

Apparatur zur kombinierten
Dilatometrie und Vibrating-Reed-Messung
an massiven Proben

**Apparatur zur kombinierten
Dilatometrie und
Vibrating-Reed-Messung
an massiven Proben**

Diplomarbeit

von

Mark Doll

Institut für Metallphysik und Nukleare Festkörperphysik
der Technischen Universität Braunschweig

November 1999

Danksagung

Es darf nicht vergessen werden, daß zur Durchführung einer Diplomarbeit nicht nur die Einzelleistung des Diplomanden beiträgt, sondern ihm die Voraussetzungen für ein Gelingen erst durch seine Einbindung in ein eingespieltes Institutsteam gegeben werden.

Deshalb bedanke ich mich bei allen Mitgliedern des Instituts für Metallphysik und Nukleare Festkörperphysik für ihre sichtbare oder unsichtbare Hilfe bei der Durchführung meiner Diplomarbeit.

Mein besonderer Dank gilt dabei Herrn Prof. Dr. Hartmut Neuhäuser, der stets ansprechbar mit seinen Erfahrungen die Basis meiner Diplomarbeit schuf.

Meinem Vorgänger und Freund Mark Levermann danke ich für die umfassende Einführung in Experiment und Theorie und sein gutes Zureden, um meine Motivation am Leben zu erhalten.

Ein wertvoller Ratgeber war Ulrich Harms, der mich insbesondere mit seiner experimentellen Erfahrung und seinen Ideen für die Meß- und Steueralgorithmien weit voranbrachte.

Der Institutswerkstatt unter Leitung von Herrn Arno Ellermann sei für die sorgfältige Ausführung der Aufträge bei Umbau und Wartung der Apparaturmechanik und die damit verbundenen Tips gedankt.

Allen noch nicht erwähnten Mitgliedern und Ehemaligen der Arbeitsgruppe Plastizität und Metallische Gläser — Ansgar Nortmann, Alf Ziegenbein, Claudia und Andreas Brinck (Danke für die tollen Parties!), Ingo Behrens, Stephan Flor, Frank Klose, Hanno Dierke, Attila Nagy — sei für die gute Arbeitsatmosphäre gedankt. Henry Hartung und Torsten Reiners lasen Korrektur. Danke.

Zu guter Letzt sollen hier auch meine Eltern Ruth und Bert Doll nicht unerwähnt bleiben: Ihre finanzielle Unterstützung ermöglichte dieses Studium!

Inhaltsverzeichnis

Einleitung	1
1 Meßprinzip	3
2 Hardware	7
2.1 Vakuumerzeugung und -messung	7
2.2 Probenträger	9
2.3 Einspannung und Probenform	11
2.4 Heizung und Temperaturmessung	13
2.4.1 Konduktionsheizung und Strahlungsheizung	13
2.4.2 Temperaturreferenz	16
2.5 Dilatometrie	17
2.5.1 Lichtquelle	17
2.5.2 Empfänger	18
2.5.3 Strahlengang	19
2.5.4 Elektrischer Aufbau	20
2.6 Vibrating-Reed	21
2.6.1 Strahlengang	21
2.6.2 Hochspannungserzeugung	23
2.6.3 Schwingungsdetektion	25
3 Software	27
3.1 Free Decay	28
3.2 Resonanzpeak	31
3.3 Heizungssteuerung	33
4 Versuchsdurchführung und Auswertung	39
4.1 Probenpräparation	39
4.2 Versuchsdurchführung	40
4.3 Dilatometrie	41
4.3.1 Ausdehnungskoeffizient	41
4.3.2 Fehlerquellen	42
4.4 Vibrating-Reed	52
4.4.1 Elastizitätsmodul	52
4.4.2 Fehlerquellen	53
5 Messungen	57

5.1	Aluminium	57
5.1.1	Theoretische Einführung	57
5.1.2	Fitfunktion	61
5.1.3	Exemplarische Messung	62
5.2	Vitrovac 0080 (Ni ₇₈ Si ₈ B ₁₄)	65
5.2.1	Theoretische Einführung	65
5.2.2	Exemplarische Messung	67
Zusammenfassung		69
Anhang		71
A Quellen		71
A.1	Programmstruktur	71
A.2	defines4.pas	73
A.3	messen4.pas	76
A.4	heater4.pas	84
A.5	sdelay4.pas	91
A.6	Interface von ieee4.pas	92
A.7	Interface von scope4.pas	93
A.8	Interface von textmenu.pas	94
A.9	Interface von messhilf.pas	94
Abbildungsverzeichnis		96
Literaturverzeichnis		97

Einleitung

Viele Eigenschaften fester Körper, z. B. elektrische, magnetische, mechanische, optische, thermische und andere Eigenschaften, werden stark von lokalen Abweichungen der regelmäßigen kristallinen Struktur beeinflusst. Die dabei entscheidenden mikroskopischen Prozesse in Festkörpern, z. B. Diffusionsprozesse oder die Wechselwirkung verschiedener Defekte wie Versetzungen mit einzelnen Fremdatomen oder mit ganzen Ausscheidungen, können normalerweise nicht oder nur sehr eingeschränkt direkt beobachtet werden. Vielmehr kann häufig nur aus der Änderung der makroskopischen Eigenschaften anhand einer Theorie auf die zugrundeliegenden atomaren Prozesse geschlossen werden.

Eine solche makroskopische Untersuchungsmethode mit überraschend hoher Empfindlichkeit für atomare Platzwechselfvorgänge ist die mechanische Spektroskopie, die den komplexen Elastizitätsmodul über die Messung der Eigenfrequenz und der Dämpfung einer zum Schwingen angeregten Materialprobe bestimmt und deren Grundlage die von Zener [13] 1948 geschaffene Theorie der Anelastizität ist. Die bei der Messung auftretende Dämpfung entsteht dabei durch „innere Reibung“, die die mechanische Energie dissipiert, und eine direkte Folge der oben angedeuteten mikroskopischen Prozesse ist (Nowick und Berry [14]).

Die meisten dieser Prozesse sind thermisch aktiviert, so daß die Änderung des komplexen Moduls mit der Temperatur (abgesehen von der durch die thermische Ausdehnung bedingten trivialen Verkleinerung seines Betrags) Aufschluß über Aktivierungsenergien und Anlauffrequenzen der zugrundeliegenden Prozesse gibt, aus denen wiederum auf die beteiligten Atomsorten und den Größenmaßstab, auf dem die atomaren Prozesse ablaufen, geschlossen werden kann.

Neben reversiblen Prozessen, die bei vielen metallischen Werkstoffen zumindest bis zu gewissen Grenzen (Fließgrenze, Schmelztemperatur) überwiegend die innere Reibung bestimmen, stehen bei der Klasse der amorphen Metalle, die als metallische Gläser bezeichnet werden, die irreversiblen Prozesse im Vordergrund. Auch für die Untersuchung von Relaxationsvorgängen in der metastabilen ungeordneten Struktur amorpher Legierungen hat sich die Methode der mechanischen Spektroskopie als sehr effektive Methode erwiesen (z. B. Bothe [7], Krüger [8], Sinning [15], Berry [17]). Je nach Material sind extreme Abkühlgeschwindigkeiten in der Größenordnung 10^6 K/s (z. B. $\text{Ni}_{78}\text{Si}_8\text{B}_{14}$, bei modernen Legierungen aber auch herunter bis etwa 1 K/s bei $\text{Pd}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{20}$) nötig, um die Kristallisation beim Erstarren aus der Schmelze zu verhindern, so daß sich eine metastabile amorphe Phase bildet, die nur auf der Nanometerskala lokale kristallähnliche Strukturen zeigt. Beim darauffolgenden Erwärmen können sich die Atome durch die zugeführte Energie zu einer energetisch günstigeren Konfiguration umordnen, es tritt die sogenannte Strukturrelaxation ein, noch bevor die Glastemperatur (Übergang in die unterkühlte Schmelze) erreicht wird.

In diesem Zusammenhang wird eine weitere Größe, die Längen- (oder Volumen-)änderung, von Bedeutung. Sie repräsentiert als integraler Effekt die durch die Umordnung der Atome ver-

ursache Verdichtung des Materials bei dem sogenannten Ausheilen von freiem Volumen. Die Längenänderung kann mit der vorliegenden Apparatur gleichzeitig mit der Moduländerung und damit an derselben Probe gemessen werden, was ansonsten durch die Irreversibilität der Strukturrelaxation nicht möglich ist. Der Grund für eine Kombination in einer Apparatur ist, daß lokale Variationen der Struktur und Geometrie in den untersuchten metallischen Gläsern die Vergleichbarkeit von Messungen an verschiedenen Proben untereinander deutlich erschweren, wie frühere Untersuchungen an diesem Institut zeigten (z. B. Friedrichs [4], Obert [5], Porscha [1]).

Die folgende Arbeit beginnt als Einstieg mit der Vorstellung des Meßprinzips, mit dem die drei Größen Eigenfrequenz, Dämpfung und Längenänderung gewonnen werden sollen. So wird in der sich mit Kapitel 2 anschließenden ausführlichen Darstellung des apparativen Aufbaus eine Einordnung der Details in den Gesamtzusammenhang möglich. Die Beschreibung des Aufbaus schließt mit Kapitel 3, wo die grundlegende Arbeitsweise der die Apparatur steuernden Software erläutert wird, die bei der Schwingungsmessung zudem den ersten Teil der Auswertung vornimmt. Das Kapitel 4 beschäftigt sich mit der Versuchsdurchführung und erklärt, wie mit der zuvor vorgestellten Apparatur Messungen durchgeführt werden können und geht ausführlich auf die Genauigkeit der erhaltenen Meßwerte ein. Das letzte Kapitel 5 demonstriert abschließend anhand von zwei exemplarischen Messungen an einem polykristallinen und einem amorphen Material, wie die gewonnenen Daten physikalisch interpretiert werden können. Die dazu nötige Theorie wird jeweils dort mit eingeführt. Im Anhang finden sich ausgewählte Quellen, die die konkrete Umsetzung der im Kapitel 3 vorgestellten Algorithmen zeigen.

Kapitel 1

Meßprinzip



Abb. 1.1: Die Fotomontage aus zwei Bildern zeigt die vollständige Meßapparatur zur kombinierten Dilatometrie und Vibrating-Reed-Messung.

Das Foto in Abb. 1.1 zeigt den vollständigen von mir verwendeten Versuchsaufbau. Er wurde von Porscha [1] im Rahmen seiner Dissertation entwickelt und von ihm beginnend 1990 aufgebaut. Zwei sich im rechten Winkel kreuzende Strahlengänge ermöglichen die *gleichzeitige* lastfreie Erfassung der Längenausdehnung einerseits und der Eigenfrequenz und Dämpfung

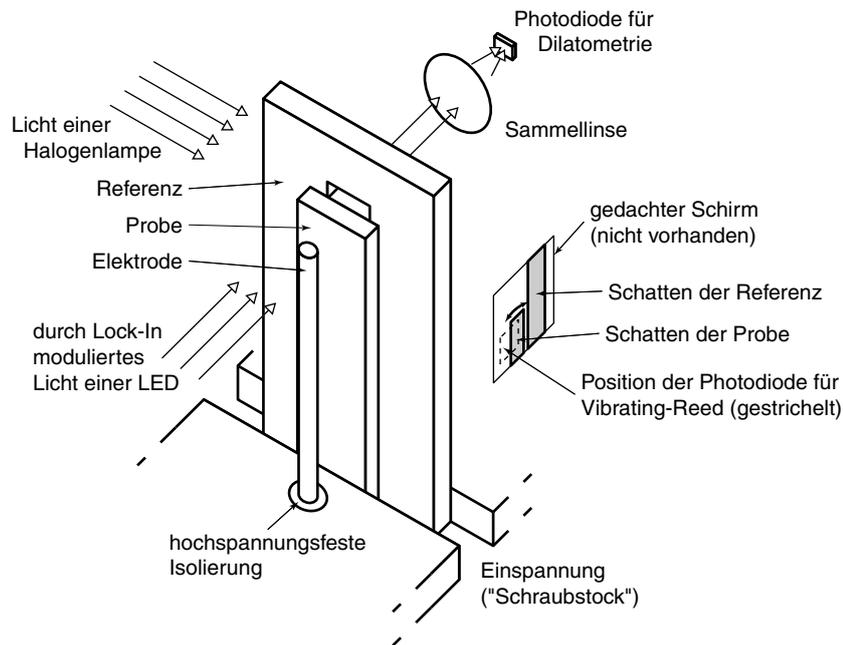


Abb. 1.2: Funktionsprinzip der Meßapparatur.

andererseits bei einer Probengröße von etwa 25 mm Länge und mindestens 1 mm Breite. Abb. 1.2 verdeutlicht das dieser Apparatur zugrundeliegende Funktionsprinzip. Vor einer Referenzplatte aus Material mit bekanntem Ausdehnungskoeffizienten, in die eine Öffnung geschnitten wurde, sitzt das zu untersuchende Material. Die Probe ist gerade so lang, daß sie die Öffnung in der Referenz teilweise verdeckt. Durch den unverdeckten Rest tritt das Licht einer Leuchtdiode, das dann von einer Sammellinse auf eine Photodiode fokussiert wird. Bei Erwärmung dehnen sich Probe und Referenz unterschiedlich stark aus. Da beide Körper in der Einspannung fixiert sind und sich dort nicht gegeneinander verschieben können, bewegt sich das Ende der Probe vor der Öffnung und moduliert so die Gesamtintensität des hindurchtretenden Lichts. Diese Helligkeitsänderung führt zu einer Änderung des Photostroms und gibt Aufschluß über die Längenänderung der Probe relativ zur Referenz. Über den bekannten Ausdehnungskoeffizienten des Referenzmaterials kann auf den Ausdehnungskoeffizienten der Probe zurückgerechnet werden. Zur Unterdrückung von Fremdlicht ist hier die Anwendung des Lock-In-Prinzips¹ unerlässlich.

Für die Schwingungsdetektion beleuchtet eine gewöhnliche Halogenlampe die Probe von der Seite, die so auf der gegenüberliegenden Seite einen Schatten auf eine Photodiode wirft. Wird nun die Probe elektrostatisch in Schwingung versetzt, indem an eine nahe der Probe befindliche Elektrode eine große Wechsellspannung gelegt wird, bewegt sich der Probenschatten in gleichem Maße wie die Probe selbst. Wird die Photodiode nun so positioniert, daß der Schatten zum Teil auf die aktive Fläche der Diode, zum Teil neben sie fällt, führt das Schwingen zu einer Größenänderung des Schattenteils auf der Photodiode und damit zu einer Modulation des Photostroms. Aufgrund der großen Helligkeit der Halogenlampe wirkt Fremdlicht hier nicht störend.

¹Amplitudenmodulation des LED-Lichts und anschließende stark frequenzselektive Filterung des Photostroms, so daß nur der Anteil mit der Modulationsfrequenz den Meßwert bestimmt.

Um auch bei höheren Temperaturen messen zu können, befinden sich Einspannung, Elektrode, Probe und Referenz in einem Ofen — mit vier Öffnungen für die beiden Strahlengänge (in Abb. 1.2 nicht eingezeichnet). Zudem wird im Vakuum gemessen, da ansonsten die Luftreibung die Dämpfung erhöhen bzw. je nach Material fast ausschließlich bestimmen würde. Zudem würde die Oxidation der Oberflächen nicht nur zu Meßwertverfälschungen sondern schlichtweg zur Zerstörung des Aufbaus führen.

Um Verwirrungen vorzubeugen sei noch darauf hingewiesen, daß hier zur besseren Übersicht die Anordnung horizontal gespiegelt dargestellt wurde — tatsächlich hängen Probe und Referenz von der Einspannung herunter. Dies verhindert, daß Probe und Referenz bei hohen Temperaturen unter ihrem Eigengewicht zusammenknicken. Proben aus dünnen Filmen lassen sich erst gar nicht stehend untersuchen.

Kapitel 2

Hardware

Die folgenden Abschnitte gehen anhand detaillierter (aber nicht maßstabsgerechter) Zeichnungen und Schaltpläne auf die konkrete Umsetzung des mechanischen Aufbaus ein und sind ausführlich gehalten, um nicht nur Messungen mit dieser Apparatur durchführen zu können, sondern auch Anpassungen und Weiterentwicklungen vornehmen zu können.

2.1 Vakuumherzeugung und -messung

Zur Herstellung eines Hochvakuums dient ein integrierter Pumpenstand von Edwards [30], bestehend aus

- der magnetisch gelagerten Turbomolekularpumpe ACX70,
- der zweistufigen Drehschieberpumpe E2M1.5 als Vorpumpe und
- dem mit ihr auf einer gemeinsamen Bodenplatte montierten Steuergerät EXC120.

Die Turbomolekularpumpe steht nicht direkt auf den Tisch des Rezipienten, sondern ist von diesem durch einen Schaumstoffblock entkoppelt (siehe Abb. 2.1). Dieser soll, wie auch die indirekte Verbindung zum Rezipienten über einen Federbalg, die Übertragung der Pumpenvibrationen auf die Versuchsanordnung mindern. Die wesentliche Vibrationsquelle ist jedoch nicht die Pumpe selbst sondern der an ihr angeflanschte Ventilator zur Kühlung, so daß evtl. stattdessen der ebenfalls vorhandene Kühlwasseranschluß Verwendung finden sollte, trotz der zu erwartenden Korrosionsprobleme von Aluminium unter Luftabschluß. Die deutlich stärker vibrierende Vorpumpe befindet sich neben dem Tisch auf dem Fußboden mit untergelegter Styroporplatte und ist über einen langen flexiblen Stahlschlauch mit der Turbomolekularpumpe verbunden und damit in Hinsicht auf Vibrationen praktisch völlig vom Versuchsaufbau entkoppelt. Es sei noch erwähnt, daß zumindest bei dicken Probenmaterialien ($\approx 0,5$ mm) die Vibrationen im wesentlichen nicht die Probe selbst sondern das den Probenschatten vergrößernde Stereomikroskop in Schwingung versetzen, was auf das Meßsignal allerdings den gleichen Effekt hat wie eine schwingende Probe (zur Anordnung des Mikroskops siehe Abb. 2.2).

Die Druckmessung erfolgt über zwei aktive Meßröhren von Edwards,

- eine Penningröhre Typ APG-L-NW16 AL für das Feinvakuum bis 10^{-4} mbar,
- eine Piraniröhre Typ AIM-S-NW25 für das Hochvakuum bis 10^{-8} mbar, beide angeschlossen an

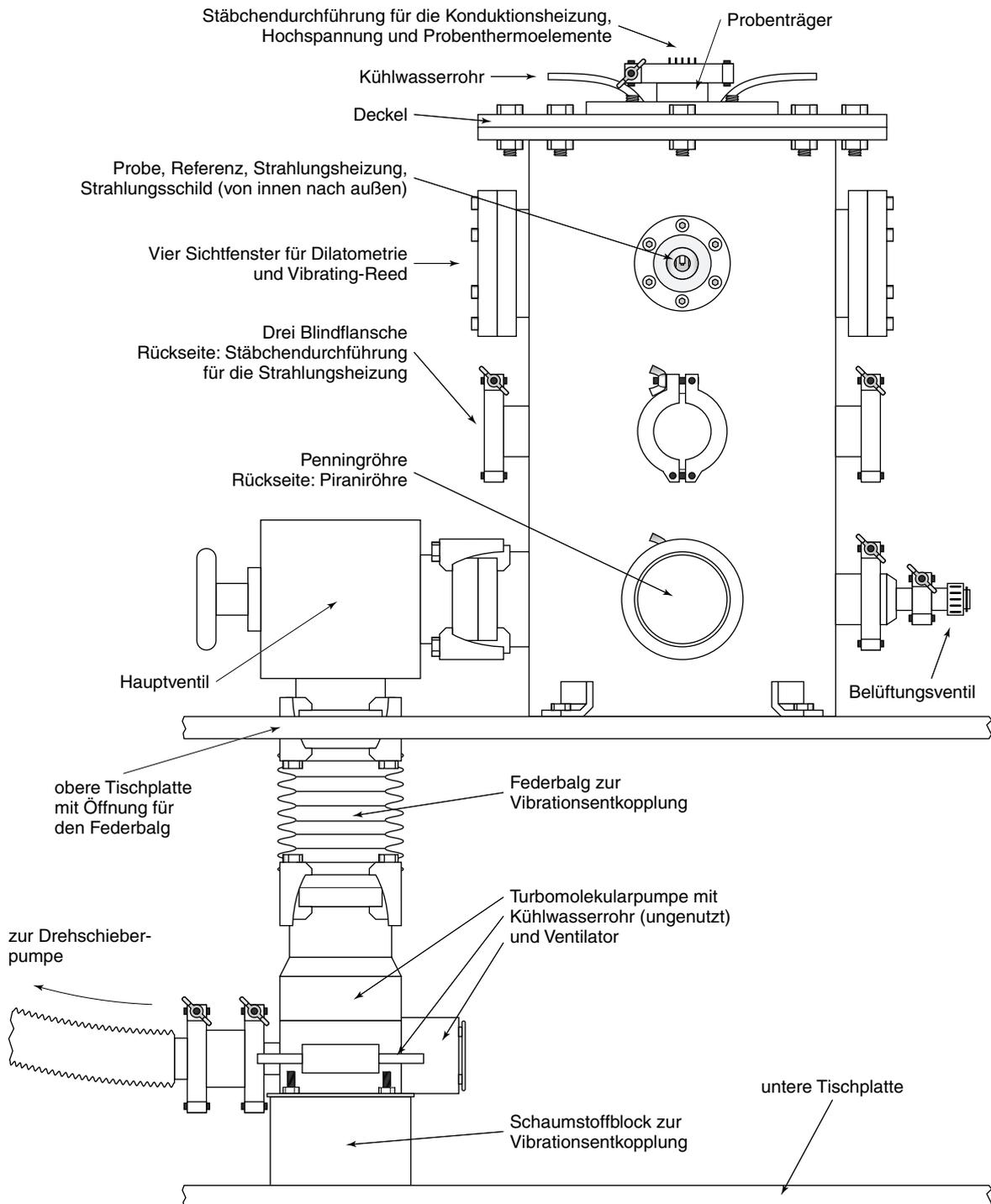


Abb. 2.1: Der Rezipient in Seitenansicht.

- das Steuergerät AGC-SINGLE DISP, RS232, 3HEAD.

Die serielle Schnittstelle des Steuergeräts bleibt ungenutzt, da die Vakuumerzeugung auch durchgehend über viele Wochen sehr zuverlässig erfolgte und eine Kontrolle durch den Computer bisher nicht nötig schien.

Der erreichbare Enddruck (nach Ausheizen) beträgt laut Datenblatt der Turbomolekularpumpe weniger als 10^{-9} mbar. Aufgrund der 16 Gummiringdichtungen (von insgesamt 20 Dichtungen) und dem nicht möglichen Ausheizen sowie der nicht ganz optimalen Ankopplung der Pumpe an den Rezipienten lassen sich auch nach tagelangem Pumpen nur etwa $5 \cdot 10^{-6}$ mbar erreichen, was allerdings für die verwendete Versuchsanordnung völlig ausreicht.

2.2 Probenräger

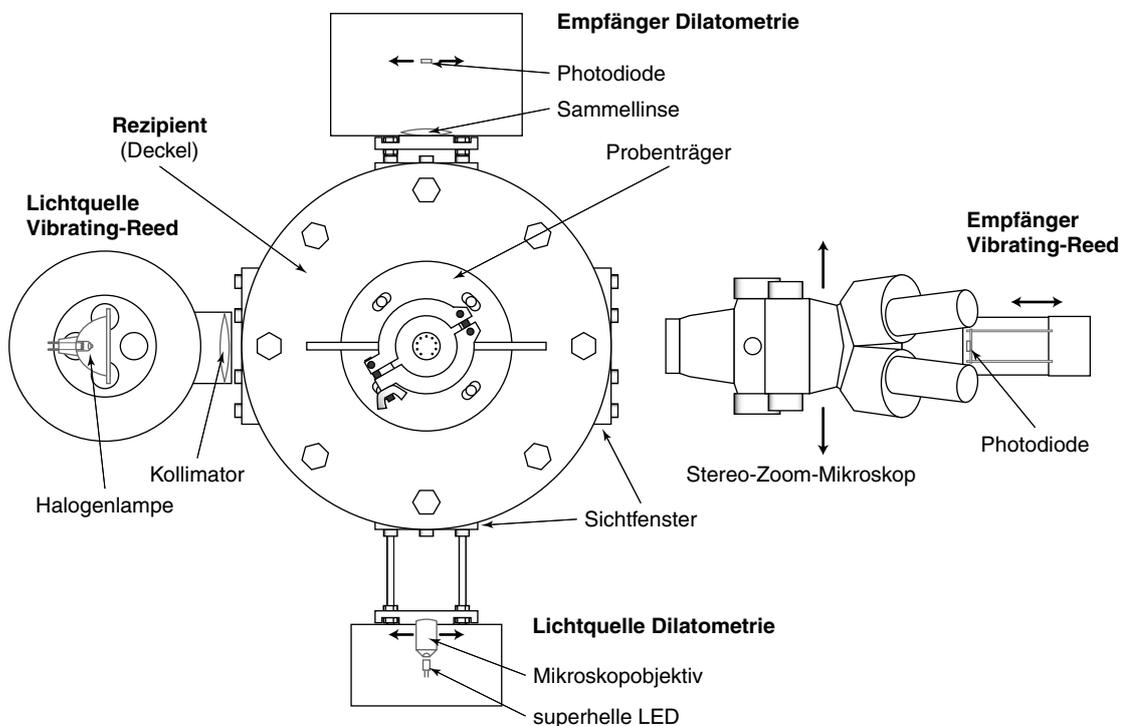


Abb. 2.2: Der Rezipient in Aufsicht mit den ihn umgebenden Lichtquellen und Empfängern für Längen- und Schwingungsmessung.

In der Aufsicht Abb. 2.2 verläuft vertikal der Strahlengang der Längenmessung und horizontal der der Schwingungsmessung. Zusätzlich zu den aus der Vorstellung des Meßprinzips bekannten Elementen ist hinter die LED der Dilatometrie ein Mikroskopobjektiv und vor die Photodiode für Vibrating-Reed ein Stereo-Zoom-Mikroskop eingefügt. Das Mikroskopobjektiv fokussiert das Licht der LED auf die Probe und erhöht so den für die Messung verfügbaren Lichtstrom beträchtlich. Nur so und in Verbindung mit der Verwendung der erst in letzter Zeit entwickelten superhellen roten LEDs ist eine für die Längenmessung gerade noch ausreichende Beleuchtungsstärke des Spaltes erreichbar. Das Stereo-Zoom-Mikroskop im Vibrating-Reed-Strahlengang vergrößert die Schatten von Referenz, Probe und Elektrode und damit auch die

Abstände zwischen ihnen. Ansonsten würden alle drei Schatten auf die Photodiode fallen und eine selektive Justage der Photodiode auf den Rand des Probenschattens wäre unmöglich.

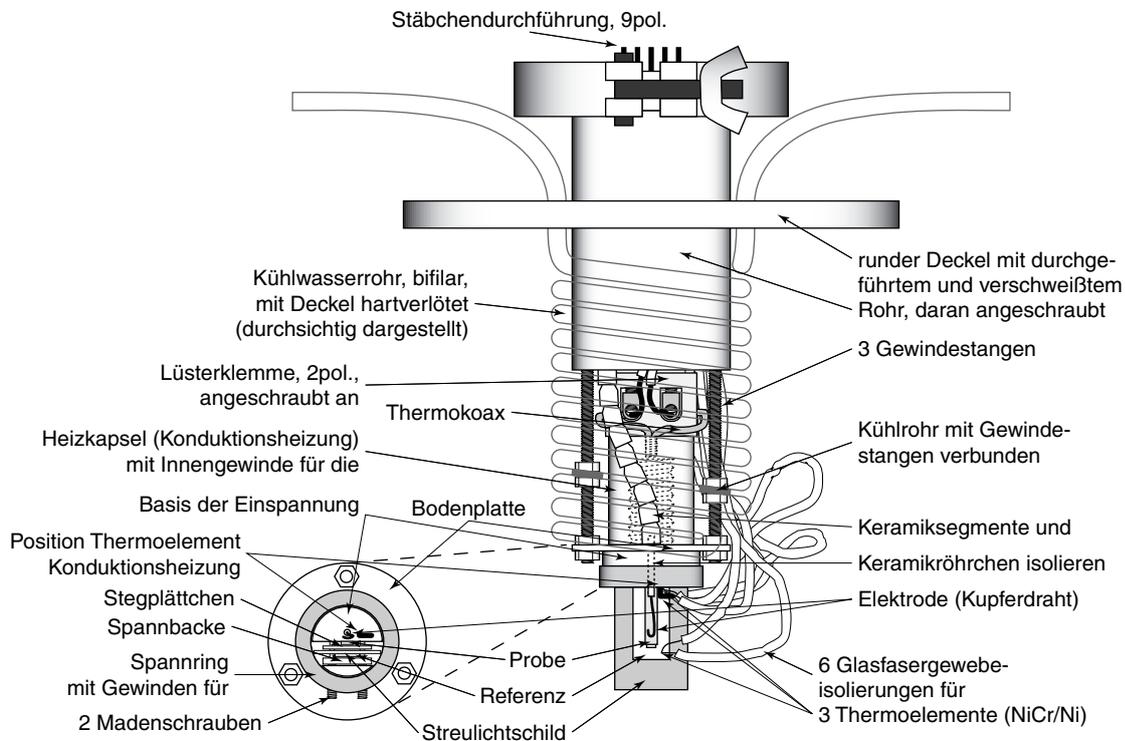


Abb. 2.3: Der Probenträger.

Das zentrale Element der Anordnung stellt der Probenträger dar (Abb. 2.3). Er hängt von oben durch eine Öffnung im Deckel des Rezipienten in diesen hinein (Abb. 2.4). Am unteren Ende befindet sich die Einspannung, die Referenz und Probe festhält. Sie ist mit einer Heizkapsel verschraubt, die durch Konduktion die Einspannung und mit ihr Probe und Referenz erhitzen kann. Zwischen Einspannung und Heizung fest eingeklemmt sitzt die Basisplatte aus Edelstahl, die von drei Gewindestangen, ebenfalls aus Edelstahl, getragen wird. All dies umgibt ein bifilar gewickeltes Kupferrohr, durch das Kühlwasser gepumpt wird, um alles außer Heizkapsel und Einspannung kühl zu halten. Vor allem die Gummiringdichtung zwischen Probenträger und Rezipientendeckel verträgt Temperaturen über etwa 60 °C nicht auf Dauer.

Die Hochspannung wird über einen Kupferdraht zur Probe geleitet, wo er gleichzeitig als Elektrode fungiert. Bis zur Basisplatte isolieren Keramiksegmente den Draht, danach führt ein Keramikröhrchen den Draht durch Basisplatte und Einspannung. Das Röhrchen ist lediglich locker durch die Elektrode hindurchgesteckt, da sich wegen des 5–10mal kleineren Ausdehnungskoeffizienten¹ der Keramik (typ. $1 \dots 5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) eine Befestigung an der Einspannung schwierig gestaltet. Demzufolge kann die Elektrode während einer Messung immer etwas verrutschen, so daß sie nicht optimal dicht an die Probe positioniert werden kann und dadurch die maximal anregbare Probendicke begrenzt wird.

Neben Heizung und Hochspannung bietet die 9polige Vakuumdurchführung Anschlüsse für drei Thermolemente. Eines mißt die Temperatur der Einspannung, die beiden anderen sitzen

¹Hier und im folgenden ist stets die Längenausdehnung und nicht die Volumenausdehnung gemeint.

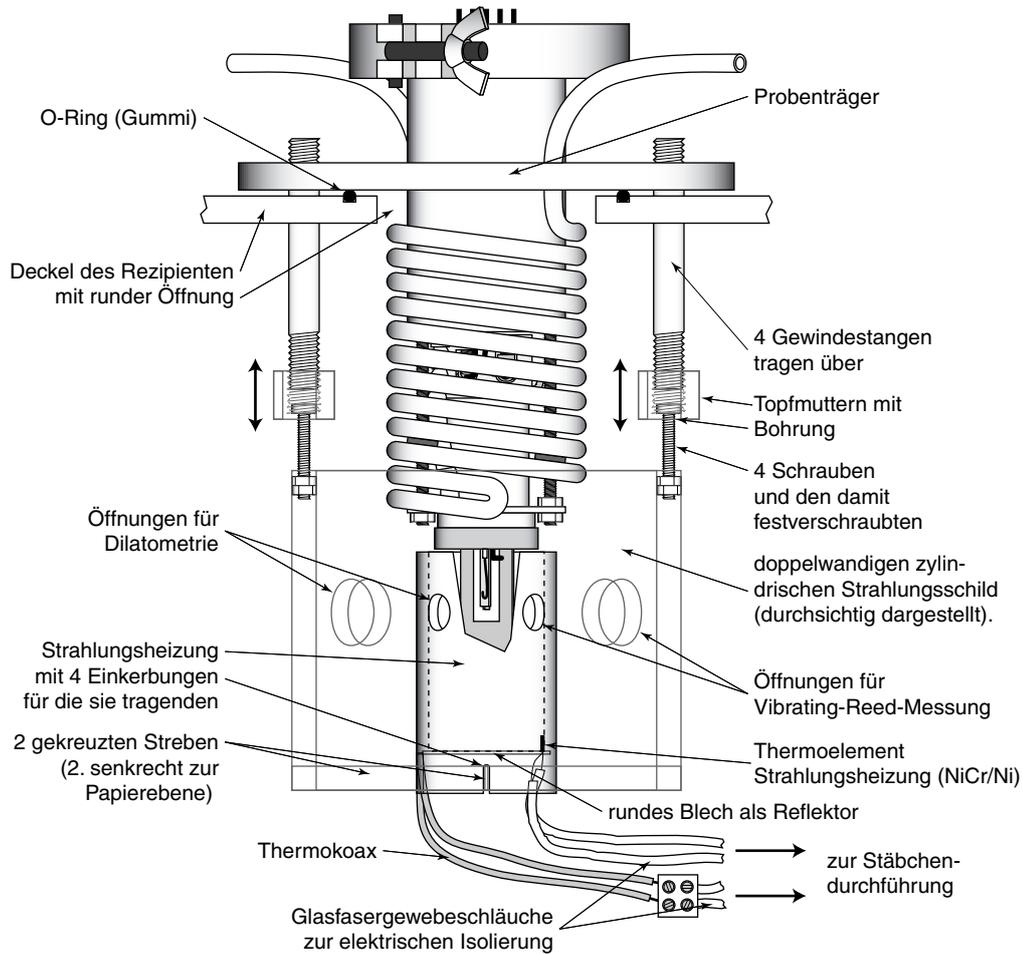


Abb. 2.4: Das Innere des Rezipienten in Umgebung des Probenträgers.

am oberen bzw. unteren Ende der Referenz und messen ihre Temperatur. Die Thermodrähte (0,2 mm Ø) werden von Glasfasergewebesläuchen elektrisch isoliert, die nur bis etwa 400 °C temperaturfest sind und darüber schnell verspröden und brechen. Der Streulichtschirm ist ein Stück Blech, das nicht von der Einspannung gehalten wird, sondern von einer um Schild und Referenz gelegten Drahtschlaufe gegen die Referenz gedrückt wird. Er hängt quasi an der Referenz.

2.3 Einspannung und Probenform

Abb. 2.5 zeigt die Einspannung noch einmal vergrößert im Detail. Neben der bereits beschriebenen Hochspannungszuführung ist der genaue Aufbau des Schraubstocks zu erkennen. Zwei Madenschrauben gehen über in einen runden Stift, der sich an einer Stelle auf etwa den halben Durchmesser verjüngt (aus einem Stück gefertigt). Damit entsteht dort eine Auflagefläche für die ebenfalls aus Edelstahl gefertigte Spannbacke. Sie preßt Referenz, Stegplättchen und Probe gegen die gegenüberliegende Kupferfläche der Basis. Im Kupfer befinden sich noch zwei Bohrungen, um die beiden Stifte zu führen. Leider kriecht Kupfer bei hohen Temperaturen

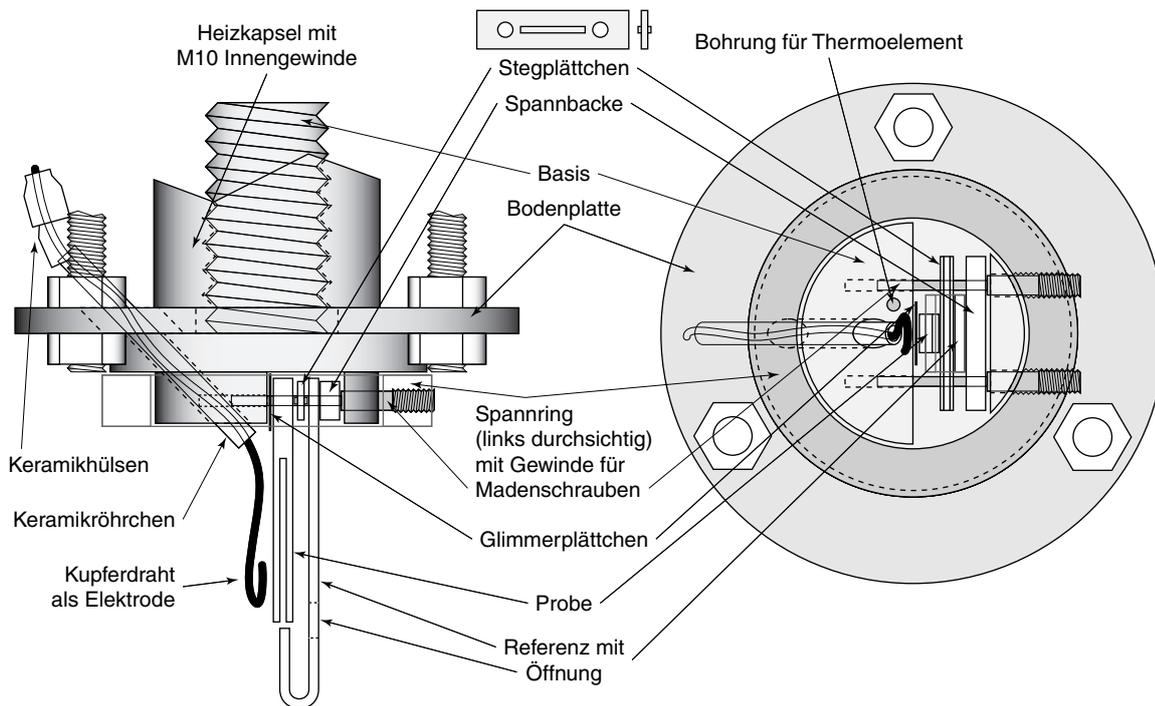


Abb. 2.5: Die Einspannung im Detail.

zu stark, als daß die Gewinde der Madenschrauben direkt in das Kupfer greifen könnten. Daher umgibt das Kupfer ein Edelstahlspannring mit zwei Gewinden für die Madenschrauben, und das Kupfer besitzt lediglich zwei Bohrungen, durch die die Madenschrauben locker hindurchpassen. Spannbacke und Stegplättchen weisen zu ihrer Führung ebenfalls Bohrungen für die beiden Stifte auf.

Das zwischen Probe und Referenz sitzende Stegplättchen dient verschiedenen Zwecken:

- Es schafft Abstand, damit die Probe ungehindert schwingen kann.
- Es besitzt beidseitig einen kleinen Steg. Dieser ist ein mittig entlang der Längsachse des Plättchens per Punktschweißung fixierter Draht. Nimmt man an, daß sich an dieser Stelle Referenz und Probe nicht gegeneinander verschieben, ergeben sich hierdurch die für die Dilatometrie benötigten definierten Längen von Probe und Referenz.

Das Glimmerplättchen verhindert ein eventuelles Legieren von Probenmaterial und Kupfer der Basis. Dies kann auch zwischen Referenz und Spannbacke geschehen, jedoch läßt sich bei Bedarf die angegriffene Oberfläche der Spannbacke leichter abschleifen oder die Spannbacke kann ganz ersetzt werden.

Die hier gezeigte Einspannungskonfiguration gilt für Bulkproben, die genügend dick sind, um aus ihnen eine stimmgabelartige Probe zu sägen (vgl. Abschnitt 4.1). Die für die spätere Berechnung des Elastizitätsmoduls nötige Probenlänge ist dann nicht mehr die Gesamtlänge der Probe sondern nur noch die bis zum Ende des gesägten Spaltes. Regt man die Probe zur gegenphasigen Schwingung der beiden Probenhälften an, wirken bei guter Symmetrie der Probe nur geringe Kräfte auf die Einspannung. Dies ist wichtig, da ansonsten die Eigenfrequenzen der beiden Stimmgabelhälften zu unterschiedlich wären und sie in der Resonanzfrequenz nicht

exakt gegenphasig schwingen würden. Damit wäre die Einspannung nur schlecht von den Biegekräften des schwingenden Materials befreit und unerwünscht, da nicht quantitativ erfaßbare, Einspannungseffekte im Meßsignal nähmen zu (Erhöhung der Dämpfung durch „Scheppern“ in der Einspannung). Eine ausführliche Besprechung mit Ergebnissen einer numerischen Simulation an der vergleichbaren Probengeometrie mit zwei neben- statt hintereinander gegenphasig schwingender Hälften geben Baur und Kulik [19]. Hier sei auch erwähnt, daß eine möglichst fest mit dem Rest des Probenträgers verbundene Einspannung für die Schwingung von Vorteil wäre, da sich dadurch die wirksame Masse erhöht und die Einspannung weniger stark mitschwingt. Aus Gründen der Justierbarkeit (siehe Abschnitt 2.6.1) kann die Einspannung bei der jetzigen Konstruktion nur fest mit der Heizkapsel verschraubt werden.

Die dargestellte Form der Referenz sorgt dafür, daß sich die für die Dilatometrie wirksamen Kanten von Probe und Referenz direkt gegenüberstehen. Dies verringert Meßfehler bzw. man erspart sich die Berechnung von Korrekturfaktoren für den ohne diese Formgebung stark asymmetrischen Strahlengang der Längenmessung (siehe auch Abschnitt 4.3.2). Die rechteckige Öffnung in der Referenz spielt nur noch als seitliche Begrenzung eine Rolle. Damit kann die Öffnung auch deutlich leichter zu fertigende abgerundete Ecken besitzen, solange diese nur vom Mikroskopobjektiv aus gesehen von der Probe bzw. dem umgebogenen Ende der Referenz vollständig verdeckt werden und die beiden seitlichen Kanten zueinander exakt parallel sind.

Für dünne Streifen, wie sie das „melt spinning“-Verfahren (siehe Abschnitt 4.1) liefert, muß das Glimmerplättchen durch ein weiteres Stegplättchen ersetzt werden, das nur auf der der Probe zugewandten Seite einen Steg besitzt und auf der anderen plan an der Kupfereinspannung aufliegt. Bei dünnen Proben ist demnach die schwingende Länge die gleiche wie die für die Dilatometrie wirksame Länge. Die Referenz wird in derselben umgebogenen Form wie die bei dicken Proben benutzt. Allerdings können hier nicht wie bei der Stimmgabelform die Kräfte auf die Einspannung reduziert werden, so daß je nach Stärke des Streifens die kleinen Stege die Probe im Hinblick auf die Schwingungsmessung nur unzureichend fixieren. Für diesen Fall können als dritte Einspannungsvariante statt der Stegplättchen einfache Distanzplättchen ohne Stege eingesetzt werden. Zwar leidet die Genauigkeit der Längenmessung, weil nun Proben- und Referenzlänge geschätzt werden müssen. Dafür haben die großen Auflageflächen die Probe fest im Griff und man erhält eine saubere Biegeschwingung, sofern die Unterkanten der Plättchen (die der Probenspitze zugewandte Seite) auf gleicher Höhe liegen und scharfe, also nicht wie üblich gefaste Kanten besitzen. Die effektive Schwingerlänge ist dann die Distanz von der Probenspitze bis zur Unterkante der Plättchen, für die Dilatometrie muß man dagegen eine um bis zur Plättchenhöhe größere Länge in Betracht ziehen.

2.4 Heizung und Temperaturmessung

2.4.1 Konduktionsheizung und Strahlungsheizung

Neben der vorgestellten Konduktionsheizung wird die Einspannung von einer zylindrischen Strahlungsheizung umgeben. Beide Heizungen bestehen aus Thermokoax Typ 1 Nc Ac 10 von Philips (Edelstahlmantel 1 mm \varnothing , Isolator Aluminiumoxid-Pulver, Nickel-Chrom-Heizleiter 0,35 mm \varnothing , spez. Widerstand 12,5 Ω /m), der bifilar auf einen inneren Kupferzylinder gewickelt ist. Ein darübergestülptes Edelstahlrohr drückt den Thermokoax fest gegen den Kupferzylinder und sorgt so für guten Wärmekontakt. Ansonsten könnte der Heizdraht punktuell überhitzen und durchbrennen. Durch den ähnlichen Ausdehnungskoeffizienten des Edelstahls bleibt der Kontakt auch bei hohen Temperaturen erhalten. Die verwendeten Materialien sind FeCr18Ni8

(Nr. 1.4301) und 99,999%iges Kupfer. Für den ähnlichen V2A-Stahl FeCr18Ni10 (Nr. 1.4304) gibt Kohlrausch [20] den Wert $18,4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ($0\text{--}500 \text{ }^\circ\text{C}$) an, für Kupfer ist der Ausdehnungskoeffizient etwa 1–2 % kleiner.

Der Thermokoax ist über Keramik-Lüsterklemmen mit den glasfasergewebeisolierten Zuleitungen aus Kupferlitze verbunden. Die Messingklemmen mußten durch solche aus Edelstahl ersetzt werden, da das sonst abdampfende Zink Probe und Referenz verschmutzt und die Meßwerte beeinflußt hätte. Bei der oberen Heizung (Konduktionsheizung) ist die Lüsterklemme mit der Heizkapsel verschraubt, um den empfindlichen und teuren Thermokoax mechanisch zu entlasten und so einem Brechen seiner kurzen Zuleitungen vorzubeugen. Auf das Verglasen der Enden, das vor Eindiffundieren von Fremdgasen in das isolierende Keramikpulver des Thermokoax schützt, wurde in letzter Zeit immer verzichtet, da sie bei diesem Aufbau nicht nötig erschien. Ohnehin ist die Verglasung mechanisch derart empfindlich, daß sie beim Einklemmen in die Lüsterklemme praktisch immer teilweise abplatzt und damit Ihre Wirkung verliert.

Eine dreifache Wärmebrücke in Form von zwischen das Kühlrohr gelötete und mit den drei Gewindestangen des Probenträgers verschraubte Kupferstreifen sorgt für

- eine etwas größere Abkühlgeschwindigkeit der Einspannung bei niedrigen Temperaturen und
- kühlere Gewindestangen und damit verringerte thermische Ausdehnung derselben.

