

Richard Romirer, BSc

Temperaturabhängige Widerstandsmessung mit der Vierpunktmethode

MASTERARBEIT

zur Erlangung des akademischen Grades
Diplom-Ingenieur

Masterstudium Technische Physik



Technische Universität Graz

Betreuer:

Ao.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Gernot Pottlacher
Institut für Experimentalphysik

Graz, Juli 2012

Deutsche Fassung:
Beschluss der Curricula-Kommission für Bachelor-, Master- und Diplomstudien vom 10.11.2008
Genehmigung des Senates am 1.12.2008

EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen/Hilfsmittel nicht benutzt, und die den benutzten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommene Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

Graz, am

.....
(Unterschrift)

Englische Fassung:

STATUTORY DECLARATION

I declare that I have authored this thesis independently, that I have not used other than the declared sources / resources, and that I have explicitly marked all material which has been quoted either literally or by content from the used sources.

.....
date

.....
(signature)

Zusammenfassung

Die Erforschung und Charakterisierung von Materialien und Werkstoffen ist eine grundlegende Aufgabe der modernen Experimentalphysik und Materialwissenschaft. Insbesondere Legierungen und Stähle zeichnen sich durch einen weiten Einsatzbereich aus. Ein wichtiger Materialparameter ist der spezifische elektrische Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur. Dessen Kenntnis ist nicht nur für die Elektro-Industrie essentiell, sondern im Besonderen für Computersimulationen in der Werkstoffindustrie.

Im Zuge dieser Masterarbeit wurde eine Anlage konzipiert und gebaut, die den spezifischen elektrischen Widerstand von metallischen Drähten und Stäben bis zu einem Durchmesser von 6 mm in einem Temperaturbereich von Raumtemperatur bis 1100 °C ermitteln kann. Die Ungenauigkeit liegt dabei durchwegs unter einem Prozent. Zudem wurde ein Softwarepaket erstellt, welches die Messung und die Auswertung weitgehend automatisiert.

Abstract

The investigation and characterization of materials is a fundamental assignment of modern experimental physics and materials science. In particular alloys and steels feature a wide range of applications. An important material parameter is the electrical resistivity as a function of temperature. Its knowledge is not only essential to the electrical industry, but especially for computer simulations in material industries in general.

In this Master's thesis a system was designed and built, that is able to measure the electrical resistivity of metal wires and rods up to a diameter of 6 mm in a temperature range from room temperature to 1100 °C. The uncertainty lies consistently below one percent. In addition, a software package was implemented, which largely automates data measurement and evaluation.

Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung.....	1
2.	Physikalische Grundlagen.....	2
2.1.	Einleitung.....	2
2.2.	Stromleitung in Metallen	2
2.1.	Temperaturabhängigkeit des elektr. Widerstands	4
2.2.	Ohmsches Gesetz und spez. elektr. Widerstand.....	5
2.3.	Messung des elektr. Widerstands	6
2.3.1.	Zweipunktmethode	7
2.3.2.	Vierpunktmethode	7
2.4.	Stromverteilung im elektrischen Leiter.....	10
3.	Anlagen-Planung/Aufbau	18
3.1.	Zielsetzung.....	18
3.2.	Ausgangssituation	18
3.3.	Verwendete Materialien	19
3.3.1.	Quarzglas	19
3.3.2.	Keramiken.....	19
3.3.3.	Edelstahl	20
3.3.4.	Molybdän	20
3.4.	Einflüsse der Umgebungsatmosphäre	20
3.5.	Software für Planung.....	21
3.6.	Schematisches Konzept der Anlage.....	22
3.7.	Rohrofen.....	22
3.7.1.	Steuereinheit.....	23
3.8.	Probenhalterung	24
3.8.1.	Oberteil.....	24
3.8.2.	Unterteil	26
3.9.	Probenhalterung – Schweißbare Proben	28
3.10.	Trägerrohr	29
3.11.	Elektrische Zuleitungen	30
3.12.	Trägersystem	32
3.13.	Argon Zufuhr	34
3.14.	Kreuzstück	36
3.15.	Blindflansche am Kreuzstück.....	37
3.15.1.	Blindflansch – Elektrische Zuleiter	37

3.15.2.	Blindflansch – Argon Versorgung	38
3.16.	Hüllrohr.....	39
3.17.	Assemblierte Anlage.....	40
3.18.	Führungswagen	40
3.19.	Anlagentisch	42
3.20.	Spannungsmessung.....	44
3.20.1.	Alternative Spannungsmessung	44
3.21.	Stromquellen	44
3.21.1.	Stromquelle - 300 mA.....	45
3.21.2.	Stromquelle – 1,5 A.....	45
3.22.	Temperaturmessung	45
3.23.	Durchmesserbestimmung	46
3.24.	Betriebssoftware	46
3.24.1.	Anzeigeelemente.....	47
3.24.2.	Temperatursteuerung	48
3.24.3.	Daten Akquisition	49
3.24.4.	Steuerung Stromquelle.....	49
3.25.	Auswertungssoftware	49
3.26.	Automatisch generierter Bericht.....	50
3.26.1.	Beschreibung.....	50
3.26.2.	Spez. elektr. Widerstand – Plot	50
3.26.3.	Spez. elektr. Widerstand – Tabelle.....	50
3.26.4.	Temperaturverlauf	50
3.27.	Alternative Anlage für Klimaschrank.....	50
3.27.1.	Stromaufprägung.....	52
3.27.2.	Spannungsmessung.....	52
4.	Messung und Datenauswertung	54
4.1.	Allgemeines	54
4.2.	Nickel.....	54
4.2.1.	Allgemeines	54
4.2.2.	Daten der Probe	54
4.2.3.	Messergebnisse	55
4.3.	Eisen	59
4.3.1.	Allgemeines	59
4.3.2.	Daten der Probe	59
4.3.3.	Messergebnisse	59

4.4.	Niob	63
4.4.1.	Daten der Probe	63
4.4.2.	Messergebnisse	63
4.5.	Cu ₃₅ Ni ₆₅	66
4.5.1.	Allgemeines	66
4.5.2.	Daten der Probe	66
4.5.3.	Messergebnisse	66
4.6.	Edelstahl W360 ISOBLOC®	70
4.6.1.	Allgemeines	70
4.6.2.	Daten der Probe	70
4.6.3.	Messergebnisse	71
5.	Unsicherheitsanalyse.....	75
5.1.	Draht-Proben.....	75
5.2.	Stab-Proben.....	76
6.	Danksagungen	77
7.	Literaturverzeichnis.....	78
Anhang	I
A.1	Geräte- und Materialliste	I
A.2	Datenblatt Material Probenhalterung.....	III
A.3	Diagramm Phasenübergänge Edelstahl W360 ISOBLOC® in Abhängigkeit von der Abkühlrate ..	IV
A.4	Beispielbericht Auswertungssoftware	V
A.5	Technische Zeichnungen	IX
A.5.1	Bauteile Anlage.....	IX
A.5.2	Anlagen Halterung.....	XXII
A.5.3	Bauteile - Anlage Klimaschrank	XXV

1. Einleitung

Für die Konstruktion elektrischer Bauteile und allgemein für Computersimulationen in der Materialwissenschaft ist es von enormer Wichtigkeit die Materialparameter der verwendeten Werkstoffe genau zu charakterisieren. Eine wichtige Größe ist der spezifische elektrische Widerstand (kurz spez. elektr. Widerstand). Dieser bestimmt die Größe des elektrischen Stroms bei einer vorgegebenen Spannung. Aufgrund der Prinzipien der Stromleitung in Metallen ist diese Materialeigenschaft keineswegs konstant, sondern abhängig von der Temperatur. In den meisten Fällen korreliert eine höhere Temperatur mit einem höheren Widerstand.

Die Messung des spez. elektr. Widerstands beschränkt sich auf eine Messung von Strom und Spannung. Die Kontaktierung einer Probe erfolgt in der Regel mit Kabeln an den Enden einer Probe (Zweipunktmethode), die zu einem Volt- bzw. Amperemeter führen. Es ist wichtig festzuhalten, dass mit dieser Methode niemals ausschließlich der elektrische Widerstand (kurz elektr. Widerstand) der Probe, sondern die Summe der elektr. Widerstände von Probe und Kabeln gemessen werden. Ist der elektr. Widerstand der Probe sehr groß in Relation zum elektr. Widerstand der Kabel, können diese jedoch bedenkenlos vernachlässigt werden.

Typischerweise liegen Materialproben als Draht oder Stab vor. Der elektr. Widerstand der Probe weist dann aber oft dieselbe Größenordnung auf wie die Kabelverbindungen. Das Messergebnis wird in diesem Fall von den Kabeln massiv beeinflusst oder gar dominiert. Eine hervorragende Möglichkeit diesen Einfluss zu unterdrücken bildet die Vierpunktmethode. Durch jeweils eigene Kontakte an der Probe für Stromzufuhr und Spannungsabnahme spielen sowohl die elektr. Widerstände der Kabel als auch die Kontaktwiderstände bei der Messung keine Rolle.

Diese Masterarbeit hat das Ziel eine Anlage zu konstruieren und zu bauen, die eine Messung des spez. elektr. Widerstandes von metallischen Draht- oder Stab-Proben ermöglicht. Um die Temperaturabhängigkeit der Messgröße über einen weiten Temperaturbereich zu charakterisieren soll die Anlage auf 1100 °C erhitzt werden können. Da dabei langsame Heizraten zu bevorzugen sind ist es wichtig, dass eine Messung automatisiert und softwaregesteuert abläuft. Ebenso soll die Auswertung der Daten und die Analyse der Unsicherheiten von einem Programm durchgeführt werden. Zum Schutz der Proben vor Oxidation muss eine Argon-Atmosphäre in der Anlage erzeugt werden.

Um eine hohe Qualität der Datenauswertung zu gewährleisten soll die Unsicherheit des spez. elektr. Widerstands möglichst nicht über einem Prozent liegen. Hierzu ist es wichtig Messgeräte mit hoher Genauigkeit, aber auch homogen hergestellte Proben zu verwenden.

2. Physikalische Grundlagen

2.1. Einleitung

Die abgehandelten Themen in diesem Kapitel wurden mit Hilfe der Bücher Experimentalphysik 1 [1], Gerthsen Physik [2] und Physics [3] erarbeitet. Der nachfolgende Text hält sich dabei nicht konkret an ein Buch sondern kombiniert jeweils passende Kapitel der angeführten Bücher.

2.2. Stromleitung in Metallen

In metallischen Kristallen sind Valenzelektronen nicht an ein Atom im Kristallgitter gebunden sondern können sich frei im gesamten Kristall bewegen. Die Summe der sich bewegenden Elektronen im Kristall wird Elektronengas genannt. Aufgrund quantentheoretischer Effekte haben die Elektronen eine sehr hohe mittlere Geschwindigkeit ($\bar{v} \approx 10^6 - 10^7$ m/s). Auf ihrem Weg durch den Kristall stoßen die Elektronen mit Atomen im Kristallgitter zusammen und ändern dadurch ihre Richtung. Durch die ständigen Richtungswechsel aller Elektronen findet kein Nettotransport von Ladungsträgern im Kristall statt. Durch die isotrope Impulsverteilung ist der Mittelwert der Geschwindigkeit der Elektronen null. Das heißt auch, dass im Leiter kein Strom in eine ausgeprägte Richtung fließt.

$$\langle \vec{v} \rangle = 0 \quad (2.1)$$

$$\langle \vec{j} \rangle = n \cdot q \cdot \langle \vec{v} \rangle \quad (2.2)$$

$\langle \vec{j} \rangle$ Mittelwert der Stromdichte

n Ladungsträgerdichte

q Ladung des Elektrons

$\langle \vec{v} \rangle$ Mittelwert der Geschwindigkeit der Elektronen

Legt man jedoch ein elektrisches Feld an übt dieses eine Kraft auf die Elektronen im Leiter aus.

$$F = q \cdot E = m \cdot a \quad (2.3)$$

F Kraft auf Ladungsträger

E Elektrische Feldstärke

m Masse des Elektrons

a Beschleunigung

Diese Kraft kann zwischen zwei Stößen auf die Elektronen wirken. Die Zeit zwischen zwei Stößen berechnet sich aus:

$$\tau_s = \frac{\Lambda}{\bar{v}} \quad (2.4)$$

τ_s Zeit zwischen zwei Stößen

Λ Mittlere freie Weglänge

\bar{v} Mittlere Geschwindigkeit der Elektronen

Kupfer hat beispielsweise eine mittlere freie Weglänge von $\Lambda = 4 \cdot 10^{-8}$ m und eine mittlere Geschwindigkeit der Elektronen von $\bar{v} = 1,5 \cdot 10^6$ m/s. Die Zeit zwischen zwei Stößen liegt somit bei $\tau = 2,66 \cdot 10^{-14}$ s und ist extrem kurz. Die Driftgeschwindigkeit der Elektronen (Mittelwert der Geschwindigkeit bei Vorhandensein eines elektrischen Feldes) und der daraus resultierende Strom errechnet sich aus:

$$\vec{v}_D = \langle \vec{v} \rangle = \frac{1}{2} \cdot \frac{F}{m} \cdot \tau_s \quad (2.5)$$

$$\vec{j} = n \cdot q \cdot \vec{v}_D \quad (2.6)$$

Durch einfaches Einsetzen vorhergehender Gleichungen erhält man daraus

$$\vec{j} = \frac{n \cdot q^2 \cdot \tau_s}{m} \cdot \vec{E} = \sigma_{el} \cdot \vec{E} \quad (2.7)$$

mit

$$\sigma_{el} = \frac{n \cdot q^2 \cdot \tau_s}{m} \quad (2.8)$$

der elektrischen Leitfähigkeit. Die elektrische Leitfähigkeit ist somit eine materialabhängige Größe, die angibt wie gut ein Metall den elektrischen Strom leitet. Den Kehrwert der elektrischen Leitfähigkeit nennt man spez. elektr. Widerstand:

$$\rho_{el} = \frac{1}{\sigma_{el}} \quad (2.9)$$

Da in die elektrische Leitfähigkeit die mittlere freie Weglänge eingeht ist diese Größe nicht konstant. Sie hängt von der Beschaffenheit des Materials ab. Die mittlere freie Weglänge ist davon abhängig wie viele Möglichkeiten sich einem Elektron bieten mit Atomen im Kristall zu stoßen. Da die Atome nicht wie in einem Gas einzeln umherschwirren, sondern in einem Gitter elastisch miteinander verbunden sind, erzeugt ein Stoßprozess mit einem Elektron Kristallgitterschwingungen (Phononen). Auf diese Weise kann ein Elektron Energie bzw. Impuls an den Kristall abgeben oder aufnehmen.

Reale Festkörper sind keine perfekten Kristalle, sondern sind polykristallin, bestehen also aus vielen kristallinen Bereichen (Körner). Zudem weisen sie Fehlstellen wie Fremdatome und Defekte im Kristallgitter auf. Elektronen im Festkörper stoßen mit Korngrenzen (Übergangsbereich zwischen zwei kristallinen Bereichen) und mit Fehlstellen und können hier Energie bzw. Impuls abgeben oder aufnehmen. Die mittlere freie Weglänge wird daher bei realen Festkörpern im Vergleich zu perfekten Kristallen erheblich herabgesetzt. Bei sehr kleinen Körnern (Nanokristallen) spricht man daher auch von grenzflächendominierten Eigenschaften, da die Korngrenzen mehr Volumen im Festkörper einnehmen als die Körner selbst.

Generell kann der spez. Widerstand damit zerlegt werden in:

$$\rho_{el} = \rho_{Ph} + \rho_{St} \quad (2.10)$$

ρ_{Ph}Spez. elektr. Widerstand aus der Wechselwirkung mit Phononen

ρ_{St}Spez. elektr. Widerstand aus der Wechselwirkung mit Störstellen

2.1. Temperaturabhängigkeit des elektr. Widerstands

Erhöht man die Temperatur eines Festkörpers heißt das, dass die Zahl besetzter Phononenzustände zunimmt. Die mittlere freie Weglänge der Elektronen im Festkörper nimmt daher ab, da sich mit steigender Temperatur die Stoßpartner (Phononen) häufen. Gleichzeitig nimmt auch die mittlere Geschwindigkeit der Elektronen selbst zu. Beides führt zu einem erhöhten spez. Widerstand. Somit ist dieser nicht konstant sondern temperaturabhängig. Diese Abhängigkeit wird für kleine Temperaturbereiche meist linear angenommen:

$$\rho(T) = \rho_{T_0}(1 + \alpha_{T_0} \cdot (T - T_0)) \quad (2.11)$$

$\rho(T)$Spez. Widerstand bei der Temperatur T

ρ_{T_0}Spez. Widerstand bei T_0

α_{T_0}Linearer Temperaturkoeffizient bei T_0

T_0Temperatur, bei welcher ρ und α bekannt sind

TTemperatur

Tatsächlich ist aber α nicht konstant sondern selbst temperaturabhängig, weshalb für größere Temperaturbereiche folgende Näherung verwendet wird:

$$\rho(T) = \rho_{T_0}(1 + \alpha \cdot (T - T_0) + \beta \cdot (T - T_0)^2 + \gamma \cdot (T - T_0)^3 + \dots) \quad (2.12)$$

Viele Metalle durchlaufen beim Aufheizen Phasenübergänge, an denen Sie ihre Kristallstruktur ändern (z.B. Wechsel von kubisch raumzentrierter zu kubisch flächenzentrierter Kristallstruktur). Diese Änderung passiert bei einer bestimmten Phasenumwandlungstemperatur oder in einem kleinen Temperaturbereich. Durch das veränderte Gitter ändern sich sprunghaft die Phononenzustände und somit der spez. Widerstand. Es ist in diesem Fall sinnvoll die unterschiedlichen Phasen mit unterschiedlichen Polynomen zu beschreiben. Am Schnittpunkt beider Polynome liegt die Phasenübergangstemperatur.

Es sei noch erwähnt, dass auch Materialien mit negativen Temperaturkoeffizienten existieren (Halbleiter und spezielle Legierungen), diese also umso besser leiten je heißer sie werden. Der Effekt beruht meist darauf, dass in diesen Materialien bei höheren Temperaturen mehr Ladungsträger zur Verfügung stehen.

Bei Temperaturen nahe dem Nullpunkt verlieren zahlreiche Elemente ihren elektr. Widerstand vollständig. Man nennt diesen Zustand supraleitend. Einige keramische Materialien zeigen bereits im Bereich von ca. 100 K supraleitendes Verhalten und sind Gegenstand aktueller For-

schung. Die Supraleitung kann nur durch aufwendige quantenmechanische Modelle erklärt werden.

2.2. Ohmsches Gesetz und spez. elektr. Widerstand

Gleichung (2.7) liefert den Zusammenhang zwischen Stromdichte und elektrischer Feldstärke. Legt man an einen metallischen elektrischen Leiter eine Spannung U an stellt sich ein Strom I ein. Bei einem homogenen Leiter sind die elektrische Feldstärke über die Länge und die Stromdichte über den Querschnitt konstant. Dann kann man folgende Zusammenhänge ausnutzen:

$$U = \int E \, dL = E \cdot L \quad (2.13)$$

$$I = \int j \, dA = j \cdot A \quad (2.14)$$

U Spannungsabfall am Leiter

L Länge des Leiters

I Strom durch den Leiter

A Fläche des Querschnitts des Leiters

Setzt man nun (2.13) und (2.14) in (2.7) ein erhält man das Ohmsche Gesetz:

$$R = \frac{L}{\sigma_{el} \cdot A} = \frac{\rho \cdot L}{A} = \frac{U}{I} \quad (2.15)$$

Durch Umformung von (2.15) erhält man eine zu (2.8) alternative Formulierung des spez. elektr. Widerstands:

$$\rho = \frac{U}{I} \cdot \frac{A}{L} \quad (2.16)$$

Der spez. elektr. Widerstand eines Leiters kann also sehr leicht bestimmt werden, indem man durch einen Leiter mit konstantem Querschnitt einen Strom fließen lässt und den Spannungsabfall misst. Diese Methode ist ungleich einfacher anzuwenden als eine Bestimmung über den mikroskopischen Zugang in Gleichung (2.8).

Laut Gleichung (2.15) sind Strom und Spannung proportional zueinander. Das ohmsche Gesetz gilt allerdings nicht für alle Leiter. Wichtige Ausnahmen bilden viele Halbleiterbauelemente und Gasentladungslampen. Zudem führt ein hoher Strom durch eine Probe zu einer Erwärmung, da Stöße zwischen Elektronen und Gitteratomen bei einem hohen Elektronendurchsatz wahrscheinlicher werden. Dies führt in der Regel, wie in Kapitel 2.1 beschrieben, zu einer Erhöhung des elektr. Widerstands.

Durch die Erwärmung dehnt sich ein Festkörper aus und Querschnitt und Länge werden temperaturabhängig. Die thermische Längenausdehnung eines Festkörpers wird mit Längenausdehnungskoeffizienten beschrieben:

$$L(T) = L_{T_0} \cdot (1 + \alpha \cdot (T - T_0) + \beta \cdot (T - T_0)^2 + \dots) \quad (2.17)$$

$L(T)$ Länge bei der Temperatur T

L_{T_0} Länge bei T_0

α, β Längenausdehnungskoeffizienten

T_0 Temperatur, bei welcher L bekannt ist

T Temperatur

In welche Raumrichtung sich die Längenänderung auswirkt ist abhängig von der Kristallstruktur des Festkörpers. Bei realen Festkörpern, wie Metalldrähten, liegen meist polykristalline Festkörper vor und die Ausdehnung erfolgt daher in alle drei Raumrichtungen gleichmäßig. Setzt man nun Gleichung (2.17) in (2.16) ein erhält man eine Gleichung welche die Längenausdehnung berücksichtigt. Für zylindrische metallische Leiter ergibt sich:

$$\begin{aligned} \rho &= \frac{U}{I} \cdot \frac{A(T)}{L(T)} = \frac{U}{I} \cdot \frac{\pi \cdot d(T)^2}{4 \cdot L(T)} = \\ &= \frac{U}{I} \cdot \frac{\pi \cdot d_{T_0}^2 \cdot (1 + \alpha \cdot (T - T_0) + \beta \cdot (T - T_0)^2 + \dots)}{4 \cdot L_{T_0}} \end{aligned} \quad (2.18)$$

Eine kürzere Schreibweise folgt, wenn man in obiger Formel anstatt des Polynoms der Temperaturabhängigkeit der Längenmaße eine Funktion $\alpha(T)$ einführt.

$$\alpha(T) = (\alpha' \cdot (T - T_0) + \beta' \cdot (T - T_0)^2 + \dots) \quad (2.19)$$

α', β'Längenausdehnungskoeffizienten

$\alpha(T)$ Temperaturabhängiger Längenausdehnungskoeffizient

Einsetzen von (2.19) in (2.18) liefert:

$$\rho = \frac{U}{I} \cdot \frac{\pi \cdot d_{T_0}^2 \cdot (1 + \alpha(T))}{4 \cdot L_{T_0}} \quad (2.20)$$

Es ist wichtig an dieser Stelle festzuhalten, dass obige Gleichung keinesfalls so verstanden werden darf, dass der spez. elektr. Widerstand ausschließlich aufgrund der Wärmeausdehnung der Probe temperaturabhängig ist. Natürlich trägt der vergrößerte Abstand zwischen den Atomen in einem erwärmten Festkörper dazu bei, dass sich Stoßprozesse im Kristall ändern, dieser Effekt ist jedoch sehr klein im Vergleich zu den in Kapitel 2.1 beschriebenen Prozessen. In Formel (2.18) wird nur die Längenänderung der Probe berücksichtigt, mikroskopische Betrachtungen bezüglich veränderter Stoßprozesse sind in dieser Gleichung nicht enthalten.

2.3. Messung des elektr. Widerstands

Die Messung des elektr. Widerstands beschränkt sich laut Gleichung (2.15) auf eine Strom/Spannungs-Messung. Je nach Größenordnung des Widerstands können verschiedene Messverfahren angewandt werden. Die wichtigsten werden im Folgenden erklärt.

2.3.1. Zweipunktmethode

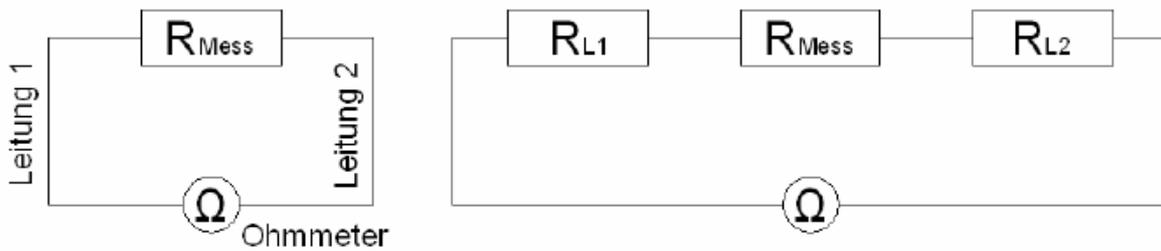


Abbildung 2-1 Widerstandsbestimmung mit der Zweipunktmethode mit Ersatzschaltbild [4]

Die einfachste Methode den Widerstand einer Probe zu messen ist die Verwendung eines handelsüblichen Ohmmeters. Diese Funktion ist in alle gängigen Multimeter integriert. Für eine Messung wird das Ohmmeter mit der Probe über zwei Kabel kontaktiert. Danach wird vom Gerät eine konstante Spannung angelegt und der Strom wird gemessen. Aus (2.15) kann dann der elektr. Widerstand berechnet werden.

Diese Methode weist den Nachteil auf, dass anstelle des Widerstandes der Probe der Gesamtwiderstand

$$R_{ges} = R_{Leitung\ 1} + R_{Probe} + R_{Leitung\ 2} \quad (2.21)$$

berechnet wird, da sich bei einer seriellen Schaltung die Widerstände einfach addieren.

Die Anwendbarkeit dieser Methode ist offensichtlich davon abhängig ob die Leitungswiderstände vernachlässigbar im Vergleich zum Widerstand der Probe sind. Verwendet man beispielsweise Kupferkabel ($\rho_{Kupfer} = 0,018 \mu\Omega\text{m}$) mit einem Durchmesser $d = 1 \text{ mm}$ und einer Gesamtlänge von $L = 40 \text{ cm}$, so erhält man aus (2.15) einen Leitungswiderstand von $9 \mu\Omega$. Bei Verwendung von Kabeln aus Eisen ($\rho_{Eisen} = 0,121 \mu\Omega\text{m}$) erhöht sich der Leitungswiderstand auf $62 \mu\Omega$.

Für Probenwiderstände $R_{Probe} > 1000 \cdot R_{Leitung}$ kann eine Widerstandsmessung problemlos mit dieser Methode durchgeführt werden.

2.3.2. Vierpunktmethode

Sollen Widerstände vermessen werden, die in der Größenordnung der Leitungswiderstände liegen, müssen andere Methoden als die in Punkt 2.3.1 beschriebene angewandt werden. Eine oft verwendete Möglichkeit zur Messung kleiner Widerstände ist die Vierpunktmethode (in der Literatur auch als Vierleiter-, Vierdraht und Kelvinmethode bekannt).

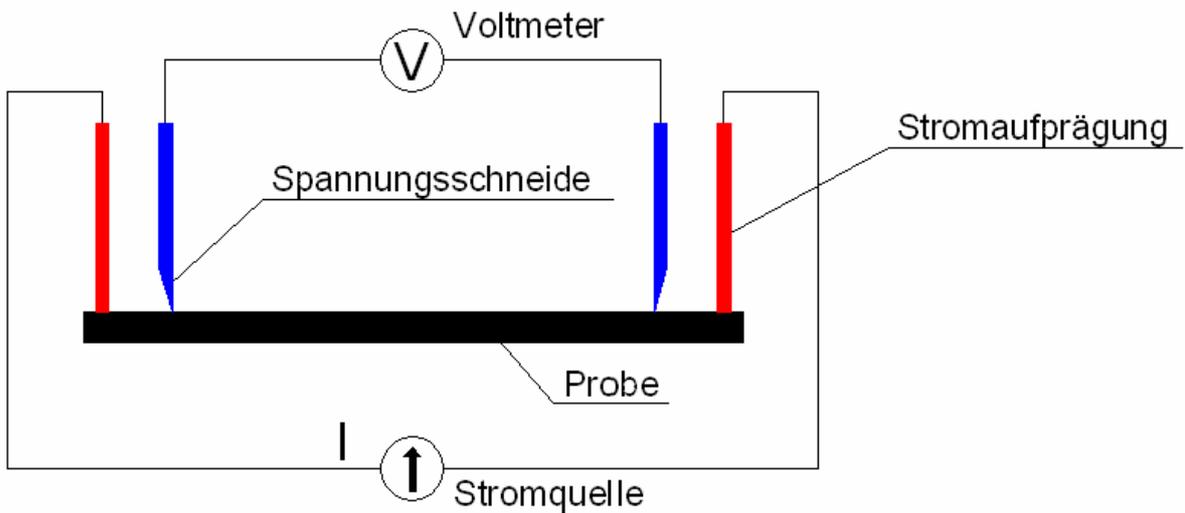


Abbildung 2-2 Kontaktierung der Probe bei der Vierpunktmethode [4]

Im Vergleich zur Zweipunktmethode wird die Probe nun an vier Punkten kontaktiert (Abbildung 2-2). Über die äußeren beiden Kontakte wird ein konstanter Strom aufgeprägt. Zwei innere Kontakte greifen den Spannungsabfall zwischen den beiden Spannungsschneiden ab. Die Anwendung der Methode liefert den elektr. Widerstand der Probe zwischen den Spannungsschneiden. Um den Widerstand der gesamten Probe zu erhalten müsste die Stromaufprägung im Gegensatz zu Abbildung 2-2 nicht von oben sondern von der Seite erfolgen und die Spannungsschneiden müssten nach außen an den Rand verschoben werden.

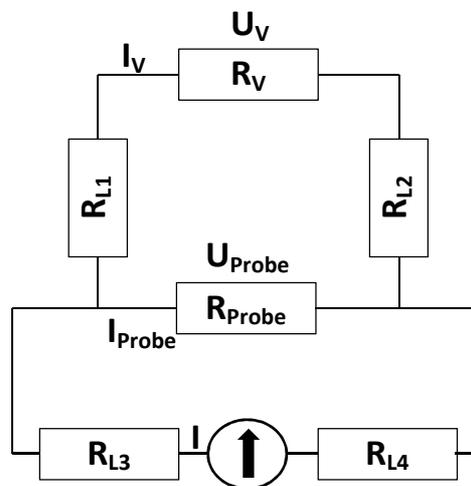


Abbildung 2-3 Ersatzschaltbild Vierpunktmethode

Das Ersatzschaltbild der in Abbildung 2-3 dargestellten Methode berücksichtigt auch die Leitungswiderstände $R_{L1} - R_{L4}$ und die Charakteristik des Voltmeters (R_V).

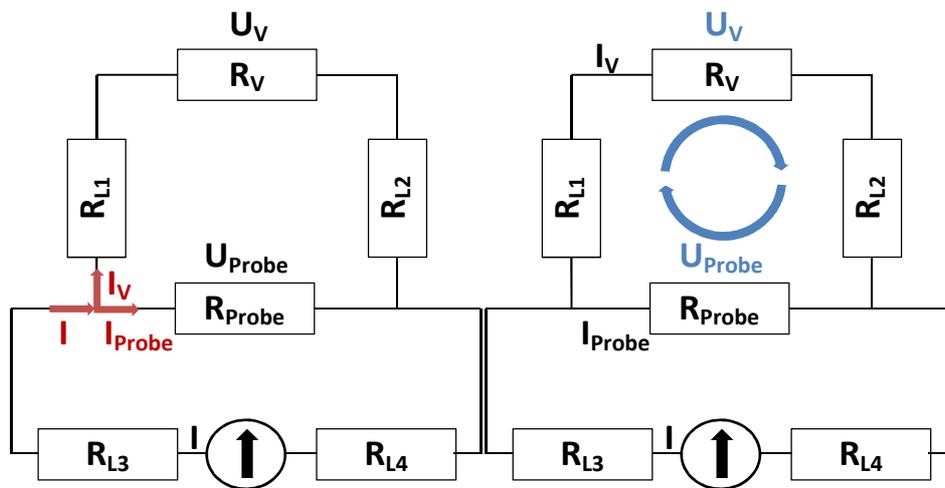


Abbildung 2-4 Aufteilung von Strom und Spannung nach Knoten und Maschenregel von Kirchhoff

Bei Anlegen des Konstantstroms I teilt sich der Strom gemäß der Knotenregel von Kirchhoff auf (Abbildung 2-4) in I_V (Strom durch das Voltmeter) und I_{Probe} (Strom durch die Probe). Der Spannungsabfall an der Probe berechnet sich somit aus:

$$U_{Probe} = I_{Probe} \cdot R_{Probe} = (I - I_V) \cdot R_{Probe} \quad (2.22)$$

Nach der Maschenregel von Kirchhoff addieren sich alle auftretenden Spannungen in einer geschlossenen Masche zu Null. U_{Probe} kann daher auch formuliert werden als:

$$U_{Probe} = U_{L1} + U_V + U_{L2} \quad (2.23)$$

$$U_{Probe} = I_V \cdot (R_{L1} + R_V + R_{L2}) \quad (2.24)$$

Gleichsetzen von (2.22) und (2.24) liefert:

$$(I - I_V) \cdot R_{Probe} = I_V \cdot (R_{L1} + R_V + R_{L2}) \quad (2.25)$$

$$I_V = \frac{I \cdot R_{Probe}}{R_{L1} + R_V + R_{L2} + R_{Probe}} \quad (2.26)$$

Für den Spannungsabfall am Voltmeter gilt:

$$U_V = I_V \cdot R_V \quad (2.27)$$

$$U_V = \frac{I \cdot R_{Probe}}{R_{L1} + R_V + R_{L2} + R_{Probe}} \cdot R_V \quad (2.28)$$

Es ist nun sinnvoll folgenden Faktor einzuführen:

$$1 - \alpha = \frac{R_V}{R_{L1} + R_V + R_{L2} + R_{Probe}} \quad (2.29)$$

$$\alpha = \frac{R_{L1} + R_V + R_{L2} + R_{Probe}}{R_{L1} + R_V + R_{L2} + R_{Probe}} - \frac{R_V}{R_{L1} + R_V + R_{L2} + R_{Probe}} \quad (2.30)$$

$$\alpha = \frac{R_{L1} + R_{L2} + R_{Probe}}{R_{L1} + R_V + R_{L2} + R_{Probe}} \quad (2.31)$$

Die Summe der Leitungswiderstände und des Probenwiderstands im Zähler von Gleichung (2.31) wird maximal im Bereich von einigen Ohm liegen. Im Nenner wird zu dieser Summe noch der Widerstand des Voltmeters addiert, welcher absolut dominant ist und zu einem Wert des Nenners im Mega- oder Gigaohm-Bereich führt. Die Konstante α hat daher eine Größenordnung von 10^{-6} bis 10^{-9} . Selbst wenn sich diese Größenordnung um zwei weitere Zehnerpotenzen vergrößert ist α vernachlässigbar klein. Deshalb kann ohne das Ergebnis maßgeblich zu verfälschen angenommen werden:

$$\alpha \ll 1 \quad (2.32)$$

Setzt man nun (2.29) in (2.28) ein erhält man:

$$U_V = I \cdot R_{Probe} \cdot (1 - \alpha) \quad (2.33)$$

Unter Berücksichtigung von Gleichung (2.32) führt dies zu

$$U_V = I \cdot R_{Probe} \quad (2.34)$$

$$R_{Probe} = \frac{U_V}{I} \quad (2.35)$$

Der Widerstand der Probe kann also ganz einfach gemessen werden, indem man einen konstanten Strom I fließen lässt und den Spannungsabfall U_V am Voltmeter abliest. Solange die Widerstände der Probe und der Zuleitungen deutlich kleiner als der Widerstand des Voltmeters sind können diese bei einem Aufbau gemäß Abbildung 2-2 völlig vernachlässigt werden.

2.4. Stromverteilung im elektrischen Leiter

Bei Anwendung der in Kapitel 2.3.2 verwendeten Vierpunktmethode ist es wichtig, dass ab dem Punkt, an welchem die Spannung abgegriffen wird, die Stromdichte homogen über den gesamten Leiterquerschnitt ist, da dies im Integral in Gleichung (2.14) voraussetzt wird. Ist sie nicht homogen müsste man die Stromverteilung in Abhängigkeit vom Ort in der Probe kennen. Diese kann zwar prinzipiell simuliert werden, in der Praxis ist das aber zeitaufwendig und schwer realisierbar.

Ein wesentlich einfacherer Ansatz besteht darin eine Simulation durchzuführen, welche den Strom „Zuleiter – Probe – Ableiter“ fingiert. Der Strom wird sich nicht unmittelbar an der Grenzfläche zwischen Zuleiter und Probe homogen über den Probenquerschnitt ausbreiten. Ist aber bekannt bei welchem Abstand vom Zuleiter sich der Strom in der Probe homogenisiert hat können ab diesem Punkt die Spannungsschneiden zur Spannungsmessung aufgesetzt werden.

Ein homogener Strom geht mit einem homogenen elektrischen Feld im Leiter einher (Gleichung (2.7)). Das elektrische Feld kann auch durch ein Skalarfeld beschrieben werden, dem elektrischen Potential [2].

$$\vec{E} = -\vec{\nabla} U \tag{2.36}$$

$\vec{\nabla}$ Nabla-Operator $\vec{\nabla} = \begin{pmatrix} \frac{\partial}{\partial x} \\ \frac{\partial}{\partial y} \\ \frac{\partial}{\partial z} \end{pmatrix}$

U.....Elektrisches Potential

Gibt man also ein elektrisches Potential vor kann daraus das elektrische Feld (Gleichung (2.36)) und der Strom (Gleichung (2.7)) berechnet werden. Weiters sagt Gleichung (2.36) aus, dass die Flächen konstanten Potentials (Äquipotentialflächen) überall senkrecht auf die elektrischen Feldlinien und somit auf die Stromdichte stehen. Der Strom fließt also senkrecht zur den Äquipotentialflächen.

Die Simulation des Problems wurde mit dem Softwarepaket *EleFAnT2D* (Electromagnetic Field Analysis Tool) durchgeführt. Es wurde am Institut für theoretische Elektrotechnik von Istvan Bardi, Oszkar Biro und Kurt Preis entwickelt. Die Software verwendet die Finite Elemente Methode um zahlreiche Probleme aus der theoretischen Elektrotechnik zu behandeln. Diese Methode ist ein weit verbreitetes Verfahren zum Lösen partieller Differentialgleichungen, indem ein betrachtetes Gebiet, in welchem die partielle Differentialgleichung gelöst werden soll, in viele kleine Teilgebiete zerlegt wird. Das numerische Verfahren liefert Näherungsfunktionen, die im besten Fall das Problem sehr gut, jedoch nicht exakt lösen.

Für die Modellierung unseres speziellen Problems ist es notwendig den Leiter und dessen Anschlüsse zu modellieren.

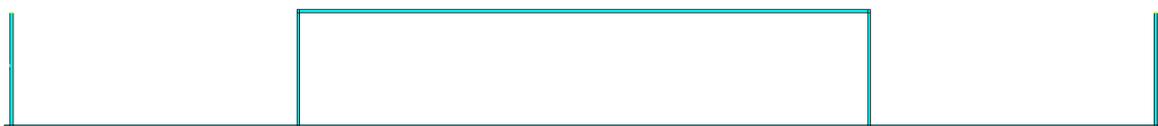


Abbildung 2-5 Modell der Probe mit elektrischen Zuleitern und angeschlossenem Voltmeter

In Abbildung 2-5 ist das in *EleFAnT2D* erzeugte Modell einer Probe, die mit Vierpunktmethode (Kapitel 2.3.2) kontaktiert wurde, dargestellt. Die Kontakte zur Spannungsmessung sind scheinbar kurzgeschlossen, tatsächlich nimmt das Verbindungsstück in weiterer Folge die Rolle des Voltmeters ein.

Zur Vereinfachung des Problems und aufgrund der Probensymmetrie ist es sinnvoll die Simulation im zweidimensionalen Raum durchzuführen. Die Modellierung erfolgt also über das Zeichnen von Flächen. Diese Flächen werden in einzelne Segmente unterteilt, denen verschiedene Leitfähigkeiten zugeordnet werden können. In Abbildung 2-5 haben alle Segmente dieselbe Leitfähigkeit. Die Ausnahme bildet das Verbindungsstück zwischen den Zuleitern der Spannungsmessung. Die Leitfähigkeit in diesem Bereich wurde so festgelegt, dass der Gesamtwiderstand bei $20 \text{ M}\Omega$ liegt. Dieser hohe Widerstand entspricht der Größenordnung des Innenwiderstandes eines Voltmeters. Der Strom über das Verbindungsstück sollte daher vernachlässigbar klein im Vergleich zum Strom in der Probe sein. Die Leitfähigkeit der Umgebung aller elektrischen Leiter ist null.

Damit sich ein stationärer Strom einstellt muss an den Strom-Zuleitern ein konstantes Potential (z.B. 0 V und 10 V) angegeben werden (Randbedingungen).

Die relevante Fragestellung bei der durchgeführten Simulation ist nicht die Höhe des Stroms, sondern dessen Verteilung. Deshalb ist es unwichtig ob eine hohe oder eine niedrige Spannung angelegt wird. Auch die genaue Größe der Leitfähigkeit des Materials ist irrelevant, solange diese deutlich besser ist (Faktor 10^6) als die Leitfähigkeit des Verbindungsstücks, welches das Voltmeter simuliert, und solange die Umgebung nichtleitend ist. Eine Änderung der Spannung oder der Leitfähigkeiten führt an einem Punkt im Leiter jeweils nur zu einer Änderung des Betrags, aber nicht der Richtung der Stromdichte.

Die Zuleiter und die Probe in Abbildung 2-5 haben eine Dicke von je $0,5 \text{ mm}$. Die Länge der Probe beträgt 20 cm . Diese Abmessungen wurden so gewählt, dass sie ca. den Probenabmessungen, die die zu konstruierende Anlage (Kapitel 3) benötigt, entsprechen. Da beabsichtigt wird nicht nur Drähte sondern auch Stäbe zu vermessen, wurden auch Simulationen für größere Probendurchmesser durchgeführt.

Im Folgenden betrachten wir Detailansichten im Bereich der Kontaktstelle des Strom-Zuleiters und der Probe (Bereich links unten in Abbildung 2-5):

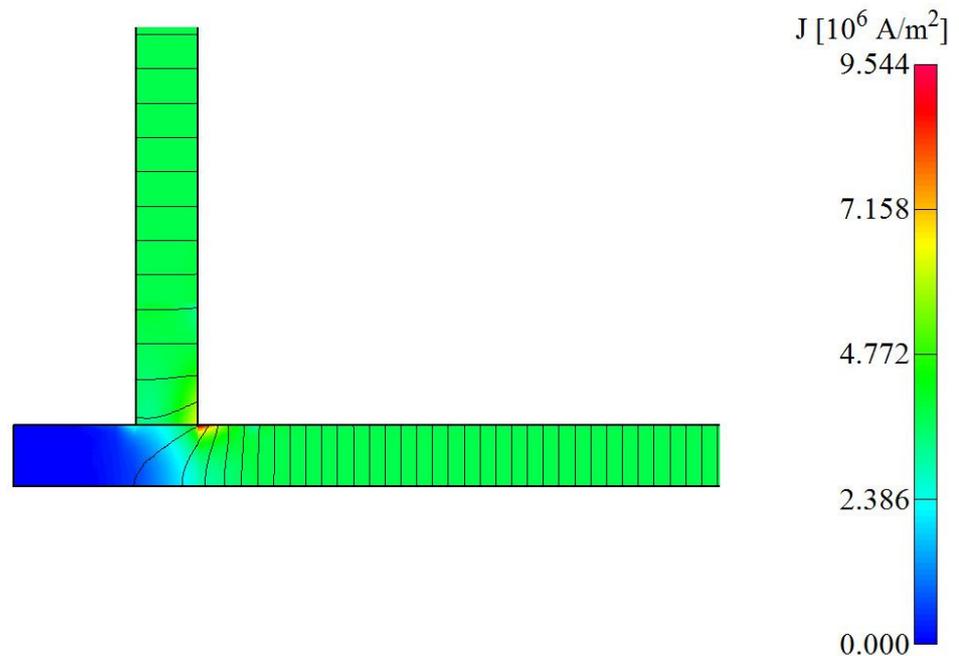


Abbildung 2-6 Stromdichte und Äquipotentiallinien, Probendicke 0,5 mm

In Abbildung 2-6 sehen wir eine Probe, die denselben Durchmesser wie der Zuleiter hat. Der Farbverlauf kennzeichnet die Stromdichte. Eine homogene Stromdichte ist noch besser an den Äquipotentiallinien zu erkennen. Sind diese parallel zueinander fließt ein homogener Strom. Die Probe in Abbildung 2-6 zeigt bereits 0,5 mm hinter der Kontaktstelle parallele Äquipotentiallinien. Der Strom muss quasi nur um eine Kurve fließen und bevorzugt dabei den kürzesten Weg am Eckpunkt. Die rote Farbe an dieser Stelle zeigt eine hohe Stromdichte an. Im linken Probenbereich fließt kein Strom (dunkelblauer Bereich), da sich hier das Endstück der Probe befindet. Werden also mit der Vierpunktmethode 0,5 mm Drähte vermessen, kann bereits 0,5 mm nach dem Strom-Zuleiter der Kontakt für die Spannungsmessung gesetzt werden.

