

# Alterungstests mit Zink als Fixpunktmaterial

Frank Bernhard, Gunter Krapf, Helge Mammen, Silke Augustin

Technische Universität Ilmenau, Institut für Prozessmess- und Sensortechnik

Postfach 100565, 98684 Ilmenau, frank.bernhard@tu-ilmenau.de

Eine Forschungsgruppe des Institutes für Prozessmess- und Sensortechnik der Technischen Universität Ilmenau bearbeitet zusammen mit den Arbeitsgruppen Angewandte Thermometrie (7.42, Dr. Rudtsch) und Kalorische Größen (3.31, Dr. Sarge) der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt das bis Ende 2008 laufende DFG-Projekt „Einfluß von Verunreinigungen auf die Phasengleichgewichtstemperaturen von Reinstmetallen und binären Legierungen (Temperatur-Fixpunkte).

Hauptziel des Forschungsvorhabens ist die Verringerung der Darstellungs-Unsicherheit von Reinstmetall-Fixpunkten (primäre Fixpunkte) der ITS-90 (Internationale Temperaturskala von 1990). Zu diesem Vorhaben siehe auch den Vortrag von Dr. Rudtsch „Untersuchungen an hochreinen Materialien für Temperaturfixpunkte“.

Dieses Ziel soll erreicht werden durch

- (1) die Entwicklung von miniaturisierten Fixpunktzellen für Screeningtests und von Midizellen für Präzisionsmessungen,
- (2) die Untersuchung des Einflusses typischer Verunreinigungen nach Elementart und -konzentration auf den Phasenübergangsvorgang sowie auf Reproduzierbarkeit und Langzeitstabilität der Erstarrungs- bzw. Schmelztemperatur von Reinstmetallen und binären Legierungen,
- (3) die Erarbeitung theoretisch begründeter Modelle für den Einfluß von typischen Verunreinigungen auf die Fixpunkt-Temperatur,
- (4) die Entwicklung einer Auswertemethodik von Temperatur- und Enthalpieverläufen während des Phasenübergangs zur Ableitung von Kennwerten für den Verunreinigungsgrad der Fixpunktmaterialien.

Weitere Zielstellungen sind

- (5) die Ermittlung binärer Legierungen als weitere sekundäre Temperaturfixpunkte zwischen den definierenden Fixpunkten der ITS-90,
- (6) der Einsatz der adiabatischen Kalorimetrie zur kryoskopischen Reinheitsbestimmung von Fixpunktmaterialien.

Im Vortrag werden die Screening-Tests beschrieben, die an der TU Ilmenau mit sehr geringen Materialmengen in miniaturisierten Fixpunktzellen aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  durchgeführt werden. Da in diesen gezielte Verunreinigungen im ppm-Bereich kaum möglich sind, werden Zn-Proben verschiedener Hersteller mit unterschiedlichem Reinheitsgrad (3N, 4N, 5N, 6N) als Ausgangsmaterialien benutzt.

Bis zu 66 Miniatur-Fixpunktzellen werden gleichzeitig bei Dauertemperaturen und Temperaturzyklen bis 520 °C, d.h. bis zu 100 K über der Schmelz- bzw. Erstarrungstemperatur von Zink gealtert.

Im Laufe der Alterung werden periodisch der zeitliche Verlauf des Fixpunktplateaus, d.h. des Schmelz- und Erstarrungsvorgangs auf Änderungen infolge möglicher Verunreinigungen des Fixpunktmaterials untersucht. Außerdem wer-

den auftretende Änderungen der Fixpunkttemperatur durch Vergleich mit einem Zn-Kalibriernormal registriert.

Durch Materialanalysen einzelner Zellen vor und während der Alterung sowie nach deren Abschluss soll der zeit- und temperaturabhängige Eintrag von Verunreinigungen in das Fixpunktmaterial qualitativ und quantitativ untersucht werden.

Die bisher an der TU Ilmenau entwickelten und in langen Einsatzzeiten im Heißdampfbereich von Kraftwerken erprobten keramischen Miniaturfixpunktzellen sind für den Einsatz mit Dünndraht-Thermoelementen mit einer örtlich konzentrierten Meßstelle (0,6 mm) konstruiert und optimiert.

Für die bei den hier beschriebenen Alterungstests notwendige Messunsicherheit der Fixpunkt-Temperaturverläufe müssen aber statt der Dünndraht-Thermoelemente Mantel-Widerstands-Thermometer mit einem Außendurchmesser von ca. 1 mm in bis zum Sensor durchgehender Vierleiterschaltung benutzt werden. Wegen ihrer sowohl bei Draht- als auch bei Flach-Messwiderständen im Vergleich zu den Thermoelementen wesentlich größeren Integrationslänge von ca. 4 bis 10 mm, mussten mit Hilfe von FEM-Berechnungen neue Miniaturfixpunktzellen mit geänderten Abmessungen entwickelt und hergestellt werden.

Die Mantel-Widerstandsthermometer werden vor ihrem Einsatz gealtert und kalibriert. Außerdem werden sie auf eine reproduzierbare örtliche Lage des Meßwiderstands in der Mantelleitung überprüft, um Fehlereinflüsse des axialen Temperaturgradienten in der Miniatur-Fixpunktzelle zu eliminieren.

Im Vortrag werden auch die Alterungseinrichtung mit Zellenhalter und Öfen (Betrieb in oxidierender Atmosphäre) sowie die Temperatur-Steuerungs- und -Mess-einrichtung, die Alterungs- und Auswertemethodik sowie erste Messergebnisse vorgestellt.

Die erwarteten Ergebnisse zum Langzeitverhalten der unterschiedlichen Zn-Proben in den Miniaturfixpunktzellen sollen sowohl für Modelle zum Einfluss von Verunreinigungen auf Schmelz- und Erstarrungs-Temperaturen von Zink als auch für eine optimierte Auswertemethodik zur Analyse des Verunreinigungsgrades des Fixpunktmaterials genutzt werden.