Die Position scheint allerdings nicht optimal gewählt, bzw. eine Wärmebrücke scheint nicht auszureichen. Denn viel wesentlicher ist die Strahlungswärme, wie eine Analyse der benötigten Heizströme zeigt (vgl. Abschnitt zur Heizungssteuerung 3.3). Zudem wäre eine noch größere Abkühlgeschwindigkeit durchaus wünschenswert. So beträgt bei $250 \text{ }^\circ\text{C}$ die maximale Abkühlrate 6 K/min und bei $100 \text{ }^\circ\text{C}$ gerade noch 1 K/min . Die maximale Heizrate beträgt dagegen je nach Temperatur bis zu 50 K/min , praktisch nutzbar ist allerdings nur der Bereich $\leq 10 \text{ K/min}$, da vor allem die Wärme der Konduktionsheizung gut 40 s bis zur Probe benötigt, was bei diesen Heizraten keine vernünftige Temperaturregelung mehr erlaubt. Die maximal erreichbare Temperatur liegt bei mindestens $700 \text{ }^\circ\text{C}$, wobei man jedoch bei so hohen Temperaturen nach mehreren Stunden Gefahr läuft, den Thermokoax durchzubrennen².

Die untere Heizung (Strahlungsheizung) steht auf einem Kreuz von zwei Edelstahlstreben, die mit einem doppelwandigen Edelstahlzylinder — dem Strahlungsschild — verbunden sind. Er hängt höhenverstellbar am Deckel des Rezipienten und schützt diesen (und alle Gummiringdichtungen) vor Erwärmung. Innerhalb der unteren Heizung reflektiert ein eingeklemmtes Blech die von Probe und Referenz nach unten hin abgestrahlte Wärme. Nicht vermeiden läßt sich jedoch das Abstrahlen durch die für die Messung nötigen Öffnungen in Heizung und Strahlungsschild, was bei der Heizungssteuerung von der Software aber entsprechend berücksichtigt wird.

Die dazu nötige Bestimmung der Heizungstemperaturen geschieht im Falle der oberen Heizung durch ein mit einem Draht in einer Bohrung der Einspannungsbasis festgeklemmtes Thermoelement. Für die untere Heizung wird ein Thermoelement von innen gegen den Kupferzylinder gepreßt. Ein weiteres Thermoelement hängt z. Zt. am Strahlungsschild und war ursprünglich dazu gedacht, die Temperatur der Strahlungsheizung auch an ihrem oberen Ende zu messen, nur ließ sich das Thermoelement leider nicht wie geplant per Punktschweißung an der Heizung befestigen.

²Aufgrund eines Softwarefehlers betrogen einmal die Heizleistungen konstant $P_{oben} = 165 \text{ W}$ und $P_{unten} = 365 \text{ W}$, und die Temperatur blieb für 13 Stunden bei etwa $750 \text{ }^\circ\text{C}$, bis schließlich die Konduktionsheizung durch-

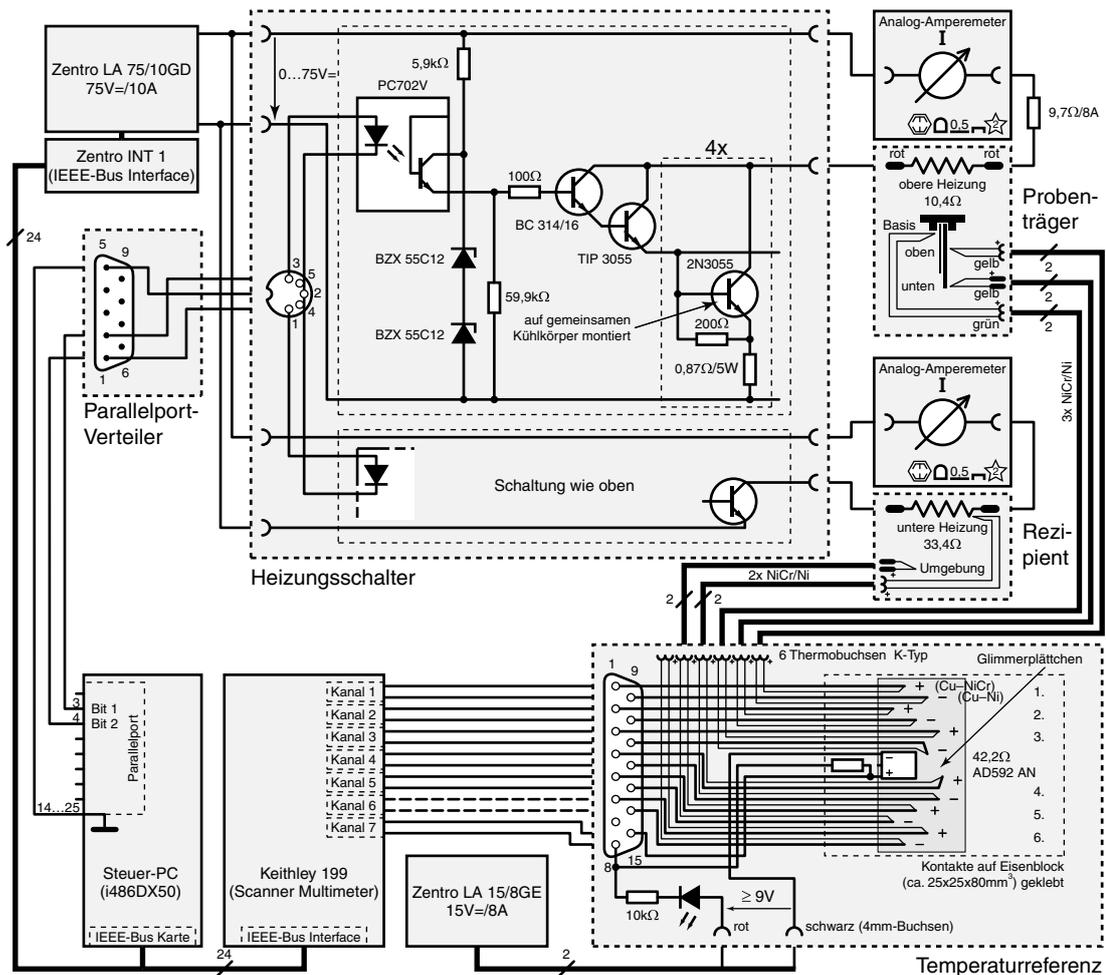


Abb. 2.6: Der Schaltplan zeigt die Ansteuerung der beiden Heizungen sowie alle an der Temperaturmessung beteiligten Geräte.

Das große 750W-Netzteil LA 75/10GD von Zentro-Elektrik [53] liefert den Strom für beide Heizungen und wird über das IEEE-Bus Interface Zentro INT 1 vom Computer aus programmiert (Abb. 2.6). Die Verteilung auf die beiden Heizungen geschieht dann mit zwei identischen, mit den Bits 1 und 2 des PC-Parallelports verbundenen Transistorschaltern, deren Funktionsweise hier kurz dargestellt sei.

Wird das entsprechende Bit des Parallelports gesetzt, schaltet der Ausgangstransistor des Optokopplers durch und die Heizspannung gelangt, durch zwei Zenerdioden auf max. 24 V begrenzt, über einen Vorwiderstand auf die erste Basis von zwei als Darlingtonstufe arbeitende Transistoren. Diese liefern genug Strom, um die vier parallelgeschalteten Leistungstransistoren, die den eigentlichen Heizstrom schalten sollen, ansteuern zu können. Die Kollektorzustände sorgen dabei für eine gleichmäßige Verteilung des Heizstroms auf alle vier Transistoren. Befindet sich dagegen das Bit des Parallelports auf Low-Pegel, wird die erste Basis der Darlingtonschaltung über einen Widerstand auf Masse gezogen und sperrt. Basis-Kollektor-Widerstände an den Leistungstransistoren stellen sicher, daß auch diese wirklich sperren.

brannte. Die Strahlungsheizung hielt bis zum Entdecken des Fehlers noch weitere vier Stunden durch.

In Reihe mit den Heizungen befindet sich zur Kontrolle jeweils ein Analog-Amperemeter. Im oberen Heizkreis ist darüberhinaus ein 600W-Hochlastwiderstand eingeschleift, der den deutlich kleineren Widerstand der oberen Heizung an den der unteren anpaßt und damit für gleichmäßigere Einschaltzeiten der Heizungen sorgt (siehe Abschnitt 3.3). Die Lösung mit dem — mit $9,7\ \Omega$ auch etwas zu kleinen — vorgeschalteten Hochlastwiderstand ist mehr als Provisorium zu verstehen. Idealerweise sollte jede Heizung ihr eigenes Netzteil besitzen, nur sind die erschwinglichen Netzteile meist auf 30 V ausgelegt, was für den $33,4\ \Omega$ großen Widerstand der Strahlungsheizung die maximale Leistung auf etwa 27 W beschränkt. Für die Konduktionsheizung mit ihrem nur $10,4\ \Omega$ kleinen Widerstand ist dagegen der Maximalstrom nur bei den größeren Netzteilen ausreichend, doch diese gibt es dann nicht günstig in programmierbarer Ausführung.

Grundsätzlich sind allerdings längsregelte Netzteile durch ihre große Verlustleistung problematisch, da viel Abwärme entsteht. Das z. Zt. verwendete Zentro Netzteil treibt z. B. bei Heizprogrammen mit hohen Endtemperaturen und kleinen Heizraten die Raumtemperatur im Sommer bis zu $5\ ^\circ\text{C}$ in die Höhe und beeinflusst damit alle im Raum befindlichen Meßgeräte aufgrund deren Temperaturabhängigkeit. Zudem sind die guten Stabilisierungseigenschaften der Längsregler zum Heizen nicht nötig. Noch nicht einmal eine besonders genaue Übereinstimmung zwischen programmierter und tatsächlicher Ausgangsspannung ist nötig, da anhand der gemessenen Temperaturen die Abweichungen von der Heizungssteuerung herausgeregelt werden. Eine mögliche Lösung wäre beispielsweise ein Schaltregler, der die jeweils benötigte Spannung für die zu erwartende maximale Heizleistung bereitstellt. Über vom Computer gesteuerte Pulsbreitenmodulation mit Schaltfrequenzen im Kilohertz-Bereich könnte dann der benötigte Effektivwert erzeugt werden. Auf ähnliche Weise, nur viel langsamer, arbeitet schon jetzt die Heizungssteuerung, wenn beide Heizungen gleichzeitig in Betrieb sind.

2.4.2 Temperaturreferenz

Die für Thermoelemente nötige zweite Kontaktstelle mit definierter Temperatur ist bei diesem Aufbau als „schwebende Referenz“ ausgeführt. Das heißt, die Referenztemperatur wird nicht durch z. B. Eiswasser konstant gehalten, sondern stattdessen ständig gemessen. Das dazu verwendete Temperaturmeß-IC AC 592 AN liefert einen der absoluten Temperatur proportionalen Strom von $1\ \mu\text{A}/\text{K}$ bei einem Linearitätsfehler von $\pm 0,15\ \text{K}$ (Toleranz $\pm 1,5\ \text{K}$, Betriebsspannung 4–30 V [32]). Der Strom wird über den Spannungsabfall an einem Vorwiderstand gemessen. Um sicherzustellen, daß das IC und die Referenzstellen der Thermoelemente dieselbe Temperatur besitzen, sind sie mit „Uhu hart“ in der im Schaltplan Abb. 2.6 wiedergegebenen Geometrie gemeinsam auf einen großen Eisenblock geklebt. Ein zwischengeklebtes Glimmerplättchen stellt die einwandfreie elektrische Isolation sicher. Um Wärmestrahlung sowie Konvektionswärme abzuschirmen, bedeckt ein auf den Eisenblock geklemmtes Alublech die Kontaktstellen, und es befindet sich der Eisenblock von Styropor umhüllt in einem Alugehäuse. Um auch die über die Drähte von außen eingeleitete Wärme abzuführen, sind diese lang gehalten und einmal um den ganzen Eisenblock gelegt. Die Thermodrähte werden über K-Typ Thermobuchsen nach außen zu den Meßstellen geleitet, die Kupferdrähte gelangen über eine 15polige DSUB-Buchse und ein entsprechendes DSUB-Kabel zum Digitalmultimeter mit Scanner (Kanalumschaltung), Modell 199 von Keithley [42]. Da z. Zt. nur fünf Thermoelemente verwendet werden, kann Kanal 6 des Scanners bei der Dilatometrie zur Kontrolle des LED-Stroms eingesetzt werden. Die Versorgungsspannung für das Temperaturmeß-IC wird von dem für die Halogenlampe verwendeten Netzgerät abgezweigt, und eine LED dient als Kontrolle.

gentlichen Lichtquelle wird. Die Innenseite der Hülse reflektiert zusätzlich das Licht der LED zurück auf die Plastikfolie und verbessert so ihre Ausleuchtung.

Das Mikroskopobjektiv ist in die x-y-Justierung eingeschraubt und kann so auch durch Verdrehen in z-Richtung justiert werden. Die x-y-Justierung ist in dieser Achse äußerst instabil, so daß zwischen ihr und dem Gehäuse ein Distanzring für eine definierte Position in z-Richtung sorgen muß.

Da die Justierung des Dilatometrie-Strahlengangs nur einmal erfolgen muß und um reproduzierbare Messungen zu erhalten, ist eine unkontrollierte Dejustierung unbedingt zu vermeiden. Deshalb ist die LED mit Heißkleber in der Reduzierhülse fixiert, und der Objektivträger läßt sich gegen Wackeln im Gewinde der x-y-Justierung durch z. B. einen Tropfen „Weicon-Lock“ (härtet unter Luftabschluß; Achtung, sehr sparsam verwenden!) sichern. Markierungen an den Einstellschrauben der Justierung lassen ein versehentliches Verstellen schnell erkennen.

2.5.2 Empfänger

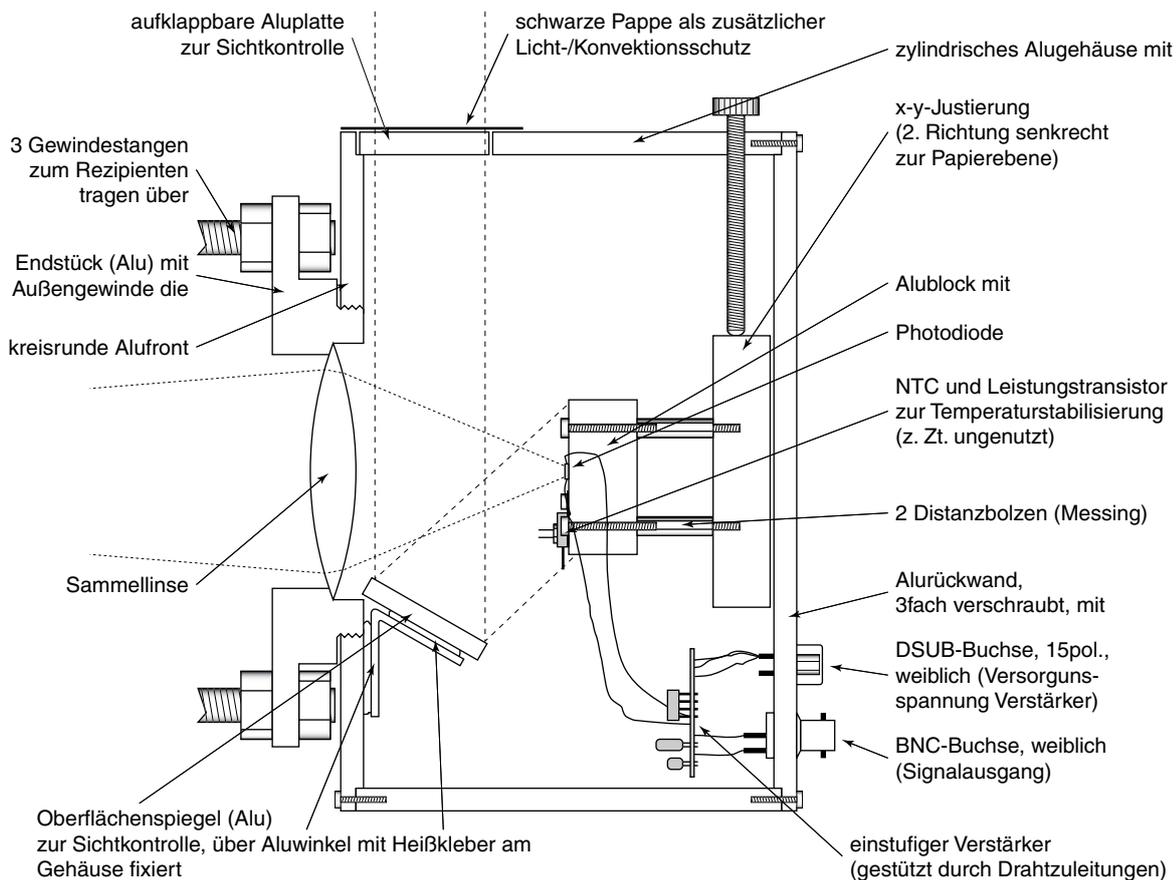


Abb. 2.8: Der Empfänger für die Längenmessung.

Der Empfänger Abb. 2.8 ist ebenfalls durch ein Alugehäuse gegen Konvektion geschützt, das genau wie die Lichtquelle an den Rezipienten angeschraubt ist. Die Sammellinse ist in eine kreisrunde Öffnung eingeklebt und bündelt das Licht auf die Photodiode. Diese wiederum ist auf einen Alublock geklebt, der nur über zwei Distanzbolzen mit der x-y-Justierung verschraubt

ist, um die thermische Ankopplung an das Gehäuse klein zu halten. Der Leistungstransistor diente früher als Heizung und der NTC-Widerstand als Temperatursensor für eine externe Temperaturstabilisierschaltung. Diese ist durch Verwendung von rotem statt infrarotem Licht überflüssig geworden (siehe Abschnitt 4.3.2). Rotes Licht hat zudem den Vorteil, daß die korrekte Justierung des Strahlengangs mit dem Auge kontrolliert werden kann und keine unhandlichen Hilfsmittel wie ein infrarotes in sichtbares Licht wandelnder Schirm oder eine CCD-Kamera zu Hilfe genommen werden müssen. So befindet sich auch seitlich im Gehäuse eine verschließbare Öffnung, durch die die mit Hilfe der x-y-Justierung vorgenommene Positionierung der Photodiode auf das Spaltbild beobachtet werden kann. Ein mit Heißkleber befestigter Spiegel direkt neben der Linse ermöglicht es, die Photodiode unter einem viel steileren Blickwinkel zu betrachten, was die Positionierung deutlich erleichtert.

2.5.3 Strahlengang

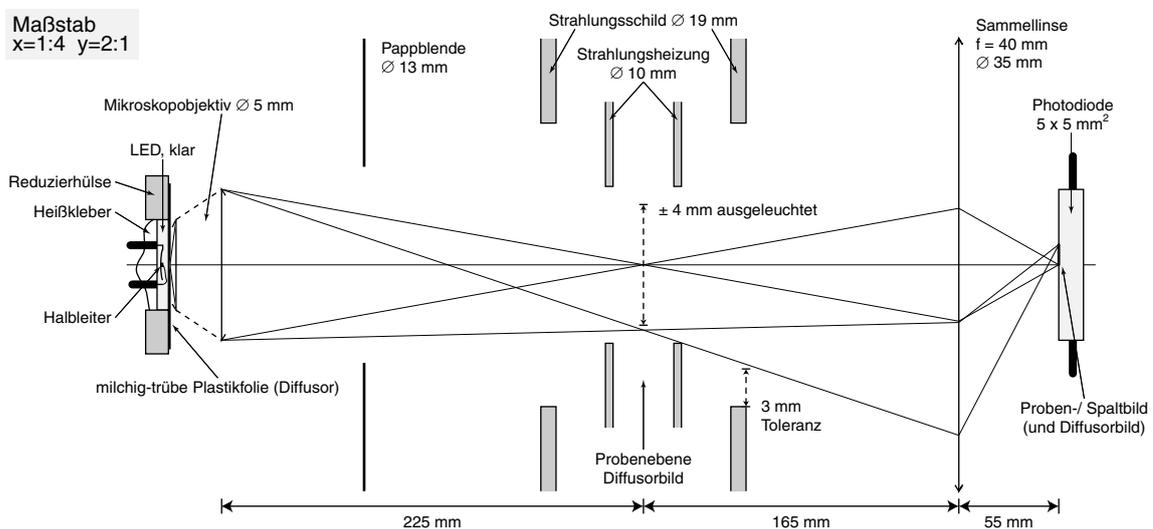


Abb. 2.9: Optischer Strahlengang der Längenmessung (die Distanzen sind ungefähre Werte).

Der verwendete Strahlengang Abb. 2.9 bildet eine idealerweise gleichmäßig hell leuchtende Fläche, die trübe Plastikfolie, auf den Spalt ab, der wiederum auf die Photodiode abgebildet wird. Im Gegensatz zu früheren nach dem gleichen Prinzip arbeitenden Dilatometern (Friedrichs [4], Kempen [6]), bei denen ein möglichst paralleles Lichtbündel mit gleichmäßiger Leuchtdichte verwendet wurde, wurde hier die konventionelle optische Abbildung umgesetzt, deren herausragender Vorteil gegenüber der genannten anderen Variante es ist, daß

- punktuelle Verschmutzungen und Staubablagerungen auf den Linsen und den Sichtfenstern des Rezipienten auf alle Bereiche des Spaltes (fast) gleichmäßig wirken.

Denn der Gesamtlichtfluß durch ein jedes Flächenelement des Spaltes wird von einem ganzen Lichtkegel getragen, der fast dieselben Linsen- und Sichtfensterflächen durchdringt wie der jedes anderen Flächenelements. Der kleine Spalt bietet nicht genug Fläche, daß sich Inhomogenitäten in der Ausleuchtung herausmitteln können. Zudem reichte die Qualität der Linsen nicht für ein wirklich homogenes, (quasi) paralleles Lichtbündel

Für die Justage des Dilatometriestrahlangangs müssen LED und Strahlungsheizung entfernt werden. Blickt man durch die Bohrung für die LED in Richtung Linse, muß der Strahlungsschild über die vier Topfmuttern (vgl. Abb. 2.4) so justiert werden, daß die gedachte optische Achse durch LED und Sammellinse möglichst durch die Mitte der beiden Öffnungen des Strahlungsschildes verläuft. Setzt man die Strahlungsheizung ein, kann man ihre Öffnungen nur durch Einlegen kleiner Blechstreifen in die Einkerbungen für die sie tragenden Querstreben symmetrisch zur optischen Achse ausrichten. Anschließend kann man das Mikroskopobjektiv einbauen, fast ganz hineinschrauben und mittig vor die Öffnung für die LED positionieren. Jetzt kann auch die LED wieder eingesetzt und die Plastikfolie durch Verdrehen des Mikroskopobjektivs auf ein an der Stelle der Probe mittig in die Strahlungsheizung gestelltes Stück weißes Papier abgebildet werden. Erkennt man Strukturen, ist die Abbildung scharf. Eigentlich sollte die Ausleuchtung homogen sein, also keine Struktur sichtbar sein, so daß es empfehlenswert ist, das Objektiv zum Ausgleich des nicht perfekten Diffusors Plastikfolie wieder ein wenig zu verdrehen bis die Strukturen verschwunden sind. Als letztes wird der Papierstreifen wieder entfernt und die Photodiode an die Stelle des hellen roten Lichtflecks gebracht. Sollte der kleinste Punkt nicht in der Ebene der Photodiode liegen, muß der Abstand zur Linse durch Austauschen der Distanzbolzen oder Unterlegscheiben korrigiert werden. Die Justage ist damit abgeschlossen, und die Homogenität der Ausleuchtung in der Probenebene kann kontrolliert werden z. B. unter Zuhilfenahme eines schwarzen Pappstreifens mit einem Loch etwa in der Größe des Spaltes.

2.5.4 Elektrischer Aufbau

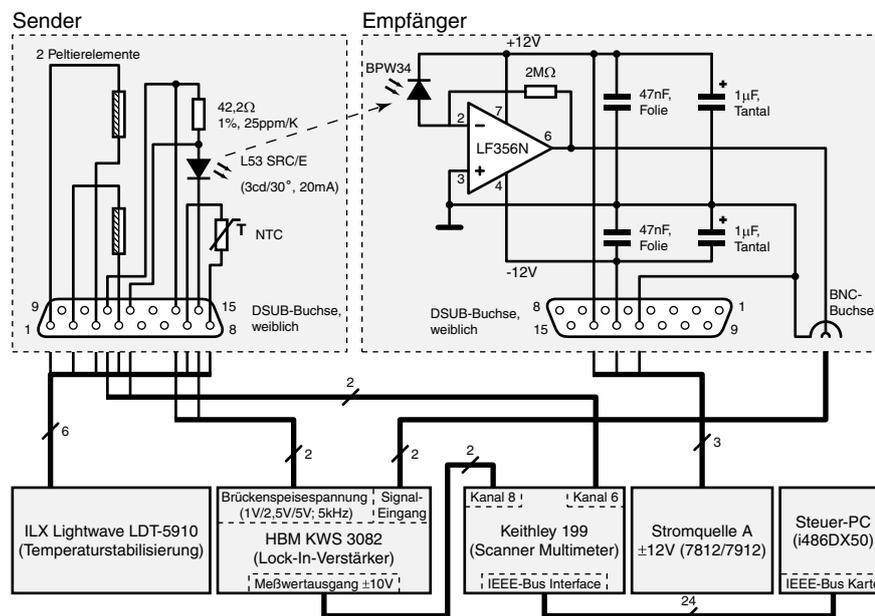


Abb. 2.10: Schaltplan der Dilatometrie.

Abbildung 2.10 zeigt alle an der Längenmessung beteiligten Geräte und ihre elektrische Verschaltung.

Zur Temperaturstabilisierung der Leuchtdiode ist der Temperatur-Controller ILX Lightwa-

ve [41] LDT-5190 über ein 15poliges DSUB-Kabel mit den beiden Peltierelementen und dem Thermistor verbunden. Das Gerät rechnet intern den Widerstand über die Steinhart-Hart-Gleichung $1/T = C_1 + C_2 \ln R + C_3 \ln^3 R$ in eine Temperatur um und läßt sich durch die drei Konstanten C_1 bis C_3 an verschiedene NTC-Typen anpassen. Die erreichbare Kurzzeitstabilität ist auch vom verwendeten Thermistor anhängig und erreicht Werte von 0,01 °C und besser (Herstellerangaben).

Die auf der Messung von Lichtintensität beruhende Dilatometrie ist direkt anfällig für jedwedes Fremdlicht. Zur wirkungsvollen Unterdrückung anderer Lichtquellen wird daher das Lock-In-Prinzip eingesetzt. Der modular aufgebaute Meßverstärker HBM [40] KWS 82.A1 ist zur Längenmessung über Dehnungsmeßstreifen und induktive Meßwertaufnehmer gedacht und besitzt als zentrales Element den Lock-In-Verstärker KWS 3082, der sich aber genausogut auch für diese Apparatur eignet. Er liefert eine Brückenspeisespannung von 1 V, 2,5 V oder 5 V effektiv bei einer Frequenz von 5 kHz. Die hier normalerweise verwendete Betriebsart ist die Vollbrücke, da der Verstärker in dieser Betriebsart doppelt erdsymmetrisch arbeitet, also Eingangs- und Ausgangsübertrager symmetrisch geerdet sind, und er nur dann eine hohe Gleichtaktunterdrückung für Störspannungen besitzt.

Die Brückenspeisespannung gelangt über zwei von der Temperaturstabilisierung ungenutzte Adern des 15poligen DSUB-Kabels an die Leuchtdiode mit einem Vorwiderstand von 42,2 Ω. Bei 2,5 V_{eff} = 3,5 V_p Speisespannung und 1,7 V Spannungsabfall an der LED beträgt der Maximalstrom 43 mA, und der Effektivwert erreicht wegen der exponentiellen Strom-Spannungskennlinie der LED lediglich 8,4 mA. Zusätzlich sind Abgriffe am Vorwiderstand über zwei weitere Adern mit Kanal 6 des Scanner Digitalmultimeters verbunden, so daß eventuelle Stromschwankungen und damit Intensitätsschwankungen entdeckt werden können. Infolge des gleichgerichteten Stroms wird der Kern des Ausgangsübertragers im Lock-In-Verstärker zunehmend magnetisiert und erreicht bei großen Ausgangsströmen im Laufe der Zeit die Sättigung, was Nichtlinearitäten und damit auch Meßfehler zur Folge hat. Darum sollte die LED von Zeit zu Zeit umgepolt werden (ca. jährlich).

Im Empfänger wird die PIN-Photodiode BPW34 (aktive Fläche 2,75 × 2,75 mm², 0,4 A/W (70 μA/lx [32]), Peakwellenlänge 850 nm, Halbwertsbreite typ. 300 nm [25, 24]) mit positiver Vorspannung betrieben. Der Operationsverstärker liefert bei einem Rückkopplungswiderstand von 2 MΩ eine Ausgangsspannung von $U = R/I_{photo} = 2 \text{ V}/\mu\text{A}$ (vom Betrag her). Die symmetrische Betriebsspannung ±12 V für den Operationsverstärker wird über eine 15polige DSUB-Buchse von einer externen Stromquelle auf Basis der Stabilisator-ICs 7812/7912 geliefert. Vier Siebkondensatoren sollen in die lange Zuleitung eingestreute Störungen unterdrücken. Die Ausgangsspannung gelangt über ein Koaxialkabel zum Eingang des Lock-In-Verstärkers, dessen Ausgangsspannung je nach Polung der LED (Lichtquelle) im Bereich von 0...+10 V oder 0...-10 V liegt. Schließlich werden die Meßwerte durch das über den IEEE-Bus steuer- und auslesbare Scanner Digitalmultimeter digitalisiert und zur Speicherung in den Computer übertragen.

2.6 Vibrating-Reed

2.6.1 Strahlengang

Der Strahlengang der Schwingungsmessung ist deutlich einfacher zu justieren als der der Längenmessung, die Justierung muß dafür allerdings nach jedem Einsetzen des Probensträgers neu erfolgen.

Die Halogenlampe und der Kollimator sind in ihrer Positionierung unkritisch. Es läßt sich problemlos eine ausreichende Helligkeit erzielen; notfalls kann die Spannung auch um bis zu zwei Volt erhöht werden, natürlich auf Kosten der Lebensdauer der mittlerweile sehr preisgünstig gewordenen Halogen-Kaltlichtspiegel-Lampen. Durch den Kaltlichtspiegel erwärmt sich die Probe von Raumtemperatur nur auf gut 40 °C, die Strahlungsheizung auf leicht über 50 °C.

Die Einspannung kann durch einen Kupferstreifen im Boden des Topfgewindes der Heizkapsel fest mit dieser verschraubt werden und trotzdem die Basisplatte nur locker einklemmen. Damit bleibt die Einspannung (mit aufgeschraubter Heizkapsel) in gewissen Grenzen gegen den restlichen Probenträger drehbar, vorgegeben durch die Breite der Bohrung in der Basisplatte und den Durchmesser des hindurchführenden Keramikröhrchens für die Elektrode. Die Ausrichtung muß so erfolgen, daß ein sauberer und ausreichend breiter Schatten ohne Reflexion an der der Dilatometrie-LED zugewandten Probenoberfläche im Mikroskop zu beobachten ist. Dicke Proben von einem halben Millimeter Stärke betrachtet man praktisch exakt von der Seite, dünne Filme aus dem „melt spinning“-Verfahren dagegen leicht schräg von der Seite des Dilatometrie-Empfängers aus, damit der Schatten breit genug wird. Da der Probenträger ovale Bohrungen in seinem Deckel hat (vgl. Abb.2.2), kann auch er gegen den Rezipienten etwa 5° um seine vertikale Achse gedreht werden, was eine Feinjustierung von außen — auch unter Vakuum — erlaubt.

Um die Photodiode auf den Rand des Probenschattens zu positionieren, sitzt das Stereo-Zoom-Mikroskop in einer Schiene, in der es seitlich um etwa ± 2 cm verschoben werden kann³. Zusätzlich ist der auf drei Schrauben stehende Fuß der Schiene durch Verstellen einer Überwurfmutter an einer der Schrauben kippbar. Die Vergrößerung läßt sich im Bereich von 0,5 bis 3,15 variieren, wobei normalerweise die höchste Vergrößerung Anwendung findet. Die Photodiode als Teil eines Empfängerschaltkreises sitzt in einem separaten Gehäuse (Abb. 2.11), das auf den für Fotoapparate gedachten Stützen am Mikroskop geschoben wird. Nachdem durch das mit einer Skala versehene linke Okular die grobe Justierung auf den Probenrand (die Photodiode befindet sich etwa mittig zwischen Skalenteil 45 und 55 von 100) und Scharfstellung auf die dem Mikroskop zugewandte Probenkante erfolgt ist, kann über eine mechanische Umschaltung der Mikroskopoptik der Strahlengang auf die Photodiode umgelenkt werden. Zwar bleibt das rechte Okular immer im Strahlengang, jedoch empfiehlt es sich wegen des Parallaxenfehlers nicht für die Justierung.

Die Platine mit der Photodiode auf der einen und dem Verstärkerschaltkreis auf der anderen Seite ist am Ende dreier Gewindestangen verschraubt und ragt so in den Stützen des Mikroskops hinein. Dadurch kann die Photodiode fast in die Bildebene des Mikroskops gebracht werden, bei der auch (nach Umschaltung) das durch das Okular betrachtete Bild scharf wäre. Würde die Photodiode außerhalb des Stützens (in Abb. 2.11 also weiter rechts) positioniert werden, wird die Abbildung zunehmend unschärfer, was u. U. dazu führt, daß auch Teile der Schatten von Referenz oder Elektrode auf die Photodiode treffen und das Meßsignal verfälschen. Zudem wird die exakte Justierung anhand des Gleichspannungsanteils im Meßsignal (siehe Abschnitt 2.6.3) deutlich erschwert oder ganz verhindert. Zusätzlich nimmt die Vergrößerung zu, was allerdings keinen Einfluß auf die Stärke des Meßsignals hat, da in gleichem Maße, wie sich die Auslenkung des Schattens vergrößert, die Beleuchtungsstärke (auftreffender Lichtstrom pro Flächeneinheit) abnimmt. Lediglich der Gleichspannungsanteil verringert sich genauso wie der

³Es handelt sich hierbei um einen motorbetriebenen Schlitten, der von einer von Porscha benutzten Positionsnachführung angesteuert wird. Sie ist z. Zt. defekt und eine Reparatur wurde wegen fehlender Schaltpläne bisher nicht in Angriff genommen.

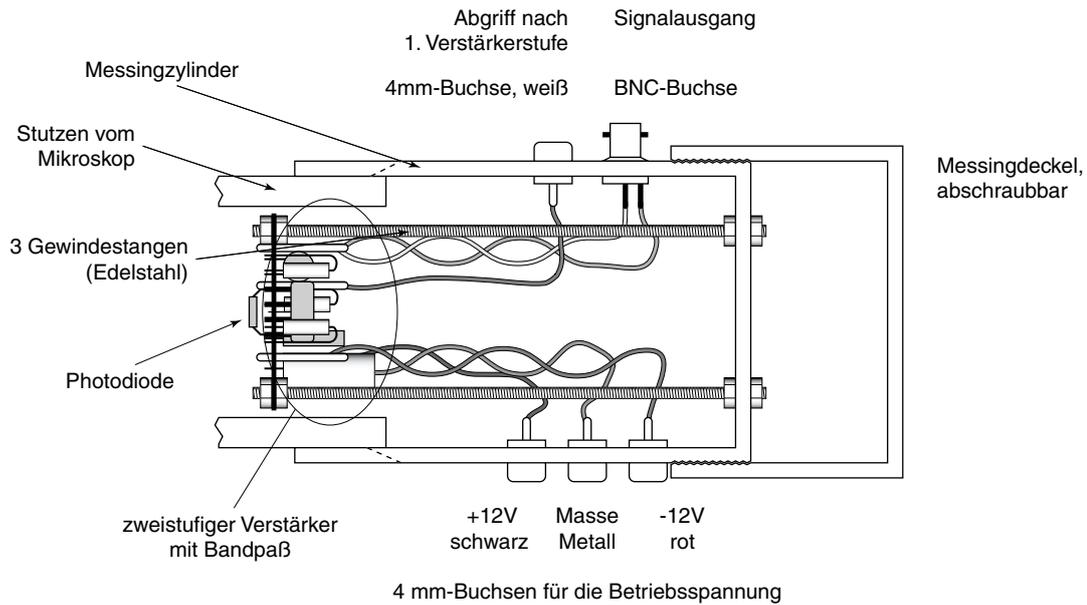


Abb. 2.11: Der Empfänger für die Schwingungsmessung.

auf die Photodiode treffende Gesamtlichtstrom.

2.6.2 Hochspannungserzeugung

Um die Probe in Schwingung zu versetzen, wird auf eine nahe der Probe befindliche Elektrode eine Wechselspannung mit bis zu $2000 V_{pp}$ (Spitze–Spitze) gegeben; der Rest des Probenträgers bildet das Bezugspotential. Elektrostatische Anziehung zwischen Elektrode und Probe regt letztere zur erzwungenen Schwingung mit der doppelten Frequenz — elektrostatische Kräfte wirken immer anziehend — der Wechselspannung an, jedoch ergeben sich ausreichende Amplituden nur nahe der Resonanzfrequenz einer der möglichen Biegeschwingungsmoden der Probe. Da die Kraftübertragung am günstigsten an der Probenspitze erfolgt, ist der Elektrodendraht dort zu einem Haken gebogen, um seine wirksame Fläche zu vergrößern.

Zur Erzeugung der Wechselspannung dient der per IEEE-Bus programmierbare Frequenzgenerator Philips [46] PM5190 (1 mHz – 2 MHz sechsstellig, $1 mV_{pp}$ – $19,9 V_{pp}$ dreistellig), dessen Ausgangssignal vom HiFi-Vollverstärker Harman/Kardon [39] PM635i verstärkt und durch einen für unsere Zwecke „mißbrauchten“ ölisierten Triodonttransformator auf $2000 V_{pp}$ hochtransformiert wird (Abb. 2.12). Als Primärwicklung dient die eigentlich für die Kathodenheizung gedachte 6,3V-Wicklung und als Sekundärwicklung zwei hintereinandergeschaltete 335V-Wicklungen (Anodenspannung), was zusammen nur knapp $1900 V_{pp}$ Spannungsverträglichkeit macht, jedoch wird die Isolierung bei Transformatoren immer mit einer gewissen Sicherheitsreserve ausgelegt.

Das Schalten der Hochspannung geschieht sekundärseitig, da die großen Spannungsspitzen bei primärseitiger Schaltung die Endstufentransistoren des HiFi-Verstärkers zerstören würden. Zu ihrem Schutz dienen auch die beiden mit der Primärwicklung in Reihe geschalteten Widerstände, die die ohmsche Grundlast von $0,1 \Omega$ der Primärwicklung auf verträgliche 4Ω erhöhen und damit bei niedrigen Frequenzen zum einen den maximalen Strom begrenzen wie auch die Phasenverschiebung auf endstufenverträgliche Werte reduzieren. Als Schalter die-

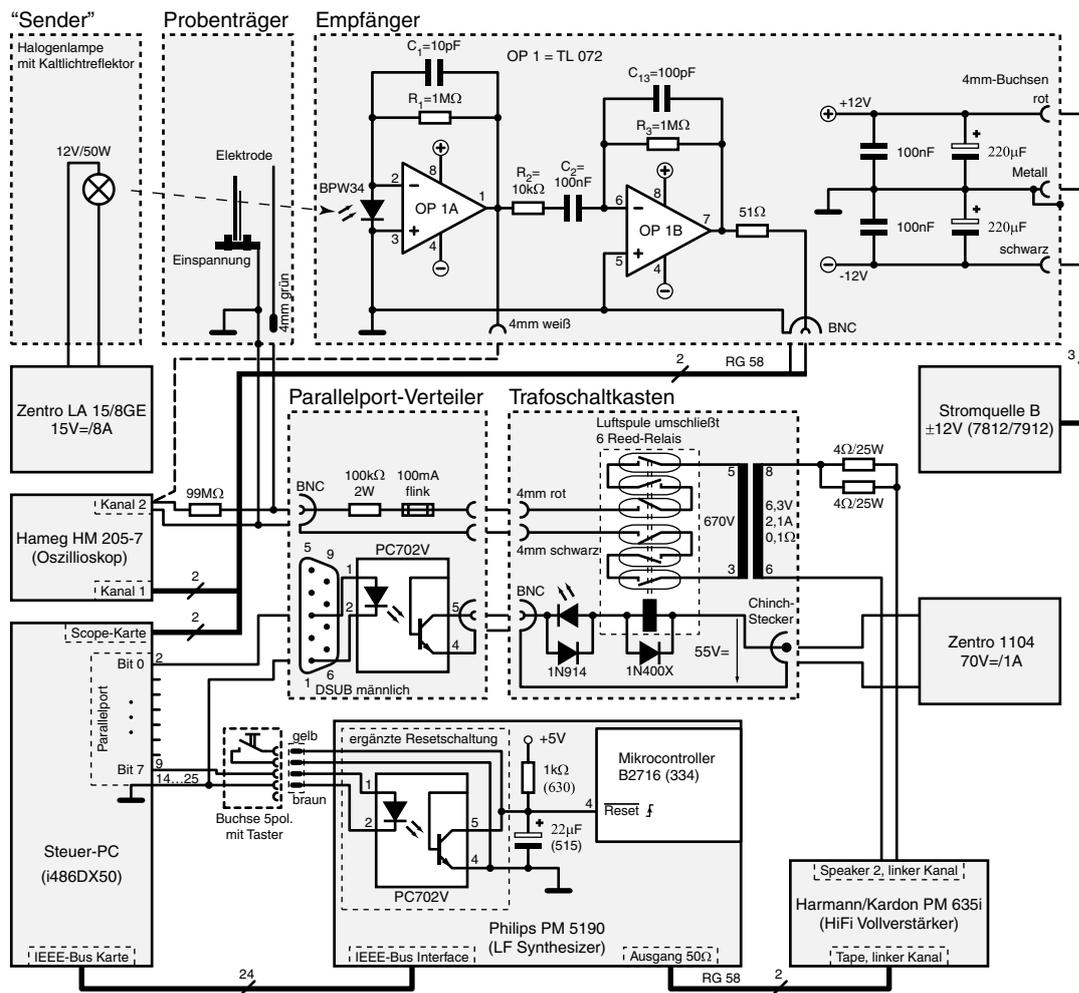


Abb. 2.12: Schaltplan der Schwingungsmessung.

nen zwei mal drei Reed-Relais (typische Spannungsfestigkeit eines Reed-Relais etwa 200 V), die achsparallel in einer Spule liegen. Die Ansteuerung erfolgt durch Bit 0 Parallellports vom Steuer-PC über einen Optokoppler als Schalter, der zudem den PC galvanisch vom Aufbau trennt. Die Spannung liefert ein altes Netzteil von Zentro, eine in Serie zur Spule liegende LED dient als Einschaltkontrolle. Die antiparallel geschaltete Diode schützt die LED, die nur einige Volt (≤ 5 V) Sperrspannung verträgt, vor Überspannung, eine weitere Standarddiode, die antiparallel zur Spule liegt, schließt die beim Ausschalten von dieser erzeugte Spannungsspitze kurz.

Sekundärseitig schützen ein $100\text{k}\Omega$ -Widerstand und eine Feinsicherung die Transformatorwicklung vor zu großen Strömen. Bei der Wahl eines geeigneten Widerstandes sollte man beachten, daß im Ernstfall eines Kurzschlusses, z. B. durch eine beim Zusammenbruch des Vakuums auf 10^{-1} mbar einsetzende Gasentladung, normale Widerstände durch ihre kompakte Bauform nur auf etwa 200 V ausgelegt sind, der verwendete 2W-Widerstand ist dagegen deutlich länger. Die Hochspannung gelangt schließlich über die Stäbchendurchführung des Probenträgers an den Elektrodendraht. Zur Kontrolle von Spannung und Signalform ist direkt vor der Stäbchendurchführung der 2. Kanal des 20MHz-Oszilloskops Hameg [38] HM205-7 über einen Wider-

stand mit $99\text{ M}\Omega$ ($9 \times 10\text{ M}\Omega + 9,1\text{ M}\Omega$) angeschlossen, der zusammen mit dem $1\text{ M}\Omega$ großen Eingangswiderstand als 100:1-Spannungsteiler wirkt.

Von den drei möglichen Signalformen Sinus, Rechteck und Dreieck des Frequenzgenerators kommt ausschließlich Dreieck zur Anwendung, da der Sinus defekt ist (einige defekte Bits im D/A-Wandler) und die Rechteckspannung die Probe etwas schwächer auslenkt⁴.

Der Frequenzgenerator ist mit mittlerweile fast 20 Jahren so alt, daß seine dauernde hohe Betriebstemperatur zur Alterung der Elektronik geführt hat. Neben dem defekten Sinus kommt es daher von Zeit zu Zeit (alle paar Tage) zu Fehlern im Programmablauf des steuernden Mikrocontrollers B2716, der das Gerät in einen undefinierten Zustand versetzt, in dem es Befehle über den IEEE-Bus falsch oder gar nicht mehr ausführt. Leider hat Philips weder das IEEE-Bus-Kommando DCL (Device Clear) noch SCL (Selective Device Clear) implementiert, so daß keine Möglichkeit besteht, wieder einen definierten Zustand herzustellen außer das Gerät aus- und wieder einzuschalten. Deshalb kann mit Bit 7 des PC-Parallelports über einen Optokoppler, dessen Ausgang den Resetpin des Mikrocontrollers mit Masse verbinden kann, dieser Aus-/Einschaltvorgang emuliert werden.

2.6.3 Schwingungsdetektion

Die Photodiode ist direkt auf die Rückseite des Verstärkerschaltkreises gelötet, um Einstreuungen und die Bedämpfung bzw. Verzerrung der sehr kleinen Photostromschwankungen zu minimieren. Die Kapazität einer langen Zuleitung könnte zudem in Verbindung mit dem großen Eingangswiderstand der ersten Verstärkerstufe zu Eigenschwingungen führen.

Die symmetrische Versorgungsspannung von $\pm 12\text{ V}$ liefert ein externes Netzteil, das zur Spannungsstabilisierung die Standard-ICs 7812 ($+12\text{ V}$, 1 A) bzw. 7912 (-12 V , 1 A) einsetzt. Damit ist der maximale Ausgangspegel auf knapp 24 V_{pp} begrenzt.

Die Photodiode wird ohne Vorspannung betrieben, ist also zwischen Masse und den negativen Eingang des ersten Operationsverstärkers geschaltet. Die erste Stufe ist invertierend aufgebaut und liefert eine Ausgangsspannung von $U_a = -I_{\text{photo}}R_{R_1||C_1} = -I_{\text{photo}}R_1/(1 + \omega R_1C_1)$, also $1\text{ V}/\mu\text{A}$ bei den verwendeten $1\text{ M}\Omega$. Der Kondensator $C_1 = 10\text{ pF}$ wirkt als Tiefpaß mit der Grenzfrequenz $f_1 = 1/(2\pi R_1C_1) \approx 16\text{ kHz}$ und dämpft die uns nicht interessierenden hohen Frequenzanteile, welche sogar bei der Analog-Digital-Wandlung unerwünschte Artefakte produzieren und damit die Auswertung im Computer stören würden (vgl. Abschnitt 3.2).

