected. The Mie theory originates from optics and is an analytical solution to Maxwell's equations for spherical objects in space (far field condition). Beside calculations on scattering of electromagnetic waves by particles, it is suitable to calculate the absorption which is representing the dissipated heat in objects. Additionally it is valid for a wide range of object sizes. With help of the dimensionless Mie factor x_M , which is characterizing the object size in relation to the wavelength, the material-related correlation between absorbed microwave power and the size of components with spherical geometries was investigated with respect to the complex refractive index at the microwave frequency 2.45 GHz. The calculations were performed with a free program code that was modified for multi-scale calculations. In addition to calculations for the ceramic materials Al_2O_3 , ZrO_2 , and SiC, material-independent absorption spectra were calculated for the permittivity range $1 < \varepsilon_r' < 100$ and $10^{-4} < \varepsilon_r'' < 100$ for the microwave frequency $f = 2.45$ GHz in order to analyse the influence of permittivity as a function of temperature increase. Due to the relation $\hat{n} = \sqrt{\hat{\varepsilon}_r}$, that connects the complex refractive index \hat{n} and the complex permittivity, the results give qualitative and quantitative evidence of the absorption efficiency as a function of the material and component size - especially about the resonance behaviour, which occurs for a given frequency at certain component dimensions.

The results of the calculations were analysed further with help of the following integral characteristic numbers: \bar{Q}_{abs} for the absorption potential, and $\bar{\Psi}$ for the tendency of resonance phenomena. By plotting \bar{Q}_{abs} and $\bar{\Psi}$ as size-independent parameters over $\tan(\delta)$, nomograms were compiled which allow a qualitative, material-related, estimation of absorption and resonance potential in dependence of permittivity, as was demonstrated for the model substances Al_2O_3 , ZrO_2 , and SiC.

The consideration of absorption and resonance behaviour of materials with help of the Mie theory allows the definition of an additional characteristic number $n^* = (n - \kappa)/(n + \kappa)$, which allows a global classification of all materials regarding their microwave behaviour - absorbing, reflecting and transmitting - under microwave radiation at 2.45 GHz. This parameter n^* contains the real and imaginary part of the complex permittivity, and therewith $\tan(\delta)$ of the material, but normalizes the range of interactions with microwaves quantitatively from 0 to 1, in contrast to 0 to ∞ , if $\tan(\delta)$ would be used instead. Plotted against the Mie factor x_M a categorisation of the size-dependent absorption and resonance behaviour at 2.45 GHz is achieved for all materials, which allows a first evaluation of a component regarding its suitability for microwave heating.

Simulation of microwave sintering of ceramics

For complex shaped components or those with geometries, which undergo a change during the process like densification, numerical simulations are required in order to determine the absorption and to calculate the transient microwave heating behaviour. The defined aim of a non-synchronous coupling of electromagnetic and thermal simulation required to develop a new technique, which carried out the simulation of microwave absorption in discrete temperature steps by means of the finite-difference method in time-domain as a first step. As a second step the simulation of transient heating of the component is carried out by means of finite-element method. This two step approach is called "serial procedure".

The microwave simulation of the considered model, which consists of an adiabatic microwave applicator and the objects therein like the cylindrical ceramic sample and optional inventory like insulation or susceptors, was performed at 2.45 GHz at constant microwave power. Each object is assigned to a material- and temperature-specific permittivity. From the results of each simulation the dissipated power P_V is determined for each object and put into relation to the areic input power P_A and temperature: $(P_V/P_A)_{\text{Objekt}} = f(T)$. The zoning of objects aimed at generation of a minimum amount of subsystems. The densification of the sample was considered by a stepwise reduction of the sample geometry at each temperature interval in accordance with the sintering curve of the material - in this case ZrO_2 . The permittivity is set as a function of porosity and temperature.

The thermal simulations finally made use of the relative microwave absorption, that was determined from microwave simulation as described above and was defined as a volume- and temperature-dependent source term for each object. The control of fixed heating rates in thermal simulation was provided by an implemented control system, which used the sample temperature as set temperature and microwave power as controlled quantity. The densification was ensured by stepwise adoption of sample size according to the defined temperature steps. The transient simulation of the heating behaviour of the object was carried out considering heat losses by radiation, conduction, and convection. Latter one was realised with help of a coupled fluiddynamic simulation.

The described procedure was finally successfully applied for the calculation of transient microwave heating of SiC and ZrO_2 samples to more than 1400 °C. Additionally thermotechnical process variants were applied and reviewed in order to optimize the microwave process with respect to energy efficiency and product properties like thermal stresses.

Summary

By the use of the described modular simulation set-up several thermal simulations can be carried out on the basis of one microwave simulation with changing boundary conditions in order to achieve an optimum microwave heating process. The accuracy of the method can be further improved with an increasing number of subobjects.

Procedure for the design of high-temperature microwave processes

The procedure for designing a high-temperature microwave process suggested in section 5.4, which was adapted from the above described methods consisting of nomograms, and analytical and numerical calculations, can be used by a process engineer as a guideline for a feasibility study, and basic and detail engineering. Within detail engineering further expert knowhow may be required e.g. for the optimisation of resonator design and tuning, which will be based on numerical simulations. The process optimisation can be performed on the basis of the herein introduced "serial" simulation procedure as a flexible platform of simulations on applicator level, and can be extended by additional physics models like e.g. mechanical stress, mass transport, or chemical reactions.

So far the focus of multiphysics simulations of microwave processes is on applicator and continuum level. The integration of microscopic processes like dipole relaxation and the associated transport of charges and defects can offer further interesting applications for microwave simulation.

A. Grundlagen elektromagnetischer Wellen

A.1. Grundlagen der Maxwell-Gleichungen

A.1.1. Das Gaußsche Gesetz für elektrische Felder

beschreibt den Zusammenhang zwischen dem elektrischen bzw. elektrostatischen Feld \vec{E} , dem elektrischen Fluss Φ_E sowie der elektrischen Ladungsverteilung q , die das elektrische Feld erzeugt. In integraler Form lautet das Gesetz:

$$\Phi_E = \oint_S \vec{E} \cdot \vec{n} da = \frac{q}{\epsilon_0} . \quad (\text{A.1})$$

Dieses besagt, dass die in einem Volumen eingeschlossene Ladung q einen elektrostatischen Feldvektor \vec{E} mit der Einheit $\text{V} \cdot \text{m}^{-1}$ hervorruft. $\epsilon_0 = 8.85418 \dots \times 10^{-12} \text{C}/\text{V}\cdot\text{m}$ ist die Permittivität des Vakuums und \vec{n} ist der Normaleneinheitsvektor der Oberfläche S mit $|\vec{n}| = 1$. Der elektrische Fluss Φ_E trägt die Einheit $\text{V} \cdot \text{m}$. Der elektrische Fluss durch die Volumenhülle S des betrachteten Volumens ist dabei proportional zur eingeschlossenen freien Ladung q . Das erzeugte elektrische Feld wiederum bewirkt, dass eine elektrische Kraft auf die Ladung q wirkt, die parallel zum elektrischen Feldvektor \vec{E} ausgerichtet ist [429, S. 3]. Die visuelle Darstellung des elektrischen Feldes erfolgt in der Regel durch Vektoren oder Feldlinien. Vektoren verdeutlichen die Richtung des Feldes an jedem Punkt im Raum. Die Vektorsumme aller Einzelfelder ergibt das resultierende elektrische Feld. Elektrische Feldlinien beginnen bei einer positiven Ladung und enden an einer negativen Ladung. Wird das Gaußsche Gesetz auf das von der Oberfläche S umschlossene Volumen V angewendet und ist die darin enthaltene Ladung das Volumenintegral der Ladungsdichte ρ in $\text{C} \cdot \text{m}^{-3}$, gilt unter Anwendung des Divergenz-Theorems [429, S. 115]:

$$\int_S \vec{E} \cdot \vec{n} da = \int_V \vec{\nabla} \cdot \vec{E} dV = \int_V \frac{\rho}{\epsilon_0} dV . \quad (\text{A.2})$$

Da die betrachteten Volumina in Gleichung A.2 identisch sind, kann aus Gleichung A.2 die differenzielle Form des Gaußschen Gesetzes für Vakuum abgeleitet werden:

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{E} = \frac{\rho}{\epsilon_0} . \quad (\text{A.3})$$

A.1.2. Das Gaußsche Gesetz für magnetische Felder

beschreibt den magnetischen Fluss Φ_B in der Einheit $\text{V} \cdot \text{s}$, der durch das Anlegen eines magnetischen Feldes an einer geschlossenen Oberfläche S erzeugt wird. Da keine magnetischen Monopole existieren, ist der resultierende magnetische Fluss Φ_B durch die geschlossene Fläche S stets null:

$$\Phi_B = \oint_S \vec{B} \cdot \vec{n} da = 0 . \quad (\text{A.4})$$

Die magnetische Flussdichte \vec{B} trägt die Einheit Tesla $\text{T} = \text{V}\cdot\text{s}/\text{m}^2$ und steht für die magnetische Kraftwirkung auf eine kleine bewegte Ladung q . Beim magnetischen Feld stehen magnetische Flussdichte \vec{B} und magnetische Kraft \vec{F}_B senkrecht zueinander. Die durch das magnetische Feld

verrichtet Arbeit an der Ladung q ist somit immer null [429, S. 45]. Magnetische Felder werden ebenfalls durch Vektoren oder Feldlinien dargestellt. Magnetische Feldlinien formen dabei immer geschlossene Linien. Das Gaußsche Gesetz für magnetische Felder wird in differenzieller Form wie folgt geschrieben:

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{B} = 0. \quad (\text{A.5})$$

A.1.3. Das Faradaysche Gesetz

beschreibt die Wechselwirkungen zwischen magnetischem Fluss und elektrischem Feld [429, S. 59]:

- Bei einer Änderung des magnetischen Flusses Φ_B durch die offene Oberfläche S wird ein elektrisches Feld \vec{E} entlang eines beliebigen, geschlossenen Pfades C der Grenzfläche induziert. Befindet sich ein elektrisch leitfähiges Material darin, ruft das elektrische Feld eine elektromotorische Kraft hervor, die einen Strom in diesem fließen lässt.
- Eine zeitliche Änderung der magnetischen Flussdichte \vec{B} induziert ein kontinuierliches, zirkulierendes elektrisches Feld \vec{E} , d.h. die elektrischen Feldlinien bilden geschlossene Schleifen.

In integraler Schreibweise lautet das Faradaysche Gesetz:

$$\oint_C \vec{E} \cdot d\vec{l} = -\frac{d}{dt} \int_S \vec{B} \cdot \vec{n} da. \quad (\text{A.6})$$

Zeitliche Änderungen des magnetischen Flusses können auf eine ab- oder zunehmende Flussdichte \vec{B} , eine Richtungsänderung von \vec{B} und/oder eine Veränderung der Fläche S zurückgehen. Die Richtung des induzierten Stromflusses wirkt gemäß der Lenzschen Regel immer entgegen ihrer Ursache [430]. Das Faradaysche Gesetz in differenzieller Form lautet:

$$\vec{\nabla} \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t}. \quad (\text{A.7})$$

A.1.4. Ampère-Maxwellsches Gesetz

MAXWELL erweiterte das Ampèresche oder Durchflutungsgesetz um einen Term, der die zeitliche Veränderung des elektrischen Flusses berücksichtigt [431, S. 13-3]. Aus dieser Änderung folgt, dass sowohl ein statischer elektrischer Strom I als auch ein zeitlich veränderliches elektrisches Feld \vec{E} ein zirkulierendes Magnetfeld \vec{B} erzeugen kann, und zwar entlang eines geschlossenen Pfades C , der die betrachtete Fläche S einschließt [429, S. 84]:

$$\oint_C \vec{B} \cdot d\vec{l} = \mu_o \left(I + \varepsilon_o \frac{d}{dt} \int_S \vec{E} \cdot \vec{n} da \right). \quad (\text{A.8})$$

Die Erzeugung magnetischer Felder durch zeitliche Änderung des elektrischen Feldes (Durchflutung) ist nicht auf die Anwesenheit von elektrischen Ladungen oder physikalischen Strömen angewiesen und damit ein wichtiges Grundprinzip elektromagnetischer Wellen [429, S. 107]. Den Proportionalitätskoeffizienten zwischen beiden Seiten des Ampère-Maxwellschen Gesetzes in Gleichung A.8 bildet die Permeabilität des Vakuums $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} \text{ V}\cdot\text{s}/\text{A}\cdot\text{m}$. Die magnetische Feldstärke \vec{H} in der Einheit $\text{A} \cdot \text{m}^{-1}$ ist definiert über $\vec{H} = 1/\mu_0 \vec{B}$. Der elektrische Strom I ist die integrale Größe der durch die Fläche S führenden Stromdichte \vec{J} . Die Stromdichte \vec{J} kann ungleichförmig über die Fläche S sein und in veränderlichem Winkel zur ihr stehen:

$$I = \int_S \vec{J} \cdot \vec{n} da . \quad (\text{A.9})$$

Im Vakuum lautet das Ampère-Maxwellsche Gesetz in differentieller Form mit der Stromdichte \vec{J} in $\text{A} \cdot \text{m}^{-2}$:

$$\vec{\nabla} \times \vec{B} = \mu_0 \left(\vec{J} + \varepsilon_0 \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} \right) . \quad (\text{A.10})$$

Der Term $\varepsilon_0 \partial \vec{E} / \partial t$ in Gleichung A.10 wird als Durchflutungsstromdichte bezeichnet und trägt ebenfalls die Einheit $\text{A} \cdot \text{m}^{-2}$.

Nachfolgend sind die vier Maxwell-Gleichungen in klassischer, differentieller Schreibweise bei Anwesenheit äußerer Quellen oder Ströme im Vakuum für ruhende Körper zusammengefasst [17, S. 3]. Die beiden oberen Gleichungen sind die Quellgleichungen, die beiden unteren die Feldgleichungen:

$$\begin{aligned} \vec{\nabla} \cdot \vec{D} &= \rho \\ \vec{\nabla} \cdot \vec{B} &= 0 \\ \vec{\nabla} \times \vec{E} + \frac{\partial \vec{B}}{\partial t} &= 0 \\ \vec{\nabla} \times \vec{H} - \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} &= \vec{J} , \end{aligned} \quad (\text{A.11})$$

worin \vec{D} als elektrische Flussdichte oder dielektrische Verschiebung bezeichnet wird (\vec{D} in $\text{A} \cdot \text{s} / \text{m}^2$), und der Ausdruck $\partial \vec{D} / \partial t$ die Dichte des Maxwellschen Verschiebungsstroms ist. Die Maxwellsche dielektrische Verschiebung \vec{D} verleiht in Konsequenz elektrisch nicht-leitfähigen wie z.B. dielektrischen Materialien eine quasi-elektrische Größe [1, S. 159]. Gegenüber der elektrischen Stromdichte \vec{J} ist der Term $\partial \vec{D} / \partial t$ dann von Bedeutung, wenn $\vec{J} \rightarrow 0$, z.B. bei der Ausbreitung elektromagnetischer Wellen in dielektrischen Medien, oder bei hohen Frequenzen, wenn $\partial \vec{D} / \partial t \propto f$ [1, S. 160]. Die verknüpfenden Relationen zwischen Feldstärke und Flussdichte lauten für das elektrische bzw. magnetische Feld im Vakuum:

$$\begin{aligned} \vec{D} &= \varepsilon_0 \vec{E} \\ \vec{B} &= \mu_0 \vec{H} \end{aligned} \quad (\text{A.12})$$

Komplettiert werden die Maxwellgleichungen durch die Gleichung für die volumenspezifische Lorentz-Kraft \vec{F}_L (\vec{F} in N) auf bewegte Teilchen, die sich mit der Geschwindigkeit \vec{v} bewegen:

$$\vec{F}_L = q \vec{E} + \vec{v} \times \vec{B} , \quad (\text{A.13})$$

und die Kontinuitätsgleichung für Ladung und Stromdichte [17, S. 3]:

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \vec{\nabla} \cdot \vec{J} = 0 . \quad (\text{A.14})$$

Die Maxwell-Gleichungen stellen die mathematisch-physikalische Grundlage für elektromagnetische Wellen dar, denn jede zeitliche Änderung eines elektrischen Feldes ist verknüpft mit einer räumlich-zeitlichen Magnetfeldänderung und umgekehrt, ohne dass eine bewegte Ladung vorhanden sein muss ($\vec{J} = 0$). Sinusförmig an- und abschwelende elektrische und magnetische Felder ergeben eine fortschreitende transversale elektromagnetische Welle (s. Abbildung A.1), die sich

im Vakuum mit Lichtgeschwindigkeit fortpflanzt. Elektrisches und magnetisches Feld schwingen dabei gleichphasig, d.h. sie haben einen gemeinsamen, periodisch wiederkehrenden Nullpunkt und bedingen sich durch gegenseitige Induktion. Bei linear polarisierten Wellen stehen elektrisches und magnetisches Feld orthogonal zueinander.

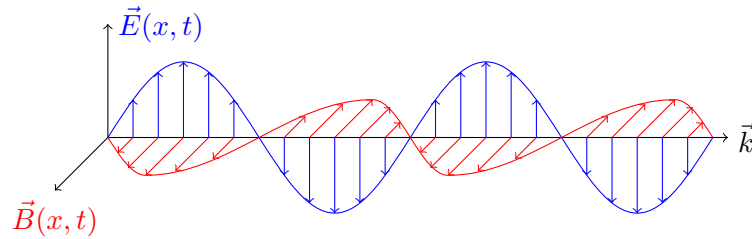


Abbildung A.1: Ausbreitung einer linear polarisierten, elektromagnetischen Welle.

Elektromagnetische Wellen können nach [17, S. 4] „Energie, Impuls und Drehimpuls tragen und haben somit eine von den Ladungen und Strömen vollkommen unabhängige Existenz.“ Elektromagnetische Felder sind zudem masselos [1, S. 436].

A.2. Die Wellengleichung

Durch Kombination der Maxwell-Gleichungen lassen sich zwei lineare, partielle Differentialgleichungen zweiter Ordnung für \vec{E} und \vec{B} aufstellen. Sie stellen die Wellengleichungen für das elektrische und magnetische Feld dar. Für ladungs- und stromfreie Bereiche im Vakuum gilt [431, S. 20-8]:

$$\begin{aligned}\nabla^2 \vec{E} - \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial t^2} &= 0 \\ \nabla^2 \vec{B} - \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 \vec{B}}{\partial t^2} &= 0\end{aligned}\quad (\text{A.15})$$

Die fundamentale Beziehung $1/c^2 \equiv \varepsilon_0 \mu_0$ verknüpft die Ausbreitungsgeschwindigkeit elektromagnetischer Wellen im Vakuum wie z.B. Lichtwellen mit den Feldkonstanten ε_0 und μ_0 . Die Lichtgeschwindigkeit beträgt $c \approx 2.998 \times 10^8$ m/s. Der Ausdruck ∇^2 (oder auch Δ) in Gleichung A.15 wird Laplace-Operator genannt und steht für die zweite Ableitung der Feldkomponente im Raum. Die partiellen Differentialgleichungen der Wellengleichung können im eindimensionalen Fall durch den Separationsansatz in zwei gewöhnliche Differentialgleichungen für den Zeit- und den Ortsbereich der Form $X(x) = A \cos(\lambda x) + B \sin(\lambda x)$ und $T(t) = C \cos(c\lambda t) + D \sin(c\lambda t)$ überführt werden, für die die Lösung $w(x, t) = X(x) \cdot T(t)$ gilt.

Ist eine Welle als harmonische, ungedämpfte Schwingung definiert, kann sie als komplexe Exponentialfunktion der Form

$$\psi(\vec{x}, t) = e^{i(\vec{k} \cdot \vec{x} - \omega t)} \quad (\text{A.16})$$

beschrieben werden [16, S. 57], worin (\vec{x}, t) die Raumzeitkoordinaten sind, \vec{k} der Wellenvektor und ω die Frequenz der Schwingung ist. Der Wellenvektor \vec{k} zeigt in Ausbreitungsrichtung der Welle. Sein Betrag $|\vec{k}| = \omega/c = \omega \sqrt{\varepsilon \mu} = 2\pi/\lambda$ ist definiert als Kreiswellenzahl k , die die Einheit m^{-1} besitzt. Die Wellengleichung für den skalaren, ebenen Fall $\psi(x, t)$ lautet [16, S. 59]:

$$\frac{\partial^2 \psi}{\partial x^2} - \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 \psi}{\partial t^2} = 0. \quad (\text{A.17})$$

Die Lösung nimmt die allgemeine Gestalt $\psi(x, t) = f_1(t - x/c) + f_2(t + x/c)$ an. Darin beschreibt $f_1(t - x/c)$ eine Welle, die sich mit Geschwindigkeit c in positive x -Richtung bewegt, und $f_2(t + x/c)$ eine, die sich in entgegengesetzter Richtung bewegt. An der Stelle $x = \text{const.}$ ändert sich das Feld periodisch mit der Zeit t , und zu jedem Zeitpunkt t hängt das Feld vom Ort x ab [432, S. 193].

Für ladungs- und strombehaftete Bereiche werden aus den homogenen Wellengleichungen in Gleichung A.15 schließlich inhomogene partielle Differentialgleichungen der Form [17, S. 286]

$$\begin{aligned}\nabla^2 \vec{E} - \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial t^2} &= -\frac{1}{\epsilon_0} \left(-\vec{\nabla} \rho - \frac{1}{c^2} \frac{\partial \vec{J}}{\partial t} \right) \\ \nabla^2 \vec{B} - \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 \vec{B}}{\partial t^2} &= -\mu_0 \vec{\nabla} \times \vec{J}.\end{aligned}\tag{A.18}$$

Das Erstellen der Wellengleichungen hat den Vorteil, dass die vier Maxwell-Gleichungen auf zwei Differentialgleichungen reduziert werden. Gleichwohl stellen sie immer noch ein gekoppeltes Gleichungssystem dar. Die Wellengleichungen für das elektromagnetische Feld in einem dielektrischen Medium mit den statischen Werten $\epsilon, \mu \neq f(\omega)$ bzw. bei Frequenzen unterhalb ihrer Dispersion (vgl. Unterabschnitt A.4.3) lauten nach [433, S. 259]:

$$\begin{aligned}\nabla^2 \vec{E} - \frac{\epsilon_r \mu_r}{c^2} \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial t^2} &= 0, \\ \nabla^2 \vec{B} - \frac{\epsilon_r \mu_r}{c^2} \frac{\partial^2 \vec{B}}{\partial t^2} &= 0.\end{aligned}\tag{A.19}$$

Die Ausbreitungsgeschwindigkeit im Medium beträgt $v = c/\sqrt{\epsilon_r \mu_r}$. Permittivität und Permeabilität reduzieren somit die Ausbreitungsgeschwindigkeit der elektromagnetischen Strahlung im Medium.

A.3. Makroskopische und komplexe Maxwell-Gleichungen

Die oben beschriebene Betrachtung von \vec{E} und \vec{B} als kontinuierliche, gewöhnliche Felder entspricht der der klassischen Physik. Aufgrund der quantenmechanischen Natur der Photonen sind ihre Energiezustände jedoch diskret und unterliegen auf atomarer Ebene quantenmechanischen Gesetzmäßigkeiten [17, S. 288]. Zudem sind elektrische Ladungen immer ganzzahlige Vielfache¹ der Elementarladung e eines Elektrons, streng genommen also ebenfalls diskret [17, S. 5]. Bei makroskopischen Systemen, also bei Betrachtungen außerhalb der atomaren Ebene, ist die klassische Beschreibung der elektromagnetischen Wellen als kontinuierliche Felder zulässig, wenn der Impuls p eines einzelnen Photons gegenüber dem des Materiesystems klein ist und eine kontinuierliche Raumladungsverteilung angenommen werden kann [17, S. 5]. In diesem Fall werden für ein Volumen gemittelte, makroskopische Feld- und Quellgrößen angewendet. Als Abgrenzung zur mikroskopischen Betrachtung kann eine Grenzlänge $L_0 = 10^{-8}$ m angenommen werden; für Volumen mit $L \gg L_0$ können die darin enthaltenen Atomkerne und Elektronen als Punktladungen betrachtet werden, deren Einzelschwingungen bei räumlicher Mittlung geglättet werden [17, S. 289].

Wird beispielsweise ein Feststoff als Medium betrachtet, so enthält dieser neben seinem Aufbau aus Atomkernen und Elektronen auch „freie“ elektrische Ladungen. Wird über alle enthaltenen Moleküle und freien Ladungen summiert, so ergibt sich die gemittelte Ladungsdichte [17, S. 295]

¹Eine Ausnahme bilden Quarks, die eine Ladung von $-\frac{1}{3}e$ oder $+\frac{2}{3}e$ aufweisen.

$$\langle \eta(\vec{x}, t) \rangle_{\text{Ladungen}} = \rho(\vec{x}, t) - \vec{\nabla} \cdot \vec{\mathcal{P}}(\vec{x}, t) + \sum_{ij} \frac{\partial^2}{\partial x_i \partial x_j} \mathcal{Q}'_{ij}(\vec{x}, t) + \dots \quad (\text{A.20})$$

gebildet aus den makroskopischen Größen Ladungsdichte $\rho(\vec{x}, t) = \rho_{\text{frei}} + \rho_{\text{Moleküle}}$, Polarisation $\vec{\mathcal{P}}(\vec{x}, t)$ und Quadrupoldichte $\mathcal{Q}'_{ij}(\vec{x}, t)$. Die elektromagnetischen Feldgrößen \vec{D} und \vec{H} sind nicht mehr linear abhängig von \vec{E} bzw. \vec{B} , sondern unterliegen zusätzlich bis zu höherer Ordnung den Momentdichten von elektrischen Dipolen $\vec{\mathcal{P}}$ bzw. Quadrupolen \mathcal{Q}'_{kl} sowie magnetischer Dipole $\vec{\mathcal{M}}$ [17, S. 16]. Die Vektoren \vec{D} bzw. \vec{H} enthalten somit die Komponenten:

$$\begin{aligned} D_i &= \varepsilon_0 E_i + \mathcal{P}_i - \sum_j \frac{\partial \mathcal{Q}'_{ij}}{\partial x_j} + \dots, \\ H_i &= \frac{1}{\mu_0} B_i - \mathcal{M}_i + \dots \end{aligned} \quad (\text{A.21})$$

Quadrupolmomente sowie alle höheren Elemente können in den meisten Fällen vernachlässigt werden, so dass für die makroskopischen Maxwell-Gleichungen in guter Näherung die folgenden Feldgrößen verwendet werden können [17, S. 288]:

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \vec{E} + \vec{\mathcal{P}} \quad (\text{A.22})$$

$$\vec{H} = \frac{1}{\mu_0} \vec{B} - \vec{\mathcal{M}} \quad (\text{A.23})$$

Werden weder Ferroelektrika noch Ferromagnetika betrachtet, und ist das Medium linear, d.h. die elektrische bzw. magnetische Polarisation ist proportional zum Betrag des elektrischen bzw. magnetischen Feldes, gilt für die Vektorkomponenten von \vec{D} und \vec{H} im kartesischen System:

$$\begin{aligned} D_i &= \sum_j \varepsilon_{ij} E_j \\ H_i &= \sum_j \frac{1}{\mu_{ij}} B_j. \end{aligned} \quad (\text{A.24})$$

Die Tensoren ε_{ij} und μ_{ij} heißen Permittivitätstensor bzw. Permeabilitätstensor. Sie sind frequenzabhängig und abhängig sowohl von der molekularen bzw. Kristallstruktur als auch von Dichte ϱ oder Temperatur T [17, S. 17]. Ist ein Material isotrop, d.h. Permittivität und Permeabilität sind unabhängig von der räumlichen Orientierung, wird aus dem jeweiligen Tensor ein Skalar und Gleichung A.24 vereinfacht sich zu [17, S. 17]

$$\begin{aligned} \vec{D} &= \varepsilon \vec{E} \\ \vec{H} &= \frac{1}{\mu} \vec{B} \end{aligned} \quad (\text{A.25})$$

Die skalare Permittivität ε und Permeabilität μ werden oft als Produkt aus relativer Größe ε_r , μ_r und der jeweiligen Feldkonstante für das Vakuum ε_0 und μ_0 gebildet. ε_r wird auch als Dielektrizitätskonstante und μ_r als Permeabilitätszahl bezeichnet.

$$\begin{aligned}\varepsilon &= \varepsilon_r \varepsilon_0 \\ \mu &= \mu_r \mu_0\end{aligned}\tag{A.26}$$

Da elektromagnetische Wellen zeitharmonische Schwingungen in Abhängigkeit der Winkelfrequenz ω und der Amplitude \vec{A} der Form $\vec{F}(t) = \vec{A} \cos(\omega \cdot t + \varphi)$ sind, können sie durch Fourier-Transformation vom Zeit- in den Frequenzbereich übertragen werden [16, S. 15]. Die Fourier-Transformation der Funktion $F(t)$ und ihre Rücktransformation lauten im eindimensionalen Fall:

$$F(\omega) = \int_{-\infty}^{+\infty} F(t) e^{-i\omega t} dt\tag{A.27}$$

$$F(t) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} F(\omega) e^{i\omega t} d\omega\tag{A.28}$$

Die Fourier-Transformation für die zeitabhängige dreidimensionale Feldgröße $\vec{F}(\vec{x}, t)$ wird wie folgt vorgenommen²:

$$\underline{\vec{F}}(\vec{k}, \omega) = \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} \vec{F}(\vec{x}, t) e^{i(\vec{k} \cdot \vec{x} - \omega t)} d\vec{x} dt\tag{A.29}$$

Durch die komplexe Darstellung wird die Zeitabhängigkeit bei harmonischen Vorgängen vermieden, und die Feldgrößen sind nur noch Funktionen des Ortes. Jede Maxwell-Gleichung mit reellen Größen, die keine zeitliche Ableitung enthält, nimmt generell dieselbe Gestalt mit komplexen Größen an. Für jede nach der Zeit abgeleiteten Größe gilt $\frac{\partial}{\partial t} := i\omega$ [14, S. 18]:

$$\begin{aligned}\vec{\nabla} \times \vec{E} &= -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t} && \text{zeitabhängige Form} \\ \vec{\nabla} \times \underline{\vec{E}} &= -i\omega \underline{\vec{B}} && \text{komplexe Form}\end{aligned}$$

Die komplexen Maxwell-Gleichungen lauten somit gemäß [14, S. 18]:

$$\begin{aligned}\vec{\nabla} \cdot \underline{\vec{D}} &= \rho \\ \vec{\nabla} \cdot \underline{\vec{B}} &= 0 \\ \vec{\nabla} \times \underline{\vec{E}} &= -i\omega \underline{\vec{B}} \\ \vec{\nabla} \times \underline{\vec{H}} &= i\omega \underline{\vec{D}} + \underline{\vec{J}}\end{aligned}\tag{A.30}$$

Für einfache lineare Medien, also solche, die homogen, isotrop und dielektrisch dispers sind, gelten zudem die komplexen Materialgrößen $\hat{\varepsilon}$, $\hat{\mu}$ und $\hat{\sigma}$. In Analogie zu Gleichung A.25 sind die komplexen Flussdichten wie folgt definiert [14, S. 18]

$$\begin{aligned}\underline{\vec{D}} &= \hat{\varepsilon} \underline{\vec{E}} \\ \underline{\vec{B}} &= \hat{\mu} \underline{\vec{H}} \\ \underline{\vec{J}} &= \hat{\sigma} \underline{\vec{E}}\end{aligned}\tag{A.31}$$

²Komplexe Vektoren werden zur Unterscheidung mit Unterstrich geschrieben.

mit der komplexen Permittivität $\frac{\hat{\varepsilon}(\omega)}{\varepsilon_0} = \varepsilon'_r(\omega) - i\varepsilon''_r(\omega)$, der komplexen Permeabilität $\frac{\hat{\mu}(\omega)}{\mu_0} = \mu'_r(\omega) - i\mu''_r(\omega)$ und der komplexen elektrischen Leitfähigkeit $\hat{\sigma} = \sigma' - i\sigma''$.

A.4. Permittivität, Permeabilität und Suszeptibilität

Wie bereits oben erläutert stellt die Permittivität $\hat{\varepsilon}(\omega)$ bzw. die elektrische Suszeptibilität $\hat{\chi}_e(\omega)$ eine komplexe, frequenzabhängige physikalische Größe dar, die den Proportionalitätsfaktor zwischen der zeitlichen Ausprägung des elektrischen Feldes \vec{E} und der in einem beliebigen Material hervorgerufenen elektronischen und/oder ionischen/atomaren Polarisation darstellt [16, S. 23]:

$$\vec{P}(\vec{k}, \omega) = \varepsilon_0 \hat{\chi}_e(\omega) \vec{E}(\vec{k}, \omega) = \varepsilon_0 (1 - \hat{\varepsilon}_r(\omega)) \vec{E}(\vec{k}, \omega) \quad (\text{A.32})$$

Die durch das elektrische Feld \vec{E} hervorgerufene Polarisation \vec{P} ist parallel zu diesem ausgerichtet. Die Permittivität kann also auch als Widerstand bezeichnet werden, den ein Medium der Ausbreitung eines elektrischen Feldes entgegenstellt. Die Transformation von \vec{P} in den Zeitbereich erfolgt über ein Faltungsintegral.