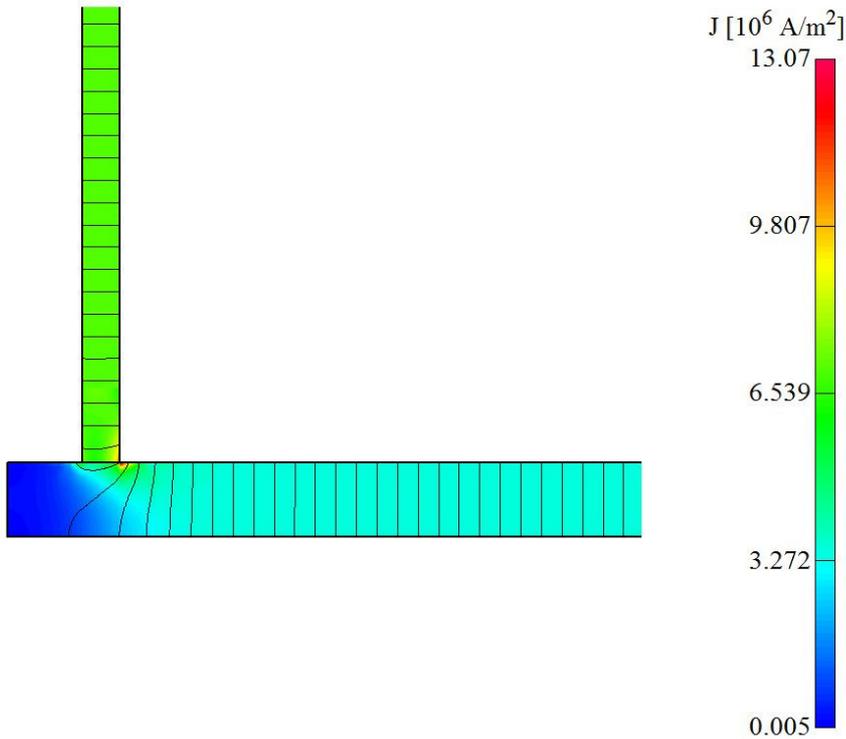


Abbildung 2-7 Stromdichte und Äquipotentiallinien, Probendicke 1 mm

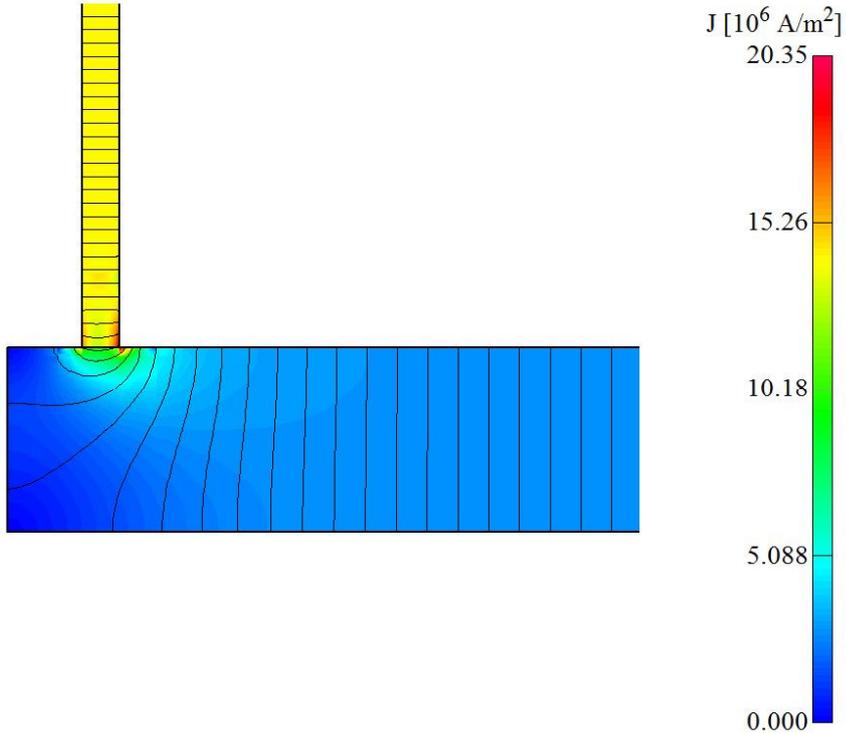


Abbildung 2-8 Stromdichte und Äquipotentiallinien, Probendicke 2,5 mm

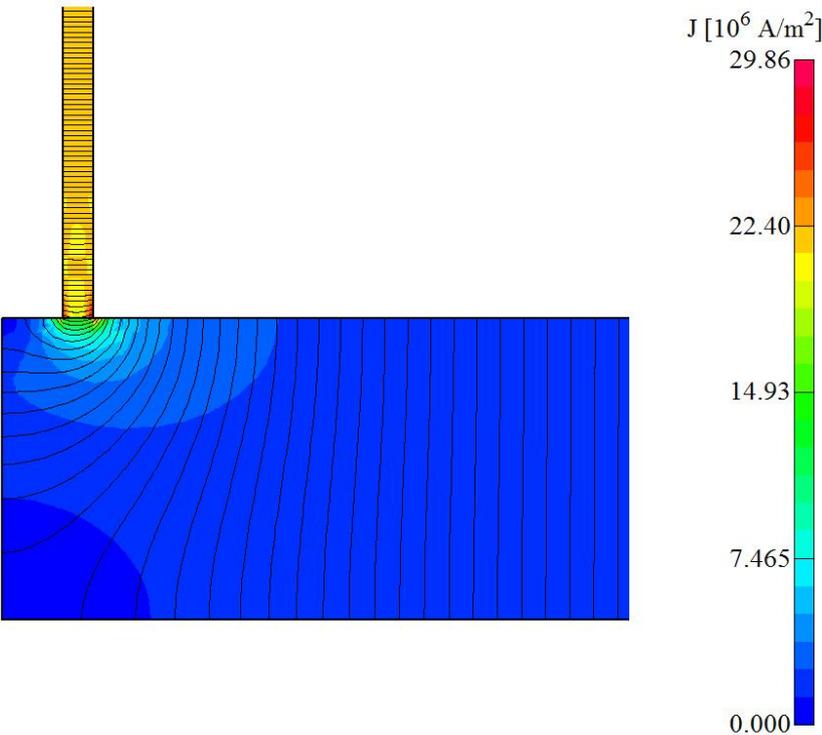


Abbildung 2-9 Stromdichte und Äquipotentiallinien, Probendicke 5 mm

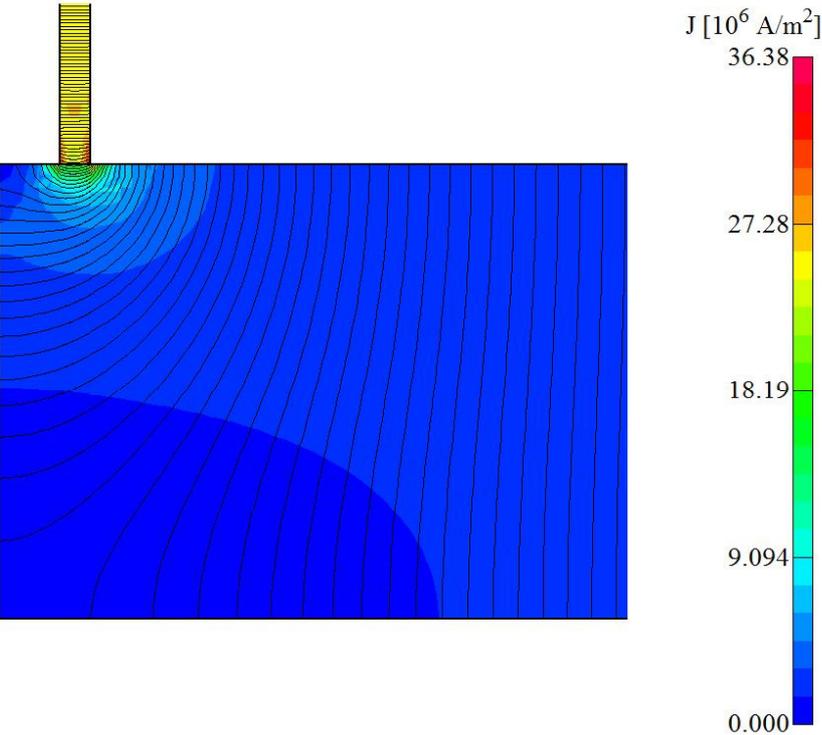


Abbildung 2-10 Stromdichte und Äquipotentiallinien, Probendicke 7,5 mm

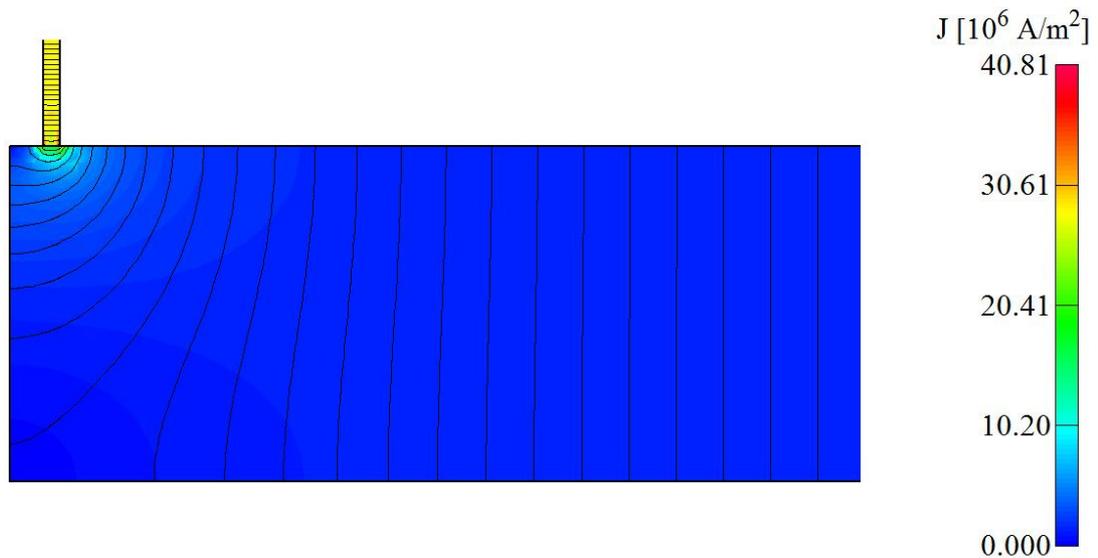


Abbildung 2-11 Stromdichte und Äquipotentiallinien, Probendicke 10 mm

Abbildung 2-7 bis Abbildung 2-11 zeigen weitere Simulationen mit unterschiedlichen Probendicken. Während sich in Abbildung 2-7 noch ein ähnliches Bild wie in Abbildung 2-6 zeigt wird die Stromverteilung im Bereich der Kontaktstelle mit zunehmendem Durchmesser der Probe inhomogener. In allen Abbildungen wurde der Abstand vom Strom-Zuleiter gemessen, bei welchem die Äquipotentiallinien parallel verlaufen.

Tabelle 2-1 Zusammenhang zwischen Probendicke und empfohlenem Abstand der Kontaktierung

Probendicke / mm	Empfohlener Abstand / mm
0,5	0,5
1	1
2,5	5
5	10
7,5	13
10	16

Um völlig sicher zu sein, dass der Strom am Punkt der Spannungsabnehmer homogen ist wurde bei allen Probenkontaktierungen im Verlauf dieser Diplomarbeit unabhängig von der Dicke der Probe ein Abstand von ca. 20 mm zwischen Strom- und Spannungs-Kontakten eingehalten.

Für dicke Proben verbessert eine zusätzliche Strom-Kontaktierung von unten das Ergebnis, da dann von beiden Seiten Strom auf die Probe fließen kann und die höhere Symmetrie einen

homogeneren Strom zur Folge hat. Diese Erkenntnis war maßgeblich in den Konstruktionsüberlegungen einer Anlage, die auf dicke Proben beschränkt ist (Kapitel 3.27).

Der letzte zu klärende Punkt ist der Einfluss des Voltmeters auf die Stromdichte im Leiter im Bereich der Kontaktierung.

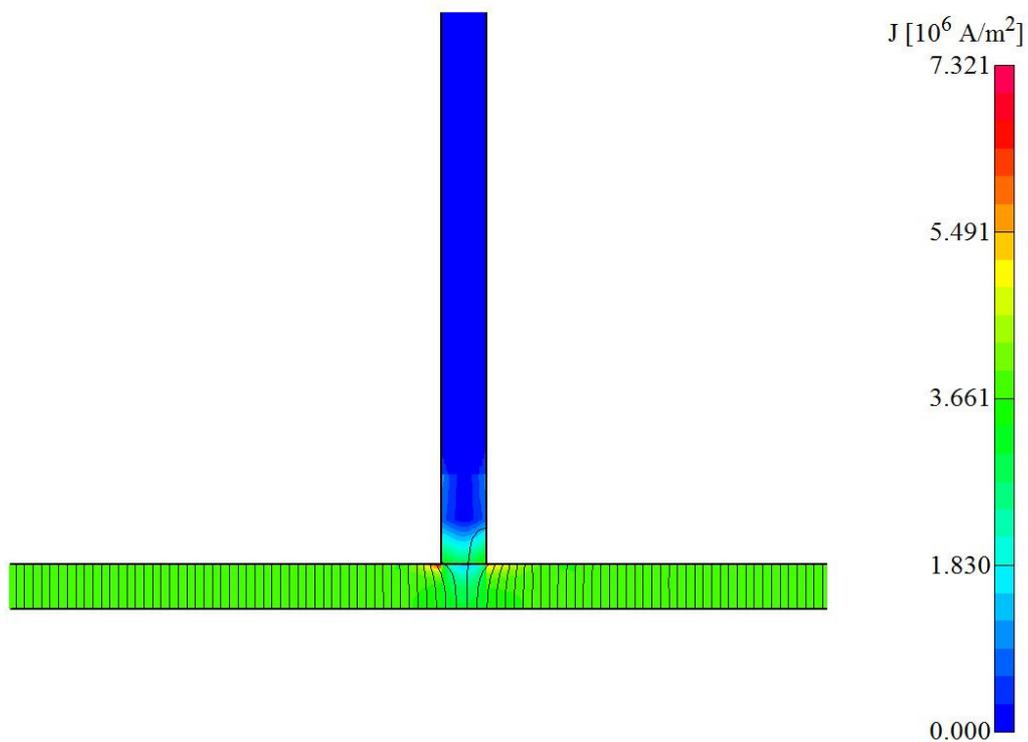


Abbildung 2-12 Stromdichte und Äquipotentiallinien im Bereich des Spannungsabnehmers, Probendicke 0,5 mm

Wie erwartet fließt kein nennenswerter Strom in Richtung Voltmeter. Die Stromdichteverteilung in der Probe wird in der dünnen Probe nur lokal gestört. Bei größeren Probendurchmessern ist die Störung noch kleiner, da sie auf den Bereich der Kontaktierung beschränkt ist.

3. Anlagen-Planung/Aufbau

3.1. Zielsetzung

Das Ziel der Anlage ist es den spez. elektr. Widerstand von zylinderförmigen metallischen Proben mit einer Länge von ca. 20 cm und einem Durchmesser von 0,25 mm bis zu 6 mm in einem Temperaturbereich von Raumtemperatur bis 1100 °C unter Argon Atmosphäre zu bestimmen. Die Proben sollen also als Draht oder als dünner Stab vorliegen.

Bei der Konstruktion sollte besonderer Wert auf folgende Gesichtspunkte gelegt werden:

- Kleine Messunsicherheit: Die Messunsicherheit der Anlage soll möglichst unter einem Prozent liegen.
- Rascher Probenwechsel: Der Einbau einer Probe soll in wenigen Minuten erfolgen können.
- Robustheit: Die Anlage soll stabil in Bezug auf mechanische und thermische Einflüsse sein.
- Wartbarkeit: Defekte Anlagenteile und vor allem Verschleißteile sollen rasch gewechselt werden können.
- Automatische Steuerung: Nach Festlegung der Messparameter soll die Anlage völlig selbstständig die Temperatur regeln und Messwerte aufzeichnen.
- Automatische Datenauswertung: Die aufgezeichneten Daten sollen einfach und rasch ausgewertet werden können und in Form eines Berichts vorliegen.

3.2. Ausgangssituation

Bereits im Jahr 2008 wurde eine ähnliche Anlage von Herrn Dipl.-Ing. Peter Kerschenbauer im Rahmen seiner Diplomarbeit [4] konstruiert und aufgebaut. Die Anlage war die erste ihrer Art am Institut für Experimentalphysik und hatte in vielerlei Hinsicht Prototyp Charakter.

Es konnte damals gezeigt werden, dass das Messprinzip gut funktionierte und die Messwerte mit Literaturwerten gut übereinstimmten. Die Anlage zeigte jedoch erhebliche Unsicherheiten bei Temperaturen über 900 °C, da die Messwerte der Spannungsmessung stark verrauscht waren.

Ein weiterer negativer Gesichtspunkt war der hohe Wartungsaufwand der Anlage. Die verwendete Konstruktion war bei häufigem Probenwechsel anfällig auf mechanische Beschädigungen und ebenso empfindlich auf rasche Temperaturwechsel im Fall einer schnellen Abkühlrate.

Die Konstruktion der Anlage hatte daher von Grund auf neu zu erfolgen. In jedem Fall hat die Arbeit von Herrn Kerschenbauer sehr wichtige Erfahrungswerte und Anregungen in Bezug auf Messung, Materialauswahl und Konstruktion geliefert.

3.3. Verwendete Materialien

Die hohen Temperaturen verlangen nach Materialien, die unter den gegebenen Bedingungen mechanisch und thermisch stabil und chemisch beständig sind.

3.3.1. Quarzglas

Normalglas erweicht bereits bei Temperaturen ab ca. 700 °C und ist daher ungeeignet in Anbetracht der gestellten Anforderungen.

Quarzglas besteht aus reinem Siliziumoxid. Im Gegensatz zu Normalglas wird also kein Soda oder Calciumoxid beigemischt. Das in der Anlage verbaute Quarzglas Marke *SILUX* [5] erweicht erst ab ca. 1730 °C und weist zudem einen extrem niedrigen Wärmeausdehnungskoeffizienten von $5,1 \cdot 10^{-7} 1/K$ auf. Durch die geringe Wärmeausdehnung ist ein rascher Temperaturwechsel für das Material kein Problem, da kaum mechanische Spannungen innerhalb des Materials auftreten. Um dies zu überprüfen wurde ein Quarzglasrohr auf 1100 °C erhitzt und anschließend rasch aus dem Ofen gezogen. Das Rohr zerbrach erwartungsgemäß nicht.

Weitere wichtige Eigenschaften sind der hohe spez. elektr. Widerstand auch bei hohen Temperaturen ($10^{20} \Omega m$ bei 20 °C, $10^8 \Omega m$ bei 1000 °C) und die hohe chemische Beständigkeit.

Ein Nachteil ist die schwierige Bearbeitbarkeit von Quarzglas.

3.3.2. Keramiken

Keramiken gibt es für die unterschiedlichsten Anwendungsbereiche. Speziell im Hochtemperaturbereich bietet sich Aluminiumoxid an. Aluminiumoxid weist ähnliche Vorteile wie Quarzglas auf, ist aber auch ähnlich schwer zu bearbeiten. Da Spezialwerkzeuge für die Bearbeitung (z.B. Wasserstrahlschneidemaschine) nicht zur Verfügung standen hätten Bauteile von einer externen Firma gefertigt werden müssen, was hohe Kosten verursacht hätte. Würden außerdem Ersatzteile benötigt müssten diese wieder extra bestellt werden was zu langen Ausfallzeiten führen kann.

Ein Kompromiss besteht in der Verwendung von Platten aus gepresstem Aluminiumoxid-Pulver (Marke *Rescor 360H*). Der Nachteil der schwierigen Bearbeitbarkeit fällt bei diesen Platten weg. Sie können mit einem scharfen Messer zugeschnitten und einfach gebohrt werden. Leider liegt hier auch der größte Nachteil, da Bauteile zwar einfach zu fertigen sind, jedoch aufgrund der fehlenden mechanischen Beständigkeit oft ersetzt werden müssen. Zudem müssen sie vor der ersten Verwendung an Raumluft ausgeheizt werden.

Für stabile Bauteile standen zudem Brennplatten (Keramikplatten) zur Verfügung, die bereits im Prototyp von Herrn Dipl.-Ing. Kerschenbauer zum Einsatz kamen [4]. Die thermischen und elektrischen Eigenschaften waren zufriedenstellend und auch die mechanische Bearbeitbarkeit war gegeben. Lediglich die chemische Zusammensetzung war bislang unbekannt. Aus diesem Grund wurde von Herrn Dr. Ulrich Brossman am Institut für Materialphysik eine XRD-Analyse des Materials durchgeführt (Analyse siehe Anhang A.2). Die Keramik besteht aus Mullit, Cäsium-Magnesium-Aluminium-Silicat und Calcit.

Für Drahtisolierungen innerhalb der Anlage gibt es preisgünstige Aluminiumoxid-Röhrchen im Handel, die über die Leiter gestülpt werden können (Kapitel 3.11).

3.3.3. Edlstahl

Edelstahl des Typs V2A wird in der Anlage für elektrische Kontaktierungen, Schrauben (teilweise V4A), Muttern und im Trägersystem verwendet. Er schmilzt erst bei ca. 1450 °C und ist gut bearbeitbar. Eine weitere wichtige Eigenschaft ist die gute Beständigkeit gegenüber Oxidation.

3.3.4. Molybdän

Molybdän schmilzt erst bei ca. 2620 °C. Drähte aus Molybdän mit einem Durchmesser von 0,5 mm wurden für die elektrischen Zuleitungen in der Anlage verwendet. Sie blieben auch nach mehreren Aufheizzyklen mechanisch stabil und mussten bis zum Ende der Masterarbeit (ca. 25 Aufheizzyklen) nie ersetzt werden.

3.4. Einflüsse der Umgebungsatmosphäre

Um die metallischen Proben beim Erhitzen vor Oxidation zu schützen ist es notwendig die Anlage vor Inbetriebnahme zu evakuieren und anschließend mit Argon zu spülen. Dieser Vorgang wird grundsätzlich vor jeder Messung dreimal wiederholt. Während einer Messung muss die Anlage ständig mit Argon gespült werden. Alternativ könnte man die Messung im Vakuum durchführen. Um diese Annahme zu überprüfen wurde eine Probe aufgeheizt während die Drehschieberpumpe eingeschaltet blieb. Obwohl der Druck in der Anlage laut Manometer im 10^{-3} mbar Bereich lag zeigte die Probe beim Ausbauen starke Anzeichen von Oxidation. Der Sauerstoffanteil in der Anlage war offensichtlich weiterhin zu hoch. Der erreichte Druck markiert aber die untere Grenze der verwendeten Drehschieberpumpe. Eine Turbomolekularpumpe zur weiteren Erniedrigung des Drucks stand nicht zur Verfügung.

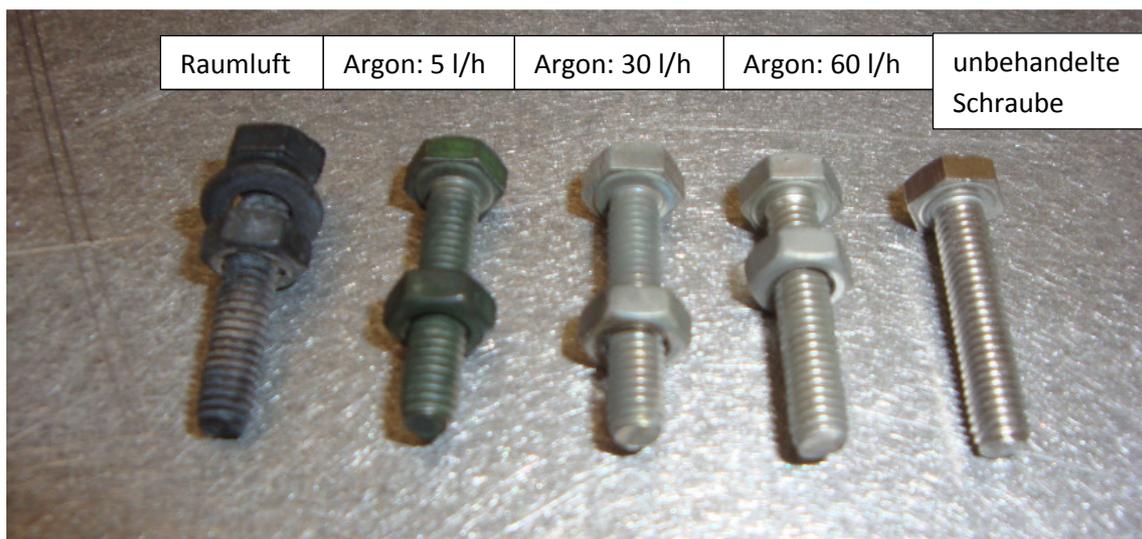


Abbildung 3-1 Edelstahlschrauben nach Wärmebehandlung bei verschiedenen Argon Durchflussraten

Um zu klären wie hoch die Durchflussrate des Argons sein muss um Oxidationserscheinungen an den Proben zu verhindern wurden Edelstahlschrauben während des Aufheizens auf 1100 °C verschiedenen Durchflussraten ausgesetzt (Abbildung 3-1). Edelstahl ist an und für sich gegen Oxidation sehr beständig, doch bei hohen Temperaturen reagiert auch Edelstahl mit Sauerstoff. Die äußerst linke Schraube in Abbildung 3-1 wurde unter Raumluft erhitzt. Die oberen Schichten der Schraube sind völlig oxidiert und blättern ab. Die dicke Oxidschicht verhindert die Stromleitung. Je höher der Durchfluss eingestellt wurde, desto geringer waren die Oxidationserscheinungen an den Proben.

Um möglichst wenig Sauerstoff in der Anlage zu haben empfiehlt sich also eine hohe Durchflussrate. Dies würde aber nicht nur hohe Betriebskosten der Anlage verursachen, sondern vor allem auch die homogene Temperaturverteilung im Zentrum der Anlage stören.

Ein guter Kompromiss zeigte sich bei einer Durchflussrate von ca. 30 l/h. Bei allen Messungen wurde dieser Durchfluss verwendet. Nach zahlreichen Einsätzen bei Messungen werden die Schrauben langsam dunkler und sollten erneuert werden bevor die Oxidschicht die Stromleitung verhindert.

Anmerkung: Es ist nicht sinnvoll die Anlage zu evakuieren, danach mit Argon zu fluten und dann gasdicht zu verschließen. Dies hat zwei Gründe: Der Druck in der Anlage wird nach dem Gesetz von Amontons ($\frac{p_1}{p_2} = \frac{T_1}{T_2}$) proportional zur Temperatur in der Anlage steigen. Somit wird sich der Druck bei einer Temperaturerhöhung von Raumtemperatur auf 1100 °C (1373 K) auf ca. 4,7 bar erhöhen. Die Anlage ist für Überdruck jedoch nicht ausgelegt und es besteht die Gefahr, dass das Quarzglasrohr brechen könnte. Herumfliegende Glassplitter würden eine erhebliche Gefahr für den Betreiber der Anlage darstellen. Da die Anlage durch die Kleinflansch-Schnellverbindungen nicht hundertprozentig zur Umgebung abgedichtet werden kann, ist außerdem damit zu rechnen, dass Argon bei steigendem Druck aus der Anlage austreten wird. Beim Abkühlen fehlt das ausgetretene Argon, was zu einem geringeren Druck im Rohr führt, was wiederum das Eindringen von Sauerstoff erleichtert.

3.5. Software für Planung

Von Anfang an war klar, dass eine ausführliche Planung eine 3D-CAD Software voraussetzt, mit Hilfe welcher man die komplette Anlage im Vorfeld entwerfen kann. Hierfür wurde die Software *Pro Engineer* der Firma PTC verwendet. Alle Modellzeichnungen der folgenden Kapitel wurden mit dieser Software erstellt.

Die gezeichneten Bauteile sind keine Skizzen, sondern exakte Modelle. Sie wurden zu technischen Zeichnungen konvertiert um von den Mitarbeitern in der institutseigenen Werkstatt gefertigt werden zu können. Alle technischen Zeichnungen zu allen Bauteilen befinden sich im Anhang A.5.

Die Modelle enthalten oft Falschfarben. So kann es beispielsweise vorkommen, dass Edelstahl braun dargestellt wird. Dies dient der besseren Unterscheidbarkeit der einzelnen Komponenten. Die tatsächlich verwendeten Materialien werden in den Folgekapiteln und den technischen Zeichnungen im Anhang immer angegeben.

3.6. Schematisches Konzept der Anlage

Die Anlage setzt sich schematisch folgendermaßen zusammen:

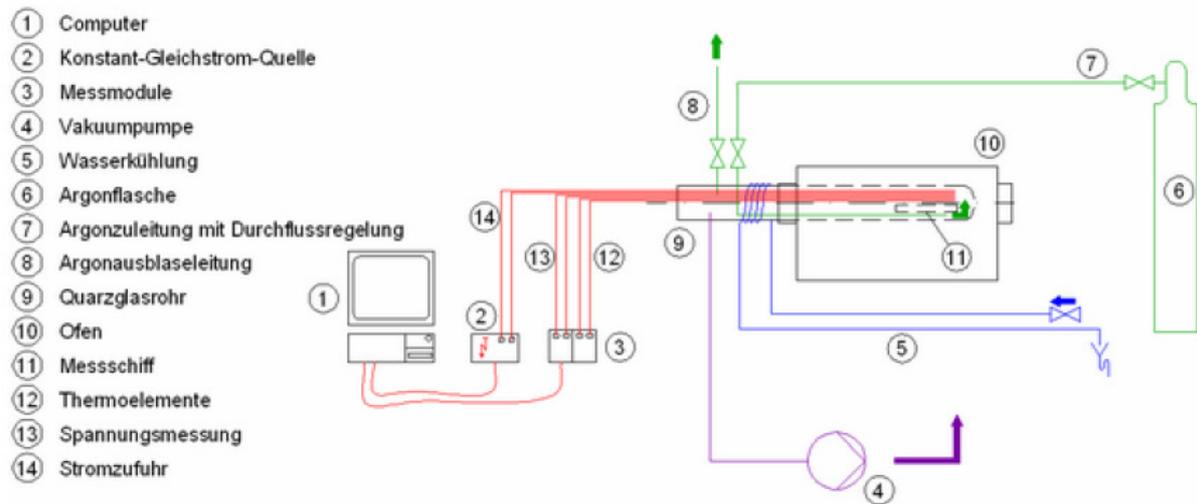


Abbildung 3-2 Schematischer Aufbau der Anlage [4]

3.7. Rohrofen

Zur Erreichung des angestrebten Temperaturbereichs steht ein Rohrofen (Typ: Heraeus, RO-4/50) zur Verfügung. Das Ofenrohr aus Aluminiumoxid ist auf einer Länge von ca. 40 cm mit Heizdrähten umwickelt und nach außen hin gut isoliert. So können innerhalb des Ofenrohres Temperaturen bis zu 1100 °C erreicht werden, das Gehäuse des Ofens selbst wird aber nicht heiß.

Die maximale Heizrate des Ofens beträgt ca. 14 K/min. Bei Temperaturen über 700 °C nimmt die Heizrate langsam etwas ab und beträgt ab 1000 °C nur noch 10 K/min. Dies stellt jedoch kein Problem dar, da bei den Messungen kleinere Heizraten (4-5 K/min) zu bevorzugen sind, da man so eine homogenere Temperaturverteilung in der Anlage erreicht. Das Abkühlen des Ofens kann nicht gesteuert werden. Durch die gute Isolierung des Ofens kühlt der Ofen langsam ab (ca. einige K/min). Bei Temperaturen kleiner 200 °C ist die Abkühlrate deutlich geringer.

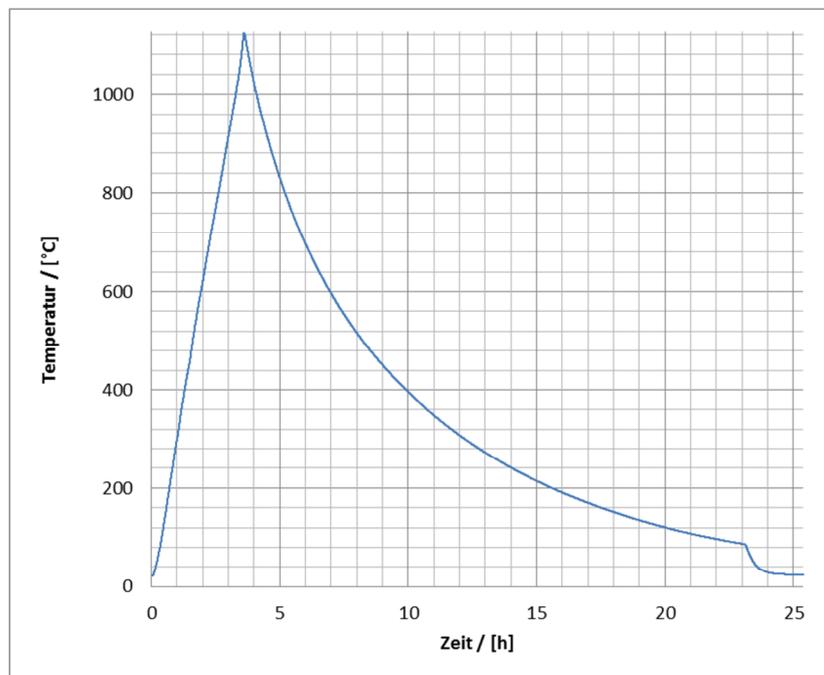


Abbildung 3-3 Typischer Temperaturverlauf bei einer Messung

In Abbildung 3-3 ist der Temperaturverlauf einer typischen Messung dargestellt. Zuerst steigt die Temperatur mit einer konstanten Heizrate. Nach Abschaltung des Ofens sinkt die Temperatur. Da die Abkühlrate ab ca. 100 °C nur noch sehr klein ist kann die Anlage aus dem Ofen herausgezogen werden was in Abbildung 3-3 nach 23 h gemacht wurde.

Im Zentrum des Rohres wird auf einer Länge von 20 cm eine homogene Temperaturverteilung erreicht. Die Probe muss genau in diesem Bereich platziert werden, womit die Länge der Probe bereits im Vorfeld eingeschränkt ist. Das Rohr hat einen Durchmesser von nur ca. 40 mm. Die zu konstruierende Anlage muss daher äußerst platzsparend konzipiert werden.

3.7.1. Steuereinheit

An der Steuereinheit des Ofens kann im Bedienfeld eine beliebige Temperatur zwischen Raumtemperatur und 1100 °C eingestellt werden. Diese wird dann mit der höchstmöglichen Heizrate erreicht. Da die Steuereinheit auch als Regler arbeitet wird die Zieltemperatur kaum überschritten. Der interne Regler senkt die Heizrate wenn sich die Ofentemperatur der Zieltemperatur nähert.

Die Temperatur kann auch extern vorgegeben werden. Innerhalb des Gehäuses der Steuereinheit finden sich zwei Kabelanschlüsse an der Rückseite der Reglereinheit. Die Temperatur kann nun vorgegeben werden indem man einen Konstantstrom zwischen 0 mA (entspricht 0 °C) und 20 mA (entspricht 1100 °C) fließen lässt. Der Zusammenhang zwischen Strom und Temperatur ist streng linear. Die Regelung erfolgt weiterhin durch den Regler des Steuergeräts.

Um die Temperatur mit dem PC steuern zu können wurde ein Modul angeschafft (National Instruments 9265) welches über einen analogen Stromausgang verfügt (0 - 20 mA, 16 bit Auf-

lösung) und per USB-Schnittstelle mit dem PC verbunden werden kann. Der Ausgangs-Strom und somit die Temperatur können so bequem über *LabView* gesteuert werden.

3.8. Probenhalterung

Um eine optimale mechanische Stabilität der Anlage zu gewährleisten wurde der Ansatz verfolgt eine Probenhalterung zu konstruieren, in welche die Probe außerhalb der eigentlichen Anlage montiert werden soll. Anschließend soll dann die Probenhalterung ohne große mechanische Beanspruchung in die Anlage eingesetzt werden können.

Der Abstand der Spannungsschneiden soll möglichst genau und komfortabel vermessen werden können. Da die Probenhalterung aus der Anlage herausnehmbar ist, kann sie an einen Ort mit guten Lichtverhältnissen und Messvorrichtungen zur Bestimmung des Abstands der Spannungsschneiden gebracht werden, völlig unabhängig davon wo die eigentliche Anlage aufgestellt wird.

3.8.1. Oberteil

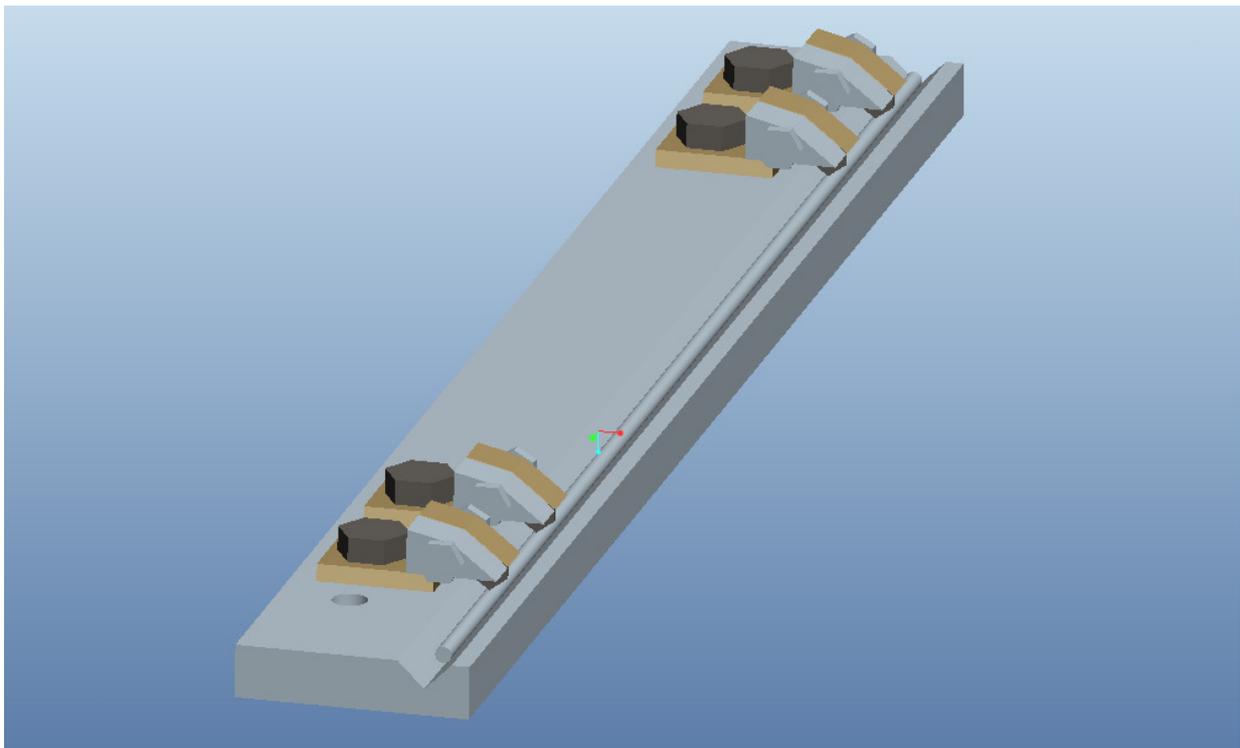


Abbildung 3-4 Probenhalterung - Oberteil

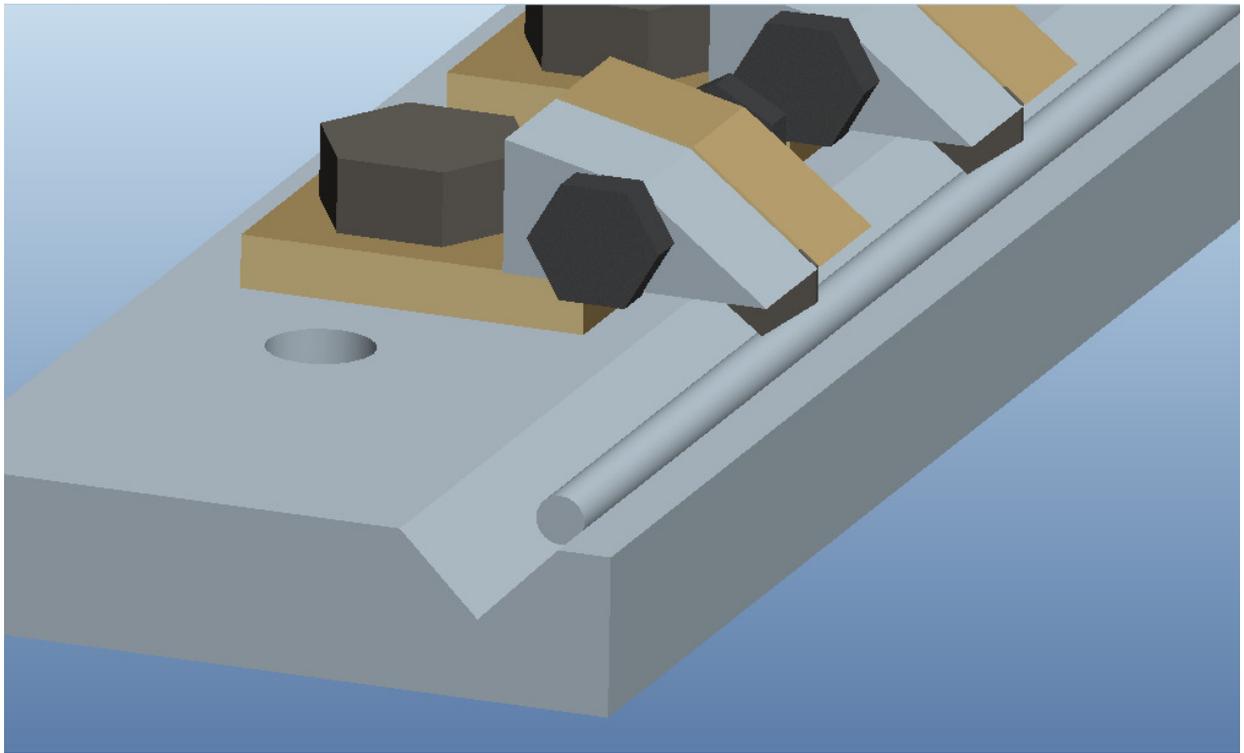


Abbildung 3-5 Detailansicht Probenhalterung

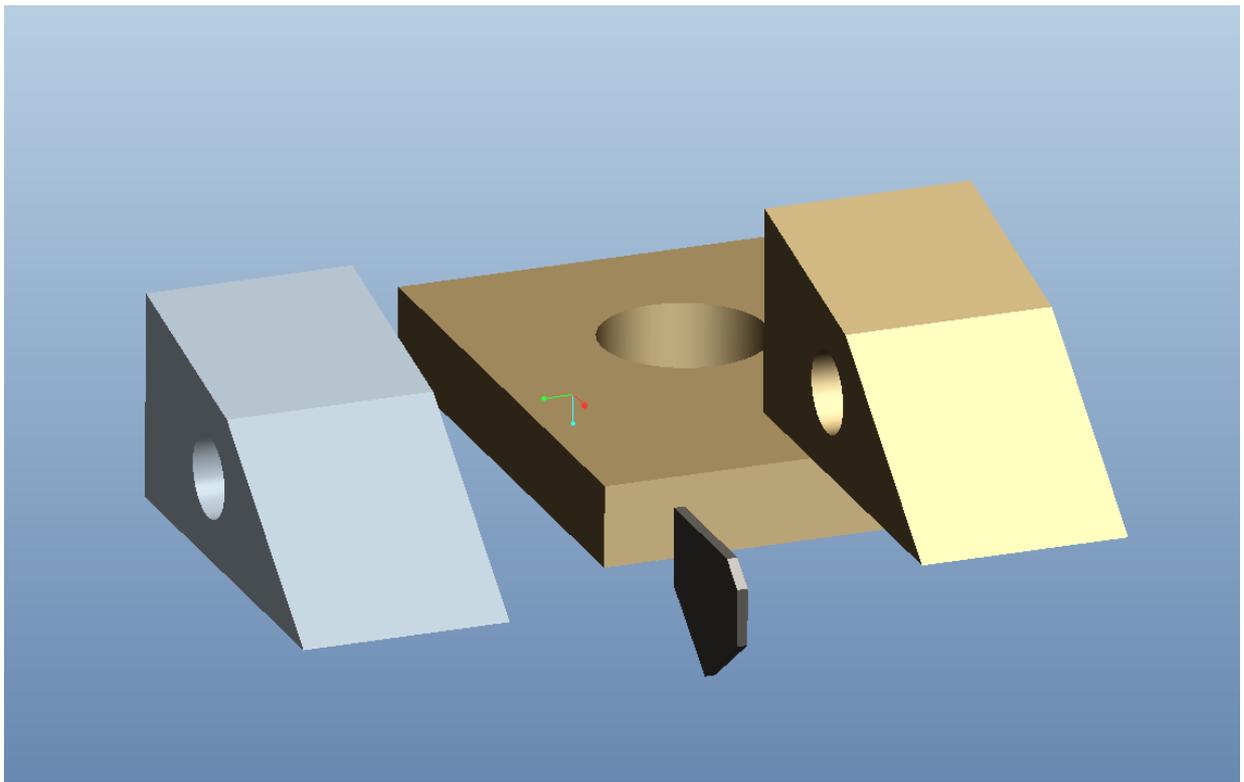


Abbildung 3-6 Baugruppe Spannungsabnehmer

In Abbildung 3-4 ist die Probenhalterung dargestellt. Sie besteht aus einem keramischen Messschiff aus Aluminiumoxidpulver und vier identen Baugruppen aus Edelstahl, die den Strom aufprägen bzw. die Spannung abgreifen. Die Probe liegt in einer Vertiefung der Keramik mit dreieckigem Querschnitt damit diese nicht verrutschen kann.

Abbildung 3-5 und Abbildung 3-6 zeigen wie die Kontaktierung der Probe erfolgt. Die Baugruppen bestehen aus einem Edelstahlwinkel und einem kleinen Gegenstück aus Edelstahl. Zwischen diese beiden Bauteile wird ein Stück Molybdänfolie geklemmt. Die Fixierung von Edelstahlwinkel und Gegenstück erfolgt mit einer M2 Sechskant-Schraube. Die Molybdänfolie drückt mit der Spitze auf die Probe. Um ein Verrutschen der Molybdänfolie zu verhindern kann die Probe an der Kontaktstelle etwas eingeritzt werden. Der Edelstahlwinkel wird über eine M4 Sechskantschraube an der Keramik befestigt.