Die zweite, ebenfalls invertierende Stufe verstärkt noch einmal um $V = -R_{R_3||C_3}/R_{R_2||C_2}$. Sie wirkt demnach als Bandpaß mit der unteren Grenzfrequenz 160 Hz , bestimmt durch R_2 und C_2 und der oberen von R_3 und C_3 bestimmten Grenzfrequenz von knapp 3 kHz . Die Grundverstärkung beträgt (vom Betrag) $1\text{ M}\Omega/10\text{ k}\Omega = 100$. Entscheidend ist hier der Hochpaßteil, der zum einen den Gleichspannungsanteil der ersten Stufe herausfiltert, zum anderen den Trittschall wirksam unterdrückt. Da der Gleichspannungsanteil den Wechselspannungsanteil um zwei bis drei Größenordnungen übersteigt, würde die Gleichspannung die zweite Stufe in die Sättigung treiben und eine weitere Verstärkung unmöglich machen. Die Trittschallunterdrückung (Schwanken des Mikroskops) verhindert, daß der Analog-Digital-Wandler auf der Scopekarte im Computer übersteuert. Wie entscheidend dies ist, zeigt sich, wenn man, wie zeitweise geschehen, die Grenzfrequenz auf 16 Hz senkt. Dann bewirkt ein kräftiges Stampfen

⁴Eigentlich dürfte man fast gar keine Wirkung vom Rechteck erwarten, da er nur kurzzeitig während der Signalfanken anregend auf die Probe wirkt und die übrige Zeit lediglich eine statische Auslenkung der Probe Richtung Elektrode bewirkt. Praktisch jedoch rundet der Hochspannungstransformator das Signal durch seine geringe Bandbreite stark genug ab.

im Zimmer mit der Meßapparatur einen Signalpegel, der deutlich größer als das eigentliche Meßsignal ist. Um jedoch möglichst viele Bits des lediglich 8 Bit breiten A/D-Wandlers auf der Scope-Karte zu nutzen, darf die Reserve für solche Störeinflüsse nicht zu groß gewählt werden (z. Zt. zwischen 30 % und 200 % Reserve, vgl. Anhang A.3). Der Tiefpaß unterstützt noch einmal die Wirkung des Tiefpasses der ersten Stufe.

Neben dem eigentlichen Signalausgang existiert ein Abgriff nach der ersten Verstärkerstufe. Er dient der exakten Positionierung der Photodiode auf den Rand der Probe: Der Gleichspannungsanteil fällt bei Erreichen der Probenkante von einem konstant hohen Wert auf einen deutlich niedrigeren. In der Mitte der Flanke ist die Photodiode optimal positioniert, die Signalamplitude am Ausgang der zweiten Stufe wird maximal.

Der Übergang erfolgt nicht schlagartig, da

- der Probenschatten und die Photodiodenkante nicht exakt parallel liegen und
- der Schatten eine gewisse restliche Unschärfe besitzt.

Diese Effekte sind offensichtlich so groß, daß — bei entfernten Tiefpässen — die eigentlich abgeschnittenen Sinuswellen, wie sie durch einen zum Teil außerhalb der aktiven Photodiodenfläche schwingenden Schattenrand verursacht werden, bei dicken Proben noch nie zu beobachten waren. Bei dünnen Proben und großen Signalamplituden nahe der Betriebsspannung des Operationsverstärkers läßt sich dagegen eine Asymmetrie selbst bei vorhandenen Filtern provozieren.

Die PC-Scope-Karte J.E.T. [35] T12840 (8-Bit-D/A-Wandler, 5 MS/s, 64 KB Speichertiefe) schließlich nimmt die Digital-Analog-Wandlung vor. Da es sich um eine Steckkarte für den alten ISA-Bus⁵ handelt, wird aufgrund der geringen Datenübertragungsrate des ISA-Busses (< 4 MB/s) das gewandelte Signal in einem karteninternen Puffer von 64 KB Größe abgelegt. Von dort kann es über gewöhnliche E/A-Portbefehle zur Weiterverarbeitung in den Hauptspeicher des Computers transferiert werden. Eine kontinuierliche D/A-Wandlung ist damit leider nicht möglich.

⁵industry standard architecture

Kapitel 3

Software

Die vorliegende Steuerungssoftware wurde unter Turbo Pascal 6.0 [48] von Borland (jetzt Inprise [33]) entwickelt. Da die Routinen zur Ansteuerung der Scope-Karte nur als vorcompilierte Units der Version 6.0 vorlagen (Turbo Pascal Units unterschiedlicher Versionen sind nicht binärkompatibel) und weder Quellen noch sonstige die Ansteuerung betreffende Dokumentationen zur Verfügung standen, um auf deren Basis eine neue Bibliothek zu entwickeln, war ich auf diesen doch recht betagten aus dem Jahre 1990 stammenden Compiler angewiesen. Turbo Pascal 6.0 ist ein Compiler nur für das Betriebssystem DOS¹/Windows 3.1 von Microsoft [45], womit man sich auch alle deren Beschränkungen mit einhandelt. Leider stellte sich erst in einem recht fortgeschrittenen Stadium heraus, daß sich die Umsetzung komplizierter gestaltete als erwartet und man besser und ohne wesentlich größeren Aufwand die Scope-Karte hätte ersetzen können durch z. B. eine herkömmliche PC-Soundkarte. Jedoch fehlte zu diesem Zeitpunkt die Zeit, eine Neuprogrammierung mit neuem Compiler unter einem modernen Betriebssystem zu beginnen.

Wesentliche Schwächen der vorliegenden Entwicklungsumgebung, welche die meisten Probleme bereiteten, möchte ich hier nennen:

- **Speicherbeschränkung auf 640 KB.** Unter DOS besteht Zugriff auf darüberhinaus gehendes RAM² nur über die „Krücke“ seitenweiser Zugriff per EMS³. XMS-Speicher⁴ über DOS-Extender wie DOS/4GW von Tenberry Software [47] werden von Turbo Pascal 6.0 nicht unterstützt, da diese den Protected Mode der i386-Architektur und folgender Prozessorgenerationen benötigen und der Compiler nur i286-Befehle erzeugen kann. Eine Neuprogrammierung für ein hoffnungslos veraltetes Betriebssystem wie Windows 3.1 war den Aufwand nicht wert. Als Folge mußte die grafische Oberfläche des ursprünglichen Meßprogramms von meinem Vorgänger an dieser Apparatur Levermann [3] durch einfache textuelle Menüs ersetzt werden, um die zusätzlichen Routinen unterbringen zu können.
- **Kein preemptives Multitasking.** Dies wäre nur über zusätzliche Turbo Pascal Units mit großem Assembler-Anteil nachrüstbar (z. B. von Tischer [28], leider erst nach Fertigstellung der Steuerungssoftware wiederentdeckt). Ohne Multitasking ist während einer laufenden Messung ohne weiteres erst einmal kein Zugriff auf die Meßdaten einer laufenden

¹disk operating system

²random access memory

³expanded memory specification

⁴extended memory specification

Messung oder die Einflußnahme auf den Ablauf der Messung möglich.

- **Eingeschränkte Debuggingmöglichkeiten.** Vor allem die fehlende Möglichkeit, *nach* einem Programmabsturz Zugriff auf die Variableninhalte zum Zeitpunkt des Absturzes zu erhalten, sorgten für wochenlanges Fehlersuchen. Konsequenz war die Implementation vieler den Quellcode sehr unübersichtlich machender Debugging-Funktionen.

Die Geschwindigkeit der Hardware als solche stellte wider Erwarten keine Beschränkung dar, da die meiste Zeit für die Steuerung der externen Meßgeräte über den IEEE-Bus verschlungen wurde, auf die wegen des fehlenden Multitaskings der Computer ständig warten mußte.

Ich möchte deshalb von einer Weiterentwicklung auf Basis dieser Software dringend abraten und einem möglichen Nachfolger mit halbwegs vorhandenen Programmierfertigkeiten eine Umstellung auf — je nach persönlicher Präferenz — Windows 2000 [45], Mac OS [29] oder eines der zahlreichen UNIX-Derivate ans Herz legen, wobei ich letztere Variante aufgrund ihrer Leistungsfähigkeit bei gleichzeitiger Verfügbarkeit einer breiten kostenlosen Softwarebasis empfehle.⁵

Die folgenden Abschnitte stellen die grundlegende Arbeitsweise der angewandten Meßroutinen vor.

3.1 Free Decay

Bei diesem Verfahren wird die Probe möglichst resonant mit einer ihrer Eigenfrequenzen ω_0 angeregt. Weil sich die Frequenz im Laufe eines Heizprogramms nur langsam ändert, kann als Anregungsfrequenz⁶ ω_{stim} das Ergebnis des vorherigen Meßpunktes verwendet werden. Nach Abschalten der Hochspannung (Zurücksetzen des entsprechenden Bits am Parallelport) wird eine kurze Zeit $t_{delay} \approx 50$ ms gewartet, in der die Reedrelais auf Seite der Sekundärwicklung des Hochspannungstransformators sicher abfallen können. Geht man davon aus, daß die Gesamtkapazität der Elektrode und ihrer Zuleitung klein genug ist, so daß die Hochspannung über den Isolationswiderstand (und den Oszilloskopeingang) innerhalb von t_{delay} vollständig abgebaut werden kann, wirken keine elektrostatischen Kräfte mehr auf die Probe und sie schwingt frei, idealerweise nur durch innere Reibung gedämpft.

Dieser „Free Decay“ wird nun t_{on} lang digitalisiert. Gibt man vor, daß die Anfangsamplitude A_0 innerhalb dieser Zeit bis auf A_{end} sinken soll (sinnvolles Verhältnis: $A_{end}/A_0 = 1/e \dots 1/e^2$, letzterer bei weniger Rauschen bzw. größeren Signalamplituden), so wird

$$t_{on} = \frac{1}{d} \ln \frac{A_0}{A_{end}}, \quad (3.1)$$

wobei d den Kehrwert der Zeitkonstante der gedämpften Schwingung

$$A(t) = A_0 e^{-dt} \sin(\omega t), \quad \omega^2 = \omega_0^2 - d^2 \quad (3.2)$$

bezeichnet. ω_0 ist die Kreisfrequenz der ungedämpften Schwingung. Diese Dämpfungskonstante ist mit der Güte Q des Schwingers (der Halbwertsbreite des Resonanzpeaks bei erzwungener

⁵So wären ohne diese Software — L^AT_EX und GNU-Tools auf Linux — diese Zeilen in dieser Form nie entstanden.

⁶Gemeint ist nicht die am Synthesizer programmierte Frequenz, sondern die Frequenz, mit der sich die elektrostatischen Kräfte ändern, mithin also die doppelte Synthesizerfrequenz.

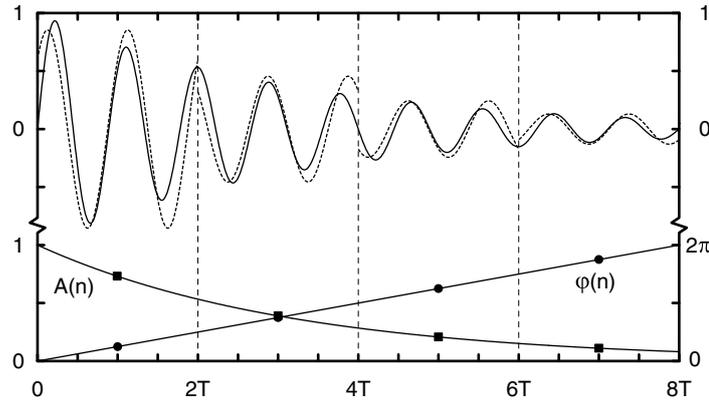


Abb. 3.1: Die aufgenommene gedämpfte Schwingung wird äquidistant unterteilt und es werden abschnittsweise Amplitude sowie Phasenverschiebung zur Vergleichsfrequenz (die Anregungsfrequenz⁶) bestimmt. Lineare Regression über die Phasen liefert die wahre Frequenz, exponentielle Regression den Dämpfungskoeffizienten und die Anfangsamplitude der gedämpften Schwingung.

Schwingung, siehe Abschnitt 3.2) verknüpft über

$$d \simeq \frac{Q^{-1}\omega_0}{2}. \quad (3.3)$$

Der Kehrwert Q^{-1} der Güte als Maß für die Dämpfung ist wie die Eigenfrequenz ω_0 vom letzten Meßpunkt her bekannt, so daß daraus t_{on} nach obigen Formeln berechnet werden kann. Es sei angemerkt, daß Gleichung 3.3 nur angenähert gilt, der Fehler für Dämpfungen $Q^{-1} < 0,1$ liegt jedoch unter 5 % [16].

Die Bestimmung von ω_0 , Q^{-1} und A erfolgt nun nicht durch Anfitten der Funktion 3.2, sondern nach einem Verfahren, das von Levermann basierend auf einer Idee von Harms [10] implementiert wurde und von mir nur Anpassungen in seiner Schnittstelle zum übrigen Meßprogramm erfahren hat, um so die alten Ergebnisse mit denen des neuen Resonanzpeakverfahrens vergleichbar zu halten.

Die digitalisierte gedämpfte Schwingung wird in gleichlange Zeitabschnitte unterteilt, deren Länge ein ganzes Vielfaches der Periodendauer der Anregungsfrequenz beträgt, und jeder Abschnitt separat mit einer ungedämpften Sinusschwingung der Anregungsfrequenz ω_{stim} gefittet (Abb. 3.1). Für jeden der Abschnitte erhält man eine Amplitude A_n und eine Phasenverschiebung φ_n zur gedachten Vergleichsschwingung mit ω_{stim} . Bei hohen Dämpfungen kann es von Vorteil sein, daß sich die einzelnen Abschnitte überlappen, um genügend Amplituden-/Frequenzpaare zu erhalten. Denn ein Abschnitt sollte nicht zu kurz gewählt werden, weil ansonsten Störfrequenzen nur unzureichend unterdrückt werden (siehe auch Abschnitt 3.2).

Zur Erläuterung der Arbeitsweise soll angenommen werden, daß innerhalb eines Abschnitts die Amplitude der gedämpften Schwingung konstant bleibt und vernachlässigen die (kleine) Frequenzdifferenz zur Anregungsfrequenz, setzen also für die zu fittende Schwingung des n -ten Intervalls

$$A(t) = A_n \sin(\omega t + \varphi_n), \quad n = 0, 1, 2, \dots \quad (3.4)$$

mit $\omega = \omega_{stim} = \omega_0$. Um Amplitude und Phase zu bestimmen, wird die rechte Seite einmal mit $\sin(\omega t)$ und einmal mit $\cos(\omega t)$ multipliziert und anschließend jeweils über den ganzen

Abschnitt aufintegriert

$$\begin{aligned} I_{1,n} &= \int A_n \sin(\omega t + \varphi_n) \sin(\omega t) dt \\ &= A_n \cos \varphi_n \left(\frac{1}{2}t - \frac{1}{4\omega} \sin(2\omega t) \right) + A_n \sin \varphi_n \left(\frac{1}{2\omega} \sin^2(\omega t) \right), \end{aligned} \quad (3.5)$$

$$\begin{aligned} I_{2,n} &= \int A_n \sin(\omega t + \varphi_n) \cos(\omega t) dt \\ &= A_n \cos \varphi_n \left(\frac{1}{2\omega} \sin^2(\omega t) \right) + A_n \sin \varphi_n \left(\frac{1}{2}t + \frac{1}{4\omega} \sin(2\omega t) \right). \end{aligned} \quad (3.6)$$

Wenn für die Intervallgrenzen ganzzahlige Vielfache der Periodendauer $T = 2\pi/\omega$ gewählt werden, werden alle Sinusterme null und man erhält bei einer Abschnittslänge von $p \cdot T$, $p \in \mathbb{N}$ für Amplitude und Phase

$$A_n = \frac{\omega}{p\pi} \sqrt{I_{1,n}^2 + I_{2,n}^2}, \quad (3.7)$$

$$\tan \varphi_n = \frac{I_{2,n}}{I_{1,n}}. \quad (3.8)$$

Nachdem A_n und φ_n für alle Abschnitte bestimmt wurden, kann daraus die wirkliche Eigenfrequenz der Probe ω_0 berechnet werden. Ist sie etwas größer als ω_{stim} , wird die Phasenverschiebung von Intervall zu Intervall linear wachsen und es gilt

$$\omega_0 = \omega_{stim} \left(1 + \frac{\varphi_{n+1} - \varphi_n}{2\pi p} \right) \quad \text{oder} \quad \omega_0 = \omega_{stim} \left(1 + \frac{\varphi_n - \varphi_0}{n2\pi p} \right). \quad (3.9)$$

Aus dem exponentiellen Abfall der Amplituden kann die Anfangsamplitude A_0 und der Dämpfungskoeffizient d bzw. zusammen mit Gleichung 3.3 das gesuchte Q^{-1} berechnet werden

$$A_n = A_0 e^{-d(n+\frac{1}{2})pT} \quad \text{bzw.} \quad \ln A_n = \ln A_0 - \pi Q^{-1} \left(n + \frac{1}{2} \right) p, \quad (3.10)$$

Sollten sich die Abschnitte überlappen, ist in den beiden letzten Gleichungen statt p der Abstand der Intervallmittelpunkte in Vielfachen der Periodendauer einzusetzen. Gemäß dieser zwei Gleichungen können mittels linearer Regression ω_0 , Q^{-1} und A_0 gewonnen werden.

Abschließend noch einige Anmerkungen. Die in Gleichung 3.10 als A_0 bezeichnete Anfangsamplitude ist die zu Beginn der Digitalisierung. Je größer die Dämpfung Q^{-1} und je größer die Differenz zwischen t_{delay} und der wirklichen Abfallzeit t_{relay} der Reedrelais ist, desto größer ist auch die wirkliche Ausgangsamplitude zu Beginn der freien Schwingung und übersteigt A_0 bis zum Faktor⁷ $\exp(Q^{-1}\omega_0(t_{delay} - t_{relay})/2)$. Dies wird von Bedeutung, wenn amplitudenabhängige Effekte auftreten und die Amplitude konstant gehalten werden soll.

Prinzipiell ist es möglich, bei der Regression die Punkte zu Beginn des Ausschlagens stärker zu berücksichtigen (wie es im vorliegenden Algorithmus z. Zt. auch umgesetzt ist), indem mit dem Amplitudenquadrat gewichtet wird. Damit sollen sich die durch Rauschen bedingten Meßwertverschlechterungen zu kleinen Amplituden hin weniger stark im Endergebnis widerspiegeln. Mit dem Free-Decay-Verfahren ist es prinzipiell möglich, neben dem Fitten kleinster Dämpfungen von $Q^{-1} = 10^{-8}$ (Harms [12]) auch bei sehr großen Dämpfungen $Q^{-1} \approx 0,1$ zu messen,

⁷Zum Beispiel wäre bei $t_{delay} - t_{relay} = 50$ ms die wirkliche Anfangsamplitude bei der Messung der Aluminiumlegierung ($\nu = 1100$ Hz, $Q^{-1} = 10^{-2}$) mehr als fünfmal so groß.

bei denen nur noch drei Perioden bis zum Abfall der Amplitude auf den e -ten Teil auftreten, allerdings müßte dann über eine Reihe von Messungen gemittelt werden. Bei Dämpfungen ab etwa 0,03 ist dann auch konventionelles Fitten mit Gleichung 3.2 möglich bzw. vorzuziehen. Harms berichtete auch von Verbesserungen durch Apodisierung. Um dies auch in der Praxis zu erproben, ist eine Neuimplementierung sinnvoll, zumal das Resonanzpeakverfahren in seinem Dämpfungsbereich deutlich eingeschränkt ist (siehe Ende des folgenden Abschnitts).

3.2 Resonanzpeak

Das Resonanzpeakverfahren arbeitet im Gegensatz zum Free-Decay-Verfahren mit erzwungener Schwingung. Es wurde am Institut bereits von Bothe [7] angewandt. Die Probe wird mit knapp einem Dutzend verschiedener Frequenzen in der Umgebung ihrer Resonanzfrequenz angeregt, für jede dieser Frequenzen die Amplitude bestimmt und anschließend in die Frequenz-/Amplitudenpaare der Resonanzpeak konventionell mit der Methode der kleinsten Fehlerquadrate hineingefittet.

Als Ausgangspunkt dienen wie beim Free-Decay-Verfahren auch die Ergebnisse des letzten Meßpunktes, nach denen der zu untersuchende Frequenzbereich so gewählt wird, daß ω_0 im Zentrum liegt und er eine Breite von einigen ω_0/Q^{-1} besitzt. Gemäß Definition ist der Kehrwert der Güte gleich der relativen Halbwertsbreite

$$Q^{-1} := \frac{\omega_h - \omega_l}{\omega_r}, \quad (3.11)$$

worin ω_h bzw. ω_l demnach die Frequenzen ober- bzw. unterhalb ω_0 bezeichnen, bei der die Amplitude

$$A(\omega) = \frac{A_0}{\sqrt{(\omega^2 - \omega_r^2)^2 + (2d\omega)^2}}, \quad \omega_r^2 = \omega_0^2 - 2d^2 \quad (3.12)$$

auf $A_0/2$ abgefallen ist. ω_r ist die Resonanzfrequenz des Peaks ($A(\omega_r) = A_{max} = A_0/(2d\omega_r)$), ω_0 und d die Eigenfrequenz respektive der Dämpfungskoeffizient der freien gedämpften Schwingung (vgl. Gleichung 3.2). Selbst für sehr große Dämpfungen $Q^{-1} = 0,1$ ist der vermessene Frequenzbereich noch hinreichend schmal und die Differenz zwischen Anregungs- und Resonanzfrequenz beträgt überall weniger als 10%, so daß $|\omega - \omega_r| \ll \omega_r$ angenommen werden kann. Setzt man ebenso $\omega_r = \omega_0$, vereinfacht sich Gleichung 3.12 unter Beachtung von Gleichung 3.3 zu

$$A(\omega) = \frac{A_0}{\sqrt{(\omega^2 - \omega_0^2)^2 + (Q^{-1}\omega_0^2)^2}} \quad (3.13)$$

Dies ist die vom Algorithmus verwendete Peakfunktion.

Zur Gewinnung der nötigen Frequenz-/Amplitudenpaare wird zunächst mit der Frequenz ω angeregt. Nach einer von der Dämpfung abhängigen Zeit, in der sich die veränderte Hochspannung stabilisieren und der anschließende Einschwingvorgang der Probe bis zu einem vorgegebenen Bruchteil abklingen kann, wird für die Zeit $pT = 2\pi p/\omega$ die Schwingung digitalisiert. Neben der Schwingung werden zusätzlich das Rauschen sowie Störungen durch z. B. Trittschall mit aufgenommen. Würde der Algorithmus sie nicht unterdrücken, wäre keine exakte Amplitudenmessung möglich. Deshalb wird die gewünschte Frequenz mit Hilfe eines der Amplitudenbestimmung beim Free-Decay-Verfahren (Glg. 3.5 und 3.6) äquivalenten Verfahrens herausgefiltert, das eine dem Lock-In-Prinzip vergleichbare frequenzselektive Wirkung besitzt.

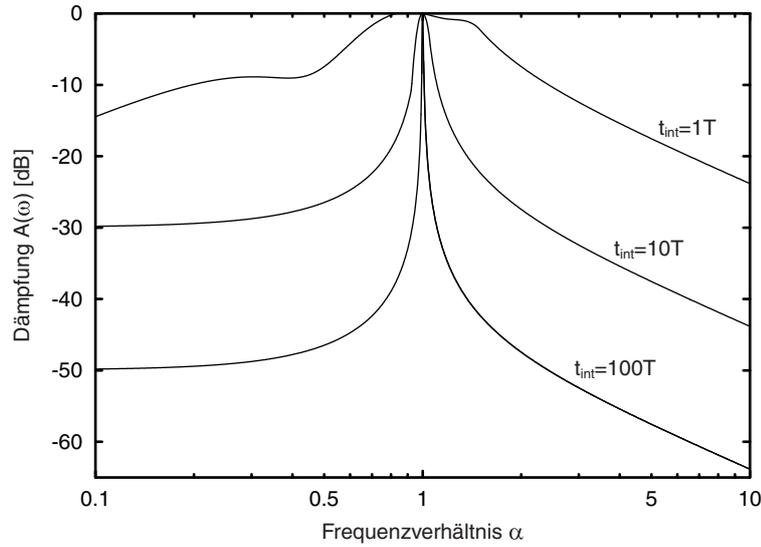


Abb. 3.2: Das Diagramm zeigt die durch das Lock-In-Prinzip theoretisch erreichbare minimale Dämpfung in Abhängigkeit des Frequenzverhältnisses $\alpha = \omega_{\text{stör}}/\omega_{\text{lock-in}}$ für die drei verschiedenen Integrationsdauern T , $10T$ und $100T$ (Periodendauer $T = 2\pi/\omega_{\text{lock-in}}$).

Um die Unterdrückung anderer Frequenzen zu ermitteln, betrachten wir eine Frequenz, angegeben in Vielfachen $\alpha\omega$ der gesuchten Frequenz, und bilden zweimal das Integral aus dem Produkt dieser Frequenz mit einer Sinusfunktion der Anregungsfrequenz über p ganze Perioden, wobei beim zweiten Mal die Sinusfunktion um $\pi/2$ verschoben ist

$$I_1 = \frac{1}{p\pi} \int_0^{pT} \sin(\alpha\omega t) \sin(\omega t) dt = \frac{1}{p\pi(\alpha^2 - 1)} \sin(2p\pi\alpha), \quad (3.14)$$

$$I_2 = \frac{1}{p\pi} \int_0^{pT} \sin(\alpha\omega t) \cos(\omega t) dt = \frac{\alpha}{p\pi(\alpha^2 - 1)} (1 - \cos(2p\pi\alpha)). \quad (3.15)$$

Diese Gleichungen gelten nur für ganze $p \in \mathbb{N}$ und $\alpha \neq 1$. Die Wurzel aus der Summe der Quadrate liefert dann die Funktion

$$A(\alpha) = \sqrt{I_1^2 + I_2^2} = \frac{1}{p\pi|\alpha^2 - 1|} \sqrt{\sin^2(2p\pi\alpha) + \alpha^2 (1 - \cos(2p\pi\alpha))^2}, \quad \alpha \neq 1. \quad (3.16)$$

Die Amplitude für die „Lock-In-Frequenz“ ω ergibt sich aus den Gleichungen 3.5, 3.6 und 3.7, wenn dort $A_n = 1$ gesetzt wird. Sie beträgt $A(\omega) = 1$, so daß Gleichung 3.16 direkt die Dämpfung anderer Frequenzkomponenten gegenüber der Nutzfrequenz ω bei vorgegebenem p beschreibt.

Die Wurzel in Gleichung 3.16 schwankt periodisch zwischen null und 2α

$$A(\alpha) = \begin{cases} 0 & \text{für } \alpha = 1 + \frac{n}{p}, \quad n = 1, 2, \dots \\ \frac{2\alpha}{p\pi(\alpha^2 - 1)} & \text{für } \alpha = 1 + \frac{2n - 1}{2p}, \quad n = 1, 2, \dots \end{cases} \quad (3.17)$$

Betrachtet man die Maxima, fällt also die Amplitude umgekehrt proportional zu p ab, jede Verzehnfachung von p verbessert demnach die Unterdrückung höherer Frequenzen um 20 dB (siehe Abb. 3.2). Zusätzlich fällt die Amplitude mit steigenden Frequenzen asymptotisch um 20 dB pro Dekade, denn für große α wird $A(\alpha) \propto 1/\alpha$.

Für Frequenzen unterhalb von ω gilt dies nicht. Zwar gibt es auch hier Minima bei $\alpha = 1 - n/p$, $n = 1, 2, \dots, p$, für die die Amplitude null wird, jedoch bleiben die Maxima konstant bei $1/(p\pi)$. Damit ist allerdings auch hier die Grunddämpfung mit -10 dB für $p = 1$ und weitere -20 dB je Verzehnfachung ausreichend groß.

Im vorliegenden Meßprogramm wurde $p = 100$ gewählt, womit die Dämpfung bei der doppelten bzw. der halben „Lock-In-Frequenz“ bereits fast -50 dB beträgt. Dieser theoretische Wert wird sich in der Praxis nicht erreichen lassen, da durch die Diskretisierung nur summiert und nicht integriert werden kann. Daher sollte versucht werden, mit möglichst großer Abtastfrequenz die Fehler klein zu halten. Zur Zeit wird 50faches Oversampling verwendet, das gleichzeitig die Nyquist-Frequenz und damit die obere Grenzfrequenz mit 25ω vorgibt. Spätestens bei dieser Frequenz müssen die analogen Tiefpässe des zweistufigen Vibrating-Reed-Verstärkers und der Scopekarte Störfrequenzen hinreichend stark unterdrückt haben.

Das Resonanzpeakverfahren besitzt gegenüber Free Decay eine Reihe prinzipieller Nachteile:

- Zu extrem hohen Dämpfungen $Q^{-1} > 0,1$ hin — dem eigentlichen Einsatzbereich dieser Meßmethode —, wo die Free-Decay-Methode nicht mehr anwendbar ist, wird sich auch der Resonanzpeak dermaßen verbreitert haben, daß die der Gleichung 3.13 zugrundeliegenden Näherungen nicht mehr hinreichend genau erfüllt sind.
- Zusätzlich wird eine eventuelle Frequenzabhängigkeit der zugrundeliegenden mikroskopischen Dämpfungsmechanismen zunehmend verwischt (vgl. auch Abschnitt 5.1.1).
- Zu niedrigen Dämpfungen $Q^{-1} \approx 10^{-4}$ hin ist es durch einen dann zu schmalen Resonanzpeak beschränkt, der nicht mehr exakt genug ausgemessen werden kann, auch weil der Einschwingvorgang nach einem Wechsel der Anregungsfrequenz immer länger dauert und sich während des Ausmessens eines Peaks die Resonanzfrequenz zu stark ändert (siehe Abschnitt 4.4.2). Dies wird umso kritischer, je größer die Heizraten sind.

Der hohe Zeitaufwand zur Bestimmung eines Wertetripels ω_0 , Q^{-1} , A_0 stellt ein grundsätzliches Problem dar. Mit dem jetzigen Aufbau dauert bei einer Dämpfung von $Q^{-1} = 10^{-2}$ ein Schleifendurchlauf mit Messung der Photospannung, Free Decay, Resonanzpeakmethode und zwischendurch immer wieder Aufrufe der Heizungsregelung mindestens eine halbe Minute, von denen das Resonanzpeakverfahren den größten Teil, die Free-Decay-Methode dagegen weniger als drei Sekunden einnimmt.

3.3 Heizungssteuerung

Mit zwei Heizungen, der Konduktionsheizung (obere Heizung) und der Strahlungsheizung (untere Heizung), können Probe und Referenz auf Temperaturen bis 700 °C erhitzt werden, wobei die sinnvolle (d.h. erträgliche räumliche Temperaturgradienten) maximale Heiz-/Abkühlraten in der Größenordnung einiger Kelvin pro Minute liegen.

Die Steuersoftware wird zu Beginn einer Messung mit dem zu durchlaufenden Heizungsprogramm initialisiert, das dann während der Messung selbständig abgearbeitet wird. Ein Heizprogramm besteht aus einer Reihe von Abschnitten mit vorgegebener konstanter Heizrate oder

Heizleistung. Wird das Abbruchkriterium eines Abschnitts erreicht — entweder eine vorgegebene Zeitspanne oder eine Endtemperatur, beginnt ein neuer Abschnitt. Damit ist es möglich, Rampen mit konstanter Heiz- oder Abkühlrate zu fahren oder eine gewisse Temperatur für einige Stunden zu halten. Die Vorgabe der Heizleistung wird im wesentlichen dazu genutzt, um die Heizung abzuschalten und so Langzeitmessungen bei Raumtemperatur durchführen oder nach Ende der eigentlichen Messung noch den Abkühlvorgang bis Raumtemperatur mitmessen zu können, denn mit dem Ende des letzten Heizprogrammabschnitts beendet die Steuersoftware auch die gesamte Messung.

Im Gegensatz zum sonst üblichen Vorgehen, die Temperatur unter Vorgabe eines Sollwertes von einem Regler einstellen zu lassen, kommt bei dieser Apparatur eine zweigeteilte Heizungsansteuerung zur Anwendung:

- Eine Steuerung gibt entsprechend der augenblicklichen Temperatur und der gewünschten Heizrate eine Heizleistung vor,
- die verbleibende Temperaturdifferenz zur Solltemperatur regelt ein PD-Regler⁸ heraus.

Durch diesen Ansatz wird der Regler deutlich entlastet und die ansonsten schwierige Optimierung der Regelparameter verliert an Bedeutung. So kann die Schleifenverstärkung im Proportionalteil zur Vorbeugung von Schwingungen ruhig etwas kleiner gewählt werden, obwohl sich hierdurch der Proportionalfehler erhöht. Denn es wird statt der vollen Differenz zwischen Raumtemperatur und Solltemperatur nur die kleine Differenz zum Schätzwert von der Steuerung geregelt. Je nach dessen Qualität kann diese Differenz deutlich kleiner als 20 K sein und der Proportionalfehler sinkt auf wenige Kelvin. Deshalb kann auch auf die Verwendung eines PID-Reglers⁹ verzichtet werden, der zwar durch den zusätzlichen Integralterm keinen Proportionalfehler besitzt, jedoch das schlechtere Einschwingverhalten bzw. die größere Schwingneigung im Vergleich zum PD-Regler zeigt. Der Differentialterm des Reglers soll helfen, die typischerweise beim Übergang zwischen zwei Heizkurvenabschnitten auftretenden abrupten Heizratenwechsel schneller nachzuregeln.

Geregelt und gesteuert wird nicht die Referenz- bzw. Proben temperatur sondern die Temperatur der beiden Heizungen. Die Gründe hierfür sind,

- daß die Temperatur direkt an einer Heizung schneller auf Änderungen der Heizleistung reagiert und so die Regelparameter größer gewählt werden können, ohne gleich Eigenschwingungen des Regelkreises zu provozieren, und
- daß die Thermolemente an den Heizungen fest montiert sind und somit zuverlässiger arbeiten als die nach jedem Probenwechsel neu zu befestigenden Thermolemente an der Referenz.

Die Solltemperatur der oberen Heizung ist gleich der Solltemperatur der Probe, die der unteren liegt dagegen höher, um die Strahlungsverluste durch die jeweils vier Öffnungen in Heizung und Strahlungsschild auszugleichen. Als Abschätzung für die Größe dieses Verlustes wurde angenommen, die Strahlungsheizung und die vier Öffnungen seien schwarze Strahler mit den

⁸Proportional-Differential-Regler. Die Differenz zwischen Ist- und Sollwert (Proportionalterm) sowie die Abweichung der tatsächlichen Heizrate von der vorgegebenen (Differentialterm) werden, jeweils multipliziert mit einem entsprechenden Koeffizienten (Regelparameter), aufsummiert und bilden so die Stellgröße des Reglers.

⁹PD-Regler mit zusätzlichem Integralterm, in dem die Differenzen zwischen Ist- und Sollwert aufsummiert werden, und welcher wie P- und D-Term mit eigenem Koeffizienten multipliziert in die Summation für die Stellgröße eingeht.

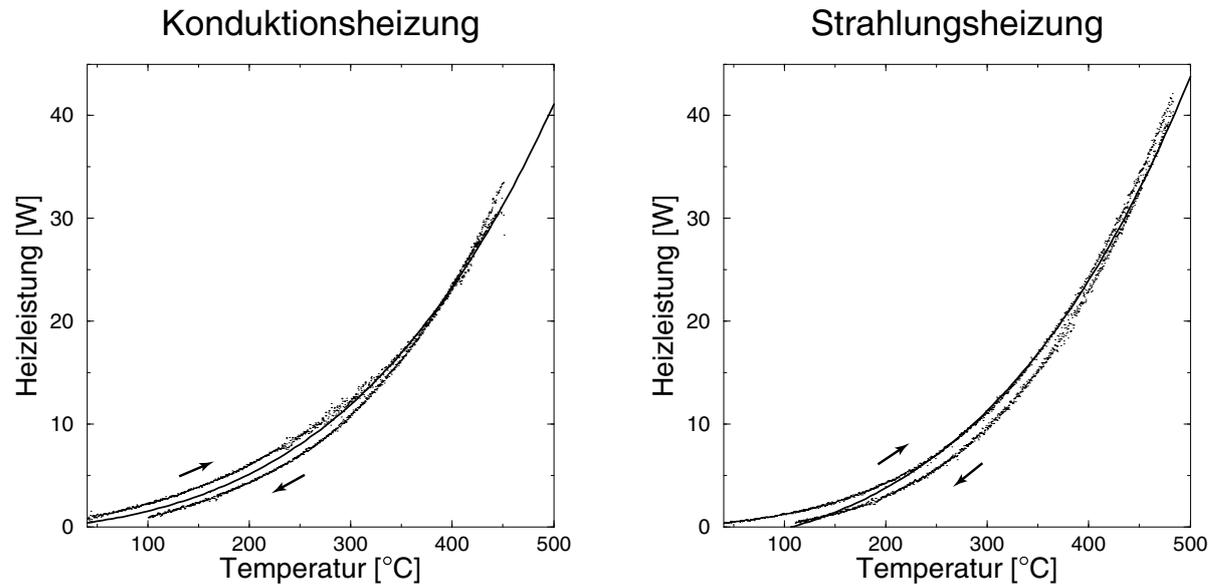


Abb. 3.3: Fit nach Gleichung 3.19 über die Heizleistungen bei einem Heizprogramm bis 450°C mit $\pm 0,5\text{ K/min}$. Unter der Annahme eines schwarzen Strahlers und Vernachlässigung von Wärmeleitung steigt die Heizleistung annähernd mit der vierten Potenz der absoluten Temperatur (durchgezogene Linie). Offensichtlich ist die Potenz vier nicht ganz passend, aber als Näherung ist die Annahme ausreichend. Fitergebnisse: Konduktionsheizung $P = 1,17 \cdot 10^{-10}\text{ W/K}^4 \cdot T^4 - 0,7\text{ W}$, Strahlungsheizung $P = 1,30 \cdot 10^{-10}\text{ W/K}^4 \cdot T^4 - 2,7\text{ W}$.

Temperaturen T_h bzw. $T_{\ddot{o}}$ und den Oberflächen A_h bzw. $A_{\ddot{o}}$. Die abgestrahlte Energie soll gleich der einer überall mit der Temperatur T strahlenden Gesamtfläche sein

$$(A_h + A_{\ddot{o}})T^4 = A_h T_h^4 + A_{\ddot{o}} T_{\ddot{o}}^4 \quad \Leftrightarrow \quad T_h = \sqrt[4]{\left(1 + \frac{A_{\ddot{o}}}{A_h}\right) T^4 - \underbrace{\frac{A_{\ddot{o}}}{A_h} T_{\ddot{o}}^4}_{\approx 1\text{ W}}} \quad (3.18)$$

Das Verhältnis¹⁰ $A_{\ddot{o}}/A_h = 18\%$ wurde so gewählt, daß der Temperaturgradient längs der Referenz minimal wird. Um die sofortige Wirkung der Strahlungswärme im Gegensatz zur Konduktionswärme zu berücksichtigen, wird als Solltemperatur T für die untere Heizung der etwa 40 s zurückliegende Sollwert der oberen Heizung verwendet¹¹. Dadurch erreicht die Wärme die Probe von beiden Heizungen zur selben Zeit. Die Probentemperatur ist um diese Zeitdifferenz gegenüber dem vom Heizprogramm vorgegeben Wert verzögert. Ohne diese Korrektur würde sich der Temperaturgradient mit steigender Heizrate vergrößern.

Die Heizungssteuerung bestimmt die Schätzwerte der Heizleistungen unter Berücksichtigung der beiden folgenden Punkte:

- Mit der Temperatur vergrößert sich die Leistung, die nötig ist, die Temperatur konstant zu halten, da der auszugleichende Wärmeverlust durch Strahlung und Konduktion mit

¹⁰Das wirkliche Verhältnis beträgt $A_{\ddot{o}}/A_h = 3,3\%$. Heizungsflächen unterhalb der Enden von Referenz und Probe haben weniger Einfluß auf deren Temperatur als die Öffnungen. Zudem wird das die Strahlungsheizung nach unten hin abschließende Blech nicht die gesamte Infrarotstrahlung reflektieren (vgl. Abb. 2.4).

¹¹Die Wärme der Konduktionsheizung erreicht das Thermoelement in der Einspannung erst nach etwa 45 s, das Thermoelement an der Strahlungsheizung reagiert dagegen nur 5 s verzögert. Die Schwingungen in Abb 3.4 links sind auf diese große Verzögerung zurückzuführen, die keine gute Regelung erlauben.

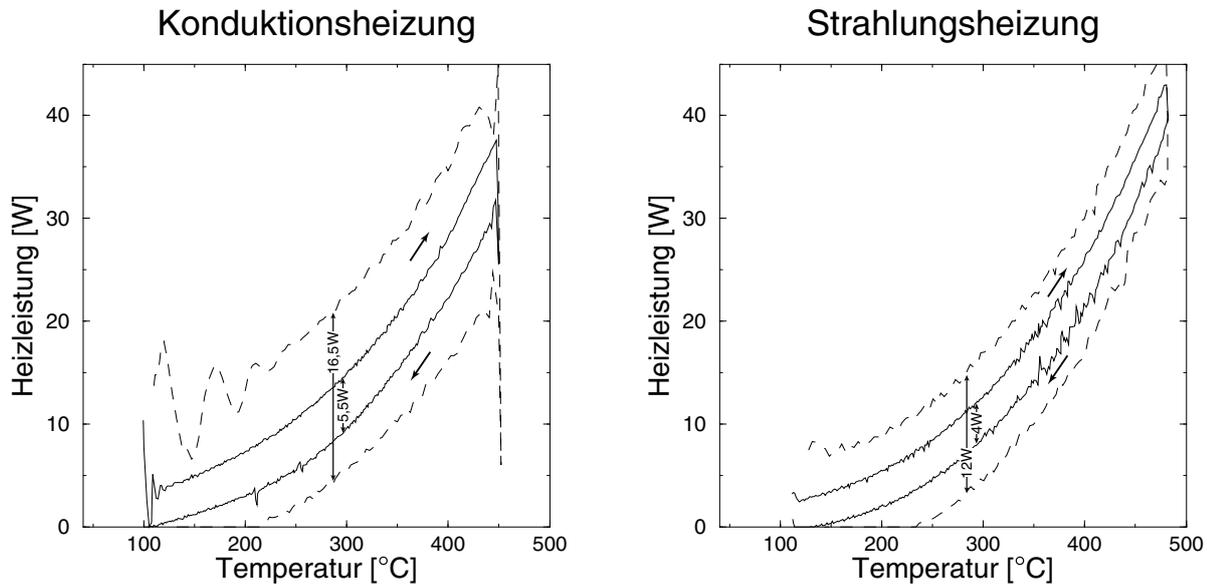


Abb. 3.4: Bedingt durch die Wärmekapazität der Heizung ist die Heizleistung beim Aufheizen größer als beim Abkühlen (vgl. Gleichung 3.20). Die Temperaturänderung beträgt bei den durchgezogenen Kurven $\pm 1,5$ K/min, bei den gestrichelten $\pm 4,5$ K/min. Zusammen mit den eingetragenen Leistungsdifferenzen ergibt sich für die Konduktionsheizung eine Wärmekapazität von etwa 100 J/K, für die der Strahlungsheizung 80 J/K.

der Temperatur ansteigt. Die Leistungen lassen sich mit Hilfe eines stufenförmigen Heizprogramms oder wie in Abb. 3.3 gezeigt, aus einem Peak mit kleiner Heiz- und Abkühlrate bestimmen. Verwendet man zum Fitten nur die Temperaturdifferenz zur Raumtemperatur und die vierte Potenz der absoluten Temperatur sowie einen konstanten Offset, der die von der Umgebung eingestrahlte, weitgehend konstante Leistung berücksichtigt, so ergibt sich immer ein physikalisch unsinniger negativer Wärmeleitungskoeffizient¹². Deshalb wurde der Konduktionsanteil vernachlässigt und über

$$P = cT^4 - P_0 \quad (3.19)$$

c und P_0 bestimmt. Während dies bei der Strahlungsheizung noch plausibel erscheint, überrascht es, daß offensichtlich auch die Konduktionsheizung fast ausschließlich über Strahlungsverluste abkühlt. Das größere P_0 der Strahlungsheizung wird durch die sie wärmende Halogenlampe von der Schwingungsmessung verursacht.

- Die zur Erzielung einer gewissen Heizrate \dot{T} nötige Leistung P hängt gemäß

$$\Delta T = C \Delta Q \quad \Leftrightarrow \quad \dot{T} = CP \quad (3.20)$$

von der Wärmekapazität C der Heizung ab (Q bezeichnet die eingebrachte Wärmemenge). Sie läßt sich aus zwei Rampen mit unterschiedlichen Heizraten \dot{T}_1 und \dot{T}_2 ermitteln über

$$C = \frac{P_1 - P_2}{\dot{T}_1 - \dot{T}_2}. \quad (3.21)$$

¹²Ursache ist die nicht ganz korrekte vierte Potenz, da ja eigentlich keine schwarzen Strahler vorliegen.

Abb. 3.4 zeigt anhand von tatsächlich während einer Messung programmierten Heizleistungen deutlich die (fast) gleichbleibende, von der Temperatur unabhängige Differenz der Heizleistungen sowie die Proportionalität zur Heizratendifferenz.

Die Steuerung bestimmt etwa 90% der Heizleistungen, den restlichen Fehler von 10% übernimmt der PD-Regler. Die Heizungssoftware arbeitet voll zufriedenstellend, läßt sich aber sicher noch weiter optimieren vor allem im Hinblick auf die in Abschnitt 4.3.2 angedeutete Problematik, daß die Proben- und Referenztemperatur evtl. deutlich voneinander abweichen könnten.

Wie in Abschnitt 2.4.1 beschrieben, steht nur ein Netzgerät für beide Heizungen zur Verfügung. Um trotzdem die Heizungen mit unterschiedlichen Leistungen betreiben zu können, wird die Heizung, die gerade mit geringerer Spannung zu betreiben wäre, ständig ein- und ausgeschaltet und so eine mittlere Heizleistung erzeugt. Die Schaltfrequenz liegt dabei unter einem halben Hertz, doch durch die relativ große Wärmekapazität und der damit verbundenen Trägheit einer Heizung stellt sich trotzdem die gewünschte gleichbleibende Heizungstemperatur ein. Zur genauen Arbeitsweise der Heizungspulsung sei auf den Quellcode der entsprechenden Turbo-Pascal Unit „heater4.pas“ in Anhang A.4 verwiesen.