Die Permeabilität $\hat{\mu}(\omega)$ bzw. magnetische Suszeptibilität $\hat{\chi}_m(\omega)$ wiederum stellt den Proportionalitätsfaktor zwischen der raumzeitlichen Ausprägung des magnetischen Feldes \vec{H} und der magnetischen Flussdichte \vec{B} dar. Sie beschreibt die Fähigkeit eines Mediums, ein äußeres magnetisches Feld durch Reorientierung bzw. Migration seiner magnetischen Dipole in sich aufzubauen:

$$\vec{B}(\vec{k}, \omega) = \mu_0 (\hat{\chi}_m + 1) \vec{H}(\vec{k}, \omega) = \mu_0 \hat{\mu}_r \vec{H}(\vec{k}, \omega) . \quad (\text{A.33})$$

Die Permittivität und Permeabilität setzen sich aus einem dimensionslosen relativen (Index r) und einem dimensionsbehafteten konstanten Anteil (Index 0) zusammen (s. Gleichung A.26). Sind die Materialgrößen $\hat{\varepsilon}$ und $\hat{\mu}$ *frequenzabhängig* aber *feldunabhängig*, ist das Medium *linear*. Die Frequenzabhängigkeit der Permittivität wird als Dispersion bezeichnet und vertiefend in Unterabschnitt A.4.3 beschrieben. Die Frequenzabhängigkeit der Permeabilität soll hier nicht näher behandelt werden, da in dieser Arbeit magnetisch annähernd verlustfreie Materialien mit $\hat{\mu}(\omega) \cong 1$ angenommen werden. Grundlagen zu magnetischen Materialeigenschaften sind u.a. in der Literatur der Elektrodynamik, z.B. [433, 17], zu finden.

Ist ein Medium linear, zeitinvariant, isotrop und homogen wie z.B. viele amorphe Feststoffe, Flüssigkeiten oder kubische Kristalle [16, S. 247], d.h. die Permittivität ist zeit-, orts- und richtungsunabhängig, dann ist die Permittivität eine skalare Größe und trägt die Einheit A·s/V·m:

$$\hat{\varepsilon}(\omega) = \hat{\varepsilon}_r(\omega) \varepsilon_0 . \quad (\text{A.34})$$

ε_0 ist wie beschrieben die elektrische Feldkonstante des Vakuums. Die komplexe Permittivität weist einen Realteil $\text{Re}(\hat{\varepsilon}) = \varepsilon'$ und einen Imaginärteil $\text{Im}(\hat{\varepsilon}) = \varepsilon''$ auf:

$$\hat{\varepsilon}(\omega) = \varepsilon'(\omega) - i\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_0 (\varepsilon'_r(\omega) - i\varepsilon''_r(\omega)) . \quad (\text{A.35})$$

Real- und Imaginärteil der komplexen Permittivität sowie der komplexen Suszeptibilität sind nicht unabhängig voneinander. Der Realteil steht bei jeder Frequenz in Beziehung zum Imaginärteil und umgekehrt. Diese Relation wird durch die Kramers-Kronig-Gleichung wiedergegeben, bei der sich Real- und Imaginärteil der komplexen dielektrischen Funktion gegenseitig durch Integration bedingen [433, S. 281] [17, S. 386] [16, S. 21]. Sie unterliegt dem Prinzip von Linearität und Kausalität; Voraussetzung für ihre Anwendung ist, dass die komplexe Funktion in der oberen Halbebene analytisch ist und für unendlich große Werte gegen Null tendiert [434].

$$\begin{aligned}\varepsilon'(\omega) - 1 &= \frac{1}{\pi} \text{CH} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{\varepsilon''(\Omega)}{\Omega - \omega} d\Omega & \chi_e'(\omega) &= \frac{1}{\pi} \text{CH} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{\chi_e''(\Omega)}{\Omega - \omega} d\Omega \\ \varepsilon''(\omega) &= -\frac{1}{\pi} \text{CH} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{(\varepsilon'(\Omega) - 1)}{\Omega - \omega} d\Omega & \chi_e''(\omega) &= -\frac{1}{\pi} \text{CH} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{\chi_e'(\Omega)}{\Omega - \omega} d\Omega\end{aligned}\quad (\text{A.36})$$

Ω ist die Variable der Kreisfrequenz, und mit CH wird der Cauchysche Hauptwert des aufgezogenen Integrals gekennzeichnet. Dieser wird zur Lösung divergenter Integrale verwendet, die sonst unbestimmt bleiben³. Durch die Kramers-Kronig-Gleichung wird der Bereich möglicher Permittivität bzw. Suszeptibilität physikalisch eingeschränkt und der Frequenzverlauf asymptotisch begrenzt [16, S. 22]. Sie kann auch genutzt werden, um Messergebnisse zu validieren. In [435] wird dazu folgende Form der Kramers-Kronig-Gleichung unter Verwendung der Gleichstromleitfähigkeit σ_{dc} verwendet.

$$\varepsilon'(\omega_0) = \varepsilon_{\infty} + \frac{2}{\pi} \int_0^{\infty} \varepsilon''(\omega) \frac{\omega}{\omega^2 - \omega_0^2} d\omega \quad (\text{A.37})$$

$$\varepsilon''(\omega_0) = \frac{\sigma_{\text{dc}}}{\varepsilon_0 \omega_0} + \frac{2}{\pi} \int_0^{\infty} \varepsilon'(\omega) \frac{\omega_0}{\omega^2 - \omega_0^2} d\omega \quad (\text{A.38})$$

Nur eingeschränkt übertragbar ist die Kramers-Kronig-Beziehung für die magnetische Permeabilität $\hat{\mu}(\omega)$ und magnetische Suszeptibilität $\hat{\chi}_m(\omega) = \hat{\mu}(\omega) - 1$, da die Permeabilität nicht streng monoton fallend zu hohen Frequenzen sein muss [436].

Viele kristalline Materialien weisen anisotrope Eigenschaften auf. Die Permittivität $\hat{\varepsilon}$ wird im Fall einer Hauptachsentransformation als symmetrischer Tensor geschrieben,

$$\hat{\varepsilon} = \begin{pmatrix} \hat{\varepsilon}_1 & 0 & 0 \\ 0 & \hat{\varepsilon}_2 & 0 \\ 0 & 0 & \hat{\varepsilon}_3 \end{pmatrix} \quad (\text{A.39})$$

wobei $\hat{\varepsilon}_1$, $\hat{\varepsilon}_2$ und $\hat{\varepsilon}_3$ entlang der Bezugsachsen des Kristalls ausgerichtet sind, die für den oben beschriebenen Tensor entlang der Raumrichtungen (x , y , z) verlaufen. Andernfalls ist eine Transformation über Eigenvektoranalyse erforderlich. Für uniaxiale Kristalle (tetragonal, hexagonal, trigonal oder orthorhombisch) gilt $\hat{\varepsilon}_1 = \hat{\varepsilon}_2 \neq \hat{\varepsilon}_3$ und für biaxiale Kristalle (orthorhombisch, triklin oder monoklin) gilt $\hat{\varepsilon}_1 \neq \hat{\varepsilon}_2 \neq \hat{\varepsilon}_3$ [16, S. 249]. Ein Beispiel für einen anisotropen Kristall ist Quarz mit unterschiedlichen Absorptionsbanden im Bereich des Infrarotlichts bei paralleler und orthogonaler Ausrichtung zur optischen Achse [437]. Die Annahme linearer Medien stellt eine generelle Vereinfachung dar, denn jedes Medium wird unter entsprechenden Voraussetzungen nichtlineares Verhalten aufweisen. Nichtlineares Materialverhalten im elektromagnetischen Feld

³Besitzt die Funktion $f(x)$ eine Singularität bei x_0 , ist das Hauptwertintegral wie folgt definiert:

$$\int_{-\infty}^{\infty} \text{CH}(f(x)) dx = \text{CH} \int_{-\infty}^{\infty} f(x) dx = \lim_{\delta \rightarrow 0^+} \left[\int_{-\infty}^{x_0 - \delta} f(x) dx - \int_{x_0 + \delta}^{\infty} f(x) dx \right]$$

Die Delta-Funktion erfasst den Beitrag an der Stelle x_0 durch Umlaufen von x_0 entlang eines infinitesimalen Halbkreises in positivem Drehsinn. Die Stelle x_0 bleibt somit vom Integrationspfad ausgeschlossen.

wird z.B. in [438] behandelt, wonach sich der dielektrische Verschiebungsstrom für nichtlineare Medien $\vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} + (\vec{P}^L + \vec{P}^{NL})$ aus dem linearen (L) und einem betragsmäßig geringeren nichtlinearen (NL) Polarisationsanteil zusammensetzt.

Die Permittivität eines Materials ist eng mit der frequenzabhängigen Polarisierbarkeit α verbunden. Dielektrische Materialien werden in paraelektrische (oder nicht-ferroelektrische) und ferroelektrische Materialien unterteilt [439, S. 78]. Ferroelektrische Materialien besitzen ohne äußeres elektrisches Feld ein elektrisches Dipolmoment (z.B. Perovskite wie BaTiO_3). Positive und negative Ladungen sind bei einem ferroelektrischen Kristall räumlich getrennt [314, S. 510]. Beim Anlegen eines äußeren elektrischen Feldes können ferroelektrische Materialien ihre spontane Polarisationsrichtung ändern. Oberhalb der Übergangstemperatur T_C geht dieser polarsierte Zustand jedoch verloren. Bei paraelektrischen Materialien wird die Polarisierung durch äußere elektrische Felder ausgelöst; sie unterteilen sich in unpolare, polare und dipolare Materialien.

Bei unpolaren Materialien erzeugt das elektrische Feld eine elastische Auslenkung von Elektronen bzw. Elektronenwolken im Valenzband. Es entsteht nur eine elektrische Polarisation. Zu dieser Gruppe gehören beispielsweise Silizium und Diamant, sowie inerte Elemente in gasförmiger, flüssiger oder fester Form. Unterhalb ihrer Resonanzfrequenz (gewöhnlich im Bereich des sichtbaren bis ultravioletten Lichts) ist die dielektrische Konstante unabhängig von der Frequenz und äquivalent mit der statischen Dielektrizitätskonstante ϵ_0 (s. auch Unterabschnitt A.4.3). Die Polarisierbarkeit unpolarer Materialien entspricht allein der Elektronen-Polarisierbarkeit α_e .

Polare Materialien bestehen aus mehratomigen Molekülen ohne permanente Dipole. Beispiele sind ionische Kristalle, einige Oxide oder auch Paraffine. Polare Materialien weisen neben der elastischen Auslenkung der Elektronen auch eine Veränderung von Ionenpositionen aufgrund äußerer elektrischer Felder auf. Daher treten zwei Resonanzbereiche auf: der erste entsprechend der Elektronenpolarisation im Bereich des optischen Lichts, der zweite aufgrund der Ionenpolarisation im Bereich niedrigerer Frequenzen, z.B. im Infrarot-Bereich. Die Polarisierbarkeit polarer Medien α setzt sich zusammen aus der Elektronen- (α_e) und der Ionenpolarisierbarkeit (α_i).

Bei dipolaren Medien treten drei Polarisationsmechanismen auf: elektronische, ionische und die Dipolpolarisation (α_d). Dipolare Materialien besitzen Moleküle mit permanenten Dipolen. Bei äußerer Anregungen durch ein elektrisches Feld wird eine Neuausrichtung ihrer Dipolorientierung erzeugt. Dies trifft vor allem auf Flüssigkeiten und Gase zu, sowie für einige Feststoffe wie z.B. feste Salz- und Schwefelsäure [439, S. 78]. Eine kritische Temperatur definiert im festen Zustand die Grenze, unterhalb der alle Dipole „eingefroren“ sind, also ihre Polarisierbarkeit verlieren. In den meisten Fällen entspricht diese dem Schmelzpunkt der Materialien. Da dielektrische Materialien meist in polykristalliner oder amorpher Form vorliegen, besitzen sie eine Vielzahl von Störstellen. Zudem sind die meisten Materialien keine idealen Isolatoren sondern weisen eine elektrische Leitfähigkeit auf, so dass die Polarisierbarkeit von dipolaren Materialien allgemein durch die Polarisation von Raumladungen (α_r) erweitert werden kann zu $\alpha = \alpha_e + \alpha_i + \alpha_o + \alpha_d$ [439, S. 79].

Der Zusammenhang zwischen Dichte des Mediums ρ , Polarisierbarkeit α und der makroskopischen Permittivität ϵ wird durch die Clausius-Mosotti Beziehung [440] [314, S. 506] beschrieben.

$$\frac{(\epsilon_r - 1)}{(\epsilon_r + 2) \rho} = \frac{1}{3\epsilon_0} \sum_j N_j \alpha_j \quad (\text{A.40})$$

N_j steht für die volumenspezifische Teilchendichte. Die Clausius-Mosotti-Gleichung gilt vor allem für Substanzen mit geringer Dichte wie Gase bzw. näherungsweise für Flüssigkeiten oder Feststoffe mit hoher Dielektrizitätszahl [17, S. 188] bzw. kubische Kristalle, die der Lorentz-Beziehung $\vec{E}_{\text{lokal}} = \vec{E} + \frac{\vec{p}}{3\epsilon_0}$ gehorchen [314, S. 504], die besagt, dass sich die lokale elektrische Feldstärke zusätzlich zum makroskopischen Feld aus der Polariationswirkung der umgebenden Atome er-

gibt. Ein ideal verlustfreies Dielektrikum weist keine dielektrischen Verluste auf: $\hat{\epsilon}_r = \epsilon'_r + i0$. Das einzige perfekte Dielektrikum ist Vakuum ($\hat{\epsilon}_r = 1 + i0$). Bei verlustbehafteten Dielektrika tritt eine deutliche Frequenzabhängigkeit der Permittivität mit $\epsilon'_r \neq 1$ und $\epsilon''_r > 0$ auf (z.B. keramische Werkstoffe).

A.4.1. Zusammenhang zwischen Permittivität und elektrischer Leitfähigkeit

Die Permittivität von Metallen bzw. Materialien mit sowohl dielektrischen als auch elektrischen Eigenschaften kann bei niedrigen Frequenzen ($\omega \rightarrow 0$) gemäß [17, S. 360 ff.] wie folgt betrachtet werden. Nach dem komplexen Maxwell-Ampèreschen Gesetz gilt:

$$\vec{\nabla} \times \vec{H} = \vec{J} + i\omega \vec{D}. \quad (\text{A.41})$$

In obige Gleichung wird das Ohmsche Gesetz in der Form $\vec{J} = \sigma \vec{E}$ mit der elektrischen Leitfähigkeit σ in S/m eingesetzt. Wenn ein Material sowohl elektrische als auch dielektrische Eigenschaften besitzt, nähert sich der Imaginärteil der Permittivität null an, $\epsilon'' \rightarrow 0$ (s. auch Lorentz- oder Debye-Modell in Unterabschnitt A.4.3). Die Permittivität kann in diesem Fall durch die statische, reelle Permittivität ϵ' beschrieben werden. Folglich ist $\vec{D} = \epsilon' \vec{E}$. Dies gilt nur für vergleichsweise schlechte elektrische Leiter; bei guten elektrischen Leitern entfällt ϵ' , da in diesem Fall die dielektrische Verschiebung \vec{D} vernachlässigt werden kann. Gleichung A.41 geht für $\omega \rightarrow 0$ somit über in

$$\vec{\nabla} \times \vec{H} = \vec{J} + i\omega \vec{D} = \sigma \vec{E} + i\omega \epsilon' \vec{E} = i\omega \left(\epsilon' - i \frac{\sigma}{\omega} \right) \vec{E} \quad (\text{A.42})$$

Nach [17, S. 361] wird der eingeklammerte Ausdruck in Gleichung A.42 als *verallgemeinerte* oder *effektive* Permittivität $\hat{\epsilon}_{\text{eff}}(\omega)$ interpretiert und wie folgt geschrieben:

$$\hat{\epsilon}_{\text{eff}}(\omega) = \epsilon' - i \frac{\sigma}{\omega}. \quad (\text{A.43})$$

Wird der Imaginärteil von $\text{Im} \{ \epsilon_{\text{eff}}(\omega) \} = \epsilon''_{\text{eff}} = \sigma/\omega$ nach σ umgestellt, ergibt sich daraus

$$\sigma(\omega) = \omega \epsilon''_{\text{eff}} = \omega \epsilon_0 \epsilon''_r(\omega). \quad (\text{A.44})$$

Der Ausdruck $\sigma(\omega)$ in Gleichung A.44 wird oft für den gesamten Frequenzbereich genutzt, besitzt nach [433, S. 267] jedoch keine physikalische Signifikanz außer der Relation zu ϵ''_r .

Die frequenzabhängige Leitfähigkeit der Metalle leitet sich nach DRUDE [441] aus der Bewegungsgleichung der freien Elektronen im E -Feld gemäß der Analogie zur kinetischen Gastheorie ab, hier dargestellt für den eindimensionalen Fall:

$$-m_e \dot{v} + \frac{m_e}{\tau} v_D + eE = 0, \quad (\text{A.45})$$

mit den Parametern Driftgeschwindigkeit v_D , der mittleren thermischen Geschwindigkeit v , Stoßzeit τ durch Streuprozesse sowie der Ladung e und Masse m_e eines Elektronen. Für den stationären Fall mit $\dot{v} = 0$ ergibt sich für die endliche Driftgeschwindigkeit $v_D = -\frac{e}{m_e} \tau E$. Die Stromdichte J im Leiter berechnet sich aus $J = -eN \cdot v_D$ mit der Elektronendichte N und der Elementarladung e , so dass daraus $J = Ne^2/m_e \tau E$ folgt. Mit Hilfe des Ohmschen Gesetz $J = \sigma_0 E$ lässt sich wiederum die Gleichstrom-Leitfähigkeit nach Drude ableiten zu:

$$\sigma_0 = \frac{Ne^2 \tau}{m_e} \quad (\text{A.46})$$

Trifft eine elektromagnetische Welle auf ein Material, gilt im elektrischen Wechselfeld $\dot{v} \neq 0$, woraus sich aus Gleichung A.45 bei Übertragung in den Frequenzbereich

$$-i\omega m_e \cdot v(\omega) + \frac{m_e}{\tau} v(\omega) + eE = 0. \quad (\text{A.47})$$

ergibt. Durch Umstellen ist die Geschwindigkeit der Elektronen $v(\omega) = -\frac{e}{m_e} \frac{1}{1-i\omega\tau} \tau E(\omega)$. Wird diese in die komplexe Gleichung für die Stromdichte $J(\omega) = \sigma(\omega) E(\omega) = -eN \cdot v(\omega)$ eingesetzt, ergibt sich daraus in Kombination mit Gleichung A.46:

$$\sigma(\omega) = \frac{Ne^2}{m_e} \cdot \frac{1}{\gamma - i\omega} = \frac{Ne^2\tau}{m_e} \cdot \frac{1}{1 - i\omega\tau} = \frac{\sigma_0}{1 - i\omega\tau}. \quad (\text{A.48})$$

Darin ist σ_0 die Gleichstromleitfähigkeit, N die Elektronendichte, e die Ladung eines Elektrons, m_e die Masse eines Elektrons und $\gamma = 1/\tau$ der Dämpfungsfaktor der Elektronenschwingung. Für Metalle ist die Leitfähigkeit bis in den Mikrowellenbereich reell, d.h. nicht frequenzabhängig; sie wird erst bei Frequenzen ab dem Infrarot-Bereich ($\simeq 10^{12}$ Hz) komplex, wobei Gleichung A.48 die quantenmechanischen Beiträge zur Frequenzabhängigkeit qualitativ beschreibt [17, S. 361]. Die Unterscheidung zwischen elektrischem Leiter und Dielektrikum ist bei Frequenzen $\omega > 0$ artifizuell; die Dispersionseigenschaften können sowohl durch eine frequenzabhängige, elektrische Leitfähigkeit wie durch eine komplexe Permittivität (vgl. Seite 139) beschrieben werden [17, S. 361].

A.4.2. Zusammenhang zwischen Permittivität und Brechungszahl

Für die Ausbreitung einer elektromagnetischen Welle in einem absorbierenden Material gilt im Fall einer homogenen, planaren Welle, deren Wellenvektor in Ausbreitungsrichtung zeigt, für den Betrag des komplexen Wellenvektors $\hat{k} = \hat{k}\vec{n}$ (\vec{n} ist der Einheitsvektor in Richtung von \vec{k}' und \vec{k}'') nach [433, S. 285]:

$$\hat{k} = \sqrt{\hat{\epsilon}_r \hat{\mu}_r} \frac{\omega}{c} = (n - i\kappa) \frac{\omega}{c}. \quad (\text{A.49})$$

c ist darin die Lichtgeschwindigkeit. Die Größe n ist der dimensionslose Brechungsindex des Mediums, der die Reduzierung der Ausbreitungsgeschwindigkeit im Medium gegenüber der im Vakuum beschreibt. κ ist der Absorptionskoeffizient, der die Dämpfung der Welle im Medium beschreibt. Energie-Dissipation ($\kappa > 0$) tritt nur dann auf, wenn $\hat{\epsilon}_r$ und $\hat{\mu}_r$ komplex sind. Der Absorptionskoeffizient kann aber auch von Null verschieden sein ($\kappa \gtrsim 0$), wenn ϵ_r und μ_r reell sind und negative Vorzeichen besitzen [433, S. 285].

Der komplexe Brechungsindex \hat{n} lässt sich folglich in der Form

$$\hat{n}(\omega) = n - i\kappa = \sqrt{\hat{\epsilon}_r \hat{\mu}_r} \quad (\text{A.50})$$

schreiben. Unter Vernachlässigung der Permeabilität ($\hat{\mu}_r = 1$) sind Permittivität und Brechungsindex folgendermaßen verknüpft:

$$n^2 + \kappa^2 - 2i n \kappa = \hat{\epsilon}_r = \epsilon_r' - i\epsilon_r'' \quad (\text{A.51})$$

Real- und Imaginärteil des Brechungsindex lassen sich aus dem Real- bzw. Imaginärteil der Permittivität wie folgt berechnen [433, S. 285]:

$$\begin{aligned}
n &= \sqrt{\frac{1}{2} \left(\sqrt{\varepsilon_r'^2 + \varepsilon_r''^2} + \varepsilon_r' \right)} \\
\kappa &= \sqrt{\frac{1}{2} \left(\sqrt{\varepsilon_r'^2 + \varepsilon_r''^2} - \varepsilon_r' \right)}
\end{aligned}
\tag{A.52}$$

Für Metalle ist bei niedrigen Frequenzen der Imaginärteil der Permittivität $\varepsilon'' \gg \varepsilon'$ und die elektrische Leitfähigkeit gemäß Gleichung A.44 mit ε'' verknüpft. Daher gilt für Metalle $n = \kappa = \sqrt{\sigma/2\omega}$ [433, S. 285].

A.4.3. Frequenzabhängigkeit der dielektrischen Funktion

Die Abhängigkeit der Permittivität von der Frequenz wird als Dispersion bezeichnet. Die Permittivität eines Mediums wird entscheidend beeinflusst durch die Polarisations-eigenschaften seiner schwingungsfähigen Bausteine. Alle Medien wie Gase, Flüssigkeiten und Feststoffe weisen eine Absorption und Polarisation als Funktion der Frequenz auf. Die Polarisations-effekte können je nach Material auf die Beiträge von (i) Elektronen, (ii) freien oder gebundenen Ionen, (iii) permanenten Dipolen und zusätzlich auf (iv) Grenzflächenpolarisation zurückgehen. Letztere werden durch Ladungskonzentrationen an Grenzflächen heterogener [314, S. 507] bzw. geschichteter Materialien hervorgerufen (Maxwell-Wagner-Effekt) [442]. Untersuchungen an Oxid-Kristallen zeigen [443], dass dieser Einfluss bei Temperaturen über 75 K vernachlässigbar ist. Verunreinigungen und Poren dagegen üben einen Einfluss auf die Grenzflächenpolarisation und den dielektrischen Verlust aus [443].

Für alle Materialien gilt, dass bei Frequenzen jenseits ihrer Elektronen-Vibrationsmoden die Grenzwerte $\lim_{\omega \rightarrow \infty} \varepsilon_r' = 1$ und $\lim_{\omega \rightarrow \infty} \varepsilon_r'' = 0$ erreicht werden [16, S. 267]. Ein exemplarischer Frequenzverlauf von $\hat{\varepsilon}_r$ mit verschiedenen Beiträgen zur Polarisierbarkeit für ein elektrisch nicht-leitfähiges Material ist in Abbildung A.2 dargestellt. Unterschieden wird zwischen Relaxationsvorgängen von Dipolen im Radio- und Mikrowellenbereich und Resonanzvorgängen von Atomen und Elektronen im Höchstfrequenzbereich größer 10^{12} Hz. Wasser besitzt beispielsweise temperaturabhängig drei Relaxationsfrequenzen (16 GHz, 129 GHz, 1788 GHz bei 20 °C) im Mikrowellen- und zwei Resonanzen im Fern-Infrarot-Bereich (4 THz, 14.7 THz bei 20 °C) [251].

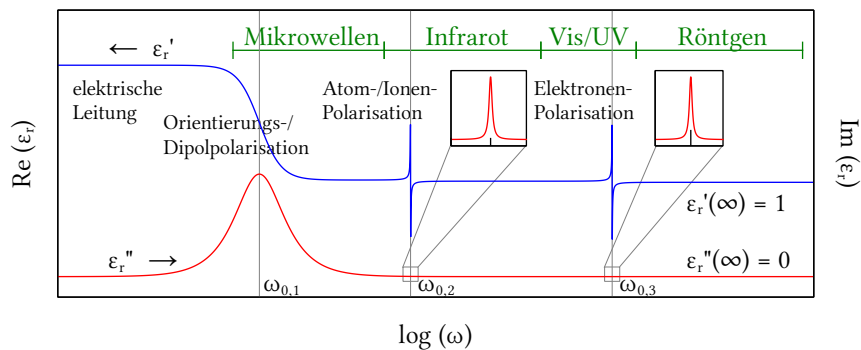


Abbildung A.2: Exemplarischer Frequenzverlauf der dielektrischen Funktion eines dielektrischen, elektronisch nicht leitfähigen Materials mit drei Polarisationsresonanzen: (i) eine Dipol-Relaxation bei $\omega_{0,1}$ im Mikrowellen-, (ii) eine Gitterionen-Oszillation bei $\omega_{0,2}$ im Fern-Infrarot- und (iii) eine Valenzelektronen-Oszillation bei $\omega_{0,3}$ im UV-Bereich.

Zur Beschreibung der Polarisation existieren verschiedene Modelle, die auf klassischen physikalischen als auch quantenmechanischen Modellen beruhen und in den folgenden Abschnitten vorgestellt werden. Gemäß Gleichung A.31 gilt:

$$\underline{\vec{D}}(\omega) = \hat{\varepsilon}(\omega) \underline{\vec{E}}(\omega) , \quad (\text{A.53})$$

worin die komplexe, skalare Funktion $\hat{\varepsilon}(\omega)$ nach [433, S. 266] allgemein definiert ist als:

$$\hat{\varepsilon}(\omega) = \varepsilon_0 \left[1 + \int_0^{+\infty} f(\tau) e^{i\omega\tau} d\tau \right] . \quad (\text{A.54})$$

Die Funktion $f(\tau)$ ist klein für alle Werte von τ und tendiert bei Dielektrika gegen 0 für $\tau \rightarrow \infty$, d.h. dass kein Wert von $D(t)$ durch entfernt liegende $E(t)$ beeinflusst wird, sondern die Relaxationszeiten der Polarisation maßgeblich sind [433, S. 279]. Die komplexe Funktion $\hat{\varepsilon}(\omega)$ wird auch als Dispersionsrelation bezeichnet [433, S. 266].

Drude-Modell Für den Fall freier, in ihrer Bewegung uneingeschränkter Elektronen, wie sie näherungsweise bei Metallen angenommen werden können, kann die dielektrische Funktion nach dem klassischen Drude-Modell verwendet werden [441, 444]. Auf Basis von Gleichung A.43 und den Annahmen $\omega \gg \tau$ und $\varepsilon'_r = 1$ gilt:

$$\frac{\hat{\varepsilon}(\omega)}{\varepsilon_0} = 1 - i \frac{\sigma(\omega)}{\varepsilon_0 \omega} \quad (\text{A.55})$$

Durch Einsetzen der frequenzabhängigen Leitfähigkeit aus Gleichung A.48 ergibt sich daraus:

$$\hat{\varepsilon}_r(\omega) = 1 - i \frac{Ne^2}{\varepsilon_0 m_e} \cdot \frac{\tau}{\omega(1 - i\omega\tau)} = 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2 + i\gamma\omega} , \quad (\text{A.56})$$

mit der Plasmafrequenz $\omega_p^2 = \frac{Ne^2}{\varepsilon_0 m_e}$ (in s^{-2}) und dem Dämpfungsfaktor $\gamma = 1/\tau$ (in s^{-1}). Der Verlauf der dielektrischen Funktion über die Frequenz ist in Abbildung A.3a nach Gleichung A.57 dargestellt. Für Frequenzen $\omega \ll \omega_p$ nimmt ε große Beträge an (ε'_r wird negativ, ε''_r ist positiv). Mit steigender Frequenz nimmt der Betrag von ε'_r und ε''_r monoton ab. Für $\omega > \omega_p$ nähert sich $\varepsilon'_r \simeq 1$ und $\varepsilon''_r \simeq 0$. Bei $\omega = \gamma$ ändert sich die Steigung im Verlauf von ε''_r :

$$\hat{\varepsilon}_r(\omega) = 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2 + i\gamma\omega} = \left[1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2 + \gamma^2} \right] + i \left[\frac{\omega_p^2 \gamma}{\omega(\omega^2 + \gamma^2)} \right] . \quad (\text{A.57})$$

Im Fall $\omega = \omega_p$ wird $\varepsilon'_r = 0$, und die Elektronen schwingen schwarmähnlich in longitudinaler statt transversaler Richtung, weit reichenden Coulomb-Kräften zwischen den Elektronen folgend. Diese kollektive Oszillation wird Plasmaoszillation bzw. quantenmechanisch als Plasmon bezeichnet [16, S. 254]. Es trägt die Energie $\hbar\omega_p$ und besitzt eine Lebenszeit von $\tau = 2/\gamma$. Der Dämpfungsfaktor γ wird bestimmt durch die Zeit zwischen der Kollision eines Elektrons mit Phononen (Gitterschwingungen) bzw. Gitterfehlern. Bei den meisten Metallen ist $\gamma \ll \omega_p$. Die Plasmafrequenz ω_p der Metalle liegt typischerweise im Bereich des sichtbaren bzw. ultravioletten Lichts (3 bis 20 eV).

Der Frequenzverlauf der Drude-Funktion erklärt die hohe Reflektivität von Metallen sowohl im Bereich der Mikrowellen als auch im Bereich des infraroten bzw. sichtbaren Lichts durch die Bedingung $\varepsilon < 0$. Die Drude-Theorie ist beispielsweise gut auf Aluminium anwendbar [16, S. 255].

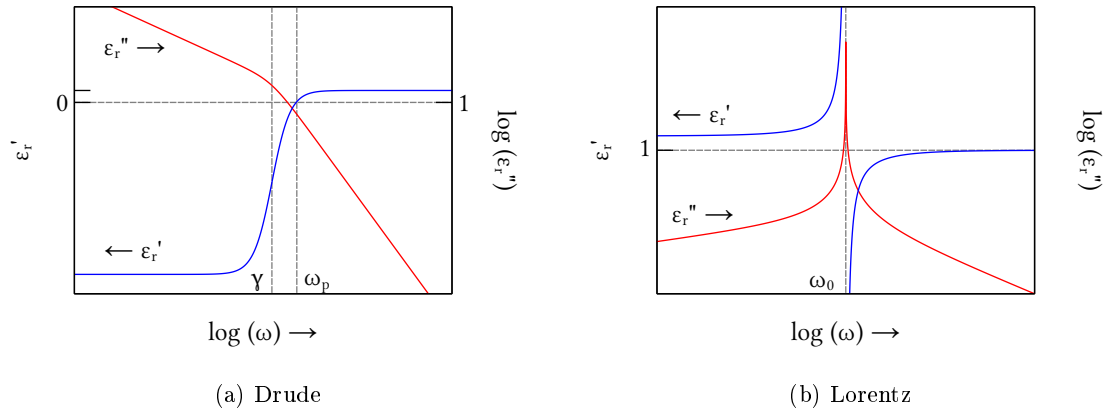


Abbildung A.3: Vergleich der dielektrischen Funktionen nach Drude und Lorentz.

Der Nachteil des Drudemodells ist, dass es keinerlei Unterscheidung hinsichtlich der Energiezustände der Elektronen macht. Es ist im Grunde ein klassisches Modell elastischer Stöße zwischen Elektronen und positiv geladenen Metallionen und lässt sich deshalb nicht auf Interbandübergänge anwenden [445]. Erweiterungen des Drude-Modells stellen das nachfolgend beschriebene halbklassische Lorentzmodell und das quantenmechanische Drude-Sommerfeld-Modell dar.

