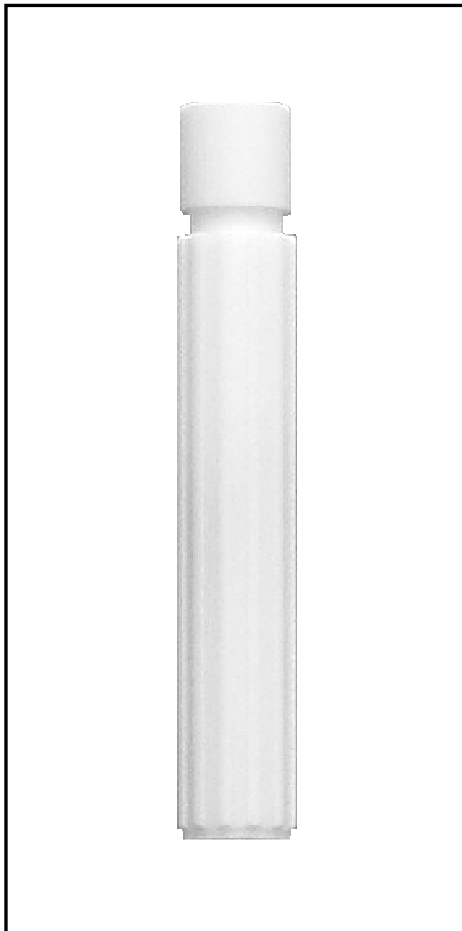




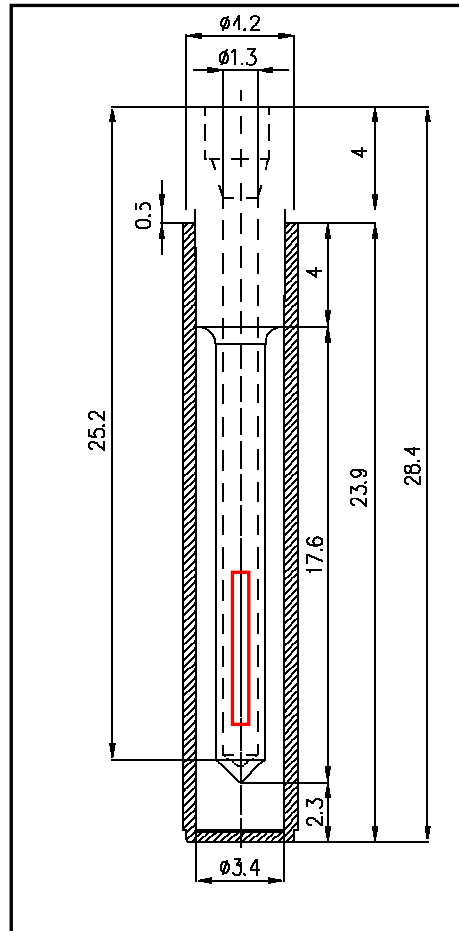
# **Einfluss von Verunreinigungen auf die Phasengleichgewichtstemperaturen von Reinstmetallen und binären Legierungen**

Gunter Krapf, Frank Bernhard

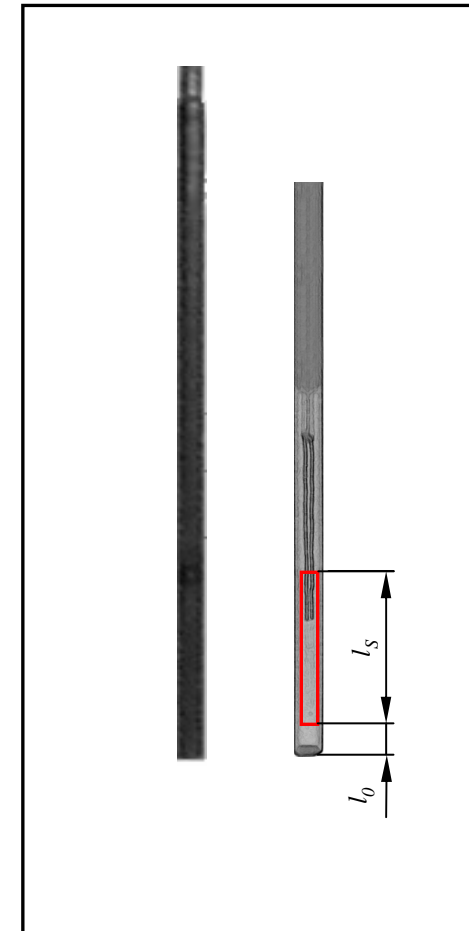
Arbeitskreis Thermophysik, Freiberg, März 2008



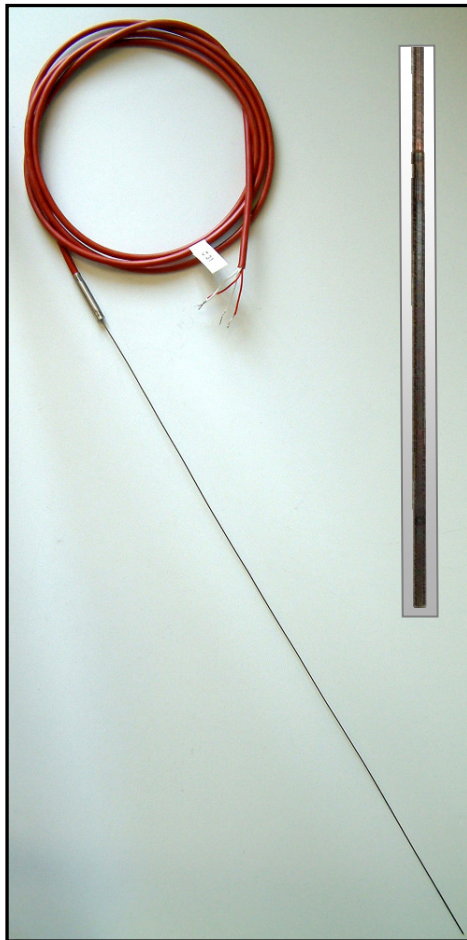
Miniaturisierte Fixpunktzelle (MFPZ)