Kapitel 4

Versuchsdurchführung und Auswertung

4.1 Probenpräparation

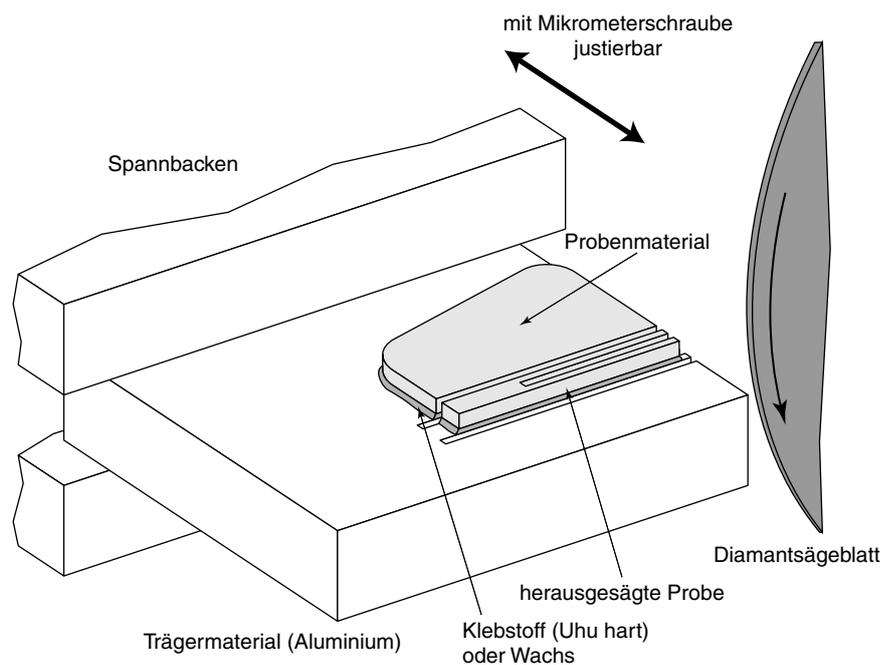


Abb. 4.1: Präparation dicker Proben. Mit einer Diamantkreissäge wird durch drei parallele Schnitte aus dem Bulkmaterial eine Probe herausgesägt.

Zur Herstellung einer stimmgabelähnlichen Probe muß das Probenmaterial in Form eines massiven¹, mindestens 1 mm starken Blocks vorliegen. Das Material wird mit Wachs oder „Uhu hart“ auf einem dicken und gut sägbaren Trägermaterial wie Aluminium fixiert (siehe Abb. 4.1). Mit einer Diamantkreissäge werden langsam und unter ständiger Wasserkühlung drei parallele

¹Zur Herstellung massiver Proben aus metallischem Glas eignen sich nur solche Legierungen, die auch bei geringen Abkühlraten von lediglich 1 K/s nicht auskristallisieren, wie z. B. das in Abb. 4.12 vermessene Pd₄₀Ni₄₀P₂₀.

Schnitte gesägt, von denen die beiden äußeren das Probenmaterial vollständig durchtrennen und der mittlere einen etwa zwei Drittel der Probenlänge messenden Spalt mit der Stärke des Sägeblattes hinterläßt. Die verwendete Kreissäge besitzt eine per Mikrometerschraube gegen das Sägeblatt verschiebbare Einspannung. Die Dicken der beiden Stimmgabelhälften ließen sich mit der zur Verfügung stehenden Säge leider nur auf etwa $50\ \mu\text{m}$ genau sägen, da das Diamantsägeblatt in seitlicher Richtung wenig Stabilität besitzt. Hier könnte die Verwendung einer Innenlochsäge² Abhilfe schaffen.

Durch jeweils zwei weitere Schnitte können gleich mehrere Proben hergestellt werden. Anschließend muß mit Aceton die Klebung aufgelöst, die Probenoberfläche gesäubert und mit destilliertem Wasser und Ethanol nachgespült werden.

Vor allem beim Sägen metallischer Gläser ist eine Erwärmung des Materials, notfalls durch noch langsames Sägen, zu verhindern, um jedwede vorzeitige Relaxation auszuschließen. Mehrere mit unterschiedlicher Geschwindigkeit gesägte Proben könnten über den Einfluß von relaxierten Probenoberflächen Aufschluß geben. Eventuell könnte nach dem Sägen auch die Probenoberfläche abgeätzt werden.

Dünne Proben werden mit der Schere aus den meist im „melt spinning“-Verfahren³ hergestellten amorphen Bändern herausgeschnitten und danach wie die dicken Proben gesäubert.

4.2 Versuchsdurchführung

Nachdem die Proben geschnitten und gesäubert sind, werden sie in den Probenträger eingespannt. Anschließend wird mit dem Abbe-Komparator⁴ (Jenoptik [34] Abbe-Komparator Modell B) der durch Probenende und Ende der Referenz gebildete Spalt vermessen. Die mit dem Abbe-Komparator erreichbare Genauigkeit ist besser als $1\ \mu\text{m}$, jedoch sind die Kanten je nach Bearbeitungssorgfalt bis zu $50\ \mu\text{m}$ gekrümmt. Dies hat nur insofern Einfluß auf die Meßgenauigkeit, als daß die Höhe eines flächengleichen rechteckigen Spaltes geschätzt werden muß und beim Schätzen zwangsläufig Fehler entstehen.

Der Probenträger wird in den Rezipienten gehängt und die Vibrating-Reed-Messung entsprechend Abschnitt 2.6.1 justiert. Das Vakuum kann jetzt erzeugt werden. Wie in Abschnitt 3.1 und 3.2 dargestellt, benötigen beide Meßroutinen Startwerte, welche normalerweise die Ergebnisse des vorhergehenden Meßpunktes sind. Deshalb müssen für den ersten Meßpunkt brauchbare Startwerte gefunden werden, wobei vor allem die Resonanzfrequenz entscheidend ist. Zu diesem Zweck bietet das Meßprogramm die Möglichkeit, mit einem Frequenzsweep eine der Resonanzfrequenzen aufzuspüren und als Startwert zu verwenden. Hierbei ist bei den stimmgabelförmigen Proben darauf zu achten, daß auch tatsächlich die Frequenz der gegenphasigen Schwingung gefunden wird und nicht die der gleichphasigen, deren Frequenz etwa 10 % kleiner ist. Andernfalls findet keine Entkopplung von der Einspannung statt und es treten unerwünsch-

²Ringförmiges Sägeblatt, das außen eingespannt wird und mit der Innenkante sägt.

³Flüssiges Material wird auf eine schnell rotierende, gekühlte Kupfertrommel gespritzt, wodurch es mit ca. $10^6\ \text{K/s}$ abkühlt und so die ungeordnete „Struktur“ der flüssigen Phase als amorphe Struktur im erstarrten Zustand weitgehend erhalten bleibt.

⁴Der Abbe-Komparator besteht aus einem, in einer Richtung um etwa 20 cm gegen zwei feststehende Mikroskope, exakt parallel zu seiner Oberfläche verschiebbaren Tisch. Auf dessen einen Hälfte liegt die Probe, auf der anderen ist ein 20 cm langer Maßstab mit Mikrometer-Teilung in Verschiebungsrichtung befestigt. Maßstab und Probe werden durch jeweils ein Mikroskop betrachtet, so daß durch die Verschiebung des Tisches mit Hilfe des Probenmikroskops zwei Punkte der Probe nacheinander an exakt dieselbe Stelle gebracht werden können und dann die dazu nötige Verschiebung des Tisches mit Hilfe des anderen Mikroskops am Maßstab mit etwa $0,1\ \mu\text{m}$ Auflösung abgelesen werden kann.

te Dämpfungspeaks durch die zum Mitschwingen angeregte Einspannung auf.

Nachdem die Messung durchgeführt wurde, sollte der Spalt erneut unter dem Abbe-Komparator vermessen und seine Höhe auf Schlüssigkeit mit der Anfangshöhe und den Photospannungen zu Beginn und nach Abschluß der Messung überprüft werden. Nach Ausspannen der Probe kann auch die Referenz entnommen und ihre effektive Länge für die Dilatometrie bestimmt werden. Dabei hilft der Abdruck, den das Stegplättchen auf den zumeist weichen hochreinen Metallen hinterläßt⁵. Zusätzlich sollte die Probendicke und -breite vermessen werden, da für eine spätere Bestimmung des absoluten Elastizitätsmoduls die genaue Probengeometrie bekannt sein muß⁶. In den beiden folgenden Abschnitten soll neben der Auswertung der vom Meßprogramm gelieferten Größen Photospannung, Eigenfrequenz und Dämpfung näher auf die Genauigkeit der ermittelten Meßwerte eingegangen werden. Denn so einfach die Längenmessung vom Prinzip her arbeitet, so schwierig ist die konkrete Umsetzung im Hinblick auf tolerierbare Meßfehler. Sie stellt das Sorgenkind dieser Apparatur dar, da die besonders bei großen Heizraten auftretenden Meßfehler derart groß werden können, daß selbst eine qualitative Beurteilung kaum sinnvoll erscheint⁷. So werden in Abschnitt 4.3.2 verschiedene, größtenteils mit der Temperatur in Zusammenhang stehende Fehlerquellen vorgestellt und versucht, ihre Auswirkung auf die Genauigkeit der Dilatometrie zu quantifizieren. Die Schwingungsmessung ist gegen diese thermisch bedingten Fehler im wesentlichen unempfindlich. Einzig die Zuordnung der gemessenen Frequenz und Dämpfung zur Temperatur ist mit einer gewissen Unsicherheit verbunden. Dafür existieren andere Fehlerquellen, auf die zum Schluß in Abschnitt 4.4.2 näher eingegangen wird.

4.3 Dilatometrie

4.3.1 Ausdehnungskoeffizient

Zunächst sei anhand Abb. 4.2 die Berechnung des Längenausdehnungskoeffizienten der Probe α_{pr} erläutert. Eine handliche Formel, an der die prinzipielle Wirkungsweise gut verständlich ist, ergibt sich, wenn man die Länge als lineare Funktion der Temperaturdifferenz $\Delta T = T - T_0$ zur Temperatur T_0 am Beginn der Messung annimmt

$$\begin{aligned} l_{pr}(T) &= l_{pr,0}(1 + \alpha_{pr}\Delta T), \\ l_{ref}(T) &= l_{ref,0}(1 + \alpha_{ref}\Delta T), \end{aligned} \quad (4.1)$$

wobei $l_{ref,0}$ bzw. $l_{pr,0}$ die Längen zu Beginn der Messung bedeuten. Da die Lochbreite sich in gleichem Maße wie die Referenzlänge ausdehnt⁸

$$\frac{b_{sp}(T)}{b_{sp,0}} = \frac{l_{ref}(T)}{l_{ref,0}}, \quad (4.2)$$

kann man für die der relativen Flächenänderung des Spaltes direkt proportionale relative Änderung der Photospannung unter Beach-

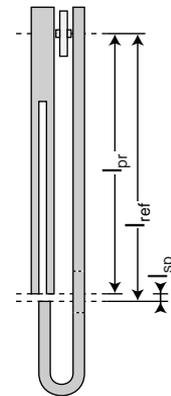


Abb. 4.2: Für die Dilatometrie wichtige Längen.

⁵Zur Unterscheidung von Abdrücken früherer Messungen empfiehlt sich ein Kratzer senkrecht über alle Abdrücke hinweg, der dann nur von einem neuen Abdruck bedeckt werden kann.

⁶Wie in Abschnitt 4.4.1 ausgeführt, ist allerdings die Meßgenauigkeit für eine exakte Absolutmessung des Moduls selten ausreichend.

⁷Wenn sich z. B. die Probe stärker auszudehnen scheint als die Referenz, obwohl die Probe den kleineren Ausdehnungskoeffizienten besitzt.

⁸Gilt nur für kubische Gittertypen.

tung von $l_{sp} = l_{ref} - l_{pr}$ schreiben

$$\begin{aligned}
\frac{\Delta U}{U_0} &= \frac{\Delta A}{A_0} = \frac{\Delta b_{sp}(T)}{b_{sp,0}} \frac{\Delta l_{sp}(T)}{l_{sp,0}} = \frac{\Delta l_{ref}(T)}{l_{ref,0}} \frac{\Delta l_{sp}(T)}{l_{sp,0}} \\
&= \frac{l_{ref,0}(1 + \alpha_{ref}\Delta T) - l_{ref,0}}{l_{ref,0}} \frac{l_{ref,0}(1 + \alpha_{ref}\Delta T) - (l_{ref,0} - l_{sp,0})(1 + \alpha_{pr}\Delta T) - l_{sp,0}}{l_{sp,0}} \\
&= \alpha_{ref}\Delta T \frac{l_{ref,0}(\alpha_{ref} - \alpha_{pr})\Delta T + l_{sp,0}\alpha_{pr}\Delta T}{l_{sp,0}} \\
&= \alpha_{ref}\Delta T \frac{l_{ref,0}}{l_{sp,0}} \left(\alpha_{ref} - \left(1 - \frac{l_{sp,0}}{l_{ref,0}}\right) \alpha_{pr} \right) \Delta T. \tag{4.3}
\end{aligned}$$

Hierin bezeichnen U_0 und A_0 Photospannung bzw. Öffnungsfläche bei der Ausgangstemperatur T_0 . Durch Umstellen ergibt sich der gesuchte Ausdehnungskoeffizient

$$\alpha_{pr} = \frac{l_{ref,0}}{l_{pr,0}} \left(\alpha_{ref} - \frac{1}{\alpha_{ref}\Delta T} \frac{l_{sp,0}}{l_{ref,0}} \frac{\Delta U(T)/\Delta T}{U_0} \right). \tag{4.4}$$

Die Änderung der Photospannung gibt demnach die Differenz der Ausdehnungskoeffizienten zwischen Probe und Referenz wieder, und zwar verstärkt um das Verhältnis $l_{ref,0}/l_{sp,0}$. Es beträgt beim vorliegenden Aufbau typischerweise etwa 100. Vernachlässigt man den Korrekturterm für die Breitenausdehnung $1/(\alpha_{ref}\Delta T)$, was bei Metallen und $\Delta T = 400$ K zu etwa 1 % Fehler in der Differenz zu α_{ref} führt, und nimmt man einen absoluten Fehler von ca. 1 % durch Gleichsetzen von Proben- und Referenzlänge in Kauf, erhält man als Faustformel für die schnelle Kontrolle der Meßergebnisse anhand der Steigung $\Delta U/\Delta T$ der Photospannungskurve

$$\alpha_{pr} = \alpha_{ref} - \frac{l_{sp,0}}{l_{ref,0}} \frac{\Delta U/\Delta T}{U_0}. \tag{4.5}$$

Natürlich ist der Ausdehnungskoeffizient nicht temperaturunabhängig wie Abb. 4.3 anhand des als Referenzmaterial eingesetzten reinen Aluminiums zeigt. Er läßt sich genau berechnen, indem zuerst aus dem auf die Photospannung zu Beginn der Messung normierten $U(T)$ -Verlauf

$$\frac{U(T)}{U_0} = \frac{b_{sp}(T)}{b_{sp,0}} \frac{l_{sp}(T)}{l_{sp,0}} = \frac{l_{ref}(T)}{l_{ref,0}} \frac{l_{ref}(T) - l_{pr}(T)}{l_{sp,0}} \tag{4.6}$$

die Länge der Probe in Abhängigkeit der Temperatur berechnet wird. Durch numerisches Differenzieren der nach der Probenlänge aufgelösten Funktion 4.6 oder durch Ableiten einer daran angefitzten Potenzreihenentwicklung kann der gesuchte Ausdehnungskoeffizient bestimmt werden

$$\alpha_{pr}(T) = \frac{1}{l_{pr}(T)} \frac{dl_{pr}(T)}{dT} = \frac{1}{l_{pr}(T)} \frac{d}{dT} \left(l_{ref}(T) - \frac{l_{ref,0}}{l_{ref}(T)} \frac{U(T)}{U_0} l_{sp,0} \right). \tag{4.7}$$

In jedem Fall muß dafür der genaue $\alpha_{ref}(T)$ -Verlauf bekannt sein, denn mit seiner Genauigkeit steht und fällt die absolute Genauigkeit des Endergebnisses.

4.3.2 Fehlerquellen

Die im letzten Abschnitt hergeleitete Verstärkung der Photospannungsänderung durch die Verwendung einer Referenz ist der wesentliche Grund für ihren Einsatz, obwohl dies, wie weiter

⁹Zwischen Volumen- und Längenänderung besteht bei kubischen Gittertypen der Zusammenhang $1 + \gamma = (1 + \alpha)^3$ oder in sehr guter Näherung $\gamma = 3\alpha$.

¹⁰Unter dem mittleren Ausdehnungskoeffizienten versteht man $\bar{\alpha} := (l_2 - l_1)/(l_1(T_2 - T_1))$. Es kommt auch vor, daß als Bezugsgröße nicht die Länge l_1 bei der Temperatur T_1 gewählt wird, sondern die Bezugsgröße bei einer anderen ausgezeichneten Temperatur liegt wie beispielsweise dem Nullpunkt der verwendeten Temperaturskala.

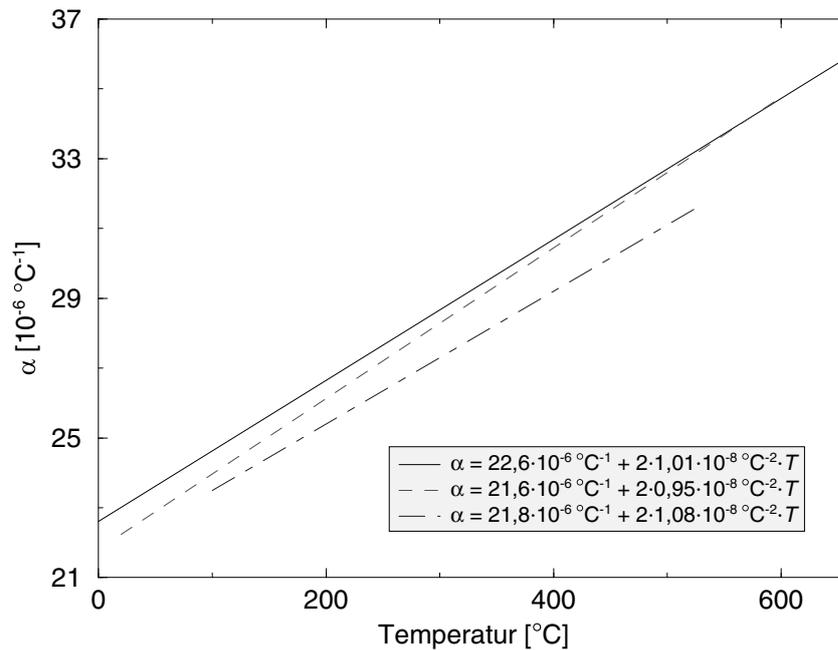


Abb. 4.3: Längenausdehnungskoeffizient von festem Aluminium von bis zu seiner Schmelztemperatur $658,6\text{ °C}$. Durch numerische Differentiation einer quadratischen Approximation der relativen Längenausdehnung $l/l_0 = 1 + \alpha'(T - T_0) + \alpha''(T - T_0)^2$ ergeben sich die dargestellten Kurven mit $\alpha(T) = \alpha' + 2\alpha''(T - T_0)$, wobei $T_0 = 0\text{ °C}$ gewählt wurde. Der obersten Kurve liegen sieben entsprechend umgerechnete Daten zur Volumenausdehnung⁹ zugrunde, die zur mittleren Gerade gehörende Längenänderung war bereits als quadratische Funktion angegeben, die untere wurde aus drei mittleren¹⁰ Ausdehnungskoeffizienten $20\text{ °C} \dots 300/400/500\text{ °C}$ berechnet (alle Daten aus Landold-Börnstein [21]). Bei den Auswertungen in Kapitel 5 findet die durchgezogene Linie Anwendung.

unten gezeigt wird, erhebliche Probleme mit sich bringt. Im Prinzip wäre es denkbar, einfach eine Öffnung in das Probenmaterial zu bohren und deren Ausdehnung zu beobachten. Allerdings ergäben sich bei Metallen und $\Delta T = 400\text{ K}$ gerade einmal 2% absolute Photospannungsänderung. Die an der Dilatometrie beteiligten Geräte reagieren jedoch selbst mehr oder weniger empfindlich auf Raumtemperaturänderungen:

- Die LED-Intensität nimmt mit steigender Temperatur um etwa -8000 ppm/K ab¹¹. Die die Temperatur stabilisierende Temperaturregelung begrenzt nach Herstellerangaben die Schwankungen auf kurzzeitig $0,01\text{ °C}$ entsprechend 80 ppm . Angaben über die Langzeitstabilität fehlen leider. Der Intensitätsabfall durch Alterung der LED erreicht bei einer Lebensdauer von minimal 100000 Stunden ¹² maximal -170 ppm pro Tag. Bei der Langzeitmessung Abb. 4.6 über eine Woche hätte neben der Intensitätsabnahme durch Verringerung des LED-Stroms eine Lebensdauer von 100000 Stunden zu einem

¹¹Ermittelt durch Veränderung der Solltemperatur am Temperaturstabilisator um 3 K . Inwieweit die am Controller eingegebenen Koeffizienten der Steinhart-Hart-Gleichung (vgl. Abschnitt 2.5.4) exakt zum verwendeten Thermistor passen, und ob folglich die Temperaturdifferenz tatsächlich 3 K betrug, wurde nicht ermittelt, sondern unverändert vom Vorgänger übernommen.

¹²Die Lebensdauer ist die Zeit, in der die Intensität auf die Hälfte ihres Anfangswertes abfällt. Typisch sind etwa 10^5 h , wenn die LED mit dem im Datenblatt angegebenen Maximalstrom betrieben wird. Eine Halbierung des Stroms verzehnfacht fast die Lebensdauer [25].

zusätzlichen, ähnlich großen Intensitätsverlust wie dem dort aufgetragenen von ca. 0,1 % führen müssen, welcher jedoch nicht zur beobachten war. Demnach wird bei dem gewählten Strom die Lebensdauer der LED deutlich größer sein.

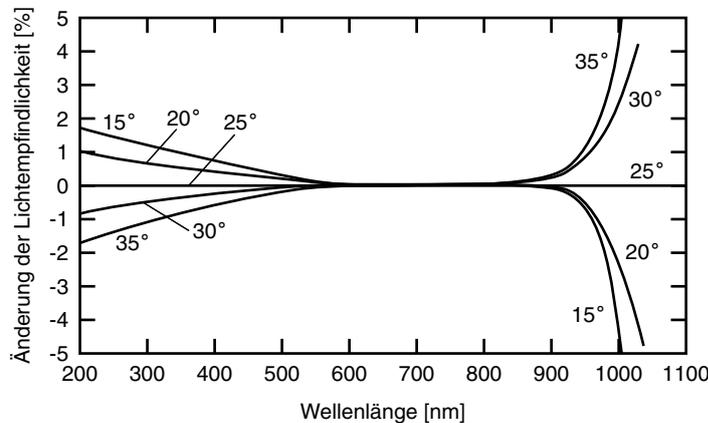


Abb. 4.4: Temperaturabhängigkeit der spektralen Lichtempfindlichkeit von Silizium-Photodioden. Im Bereich roten Lichts $\lambda_{rot} \geq 600$ nm wird der Temperaturkoeffizient $TK < 10$ ppm/K ($= TK(600nm)$) [44].

- Wie Diagramm 4.4 zeigt, ist der Temperaturkoeffizient der Lichtempfindlichkeit einer Siliziumphotodiode bei rotem Licht fast null (< 10 ppm/K) und damit hier vernachlässigbar.
- Ebenso vernachlässigbar ist der Temperaturkoeffizient des Keithley 199 Scanner Digitalmultimeters. Er ist vom Hersteller mit 8 ppm/K (30V-Bereich, Photospannung) bzw. 9 ppm/K (300mV-Bereich, Temperaturmessung) angegeben. Die Fehler durch Schwankungen im letzten Digit des $5\frac{1}{2}$ -stelligen Multimeters betragen ± 17 ppm bzw. ± 25 ppm.

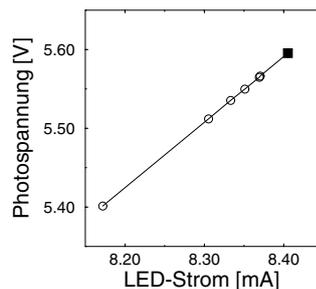


Abb. 4.5: Photospannung in Abhängigkeit des mittleren LED-Stroms. Das Quadrat kennzeichnet den normalen Betriebsstrom.

- Der Lock-In-Verstärker besitzt gemäß Datenblatt einen Temperaturkoeffizienten von < 150 ppm/K (typisch 100 ppm/K). Dies dürfte sich auf den ursprünglichen Einsatzzweck der Längenmessung mit Dehnungsmeßstreifen beziehen. Obwohl die Intensität einer LED proportional zum Stromfluß ist, wirken sich aufgrund der exponentiell ansteigenden Strom-Spannungs-Kennlinie der Leuchtdiode beim vorliegenden Aufbau Änderungen im mittleren LED-Strom durch Schwankungen der Brückenspannung um 25 % stärker auf

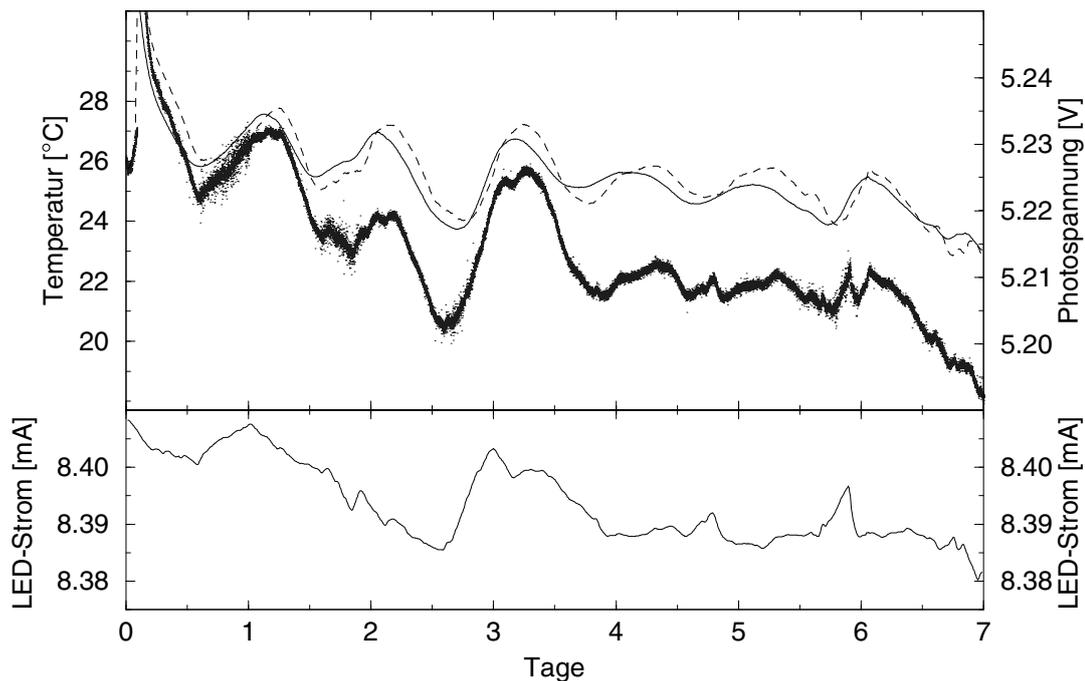


Abb. 4.6: Vitrovac 0080 ($\text{Ni}_{78}\text{Si}_8\text{B}_{14}$) vor Reinaluminiumreferenz ohne Heizen im Vakuum (ca. 1 mbar). Dargestellt sind die Temperaturschwankungen der Einspannung (durchgezogene Linie) und die dadurch verursachten Schwankungen der gemessenen (Punktwolke) sowie der um die Stromschwankungen korrigierten Photospannung (gestrichelte Linie). Photospannung und Temperatur wurden entsprechend der aus Abb. 4.7 ermittelten Steigung auf gleiche Größe skaliert.

die Intensität aus (vgl. Abb. 4.5). Es wäre zu überlegen, ob die eingeschränkte Langzeitstabilität der Brückenspannung, wie die Langzeitmessung Abb. 4.6 an der unteren Kurve deutlich zu erkennen, und der im Vergleich zu anderen Meßgeräten wie dem im vorigen Punkt aufgeführten Keithley Digitalmultimeter sehr große Temperaturkoeffizient den Lock-In-Verstärker für diesen Einsatzzweck nicht disqualifiziert.

Bei dieser Langzeitmessung wurde eine Woche lang ohne Verwendung der Heizungen die Temperatur nur durch die im Tagesrhythmus schwankende Raumtemperatur bestimmt. Aus dem LED-Strom läßt sich der Temperaturkoeffizient der Brückenspannung mit etwa $+600$ ppm/K abschätzen, was einer Meßwertänderung von $+750$ ppm/K entspricht (vgl. Abb. 4.5). Die Abnahme des LED-Stroms diente daher im oberen Diagrammteil zur Korrektur der Photospannung und lieferte die gestrichelt gezeichnete Kurve, die danach recht gut den Temperaturschwankungen folgt. Allerdings hinkt sie der Temperatur der Einspannung um ein bis zwei Stunden hinterher. Offensichtlich erfolgt der Wärmetransport zur Probe durch Konduktion über Probenträger und Einspannung¹³. Trägt man (die zeitlich verschobene) Photospannung über der Temperatur auf (Abb. 4.7), ergibt sich trotzdem keine Linie, sondern es treten mehr oder weniger große Schleifen auf. Denkbare Ursachen für diese Fehler sind z. B. eine nicht exakt genug bekannte Referenztemperatur (kleiner Fehler bei der Bestimmung des Shuntwiderstands des Temperaturmeß-ICs), Schwankungen der LED-Temperatur durch nicht perfekte Langzeitstabilität des Tempe-

¹³Die Temperatur der Einspannung hinkt der Raumtemperatur (Temperatur der schwebenden Referenz, in Abb. 4.6 nicht eingezeichnet) wiederum um etwa zwei Stunden hinterher.

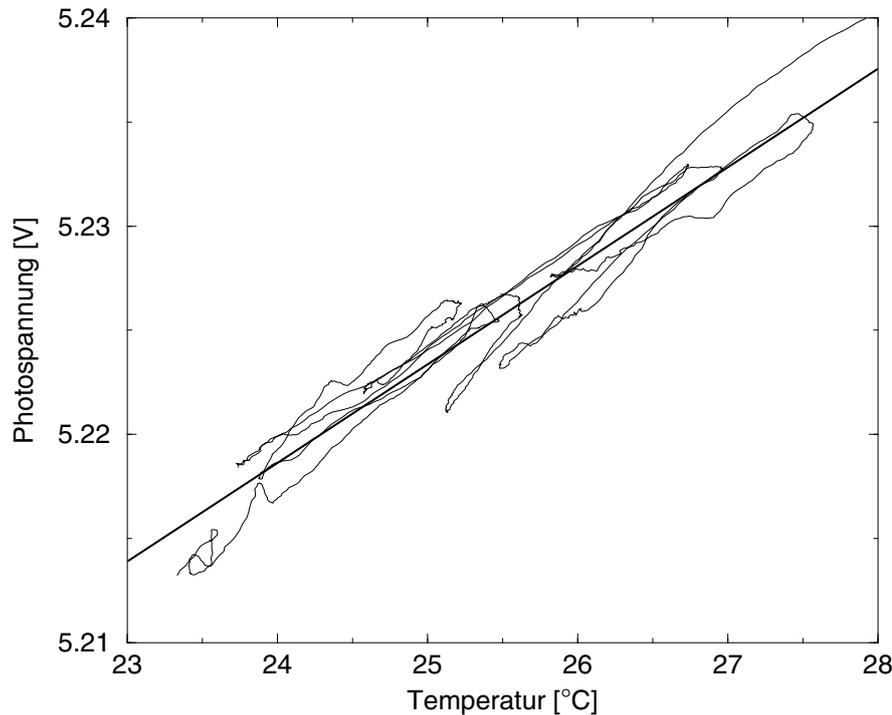


Abb. 4.7: Auftragung der um 1,5 Stunden verschobenen korrigierten Photospannung aus Abb. 4.6 über der Temperatur der Einspannung. Die Steigung der Ausgleichsgerade ergibt nach Gleichung 4.5 für den Ausdehnungskoeffizienten von Vitrovac 0080 den zu großen Wert $\alpha_{0080} = 15,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ statt korrekt $10,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (Friedrichs [4]). Referenz aus reinem Aluminium, $\alpha_{alu}(25^\circ\text{C}) = 23,1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

raturcontrollern oder in der Temperaturabhängigkeit des Lock-In-Verstärkers — nicht nur seiner Brückenspannung, sondern auch der seines Eingangsverstärkers.

- Die Homogenität der Ausleuchtung des Spaltes läßt sich wie in Abschnitt 2.5.3 beschrieben abschätzen. Für einen Bereich von etwa 4 mm Durchmesser in der Mitte des ausgeleuchteten Bereichs beträgt der Abfall der Intensität zu den Rändern hin etwa 3 %. Bei quadratischer Approximation der Intensitätsverteilung

$$\frac{I}{I_0} = 1 - ar^2, \quad a = \text{const.} \quad (4.8)$$

mit dem Maximum in der optischen Achse ($r = 0 \text{ mm}$) ergibt sich am Rand dieses Bereichs bei $r = 2 \text{ mm}$ eine maximale Änderung der Ausleuchtung von 3 %/mm. Die Position des Spaltes verschiebt sich durch Ausdehnung von Probe und Referenz um typischerweise eine Spalthöhe $l_{sp} = 0,2 \text{ mm}$ und bewirkt dadurch eine Änderung der Photospannung von maximal 6000 ppm, wenn sich der Spalt am Rand des 4mm-Bereichs befinden würde¹⁴. Hinzu kommen die Ausdehnung des restlichen Probenträgers, der sich zwar nur auf etwa 40 K erwärmt, jedoch ist die sich ausdehnende Länge auch 4mal größer, sowie die Längenänderung der etwa 20 mm langen Teilstücke der Gewindestangen von der Wärmebrücke bis zur Einspannung. Sie erwärmen sich in erster Näherung auf die halbe Probentemperatur,

¹⁴Eine Verschiebung um die optische Achse bei $r = 0 \text{ mm}$ führt zu Schwankungen $< 100 \text{ ppm}$, da hier ja die räumliche Intensitätsänderung ihren Nulldurchgang hat.

so daß diese Effekte die Öffnung noch einmal um etwa eine halbe Spalthöhe verschieben. Liegt also der Spalt nicht mittig auf der optischen Achse, kann sich die Photospannung durch Spaltverschiebung um fast 1 % ändern. Weil die gemachte Fehlerbetrachtung auf einem Schätzwert für die Homogenität der Ausleuchtung beruht, kann der Fehler allerdings noch größer ausfallen. Zudem liegt die besondere Tücke der Spaltverschiebung darin, daß sich die Photospannung monoton mit der Temperatur ändert und so leicht als tatsächliche Spaltausdehnung mißinterpretiert werden kann.

Wegen der im letzten Punkt beschriebenen erheblichen Fehlerquelle wurde ursprünglich zu Beginn jeder Messung das Mikroskopobjektiv an der LED so justiert, daß sich die Photospannung maximiert. Leider hieß dies nicht automatisch, daß sich der Spalt im Intensitätsmaximum des Strahlkegels befand, weil die seitliche Verschiebung des Objektivs relativ zur LED auch die in dieses einfallende Gesamtintensität veränderte. Es wäre deshalb sinnvoll, wenn LED und Mikroskopobjektiv *gemeinsam* gegen die optische Achse kippbar wären. Die Justierbarkeit des Photoempfängers ist von untergeordneter Bedeutung, da der durch die Sammellinse erfaßte Raumwinkel ausreichend groß ist. Ebenfalls denkbar, aber technisch aufwendig umzusetzen, wäre eine von außen in der Höhe verschiebbare Einspannung. Zur Zeit bleibt nur die Möglichkeit, die Proben- und Referenzlänge so zu wählen, daß der Spalt nach Augenmaß etwa mittig liegt (Kontrolle von der Seite durch das Stereomikroskop der Vibrating-Reed-Messung).

Es sei noch angemerkt, daß die große Inhomogenität der Ausleuchtung neben der ständigen Intensitätsabnahme der LED durch Alterung der wesentliche Grund dafür ist, daß sich einer gemessenen Photospannung nicht direkt eine Spalthöhe zuordnen läßt und man gezwungen ist, den Spalt für jede Probe neu mit dem Abbe-Komparator zu vermessen.

Bei typischen Raumtemperaturschwankungen von 2 K während einer normallangen Messung erreichen nach obiger Aufstellung die durch die Elektronik bedingten Schwankungen Werte über 0,1 %. Bei einer eigentlichen Photospannungsänderung von etwa 2 %, wie man sie z. B. erhält, wenn die Ausdehnung einer in Aluminium geschnittenen Öffnung bei Erhitzen von Zimmertemperatur auf 450 °C betrachtet wird, machen obige Fehler mindestens 5 % aus (entsprechend 20 K in der Temperatur). Kommt noch die Verschiebung der Spaltöffnung im Strahlengang durch Ausdehnung des Probenträgers mit bis zu 50 % Fehler hinzu, ist schnell die Grenze erreicht, bei der selbst eine qualitative Auswertung einer solchen Absolutmessung des Ausdehnungskoeffizienten nicht mehr sinnvoll möglich ist.

Deshalb muß durch die Verwendung des „Tricks“ mit der Referenz das Nutzsignal um den Faktor 100 verstärkt werden, wodurch die Fehlereinflüsse entsprechend auf 500 ppm (0,5 % mit Spaltverschiebung) sinken. Allerdings handelt man sich dafür eine Reihe neuer Fehlerquellen ein¹⁵.

Vor allem bei hohen Heizraten treten große „Schleifen“ in der Photospannung auf (vgl. Abb. 4.8). Als Konsequenz ist es daher beim jetzigen Aufbau — wenn überhaupt — nur sinnvoll, mit kleinen Heizraten von $\approx 0,5$ K/min zu messen. Allerdings verschwinden die Fehler nicht völlig, sie werden nur kleiner. Man sollte nicht zu leichtfertig die dann durchaus plausiblen, manchmal fast geradlinigen Photospannungskurven einfach als korrekte Messungen hinzunehmen.

¹⁵Sind Probe und Referenz aus demselben Material, besteht zwar im Prinzip kein Unterschied zu einem einfachen Loch in einer Probe, jedoch wird die Photospannungsänderung anders interpretiert, nämlich als Maß für die *Differenz* der Ausdehnungskoeffizienten, und die Fehler beziehen sich damit auch nur auf diese Differenz.

¹⁶ Temperatur nahe der Einspannung, da dort die größte Krümmung bzw. Dehnung auftritt und somit im wesentlichen dieser Probenabschnitt die Frequenz (und Dämpfung) bestimmt.

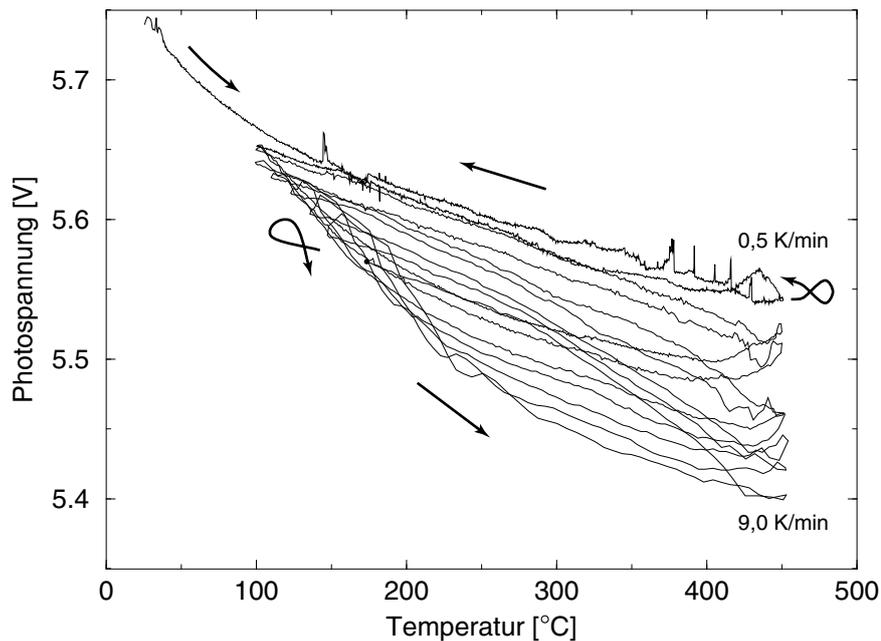


Abb. 4.8: Verlauf der Photospannung bei acht direkt aufeinanderfolgenden dreieckförmigen Heizkurven von $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ und zurück mit den Heizraten (in dieser Reihenfolge) $0,5$, $1,0$, $1,5$, $3,0$, $4,5$, $6,0$, $7,5$ und $\pm 9,0\text{ K/min}$. Liegen bei $0,5\text{ K/min}$ Aufheiz- und Abkühlkurve noch dicht beieinander, so entsteht mit zunehmender Heizrate eine immer größer werdende Schleife. Aluminiumprobe vor Reinaluminiumreferenz.

Da die bisher genannten Fehlerquellen zu klein sind, um diesen Effekt zu erklären, müssen andere Ursachen vorliegen. Denkbar sind:

- i) Die Temperatur der Probe weicht von der der Referenz deutlich ab. Da nur die Referenztemperatur und die Temperaturen der beiden Heizungen gemessen werden, ist die Probentemperatur letztendlich unbekannt. Eine erste Abschätzung der Temperaturdifferenz mit bis zu 20 K gibt Abb. 4.9. Vermutlich koppelt die Referenz durch den Streulichtschirm mit seiner großen, dunklen Oberfläche deutlich stärker an die Strahlungsheizung an bzw. verliert auf gleichem Wege mehr Wärme als die Probe durch Strahlungsverluste über die Öffnungen in der Strahlungsheizung. Die so abgeschätzte Probentemperatur ist allerdings nur bedingt aussagekräftig, denn die Längenausdehnung ist ein integraler Effekt über die gesamte Probenlänge, die Schwingungsmessung dagegen reagiert im wesentlichen auf die Temperatur nahe der Einspannung, weil dort die größte Krümmung und damit Dehnung auftritt (vgl. Lösungen der Biegedifferentialgleichung z. B. bei Kempen [9]).
- ii) Je nach Heizleistung der Konduktionsheizung dehnt sich der Probenträger mehr oder weniger stark aus. Die Leistungsdifferenz zwischen Aufheizen und Abkühlen wächst bedingt durch die Wärmekapazität der Heizung (siehe auch Abschnitt 3.3) linear mit der Heizrate, so daß auch die Schleifen mit der Heizrate größer werden.

Punkt i) kann nur durch direkte Messung der Probentemperatur geklärt werden. Dies schließt jedoch eine gleichzeitige Schwingungsmessung aus. Sollten sich tatsächlich deutliche Temperaturdifferenzen ergeben, wären folgende Auswege aus diesem Dilemma denkbar:

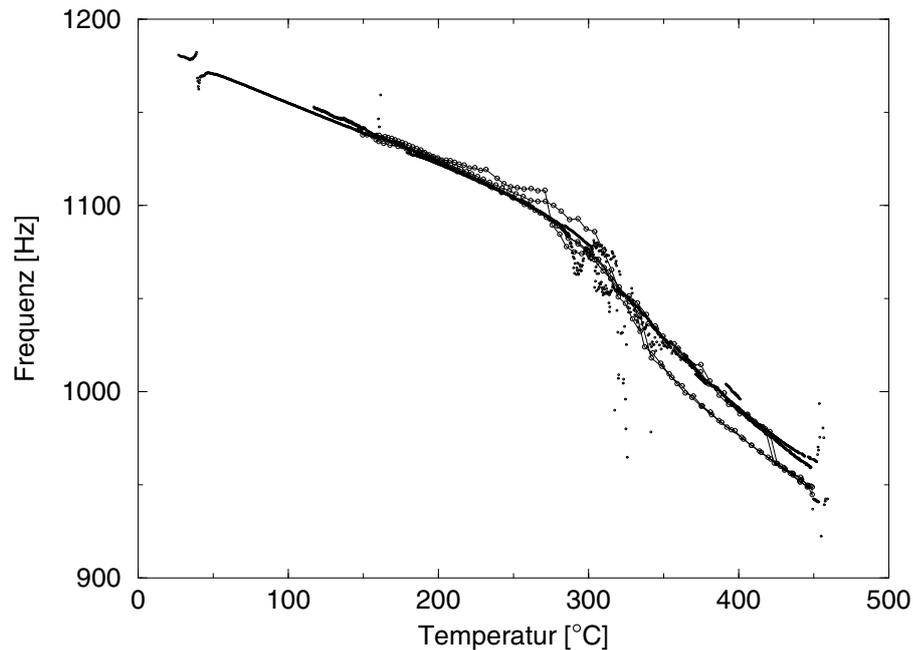


Abb. 4.9: Die Schwingungsfrequenz einer Aluminiumprobe ist gegen die Temperatur der Referenz nahe der Einspannstelle aufgetragen. Die Punkte kennzeichnen die Messung bei einer Heizrate von $\pm 0,5 \text{ K/min}$, die durch eine Linie verbundenen Kreise zwei Messungen mit $\pm 7,5 \text{ K/min}$ bzw. $\pm 9,0 \text{ K/min}$. Interpretiert man die Frequenz als Maß für die wirkliche Proben­temperatur¹⁶, entspricht die Frequenzabweichung einer Temperaturdifferenz von bis zu 20 K zwischen Probe und Referenz (im Bereich bis etwa $300 \text{ }^\circ\text{C}$). Die Ursache der Bifurkation bei hohen Temperaturen ist unklar.

- Man entkoppelt den Strahlungsschild von der Referenz. Es bleibt jedoch die im Vergleich zur Probe deutlich größere Referenz mit anderer Oberfläche aus anderem Material, so daß auch weiterhin Temperaturdifferenzen, wenn auch kleinere, zu erwarten wären. Ob das zusätzlich durch den zwischen Referenz und Schild gelassenen Spalt dringende Streulicht störend wirkt, wäre zu untersuchen.
- Man läßt das gewünschte Heizprogramm ablaufen und mißt (ohne Schwingungsmessung) die Proben­temperatur und versucht, in mehreren Durchläufen die Heizungstemperaturen so zu optimieren, daß die Differenz zwischen Referenz- und Proben­temperatur klein und/oder bekannt ist. Anschließend wird dann die eigentliche Messung ohne Messung der Proben­temperatur mit diesem empirisch bestimmten Heizprogramm durchgeführt und die Ergebnisse anhand der zuvor ermittelten Temperaturdifferenzen korrigiert.
- Man fertigt eine Stimmgabel mit einem gleich großen dritten Arm bzw. einen zweiten Streifen bei dünnen Filmen, an dem zwei Thermoelemente die Proben­temperatur und den Gradienten längs der Probe bestimmen. Je nach Proben­material könnte es allerdings problematisch werden, die Thermodrähte zu befestigen, wenn überhaupt ausreichend Material für einen dritten Arm zur Verfügung steht. Zudem ergibt sich besonders für dünne Filme das Problem, daß die Wärmekapazität des Thermodrahts und der Wärmetransport durch ihn wahrscheinlich nicht vernachlässigt werden können.