3.8.2. Unterteil

Der in 3.8.1 beschriebene Oberteil der Probenhalterung muss nach Einbau der Probe in die Anlage eingebaut werden können.

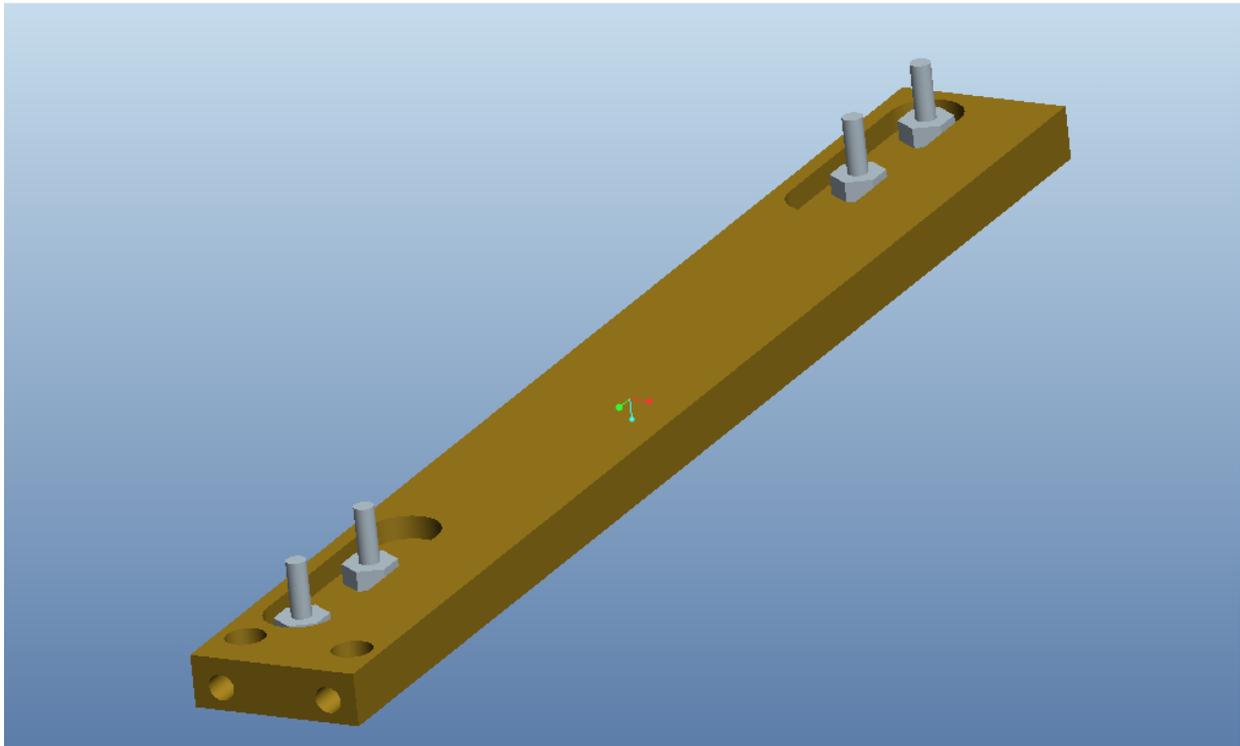


Abbildung 3-7 Probenhalterung – Unterteil

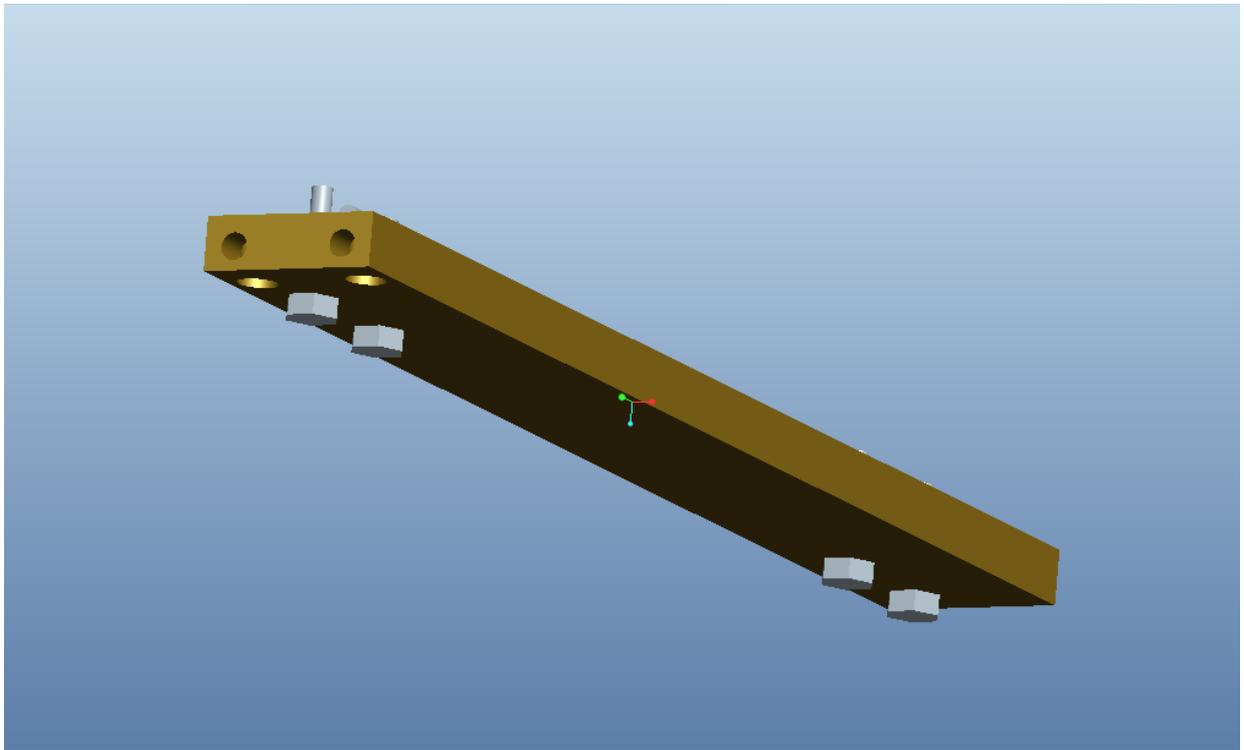


Abbildung 3-8 Probenhalterung – Unterteil, Ansicht von unten

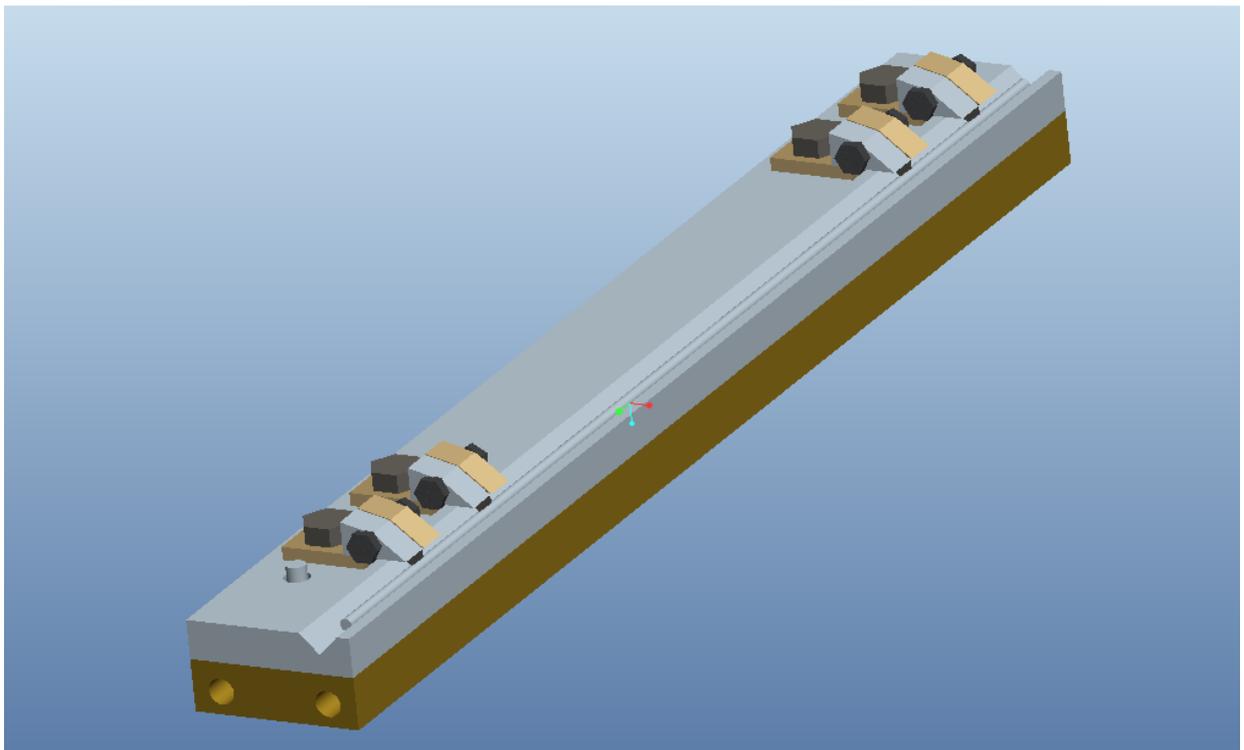


Abbildung 3-9 Probenhalterung – Oberteil auf Unterteil aufgesetzt

Abbildung 3-7 zeigt den Unterteil, der aus Brennplatten gefertigt wurde, auf welchen der Oberteil aufgesetzt werden soll. Er besteht aus einem Keramikquader und vier DIN 933 M4x18 Edelstahlschrauben, die mit Muttern befestigt werden.

In weiterer Folge stellen die vier Schrauben die elektrischen Zuleitungen für die Probe da und müssen über vier Drähte elektrisch kontaktiert werden. Diese vier Drähte führen dann zu den

Messgeräten. Die Zuleitungsdrähte werden an DIN 125 Edelstahl Unterlegscheiben angeschweißt, die an der Unterseite des Oberteils (Abbildung 3-8 und Abbildung 3-14) zwischen Schraubenkopf und Keramik geklemmt werden. Diese Bauweise garantiert eine gut elektrisch leitende Verbindung, hohe Stabilität und ein einfaches Wechseln der Schrauben im Unterteil der Probenhalterung ohne die Zuleitungsdrähte wechseln zu müssen.

Die Schrauben im Unterteil passen exakt in Bohrungen im Oberteil, sodass der Oberteil ganz einfach auf den Unterteil aufgesetzt werden kann (Abbildung 3-9). Die Kontaktierung zwischen Schraube des Unterteils und dem Edelstahlwinkel des Oberteils kann mit einem Stück Draht und zwei daran angeschweißten Unterlegscheiben erfolgen. Die erste Unterlegscheibe wird bereits außerhalb der Anlage, also noch vor dem Aufsetzen von Ober- auf Unterteil, zwischen Edelstahlwinkel und Keramik geklemmt. Die zweite Unterlegscheibe wird bei aufgesetztem Oberteil auf die Schraube des Unterteils gelegt und mit einer Mutter befestigt.

3.9. Probenhalterung – Schweißbare Proben

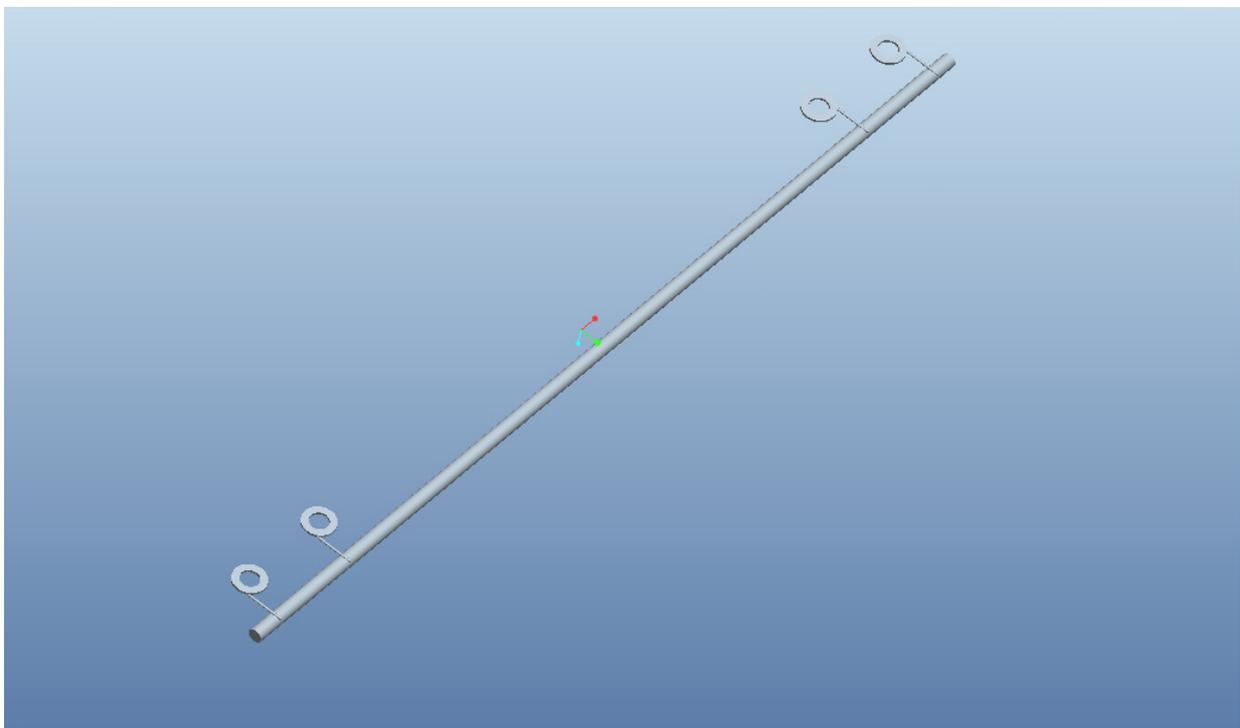


Abbildung 3-10 Probe mit angeschweißten Kontakten

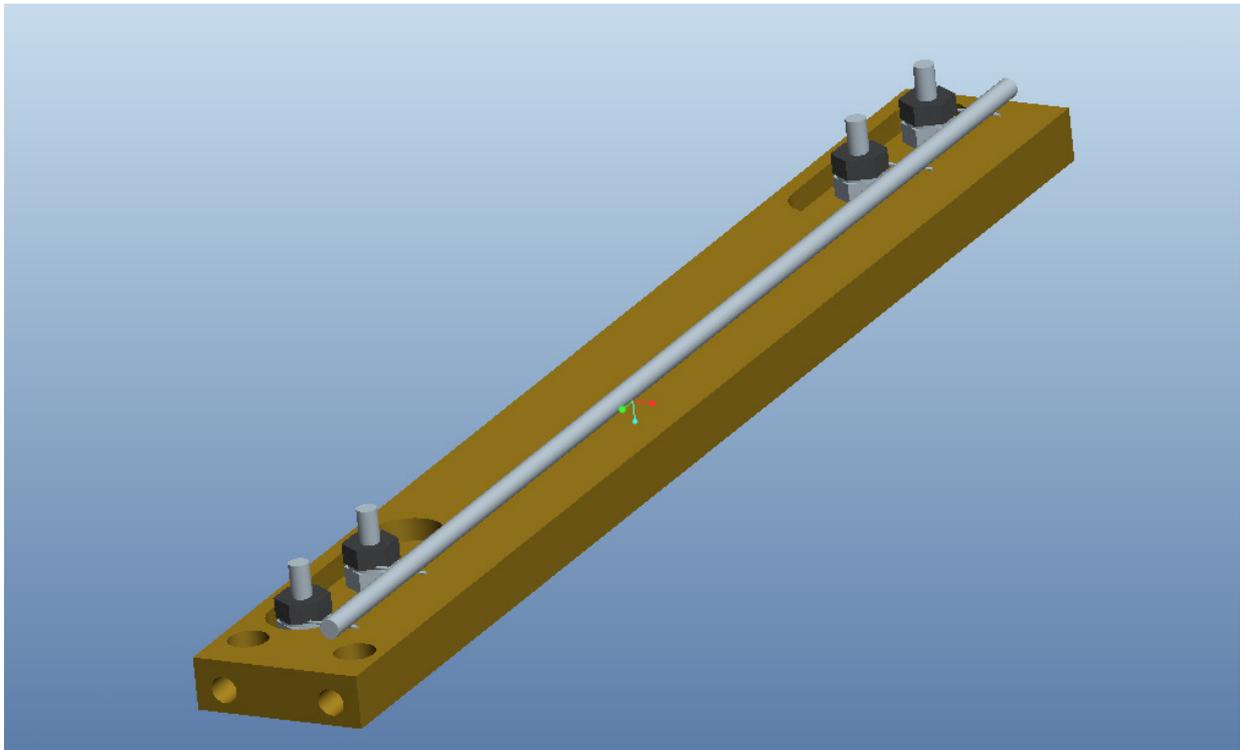


Abbildung 3-11 Probe mit angeschweißten Kontakten eingebaut

Für schweißbare Proben vereinfacht sich der Probeneinbau deutlich. Man schweißt ein Stück Molybdändraht an eine Edelstahl Unterlegscheibe und schweißt das andere Drahtende direkt an die Probe an. Ein Punktschweißgerät ermöglicht ein schnelles Verbinden der Bauteile. Je nach Material und Dicke der Teile müssen die Einstellung von Strom, Spannung und Zeitspanne des Stroms am Punktschweißgerät justiert werden um optimale Ergebnisse zu erzielen. Die Schweißpunkte sollten stabil aber dennoch möglichst dünn sein, um kleine Unsicherheiten bei der Abstandsmessung der Spannungsschneiden zu gewährleisten.

Ein weiterer wichtiger Vorteil dieser Methode ist, dass ein Verrutschen der Kontakte auf der Probe ausgeschlossen werden kann. Dehnt sich die Probe aufgrund hoher Temperaturen aus kann die Probe nicht unter den Spannungsschneiden (siehe 3.8.1) weggleiten.

Bei nicht oder schlecht schweißbaren Proben (z.B. Aluminium, Aluminium-Legierungen) muss die in 3.8.1 vorgeschlagene Kontaktierung eingesetzt werden.

3.10. Trägerrohr

Das Messschiff und die elektrischen Zuleitung müssen in einem Trägersystem platziert werden, welches die Bauteile schützt und ein Ein- und Ausfahren der Anlage in den Ofen ermöglicht.

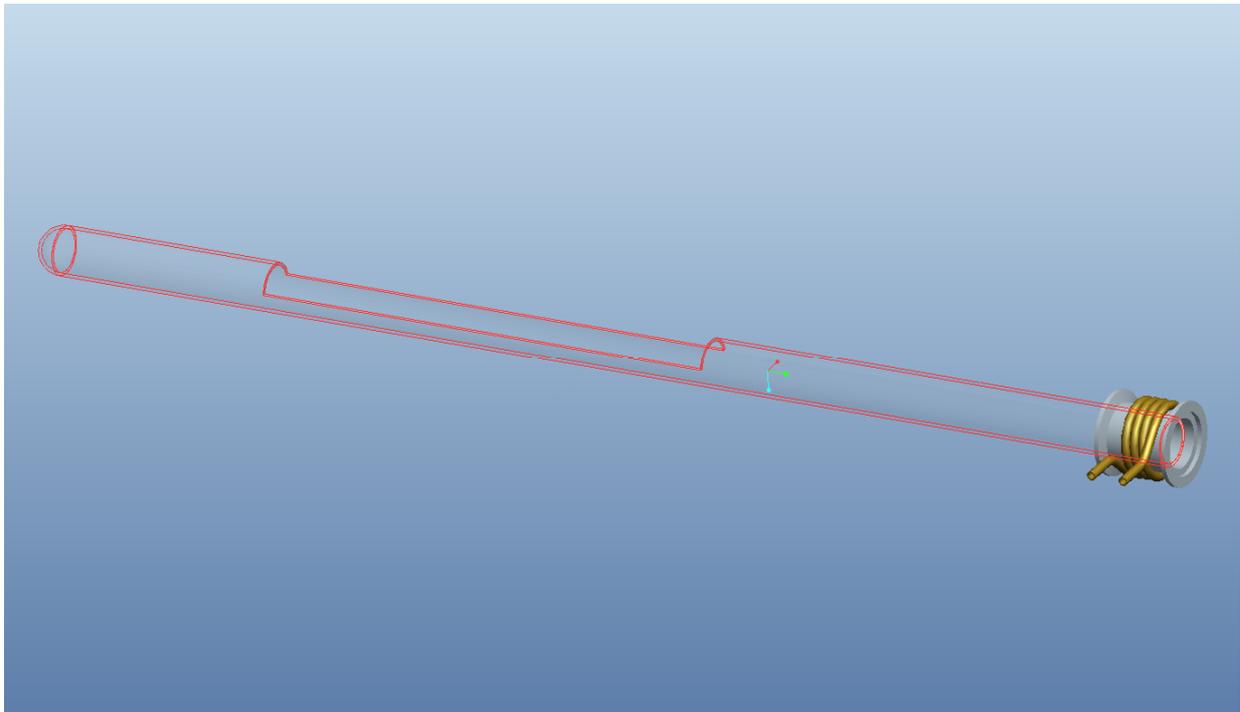


Abbildung 3-12 Trägerrohr mit Anschlussstück

Zur Realisierung dieser Anforderungen wurde ein spezielles Quarzglasrohr (*SILUX*) angefertigt (Abbildung 3-12). Das Rohr ist an einem Ende geschlossen. Ungefähr in der Mitte des Rohres befindet sich ein 25 cm langes Fenster, welches den Probeneinbau ermöglicht.

Am offenen Ende des Rohres wurde ein Messing Anschlussstück auf das Rohr aufgeklebt, um im Folgenden die weiteren Bauteile mit Kleinflansch-Schnellverbindungen zusammenzufügen. Um das Anschlussstück ist ein Kupferrohr spiralförmig verlötet. Durch das Kupferrohr kann Wasser geleitet werden um das Anschlussstück zu kühlen. Aufgrund der verschiedenen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Quarzglas und Messing ist diese Kühlung notwendig um keinen Bruch des Quarzglasrohres beim Aufheizen des Rohres zu riskieren. Das Anschlussstück selbst wird nicht in den Ofen eingeführt, wird aber durch das heiße Gas im Inneren des Rohres erhitzt.

3.11. Elektrische Zuleitungen

Die elektrischen Leiter für Stromzufuhr und Spannungsmessung bestehen aus Molybdän. Molybdän erfüllt das wichtige Kriterium, dass es im verwendeten Temperaturbereich nicht schmilzt. Ebenso wichtig ist, dass sich die mechanischen Eigenschaften nach dem Abkühlen des Drahtes auf Raumtemperatur nicht verschlechtern, die Stabilität des Drahtes bleibt erhalten. Dies sichert die lange Wartungsfreiheit der Anlage. Als zweites Material stand Nickel zur Diskussion. Der Nickeldraht war aber nach dem Abkühlen erheblich weicher als vor dem Aufheizen. Er hätte mit Sicherheit oft ersetzt werden müssen.

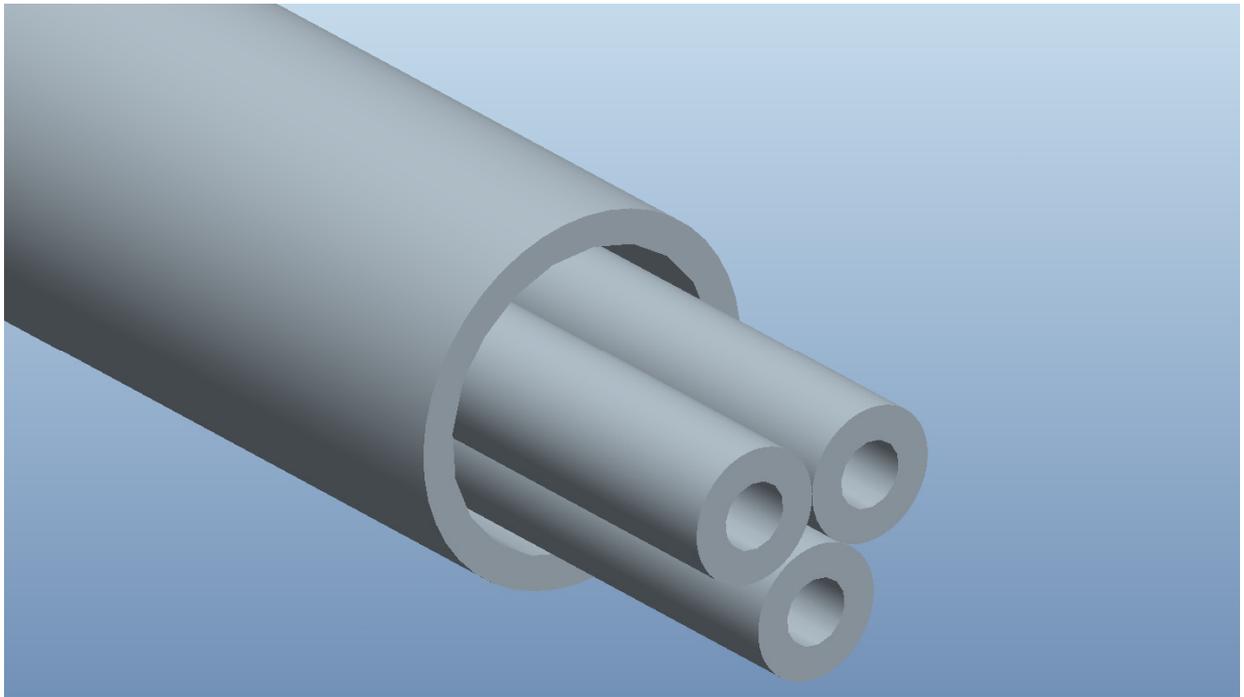


Abbildung 3-13 Isolierung der elektrischen Leiter

Natürlich müssen die elektrischen Leiter gegeneinander isoliert werden. Herkömmliche Isolierungen aus Kunststoff können wegen der hohen Temperaturen im Ofen nicht verwendet werden. Spezielle Hochtemperaturkabel sind sehr teuer und in den geringen Mengen, die für die Anlage benötigt werden, kaum zu beschaffen.

Eine einfache Möglichkeit die Leiter gegeneinander zu isolieren bietet eine Anordnung von Quarzglasrohren laut Abbildung 3-13. Drei kleine 4 mm Rohre werden von einem 11 mm Rohr umhüllt. Durch jedes kleine Rohr kann ein Leiter geführt werden. Der vierte Leiter kann durch einen Zwischenraum geführt werden.

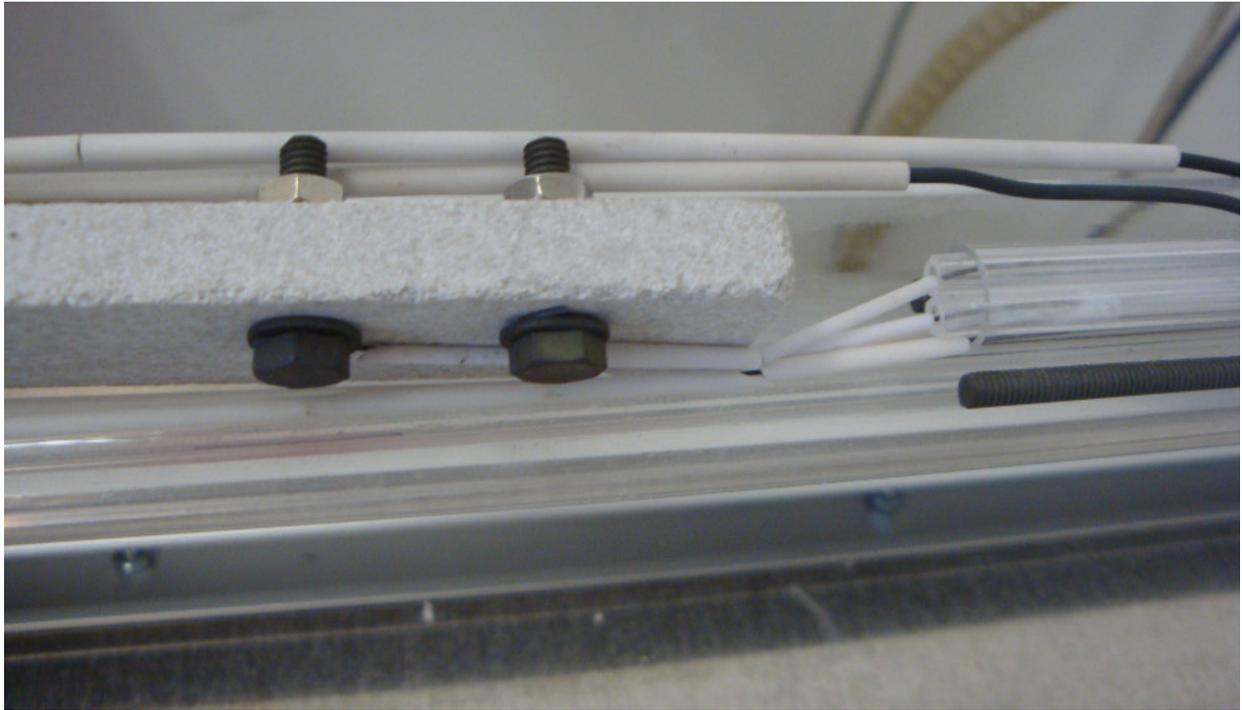


Abbildung 3-14 Isolierung zwischen Quarzglasrohren und Schrauben

Wie in Punkt 3.8.2 beschrieben müssen die Leiter unter den Unterteil der Probenhalterung geführt werden. Die Isolierung der Drähte gegeneinander vom Ende der Quarzglasrohre bis hin zu den Schrauben des Unterteils der Probenhalterung wird durch kleine Röhrchen aus Aluminiumoxid realisiert, deren Innendurchmesser ungefähr dem Drahtdurchmesser entsprechen (Abbildung 3-14). Das Ende des Drahts ist mit einer Unterlegscheibe verschweißt, die zwischen Messschiff und Schraubenkopf geklemmt wird.

3.12. Trägersystem

Um die elektrische Zuleitungen, die Gasversorgung und die Thermoelemente im Rohr richtig zu positionieren wurde ein Trägersystem für den Rohrrinnenraum konstruiert.

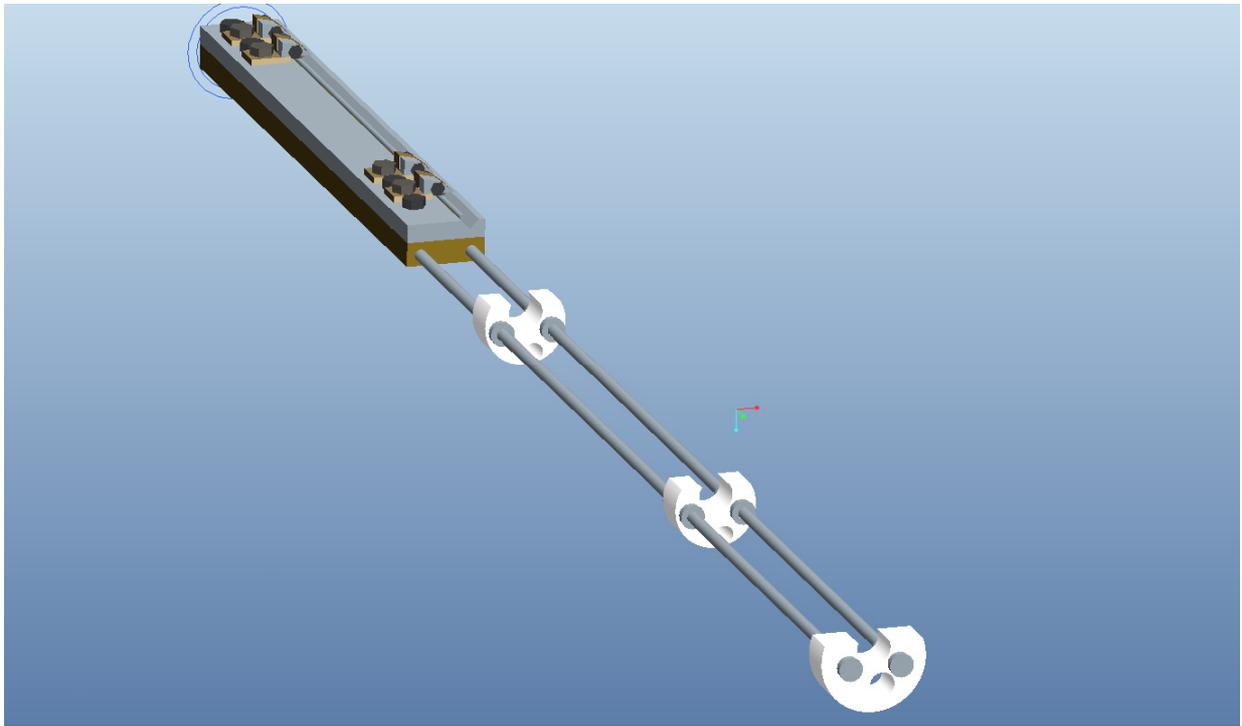


Abbildung 3-15 Trägersystem verbunden mit Probenhalterung

Es besteht aus drei Keramikscheiben, die entsprechende Bohrungen aufweisen um die elektrischen Zuleitungen und die Argon Zuleitung aufnehmen zu können. Die Scheiben wurden oben etwas abgeschnitten um dem rückströmenden Argon den Rückfluss zu erleichtern und um die Thermoelemente oberhalb der Scheiben einführen zu können. Die Keramikscheiben werden auf zwei parallel verlaufenden M4 Edelstahl-Gewindestangen mit Muttern fixiert.

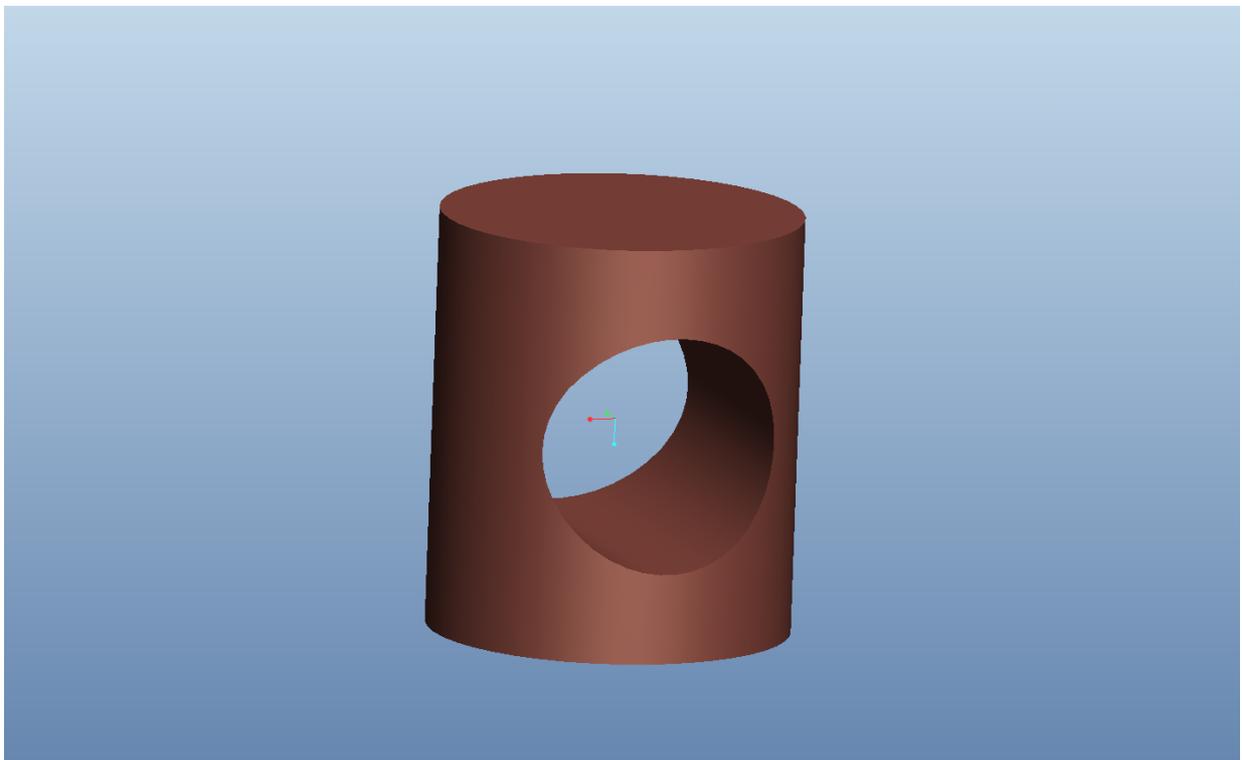


Abbildung 3-16 Quergewindebolzen für Probenhalterung

In Abbildung 3-15 ist zu erkennen, dass die Gewindestangen in den Unterteil der Probenhalterung laufen. An dessen Front (Abbildung 3-7) sind Bohrungen zu erkennen, durch welche die Gewindestangen eingeschraubt werden können. Der Unterteil selbst hat aber kein Gewinde, in welches die Gewindestangen eingeschraubt werden könnten. Deshalb wurden Edelstahl-Quergewindebolzen (Abbildung 3-16), die ein M4 Innengewinde aufweisen, gefertigt. Der Unterteil der Probenhalterung weist nahe der Front Bohrungen auf, welche die Quergewindebolzen aufnehmen können (Abbildung 3-7).

Bei Tests zeigte sich, dass die Gewindestangen nicht unbedingt im Unterteil der Probenhalterung verschraubt werden müssen und trotzdem eine starke mechanische Verbindung zwischen Trägersystem und dem Unterteil der Probenhalterung besteht, nämlich durch die sehr stabilen elektrischen Zuleiter aus Molybdän. In der Probenhalterung in Abbildung 3-14 wurde deshalb auf die Quergewindebolzen und die zugehörigen Bohrungen verzichtet.

3.13. Argon Zufuhr

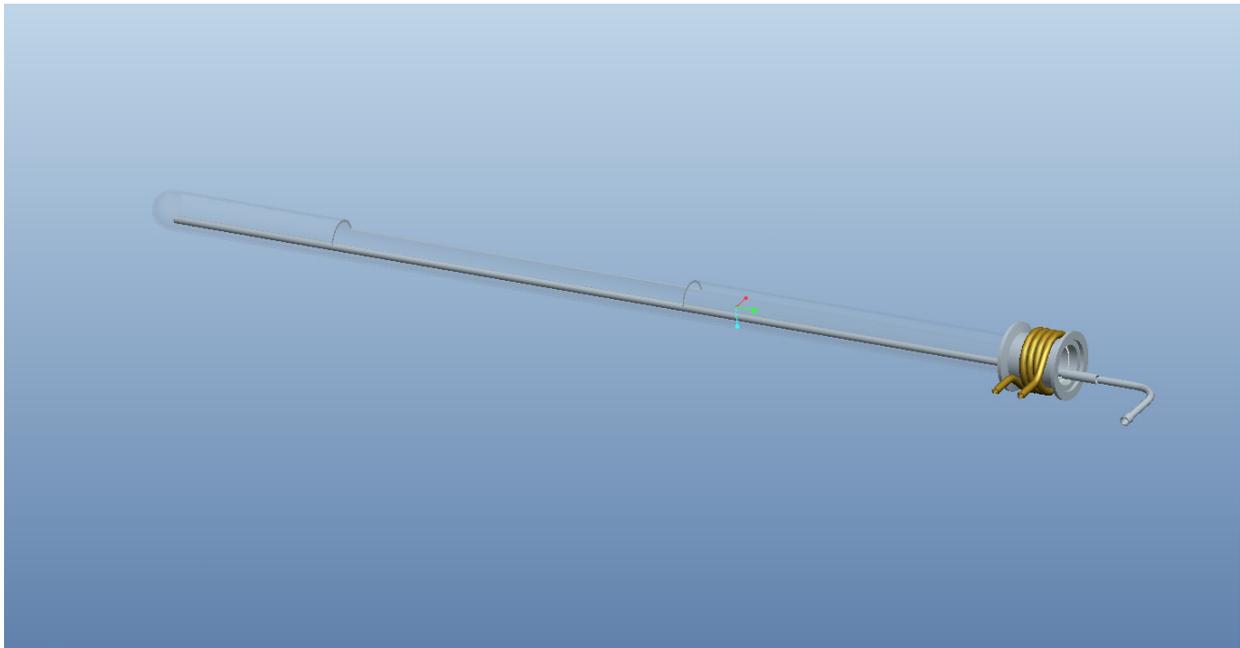


Abbildung 3-17 Gaszuführung

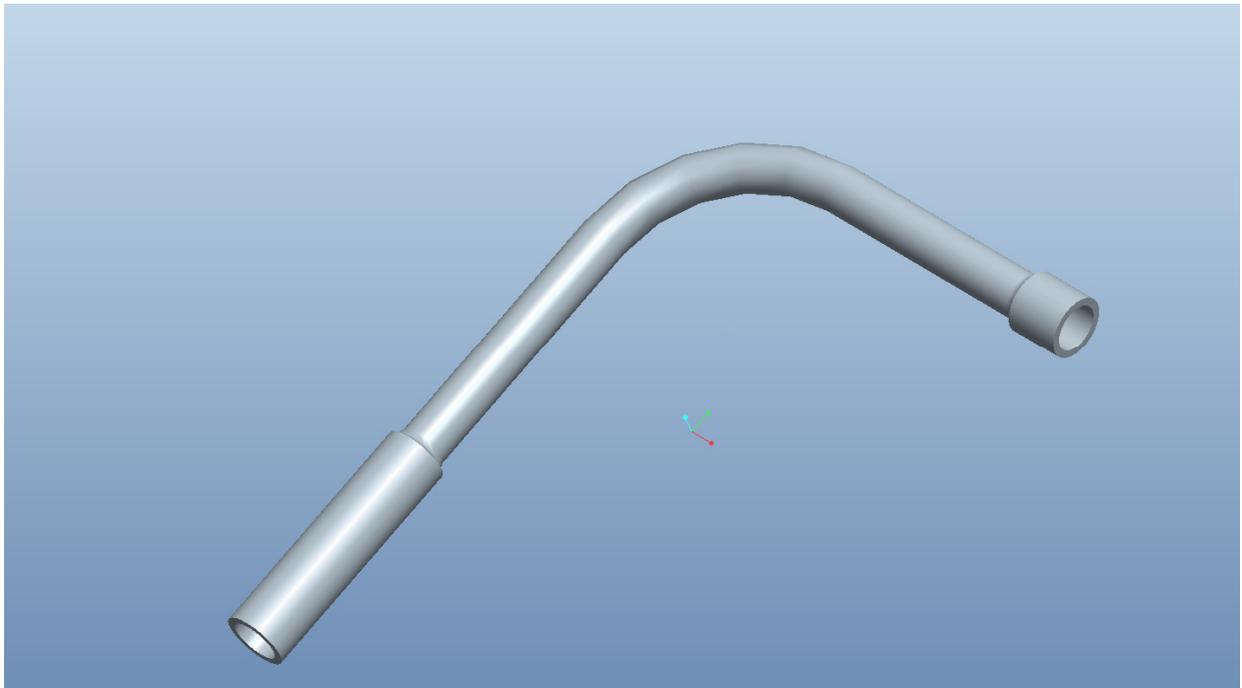


Abbildung 3-18 Gaszuführung – Detail Winkelstück

Um sicherzustellen, dass die komplette Anlage mit Argon gespült wird, ist es notwendig das Edelgas bis an das letzte Ende der Anlage zu transportieren (Abbildung 3-17). Dies wird durch ein Quarzglasrohr erreicht, durch welches Argon geleitet wird, das im Endbereich der Anlage das Rohr verlässt und beim Rückfließen die Anlage durchspült um etwaige Sauerstoff Moleküle mit sich zu reißen.

Im vorderen Bereich der Anlage befindet sich ein zu einem Winkel gebogenes Edelstahlrohr mit Anschlussstücken (Abbildung 3-18). Das Quarzglasrohr wird in das lange Anschlussstück einfach eingeschoben. Auf diese Weise erhält man eine stabile und für unsere Durchflussraten ausreichend dichte Steckverbindung zwischen den Elementen.

Die Notwendigkeit eines Winkelstücks wird im Folgekapitel näher erläutert.

3.14. Kreuzstück

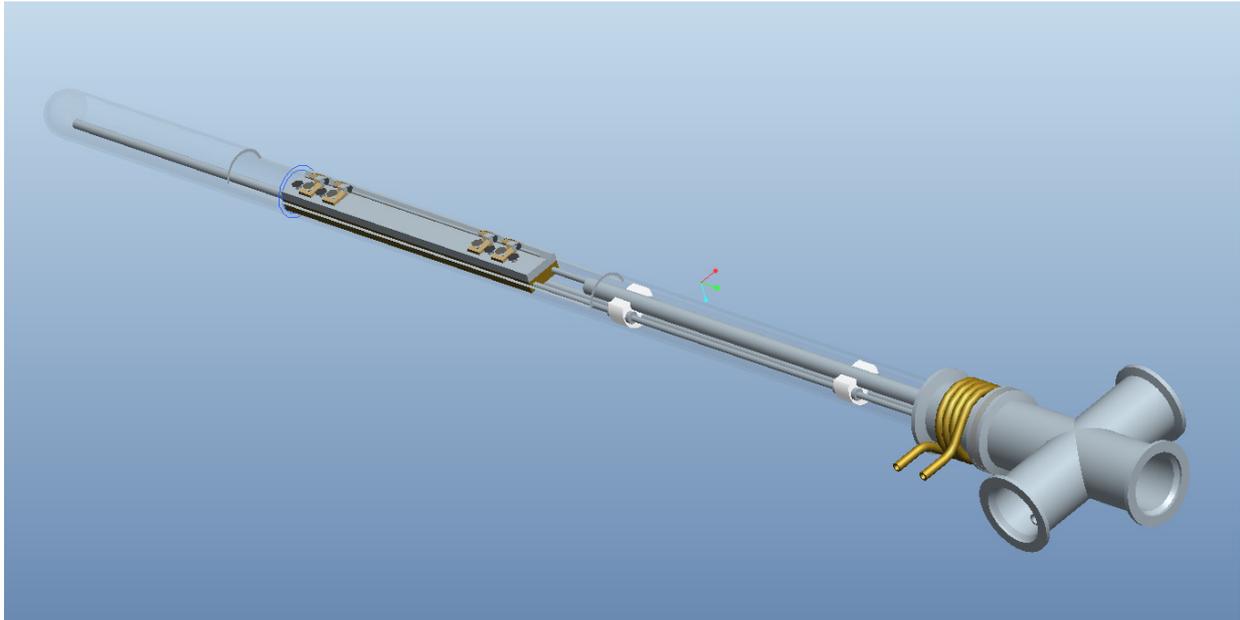


Abbildung 3-19 Anlage mit Kreuzstück

Für elektrische Zuleitungen, Argon Versorgung und Vakuumpumpe benötigt die Anlage separate Anschlüsse. Somit liegt es nahe ein Kreuzstück an die bisherigen Komponenten anzuflechten (Abbildung 3-19).