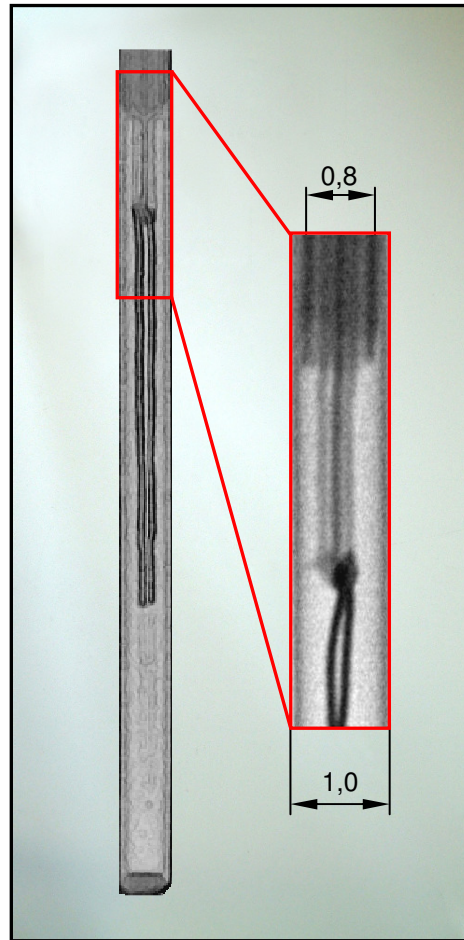
Konstruktionszeichnung MFPZ



Conatex-Widerstandsthermometer



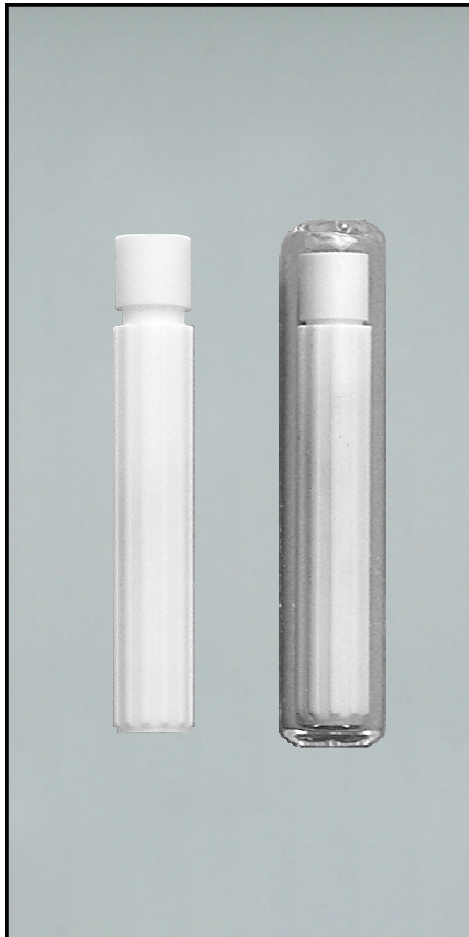
Conatex Mantel-Pt100



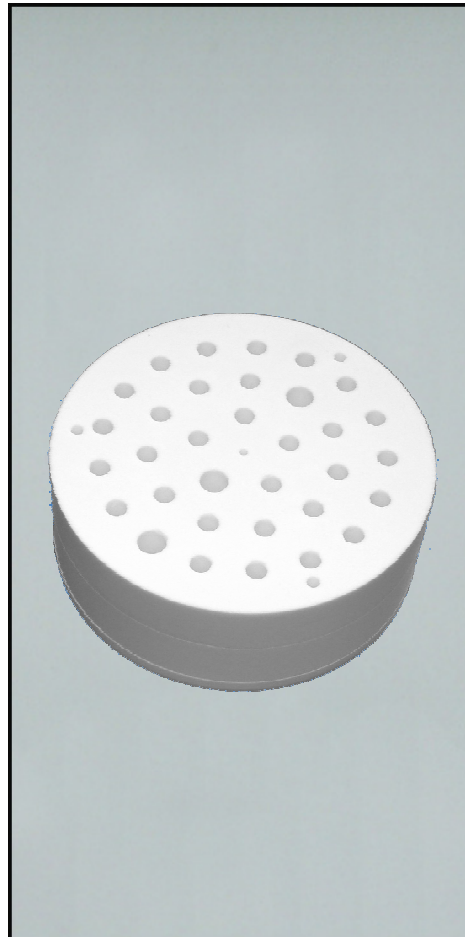
Röntgenbild Conatex-Pt100

## Eigenschaften:

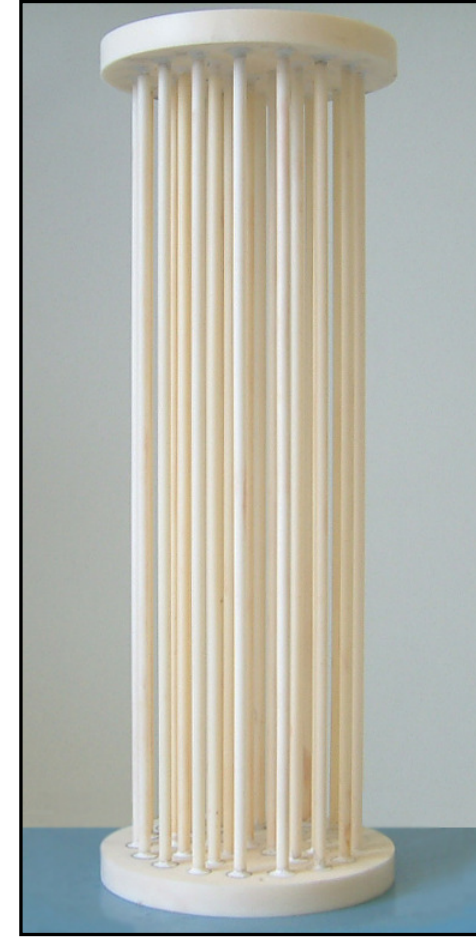
- Hersteller: Conatex
- Sensortyp: Pt100
- Anschluss: Vierleiter
- Sensorelement:
  - Typ: Draht, gewickelt
  - Lage:  $l_0 = 1,8 \pm 0,8 \text{ mm}$
  - Maße:  $l_s = 5 \pm 1 \text{ mm}$
  - $d = 0,5 \pm 0,1 \text{ mm}$
- Einsatztemperatur:
  - Dauer:  $T_E = 400 \text{ }^\circ\text{C}$
  - Maximal:  $T_M = 600 \text{ }^\circ\text{C}$