Allerdings erscheint mir Punkt ii), die Ausdehnung des Probenträgers, als wahrscheinlichere Ursache für die Schleifen. Um dies zu untersuchen, könnten Probe und Referenz konstant auf

z. B. 200 °C gehalten werden, während abwechselnd flüssiger Stickstoff und kochendes Wasser durch das Kühlrohr geleitet wird. Mißt man mit einem am Kühlrohr befestigten Thermoelement die dortige Temperatur, ließe sich für die Abhängigkeit der Photospannung von der Probenträgertemperatur ein effektiver Temperaturkoeffizient angeben.

Sollte diese Abhängigkeit die Schleifen erklären können, wäre als Lösung denkbar, die Wärmebrücken noch näher bei der Einspannung anzubringen bzw. die Basisplatte der Einspannung direkt auf dem Kupferkühlrohr zu befestigen. Da wie in Abschnitt 3.3 dargelegt die Heizung z. Zt. mehr über Strahlung denn über Konduktion abkühlt, könnte man erwarten, daß Heizung und Einspannung durch die wenigen verbleibenden Millimeter Edelstahl der Basisplatte bis zum Kühlrohr noch ausreichend stark entkoppelt sind und die Konduktionsheizung dagegen anheizen kann. Zudem sollte durch Erhöhung der Fließgeschwindigkeit und/oder vorgekühltes Kühlwasser die thermische Ausdehnung des Kupfers so gering wie möglich gehalten werden. Die Wassertemperatur im z. Zt. verwendeten Kühlkreislauf liegt bei bis zu 30 °C der Durchfluß beträgt etwa 1/4 l/min.

Neben diesem Problem entstehen noch weitere Fehlerquellen durch die jetzt nicht mehr in einer gemeinsamen Ebene liegenden horizontalen und vertikalen Begrenzungen der Lochfläche.

- Gestreutes oder reflektiertes Licht könnte seitlich an der Probe vorbei durch die Öffnung der Referenz gelangen. Der Fehler hierfür könnte mit einer die Referenzöffnung völlig bedeckenden Probe quantifiziert werden, jedoch ist der Nullabgleich am Lock-In-Verstärker für eine Messung nicht genau genug möglich. Allerdings dürfte es lediglich zu einem konstanten Offset führen und damit kaum stören. bzw. herauskorrigiert werden können.

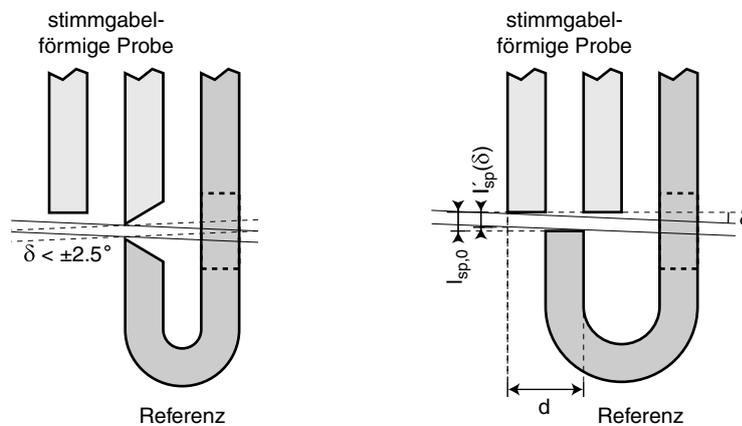


Abb. 4.10: Links eine gute, rechts eine schlechte Spaltgeometrie. Rechts bewirkt der „Tunnel“-Spalt eine scheinbare Verringerung der Spalthöhe bei schrägem Lichteinfall. Maßstab 10:1.

- Gerade bei der Stimmgabelform ist dafür zu sorgen, daß nur eine der Stimmgabelhälften den Spalt bildet und daß diese Hälfte möglichst exakt gegenüber dem umgebogenen Ende der Referenz positioniert wird¹⁷ (vgl. Abb. 4.10). Andernfalls wird der Spalt zum „Tunnel“ und die wirksame Spalthöhe verringert sich bei leicht schrägem Lichteinfall um

$$\frac{\Delta l_{sp}}{l_{sp,0}} = \frac{d}{l_{sp,0}} \sin \delta \quad (4.9)$$

¹⁷Reine Metalle als Referenzmaterial sind meist sehr weich und lassen sich dadurch entsprechend zurechtbiegen.

Die grundsätzliche Abnahme der Spalthöhe mit $\cos(\delta)$ ist demgegenüber klein und wurde hier nicht beachtet. Bei typischen Werten von $l_{sp,0} = 0,2$ mm und $d = 1$ mm verringert sich die scheinbare Höhe um knapp **0,9 % je Grad**. Zum schrägen Lichteinfall kommt es durch nicht exakt senkrecht hängende Probe und Referenz sowie durch den Öffnungswinkel des Strahlengangs. Letzteres betrifft aber nur einen Teil des Gesamtlichtstroms, so daß der Effekt auf die Photospannung letztendlich kleiner ausfallen wird. Die genaue Rechnung wurde nicht durchgeführt, da sich durch Abschrägen der Enden von Probe und Referenz, wie in Abb. 4.10 gezeigt, die Tunnelwirkung minimieren läßt.

- Kein Fehler entsteht, wenn die Öffnung in der Referenz krumme und/oder schiefe seitliche Kanten besitzt, zumindest solange sich ihr Abstand zueinander nicht (wesentlich) ändert, sie also quasi parallel zueinander liegen.
- Durch Beugung an den Spaltkanten wird Licht aus dem Strahlengang herausgebeugt. Die scheinbare Verringerung der Spalthöhe wurde von Levermann [3] numerisch bestimmt und beträgt unter $2 \mu\text{m}$. Ohne Beachtung liegt der verursachte Fehler damit unter 1 %. Der Effekt läßt sich aber als fester Offset beim Ausmessen der Spalthöhe mit einbeziehen und so vollständig herauskorrigieren.
- Die Fehler beim Ausmessen von Spalthöhe und Probenlänge gehen direkt als Fehler in den Verstärkungsfaktor und damit in die Differenz der Ausdehnungskoeffizienten ein. Der Steg des Stegplättchens (vgl. Abschnitt 2.3) ist etwa 0,5 mm entsprechend ± 1 % der Probenlänge breit. Wegen der normalerweise leicht gekrümmten Enden von Probe und Referenz muß beim Ausmessen unter dem Abbe-Komparator die Höhe eines flächengleichen Spaltes geschätzt werden. So kann trotz der prinzipiellen Genauigkeit des Abbe-Komparators von $1 \mu\text{m}$ die Spalthöhe bestenfalls auf etwa $\pm 10 \mu\text{m}$ genau bestimmt werden, der Fehler beträgt damit mindestens ± 5 %.
- Bei dünnen Proben relaxieren mit steigender Temperatur die beim Schneiden eingebrachten Spannungen mit der Folge, daß sich die Probe unkontrolliert krümmt und dies z. T. so stark, daß sie die Referenz oder die Elektrode berührt und somit die weitere Schwingungsmessung verhindert. Auch wenn sie sich nur wenig krümmt, ändert sich gemäß Gleichung 4.9 die scheinbare Spaltbreite, und die Photospannung verändert sich unkontrolliert. Als obere Schranke für durch diesen Effekt verursachte Fehler läßt sich durch die „Messung“ Abb. 4.11 etwa **10 %** angeben. Dort hat sich die Probe derart stark gekrümmt, daß sie die Elektrode berührte und dann dort bis zum Ende der Messung hängengeblieben ist. Neben dem von Gleichung 4.9 beschriebenen Effekt verkürzt sich durch die große Krümmung auch ihre auf die Referenz projizierte Länge, so daß es insgesamt zu einer scheinbaren Verkürzung von 10 % gekommen ist.

Um diesen Fehler evtl. doch quantifizieren und die gemessene Photospannung entsprechend korrigieren zu können, bietet sich eine Positionserfassung der Probenspitze über die Schwingungsmessung an. Verändert nämlich die Probenspitze ihre Lage, ändert sich auch die Abschattung der Photodiode der Schwingungsmessung. Führt man das Stereo-Zoom-Mikroskop über den z. Zt. ungenutzten motorbetriebenen Schlitten (siehe Abschnitt 2.6.1) computergesteuert nach, kann anhand der Mikroskopposition auf die Lage der Probenspitze geschlossen werden. Die Nachführung läßt sich zweiteilen:

- Zur ständigen groben Nachführung kann der Gleichspannungsanteil hinter der ersten Stufe des Vibrating-Reed-Verstärkers konstant gehalten werden. Der Strahlkegel der Halogenlampe wird nicht unbedingt homogen sein, so daß

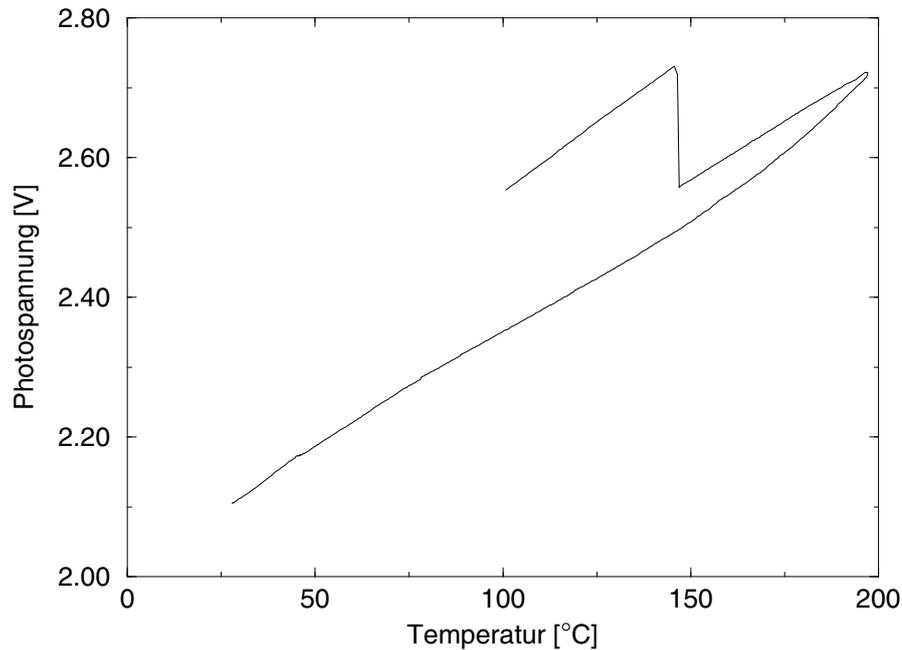


Abb. 4.11: Durch starke Verkrümmung eines Streifens Vitrovac 0080 hat dieser während des Abkühlvorgangs die Elektrode berührt und ist von da an an ihr hängengeblieben. Das Diagramm zeigt die dadurch verursachte sprunghafte Erhöhung der Photospannung um etwa 10 %. Referenz aus reinem Aluminium.

- die exakte Position von Zeit zu Zeit durch Maximierung des Signalpegels hinter der zweiten Stufe gefunden werden kann.

Allerdings bleibt das Problem, daß der genaue Zusammenhang zwischen der Lage der Probenspitze und der Photospannung unbekannt ist.

Diese Krümmung der dünnen Proben war die Motivation, zu dicken Proben überzugehen und die damit verbundenen Probleme

- deutlich kleinere Schwingungsamplituden und
- höhere Anforderungen an die Einspannung

in Kauf zu nehmen. Der erste Punkt wurde durch den neu entwickelten zweistufigen Verstärker gelöst, das zweite Problem ließ sich umgehen, indem durch die Verwendung der Stimmgabelform die auf die Einspannung wirkenden Kräfte reduziert wurden.

4.4 Vibrating-Reed

4.4.1 Elastizitätsmodul

Für einen Biegeschwinger mit rechteckigem Querschnitt kann aus seiner Dicke d und Länge l , der Dichte ρ sowie der Schwingungsfrequenz f und einer für den Schwingungsmodus charakteristischen Konstante c der Elastizitätsmodul M berechnet werden

$$M = \frac{48\pi^2 \rho l^4}{c_i^4 d^2} f_i^2, \quad c_1 = 1,875, \quad c_2 = 4,694, \quad c_3 = 7,855, \quad c_4 = 10,996, \quad \dots, \quad (4.10)$$

wobei sich die c_i aus den Lösungen der Biegedifferentialgleichung ergeben und jeweils einen Schwingungsmodus mit i Knoten repräsentieren (z. B. Nowick und Berry [14]). Von praktischer Bedeutung sind nur die ersten beiden Frequenzen, da alle anderen keine ausreichend großen Amplituden mehr liefern, um auch bei hohen Temperaturen bzw. großen Dämpfungen eine sichere Detektion zu ermöglichen. Gemäß Gleichung 4.10 besitzt bereits die erste Oberschwingung eine fast 6,3fach höhere Eigenfrequenz als die Grundschiwingung.

Mit zunehmender Temperatur beobachtet man eine zumindest bei (poly-)kristallinen Materialien deutliche Frequenzänderung. Setzt man isotrope¹⁸ Längenausdehnung voraus, gilt $(\varrho/\varrho_0)^{-1} = (l/l_0)^3$ und zusammen mit Gleichung 4.10 folgt

$$\frac{M}{M_0} = \frac{(f/f_0)^2}{l/l_0} \Rightarrow \frac{\Delta M}{M} \approx 2 \frac{\Delta f}{f} - \frac{\Delta l}{l}, \quad (4.11)$$

letzteres gilt für kleine Änderungen. Während sich die relative Moduländerung durch genau meßbare Frequenz und Längenänderung ebenso genau berechnen läßt, ist der Absolutwert des Moduls durch die nur ungenau bestimmbare Probengeometrie, die zudem noch mit großen Potenzen in die Modulberechnung eingeht, lediglich bis auf etwa 20 % genau angebar (10 % Fehler in der Probendicke, 2 % in der Länge). Bei dünnen Proben verhindern gewellte Probenränder eine genauere Bestimmung der Dicke, bei den stimmgabelförmigen Bulkproben ist die Probendicke durch meist nicht ganz parallele Einschnitte nicht konstant. Aber auch bei unbekanntem Modul erlaubt allein die Änderung des Moduls mit der Temperatur Rückschlüsse auf Relaxationsvorgänge und Aussagen über Modellpotentiale wie dem im Abschnitt 5.2.1 vorgestellten modifizierten Lennard-Jones-Potential.

4.4.2 Fehlerquellen

Die Schwingungsmessung im vorliegenden Aufbau arbeitet zufriedenstellend, wenn auch die erzielte Genauigkeit nicht vergleichbar ist mit spezialisierten Apparaturen wie beispielsweise der von Harms [10] eingesetzten. Im folgenden sollen ein Überblick über die wichtigen Fehlerquellen sowie Vorschläge zur weiteren Verbesserung der Schwingungsmessung gegeben werden.

Einen nicht zu unterschätzenden Einfluß auf die Meßergebnisse hat die Schwingungsamplitude. So kann z. B. bei den dünnen streifenförmigen Proben der Resonanzpeak fast zur Sägezahnform verzerrt werden, wodurch natürlich mit diesem Verfahren keine sinnvollen Ergebnisse mehr zu erzielen sind. Es ist daher wichtig, die Proben nicht zu großen Schwingungsamplituden anzuregen bzw. die Amplitude und damit die Dehnung der Probe konstant zu halten. Zwei wesentliche Effekte wirken hier störend:

- Mit zunehmender Amplitude wächst auch die Dehnung der Probe und mit ihr die Dämpfung gemäß der Theorie von Granato-Lücke, die die Dämpfung auf hysteretische Versetzungsbewegungen zurückführt (siehe z. B. Nowick und Berry [14]).
- Die Schwingung wird mit größerer Amplitude zunehmend anharmonisch, auch weil der Abstand zur Elektrode nicht mehr als konstant angesehen werden kann und folglich die anregende elektrostatische Kraft umgekehrt proportional zum Abstand stark variiert.

Eine Analyse des Oberwellenspektrums des Ausgangssignals zur Bestimmung eventuell vorhandener harmonischer Frequenzanteile wurde an dieser Apparatur noch nicht vorgenommen.

¹⁸auch bei den kleinen Anisotropien, wie sie typischerweise die im „melt spinning“-Verfahren hergestellten amorphen Filme zeigen, ist diese im Vergleich zur nur ungenau bestimmbaren Probengeometrie i. a. vernachlässigbar.

Oberschwingungen treten bei Free Decay vor allem zu Beginn des Abklingvorgangs auf und geben ihre Energie im Verlauf an die Grundschiwingung ab. Da alle Frequenzkomponenten außer der Eigenfrequenz vom Fitalgorithmus als Störungen aufgefaßt und unterdrückt werden, wird die Amplitude zu Beginn zu klein bestimmt, was zu einer scheinbaren Vergrößerung der Dämpfung führt. Eine rein visuelle Kontrolle anhand des Oszilloskops ließ zwar keine Abweichungen von der Sinusform erkennen, jedoch ist das Auge nur für Asymmetrien, also Oberwellen mit geradzahligem Frequenzverhältnis empfindlich, während die ungeraden selbst bei Klirrfaktoren im zweistelligen Bereich die Signalform rein optisch nur unwesentlich verändern.

Beim Resonanzpeakverfahren führt im Gegensatz dazu die Anharmonizität zu einer Vergrößerung der gemessenen Dämpfung, da die großen Amplituden nahe der Resonanzfrequenz aus dem gleichen Grund wie bei Free Decay zu klein bestimmt werden. Die Peakhöhe nimmt ab, entsprechend einer scheinbaren Verbreiterung bzw. einer größeren Dämpfung. Hierzu addiert sich noch die spannungsabhängige Dämpfungszunahme, die ebenfalls besonders die großen Amplituden verkleinert.

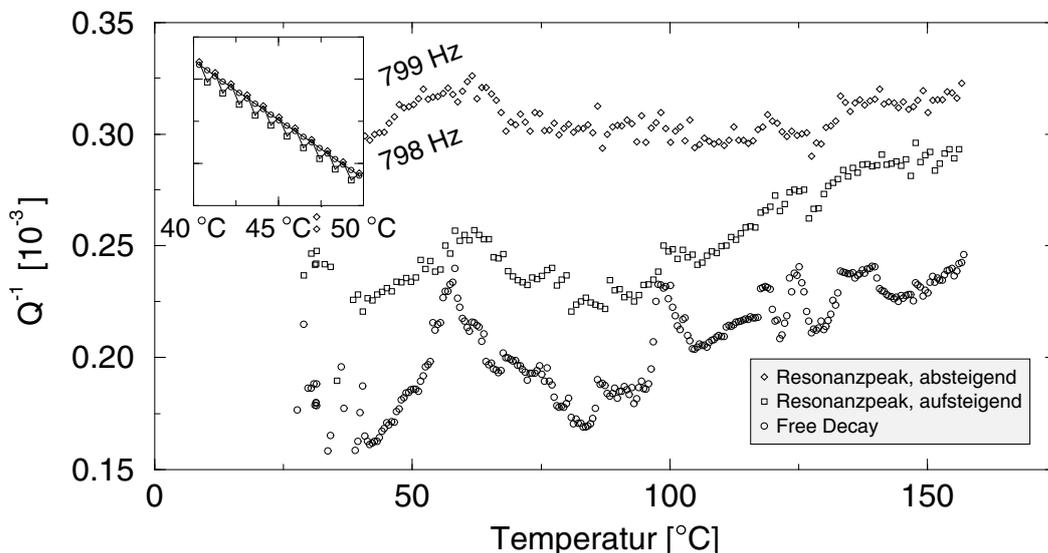


Abb. 4.12: Veranschaulicht werden die Fehler bei niedriger Dämpfung anhand einer stimmgabelähnlichen $\text{Pd}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{20}$ -Probe während des Aufheizens mit $0,5 \text{ K/min}$ von Raumtemperatur bis etwa 150 °C abwechselnd gemessen mit dem Free-Decay- und dem Resonanzpeakverfahren. Bei letzterem wird der Resonanzpeak alternierend mit auf- bzw. absteigenden Anregungsfrequenzen vermessen. Das kleine Diagramm zeigt für einen kleinen Temperaturbereich die ermittelten Resonanzfrequenzen.

Insbesondere bei kleinen Dämpfungen $Q^{-1} < 10^{-3}$ treten Schwächen der Resonanzpeakmethode zu Tage, wie Abb. 4.12 zeigt.

- Die Halbwertsbreite des Resonanzpeaks der dort vermessenen $\text{Pd}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{20}$ -Probe beträgt nur noch $0,16 \text{ Hz}$ ($= 800 \text{ Hz} \cdot 0,25 \cdot 10^{-3}$). Da mit steigender Temperatur die Schwingungsfrequenz um ca. $0,13 \text{ Hz/K}$ fällt, sinkt bei der verwendeten Heizrate von $0,5 \text{ K/min}$ die Frequenz während der etwa eine Minute dauernden Vermessung eines Resonanzpeaks um gut $0,06 \text{ Hz}$ bzw. $0,04 \text{ Hz}$ während der Aufnahme der wichtigen zwei Drittel aller Frequenz-Amplituden-Paare nahe der Resonanzfrequenz. In dieser Zeit verschiebt sich also die Resonanzfrequenz und mit ihr der gesamte Resonanzpeak um etwa 25% seiner Halbwertsbreite. Werden nun die Frequenz-Amplituden-Paare in Richtung aufsteigender

Frequenzen bestimmt, ist der resultierende Peak schmäler als in Wirklichkeit und die bestimmte Dämpfung somit zu klein. Entsprechend umgekehrt verhält es sich bei absteigenden Frequenzen. Da das Resonanzpeakverfahren alternierend in beiden Richtungen mißt, kann als tatsächliche Dämpfung der Mittelwert angenommen werden.

Wird die Dämpfung größer und damit der Resonanzpeak breiter, wird die Differenz zwischen den bestimmten Dämpfungen geringer, wie es sich auch in Abb. 4.12 mit steigender Temperatur widerspiegelt.

- Die bestimmte Resonanzfrequenz sollte dagegen mit der tatsächlichen übereinstimmen, sofern die gewählten Anregungsfrequenzen symmetrisch um die Resonanzfrequenz angeordnet sind. Da jedoch das Ergebnis des jeweils vorhergehenden Durchlaufs als mittlere Frequenz verwendet wird und folglich bei ständig fallender Frequenz zwangsläufig immer etwas oberhalb der wirklichen Peakfrequenz liegt, zeigt auch die Frequenzmessung beim Resonanzpeakverfahren Abweichungen zwischen beiden Richtungen, wenn auch nicht so gravierende Differenzen wie sie in der Dämpfungsmessung auftreten.
- Neben dieser Differenz liegt die vom Free-Decay-Verfahren bestimmte Dämpfung deutlich unterhalb eines gedachten Mittelwertes des Resonanzpeakverfahrens. Neben den oben beschriebenen amplitudenabhängigen Effekten käme als weitere Ursache in Betracht, daß der Einschwingvorgang im Anschluß an einen Wechsel der Anregungsfrequenz noch nicht genügend abgeklungen ist, so daß gerade für die weiter vom Resonanzmaximum entfernten Meßpunkte eine zu große Amplitude bestimmt wird und sich so der Resonanzpeak scheinbar verbreitert. Ob es eine Verbesserung wäre, die Wartezeit noch weiter zu vergrößern, und hierbei eine weitere Zunahme der oben beschriebenen Differenz zwischen den beiden Richtungen in Kauf zu nehmen, wodurch jedoch evtl. der Mittelwert besser mit der vom Free Decay bestimmten Dämpfung übereinstimmen könnte, wäre zu untersuchen.

Ebenfalls zu einer scheinbaren Vergrößerung der Dämpfung führt die Tatsache, daß die Probe die Einspannung zum Mitschwingen anregt und dadurch zusätzlich gedämpft wird. Die entstehenden Dämpfungspeaks, die besonders beim Free-Decay-Verfahren deutlich in Erscheinung treten (in Abb. 4.12 bei 100 °C und bei 125 °C), zeigen, daß dies bei Resonanzfrequenzen der Einspannung zu Fehlern von 50 % führen kann. Leider läßt sich eine stimmgabelartige Probe nicht genau genug zusägen, als daß keine solchen Ankopplungen mehr auftreten würden. Ab Dämpfungen $Q^{-1} > 5 \cdot 10^{-3}$ sind diese Effekte aber unkritisch.

Die Free-Decay-Methode ist in der vorliegenden Implementierung von Levermann [3] nur für Dämpfungen $Q^{-1} < 3 \cdot 10^{-3}$ einsetzbar, da das Meßsignal zu schnell im Rauschen des Vibrating-Reed-Verstärkers versinkt. Zur Ausweitung auf größere Dämpfungen müßte daher

- dieser Meßverstärker auf Rauscharmut hin optimiert werden,
- die lediglich 8 Bit auflösende Scopekarte durch beispielsweise eine konventionelle Soundkarte¹⁹ mit 16 Bit ersetzt werden und
- der Fitalgorithmus optimiert sowie für besonders große Dämpfungen ein weiterer Fitalgorithmus implementiert werden, der den gesamten Ausschwingvorgang evtl. konventionell anfittet.

¹⁹Eine Soundkarte beherrscht zwar nicht die großen Samplingraten der Scopekarte, jedoch lagen bisher alle von dieser Apparatur mit ausreichender Amplitude anregbaren Frequenzen unter 2 kHz, so daß sich mindestens 24faches Oversampling verwirklichen läßt.

Dies ist, wie bereits am Ende des Abschnitts 3.2 erwähnt, auch im Hinblick auf den bei großen Dämpfungen schon recht breiten Resonanzpeak beim Resonanzpeakverfahren sinnvoll. So hatte z. B. bei der Messung mit der Aluminium-Probe (Abb. 5.1 bis 5.4) der wichtige zentrale Frequenzbereich bei 350 °C bereits eine Breite von 150 Hz, die äußersten Frequenzen für die Bestimmung der dortigen Dämpfung lagen bei etwa 650 Hz und 1450 Hz.

Für den relativen Fehler in der Frequenzbestimmung kann nach Harms [12] etwa der halbe absolute Fehler der Dämpfungsmessung angenommen werden

$$\frac{\Delta f}{f} \approx \frac{1}{2} \Delta Q^{-1}, \quad \text{bzw.} \quad \frac{\Delta f}{f} \approx \frac{Q^{-1}}{200}, \quad (4.12)$$

da die Dämpfung typisch auf etwa 1 % genau gemessen werden kann. Bei den hier auftretenden Dämpfungen beträgt damit die Frequenzauflösung typ. 10^{-5} , wie auch Levermann feststellt.

Kapitel 5

Messungen

5.1 Aluminium

Zur Untersuchung einer handelsüblichen Aluminiumlegierung als Anwendungsbeispiel für die entwickelte Methodik soll der komplexe Modul durch die Messung von Frequenz und Dämpfung in Abhängigkeit von der Temperatur und für verschiedene Frequenzen¹ bestimmt werden. Um die Ergebnisse mit der Erwartung für den sogenannten anelastischen Standardkörper vergleichen zu können, soll im folgenden ein kurzer Abriß der zugrundeliegenden Theorie gegeben und daraus anschließend eine Fitfunktion für die Meßwerte hergeleitet werden. Eine umfassende Darstellung mit Verweisen zu einer Vielzahl von Monographien findet sich bei Nowick und Berry [14].

5.1.1 Theoretische Einführung

Anelastizität

Die in der mechanischen Spektroskopie beobachtete Dämpfung einer schwingenden Probe durch innere Reibung hat ihre Ursache darin, daß das Probenmaterial bei Anlegen einer mechanischen Spannung σ_0 entgegen dem Hooke'schen Gesetz $\epsilon = M\sigma$ nicht instantan eine seinem Elastizitätsmodul M entsprechende Dehnung ϵ zeigt, sondern zu einem gewissen Teil erst langsam in seine Gleichgewichtslage kriecht

$$\epsilon(t) = \sigma_0(J_u + \delta J\psi(t)), \quad \delta J = J_r - J_u. \quad (5.1)$$

Hierin bedeuten J_u bzw. J_r den Kehrwert des (un-)relaxierten Elastizitätsmoduls und $\psi(t)$ die normierte Kriechfunktion mit $\psi(0) = 0$ und $\psi(t \rightarrow \infty) = 1$. Neben dieser sogenannten Anelastizität kann auch Plastizität oder Viskosität Ursache innerer Reibung sein. Da jedoch bei der vorliegenden Versuchsanordnung nur kleine Spannungen bzw. Dehnungen auftreten, sind diese Effekte von untergeordneter Bedeutung und sollen hier nicht weiter betrachtet werden. Gilt für die Kriechfunktion

$$\psi(t) = 1 - e^{-t/\tau_\sigma} \quad (5.2)$$

mit der Relaxationszeit τ_σ , spricht man vom anelastischen Standardkörper². Wird einem solchen eine periodische harmonische Spannung der Frequenz ω aufgeprägt, folgt die Dehnung

¹Hierzu liegen leider nicht genügend Meßergebnisse vor, jedoch soll zumindest theoretisch darauf eingegangen werden.

²Der Index σ dient zur Unterscheidung zum Fall einer vorgegebenen konstanten Dehnung, bei der die Re-

etwas zeitverzögert. Zerlegt man sie in einen phasengleichen und einen um $\pi/2$ phasenverschobenen Anteil, erhält man für jeden der Anteile als zugehörigen reziproken Modul

$$J_1(\omega) = J_u + \frac{\delta J}{1 + \omega^2 \tau_\sigma^2}, \quad (5.3)$$

$$J_2(\omega) = \delta J \frac{\omega \tau_\sigma}{1 + \omega^2 \tau_\sigma^2}. \quad (5.4)$$

Der um $\pi/2$ phasenverschobene, oder bei komplexer Rechnung Imaginärteil des reziproken Moduls J_2 wird Debye-Peak genannt, da sich bei halblogarithmischer Auftragung über $x = \ln(\omega \tau_\sigma)$ die zum Ursprung symmetrische Peakfunktion des Secans Hyperbolicus $J_2 = \delta J/2 \cdot \text{sech}(x)$ mit dem Maximum $\delta J/2$ bei $\omega \tau_\sigma = 1$ ergibt. Bei Auftragung über $x = \log_{10}(\omega \tau)$ ist die Halbwertsbreite $\Delta x = 1.144$. Der phasengleiche bzw. Realteil J_1 bildet eine abgeflachte Stufenfunktion an der Stelle des Maximums, die für kleine $\omega \tau_\sigma$ gegen den J_r , für große gegen J_u strebt. Die Stufenhöhe entspricht also genau der Differenz δJ zwischen relaxiertem und unrelaxiertem Modul.

Das entsprechende Spannungs-Dehnungs-Diagramm zeigt eine Hysteresekurve in Form einer Ellipse, deren Fläche als Maß für die dissipierte Energie der Phasenverschiebung zwischen Spannung und Dehnung $\tan \Phi = J_2/J_1$ proportional ist. Sie ist also ein Maß für die innere Reibung und entspricht für kleine Winkel $\tan \Phi < 0,1$ mit einem Fehler von unter 0,1 % (Riehemann [16]) dem in dieser Arbeit normalerweise verwendeten Kehrwert der Güte

$$Q^{-1} \simeq \tan \Phi = \Delta \frac{\omega \tau_\sigma}{1 + \omega^2 \tau_\sigma^2}, \quad (5.5)$$

wobei Δ die Relaxationsstärke $\Delta := \delta J/J_u$ bezeichnet. Zudem wurde $\delta J \ll J_u \simeq J_r$ angenommen, was zugleich $\tau_\sigma \simeq \tau_\epsilon$ impliziert (vgl. Fußnote 2), so daß im folgenden für die Relaxationszeit einfach τ geschrieben wird³.

Um nun die beiden die Relaxation beschreibenden Größen Relaxationsstärke Δ und Relaxationszeit τ bestimmen zu können, muß das Produkt $\omega \tau$ variiert werden, indem z. B. die Frequenz der Probe durch Anregung höherer Schwingungsmoden oder eine andere Formgebung verändert wird. Nur beträgt die Halbwertsbreite wie oben beschrieben bereits mehr als eine Dekade, so daß der Frequenzbereich für eine genaue Bestimmung mindestens zwei Dekaden überstreichen müßte, was sich jedoch experimentell manchmal nicht verwirklichen läßt.

Thermisch aktivierte Prozesse

Häufig liegen der Anelastizität thermisch aktivierte Prozesse zugrunde, so daß sich die Relaxationszeit τ in einem Arrhenius-Ansatz durch eine Anlauffrequenz ν_0 und eine Aktivierungsenergie E ausdrücken läßt

$$\tau = \nu_0^{-1} e^{E/kT}, \quad (5.6)$$

worin T die absolute Temperatur und k die Boltzmannkonstante bezeichnen. Damit kann über eine Variation der Temperatur die Relaxationszeit über mehrere Dekaden verändert werden. Nimmt man die Schwingungsfrequenz ω als konstant an, müßte die gemessene Dämpfung Q^{-1} , aufgetragen über dem Kehrwert der absoluten Temperatur, den charakteristischen Debye-Peak

laxationszeit $\tau_\epsilon = \tau_\sigma/(1 + \delta J/J_u)$ etwas kleiner ist, ansonsten aber alle hier aufgeführten Gleichungen ebenso gelten, wenn J durch M ersetzt und zusätzlich die Indizes u und r vertauscht werden.

³Allerdings behält der Dämpfungspeak auch für große Δ seine Form: $\tan \Phi = \frac{\Delta}{\sqrt{1+\Delta}} \frac{\omega \bar{\tau}}{1+\omega^2 \bar{\tau}^2}$ mit $\bar{\tau} = \sqrt{\tau_\sigma \tau_\epsilon}$.

(abgesehen von zusätzlicher Untergrunddämpfung) zeigen, wovon man sich durch Einsetzen von Gleichung 5.6 in 5.5 leicht überzeugen kann

$$Q_{DP}^{-1} = \frac{\Delta}{2} \operatorname{sech} \left(\frac{E}{k} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_p} \right) \right) = \frac{\Delta}{2} \operatorname{sech} \left(\frac{E}{kT} + \ln \frac{\omega}{\nu_0} \right) \quad (5.7)$$

Die Peakhöhe wird also nur durch die Relaxationsstärke, die Peakbreite allein durch die Aktivierungsenergie und die Peakposition (Temperatur des Peakmaximums T_p) gemeinsam von Aktivierungsenergie und Anlauffrequenz bestimmt.

Der Relaxationszeit liegen jetzt zwei Größen ν_0 und E zugrunde, die sich neben dem Aspektenverhältnis des Debye-Peaks in $1/T$ -Auftragung auch über die Messung bei verschiedenen Frequenzen ω trennen lassen. Trägt man dazu den Logarithmus der Frequenz⁴ $\ln(\omega)$ über der jeweils ermittelten reziproken Peaktemperatur T_p auf (Arrhenius-Plot), ergibt sich eine Gerade, deren Steigung die Aktivierungsenergie und deren Ordinatenabschnitt die Anlauffrequenz liefert, wie die aus Gleichung 5.6 und der Bedingung für die Peakposition $\omega\tau = 1$ hergeleitete Beziehung⁵ zeigt

$$\ln \omega = \ln \nu_0 - \frac{E}{k} \frac{1}{T_p}. \quad (5.8)$$

Da, wie oben bereits erwähnt, die Frequenzvariation u. U. problematisch ist, wird manchmal eine der beiden Größen fest vorgegeben. Die Aktivierungsenergie beträgt dabei ein halbes bis einige wenige Elektronenvolt, die Anlauffrequenz liegt meist im Bereich von 10^{11} s^{-1} bis 10^{20} s^{-1} .

Symmetrische Spektren

Der bis hierhin beschriebene Ansatz setzt einen thermisch aktivierten Prozeß mit *exakt* bestimmter Aktivierungsenergie und Anlauffrequenz als Quelle der Anelastizität voraus. Normalerweise zeigt ein mikroskopischer Prozeß wie beispielsweise das Korngrenzengleiten eine gewisse Verteilung in Anlauffrequenz und/oder Aktivierungsenergie. Schließlich weisen die Körner oder die eingeschlossenen Ausscheidungen in Legierungen eine Verteilung in ihrer Größe auf, letztere auch in ihrem Abstand zueinander. Dies führt zu einer Verbreiterung des beobachteten Dämpfungspeaks gegenüber dem idealen Debye-Peak. Zur quantitativen Erfassung wird häufig eine symmetrische Verteilung der Relaxationszeiten bei logarithmischer Auftragung über $z = \ln(\tau/\tau_m)$ um einen mittleren Wert τ_m angenommen. Selbst bei so unterschiedlichen Verteilungen wie der Gaußverteilung und der Rechteckfunktion unterscheiden sich die erzeugten Peakformen nur unwesentlich voneinander und weichen nur in ihren Ausläufern für große/kleine $\omega\tau$ deutlich voneinander ab, nur verhindert dort die Untergrunddämpfung eine genaue Differenzierung. Zum Fitten der Meßwerte kann deshalb statt der eigentlichen, sich durch Integration über alle Peaks des kontinuierlichen Spektrums ergebenden Peakfunktion einfach ein verbreiteter (und in der Höhe entsprechend auf gleichbleibende Fläche normierter) Debye-Peak verwendet werden. Die Verteilung bestimmt demnach genauso wie die Aktivierungsenergie in Gleichung 5.7 das Aspektenverhältnis des Peaks.

⁴Da der Logarithmus nur bei einheitenlosen Größen Sinn macht, möge man sich hier und im folgenden den Bezug auf einen Referenzwert implizit denken.

⁵Diese Beziehung gilt auch für jeden anderen Punkt des Debye-Peaks, sofern alle auf *eine* bestimmte Höhe normiert worden sind. So kann evtl. an der Flanke des Peaks die Peakverschiebung mit der Frequenz genauer bestimmt werden als aus der Verschiebung des vergleichsweise breiten Maximums, allerdings muß die Peakhöhe zur Normierung entsprechend exakt bekannt sein.

Wie bereits erwähnt, ist zur Erzielung einer Peakverbreiterung die Wahl der konkreten Verteilungsfunktionen zweitrangig, so daß im weiteren die gebräuchliche Gaußverteilung

$$\Psi(z) = \frac{1}{\beta\sqrt{\pi}} e^{-(z/\beta)^2} \quad (5.9)$$

betrachtet werden soll, weil sie gegenüber anderen Verteilungsfunktionen besondere Eigenschaften besitzt. So läßt sich eine gaußförmige Verteilung der Relaxationszeiten auf ebenfalls gaußförmige Verteilungen in $\ln(\nu_0)$ und E mit den jeweiligen Verteilungsparametern β_ν bzw. β_E zurückführen, also durchaus realistische Verteilungen. Nimmt man an, daß der Logarithmus der Anlauffrequenz ebenso wie die Aktivierungsenergie linear von einer einzigen internen Variablen abhängt, ergibt sich für den Verteilungsparameter β der Relaxationszeiten

$$\beta = \left| \beta_\nu \pm \frac{\beta_E}{kT} \right|. \quad (5.10)$$

Das Minuszeichen steht, wenn $\ln \nu_0$ und E beide mit der internen Größe wachsen oder fallen, das Pluszeichen, wenn sie sich einander entgegengesetzt entwickeln. Sind dagegen Anlauffrequenz und Aktivierungsenergie voneinander unabhängig, folgt

$$\beta^2 = \beta_\nu^2 + \left(\frac{\beta_E}{kT} \right)^2. \quad (5.11)$$

Es ist auch denkbar, daß eine Verteilung nur der Anlauffrequenzen oder nur der Aktivierungsenergien vorliegt. In obigen Gleichungen kann dann einfach der jeweils andere Verteilungsparameter entfallen. Zur Unterscheidung, welche Größe verteilt ist, kann die Temperaturabhängigkeit des Verteilungsparameters β genutzt werden, da ja $\beta = \beta_E/kT$ bei gegebener Aktivierungsenergieverteilung reziprok zur absoluten Temperatur fällt, im Gegensatz zu $\beta = \beta_\nu$ bei einer Verteilung der Anlauffrequenzen. In jedem Fall ist aufgrund des meist eingeschränkten Temperatur- und Frequenzbereichs eine Unterscheidung zwischen den Gleichungen 5.10 und 5.11 schwierig.

Betrachtet man die Wirkung einer Verteilung auf die Arrhenius-Auftragung Gleichung 5.8, bestimmt bei einer Verteilung nur der Anlauffrequenzen weiterhin allein die Aktivierungsenergie die Steigung. Im Falle einer Verteilung nur der Aktivierungsenergie gilt bei gewissen Näherungen und ausreichend breiten Verteilungen ebenfalls Gleichung 5.8, nur gilt sie jetzt für eine bestimmte Stelle im Spektrum von τ , also für eine konkrete Relaxationszeit, und die Geradensteigung ist temperaturabhängig, da sich der Debye-Peak gemäß Gleichung 5.10 und 5.11 mit $1/T$ verbreitert. Damit kann sich z.B. trotz konstanter Relaxationsstärke das Dämpfungsmaximum mit wachsender Peaktemperatur erhöhen (die Peaktemperatur läßt sich durch Messungen bei anderen Schwingungsfrequenzen variieren), da die Verteilung gemäß $1/T$ schmaler wird und die Fläche unter der Verteilung weiterhin eins bleiben muß.

Untergrunddämpfung

Der auftretende Dämpfungsuntergrund setzt sich im wesentlichen aus einem exponentiellen und einem linearen Anteil zusammen:

- Der sogenannte **Hochtemperaturdämpfungsuntergrund** („high-temperature background“) läßt sich meist gut durch

$$Q_{HT}^{-1} = c_1 e^{-c_2/T} \quad (5.12)$$

approximieren, worin die Parameter c_1 und c_2 nicht direkt physikalischen Größen zuordenbar sind. Als Ursache werden i. a. verschiedene auf Versetzungsbewegungen zurückzuführende Effekte wie viskoplastisches Fließen oder Diffusionsprozesse (auch Einkristalle zeigen Hochtemperaturdämpfung) wie Leer- bzw. Störstellendiffusion angeführt.

- Die **transversale thermoelastische Dämpfung**, die durch den zwischen Bereichen adiabatischer Stauchung bzw. Streckung (Innen- bzw. Außenseite der gekrümmten Probe) einsetzenden zeitverzögerten Wärmefluß verursacht wird, zeigt ideal anelastisches Verhalten und wächst (im wesentlichen) proportional zur absoluten Temperatur

$$\Delta_{th} = \frac{M_u \alpha^2}{c_p} T, \quad \tau = \frac{d^2 c_p}{\pi^2 \lambda}, \quad \begin{array}{ll} M_u & \text{Elastizitätsmodul (unrelaxiert),} \\ \alpha & \text{Ausdehnungskoeffizient (Länge),} \\ c_p & \text{spez. Wärmekapazität (Volumen),} \\ d & \text{Probendicke,} \\ \lambda & \text{Wärmeleitfähigkeit.} \end{array} \quad (5.13)$$

Die Eigenfunktionen höherer Ordnung der Wärmeleitgleichung liefern weitere Relaxationszeiten. Da jedoch deren Relaxationsstärken alle zusammen weniger als 2 % des Gesamteffektes ausmachen, werden sie i. a. vernachlässigt.

5.1.2 Fitfunktion

Da lediglich bei einer Schwingungsfrequenz gemessen wurde, kann nicht mit Hilfe eines Arrhenius-Plots aus der Temperaturabhängigkeit der Peakposition die Aktivierungsenergie bestimmt werden, und so auch keine eindeutige Zuordnung der angefitteten Peakbreite zur Aktivierungsenergie E oder zum Verteilungsparameter β vorgenommen werden. Jedoch soll nicht nur ein Peak, sondern es sollen auch mehrere Peaks gleichzeitig angefittet werden. Sie repräsentieren im Gegensatz zu einer kontinuierlichen Verteilung unterschiedliche zugrundeliegende Prozesse, z.B. die durch verschiedene Cluster oder Ausscheidungen der Legierungspartner oder andere Gitterdefekte unterschiedlich stark behinderte Versetzungsbewegung.

Die verwendete Fitfunktion lautet allgemein

$$\begin{aligned} Q_{ges}^{-1} &= Q_{th}^{-1} + Q_{HT}^{-1} + \sum_{\tau_i} Q_{DP}^{-1}(\tau_i) \\ &= a_1 T + e^{a_2 - a_3/T} + \sum_i \Delta_i f_2(0, r_2^{-1}(b_i)) \operatorname{sech} \left(b_i \left(\frac{E_i}{kT} + \ln \frac{\omega}{\nu_{0,i}} \right) \right). \end{aligned} \quad (5.14)$$

Hierin sind $b_i, a_1, a_2, a_3 > 0$ die variablen Fitparameter sowie $f_2(0, \beta)$ und $r_2(\beta)$ zwei bei Nowick und Berry [14] angegebene und tabellierte Funktionen. $f_2(\ln(\omega\tau), \beta)$ ist die tatsächliche sich aus Integration über die gaußverteilte Relaxationszeit ergebende Peakfunktion und $r_2(\beta)$ ihre relative Halbwertsbreite, bezogen auf die Halbwertsbreite eines Debye-Peaks $f_2(\ln(\omega\tau), 0)$. Da wie eingangs beschrieben bei nur einer untersuchten Schwingungsfrequenz eine Verteilung nicht von der Aktivierungsenergie getrennt werden kann, werden alle Fitparameter $b_i = 1$ gesetzt, so daß die Funktion hinter dem Summenzeichen einem normalen, nicht verbreiterten Debye-Peak mit einer diskreten Aktivierungsenergie und einer bestimmten Anlauffrequenz entspricht. Die Umkehrfunktion r_2^{-1} von $r_2(\beta)$ liefert in diesem Fall $\beta = 0$ und mit $f_2(0, 0) = 1/2$ entspricht die Höhe genau der des Debye-Peaks.

a_1 kann mit dem theoretischen Wert aus Gleichung 5.13 auf Plausibilität hin verglichen werden. Die Konstante c_1 aus Gleichung 5.12 wurde als a_2 in die Exponentialfunktion gezogen, um die

Stärke der Abhängigkeit der Hochtemperaturdämpfung von einer Änderung des Parameters der Stärke des anderen Parameters a_3 anzugleichen.