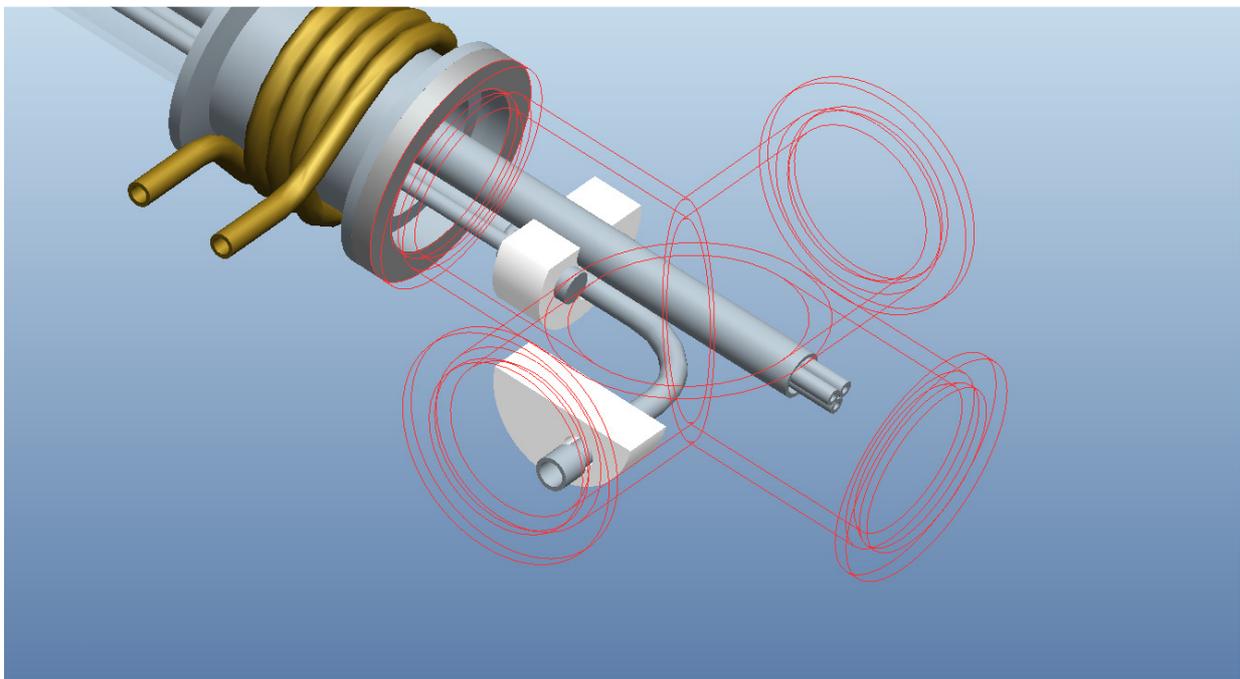


Abbildung 3-20 Details Innenleben Kreuzstück

In Abbildung 3-20 sind die Bauteile innerhalb des Kreuzstücks dargestellt. Das Quarzglasrohr mit den drei inneren Quarzglasrohren, welche die elektrischen Zuleiter beherbergen, führt geradewegs zu einem Ende des Kreuzstücks. Hier wird ein Blindflansch mit eingeklebten Kabeln und Thermoelementen angeflanscht (Kapitel 3.15.1).

Der in Kapitel 3.13 beschriebene Edelstahlwinkel wird vom Trägersystem (Kapitel 3.12) und einer zusätzlichen Keramikscheibe an einem Ausgang des Kreuzstücks in Position gehalten. An diesem Ausgang wird ein Blindflansch mit eingeschweißten Edelstahlrohren zur Gasversorgung angebracht (Kapitel 3.15.2).

Am dritten Ausgang wird ein Vakuumschlauch angeflanscht, der zur Drehschieberpumpe führt.

3.15. Blindflansche am Kreuzstück

3.15.1. Blindflansch – Elektrische Zuleiter

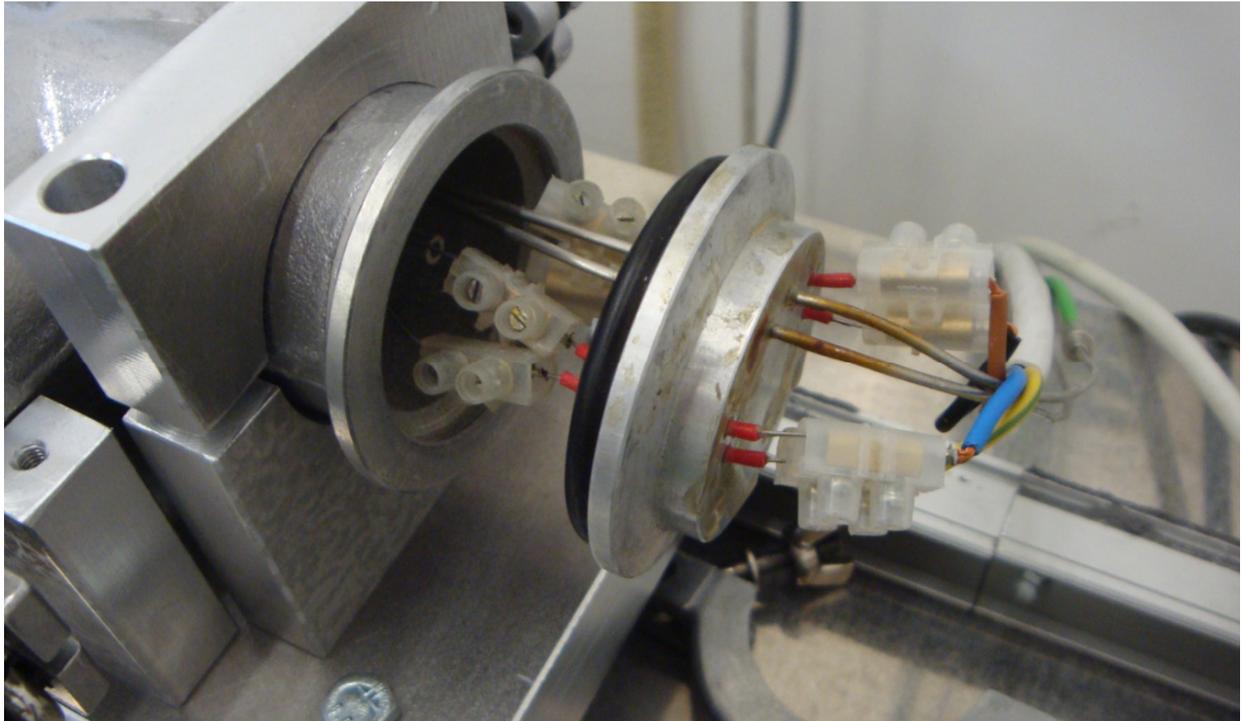


Abbildung 3-21 Blindflansch mit elektrischen Zuleitungen und Thermoelemente

Für den Blindflansch der elektrischen Zuleiter wurde ein Edelstahlblindflansch mit Bohrungen versehen und Kabel bzw. die zwei Thermoelemente eingeklebt. An beiden Seiten des Blindflansches können die Kabel mit Lüsterklemmen kontaktiert werden.

3.15.2. Blindflansch – Argon Versorgung

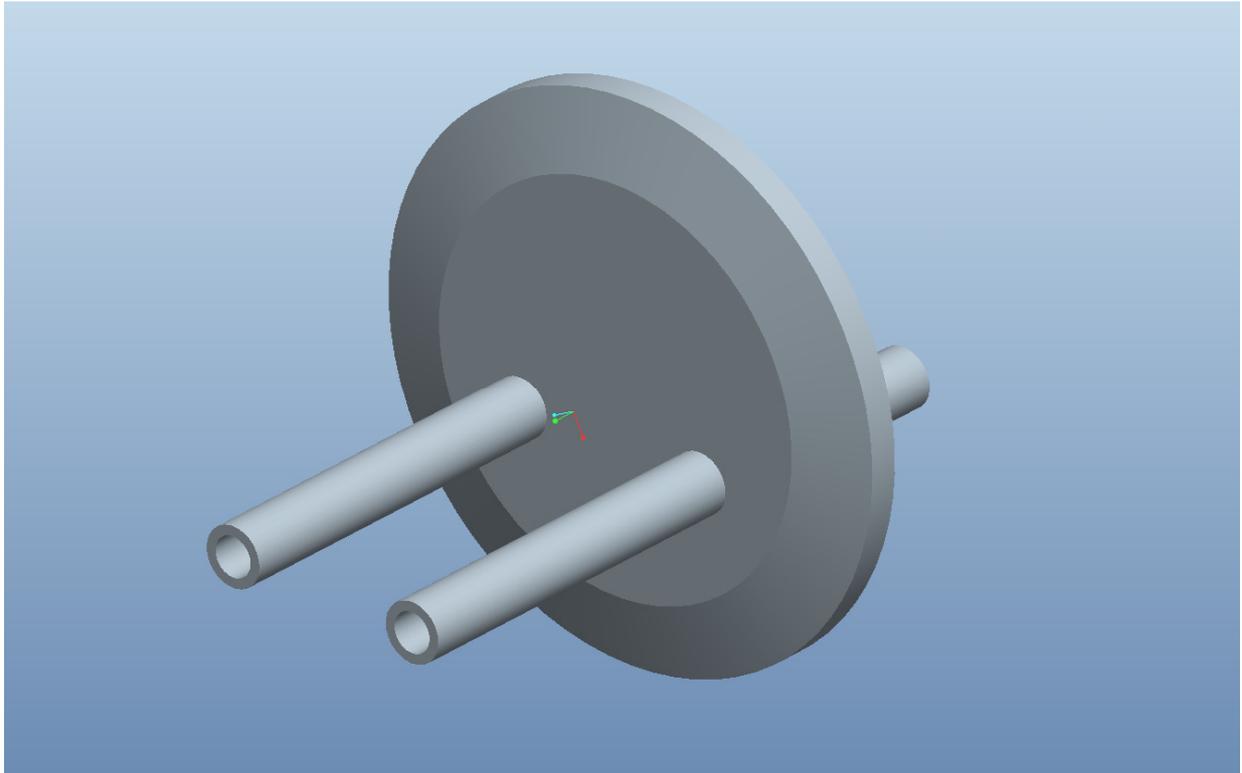


Abbildung 3-22 Blindflansch Gasversorgung

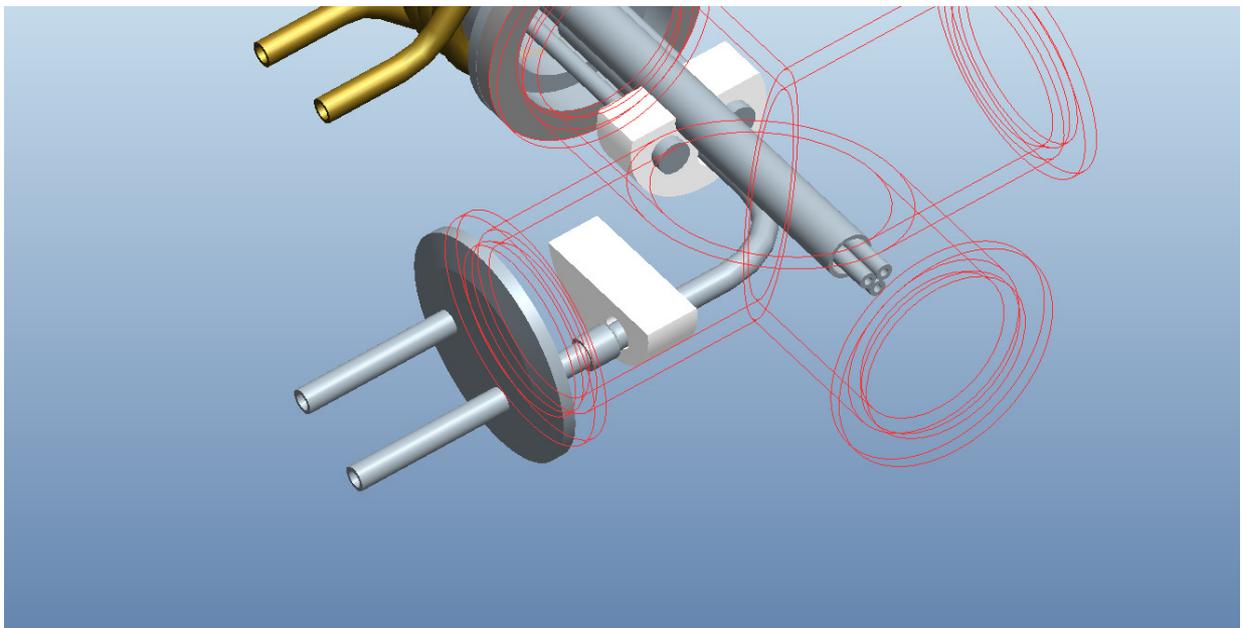


Abbildung 3-23 Blindflansch Argon Versorgung – eingebaut

Für die Argon Versorgung wurde in einen Edelstahl Blindflansch zwei Löcher gebohrt, in welche zwei Edelstahlrohre eingeschweißt wurden. Das in Abbildung 3-23 zu sehende rechte Rohr dient dem Argon Zufluss. Es wird in das kurze Anschlussstück des in Kapitel 3.13 beschriebenen Edelstahlwinkels gesteckt, was wieder zu einer stabilen und für unsere Durchflussraten ausreichend gasdichten Verbindung führt. Die Steckverbindung ermöglicht ein einfaches Abnehmen des Blindflansches beim Öffnen der Anlage.

Aus dem linken Rohr wird das Argon nach dem Durchfließen der Anlage wieder ausgeleitet.

An beide Rohre können Vakuumschläuche geklemmt werden, welche zu Ventilen führen um den Gasfluss zu steuern.

Vor dem Zuleitungs-Ventil befindet sich das Gasdurchflussmessgerät zur Einstellung der Argon Durchflussrate während der Messung.

3.16. Hüllrohr

Die letzte gasundichte Stelle der Anlage ist nun das Fenster im Trägerrohr, durch welches die Probe eingebaut werden kann. Eine einfache Möglichkeit das Fenster zu schließen bietet sich, wenn man ein Quarzglas Hüllrohr über das gesamte Trägerrohr schiebt und mit einem weiteren gekühlten Anschlussstück an das Anschlussstück des Trägerrohrs anflanscht.

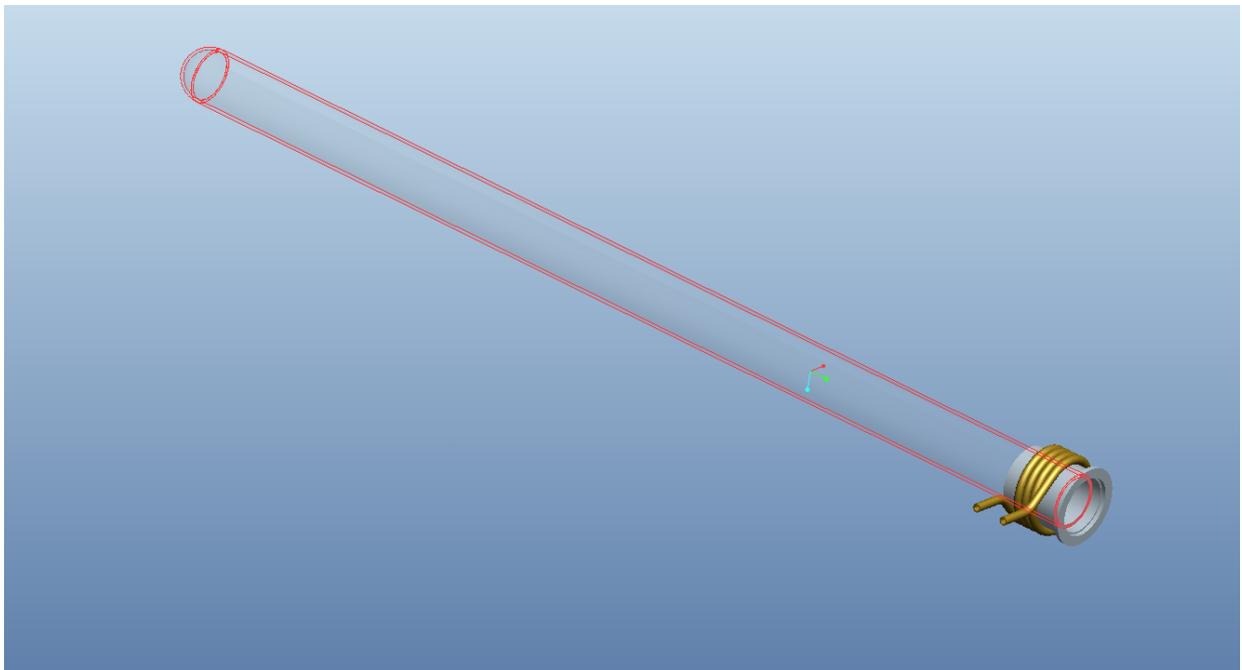


Abbildung 3-24 Hüllrohr mit Messing Anschlussstück

3.17. Assemblierte Anlage

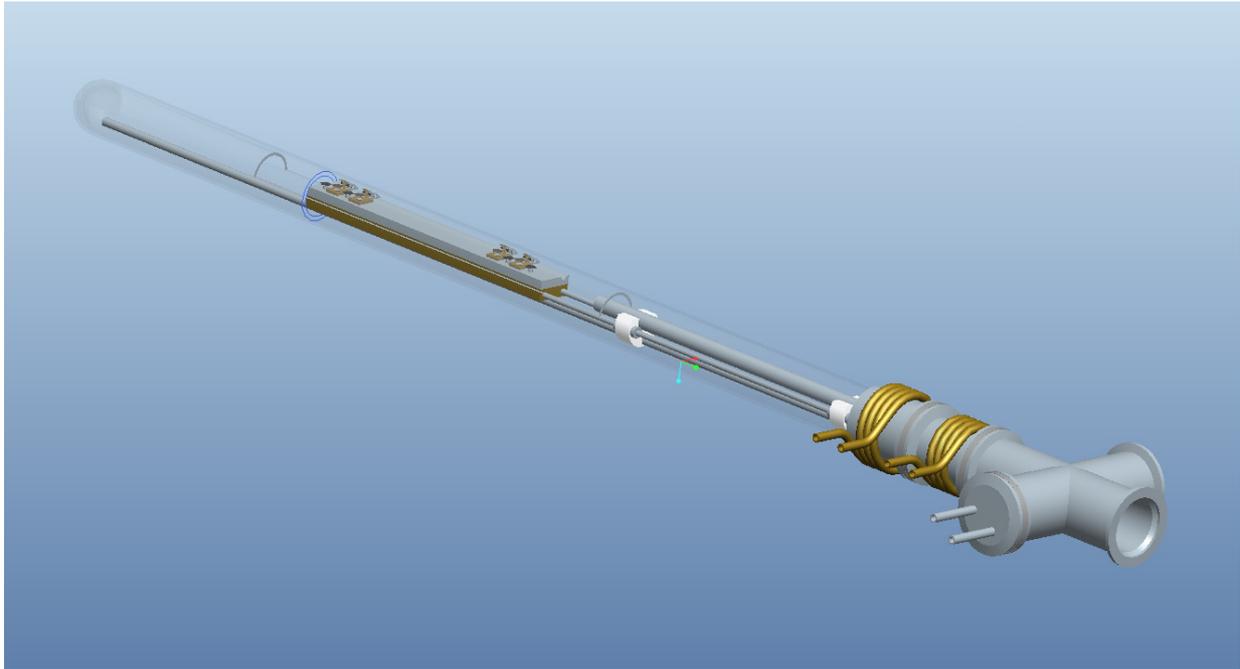


Abbildung 3-25 Assemblierte Anlage

Die zusammengesetzte Anlage ist ein robuster, stabiler Verbund aus den verschiedenen Komponenten, der in den Rohrofen hinein/herausgefahren werden kann. Dank der aufwendigen Konstruktionszeichnungen und der maßgenauen Arbeit der Werkstätten Mitarbeiter konnte trotz des äußerst geringen Platzes im Rohrofen eine Anlage entworfen werden, die die Kriterien Robustheit, rascher Probenwechsel und Wartbarkeit ausgezeichnet erfüllt.

3.18. Führungswagen

Die Anlage soll komfortabel in den Ofen hineingeschoben bzw. herausgezogen werden können. Hierzu wurde entschieden einen Führungswagen zu entwerfen, der in einem Schienensystem rollen soll.

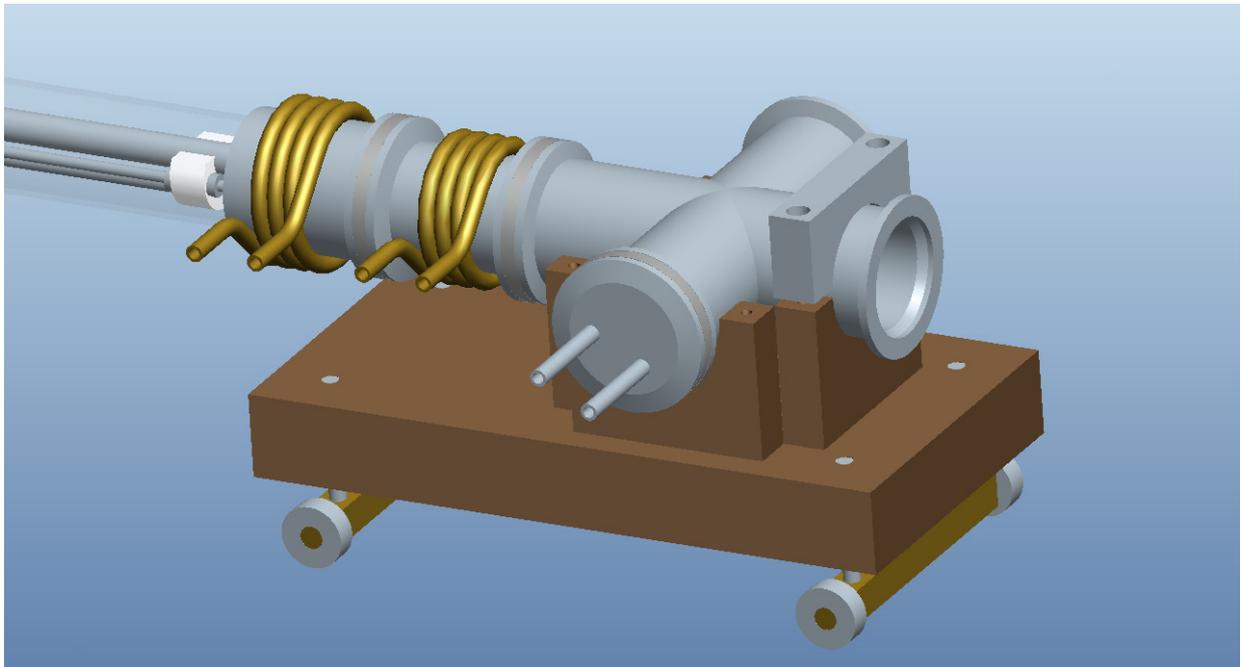


Abbildung 3-26 Führungswagen mit eingesetzter Anlage

Der Führungswagen ist aus einem Aluminiumblock gefertigt und einer Halterung aus vier Stehern, die das Kreuzstück halten. Die Fixierung des Kreuzstücks erfolgt über ein Gegenstück am hinteren Steher, das mit Zylinderkopfschrauben festgezogen werden kann und so das Kreuzstück zwischen Steher und Gegenstück klemmt.

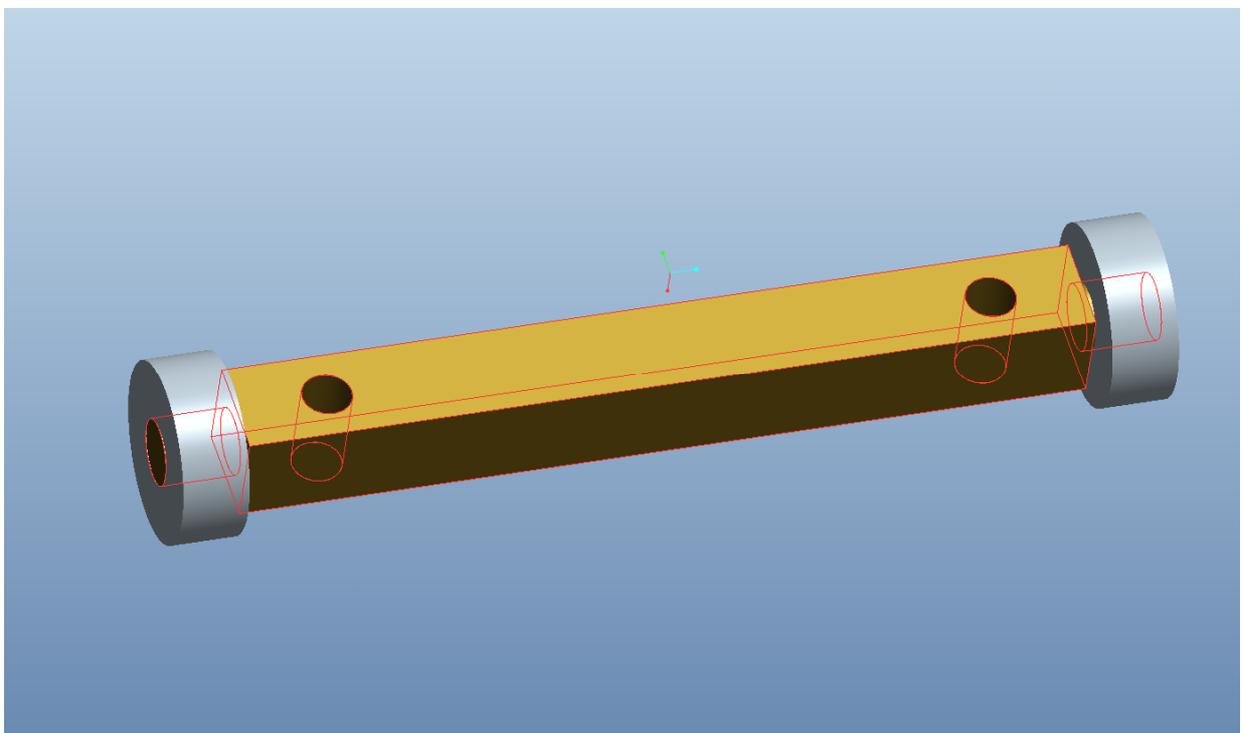


Abbildung 3-27 Achse des Führungswagens

Die beiden Achsen wurden aus Messing Vierkantstäben gefertigt, deren Enden rund gedreht wurden. Auf die Enden wurden Kugellager aufgespresst. Diese Kombination liefert ein stabiles Fahrwerk, das mit Schrauben am Aluminiumblock befestigt werden kann.

Die Positionierung der Steher für das Kreuzstück wurde bewusst weit hinten am Aluminiumblock angesetzt, um den Schwerpunkt der Baugruppe Anlage / Führungswagen so zu halten, dass der Wagen nicht umkippen kann.

3.19. Anlagentisch

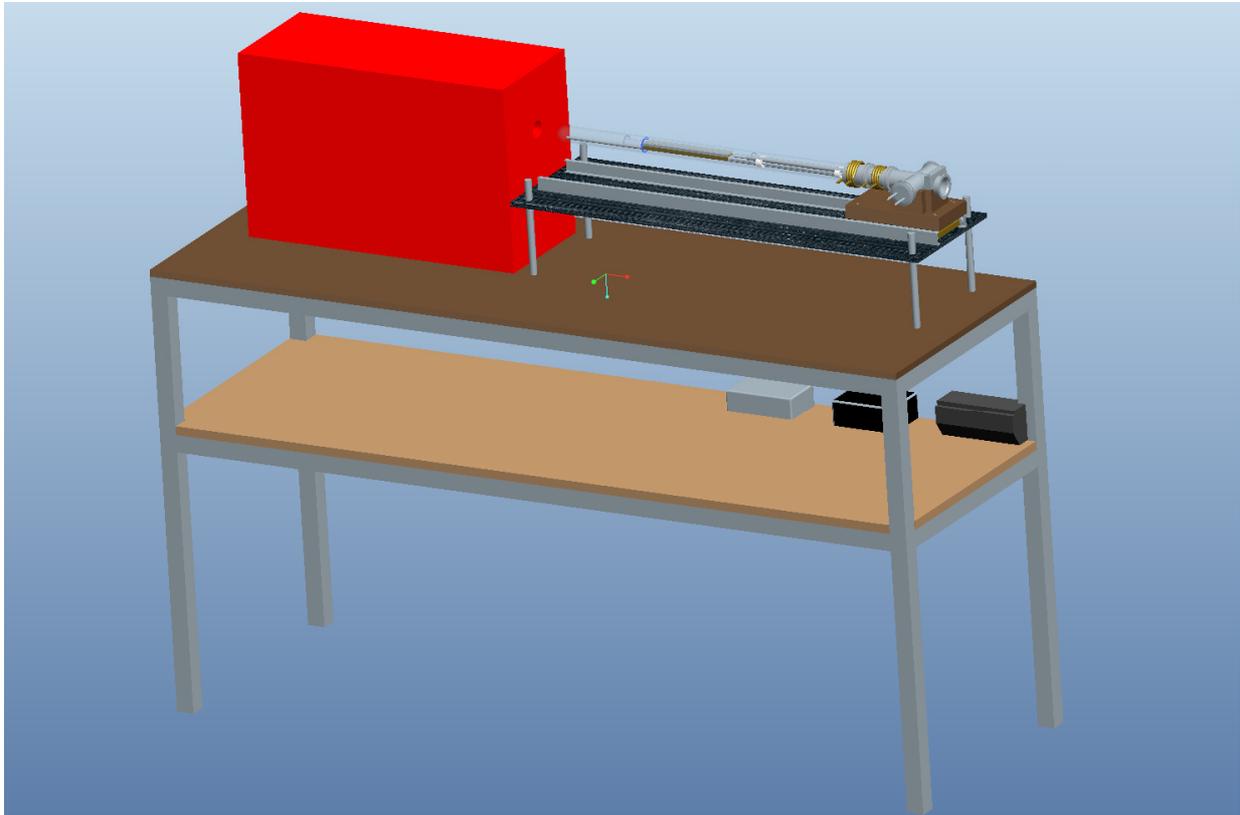


Abbildung 3-28 Anlagentisch

Für einen komfortablen Betrieb der Anlage wurde ein Tisch konstruiert, der sämtliche Komponenten der Messanordnung aufnehmen kann. Der Rahmen des Tisches ist aus Stahl gefertigt, die obere Deckplatte aus Aluminium. Die Zwischenebene ist aus Holz.

Auf der Deckplatte steht der Rohrofen. In die Deckplatte ist ein Führungstisch eingearbeitet, auf welchem der Führungswagen mit montierter Anlage fährt.

In der Zwischenebene befinden sich alle elektronischen Geräte (Ofensteuerung, Voltmeter, Stromquelle, Messmodul der Thermoelemente).

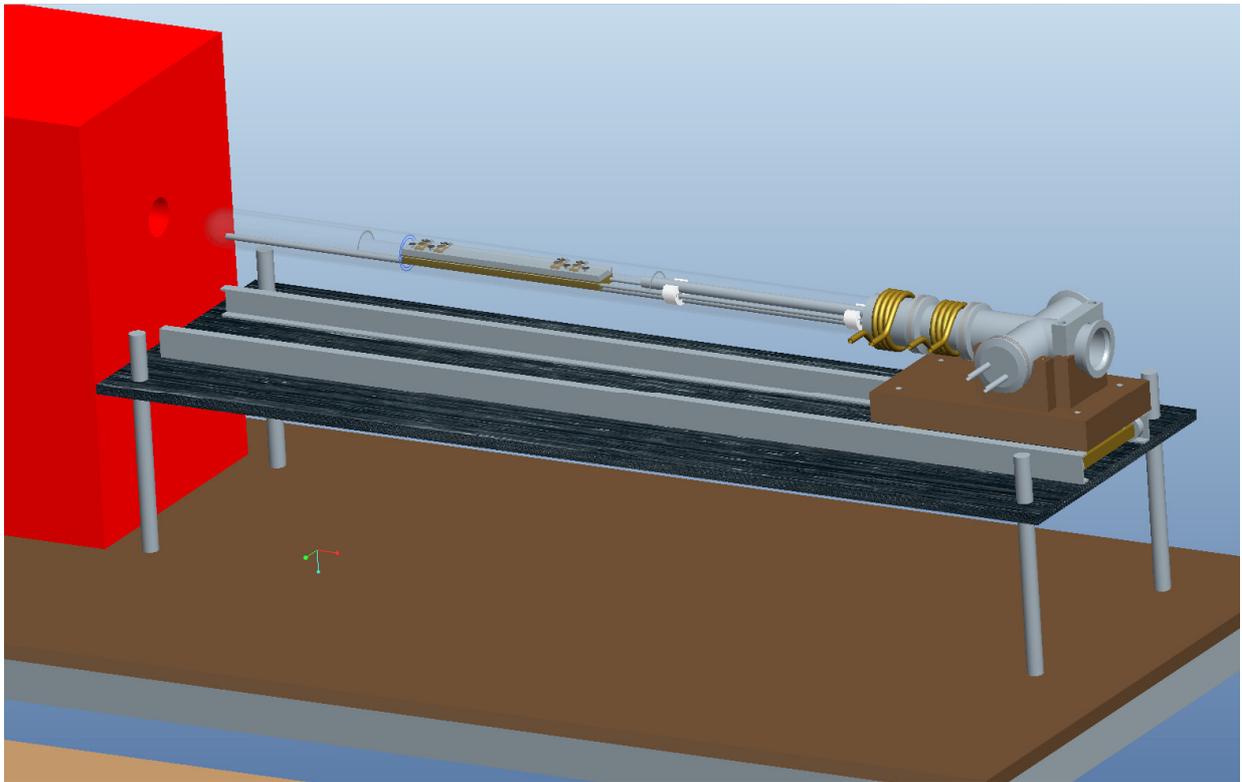


Abbildung 3-29 Anlagen Tisch – Detail Führungstisch

Der Führungstisch besteht aus vier M16 Stahl Gewindestangen, die mit Muttern in der Deckplatte des Haupttisches verankert sind, und einer Aluminiumplatte. Auf dieser Platte wurden U-förmige Stahlprofile montiert, die als Schienen für den Führungswagen dienen. So kann die Anlage bequem in den Rohrofen hinein- bzw. herausgefahren werden.



Abbildung 3-30 Aufgebaute Anlage

3.20. Spannungsmessung

Zur Spannungsmessung wurde ein Multimeter vom Typ *Keithley 196 DMM* verwendet. Die Messungen erfolgten im Spannungsbereich von 300 mV, in welchem das Gerät eine Auflösung von 100 nV aufweist. Die Unsicherheit des Geräts ist in diesem Messbereich mit $\pm (0,002 \% \text{rdg} + 2 \mu\text{V})$ angegeben.

Bei derartig genauen Spannungsmessungen werden auch Thermospannungen in der Anlage registriert und es kann bei wechselnder Raumtemperatur während der langen Messzeiten (bis zu 30 h) auch innerhalb des Multimeters zu Verschiebungen des Nullpunkts kommen. Deshalb ist das Multimeter mit einer Zero-Funktion ausgestattet. Bevor man eine Messung startet schaltet man den Strom ab. Das Multimeter sollte dann 0 V anzeigen, was es aber aus zuvor genannten Gründen meist nicht tut. Man aktiviert nun die Zero-Funktion und der momentan angezeigte Wert wird ab sofort von den neuen Messwerten subtrahiert. Nun kann man den Strom einschalten und misst nur noch den durch den Strom verursachten Spannungsabfall am Widerstand. Nach der Spannungsmessung wird die Zero-Funktion wieder deaktiviert und der Strom abgeschaltet.

Zur Kommunikation mit dem PC hat das Multimeter eine GBIP-Schnittstelle, mit der die Messwerte nicht nur ausgelesen werden können, sondern auch die Zero-Funktion gesteuert werden kann.

3.20.1. Alternative Spannungsmessung

Beim von Herrn Dipl.-Ing. Peter Kerschenbauer gebauten Prototyp wurde die Spannung mit einem Modul der Firma *Gantner* gemessen [4]. Die Messbereiche erstrecken sich über $(\pm 10 \pm 0,01) \text{ mV}$ bzw. $(\pm 100 \pm 0,02) \text{ mV}$. Dieses Modul wurde anfangs auch an der aktuellen Anlage verwendet. Es zeigte sich aber, dass trotz der kleinen Unsicherheiten das Rauschen bei den Messwerten weit größer ausfiel als beim *Keithley 196 DMM*.

Es war außerdem nicht möglich Probenstäbe mit einigen Millimeter Dicke zu charakterisieren, da der Spannungsabfall bei einem Konstantstrom von ca. 1 A kleiner 1 mV ist und das Modul für derartig kleine Spannungen nicht geeignet ist.

Das Modul wurde anfangs bei einigen Messungen eingesetzt, findet nun aber keine Verwendung mehr.

3.21. Stromquellen

Je nach Probendurchmesser muss ein passender Konstantstrom gewählt werden. Ein hoher Strom liefert auch ein hohes (und somit gut messbares) Spannungssignal. Man läuft aber Gefahr die Probe zu heizen.

3.21.1. Stromquelle - 300 mA

Für dünne Proben (Drähte) steht eine Konstantstromquelle, die am Institut für Experimentalphysik von Herrn Ing. Reinhard Dämon gefertigt wurde, zur Verfügung. Sie liefert einen Konstantstrom von $(299,98 \pm 0,30)$ mA.

Die Stromquelle kann über eine RS232-Schnittstelle per PC gesteuert werden. Es ist möglich den Strom an-/auszuschalten und die Stromrichtung umzukehren.

Die Umkehrbarkeit der Stromrichtung ist bei Spannungsmessungen mit dem Modul der Firma *Gantner* wichtig, da dieses keine Zero-Funktion besitzt. Die Thermospannungen können dann herausgerechnet werden, indem man den Spannungsabfall an der Probe bei unterschiedlichen Stromrichtungen misst. Die Thermospannung überlagert den tatsächlichen Messwert und ist unabhängig von der Stromrichtung.

$$U_{Thermo} + U_{Probe} = U_{Mess\ Richtung\ 1} \quad (2.37)$$

$$U_{Thermo} - U_{Probe} = U_{Mess\ Richtung\ 2} \quad (2.38)$$

$$U_{Thermo} = \frac{(U_{Mess\ Richtung\ 1} + U_{Mess\ Richtung\ 2})}{2} \quad (2.39)$$

$$\begin{aligned} U_{Probe} &= U_{Mess\ Richtung\ 1} - U_{Thermo} = \\ &= \frac{(U_{Mess\ Richtung\ 1} - U_{Mess\ Richtung\ 2})}{2} \end{aligned} \quad (2.40)$$

3.21.2. Stromquelle – 1,5 A

Für dicke Proben (Stäbe) ist es notwendig einen höheren Konstantstrom zu wählen um einen höheren Spannungsabfall an der Probe zu erzeugen. Hierzu stand uns eine Strom/Spannungsquelle der Firma *Heinzinger* zur Verfügung, bei der ein Konstantstrom bis zu 3 A eingestellt werden kann. Um die Probe aber nicht zu erwärmen wurde meist mit Strömen im Bereich von 1,5 A gemessen.

Der eingestellte Konstantstrom wurde mit einem Multimeter kontrolliert und lieferte Ströme mit einer Schwankung von 0,1 % um den eingestellten Wert, was einer ähnliche Unsicherheit wie der in Punkt 3.21.1 beschriebenen Stromquelle entspricht.

3.22. Temperaturmessung

Die Bestimmung der Temperatur erfolgt über Thermoelemente, die direkt neben der Probe platziert werden. Es befinden sich jeweils ein Thermoelement an einem und ein Thermoelement am anderen Ende der Probe. Die Thermoelemente werden über den in Kapitel 3.15.1 beschriebenen Blindflansch zur Probe geführt.

Im Idealfall einer homogenen Temperaturverteilung sollten beide Thermoelemente den gleichen Messwert liefern. Liegen die Messwerte weit auseinander ($> 7 \text{ }^\circ\text{C}$) sollte man versuchen die Temperaturverteilung zu verbessern, indem man die Heizrate des Ofens niedriger einstellt oder den Argondurchfluss anpasst.

Die verwendeten Thermoelemente sind vom Typ K und bestehen aus einem NiAl – NiCr Paar mit einer Ummantelung aus *Inconel*.

Die Auswertung der Thermospannung am Thermoelement erfolgt mit einem Modul der Firma *Gantner*. Um die Temperatur an der Kaltstelle des Thermoelements zu ermitteln enthält das Modul einen Pt-100 Fühler. Der Pt-100 Fühler befindet sich mit der Kaltstelle in einem Aluminiumblock. Ändert sich die Raumtemperatur ändert sich auch die Temperatur des Aluminiumblocks und somit der Kaltstelle und des Pt-100 Fühlers. Durch diese Kaltstellenkompensation können vom Modul jederzeit Änderungen der Raumtemperatur bei der Ermittlung des Temperaturwertes an der Heistelle berücksichtigt werden.

3.23. Durchmesserbestimmung

Die Proben wurden mit einem Lasermikrometer vermessen. Hierzu wurde die Dicke an mindestens zehn Stellen der Probe vermessen. Aus den Messwerten wird ein Mittelwert gebildet, was zu einer Messunsicherheit $< 4 \text{ } \mu\text{m}$ führt. Die Unsicherheit resultiert weniger aus der Unsicherheit des Lasermikrometers, sondern vielmehr aus dem nicht exakt konstanten Durchmesser der Proben.

3.24. Betriebssoftware

Ziel der Betriebssoftware ist die automatische Steuerung des Ofens und des Stroms, sowie die Akquisition von Daten der Spannungs- und Temperaturmessgeräte und deren Abspeicherung in einer Datei. Sie wurde mit *LabView* realisiert.

Automatisch bedeutet in diesem Zusammenhang, dass ein Temperaturbereich gewählt werden kann und der anschließende Messzyklus ohne Personalaufwand durchgeführt wird. Eine Messung dauert meist ca. 24 Stunden. Müsste ständig ein Mitarbeiter vor Ort sein wäre eine längere Messung daher nur schwer durchführbar.

3.24.1. Anzeigeelemente

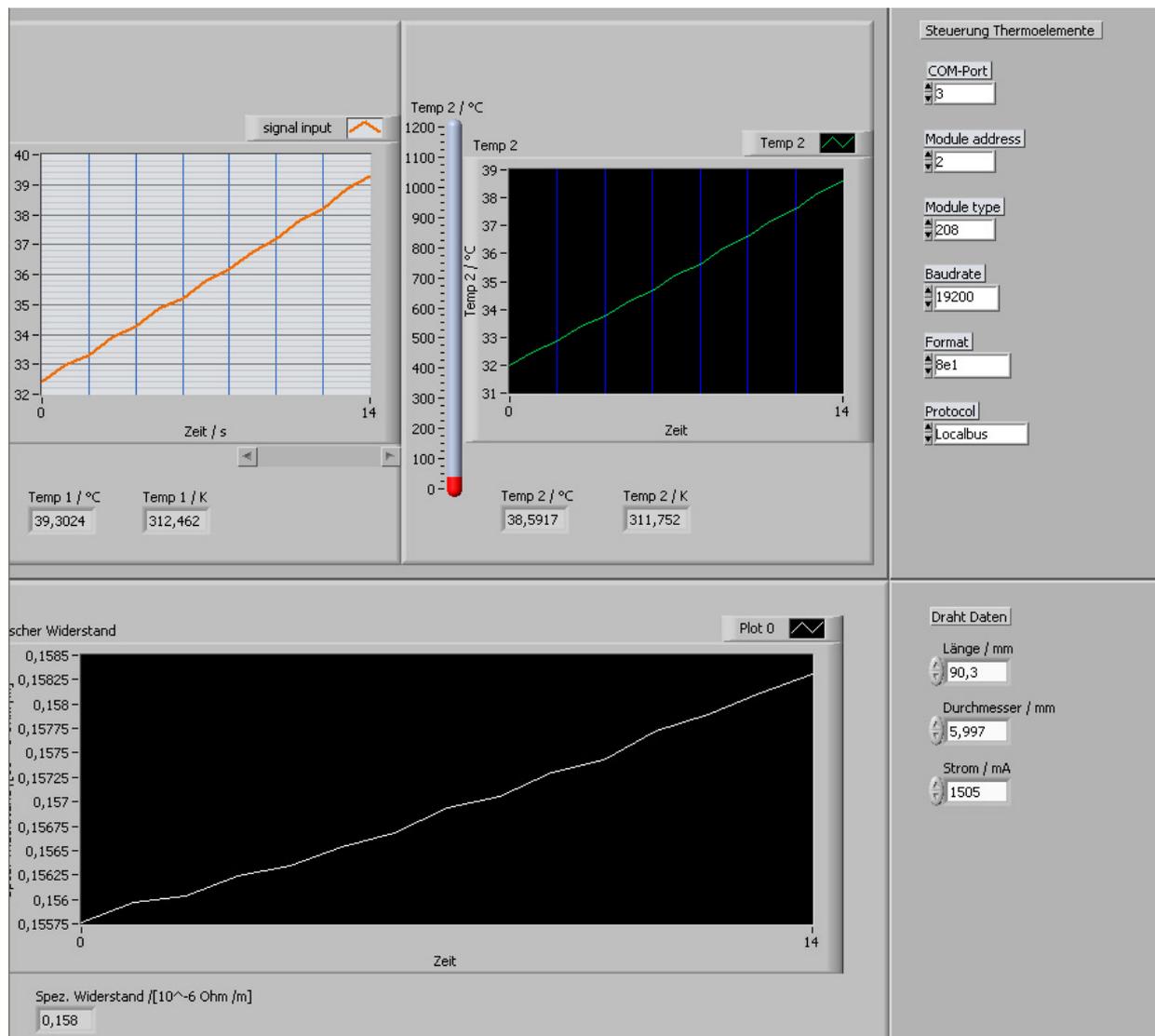


Abbildung 3-31 Anzeigeelemente-GUI

Die Software zeigt einen Verlauf der gemessenen Temperaturen an den beiden Thermoelementen an. Somit kann während der Messung beobachtet werden ob ein Temperaturgefälle zwischen den beiden Thermometern besteht.