Miniaturisierte Fixpunktzellen



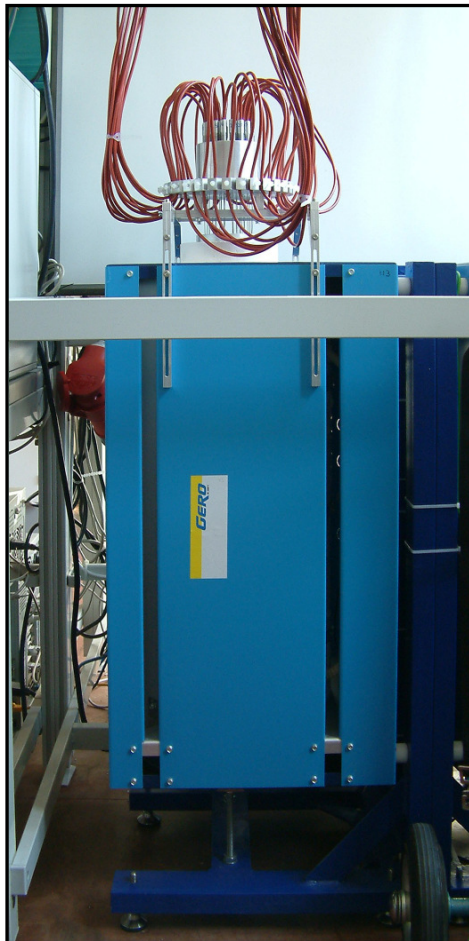
Zellenhalter



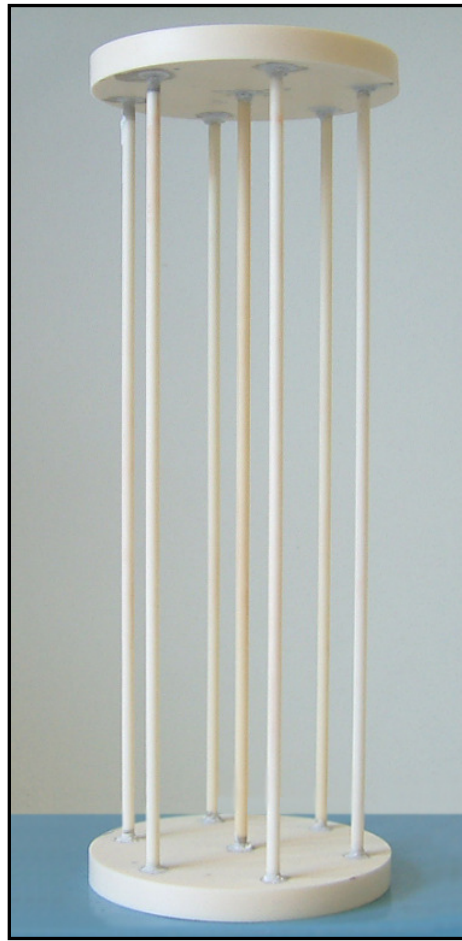
Sensorführung



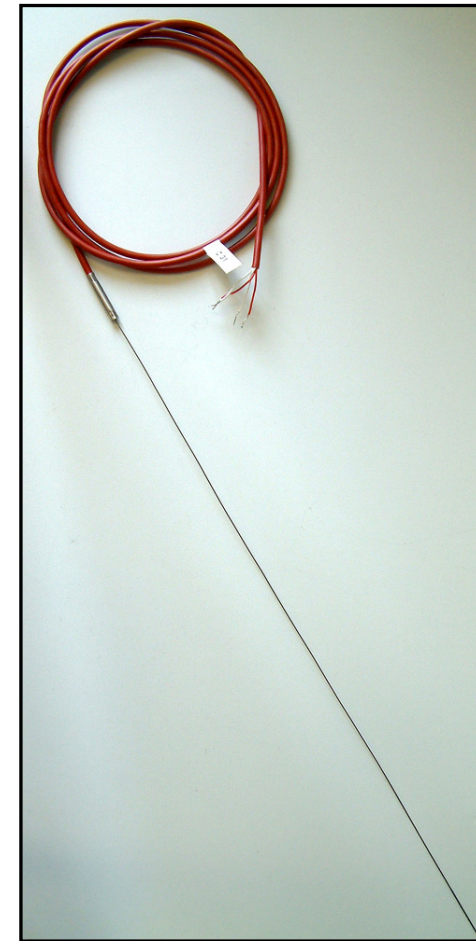
# Komponenten des Alterungsversuches



Gero-Standardrohrföfen



Fuß



Conatex-Widerstandsthermometer



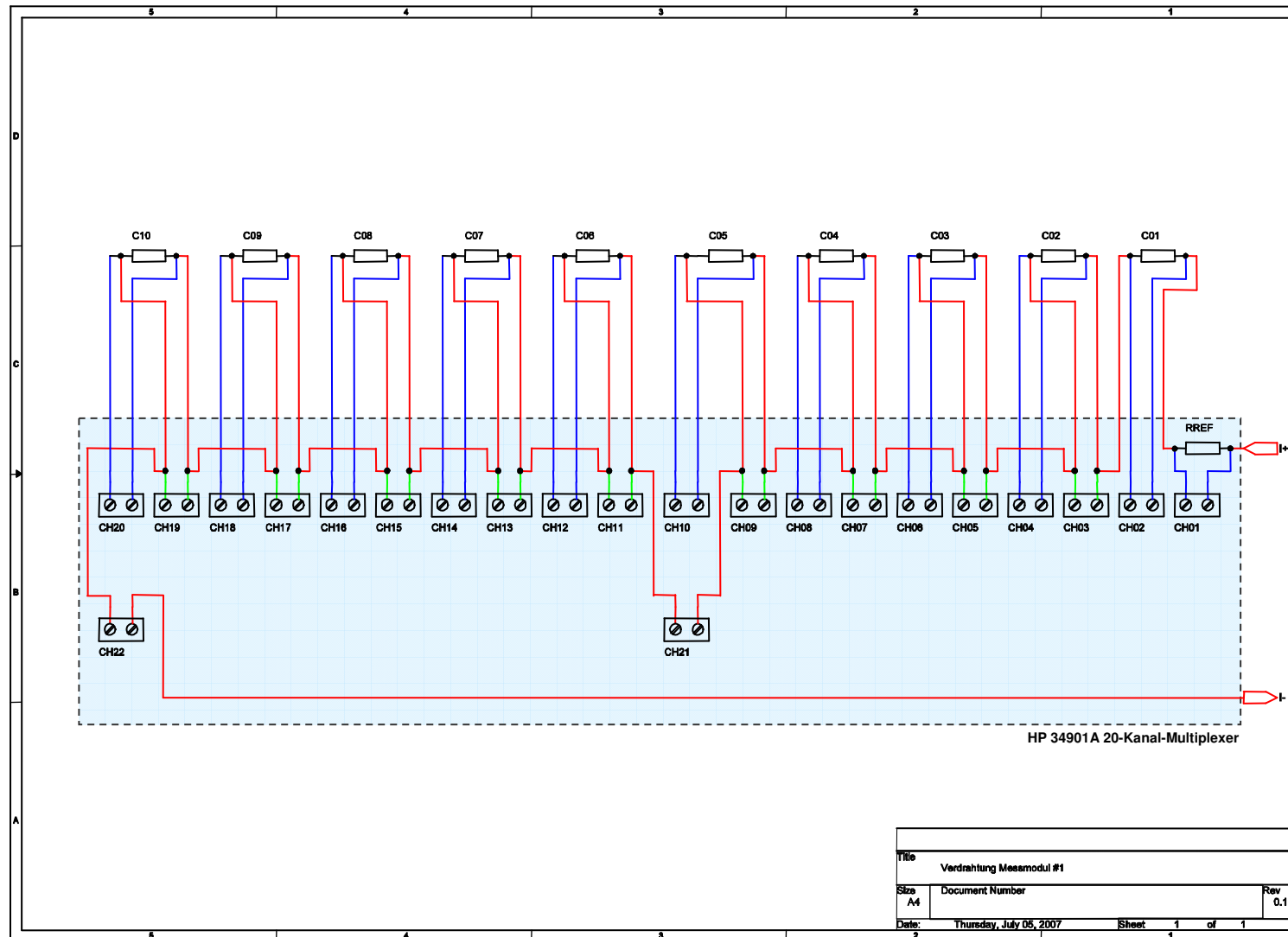
# Messregime zur fehlerarmen Pt100-Messung

am Beispiel von Mantelwiderstandsthermometern von Conatex

- Messung in Vierleiterschaltung:  
Leitungswiderstände  $R_L$  bei  $420\text{ }^\circ\text{C} \rightarrow R_L \cong 8,4\ \Omega$
- Kompensation der parasitären Thermospannungen:  
 $\Delta T_{TS} \cong 25\text{ mK}$  bei  $420\text{ }^\circ\text{C}$
- Korrektur des Eigenerwärmungsfehlers durch Messung mit zwei Messströmen zur Extrapolation auf einem Messstrom von  $I_M=0$ :  
 $I_M=500\ \mu\text{A} \rightarrow \Delta T_{EE} \cong 20\text{ mK}$
- Kontinuierliche Bestromung aller Sensoren
- Fühlerüberwachung durch Messung der Widerstände aller Zuleitungen