5.1.3 Exemplarische Messung

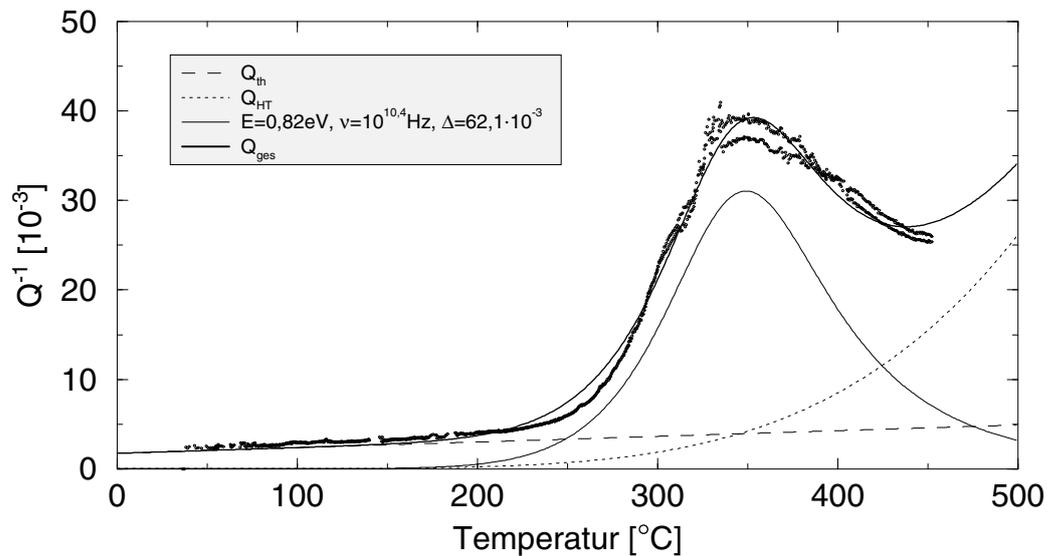


Abb. 5.1: Dämpfungspeak der Aluminium-Legierung AlMg3, angefitet durch mit einem Debye-Peak. Den Untergrund bilden thermoelastische und Hochtemperaturdämpfung. Zum Fitten wurde eine konstante Schwingungsfrequenz von $f=1050$ Hz angenommen.

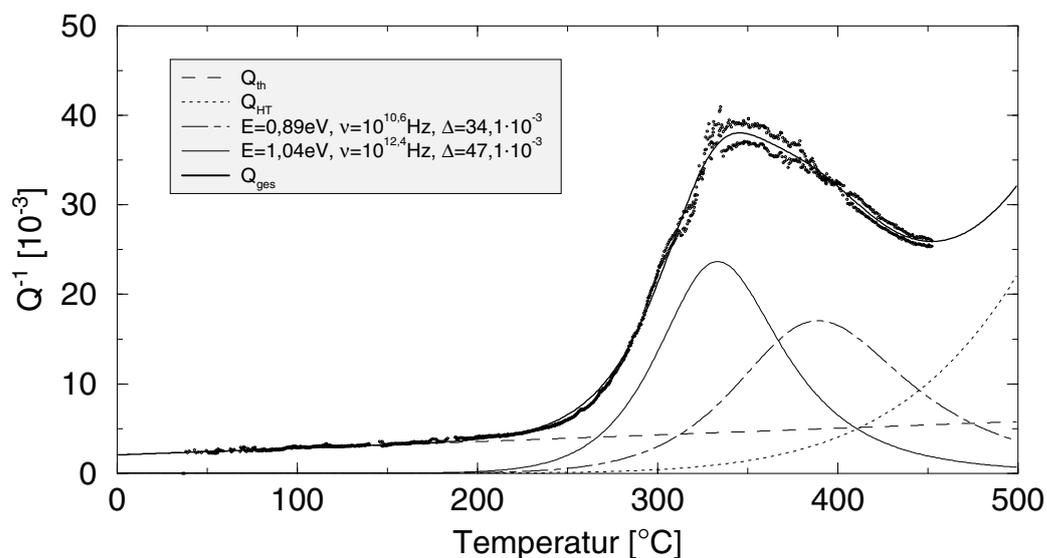


Abb. 5.2: Dämpfungspeak der Aluminium-Legierung AlMg3, angefitet durch zwei Debye-Peaks. Den Untergrund bilden thermoelastische und Hochtemperaturdämpfung. Zum Fitten wurde eine konstante Schwingungsfrequenz von $f=1050$ Hz angenommen.

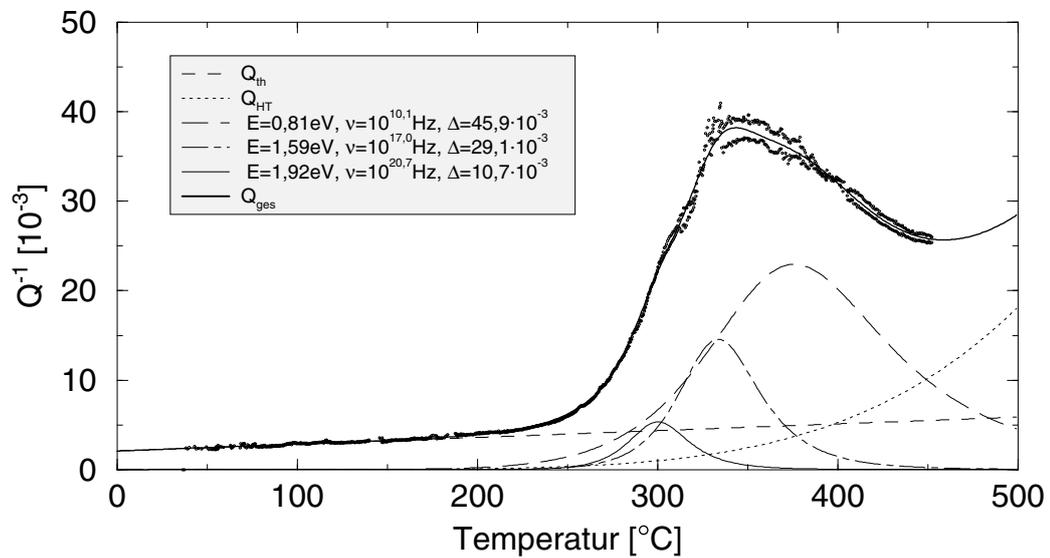


Abb. 5.3: Dämpfungspeak der Aluminium-Legierung AlMg3, angefitet durch drei Debye-Peaks. Den Untergrund bilden thermoelastische und Hochtemperaturdämpfung. Zum Fitten wurde eine konstante Schwingungsfrequenz von $f=1050$ Hz angenommen.

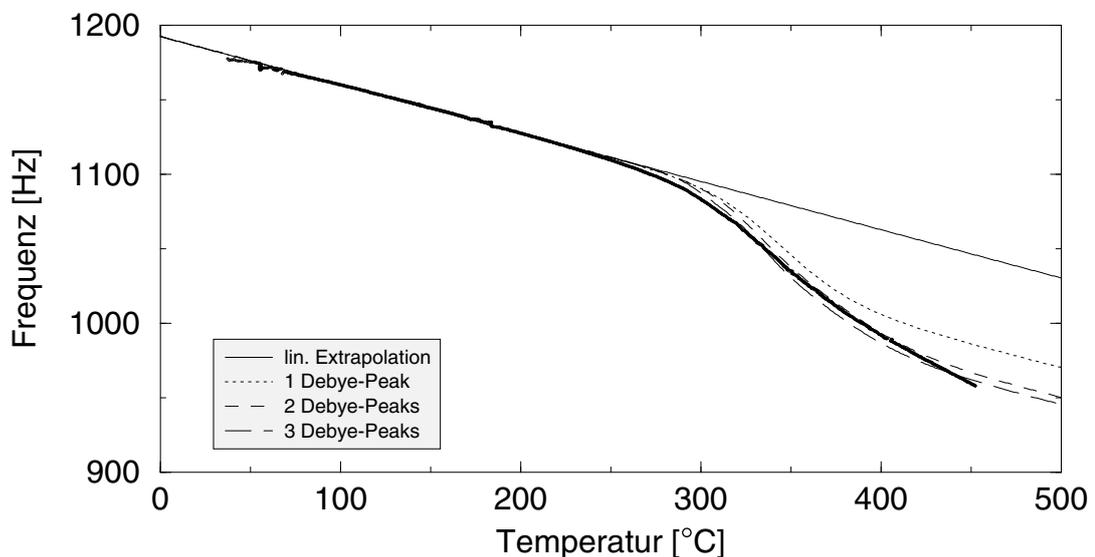


Abb. 5.4: Schwingungsfrequenz der Aluminiumprobe aus AlMg3-Legierung, angefitet mit den Ergebnissen aus Abb. 5.1, Abb. 5.2 bzw. Abb. 5.3 (ein bis drei Debye-Peaks). Für die Berechnungen wurde eine konstante Schwingungsfrequenz von $f=1050$ Hz angenommen und die Ergebnisse mit der vom Bereich 100–200 °C linear extrapolierten tatsächlichen Frequenzentwicklung multipliziert.

Anhand einer Messung soll exemplarisch die Bestimmung von ein bis drei Aktivierungsenergien und Anlauffrequenzen durchgeführt werden. Zum Fitten stand das unter Windows 98 arbeitende Programm PeakFit von SPSS [51] in Version 4.00 zur Verfügung. Die stimmgabelförmige Probe bestand aus der gebräuchlichen Aluminiumlegierung AlMg3 (Nr. 3.3535), die als wesentlichen Legierungspartner Magnesium mit 2,6–3,4 % sowie kleinere Anteile <0,5 % Mangan und <0,3 % Chrom enthält (Angaben in Gewichtsprozent). Um einen eingefitteten Debye-Peak einem konkreten physikalischen Prozeß zuordnen zu können, wären neben anderen Schwingungsfrequenzen und -amplituden weitere Untersuchungen, z. B. TEM-Aufnahmen⁶ des mikroskopischen Gefüges sinnvoll. So kann hier nur angemerkt werden, daß bei industriellen Aluminiumlegierungen ein Großteil der Dämpfung auf die durch Ausscheidungen behinderte Bewegung von Versetzungen zurückgeführt werden kann (siehe z.B. die Untersuchung einer AlMgSi-Legierung von Carreño-Morelli [18]). Ein kurzer Überblick über die Ausscheidungshärtung und die Wirkung der beteiligten Legierungspartner findet sich bei Levermann [3]. Für alle Fits wurde die Schwingungsfrequenz fest auf $f = \omega/2\pi = 1050$ Hz gesetzt. Dies ist etwa die Frequenz bei der Peaktemperatur 345 °C. Wie an Abb. 5.1 deutlich zu sehen, kann ein Debye-Peak allein den Dämpfungsverlauf nicht erklären, jedoch nähern zwei Peaks (Abb. 5.2) die Meßdaten bereits gut an. Je mehr Peaks man verwendet, desto besser wird die Meßkurve wiedergegeben, nur liegen die Abweichungen bei zwei Aktivierungsenergien schon in der Größenordnung der Meßgenauigkeit, so daß die Existenz weiterer Debye-Peaks nicht mehr zwingend ist. Schließlich muß auch jedem weiteren diskreten Debye-Peak in neuer mikroskopischer Dämpfungsprozeß zugrundeliegen, und dies ist bei sehr vielen Peaks sicherlich nicht mehr gegeben.

Setzt man die Fitergebnisse in Gleichung 5.3 ein, so geben die Ergebnisse zu den zwei Peaks den Frequenzverlauf sogar besser wieder als die zu den drei Peaks aus Abb. 5.3. Der dem einen Debye-Peak aus Abb. 5.1 entsprechende Moduldefekt bzw. die zugehörige Frequenzabnahme ist deutlich zu klein. Dies deutet darauf hin, daß der Dämpfungsuntergrund, vor allem die Hochtemperaturdämpfung, dort zu groß bestimmt wurde.

Die Längenmessung wurde nicht wiedergegeben, da der gesamte Effekt — die Photospannung verringert sich um insgesamt 2,5 % entsprechend einem etwa 5 % größeren Ausdehnungskoeffizienten von AlMg3 als der des 99,9999%ig reinen Aluminiums der Referenz, sofern etwaige Fehler vernachlässigt werden — so gering ist, daß zum einen der in Abb. 4.3 wiedergegebene Ausdehnungskoeffizient mit nur einem kleinen Fehler auch für die Aluminiumlegierung angesetzt werden kann und andererseits die in Abschnitt 4.3.2 erläuterten Fehler gar keine sichere Erfassung so kleiner Differenzen im Ausdehnungskoeffizienten erlauben.

Als Vorgriff auf die im folgenden Abschnitt 5.2.1 auf Basis von modifizierten Lennard-Jones-Potentialen vorgestellte Beziehung⁷ Gleichung 5.27 sollen die für Aluminium passenden Potenzen des Modellpotentials bestimmt werden. Berechnet man bei z. B. 1150 Hz (132,5 °C) aus der Steigung der in Abb. 5.4 eingetragenen Geraden die relative Frequenzänderung $\Delta f/(f\Delta T) = -2,82 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$, ergibt sich zusammen mit dem in Abb. 4.3 angegebenen Ausdehnungskoeffizienten $\alpha(132,5 \text{ °C}) = 25,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ gemäß Gleichung 4.11 für die relative Moduländerung $\Delta M/(M\Delta T) = 5,39 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$ und als Endergebnis

$$\frac{\Delta M/\Delta T}{M} = 21,3 \cdot \alpha. \quad (5.15)$$

Der Wert 21,3 stimmt erstaunlich gut mit dem Wert 21 überein, also dem unmodifizierten

⁶transmission electron microscopy

⁷Hier wird die Ableitung der Beziehung nach der Temperatur benötigt.

Lennard-Jones-Potential mit den Potenzen 12 und 6. Legt man den 5 % größeren Ausdehnungskoeffizienten zugrunde, wie ihn die Photospannung (scheinbar) liefert, ergibt sich mit 20,2 ein vergleichbar gut mit dem Lennard-Jones-Potential verträgliches Ergebnis.

Zuletzt sei noch einmal darauf hingewiesen, daß viele Näherungen gemacht wurden, um die Abhängigkeit der Peaks von gewissen Größen deutlicher herauszustellen als es eine exakte Lösung vermag. Jedoch werden als Folge der Vereinfachungen Feinheiten, wie sie zur Differenzierung zwischen zwei und drei diskreten Debye-Peaks nötig wären, nicht mehr korrekt wiedergegeben. Auch wenn mit der heutigen Computertechnik ein exakt der Messung entsprechender Dämpfungsverlauf aus beliebigen kontinuierlichen Spektren berechenbar ist, bleibt letztlich zum einen die Meßungenauigkeit, die keine beliebig genaue Unterscheidung erlaubt und zum anderen, daß Theorien eben nur Idealisierungen der Wirklichkeit darstellen und die Physik vielleicht gar nicht so exakt wiederzugeben vermögen, wie es die exakte Natur der Mathematik manchmal vorgibt zu können.

5.2 Vitrovac 0080 (Ni₇₈Si₈B₁₄)

Als Beispiel für ein metallisches Glas wurde Ni₇₈Si₈B₁₄ gewählt, das von VAC [52] im „melt spinning“-Verfahren hergestellt wurde und unter der Handelsbezeichnung Vitrovac 0080 erhältlich ist.

5.2.1 Theoretische Einführung

Die im folgenden hergeleitete Beziehung zwischen Elastizitätsmodul- und Längenänderung findet sich nebst weiterer aus der Betrachtung modifizierter Lennard-Jones-Potentiale hergeleiteter Zusammenhänge bei Porscha [1]. Die damit möglich gewordene Interpretation einer kombinierten Vibrating-Reed- und dilatometrischen Messung anhand der Korrelation dieser beiden Größen wird anschließend im Abschnitt 5.2.2 vorgestellt.

Um einen Zusammenhang zwischen den beiden gemessenen Größen, dem Elastizitätsmodul M bzw. dessen relativer Änderung und dem Ausdehnungskoeffizienten α herzustellen, definiert man als Ausgangsbasis ein Modellpotential, das die interatomaren Kräfte im Festkörper beschreiben soll

$$V(r) = \frac{a}{r^m} - \frac{b}{r^n}, \quad m > n; \quad a, b > 0. \quad (5.16)$$

Ein solches Potential wird für $m = 12$ und $n = 6$ als Lennard-Jones-Potential bezeichnet. Andere Potenzen m und n sind ebenso gebräuchlich, wobei jedoch meist $m = 2n$ gesetzt wird. Bei höheren Potenzen spricht man von harten, bei kleineren von weichen Potentialen. Wichtig für die weitere Betrachtung sind die Ableitungen des Potentials im Gleichgewichtsabstand r_0 zweier benachbarter Atome, welcher durch das Minimum des Potentials bestimmt ist, also dem Ort, an dem $V'(r_0) = 0$ wird. Damit lassen sich aus Gleichung 5.16 folgende Formen für die Ableitungen herleiten

$$V'(r_0) = 0, \quad (5.17)$$

$$V''(r_0) = -\frac{mn}{r_0^2} V(r_0), \quad (5.18)$$

$$V'''(r_0) = -\frac{m+n+3}{r_0^2} V''(r_0). \quad (5.19)$$

Als nächstes soll das hier interessierende Elastizitätsmodul durch das oben eingeführte Modellpotential ausgedrückt werden. Dazu wird die Definition des Elastizitätsmoduls, in welcher es den Zusammenhang zwischen Dehnung ϵ und Spannung σ ausdrückt,

$$\epsilon = M\sigma, \quad (5.20)$$

mit Hilfe der Entsprechungen

$$\epsilon = \frac{r - r_0}{r_0}, \quad \sigma = \frac{F}{A} \quad (5.21)$$

auf die atomistische Ebene übertragen. Die Dehnung wird also zur relativen Änderung des Atomabstandes und die Spannung zur Kraft F auf die wirksame Angriffsfläche A . Die Kraft ist definitionsgemäß die negative räumliche Ableitung des Potentials und für die Angriffsfläche kann im kubischen Gitter⁸ das Quadrat des mittleren Atomabstandes angesetzt werden

$$F = -V'(r), \quad A = r_0^2. \quad (5.22)$$

Entwickelt man die erste Ableitung des Potentials in eine Taylorreihe um r_0 und beschränkt sich auf die lineare Näherung

$$V'(r) = V'(r_0) + V''(r_0)(r - r_0) + \dots \simeq V''(r_0)(r - r_0), \quad (5.23)$$

ergibt sich aus Gleichung 5.20 unter Beachtung der Gleichungen 5.18, 5.21, 5.22 und 5.23

$$\frac{r - r_0}{r_0} = \frac{1}{M} \frac{F}{A} \quad \Leftrightarrow \quad M = \frac{r_0}{r - r_0} \frac{-V'(r)}{r_0^2} = -\frac{V''(r_0)}{r_0} = \frac{mn}{r_0^3} V(r_0). \quad (5.24)$$

Das Elastizitätsmodul ist also proportional zur zweiten Ableitung des Potentials.

Mit diesem Wissen kann jetzt die Korrelation mit der Längenausdehnung, wiederum über eine Taylorreihenentwicklung diesmal der zweiten Ableitung der Potentials

$$V''(r) = V''(r_0) + V'''(r_0)(r - r_0) + \dots, \quad (5.25)$$

hergestellt werden

$$\frac{M - M_0}{M_0} = \frac{-V''(r) - (-V''(r_0))}{-V''(r_0)} = \frac{V'''(r_0)}{V''(r_0)}(r - r_0). \quad (5.26)$$

Wird nun noch $V'''(r_0)$ gemäß Gleichung 5.19 ersetzt, erhält man die gesuchte Beziehung zum Ausdehnungskoeffizienten α

$$\frac{M - M_0}{M_0} = -(m + n + 3) \frac{r - r_0}{r_0} = -(m + n + 3) \alpha T. \quad (5.27)$$

T bezeichnet die absolute Temperatur, so daß die Bezugsgrößen E_0 und l_0 die Extrapolation von Elastizitätsmodul und Länge auf den absoluten Nullpunkt darstellen.

⁸Für amorphe Strukturen ergibt eine Betrachtung, bei der die verschiedenen Atome als unterschiedlich große Kugeln angenähert werden, nur etwa 10–20 % vom kubischen Fall abweichende Angriffsflächen (Porscha [1]), so daß die Angriffsfläche des kubischen Gitters auch für metallische Gläser verwendet werden soll.

5.2.2 Exemplarische Messung

Abb. 5.5 zeigt alle an Vitrovac 0080 beim Aufheizen von Raumtemperatur bis 450°C mit $0,5\text{ K/min}$ gemessenen Größen sowie die daraus bestimmte Modul- und Längenänderung. Da die Probe zuvor bereits einmal bis 200°C erhitzt wurde, setzt die Relaxation erst oberhalb von 200°C ein, deutlich zu erkennen an der ab dort wieder ansteigenden Schwingungsfrequenz. Ab 340°C fällt die Frequenz erneut ab, was Obert [5] als Abschluß der Relaxationsprozesse interpretiert. Schließlich setzt oberhalb 400°C die Kristallisation ein, die zur starken Schrumpfung der Probe führt.

An der Signalamplitude fällt besonders der Einbruch bei etwa 130°C auf, der auf die Ankopplung der Probenschwingung an die Einspannung zurückzuführen ist. Daß in der Dämpfung wenig zu sehen ist, liegt an dem dort mit $1 \cdot 10^{-3}$ noch kleinen Wert der Dämpfung. Tatsächlich steigt dort die Dämpfung um 50 % an. Ein weiterer Peak in der Dämpfung knapp unterhalb 300°C hat wahrscheinlich die gleiche Ursache. Hinzu kommt dort ein Sprung in der Frequenz, evtl. verursacht durch das abrupte Lösen von beim Zuschneiden der Probe eingebrachten Spannungen und der damit verbundenen Änderung der Probenkrümmung. Die Photospannung, die ja (leider) auch auf eine Probenkrümmung reagiert, zeigt sich erstaunlicherweise nur wenig beeinflußt.

Da mit der Kristallisation die Schwingungsmessung versagt, wie die auf null absinkende Meßsignalamplitude zeigt, können Elastizitätsmodul- und Längenänderung zum Vergleichen nur bis 400°C übereinander aufgetragen werden (Abb. 5.5, Bild rechts unten). Bezugspunkt sind die Probenlänge l_0 und der Elastizitätsmodul M_0 bei Raumtemperatur zu Beginn der Messung. Die anfänglichen „Wellen“ nahe dem Ursprung des Diagramms werden durch die leicht schwankende Photospannung verursacht und sind wahrscheinlich Ausdruck der in Abschnitt 4.3.2 beschriebenen, mit der Heizleistung korrelierten Ausdehnung des Probenträgers. Bei Temperaturen unterhalb etwa 100°C neigt nämlich die Heizungssteuerung zum Schwingen, da wegen der geringen Differenz zur Raumtemperatur noch keine ausreichende Kühlung von Einspannung bzw. Probe stattfindet, diese aber für eine funktionsfähige Regelung der Temperatur essentiell ist. Bei höheren Temperaturen ist jedoch die Kurve ausreichend glatt, um eine Gerade hindurchzulegen. Da diese deutlich am Ursprung vorbeigeht, muß bei niedrigen Temperaturen (im Bereich der Wellen) ein anderes Verhältnis von Modul- zu Längenänderung bestanden haben, angedeutet durch eine zweite Gerade durch den Ursprung. Unter Verwendung von Gleichung 5.27 erhält man für die Potenzen die sehr großen Werte von ca. 28 für niedrige bzw. 46,3 für hohe Temperaturen. Ursache hierfür ist die im Vergleich zu Messungen von Friedrichs [4] etwa um fast den Faktor zwei zu kleine Längenänderung. Wie eine derart große Abweichung zustande kommen konnte, ist völlig unklar. Eigentlich kann nur die Spalthöhe falsch ausgemessen worden sein, nur wurde an der vorliegenden Probe der Spalt insgesamt dreimal ausgemessen (vor der Messung bis 200°C nach dieser Messung und zwischen den beiden Messungen). Daß als Bezugspunkt nicht die auf den absoluten Nullpunkt extrapolierten Werte von Elastizitätsmodul und Länge zugrunde gelegt wurden, ist bei diesem großen Fehler ohne Bedeutung.

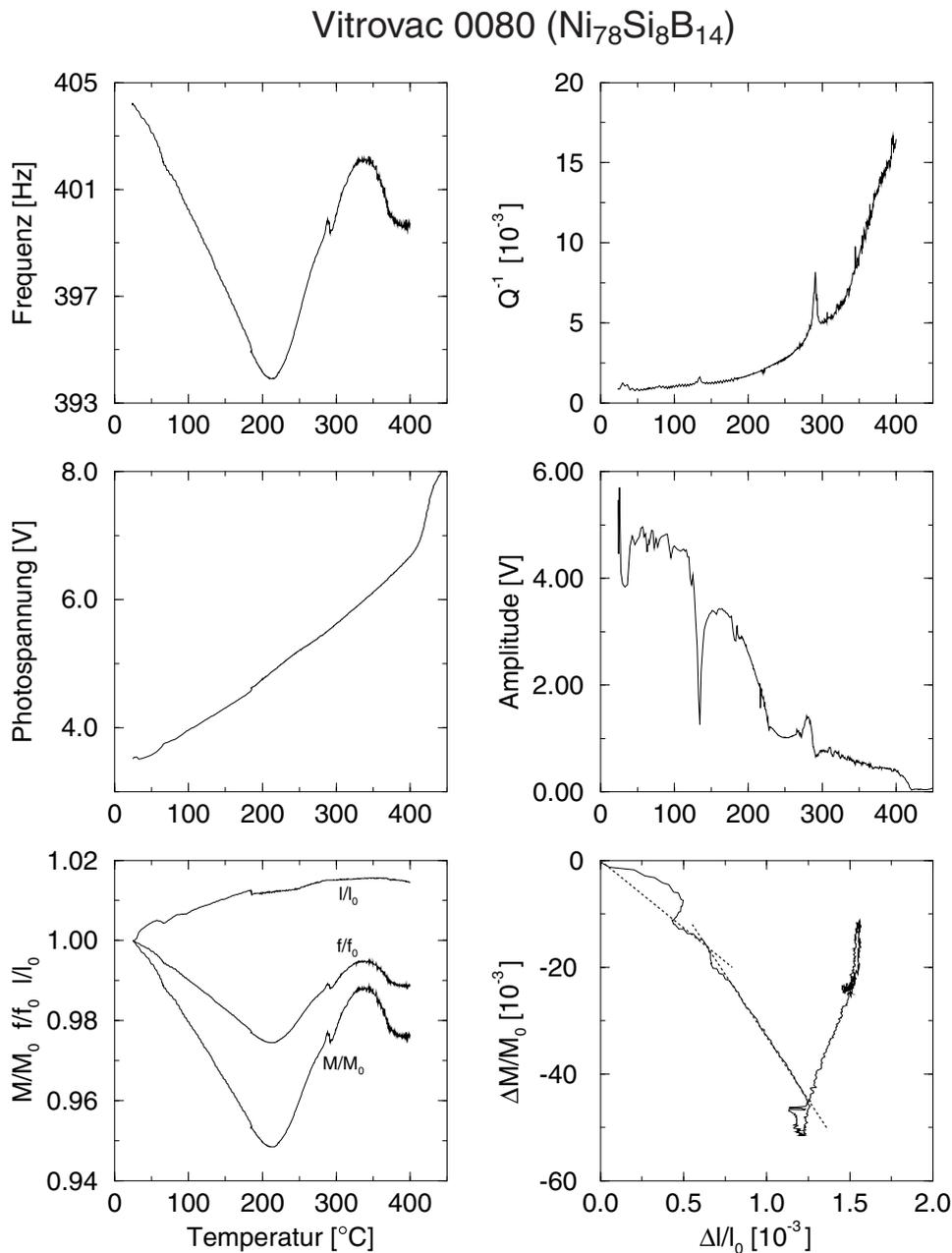


Abb. 5.5: Kombinierte Messung an Vitrovac 0080 ($\text{Ni}_{78}\text{Si}_8\text{B}_{14}$) beim Aufheizen von Raumtemperatur bis 450°C mit $0,5\text{ K/min}$. Referenz aus Reinaluminium. Da die Probe zuvor bereits einmal bis 200°C erhitzt wurde, setzt die Relaxation erst oberhalb von 200°C ein (Anstieg der Schwingungsfrequenz links oben). Etwas oberhalb 400°C beginnt die Kristallisation, was zur starken Schrumpfung der Probe (sprunghafte Zunahme der Photospannung links Mitte) führt. Da hier die Schwingungsmessung versagt (Meßsignalamplitude rechts Mitte wird null), können Elastizitätsmodul- und Längenänderung nur bis 400°C übereinander aufgetragen werden (rechts unten). Die hierfür nötigen Einzelgrößen (links unten, Längenänderung 10fach vergrößert) wurden aus den beiden darüberliegenden Diagrammen (links) und dem Ausdehnungskoeffizienten der Referenz nach Abb. 4.3 gewonnen. Schließlich ist noch die Dämpfung (rechts oben) mit angegeben, die wie bei allen vier oberen Diagrammen auch über der Probentemperatur in $^\circ\text{C}$ aufgetragen ist.

Zusammenfassung

Die in dieser Arbeit detailliert vorgestellte und in vielen Komponenten überarbeitete und verbesserte Apparatur zur kombinierten Dilatometrie und Vibrating-Reed-Messung im Temperaturbereich von Raumtemperatur bis etwa 700 °C erlaubt die Bestimmung der Eigenfrequenz, Dämpfung und quasi gleichzeitig der Längenänderung massiver Proben oder dünner Bänder in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit. Am Beispiel einer Aluminium-Magnesium-Legierung (AlMg3, Nr. 1.3535) für ein polykristallines Material und Ni₇₈Si₈B₁₄ (Vitrovac 0080, Hersteller VAC [52]) für ein metallisches Glas wurde die prinzipielle Funktionsweise der Apparatur vorgeführt und wurden Möglichkeiten zur Interpretation der erhaltenen Meßwerte aufgezeigt. Das Dilatometer arbeitet durch die optische Erfassung lastfrei, so daß die Probe nur unter der Last ihres Eigengewichtes steht und man in dieser Hinsicht nicht Gefahr läuft, die Längenmessungen zu Kriechversuchen umzufunktionieren. Lediglich bei Messungen in Temperaturbereichen, in denen das Probenmaterial den durch das Stegplättchen hohen punktuellen Anpreßdruck nicht widerstehen kann, sind Fehler durch Kriechen zu erwarten. Ohne einen ausreichend hohen Druck wäre keine vernünftige Schwingungsmessung möglich, bei Verwendung flächiger Anpreßbacken dagegen keine exakte Dilatometrie.

Dies offenbart das wesentliche Dilemma des Versuches, verschiedene Untersuchungsmethoden gleichzeitig an einer Probe durchführen zu wollen: Die Optimierung der einen Messung auf geringe Fehler bedingt häufig große Fehler in der anderen Meßgröße, wodurch man gezwungen ist, Kompromisse einzugehen und gewisse Fehler hinnehmen muß. Wenn allerdings die Fehler so groß werden wie hier bei der Dilatometrie, muß man sich fragen, ob nicht die genaue Messung der Einzelgrößen unabhängig voneinander und — bei nicht reversiblen Prozessen — an verschiedenen Proben weiterführt. Mit vielen Einzelmessungen erlaubt eine statistische Untersuchung u. U. differenziertere Aussagen als eine zwar gleichzeitige, aber stark fehlerbehaftete kombinierte Messung.

Wenn auch die Genauigkeit der Längenmessung z. Zt. alles andere als befriedigt, so könnte man das eigentlich überzeugende Längenmeßprinzip doch noch retten, sollten die vorgeschlagenen apparativen Veränderungen tatsächlich greifen und die Fehler deutlich reduzieren. Andernfalls müßte der Strahlengang vollständig neu aufgebaut werden unter Verwendung hochwertiger Optik und einer besonders homogen abstrahlenden Lichtquelle wie einer Ulbrichtkugel, die näherungsweise einen Lambertstrahler darstellt. Dabei sollte von vornherein darauf geachtet werden, daß die Position des Spaltes durch thermische Ausdehnung im Strahlengang möglichst wenig wandert, vielleicht sollte sogar die von der Ausdehnung der Referenz selbst erzeugte Spaltverschiebung kompensiert werden.

Für die Schwingungsmessung wurde durch einen neu entwickelten Meßverstärker die Möglichkeit geschaffen, nicht nur an dünnen Filmen, sondern auch an massiven Proben (Bulkproben) Vibrating-Reed-Messungen durchführen zu können. Zusätzlich hat der neue Verstärker die vorher äußerst diffizile Justage des Strahlengangs durch seinen Hochpaßfilter wesentlich verein-

facht. Als neues Verfahren wurde in diesem Zusammenhang die Dämpfungsmessung durch Ausmessen eines Resonanzpeaks bei erzwungener Schwingung implementiert, mit dem der mögliche Dämpfungsbereich nach oben hin um über eine Größenordnung auf etwa $Q^{-1} = 0,1$ ausgedehnt werden konnte. Das dem Verfahren inhärente breite Anregungsfrequenzspektrum sorgt im Vergleich zum bisherigen Free-Decay-Verfahren für große Stabilität (die Resonanzfrequenz wird nur selten verloren und auch dann schnell wieder aufgefunden). Dies ist jedoch gleichzeitig sein prinzipieller Nachteil, so daß es immer nur als Ergänzung zur universellen Free-Decay-Methode eingesetzt werden sollte, sofern letztere durch eine Neuimplementierung auch für große Dämpfungen einsatzfähig gemacht wird.

Die neu entwickelte Heizungssteuerung kann nun beide Heizungen getrennt regeln, wodurch über weite Temperaturbereiche hinweg der Temperaturgradient längs der Referenz (und der Probe) gering gehalten werden kann.

Von den vielen weiteren apparativen Veränderungen sei noch die verbesserte Einspannung herausgegriffen, die u. a. die thermische Ankopplung der Probe an die Einspannung verbessert hat und zudem einen schnelleren Probenwechsel durch die vereinfachte Ausrichtung von Probe und Referenz aufeinander erlaubt.

Die Steuersoftware wurde fast vollständig neu geschrieben. Die veraltete Betriebssystem- und Entwicklungsumgebung, die durch die zur Ansteuerung der Scopekarte nötige Softwarebibliothek erzwungen wurde, sollte im Zuge zukünftiger Änderungen und Erweiterungen durch Einsatz alternativer D/A-Wandlertechnik baldmöglichst auf den heutigen Stand der (Software-)Technik gebracht werden. Das dadurch neu erschlossene Entwicklungspotential in Form von Multitaskingfähigkeit und praktisch unbegrenztem Speicherplatz wird durch Parallelisierung der Abläufe mehr Messungen pro Zeitintervall erlauben und einer weiteren Verbesserung der Algorithmen keine künstlichen Beschränkungen mehr auferlegen. Vielleicht kann sogar eine sofortige Auswertung und graphische Darstellung der Meßgrößen noch während der laufenden Messung neben Eingriffsmöglichkeiten in die laufende Messung verwirklicht werden, so daß die instantane Kontrolle des korrekten Versuchsablaufes möglich wird.

Anhang A

Quellen

A.1 Programmstruktur

Das Programm gliedert sich folgendermaßen, wobei die Dateinamen¹ der jeweiligen Quelldateien mit angegeben sind:

- Das Hauptprogramm ***mess.pas***, aus dem zusammen mit den folgenden Units nach erfolgreicher Kompilation das Steuerungsprogramm *mess.exe* für diese Apparatur hervorgeht. Es übernimmt die Abspeicherung der Meßwerte und druckt diese regelmäßig via lpr über das Netzwerk aus².
- Die Unit ***messen4.pas*** beinhaltet die eigentlichen Meßverfahren Free-Decay-, Resonanzpeak- und Resonanzmaximumsverfahren. Letzteres stammt von Levermann und ist von mir weder an das neue Programm angepaßt noch verwendet worden, da es nicht zufriedenstellend gearbeitet hat [11].
- Die Heizungssteuerung und -regelung ist in ***heater4.pas*** verwirklicht. Sie wird mit dem gewünschten Heizprogramm initialisiert, das dann selbständig abläuft. Da kein preemptives Multitasking zur Verfügung steht, muß die Routine zur Heizungssteuerung vom übrigen Programm ständig aufgerufen werden.
- Aus demselben Grund wird mit der Unit ***sdelay4.pas*** ein neues *delay* geschaffen, das in einer Schleife für die Dauer der Wartezeit eine weitere Routine aus *heater4.pas* wiederholt aufruft.
- Als Schnittstelle zwischen den Meß- und Steuerrouninen und allen externen Meßgeräten, die über den IEEE-Bus angesprochen werden, dienen die in ***ieee4.pas*** gesammelten Routinen. Diese wiederum greifen auf
- die ursprünglich von Plessing [54] entwickelte Unit ***ieeecard.pas***³ zurück, die um Debugging-Ausgaben und eine abweichende EOI-Behandlung⁴ ergänzt und umfassend dokumentiert wurde.

¹Viele Dateien besitzen einen mit „4“ endenden Basisnamen. Dieser steht für Version 4 des Meßprogramms (1. Porscha [1], 2. Schermeyer [2], 3. Levermann [3]).

²Sinnvollerweise wird die Druckausgabe in eine Datei gelenkt, anhand der die laufende Messung mit Software zur Datenvisualisierung kontrolliert werden kann.

³Die Urversion hieß *ieee.pas*

⁴end of input; eine Signalleitung des IEEE-Busses.

- **scope4.pas** baut auf die von J.E.T. [35] zur Ansteuerung ihrer Scope-Karte mitgelieferte Unit *tpu12840.tpu* (und dem zugehörigen Overlayteil mit den Initialisierungsroutinen *ovl12840.ovl* sowie den Triggerdateien **.tri*, von denen allerdings nur die Datei *perm.tri* für permanentes Triggern benötigt wird) auf und stellt den anderen Programmteilen eine komfortablere und erweiterte Meßbereichswahl sowie eine veränderte Ausleseroutine zur Verfügung.
- In der Unit **parport4.pas** befinden sich alle Objekte, die die über den Parallelport gesteuerten Geräte repräsentieren, also der Hochspannungsschalter, die beiden Heizungsschalter sowie die Resetleitung zum Philips Frequenzgenerator. Die darunterliegende Parallelportansteuerung ist im Gegensatz zu *ieee4.pas* und *scope4.pas* gleich mit enthalten, da sie trivial ist (der Zugriff erfolgt über die pascalinterne Variable `Port []`).
- **simplex.pas**. Zum Fitten von beliebigen Funktionen hat Harms den Simplex-Algorithmus von Nelder [26] implementiert. Dieser wird vom Resonanzpeakverfahren benutzt.
- **ffffit.pas**. Diese Unit stellt eine Implementation des bekannten FFT-Algorithmus [27] zur schnellen diskreten Fouriertransformation vor. Darüberhinaus sind Routinen zum Auffinden des Maximums bzw. des höchsten Peaks enthalten, auf welche die Resonanzmaximumsmethode zurückgreift. Durch die 64KB-Beschränkung von Turbo Pascal bleibt die maximale Stützstellenzahl auf 8192 beschränkt.
- **textmenu.pas**. Als eher notdürftigen Ersatz für die graphische Oberfläche von Levermann finden sich hier Routinen zur Bildschirmausgabe, Darstellung von Menüs oder zur Abfrage von Dateinamen sowie diverse die Ausgabe vereinfachende Konvertierungsfunktionen zur Umwandlung zwischen Zahlen und Strings.
- Die Unit **messhilf.pas** stellt ein normales *delay* zur Verfügung, das das auf schnellen Rechnern zu kurze pascalinterne *delay* ersetzt. Daneben findet sich ein auf dem Systemtimer basierendes Stoppuhr-Objekt sowie zwei kleine Funktionen für den Dateisystemzugriff.
- Schließlich unterstützt **debug.pas** bei Bedarf mit Routinen zur Debugausgabe auf den Bildschirm und in Dateien die Fehlersuche.

In den sich anschließenden Abschnitten sind Ausschnitte des Meßprogramms vollständig und unverändert in der Form wiedergegeben, wie es für alle in dieser Arbeit wiedergegebenen Messungen benutzt wurde. Als wesentliche Schwächen im Gegensatz zur aktuellsten Programmversion besitzt es keine Regelung der Schwingungsamplitude. Zudem arbeitet der Bereichswechsel der Scopekarte, der den Meßbereich der veränderlichen Amplitude anpassen soll, beim Übergang zwischen zwei Bereichen instabil.

Den zentralen Kern der Quelltexte bilden die beiden Turbo Pascal Units *messen4.pas* und *heater4.pas* zusammen mit der alle Konstantendefinitionen enthaltenen Unit *defines4.pas*, denn sie implementieren die in Kapitel 3 behandelten Algorithmen. Da trotz sprechender Bezeichner bei gewissen Prozeduraufrufen die Funktionsweise unklar bleiben könnte, sind zusätzlich das kurze *sdelay4.pas* sowie die Interface-Teile der Units *ieee4.pas*, *scope4.pas*, *textmenu.pas* und *messhilf.pas* mit ihren erklärenden Kommentaren abgedruckt. Überlange Zeilen wurden umgebogen, kenntlich gemacht durch das Zeichen `»`, und in der folgenden Zeile rechtsbündig fortgesetzt.


```

m_crit_time = 4; { Temperatur, Dämpfung, Frequenz bzw. Ze>>
                >>it. }
m_yrange_min = 'A'; { +/- 128mV }
m_yrange_max = 'G'; { +/- 12.8V; da nur 12V OP-Versorgungs>>
                >>spannung }
{ So oft hintereinander darf eine zu kleine oder zu große Ampl>>
  >>itode gesampelt
  werden, ohne daß der Meßbereich gewechselt wird. Angaben get>>
  >>rennt für
  Free Decay sowie Resonanzpeak-Methode
}
m_fd_underflow_count_max = 2;
m_fd_overflow_count_max = 2;
m_rp_underflow_count_max = 0;
m_rp_overflow_count_max = 0;
{ kleiner 1, welchen Teil der Maximalspannung eines y-Bereichs>>
  >> als Reserve
  lassen (headroom) bzw. als Hysterese vor dem herunterschalt>>
  >>in >>n des
  Spannungsbereichs. Nötig als Reserve für Störungen wie Tritt>>
  >>schall etc.
}
m_yrange_headroom = 0.25;
m_yrange_hysteresis = 0.1;
m_minamplitude_factor = 0.5; { kleiner 1; mind. diesen Bruc>>
  >>hteil der letzten Amplitude }
m_maxamplitude_factor = 1.5; { größer 1; max. soviel größer>>
  >> als y-Bereich }
m_oldamplitude_factor = 0.7; { Nach einer zu kleinen Amplit>>
  >>ude darf die nächste
  { um diesen Faktor kleiner se>>
  >>in }
m_reset_synthy = 5; { nach soviel aufeinanderfolge>>
  >>nden Fehlmessungen }
  { den Synthesizer resetten }
}
{ fdmessen (fd_ = FreeDecay) }
fd_bufsize = sc_bufsize_max; { So viele Samples für einen Fi>>
  >>t aufnehmen }
fd_xrange_factor = 1/2.7; { Free Decay aufnehmen bis Amplitu>>
  >>de auf diesen Bruchteil }
  { abgeklungen ist. }
fd_maxampl_search_end = 0.1; { kleiner 1, Nur dieser erste Te>>
  >>il der gesampelten }
  { Daten nach dem Amplitudenmaxi>>
  >>mum absuchen }
fd_ontime = 1000; { in [ms], solange Hochspannung einschalt>>
  >>en }
fd_delaytime = 60; { in [ms], warte solange nach Abschalten >>
  >>der Hochspannung }
  { mit dem Beginn der Schwingungsdigitali>>
  >>sierung }
}
{ rpmessen (rp_ = ResonanzPeak) }
rp_periods = 100; { Amplitude über soviel Schwingungen >>
  >>mitteln }
rp_oversampling = 50; { soviel Samples pro Schwingung }
rp_delay_offset = 0.05; { konstanter Offset für Reaktionszei>>
  >>t von Programmierung bis }
  { Hochspannung am Elektrode }
rp_delay_factor = 1e-5; { Warte, bis Einschwingvorgang auf d>>
  >>iesen Teil abgeklungen ist, }
rp_delay_max = 1; { jedoch maximal sovielen Sekunden >>
  >>{Synthy braucht 7ms} }
{ Breite des auszumessenden Frequenzbereichs in Einheiten der >>
  >>(erwarteten)
  Halbwertsbreite des Peaks, also von -rp_bandwidth/2 bis +rp.>>
  >>bandwidth/2 messen.
  Zusätzlich auch rp_outer_points Meßwerte auf jeder Seite an >>
  >>den in
  rp_outer_point angegebenen Abständen zur Resonanzfrequenz (i>>
  >>n Einheiten
  einer halben Halbwertsbreite) bestimmen. Diese sollten große>>
  >>r als
  2*rp_bandwidth sein.
  Insgesamt werden also rp_points + 2*rp_outer_points Amplitud>>
  >>en-Frequenz-Paare bestimmt.
}
rp_bandwidth = 1.5;
rp_points = 7;
rp_outer_point : array[0..1] of single = (3.2,8);
rp_outer_points = 2;
}
{ rp_outer_point : array[0..0] of single = (4);
  rp_outer_points = 1;
}
rp_simplex_params = 3; { Anzahl der durch Simplex zu optim>>
  >>ierenden Parameter }
  { (Frequenz, Dämpfung, Amplitude) }
rp_simplex_steps = 1200; { Abbruchkriterien für den Simplex>>
  >>Algorithmus: }
rp_simplex_error = 1e-12; { nach 1200 Schritten oder Fehler >>
  >>< 1e-12 }
}
{- - - - -}
{ Das Hauptprogramm Mess (hie ehemals TextMess wg. textueller M>>
  >>enüs)
}
(mm_ = MainMess)
}
mm_inifilename = 'mess.ini'; { Datei mit Dateiname>>
  >>n der anderen Dateien }
mm_lpr_path = 'c:\net\ncsa\lpr'; { Hier befindet sich >>
  >>das LPR-Programm }
mm_lpr_host = 'lin'; { Auf diesem Host bef>>
  >>indet sich der }
mm_lpr_printer = 'file'; { Drucker, über den >>
  >>Daten gedruckt werden }
mm_lpr_interval = 600; { in [s], Zeit zwisch>>
  >>en zwei lpr-Aufrufen }
mm_lpr_tempfile = 'c:\temp\lprtemp.dat'; { lokaler Zwischenspe>>
  >>icher für lpr-Druck }
mm_lprparamstr = '-P '+mm_lpr_printer+' -S '+mm_lpr_host+' '+>>
  >>mm_lpr_tempfile;
mm_lpr_timeout = 10; { LPR-Aufruf max. sol>>
  >>ange versuchen }
mm_menu_timeout = 30; { 1/10tel Sek., max. Wartezeit >>
  >>auf Tastatureingaben }
mm_synthy_ac = 0.4; { Defaultwerte für den Frequenz>>
  >>generator: }
mm_synthy_dc = 0.0; { Amplitude (ac), Offset (dc) >>
  >>und Wellenform. }
mm_synthy_form = syn_dreieck; { keine Frequenz, da sie zu st>>
  >>ark von Probe abhängt }
mm_frq_min = 10; { Defaultwerte für die minimale >>
  >>bzw. }
mm_frq_max = 10000; { maximale Resonanzfrequenz >>
  >> }
mm_damping_min = 1e-4; { Defaultwerte für die minimale bzw.>>
  >> }
mm_damping_max = 0.1; { maximale Dämpfung >>
  >> }
mm_dilat = 1; { Nur Dilatometrie, >>
  >> }
mm_vibred = 2; { nur Vibrating Reed oder >>
  >> }
mm_both = 3; { kombinierte Vibrating Reed - Dilatometriem>>
  >>essung }
mm_bridge_voltage_channel = 6; { Kanal des Keithley-Scanners >>
  >>mit der Brückenspannung }
mm_bridge_voltage_range = keithley_range_DCV_3V; { und der z>>
  >>u verwendende Mebereich }
}
implementation
(*
hc_bottom_factor := sqrt(sqrt(1+hc_hole_fraction));
*)
end.