Lorentz-Modell Die Bewegung freier Elektronen in Wellenform um den Ionenrumpf erfährt in einem kristallinen Gitter eine entscheidende Einschränkung. Durch die Periodizität des Gitters und die Bragg-Reflexion der Elektronenwellen an diesem (Bragg-Bedingung: $k = \pm\pi/a$, a : Gitterkonstante) entstehen Energiebereiche, für die nach BLOCH [446] keine Lösungen der Wellengleichungen gemäß der Schrödingergleichung existieren. Sie können somit nicht von Elektronen besetzt werden - sogenannte Bandlücken [314, S. 182 ff.]. Materialien können hinsichtlich ihrer Besetzung der zulässigen Energiebänder mit Elektronen in folgende Kategorien unterteilt werden:

- Bei einem *Isolator* sind ein oder mehrere Bänder vollständig mit Valenzelektronen gefüllt, während höhere Bänder leer bleiben (Bedingung: Zahl der Valenzelektronen in der Primivzelle ist gerade). Durch Anlegen eines äußeren E -Feldes kann kein Stromfluß erzeugt werden. Die energetische Bandlücke verhindert, dass Elektronen in höhere Bänder wechseln können; ihr Gesamtimpuls bleibt konstant (s. A.4a).
- Sind einzelne Energiebänder nur teilweise gefüllt (Füllgrad 10% bis 90%) oder überlappen sich diese, dann liegt ein *Metall* vor. Ist der überlappende Bereich sehr klein, wird von einem *Halbmetall* gesprochen (s. A.4b und A.4c). Elektronen können beim Anlegen relativ kleiner äußerer E -Felder durch niederenergetische Photonen ein höheres Energieniveau erreichen und sich somit nahezu ungehindert bewegen und zum Stromfluss beitragen.
- Sind einzelne Bänder nur sehr wenig oder fast vollständig besetzt, liegt ein *Halbleiter* vor.

Das Oszillationsmodell nach H. A. LORENTZ fußt auf der Annahme, dass an einen Atomrumpf gebundene Elektronen als Reihe identischer, isotroper harmonischer Oszillatoren betrachtet werden können [447], die durch die Anregung einer elektromagnetischen Welle zu schwingen beginnen. Die Auslenkung eines solchen harmonischen Oszillators kann mit einer Masse verglichen werden, die beweglich an einer Feder - in diesem Fall ist die Oszillation eindimensional isotrop - oder mehreren gleich bzw. verschieden starken Federn befestigt ist - in diesem Fall sind die Oszillationen mehrdimensional isotrop bzw. anisotrop [16, S. 229, S.247 ff.]⁴. Die Auslenkung des Oszillators erfolgt durch die lokale elektrische Feldstärke \vec{E} . Für ein isotropes Medium ist

⁴Das Drudemodell entspricht dem Lorentzmodell, wenn die Rückstellkraft der Federn vernachlässigt würde.

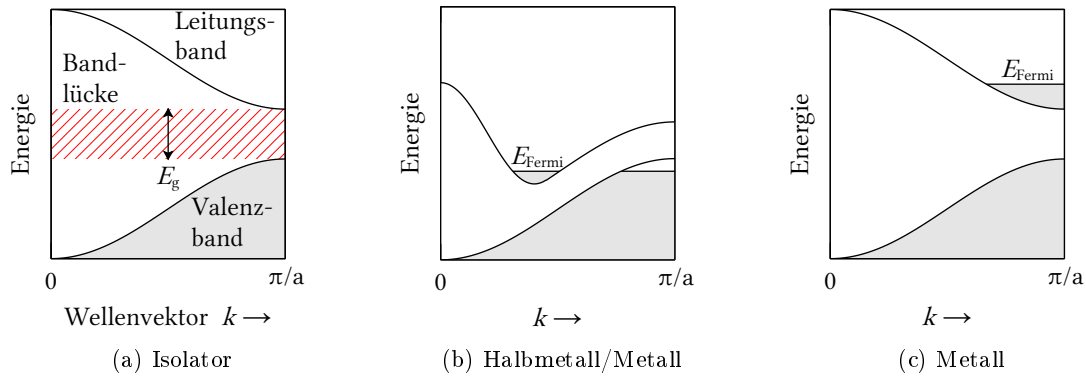


Abbildung A.4: Bandstruktur zur Beschreibung der zulässigen Energiezustände kristalliner Systeme wie einem a) Isolator, b) Metall/Halbleitend und c) Metall in der ersten Brillouin-Zone (nach [314, S. 204, Bild 7.11])

die elektrische Polarisierbarkeit gegeben durch $\vec{P}(\omega) = \epsilon_0 \chi_e(\omega) \vec{E}(\omega)$. Für N Oszillatoren pro Volumeneinheit gilt im Lorentz-Modell [16, S. 230]:

$$\vec{P}(\omega) = \frac{\omega_p^2}{\omega_0^2 - \omega^2 - i\gamma\omega} \epsilon_0 \vec{E}(\omega) , \tag{A.58}$$

worin ω_0 die Resonanz- und ω_p die Plasmafrequenz repräsentieren. Die Resonanzfrequenz ω_0 kennzeichnet die Eigenfrequenz der Elektronenoszillation, während die Plasmafrequenz die periodische Oszillation der räumlichen Dichte freier Ladungsträger beschreibt (Plasmon). In einem Dielektrikum mit $\epsilon_r > 1$ gilt $\omega_p = N \cdot q^2 / m\epsilon$, mit der Ladung q (bei Elektronen gilt $q = e$) und der Masse m des Oszillators.

Trifft eine elektromagnetische Welle auf ein Medium, wird diese makroskopisch absorbiert und/oder gestreut. Quantenmechanisch betrachtet wird das eintreffende Photon der elektromagnetischen Welle beim Auftreffen auf ein Medium Energie ($\mathcal{E} = \hbar\omega$) sowie Moment in Quantenanregungen mit diskreten Energien und Momenten unterteilen. Das eintreffende Photon kann seine Energie z.B. auf ein Phonon übertragen, ein Quasiteilchen zur Beschreibung von Gitterschwingungen. Mögliche verbleibende Energie kann zur Emission eines Photons genutzt werden, wie z.B. bei Brillouin- und Raman-Spektroskopie [16, S. 233], oder weitere Quasiteilchen anregen [314, vgl. Kap. 14]:

- *Plasmonen* - quantifizieren die Schwankungen der Ladungsträgerdichte,
- *Magnonen* - beschreiben den Anregungszustand magnetischer Spinwellen,
- *Exzitonen* - erfassen den Anregungszustand eines Elektron/Loch-Paares,
- *Polaronen* - Deformationen im Kristall aufgrund von Ladungspolarisationen.

Das Lorentzmodell kann auf Interbandübergänge angewendet werden. Die komplexe, klassische und die quantenmechanische dielektrische Funktion $\hat{\epsilon}_r(\omega) = 1 + \chi_e$ nach Lorentz lauten [16, S. 233]:

$$\begin{aligned}
\hat{\varepsilon}_r(\omega) &= 1 + \frac{\omega_p^2}{\omega_0^2 - \omega^2 - i\gamma\omega} && \text{(klassisch)} \\
&= \left[1 + \frac{\omega_p^2(\omega_0^2 - \omega^2)}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 - \gamma^2\omega^2} \right] + i \left[\frac{\omega_p^2\omega\gamma}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 - \gamma^2\omega^2} \right] && \text{(A.59)} \\
\hat{\varepsilon}_r(\omega) &= 1 + \sum_j \frac{(Ne^2/m\varepsilon_0)\psi_{i,j}}{\omega_{i,j}^2 - \omega^2 - i\gamma_j\omega} && \text{(quantenmechanisch)}
\end{aligned}$$

Für den Fall $j = 1$ wird aus der quantenmechanischen Form formal die Gleichung des klassischen Oszillatormodells. In der quantenmechanischen Form beschreibt $\omega_{i,j}$ die Energiedifferenz zwischen dem Grundzustand i und dem angeregten Zustand j . Die Übergangswahrscheinlichkeiten zwischen den Quantenzuständen wird durch γ_j erfasst (im klassischen Modell steht γ für die Dämpfung der Schwingung). Die Wahrscheinlichkeit für die Anregung von Zustand i zu Zustand j wird durch die Oszillatorstärke $\psi_{i,j}$ beschrieben [16, S. 234]. Ist die Anregungsfrequenz deutlich größer als die Resonanzfrequenz ($\omega \gg \omega_0$), sind die Grenzwerte der Lorentzfunktion $\lim_{\omega \rightarrow \infty} \varepsilon'_r = 1$ und $\lim_{\omega \rightarrow \infty} \varepsilon''_r = 0$. Ist die Anregungsfrequenz kleiner als die Resonanzfrequenz ($\omega \ll \omega_0$), strebt $\lim_{\omega \rightarrow 0} \varepsilon'_r = \text{const.}$ einem endlichen Wert entgegen, der abhängig ist von Anzahl und Masse der vorhandenen Oszillatoren, während $\lim_{\omega \rightarrow 0} \varepsilon''_r = 0$ wiederum auf Null abfällt.

Ein Werkstoff, dessen Permittivität sich gut durch die Lorentz-Funktion beschreiben lässt, ist das halbleitende α -SiC [16, S. 241 ff.]. Viele Metalle besitzen mehrere Elektronenübergänge und somit mehrere Resonanzfrequenzen (z.B. Cu, Pt etc. [448]). Bei vielen Metallen setzt sich die dielektrische Funktion als Kombination aus Drude- und Lorentzmodell gemäß

$$\begin{aligned}
\hat{\varepsilon}_r(\omega) &= \varepsilon_{\text{Drude}} + \varepsilon_{\text{Lorentz}} \\
\hat{\varepsilon}_r(\omega) &= 1 - \frac{\psi_1\omega_p^2}{\omega^2 + i\gamma_1\omega} + \sum_{j=2}^n \frac{\psi_j\omega_{p,j}^2}{\omega_{r,j}^2 - \omega^2 - i\gamma_j\omega} && \text{(A.60)}
\end{aligned}$$

zusammen (z.B. Au [448, 449]). In Gleichung A.60 ist $\omega_{p,j}$ die Plasmafrequenz, $\omega_{r,j}$ die Resonanzgeschwindigkeit, ψ_j die Oszillatorstärke sowie γ_j der Dämpfungsfaktor jeder einzelnen Oszillation j . Durch die Überlagerung der Oszillationen freier und gebundener Ladungen verschiebt sich die Nullstelle für ε' und somit die nominelle Plasmafrequenz zu niedrigeren Frequenzen. In Abwandlung der Lorentz-Funktion lässt sich die Polarisation bei manchen Materialien besser durch eine gestreckte Exponentialfunktion, nach KOHLRAUSCH [450, S. 198] und WILLIAMS & WATTS [451] auch KWW-Funktion genannt, an experimentell ermittelte Daten anpassen.

Drude-Sommerfeld-Modell Das von Sommerfeld [452] erweiterte Drude-Modell für ein freies Elektronengas berücksichtigt die quantenmechanische Fermi-Dirac-Statistik. Neben dem Pauli-Prinzip⁵ beinhaltet diese, dass der Tausch zweier Teilchen keinen neuen Zustand hervorbringt, sondern den vorherigen wiederherstellt. Das Modell versteht das Elektron nicht als Teilchen sondern als Zustand, der als Gruppe von Wellenfunktionen betrachtet werden kann. Die dielektrische Funktion nach Drude-Sommerfeld lautet:

$$\hat{\varepsilon}_r(\omega) = \varepsilon_\infty - \frac{\omega_p^2}{\omega^2 + i\omega\gamma} = \left[\varepsilon_\infty - \frac{\omega_p^2}{\omega^2 - \gamma^2} \right] + i \left[\frac{\omega_p^2\gamma}{\omega(\omega^2 - \gamma^2)} \right] \quad \text{(A.61)}$$

⁵Das Ausschließungsprinzip nach Pauli besagt, dass zwei Fermionen (quantenmechanische Elementarteilchen mit halbzahligem Spin: Elektronen, Neutrinos, Quarks) nicht in allen Quantenzahlen gleich sein können und deshalb nicht am selben Ort existieren können.

mit $1 \leq \varepsilon_\infty \leq 10$. Es verschiebt den Verlauf von ε'_r zu positiveren Werten, ohne ε''_r zu verändern. Die Plasmafrequenz ω_p ist proportional zur Wurzel der Valenzelektronendichte von Feststoffen $\omega_p = \sqrt{\frac{N \cdot e}{m \cdot \varepsilon_0}}$ [314, S. 434].

Debye-Modell Im Gegensatz zu kurzfristig induzierten elektrischen Dipolen existieren in einigen Materialien permanente Dipole, die einer partiellen parallelen Ausrichtung durch äußere Anregung Rückstellkräfte entgegensetzen, um eine statistische Verteilung von Orientierungen zu erzielen. Im Vergleich zu den schnellen, überschwingenden Lorentzschwingungen sind Dipol-schwingungen stark gedämpfte, in ihren Grundzustand zurückkehrende Polarisationsvorgänge, die auch als Relaxation bezeichnet werden [16, S. 259 ff.] und deren Beschreibung für viskoelastische Medien auf P. DEBYE [453] zurückgeht. Permanente Dipole kommen bei polaren Flüssigkeiten vor, aber auch Feststoffe besitzen Dipole im Mikrowellenbereich, hervorgerufen durch Ladungsdefekte oder Gitterfehler, z.B. wenn Gitterfehler wie z.B. Frenkeldefekte im Kristall die Möglichkeit zur Reorientierung besitzen [16, S. 260]. Im Vergleich zu Elektronen- und Gitterionenschwingungen ist die zeitliche Antwort der Permanentdipole auf äußere Felder langsam. Wird zum Zeitpunkt t_0 ein makroskopisches elektrisches Feld \vec{E}_0 induziert, entsteht unmittelbar eine Polarisierung durch Gitterschwingungen, beschrieben durch die elektrische Suszeptibilität χ_{0G} . Zusätzlich baut sich eine mit der Zeit ansteigende Polarisierung aufgrund der Dipolpolarisation auf, beschrieben durch χ_{0D} . Die Polarisationsantwort ist dabei nicht nur vom momentanen Anregungswert \vec{E}_0 , sondern auch von der Vorgeschichte der Polarisierung abhängig, z.B. ob $\vec{E}_0 < \vec{E}(t < t_0)$ oder $\vec{E}_0 > \vec{E}(t < t_0)$ [16, S. 262]. Die zeitabhängige Polarisierung eines Mediums kann durch eine Aneinanderreihung von zwei Stufenfunktionen beschrieben werden [16, S. 263].

$$\mathcal{P}(t) = \underbrace{\varepsilon_0 \chi_{0G} E_0 e^{-i\omega t}}_{\text{Gitterionen}} + \underbrace{\varepsilon_0 (\chi_{0D} - \chi_{0G}) \int_{-\infty}^t E_0 e^{-i\omega t^*} \frac{d}{dt^*} \left[e^{-\frac{t-t^*}{\tau}} \right] dt^*}_{\text{Permanentdipole}} \quad (\text{A.62})$$

Der linke Term in Gleichung A.62 beschreibt die Polarisierung durch Gitterionen, während der rechte Term den Beitrag durch Permanentdipole beschreibt. Die Polarisierung durch Gitterionen ist vergleichsweise schnell, während die Polarisierung durch Permanentdipole in Relation dazu langsam ist (s. Abbildung A.5). Gleichung A.62 ist dominant, wenn ω klein gegenüber den Vibrationsfrequenzen der Gitterschwingungen ist.

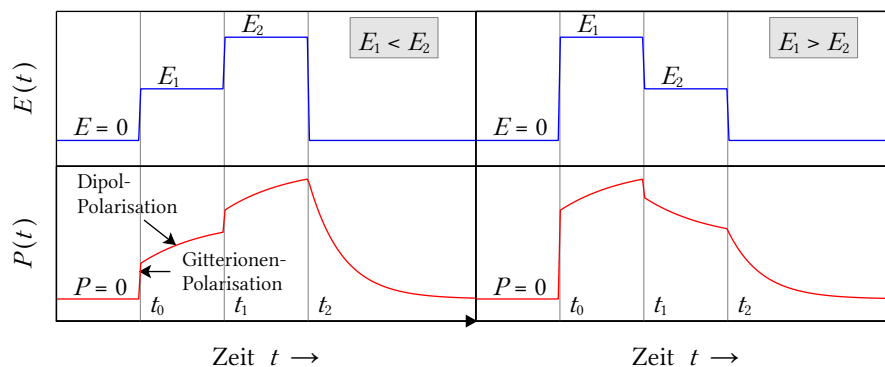


Abbildung A.5: Polarisierung $\mathcal{P}(t)$ als Funktion der Zeit und des anregenden E -Feldes nach Debye: links $E_1 < E_2$ und rechts $E_1 > E_2$ (in Anlehnung an [16, S. 262, Fig. 9.14]).

Ohne äußere Anregung wird die temporäre Polarisation für $t \rightarrow \infty$ exponentiell abgebaut (dielektrische Relaxation). Der Unterschied im Abklingverhalten zwischen Lorentz- und Debye-Polarisation wird in Abbildung A.7 veranschaulicht. Im Debye-Modell relaxiert die Auslenkung ohne Schwingen mit der Zeitkonstante τ , während die Lorentz-Oszillation einer gedämpften harmonischen Schwingung folgt. Wird ein harmonisch schwingendes E -Feld der Form $E(t) = E_0 \exp(-i\omega t)$ betrachtet, lässt sich die Debye-Funktion für die komplexe relative Permittivität $\hat{\epsilon}_r(\omega)$ mit Hilfe der Clausius-Mosotti-Beziehung (Gleichung A.40) wie folgt ableiten:

$$\begin{aligned}\hat{\epsilon}_r(\omega) &= \epsilon_\infty + \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{1 + i\frac{\omega}{\omega_r}} = \epsilon_\infty + \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{1 + i\omega\tau} \\ &= \left[\epsilon_\infty + \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{1 + (\omega\tau)^2} \right] + i \left[\frac{(\epsilon_s - \epsilon_\infty)\omega\tau}{1 + (\omega\tau)^2} \right]\end{aligned}\quad (\text{A.63})$$

Gleichung A.63 enthält die Grenzwerte ϵ_s für $\omega \rightarrow 0$ und ϵ_∞ für $\omega \rightarrow \infty$. ω_r ist die Resonanzfrequenz, und die Relaxationszeit τ ist der Kehrwert der Resonanzfrequenz: $\tau = 1/\omega_r$. Der Verlauf von $\text{Im}(\hat{\epsilon}_r) = \epsilon_r''$ über die Frequenz ω ähnelt prinzipiell dem des Lorentz-Modells in Gleichung A.59. Der Realteil $\text{Re}(\hat{\epsilon}_r) = \epsilon_r'$ verläuft monoton fallend von ϵ_s bei niedrigen zu ϵ_∞ bei sehr hohen Frequenzen. Der Einfluss der Dipolschwingungen ist bei niedrigen Frequenzen entsprechend hoch und nimmt zu hohen Frequenzen hin ab. Die Dipol-Oszillationen können bei hohen Frequenzen dem äußeren Wechselfeld aufgrund ihrer Trägheit nicht mehr folgen, so dass der Dipol-Beitrag abnimmt [16, S. 264]. Die komplexe, dielektrische Funktion nach Debye erfüllt die Kramers-Kronig-Forderung, dass weder Real- noch Imaginärteil unabhängig von der Frequenz sein können bzw. diese voneinander abhängen [16, S. 266]. Bei der grafischen Darstellung vom Imaginärteil ϵ'' über ϵ' im Cole-Cole-Diagramm ergibt sich für die Debye-Relaxation ein Halbkreis mit dem Radius $1/2(\epsilon_s - \epsilon_\infty)$ und den Nullpunkten bei ϵ_∞ und ϵ_s (s. Abbildung A.6). Die Tangenten in den Nullpunkten stehen orthogonal, d.h. im Winkel $\pi/2$, auf der x -Achse.

Analog zu den Oszillatoren im Lorentz-Modell kann die Dipolrelaxation nach Debye auch als Superposition von Abklingfunktionen betrachtet werden [16]. So zeigt zum Beispiel *n*-Propanol eine Doppel-Debye-Relaxation, Isopropanol dagegen eine Einzel-Debye-Relaxation [454, S. 11]. Bei der Überlagerung mehrerer Relaxationsvorgänge weicht die Darstellung im Cole-Cole-Diagramm von der idealen Halbkreisform ab und die zeitabhängige Polarisationsfunktion entfernt sich von der streng exponentiellen Form. Beim Fitten experimenteller Daten an die Debye-Funktion wurden oft Abweichungen von der Debye-Funktion festgestellt, weshalb modifizierte, empirisch-ermittelte Gleichungen abgeleitet wurden, die in folgender Form verallgemeinert werden können:

$$\hat{\epsilon}_r(\omega) = \epsilon_\infty + \frac{\epsilon_s - \epsilon_\infty}{\left(1 + \left(\frac{i\omega}{\omega_r}\right)^\alpha\right)^\beta} - i\omega\Gamma \quad (\text{A.64})$$

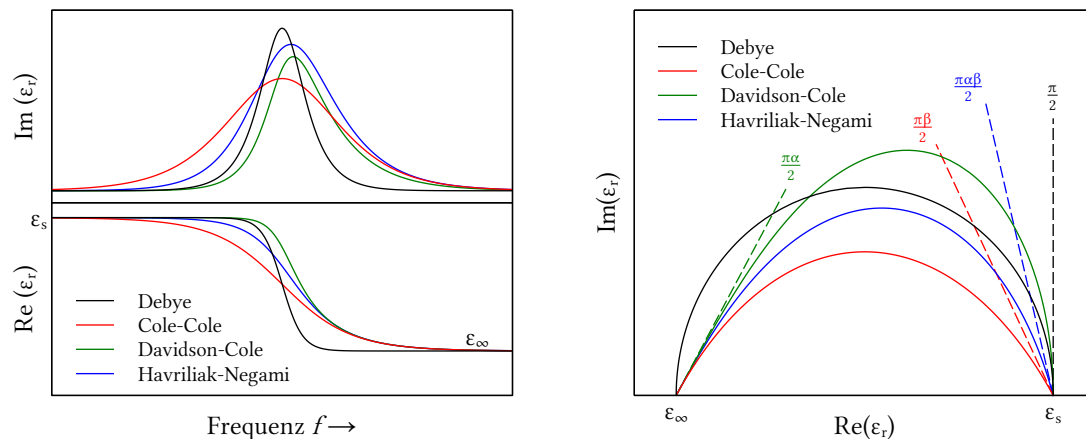
Für $\alpha < 1$ und $\beta = 1$ leitet sich aus Gleichung A.64 z.B. die Cole-Cole-Gleichung [455], für $\alpha = 1$, $\beta < 1$ die Cole-Davidson- [456, 457] oder für $\alpha < 1$, $\beta < 1$ die Havriliak-Negami-Gleichung [458] ab. Zur Übersicht sind die Wertebereiche der in Gleichung A.64 verwendeten Exponenten und Koeffizienten α , β und Γ in Tabelle A.1 zusammengefasst.

Die modifizierten Gleichungen unterscheiden sich von der Debye-Gleichung durch die flachere Steigung der Tangenten in den Nullstellen im Cole-Cole-Diagramm (s. Abbildung A.6), also an den Rändern des Frequenzbereichs. Angewendet werden die auf Debye basierenden Relaxationsgleichungen u.a. auf polare Flüssigkeiten und Lösungen [459, 454, 460], Polymere [458], ionisch leitfähige Gläser [461, 462] sowie Feststoffe [463, 358].

Universelles Relaxationsgesetz für Feststoffe? Obwohl die Debye-Theorie für flüssige, viskoelastische Medien entwickelt wurde, besitzt die dielektrische Funktion von Debye auch bei

Tabelle A.1: Exponenten-Matrix für Debye- und verwandte empirische Modelle

Relaxationsmodell nach	Exponent α	Exponent β	Koeffizient Γ
Debye [453]	$\alpha = 1$	$\beta = 1$	$\Gamma = 0$
Debye-Gamma [454]	$\alpha = 1$	$\beta = 1$	$\Gamma > 0$
Cole-Cole [455]	$0 < \alpha < 1$	$\beta = 1$	$\Gamma = 0$
Cole-Davidson [456, 457]	$\alpha = 1$	$0 < \beta < 1$	$\Gamma = 0$
Havriliak-Negami [458]	$0 < \alpha < 1$	$0 < \beta < 1$	$\Gamma = 0$



(a) Permittivität als Funktion der Frequenz (Bode-Plot) (b) Imaginär- über Realteil der Permittivität (Cole-Cole Plot)

Abbildung A.6: Relaxationsmodell nach Debye und abgeleitete empirische Modelle nach Cole-Cole ($\alpha < 1$), Davidson-Cole ($\beta < 1$) und Havriliak-Negami ($\alpha < 1, \beta < 1$)

amorphen und kristallinen Feststoffen eine gewisse Universalität - unabhängig von physikalischer Struktur, Art der Bindung, polarisierbarer Spezies oder Art der Relaxation (z.B. Dipol-, Struktur-, Volumen-, Energierelaxation). Allerdings weist sie bei Vergleich mit Relaxationsmessungen zumeist an den Frequenzrändern abweichende Ergebnisse auf [464], was Forscher veranlasst hat, neben empirischen Gleichungen ein universelles, physikalisches Relaxationsgesetz als theoretischen Unterbau für die empirischen Modelle zu suchen. Als Beispiele seien die Arbeiten von JONSCHEK [464, 465, 466], HILL & DISSADO [467] oder NGAI [468, 469] genannt. Ausgangspunkt für die Untersuchungen ist meist die im Zeitbereich aufgelöste Relaxation als Antwort auf eine aufgeprägte Stufenfunktion⁶. Als Referenzmodelle im Zeitbereich dienen meist Lorentz- oder Debye-Modell. Abbildung A.7 zeigt die Unterschiede in der zeitlichen Relaxation zwischen Debye (schwarze Linie) und Lorentz (rote Linie). Ihre Zeitgesetze lauten:

$$\begin{aligned}
 \mathcal{P}(t) &= \mathcal{P}_0 \exp(-t/\tau) && \text{nach Debye} \\
 \mathcal{P}(t) &= \mathcal{P}_0 \exp(-t/\tau) \cos(\omega_0 t) && \text{nach Lorentz}
 \end{aligned}
 \tag{A.65}$$

Eine empirisch ermittelte und an experimentellen Relaxationsmessungen z.B. an amorphen Polymeren [451] sowie Gläsern und weiteren unterkühlten Schmelzen [471, 472, 473] validierte Gleichung

⁶Relaxationsmessungen im Zeitbereich wie in [470] lassen sich schließlich durch Fouriertransformation in den Frequenzbereich übertragen.

chung stellt die auf Seite 143 angesprochene gestreckte Exponentialfunktion nach Kohlrausch-Williams-Watts (KWW) der Form

$$\mathcal{P}(t) = \mathcal{P}_0 \exp(-t/\tau)^\beta \quad \text{mit } 0 < \beta < 1 \quad (\text{A.66})$$

dar, in Abbildung A.7 durch die grüne Linie dargestellt. Die verzögerte Relaxation nach KWW lieferte Anlass, Ursachen und vergleichbare physikalische Vorgänge mit gestreckter Exponentialfunktion zu suchen [469], beispielsweise in der Analogie zur Weibull-Statistik [474] oder in der Überlagerung statistisch verteilter Relaxationen [475], im kooperativen Einfluss benachbarter Dipole [469] oder in anomalen Diffusionsvorgängen [476]. Der Einfluss von Defekten wird in der Relaxationsgleichung nach GLARUM [477] betrachtet, repräsentiert durch die blaue Linie in Abbildung A.7. Diese berücksichtigt den zusätzlichen Einfluss von Defekten auf die Polarisation gemäß folgender Gleichung

$$\mathcal{P}(t) = [\mathcal{P}_0 \exp(-t/\tau)] [1 - x(t)] \quad (\text{A.67})$$

Der linke Term der Funktion in Gleichung A.67 beschreibt die Debye-Polarisation ohne Anwesenheit von Defekten. Der rechte Term $[1 - x(t)]$ umfasst den Molekülanteil, der aufgrund von Defektdiffusion bereits relaxiert ist [478]. Die Glarum-Funktion berücksichtigt formal, dass bei Mehrfach-Polarisation einzelne Polarisationseffekte kooperativ voneinander abhängig sind und somit das Superpositionsprinzip nicht anwendbar ist. Sie eignet sich zur mathematischen Abbildung der oft beobachteten erhöhten Dispersion und Absorption für Feststoffe und Flüssigkeiten im Hochfrequenzbereich [478]. Die Glarum-Funktion kann nach [479] mathematisch wiederum in eine gestreckte Exponentialfunktion gemäß KWW überführt werden. In der Anwendung ist sie allerdings dadurch limitiert, dass das Modell auf eine Einzel-Relaxation und seine Wechselwirkung mit einem benachbarten Defekt begrenzt ist [480].

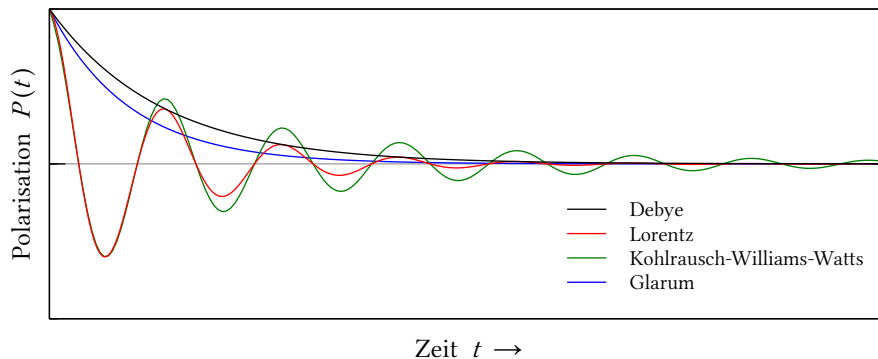


Abbildung A.7: Zeitliches Verhalten der Polarisation nach Debye (schwarze Linie), Lorentz (rote Linie), Kohlrausch-Williams-Watts (grüne Linie) und Glarum (blaue Linie).

JONSCHER hat durch Untersuchungen an Polymeren [481] ein frequenzabhängiges empirisches Potenzgesetz für den Imaginärteil der elektrischen Suszeptibilität χ'' ermittelt, das in guter Übereinstimmung mit Messdaten die dielektrischen Antworten von Feststoffen wiedergibt und deshalb den Anspruch eines universellen Relaxationsgesetzes erhebt. Realteil und Imaginärteil stehen darin im festen Phasenwinkel $\phi = \cot(n\pi/2)$ zueinander [464, 482].

$$\chi''(\omega) = \chi' \cot(n \cdot \pi/2) \begin{cases} \propto \omega^m \approx \text{const} & \forall \omega \ll \omega_p \quad \text{mit } 0 < m < 1 \\ \propto \omega^{n-1} & \forall \omega \gg \omega_p \quad \text{mit } 0 < n < 1 \end{cases} \quad (\text{A.68})$$

Über den Koeffizienten n lässt sich das Relaxationsverhalten an verschiedene dielektrische Wirkungen anpassen, z.B. das von Flüssigkeiten ($n < 0.3$), Polymeren und Gläsern ($0.3 < n < 0.5$),

Feststoffen mit Ladungsträgertransport durch Sprungprozesse ($n > 0.6$) sowie Gitterdipolrelaxationen ($n \approx 1$) [468]. Wird das beschriebene Modell nach JONSCHER in den Zeitbereich übertragen, lässt sich die Systemantwort $f(t)$ ebenfalls durch Fallunterscheidung in Form eines Potenzgesetzes beschreiben:

$$f(t) \propto \begin{cases} \mu \cdot t^{-n} & \forall t \ll \tau \quad 0 < n < 1 \\ \nu \cdot t^{-m-1} & \forall t \gg \tau \quad 0 < m < 1 \end{cases} \quad (\text{A.69})$$

Energetische [466] als auch wahrscheinlichkeitstheoretische Betrachtungen [483] stützen den Gültigkeitsanspruch des Modells.