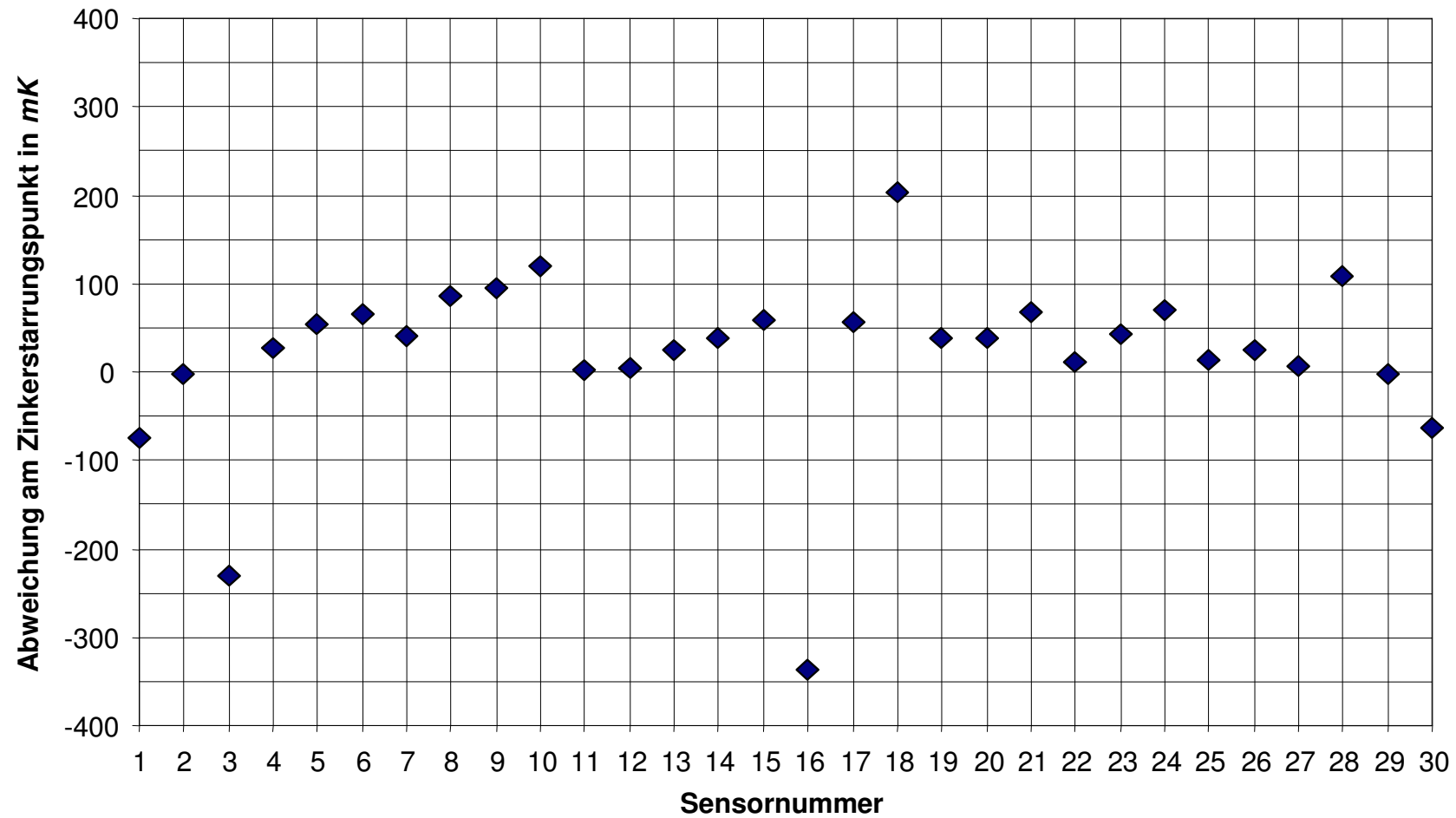


# Mess-Schaltung der Widerstandsthermometer





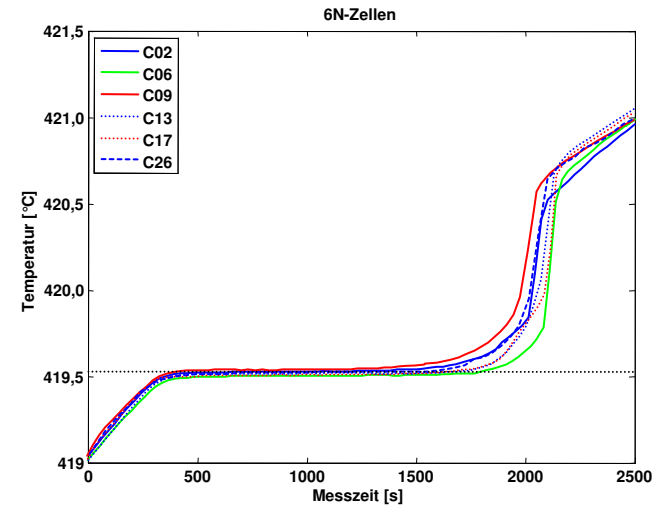
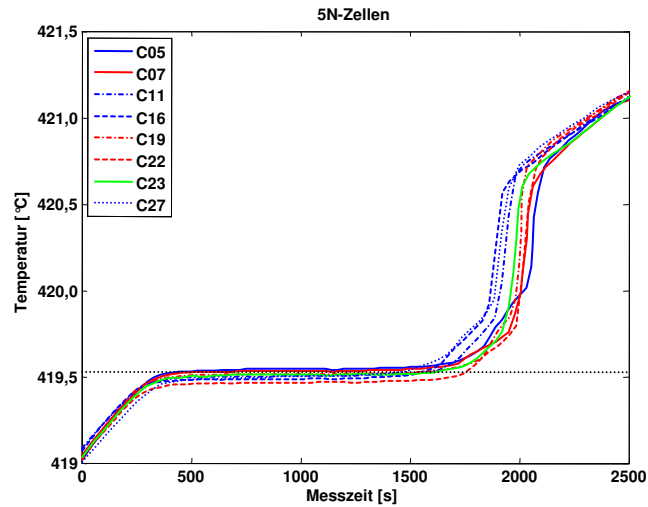
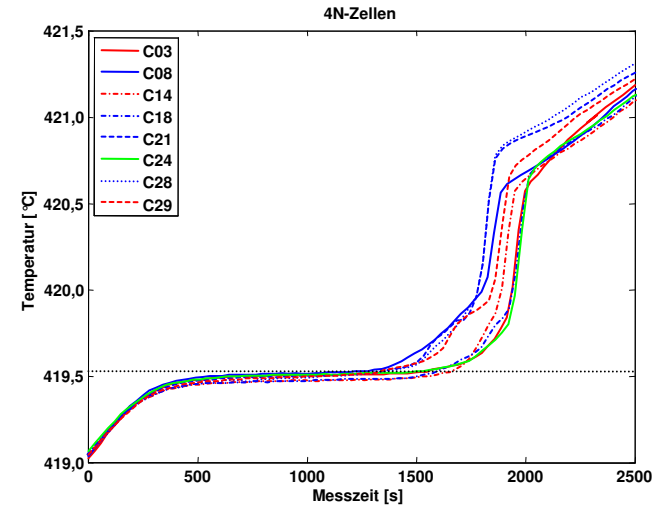
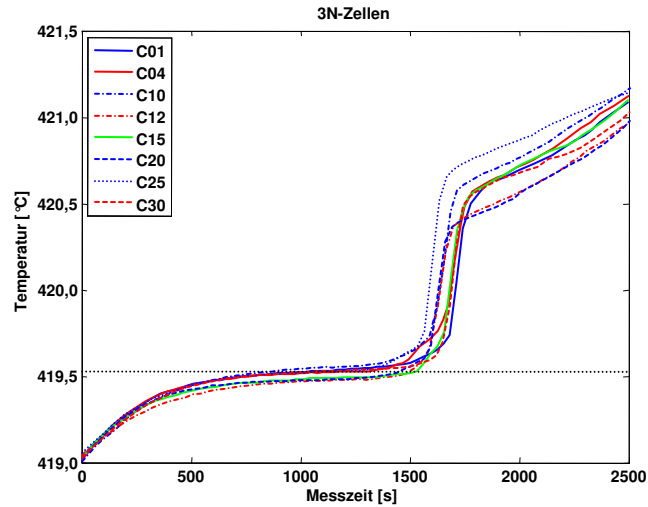
# Fehler durch Isolationswiderstände