```

A.3 messen4.pas

```

unit messen4;
{*****}
*** Unit mit Meßroutinen.
*** Hierin steckt das eigentliche Know-How dieses Experiments!
*** Implementierte Verfahren:
*** - Free Decay: Fit durch Zerteilen in Abschnitte, denen jewe>>
*** Sinusfkt. mit der Anregungsfreq. angefittet wird. Man erhä>>
*** für jeden der Abschnitte eine Amplitude & Phase. Die Dämp>>
*** ergibt sich aus exponentiellem Fit über die Amplitudenent>>
*** die wahre Eigenfrequenz aus linearem Fit über die Phasene>>
*** - Durchmessen und Fitten des Resonanzpeaks (ca. 10 Frequenz>>
*** - Maximum der FFT-Transformation eines Frequenz-Sweeps (nic>>
***
}
{ Allgemeines Debugging (Funktionsaufrufe, freier Speicher,...) }
(* {$DEFINE DEBUG} *)

{ Orakel protokollieren (Fehlmessungen und Synthy-Resets) }
{$IFDEF LOG_ORAKEL}

interface
uses
  defines4, heater4;

{$IFDEF LOG_ORAKEL}
const
  orakelfilename = 'orakel.log';
{$ENDIF}

type
  PARAMETERTYPE = record
    measure,           {Art der Messung: Frequenz, Dil>>
                       >>atometrie oder beides}
    rpcriteria : integer; {Resonanzmaximumsmethode aktivier>>
                          >>t / welches Kriterium?}
    rpvalue : single; {Temperatur ab der Resonanzmaxi>>
                     >>mmethode gilt}
    thermoel : integer; {Thermoelemente für Proben temper>>
                       >>ratur: oben, unten oder beide}
    topparms,
    bottoparms : HEATPARAMETERTYPE; {Parameter für die Ansteuer>>
                                     >>ung der Heizung}
    tempmax : single; {max. Temperatur, die die Probe>>
                    >> verträgt}
  end;

  PARAMVECPTR = ^PARAMVEC;

  PARAMVEC = record
    amplitude,       { Amplitude in Volt zu Beginn bei F>>
                     >>ree Decay }
    firstamplitude,
    daempfung,       { =d beim Free Decay: A(t)=exp(-d*t)>>
                     >>)*sin(u*t) }
    krfrequenz,     { Kreisfrequenz w_0=sqrt(w^2-d), w >>
                   >>und d aus obiger Formel }
    fehler : extended; { Fehlerquadrat durch Anzahl der Me>>
                      >>ßpunkte }
    frq_bekannt : boolean; { = true, wenn Fitergebnis innerhal>>
                          >>b Toleranzgrenzen }
    { zum letzten Fit }
  end;
{ Bei den Richtungsvektoren für
das Fitprogramm wird die erfolgte Schrittweite unter fehler ge>>
(???) }
}

datatype = array [0..m_datasize_max] of single;
dataptr = ^datatype;

var
  para : PARAMETERTYPE; { Meßparameter }
  data : dataptr; { Speicher für die gesampelte Sc>>
                 >>hwingung }
  datasize : word; { Zahl der Samples }
}

(* eigentlich überflüssig! *)
{ Innerhalb dieser Werte dürfen sich die Meßergebnisse bewegen, >>
gültig anerkannt und nicht verworfen werden. >>damit sie als
Vor Meßbeginn vom Hauptprogramm zu initialisieren! }

frqbandmin,
frqbandmax,
daempfmmin,
daempfmmax : single;

{ Diese beiden "Orakel" müssen unbedingt vor dem ersten Aufruf v>>
}
{*****}
>>on fdmessen
oder rpmessen mit sinnvollen Werten initialisiert werden!
Werden von einem Menü im Meßprogramm gesetzt und stehen deshalb>>
>>b im Interface
}
krfreqorakel, { Vorhersage von Resonanzfrequenz un>>
               >>d Dämpfung }
daempforakel : single; { für die nächste Messung }
failcount : integer; { Zählt aufeinanderfolgende Fehlme>>
                     >>ungen }

{$IFDEF LOG_ORAKEL}
orakelfile : text;
{$ENDIF}

{ Setzt den y-Bereich. Zukünftig: Orakel initialisieren.
Muß vor der ersten Verwendung einer der anderen Prozeduren
aufgerufen werden.
}
procedure initmessen (frq, daempf : single);

{ Setzt die Orakel für die nächste Messung; sollte immer zwische>>
Messungen aufgerufen werden. }
procedure setzeorakel (var ergebnis : PARAMVEC);

{ Die eigentlichen Meßverfahren }
procedure fdmessen (var ergebnis : PARAMVEC); { Free Decay }
procedure rpmessen (var ergebnis : PARAMVEC); { Resomax }
procedure rpmessen (direction : integer;
var ergebnis : PARAMVEC); { Resonanzpeak }

function get_fd_yrange : single;
function get_rp_yrange : single;

{*****}
***
*** Implementierung
***
}
implementation

uses
  {$IFDEF DEBUG}
  debug,
  {$ENDIF}
  crt, dos, textmenu, fftfit, simplex,
  sdelay4, parport4, ieeed4, scope4, meshhilf;

var
  oldddamping : array [0..m_olddampings] of single; { Zur Ber>>
                                                    >>reichs }
  oldestdamping : integer; { Zeiger auf den ältesten Eintrag }
  oldamplitude : single;

  { Zähler; zum Entscheiden, ob Anfangsfrequenz durch Nullstellen>>
  { FFT zu bestimmen ist; für "fdfitten" (Free Decay) }
  fouriercount : integer;

  fd_minamplcount, { Zähler zur Umschaltung des y-B>>
                  >>ereichs }
  fd_maxamplcount, { für das Free Decay Verfahren }
  rp_minamplcount, { bzw. für die Resonanzpeak-Met>>
                  >>hode }
  rp_maxamplcount : integer; { dito. }

  fd_yrange, rp_yrange : char; { y-Meßbereich der Scopekarte }

  rpdebug : boolean; { unit-internes Debugging; z.Zt. b>>
                    >>ei rpmessen }

  rpdebugmodulo,
  rpdebugcount : integer;
  debugfile : text;

{*****}

function get_fd_yrange : single;
begin
  get_fd_yrange := scope^.yrange2voltage(fd_yrange);
end;

{ - - - - - }

function get_rp_yrange : single;
begin
  get_rp_yrange := scope^.yrange2voltage(rp_yrange);
end;

{*****}

function get_maxamplitude : single;
var
  maxampl : single;
  i : integer;
begin
  maxampl := abs(data^ [0]);

```

```

{ Suche nur am Anfang nach dem Maximum }
for i := 1 to trunc(fd_maxampl_search_end*datasize) do
  if abs(data[i]) > maxampl then
    maxampl := abs(data[i]);
  get_maxamplitude := maxampl;
end;

{*****}
{ Wählt entsprechend der Signalstärke einen passenden y-Bereich.
  Initialisiere Unit-interne Variablen für die anderen Prozedure }
}
procedure initmessen (frq, daempf : single);
var
  ergebnis : PARAMVEC;
  maxampl : single;
  scopeende;
  yrangefound : boolean;
  i : integer;
begin
  { Damit der Spannungsbereich der Scopekarte sofort gewechselt }
  wenn die Amplitude zu klein bzw. groß ist.
  }
  fd_minamplcount := m_fd_underflow_count_max + 1;
  fd_maxamplcount := m_fd_overflow_count_max + 1;

  krfrqorakel := 2*pi*frq; { Das muß intelligenter gehen, aut }
  daempforakel := daempf; { Eigenfrequenz, x-Bereich auch au }

  { Für "setzeorakel" }
  for i := 0 to m_olddampings do
    oldddamping[i] := daempforakel;
  olddestdamping := 0;
  oldamplitude := 0;
  failcount := 0;
  {$IFDEF LOG_ORAKEL}
  assign(orakelfile,orakelfilename);
  rewrite(orakelfile);
  close(orakelfile);
  {$ENDIF}

  synthy^.set_frequenz(krfrqorakel/(4*pi));

  { verbessern: max. Punktzahl, Zeitintervall anhand krfrqorakel }
  datasize := trunc(fd_maxampl_search_end*fd_bufsize);
  scope^.set_bufsize(datasize);
  fouriercount := 0;

  writetcr('Suche passenden Y-Bereich...');
  writeln;
  fd_yrange := scope^.set_yrange(0); { Setzt definiert den emp }
  hochspannung^.switch_on;
  repeat
    repeat
      scope^.reset;
      scope^.trigger;
      repeat
        scope^.print_status;
        sdelay(anti_flicker_time); { Damit die Bildschirmausga }
        until scope^.finished;
        until not scope^.error;
        for i := 0 to datasize do
          data[i] := scope^.read_sample(i);
        maxampl := get_maxamplitude;
        writetcr('Signalamplitude: '+flt2str(maxampl,2,2)+' V, '
          +' (Meßbereich: +/- '+flt2str(scope^.get_yrange,2,2)+'>
        writeln;
        if scope^.yrange_overflow(maxampl / m_yrange_headroom)
          and (fd_yrange < m_yrange_max)
          then begin
            fd_yrange := scope^.inc_yrange(fd_yrange);
            yrangefound := false;
          end
          else
            yrangefound := true;
        until yrangefound;
        hochspannung^.switch_off;
        writetcr('... fertig.');
```

```

Dämpfungsorakels herangezogen; das Dämpfungsorakel bleib>>
>>t unverändert.
}
if (abs(daempfung - daempforakel) <= m_daempfdiff_max*daem>>
    >>porakel)
    and (daempfung >= daempfmmin) and (daempfung <= daempfma>>
        >>x)
    then daempforakel := median(daempfung);

oldamplitude := amplitude;
end
else begin
    frq_bekannt := false;
    oldamplitude := m_oldamplitude_factor * oldamplitude;
    inc(failcount);
{$IFDEF LOG_ORAKEL}
    append(orakelfile);
    writeln(orakelfile,'Nr. ',failcount,',',
        ' A=',amplitude*1e3:5:0,'mV y='+/-',scope^.get_yr>>
            >>ange*1e3:4:0,'mV',
        ' f=',krfrequentz/2/pi:9:4,'Hz f0=',krfrqorakel/2>>
            >>/pi:9:4,'Hz',
        ' Q=',daempfung*1e3:7:3,' Q0=',daempforakel*1e3:>>
            >>7:3);
{$ENDIF}
    if failcount > m_reset_synthy
        then begin
            {$IFDEF LOG_ORAKEL}
                writeln(orakelfile,'*** Resetting Synthy! ***');
            {$ENDIF}
            synthy^.reset;
            failcount := 0;
            end;
        {$IFDEF LOG_ORAKEL}
            close(orakelfile);
        {$ENDIF}
    end;

end;

(* aus fdmessen:
{ Wenn die Frequenz vom letzten Meßwert zu stark abweicht, g>>
>>ilt das
}
Fitergebnis als ungültig.
}
if (abs(krfrqorakel - krfrqorakel) <= m_frqdiff_max*krfrqorakel
    >>porakel)
    then begin
        frq_bekannt := true;
        krfrqorakel := krfrqorakel;
        if krfrqorakel/2/Pi > frqbandmax
            then
                krfrqorakel := frqbandmax
            else
                if krfrqorakel/2/Pi < frqbandmin
                    then
                        krfrqorakel := frqbandmin;
        { Überschreitet die Abweichung der neu gemessenen Dämpfung>>
            >> zum
            Dämpfungsorakel die vorgegebenen Werte oder liegt der neu>>
            >>e Wert außerhalb
            der vorgegebenen Breichs, wird er nicht zur Medianbildung>>
            >> des neuen
            Dämpfungsorakels herangezogen; das Dämpfungsorakel bleib>>
            >>t unverändert.
        }
        if (abs(daempfung - daempforakel) <= m_daempfdiff_max*daem>>
            >>porakel)
            and (daempfung >= daempfmmin) and (daempfung <= daempfma>>
                >>x)
            then daempforakel := median(daempfung);
        { Begrenzt die maximal mögliche Änderung des Dämpfungsorake>>
            >>ls im Vergleich
            zum letzten Wert sowie auf die beim Meßbeginn vorgegeben>>
            >>e Bandbreite
        }
        if daempfung < (1-m_daempfdiff_max)*daempforakel
            then
                daempforakel := (1-m_daempfdiff_max)*daempforakel
            else
                if daempfung > (1+m_daempfdiff_max)*daempforakel
                    then daempforakel := (1+m_daempfdiff_max)*daempforakel;
                if daempforakel < daempfmmin
                    then
                        daempforakel := daempfmmin
                    else
                        if daempforakel > daempfmax
                            then
                                daempforakel := daempfmax;
            end
            else
                frq_bekannt := false;
    end;

*)
end;

{*****}
{ Free Decay Methode
Die Probe wird resonant angeregt und das freie Ausschwingen ge>>
>>fittet.
}
Nur für kleine Dämpfungen Q^-1 <= 10^-2 geeignet.
}
{ Fitten mit Sinusstücken; step = Simplingperiode in Sekunden.
}
procedure fdfitten (var ergebnis : PARAMVEC; step : single);

```

```

type
    datttype = array[1..50,1..2] of single;

var
    maxdat : word;           { = Zahl der Samples minus eins (da >>
                            >>von Null an gezählt) }
    mw,                      { Mittelwert }
    altephase,
    frequenz,frequenzfehler,
    guete,daemp,
    ampli,firstampli : single;

{- - - - -}

function get_mittelwert : single;
var
    i : word;
    s : extended;
begin
    s := 0;
    for i := 0 to maxdat do s := s + data^i];
    get_mittelwert := s / (maxdat+1);
end;

{- - - - -}

{ Idee: Integral von 0 bis pi von f(x)=a*sin(x) ist 2a.
Fehler: - Anfangs- und Endpunkt der Summation müssten ein ga>>
>>nzzahliges
        Vielfaches der halben Periodenlänge auseinanderlie>>
>>gen
        - Amplitude im Summationsbereich nicht konstant.
}
function get_firstamplitude (maxdat : word) : single;
var
    i : integer;
    integral : extended;
begin
    integral := 0;
    for i := 0 to maxdat do
        integral := integral + abs(data^i]-mw);
    get_firstamplitude := integral / maxdat * pi/2;
end;

{- - - - -}

(* obsolet!
Es wird jetzt immer das Frequenzorakel befragt!

function get_firstfrequenz (maxdat : word) : single;
var
    t:single;
    i:word;
    count:integer;
    f0,f1:word;
    sig:boolean;
    h,hh:string;
    err:integer;
    delta : single;
begin
    { Hier eine kurze erklärung:
    Es gibt vier Arten die Frequenz für den Fit zu predicten:
    1. Nulldurchläufe
    2. Fourieranalyse
    3. die alte Frequenz des Synti nehmen (im Resonanzfall)
    4. Wenn gelungen: der letzte Fitwert
    Im allgemeinen sollten 1 und 3 ausreichen.
    testweise wird jedoch auch eine fouriertransformation für
    die ersten 2*13 messwerte durchgeführt. In der Transformatio>>
    >>n wird
    die maximale Amplitude gesucht. Da das Spektrum diskret ist,>>
    >> wird
    im Normalfall (bei guten Messwerten) das Nullstellenzahlen am
    genauesten sein. Verrauschte Messwerte mögen möglicherweise b>>
    >>esser auf
    eine Spektralanalyse reagieren. Die alte frequenz des synti >>
    >>zu nehmen
    macht am wenigsten Sinn, ist jedoch stabiler als die Nulldur>>
    >>chläufe ...
    mal sehen, ob das mit dem Spektrum evt. immer klappt, dann e>>
    >>rübrigen
    sich die beiden anderen Prognoseverfahren!!!
    Die Idee um den für die Heizungsregelung ungünstigen zeitver>>
    >>lust
    bei der Fouriertransformation zu verhindern besteht in einer
    maximal 3 maligen Fouriertransformation. Wenn dann immer noc>>
    >>h nicht
    eine geeignete Fitfrequenz gefunden wurde, wird 7 mal hinter>>
    >>einander
    nur ein Nullstellenzahlen ausgeführt. erst jetzt beginnt wie>>
    >>der
    die zeitaufwendige Fourieranalyse ....
}
    if ergebnis.frq_bekannt
        then begin
            fouriercount := 0;
            get_firstfrequenz := krfrqorakel / (2*Pi);
        end else
            begin { ### Fourieranalyse ### }
                inc(fouriercount);
                fouriercount := fouriercount mod 10;
                if fouriercount < 3 then
                    begin
                        for i := 0 to fft_size do fftdata^i] := data^i] - mw;
                        err := real_fft(fft_exponent,fftdata,false);
                        { Finde maximale Frequenz in fftdata zwischen frqbandmin>>
                            >> und frqbandmax }
                        get_firstfrequenz := findmaxfrq_fft(fftdata,frqbandmin,f>>
                            >>rqbandmax,step,fft_size);
                    end else

```

```

begin { ### Nullstellenverfahren ### }
{ Zähle fallende Nulldurchgänge im zeitlichen Bereich vo }
{ Puffers. eine Hysterese von 10 soll Fehlzählungen durc }
{ Signal verhindern. }
count := -1;
sig := false;
delta := scope.get_yscale*5;
for i := 3*(maxdat div 20) to 10*(maxdat div 20) do
begin
if data^[i-1]-mw < -delta then
begin
if sig then
begin
inc(count);
if count = 0 then f0 := i else f1 := i;
end;
sig := false;
end else
if data^[i-1]-mw > delta then sig := true;
end;
if step*(f1-f0) <> 0
then
get_firstfrequenz := count/(step*(f1-f0))
else
get_firstfrequenz := -1;
end;
end;
end;
*)
{-----}
procedure getintervalle (f : single; maxdat : longint;
var br, abs, maxint : integer);
var
n : integer;
p : integer;
begin
{br Intervallbreite}
{abs intervallabstand}
n := trunc(step*maxdat*f);
maxint := n div 10;
if (n div 10) < 3 then maxint := n div 5;
if (n div 5) < 3 then maxint := n div 3;
if (n div 3) < 1 then maxint := 1;
if maxint > 20 then maxint := 20;
{ Ulrich schlägt 15 vor. Mark L. konservativ: 20. Maximal: 4 }
{ Teilen, so daß p Perioden der Schwingung reinpassen }
p := n div maxint;
br := trunc(p/(step*f));
{br:=maxdat div maxint;}
abs:=br;
if (p < 7) and (maxint > 1) then
begin
br := br*2;
maxint := maxint-1;
end;
end;
{-----}
procedure getphase (a, b : single; var phase : single);
var
ph, phda, phd2, phd3, phd4, phd5, arct : single;
i : integer;
begin
if a <> 0 then arct := arctan(b/a) else arct:=pi/2;
{Verbesserung um Faktor 2}
if a < 0 then arct := arct+pi;
ph := arct;
phda := abs(ph-altephase);
for i := 1 to 5 do
begin
phd2 := abs(arct-altephase+2*pi*i);
phd3 := abs(arct-altephase-2*pi*i);
if phda > phd2 then
begin
ph := arct + 2*pi*i;
phda := abs(ph-altephase);
end;
if phda > phd3 then
begin
ph := arct-2*pi*i;
phda := abs(ph-altephase);
end;
end;
altephase := ph;
phase := ph;
end;
*)
procedure sinusfit (i1, i2 : longint; f : single; var amp, pha
>>se : single);
var
i : longint;
a, b, max : single;
begin
max := step*(i2-i1+1)*2*pi/f;
if max = 0 then max := 1e-12;
a := 0;
b := 0;
for i := i1 to i2 do
begin
a := a + (data^[i-1]-mw)*cos(i*step*f*2*pi)*step;
b := b + (data^[i-1]-mw)*sin(i*step*f*2*pi)*step;
end;
end;
a := a*2/max;
b := b*2/max;
amp := sqrt(a*a+b*b);
getphase(a,b,phase);
end;
{-----}
procedure expfit(var a0,r:single;list:dattype;max:longint);
var
xq, yq : single;
i : longint;
aoben, aunte : single;
a, b : single;
begin
a := 0;
b := 0;
xq := 0;
for i := 1 to max do xq := xq + list[i,1];
xq := xq/max;
yq := 0;
for i := 1 to max do yq := yq + ln(list[i,2]);
yq := yq/max;
aoben := 0;
for i := 1 to max do aoben := aoben + (list[i,1]-xq)*ln(list
>>[i,2]);
aunte:=0;
for i := 1 to max do aunte := aunte + (list[i,1]-xq)*(list
>>[i,1]-xq);
if aunte = 0 then aunte := 1e-10;
a := aoben/aunte;
b := yq-a*xq;
a0 := exp(b);
r := -a;
end;
*)
procedure linearfit(var a,b,da:single;list:dattype;max:longint
>>);
var xq,yq:single;
i:longint;
i1:longint;
daoben,dd:single;
aoben,aunte:single;
begin
{Idee: Gewichtung der Phasen nach Amplitude}
a:=0;
b:=0;
xq:=0;
i1:=max div 2+1;
for i:=i1 to max do xq:=xq+list[i,1];
xq:=xq/(max-i1+1);
yq:=0;
for i:=i1 to max do yq:=yq+list[i,2];
yq:=yq/(max-i1+1);
aoben:=0;
for i:=i1 to max do aoben:=aoben+(list[i,1]-xq)*list[i,2];
aunte:=0;
for i:=i1 to max do aunte:=aunte+(list[i,1]-xq)*(list[i,1]
>>-xq);
if aunte=0 then aunte:=0.0000000001;
a:=aoben/aunte;
b:=yq-a*xq;
{fehlerberechnung}
daoben:=0;
for i:=i1 to max do daoben:=daoben
+(list[i,2]-a*list[i,1]-b)*(list[i,2]-a*list[i,1]-b);
dd:=(max-i1)*(max-i1+1);
if dd<=0 then
begin
{message(0,0,'Fehlmessung'); }
da:=1;
end else da:=sqrt(daoben/dd);
end;
*)
procedure getfrequenz(st,fehlerst,ff:single;VAR f,fehlerf:sing
>>le);
begin
{st ist Phasenänderung pro Zeit in Radiant/sec}
f:=ff-st/2/pi;
fehlerf:=abs(fehlerst/2/pi);
{Fehler ist wohl zu gering!}
end;
*)
procedure getguete(r:single;var frequenz,Q:single);
{ Gute ist so eigentlich falsch: Q=1/Guete*1e6 Guete=1/Q*1e-6}
begin
If frequenz<0.1 then frequenz:=1;
Q:=2*r/(frequenz*pi*2)*1e6;
end;
*)
procedure getamplitude(a0:single;var a1:single);
begin
a1:=a0/5;
{Rescalierung um mit alten Grenzen arbeiten zu können}
end;
{-----}
procedure fitexpsin(var firstampli,frequenz,fehlerf,daempfung,
>>guete,ampli:single);
var
phasen,amplituden:dattype;
amplitude,phase:single;
breite,abstand,maxint:integer;
steigung,achsenabschnitt,a0,r,fehler,fehlers:single;
firstfrequenz:single;
i:integer;
begin
altephase := 0;

```

```

{mw := get_mittelwert;}
mw := 0;
firststampli := get_firstamplitude(maxdat div 4);
if firststampli < scope^.get_yrange/10 then
begin
frequenz := -1;
frequenzfehler := -1;
daempfung := -1;
ampli := firststampli;
exit;
end;
}
firstfrequenz := get_firstfrequenz(maxdat);
if firstfrequenz < 0 then exit;
}
firstfrequenz := krfreqorakel / (2*pi);

getintervalle(firstfrequenz,maxdat,breite,abstand,maxint);
for i := 1 to maxint do
begin
sinusfit((i-1)*abstand+1,(i-1)*abstand+breite,firstfrequenz)
>>z,amplitude,phase);
phasen[i,1]:=(i-1/2)*abstand*step;
phasen[i,2]:=phase;
amplituden[i,1]:=(i-1/2)*abstand*step;
amplituden[i,2]:=amplitude;
end;
expfit(a0,r,amplituden,maxint);
linearfit(steigung,achsenabschnitt,fehlers,phasen,maxint);
getfrequenz(steigung,fehlers,firstfrequenz,frequenz,fehlerf);
if r < 0
then begin
daempfung := r;
getguete(daempfung,frequenz,guete);
end
else
daempfung := -1;
getamplitude(a0,ampli);
end;

{-----}
begin
maxdat:=datasize;
fitepsin(firststampli,frequenz,frequenzfehler,daempfung,guete,ampli)
>>1);
{ Wichtig: Hier sollten noch die Daten übergeben werden, hier
>>sollten noch
Einflussparameter setzbar werden!!!! }
with ergebnis do
begin
amplitude:=ampli;
firstamplitude:=firststampli;
krfrequenz:=frequenz*2*pi;
fehler:=frequenzfehler*2*pi;
daempfung:=daempfung;
end;
}
{-----}

procedure fdmessen (var ergebnis : PARAMVEC);
var
maxampl : single;
min,max : single;
testf : single;
ss : string;
i : longint;
begin
{ Sorgt für Amplifierhältnis erster zu letzter Amplitude von ca
>>. e zu 1
mal "fd_xrange_factor". Die Frequenz wird nicht beachtet, so
>>ndern
immer die maximale Puffertiefe ausgenutzt (diese also nicht
>>verändert)
}
datasize := fd_bufsize;
scope^.set_bufsize(datasize);
scope^.set_xrange(ln(1/fd_xrange_factor) / (daempforakel*krfreq
>>orakel/2));

{ Bug: Statt alter Frequenz besser bisherige Entwicklung extra
>>polieren }
synthy^.set_frequenz(krfreqorakel/(4*pi));

writestr('FD: f='+flt2str(krfreqorakel/2/pi,0,3)+'Hz, x='
+flt2str(scope^.get_xrange,0,3)+'s, y=+/-'
+flt2str(scope^.get_yrange,0,2)+'V');
writeln;
{ "minamplcount" wird nicht auf null zurückgesetzt, damit auch
>> schnell um
z.B. zwei Bereiche gewechselt werden kann. Sollte die Amplitud
>>ude nach diesem
Brechwechsel groß genug sein, wird am Ende der Messung auf
>> null gesetzt.
"maxamplcount" wird aus demselben Grund nicht zurückgesetzt.
}
if (fd_minamplcount > m_fd_underflow_count_max)
then
fd_yrange := scope^.dec_yrange(fd_yrange);
if (fd_maxamplcount > m_fd_overflow_count_max)
then
fd_yrange := scope^.inc_yrange(fd_yrange);

repeat
scope^.reset;

hochspannung^.switch_on;
sdelay(fd_ontime); { ca. 1 Sekunde }

hochspannung^.switch_off;
{ Warte einige Millisekunden (ca. 4ms); im wesentlichen die
>> Zeit, die
das Reed Relais benötigt um abzufallen.
Zeitkritisch, daher kein sdelay!
}
ndelay(fd_delaytime);

scope^.trigger;
repeat
scope^.print_status;
sdelay(anti_flicker_time); { Damit die Bildschirmausgabe
>> nicht flimmert }

until scope^.finished;
until not scope^.error;

{ "read_sample" skaliert die Sampledaten mit dem Meßbereich un
>>d liefert
Fließkommazahlen in Volt zurück - fertig zum Weiterrechnen.
}
for i := 0 to datasize do data[i] := scope^.read_sample(i);

fdffitten(ergebnis,scope^.get_xscales);
maxampl := get_maxamplitude;

with ergebnis do
begin
{ daempfung in von fdffitten ist das delta: Q^-1=2*delta/omeg
>>a.
besser fdffitten umschreiben! }
daempfung := 2*daempfung/krfrequenz;
amplitude := firstamplitude;
firstamplitude := maxampl;

{ Einstellen eines (un-)empfindlicheren Spannungsbereichs er
>>st nach mehreren
kleinen (großen) Amplituden. Dies soll eine Übersteuerung
>>verhindern,
falls mal die Frequenz nicht richtig getroffen wurde.
}
if scope^.yrange_underflow(firstamplitude/(1-m_yrange_headro
>>om)/(1-m_yrange_hysteresis))
and (fd_yrange > m_yrange_min)
then
inc(fd_minamplcount)
else
fd_minamplcount := 0;
if scope^.yrange_overflow(firstamplitude/(1-m_yrange_headro
>>m))
and (fd_yrange < m_yrange_max)
then
inc(fd_maxamplcount)
else
fd_maxamplcount := 0;

writestr('FD: f=' +flt2str(krfrequenz/2/pi,0,3)+'Hz, '
+'df='+flt2str(fehler,0,3)+'Hz, '
+'Q=' +flt2str(daempfung*1e3,0,3)+'E-3, '
+'A=' +flt2str(amplitude*1e3,0,0)+'mV. ');

writeln;
end;
end;

{*****}
{ Resonanzpeakmethode
>>
Mißt für ca. 10 verschiedene Frequenzen in der Nähe der Resona
>>nzfrequenz die
Amplitude und fittet einen Lorenzpeak an, um daraus die Dämpfu
>>ng zu berechnen.
Das Verfahren löst bei großen Dämpfungen (hohen Temperaturen)
>>das
Free Decay Verfahren ab.
}
var
x,y : array [0..3*rp_points+2*rp_outer_points-1] of single;
>>{ x=Kreisfrequenz, y=Amplitude }
{-----}
{ Fitfunktion: Resonanzpeak eines gedämpften Schwingers bei exte
>>rner Anregung
A(w) = a/sqrt((w^2-wr^2)^2 + (2*d*w)^2)
A : Amplitude des Schwingers
a : Stärke des Erregers bzw. Stärke der Ankopplung
d : Dämpfungskoeffizient; vgl. Expofunktion des Free Decay:
A(t)=a*exp(-d*t)*exp(i*w*t) mit w^2=w0^2-d^2, w0 Eigenfreq
>>uenz des
ungedämpften Schwingers und Zeit t
wr : Resonanzfrequenz wr^2 = w0^2 - 2*d^2
w : Frequenz des Erregers
Für kleine Dämpfungen ist der Peak sehr schmal, so daß man w e
>>tw w bzw. w0
setzen kann. Weiter gilt ja d = Q^-1 * w0 / 2 mit dem Kehrwert
>> der Güte des
Schwingers Q^-1 als Maß für die Dämpfung, so daß man folgende
>>Funktion
erhält:
A(w)^2 = a/sqrt((w^2-w0^2)^2 + (Q^-1*w0^2)^2)
(Anm.: Eigentlich ist Q als relative Halbwertsbreite des Reson
>>anzpeaks
definiert: Q=(w1-w2)/wr. Bezeichne Qw diese wirkliche G
>>üte, so gilt:
Q^-1 = Qw^-1 * sqrt(1 - 1/4 * (Qw^-1)^2).)

```

```

Die Parameter sind also:
w: Frequenz des Anregers
w0: Eigenfrequenz
Q: = Q^-1 (Dämpfung)
A: Faktor für Amplitude (wird hier nicht ausgewertet)
}
function peakfkt (w, w0, Q, A : extended) : extended;
begin
  peakfkt := A / sqrt(sqrt(w*w-w0*w0) + sqrt(Q*w0*w0))
end;

{- ----- }
{ Die zu optimierende (minimierende) Funktion ist dann die Summe }
  Fehlerquadrate zwischen gemessenen Amplituden und dem theoretischen Resonanzpeak.
}
ACHTUNG:
- Diese Funktion muß dem Typ FUNTYPE aus Unit "simplex" entsprechen.
- Da diese Funktion aus der Unit Simplex (und damit aus einem anderen Codesegment) aufgerufen wird, muß sie als FAR codiert werden.
- Pascal erlaubt es, Prozedurvariablen nur GLOBALE Funktionen zuzuweisen.
}
function minfkt (par : pararray; n : integer) : extended; far;
var
  i : integer;
  f : extended;
begin
  f := 0;
  for i := 0 to n do
    f := f + sqrt(peakfkt(x[i],par[1],par[2],par[3]) - y[i]);
  minfkt := f;
  (*minfkt := f / (n+1); { überflüssig, da n konstant! }*)
end;

{- ----- }
procedure rpmessen (direction : integer; var ergebnis : PARAMVEC);
var
  krfrq, startkrfrq, delta, delaytime, maxampl : single;
  oversampling, mittelwert, integral1, integral2 : extended;
  index, i : integer;
  par1, par2 : pararray;
  { aus Unit "simplex" }

{- ----- }
{ Mit der angegebenen Frequenz anregen und von den gesampelten }
  Amplitude der Schwingung bestimmen, die die gleiche Frequenz besitzt
  (die Spitzenspannung, nicht der Effektivwert).
}
function amplitude (krfrq : single) : extended;
var
  i : integer;
begin
  synthy^.set_frequenz(krfrq/(4*pi));
  scope^.set_xscale(2*pi/krfrq / rp_oversampling);
  { Da die Scopekarte nur diskrete Samplingraten beherrscht, muß }
  oversampling := 2*pi/krfrq / scope^.get_xscale;
  repeat
    scope^.reset;
    sdelay(round(1000*delaytime));
    scope^.trigger;
    repeat
      scope^.print_status;
      sdelay(anti_flicker_time); { Damit die Bildschirmausgabe nicht flimmert }
    until scope^.finished;
  until not scope^.error; { Fehler ist aber noch nicht vorgekommen }

  { "read_sample" skaliert die Sampledaten mit dem Meßbereich und liefert }
  Fließkommazahlen in Volt zurück - fertig zum Weiterrechnen.
}
mittelwert := 0;
for i := 0 to datasize do
  begin
    data[i] := scope^.read_sample(i);
    mittelwert := mittelwert + data[i];
    if abs(data[i]) > maxampl then maxampl := abs(data[i]);
  end;
mittelwert := mittelwert / (datasize + 1);

{ Amplitude der gesampelten Schwingung bestimmen:
Idee:
  Um Störungen durch andere Frequenzanteile zu minimieren }
  dem Lock-In-Prinzip das Produkt von aufgenommener Schwingung und einer }
  Sinusfunktion der Anregungsfrequenz integriert.
  Da ein Phasenabgleich hier nicht möglich ist, wird ein zweites }
  Integral mit einer um 90° phasenverschobenen Sinusfunktion gebildet. }
  Die Quadratsumme beider Integrale ist unabhängig von der }

```

```

>>Phase und die
gesuchte Amplitude ist dann die Wurzel aus dieser Quadratsumme.

```

```

Anmerkungen:
- hohes "Periods" verringert den Einfluß tiefer Frequenzen
- hohes "Oversampling" verringert den Einfluß hoher Frequenzen
- LUT von Sinuswerten wäre nur bei konstantem Oversampling (exakt
  einstellbare Samplingrate) möglich.

```

```

Fehler: - Nur näherungsweise Integration.
- Anfangs- und Endpunkt der Summation müßten ein ganzes Vielfaches der halben Periodenlänge auseinanderliegen.
- Durch große Oversamplingwerte werden die Fehler durch die vorgeannten Punkte aber klein gehalten.
- Amplitude im Summationsbereich evtl. nicht konstant (noch im Einschwingvorgang)

```

```

}
integral1 := 0;
integral2 := 0;
for i := 0 to datasize do
  begin
    integral1 := integral1 + (data[i]-mittelwert)*sin(2*pi*i/o*oversampling);
    integral2 := integral2 + (data[i]-mittelwert)*cos(2*pi*i/o*oversampling);
  end;
integral1 := integral1 / datasize * 2;
integral2 := integral2 / datasize * 2;
amplitude := sqrt(sqrt(integral1) + sqrt(integral2));
end;

```

```

{- ----- }
{ Startwerte für den Simplexalgorithmus }
  Berechne näherungsweise die optimalen Fitparameter der folgenden Optimierungsfunktion "minfkt".
}

```

```

procedure startwerte (var p : pararray; n : integer);
var
  i : integer;
  xq,sqx,syy,sxy,sxyy : extended;
begin
  syy := 0;
  sxyy := 0;
  p[3] := 0;
  for i := 0 to n do
    begin
      syy := syy + sq(y[i]); { Summe über alle y^2 }
      sxyy := sxyy + x[i]*sq(y[i]); { Summe über alle x*y^2 }
      if y[i] > p[3] then p[3] := y[i]; { p[3] = Maximum aller r y }
    end;
    xq := sxyy / syy; { Schwerpunkt; x_i gewichtet mit y_i^2 }
    sq := 0;
    for i := 0 to n do
      sq := sq + sqrt(x[i] - xq) * sqrt(y[i]);
    p[1] := xq; { Schwerpunkt = Schätzung für Resonanzfrequenz wr }
    p[2] := 2*sqrt(sq/syy)/xq; { Schätzung für Dämpfung }
    p[3] := p[3]*p[2]*sqrt(p[1]); { Schätzung für Amplitudenfaktor: A = y_max*Q^-1*wr^2 }
  end;

```

```

{- ----- }
begin { rpmessen }
  { Taste "rp_periods" ganze Schwingungen mit "rp_oversampling" Punkten je }
  Schwingung ab
}
datasize := rp_periods*rp_oversampling;
scope^.set_bufsize(datasize);

{ Amplitudeneinstellung z.Zt. wie bei fdmessen:
  "minamplcount" wird nicht auf null zurückgesetzt, damit auch zwei Bereiche gewechselt werden kann. Sollte die Amplitude nach diesem Bereichswechsel groß genug sein, wird am Ende der Messung "maxamplcount" auf null gesetzt.
  "maxamplcount" wird aus demselben Grund nicht zurückgesetzt.
  Evtl. Verbesserung: Während Ausmessens eines Peaks den Bereich anpassen.
}
if (rp_minamplcount > m_rp_underflow_count_max) then
  rp_yrange := scope^.dec_yrange(rp_yrange);
if (rp_maxamplcount > m_rp_overflow_count_max) then
  rp_yrange := scope^.inc_yrange(rp_yrange);

{ Die zuletzt angeregte Schwingung soll auf "rp_delay" abgeklungen sein.
  Wähle die Verzögerung "delaytime" entsprechend (das logarithmische Mittel)
}

```

```

    Dekrement ist gleich pi * Q^-1.
}
delaytime := rp_delay_offset + ln(1/rp_delay_factor) / (daempf>>
>>orakel * krfrqorakel/2);
if delaytime > rp_delay_max
then
    delaytime := rp_delay_max;
writecr('RP: f='+flt2str(krfrqorakel/2/pi,0,3)+'+/-'+
+flt2str(abs(0.5*rp_bandwidth*daempforakel*krfrqorakel>>
>>),0,3)+'/'
+flt2str(abs(rp_outer_point[rp_outer_points-1]*daempfo>>
>>rakel*krfrqorakel),0,3)
+')Hz, delay='+flt2str(delaytime,0,3)+'s, y='+/-'+
+flt2str(scope^.get_yrange,0,2)+'V');
writeln;
{ scope^.enable_datasaving;
}
maxampl := 0;
{ Richtung, in die die Resonanzkurve durchgemessen wird, wird >>
>>mit direction
übergeben:
1 = Fahre den Peak von niedrigen zu hohen Frequenzen durch,
-1 = umgekehrt von hohen zu niedrigen Frequenzen.
Sinn: Steigt die Resonanzfrequenz mit der Zeit (z.B. beim Abk>>
>>ühlen, wenn die
Resonanzfrequenz mit fallender Temperatur ansteigt), ist der >>
>>gemessene Peak im
ersten Fall breiter, im zweiten schmaler als der wirkliche. D>>
>>urch abwechselndes
Messen in beiden Richtungen läßt sich dieser Fehler abschätze>>
>>n bzw. wird durch
Mittlung bei einer späteren Auswertung klein gehalten.
}
{ Die Bandbreiten "rp_bandwidth" und "rp_outer_bandwidth" sind>>
>> in Einheiten der
relativen Halbwertsbreite (delta omega durch omega) angegebe>>
>>n.
Sie ist gleich Q^-1 (gleich daempforakel).
Wähle entsprechend die Grenzfrequenzen.
Es werden gemessen:
rp_outer_points Punkte im Bereich [ -rp_outer_bandwidth/2 ..>>
>>. -rp_bandwidth/2 [
rp_points Punkte im Bereich [ -rp_bandwidth/2 ..>>
>>. +rp_bandwidth/2 ]
rp_outer_points Punkte im Bereich [ +rp_bandwidth/2 ..>>
>>. +rp_outer_bandwidth/2 ]
}
hochspannung^.switch_on;
index := 0;
for i := rp_outer_points-1 downto 0 do
begin
    krfrq := krfrqorakel * (1 - direction*rp_outer_point[i]*daem>>
>>pforakel/2);
    x[index] := krfrq;
    y[index] := amplitude(krfrq);
    inc(index);
end;
{ Heizungsregelung }
heatcontroller^.heating;
startkrfrq := krfrqorakel * (1 - direction*rp_bandwidth/2*daem>>
>>pforakel);
delta := rp_bandwidth * daempforakel * krfrqorakel / (rp_point>>
>>s-1);
for i := 0 to rp_points-1 do
begin
    krfrq := startkrfrq + direction*i*delta;
    x[index] := krfrq;
    y[index] := amplitude(krfrq);
    inc(index);
end;
{ Heizungsregelung }
heatcontroller^.heating;
for i := 0 to rp_outer_points-1 do
begin
    krfrq := krfrqorakel * (1 + direction*rp_outer_point[i]*daem>>
>>pforakel/2);
    x[index] := krfrq;
    y[index] := amplitude(krfrq);
    inc(index);
end;
}
scope^.disable_datasaving;
}
startwerte(par1, index-1);
if rpdebug then
begin
    rpdebugcount := (rpdebugcount+1) mod rpdebugmodulo;
    if rpdebugcount = 0
    then begin
        append(debugfile);
        writeln(debugfile,
            '# f-synthy='+flt2str(krfrqorakel/2/pi,0,3)+'+/-'+
            +flt2str(delta*(rp_points-1)/2,0,3)+'/'
            +flt2str(rp_outer_point[rp_outer_points-1]/2*daemp>>
            >>forakel*krfrqorakel/2/pi,0,3)+'')Hz, delay='
            +flt2str(delaytime,0,3)+'s, y-range='+/-'+
            +flt2str(scope^.get_yrange,0,2)+'V');
        writeln(debugfile,
            '# Es folgen ',rp_points+2*rp_outer_points,
            ' Meßpunkte sowie die Start- und Fitwerte für w0,Q>>
            >>-1,A.');
```

```

then begin
append(debugfile);
writeln(debugfile,
'# f-synthy=(+flt2str(krfrqorakel/2/pi,0,3)+'+>>
>>-;
+flt2str(delta*(rp_points-1)/2,0,3)+'/'
+flt2str(rp_outer_point[rp_outer_points-1]/2*dae>>
>>mpforakel*krfrqorakel/2/pi,0,3)+'Hz, delay='
+flt2str(delaytime,0,3)+'s, y-range=+/-'
+flt2str(scope^.get_yrange,0,2)+'V');
writeln(debugfile,
'# Es folgen ',rp_points+2*rp_outer_points,
' Meßpunkte sowie die Start- und Fitwerte für w0>>
>>,Q^-1,A.');
```

```

for i := 0 to index-1 do
writeln(debugfile,x[i],y[i]);
writeln(debugfile,par1[1]/(2*pi),par1[2],par1[3]/(par1[2]>>
>>)*sqr(par1[3]));
{ writeln(debugfile,par1[1],', ',par1[2],', ',par1[3]); }
end;
end;

par2[1] := par1[1]*1.2; { Simplex benötigt zwei paarweise >>
>>verschiedene }
par2[2] := par1[2]*1.2; { Startwerte. >>
>> }
par2[3] := par1[3]*1.2;
simplexfitten(par1,par2,minfkt,index-1,3,rp_simplex_steps,rp>>
>>_simplex_error);

if rpdebug and (rpdebugcount = 0) then
begin
writeln(debugfile,par1[1]/(2*pi),par1[2],par1[3]/(par1[2]*>>
>>)*sqr(par1[3]));
{ writeln(debugfile,par1[1],', ',par1[2],', ',par1[3]); }
close(debugfile);
end;

with ergebnis do
begin
krfrequenz := par1[1];
daempfung := par1[2];
amplitude := par1[3] / (par1[2] * sqr(par1[1]));
firstamplitude := maxampl;

{ Einstellen eines (un-)empfindlicheren Spannungsbereichs >>
>>erst nach mehreren
kleinen (großen) Amplituden. Dies soll eine Übersteuerun>>
>>g verhindern,
falls mal die Frequenz nicht richtig getroffen wurde. Di>>
>>e Einstellung
erfolgt anhand der gefitteten oder der größten aufgetret>>
>>enen Amplitude,
je nachdem, welche größer ist.
}
if amplitude > firstamplitude
then
maxampl := amplitude;
if scope^.yrange_underflow(maxampl/(1-m_yrange_headroom)/(>>
>>1-m_yrange_hysteresis))
and (rp_yrange > m_yrange_min)
then
inc(rp_minamplcount)
else
rp_minamplcount := 0;
if scope^.yrange_overflow(maxampl/(1-m_yrange_headroom))
and (rp_yrange < m_yrange_max)
then
inc(rp_maxamplcount)
else
rp_maxamplcount := 0;

writecr('RP: f='+flt2str(krfrequenz/2/pi,0,3)+'Hz, '
+'Q='+flt2str(daempfung*1e3,0,3)+'E-3, '
+'A='+flt2str(amplitude*1e3,0,0)+'mV, '
+'Am='+flt2str(firstamplitude*1e3,0,0)+'mV.');
```

```

writeln;
end;

setzeorakel(ergebnis);
end;

hochspannung^.switch_off;

end; { rpmessen }

{*****>>
>>*****}
{ Resonanzmaximumsmethode (ResoMax) - Verwendet FFT
Wäre noch anzupassen; funktionierte nach Mark Lervernanns Auss>>
>>age
```

```

}
allerdings noch nie vernünftig!
}
var
xstep : INTEGER; { in 10^-7 s}
ystep : REAL;
kennungstep : CHAR;

procedure rmmessen (var ergebnis : PARAMVEC);
var
testf,ff:real;
oldxstep:word;
oldkennungstep:char;
i:integer;
ss:string;
begin
(*
{hochspannung an;}
hochspannung^.ein;
{scope an}
synthy.setac(0.04);
oldxstep:=xstep;
xstep:=10000;
oldkennungstep:=kennungstep;
kennungstep:='A';
einstellen;
resetkanal(kanalbyte);
triggerfreigeiben(kanalbyte);
ff:=(frqorakel-1.6)/2;
repeat
synthy.setfrequenz(ff);
ff:=ff+0.1;
sdelay(600);
until ff>(frqorakel+1.6)/2;
{hochspannung aus}
hochspannung.aus;
statusln('versuche daten zu lesen');
repeat h^.heating (port_val) until getchannelstatus(kanalbyte)>>
>>=EndeMessung;

{scope.auslesen}
auslesen(kanalbyte,dat.datptr);
statusln('Daten erfolgreich gelesen');
{ffttransformation}
for i := 0 to fft_size do fftdaten[i]:=dat.data^[i+1];
real_fft(fft_exponent,fftdata,false);
statusln('Daten erfolgreich FFT transformiert');
{get peak fft}
testf:=findpeak_fft(fftdata,frqbandmin,frqbandmax,xstep/1e7,f>>
>>ft_size);

str(testf:6:3,ss);
statusln('FFT Wert ('+ss+' Hz) gut?');
synthy.setac(0.2);
synthy.setfrequenz(2000);
xstep:=oldxstep;
kennungstep:=oldkennungstep;
dat.ergebnis.krfrequenz := testf*2*pi;
if (frqorakel * (1-sc_frqdiff_max) < dat.ergebnis.krfrequenz)
and (frqorakel * (1+sc_frqdiff_max) > dat.ergebnis.krfreque>>
>>nz)
then begin
dat.ergebnis.frq_bekannt := true;
frqorakel := dat.ergebnis.krfrequenz;
end else
dat.ergebnis.frq_bekannt := false;
*)
end;

{*****>>
>>*****}
***
*** Initialisierung der Unit
***
}
begin
{$IFDEF DEBUG}
WriteErr(10,1,'MESSEN4-main: entering, '+FreeMemory);
{$ENDIF}
rpdebug := true;
rpdebugmodulo := 1; { jeden Wert speichern }
rpdebugcount := 0;
assign(debugfile,'rpmessen.log');
rewrite(debugfile);
close(debugfile);

writecr('Initialisiere die Meßroutinen...');
new(data);
writeln('fertig.');
```

```

{$IFDEF DEBUG}
WriteErr(10,-1,'MESSEN4-main: leaving');
```

```

{$ENDIF}
end.
```