Für die Beobachtung des spez. elektr. Widerstands können die aktuellen Werte für Probenlänge und –durchmesser, sowie der eingestellte Konstantstrom in Bedienfelder eingegeben werden. Aus diesen Werten und der Spannungsmessung kreiert die Software einen Graphen, welcher den Verlauf des spez. elektr. Widerstands enthält. Dieser wird bei jeder Messung aktualisiert.

Auch der Verlauf der Spannung wird angezeigt.

3.24.2. Temperatursteuerung

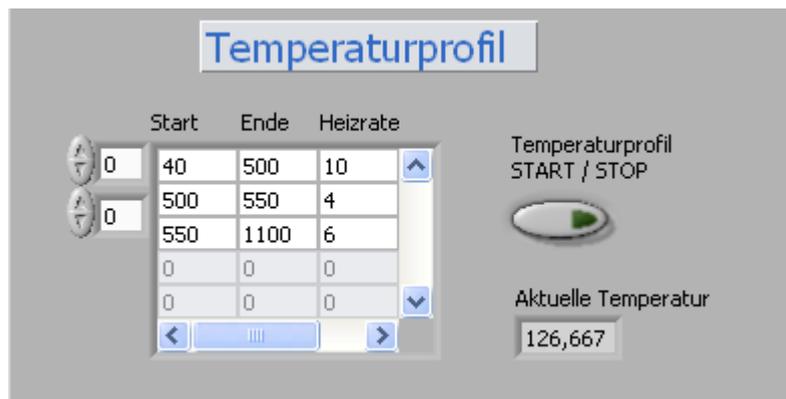


Abbildung 3-32 Temperatursteuerungs-GUI

Die Temperatursteuerungs-GUI (Graphical User Interface) ermöglicht die Eingabe eines Temperaturverlaufprofils. Hierzu werden Start- und Ziel-Temperatur mit der gewünschten Heizrate eingegeben. Es ist möglich mehrere Temperaturbereiche hintereinander mit verschiedenen Heizraten einzustellen. So kann man beispielsweise eine Probe, bei der man bei 500 °C einen Phasenübergang erwartet, von Raumtemperatur bis zu 450 °C mit 5 K/min heizen, von 480 – 550 °C mit 2 K/min und von 550 – 1100 °C mit 5 K/min. Der Bereich der Phasenumwandlung kann so genauer vermessen werden.

Neben der Verwendung des Temperaturverlaufprofils können Temperaturen auch manuell eingestellt werden.

Es zeigte sich, dass die in Kapitel 3.7.1 besprochene Temperatursteuerung zwar mit einem angelegten Strom am Regelgerät gesteuert werden kann, jedoch gibt es beim eingestellten Minimal- bzw. Maximalwert der Temperatur Abweichungen. Der Minimalwert der Temperatur wird mit 0 °C eingestellt, der Maximalwert mit 1100 °C. Diese Werte werden bei 0 bzw. 20 mA angelegtem Steuerstrom erreicht. Leider zeigt das Steuergerät bei einem Strom von 0 mA beispielsweise einen Temperatursollwert von 0,2 % des Maximalwerts an und bei 20 mA 102,1 %. Diese geringen Abweichungen führen dazu, dass die Temperatur nicht mehr exakt gesteuert werden kann. Legt man jedoch vor einem Messzyklus einmal einen Strom mit 0 mA bzw. 20 mA an und notiert man die Prozentwerte an Minimal- und Maximalwert, so können diese Werte in der Steuerungssoftware eingetragen und berücksichtigt werden. Auf diese Weise erreicht man wieder exakte Ergebnisse bei der Temperatursteuerung.

3.24.3. Daten Akquisition

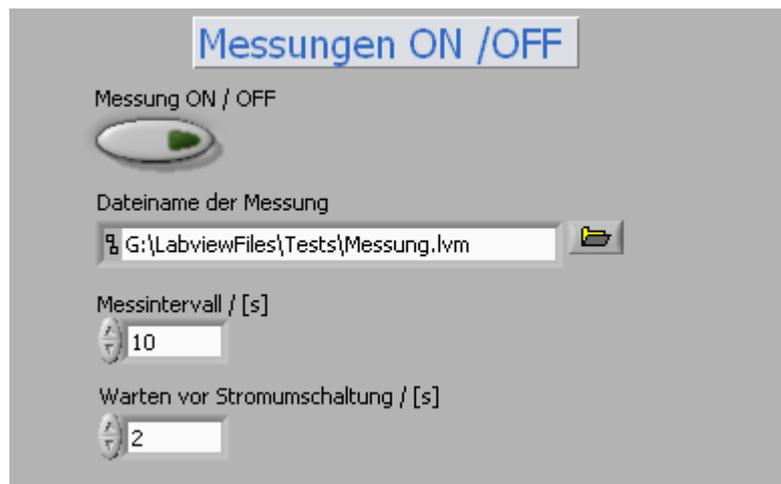


Abbildung 3-33 Daten Akquisition-GUI

Die Temperaturen der Thermoelemente, die eingestellte Ofentemperatur, die Spannungen bei jeweils umgepolter Stromrichtung, die korrigierte Spannung (Kapitel 3.20) und ein Zeitstempel werden bei jeder Messung in eine Datei geschrieben. Das Intervall zwischen zwei Messungen kann frei eingestellt werden und wurde bei unseren Messungen meist mit 20 s festgelegt.

3.24.4. Steuerung Stromquelle

Neben der automatischen Steuerung der 300 mA Stromquelle während eines Messzyklus kann diese auch manuell an/abgeschaltet werden bzw. die Stromrichtung umgepolt werden.

3.25. Auswertungssoftware

Die Auswertungssoftware erzeugt aus der von der Betriebssoftware erzeugten Datei einen Bericht, der die komplette Datenauswertung enthält und an einen Kunden gesendet werden kann.

Die Realisierung erfolgte mit *Microsoft Excel*. Es hat den Vorteil, dass bequem Berichte erzeugt und editiert werden können. Gleichzeitig hat man die Möglichkeit mit *Visual Basic for Applications* komplexe dynamische Berechnungen durchzuführen.

Die Auswertungssoftware ist als einfache Excel Datei mit aktivierten Makros abgespeichert. Diese Muster-Datei wird für eine neue Auswertung kopiert und entsprechend der Probe umbenannt. Nach Öffnen der neuen Datei werden in einem Arbeitsblatt alle Parameter der Messung eingetragen (z.B. Probenabmessungen, Daten zur thermischen Ausdehnung, etc.).

Im Anschluss startet ein Klick auf einen Button die Auswertung. Zuerst muss in einem Dialog die Messdatei, welche ausgewertet werden soll, ausgewählt werden. Danach erzeugt ein Makro automatisch den Bericht.

3.26. Automatisch generierter Bericht

Zur Veranschaulichung befindet sich ein automatisch generierter Bericht der in Kapitel 4.6 vermessenen Probe befindet sich im Anhang dieser Masterarbeit (Anhang A.3).

Der erzeugte Bericht besteht im Wesentlichen aus vier Abschnitten:

3.26.1. Beschreibung

Dieser Teil muss manuell editiert werden und enthält Informationen über die vermessene Probe und Herstellerangaben. Auch Angaben über den thermischen Ausdehnungskoeffizient in Abhängigkeit von der Temperatur werden hier eingetragen.

3.26.2. Spez. elektr. Widerstand – Plot

Ein Makro generiert automatisch einen Plot des spez. elektr. Widerstands über der Temperatur und optimiert die Achsen. Auch Fehlerbalken werden eingezeichnet.

3.26.3. Spez. elektr. Widerstand – Tabelle

In der Ergebnistabelle werden Temperaturen und zugehöriger spez. elektr. Widerstände festgehalten. Aufgrund der Fülle von Daten (mehrere Tausend Messpunkte) werden nicht alle Wertepaare dargestellt. Stattdessen wird nach folgendem Schema vorgegangen:

niedrigste Temperatur – 50 °C – 100 °C – 150 °C - ... - höchste Temperatur - ... 150 °C – 100 °C – 50 °C - niedrigste Temperatur

Für jedes Wertepaar wird automatisch die Unsicherheit laut Kapitel 5 berechnet und in die Tabelle eingetragen.

3.26.4. Temperaturverlauf

Insbesondere bei Messungen an Stählen ist der Temperaturverlauf interessant. So können unterschiedliche Abkühlraten zu unterschiedlichen Phasenumwandlungen führen. Für den Betrachter des Berichts kann der zeitliche Verlauf der Temperatur während der Messung daher große Bedeutung haben.

3.27. Alternative Anlage für Klimaschrank

Nach Anfrage eines Unternehmens, ob es auch möglich wäre eine Anlage zu bauen, die anstatt des Rohrofens einen Klimaschrank als Wärmequelle benützt, wurde eine zweite Anlage konstruiert.

Die Anlage soll für Klimaschränke (Abmessungen: 500 x 500 x 500 mm) in einem Temperaturbereich von -100 C° bis 200 °C verwendbar sein. Durch die wesentlich niedrigere Höchsttemperatur und die großzügigen räumlichen Abmessungen konnte in vergleichsweise kurzer Zeit eine neue Anlage konzipiert werden.

Die zu untersuchenden Proben haben immer eine Länge von 12 cm und einen Durchmesser von 5 bis 6 mm.

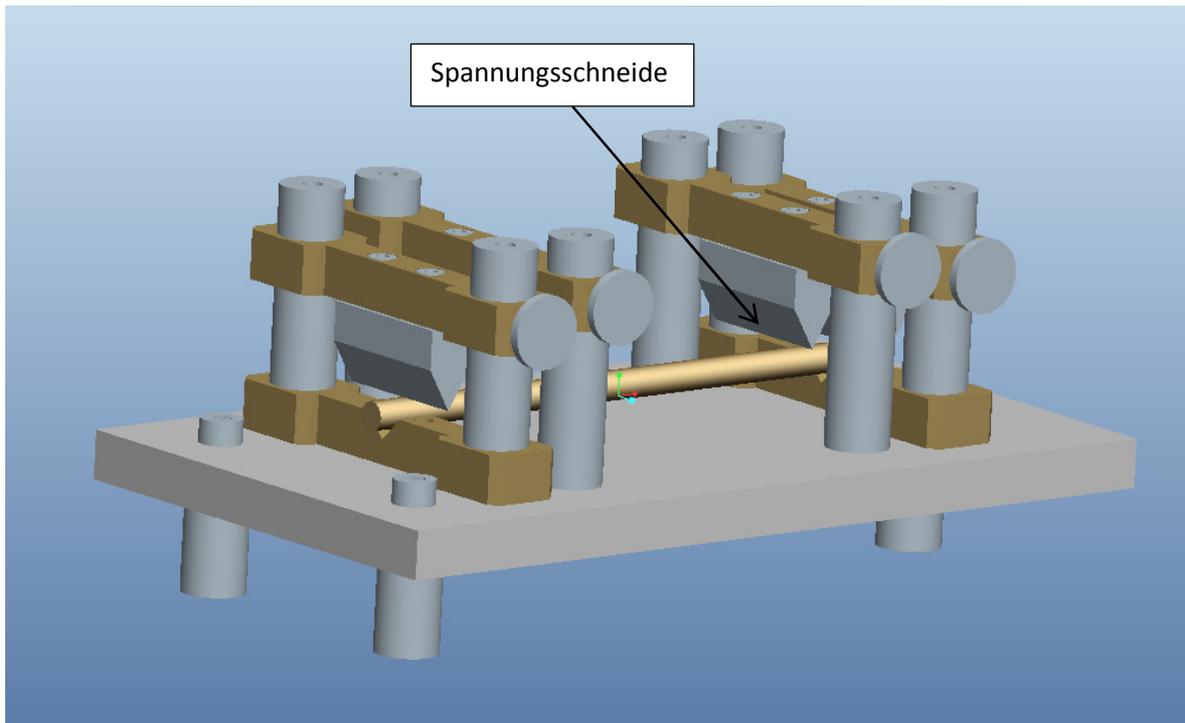


Abbildung 3-34 Anlage für Klimaschrank

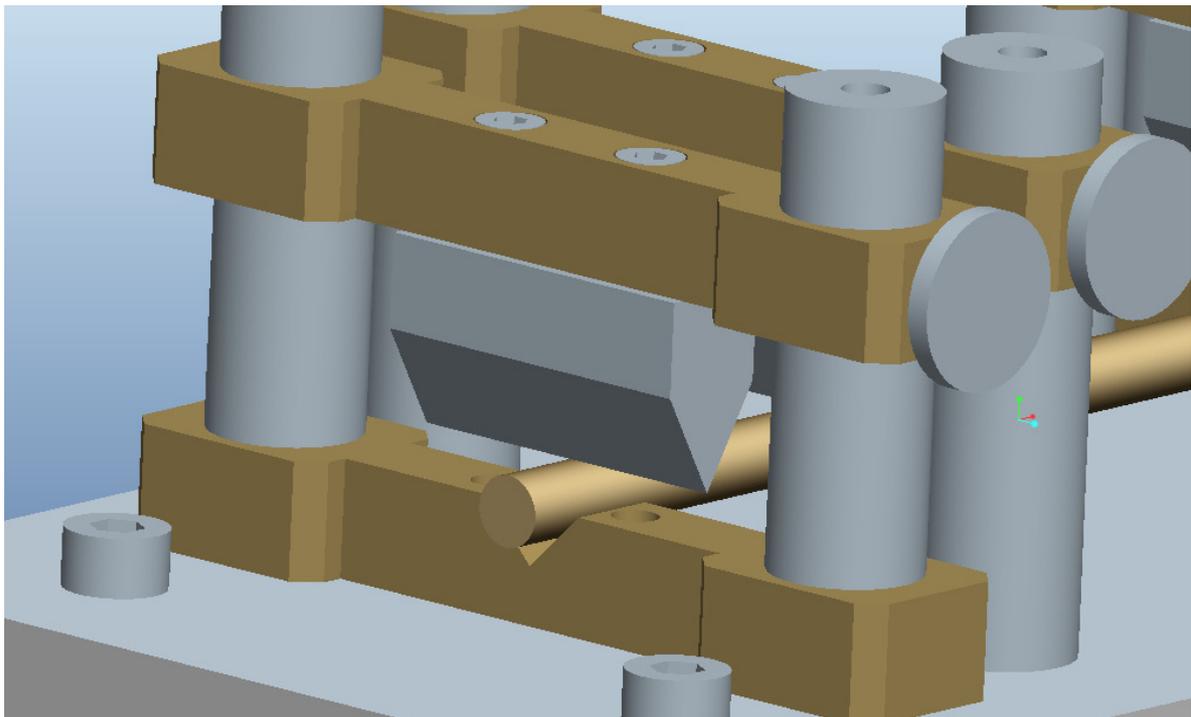


Abbildung 3-35 Anlage Klimaschrank – Detailansicht Stromaufprüger

Als Basis dient der Anlage (Abmessungen ca. 180 x 100 x 80 mm) eine Platte aus Granit. Eine besondere Herausforderung bestand darin möglichst genaue Bohrlöcher in Granit zu bohren. Ein Steinbohrer verursachte oft Absplinterungen. Ein sehr schönes Bohrloch erhält man, wenn man anstatt eines Steinbohrers ein Stück Kupferrohr mit dem gewünschten Außendurchmesser in eine Bohrmaschine einspannt. An die Stelle des neuen Bohrlochs gibt man etwas Öl

vermischt mit Korundpulver, welches auch im Vergleich zu Granit sehr hart ist. Schaltet man nun die Bohrmaschine ein und führt den Bohrer ins Öl schleift das vom Kupfer mitgerissene Korundpulver ein Loch in den Granit. Einziger Nachteil ist die relativ lange Bohrzeit (ca. 1 h/Loch).

Die Anlage steht auf drei kurzen Stahlstangen um einen sicheren Stand zu gewährleisten.

An der Granitplatte wurden zwei jeweils baugleiche Einheiten zur Stromaufprägung bzw. zur Spannungsmessung montiert.

3.27.1. Stromaufprägung

Die Einheit zur Stromaufprägung besteht aus einem Messingbalken, der mit zwei in der Granitplatte verschraubten Stahlstangen positioniert wird. Der Balken liegt auf der Platte auf und hat eine V-förmige Aussparung. Auf dieser Aussparung liegt die Probe auf (siehe Abbildung 3-35). Um die Probe zu fixieren wird von oben ein zweiter Messingbalken mit einer Stromschneide aus Kupfer zur Probe herangeführt und mit einer Rändelschraube fixiert.

Für einen elektrischen Strom benötigt man natürlich eine elektrische Zuleitung. Hierfür sind an der Oberseite der Stahlstangen Bohrungen für M4 Schrauben vorgesehen. So ist es möglich ein temperaturbeständiges Kabel mit einer Öse oder einen geeigneten elektrischen Leiter zwischen Schraube und Stahlstange zu klemmen.

Der Strom fließt also über die Stahlstangen, den unteren Messingbalken bzw. über den oberen Messingbalken und die Stromschneide aus Kupfer in die Probe. Durch die elektrische Kontaktierung der Probe an mehreren Stellen (zwei Auflageflächen in der V-förmigen Aussparung und eine Kontaktfläche zwischen Stromschneide und Probe ist trotz der relativ großen Probendicke bereits nach wenigen Millimetern ein homogener elektrischer Strom in der Probe zu erwarten (siehe Kapitel 2.4).

3.27.2. Spannungsmessung

Die Einheit zur Spannungsmessung ist fast baugleich mit der Einheit zur Stromaufprägung. Der Unterschied besteht im fehlenden unteren Messingbalken. Die Probe soll lediglich von oben mit einer möglichst scharfen Kante kontaktiert werden, um den Abstand zwischen den Spannungsschneiden möglichst genau definieren zu können. Zudem würde die Probe aufgrund von Fertigungstoleranzen bei der Herstellung der Probe und beim Bau der Anlage niemals auf allen vier Messingbalken gleichzeitig aufliegen können.

Im Gegensatz zu den Schneiden der Stromaufprägung sind die Spannungsschneiden aus Edelstahl, da diese wesentlich härter und chemisch beständiger sind. Somit sollte die Spannungsschneide sehr lange scharf bleiben und die Anzahl von Wartungsarbeiten wird minimiert.



Abbildung 3-36 Anlage Klimaschrank – assemblierte Anlage

4. Messung und Datenauswertung

4.1. Allgemeines

Um zu überprüfen ob die Anlage korrekt funktioniert wurde eine Reihe von Reinmetallen vermessen. Der Vergleich mit Daten aus der Literatur bringt Aufschluss über die Qualität der Anlage. Im Anschluss wurden eine Legierung und eine Stahlprobe der Firma Böhler Edelstahl GmbH analysiert.

Falls nicht anders angegeben wurde bei den Messungen immer ident vorgegangen. Die Anlage wurde mit einer Argon Durchflussrate von 30 l/h gespült. Die Heizrate betrug 4 K/min. Die ca. 20 cm langen Proben wurden entsprechend Kapitel 3.9 präpariert und eingebaut. Der Durchmesser wurde an mindestens 10 äquidistanten Stellen der Probe vermessen und der Mittelwert für die Berechnungen herangezogen. Die Spannungsmessung erfolgte mit dem *Keithley* Multimeter (Kapitel 3.20). Die Berechnung des spez. elektr. Widerstands aus den Messdaten erfolgt aus Gleichung (2.20).

4.2. Nickel

4.2.1. Allgemeines

Nickel ist bei niedrigen Temperaturen ferromagnetisch. Ab einer Temperatur von 372 °C (Curie-Punkt, auch Curie-Temperatur) stören die thermischen Schwingungen im Kristall das Bestreben der Elektronen-Spins sich parallel auszurichten so stark, dass sich keine Weisschen Bezirke mehr ausbilden und das Material paramagnetisch wird [2].

4.2.2. Daten der Probe

Hersteller:	Advent Research Materials Ltd
Bezeichnung:	Nickel Draht NI535315
Reinheit:	99,98 %
Härtegrad:	geglüht
Durchmesser:	0,5 mm
Verunreinigungen in ppm:	C 150, Mn< 10, Ca< 10, Si< 10, Mg< 10, Al< 10, Pb< 5, O 10, S< 10, Cu< 10, Cr< 10, P< 10, Fe< 10, Ti< 10, Co< 10, Zn< 10

Funktion der thermischen Ausdehnung [6]:

Temperaturbereich: 20 °C < T < 622 °C

$$\alpha(T) = 0,01 \cdot (1,362 \cdot 10^{-3} \cdot (T - 20) + 4,544 \cdot 10^{-7} \cdot (T - 20)^2 - 1,806 \cdot 10^{-10} \cdot (T - 20)^3) \quad (4.1)$$

Temperaturbereich: 622 °C < T < 1227 °C

$$\alpha(T) = 0,01 \cdot (0,944 + 1,71 \cdot 10^{-3} \cdot (T - 622) + 1,283 \cdot 10^{-7} \cdot (T - 622)^2 + 1,447 \cdot 10^{-10} \cdot (T - 622)^3) \quad (4.2)$$

4.2.3. Messergebnisse

Der Abstand zwischen den Spannungsschneiden betrug $(149,50 \pm 0,25)$ mm. Die Heizrate betrug $5 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ und wurde im Bereich der Curie-Temperatur auf $3 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ gesenkt (Abbildung 4-2).

Tabelle 4-1 Bestimmung des mittleren Durchmessers der Nickel Probe

d..... Durchmesser

Messung / #	d / mm	Messung / #	d / mm
1	0,498	6	0,498
2	0,497	7	0,499
3	0,497	8	0,497
4	0,502	9	0,501
5	0,499	10	0,500

Mittlerer Durchmesser: $d = (0,499 \pm 0,002)$ mm

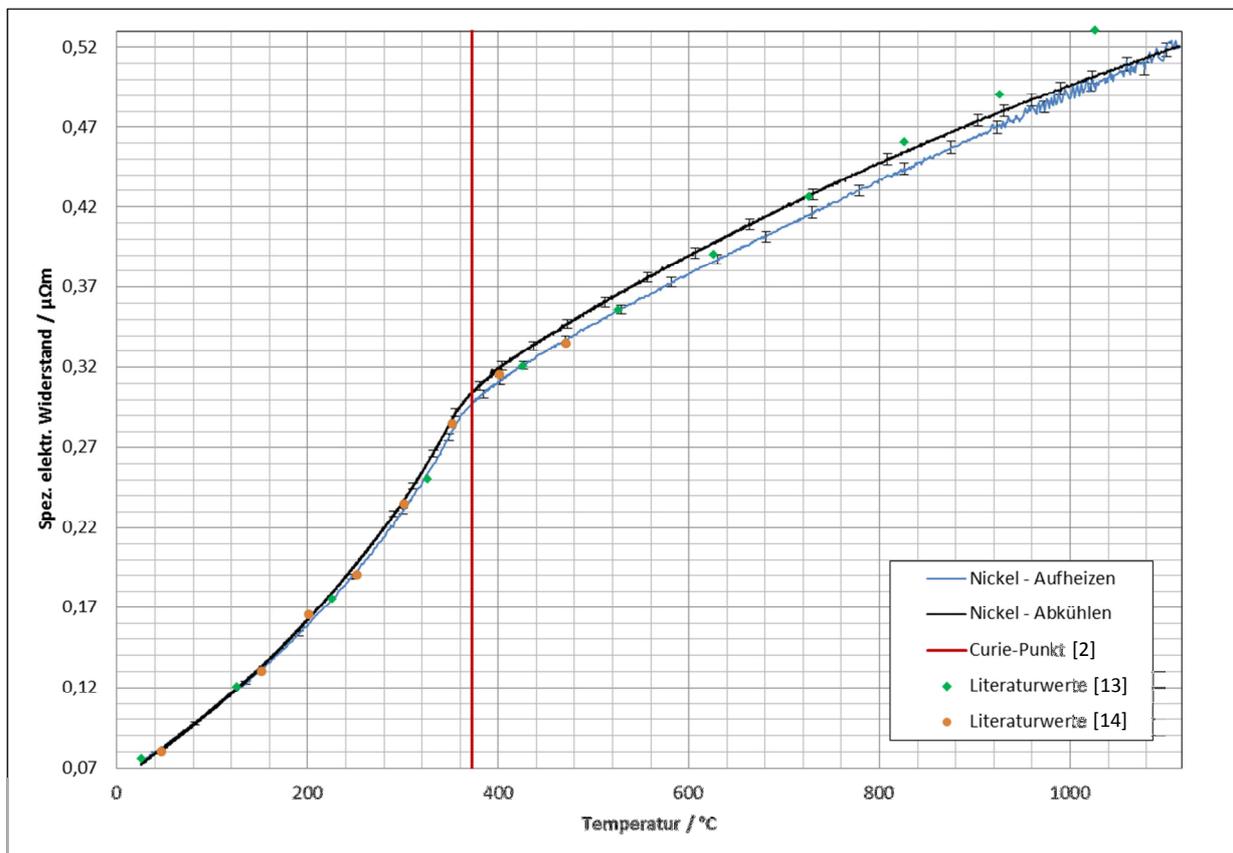


Abbildung 4-1 Spez. elektr. Widerstand von Nickel

Tabelle 4-2 Spez. elektr. Widerstand von Nickel mit Unsicherheiten

T..... Temperatur

 ρ Spez. elektr. Widerstand $\Delta\rho$ Prozentuelle Unsicherheit des spez. elektr. Widerstands

Aufheizen			Abkühlen		
T / °C	ρ / $\mu\Omega\text{m}$	$\Delta\rho$ / %	T / °C	ρ / $\mu\Omega\text{m}$	$\Delta\rho$ / %
27	0,075	0,86	1100	0,518	0,85
50	0,084	0,86	1050	0,507	0,85
100	0,106	0,86	1000	0,496	0,85
150	0,130	0,86	950	0,485	0,85
200	0,160	0,86	900	0,473	0,85
250	0,191	0,86	850	0,460	0,85
300	0,231	0,86	800	0,447	0,85
350	0,279	0,86	750	0,434	0,85
400	0,311	0,86	700	0,419	0,85
450	0,330	0,86	650	0,405	0,85
500	0,347	0,85	600	0,390	0,85
550	0,363	0,85	550	0,373	0,85
600	0,379	0,85	500	0,356	0,85
650	0,394	0,85	450	0,339	0,86
700	0,408	0,85	400	0,319	0,86
750	0,423	0,85	350	0,286	0,86
800	0,437	0,85	300	0,237	0,86
850	0,450	0,85	250	0,196	0,86
900	0,464	0,85	200	0,162	0,86
950	0,477	0,85	150	0,132	0,86
1000	0,488	0,85	100	0,106	0,86
1050	0,504	0,85	50	0,083	0,86
1100	0,520	0,85	25	0,073	0,86
1115	0,520	0,85			

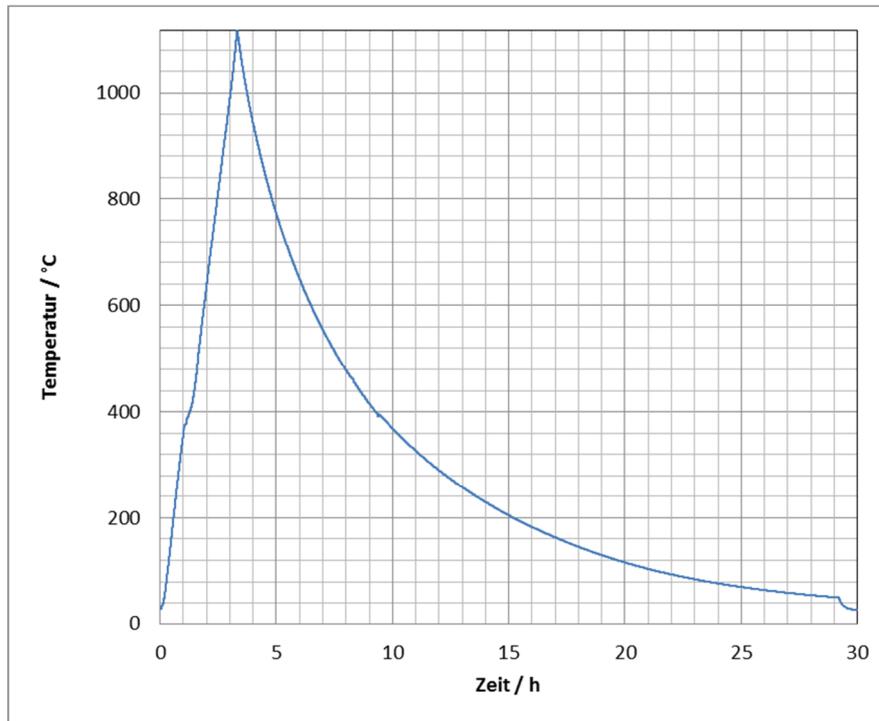


Abbildung 4-2 Temperaturverlauf während der Messung der Nickel-Probe

Die Messwerte in Abbildung 4-1 stimmen mit den Literaturwerten sehr gut überein. Lediglich bei 1030 °C weicht der Literaturwert um ca. 4 % vom Messwert ab. Die Gründe dafür können vielseitig sein. Möglicherweise könnte die Probe bei derart hohen Temperaturen oxidiert worden sein. Dagegen spricht aber, dass die Probe nach dem Abkühlen wieder zum ursprünglichen Wert des spez. elektr. Widerstands zurückkehrt. Wahrscheinlicher scheint, dass sich die Reinheitsgrade der Probe geringfügig unterscheiden und sich dies erst bei hohen Temperaturen bemerkbar macht.

Für die Spannungsmessung wurde bei dieser Probe das Gantner Modul verwendet. Ab einer Temperatur von 900 °C macht sich ein leichtes Rauschen der Messwerte bemerkbar. In einer viel ausgeprägteren Form wurde dieses Phänomen in der Diplomarbeit von Herrn Dipl.-Ing. Kerschenbauer [4] beschrieben. Warum das Rauschen hier deutlich geringer ausfällt ist unklar. Mögliche Gründe sind die völlig anders konstruierte Anlage oder die andere Positionierung des Gantner Moduls. Offensichtlich hängt das Rauschen mit dem elektrischen Heiz-Strom zusammen, da der Effekt beim Abkühlen nicht beobachtet wird.

Die Aufheiz- und Abkühl-Kurve überdecken sich nicht perfekt. Vor allem im paramagnetischen Bereich weichen die Werte voneinander ab, im ferromagnetischen decken sie sich hingegen gut. Dies könnte darauf zurückzuführen sein, dass die Probe anfangs relativ rasch abkühlt (Abbildung 4-2) und wenig Zeit hat die durch die Temperaturwechsel verursachten Gefügeänderungen im Material durchzulaufen. Die Probe befindet sich also möglicherweise nicht immer im thermodynamischen Gleichgewicht. Die Abkühlrate im paramagnetischen Bereich ist deutlich niedriger (Abbildung 4-2) und die Probe hat Zeit zu relaxieren.

In Abbildung 4-1 wurde die Curie-Temperatur eingezeichnet. Es ist deutlich zu erkennen, dass sich die Charakteristik der Temperaturabhängigkeit ab diesem Punkt ändert. Es ist sinnvoll

den ferro- bzw. den paramagnetischen Bereich mit je einem Polynom zu fitten. Der Schnittpunkt der beiden Polynome ist dann der gefittete Curie-Punkt.

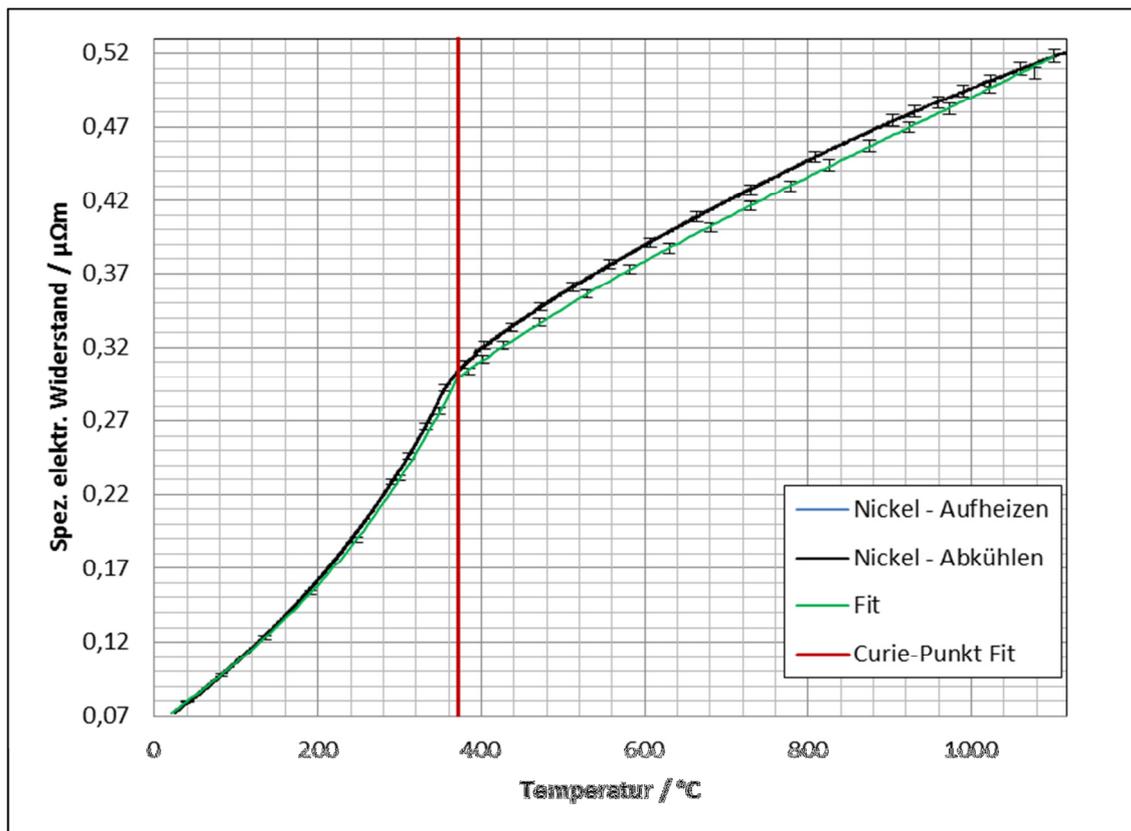


Abbildung 4-3 Fit des spez. elektr. Widerstands von Nickel beim Aufheizen mit gefittetem Curie-Punkt

Fit für den ferromagnetischen Bereich: $27\text{ °C} < T < 372\text{ °C}$

$$\rho_{Ni,ferro}(T) = 6,326 \cdot 10^{-2} + 4,100 \cdot 10^{-4} \cdot T + 2,039 \cdot 10^{-8} \cdot T^2 + 1,585 \cdot 10^{-9} \cdot T^3 \quad (4.3)$$

Für den paramagnetischen Bereich: $372\text{ °C} < T < 1115\text{ °C}$

$$\rho_{Ni,para}(T) = 1,189 \cdot 10^{-1} + 6,047 \cdot 10^{-4} \cdot T - 3,663 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 + 1,331 \cdot 10^{-10} \cdot T^3 \quad (4.4)$$

Curie-Temperatur

$$T_{Curie,fit} = 372\text{ °C} \quad (4.5)$$

Der Fit beschreibt den Verlauf der Aufheizkurve ausgezeichnet. Die Tatsache, dass der gefittete Curie-Punkt genau mit dem Literaturwert [2] übereinstimmt bestätigt die hohe Qualität der durchgeführten Messung.

4.3. Eisen

4.3.1. Allgemeines

Ebenso wie Nickel hat auch Eisen eine Curie-Temperatur. Der Übergang vom ferro- in den paramagnetischen Zustand erfolgt bei $T_{Curie} = 770 \text{ °C}$ [3].

Bei niedrigen Temperaturen ist das Kristallgitter von Eisen kubisch raumzentriert (α -Eisen). Bei $T_{\alpha \rightarrow \gamma} = 911 \text{ °C}$ [7] gibt es einen Phasenübergang, bei welchem Eisen in ein kubisch flächenzentriertes Gitter übergeht (γ -Eisen).

4.3.2. Daten der Probe

Hersteller: Advent Research Materials Ltd
 Bezeichnung: Eisen Draht FE525715
 Reinheit: 99,9 %
 Härtegrad: geblüht
 Durchmesser: 0,5 mm
 Verunreinigungen in ppm: C < 1000, S < 250, Mn < 4000, P < 200

Funktion der thermische Ausdehnung [6]:

Temperaturbereich: $27 \text{ °C} < T < 911 \text{ °C}$

$$\alpha(T) = 0,01 \cdot (0,007 + 1,21 \cdot 10^{-3} \cdot (T - 27) + 6,504 \cdot 10^{-7} \cdot (T - 27)^2 - 3,140 \cdot 10^{-10} \cdot (T - 27)^3) \quad (4.6)$$

Temperaturbereich: $911 \text{ °C} < T < 1377 \text{ °C}$

$$\alpha(T) = 0,01 \cdot (-1,810 + 2,435 \cdot 10^{-3} \cdot (T + 273) - 8,100 \cdot 10^{-8} \cdot (T + 273)^2 + 2,057 \cdot 10^{-11} \cdot (T + 273)^3) \quad (4.7)$$

4.3.3. Messergebnisse

Der Abstand zwischen den Spannungsschneiden betrug $(149,25 \pm 0,25)$ mm.

Tabelle 4-3 Bestimmung des mittleren Durchmessers der Eisenprobe

d..... Durchmesser

Messung / #	d / mm	Messung / #	d / mm
1	0,494	8	0,494
2	0,495	9	0,494
3	0,491	10	0,494
4	0,492	11	0,494
5	0,495	12	0,494
6	0,492	13	0,495
7	0,492	14	0,494

Mittlerer Durchmesser: $d = (0,491 \pm 0,001)$ mm

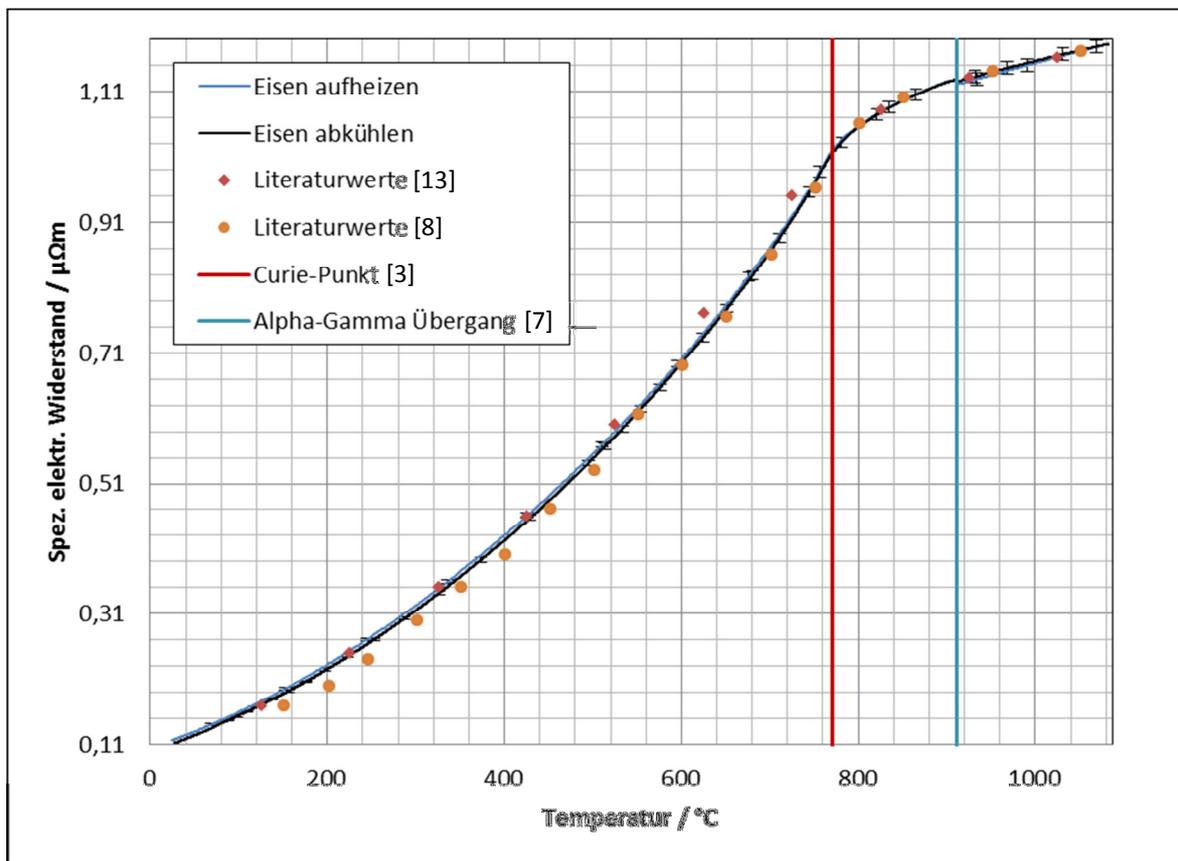


Abbildung 4-4 Spez. elektr. Widerstand von Eisen

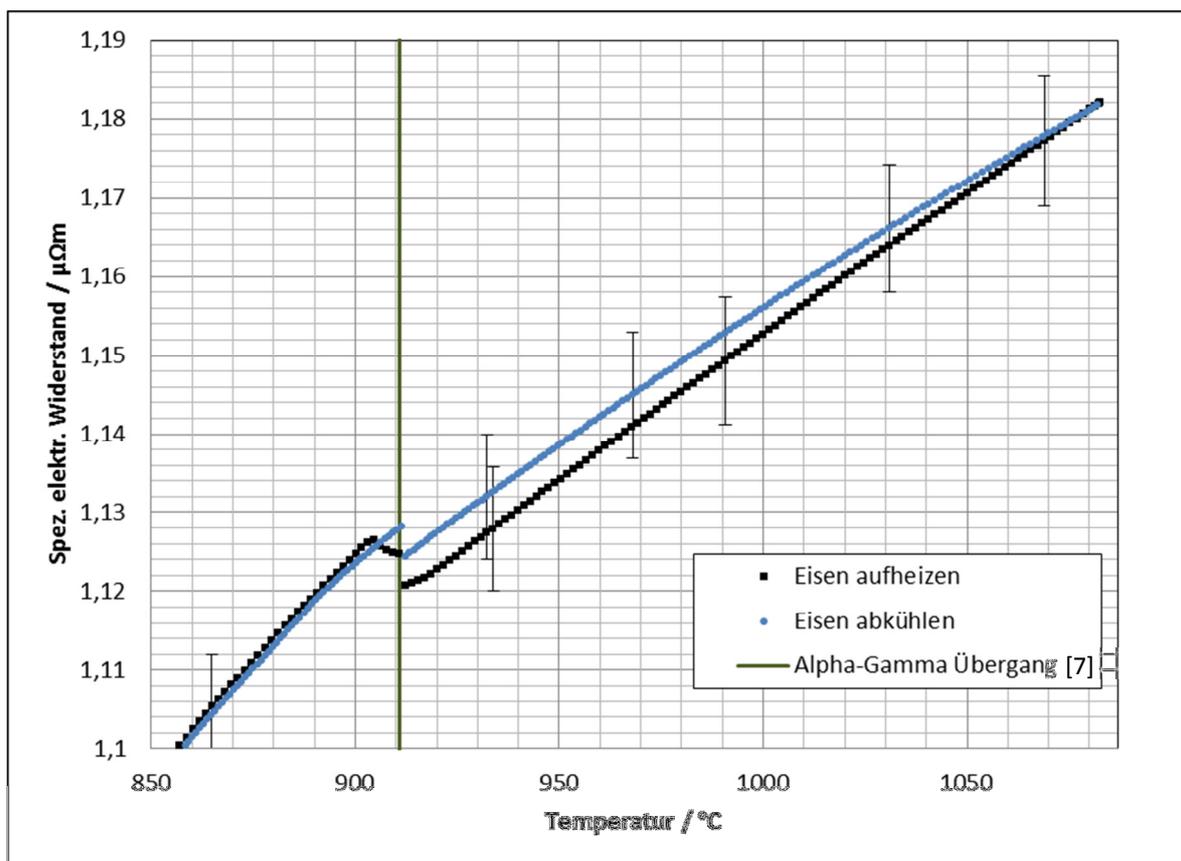
Abbildung 4-5 Spez. elektr. Widerstand von Eisen – Detailansicht α - γ Phasenübergang

Tabelle 4-4 Spez. elektr. Widerstand von Eisen mit Unsicherheiten

T..... Temperatur

 ρ Spez. elektr. Widerstand $\Delta\rho$ Prozentuelle Unsicherheit des spez. elektr. Widerstands

Aufheizen			Abkühlen		
T / °C	ρ / $\mu\Omega\text{m}$	$\Delta\rho$ / %	T / °C	ρ / $\mu\Omega\text{m}$	$\Delta\rho$ / %
24	0,117	0,69	1050	1,171	0,68
50	0,131	0,69	1000	1,155	0,68
100	0,161	0,69	950	1,138	0,68
150	0,195	0,69	900	1,123	0,68
200	0,233	0,69	850	1,094	0,68
250	0,277	0,69	800	1,054	0,68
300	0,324	0,69	750	0,965	0,68
350	0,376	0,69	700	0,863	0,69
400	0,432	0,69	650	0,774	0,69
450	0,492	0,69	600	0,692	0,69
500	0,558	0,69	550	0,617	0,69
550	0,627	0,69	500	0,547	0,69
600	0,702	0,69	450	0,483	0,69
650	0,784	0,69	400	0,422	0,69
700	0,871	0,69	350	0,367	0,69
750	0,975	0,68	300	0,315	0,69
800	1,058	0,68	250	0,268	0,69
850	1,096	0,68	200	0,226	0,69
900	1,125	0,68	150	0,189	0,69
950	1,134	0,68	100	0,156	0,69
1000	1,153	0,68	50	0,124	0,69
1050	1,171	0,68	28	0,113	0,69
1083	1,182	0,68			

Im Gegensatz zur Nickel-Messung wurde bei dieser Messung das *Keithley 196 DMM* zur Spannungsmessung verwendet. Mit diesem ist beim Aufheizen kein Rauschen zu erkennen.