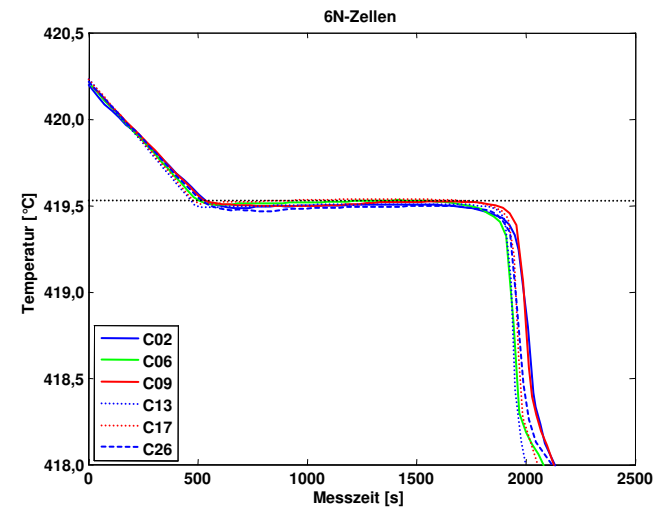
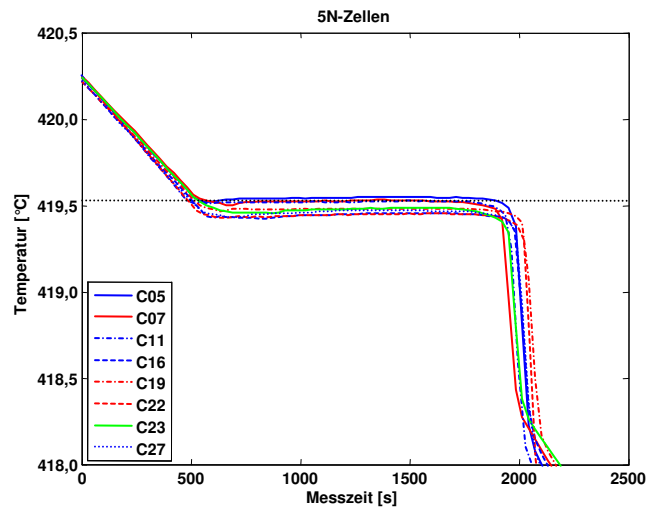
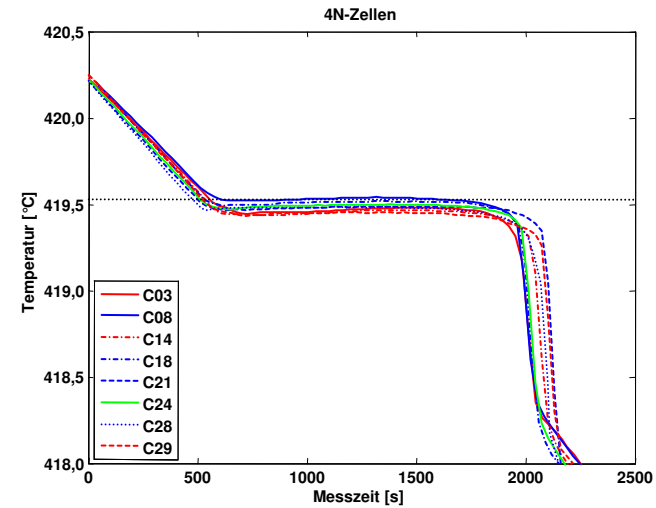
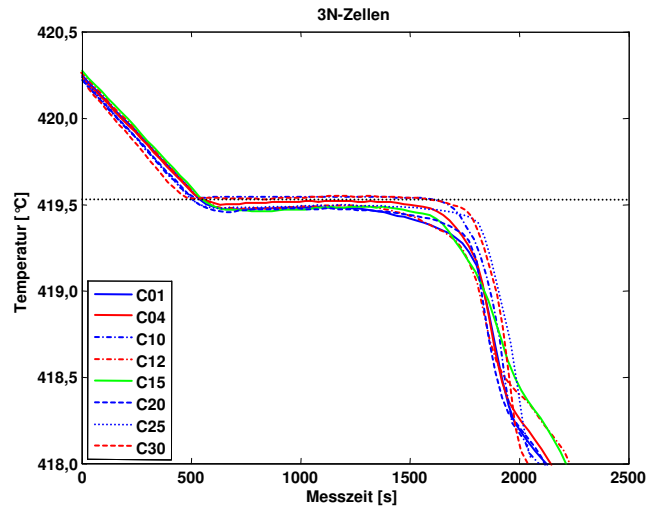