Einen thermodynamischen Ansatz wählt das Modell von FU [484]. In diesem wird die Polarisation bzw. Ordnung in einem kristallinen oder amorphen Feststoff in Form sogenannter Hochtemperatur-Strukturvorstufen erläutert und eine gegenseitige (kooperative) Beeinflussung der ausgerichteten Strukturvorstufen berücksichtigt. Erhöht sich durch thermische Fluktuation in einem Feststoff die innere Energie \mathcal{U} durch Spannungen, verursacht z.B. durch Defekte und ihre Wanderung, kann die Gibbs-Energie gemäß $\mathcal{G} = \mathcal{U} - T \cdot \mathcal{S}$ nur sinken, wenn die Entropie \mathcal{S} steigt, d.h. die Anzahl Strukturvorstufen zunimmt. Ab einem bestimmten (Ordnungs-)Zustand wechselwirken die Strukturvorstufen stark, und es bildet sich eine nematische Phase zu Lasten chemischer Bindungen [484]. Die Polarisation im normalen Zustand wird durch $\vec{\mathcal{P}}$ und in der nematischen Phase durch $\vec{\mathcal{P}}_n$ beschrieben. Die Strukturvorstufen sind metastabil. Bei äußerer Anregung durch ein elektrisches Feld \vec{E} durchläuft die nematische Phase eine strukturelle Umorientierung, um die Wirkung der äußeren Beeinflussung gemäß Le Chatelier zu minimieren: $\mathcal{G} = \mathcal{U} - T \cdot \mathcal{S} - (1 - k) \vec{E} \cdot \vec{D}$. Die effektive Polarisation $\vec{\mathcal{P}}_{\text{eff}} = \vec{\mathcal{P}} + \vec{\mathcal{P}}_n = (1 \pm k) \vec{\mathcal{P}}$ ist dabei abhängig vom vorausgegangen Polarisationszustand $\vec{\mathcal{P}}$ sowie vom Ordnungskoeffizienten $k \in [0, 1]$. Letzterer ist abhängig von Entropie und Temperatur und beinhaltet den Beitrag der kooperativen Bewegung der Strukturvorstufen. Im Zeitbereich lautet die effektive Relaxation r_{eff} nach [484, Gl. 11]

$$r_{\text{eff}}(t) = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N r[t + (j-1)t_p] \quad \forall 0 < t < \tau_m, \quad (\text{A.70})$$

worin t_p die Periodendauer des sinusförmigen Testsignals, t_D die Gesamtdauer des aufgeprägten Testsignals und N der ganzzahlige Wert von t_D/t_p ist. Die charakteristische Relaxationszeit ist definiert über $\tau_m = \frac{\gamma \varepsilon_0 \chi_e^2}{2(1+k)\varepsilon_r}$ und beschreibt den Zeitpunkt, an dem die betrachtete physikalische Größe auf $1/e \simeq 0.368$ ihres ursprünglichen Zustands zurückgefallen ist. γ beschreibt hier die Proportionalität zwischen der kinetischen Energie der Relaxation und der Änderung der Gibbs-Energie gemäß $\gamma \frac{dP}{dt} = \frac{\partial G}{\partial P}$ [484, Gl. 10]. Für $k = 0$ wird $\tau_c = \frac{\gamma \varepsilon_0 \chi_e^2}{2\varepsilon_r}$. Die kürzeste atomare Relaxationszeit τ_D ergibt sich aus dem Kehrwert der Debye-Frequenz f_D und liegt etwa im Bereich $\tau_D \approx 10^{-13}$ s [485]. Daraus leitet sich die Existenz einer oberen Grenzfrequenz ab, bei der eine Sättigung der Relaxation $r(t)$ eintritt und die Permittivität ihren Maximalwert ε_∞ erreicht und $r(t) = \exp(-t/\tau_m)$ gilt. Somit folgt aus Gleichung A.70 nach [484, Gl. 25]⁷:

$$r_{\text{eff}}(t) = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N \exp\left[-\frac{t}{\tau_m} + (j-1)t_p\right] \quad \forall 0 < t < \tau_m. \quad (\text{A.71})$$

⁷Nach Meinung des Autors müsste Gleichung A.71 eigentlich wie folgt lauten, wobei die Änderung sich nicht auf die nachfolgenden Betrachtungen auswirken würde:

$$r_{\text{eff}}(t) = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N \exp\left[-\frac{t + (j-1)t_p}{\tau_m}\right]$$

In den Frequenzbereich übertragen ergibt sich aus Gleichung A.71 mittels Fouriertransformation und Anwendung der Dirac-Distribution als Testimpuls im Intervall $[0, \tau_m]$ nach [484, Gl. 22]

$$\mathcal{F}(r_{\text{eff}}) = \frac{\varepsilon(\omega) - \varepsilon_\infty}{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty} = \frac{1}{\tau_m} \mathcal{F} \left[\exp \left(-\frac{t}{\tau_m} \right) u(t) \right] = \frac{1}{1 + i\omega\tau_m}. \quad (\text{A.72})$$

Gleichung A.72 zeigt, dass die Relaxation in Form einer gestreckten Exponentialfunktion beschrieben werden kann, wenn der Zeitbereich für t , τ_m und τ_c von $[0, \tau_m]$ bis $[0, \infty]$ gestreckt wird, mit t/τ_{sm} und t/τ_{sc} in $[0, \infty]$ und $\tau_{sm} = \frac{\tau_{sc}}{1+k} = (1 - k_c)\tau_{sc}$. Beide Zeiten τ_{sm} und τ_{sc} beschreiben die Relaxation zum Zeitpunkt, wenn $1/\varepsilon$ des ursprünglichen Wertes erreicht sind, und stellen messbare Größen dar [484]. Mit Hilfe von Fallunterscheidungen zu den Strukturparametern k bzw. k_c leitet FU alle zuvor beschriebenen Relaxationsgesetze aus Gleichung A.72 wie folgt ab:

Sind Wechselwirkungen zwischen der Polarisation der normalen Festkörperstruktur \mathcal{P} und der der nematischen Phase \mathcal{P}_n vernachlässigbar, so gilt im Zeitbereich $0 < t < \infty$ folgende Unterscheidung [484]:

$$\frac{\hat{\varepsilon}_r(\omega) - \varepsilon_\infty}{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty} = \begin{cases} \frac{1}{1+i\omega\tau_{sc}} & k = 0, k_c = 0 & (\text{A}) \\ \frac{1}{1+(i\omega\tau_c)^{1-k_c}} & k \neq 0, k_c \rightarrow 0 & (\text{B}) \\ \frac{1}{(1+i\omega\tau_c)^{1-k_c}} & k \neq 0, k_c < 1 & (\text{C}) \\ \frac{1}{(1+(i\omega\tau_c)^{1-k_{\text{hn}}})^{1-k_c}} & k \neq 0, k_c < 1, k_{\text{hn}} \rightarrow 0 & (\text{D}). \end{cases} \quad (\text{A.73})$$

Sind die beschriebenen Strukturvorstufen unbeweglich ($k = 0$), ergibt sich aus Gleichung A.72 die Debye-Gleichung (A). Mit zunehmender Bewegung der Strukturvorstufen kann je nach Ausprägung von k und k_c die Cole-Cole- (B), die Cole-Davidson- (C) sowie die Havriliak-Negami-Gleichung (D) abgeleitet werden.

Sind die Wechselwirkungen zwischen \mathcal{P} und \mathcal{P}_n nicht vernachlässigbar, gilt $\mathcal{P}_{\text{eff}} = (1 - k)\mathcal{P}$. Für den Zeitbereich $0 < t < \tau_n$ lässt sich aus Gleichung A.72 die KWW-Funktion ableiten (Fall E) [484, Gl. 46]:

$$\frac{\hat{\varepsilon}_r(\omega) - \varepsilon_\infty}{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty} = \frac{\exp(k)}{(1 + i\omega\tau_c)^{1-k_s}} \quad k \neq 0, k_s = \frac{k}{1-k} < 1 \quad (\text{E}) \quad (\text{A.74})$$

Wird zudem eine Frequenzabhängigkeit des Strukturfaktors $k(\omega)$ berücksichtigt und eine kritische Frequenz ω_m mit $k_m = k(\omega_m)$ definiert, oberhalb der das Volumen der nematischen Phase eine kritische Größe erreicht und dieses nicht mehr durch äußere Anregung beeinflusst werden kann, wird das Relaxationsgesetz nach Jonscher abgeleitet (Fall F) [484, Gl. 57 und 66]:

$$\frac{\hat{\chi}(\omega) - \chi_\infty}{\chi_s - \chi_\infty} = \begin{cases} 1 - i \frac{(\omega\tau_c)^{m+m-1}}{1-k_m} & \Rightarrow \chi''(\omega) \propto \omega^m \quad \omega < \omega_m, k < k_m \\ \frac{1+i(n-1)\omega\tau_c-k}{1-k} & \Rightarrow \chi''(\omega) \propto \omega^{n-1} \quad \omega > \omega_m, k > k_m \end{cases} \quad (\text{F}) \quad (\text{A.75})$$

mit $m = \frac{1-k_m}{1-k}$ ($0 < m < 1$) und $n = \frac{2k}{1+k}$ ($0 < n < 1$). Gleichung A.75 ist im Zeitbereich $0 < t < \tau_n$ bzw. bis etwa $f = 3 \times 10^{11}$ Hz gültig ($\omega\tau_n \ll 1$).

Mit dem beschriebenen Ansatz unterscheidet FU zwischen zwei mikroskopischen Strukturen: (i) die normale atomare bzw. molekulare Struktur (kristallin, amorph) des Feststoffs und (ii) die nematische Phase als partiell geordnete fluid-ähnliche Phase bzw. als stark korrelierte Strukturvorstufen. Die dielektrische Antwort eines Feststoffs auf ein äußeres elektrisches Feld besteht (i) aus der kollektiven Antwort der normalen Struktur und (ii) der langsam fluktuierenden der nematischen Phase. Der Anteil der nematischen Phase ist temperaturabhängig. Während der

Anregung durch das externe Feld gewinnt die nematische Phase an Volumen auf Kosten der normalen Struktur. Die dielektrische Antwort eines dielektrischen Feststoffs weist somit eine selbstbegrenzende dynamische Hierarchie auf [484]. Das Modell von FU schlägt somit eine Brücke zwischen den verschiedenen empirischen Relaxationsmodellen und der Debye-Funktion und liefert einen theoretischen Unterbau für ein universelles Relaxationsmodell.

A.4.4. Temperaturabhängigkeit

Wie der vorangegangene Abschnitt zeigt, ist der Einfluss der Temperatur auf die Relaxation hoch [16, S. 264]. Durch das Fehlen einer universellen Relaxationstheorie ist auch der Temperatureinfluss nicht vereinheitlicht beschrieben. DEBYE [453] hat für viskoelastische Medien folgenden Ausdruck für die Temperaturabhängigkeit der Relaxationszeit τ für ein kugelförmiges Objekt mit Radius r in einem Fluid mit der Viskosität η hergeleitet:

$$\tau(T) = \frac{4\pi\eta r^3}{k_B T}, \quad (\text{A.76})$$

worin T die absolute Temperatur und k_B die Boltzmann-Konstante ist. Die Relaxationszeit wird demnach durch ansteigende Viskosität erhöht und durch steigende Temperatur verringert. Höhere thermische Beweglichkeit führt somit zu einem schnelleren Abbau der Polarisation. Der Einfluss der Temperatur auf die Relaxationszeit τ in den Debye-ähnlichen Modellen kann in Analogie zur Kinetik chemischer Reaktionen auch mit Hilfe der Arrhenius- bzw. der Eyring-Gleichung beschrieben werden [486, S. 16-17]:

$$\omega_r(T) = \frac{1}{\tau} = \begin{cases} k_0 \exp\left(-\frac{\mathcal{E}_a}{k_B T}\right) & \text{Arrhenius} \\ \frac{k_B T}{\hbar} \exp\left(\frac{\Delta\mathcal{S}}{k_B} - \frac{\Delta\mathcal{H}}{k_B T}\right) & \text{Eyring} \end{cases} \quad (\text{A.77})$$

In der Arrhenius-Gleichung ist \mathcal{E}_a die Aktivierungsenergie für den Übergang von einem niedrigeren zu einem höheren Energieniveau und k_0 ein präexponentieller Faktor, der die höchste Resonanzfrequenz bei $T \rightarrow \infty$ beschreibt. In der Eyring-Gleichung beschreibt $\Delta\mathcal{S}$ die Aktivierungsentropie und $\Delta\mathcal{H}$ die Aktivierungsenthalpie für den Übergang. k_B und \hbar sind die Boltzmann- bzw. die Planck-Konstante. Die Eyring-Gleichung wird erfolgreich bei flüssigen Medien verwendet [249, 487]. Bei amorphen und glasbildenden Materialien wird meist die Vogel-Fulcher-Tammann (VFT) Gleichung eingesetzt [488, 489]

$$\tau(T) = \tau_0 \exp \frac{\mathcal{E}_{\text{VFT}}}{k_B (T - T_{\text{VFT}})} \quad (\text{A.78})$$

mit der materialspezifischen Temperatur T_{VFT} und Energie \mathcal{E}_{VFT} . In speziellen Fällen wie z.B. bei Wasser, das in porösem Glas oder Zeolithen absorbiert ist, Flüssigkristallen oder Ferroelektrika folgt die Temperaturabhängigkeit der nicht-monotonen Gleichung [486]

$$\tau(T) = \tau_0 \exp \left[\frac{\mathcal{E}_a}{k_B T} + C \exp \left(\frac{\mathcal{E}_b}{k_B T} \right) \right], \quad (\text{A.79})$$

wobei sich die relaxierenden Partikel in einem eingeschlossenen Volumen befinden. C ist der Einschlussfaktor (kein Einschluss bei $C = 0$), \mathcal{E}_a die Energie bei ungehinderter Relaxation und \mathcal{E}_b die Energie, um eine „eingeschlossene“ Spezies an der Relaxation zu beteiligen. Die Relaxationszeit τ folgt dabei einer sattelförmigen Temperaturabhängigkeit [486]. Neben den hier genannten gibt es noch ein paar weitere Ansätze [486]. Eine vereinigende Theorie ähnlich dem universellen Relaxationsgesetz für die Temperaturabhängigkeit der Relaxation existiert bislang nicht.

B. Symbole und Zeichen

B.1. Liste der verwendeten Symbole

B.1.1. Symbole mit lateinischen Buchstaben

Symbol	Beschreibung	Einheit	Symbol	Beschreibung	Einheit
a	Koeffizienten	—	A	Fläche	m^2
b	Koeffizienten	—	\vec{B}	magnetische Flussdichte	T
c	Lichtgeschwindigkeit	m/s	C	Wirkungsquerschnitt	m^2
C	Konstante	—	D	Durchmesser	m
d	Abstand	m	\vec{D}	elektrische Flussdichte	$A \cdot s/m^2$
e	Elementarladung	C	\vec{E}	elektrische Feldstärke	V/m
E	Elastizitätsmodul	Pa	\mathcal{E}	Energie	J
f	Frequenz	Hz = 1/s	\vec{F}	Kraft	N
\mathcal{F}	Fourier transformiert	—	G	Schubmodul	Pa
g	Erdbeschleunigung	m/s^2	\mathcal{G}	Gibbs-Enthalpie	J
h	Planksches Wirkungsquantum	J · s	\vec{H}	magnetische Feldstärke	A/m
i	imaginäre Einheit ($\sqrt{-1}$)	—	\mathcal{H}	Enthalpie	J
i	Inkrement	—	I	Strahlungsdichte	W/m^2
j	Inkrement	—	I	Stromstärke	A
k	Wärmeleitfähigkeit	$W/m \cdot K$	\vec{J}	Stromdichte	A/m^2
k	Kreiswellenzahl	$1/m$	K	Konstante	—
\vec{k}	Wellenvektor	$1/m$			
l	Länge	m	L	Länge	m
m	Masse	kg	\vec{M}	magnet. Dipolmoment	$A \cdot m^2$
n, m	Brechungsindex, rel. BI	—	N	Elektronendichte, Zahl	—
\vec{n}	Normaleneinheitsvektor	—			
p	Druck	Pa	P	Leistung	W
p	Impuls	$N \cdot s$	\vec{P}	Polarisation	—
q	Ladung	C	Q	Effizienzfaktor	—
\dot{q}	Wärmestromdichte	W/m^2	\dot{Q}	Wärmestrom	W
r	Radius	m	R	Radius	m
s	Abstand	m	S	Oberfläche	m^2
S	Entropie	J/K	\vec{S}	Poyntingvektor	W/m^2
t	Zeit	s	T	Temperatur	K, °C
			\mathcal{U}	innere Energie	J
v	Geschwindigkeit	m/s	V	Volumen	m^3
w	Energiedichte	J/m^3	W	Arbeit, Blindleistung	J
x	Koordinate	m	x_M	Mie-Faktor	—
y	Koordinate	m			
z	Koordinate	m			

B.1.2. Symbole mit griechischen Buchstaben

Symbol	Beschreibung	Einheit	Symbol	Beschreibung	Einheit
α	Wärmeübergangskoeffizient	W/m ² K	α	Wärmeausdehnungskoeffizient	1/K
α	Polarisierbarkeit	C·m ² /V	λ	Wellenlänge	m
β	Koeffizient	—	μ	Permeabilität	H/m
γ	Dämpfungsfaktor	—	ω	Kreisfrequenz	1/s
δ	Verlustwinkel,	Grad	ω_p	Plasmafrequenz	1/s
δ_p	Eindringtiefe	m	ρ	Ladungsdichte	C/m ³
ε	Permittivität	F/m	ϱ	Massendichte	kg/m ³
ε_r	relative Permittivität	—	ε'_r	Realteil d. Permittivität	—
ϵ	Emissivität	—	ε''_r	Imaginärteil d. Permittivität	—
σ	elektrische Leitfähigkeit	S/m	ϕ	Winkel	Grad
η	Wirkungsgrad	—	φ	Porosität	—
κ	Absorptionskoeffizient	—	θ	Winkel	Grad
τ	Relaxationszeit	s	π	Kreiszahl	—
ν	Querkontraktionszahl	—	χ	Suszeptibilität	—
ψ	Feldgröße Wellengleichung	—	Ψ	Kurvenkrümmung	—
Γ	Koeffizient	—	Φ_E	elektrischer Fluss	V · m
			Φ_B	magnetischer Fluss	V · s

B.1.3. Indizes

Index	Beschreibung	Index	Beschreibung
abs	Absorption	e	gerade (engl. <i>even</i>)
ext	Extinktion	o	ungerade (engl. <i>odd</i>)
sca	Streuung (engl. <i>scattering</i>)	q	im Querschnitt
norm	normal	r	relative Größe
tan	tangential	s	statisch
A	flächenspezifisch	0	Anfangswert
V	volumenspezifisch	∞	Umgebungs-/Endwert
WAK	Wärmeausdehnungskoeffizient	M, Mie	berechnet nach MIE
VFT	berechnet nach Vogel-Fulcher-Tammann	MW	Mikrowellen-

B.1.4. Liste der verwendeten Naturkonstanten

Konstante	Beschreibung
$e \simeq 2.7183$	Euler-Zahl
$\varepsilon_0 \simeq 8.8542 \times 10^{-12} \text{ A}\cdot\text{s}/\text{V}\cdot\text{m} (= \text{F}/\text{m})$	elektrische Feldkonstante
$\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} \text{ V}\cdot\text{s}/\text{A}\cdot\text{m} (= \text{H}/\text{m})$	magnetische Feldkonstante
$c \simeq 2.9979 \times 10^8 \text{ m}/\text{s}$	Lichtgeschwindigkeit
$\pi \simeq 3.1416$	Kreiszahl
$\sigma \simeq 5.6704 \times 10^{-8} \text{ W}/\text{m}^2\text{K}^4$	Stefan-Boltzmann-Konstante
$h \simeq 6.6261 \times 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}$	Planksches Wirkungsquantum
$k \simeq 1.3806 \times 10^{-23} \text{ J}/\text{K}$	Boltzmann-Konstante

B.2. Verwendete Abkürzungen

Abk.	Beschreibung
EM	elektromagnetisch
FDTD	Finite Difference Time Domain (Methode)
FEM	Finite Element Methode
KWW	Kohlrausch-Williams-Watts-Funktion
mnp	Modenkennzeichnung
NTF	Near-to-Farfield
PID	Regler mit Proportional-, Integral- und Differentialglied
TE	transversal elektrisch
TM	transversal magnetisch
VFT	Vogel-Fulcher-Tammann
8YZS	Yttriumoxid-stabilisiertes ZrO_2 mit 8 mol% Y_2O_3

C. Stoffeigenschaften

C.1. Thermische Eigenschaften

Table C.1: Thermische Eigenschaften von SiC

$T / ^\circ\text{C}$	Wärmeleitfähigkeit $k / \text{W}\cdot\text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$	Wärmekapazität $c_p / \text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\text{K}^{-1}$
20	114.3	715
200	86.1	889
400	63.8	1031
600	49.1	1130
800	40.2	1198
1000	35.0	1244
1200	31.6	1280
1400	27.9	1317

Table C.2: Thermische Eigenschaften $\text{ZrO}_2(8\text{YSZ})$

$T / ^\circ\text{C}$	Wärmeleitfähigkeit $\lambda / \text{W}\cdot\text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$	Wärmekapazität $c_p / \text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\text{K}^{-1}$
20	1.74	482
200	1.84	546
400	1.90	592
600	1.92	620
800	1.91	636
1000	1.89	646
1200	1.87	651

Table C.3: Faserisolierung KVS 400

$T / ^\circ\text{C}$	Wärmeleitfähigkeit $\lambda / \text{W}\cdot\text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$	Wärmekapazität $c_p / \text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\text{K}^{-1}$
20	0.10	905
200	0.13	883
400	0.15	926
600	0.18	1032
800	0.21	1152
1000	0.24	1253
1200	0.28	1316

C.2. Dielektrische Eigenschaften

Tabelle C.4: Permittivität von SiC und Al₂O₃ für 2.45 GHz (gemittelte Werte aus [264]).

SiC						Al ₂ O ₃		
$T / ^\circ\text{C}$	ϵ'_r	ϵ''_r	$T / ^\circ\text{C}$	ϵ'_r	ϵ''_r	$T / ^\circ\text{C}$	ϵ'_r	ϵ''_r
25	184	147.5	800	397	310.6	20	9.6	0.038
100	239	181.5	900	421	336.3	100	9.65	0.040
200	277	206.9	1000	458	373.8	200	9.77	0.047
300	285	187.7	1100	468	400.5	400	10.0	0.049
400	309	219	1200	484	432	600	10.5	0.072
500	318	231.7	1300 ^{*)}	502	467	800	10.8	0.142
600	351	255.7	1400 ^{*)}	517	504	1000	11.0	0.263
700	379	288	*) extrapoliert			1200	11.8	0.452

Tabelle C.5: Permittivität von dichtem und porösem ZrO₂ (2.45 GHz, gemittelt aus [264]).

$T / ^\circ\text{C}$	ϵ'_r	ϵ''_r	φ	ϵ'_r	ϵ''_r
dichtes ZrO ₂			poröses ZrO ₂		
20	31.6	0.0028	0.5	11.1	0.009
100	32.0	0.151	0.5	11.2	0.027
200	33.4	0.823	0.5	11.4	0.049
400	34.1	1.85	0.5	11.9	0.265
600	36.4	3.79	0.5	12.6	1.22
800	39.1	11.8	0.5	13.5	3.80
1000	43.5	28.9	0.45	16.9	10.6
1200	47.9	56.9	0.16	35.7	41.8
1400 ^{*)}	53.7	99.1	0.0001	53.7	99.1

Table C.6: Permittivität des Isoliermaterials KVS400 bei 2.45 GHz [365].

$T / ^\circ\text{C}$	ϵ'_r	ϵ''_r	$T / ^\circ\text{C}$	ϵ'_r	ϵ''_r
20	1.23	0.0003	800	1.25	0.0041
200	1.23	0.0004	1000	1.27	0.0068
400	1.23	0.0014	1200	1.28	0.0167
600	1.24	0.0027	1400	1.26	0.0152

D. Resonatormoden

D.1. Resonante Moden der betrachteten Resonatoren

Tabelle D.1: Resonante TE_{lmn} und TM_{lmn} Moden und die jeweiligen Resonanzfrequenzen in den leeren quaderförmigen Resonatoren R1 bis R4 im Frequenzbereich 2.4 bis 2.5 GHz.

Nr.		Resonator 1		Resonator 2		Resonator 3		Resonator 4	
		TE	TM	TE	TM	TE	TM	TE	TM
1	lmn	013	—	031	220	321	221	261	151
	GHz	2.49	—	2.48	2.45	2.43	2.43	2.44	2.42
2	lmn	—	—	103	—	023	113	441	251
	GHz	—	—	2.44	—	2.49	2.41	2.43	2.49
3	lmn	—	—	—	—	113	—	511	441
	GHz	—	—	—	—	2.41	—	2.42	2.43
4	lmn	—	—	—	—	—	—	521	621
	GHz	—	—	—	—	—	—	2.50	2.44
5	lmn	—	—	—	—	—	—	342	424
	GHz	—	—	—	—	—	—	2.48	2.46
6	lmn	—	—	—	—	—	—	422	432
	GHz	—	—	—	—	—	—	2.46	2.48
7	lmn	—	—	—	—	—	—	033	123
	GHz	—	—	—	—	—	—	2.49	2.45
8	lmn	—	—	—	—	—	—	123	213
	GHz	—	—	—	—	—	—	2.40	2.40
9	lmn	—	—	—	—	—	—	203	—
	GHz	—	—	—	—	—	—	2.43	—
8	lmn	—	—	—	—	—	—	213	—
	GHz	—	—	—	—	—	—	2.45	—

E. Programm-Code

E.1. R-Code für das erweiterte BHMIE-Skript

Der hier vorgestellte Code geht auf die Arbeit von MARKOWICZ [282] zurück, der den in [16] beschriebenen BHMIE-Code in MATLAB übertragen hat, und der hier in die Programmiersprache R übertragen und durch eine Rechenschleife ergänzt wurde, um die Berechnung für einen großen Wertebereich des Radius r durchzuführen.

```
bhmie4<-function(r1,r2,refrel,freq,nang) {
# Original-Skript: (C) Markowicz (2000); Bohren, Huffman (1983)
# Setting vectors to zero
r0<-numeric(0);
x0<-numeric(0);
# COnterconversion of frequency to wavelength
lambda0 = 299792458/freq;
# Ermittle den Dekaden-Umfang
nd=trunc(log10(r2/r1));
# Schrittweite der Berechnung
r3=1/1000; # r3 - Inkrement des Groessen-Parameters
r1step=ceiling(log10(r1));
r2step=ceiling(log10(r2));
# Zusammenstellen der x-Werte Liste (x: Mie-Faktor)
if (10^ceiling(log10(r1))>r1) {
  r0=seq(r1,10^r1step-10^(r1step+log(r3)),10^r1step*r3);
}
for (i in 1:nd) {
  r0=c(r0,seq(10^(r1step+i-1),10^(r1step+i)-10^(r1step+i+log10(r3)),
    10^(r1step+i)*r3));
}
if (10^floor(log10(r2))<r2) {
  r0=c(r0,seq(10^(r2step-1),r2,10^r2step*r3)); }
for (r in 1:length(r0)) { x0[r]=r0[r]*2*pi/lambda0; }
qsca=rep(0,length(x0));
qexc=rep(0,length(x0));
qext=rep(0,length(x0));
gsca=rep(0,length(x0));
qabs=rep(0,length(x0));
qback=rep(0,length(x0));
for (xx in 1:length(x0)) {
  x=x0[xx];
# Calculated based on Mie scattering theory
# input:
# x1 - smallest size parameter = 2pi*radius/lambda0
# x2 - largest size parameter = 2pi*radius/lambda0
# refrel - refraction index in complex form for example: 1.5+0.02*i;
```

Programm-Code

```
#      nang - number of angle for S1 and S2 function in range from 0 to pi/2
# output:
#      Qext - extinction efficiency
#      Qsca - scattering efficiency
#      Qback - backscatter efficiency
mxnang=1000;
nmxx=150000;
s1=rep(0,2*mxnang-1);      # setting S1 completely to zero
s2=rep(1,2*mxnang-1);      # setting S2 completely to one
d=rep(0,nmxx);
amu<-numeric(0);
pix<-numeric(0);
pi0<-numeric(0);
pi1<-numeric(0);
tau<-numeric(0);
if (nang > mxnang) print(noquote('error: nang > mxnang in bhmie'));
if (nang < 2) nang = 2;
  dx = x;
  drefrl = refrel;
  y = x * drefrl;
  ymod = Mod(y);
# Series expansion terminated after NSTOP terms
# Logarithmic derivatives calculated from NMX on down
xstop = x + 4 * x^(1/3) + 2;
nmx = max(xstop,ymod) + 15;
nmx = trunc(nmx);
# BTD experiment 91/1/15: add one more term to series and compare resu<s
#      NMX=AMAX1(XSTOP,YMOD)+16
# test: compute 7001 wavelen>hs between .0001 and 1000 micron
# for a=1.0micron SiC grain. When NMX increased by 1, only a single
# computed number changed (out of 4*7001) and it only changed by 1/8387
# conclusion: we are indeed retaining enough terms in series!
nstop = xstop;
# check for nmX then begin
if (nmX > nmXX) print(noquote('error: nmX > nmXX=', nmXX, ' for |m|x=', ymod))
# Require NANG.GE.1 in order to calculate scattering intensities
dang = 0;
if (nang > 1) {
  dang = 0.5*pi/(nang-1);
}
# do begin
for (j in 1:nang) {
  theta = (j-1)*dang;
  amu[j] = cos(theta);
}
for (j in 1:nang) {
  pi0[j] = 0;
  pi1[j] = 1;
}
nn = 2*nang - 1;
```



```

# Logarithmic derivative D(J) calculated by downward recurrence
# beginning with initial value (0.,0.) at J=NMX
#
  nn = nmX - 1;
  for (n in 1:nn) {
    en = nmX - n + 1;
    d[nmX-n] = (en/y) - (1/(d[nmX-n+1]+en/y));
  }
#*** Riccati-Bessel functions with real argument X
#   calculated by upward recurrence
psi0 = cos(dx);
psi1 = sin(dx);
chi0 = -sin(dx);
chi1 = cos(dx);
xi1 = psi1-chi1*1i;
p = -1;
for (n in 1:nstop) {
  en = n;
  fn = (2*en+1)/ (en*(en+1));
  # for given N, PSI = psi_n           CHI = chi_n
#           PSI1 = psi_{n-1}       CHI1 = chi_{n-1}
#           PSI0 = psi_{n-2}       CHI0 = chi_{n-2}
# Calculate psi_n and chi_n
  psi = (2*en-1)*psi1/dx - psi0;
  chi = (2*en-1)*chi1/dx - chi0;
  xi = psi-chi*1i;
#*** Store previous values of AN and BN for use
#   in computation of g=<cos(theta)>
  if (n > 1) {
    an1 = an;
    bn1 = bn;
  }
#*** Compute AN and BN:
  an = (d[n]/drefrl+en/dx)*psi - psi1;
  an = an/((d[n]/drefrl+en/dx)*xi-xi1);
  bn = (drefrl*d[n]+en/dx)*psi - psi1;
  bn = bn/((drefrl*d[n]+en/dx)*xi-xi1);
#*** Augment sums for Qsca and g=<cos(theta)>
  qsca[xx] = qsca[xx] + (2*en+1)* (Mod(an)^2+Mod(bn)^2);
  qexc[xx] = qexc[xx] + (2*en+1)* Re(an+bn);
  gsca[xx] = gsca[xx] + ((2*en+1)/ (en*(en+1)))*
    ( Re(an)* Re(bn)+Im(an)*Im(bn));
  if (n > 1) {
    gsca[xx] = gsca[xx] + ((en-1)* (en+1)/en)*
      ( Re(an1)* Re(an)+Im(an1)*Im(an)+
        Re(bn1)* Re(bn)+Im(bn1)*Im(bn));
  }
#*** Now calculate scattering intensity pattern
#   First do angles from 0 to 90
  for (j in 1:nang) {

```

Programm-Code

```

        jj = 2*nang - j;
        pix[j] = pi1[j];
        tau[j] = en*amu[j]*pix[j] -
                (en+1)*pi0[j];
        s1[j] = s1[j] + fn* (an*pix[j]+kn*bn*tau[j]);
        s2[j] = s2[j] + fn* (an*tau[j]+bn*pix[j]);
    }
**** Now do angles greater than 90 using PI and TAU from
#   angles less than 90.
#   P=1 for N=1,3,...% P=-1 for N=2,4,...
        p = -p;
        for (j in 1:(nang-1)) {
            jj = 2*nang - j;
            s1[jj] = s1[jj] + fn*p* (an*pix[j]-bn*tau[j]);
            s2[jj] = s2[jj] + fn*p* (bn*pix[j]-an*tau[j]);
        }
        psi0 = psi1;
        psi1 = psi;
        chi0 = chi1;
        chi1 = chi;
        xi1 = psi1-chi1*1i;
**** Compute pi_n for next value of n
#   For each angle J, compute pi_n+1
#   from PI = pi_n , PI0 = pi_n-1
        for (j in 1:nang)
            pi1[j] = ((2*en+1)*amu[j]*pix[j]- (en+1)*pi0[j])/en;
            pi0[j] = pix[j];
        }
**** Have summed sufficient terms.
#   Now compute QSCA,QEXT,QBACK,and GSCA
        gsca[xx] = 2*gsca[xx]/qsca[xx];
        qsca[xx] = (2/(dx*dx))*qsca[xx];
        qexc[xx] = (2/(dx*dx))*qexc[xx];
        qext[xx] = (4/(dx*dx))*Re(s1[1]);
        qabs[xx] = qexc[xx] - qsca[xx];
        qback[xx] = (Mod(s1[2*nang-1])/dx)^2/pi;
    } # End of for function regarding x
        qall=cbind(r0 ,qback ,qabs ,qsca ,qexc);
        write.table(qall , file = "/path/to/file " , append=FALSE );
} # End of function bhmie4

```

F. Persönliche Angaben

Lebenslauf

Name	Andreas Rosin
wohnhaft in	Bayreuth
Familienstand	ledig, ein Kind
Staatsangehörigkeit	deutsch
Geburtsdatum	22.03.1972
Geburtsort	Düsseldorf

Schulische Ausbildung/Studium

08.1978 – 06.1982	Grundschule an der Falkenstraße, Erkrath
08.1982 – 06.1991	Gymnasium am Neandertal, Erkrath Abschluß: Abitur
10.1993 – 05.2000	Studium der Chemietechnik, Universität Dortmund Abschluß: Diplom-Ingenieur

Wehr-/Zivildienst

09.1991 - 11.1992	Zivildienst bei der Arbeiterwohlfahrt, Dortmund
-------------------	---

Berufliche Qualifikation

07.2000 - 12.2000	Qualifizierung „Technology, Engineering & Commerce“ <i>Institut für Berufliche Bildung, Lünen</i>
-------------------	--

Berufliche Erfahrungen

02.1993 - 07.1993	Betreuung behinderter Erwachsener, AWO Dortmund
01.2001 - 02.2001	Projektarbeit zur energetischen Biomassenutzung <i>Fraunhofer Institut für Materialfluss und Logistik, Dortmund</i>
seit 03.2001	Projektingenieur Verfahrensentwicklung <i>Institut für Innovative Verfahrenstechnik e.V., Bayreuth</i>
seit 06.2005	wissenschaftlicher Mitarbeiter <i>Lehrstuhl für Werkstoffverarbeitung, Universität Bayreuth</i>