Die Literaturwerte stimmen mit den Messungen gut überein (Abbildung 4-4). Nur die Werte aus [8] liegen im unteren Temperaturbereich etwas unter den gemessenen Werten. Dies könnte an einer leicht unterschiedlichen Reinheit der Probe liegen. Auch der Curie-Punkt ist zu erkennen, die Charakteristik der Temperaturabhängigkeit verändert sich in diesem Bereich merklich.

Interessant ist vor allem der α - γ -Phasenübergangsbereich. Tatsächlich ist bei $T = 911$ °C ein Sprung in der Messkurve zu erkennen (Abbildung 4-5). Der spez. Widerstand ändert sich beim Phasenübergang um nur ca. $0,004 \mu\Omega\text{m}$ (ca. 0,35 % des Messwertes). Die Tatsache, dass dieser winzige Sprung sowohl beim Aufheizen, als auch beim Abkühlen deutlich sichtbar ist

spricht für die hohe Sensibilität des gesamten Messaufbaus. In der verwendeten Literatur konnten keine Messdaten gefunden werden, die diesen schwachen Sprung des spez. elektr. Widerstands ebenfalls beschreiben. Dies liegt mit Sicherheit auch daran, dass in verschiedenen Quellen meist nur wenige Datenpunkte angegeben werden im Vergleich zu den äußerst dicht gesetzten Datenpunkten in Abbildung 4-5.

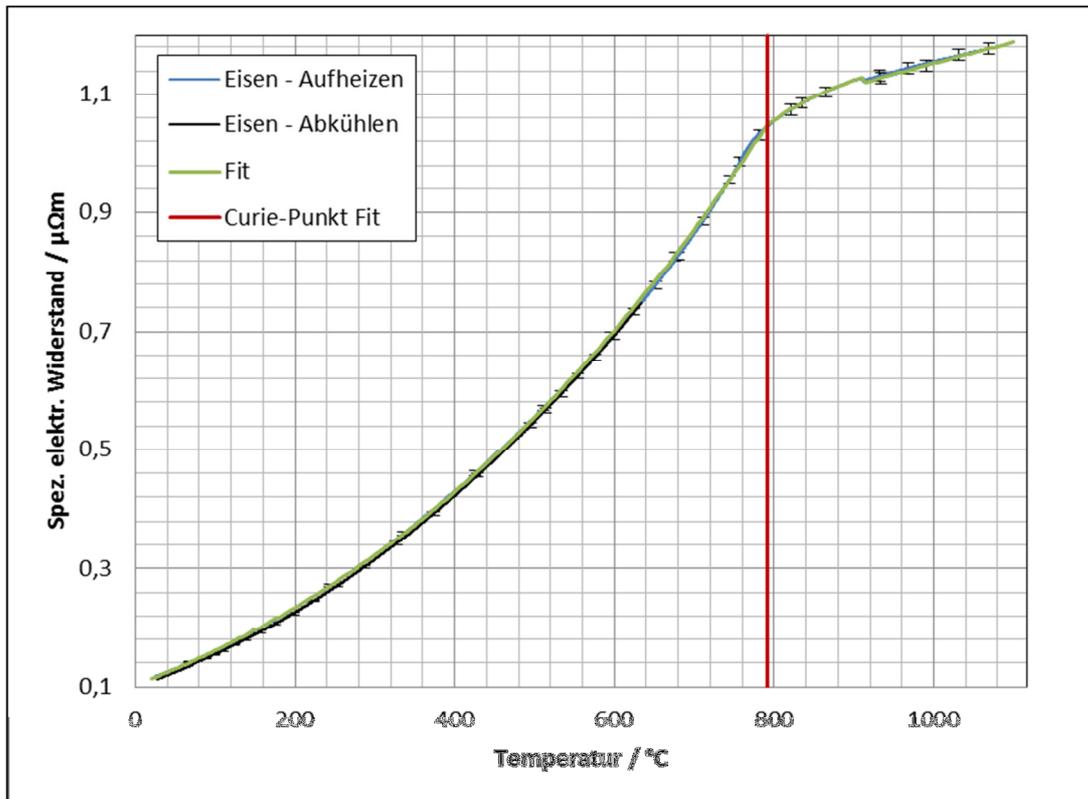


Abbildung 4-6 Fit des spez. elektr. Widerstands von Eisen mit gefittetem Curie-Punkt

Fit für den ferromagnetischen Temperaturbereich: $25\text{ °C} < T < 791\text{ °C}$

$$\rho_{Fe,ferro} = 1,024 \cdot 10^{-1} + 5,261 \cdot 10^{-4} \cdot T + 6,048 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 + 3,056 \cdot 10^{-10} \cdot T^3 \quad (4.8)$$

Für den paramagnetischen Temperaturbereich: $772\text{ °C} < T < 911\text{ °C}$

$$\rho_{Fe,para} = -2,284 + 8,683 \cdot 10^{-3} \cdot T - 7,183 \cdot 10^{-6} \cdot T^2 + 1,936 \cdot 10^{-9} \cdot T^3 \quad (4.9)$$

Für den γ -Eisen Temperaturbereich: $911\text{ °C} < T < 1100\text{ °C}$

$$\rho_{Fe,\gamma} = 0,624 + 7,159 \cdot 10^{-4} \cdot T - 2,106 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 + 2,343 \cdot 10^{-11} \cdot T^3 \quad (4.10)$$

Curie-Temperatur:

$$T_{Curie,Fit\ Polynom} = 791\text{ °C} \quad (4.11)$$

$$T_{Curie,Fit\ graphisch} = 770\text{ °C} \quad (4.12)$$

Die Fits decken sich wieder sehr gut mit der Messkurve. Die gefittete Curie-Temperatur weicht vom Literaturwert um ca. 20 °C ab, was an der schwierigen Modellierbarkeit der Kurve im Bereich des Schnittpunkts liegt. Subjektiv ist zu erkennen, dass sich die Charakteristik der Temperaturabhängigkeit beim Curie-Punkt in Abbildung 4-4 ändert, während der durch den Polynomfit gewonnene Curie-Punkt in Abbildung 4-6 zu weit rechts liegt. Somit ist es in diesem Fall besser die Curie-Temperatur graphisch zu ermitteln.

4.4. Niob

4.4.1. Daten der Probe

Hersteller:	Advent Research Materials Ltd
Bezeichnung:	Niob Draht NB537115
Reinheit:	99,9 %
Härtegrad:	geglüht
Durchmesser:	0,5 mm
Verunreinigungen in ppm:	Ag <5, Al <50, C 30, Cd <5, Co 10, Cr <10, Cu <10, Fe <50, H <1, K <5, Mg <5, Mn <5, Mo <100, N 20, Na <30, Ni 50, O 30, Pb <10, S <5, Ta <500, Ti <20, W 100, Zn <5

Funktion der thermischen Ausdehnung [6]:

$$\alpha(T) = 0,01 \cdot (7,265 \cdot 10^{-4} \cdot (T - 20) + 1,026 \cdot 10^{-7} \cdot (T - 20)^2 - 1,032 \cdot 10^{-11} \cdot (T - 20)^3) \quad (4.13)$$

4.4.2. Messergebnisse

Der Abstand zwischen den Spannungsschneiden betrug $(145,5 \pm 0,25)$ mm.

Tabelle 4-5 Bestimmung des mittleren Durchmessers der Niob Probe

d..... Durchmesser

Messung / #	d / mm	Messung / #	d / mm
1	0,509	7	0,509
2	0,509	8	0,509
3	0,509	9	0,509
4	0,511	10	0,508
5	0,509	11	0,509
6	0,509		

Mittlerer Durchmesser: $d = (0,509 \pm 0,001)$ mm

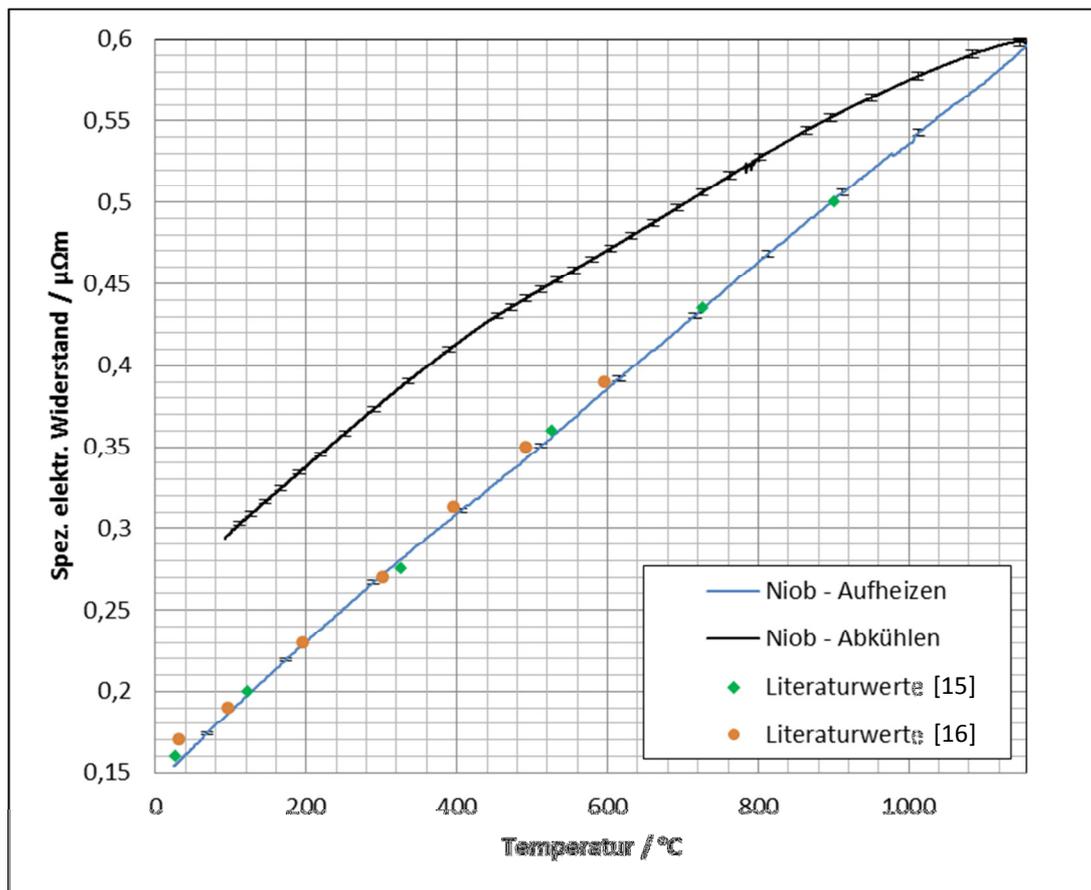


Abbildung 4-7 Spez. elektr. Widerstand von Niob

Tabelle 4-6 Spez. elektr. Widerstand von Niob mit Unsicherheiten

T..... Temperatur

 ρ Spez. elektr. Widerstand $\Delta\rho$ Prozentuelle Unsicherheit des spez. elektr. Widerstands

Aufheizen			Abkühlen		
T / $^{\circ}\text{C}$	ρ / $\mu\Omega\text{m}$	$\Delta\rho$ / %	T / $^{\circ}\text{C}$	ρ / $\mu\Omega\text{m}$	$\Delta\rho$ / %
24	0,154	0,39	1150	0,598	0,39
50	0,166	0,39	1100	0,593	0,39
100	0,188	0,39	1050	0,585	0,39
150	0,210	0,39	1000	0,575	0,39
200	0,231	0,39	950	0,564	0,39
250	0,251	0,39	900	0,553	0,39
300	0,271	0,39	850	0,540	0,39
350	0,291	0,39	800	0,527	0,39
400	0,309	0,39	750	0,513	0,39
450	0,328	0,39	700	0,498	0,39
500	0,346	0,39	650	0,484	0,39
550	0,366	0,39	600	0,470	0,39
600	0,386	0,39	550	0,457	0,39
650	0,406	0,39	500	0,443	0,39
700	0,424	0,39	450	0,429	0,39

750	0,444	0,39	400	0,413	0,39
800	0,464	0,39	350	0,396	0,39
850	0,483	0,39	300	0,377	0,39
900	0,501	0,39	250	0,358	0,39
950	0,520	0,39	200	0,338	0,39
1000	0,536	0,39	150	0,318	0,39
1050	0,556	0,39	100	0,297	0,39
1100	0,574	0,39	92	0,294	0,39
1150	0,594	0,39			
1156	0,597	0,39			

Die Messwerte stimmen gut mit den Literaturwerten überein. Das Abkühlverhalten unterscheidet sich deutlich vom Aufheizverhalten. Der spez. Widerstand ist beim Abkühlen bei gleicher Temperatur um bis zu 30 % höher. Um auszuschließen, dass bei der Messung ein Leck in der Vakuumbdichtung vorhanden war, was eine starke Oxidation der Probe bei hohen Temperaturen zur Folge haben kann, wurden noch weitere Niob Proben vermessen, die aber alle dasselbe Ergebnis lieferten. Um den Effekt zu verstehen empfiehlt sich eine metallurgische Untersuchung der Probe. Diese wurde im Zuge dieser Masterarbeit jedoch nicht durchgeführt.

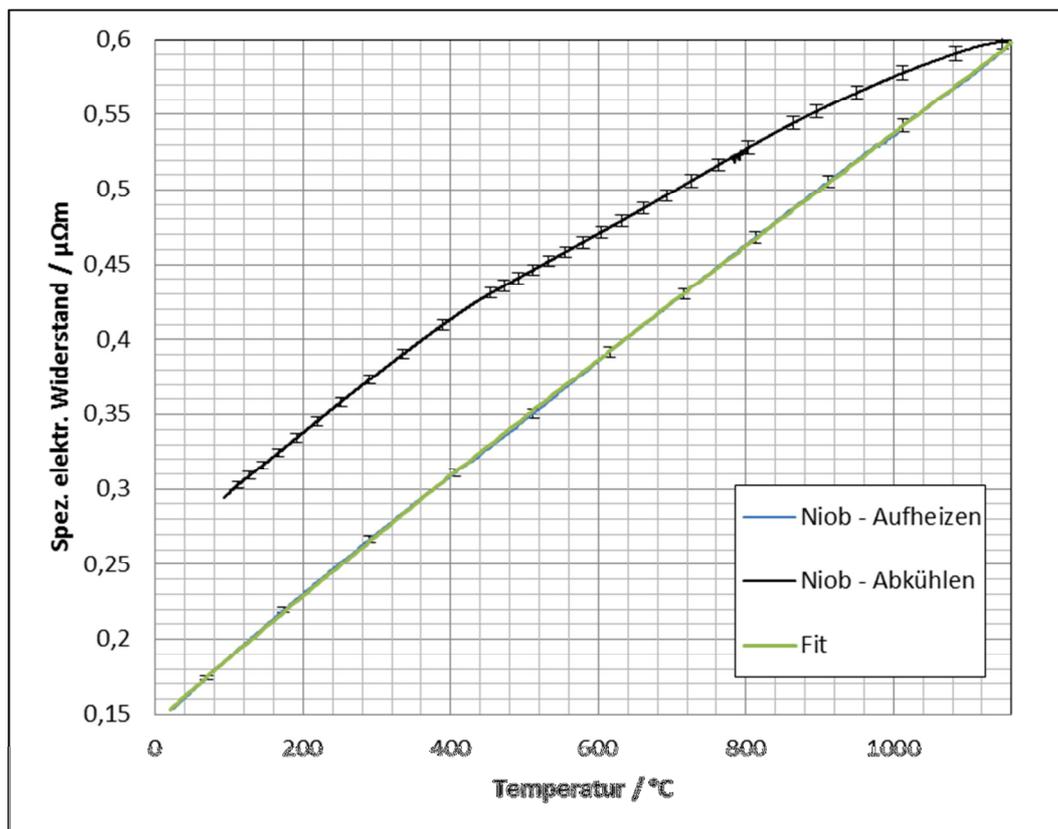


Abbildung 4-8 Fit des spez. elektr. Widerstands von Niob

Fit für den Temperaturbereich $20\text{ °C} < T < 1156\text{ °C}$:

$$\rho_{Nb}(T) = 1,45 \cdot 10^{-1} + 4,303 \cdot 10^{-4} \cdot T - 5,872 \cdot 10^{-8} \cdot T^2 + 2,093 \cdot 10^{-11} \cdot T^3 \quad (4.14)$$

Der Fit beschreibt die Messkurve ausgezeichnet.

4.5. Cu₃₅Ni₆₅

4.5.1. Allgemeines

Kupfer-Nickel Legierungen sind dafür bekannt, dass sie über einen weiten Temperaturbereich ihren Widerstand nur wenig ändern (z. B. ISOTAN[®]: Massenanteil in Prozent: Cu55Ni44Mn1 [9]).

4.5.2. Daten der Probe

Hersteller: unbekannt
 Bezeichnung: Cu35Ni65
 Reinheit: unbekannt
 Härtegrad: unbekannt
 Durchmesser: 0,5 mm
 Verunreinigungen in ppm: unbekannt

Die thermische Ausdehnung wurde vernachlässigt.

4.5.3. Messergebnisse

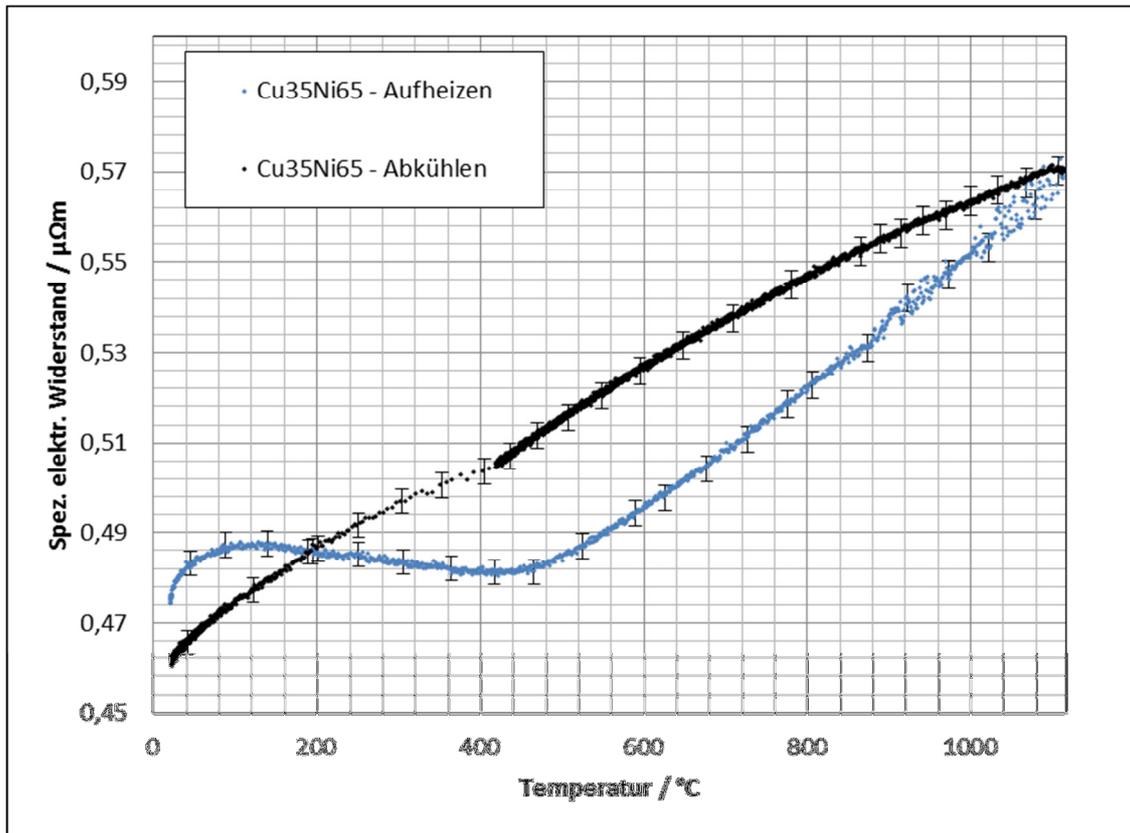
Der Abstand der Spannungsschneiden betrug $(148 \pm 0,25)$ mm. Die Spannungsmessung erfolgte mit dem *Gantner* Modul.

Tabelle 4-7 Bestimmung des mittleren Durchmessers der Cu₃₅Ni₆₅ Probe

d..... Durchmesser

Messung / #	d / mm	Messung / #	d / mm
1	0,509	7	0,509
2	0,508	8	0,508
3	0,508	9	0,508
4	0,511	10	0,508
5	0,507	11	0,508
6	0,507	12	

Mittlerer Durchmesser: $d = (0,508 \pm 0,001)$ mm

Abbildung 4-9 Spez. elektr. Widerstand von $\text{Cu}_{35}\text{Ni}_{65}$ Tabelle 4-8 Spez. elektr. Widerstand von $\text{Cu}_{35}\text{Ni}_{65}$ mit Unsicherheiten

T..... Temperatur

 ρ Spez. elektr. Widerstand $\Delta\rho$ Prozentuelle Unsicherheit des spez. elektr. Widerstands

Aufheizen			Abkühlen		
T / °C	ρ / $\mu\Omega\text{m}$	$\Delta\rho$ / %	T / °C	ρ / $\mu\Omega\text{m}$	$\Delta\rho$ / %
23	0,475	0,56	1100	0,571	0,56
50	0,483	0,56	1050	0,567	0,56
100	0,487	0,56	1000	0,563	0,56
150	0,488	0,56	950	0,559	0,56
200	0,486	0,56	900	0,555	0,56
250	0,485	0,56	850	0,551	0,56
300	0,483	0,56	800	0,546	0,56
350	0,482	0,56	750	0,542	0,56
400	0,482	0,56	700	0,537	0,56
450	0,482	0,56	650	0,532	0,56
500	0,484	0,56	600	0,527	0,56
550	0,489	0,56	550	0,520	0,56
600	0,495	0,56	500	0,514	0,56
650	0,501	0,56	450	0,509	0,56
700	0,508	0,56	400	0,502	0,56

750	0,515	0,56	350	0,499	0,56
800	0,522	0,56	300	0,495	0,56
850	0,529	0,56	250	0,491	0,56
900	0,537	0,56	200	0,487	0,56
950	0,543	0,56	150	0,480	0,56
1000	0,552	0,56	100	0,474	0,56
1050	0,562	0,56	50	0,468	0,56
1100	0,564	0,56	24	0,462	0,56
1116	0,570	0,56			

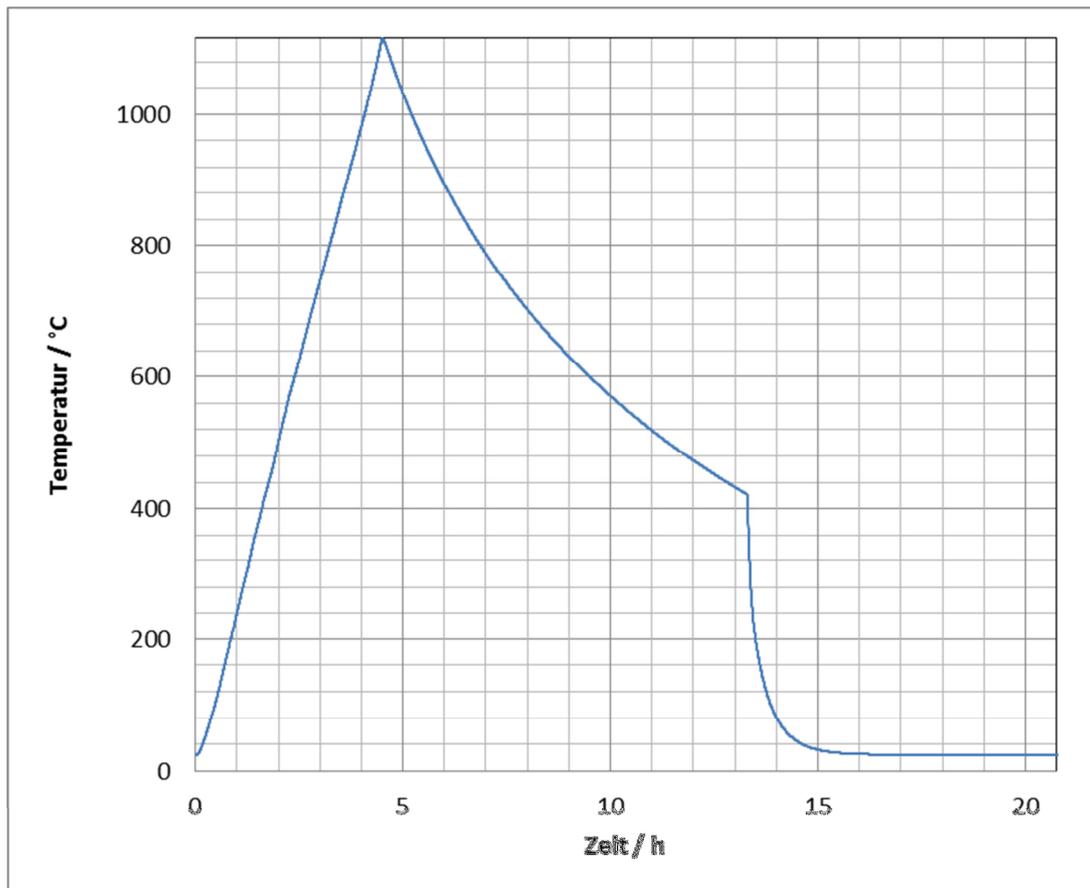


Abbildung 4-10 Temperaturverlauf während der Messung der $\text{Cu}_{35}\text{Ni}_{65}$ -Probe

Wie erwartet bleibt der spez. Widerstand über einen weiten Temperaturbereich annähernd konstant (Abbildung 4-9). Die Änderung liegt im Temperaturbereich $20\text{ °C} < T < 500\text{ °C}$ bei unter 3 %. Über den gesamten Temperaturverlauf gesehen erhöht sich der spez. Widerstand um nur ca. 20 % im Vergleich zu dessen Wert bei 20 °C . Im Vergleich dazu erhöht sich bei der Eisen-Probe der Widerstand über den gesamten Temperaturverlauf um ca. 850 %.

Die Abkühlkurve unterscheidet sich wieder deutlich von der Aufheizkurve. Um zu untersuchen wie sich eine plötzliche Veränderung der Abkühlrate auf das Messergebnis auswirkt wurde bei $T = 430\text{ °C}$ das Rohr aus dem Ofen gezogen und dieses durch die Raumluft abrupt gekühlt (Abbildung 4-10). In Abbildung 4-9 ist bei dieser Temperatur in der Abkühlkurve ein Knick zu erkennen und die Datenpunkte liegen wegen der höheren Abkühlrate weiter auseinander. Der Knick und die darauffolgende veränderte Charakteristik des spez. Widerstands weisen darauf

hin, dass die Probe aufgrund der raschen Abkühlrate keine Zeit hat in jedem Moment das thermodynamische Gleichgewicht zu erreichen.

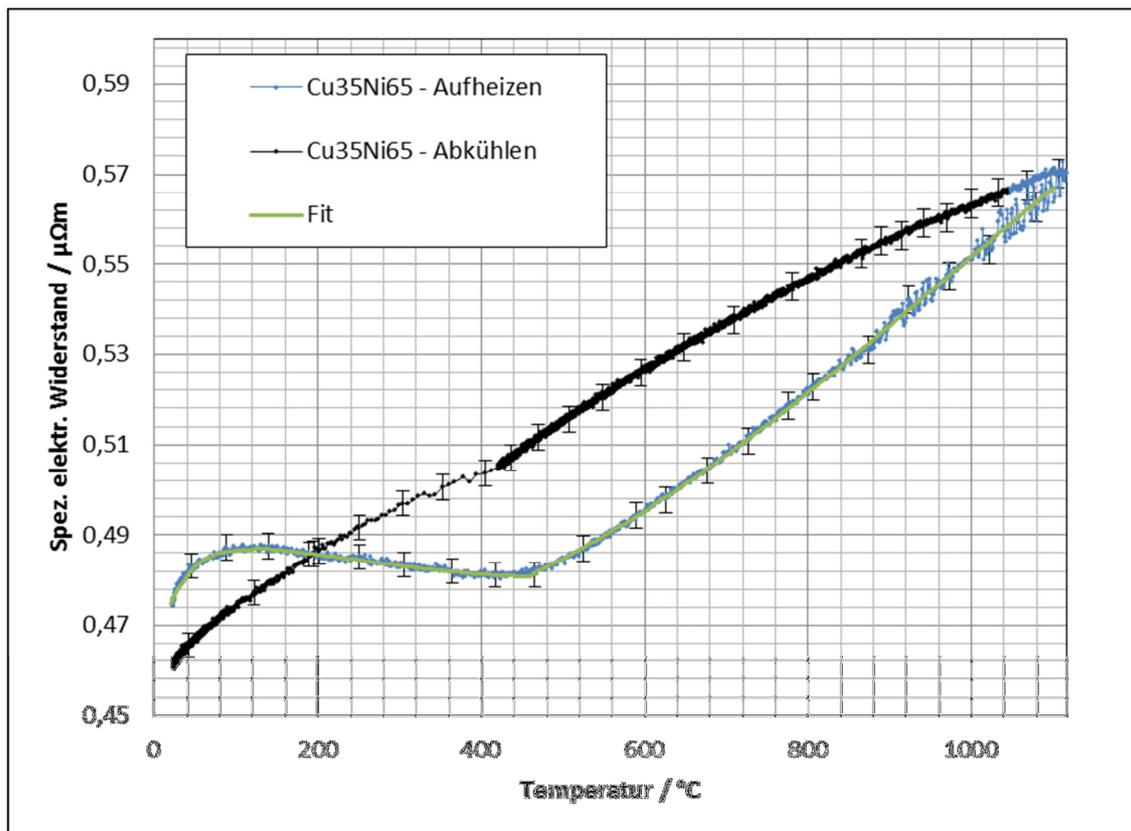


Abbildung 4-11 Fit des spez. Widerstands von $\text{Cu}_{35}\text{Ni}_{65}$

Temperaturbereich: $20\text{ °C} < T < 120\text{ °C}$

$$\rho_{\text{Cu}_{35}\text{Ni}_{65}}(T) = 4,654 \cdot 10^{-1} + 5,705 \cdot 10^{-4} \cdot T - 5,175 \cdot 10^{-6} \cdot T^2 + 1,585 \cdot 10^{-8} \cdot T^3 \quad (4.15)$$

Temperaturbereich: $120\text{ °C} < T < 460\text{ °C}$

$$\rho_{\text{Cu}_{35}\text{Ni}_{65}}(T) = 4,876 \cdot 10^{-1} + 1,038 \cdot 10^{-5} \cdot T - 1,363 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 + 1,775 \cdot 10^{-10} \cdot T^3 \quad (4.16)$$

Temperaturbereich: $460\text{ °C} < T < 1120\text{ °C}$

$$\rho_{\text{Cu}_{35}\text{Ni}_{65}}(T) = 4,775 \cdot 10^{-1} - 8,344 \cdot 10^{-5} \cdot T + 2,349 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 - 7,731 \cdot 10^{-11} \cdot T^3 \quad (4.17)$$

Für den Fit war es notwendig drei Bereiche zu definieren um die verschiedenen Charakteristiken gut mit Polynomen fitten zu können.

4.6. Edelstahl W360 ISOBLOC®

4.6.1. Allgemeines

Edelstahl W360 ISOBLOC® ist ein Edelstahl, der sich durch hohe Härte und gute Zähigkeit auszeichnet. Er wurde als Material für Stempel und Matrizen in der Warm- bzw. Halbwarmumformung entwickelt [10].

4.6.2. Daten der Probe

Hersteller: Böhler Edelstahl GesmbH
 Bezeichnung: Edelstahl W360 ISOBLOC®
 Härtegrad: gehärtet und angelassen
 Durchmesser: 0,5 mm

Chemische Zusammensetzung in Prozent: Fe: 91 C: 0,50 Si: 0,20 Mn: 0,25 Cr: 4,50
 Mo: 3,00 V: 0,55

Tabelle 4-9 Temperaturkoeffizienten von Edelstahl W360 ISOBLOC® [11]

T..... Temperatur
 α Temperaturkoeffizient

T / °C	α / $\mu\text{m}/\text{m.}]$	T / °C	α / $\mu\text{m}/\text{m.K}$
100	11,1	500	12,8
200	11,5	600	13,2
300	11,9	700	13,6
400	12,3	>700	unbekannt

Zwischen den Temperaturwerten in Tabelle 4-9 wurde linear interpoliert. Für Temperaturen über 700 °C wurde die thermische Ausdehnung vernachlässigt.

4.6.3. Messergebnisse

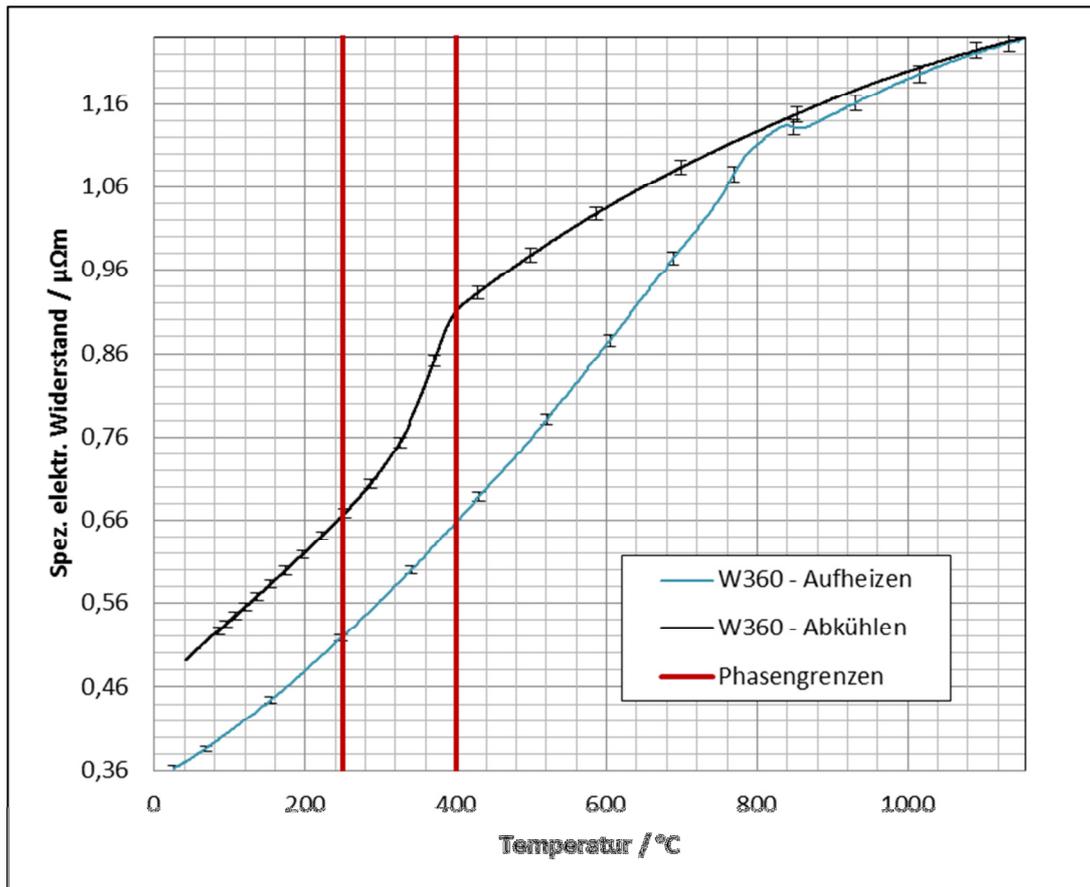


Abbildung 4-12 Spez. elektr. Widerstand von Edelstahl W360 ISOBLOC® mit Phasengrenzen beim Abkühlen

Tabelle 4-10 Spez. elektr. Widerstand von Edelstahl W360 ISOBLOC® mit Unsicherheiten

T..... Temperatur

ρ Spez. elektr. Widerstand

$\Delta\rho$ Prozentuelle Unsicherheit des spez. elektr. Widerstands

Aufheizen			Abkühlen		
T / °C	ρ / $\mu\Omega\text{m}$	$\Delta\rho$ / %	T / °C	ρ / $\mu\Omega\text{m}$	$\Delta\rho$ / %
26	0,363	0,39	1150	1,238	0,38
50	0,376	0,39	1100	1,226	0,38
100	0,408	0,39	1050	1,213	0,38
150	0,442	0,39	1000	1,198	0,38
200	0,480	0,38	950	1,183	0,38
250	0,521	0,38	900	1,165	0,38
300	0,565	0,38	850	1,147	0,38
350	0,610	0,38	800	1,126	0,38
400	0,658	0,38	750	1,106	0,38
450	0,709	0,38	700	1,084	0,38
500	0,760	0,38	650	1,060	0,38

550	0,814	0,38	600	1,035	0,38
600	0,873	0,38	550	1,007	0,38
650	0,931	0,38	500	0,978	0,38
700	0,989	0,38	450	0,946	0,38
750	1,047	0,38	400	0,910	0,38
800	1,112	0,38	350	0,801	0,38
850	1,131	0,38	300	0,719	0,38
900	1,148	0,38	250	0,666	0,38
950	1,170	0,38	200	0,622	0,38
1000	1,191	0,38	150	0,580	0,38
1050	1,208	0,38	100	0,539	0,38
1100	1,224	0,38	50	0,498	0,38
1150	1,237	0,38	42	0,492	0,38
1155	1,239	0,38			

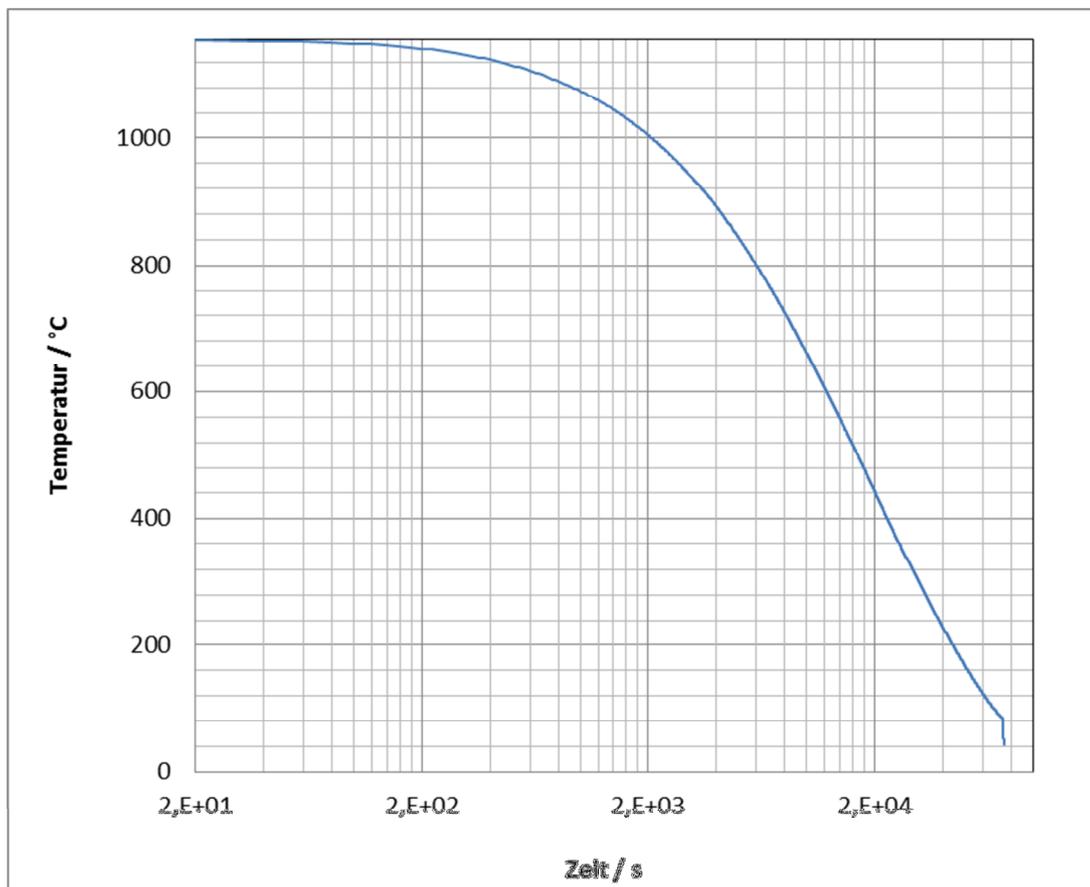


Abbildung 4-13 Temperaturverlauf des Abkühlens der Edelstahl W360 ISOBLOC[®]
Probe mit logarithmischer Zeitachse

Die Probe zeigt eine interessante Temperaturabhängigkeit. Im Temperaturbereich $760\text{ °C} < T < 870\text{ °C}$ verändert sich mehrmals die Charakteristik der Temperaturabhängigkeit des spez. Widerstands. Unter- bzw. oberhalb dieses Bereichs lässt sich die Abhängigkeit mit Polynomen gut fitten. Ein möglicher Grund für die Änderungen in diesem Zwischenbereich sind Phasenumwandlungen im Material.

Vom Hersteller wurde uns ein Datenblatt zur Verfügung gestellt, welches ein Phasendiagramm des untersuchten Materials beim Abkühlen der Probe in Abhängigkeit von der Abkühlrate enthält (Anhang A.3). Je nach Abkühlrate durchläuft der Edelstahl verschiedene Phasen. Um festzustellen welche Phasenübergänge bei der von uns durchgeführten Messung sichtbar werden sollten wurde der Temperaturverlauf beim Abkühlen dargestellt (Abbildung 4-13) und mit dem Datenblatt verglichen. Laut diesem sollte bei $T = 400 \text{ °C}$ und bei $T = 250 \text{ °C}$ ein Phasenübergang stattfinden. Diese Phasengrenzen wurden in Abbildung 4-12 eingezeichnet und passen hervorragend zu den gemessenen Werten, da sich die Charakteristik der Temperaturabhängigkeit an diesen Grenzen ändert.

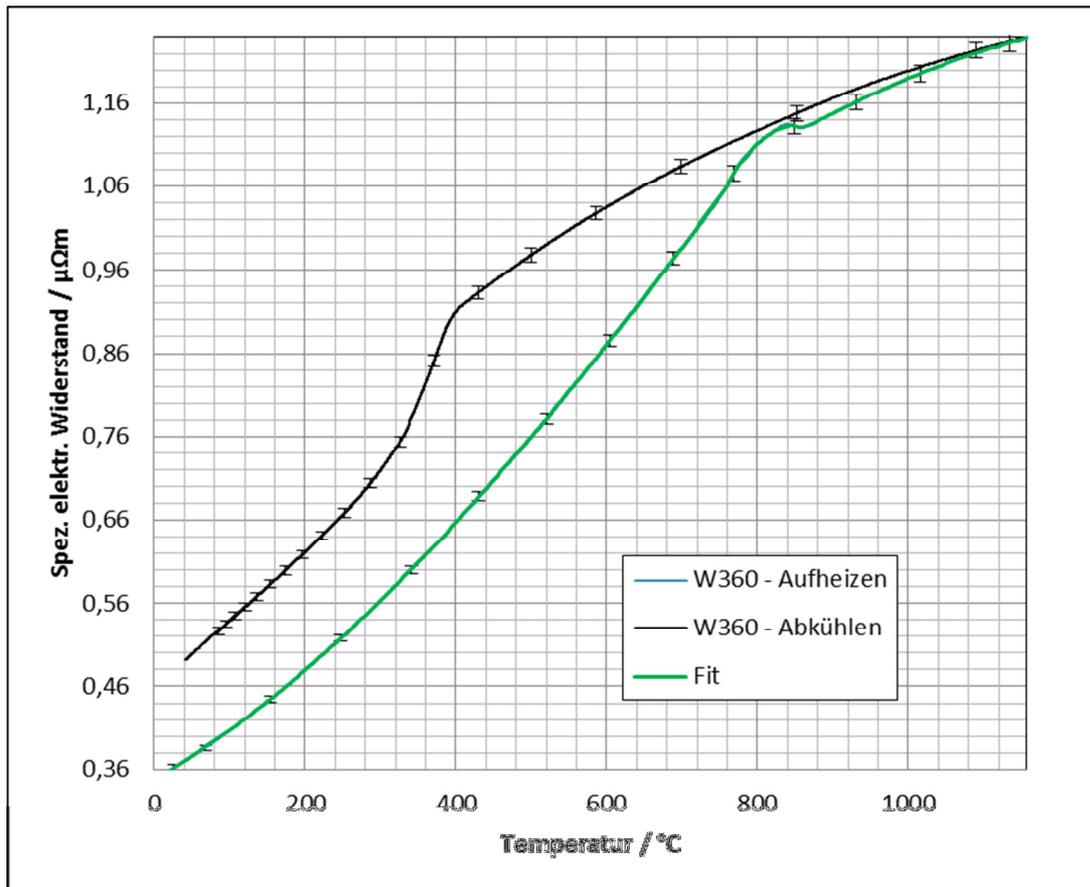


Abbildung 4-14 Fit des spez. elektr. Widerstands der Edelstahl W360 ISOBLOC[®] Probe

Fit des spez. elektr. Widerstandes von Edelstahl W360 ISOBLOC[®]:

Temperaturbereich: $20 \text{ °C} < T < 760 \text{ °C}$

$$\rho_{W360}(T) = 3,4769 \cdot 10^{-1} + 5,2795 \cdot 10^{-4} \cdot T + 6,9671 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 - 2,0865 \cdot 10^{-10} \cdot T^3 \quad (4.18)$$

Temperaturbereich: $760 \text{ °C} < T < 775 \text{ °C}$

$$\rho_{W360}(T) = 2,1103 \cdot 10 - 8,7440 \cdot 10^{-2} \cdot T + 1,2365 \cdot 10^{-4} \cdot T^2 - 5,6968 \cdot 10^{-8} \cdot T^3 \quad (4.19)$$

Temperaturbereich: $775\text{ °C} < T < 845\text{ °C}$

$$\rho_{W360}(T) = 2,32834 \cdot 10 - 8,9286 \cdot 10^{-2} \cdot T + 1,182 \cdot 10^{-4} \cdot T^2 - 5,1548 \cdot 10^{-8} \cdot T^3 \quad (4.20)$$

Temperaturbereich: $845\text{ °C} < T < 860\text{ °C}$

$$\rho_{W360}(T) = 2,264746 \cdot 10^2 - 7,748596 \cdot 10^{-1} \cdot T + 8,878072 \cdot 10^{-4} \cdot T^2 - 3,389423 \cdot 10^{-7} \cdot T^3 \quad (4.21)$$

Temperaturbereich: $860\text{ °C} < T < 1155\text{ °C}$

$$\rho_{W360}(T) = 6,6267 \cdot 10^{-1} + 3,8264 \cdot 10^{-4} \cdot T + 4,3344 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 - 2,887 \cdot 10^{-10} \cdot T^3 \quad (4.22)$$

Es zeigte sich, dass ein einzelner Polynomfit im Temperaturbereich $760\text{ °C} < T < 870\text{ °C}$ keine zufriedenstellenden Ergebnisse liefert. Stattdessen wurde der Zwischenbereich in drei weitere Segmente unterteilt. Bei einer Verwendung des Fits ist es wichtig wirklich alle angegebenen Kommastellen zu verwenden, da die Krümmungen der Messkurve im Bereich der Fits (4.19) bis (4.21) sehr groß sind. Das Ergebnis ist dann trotz der komplexen Form äußerst zufriedenstellend (Abbildung 4-14).