# Schmelzplateaus von Zn-Zellen unterschiedlicher Reinheit



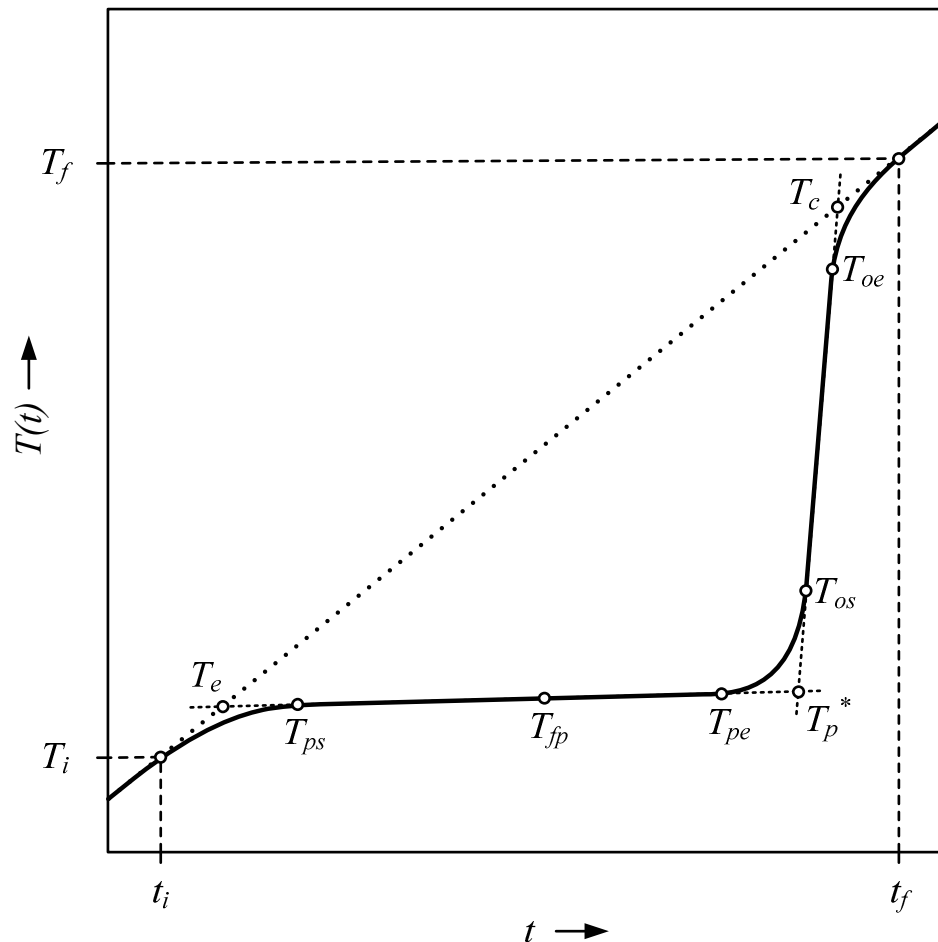


# Erstarrungsplateaus von Zn-Fixpunktzellen unterschiedlicher Reinheit





# Parameter zur Auswertung der Schmelzplateaus

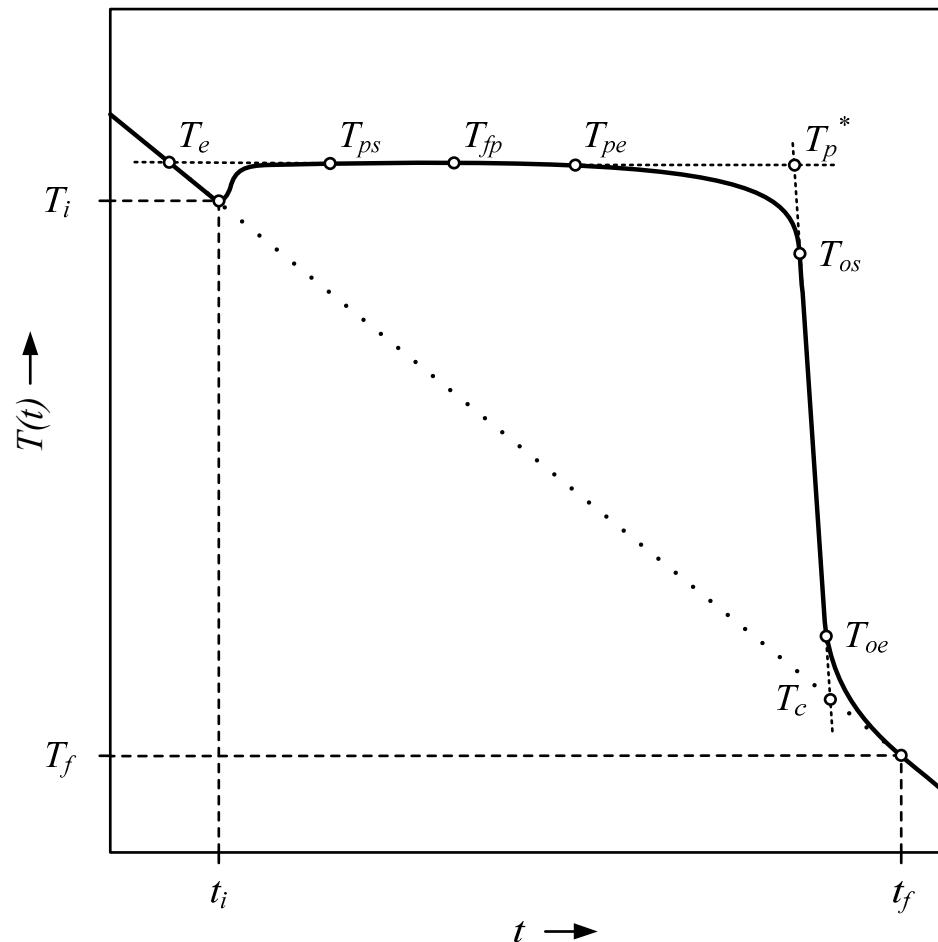


## Plateauparameter:

- $T_i$  Anfangstemperatur
- $T_e$  extrapolierte Anfangstemperatur
- $T_{ps}$  Plateaustarttemperatur
- $T_{fp}$  „Fixpunkt“ (Wendepunkt)
- $T_{pe}$  Plateauendtemperatur
- $T_p^*$  Temperatur der extrapolierten, maximalen Abweichung
- $T_c$  extrapolierte Endtemperatur
- $T_{os}$  Plateausauslauf-Starttemperatur
- $T_{oe}$  Plateausauslauf-Endtemperatur
- $T_f$  Endtemperatur



# Parameter zur Auswertung der Erstarrungsplateaus

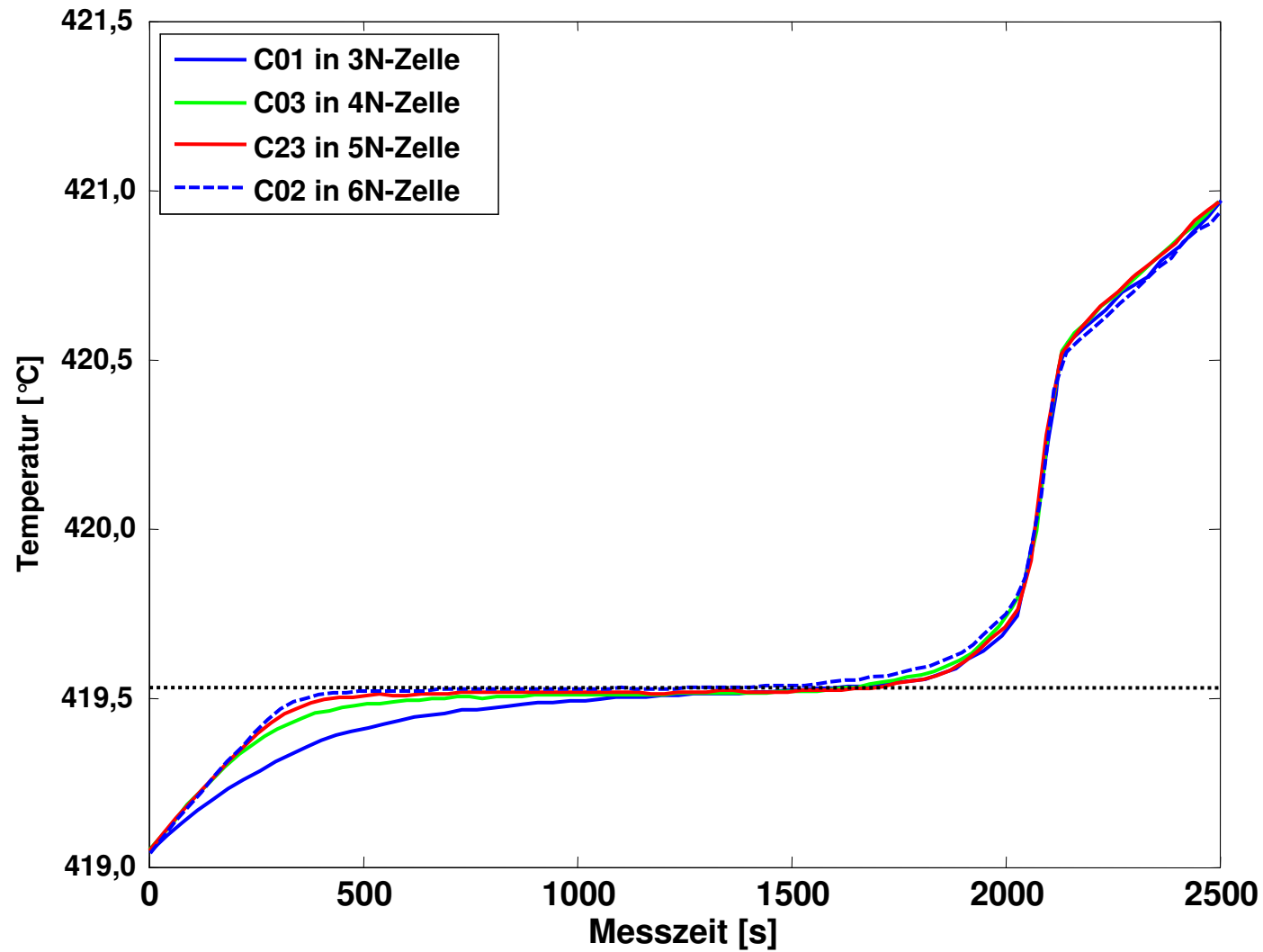


## Plateauparameter:

- $T_i$  Anfangstemperatur
- $T_e$  extrapolierte Anfangstemperatur
- $T_{ps}$  Plateaustarttemperatur
- $T_{fp}$  „Fixpunkt“ (Maximum)
- $T_{pe}$  Plateauendtemperatur
- $T_p^*$  Temperatur der extrapolierten, maximalen Abweichung
- $T_c$  extrapolierte Endtemperatur
- $T_{os}$  Plateauauslauf-Starttemperatur
- $T_{oe}$  Plateauauslauf-Endtemperatur
- $T_f$  Endtemperatur