Bayreuth, den 08.01.2015

Liste eigener Veröffentlichungen

1. Rosin, A., Gerdes, T., Willert-Porada, M., Kondratenko, N.: Mobile Asbestos Decontamination by Microwave Hybrid Heating, Proceedings of the 10th AMPERE Conference, Modena, 12-15 September 2005
2. Rosin, A., Schmidt, A., Gerdes, T., Somers, J.: Microwave Assisted Internal Gelation of Droplets - A Case Study, Proceedings of the 10th AMPERE Conference, Modena, 12-15 September 2005
3. Rosin, A., Gerdes, T., Willert-Porada, M., Füller, A.: Untersuchungen zur Korrosion von Glaskontaktmaterialien in einer elektrisch beheizten Kompakt-Schmelzanlage, Tagungsband 67. DGG-Tagung, Aachen, 26-29 März 2007, Verlag der Deutschen Glastechnischen Gesellschaft, Offenbach, ISBN 978-3-921089-52-1, 2007
4. Rosin, A., Schmidt, A., Gerdes, T., Willert-Porada, M.: Mikrowellen-Desorption von Anästhetika: Prozessentwicklung und Optimierung, Chemie Ingenieur Technik, Bd. 80, Nr. 9, S. 1298-1299, 2008
5. Schoemaker, S., Rosin, A., Gerdes, T., Willert-Porada, M., Luethge, T.: Preparation of highly conductive transparent oxide coating on glass by various heating approaches, European Journal of Glass Technology, Band 50, S. 82 - 84, 2009
6. Akthar, N., Rosin, A., Gerdes, T., Willert-Porada, M.: Modeling of the Coupled Thermo-electric Fluid Flow Effects in a Compact Glass Melting Tank, Glass Technology - European Journal of Glass Science and Technology Part A, Band 51, Nr. 1, S. 31-34, 2010
7. Bouazza, S., Fuchs, E., Rosin, A., Willert-Porada, M.: Synthesis and Properties of Graded Porous Ti-TiO₂ Multifunctional Composites obtained by Different Processing Methods, Materials Science Forum (Multiscale, Multifunctional and Functionally Graded Materials), Band 631-632, S. 141-146, 2010, doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.631-632.141
8. Fuchs, E., Rosin, A., Weiss, E.-M., Stingl, A., Willert-Porada, M.: Porous Titanium Coatings by Fugative Salt Method, Proceedings of the PM2010 Powder Metallurgy World Congress, 10-14 Oktober 2010, Florenz, European Powder Metallurgy Association, 2010
9. Negahdari, Z., Rosin, A., Leykam, D., Willert-Porada, M.: Parameter study on atmospheric pressure chemical vapour deposition of TiO₂ coating on juvenile soda-lime silicate glass using Cl-free precursors, Proceedings of the 10th ESG Conference, Magdeburg, 30.5.-2.6., 2010, http://www.hvg-dgg.de/index.php?eID=tx_nawsecuredl&u=28&file=uploads/media/dgg-tagung-2010-Negahdari-rosin-apcvd.pdf&t=1337976140&hash=b03a2906eb7c-1475730d684763f3c7a4
10. Saberi, A., Rosin, A., Gerdes, T., Willert-Porada, M.: Electrical Impedance Spectroscopy: a Tool to Investigate the Influence of Molybdenum Electrode Corrosion on Ionic Conductivity of Antimony - Containing Glasses, International Workshop on Impedance Spectroscopy, Sep. 2011, Abstract Book, S. 26, ISBN 978-3-00-029363-4, 2011
11. Rosin, A. and Gerdes, T. and Willert-Porada, M.: Analysis of Optimal Conditions for Microwave Re-Heating of Silicate Glasses, Computer Modeling in Microwave Engineering & Applications: 13th Seminar, 7-8 März 2011, Thun, S. 73.78, 2011
12. Willert-Porada, M., Gerdes, T., Rosin, A.: Microwave antenna for selective heating of glass melts, Microwave Symposium Digest (MTT), 2012 IEEE MTT-S International, Montreal, Juni 17-22, S. 1-3, 2012, doi: 10.1109/MWSYM.2012.6259574
13. Negahdari, Z., Rosin, A., Gerdes, T.: Conditioning of juvenile glass surfaces by atmospheric microwave plasma treatment, Glass Technology - European Journal of Glass Science and Technology A, Band 53, Nr. 2, S. 39-45, 2012

14. Wu, K., Rosin, A., Park, H.-S., Willert-Porada, M.: High-temperature oxidation behavior of ZrO_2 - $ZrSiO_4$ /NiCr composites and its applicability for functionally graded materials, *Journal of Physics: Conference Series*, Band 419, 012013, doi:10.1088/1742-6596/419/1/012013
15. Willert-Porada, M., Pontiller-Schymura, P., Park, H.-S., Rosin, A.: Laser-Assisted Microwave Plasma Processing of Ceramic Coatings, *Journal of Ceramic Science and Technology*, Band 4, S. 1-10
16. Willert-Porada, M., Park, H.-S., Rosin, A.: New method for temperature dependent dielectric property investigation in polymer composite materials, *Microwave Symposium Digest (IMS), 2013 IEEE MTT-S International*, Seattle, Juni 2-7, S. 1-4, 2013, doi:10.1109/MWSYM.2013.6697650
17. Rosin, A., Willert-Porada, M.: Modeling of microwave heating of ceramic materials with respect to changes in sample size, *Multiphysics Models and Material Properties, 16th Seminar on Computer Modeling in Microwave Power Engineering*, Karlsruhe, Mai 12-13, S. 24-29, 2014, http://www.wpi.edu/academics/math/CIMS/IMMG/Seminars/Past/Seminar16/Docs/3_AR-MWP.pdf
18. Roos, C., Rosin, A., Negahdari, Z., Struppert, T.: Hot-end Coating: Strengths, risks and alternatives, *Glass International*, Vol. 37, No. 5, May 2014, S. 13-15
19. Willert-Porada, M., Rosin, A., Schmidt, A., Gerdes, T., Adam, M.: Analysis of microwave heating in a fluidized bed reactor, *Microwave Symposium (IMS), 2014 IEEE MTT-S International*, Juni 1-6, Tampa, 2014, doi:10.1109/MWSYM.2014.6848517
20. Park, H.-S. and Rosin, A. and Willert-Porada, M.: Simulation of Microwave Assisted Ion Exchange in Glass, *Proceedings of the International Scientific Colloquium Modelling for Electromagnetic Processing*, September 16-19, Hannover, S. 143-148, 2014

Literaturverzeichnis

- [1] H. J. W. Müller-Kirsten, *Electrodynamics: An Introduction Including Quantum Effects*, World Scientific Publishing, Singapur, 2004, ISBN 981-238-808-7.
- [2] J. C. Maxwell, «A Dynamical Theory of the Electromagnetic Field», *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*, Band 155, S. 459–512, 1865, doi:10.1098/rstl.1865.0008.
- [3] H. Hertz, «Ueber sehr schnelle electrische Schwingungen», *Annalen der Physik*, Band 267 (7), S. 421–448, 1887, doi:10.1002/andp.18872670707.
- [4] M. Planck, «Zur Theorie des Gesetzes der Energieverteilung im Normalspectrum», *Verhandlungen der Deutschen physikalischen Gesellschaft*, Band 2 (17), S. 237–245, 1900.
<http://www.christoph.mettenheim.de/planck-energieverteilung.pdf>
- [5] A. Einstein, «Über einen die Erzeugung des Lichts betreffenden heuristischen Gesichtspunkt», *Annalen der Physik*, Band 332 (6), S. 132–148, 1905.
- [6] A. Einstein, «Über die Entwicklung unserer Anschauungen über das Wesen und die Konstitution der Strahlung», *Physikalische Zeitschrift*, Band 10 (22), S. 817–825, 1909.
- [7] L.-V. de Broglie, «Recherches sur la théorie des Quanta (On the Theory of Quanta)», Dissertation, Universität Paris, Paris, 1924.
<https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00006807>
- [8] R. P. Feynman, «A Relativistic Cut-Off for Classical Electrodynamics», *Review of Physics*, Band 74 (8), S. 939–946, 1948, doi:10.1103/PhysRev.74.939.
- [9] S. S. Schweber, *QED and the men who made it*, Princeton series in physics, Princeton University Press, Princeton, 1994, ISBN 0-691-03327-7.
- [10] J. C. Maxwell, *A Treatise on Electricity and Magnetism*, Clarendon Press, Oxford, 1. Aufl., 1873.
- [11] P. J. Nahin, *Oliver Heaviside - The Life, Work and, Time of an Electrical Genius of the Victorian Age*, Johns Hopkins Edition, Johns Hopkins University Press, Baltimore, 2. Aufl., 2002.
- [12] P. R. Karmel, G. D. Colef & R. L. Camisa, *Introduction to Electromagnetic and Microwave Engineering*, Microwave and Optical Engineering, Wiley, New York, 1998.
- [13] Physikalisch-Technische Bundesanstalt, «Das Internationale Einheitensystem (SI)», *PTB-Mitteilungen*, Band 117 (2), S. 6–38, 2007, Braunschweig, Berlin.
<http://www.ptb.de/cms/fileadmin/internet/publikationen/\DasInternationaleEinheitensystem.pdf>
- [14] R. F. Harrington, *Time-Harmonic Electromagnetic Fields*, IEEE Press Series on Electromagnetic Wave Theory, John Wiley and Sons, New York, Chichester, Weinheim, 1. Aufl., 2001.
- [15] J. H. Poynting, «On the Transfer of Energy in the Electromagnetic Field», *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, Band 175, S. 343–361, 1884, doi:10.1098/rstl.1884.0016.
- [16] C. F. Bohren & D. R. Huffman, *Absorption and scattering of light by small particles*, Wiley, New York, 1983, ISBN 0-471-29340-7.

- [17] J. D. Jackson, *Klassische Elektrodynamik*, de Gruyter, Berlin, Boston, 5. Aufl., 2014, ISBN 978-3-11-033446-3.
- [18] A. C. Metaxas & R. J. Meredith, *Industrial microwave heating*, P. Peregrinus on behalf of the Institution of Electrical Engineers, London, 1983, ISBN 0906048893.
- [19] M. Bhattacharya & T. Basak, «New Closed Form Analysis of Resonances in Microwave Power for Material Processing», *AIChE Journal*, Band 52 (11), S. 3707–3721, 2006, doi:10.1002/aic.10979.
- [20] F. Olyslager & D. de Zutter, «Skin Effect», in «Encyclopedia of RF and Microwave Engineering», John Wiley, 2005, doi:10.1002/0471654507.emc396.
- [21] E. C. Jordan, *Electromagnetic Waves and Radiating Systems*, Electrical Engineering, Prentice Hall, 2. Aufl., 1968, ISBN 978-0132499958.
- [22] H. C. Van De Hulst, *Light Scattering by Small Particles*, Dover Books on Physics, Dover Publications, Mineola, N.Y., 2. Aufl., 1982.
- [23] L. Lorenz, «Lysbevægelsen i og uden for en af plane Lysbølger belyst Kugle», *Det Kongelige Danske Videnskabernes Selskabs Skrifter*, Band 6, S. 2–62, 1890.
- [24] G. Mie, «Beiträge zur Optik trüber Medien, speziell kolloidaler Metallösungen», *Annalen der Physik*, Band 25 (4), S. 377–445, 1908.
- [25] I. N. Bronstein & K. A. Semendjajew, *Taschenbuch der Mathematik*, B.G. Teubner Verlagsgesellschaft, Stuttgart, Berlin, 25. Aufl., 1991.
- [26] H. A. Antosiewicz, *Handbook of Mathematical Functions*, Kap. Bessel Functions of Integer Order, S. 435–478, in Abramowitz & Stegun [58], 2014, ISBN 978-1-61427-617-3.
- [27] J. W. Strutt, *Scientific Papers*, Band 1 aus der Serie *Cambridge Library Collection*, Cambridge University Press, Cambridge, 1899, doi:10.1017/CBO9780511703966.010, ISBN 9780511703966.
- [28] I. W. Sudiarta & P. Chylek, «Mie scattering of a large spherical particle embedded in an absorbing medium», *Journal of Quantitative Spectroscopy & Radiative Transfer*, Band 70, S. 709–714, 2001.
- [29] M. Rother, *Über das Konkurrenzverhalten von Dielektrika bei der Mikrowellenerwärmung*, KIT Scientific Publishing, Karlsruhe, 2010, ISBN 978-3-86644-544-4.
- [30] M. Grüneberg, «Untersuchungen und Modellbildung zur Mikrowellenerwärmung von Lebensmitteln im Mikrowellenherd», Dissertation, Universität Fridericiana zu Karlsruhe, Karlsruhe, 1993.
- [31] B. R. Johnson, «Light scattering by a multilayer sphere», *Applied Optics*, Band 35 (18), S. 3286–3296, 1996.
- [32] J. R. Wait, «Electromagnetic scattering from a radially inhomogeneous sphere», *Applied Scientific Research, Section B*, Band 10 (5-6), S. 441–450, 1962.
- [33] S. Osano & G. Yamamoto, «Light Scattering by a Spheroidal Particle», *Applied Optics*, Band 14 (1), S. 29–49, 1975.
- [34] F. Závěška, «Über die Beugung elektromagnetischer Wellen an unendlich langen Kreiszyllindern», *Annalen der Physik*, Band 40, S. 1023–1056, 1908.
- [35] M. Kerker & E. Matijević, «Scattering of Electromagnetic Waves from Concentric Infinite Cylinders», *Journal of the Optical Society of America*, Band 51 (5), S. 506–508, 1961, doi:10.1364/JOSA.51.000506.
- [36] G. A. Shah, «Scattering of plane electromagnetic waves by infinite concentric circular cylinders at oblique incidence», *Monthly Notices of the Royal Astronomical Society*, Band 148, S. 93–111, 1970.

- [37] M. I. Mishchenko, J. W. Hovenier & L. D. Travis (Hrsg.), *Light scattering by nonspherical particles: Theory, measurements, and applications*, Academic Press, San Diego, 2000, ISBN 0-12-498660-9.
- [38] P. Yang & K. N. Liou, «Finite Difference Time Domain Method for Light Scattering by Nonspherical and Inhomogeneous Particles», in M. I. Mishchenko, J. W. Hovenier & L. D. Travis (Hrsg.), «Light scattering by nonspherical particles: Theory, measurements, and applications», S. 173–221, Academic Press, San Diego, 2000, ISBN 0-12-498660-9.
- [39] Y.-l. Xu & B. Å. Gustafson, «A generalized multiparticle Mie-solution: further experimental validation», *Journal of Quantitative Spectroscopy & Radiative Transfer*, Band 70, S. 395–419, 2001.
- [40] K. G. T. Hollands, *Thermal radiation fundamentals*, Series in thermal and fluid physics and engineering, Begell House, New York, 2004, ISBN 1-56700-203-X.
- [41] Boltzmann, «Ableitung des Stefan'schen Gesetzes, betreffend die Abhängigkeit der Wärmestrahlung von der Temperatur aus der electromagnetischen Lichttheorie», *Annalen der Physik*, Band 258 (6), S. 21–294, 1884, doi:10.1002/andp.18842580616.
- [42] L. A. Dombrovsky, «Thermal radiation from nonisothermal spherical particles of a semitransparent material», *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Band 43, S. 1661–1672, 2000, doi:10.1615/thermopedia.000141.
- [43] A. C. Metaxas, *Foundations of electroheat: A unified approach*, Wiley, Chichester, New York, 1996, ISBN 0-471-95644-9.
- [44] A. W. Hull, «The Magnetron», *Journal of the American Institute of Electrical Engineers*, Band 40 (9), S. 715–723, 1921, doi:10.1109/JoAIEE.1921.6594005.
- [45] T. V. C. T. Chan & H. C. Reader, *Understanding microwave heating cavities*, Artech House microwave library, Artech House, Boston, Mass, 2000, ISBN 1-58053-094-X.
- [46] S. M. Bradshaw, «Microwave heating principles and the application to the regeneration of granular activated carbon», *The Journal of South African Institute of Mining and Metallurgy*, Band 7/8, S. 201–210, 1998.
- [47] V. B. Neculaes, R. M. Gilgenbach & Y. Y. Lau, «Low-noise microwave magnetrons by azimuthally varying axial magnetic field», *Applied Physics Letters*, Band 83 (10), S. 1938–1940, 2003.
- [48] G. I. Haddad & R. J. Trew, «Microwave Solid-State Active Devices», *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Band 50 (3), S. 760–779, 2002.
- [49] S. Fujii, H. Kujirai, D. Mochizuki, M. Maitani, E. Suzuki & Y. Wada, «Chemical Reaction under highly Precise Microwave Irradiation», in «Proceedings of the 2013 COMSOL Conference», S. 1–7, COMSOL, Boston, 2013, ISBN 978-0-9910001-5-9.
http://www.comsol.com/paper/download/181239/fujii_paper.pdf
- [50] P. Kiatwarin & S. Chalermwisutkul, «Design and Realization of a 434 MHz, 200 Watts Solid-State Power Amplifier for a Microwave Hyperthermia System», in «2011 International Conference on Circuits, System and Simulation», Band 7 aus der Serie *International Proceedings of Computer Science and Information Technology*, S. 183–187, IACSIT Press, Singapore, 2011.
<http://www.ipcsit.com/vol7/34-S077.pdf>
- [51] Bundesnetzagentur, «Allgemeinzuteilung von Frequenzen in den Frequenzteilbereichen gemäß Frequenzbereichszuweisungsplanverordnung, Teil B: Nutzungsbestimmungen D138 und D150 für die Nutzung durch die Allgemeinheit für ISM-Anwendungen», , 2013.
http://www.bundesnetzagentur.de/SharedDocs/Downloads/DE/Sachgebiete/Telekommunikation/Unternehmen_Institutionen/Frequenzen/Allgemeinzuteilungen/ISM_Vfg762003_Id298xpdf.pdf?__blob=publicationFile&v=4

- [52] C. R. Buffer & P. O. Risman, «Compatibility Issues Between Bluetooth and High Power Systems in the ISM Bands», *Microwave Journal*, Band 43 (7), S. 118–133, 2000.
- [53] K. Yamamoto, H. Kuronuma, T. Koinuma & N. Tashiro, «A Study of Magnetron Noise», *IEEE Transactions on Electron Devices*, Band 34 (5), S. 1223–1226, 1987.
- [54] P. Togni, T. Dřížd'al, J. Vrba & L. Vannucci, «Slot-Line Applicator for Microwave Hyperthermia», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 43 (2), S. 43224–43230, 2009.
- [55] T. L. White, R. G. Grubb, L. P. Pugh, D. Foster & W. D. Box, «Removal of Contaminated Concrete Surfaces by Microwave Heating - Phase I Results», in R. G. Post (Hrsg.), «Proceedings of the Symposium on Waste Management: Technology and Programs for Radioactive Waste Management and Environmental Restoration», Band 1, S. 745–748, WM Symposia Inc., Tucson, Ariz., 1992.
<http://www.wmsym.org/archives/1992/V1/152.pdf>
- [56] G. Roussy & J. A. Pearce, *Foundations and Industrial Applications of Microwave and Radio Frequency Fields: physical and chemical processes*, John Wiley, 1995.
- [57] R. J. Meredith, «A Three Axis Model of the Mode Structure of Multimode Cavities», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 29 (1), S. 31–44, 1994.
http://jmpee.org/JMPEE_PDFs/29-1_b1/JMPEE-Vol29-Pg31-Meredith.pdf
- [58] M. Abramowitz & I. A. Stegun (Hrsg.), *Handbook of Mathematical Functions*, Applied Mathematics Series, Martino Publishing, Mansfield Centre (CT), 2014, ISBN 978-1-61427-617-3.
- [59] J. R. Brandon, S. J. & W. R. Hodgkins, «Microwave Sintering of Oxide Ceramics», *MRS Proceedings*, Band 269, S. 237–243, 1992, doi:10.1557/PROC-269-237.
http://journals.cambridge.org/article_S1946427400506411
- [60] J. G. P. Binner, K. Annapoorani, A. Paul, I. Santacruz & B. Vaidhyanathan, «Dense nanostructured zirconia by two stage conventional/hybrid microwave sintering», *Journal of the European Ceramic Society*, Band 28, S. 973–977, 2008.
- [61] Z. Huang, M. Gotoh & Y. Hirose, «Improving sinterability of ceramics using hybrid microwave heating», *Journal of Materials Processing Technology*, Band 209, S. 2446–2452, 2009, doi:10.1016/j.jmatprotec.2008.05.037.
- [62] R. R. Menezes, P. M. Souto & R. H. G. A. Kiminami, «Microwave Fast Sintering of Ceramic Materials», in A. Lakshmanan (Hrsg.), «Sintering of Ceramics - New Emerging Techniques», S. 3–26, InTech, 2012, ISBN 978-953-51-0017-1, doi:10.5772/34181.
- [63] A. K. Datta & V. Rakesh, «Principles of Microwave Combination Heating», *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, Band 12, S. 24–39, 2013.
- [64] G. B. Long & J. M. Valentine, «Domestic Appliance», Valia (OH), Patentschrift US 2 748 239, 9.5.1956.
- [65] M. F. Almeida, «Modeling Infrared and Combination Infrared-Microwave Heating of Foods in an Oven», Dissertation, Cornell University, Ithaca, New York, 2005.
- [66] A. K. Datta & H. Ni, «Infrared and hot-air-assisted microwave heating of foods for control of surface moisture», *Journal of Food Engineering*, Band 51, S. 355–364, 2002.
- [67] K. Thompson, J. Booske, Y. Gianchandani & T. J. R. Cooper, «RF and Microwave Rapid Magnetic Induction Heating of Silicon Wafers», in M. Willert-Porada (Hrsg.), «Advances in Microwave and Radio Frequency Processing», 8th International Conference on Microwave and High-Frequency Heating in Bayreuth, Germany, S. 673–680, AMPERE, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2006.
- [68] M. Buryan, «Entwicklung von Auslegungsprinzipien für mikrowellen- und gasbeheizte Hybrid-Sinteröfen», Dissertation, TU Bergakademie Freiberg, Freiberg, 2004.

- [69] C. Gerk, «Herstellung keramischer Eutektika durch simultanen Laser- und Mikrowelleneinsatz», Dissertation, Universität Bayreuth, Bayreuth, 2001, ISBN 3-18-361905-9.
- [70] R. Peelamedu, A. Badzian & R. Roy, «Sintering of Zirconia Nanopowder by Microwave-Laser Hybrid Process», *Journal of the American Ceramic Society*, Band 87 (9), S. 1806–1809, 2004.
- [71] M. Willert-Porada, T. Gerdes, C. Gerk & H.-S. Park, «Combined Processes, Laser Assisted Microwave Processing and Sintercoating», in Willert-Porada [490], S. 755–768.
- [72] J. Zhang, L. Cao, Y. Yang, Y. Diao & X. Shen, «Step Sintering of Microwave Heating and Microwave Plasma Heating of Alumina Ceramics», *Journal of Materials Science and Technology*, Band 15 (5), S. 419–422, 1999.
- [73] M. A. Janney, C. L. Calhoun & H. D. Kimrey, «Microwave Sintering of Solid Oxide Fuel Cell Materials: I, Zirconia-8 mol% Yttria», *Journal of the American Ceramic Society*, Band 75 (2), S. 341–346, 1992, doi:10.1111/j.1151-2916.1992.tb08184.x.
- [74] J. Lasri, P. D. Ramesh & L. Schächter, «Energy Conversion during Microwave Sintering of a Multiphase Ceramic Surrounded by a Susceptor», *J. Am. Ceram. Soc. (Journal of the American Ceramic Society)*, Band 83 (6), S. 1465–1468, 2000.
- [75] G. Gaustad, J. Metcalfe, H. S. Shulman & S. M. Allan, «Susceptor Investigation for Microwave Heating Applications», in N. P. Bansal, J. P. Singh & H. Schneider (Hrsg.), «Innovative Processing and Synthesis of Ceramics, Glasses and Composites VIII: Proceedings of the 106th Annual Meeting of the American Ceramic Society, Indianapolis 2004», Band 166 aus der Serie *Ceramic Transactions*, S. 25–35, John Wiley, Westerville, Ohio, 2005.
- [76] R. Roy, D. Agrawal, J. Cheng & S. Gedevanishvili, «Full sintering of powdered-metal bodies in a microwave field», *Nature*, Band 399, S. 668–670, 1999.
- [77] M. S. Spatz, D. J. Skamser & D. L. Johnson, «Thermal Stability of Ceramic Materials in Microwave Heating», *Journal of the American Ceramic Society*, Band 78 (4), S. 1041–1048, 1995.
- [78] Z. Negahdari, «Reaction Sintered Alumina/Lanthanum Hexaaluminate Composites», Dissertation, University of Bayreuth, Lehrstuhl für Werkstoffverarbeitung, Bayreuth, 2009, ISBN 978-3-8322-8801-3.
- [79] H. Zuckerman & J. Miltz, «Characterization of Thin Layer Susceptors for the Microwave Oven», *Journal of Food Processing and Preservation*, Band 16, S. 193–204, 1992.
- [80] J. Česnek, J. Dobiáš & J. Houšová, J. Sedláček, «Properties of Thin Metallic Films for Microwave Susceptors», *Czech Journal of Food Science*, Band 21, S. 34–40, 2003.
- [81] P. D. Ramesh, D. Brandon & L. Schächter, «Use of partially oxidized SiC particle bed for microwave sintering of low loss ceramics», *Materials Science and Engineering*, Band 266, S. 211–220, 1999.
- [82] T. Labuza & J. Meister, «An Alternative Method for Measuring the Heating Potential of Microwave Susceptor Films», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 27 (4), S. 205–208, 1992.
- [83] C. Zhao, J. Vleugels, C. Groffils, P. J. Luypaert & O. van der Biest, «Hybrid Sintering with a Tubular Susceptor in a Cylindrical Single-Mode Microwave Furnace», *Acta Materialia*, Band 48, S. 3795–3801, 2000.
- [84] I. A. Dé, E. D. Whitney & D. E. Clark, «Microwave (Hybrid) Heating of Alumina at 2.45 GHz: I. Microstructural Uniformity and Homogeneity», in D. E. Clark, F. D. Gac & W. H. Sutton (Hrsg.), «Microwave: Theory and Application in Materials Processing», Band 21 aus der Serie *Ceramic Transactions*, Kap. Microwave Sintering, S. 319–328, American Ceramic Society, Westerville, Ohio, 1991.

- [85] P. L. Spencer, «Method of Treating Foodstuffs», Newton (MA), Patentschrift US 2 495 429, 24.1.1950.
- [86] J. M. Osepchuk, «A History of Microwave Heating Applications», *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Band MTT-32 (9), S. 1200–1224, 1984.
- [87] A. R. van Hippel, *Dielectrics and waves*, Wiley, New York, London, 1954.
- [88] W. A. G. Voss & W. R. Tinga, *Microwave Power Engineering*, Band 2, Applications aus der Serie *Electrical Science*, Kap. Materials Evaluation and Measurement Techniques, S. 189–198, Academic Press, New York, London, 1968.
- [89] J. M. R. Bélanger, J. R. J. Paré, O. Poon, C. Fairbridge, S. Ng, S. Mutyala & R. Hawkins, «Remarks on various applications of microwave energy», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 42 (4), S. 24–44, 2008.
- [90] D. Agrawal, «Microwave Energy Applied to Processing of High-Temperature Materials», *American Ceramic Society Bulletin*, Band 87 (3), S. 39–44, 2008.
- [91] R. F. Schiffmann, «State of the Art of Microwave Applications in the Food Industry in the USA», in M. Willert-Porada (Hrsg.), «Advances in Microwave and Radio Frequency Processing», Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg, 2006.
- [92] H. Schubert & M. Regier, «Novel and Traditional Microwave Applications in the Food Industry», in M. Willert-Porada (Hrsg.), «Advances in Microwave and Radio Frequency Processing», Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2006.
- [93] M. S. Shaheen, K. F. El-Massry, A. H. El-Ghorab & F. M. Anjum, *The Development and Application of Microwave Heating*, Kap. Chapter 1: Microwave Applications in Thermal Food Processing, S. 3–16, InTech, 2012, ISBN 978-953-51-0835-1.
<http://www.intechopen.com/books/the-development-and-application-of-microwave-heating>
- [94] M. A. M. Khraisheh, T. J. R. Cooper & T. R. A. Magee, «Microwave and Air Drying I. Fundamental Considerations and Assumptions for the Simplified Thermal Calculation of Volumetric Power Absorption», *Journal of Food Engineering*, Band 33, S. 207–219, 1997.
- [95] S. M. Bradshaw, «Microwave Drying: Process Engineering Aspects», in M. Willert-Porada (Hrsg.), «Advances in Microwave and Radio Frequency Processing», S. 271–281, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2006.
- [96] V. Changrue, V. Orsat & G. S. V. Raghavan, «Osmotically dehydrated microwave-vacuum drying of strawberries», *Journal of Food Processing and Preservation*, Band 32 (5), S. 798–816, 2008.
- [97] M. Zhang, J. Tang, A. S. Mujumdar & S. Wang, «Trends in microwave-related drying of fruits and vegetables», *Trends in Food Science & Technology*, Band 17, S. 524–534, 2006.
- [98] A. J. Virtanen, D. L. Goedecken & C. H. Tong, «Microwave Assisted Thawing of Model Frozen Foods Using Feed-back Temperature Control and Surface Cooling», *Journal of Food Science*, Band 62 (1), S. 150–154, 2006.
- [99] R. S. Chavan & S. R. Chavan, «Microwave Baking in Food Industry: A Review», *International Journal of Dairy Science*, Band 5, S. 113–127, 2010, doi:10.3923/ijds.2010.113.127.
<http://scialert.net/abstract/?doi=ijds.2010.113.127>
- [100] Z. Tang, G. Mikhaylenko, F. Liu, J.-H. Mah, R. Pandit, F. Younce & J. Tang, «Microwave sterilization of sliced beef in gravy in 7-oz trays», *Journal of Food Engineering*, Band 89, S. 375–383, 2008.
- [101] L. Zhou, V. M. Puri, R. C. Anantheswaran & G. Yeh, «Finite Element Modeling of Heat and Mass Transfer in Food Materials During Microwave Heating - Model Development and Validation», *Journal of Food Engineering*, Band 25, S. 509–529, 1995.

- [102] H. Ni, A. K. Datta & K. E. Torrance, «Moisture transport in intensive microwave heating of biomaterials: a multiphase porous media model», *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Band 42, S. 1501–1512, 1999.
- [103] M. Z. C. Lee & T. R. Marchant, «Microwave Thawing of Cylinders», *Applied Mathematical Modelling*, Band 28, S. 711–733, 2004.
- [104] Z. Tao, H. Wu, G. Chen & H. Deng, «Numerical simulation of conjugate heat and mass transfer process within cylindrical porous media with cylindrical dielectric cores in microwave freeze-drying», *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Band 48, S. 561–572, 2005.
- [105] W. Wang & G. Chen, «Heat and mass transfer model of dielectric-material-assisted microwave freeze-drying of skim milk with hygroscopic effect», *Chemical Engineering Science*, Band 60, S. 6542–6550, 2005.
- [106] B. Wäppling-Raaholt, P. O. Risman & T. Ohlsson, «Microwave Heating of Ready Meals - FDTD Simulation for Improving the Heating Uniformity», in M. Willert-Porada (Hrsg.), «Advances in Microwave and Radio Frequency Processing», 8th International Conference on Microwave and High-Frequency Heating in Bayreuth, Germany, S. 243–255, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2006, ISBN 978-3-540-43252-4.
- [107] J. H. Nam & C. S. Song, «Numerical simulation of conjugate heat and mass transfer during multi-dimensional freeze drying of slab-shaped food products», *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Band 50, S. 4891–4900, 2007, doi:10.1016/j.ijheatmasstransfer.2007.08.004.
- [108] P. Antti, A. L., «A microwave applicator for on line wood drying: Temperature and moisture distribution in wood», *Wood Science and Technology*, Band 33, S. 123–138, 1999.
- [109] M. Leiker & M. A. Adamska, «Energy efficiency and drying rates during vacuum microwave drying of wood», *Holz als Roh- und Werkstoff*, Band 62 (3), S. 203–208, 2004, doi:10.1007/s00107-004-0479-9.
- [110] M. Bartholme, G. Avramidis, W. Viöl & A. Kharazipour, «Microwave drying of wet processed wood fibre insulating boards», *European Journal of Wood Production*, Band 67, S. 357–360, 2009, doi:10.1007/s00107-008-0306-9.
- [111] H. Zhao & I. W. Turner, «The use of a coupled computational model for studying the microwave heating of wood», *Applied Mathematical Modelling*, Band 24 (3), S. 183–197, 2000, doi:10.1016/S0307-904X(99)00034-7.
- [112] L. Hansson, N. Lundgren, A. L. Antti & O. Hagman, «Finite element modeling (FEM) simulation of interactions between wood and microwaves», *Journal of Wood Science*, Band 52, S. 406–410, 2006, doi:10.1007/s10086-005-0794-8.
- [113] P. Rattanadecho, «The simulation of microwave heating of wood using a rectangular wave guide: Influence of frequency and sample size», *Chemical Engineering Science*, Band 61, S. 4798–4811, 2006.
- [114] L. Zong, S. Zhou, N. Sgriccia, M. C. Hawley & L. C. Kempel, «A review of Microwave-assisted Polymer Chemistry (MAPC)», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 38, S. 49–74, 2003.
- [115] D. Bogdał, *Polymer Science: A Comprehensive Reference*, Band 4, Kap. Microwave-Assisted Polymerization, S. 981–1027, Elsevier, 2012, doi:10.1016/B978-0-444-53349-4.00121-7.
- [116] L. E. Feher, *Energy Efficient Microwave Systems: Materials Processing Technologies for Avionic, Mobility and Environmental Applications*, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2009, ISBN 978-3-540-92121-9.