5. Unsicherheitsanalyse

Die Unsicherheitsanalyse wurde nach den Richtlinien des ISO Guide to the Uncertainty in Measurement (GUM) [12] durchgeführt. Die Formel deren Unsicherheit zu bestimmen ist wurde bereits in Kapitel 2.2 eingeführt und lautet

$$\rho = \frac{U}{I} \cdot \frac{\pi \cdot d_{T_0}^2 \cdot (1 + \alpha(T))}{4 \cdot L_{T_0}} \quad (5.1)$$

Die Unsicherheit dieser Gleichung lässt sich nach GUM nun folgendermaßen ausdrücken:

$$\Delta\rho = k \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^5 \left(\frac{\partial\rho}{\partial x_i} \cdot \Delta x_i \right)^2} \quad (5.2)$$

- $\Delta\rho$ Unsicherheit des spez. elektr. Widerstands
- k Erweiterungsfaktor
- $\frac{\partial\rho}{\partial x_i}$ Ableitung von Formel (5.1) nach der i-ten Messgröße
- Δx_i Unsicherheit der i-ten Messgröße

Die Unsicherheit der Messwerte in Kapitel 4 wurden von der Auswertungssoftware (Kapitel 3.25) automatisch berechnet. Zur Überprüfung ob die Berechnung fehlerfrei verläuft wurden die Ergebnisse mit einer Fehlerauswertung des Programms *GUM Workbench 1.3* verglichen. Dieses arbeitet nach den GUM Richtlinien und erfordert nur die Eingabe von Formel (5.1), die Messwerte eines Datensatzes und die Unsicherheiten der Messgrößen. Die Ergebnisse waren ident.

Als Erweiterungsfaktor wurde $k = 2$ gewählt, was einem Vertrauensintervall von 95 % entspricht.

Interessant ist nun welche Messgrößen einen großen Beitrag zur Unsicherheit liefern. Die Auswertungssoftware kann dies ebenfalls darstellen. Nachfolgend werden exemplarisch verschiedene typische Fälle dargestellt.

5.1. Draht-Proben

Tabelle 5-1 Unsicherheitsanalyse eines Datenpunktes der Nickel Probe

Messwerte		Unsicherheiten		Anteil an der Unsicherheit
U	104,017 mV	ΔU	0,01 mV	0,02 %
I	299,98 mA	ΔI	0,1 mA	0,20 %
d_{T_0}	0,49884 mm	Δd_{T_0}	0,00181 mm	94,76 %
L_{T_0}	149,5 mm	ΔL_{T_0}	0,25 mm	5,03 %
T	20 °C	ΔT	5 °C	0,00 %

Bei Draht-Proben dominiert die Unsicherheit des Durchmessers die Unsicherheit des spez. Widerstands. Es ist daher nicht sinnvoll beispielsweise ein Voltmeter mit höherer Genauigkeit anzuschaffen solange man den Durchmesser nicht genauer bestimmen kann. Der Durchmesser kann mit dem verwendeten Lasermikrometer (Kapitel 3.23) sehr genau bestimmt werden. Letztendlich ist man aber auch auf den Hersteller der Proben angewiesen, der eine hohe Homogenität des Durchmessers über die gesamte Probenlänge gewährleisten muss.

5.2. Stab-Proben

Tabelle 5-2 Unsicherheitsanalyse eines Datenpunktes der Edelstahl W360 ISOBLOC Probe

Messwerte		Unsicherheiten		Anteil an der Unsicherheit
U	1,9833	ΔU	0,001 mV	2,27 %
I	299,98	ΔI	0,1 mA	0,99 %
d_{T_0}	3,002	Δd_{T_0}	0,004 mm	63,28 %
L_{T_0}	129	ΔL_{T_0}	0,25 mm	33,47 %
T	20	ΔT	5 °C	0,00 %

Bei Stab-Proben dominiert ebenfalls die Unsicherheit des Durchmessers, jedoch hat auch die Unsicherheit der Längenmessung erheblichen Anteil. Diese Unsicherheit ist stark davon Abhängig wie dünn die Spannungsschneiden oder die Schweißkontakte ausgeführt sind.

6. Danksagungen

Mein erster Dank gilt meiner Frau Monika und meiner Familie. Sie alle haben mit ihrer uneingeschränkten Unterstützung mein Studium ermöglicht und mir immer Rückhalt gegeben.

Diese Masterarbeit wurde am Institut für Experimentalphysik in der Arbeitsgruppe Thermophysics and Metalphysics von Ao.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Gernot Pottlacher betreut. Ich möchte mich für die ausgezeichnete Betreuung von seiner Seite bedanken.

Ein Dank gilt auch meinen Kollegen in der Arbeitsgruppe Herrn Dr. Dipl.-Ing. Boris Wilthan, Herrn Dipl.-Ing. Alexander Schmon, Herrn Dipl.-Ing. Kirmanj Aziz und Herrn Dr. Shahid Mehmood. Sie alle haben durch tägliche Gespräche und Anregungen zu meiner Masterarbeit und zu einem sehr entspannten und angenehmen Arbeitsklima beigetragen.

Außerdem möchte ich allen Mitgliedern des Instituts für Experimentalphysik danken, im Speziellen Herrn Ao.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. tit.Univ.-Prof. Laurentius Windholz, der mich bei der Konstruktion zahlreicher Bauteile maßgeblich unterstützte und Herrn Werner Luttenberger, der die Bauteile der Anlage in der institutseigenen Werkstatt fertigte.

Ein großer Dank gilt natürlich auch meinen Freunden und Studienkollegen. Die gemeinsamen Konversationen und Unternehmungen sorgten für eine äußerst angenehme Studienzeit. Insbesondere danke ich Michael Dohr, Gernot Gruber, Iris Hehn, Klaus Lang und Johannes Schaberreiter für viele unterhaltsame und inspirierende Gespräche während des Studiums. Besonders herausheben möchte ich Philipp Thaler, der mich darüber hinaus über die Jahre hinweg durch Rechenübungen und Praktika begleitet hat.

7. Literaturverzeichnis

- [1] W. Demtröder, Experimentalphysik 1, Berlin: Springer-Verlag, 2008.
- [2] H. Vogel, Gerthsen Physik, Berlin: Springer-Verlag, 1995.
- [3] H. David und R. Resnick, Physics, New York: John Wiley & Sons, Inc., 1966.
- [4] P. Kerschenbauer, Widerstandsbestimmung von metallischen Proben mit der Vier-Punkt-Methode, Graz, 2008.
- [5] Sico Technology GmbH, Datenblatt SILUX, Bleiberg-Kreuth, 2012.
- [6] Y. S. Touloukian, R. K. Kirby, R. E. Taylor und P. D. Desai, Thermophysical Properties of Matter; Thermal Expansion, Metallic Elements and Alloys; Volume 12, 1975.
- [7] W. F. Gale und T. C. Totemeier, Smithells Metal Reference Book, Oxford: Elsevier Butterworth-Heinemann, 2004.
- [8] P. R. Pallister, „J. of Iron and Steel Inst.,161, 87-90,“ 1949.
- [9] Isabellenhütte Heusler GmbH & Co. KG, *Datenblatt Isotan*, Dillenburg, 2012.
- [10] Böhler Edelstahl GmbH & Co KG, *Böhler W360 ISOBLOC*, Kapfenberg, 2011.
- [11] Böhler Edelstahl GmbH, „Special Steel Manual“.
- [12] D. I. f. N. e. V. (DIN), *Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, Deutsche Übersetzung des „Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement“*, 1995.
- [13] Y. S. Touloukian, Thermophysical Properties of High Temperature Solid Materials, Volume 1: Elements, New York: The Macmillan Company, 1967.
- [14] A. I. Schindler, R. J. Smith und E. I. Salkovitz, NRL Rept. No. 4974, 1-6, 1957.
- [15] S. L. Ames und A. D. McQuillan, „Acta Met., 2, 831-6,“ 1954.
- [16] C. R. Tottle, „J. Inst. Metals, 85, 375-8,“ 1957.

Anhang

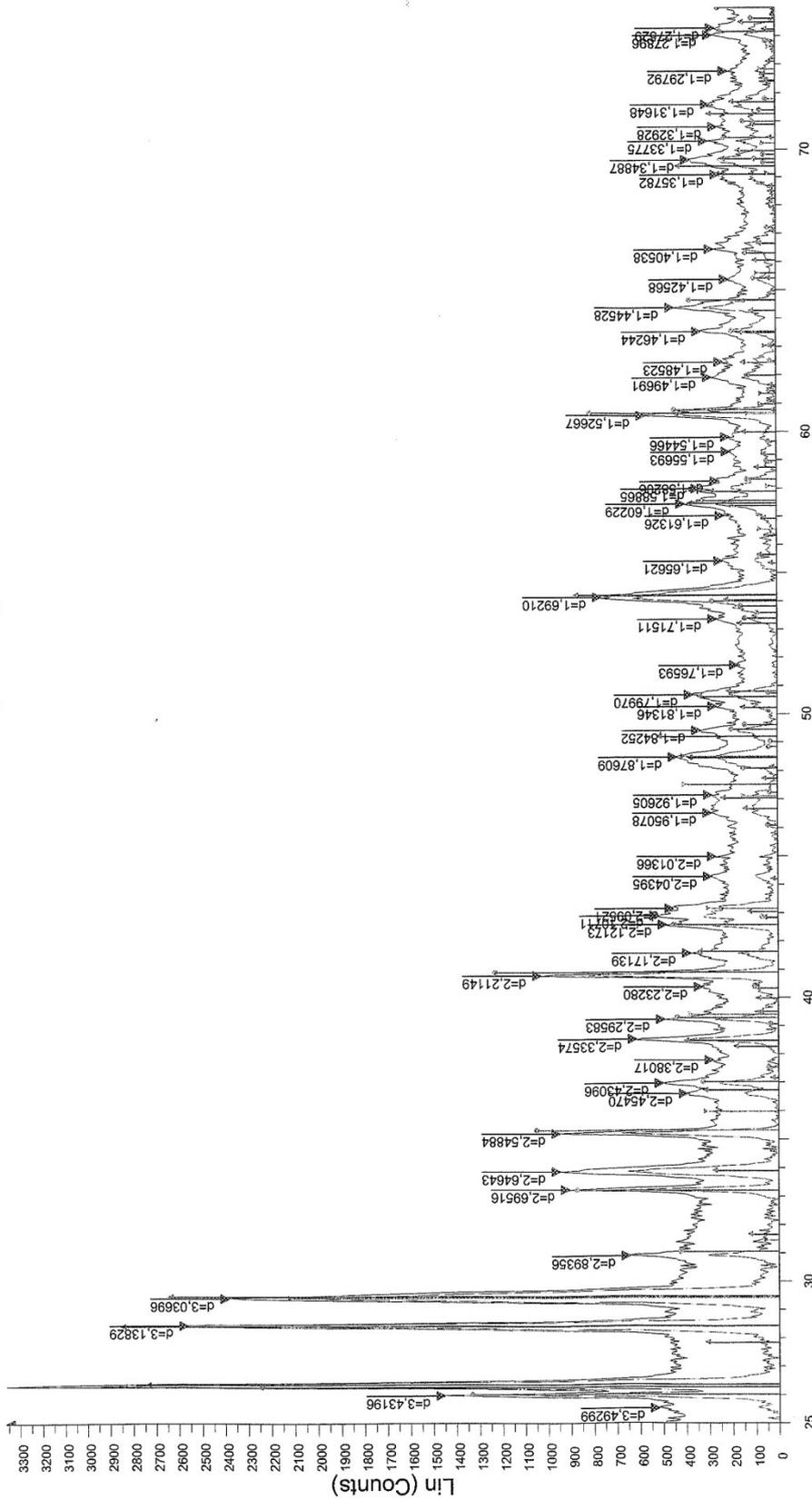
A.1 Geräte- und Materialliste

Bauteil	Bezeichnung
Messgeräte	
Voltmeter	Messmodul Gantner e.bloxx A1
Multimeter	Keitley DMM 196
Stromquelle	300 mA Stromquelle, Ing. Reinhard Dämon
Stromquelle	3 A Stromquelle, Fa. Heinzinger
Temperaturmessung	Messmodul Gantner e.bloxx A4TC inkl. Kaltstellenkompensation
Thermoelemente	Typ K
Gasdurchflussmesser	Sho-Rate Flowmeter Model 1357
Lasermikrometer	Keyence 7010 mit Anzeigeeinheit LS-7001
Ofen	
Rohrofen	Heraeus RO 50/4, elektr. Heizleistung 2 kW, max. Temp: 1100 °C
Ofensteuerung	NI 9265 0-20 mA Analog Output
Argon Atmosphäre	
Vorvakuumpumpe	Drehschieberpumpe Alcatel 2004 A
Vakuumschlauch	
Argonflasche	50 Liter 200 bar, Reinheit > 99,996 %
Ventile	Ventile mit Klemmringverschraubung
Bauteile Anlage	
Sechskantschrauben	DIN 933, M4 x 22, Material: A2
Sechskantschrauben	DIN 933, M4 x 18, Material: A4
Sechskantmuttern	DIN 934, M4, Material: A2
Unterlegescheibe	DIN 134, M4, Material: A2
Gewindestangen	M4 x 440 mm
Quarzglasrohr	Philips PH 300: 38x2 mm, Länge: 750 mm einseitig geschlossen
Quarzglasrohr	SILUX, 32x2 mm mit Fenster laut technischer Zeichnung
Quarzglasrohr	Philips PH 300: 4 x 1 mm, Länge: 460 mm
Quarzglasrohre	Philips PH 300: 11 x 1 mm, Länge: 450 mm
Quarzglasrohr	Philips PH 300: 6 x 1 mm, Länge: 810 mm
Anschlussstücke	Material: Messing und Kupfer, Abmessungen: laut technischen Zeichnungen
Probenhalterung	Material siehe Kapitel A.2
Metallwinkel mit Gegenstück	Material: Edelstahl, Abmessungen: laut technischen Zeichnungen
Keramikhalterungen	Abmessungen: laut technischen Zeichnungen
Kreuzstück	Material: Stahl
Drähte	Material: Molybdän
Lüsterklemmen	
Anlagenführung	
Tisch	Material: Stahl und Aluminium
Anlagenhalterung	Material: Aluminium, Abmessungen: laut technischer Zeichnung
Achse-Halterung	Material: Messing, Abmessungen: laut technischer Zeichnung

Schienen	Material: Aluminium
Anlage für Klimaschrank	
Stromabnehmer	Material: Messing, Abmessungen: laut technischer Zeichnungen
Strom/Spannungsschneide	Material: Kupfer bzw. Edelstahl, Abmessungen: laut technischer Zeichnungen
Stromaufprägler	Material: Messing, Abmessungen: laut technischer Zeichnungen
Stangen	Material: Stahl, Abmessungen: laut technischer Zeichnungen
Bodenplatte	Material: Granit, Abmessungen: laut technischen Zeichnungen
Sechskantschrauben	DIN 933, M6
Zylinderkopfschraube	DIN 912, M4
Rendelschrauben	M3

A.2 Datenblatt Material Probenhalterung

Keramik Exp-Phys



2-Theta - Scale

Keramik Exp-Phys - File: Keramik.raw - Step time: 15. s - Step: 0.040 ° - Start: 25.000 ° - End: 75.00 0 ° - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 14 s - 2 - Theta: 25.000 ° - Phi: 0.00 ° - X : 0.0 mm - Y: 0.0 mm - Z: 0.0

Operations: Import

Keramik Exp-Phys - File: Keramik.raw - Step time: 15. s - Step: 0.040 ° - Start: 25.000 ° - End: 75.00 0 ° - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 14 s - 2 - Theta: 25.000 ° - Phi: 0.00 ° - X : 0.0 mm - Y: 0.0 mm - Z: 0.0

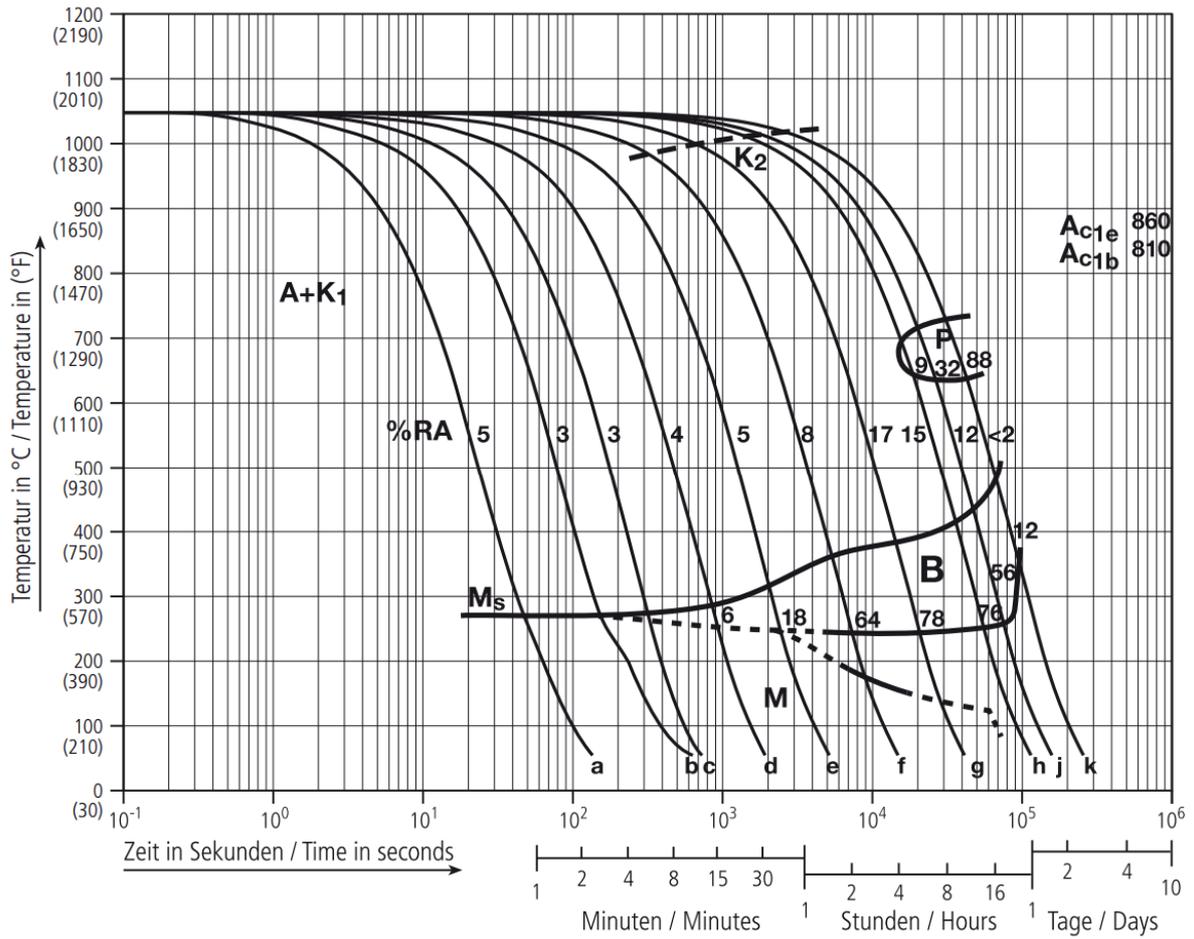
Operations: Enh. Background 1.000,1.000 | Import

01-079-1453 (C) - Mullite, syn - Al₄Si₁3O₈ - Y: 66.36 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Orthorhombic - a 7.56400 - b 7.69230 - c 2.88060 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Primitive - Pbam (55) - 1 - 167.606 - I/c P

01-080-2319 (C) - Cesium Magnesium Aluminum Silicate - Cs_{0.26}Mg₂Al₄26S₄74O₁₈ - Y: 84.39 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Hexagonal - a 9.78940 - b 9.78940 - c 9.35430 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - P6mm

01-081-2027 (C) - Calcite, syn - Ca(CO₃) - Y: 62.75 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Rhombohedral - a 4.99100 - b 4.99100 - c 17.06200 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000 - Primitive - R-3c (167) - 6 - 368.075 - I/c PDF 3

A.3 Diagramm Phasenübergänge Edelstahl W360 ISOBLOC® in Abhängigkeit von der Abkühlrate



A.4 Beispielbericht Auswertungssoftware



Institut für Experimentalphysik

Spezifischer elektrischer Widerstand von W360 Stahlprobe (Probe 1)

Auftraggeber:

Böhler Edelstahl GmbH
Mariazellerstraße 25
8605 Kapfenberg
Österreich

Hersteller:

Böhler Edelstahl GmbH
Mariazellerstraße 25
8605 Kapfenberg
Österreich

Materialbeschreibung:

W360 Stahlprobe
Probe 1

Anmerkungen:

Die thermische Ausdehnung wurde zwischen den bekannten Punkten linear interpoliert und bei $T > 700\text{ °C}$ nicht berücksichtigt, da eine Extrapolation wegen Phasenumwandlungen bei $T > 700\text{ °C}$ nicht sinnvoll erscheint.

Probenabmessungen:

Mittlerer Durchmesser: $(3,002 \pm 0,003)\text{ mm}$
Abstand Spannungsschneiden: $(129,00 \pm 0,25)\text{ mm}$

Parameter der Messung:

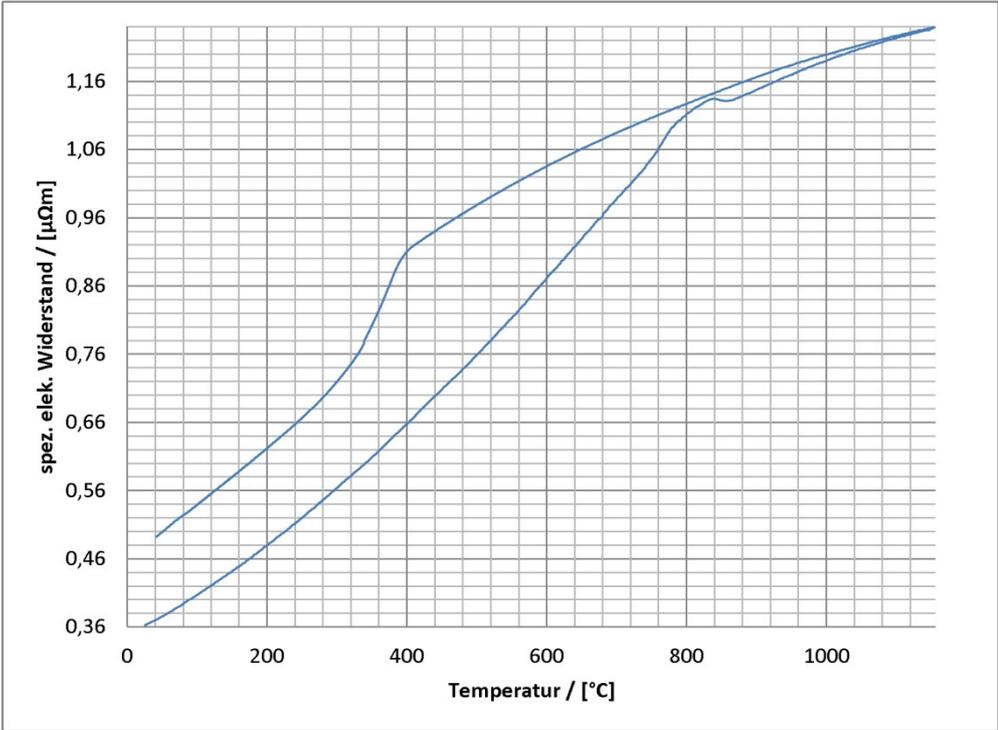
Temperaturbereich: 22-1100 K
Heizrate: 6 K/min

Thermische Ausdehnung:

T / °C	$\alpha /$ [$\mu\text{m}/\text{m}\cdot\text{K}$]	T / °C	$\alpha /$ [$\mu\text{m}/\text{m}\cdot\text{K}$]
100	11,1	500	12,8
200	11,5	600	13,2
300	11,9	700	13,6
400	12,3	>700	unbekannt



Ergebnisse:

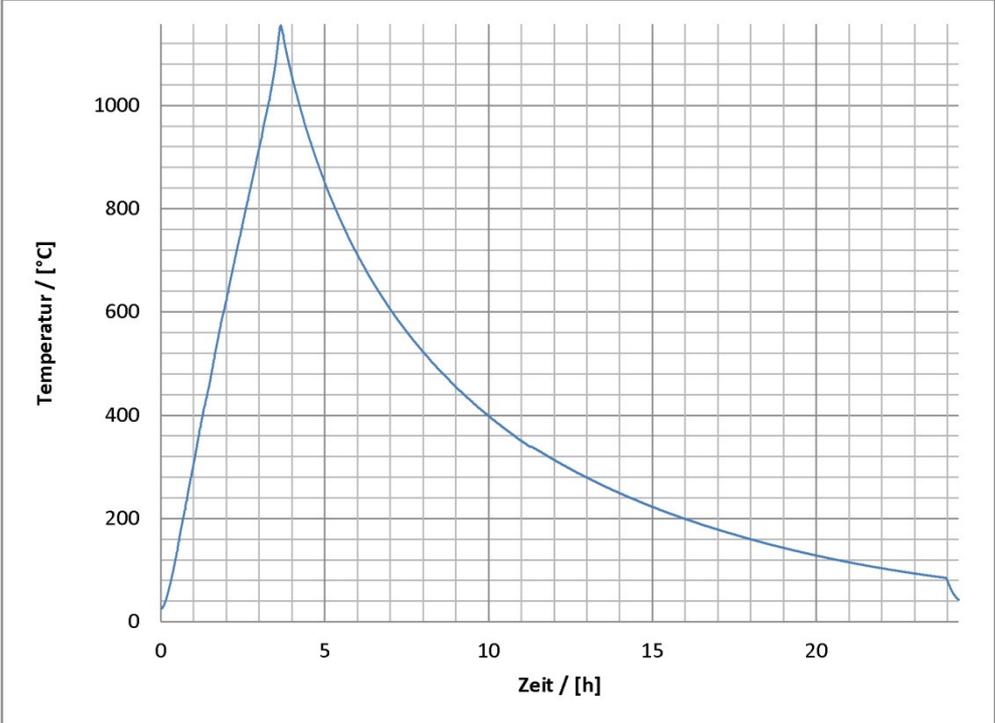


Tabellarisch:

Aufheizen			Abkühlen		
T / °C	$\rho / \mu\Omega\text{m}$	$\Delta\rho / \%$	T / °C	$\rho / \mu\Omega\text{m}$	$\Delta\rho / \%$
26	0,363	0,80	1150	1,238	0,80
50	0,376	0,80	1100	1,226	0,80
100	0,408	0,80	1050	1,213	0,80
150	0,442	0,80	1000	1,198	0,80
200	0,480	0,80	950	1,183	0,80
250	0,521	0,80	900	1,165	0,80
300	0,565	0,80	850	1,147	0,80
350	0,610	0,80	800	1,126	0,80
400	0,658	0,80	750	1,106	0,80
450	0,709	0,80	700	1,084	0,80
500	0,760	0,80	650	1,060	0,80
550	0,814	0,80	600	1,035	0,80
600	0,873	0,80	550	1,007	0,80
650	0,931	0,80	500	0,978	0,80
700	0,989	0,80	450	0,946	0,80
750	1,047	0,80	400	0,910	0,80
800	1,112	0,80	350	0,801	0,80
850	1,131	0,80	300	0,719	0,80
900	1,148	0,80	250	0,666	0,80
950	1,170	0,80	200	0,622	0,80
1000	1,191	0,80	150	0,580	0,80
1050	1,208	0,80	100	0,539	0,80
1100	1,224	0,80	50	0,498	0,80
1150	1,237	0,80	42	0,492	0,80
1155	1,239	0,80			

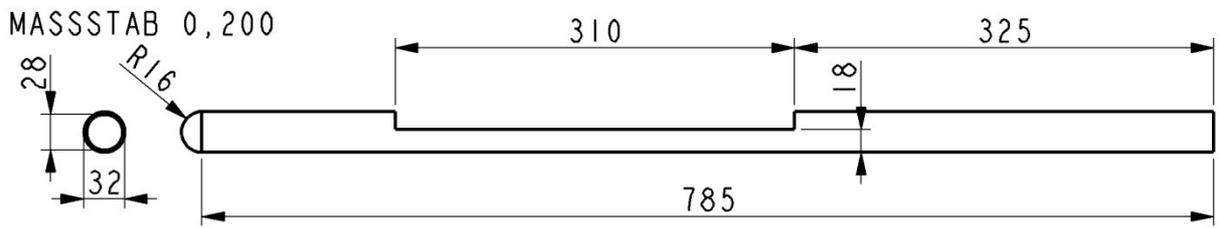


Temperatur / Zeit - Diagramm:



A.5 Technische Zeichnungen

A.5.1 Bauteile Anlage

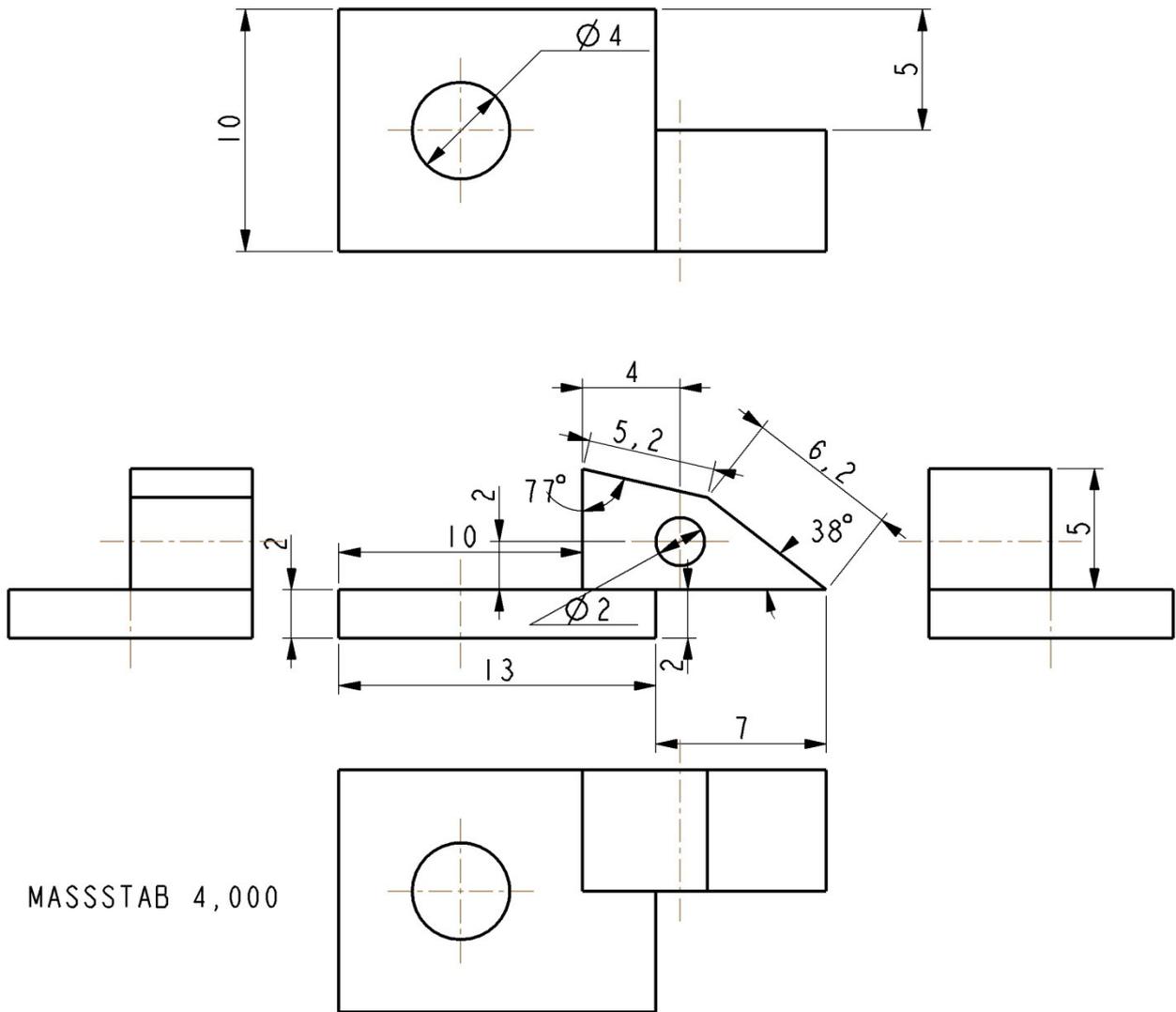


MASSTAB 0,200

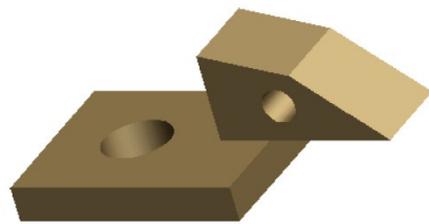
Quarzglas

Trägerrohr

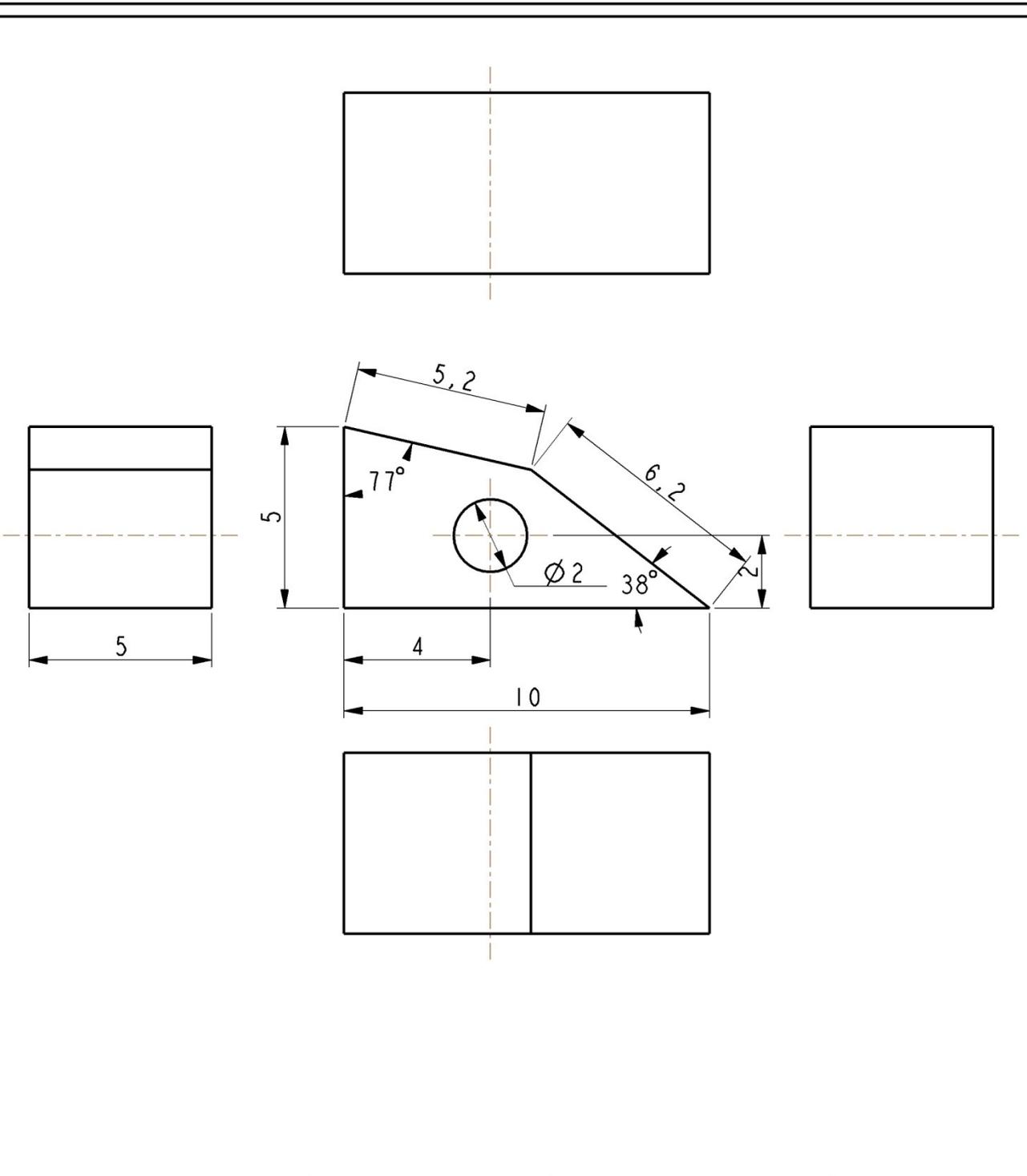
4



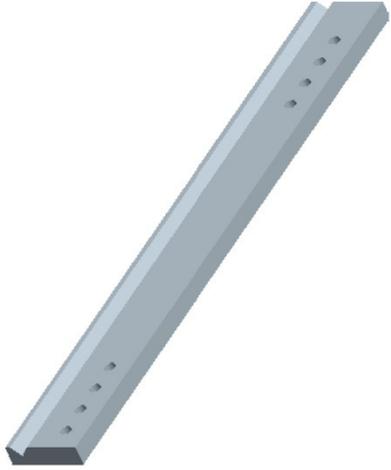
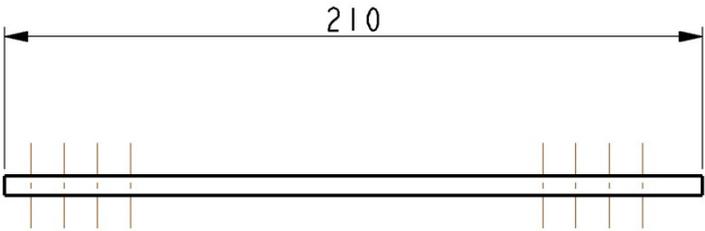
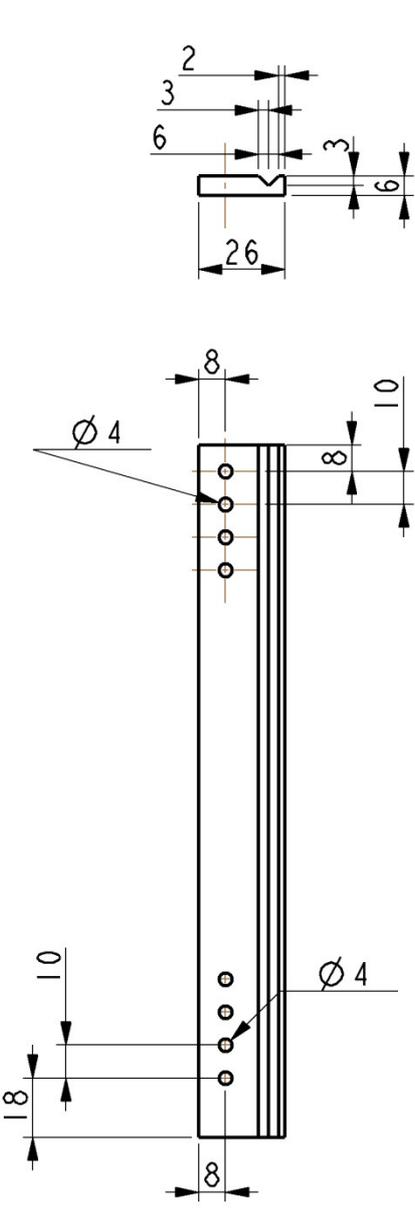
MASSTAB 4,000



Verwendungsbereich				Oberflaeche		Masstab 3,000		Gewicht																
				Masse ohne Toleranzangabe nach "mittel DIN 7168"		Werkstoff/Halbzeug Edelstahl																		
<table border="1"> <thead> <tr> <th></th> <th>Datum</th> <th>Name</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Bearb.</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Gepr.</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Norm</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Komm.-Nr.:</td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>					Datum	Name	Bearb.			Gepr.			Norm			Komm.-Nr.:			Benennung WINKEL					
					Datum	Name																		
				Bearb.																				
				Gepr.																				
				Norm																				
Komm.-Nr.:																								
Zeichnung/Sach-Nr.:								Blatt																
TU GRAZ Institut fuer Experimentalphysik								Bl.																
Zust.				Aenderung		Datum		Name																
Ers.f.:				Frs.d.:																				



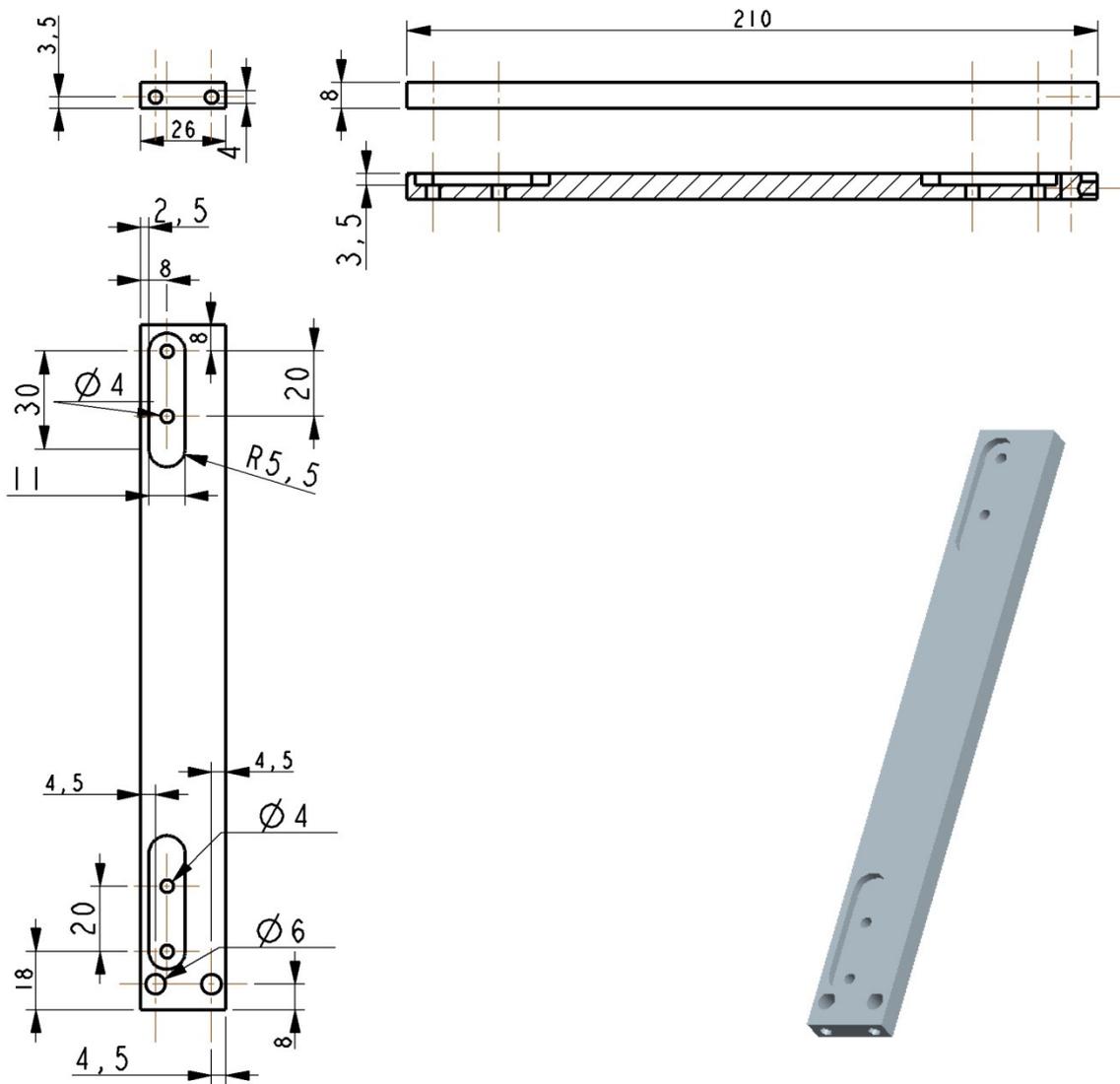
Verwendungsbereich				Oberflaeche		Masstab 7,000	Gewicht	
				Masse ohne Toleranzangabe nach "mittel DIN 7168"		Werkstoff/Halbzeug Edelstahl		
				Datum	Name	Benennung		
				Bearb.		WINKEL_KLEMMTEIL		
				Gepr.				
				Norm				
				Komm.-Nr.:				
				TU GRAZ Institut fuer Experimentalphysik			Zeichnung/Sach-Nr.:	Blatt
								Bl.
Zust.	Aenderung	Datum	Name			Ers.f.:	Frs.d.:	