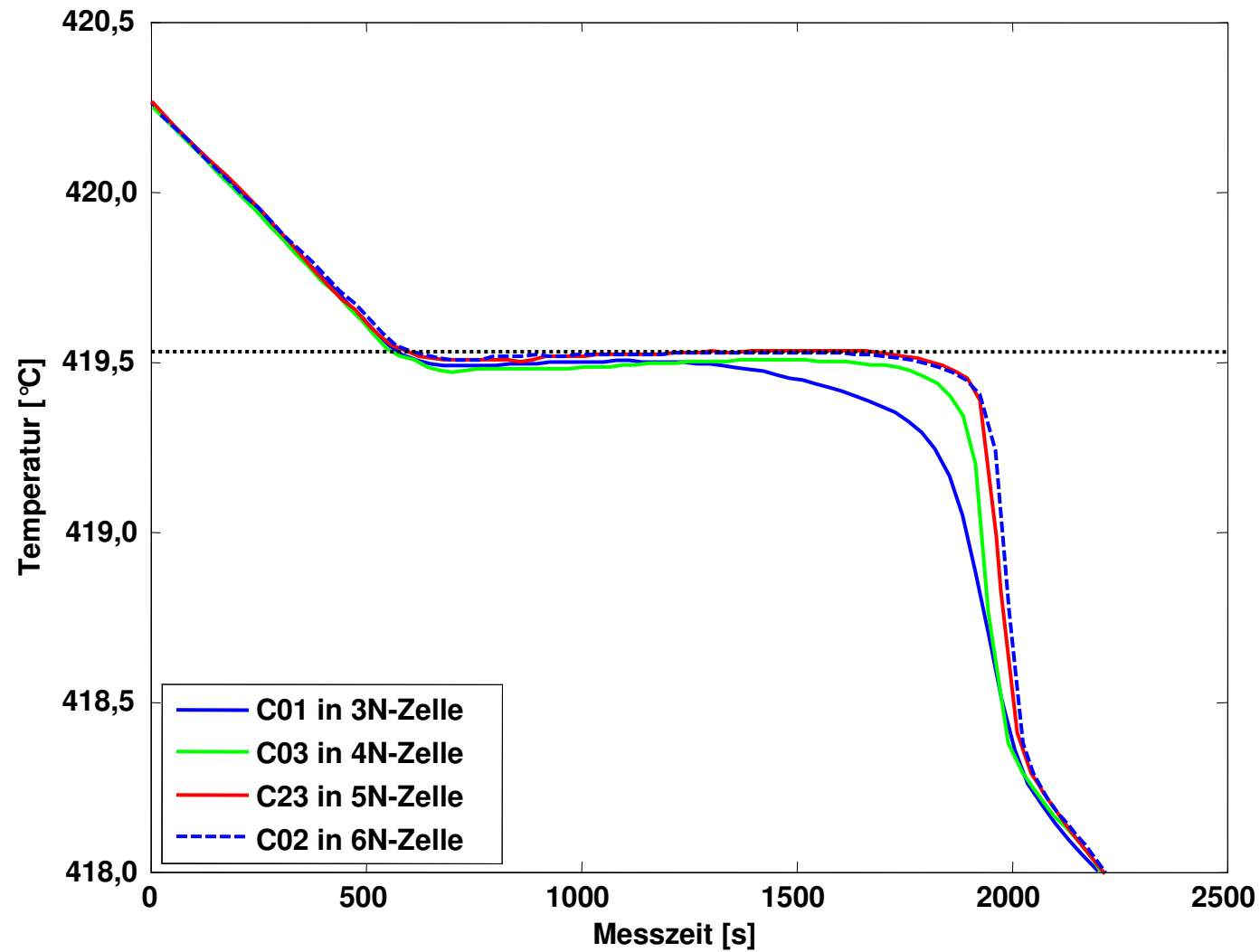


# Plateauformen der Schmelzplateaus





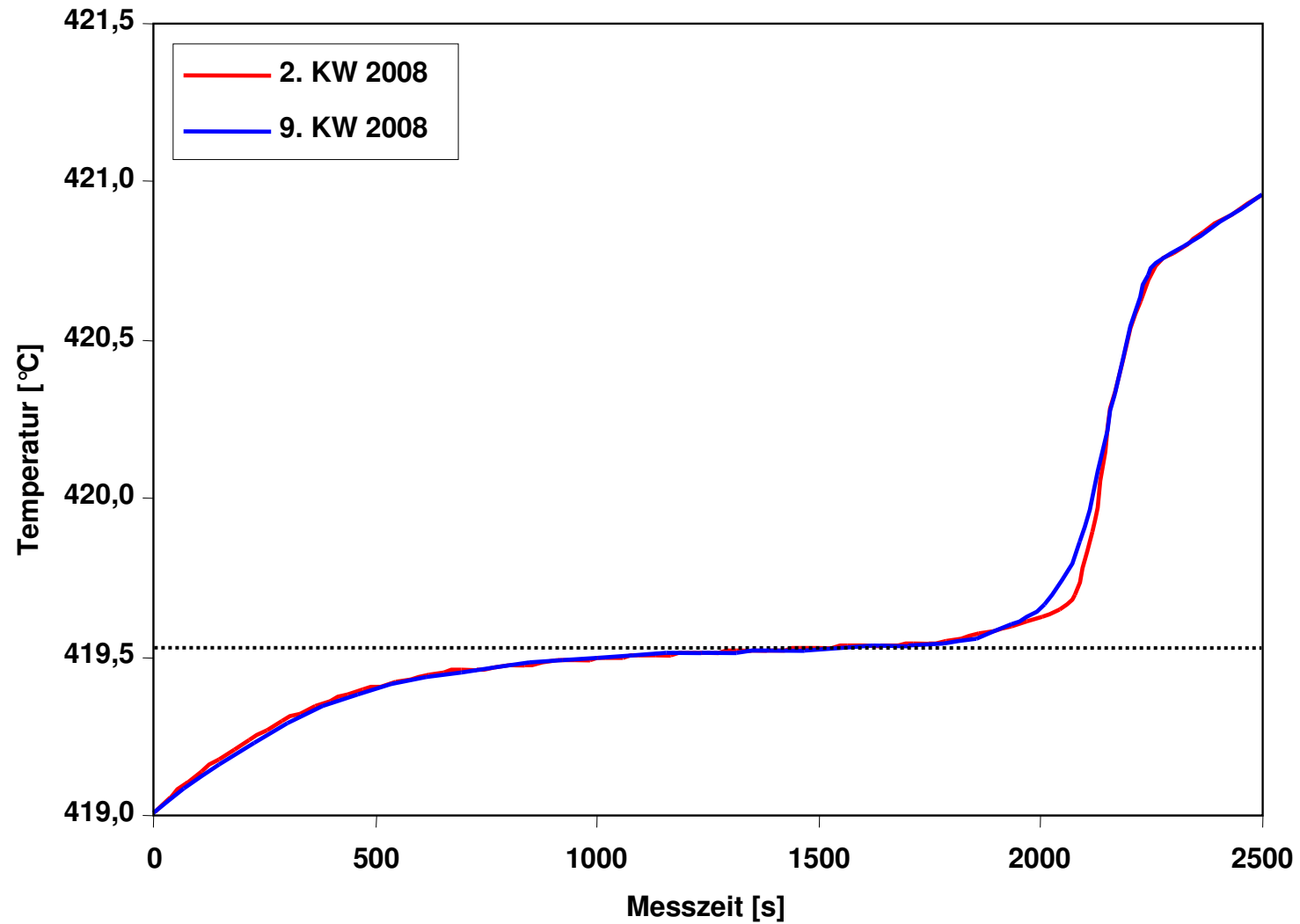
# Plateauformen der Erstarrungsplateaus





# Alterung der Zelle MC-Zn-32

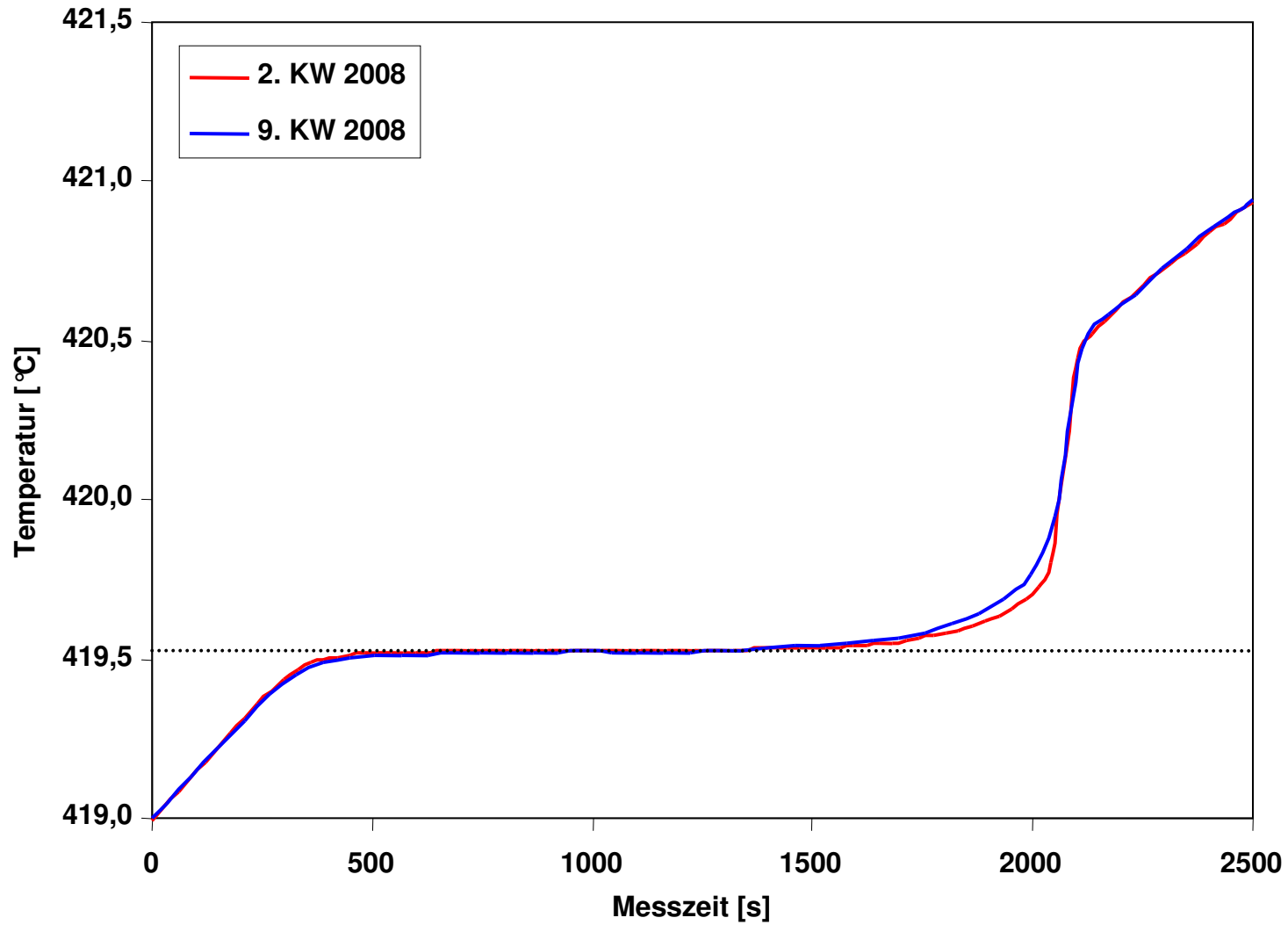
Reinheit 3N, Sensor C01





# Alterung der Zelle MC-Zn-10

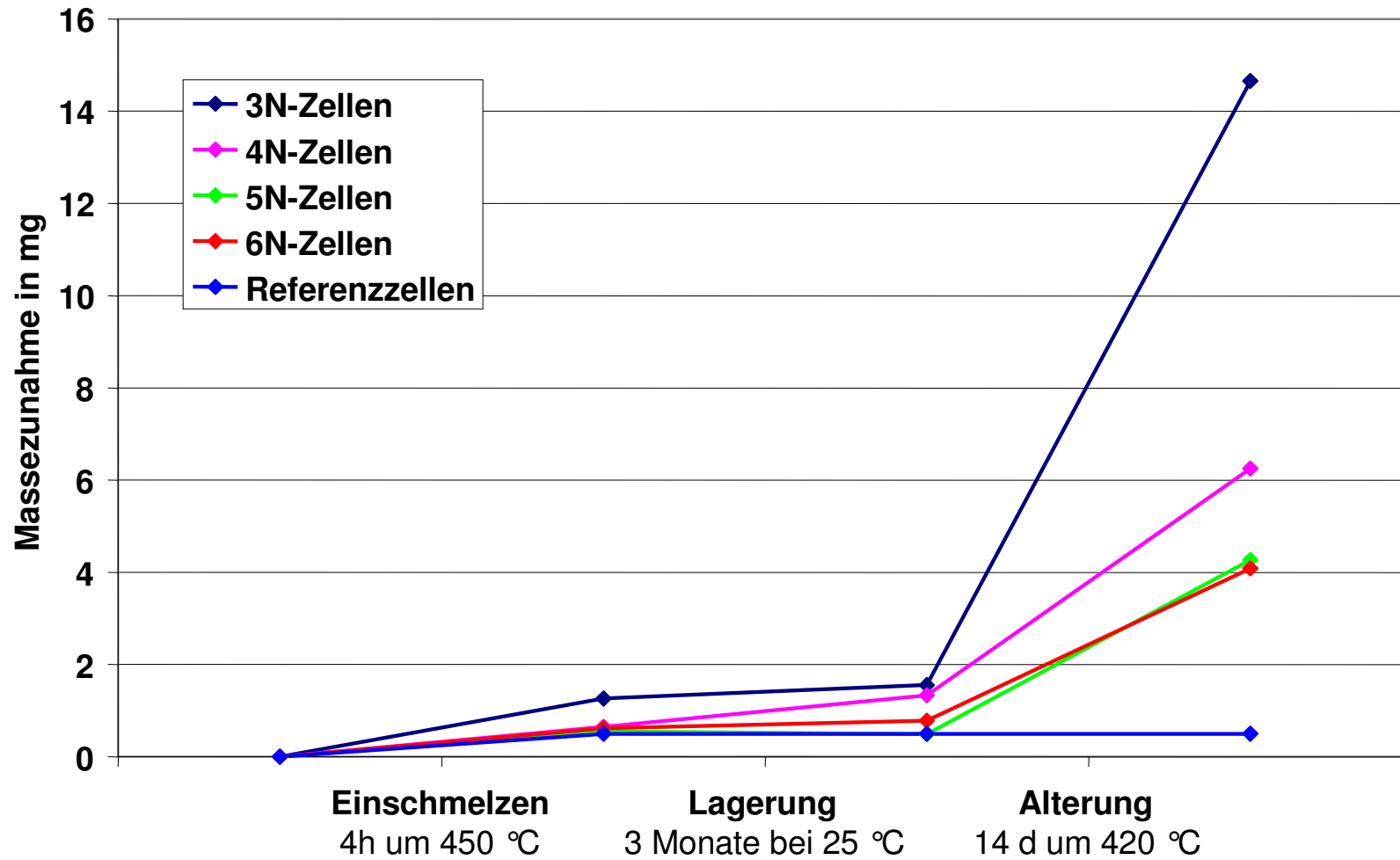
Reinheit 6N , Sensor C02







# Massezunahmen der Zellen





# Ergebnisse der Materialanalyse

99,9% (3N)		99,99% (4N)		99,999% (5N)		99,9999% (6N)	
Element	ppm	Element	ppm	Element	ppm	Element	ppm
Ge	49	Mn	50	Al	2,8	Ir	≤ 1,9
Al	19	Al	31	Rh	≤ 2,1	Rh	≤ 1,6
Pb	19	Cd	3,6	Ir	≤ 1,8	Pd	≤ 1,4
Fe	11	Fe	2,2	Pd	≤ 1,8	Se	≤ 1,2
Si	8,1	Ir	≤ 1,9	Se	1,6	Pb	0,6
Ca	4,6	Pd	≤ 1,7	Ca	1,6	Ag	0,4
Rh	≤ 2,6	Rh	≤ 1,6	K	1,4	Al	0,4
Pd	≤ 2,2	Se	1,5	Si	1,3	Cu	0,3
Cu	2,0	Pb	1,2	Fe	1,2	Ba	0,2
Ir	≤ 2,0	Cu	0,8	Pb	1,2	Fe	0,2

Materialanalyse mittels GDMS durch Aqura GmbH



## Zusammenfassung und Ausblick

- über 50 miniaturisierte Fixpunktzellen aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mit Zink unterschiedlicher Reinheit befüllt
- seit Anfang 2008 Alterungsversuche mit 33 Zellen
- zum aktuellen Zeitpunkt sind bereits geringfügige Alterungseinflüsse erkennbar → gesicherte Aussagen erst nach mehrmonatiger Alterung und Materialanalysen über GDMS möglich
- Alterungsversuche mit Zellen aus Aluminiumnitrid-Keramik in Vorbereitung
- erfolgreiche Vorversuche mit der gezielten Verunreinigung von zinkgefüllten, miniaturisierten Fixpunktzellen
- detaillierte Ergebnisse und Projektabschluss voraussichtlich Ende 2008



Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!