- [117] B. Krieger, «Microwave Vulcanization: A Lesson in Business and Technology», *MRS Proceedings*, Band 347, S. 57–70, 1994, doi:10.1557/PROC-347-57.
- [118] R. R. Babu, G. S. Shibulal, A. K. Chandra & K. Naskar, *Advances in Elastomers I: Blends and Interpenetrating Networks*, Band 11 aus der Serie *Advanced Structured Materials*, Kap. Compounding and Vulcanization, S. 83–135, Springer, Berlin, Heidelberg, 2013, doi:10.1007/978-3-642-20925-3_4.
- [119] C. Hunyar, L. E. Feher & M. Thumm, «Experimental and simulation approach for the description of heating effects in millimetre-wave processed CFRP composites», in J. Binner (Hrsg.), «Proceedings of the 9th International Conference on Microwave and High Frequency Heating», S. 437–440, Loughborough, UK, 2003.
- [120] J. M. Catalá-Civera, J. Monzó-Cabrera, A. J. Canós & F. L. Peñaranda Foix, «Analysis of Coupled Electromagnetic and Thermal Model of Pressure-Aided Microwave Curing Processes», in M. Willert-Porada (Hrsg.), «Advances in Microwave and Radio Frequency Processing», S. 226–233, Springer, Berlin, Heidelberg, 2006.
- [121] K. Hintzer, G. J. Kaempfer, T. Kolbeck, T. C. Ziplies, M. Willert-Porada, T. Gerdes & A. Schmidt-Rodenkirchen, «Process of making fluoroolefins by thermal decomposition of fluorinated materials», Saint Paul WO 2010039820 A2, 8.4.2010.
- [122] R. Gedye, F. Smith, K. Westaway, H. Ali, L. Baldisera, L. Laberge & J. Rousell, «The use of microwave ovens for rapid organic synthesis», *Tetrahedron Letters*, Band 27 (3), S. 279–282, 1986.
- [123] A. Fini & A. Breccia, «Chemistry by microwaves», *Pure and Applied Chemistry*, Band 71 (4), S. 573–579, 1999.
- [124] A. Miklavc, «Strong Acceleration of Chemical Reactions Occurring Through the Effects of Rotational Excitation on Collision Geometry», *ChemPhysChem*, Band 8/9, S. 552–555, 2001.
- [125] L. Perreux & A. Loupy, «A tentative rationalization of microwave effects in organic synthesis according to the reaction medium, and mechanistic considerations», *Tetrahedron*, Band 58, S. 9199–9223, 2001.
- [126] A. de la Hoz, A. Díaz-Ortiz & A. Moreno, «Review on Non-Thermal Effects of Microwave Irradiation in Organic Synthesis», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 41 (1), S. 41136–41157, 2007.
- [127] K. D. Raner, C. R. Strauss, F. Vyskoc & L. Mokbel, «A Comparison of Reaction Kinetics Observed under Microwave Irradiation and Conventional Heating», *Journal of Organic Chemistry*, Band 58, S. 950–953, 1993.
- [128] D. A. C. Stuerge & P. Gaillard, «Microwave Athermal Effects in Chemistry: A Myth's Autopsy, Part I: Historical background and fundamentals of wave-matter interaction», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 31 (2), S. 87–100, 1996.
- [129] D. A. C. Stuerge & P. Gaillard, «Microwave Athermal Effects in Chemistry: A Myth's Autopsy, Part II: Orienting effects and thermodynamic consequences of electric field», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 31 (2), S. 101–113, 1996.
- [130] N. Kuhnert, «Microwave-Assisted Reactions in Organic Synthesis - Are There Any Non-thermal Microwave Effects?», *Angewandte Chemie, International Edition*, Band 41 (11), S. 1863–1866, 2002.
- [131] J. R. Schmink & N. E. Leadbeater, «Probing “microwave effects” using Raman spectroscopy», *Organic & Biomolecular Chemistry*, Band 7 (18), S. 3842–3846, 2009, doi:10.1039/B910591C.
- [132] C. O. Kappe, B. Pieber & D. Dallinger, «Microwave Effects in Organic Synthesis: Myth

- or Reality?», *Angewandte Chemie, International Edition*, Band 52, S. 1088–1094, 2013, doi:10.1002/anie.201204103.
- [133] M. A. Herrero, J. M. Kremsner & C. O. Kappe, «Nonthermal Microwave Effects Revisited: On the Importance of Internal Temperature Monitoring and Agitation in Microwave Chemistry», *Journal of Organic Chemistry*, Band 73, S. 36–47, 2008.
- [134] D. R. Baghurst & D. M. P. Mingos, «Superheating Effects Associated with Microwave Dielectric Heating», *Journal of Chemical Society, Chemical Communications*, Band 9, S. 674–677, 1992.
- [135] C. O. Kappe, «Controlled Microwave Heating in Modern Organic Synthesis», *Angewandte Chemie, International Edition*, Band 43 (46), S. 6250–6281, 2004, doi:10.1002/anie.200400655.
- [136] Y. Tsukahara, A. Higashi, T. Yamauchi, T. Nakamura, M. Yasuda, A. Baba & Y. Wada, «In Situ Observation of Nonequilibrium Local Heating as an Origin of Special Effect of Microwave on Chemistry», *Journal of Physical Chemistry C*, Band 114, S. 8965–8970, 2010.
- [137] M. Irfan, M. Fuchs, T. N. Glasnov & C. O. Kappe, «Microwave-Assisted Cross-Coupling and Hydrogenation Chemistry by Using Heterogeneous Transition-Metal Catalysts: An Evaluation of the Role of Selective Catalyst Heating», *Chemistry, A European Journal*, Band 15, S. 11608–11618, 2009, doi:10.1002/chem.200902044.
- [138] B. Gutmann, A. M. Schwan, B. Reichart, C. Gspan, F. Hofer & C. O. Kappe, «Activation and Deactivation of a Chemical Transformation by an Electromagnetic Field: Evidence for Specific Microwave Effects in the Formation of Grignard Reagents», *Angewandte Chemie, International Edition*, Band 50 (33), S. 7636–7640, 2011, doi:10.1002/anie.201100856.
- [139] W. Chen, B. Gutmann & C. O. Kappe, «Characterization of Microwave-Induced Electric Discharge Phenomena in Metal-Solvent Mixtures», *ChemistryOpen*, Band 1, S. 39–48, 2012, doi:10.1002/open.201100013.
- [140] Ž. Pajkić, «Atmospheric Pressure Microwave Plasma Assisted Coating Processes for Particulate Materials», Dissertation, Universität Bayreuth, Fakultät für angewandte Naturwissenschaften, Bayreuth, 2009.
- [141] X. Zhang, D. O. Hayward & D. M. P. Mingos, «Effects of microwave dielectric heating on heterogeneous catalysis», *Catalysis Letters*, Band 88 (1-2), S. 33–38, 2003.
- [142] X. Zhang & D. O. Hayward, «Applications of microwave dielectric heating in environment-related heterogeneous gas-phase catalytic systems», *Inorganica Chimica Acta*, Band 359, S. 3421–3433, 2006.
- [143] J. E. Lanz, «A Numerical Model of Thermal Effects in a Microwave Irradiated Catalyst Bed», Masterarbeit, Virginia Polytechnic Institute and State University, Blacksburg, Virginia, 1998.
- [144] R. Cecilia, U. Kunz & T. Turek, «Possibilities of process intensification using microwaves applied to catalytic microreactors», *Chemical Engineering and Processing*, Band 46, S. 870–881, 2007.
- [145] T. Durka, T. Van Gerven & A. Stankiewicz, «Microwaves in Heterogeneous Gas-Phase Catalysis: Experimental and Numerical Approaches», *Chemical Engineering & Technology*, Band 32 (9), S. 1301–1312, 2009.
- [146] B. Dutta, S. R. S. Dev & G. S. V. Raghavan, «Finite Element Modeling of Selective Heating in Microwave Pyrolysis of Lignocellulosic Biomass», *Progress In Electromagnetics Research B*, Band 56, S. 1–24, 2013.
- [147] C. T. Coughlin, T. Z. Wong, J. W. Strohhahn, T. A. Colacchio, J. E. Sutton, R. Z. Belch & E. B. Double, «Interoperative Interstitial Microwave-Induced Hyperthermia and Bra-

- chytherapy», *International Journal of Radiation Oncology, Biology, Physics*, Band 11 (9), S. 1673–1678, 1985.
- [148] J. Vrba, M. Lapeš & L. Oppl, «Technical aspects of microwave thermotherapy», *Bioelectrochemistry and Bioenergetics*, Band 48, S. 305–309, 1999.
- [149] A. Giombini, V. Giovannini, A. D. Cesare, P. Pacetti, N. Ichinoseki-Sekine, M. Shiraishi, H. Naito & N. Maffulli, «Hyperthermia induced by microwave diathermy in the management of muscle and tendon injuries», *British Medical Bulletin*, Band 83, S. 379–396, 2007, doi:10.1093/bmb/ldm020.
<http://bmb.oxfordjournals.org/content/83/1/379.full.pdf+html>
- [150] J. Vrba, «Microwave Applicators for Medical Applications: Imaging and Thermotherapy Treatment», *Microwave Review*, Band 11 (1), S. 43–46, 2005.
- [151] M. F. Kozempel, B. A. Annous, R. D. Cook, O. J. Scullen & W. R. C., «Inactivation of Microorganisms with Microwave at Reduced Temperatures», *Journal of Food Protection*, Band 61 (5), S. 582–585, 1998.
- [152] I.-S. Woo, I.-K. Rhee & H.-D. Park, «Differential Damage in Bacterial Cells by Microwave Radiation on the Basis of Cell Wall Structure», *Applied and Environmental Microbiology*, Band 66 (5), S. 2243–2247, 2000.
- [153] P. Yaghmaee & T. D. Durance, «Destruction and injury of *Escherichia coli* during microwave heating under vacuum», *Journal of Applied Microbiology*, Band 98, S. 498–506, 2005, doi:10.1111/j.1365-2672.2004.02466.x.
- [154] J. W. Hand, G. M. J. Van Leeuwen, J. B. Van de Kramer, K. Maryama, T. Sugiura, D. V. Azzopardi & A. D. Edwards, «Monitoring of deep brain temperature in infants using multi-frequency microwave radiometry and thermal modelling», *Physics in Medicine and Biology*, Band 46 (7), S. 1885–1903, 2001.
- [155] S. Das, A. K. Mukhopadhyay, S. Datta & D. Basu, «Prospects of microwave processing: An overview», *Bulletin of Materials Science*, Band 32 (1), S. 1–13, 2009.
- [156] S. Chandrasekaran, S. Ramanathan & T. Basak, «Microwave Material Processing - A Review», *AIChE Journal*, Band 58 (2), S. 330–363, 2012, doi:10.1002/aic.12766.
- [157] U. Kolberg & H. Römer, *Microwave Heating of Glass*, Kap. Putting it into practice, S. 263–266, The American Ceramic Society, Westerville, 2005, ISBN 1-57898-224-9.
- [158] O. V. Kharissova, B. I. Kharisov & J. J. Ruíz Valdés, «Review: The Use of Microwave Irradiation in the Processing of Glasses and Their Composites», *Industrial & Engineering Chemistry Research*, Band 49 (4), S. 1457–1466, 2010, doi:10.1021/ie9014765.
- [159] J. H. Ahn & B. T. Ahn, «Mechanism of Enhanced Crystallization of Amorphous Si Thin Films by Microwave Annealing», *Electronic Materials Letters*, Band 3 (2), S. 69–74, 2007.
- [160] M. M. Mahmoud, D. C. Folz, C. T. A. Suchicital & D. E. Clark, «Crystallization of Lithium Disilicate Glass Using Microwave Processing», *Journal of the American Ceramic Society*, Band 95 (2), S. 579–585, 2012, doi:10.1111/j.1551-2916.2011.04936.x.
- [161] S. W. Kingman, K. Jackson, S. M. Bradshaw, N. A. Rowson & R. Greenwood, «An investigation into the influence of microwave treatment on mineral ore comminution», *Powder Technology*, Band 146, S. 176–184, 2004.
- [162] D. A. Jones, S. W. Kingman, D. N. Whittles & I. S. Lowndes, «Understanding microwave assisted breakage», *Minerals Engineering*, Band 18, S. 659–669, 2005.
- [163] P. Wardle, «The Selective Heating of Pyrite in Coal Using Microwave Energy», Dissertation, University of Nottingham, Department of Chemical and Environmental Engineering, Nottingham, 2011.

- [164] Z. Kawala & T. Atamańczuk, «Microwave-Enhanced Thermal Decontamination of Soil», *Environmental Engineering Science*, Band 32 (17), S. 2602–2607, 1998, doi:10.1021/es980025m.
- [165] D. Acierno, A. A. Barba & M. d'Amore, «Microwaves in Soil Remediation from VOCs. 1: Heat and Mass Transfer Aspects», *Environmental and Energy Engineering*, Band 49 (7), S. 1909–1921, 2004, doi:10.1002/aic.690490726.
- [166] J. A. Menéndez, M. Inguanzo & J. J. Pis, «Microwave-induced pyrolysis of sewage sludge», *Water Research*, Band 36 (13), S. 3261–3264, 2002, doi:10.1016/S0043-1354(02)00017-9.
- [167] R. Balhorn, T. Gerdes & A. Haacker, «Verfahren zur Granulierung und Dekontaminierung von dioxin- und furanhaltigen Stäuben durch Mikrowellenbehandlung», Bayreuth, Offenlegungsschrift DE 10 007 881, 23.8.2001.
- [168] Y. Sun, J.-Y. Hwang & X. Huang, «The microwave processing of electric arc furnace dust», *JOM*, Band 60 (10), S. 35–39, 2008.
- [169] J. D. Vienna, «Nuclear Waste Vitrification in the United States: Recent Developments and Future Options», *International Journal of Applied Glass Science*, Band 1 (3), S. 309–321, 2010, doi:10.1111/j.20411294.2010.00023.x.
- [170] M. Baghbanzadeh, L. Carbone, P. D. Cozzoli & C. O. Kappe, «Microwave-Assisted Synthesis of Colloidal Inorganic Nanocrystals», *Angewandte Chemie, International Edition*, Band 50 (48), S. 11312–11359, 2011, doi:10.1002/anie.201101274.
- [171] H. J. Kitchen, S. R. Vallance, J. L. Kennedy, N. Tapia-Ruiz, L. Carassiti, A. Harrison, A. G. Whittaker, T. D. Drysdale, S. W. Kingman & D. H. Gregory, «Modern Microwave Methods in Solid-State Inorganic Materials Chemistry: From Fundamentals to Manufacturing», *Chemical Reviews*, Band 114, S. 1170–1206, 2014, doi:dx.doi.org/10.1021/cr4002353.
- [172] E. H. Moore & D. E. Clark, «Removal of Polymethyl Methacrylate Binder from Alumina Using Microwave Energy», in J. B. Wachtman Jr. (Hrsg.), «Proceedings of the 17th Annual Conference on Composites and Advanced Ceramic Materials, Part 2: Ceramic Engineering and Science Proceedings», Band 14, S. 848–855, Wiley, Hoboken (NJ), 1993, doi:10.1002/9780470314234.ch19.
- [173] J. Große-Berg, M. Willert-Porada, L. Eusterbrock & G. Ziegler, «Microwave Assisted Binder Burnout», in Willert-Porada [490], S. 710–719.
- [174] L. Robak, «Mikrowellenunterstützte Wärme- und Stoffübertragung beim Trocknen und Entbindern Technischer Keramik», Dissertation, Technische Universität Bergakademie Freiberg, Freiberg, 2005.
- [175] M. L. Levinson, «Method of Firing Ceramic Articles Utilizing Microwave Energy», New Jersey, Patentschrift US 3 585 258, 15.6.1971.
- [176] A. J. Berteaud & J. C. Badot, «High Temperature Microwave Heating in Refractory Materials», *Journal of Microwave Power*, Band 11 (4), S. 315–320, 1976.
- [177] W. H. Sutton, «Microwave Processing of Ceramics - An Overview», *MRS Proceedings*, Band 269 (3), S. 3–20, 1992, doi:10.1557/PROC-269-3.
- [178] J. D. Katz, «Microwave Sintering of Ceramics», *Annual Review of Materials Science*, Band 22, S. 153–170, 1992.
- [179] D. E. Clark & W. H. Sutton, «Microwave Processing of Materials», *Annual Review of Materials Science*, Band 26 (1), S. 299–331, 1996.
doi:10.1146/annurev.ms.26.080196.001503
- [180] E. T. Thostenson & T.-W. Chou, «Microwave processing: fundamentals and applications», *Composites: Part A*, Band 30, S. 1055–1071, 1999.

- [181] Y.-L. Tian, «Practices of Ultra-Rapid Sintering of Ceramics Using Single-Mode Applicators», in D. E. Clark (Hrsg.), «Microwaves: Theory and Applications in Materials Processing», Band 21 aus der Serie *Ceramic Transactions*, Kap. Microwave Sintering, S. 283–300, American Ceramic Society, Westerville, Ohio, 1991.
- [182] B. Q. Tian & W. R. Tinga, «A Wide Range Tunable and Matchable High Temperature Applicator», in D. E. Clark, F. D. Gac & W. H. Sutton (Hrsg.), «Microwaves: Theory and Application Material Processing», Band 21 aus der Serie *Ceramic Transactions*, S. 647–654, American Ceramic Society, Westerville, Ohio, 1991.
- [183] O. Süle & S. Kent, «Analysis of Microwave Cavity Loaded with Lossy Dielectric Slab by Means of Mode Matching Method and Optimization of Load Location», *Progress In Electromagnetics Research M*, Band 14, S. 71–83, 2010.
- [184] M. E. Requena-Pérez, J. L. Pedreño Molina, J. Monzó-Cabrera & A. Díaz-Morcillo, «Multimode Cavity Efficiency Optimization by Optimum Load Location - Experimental Approach», *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Band 53 (6), S. 2114–2120, 2005.
- [185] J. L. Pedreño-Molina, J. Monzó-Cabrera & J. M. Catalá-Civera, «A new procedure for power efficiency optimization in microwave ovens based on thermographic measurements and load location search», *International Communications in Heat and Mass Transfer*, Band 34 (5), S. 564–569, 2007, doi:10.1016/j.icheatmasstransfer.2007.02.002.
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0735193307000401>
- [186] S. M. Bradshaw, S. Delport & E. van Wyk, «Qualitative measurement of heating uniformity in a multimode microwave cavity», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 32 (2), S. 87–95, 1997.
- [187] P. Plaza-González, J. Monzó-Cabrera, J. M. Catalá-Civera & D. Sánchez-Hernández, «Effect of Mode-Stirrer Configurations on Dielectric Heating Performance in Multimode Microwave Applicators», *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Band 53 (5), S. 1699–1706, 2005.
- [188] J. L. Pedreño-Molina, J. Monzó-Cabrera & J. M. Catalá-Civera, «Sample movement optimization for uniform heating in microwave heating ovens», *International Journal of RF and Microwave Computer-Aided Engineering*, Band 17 (2), S. 142–152, 2007, doi:10.1002/mmce.20208.
- [189] H. Senko & V. N. Tran, «Control of Microwave Induced Thermal Runaway Using Temperature Derivative Feedback», in D. E. Clark, W. H. Sutton & D. A. Lewis (Hrsg.), «Microwaves: Theory and Application in Materials Processing IV», Band 80 aus der Serie *Ceramic Transactions*, S. 241–250, American Ceramic Society, Westerville, Ohio, 1997.
- [190] B. Liu & T. R. Marchant, «The Occurrence of Limit-Cycles During Feedback Control of Microwave Heating», *Mathematical and Computer Modelling*, Band 35, S. 1095–1118, 2002.
- [191] J. B. O. Caughman, D. J. Hoffman, F. W. Baity, M. A. Akerman, S. C. Forrester & M. D. Kass, «Sintering of ceramics using low frequency rf power», in «Conference Proceedings of the 97th Annual Meeting of the American Ceramic Society, Cincinnati (Ohio) April 30 - May 3, 1995», American Ceramic Society, 1995, doi:10.2172/86956.
- [192] A. W. Fliflet, R. Bruce, R. P. Fischer, D. Lewis, L. K. Kurihara, B. A. Bender, G.-M. Chow & R. J. Rayne, «A Study of Millimeter-Wave Sintering of Fine-Grained Alumina Compacts», *IEEE Transactions on Plasma Science*, Band 28 (3), S. 924–935, 2000.
- [193] S. V. Egerov, N. A. Zharova, Y. V. Bykov & V. E. Semenov, «Microwave Sintering of Large-Size Ceramic Workpieces», in M. Willert-Porada (Hrsg.), «Advances in Microwave and Radio Frequency Processing», 8th International Conference on Microwave and High-Frequency Heating in Bayreuth, Germany, S. 577–582, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2006, ISBN 978-3-540-43252-4.

- [194] Y.-L. Tian, M. E. Brodwin, H. S. Dewan & D. L. Johnson, «Microwave Sintering of Ceramics Under High Gas Pressure», *MRS Proceedings*, Band 124, S. 213–218, 1988, doi: 10.1557/PROC-124-213.
- [195] J. Samuels & J. R. Brandon, «Effect of composition on the enhanced microwave sintering of alumina-based ceramic composites», *Journal of Materials Science*, Band 27, S. 3259–3265, 1992.
- [196] S. Chockalingam, J. George, D. Earl & V. R. W. Amarakoon, «The Effect of Dielectric Properties of Sintering Additives on Microwave Sintered Silicon Nitride Ceramics», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 42 (2), S. 42204–42214, 2008.
- [197] C. E. Holcombe & N. L. Dykes, «Importance of “casketing” for microwave sintering of materials», *Journal of Materials Science Letters*, Band 9, S. 425–428, 1990.
- [198] M. Gallo, M. Bozetti, G. Calò, L. Mescia & V. Petruzzelli, «Design of a Dielectric Applicator for Microwave Heating», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 43 (2), S. 43204–43212, 2009.
- [199] W. Dörr, T. Gerdes, G. Gradel, B. Schmitt & M. Willert-Porada, «Furnace for Microwave Sintering of Nuclear Fuel», Erlangen, Patentschrift US 6 617 558 B2, 9.9.2003.
- [200] D. Acierno, A. A. Barba, M. d’Amore, I. M. Pinto & V. Fiumara, «Microwaves in Soil Remediation from VOCs. 2. Buildup of a Dedicated Device», *AIChE Journal*, Band 50 (3), S. 722–732, 2004, doi:10.1002/aic.10067.
- [201] T. Gerdes, H.-S. Park, A. Rosin, A. Schmidt & M. Willert-Porada, «Microwave antenna array for high temperature material processing», in IEEE (Hrsg.), «Microwave Symposium Digest (MTT) of IMS2010 International Microwave Symposium», IEEE MTT-S International, S. 1424–1427, IEEE Microwave Theory and Techniques Society, IEEE, Anaheim (CA), 2010, doi:10.1109/MWSYM.2010.5515857.
- [202] M. Willert-Porada, T. Gerdes & A. Rosin, «Microwave Antenna for Selective Heating of Glass Melts», in IEEE (Hrsg.), «Microwave Symposium Digest (MTT) of IMS2012 International Microwave Symposium», MTT-S International, S. 1190–1192, IEEE Microwave Theory and Techniques Society, IEEE, Montréal, Canada, 2012, ISBN 978-1-4673-1088-8, doi:10.1109/MWSYM.2012.6259574.
- [203] C. del Río Bocio, R. Gonzalo, M. S. Ayza & M. Thumm, «Optimal Horn Antenna Design to Excite High-Order Gaussian Beam Modes from TE_{0m} Smooth Circular Waveguide Modes», *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, Band 47 (9), S. 1440–1448, 1999.
- [204] V. N. Tran, «An Applicator Design for Processing Large Quantities of Dielectric Materials», in D. E. Clark, F. D. Gac & W. H. Sutton (Hrsg.), «Microwaves: Theory and Application in Materials Processing», Band 21 aus der Serie *Ceramic Transactions*, Kap. Microwave Equipment Design, S. 683–691, American Ceramic Society, Westerville, Ohio, 1991.
- [205] L. E. Feher & G. Link, «Hochmodiger Mikrowellenresonator für die Hochtemperaturbehandlung von Werkstoffen», Karlsruhe, Patentschrift DE 196 33 245 C1, 27.11.1997.
- [206] J. Wilson & S. M. Kunz, «Microwave Sintering of Partially Stabilized Zirconia», *Journal of the American Ceramic Society*, Band 71 (1), S. C40–C41, 1988.
- [207] S. G. Huang, L. Li, O. Van der Biest & J. Vleugels, «Microwave sintering of CeO_2 and Y_2O_3 co-stabilised ZrO_2 from stabiliser-coated nanopowders», *Journal of the European Ceramic Society*, Band 27, S. 689–693, 2007, doi:dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2006.04.040.
- [208] S. Charmond, C. P. Carry & D. Bouvard, «Densification and microstructure evolution of Y-Tetragonal Zirconia Polycrystal powder during direct and hybrid microwave sintering in a single-mode cavity», *Journal of the European Ceramic Society*, Band 30, S. 1211–1221, 2010.

- [209] R. R. Thridandapani, C. E. Folgar, A. Kulp, D. C. Folz & D. E. Clark, «Effect of Direct Microwave Sintering on Structure and Properties of 8 MolCeramic Technology», Band 8 (5), S. 1229–1236, 2011, doi:10.1111/j.1744-7402.2010.02570.x.
- [210] A. Borell, M. D. Salvador, F. L. Peñaranda Foix & J. M. Cátala-Civera, «Microwave Sintering of Zirconia Materials: Mechanical and Microstructural Properties», *International Journal of Applied Ceramic Technology*, Band 10 (2), S. 313–320, 2013.
- [211] A. Goldstein, W. D. Kaplan & A. Singurindi, «Liquid assisted sintering of SiC powders by MW (2.45 GHz) heating», *Journal of the European Ceramic Society*, Band 22, S. 1892–1896, 2002.
- [212] G. F. Xu, H. R. Zhuang, W. L. Li & F. Y. Wu, «Microwave Sintering of $\alpha/\beta - \text{Si}_3\text{N}_4$ », *Journal of the European Ceramic Society*, Band 17, S. 977–981, 1997.
- [213] Y. C. Kim, C. H. Kim & D. K. Kim, «Effect of Microwave Heating on Densification and $\alpha - \beta$ Transformation of Silicon Nitride», *Journal of the European Ceramic Society*, Band 17, S. 1625–1630, 1997.
- [214] M. Willert-Porada, J. Große-Berg, I. Sen & H.-S. Park, «Microwave Sintering and Infiltration of Highly Porous Silicon Nitride Ceramics to Form Dense Ceramics», *Key Engineering Materials*, Band 287, S. 171–176, 2005, doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.287.171.
- [215] J. Cheng, D. Agrawal, Y. Zhang & R. Roy, «Development of Translucent Aluminum Nitride (AlN) Using Microwave Sintering Process», *Journal of Electroceramics*, Band 9, S. 67–71, 2002.
- [216] D. Demirskyi, D. Agrawal & A. Ragulya, «Tough ceramics by microwave sintering of nanocrystalline titanium diboride ceramics», *Ceramics International*, Band 40 (1), S. 1303–1310, 2014, doi:10.1016/j.ceramint.2013.07.010.
- [217] H. D. Kimrey, J. O. Kiggans, M. A. Janney & R. L. Beatty, «Microwave sintering of zirconia-toughened alumina composites», *MRS Proceedings*, Band 189, S. 243–260, 1990.
- [218] Z. Xie, J. Yang, X. Huang & Y. Huang, «Microwave processing and properties of ceramics with different dielectric loss», *Journal of the European Ceramic Society*, Band 19 (3), S. 381–387, 1999, doi:10.1016/S0955-2219(98)00203-9.
- [219] N. A. Travitzky, A. Goldstein, O. Avsian & A. Singurindi, «Microwave sintering and mechanical properties of Y-TZP/20 wt.% Al_2O_3 composites», *Materials Science and Engineering*, Band 286, S. 225–229, 2000.
- [220] A. Goldstein & A. Singurindi, « $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$ Based Metal Cutting Tools by Microwave Sintering Followed by Hot Isostatic Pressing», *Journal of the American Ceramic Society*, Band 83, S. 1530–1532, 2000.
- [221] J. Vleugels, I. Volders, S. Put, C. Zhao, O. Van der Biest, C. Groffils, P. J. Luybaert, G. Barbier & L. Bourgeois, «Hybrid-Microwave Sintering of Hardmetals and Graded Oxide Composites», in G. Kneringer, P. Rödhammer & H. Wildner (Hrsg.), «Proceedings of the 15th International Plansee Seminar», Band 2, Reutte, 2001.
- [222] R. R. Zheng, Y. Wu, S. L. Liao, W. Y. Wang & A. H. Wang, «Microstructure and mechanical properties of Al/(Ti,W)C composites prepared by microwave sintering», *Journal of Alloys and Compounds*, Band 590, S. 168–175, 2014.
- [223] T. Gerdes, «Mikrowellensintern von metallisch-keramischen Verbundwerkstoffen», Dissertation, Universität Dortmund, Dortmund, 1996.
- [224] R. Borchert & M. Willert-Porada, «Pressure Microwave Sintering of Metal-Ceramic Functionally Gradient Materials», in D. E. Clark, W. H. Sutton & D. A. Lewis (Hrsg.), «Microwaves: Theory and Application in Materials Processing IV», Band 80 aus der Serie *Ceramic Transactions*, S. 491–498, American Ceramic Society, Westerville, Ohio, 1997.

- [225] J. Cheng, R. Roy & D. Agrawal, «Radically different effects on materials by separated microwave electric and magnetic fields», *Materials Research Innovations*, Band 5, S. 170–177, 2002.
- [226] H.-S. Park, «Mikrowellensintern metallischer Werkstoffe», Dissertation, Universität Bayreuth, Bayreuth, 2005, ISBN 3-18-371305-5.
- [227] D. Agrawal, «Microwave Sintering, Brazing and Melting of Metallic Materials», in F. Kongoli & R. G. Reddy (Hrsg.), «Proceedings of the International Sohn Symposium on Advanced Processing of Metals and Materials, Aug. 27-31, 2006, San Diego», Band 4 aus der Serie *Sohn International Symposium*, S. 183–192, The Minerals, Metals & Materials Society, San Diego, 2006.
- [228] N. Yoshikawa, «Fundamentals and Applications of Microwave Heating of Metals», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 44 (1), S. 4–13, 2010.
- [229] J. Ma, J. F. Diehl, E. J. Johnson, K. R. Martin, N. M. Miskovsky, C. T. Smith, G. J. Weisel, B. L. Weiss & D. T. Zimmerman, «Systematic study of microwave absorption, heating, and microstructure evolution of porous copper powder metal compacts», *Journal of Applied Physics*, Band 101 (7), S. 0749061–0749068, 2007, doi:10.1063/1.2713087.
- [230] J. G. P. Binner, B. Vaidhyanathan, J. Wang, D. Price & M. Reading, «Evidence for Non-Thermal Microwave Effects Using Single and Multimode Hybrid Conventional/Microwave Systems», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 42 (2), S. 42247–42263, 2008.
- [231] M. Willert-Porada, «A Microstructural Approach to the Origin of “Microwave Effects” in Sintering of Ceramics and Composites», in D. E. Clark, W. H. Sutton & D. A. Lewis (Hrsg.), «Microwaves: Theory and Application in Materials Processing IV», Band 80 aus der Serie *Ceramic Transactions*, Kap. Microwave/Material Interactions and Non-Thermal Effects, S. 153–163, American Ceramic Society, Westerville, Ohio, 1997.
- [232] J. H. Booske, R. F. Cooper, I. Dobson & L. McCaughan, «Models of Nonthermal Effects on Ionic Mobility During Microwave Processing of Crystalline Solids», in D. E. Clark, F. D. Gac & W. H. Sutton (Hrsg.), «Microwave: Theory and Application in Materials Processing», Band 21 aus der Serie *Ceramic Transactions*, Kap. Modeling, S. 185–192, American Ceramic Society, Westerville, Ohio, 1991.
- [233] Z. Fathi, I. Ahmad, J. H. Simmons, D. E. Clark & A. R. Lodding, «Surface Modification of Sodium Aluminosilicate Glasses Using Microwave Energy», in D. E. Clark, F. D. Gac & W. H. Sutton (Hrsg.), «Microwaves: Theory and Application in Materials Processing», Band 21 aus der Serie *Ceramic Transactions*, Kap. Novel Applications of Microwave Energy, S. 623–629, American Ceramic Society, Westerville, Ohio, 1991.
- [234] M. A. Janney, H. D. Kimrey, W. R. Allen & J. O. Kiggans, «Enhanced diffusion in sapphire during microwave heating», *Journal of Materials Science*, Band 32, S. 1347–1355, 1997.
- [235] C. C. Sorell, N. Ehsani, A. J. Ruys & O. C. Standard, «Absence of Microwave Effect in Ceramics: Precise Temperature, Thermal Gradient, and Densification Determination in A Proportional-Power Microwave Furnace», in A. P. Tomsia & A. M. Glaeser (Hrsg.), «Ceramic Microstructures - Control at the Atomic Level», Proceedings of the International Symposium on Ceramic Microstructure at the Atomic Level, S. 471–486, Plenum Press, New York, 1998, doi:10.1007/978-1-4615-5393-9_46, ISBN 0-306-45817-9.
- [236] A. Chatterjee, T. Basak & K. G. Ajappa, «Analysis of Microwave Sintering of Ceramics», *AICHE Journal*, Band 44 (4), S. 2302–2311, 1998.
- [237] J. D. Katz, R. D. Blake & V. M. Kenkre, «Microwave Enhanced Diffusion?», in D. E. Clark, F. D. Gac & W. H. Sutton (Hrsg.), «Microwaves: Theory and Application in Materials Processing», Band 21 aus der Serie *Ceramic Transactions*, Kap. Microwave/Material Interactions, S. 95–105, American Ceramic Society, Westerville, Ohio, 1991.