Keramik

Probenhalterung Oberteil

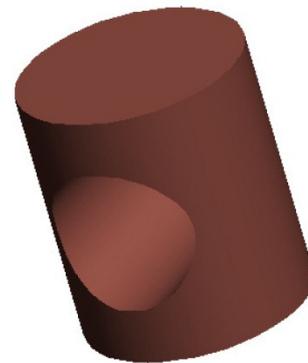
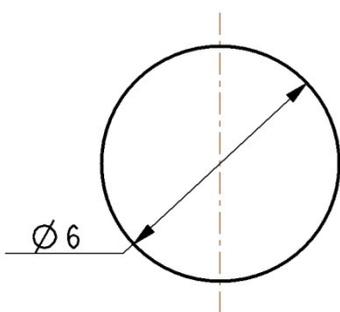
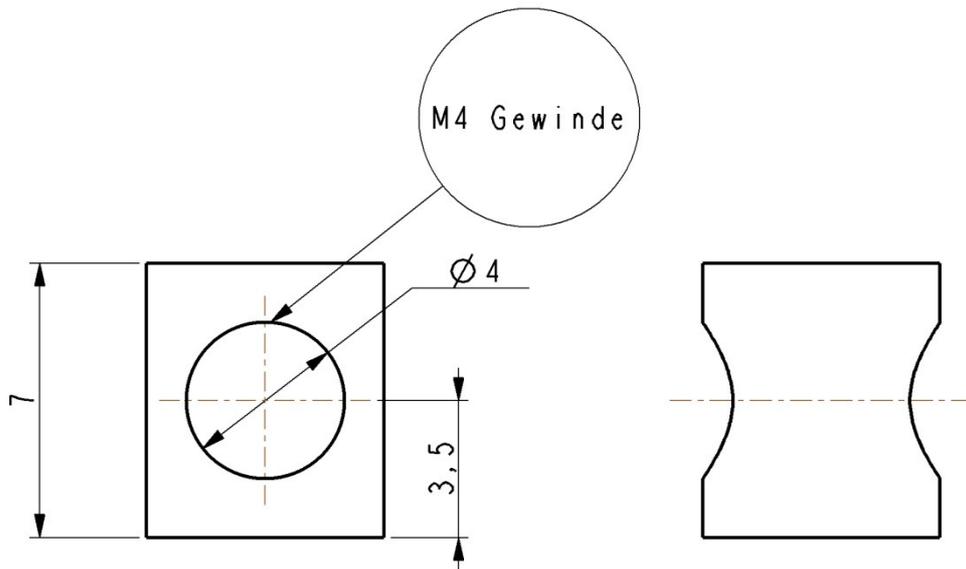
|



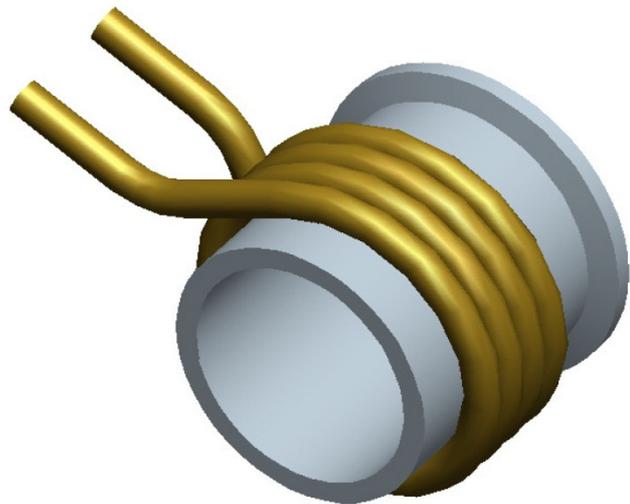
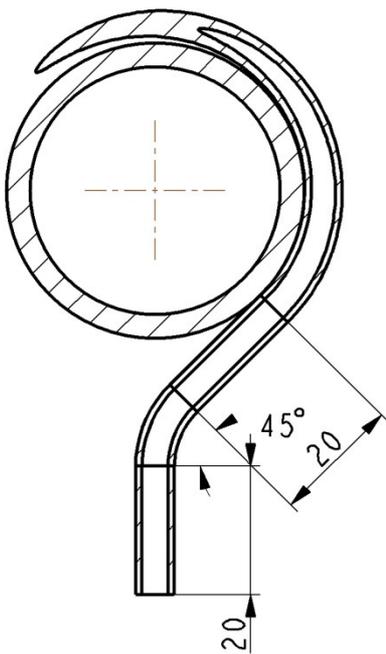
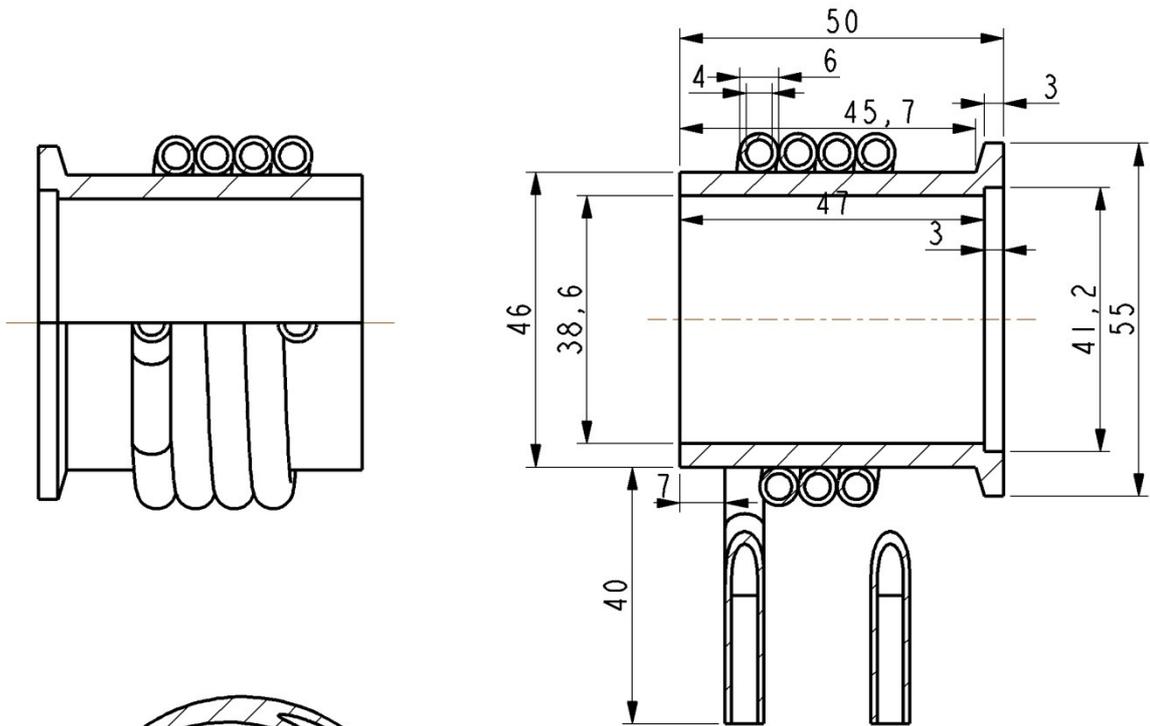
Keramik

Probenhalterung Unterteil

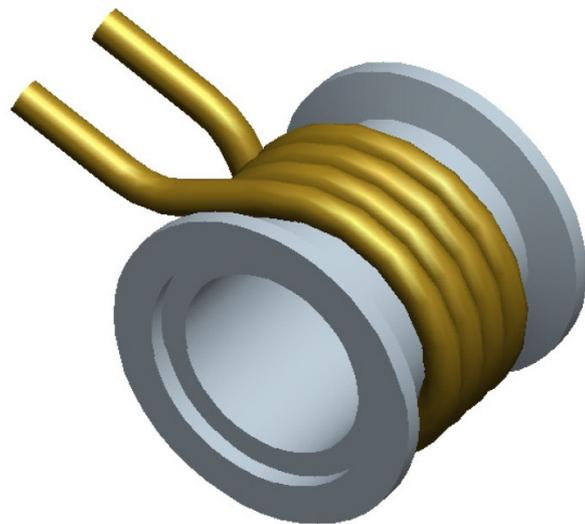
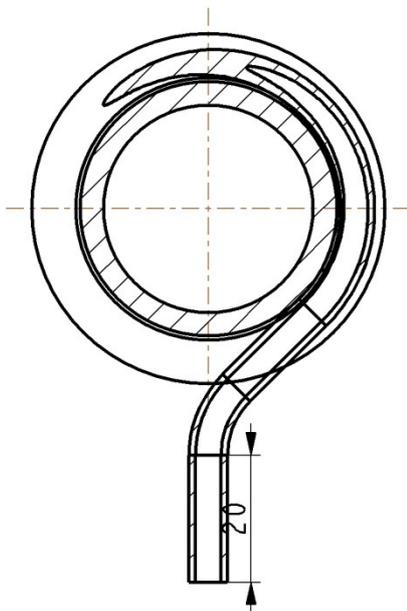
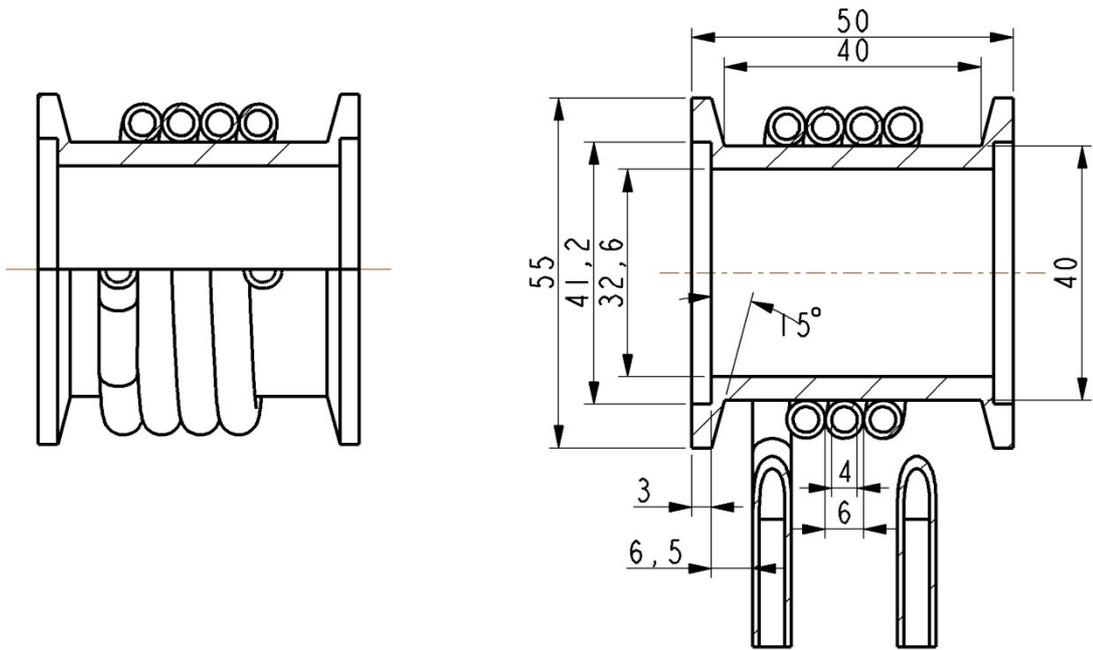
2



Verwendungsbereich				Oberfläche		Masstab 6,000		Gewicht		
				Masse ohne Toleranzangabe nach "mittel DIN 7168"		Werkstoff/Halbzeug Edelstahl				
				Datum		Benennung				
				Name		QUERGEWINDEBOLZEN				
				Bearb.						
				Gepr.						
				Norm						
				Komm.-Nr.:						
				TU GRAZ Institut fuer Experimentalphysik				Zeichnung/Sach-Nr.:		Blatt
								Ers.f.:		Ers.d.:
Zust.	Aenderung	Datum	Name							



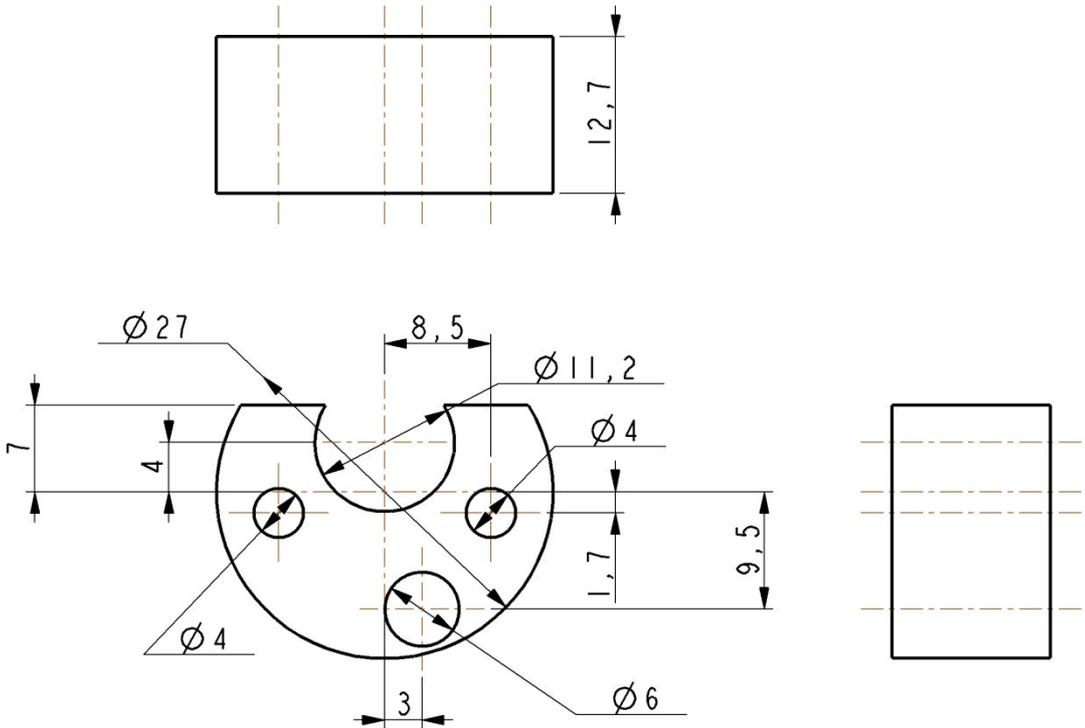
Metall
Anschlussstück Hüllrohr Messing und Kupfer



Messing

Anschlussstück Trägerrohr
Messing und Kupfer

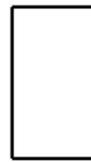
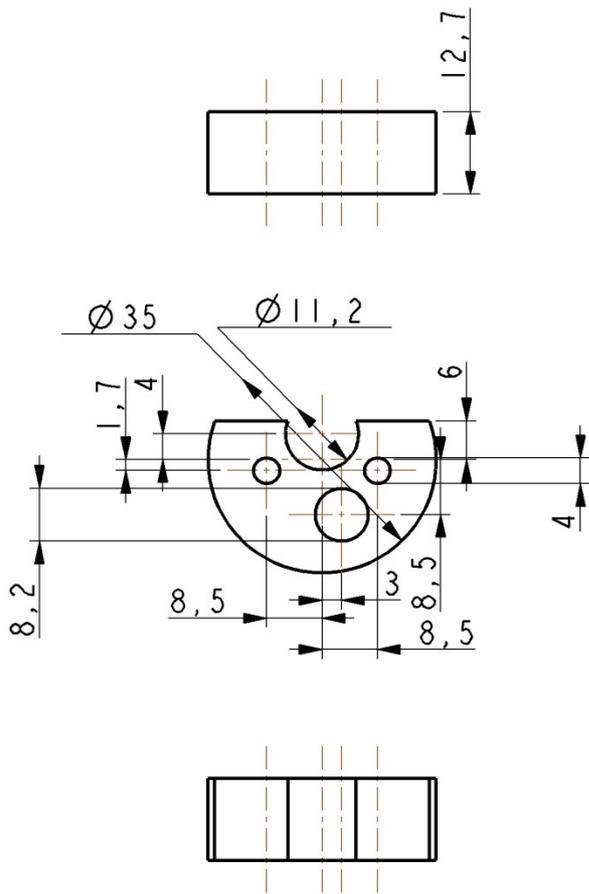
|



Keramik

Halterung Scheibe Rohr

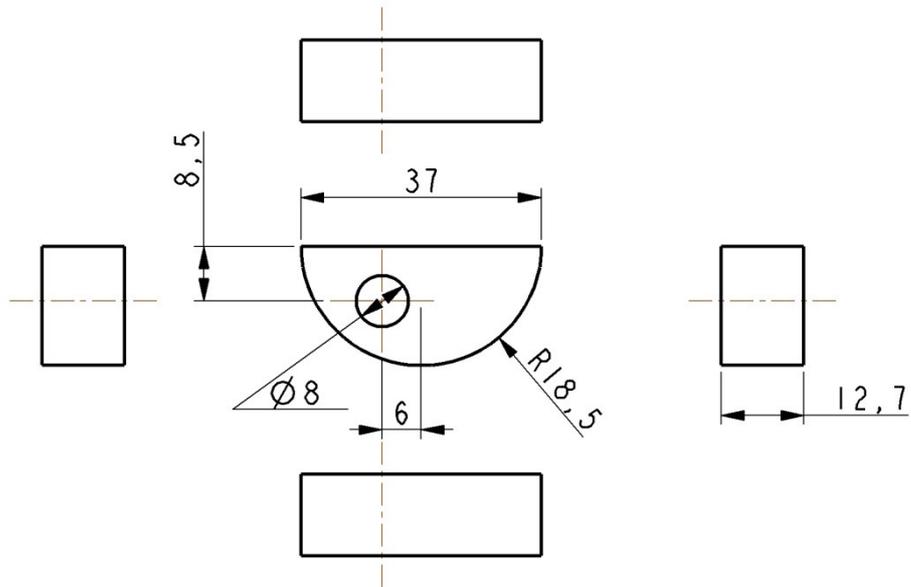
|



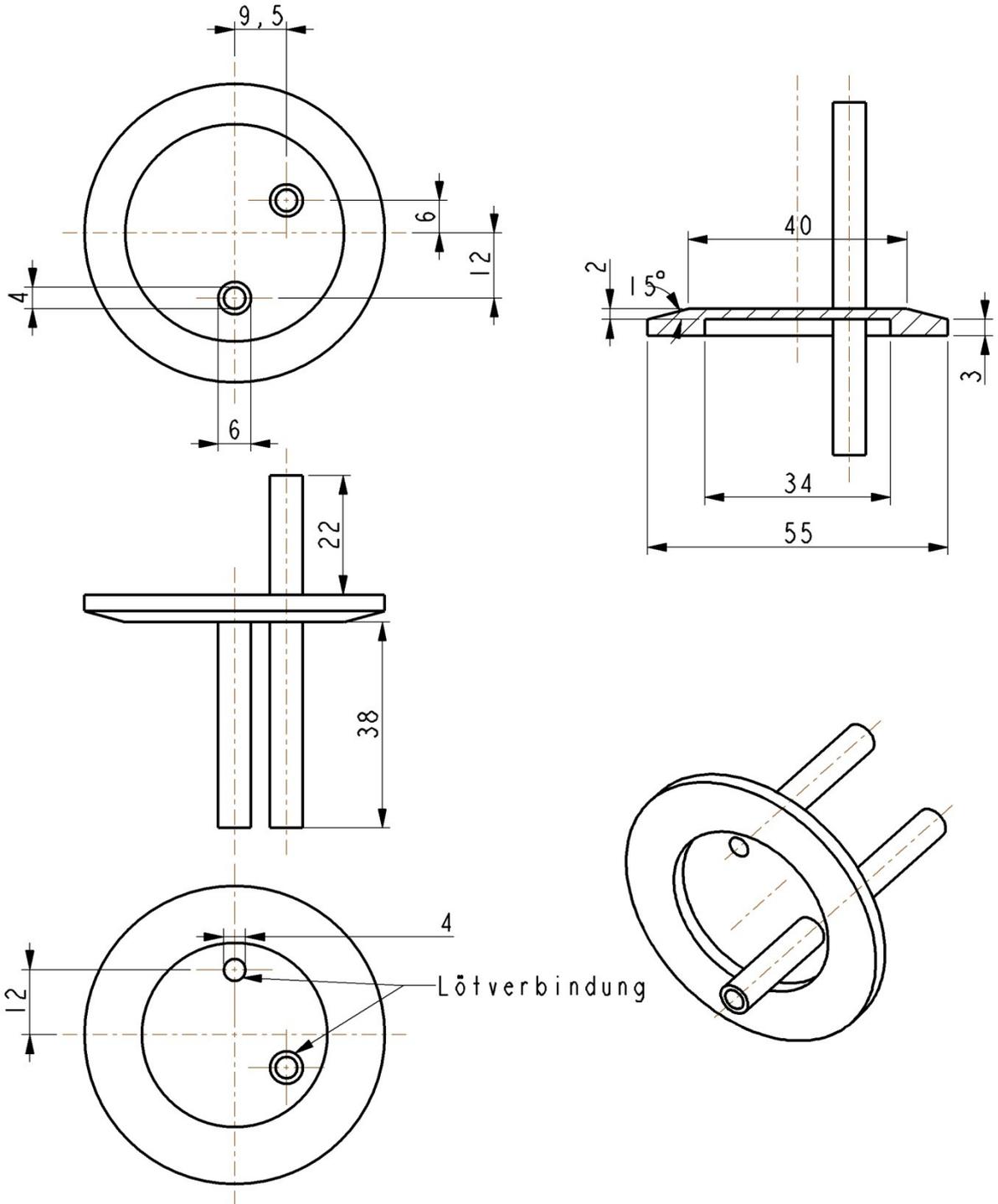
Keramik

Halierung Scheibe Kreuzstück

|



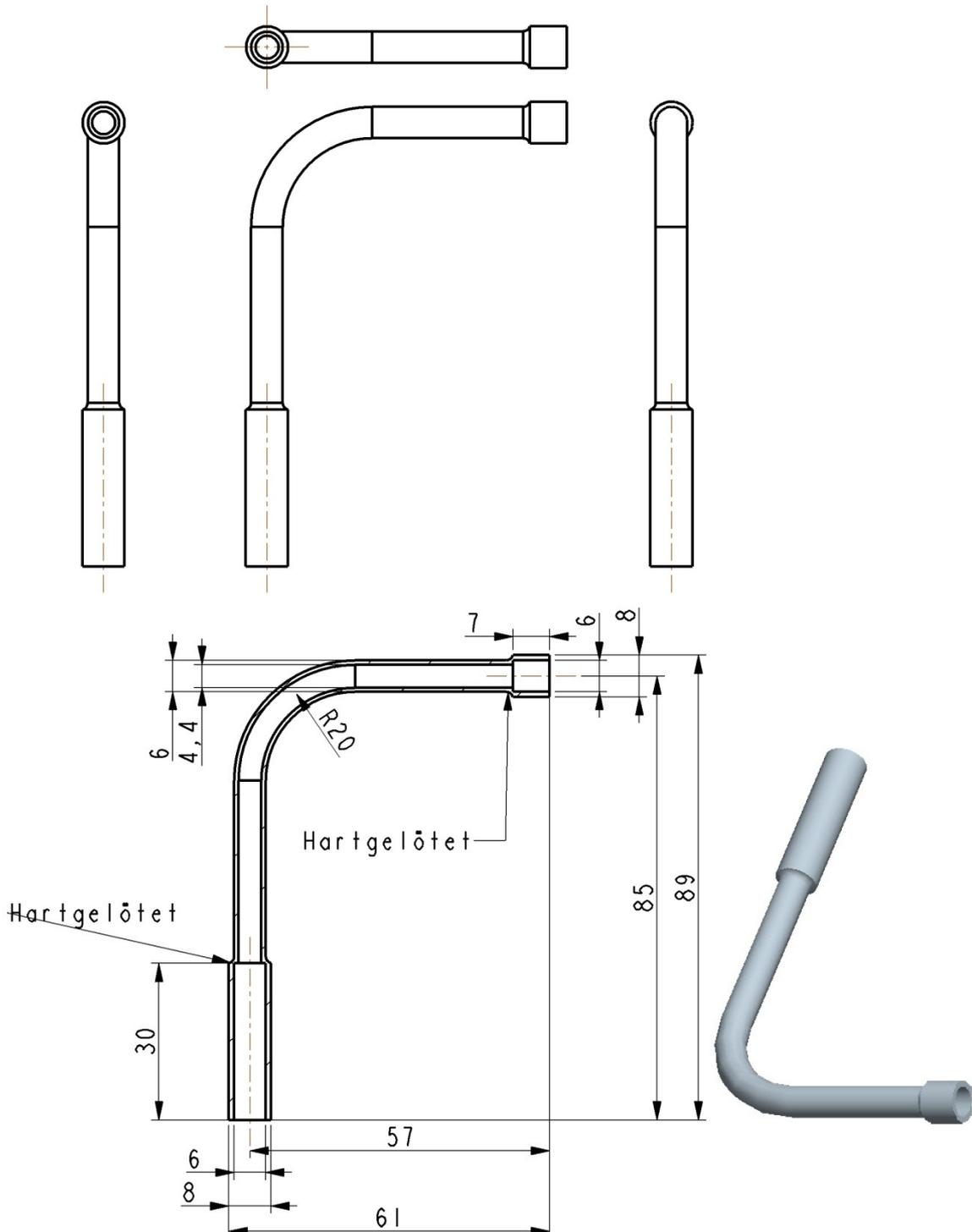
Verwendungsbereich				Oberflaeche		Masstab 1,000		Gewicht		
				Masse ohne Toleranzangabe nach "mittel DIN 7168"		Werkstoff/Halbzeug Keramik				
				Datum		Name		Benennung		
				Bearb.				HALTERUNG_SCHEIBE_ARGON		
				Gepr.						
				Norm						
				Komm.-Nr.:						
				TU GRAZ Institut fuer Experimentalphysik				Zeichnung/Sach-Nr.:		Blatt
								Ers.f.:		Frs.d.:
Zust	Aenderung	Datum	Name							



Edelstahl

Blindflansch Argon

|

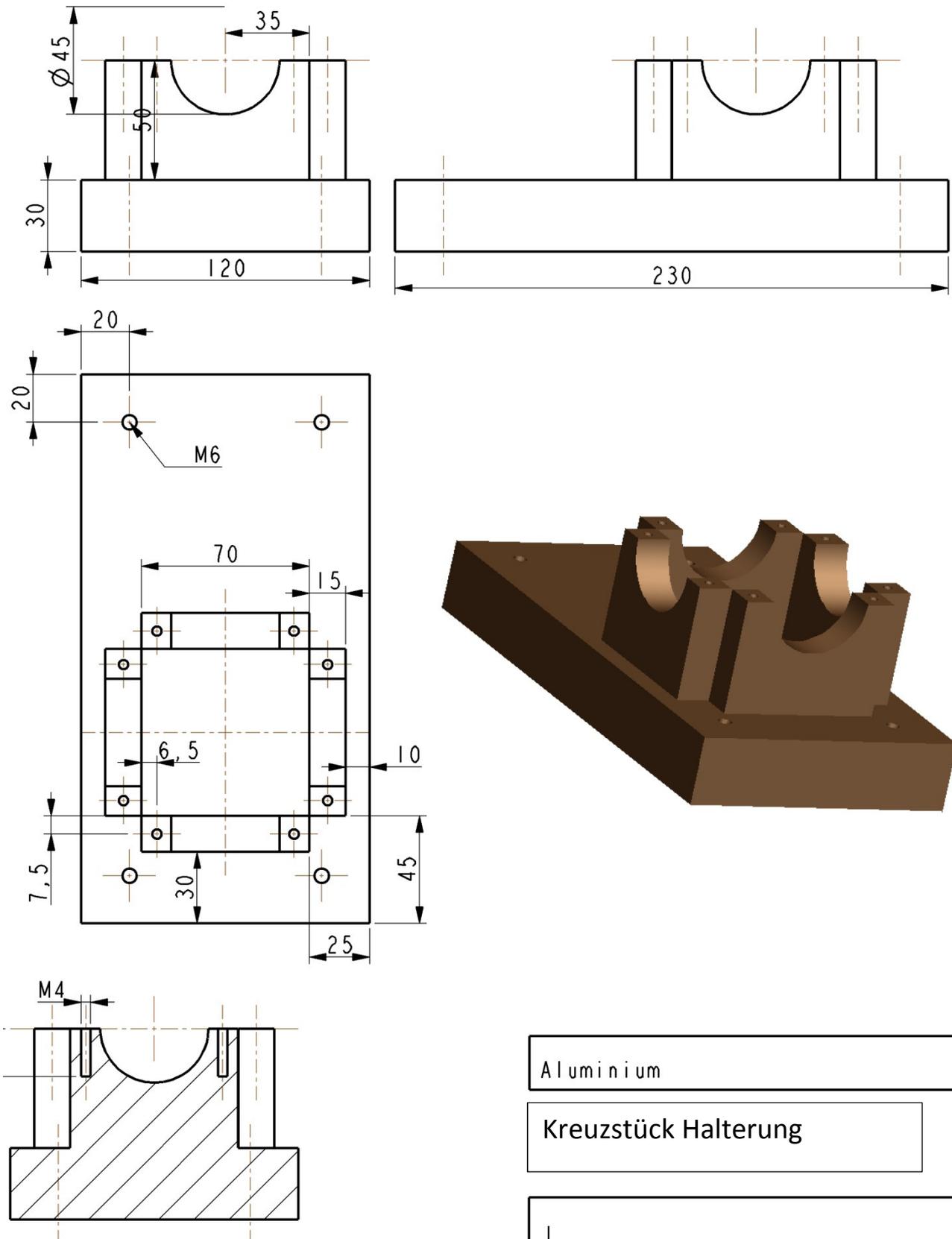


Edelstahl

Winkelstück Argon

|

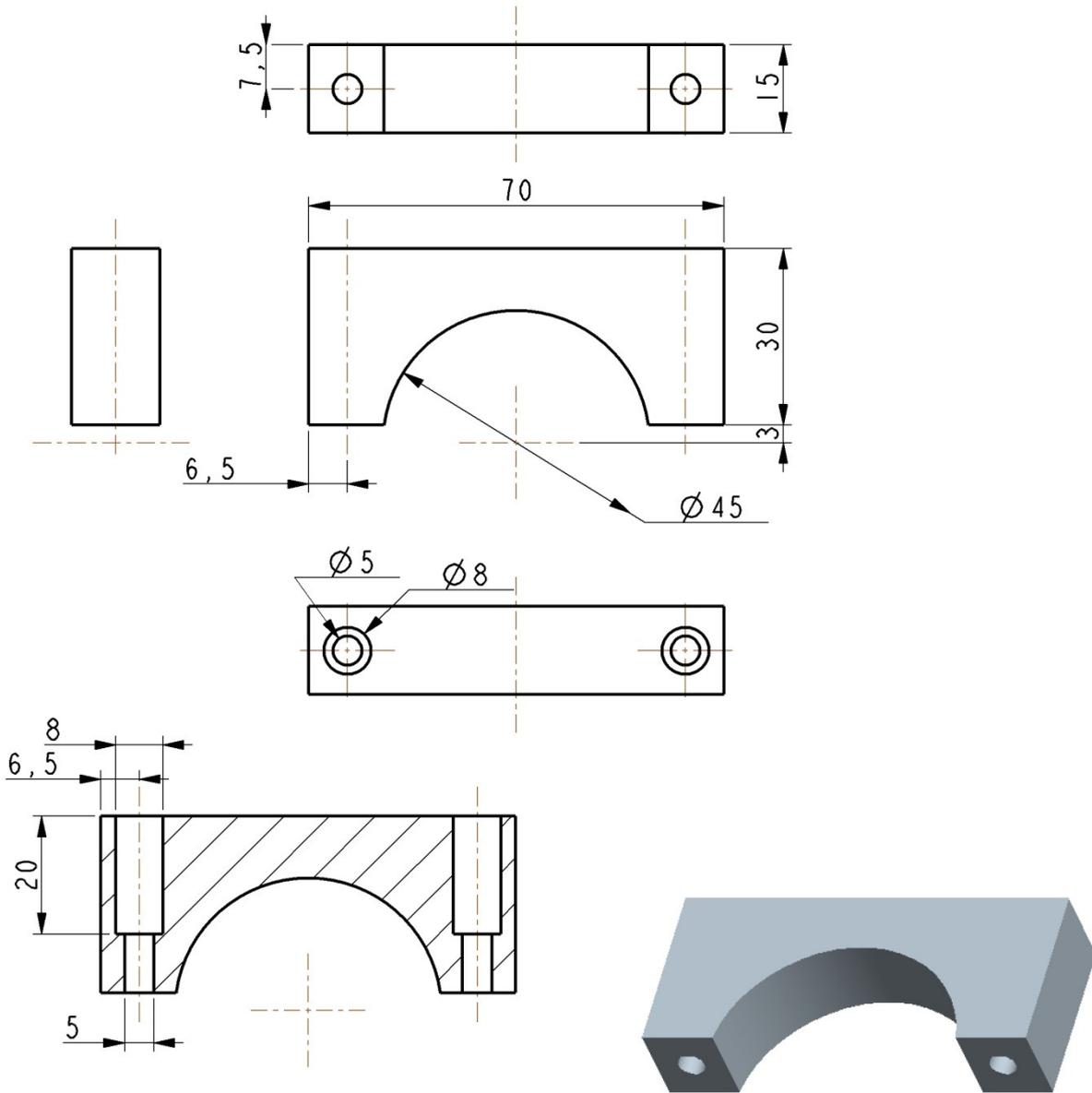
A.5.2 Anlagen Halterung



Aluminium

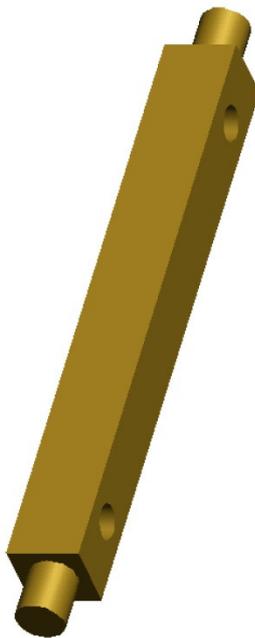
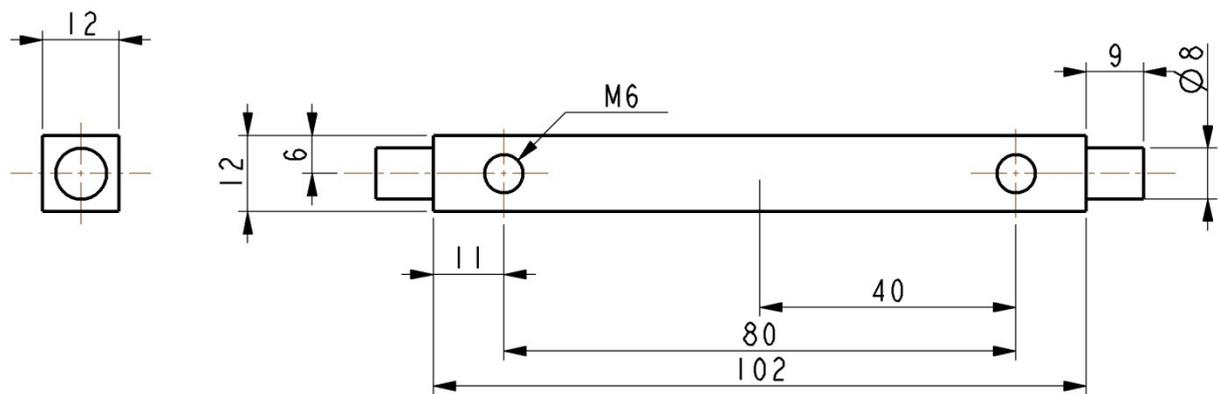
Kreuzstück Halterung

|



Verwendungsbereich		Oberflaeche		Masstab 1,000	Gewicht
		Masse ohne Toleranzangabe nach "mittel DIN 7168"		Werkstoff/Halbzeug Aluminium	
		Datum	Name	Benennung	
		Bearb.		KREUZSTUECK HALTERUNG 2	
		Gepr.			
		Norm			
		Komm.-Nr.:			
		TU GRAZ Institut fuer Experimentalphysik		Zeichnung/Sach-Nr.:	
				4	
Just	Aenderung	Datum	Name	Ers.f.:	Ers.d.:

Blatt |
Bl.

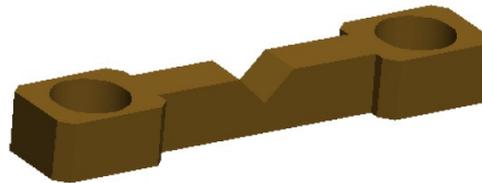
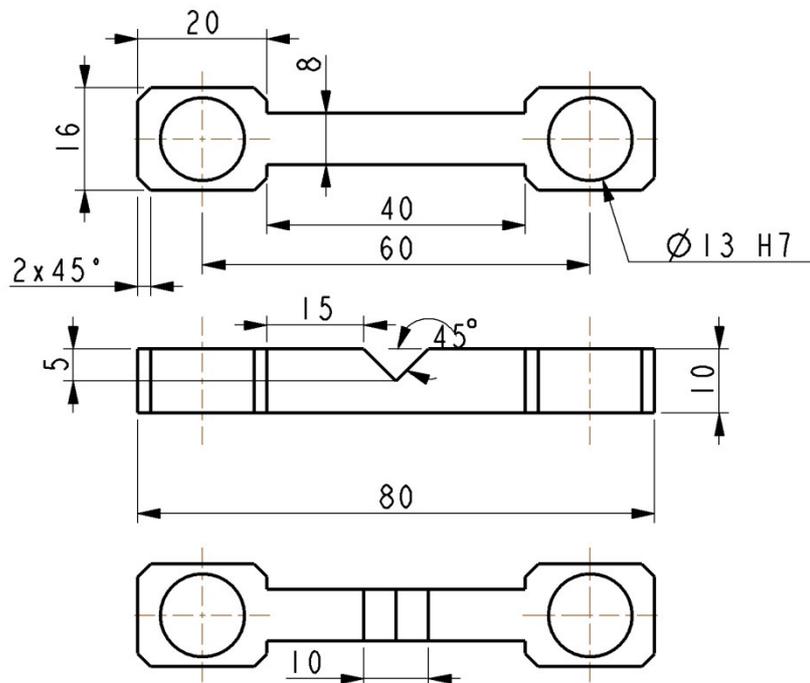


Metall

Messingachse

|

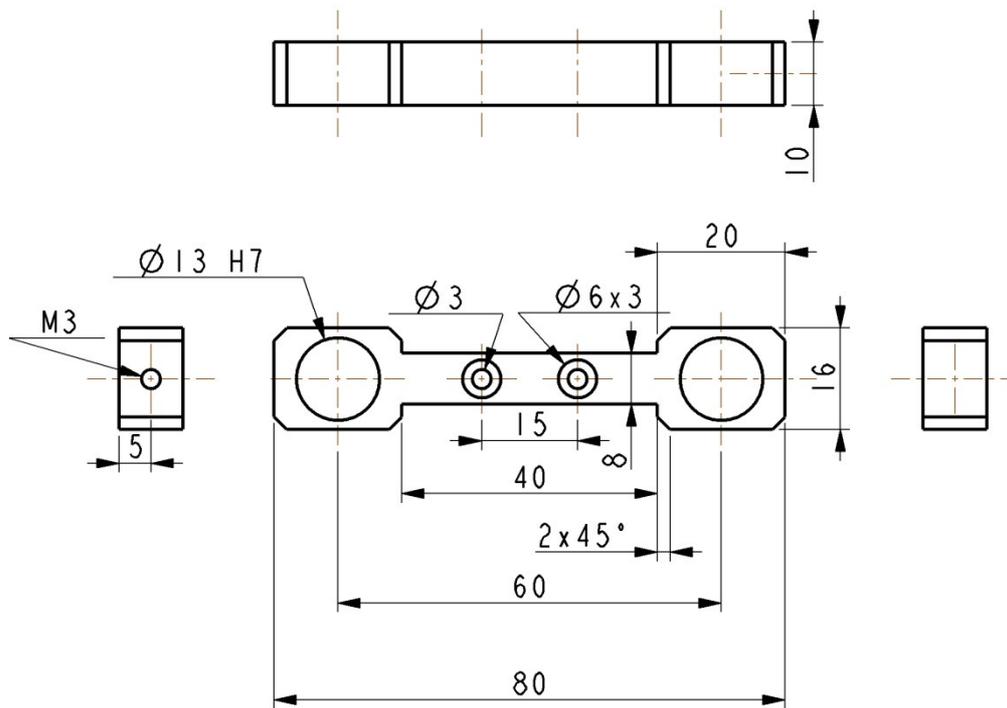
A.5.3 Bauteile - Anlage Klimaschrank



Messing

Stromaufprägegerät

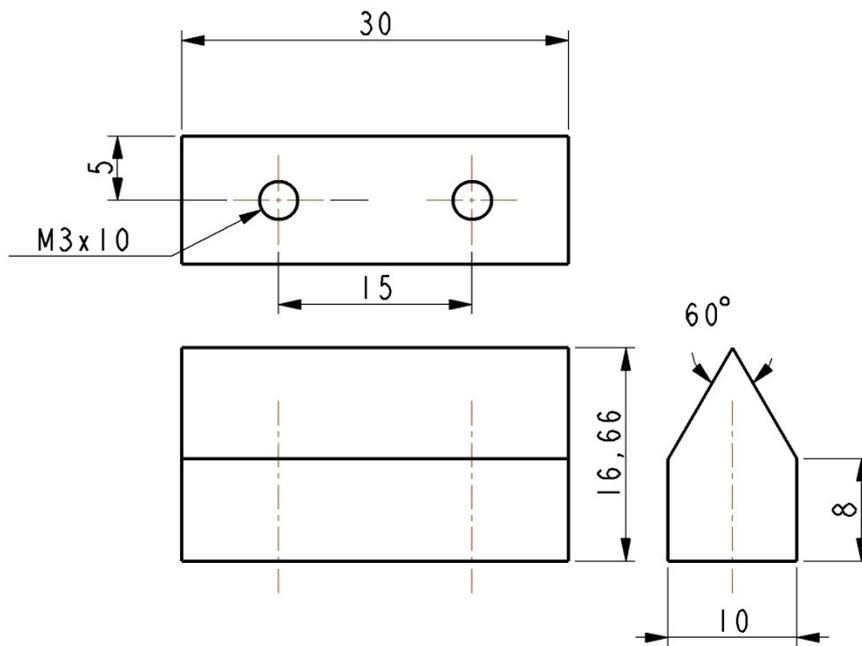
2



Messing

Spannungsabnehmer

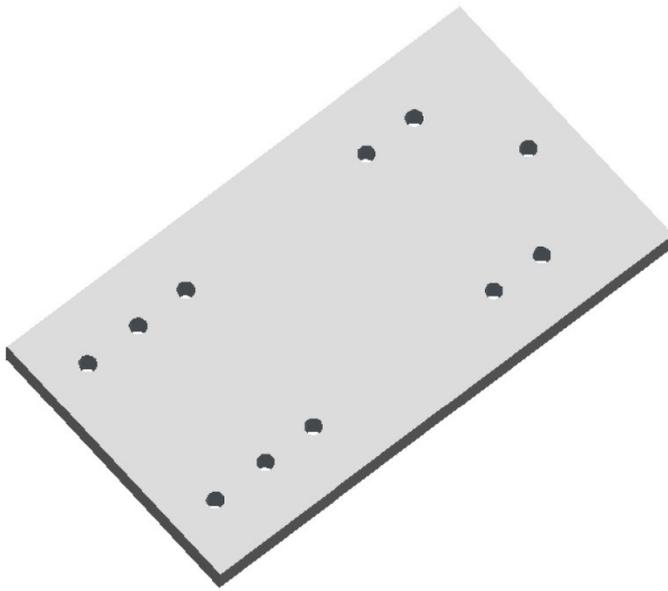
4



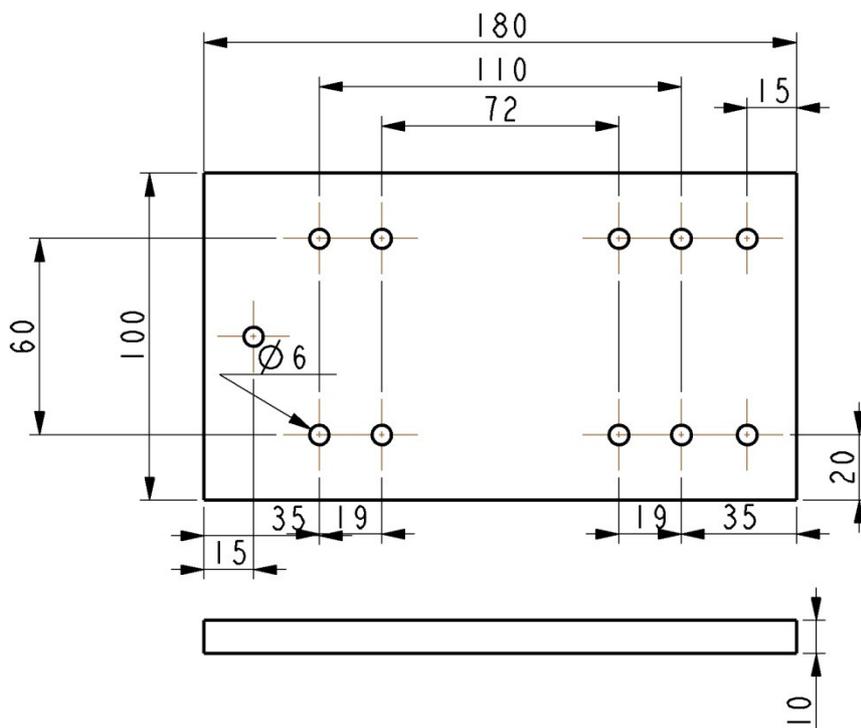
Edelstahl

Spannungsschneide

4



Alle Einheiten in mm
 MASSSTAB 0,500



Granit

Bodenplatte

|