- [238] K. I. Rybakov & V. E. Semenov, «Possibility of plastic deformation of an ionic crystal due to the nonthermal influence of a high-frequency electric field», *Physical Review B: Condensed Matter and Materials Physics*, Band 49 (1), S. 64–68, 1994.
- [239] K. I. Rybakov & V. E. Semenov, «Mass transport in ionic crystals induced by the ponderomotive of a high-frequency electric field», *Physical Review B: Condensed Matter and Materials Physics*, Band 52 (1), S. 3030–3033, 1995.
- [240] S. A. Freeman, J. H. Booske & R. F. Cooper, «Novel method for measuring intense microwave transport in ceramic materials», *Review of Scientific Instruments*, Band 66 (6), S. 3606–3609, 1995, doi:10.1063/1.1145476.
- [241] K. I. Rybakov, V. E. Semenov, S. A. Freeman, J. H. Booske & R. F. Cooper, «Dynamics of microwave-induced currents in ionic crystals», *Physical Review B: Condensed Matter and Materials Physics*, Band 55 (6), S. 3359–3567, 1997.
- [242] S. A. Freeman, J. H. Booske & R. F. Cooper, «Modeling and numerical simulations of microwave-induced ionic transport», *Journal of Applied Physics*, Band 83 (11), S. 5761–5772, 1998.
- [243] K. I. Rybakov, V. E. Semenov, G. Link & M. Thumm, «Preferred orientation of pores in ceramics under heating by a linearly polarized microwave field», *Journal of Applied Physics*, Band 83, S. 0849151–08491515, 2007, doi:10.1063/1.2723187.
- [244] J. H. Booske, R. F. Cooper, S. A. Freeman, B. Meng, K. I. Rybakov & V. E. Semenov, «Thermal and Nonthermal Interactions Between Microwave Fields and Ceramics», in D. E. Clark, W. H. Sutton & D. A. Lewis (Hrsg.), «Microwave: Theory and Application in Materials Processing IV», Band 80 aus der Serie *Ceramic Transactions*, Kap. Material/Microwave Interactions and Nonthermal Effects, S. 143–151, American Ceramic Society, Westerville, Ohio, 1997.
- [245] B. Reeja-Jayan, K. L. Harrison, K. Yang, C.-L. Wang, A. E. Yilmaz & A. Manthiram, «Microwave-assisted Low-temperature Growth of Thin Films in Solution», *Nature Scientific Reports*, Band 2 (1003), S. 1–8, 2012, doi:10.1038/srep01003.
- [246] C. o. E. Committee on Microwave Processing of Materials: An Emerging Industrial Technology & N. R. C. Technical Systems, *Microwave Processing of Materials*, The National Academies Press, 1994, ISBN 9780309074759.
http://www.nap.edu/openbook.php?record_id=2266
- [247] S. M. Bradshaw, E. J. Van Wyk & J. B. de Swardt, «Preliminary Economic Assessment of Microwave Regeneration of Activated Carbon for the Carbon in Pulp Process», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 32 (3), S. 131–144, 1997.
- [248] U. Kaatze, «Complex Permittivity of Water as a Function of Frequency and Temperature», *Journal of Chemical Engineering Data*, Band 34 (4), S. 371–374, 1989.
- [249] R. Buchner, J. Barthel & J. Stauber, «The dielectric relaxation of water between 0°C and 35°C», *Chemical Physics Letters*, Band 306 (1-2), S. 57–63, 1999, doi:10.1016/S0009-2614(99)00455-8.
- [250] A. Catenaccio, Y. Daruich & C. Magallanes, «Temperature dependence of the permittivity of water», *Chemical Physics Letters*, Band 367 (5-6), S. 669–671, 2003, doi:10.1016/S0009-2614(02)01735-9.
- [251] W. J. Ellison, «Permittivity of Pure Water, at Standard Atmospheric Pressure, over the Frequency Range 0-25 THz and the Temperature Range 0-100 °C», *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, Band 36 (1), S. 1–18, 2007, doi:10.1063/1.2360986.
- [252] P. Maksyutenko, T. R. Rizzo & O. V. Boyarkin, «A direct measurement of the dissociation energy of water», *Journal of Chemical Physics*, Band 125 (18), S. 1811011–1811013, 2006, doi:10.1063/1.2387163.

- [253] A. R. Roy & P. R. Bunker, «A Precise Solution of the Rotation Bending Schrödinger Equation for a Triatomic Molecule with Application to the Water Molecule», *Journal of Molecular Spectroscopy*, Band 74 (1), S. 1–8, 1979, doi:10.1016/0022-2852(79)90019-5.
- [254] S. J. Suresh & V. M. Naik, «Hydrogen bond thermodynamic properties of water from dielectric constant data», *Journal of Chemical Physics*, Band 113 (21), S. 9727–732, 2000, doi:10.1063/1.1320822.
- [255] F. H. Stillinger, «Water Revisited», *Science*, Band 209 (4455), S. 451–457, 1980, doi:10.1126/science.209.4455.451.
- [256] K. Stokely, M. G. Mazza, H. E. Stanley & G. Franzese, «Effect of hydrogen bond cooperativity on the behavior of water», *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, Band 107 (4), S. 1301–1306, 2010, doi:10.1073/pnas.0912756107.
- [257] U. Kaatze, R. Behrens & R. Pottel, «Hydrogen network fluctuations and dielectric spectrometry of liquids», *Journal of Non-Crystalline Solids*, Band 305 (1-3), S. 19–28, 2002, doi:10.1016/S0022-3093(02)01084-0.
- [258] N. J. English & J. M. D. MacElroy, «Molecular dynamics simulations of microwave heating of water», *Journal of Chemical Physics*, Band 118 (4), S. 1589–1592, 2003.
- [259] V. I. Gaiduk & D. S. F. Crothers, «Influence of temperature on wideband water spectra: Semi-phenomenological calculation», *Journal of Molecular Structure*, Band 798 (1-3), S. 75–88, 2006, doi:10.1016/j.molstruc.2006.03.052.
- [260] A. Angulo-Sherman & H. Mercado-Urbe, «Dielectric spectroscopy of water at low frequencies: The existence of an isopermittive point», *Chemical Physics Letters*, Band 503 (4-6), S. 327–330, 2011, doi:10.1016/j.cplett.2011.01.027.
- [261] W. Ching, Y.-N. Xu, P. Rulis & L. Ouyang, «The electronic structure and spectroscopic properties of 3C, 2H, 4H, 6H, 15R and 21R polymorphs of SiC», *Materials Science and Engineering: A*, Band 422 (1-2), S. 147–156, 2006, doi:10.1016/j.msea.2006.01.007.
- [262] C. Persson & U. Lindefelt, «Detailed band structure for 3C-, 2H-, 4H-, 6H-SiC, and Si around the fundamental band gap», *Physical Review B: Condensed Matter and Materials Physics*, Band 54 (15), S. 10257–10259, 1996.
- [263] W. D. G. Böcker, *Technische Keramik - Grundlagen, Werkstoffe, Verfahrenstechnik*, Kap. Siliciumcarbid (Abs. 3.3.2), S. 231–249, Vulkan-Verlag, Essen, 1. Aufl., 2004.
- [264] J. Batt, J. G. P. Binner, T. E. Cross, N. R. Greenacre, M. G. Hamlyn, R. M. Hutcheon & Sutton W. H., «A Parallel Measurement Programme in High Temperature Dielectric Property Measurements: An Update», in D. E. Clark, W. R. Tinga & J. R. Laia (Hrsg.), «Microwaves: Theory and application in materials processing II», Band 36 aus der Serie *Ceramic transaction*, S. 243–250, American Ceramic Society, Westerville, Ohio, 1993, ISBN 0-944904-66-1.
- [265] D. Y. Young, I. E. Pehlivanoglu & C. A. Zorman, «Silicon carbide MEMS-resonator-based oscillator», *Journal of Micromechanics and Microengineering*, Band 19 (11), S. 115027, 2009, doi:10.1088/0960-1317/19/11/115027.
- [266] M. Sax, *Technische Keramik - Grundlagen, Werkstoffe, Verfahrenstechnik*, Kap. Zirkonioxidkeramik (3.2.3), S. 213–220, Vulkan, Essen, 1. Aufl., 2004.
- [267] R. H. J. Hannink, P. M. Kelly & B. C. Muddle, «Transformation Toughening in Zirconia-Containing Ceramics», *Journal of the American Ceramic Society*, Band 83 (3), S. 461–487, 2000.
- [268] M. Mamivand, M. A. Zaeem, H. El Kadiri & L.-Q. Chen, «Phase field modeling of the tetragonal-to-monoclinic phase transformation in zirconia», *Acta Materialia*, Band 61, S. 5223–2535, 2013.

- [269] A. Goldstein, N. A. Travitzky, A. Singurindi & M. Kravchik, «Direct microwave sintering of yttria-stabilized zirconia at 2.45GHz», *Journal of the European Ceramic Society*, Band 19 (12), S. 2067–2072, 1999, doi:10.1016/S0955-2219(99)00020-5.
- [270] F. T. Ciacchi, S. A. Nightingale & S. P. S. Badwal, «Microwave sintering of zirconia-yttria electrolytes and measurement of their ionic conductivity», *Solid State Ionics*, Band 86-88, S. 1167–1172, 1996.
- [271] S. A. Nightingale, H. K. Worner & D. P. Dunne, «Microstructural Development during the Microwave Sintering of Yttria-Zirconia Ceramics», *Journal of the American Ceramic Society*, Band 80 (2), S. 394–400, 1997, doi:10.1111/j.1151-2916.1997.tb02843.x.
- [272] D. D. Upadhyaya, A. Ghosh, K. R. Gurumurthy & R. Prasad, «Microwave sintering of cubic zirconia», *Ceramics International*, Band 27 (4), S. 415–418, 2001, doi:10.1016/S0272-8842(00)00096-1.
- [273] I. Levin & D. Brandon, «Metastable Alumina Polymorphs: Crystal Structures and Transition Sequences», *Journal of the American Ceramic Society*, Band 81 (8), S. 1995–2012, 1998, doi:10.1111/j.1151-2916.1998.tb02581.x.
- [274] L. K. Hudson, M. C., A. J. Perrotta, K. Wefers & F. S. Williams, *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Kap. Aluminum Oxide, S. 607–645, Wiley-VCH Verlag, 2000, doi:10.1002/14356007.a01_557, ISBN 9783527306732.
- [275] J. F. Shackelford & W. Alexander (Hrsg.), *CRC Materials Science and Engineering Handbook*, CRC Press, 3. Aufl., 2000.
- [276] K. H. Brosnan, G. L. Messing & D. Agrawal, «Microwave sintering of alumina at 2.45 GHz», *Journal of the American Ceramic Society*, Band 86 (8), S. 1307–1312, 2003, doi:10.1111/j.1151-2916.2003.tb03467.x.
- [277] M. Mizuno, S. Obata, S. Takayama, S. Ito, N. Kato, T. Hirai & M. Sato, «Sintering of alumina by 2.45 GHz microwave heating», *Journal of the European Ceramic Society*, Band 24, S. 387–391, 2004, doi:10.1016/S0955-2219(03)00217-6.
- [278] G. Maizza, S. Grasso & Y. Sakka, «Systematic study on densification of alumina fine powder during milliwave sintering at 28 GHz», *Journal of Asian Ceramic Societies*, Band 2, S. 215–222, 2014, doi:10.1016/j.jascer.2014.04.003.
- [279] W. B. Westphal & A. Sils, «Dielectric Constant and Loss Data», Techn. Ber. AFML-TR-72-19, Laboratory for Insulation Research, MIT (Cambridge), Springfield (VA), 1972.
- [280] K. Maca, V. Pouchlý, K. Bodišová, P. Švančárek & D. Galusek, «Densification of fine-grained alumina ceramics doped by magnesia, yttria and zirconia evaluated by two different sintering models», *Journal of the European Ceramic Society*, Band 34 (16), S. 4363–4372, 2014, doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2014.06.030.
- [281] F. Zuo, S. Saunier, S. Marinel, P. Chanin-Lambert, N. Peillon & D. Goeuriot, «Investigation of the mechanism(s) controlling microwave sintering of α -alumina: Influence of the powder parameters on the grain growth, thermodynamics and densification kinetics», *Journal of the European Ceramic Society*, Band 35 (3), S. 959–970, 2015, doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2014.10.025.
- [282] K. Markowicz, «BHMIE-MATLAB Code for Mie-Scattering Calculation», Website, 2000, zuletzt besucht am 13.10.2013.
<http://scatterlib.googlecode.com/files/bhmie-matlab.zip>
- [283] R Core Team, *R: A Language and Environment for Statistical Computing*, R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria, 2013.
<http://www.R-project.org>
- [284] X. Zhao, L. Yan & K. Huang, «Review of Numerical Simulation of Microwave Heating

- Process», in S. Grundas (Hrsg.), «Advances in Induction and Microwave Heating of Mineral and Organic Materials», InTech, 2011, ISBN 978-953-307-522-8, doi:10.5772/13387.
- [285] D. B. Davidson, *Computational Electromagnetics for RF and Microwave Engineering*, Cambridge University Press, Cambridge, New York, 2. Aufl., 2011, ISBN 978-0-521-51891-8.
- [286] K. S. Yee, «Numerical solution of initial boundary value problems involving maxwell's equations in isotropic media», *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, Band 14 (3), S. 302–307, 1966, doi:10.1109/TAP.1966.1138693.
- [287] A. Taflove & S. C. Hagness, *Computational Electrodynamics: The Finite-Difference Time-Domain Method*, Artech House antennas and propagation library, Artech House, Boston, 2. Aufl., 2000, ISBN 1-58053-076-1.
- [288] K. S. Kunz & R. J. Luebbers, *The finite difference time domain method for electromagnetics*, CRC Press, Boca Raton, 1993, ISBN 0-8493-8657-8.
- [289] M. F. Iskander, R. L. Smith, A. O. M. Andrade, H. D. Kimrey & L. M. Wal, «FDTD simulation of microwave sintering of ceramics in multimode cavities», *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Band 42 (5), S. 793–800, 1994, doi:10.1109/22.293527.
- [290] L. Ma, D.-L. Paul, N. Potheary, C. Railton, J. Bows, L. Barratt, J. Mullin & D. Simons, «Experimental validation of a combined electromagnetic and thermal FDTD model of a microwave heating process», *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Band 43 (11), S. 2565–2572, 1995, doi:10.1109/22.473179.
- [291] J. Clemens & C. Saltiel, «Numerical modeling of materials processing in microwave furnaces», *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Band 39 (8), S. 1665–1675, 1996, doi:10.1016/0017-9310(95)00255-3.
- [292] F. Torres & B. Jecko, «Complete FDTD analysis of microwave heating processes in frequency-dependent and temperature-dependent media», *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Band 45 (1), S. 108–117, 1997, doi:10.1109/22.552039.
- [293] H. M. Al-Rizzo, R. Adada, J. M. Tranquilla, F. Ma & B. C. Ionescu, «A Finite Difference Thermal Model of a Cylindrical Microwave Heating Applicator Using Locally Conformal Overlapping Grids: Part II - Numerical Results and Experimental Evaluation», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 40 (2), S. 78–100, 2006.
- [294] H. Chen, J. Tang & F. Liu, «Coupled simulation of an electromagnetic heating process using the finite difference time domain method», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 41 (3), S. 50–68, 2007.
- [295] W. K. Gwarek, «Analysis of Arbitrarily Shaped Two-Dimensional Microwave Circuits by Finite-Difference Time-Domain Method», *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Band 36 (4), S. 738–744, 1988.
- [296] M. Celuch, A. Kozak & W. K. Gwarek, «A Universal Method of Accurate S-Parameter Extraction from FDTD Simulations Applicable to Oblique Ports», in R. G. Ranson (Hrsg.), «International Microwave Symposium Digest», Band 2 aus der Serie *MTT-S*, IEEE, IEEE, San Francisco, 1996.
<http://ieeexplore.ieee.org/stamp/stamp.jsp?tp=&arnumber=511004>
- [297] M. Celuch & W. K. Gwarek, «Implicit Incorporation of Non-Linear Elements for Unconditional Stable FDTD Analysis at Coarse Time-Steps», in R. G. Ranson (Hrsg.), «International Microwave Symposium Digest», Band 2 aus der Serie *MTT-S*, S. 1381–1384, IEEE, IEEE, San Francisco, 1996.
<http://ieeexplore.ieee.org/stamp/stamp.jsp?tp=&arnumber=512193&tag=1>
- [298] M. Mirotznik, «Conformal EM analysis», *IEEE Sp*, Band 4, S. 84–85, 1998.
- [299] V. Komarov & V. V. Yakovlev, «Simulation of Components of Microwave Heating Applicators by FemLab, MicrowaveLab, and Quickwave-3D», in IMPI (Hrsg.), «36th Microwa-

- ve Symposium: Symposium Program and Proceedings», S. 1–4, International Microwave Power Institute, Mechanicsville VA, 2001.
- [300] V. V. Yakovlev, «Examination of Contemporary Electromagnetic Software Capable of Modeling Problems of Microwave Heating», in M. Willert-Porada (Hrsg.), «Advances in Microwave and Radio Frequency Processing: Report from the 8th International Conference on Microwave and High Frequency Heating held in Bayreuth, Germany, September 3-7, 2001», 8th International Conference on Microwave and High-Frequency Heating in Bayreuth, Germany, S. 178–190, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2006, ISBN 978-3-540-43252-4.
- [301] QWED, *Quickwave FDTD Electromagnetic Simulator*, QWED Sp. z o.o., Warsaw, Pol., 7.5c. Aufl., 2010.
<http://www.qwed.com.pl>
- [302] P. Kopyt & M. Celuch, «Coupled electromagnetic-thermodynamic simulations of microwave heating problems using the FDTD algorithm», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 41 (4), S. 18–29, 2007.
- [303] C. Groth & G. Müller, *FEM für Praktiker - Temperaturfelder*, Band 463 aus der Serie *Kontakt & Studium*, Expert Verlag, Renningen-Malmsheim, 2. Aufl., 1998.
- [304] P. Steinke, *Finite Element Methode*, Springer Vieweg, Berlin, Heidelberg, 4. Aufl., 2012, doi:10.1007/978-3-642-29506-5.
http://download.springer.com/static/pdf/656/bok%253A978-3-642-29506-5.pdf?auth66=1381578219_a2797547230f20dea81dbee822b209fe&ext=.pdf
- [305] D. Braess, *Finite Elemente: Theorie, schnelle Löser und Anwendungen in der Elastizitätstheorie*, Springer Spektrum, Berlin, Heidelberg, 5. Aufl., 2013, doi:10.1007/978-3-642-34797-9.
- [306] D. R. Lynch, K. D. Paulsen & J. W. Strohbehn, «Finite Element Solution of Maxwell's Equations for Hyperthermia Treatment Planning», *Journal of Computational Physics*, Band 58, S. 246–269, 1985.
- [307] K. D. Paulsen, D. R. Lynch & J. W. Strohbehn, «Three-Dimensional Finite, Boundary, and Hybrid Element Solutions of the Maxwell Equations for Lossy Dielectric Media», *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Band 36 (4), S. 682–693, 1988.
- [308] W. Ritz, «Über eine neue Methode zur Lösung gewisser Variationsprobleme der mathematischen Physik», *Journal für die reine und angewandte Mathematik*, Band 135 (1), S. 1–61, 1909.
- [309] C. T. M. Choi & A. Konrad, «Finite element modeling of the RF heating process», *IEEE Transactions on Magnetics*, Band 27 (5), S. 4227–4230, 1991.
- [310] A. Sekkak, V. N. Kanellopoulos, L. Pichon & A. Razek, «A Thermal and Electromagnetic Analysis in Biological Objects Using 3D Elements and Absorbing Boundary Conditions», *IEEE Transactions on Magnetics*, Band 31 (3), S. 1865–1668, 1995.
- [311] D. Bouvard, S. Charmond & C. P. Carry, «Multiphysics Simulation of Microwave Sintering in a Monomode Cavity», in V. V. Yakovlev (Hrsg.), «Proceedings of Computer Modeling in Microwave Engineering and Applications», Band 12 aus der Serie *Computer Modeling in Microwave Engineering and Applications*, S. 21–26, WPI, Worcester, 2010.
<http://www.wpi.edu/academics/math/CIMS/IMMG/Seminars/Past/Seminar12/Docs/Paper-12-4.pdf>
- [312] I. Imenokhoyev, «Computergestützte 3D-Modellierung von Mikrowellen-Erwärmungsanlagen», Dissertation, Technische Universität Bergakademie Freiberg, Freiberg, 2007, Shaker Verlag, Aachen.
- [313] J. H. Lienhard IV & J. H. Lienhard V, *A Heat Transfer Text Book*, Phlogiston Press,

- Cambridge (MA), 4. Aufl., 2012.
<http://ahtt.mit.edu>
- [314] C. Kittel, *Einführung in die Festkörperphysik*, Oldenbourg Verlag, München, 15. Aufl., 2013, ISBN 978-3-486-59755-4.
- [315] VDI (Hrsg.), *VDI-Wärmeatlas: Berechnungsblätter für den Wärmeübergang*, Springer, Berlin [u.a.], 10. Aufl., 2006, ISBN 978-3-540-25503-1, elektronische Ressource.
- [316] G. A. Kriegsmann, «Thermal runaway in microwave heated ceramics: A one-dimensional model», *Journal of Applied Physics*, Band 71 (4), S. 1960–1966, 1992, doi:10.1063/1.351191.
- [317] C. A. Vriezinga, «Thermal runaway in microwave heated isothermal slabs, cylinders, and spheres», *Journal of Applied Physics*, Band 83 (1), S. 438, 1998.
 doi:10.1063/1.366657
- [318] F. P. Incropera, *Fundamentals of heat and mass transfer*, John Wiley, Hoboken (NJ), 6. Aufl., 2007, ISBN 0471457280.
- [319] P. A. Nikrityuk, *Computational Thermo-Fluid Dynamics*, Materials Science and Engineering, Wiley-VCH Verlag, Weinheim, 2011.
- [320] N. Jiang, «Weakly Compressible Navier-Stokes Approximation of Gas Dynamics», Dissertation, Graduate School of University of Maryland, College Park (MD), 2006.
<http://www.math.nyu.edu/~njiang/Jiang-Dissertation.pdf>
- [321] T. A. Davis & I. S. Duff, «An Unsymmetric-Pattern Multifront Method for Sparse LU Factorization», *SIAM Journal on Matrix Analysis and Applications*, Band 18 (1), S. 140–158, 1997, doi:10.1137/S0895479894246905.
- [322] T. A. Davis, «A Column Pre-Ordering Strategy for the Unsymmetric-Pattern Multifrontal Method», *ACM Transactions on Mathematical Software*, Band 30 (2), S. 165–195, 2004, doi:10.1145/992200.992205.
- [323] R. N. Clarke & C. B. Rosenberg, «Fabry-Perot and open resonators at microwave and millimetre wave frequencies, 2-300 GHz», *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, Band 15 (1), S. 9–24, 1982, doi:10.1088/0022-3735/15/1/002.
- [324] A. Harth, «Flächenresonatoren für Laser», *Archiv für Elektrotechnik*, Band 74, S. 253–160, 1991.
- [325] H. M. Al-Rizzo, J. M. Tranquilla & F. Ma, «Incorporation of Waveguide Feed and Cavity Wall Losses into a Cartesian/Cylindrical Hybrid Finite-Difference Time Domain Analysis of a Geometrically-Composite Microwave Applicator», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 35 (2), S. 110–118, 2000.
- [326] L. E. Lagos, W. Li, M. A. Ebdian, T. L. White, R. Grubb & D. Foster, «Heat transfer within a concrete slab with a finite microwave heating source», *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Band 38 (5), S. 887–897, 1995, doi:10.1016/0017-9310(94)00200-F.
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/001793109400200F>
- [327] D. Acierno, A. A. Barba & M. d’Amore, «Heat transfer phenomena during processing materials with microwave energy», *Heat and Mass Transfer*, Band 40, S. 413–420, 2004, doi:10.1007/s00231-003-0482-4.
- [328] T. Ciacci, A. Galgano & C. Di Blasi, «Numerical simulation of the electromagnetic field and the heat and mass transfer processes during microwave-induced pyrolysis of a wood block», *Chemical Engineering Science*, Band 65 (14), S. 4117–4133, 2010, doi:10.1016/j.ces.2010.04.039.
- [329] H. Riedel & J. Svoboda, «Simulation of Microwave Sintering with Advanced Sintering Models», in M. Willert-Porada (Hrsg.), «Advances in Microwave and Radio Frequency Processing», 8th International Conference on Microwave and High-Frequency Heating in

- Bayreuth, Germany, S. 210–216, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2006, ISBN 978-3-540-43252-4.
- [330] S. A. Bogachev, E. M. Kiley & V. V. Yakovlev, «An Iterative Routine for Macroscopic Modeling of Electromagnetic, Thermal, and Mechanical Phenomena in Microwave Sintering», in J. Tao (Hrsg.), «Microwave and RF Power Applications: 13th International Conference AMPERE Toulouse 2011», S. 372–375, Cépaduès Éditions, Toulouse, 2011.
<http://users.wpi.edu/vadim/AMPERE-2011-128.pdf>
- [331] C. M. Sabliov, D. A. Salvi & D. Boldor, «High frequency electromagnetism, heat transfer and fluid flow coupling in ANSYS multiphysics», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 41 (4), S. 5–17, 2007.
- [332] W. Klinbun & P. Rattanadecho, «Analysis of microwave induced natural convection in a single mode cavity: Influence of sample volume, placement, and microwave power level», *Applied Mathematical Modelling*, Band 36 (2), S. 813–828, 2012, doi:10.1016/j.apm.2011.07.003.
- [333] K.-M. Huang, Z. Lin & X.-Q. Quang, «Numerical Simulation of Microwave Heating on Chemical Reaction in Dilute Solution», *Progress In Electromagnetics Research*, Band 49, S. 273–289, 2004.
- [334] M. P. Craven, T. E. Cross & J. G. P. Binner, «Enhanced Computer Modelling for High Temperature Microwave Processing of Ceramic Materials», in «5th Symposium on Microwave Processing of Materials», Band 430 aus der Serie *Proceedings of the Materials Research Society*, S. 351–356, 1996, doi:10.1557/PROC-430-351.
- [335] Y. Alpert & E. Jerby, «Coupled Thermal-Electromagnetic Model for Microwave Heating of Temperature-Dependent Dielectric Media», *IEEE Transactions on Plasma Science*, Band 27, S. 555–562, 1999.
- [336] J. Zhang & A. K. Datta, «Coupled Electromagnetic and Thermal Modeling of Microwave Oven Heating of Foods», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 35 (2), S. 71–85, 2000.
- [337] V. V. Yakovlev, S. M. Allan, M. L. Fall & H. S. Shulman, «Computational Study of Thermal Runaway in Microwave Processing of Zirconia», in J. Tao (Hrsg.), «Proceedings of the 13th International AMPERE Conference», Microwave and RF Power Applications, S. 303–306, AMPERE, Cépaduès, Toulouse, 2011.
- [338] S. M. Allan, M. L. Fall, E. M. Kiley, P. Kopyt, H. S. Shulman & V. V. Yakovlev, «Modeling of Hybrid (Heat Radiation and Microwave) High Temperature Processing of Limestone», in IEEE (Hrsg.), «Microwave Symposium Digest (MTT)», S. 1687–1689, IEEE, Piscataway (NJ), 2012, ISBN 978-1-4673-1088-8.
<http://ieeexplore.ieee.org/stamp/stamp.jsp?tp=&arnumber=6259740>
- [339] S. Demjanenko, K. Nowak, R. Northrup, S. A. Bogachev, E. M. Kiley, D. Bouvard, S. L. Weekes & V. V. Yakovlev, «Interpolation Algorithms for Interfacing FDTD and FEM Meshes in Multiphysics Modeling of Microwave Sintering», in V. V. Yakovlev (Hrsg.), «Advances in Modeling of Microwave Sintering», Band 12 aus der Serie *Proceedings of Computer Modeling in Microwave Engineering and Applications*, S. 62–64, WPI, Worcester, 2010.
- [340] D. C. Dibben, «Numerical and Experimental Modelling of Microwave Applicators», Dissertation, University of Cambridge, Darwin College, 1995.
http://www.dspace.cam.ac.uk/bitstream/1810/237037/1/Dibben-thesis_A1b.pdf
- [341] J. Haala & W. Wiesbeck, «Modeling Microwave and Hybrid Heating Processes Including Heat Radiation Effects», *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Band 50 (5), S. 1346–1354, 2002, doi:10.1109/22.999149.

- [342] P. Kopyt, «A model of microwave heating effect accounting for cavity radiative heat exchange», in EuMC (Hrsg.), «41st European Microwave Conference Proceedings», S. 996–999, IEEE, Piscataway (NJ), 2011, ISBN 978-1-61284-235-6.
<http://ieeexplore.ieee.org/stamp/stamp.jsp?tp=&arnumber=6101977>
- [343] A. Amri & A. Saidane, «TLM simulation of microwave hybrid sintering of multiple samples in a multimode cavity», *International Journal of Numerical Modelling: Electronic Networks, Devices and Fields*, Band 16 (3), S. 271–285, 2003.
doi:10.1002/jnm.498
- [344] N. Yoshikawa & Y. Tokuyama, «Numerical simulation of temperature distribution in multiphase materials as a result of selective heating by microwave energy», *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, Band 43 (1), S. 27–33, 2009.
- [345] K. I. Rybakov, E. A. Olevsky, E. V. Krikun & D. J. Green, «Microwave Sintering: Fundamentals and Modeling», *Journal of the American Ceramic Society*, Band 96 (4), S. 1003–1020, 2013, doi:10.1111/jace.12278.
- [346] Y. Sun, T. Kuehner, G. Link, T. Kayser & J. Jelonnek, «A Novel Temperature Control Approach of Distributed Microwave Feeding Systems», in Baake & Nacke [491], S. 155–161, ISBN 978-3-00-046736-3.
- [347] K. S. Holkar & L. M. Whagmare, «An Overview of Model Predictive Control», *International Journal of Control and Automation*, Band 3 (4), S. 47–63, 2010.
- [348] K. H. Ang, G. Chong & Y. Li, «PID Control System Analysis, Design, and Technology», *IEEE Transactions on Control Systems Technology*, Band 13 (4), S. 559–576, 2005.
- [349] J. G. Ziegler & N. B. Nichols, «Optimum Settings for Automatic Controllers», *Transactions of the American Society of Mechanical Engineers*, Band 64, S. 759–768, 1942, doi:10.1115/1.2899060.
<http://eng.upm.edu.my/~syafiie/class/ECH3112/ziegler%20nichols.pdf>
- [350] A. O'Dwyer, «PI and PID controller tuning rules: An Overview and Personal Perspective», in IET (Hrsg.), «Proceedings of the IET Irish Signals and Systems Conference», Band 519, S. 161–166, IET, Dublin, 2006, ISBN 0-86341-665-9.
http://digital-library.theiet.org/content/conferences/10.1049/cp_20060431
- [351] S. Zacher & M. Reuter, *Regelungstechnik für Ingenieure: : Analyse, Simulation und Entwurf von Regelkreisen*, Kap. Das Wurzelortskurvenverfahren, S. 201–220, Springer Vieweg, Wiesbaden, 14. Aufl., 2014, doi:10.1007/978-3-8348-2216-1_7.
- [352] K. J. Åström & T. Hägglund, «Revisiting the Ziegler-Nichols step response method for PID control», *Journal of Process Control*, Band 14, S. 635–650, 2004, doi:10.1016/j.jprocont.2004.01.002.
- [353] S. Skogestad, «Simple analytic rules for model reduction and PID controller tuning: Reprint from Journal of Process Control, Vol. 13, 291-309», *Modeling, Identification and Control*, Band 25 (2), S. 85–120, 2004.
- [354] W. Tan, J. Liu, T. Chen & H. J. Marquez, «Comparison of some well-known PID tuning formulas», *Computers & Chemical Engineering*, Band 30 (9), S. 1416–1423, 2006, doi:10.1016/j.compchemeng.2006.04.001.
- [355] R. C. Panda, «Synthesis of PID controller for unstable and integrating processes», *Chemical Engineering Science*, Band 64 (12), S. 2807–2816, 2009, doi:10.1016/j.ces.2009.02.051.
- [356] N. Roduit, *JMicroVision 1.2.7*, Universität Genf, Fakultät für Geologie, Genf, 2008.
- [357] J. Frantz, «g3data 1.5.4», Software unter GPL-Lizenz, 2011.
<http://github.com/pn2200/g3data/>
- [358] Y. Takeuchi, T. Abe, T. Kageyama & H. Sakai, «RF Dielectric Properties of SiC Ceramics and Their Application to Design of HOM Absorbers», in C. Horak (Hrsg.), «Proceedings

- of the 2005 Particle Accelerator Conference», S. 1195–1197, IEEE, Piscataway (NJ), 2005, ISBN 0-7803-8860-7, doi:10.1109/PAC.2005.1590705.
- [359] G. Sauti, «Electrical Conductivity and Permittivity of Ceramics and other Composites», Dissertation, Faculty of Science, University of the Witwatersrand, Stellenbosch, 2005.
- [360] V. G. Artemov, I. E. Kuritsyna, S. P. Lebedev, G. A. Komandin, P. O. Kapralov, I. E. Spektor, V. V. Kharton, S. I. Bredikhin & A. A. Volkov, «Analysis of Electric Properties of ZrO_2 - Y_2O_3 Single Crystals Using Terahertz IR and Impedance Spectroscopy Techniques», *Russian Journal of Electrochemistry*, Band 50 (7), S. 690–693, 2014, doi:10.1134/S1023193514070039.
- [361] B. Cales & P. Abelard, «Dielectric properties of ionic conductors: yttria stabilized zirconia and forsterite», *Journal de Physique Colloques*, Band 41 (C6), S. 462–464, 1980, doi:10.1051/jphyscol:19806120.
- [362] J. S. Thorp, M. Akhtaruzzaman & D. Evans, «The dielectric properties of alumina substrates for microelectronic packaging», *Journal of Materials Science*, Band 25 (9), S. 4143–4149, 1990, doi:10.1007/BF00582495.
- [363] J. Fontanella, C. Andeen & D. Schuele, «Low-frequency dielectric constants of α -quartz, sapphire, MgF_2 , and MgO », *Journal of Applied Physics*, Band 45 (7), S. 2582–2584, 1974, doi:10.1063/1.1663690.
- [364] K. Z. Rajab, M. Naftaly, E. H. Linfield, J. C. Nino, D. Arenas, D. Tanner, R. Mitra & M. Lanagan, «Broadband Dielectric Characterization of Aluminum Oxide (Al_2O_3)», *Journal of Microelectronics and Electronic Packaging*, Band 5 (1), S. 101–106, 2008.
- [365] R. Grizzel & G. Mevec, «Fibrous insulation materials for microwave applications», *Ceramic Industry*, Band 146 (4), S. 72–76, 1996.
- [366] V. V. Komarov, *Handbook on dielectric and thermal properties of materials at microwaveable frequencies*, Artech House, Boston, 2012, ISBN 978-1-60807-529-4.
- [367] J. B. Hasted, «Liquid water: Dielectric properties», in F. Franks (Hrsg.), «Water A Comprehensive Treatise: The Physics and Physical Chemistry of Water», Band 1 aus der Serie *Water*, S. 255–309, Plenum Press, New York [u.a.], 1972, ISBN 978-0306371813.
- [368] K. W. Schlichting, N. P. Padture & P. G. Klemens, «Thermal conductivity of dense and porous yttria-stabilized zirconia», *Journal of Materials Science*, Band 36, S. 3003–3010, 2001.
- [369] X. Song, M. Xie, F. Zhou, G. Jia, X. Hao & S. An, «High-temperature thermal properties of yttria fully stabilized zirconia ceramics», *Journal of Rare Earths*, Band 29 (2), S. 155–159, 2011, doi:10.1016/S1002-0721(10)60422-X.
- [370] K. Naito, H. Inaba, M. Ishida & K. Seta, «Measurement of heat capacity of semiconducting materials by direct heating pulse method at high temperatures», *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, Band 12 (8), S. 712–718, 1979, doi:10.1088/0022-3735/12/8/013.
- [371] R. G. Munro, «Material Properties of a Sintered α -SiC», *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, Band 26 (5), S. 1195, 1997, doi:10.1063/1.556000.
- [372] C. P. Cagran, L. M. Hanssen, M. Noorma, A. V. Gura & S. N. Mekhontsev, «Temperature-Resolved Infrared Spectral Emissivity of SiC and Pt-10Rh for Temperatures up to 900 °C», *International Journal of Thermophysics*, Band 28 (2), S. 581–597, 2007, doi:10.1007/s10765-007-0183-1.
- [373] S. Alaruri, L. Bianchini & A. Brewington, «Effective spectral emissivity measurements of superalloys and YSZ thermal barrier coating at high temperatures using a 1.6 μm single wavelength pyrometer», *Optics and Lasers in Engineering*, Band 30, S. 77–91, 1998. doi:10.1016/S0143-8166(97)00108-5

- [374] V. Y. Chekhovskoi, V. D. Tarasov & N. V. Grigor'eva, «The Spectral Emissivity of an Oxide Film of Zirconium for Wavelengths of 530 and 650 nm in the Temperature Range from 1450 to 1750 K», *High Temperature*, Band 42 (2), S. 252–258, 2004, doi:10.1023/B:HITE.0000026157.04515.18.
- [375] H. Tanaka, S. Sawai, K. Morimoto & K. Hisano, «Measurement of Spectral Emissivity and Thermal Conductivity of Zirconia by Thermal Radiation Calorimetry», *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, Band 64 (3), S. 867–872, 2001, doi:10.1023/A:1011538022439.
- [376] L. A. Dombrowsky, B. Rousseau, P. Echegut, J. H. Randrianalisoa, D. Baillis & D. Smith, «High Temperature Infrared Properties of YSZ Electrolyte Ceramics for SOFCs: Experimental Determination and Theoretical Modeling», *Journal of the American Ceramic Society*, Band 94 (12), S. 4310–4316, 2011, doi:10.1111/j.1551-2916.2011.04655.x.
- [377] A. V. Palagin, «On the thermo-physical properties of Zircaloy-4 and ZrO_2 at high temperatures: Part 2. Determination of Zircaloy and ZrO_2 emissivities using experimental data of empty rods cool-down tests», in «Wissenschaftliche Berichte», Band 6739 aus der Serie *FZKA Wissenschaftliche Berichte*, S. 57–78, Forschungszentrum Karlsruhe, Karlsruhe, 2002.
- [378] D.-J. Chen & M. J. Mayo, «Rapid Rate Sintering of Nanocrystalline ZrO_2 -3 mol% Y_2O_3 », *Journal of the American Ceramic Society*, Band 79 (4), S. 906–912, 1996.
- [379] I. R. Gibson & G. P. Dransfield, «Sinterability of commercial 8 mol% yttria-stabilized zirconia powders and the effect of sintered density on the ionic conductivity», *Journal of Materials Science*, Band 33 (17), S. 4297–4305, 1998, doi:10.1023/A:1004435504482.
- [380] D. P. H. Hasselman, «Unified Theory of Thermal Shock Fracture Initiation and Crack Propagation in Brittle Ceramics», *Journal of the American Ceramic Society*, Band 52 (11), S. 600–604, 1969, doi:10.1111/j.1151-2916.1969.tb15848.x.
- [381] W. D. Kingery, H. K. Bowen & D. R. Uhlmann, *Introduction to ceramics*, Wiley series on the science and technology of materials, Wiley, New York, 2. Aufl., 1976, ISBN 0-471-47860-1.
- [382] A. Atkinson, «Mechanical behaviour of ceramic oxygen ion-conducting membranes», *Solid State Ionics*, Band 134 (1-2), S. 59–66, 2000, doi:10.1016/S0167-2738(00)00714-1.
- [383] J. W. Adams, R. Ruh & K. S. Mazdiyasi, «Young's Modulus, Flexural Strength, and Fracture of Yttria-Stabilized Zirconia versus Temperature», *Journal of the American Ceramic Society*, Band 80 (4), S. 903–908, 1997, doi:10.1111/j.1151-2916.1997.tb02920.x.
- [384] T. J. Lu & N. Fleck, «The thermal shock resistance of solids», *Acta Materialia*, Band 46 (13), S. 4755–4768, 1998, doi:10.1016/S1359-6454(98)00127-X.
- [385] R. L. Coble & W. D. Kingery, «Effect of Porosity on Physical Properties of Sintered Alumina», *Journal of the American Ceramic Society*, Band 39 (11), S. 377–385, 1956, doi:10.1111/j.1151-2916.1956.tb15608.x.
- [386] R. M. Spriggs, «Expression for Effect of Porosity on Elastic Modulus of Polycrystalline Refractory Materials, Particularly Aluminum Oxide», *Journal of the American Ceramic Society*, Band 44 (12), S. 628–629, 1961, doi:10.1111/j.1151-2916.1961.tb11671.x.
- [387] D. P. H. Hasselman, «On the Porosity Dependence of the Elastic Moduli of Polycrystalline Refractory Materials», *Journal of the American Ceramic Society*, Band 45 (9), S. 452–453, 1962, doi:10.1111/j.1151-2916.1962.tb11191.x.
- [388] K. K. Phani & S. K. Niyogi, «Young's modulus of porous brittle solids», *Journal of Materials Science*, Band 22 (1), S. 257–263, 1987, doi:10.1007/BF01160581.
- [389] D. R. Petersen, R. E. Link, O. Yeheskel & O. Tevet, «A New Assessment Method for the Bulk Modulus and the Poisson's Ratio of Porous Ceramics», *Journal of Testing and Evaluation*, Band 28 (3), S. 189, 2000, doi:10.1520/JTE12094J.

- [390] W. Pabst & E. Gregorová, «Effective Elastic Properties of Alumina-Zirconia Composite ceramics: Part 2. Micromechanical Modeling», *Ceramics - Silikaty*, Band 48 (1), S. 14–23, 2004.
- [391] W. Pabst, E. Gregorová & G. Tichá, «Elasticity of porous ceramics - A critical study of modulus-porosity relations», *Journal of the European Ceramic Society*, Band 26 (7), S. 1085–1097, 2006, doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2005.01.041.
- [392] S. Nemat-Nasser & M. Hori, *Micromechanics: Overall properties of heterogeneous materials*, Elsevier, Amsterdam, New York, 2. Aufl., 1999, ISBN 978-0-444-50084-7.
- [393] J. C. M. Garnett, «Colours in Metal Glasses and in Metallic Films», *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, Band 203 (359-371), S. 385–420, 1904, doi:10.1098/rsta.1904.0024.
- [394] D. A. G. Bruggeman, «Berechnung verschiedener physikalischer Konstanten von heterogenen Substanzen: I. Dielektrizitätskonstanten und Leitfähigkeiten der Mischkörper aus isotropen Substanzen», *Annalen der Physik*, Band 24 (5), S. 636–664, 1935.
- [395] L. Tsang, J. A. Kong & R. T. Shin, *Theory of microwave remote sensing*, Wiley series in remote sensing, Wiley, New York, 1985, ISBN 0471888605.
- [396] W. R. Tinga, W. A. G. Voss & D. F. Blossey, «Generalized approach to multiphase dielectric mixture theory», *Journal of Applied Physics*, Band 44 (9), S. 3897–3902, 1973, doi:10.1063/1.1662868.
- [397] P. H. Zhou, L. J. Deng, B.-I. Wu & J. A. Kong, «Influence of scatterer's geometry on power-law formula in random mixing composites», *PIER (Progress in Electromagnetics Research)*, Band 85, S. 69–82, 2008.
- [398] S. K. Kanaun & D. Jeulin, «The Influence of Spatial Distributions of Inhomogeneities on Effective Dielectric Properties of Composite Materials (Effective Field Approach)», *Progress In Electromagnetics Research*, Band 22, S. 51–84, 1999, doi:10.2528/PIER98080703.
- [399] X. Gong, W. H. She, E. E. Hoppenjans, Z. N. Wing, R. G. Geyer, J. W. Halloran & W. J. Chappell, «Tailored and Anisotropic Dielectric Constants Through Porosity in Ceramic Components», *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, Band 53 (11), S. 3638–3647, 2005, doi:10.1109/TMTT.2005.859039.
- [400] A. Sihvola, «Self-Consistency Aspects of Dielectric Mixing Theories», *IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing*, Band 27 (4), S. 403–415, 1989.
- [401] K. K. Kärkkäinen, A. Sihvola & K. I. Nikoskinen, «Effective Permittivity of Mixtures: Numerical Validation by the FDTD Method», *IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing*, Band 38 (3), S. 1303–1308, 2000.
- [402] P. Deuffhard & A. Hohmann, *Eine algorithmisch orientierte Einführung*, Band 1 aus der Serie *Numerische Mathematik*, De Gruyter, Berlin [u.a.], 3. Aufl., 2002, ISBN 3-11-017182-1.
- [403] B. Pejcinovic & P. K. Sekhar, «Investigation of dielectric and conductivity properties of YSZ», in P. Siegel (Hrsg.), «Proceedings of the 39th Int. Conf. on Infrared, Millimeter, and THz Waves», Nr. P1-43 in IRMMW-THz, International Society of Infrared, Millimeter, and Terahertz Waves, University of Arizona, Tucson, AZ, 2014.
www.irmmw-thz2014.org/sites/default/files/M5-P12.8_Pejcinovic.pdf
- [404] W. J. Wiscombe, «Mie Scattering Calculations: Advances in Technique and Fast, Vector-Speed Computer Codes», NCAR Technical Note TN-140-STR, National Center for Atmospheric Research, Boulder, CO, 1979.
- [405] W. J. Wiscombe, «Improved Mie scattering algorithms», *Applied Optics*, Band 19 (9), S. 1505–1509, 1980, doi:10.1364/AO.19.001505.

- [406] H. Du, «Mie-scattering calculation», *Applied Optics*, Band 43 (9), S. 1951–1956, 2004, doi:10.1364/AO.43.001951.
- [407] T. Ohlsson & P. O. Risman, «Temperature Distribution of Microwave Heating - Spheres and Cylinders», *Journal of Microwave Power*, Band 13 (4), S. 303–309, 1978.
- [408] K. G. Ayappa, H. T. Davis, S. A. Barringer & E. A. Davis, «Resonant Microwave Power Absorption in Slabs and Cylinders», *AIChE Journal*, Band 43 (3), S. 615–624, 1997, doi:10.1002/aic.690430307.
- [409] T. Basak, «Analysis of resonances during microwave thawing of slabs», *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Band 46 (22), S. 4279–4301, 2003, doi:10.1016/S0017-9310(03)00212-6.
- [410] T. Basak & K. G. Ayappa, «Role of length scales on microwave thawing dynamics in 2D cylinders», *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Band 45 (23), S. 4543–4559, 2002, doi:10.1016/S0017-9310(02)00171-0.
- [411] T. Basak, «Role of Various Elliptical Shapes for Efficient Microwave Processing of Materials», *AIChE Journal*, Band 53 (6), S. 1399–1412, 2007.
- [412] T. Basak, «Theoretical analysis on efficient microwave heating of materials with various square cross sections in the presence of lateral and radial irradiation», *Journal of Applied Physics D: Applied Physics*, Band 41 (4), S. 04540501–04540514, 2008, doi:10.1088/0022-3727/41/4/045405.
- [413] A. A. Klaf, *Calculus Refresher*, Mathematics, Dover Publications, New York, 1944, ISBN 0-486-20370-0.
- [414] M. Celuch-Marcysiak, «Evaluation and Enhancement of Supraconvergence Effects on Non-uniform and Conformal FDTD meshes», in E. Sigmon, R. Emrick & S. Rockwell (Hrsg.), «IEEE MTT-S International Microwave Symposium Digest», Band 2 aus der Serie *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, S. 745–748, IEEE, Phoenix, AZ, 2001, doi:10.1109/MWSYM.2001.967000.
- [415] D. Kajfez & P. Guillon (Hrsg.), *Dielectric Resonators*, Noble Publishing Corporation, Atlanta, 2. Aufl., 1998.
- [416] G. D. Ulrich, *A Guide to Chemical Engineering Process Design and Economics*, John Wiley, 1984.
- [417] M. S. Min & C. H. Teng, «The Instability of the Yee Scheme for the Magic Time Step», *Journal of Computational Physics*, Band 166 (2), S. 418–424, 2001, doi:10.1006/jcph.2000.6650.
- [418] F. I. Friedlander, H. W. Jackson, M. Barmatz & P. Wagner, «Comparison of Finite-Difference and Analytical Microwave Calculation Methods», *MRS Proceedings*, Band 430, S. 333–341, 1996, doi:10.1557/PROC-430-333.
- [419] Y.-Q. Zhang & D.-B. Ge, «A Unified FDTD Approach for Electromagnetic Analysis of Dispersive Objects», *PIER (Progress in Electromagnetics Research)*, Band 96, S. 155–172, 2009, doi:10.2528/PIER09072603.
- [420] D. D. Dincov & K. A. Parrot, «Computational Analysis of Microwave Heating Patterns in Resonant Multimode Cavities», in «Proceedings of the 2004 ACM symposium on Applied computing», S. 215–219, ACM, Nicosia, 2004, doi:10.1145/967900.967947, ISBN 1-58113-812-1.
- [421] A. K. Shukla, A. Mondal & A. Upadhyaya, «Numerical modeling of microwave heating», *Science of Sintering*, Band 42 (1), S. 99–124, 2010, doi:10.2298/SOS1001099S.
- [422] W. Cha-um, P. Rattanadecho & W. Pakdee, «Experimental and Numerical Analysis of Microwave Heating of Water and Oil Using a Rectangular Wave Guide: Influence of Sample

- Sizes, Positions, and Microwave Power», *Food and Bioprocess Technology*, Band 4 (4), S. 544–558, 2011, doi:0.1007/s11947-009-0187-x.
- [423] N. Strah, «Möglichkeiten zur Volumenänderung während eines Simulationsvorgangs in Comsol Multiphysics®», , 2014, mündliche Auskunft im persönlichen Gespräch am 13.5.2014 in Karlsruhe.
- [424] T. Santos, M. A. Valente, J. Monteiro, J. Sousa & L. Costa, «Electromagnetic and thermal history during microwave heating», *Applied Thermal Engineering*, Band 31 (16), S. 3255–3261, 2011, doi:10.1016/j.applthermaleng.2011.06.006.
- [425] B. Lepers, G. Link & J. Jelonnek, «A coupled drying and thermoelastic model of fast microwave heating of concrete», in Baake & Nacke [491], S. 163–168, ISBN 978-3-00-046736-3.
- [426] P. Veronesi, E. Colombini, R. Rosa & C. Leonelli, «Numerical simulation of microwave assisted combustion synthesis of intermetallics», in Baake & Nacke [491], S. 137–143, ISBN 978-3-00-046736-3.
- [427] B. Milovanović, N. Dončov & J. Joković, «Microwave Heating Cavities: Modelling and Analysis», *Microwave Review*, Band 10 (6), S. 26–35, 2004.
http://www.mtt-serbia.org.rs/microwave_review/pdf/Vol10No2-06-BMilovanovic.pdf
- [428] P. Korpas, A. Wieckowski & M. Celuch, «Modeling of Multi-Source Microwave Power Scenarios: Ambiguities Due to Polarization», in V. V. Yakovlev (Hrsg.), «Multiphysics Modeling in Microwave Power Engineering: 14th Seminar, März 8-9 2012, Bayreuth», Band 14 aus der Serie *Proceedings of Computer Modeling in Microwave Engineering and Applications*, S. 17–20, WPI, Worcester, 2012.
- [429] D. A. Fleisch, *A student's guide to Maxwell's equations*, Cambridge University Press, Cambridge, New York, 2008, ISBN 978-0-521-70147-1.
- [430] E. Lenz, «Ueber die Bestimmung der Richtung der durch elektrodynamische Vertheilung erregten galvanischen Ströme», *Annalen der Physik*, Band 107, S. 483–494, 1834.
- [431] R. P. Feynman, R. B. Leighton & M. Sands, *Mainly Electromagnetism and Matter*, Band 2 aus der Serie *The Feynman Lectures on Physics*, Perseus Books Group, New York, new millenium. Aufl., 2010, ISBN 978-0-465-02494-0.
- [432] L. D. Landau & E. M. Lifshitz, *Mechanik, Elektrodynamik*, Band 1 aus der Serie *Theoretische Physik kurzgefasst*, Carl Hanser Verlag, München, Wien, 1975.
- [433] L. D. Landau & E. M. Lifshitz, *Electrodynamics of Continuous Media*, Band 8 aus der Serie *Course of Theoretical Physics*, Pergamon Press, Oxford, New York, Toronto, Paris, 2. Aufl., 1984.
- [434] J. S. Toll, «Causality and the dispersion relation: Logical Foundations», *Physical Review B: Condensed Matter and Materials Physics*, Band 104 (6), S. 1760–1770, 1956, doi:10.1103/PhysRev.104.1760.
- [435] P. A. M. Steeman & J. van Turnhout, «A numerical Kramers-Kronig transform for the calculation of dielectric relaxation losses free from Ohmic conduction losses», *Colloid and Polymer Science*, Band 275 (2), S. 106–115, 1997, doi:10.1007/s003960050059.
- [436] M. G. Silveirinha, «Examining the validity of Kramers-Kronig relations for the magnetic permeability», *Physical Review B: Condensed Matter and Materials Physics*, Band 83, S. 1651191–1651199, 2011, doi:10.1103/PhysRevB.83.165119.
- [437] W. Spitzer & D. Kleinman, «Infrared Lattice Bands of Quartz», *Physical Review*, Band 121 (5), S. 1324–1335, 1961, doi:10.1103/PhysRev.121.1324.
- [438] N. Bloembergen, «Wave propagation in nonlinear electromagnetic media», in «Proceedings of the IEEE», Band 51, S. 124–131, IEEE, 1963, doi:10.1109/PROC.1963.1668.

- [439] K.-C. Kao, *Dielectric phenomena in solids: With emphasis on physical concepts of electronic processes*, Academic Press, Amsterdam, Boston, 2004, ISBN 0-12-396561-6.
- [440] B. K. P. Scaife, *Complex Permittivity: Theory and Measurement*, English Universities Press, London, 1971, ISBN 0-340-11536-x.
- [441] P. Drude, «Zur Elektronentheorie der Metalle - Teil 1», *Annalen der Physik*, Band 306 (3), S. 566–613, 1900, doi:10.1002/Andp.19003060312.
- [442] T. Prodromakis & C. Papavassiliou, «Engineering the Maxwell-Wagner polarization effect», *Applied Surface Science*, Band 255, S. 6989–6994, 2009, doi:10.1016/j.apsusc.2009.03.030.
- [443] J. D. Breeze, J. M. Perkins, D. W. McComb & N. M. Alford, «Do Grain Boundaries Affect Microwave Dielectric Loss in Oxides?», *Journal of the American Ceramic Society*, Band 92 (3), S. 671–674, 2009, doi:10.1111/j.1551-2916.2009.02932.x.
- [444] P. Drude, «Zur Elektronentheorie der Metalle - Teil 2», *Annalen der Physik*, Band 308 (11), S. 369–402, 1900, doi:10.1002/andp.19003081102.
- [445] P. B. Johnson & R. W. Christy, «Optical Constants of the Noble Metals», *Physical Review B: Condensed Matter and Materials Physics*, Band 6 (12), S. 4370–4379, 1972.
- [446] F. Bloch, «Über die Quantenmechanik der Elektronen in Kristallgittern», *Zeitschrift für Physik*, Band 52 (7-8), S. 555–600, 1929.
- [447] H. A. Lorentz, «Versuch einer Theorie der electrischen und optischen Erscheinungen in bewegten Körpern», in «Collected Papers», Band V, S. 1–138, Springer Science+Business Media, Dordrecht (NL), 1937, doi:10.1007/978-94-015-3445-1_1, ISBN 978-94-015-2214-4.
- [448] A. D. Rakić, A. B. Djurišić, J. M. Elazar & M. L. Majewski, «Optical properties of metallic films for vertical-cavity optoelectronic devices», *Applied Optics*, Band 37 (22), S. 5271–5283, 1998.
<http://www.opticsinfobase.org/ao/abstract.cfm?URI=ao-37-22-5271>
- [449] A. Vial, A.-S. Grimault, D. Macias, D. Barchiesi & M. L. d. l. Chapelle, «Improved analytical fit of gold dispersion: Application to the modeling of extinction spectra with a finite-difference time-domain method», *Physical Review B: Condensed Matter and Materials Physics*, Band 71, S. 854161–854167, 2005, doi:10.1103/PhysRevB.71.085416.
- [450] R. Kohlrausch, «Theorie des elektrischen Rückstandes in der Leidner Flasche», *Annalen der Physik und Chemie*, Band 91, S. 56–82, 179–214, 1854.
<http://gallica.bnf.fr/ark:/12148/bpt6k15176w.image.f68.pagination>
- [451] G. Williams & D. C. Watts, «Non-symmetrical dielectric relaxation behaviour arising from a simple empirical decay function», *Transactions of the Faraday Society*, Band 66, S. 80–85, 1970, doi:10.1039/TF9706600080.
- [452] A. Sommerfeld, «Zur Elektronentheorie der Metalle auf Grund der Fermischen Statistik», *Zeitschrift für Physik*, Band 47 (1-2), S. 1–32, 1928, doi:10.1007/BF01391052.
- [453] P. J. W. Debye, «The Theory of Anomalous Dispersion in the Region of Long-Wave Electromagnetic Radiation», in «The Collected Papers of P. J. W. Debye», S. 158–172, Interscience Publishers, New York, London, 1954.
- [454] A. P. Gregory & R. N. Clarke, «Tables of the Complex Permittivity of Dielectric Reference Liquids at Frequencies up to 5 GHz», NPL Report CETM 33, National Physical Laboratory, Teddington, Engl., 2001, iSSN 1467-3932, PDB: 2803.
- [455] K. S. Cole, «Dispersion and Absorption in Dielectrics II. Direct Current Characteristics», *The Journal of Chemical Physics*, Band 10 (2), S. 98, 1942, doi:10.1063/1.1723677.
- [456] D. W. Davidson & R. H. Cole, «Dielectric Relaxation in Glycerine», *The Journal of Chemical Physics*, Band 18 (10), S. 1417, 1950, doi:10.1063/1.1747496.

- [457] D. W. Davidson & R. H. Cole, «Dielectric Relaxation in Glycerol, Propylene Glycol, and n-Propanol», *Journal of Chemical Physics*, Band 19 (12), S. 1484–1490, 1951, doi:10.1063/1.1748105.
- [458] S. Havriliak & S. Negami, «A Complex Plane Analysis of *alpha*-Dispersions in Some Polymer Systems», *Journal of Polymer Science, Part C*, Band 14, S. 99–117, 1966.
- [459] U. Kaatze, «Microwave dielectric properties of liquids», *Radiation Physics and Chemistry*, Band 45 (4), S. 549–566, 1995.
- [460] J. A. Lane & J. A. Saxton, «Dielectric Dispersion in Pure Polar Liquids at Very High Radio Frequencies. III. The Effect of Electrolytes in Solution», *Proceedings of the Royal Society of London*, Band 214, S. 531–545, 1952, doi:10.1098/rspa.1952.0187.
- [461] L. F. Maia & A. C. M. Rodrigues, «Electrical conductivity and relaxation frequency of lithium borosilicate glasses», *Solid State Ionics*, Band 168 (1-2), S. 87–92, 2004, doi:10.1016/j.ssi.2004.02.016.
- [462] M. S. Aziz, A. G. Mostafa, A. M. Youssef & S. M. S. Youssif, «Electrical Conductivity and Dielectric Properties of Bulk Glass V₂O₅ (ZnO, PbO) SrO FeO», *Physics Research International*, Band 2011, S. 1–10, 2011, doi:10.1155/2011/583420.
- [463] J. E. Atwater & R. R. J. Wheeler, «Temperature dependent complex permittivities of graphitized carbon blacks at microwave frequencies between 0.2 and 26 GHz», *Journal of Materials Science*, Band 39 (1), S. 151–157, 2004, doi:10.1023/B:JMSC.0000007740.53058.66.
- [464] A. K. Jonscher, «The universal dielectric response», *Nature*, Band 267, S. 673–679, 1977, doi:10.1038/267673a0.
- [465] A. K. Jonscher, *Dielectric Relaxation in Solids*, Chelsea Dielectric Press, London, 1983, ISBN 0950871109.
- [466] A. K. Jonscher, «Dielectric relaxation in solids», *Journal of Physics D: Applied Physics*, Band 32 (14), S. R57–R70, 1999, doi:10.1088/0022-3727/32/14/201.
- [467] R. M. Hill & L. A. Dissado, «Debye and non-Debye relaxation», *Journal of Physics C: Solid State Physics*, Band 18 (9), S. 3829–3836, 1985, doi:10.1088/0022-3719/18/19/021.
- [468] K. L. Ngai, A. K. Jonscher & C. T. White, «On the origin of the universal dielectric response in condensed matter», *Nature*, Band 277 (18), S. 185–189, 1979, doi:10.1038/277185a0.
- [469] K. L. Ngai & C. T. White, «Frequency dependence of dielectric loss in condensed matter», *Physical Review B: Condensed Matter and Materials Physics*, Band 20 (6), S. 2475–2486, 1979, doi:10.1103/PhysRevB.20.2475.
- [470] Y. Feldman, A. Andrianov, E. Polygalov, I. Ermolina, G. Romanychev, Y. Zuev & B. Milgotin, «Time domain dielectric spectroscopy: An advanced measuring system», *Review of Scientific Instruments*, Band 67 (9), S. 3208–3216, 1996, doi:10.1063/1.1147444.
- [471] R. G. Palmer, D. L. Stein, E. Abrahams & P. W. Anderson, «Models of Hierarchically Constrained Dynamics for Glassy Relaxation», *Physical Review Letters*, Band 53 (10), S. 958–961, 1984, doi:10.1103/PhysRevLett.53.958.
- [472] J. C. Phillips, «Stretched exponential relaxation in molecular and electronic glasses», *Report on Progress in Physics*, Band 59 (9), S. 1133–1206, 1996, doi:10.1088/0034-4885/59/9/003.
- [473] Götze & Sjögren, «Relaxation processes in supercooled liquids», *Report on Progress in Physics*, Band 55 (1), S. 241–376, 1992.
- [474] J. C. Mauro & M. M. Smedskjaer, «Unified physics of stretched exponential relaxation and Weibull fracture statistics», *Physica A: Statistical Mechanics and its Applications*, Band 391 (23), S. 6121–6127, 2012, doi:10.1016/j.physa.2012.07.013.

- [475] D. C. Johnston, «Stretched exponential relaxation arising from a continuous sum of exponential decays», *Physical Review B: Condensed Matter and Materials Physics*, Band 74 (18), S. 1844301–18443017, 2006, doi:10.1103/PhysRevB.74.184430.
- [476] P. Grassberger & I. Procaccia, «The long time properties of diffusion in a medium with static traps», *The Journal of Chemical Physics*, Band 77 (12), S. 6281–6284, 1982, doi:10.1063/1.443832.
- [477] S. H. Glarum, «Dielectric Relaxation of Isoamyl Bromide», *Journal of Chemical Physics*, Band 33 (3), S. 639–643, 1960, doi:10.1063/1.1731229.
- [478] D. W. Davidson, «Dielectric relaxation in liquids: I. The representation of relaxation behavior», *Canadian Journal of Chemistry*, Band 39 (3), S. 571–594, 1961, doi:10.1139/v61-069.
- [479] J. Klafter & M. F. Shlesinger, «On the relationship among three theories of relaxation in disordered systems», *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, Band 83 (4), S. 848–851, 1986.
- [480] S. Bozdemir, «Some Comments and Corrections on the Defect Diffusion Models of Dielectric Relaxation», *Physica Status Solidi B: Basic Solid State Physics*, Band 128 (1), S. 119–131, 1985, doi:10.1002/pssb.2221280115.
- [481] A. K. Jonscher, «A new model of dielectric loss in polymers», *Colloid and Polymer Science*, Band 253 (3), S. 231–250, 1975, doi:10.1007/BF01470233.
- [482] G. W. Bąk, «Dielectric Relaxation in Charge-Carrier Dominated Systems», *Physica Status Solidi A: Applications and Materials Science*, Band 172 (2), S. 509–517, 1999, doi:10.1002/(SICI)1521-396X(199904)1.
- [483] K. Weron, «A probabilistic mechanism hidden behind the universal power law for dielectric relaxation: general relaxation equation», *Journal of Physics: Condensed Matter*, Band 3 (46), S. 9151–9162, 1991, doi:10.1088/0953-8984/3/46/016.
- [484] J. Y. Fu, «On the theory of the universal dielectric relaxation», *Philosophical Magazine*, Band 94 (16), S. 1788–1815, 2013, doi:10.1080/14786435.2014.897037.
- [485] Y. A. Iosilevskii, «The Debye Frequency Tensor of Single Crystals», *Physica Status Solidi B: Basic Solid State Physics*, Band 53 (2), S. 405–418, 1972, doi:10.1002/pssb.2220530202.
- [486] Y. E. Ryabov, A. Puzenko & Y. Feldman, «Nonmonotonic relaxation kinetics of confined systems», *Physical Review B: Condensed Matter and Materials Physics*, Band 69 (1), S. 01420401–01420410, 2004, doi:10.1103/PhysRevB.69.014204.
- [487] J. Barthel, R. Buchner & B. Wurm, «The dynamics of liquid formamide, N-methylformamide, N,N-dimethylformamide, and N,N-dimethylacetamide. A dielectric relaxation study», *Journal of Molecular Liquids*, Band 98-99, S. 51–69, 2002, doi:10.1016/S0167-7322(01)00309-9.
- [488] R. Böhmer, K. L. Ngai, C. A. Angell & D. J. Plazek, «Nonexponential relaxations in strong and fragile glass formers», *Journal of Chemical Physics*, Band 99 (5), S. 4201–4209, 1993, doi:10.1063/1.466117.
- [489] R. Richert & C. A. Angell, «Dynamics of glass-forming liquids. V. On the link between molecular dynamics and configurational entropy», *Journal of Chemical Physics*, Band 108 (21), S. 9016–9026, 1998, doi:10.1063/1.476348.
- [490] M. Willert-Porada, «Prospects of Electromagnetic Materials Processing by Use of cm-, mm- and μ m-Waves», in «Proceedings of the German Microwave Conference (GeMiC)», Karlsruhe, 2006.
- [491] E. Baake & B. Nacke (Hrsg.), *Proceedings of the International Scientific Colloquium Modeling of Electromagnetic Processing*, Leibniz Universität Hannover, Hannover, 2014, ISBN 978-3-00-046736-3.