A.4 heater4.pas

```

unit heater4;
{*****}
***
*** Heizungssteuerung/-regelung (PD-Regler)
***
}
{ Allgemeines Debugging (Funktionsaufrufe, freier Speicher,...) }
(* {$DEFINE DEBUG} *)
{ Daten zur Heizpulsung mitprotokollieren }
(* {$DEFINE H_LOG} *)
interface
uses
  defines4, parport4, ieee4, messhilf, sdelay4;
{$IFDEF H_LOG}
const
  logfile1 = 'power.log';
  logfile2 = 'target.log';
  log_to_screen = false;
{$ENDIF}
type
{*****}
***
*** Die zwei Heizungen
***
}
HEATEROBJPTR = ^HEATEROBJ;
HEATEROBJ = object
  procedure init (parallelpport : PARALLELPOROBJPTR);
  procedure done;
  { neue Heizleistungen setzen }
  procedure set_power (top, bottom : single);
  { tandig aufzurufende Routine, durch die das Pulsen der Heiz-
  >>ungen
  }
  realsiert ist
  }
  procedure switch;
  { Beide Heizungen sofort abschalten. Wiedereinschalten durch-
  >>"set_power"
  mit mind. einer Leistung ungleich null.
  (Einen Strom von null zu programmieren fuhrt bedingt durch-
  >>den Ausgleich
  alter Heizleistungsdifferenzen erst verzogert zum Aus beide-
  >>r Heizungen!)
  }
  procedure off;
  { Ist- bzw. Sollwert der Heizleistungen von oberer bzw. unte-
  >>rer Heizung
  erfragen; mittleres Aufrufintervall von switch ermitteln.
  }
  function get_toppower : single;
  function get_toptarget : single;
  function get_bottompower : single;
  function get_bottomtarget : single;
  function get_everage_period : single;
private
  clock : CLOCKOBJ; { mißt die Zeit seit dem letzten Auf-
  >>ruf von "switch" }
  zentro : ZENTROOBJ; { Dieses Netzteil liefert
  >>die Heizstome }
  heatswitch : HEATSWITCHOBJ; { Schaltet die Heizungen e-
  >>in/aus }
  toppower, bottompower : single; { Solleistungen in Watt }
  { Bis zum aktuellen Zeitpunkt aufgelaufene Energiedifferenz
  (W_ist - W_soll) }
  deltatop, deltabottom,
  { Heizleistungsdifferenzen beim letzten Aufruf von "switch-
  >>" in Watt }
  lastdeltatop, lastdeltabottom : extended;
  { Die Zeitspanne zwischen jeweils zwei Aufrufen von "switc-
  >>h" in 1/100s }
  intervall : array [0..h_bufsize-1] of longint;
  index : integer; { aktuelle Schreibposition in "interv-
  >>all" }
  duration : longint; { Summe aler Zeiten in "intervall" }
  estimation : single; { mittlere Intervalldauer in Sekunden
  >> }
  forceoff : boolean; { beide Heizungen (sofort) aus }
{$IFDEF H_LOG}
  logfile1, logfile2 : text;
  totaltime : longint;
{$ENDIF}
end;
{*****}
***
*** Nach Heizkurve arbeitende Heizungssteuerung mit PD-Regler
***
}
HEATPARAMETERTYPE = record
  rise, diff, ktarg, starg : single;
end;
heatperiodtype = record
  method : integer; { normal/speziell/Konstan-
  >>strom }
  topparms, bottoparms : HEATPARAMETERTYPE;
  rate : single; { Heizrate in °C pro Minu-
  >>te oder Strom in A }
  crit : integer; { Endekriterium Temperatur-
  >>r oder Zeit }
  cond : integer; { Abschnitt zuende, wenn
  >>groer oder kleiner als }
  value : single; { dieser Wert (°C oder s)
  >>, je nach "crit" }
end;
HEATMAPPTR = ^HEATMAPTYPE;
HEATMAPTYPE = record
  count : integer; { tatsachliche Zahl der Abschnitte }
  period : array [0..hc_heatperiod_max-1] of heatperiodtype;
end;
HEATCONTROLLEROBJPTR = ^HEATCONTROLLEROBJ;
HEATCONTROLLEROBJ = object
  procedure init (temptr : TEMPOBJPTR; heaterptr : HEATEROBJ-
  >>PTR);
  procedure done;
  { Lade die Heizkurve; Sie wird intern gespeichert. }
  procedure set_heatmap (new_heatmap : HEATMAPPTR);
  { Regelungsparameter fur den laufenden Heizkurvenabschnitt
  >> neu setzen }
  procedure set_topparms (heatparms : HEATPARAMETERTYPE);
  procedure set_bottoparms (heatparms : HEATPARAMETERTYPE);
  { Regelungsparameter fur alle (folgenden) Heizkurvenabschn-
  >>itte neu setzen
  Default-Heizparameter rise, diff, target gelten fur die
  >>Abschnitte von
  "heatmap", die keine eigenen Heizparameter definieren
  }
  procedure set_default_topparms (heatparms : HEATPARAMETERTYP-
  >>E);
  procedure set_default_bottoparms (heatparms : HEATPARAMETER-
  >>TYPE);
  { max. Proben temperatur. Wird sie berschritten, wird die
  >>Heizung
  zeitweise abgeschaltet. Wird der Wert hc_maxtemp_auto b-
  >>ergeben,
  wird die Maximaltemperatur automatisch anhand der augenb-
  >>licklichen
  Heizkurve neu gesetzt. Befindet sich keine Temperaturang-
  >>abe in der
  Heizkurve z.B., weil nur Zeiten als Abbruchkriterien ver-
  >>wendet wurden,
  wird die Maximaltemperatur auf null Kelvin gesetzt!
  }
  procedure set_maxtemp (newmaxtemp : single);
  { Liefert die momentane Solltemperatur der Probe, der ober-
  >>en bzw. der
  untern Heizung zuruck
  }
  function get_target : single;
  function get_toptarget : single;
  function get_bottomtarget : single;
  { start = false, wenn ungultige Angaben bzw. noch keine He-
  >>izkurve geladen }
  function start (first, count : integer) : boolean;
  { Beendet die Heizungsregelung; Heizkurve bleibt jedoch er-
  >>halten }
  procedure stop;
  { Diese periodisch aufzurufende Funktion fuhrt die Neubere-
  >>chnung der
  Heizleistungen durch.
  heating = false, wenn das Heizkurvenende erreicht ist. D-
  >>ie Heizungen
  werden abgeschaltet.
  }
  function heating : boolean;
private
  clock : CLOCKOBJ; { Zahlt Sekunden seit Heiz-
  >>kurvenabschnittanfang }
  heater : HEATEROBJPTR; { Die beiden Heizungen }
  temp : TEMPOBJPTR; { Die Temperaturmessung }
  heatmap : HEATMAPPTR; { Die abzufahrende Heizkurve
  >>e }
  topparms,
  bottoparms : HEATPARAMETERTYPE; { Default Heizparameter }
  { Aktueller und Stopabschnitt der zu durchlaufenden Heizkurve
  >>e sowie das
  im aktuellen Abschnitt anzuwendende Regelungsverfahren und
  >>die zu
  verwendenden Regelungsparameter, getrennt fur beide Heizu-
  >>ngen.
  "nowperiod" = "h_heatmap_invalid" heit Regelung noch nicht
  >>t gestartet
  (mit "start").
  }

```



```

        >>_switch_bottom;
{ Der Heizweig, der die größere Spannung erfordert, wird da>>
  >>uerhaft betrieben
  und für den anderen die mit dieser Spannung erzeugte Leist>>
  >>ung neu berechnet.
  Zusätzlich wird hierbei die Spannung auf einen Maximalwert>>
  >> begrenzt, damit
  die Heizdrähte nicht durch zu große Ströme zerstört werden.
}
if voltage2 >= voltage then voltage := voltage2;
if voltage > h_u_max then voltage := h_u_max;
p_top := sqr((voltage-h_u_switch_top)/h_r_total_top)*h_r_top;
p_bottom := sqr((voltage-h_u_switch_bottom)/h_r_total_bottom>>
  >>)*h_r_bottom;

{ Auf Grundlage der neuen Werte von Integral und Gesamtlänge>>
  >> entscheiden, ob
  für die zu pulsierende Heizung durch das Einschalten der Heiz>>
  >>ung für die Dauer
  der mittleren Intervalllänge zwischen zwei Aufrufen von "sw>>
  >>itch" eine größere
  Abweichung vom Sollwert entsteht als durch das Abschalten >>
  >>der Heizung.
  Wenn ja, veranlasse durch Setzen der Leistung auf null das>>
  >> Ausschalten der
  Heizung. (Diese Rechnung wird auch immer für die nicht zu >>
  >>pulsierende Heizung
  durchgeführt, was ohne Rundungsfehler auch immer zum Ergeb>>
  >>nis "ein" führt.
  Der Faktor 1.01 verhindert das Nullsetzen aufgrund eben d>>
  >>ieser
  Rundungsfehler.)
}
if abs(deltatop + (p_top - toppower)*estimation)
  > 1.001*abs(deltatop - toppower*estimation)
then
  p_top := 0;
if abs(deltabottom + (p_bottom - bottompower)*estimation)
  > 1.001*abs(deltabottom - bottompower*estimation)
then
  p_bottom := 0;

{ Programmiere die berechnete Spannung und schalte die Heizu>>
  >>ngen entsprechend
  den Leistungen. Der Fall beide Heizungen aus mag zwar auch>>
  >> auftreten,
  wird dann jedoch schon durch voltage=0 erfaßt. "forceoff" >>
  >>sorgt für
  unbedingtes Abschalten beider Heizungen unabhängig von evt>>
  >>1. noch
  auszugleichenden Heizleistungsdifferenzen (diese bleibt un>>
  >>verändert bestehen).
}
zentro.set_voltage(voltage);

{ force_off beeinflusst die Summation nicht, da p_top und p_b>>
  >>ottom nicht
  auf null gesetzt werden. Es werden lediglich beide Heizun>>
  >>en
  ausgeschaltet.
}
if forceoff
then
  heatswitch.both_off
else
  if p_top = 0
  then
    if p_bottom = 0
    then
      heatswitch.both_off
    else
      heatswitch.bottom_on
  else
    if p_bottom = 0
    then
      heatswitch.top_on
    else
      heatswitch.both_on;

  lastdeltatop := p_top - toppower;
  lastdeltabottom := p_bottom - bottompower;

{$IFDEF H_LOG}
append(logfile1);
writeln(logfile1,totaltime div 100,' ',totaltime,' ',estimat>>
  >>ion,' ',
  toppower,' ',deltatop,' ',p_top,' ',
  bottompower,' ',deltabottom,' ',p_bottom);
close(logfile1);
if log_to_screen
then
  writeln('top: ',toppower:0:2,' ',p_top:0:2,' bottom: 'bot>>
  >>toppower:0:2,' ',p_bottom:0:2);
{$ENDIF}
{$IFDEF DEBUG}
WriteErr(10,-1,'HEATER4-HEATEROBJ.switch: leaving');
{$ENDIF}
end;
end;

{- - - - ->>
  >> - - - - -}

procedure HEATEROBJ.done;
begin
{$IFDEF DEBUG}
WriteErr(10,1,'HEATER4-HEATEROBJ.done: entering');
{$ENDIF}
zentro.done;
heatswitch.done;

{$IFDEF DEBUG}
WriteErr(10,-1,'HEATER4-HEATEROBJ.done: leaving');
{$ENDIF}
end;

{- - - - ->>
  >> - - - - -}

procedure HEATEROBJ.set_power (top, bottom : single);
begin
{$IFDEF DEBUG}
WriteErr(10,1,'HEATER4-HEATEROBJ.set_power: entering');
{$ENDIF}
{$IFDEF H_LOG}
append(logfile2);
writeln(logfile2,totaltime,' ',top,' ',bottom);
close(logfile2);
writeln(totaltime div 100,'s, neue Sollwerte: top=',
  top:0:2,' bottom=',bottom:0:2);
{$ENDIF}
{ Sollheizleistungen auf den möglichen Bereich einschränken...>>
  >> }
if top < 0
then
  toppower := 0
else
  if top > h_p_max_top
  then
    toppower := h_p_max_top
  else
    toppower := top;

if bottom < 0
then
  bottompower := 0
else
  if bottom > h_p_max_bottom
  then
    bottompower := h_p_max_bottom
  else
    bottompower := bottom;

if (top <> 0) or (bottom <> 0)
then
  forceoff := false;

{ Ausgabe der Heizleistungen }
writecr('HH: P_top='+flt2str(top,0,2)+'(' +flt2str(top,0,2>>
  >>)+')W P_bottom='
  +flt2str(bottompower,0,2)+'(' +flt2str(bottom,0,2)+')W'>>
  >>);

writeln;

{ ... und Netzgerät/Schalter neu programmieren }
switch;
{$IFDEF DEBUG}
WriteErr(10,-1,'HEATER4-HEATEROBJ.set_power: leaving');
{$ENDIF}
end;

{- - - - ->>
  >> - - - - -}

procedure HEATEROBJ.off;
begin
{$IFDEF DEBUG}
WriteErr(10,1,'HEATER4-HEATEROBJ.off: entering');
{$ENDIF}
forceoff := true;
set_power(0,0);
{ switch muß nicht unbedingt durch set_power aufgerufen worden >>
  >>sein, je nachdem,
  ob h_intervall_min seit dem letzten switch-Aufruf schon vers>>
  >>trichen sind
}
heatswitch.both_off;
{$IFDEF DEBUG}
WriteErr(10,-1,'HEATER4-HEATEROBJ.off: leaving');
{$ENDIF}
end;

{- - - - ->>
  >> - - - - -}

{ Ohne Pufferung der letzten Heizleistungen ist keine wirklich
  sinnvolle Berechnung möglich. Annahme hier : Sollheizleistung >>
  >>in den letzten
  h_everaging_time Sekunden unverändert.Die erste Zeile lautet k>>
  >>orrekt eigentlich
  toppower * (h_everaging_time-clock.gethsec/100),
  jedoch ist für h_everaging_time >> clock.gethsec/100 der Fehle>>
  >>r klein und das
  ganze hier eh' nicht das wahre.
}
function HEATEROBJ.get_toppower : single;
begin
  get_toppower := toppower * h_everaging_time
  + (deltatop + lastdeltatop*clock.gethsec/100)
  / h_everaging_time;
end;

{- - - - ->>
  >> - - - - -}

function HEATEROBJ.get_toptarget : single;
begin
  get_toptarget := toppower;
end;

{- - - - ->>
  >> - - - - -}

```



```

begin
if nowmethod = hc_method_power
then
{ es wurde kein Sollwert berechnet und in buffer eingetragen }
get_target := 0
else
get_target := buffer[0].target;
{ get_target := nowstarttemp + nowheatrate * clock.getsec;
}
end;
{- ----- }

function HEATCONTROLLEROBJ.get_toptarget : single;
begin
if nowmethod = hc_method_power
then
{ es wurde kein Sollwert berechnet und in buffer eingetragen }
get_toptarget := 0
else
get_toptarget := buffer[0].toptarget;
end;
{- ----- }

function HEATCONTROLLEROBJ.get_bottomtarget : single;
begin
if nowmethod = hc_method_power
then
{ es wurde kein Sollwert berechnet und in buffer eingetragen }
get_bottomtarget := 0
else
get_bottomtarget := buffer[0].bottomtarget;
end;
{- ----- }

{ Die Zählung der Abschnitte beginnt mit null.
}
function HEATCONTROLLEROBJ.start (first, count : integer) : bool
begin
var
i : integer;
begin
{$IFDEF DEBUG}
WriteErr(10,1,'HEATER4-HEATCONTROLLEROBJ.start: entering');
{$ENDIF}
if count = hc_periodcount_auto
then
count := heatmap^.count;
if (first+count > heatmap^.count) or (first < 0) or (count < 1)
then
begin
start := false;
end else
begin
{ stopperperiod ist der erste Abschnitt nach dem ausgewählten B
}
stopperperiod := first + count;
{ Einen bisherigen Heizkurvenverlauf sinnvoll aufbauen... }
buffer[0].time := 0;
buffer[0].temp := temp^.get_tempprobe;
buffer[0].top := temp^.get_newtemp(th_basis);
buffer[0].bottom := temp^.get_newtemp(th_strheizung);
buffer[0].target := buffer[0].temp;

{ set_hettarget ruft get_delayed_target auf, welches einen
}
gefüllten Puffer benötigt.
}
for i := 1 to hc_bufsize do
begin
buffer[i].target := buffer[0].target;
buffer[i].time := buffer[0].time - i * hc_interval;
end;
roomtemp := temp^.get_reftemp;
set_hettarget;

{ ... und nun den Puffer mit den korrekten Solltemperaturen
}
aufbauen
}
for i := 1 to hc_bufsize do
begin
buffer[i].target := buffer[0].target;
buffer[i].time := buffer[0].time - i * hc_interval;
end;

{ Jetzt kann's endlich losgehen! }
start := start_newperiod(first);
if maxtempauto
then set_maxtemp(hc_maxtemp_auto);

{ P.S.: Geheizt wird erst ab dem ersten Aufruf von heating }
end;
{$IFDEF DEBUG}
WriteErr(10,-1,'HEATER4-HEATCONTROLLEROBJ.start: leaving');
{$ENDIF}
end;
{- ----- }

procedure HEATCONTROLLEROBJ.stop;
begin
{$IFDEF DEBUG}
WriteErr(10,1,'HEATER4-HEATCONTROLLEROBJ.stop: entering');
{$ENDIF}
nowperiod := hc_heatmap_invalid;
heater^.off;
{$IFDEF DEBUG}
WriteErr(10,-1,'HEATER4-HEATCONTROLLEROBJ.stop: leaving');
{$ENDIF}
end;
{- ----- }

function HEATCONTROLLEROBJ.heating : boolean; { false, wenn He
}
var
topdiff, bottomdiff,
toprise, bottomrise,
P_toprise, P_bottomrise,
P_topdiff, P_bottomdiff,
P_toptarget, P_bottomtarget,
sumt, sumtt,
sumtop,
sumttop,
sumbottom,
sumtbottom : extended;
i : integer;

{ Test auf das Ende des aktuellen Abschnitts und startet
}
gegebenfalls den nächsten Abschnitt
function testnextperiod : boolean; { false, wenn Heizkurven
}
begin
{$IFDEF DEBUG}
WriteErr(10,1,'HEATER4-HEATCONTROLLEROBJ.testnextperiod: ente
}
ring');
{$ENDIF}
if (
(heatmap^.period[nowperiod].crit = hc_crit_temp) { Krit
}
and
(
(heatmap^.period[nowperiod].cond = hc_cond_bigger) {
}
(buffer[0].target >= heatmap^.period[nowperiod].value)
)
or
(heatmap^.period[nowperiod].cond = hc_cond_smaller) {
}
(buffer[0].target <= heatmap^.period[nowperiod].value)
)
)
or
(heatmap^.period[nowperiod].crit = hc_crit_time) { Krit
}
and
(buffer[0].time >= heatmap^.period[nowperiod].value)
)
then
testnextperiod := start_newperiod(nowperiod + 1)
else
testnextperiod := true;
{$IFDEF DEBUG}
WriteErr(10,-1,'HEATER4-HEATCONTROLLEROBJ.testnextperiod: lea
}
ving');
{$ENDIF}
end;

begin
{$IFDEF DEBUG}
WriteErr(10,1,'HEATER4-HEATCONTROLLEROBJ.heating: entering');
{$ENDIF}
{ Heizungsregelung gestartet? }
if nowperiod = hc_heatmap_invalid
then begin
heating := false;
end
else
{ Wegen "get_delayed_target" muß set dem letzten Aufruf von
}
"heating"
mindestens eine Sekunde vergangen sein. Aber auch sonst is
}
t (z.Zt.)
ein zu kurzes Intervall nicht sinnvoll, da viel Zeit für d
}
Temperaturmessungen verloren geht.
}
if clock.getsec >= buffer[0].time + hc_interval_min
then begin
{ Aktuelle Temperaturen in den Puffer schreiben.
}
Kein "get_NEWtempprobe" etc., da das zu lange dauert. St
}
att dessen
muß im Hauptprogramm bei jedem Schleifendurchlauf einmal
}
für die
Aktualisierung aller Temperaturen gesorgt werden.
}
Ist der neue Meßwert ungültig, wird der letzte beibehalt
}
en.
}
for i := hc_bufsize downto 1 do
buffer[i] := buffer[i-1];

buffer[0].time := clock.getsec;

buffer[0].temp := temp^.get_tempprobe;
if buffer[0].temp = th_temp_err
then begin

```

```

buffer[0].temp := buffer[1].temp;
inc(temperror_temp);
end
else
temperror_temp := 0;

buffer[0].top := temp^.get_newtemp(th_basis);
if buffer[0].top = th_temp_err
then begin
buffer[0].top := buffer[1].top;
inc(temperror_top);
end
else
temperror_top := 0;

buffer[0].bottom := temp^.get_newtemp(th_strheizung);
if buffer[0].bottom = th_temp_err
then begin
buffer[0].bottom := buffer[1].bottom;
inc(temperror_bottom);
end
else
temperror_bottom := 0;

roomtemp := temp^.get_reftemp;

{ Zur späteren Berechnung des Ist-Heizrate über die letzten
hc_rise_time Sekunden werden die Summen über x, x^2, x*y
benötigt. Nach Ende der Schleife zeigt der Index (i-1) a
hc_ris_time zurückliegenden Punkt, mit dem später weiter
die Soll-Heizrate ermittelt wird.
}
i := 0;
sumt := 0;
sumtt := 0;
sumtop := 0;
sumttop := 0;
sumbottom := 0;
sumbottom := 0;
while (i <= hc_bufsize) and (buffer[0].time-buffer[i].time >=
or (i < hc_rise_min) do
with buffer[i] do
begin
sumt := sumt + time;
sumtt := sumtt + sqr(time);
sumtop := sumtop + top;
sumttop := sumttop + time*top;
sumbottom := sumbottom + bottom;
sumbottom := sumbottom + time*bottom;
inc(i);
end;
}
if testnextperiod
then
with buffer[0] do
begin
heating := true;
{ Sicherheitsabfrage. Falls ein Fehler in der Heizkurve
aufgrund dessen ständig geheizt wird, wird dieser We
und die Messung ist ab hier dann im allgemeinen unbr
}
if (temp > maxtemp)
or (top > maxtemp)
or (bottom > maxtemp) { <- problematisch! bottom >
or (top > hc_maxtemp_top)
or (bottom > hc_maxtemp_bottom)
or (temperror_temp > hc_temperror_max)
or (temperror_top > hc_temperror_max)
or (temperror_bottom > hc_temperror_max)
then begin
{ Hier werden zwar keine Solltemperaturen benötigt,
könnte doch noch der nächste Heizkurvenabschnitt e
werden, und die folgende Regelung benötigt brauchb
Pufferwerte.
}
target := maxtemp;
set_heattarget;
heater^.off;
end
else
if nowmethod = hc_method_power
then begin
{ Hier werden zwar keine Solltemperaturen benötigt,
könnte der folgende Heizkurvenabschnitt wieder
sein und der benötigt brauchbare Pufferwerte
}
target := temp;
set_heattarget;
}
writestr('HC: T [°C] ist(Err):'
+ ' probe=' + f2str(temp,6,2) + ' (' + int2str(
+ ' , room=' + f2str(roomtemp,5,2)
+ ' top=' + f2str(top,6,2) + ' (' + int2str(tem
+ ' , bottom=' + f2str(bottom,6,2) + ' (' + int2
+ ' str(temperror_bottom,0) + ')');
writeln;

```

```

{ Die Heizparameter werden hier als Koeffizienten >
> einer quadratischen
Funktion a0 + a1*t + a2*t^2 + a4*t^4 uminterpre >
> tiert, mit
a0=rise, a1=diff, a2=ktarget, a4=starget, und t >
> als die Zeit
in Sekunden seit Beginn des aktuellen Abschnitt >
> s.
Der Faktor 1.0 vor time wandelt den longint tim >
> e in extended.
}
heater^.set_power(nowtop.rise
+ nowtop.diff*time
+ nowtop.ktarget*sqr(1.0*time)
+ nowtop.starget*sqr(1.0*time)
* sqr(1.0*time),
nowbottom.rise
+ nowbottom.diff*time
+ nowbottom.ktarget*sqr(1.0*time)
+ nowbottom.starget*sqr(1.0*time)
*sqr(1.0*time));
end
else begin
{ Solltemperatur der Probe anhand der gewünschten
Heizrate berechnen. Da Werte unterhalb der Raum
temperatur
sowieso nicht erreicht werden können, wird der
mindestens auf Raumtemperatur gesetzt. Bei hohe
Heizraten werden wegen der beschränkten maximal
Abkühlgeschwindigkeit sonst schnell große Minus
grade erreicht.
}
target := nowstarttemp + nowheatrate * time;
if target < roomtemp
then
target := roomtemp;

{ Die erforderlichen Heizungstemperaturen berechne
}
set_heattarget;

{ Zur Berechnung der momentanen Heizrate dient da
aus aktuellem Meßpunkt und einem etwa "hc_rise
zurückliegenden Meßpunkt mit dem Index i. Die I
ergibt sich nach linearer Regression zu:
sum(1)*sum(x*y)-sum(x)*sum(y)
m = -----
sum(1)*sum(x^2)-sum(x)^2
Hierbei bedeutet sum(x) die Summe über alle x-W
erte, usw.
sum(1) drückt die Gleichgewichtung aller Punkte
aus (Wichtung 1).
top-/bottomdiff ist dann die Differenz Soll- mi
nus Istheizrate.
}
P_topdiff := nowtop.diff * (toptarget - top);
P_bottomdiff := nowbottom.diff * (bottomtarget -
bottom);

P_toprise := nowtop.rise
* ((toptarget - buffer[i-1].toptarge
t) / (time - buffer[i-1].time)
- (i*sumttop - sumt*sumtop) / (i*
sumtt - sqr(sumt)));

P_bottomrise := nowbottom.rise
* ((bottomtarget - buffer[i-1].bo
ttomtarget) / (time - buffer[i-1].time)
- (i*sumtbottom - sumt*sumbottom) / (i*sumt
- sqr(sumt)));

{ Der Target-Anteil (die ohne Regelung vermutete
Heizleistung, die
nötig ist, die Heizung auf die gewünschte Tempe
ratur zu bringen)
sollte genauer bestimmt werden.
Vereinfachung: Strahlungsleistung der Umgebung
konstanten Faktor hc_radiation_delta berücksich
tigen (etwa 1W).
}
P_toptarget :=
+ hc_capacity_top * nowheatrate
+ (toptarget-roomtemp)*nowbottom.ktarget
+ sqr(sqr(toptarget+T_null))*nowtop.starget
- hc_radiation_delta;
+ (sqr(sqr(toptarget+T_null))
-sqr(sqr(roomtemp+T_null)))*nowtop.starget;

P_bottomtarget :=
+ hc_capacity_bottom * nowheatrate
+ (bottomtarget-roomtemp)*nowbottom.ktarget
+ sqr(sqr(bottomtarget+T_null))*nowbottom.starget
- hc_radiation_delta;
+ (sqr(sqr(bottomtarget+T_null))
-sqr(sqr(roomtemp+T_null)))*nowbottom.starget;
}

```



```

                                >>time-hc_conduction_delay)+T_null))
    -hc_hole_fraction*sqr(sqr(roomtemp+T_null))
  )) - T_null;
(* Problem: große Unstetigkeit zu Beginn führt zu zu großen Re>>
   >>gelabweichungen
  { Vereinfachung : hc_bottom_factor = (1+hc_hole_fraction)^0.>>
   >>25
    Für Temperaturen nahe der Raumtemperatur führt das zwar zu>>
   >> zu
    großen Werten, jedoch wirkt die Strahlungsheizung dort eh'>>
   >> kaum
  }
  bottomtarget := hc_bottom_factor*(get_delayed_target(time-hc>>
   >>_conduction_delay)+T_null)-T_null;
*)
  if bottomtarget > hc_maxtemp_bottom
  then
    bottomtarget := hc_maxtemp_bottom
  end;
{$IFDEF DEBUG}
  WriteErr(10,-1,'HEATER4-HEATCONTROLLEROBJ.set_heattarget: leav>>
   >>ing');
{$ENDIF}
end;
{*****>>
   >>*****}
  ***
  *** Initialisierung der Unit
  ***
}
begin
{$IFDEF DEBUG}
  WriteErr(10,1,'HEATER4-main: entering, '+FreeMemory);
{$ENDIF}
  writecr('Initialisiere die Heizungsregelung...');
  new(heater);
  heater^.init(parallelport); { parallelport aus Unit "parport4">>
   >>}
  new(heatcontroller);
  heatcontroller^.init(temp,heater); { temp aus Unit "ieeee4" }
  writeln('fertig.');
```

A.5 sdelay4.pas

```

unit sdelay4;
interface
{*****>>
   >>*****}
  ***
  *** Ersatz für delay bzw. ndelay
  ***
}
{ Nur für nicht zeitkritische Delays; Auflösung 1/18 Sekunde (sd>>
   >>elay arbeitet
  mit der Systemuhr. Während des delays wird ständig die durch d>>
   >>ie Prozedurvariable
  "sdelayproc" angegebene Prozedur aufgerufen.
}
{ Sinn: Zeigt "sdelayproc" auf die Methode "heater^.switch" er H>>
   >>eizung aufgerufen (kommt es zur Neuprogrammierung der Spannun>>
   >>g,
  dauert der Aufruf ca. 2 Hundertstel Sekunden (bzw. 3 Hundestel>>
   >>, wenn H_LOG
  definiert ist).
}
type
  sdelayproctype = procedure;
var
  sdelayproc : sdelayproctype;
procedure sdelay (msec : word);
implementation
uses messhilf;
procedure sdelay (msec : word);
var
  c : clockobj;
begin
  c.start;
  while 10*c.gethsec < longint(msec) do
    if @sdelayproc <> nil
    then
      sdelayproc;
    end;
  end;
begin
  @sdelayproc := nil;
end.
end.
```

A.6 Interface von ieee4.pas

```

unit ieee4;
{*****}
***
*** IEEE-Bus Objekte.
***
*** Dies sind im einzelnen:
*** - Philips Synthesizer PM 5190
*** - Zentro Netzgerät (75V/10A) mit IEEE-Bus Interface INT1
*** - Keithley Multimeter 199 mit 8-fach Scanner, darauf aufbau>>
***
*** - Temperatur- und
*** - Photospannungsmessung (Dilatometrie)
}
{ Diese Unit benötigt zur Ansteuerung des IEEE-Bus Controllers (>>
  >>ISA-Karte)
  die Unit "ieeecard", die auf der Routinensammlung ieee.pas vo>>
  Plesing basiert.
}
{ Allgemeines Debugging (Funktionsaufrufe, freier Speicher,...) }
(* {$DEFINE DEBUG} *)
{ Zu Testzwecken. Wenn definiert, erfolgt kein Zugriff auf die H>>
  >>ardware }
(* {$DEFINE NOHARDWARE} *)
{ Bei jeder Änderung von Frequenz, Wellenform oder Amplitude des
  Synthesizers auch immer die jeweils anderen zwei Größen neu pr>>
  >>ogrammiere
}
{$DEFINE SYN_PROGALL}
{ Zu Testzwecken. Wenn definiert, wird die Bestimmung der
  Referenztemperatur mitprotokolliert.
}
(* {$DEFINE TEMP_LOG} *)

interface

uses
  defines4, messhilf, parport4;

{$IFDEF TEMP_LOG}
const
  templogfilename = 'reftemp.log';
{$ENDIF}

type
{*****}
***
*** grundlegendes IEEE-Bus Objekt
***
}

IEEEOBJPTR = ^IEEEOBJ;

IEEEOBJ = object
  procedure init (ieeeeaddress : byte; needsEOI : boolean; time>>
    >>out : longint);
  procedure done;
  procedure gotolocal;
  procedure trigger;
  procedure write (str : string);
  function read : string;

  private
    address : byte;
    useEOI : boolean;
  end;
{*****}
***
*** Zentro Netzgerät (75V/10A) mit IEEE-Bus Interface INT1
***
}

ZENTROOBJPTR = ^ZENTROOBJ;

ZENTROOBJ = object (IEEEOBJ)
  procedure init (ieeeeaddress : byte);
  procedure done;

  procedure set_voltage (volt : single); { Setzt Ausgangss>>
    >>pannung (in Volt) }
  procedure set_current (ampere : single); { bzw. Strombegre>>
    >>nzung (in Ampere) }
  function get_voltage : single; { Liefert momenta>>
    >>ne Ausgangsspannung }
  function get_current : single; { bzw. Strombegre>>
    >>nzung ([V] bzw. [A]) }

  private
    voltage, current : word; { U in 75/4000 Volt, I in 10/4000>>
    >> Ampere }
  end;
{*****}
***
*** Philips Synthesizer PM 5190
***
}

SYNTHOBJPTR = ^SYNTHOBJ;

SYNTHOBJ = object (IEEEOBJ)
  procedure init (ieeeeaddress : byte; parallelport : PARALLELP>>
    >>ORTOBJPTR);
  procedure set_frequenz (frequenz_neu : single); { Frequenz i>>
    >>n [Hz] }
  procedure set_form (form_neu : integer); { Wellenform>>
    >>: 1=Sinus, 2=Rechteck,... }
  procedure set_ac (ac_neu : single); { Amplitude>>
    >>in [V] }
  procedure set_dc (dc_neu : single); { DC-Offset>>
    >>in [V] (max: siehe implementation) }
  procedure reset; { Synth res>>
    >>etten und neu programmieren }

  function get_frequenz : single;
  function get_form : integer;
  function get_dc : single;
  function get_ac : single;

  private
    frequenz : longint; { Frequenz in MHz }
    form : integer; { 1 bis 5, Sinus, Rechteck, etc. }
    ac_dc : integer; { Amplitude bzw. DC-Offset in mV }
    acdc_range : byte; { 1: <0.199V, 2: <1.99V oder 3: <19>>
    >>.9V }

    parport : PARALLELPORTOBJPTR;

  procedure write (str : string);
  procedure write_frequenz;
  procedure write_form;
  procedure write_acdc;
  procedure cut_dc;
  end;
{*****}
***
*** Keithley 199 (Multimeter mit 8fach-Scanner)
***
}

{ Bugs:
  Zur Zeit sind PHOTOOBJ und TEMPOBJ so programmiert, daß sie ->>
  >>da
  das jeweils andere zwischenzeitlich Veränderungen am Keithley >>
  >>vornehmen
  könnte - alles neu zum Keithley schicken, nicht nur die Parame>>
  >>ter (wie
  beispielsweise die Kanalnummer), die sich geändert haben. Dies>>
  >> wäre
  Inhalt eines noch zu entwickelnden KEITHOBJ. Als Konsequenz si>>
  >>nd
  Parametervariationen (wie z.B. die Filtereinstellung) während >>
  >>der
  Messung direkt am Gerät wirkungslos. Sie werden sofort wieder
  überschrieben.
}

KEITHOBJPTR = ^KEITHOBJ;

KEITHOBJ = object (IEEEOBJ)
  procedure init (ieeeeaddress : byte);
  procedure done;
  procedure write (str : string);
  function read : string;
  end;

PHOTOOBJPTR = ^PHOTOOBJ;

PHOTOOBJ = object (KEITHOBJ)
  procedure init (ieeeeaddress : byte);
  function get_newuphoto : single;
  function get_uphoto : single;

  private
    uphoto : single;
    error : integer;
    is_negative : boolean;
    function set_uphoto : integer;
  end;

TEMPOBJPTR = ^TEMPOBJ;

TEMPOBJ = object (KEITHOBJ)
  procedure init (ieeeeaddress : byte);
  procedure done;
  function get_temp (thermoelement : byte) : single;
  function get_newtemp (thermoelement : byte) : single;
  procedure set_probethermos (messmodus : integer);
  function get_tempprobe : single;
  function get_newtempprobe : single;
}

```

```

function get_reftemp : single;
function get_latest_reftemp : single;

private
  reftime : longint;    { Zeitpunkt der letzten Referenztemp }
                        >>eraturmessung }
  reftemp : extended;  { Referenztemperatur }
  reftemp_ok : boolean; { letzter von "set_reftemp" gemessen }
                        >>er Wert o.k.? }
                        { Anzahl von aufeinanderfolgenden Fehlmessungen der Refere }
                        >>nztemperatur }
  refvall : integer;
  { Puffer zur Medianbildung der Referenztemperaturen }
  old_reftemp : array [0..tref_oldtemps-1] of extended;
  { Zeiger auf den ältesten Eintrag in "old_reftemp" }
  latest_reftemp : integer;
  temp : array [1..th_max] of single; { Temperaturen der The }
                                        >>rmoelemente }
  { Gibt an, welche Thermoelemente zur Berechnung der Proben }
  dienen >>temperatur
}
modus : byte;

```

```

clock : CLOCKOBJ;
{$IFDEF TEMP_LOG}
logfile : text;
{$ENDIF}
function read (thermoelement : byte) : single;
function set_reftemp : extended;
function reftemperature : extended;
function temperature (u : extended) : single;
function set_temp (thermoelement : byte) : single;
end;

{ "synthy", "photo" und "temp" werden hier deklariert, um diese }
>>Objekte
>>allen Programmteilen als globale Variablen zur Verfügung zu st }
>>ellen.
>>Die Objektinitialisierung geschieht mit der Initialisierung di }
>>eser Unit.
}
var
  synthy : SYNTHOBJPTR;
  photo : PHOTOBJPTR;
  temp : TEMPOBJPTR;

```

A.7 Interface von scope4.pas

```

unit scope4;
{*****}
*** Objekt zur Ansteuerung der Scope-Karte.
***
*** Es vereinfacht den Zugriff auf die Scopekarte und
*** bietet daher auch nur die bei dieser Meßapparat Anwendung }
>> findende
*** Betriebsart: Einkarten-, Einkanalbetrieb, sofortiges Trigg }
>>rn, kein Pretrigger.
*** Es basiert auf den vorkomplilierten TP 6.0 Units "tpu12840" }
>> und "ovl12840"
*** des Herstellers, diese wiederum benötigen für für den hier }
>>eingestellten Modus
*** die Triggerfiles "default.tri" und "perm.tri".
***
*** Anm.: Da keine Quellen davon vorliegen, kann diese Karte
*** _nur_ aus Turbo Pascal der Version _6.0_ heraus genutzt wer }
>>den!
***
{ Allgemeines Debugging (Funktionsaufrufe, freier Speicher,...) }
(* {$DEFINE DEBUG} *)

{ Zu Testzwecken. Wenn definiert, erfolgt kein Zugriff auf die H }
>>ardware }
(* {$DEFINE NOHARDWARE} *)

interface

{$IFDEF NOHARDWARE}
uses
  defines4, messhilf;

type
  Einstelldaten = integer; { beliebig, wird nicht genutzt }
  ChannelStatus = (Aus,
    FillPreTrg,
    EndFillTrigLocked,
    TrigFreigegeben,
    TriggerSignal,
    EndeMessung,
    MessdatenGelesen,
    Abgebrochen
  );
  KurvenP = Pointer;
{$ELSE}
uses
  defines4, messhilf,
  { vorcompilierte TP 6.0 Units für die Scopekarte. }
  { enthaltene Typen:
    KartenTyp,
    CouplingArt,
    ChannelStatus = skalarer Typ (s.o. unter $IFDEF NOHARDWARE)
    Skalierung = record
    Einstelldaten = record u.a. mit KartenTyp, CouplingArt, Sk }
>>alierung
    Kurve = record Einstelldaten; array [0..$feff] of }
>>byte end;
    KurvenP = ^Kurve
    sowie die Konstante RAM = array of longint
  }
  ovl12840, tpu12840;
{$ENDIF}

type
{ Die Typen "datatype" und "dataptr" entsprechen bis auf das kle }
>>inere array den
Typen Kurve und KurvenP der Unit "tpu12840". Dies dient der Re }
>>duzierung des
Speicherbedarfs.
Bei Aufruf der Auslesefunktion aus "tpu12840" Typecast verwend }
>>en.

```

```

}
dataptr = ^datatype;
datatype = record
  Setting : Einstelldaten;
  Messwerte : array [0..sc_bufsize_max] of byte;
end;

SCOPEOBJPTR = ^SCOPEOBJ;

SCOPEOBJ = object
  procedure init;
  procedure done;

  { Speichertiefe des Puffers in Samples setzen/erfragen }
  procedure set_bufsize (new_bufsize : word);
  function get_bufsize : word;

  procedure set_xscale (scale : single); { Samplingperiode i }
>>n Sekunden }
  function get_xscale : single;

  { x-Skalierung (Sampleperiode in [s]) so einstellen, daß m }
>>ind. die Zeitdauer }
  { "totaltime" lang digitalisiert werden kann (abhängig von }
>>der Speichertiefe) }
  procedure set_xrange (totaltime : single);
  function get_xrange : single;

  { Alle Routinen, die den y-Bereich verändern (set_yscale, se }
>>t_yrange,
  inc_yrange, dec_yrange), liefern als Rückgabewert den neu }
>>eingestellten
  y-Bereich zurück.
}
function set_yscale (scale : single) : char; { Spannungsa }
>>flösung in Volt }
function get_yscale : single;

  { y-Skalierung (Spannungsauflösung in [V]) so einstellen, }
>>daß der angegebene }
  { Maximalwert "maxvalue" ohne Übersteuerung digitalisiert }
>>werden kann }
  function set_yrange (maxvalue : single) : char;
  function get_yrange : single;

  function is_min_yrange : boolean; { =true, wenn im empfind }
>>lichsten y-Bereich }
  function is_max_yrange : boolean; { =true, wenn im unempfi }
>>ndlichsten y-Bereich }
  function inc_yrange (old_yrange : char) : char; { In den n }
>>hstunempfindlicheren }
  function dec_yrange (old_yrange : char) : char; { bzw. empfi }
>>indlicheren Bereich wechseln. }

  { =true, wenn "test" zu groß für den augenblicklich eing }
>>tellten Spannungsbereich }
  function yrange_overflow (test : single) : boolean;
  { =true, wenn "test" im nächstkleineren Spannungsbereich }
  { ohne Übererlauf erfaßt werden könnte }
  function yrange_underflow (test : single) : boolean;

  { konvertiert y-Bereichsbuchstabe in Volt der maximalen Sp }
>>annung dieses
  { Bereichs }
  function yrange2voltage (range : char) : single;

  { Bereitet neue Messung vor und wartet bis Pretrigger gefü }
>>llt ist }
  procedure reset;
  { Startet Messung (Digitalisierung) }
  procedure trigger;
  { Digitalisierung abgeschlossen? }
  function finished : boolean;
  { Fehler aufgetreten? }
  function error : boolean;
  { gibt den momentanen Status auf dem Bildschirm aus }
  procedure print_status;

```

```

    { liest ein Sample (in Volt) }
function read_sample (index : word) : single;

    { Fürs Debugging können direkt die rohen Sampledaten auf F>>
      >>estplatte }
    { gesichert werden. }
procedure configure_datasaving (basename, extension : string;
                               maxfiles : integer);
procedure enable_datasaving;
procedure disable_datasaving;

private
xscale,      { Samplerate in Sekunden }
yscale : single; { Auflösung in Volt }
xrange : word;  { X-Bereich in "sc_xscale_unit" }
yrange : char;  { Y-Bereich zwischen "sc_yscale_min" und>>
                >>sc_yscale_max" }

bufsize : word; { Speichertiefe in Samples }
data : dataptr; { Zur Übernahme der Sampledaten von der >>
                >>Scopekarte }

clock : CLOCKOBJ;
timeout : integer; { in [s]; max. Zeit nach Triggerfreigabe >> }

do_saving : boolean; { Sollen die Samples auf Disk g>>
                     >>espeichert werden? }
savefilebasename : string; { Die gesampelten Daten werden >>
                             >>bei do_saving=true }

```

```

savefilecounter : word; { in die datei basname+counter>>
                        >>+'.'+ending gespeichert. }
savefileextension : string[3]; { numeriert die erzeugten Dat>>
                                >>eien durch. }
savefilemax : integer; { erreicht counter diesen Wert,>>
                        >> wir er auf Null zurückgesetzt. }

    { Die Scopekarte mit neuer x-Skalierung bzw. y-Bereich pro>>
      >>grammieren }
procedure new_xscale (new_scale : longint); { setzt xsca>>
                                             >>le und xrange }
function new_yrange (new_range : char) : char; { setzt ysca>>
                                                >>le und yrange, Rückgabe: yrange }

    { Wrapper-Funktion für GetChannelStatus aus "tpu12840" }
function get_status : ChannelStatus;

procedure save_data; { Speichert "data".messwerte" für Debu>>
                    >>gzwecke in }
                    { Dateien mit fortlaufender Numerierun>>
                    >>g }

end;

{ "scope" wird hier deklariert, um dieses Objekt allen Programmt>>
  >>eilen als
  globale Variable zur Verfügung zu stellen. Die Objektinitialis>>
  >>ierung
  geschieht mit der Initialisierung dieser Unit.
}
var
scope : SCOPEOBJPTR;

```

A.8 Interface von textmenu.pas

```

unit textmenu;
{*****}
***
*** Einfache Textmenüs, die ohne Cursorpositionierung arbeiten
***
}
{ - Erste Version: Mark Doll 13.1.99.
}
interface

function int2str (int : longint; length : integer>>
                >>) : string;
function flt2str (float : extended; length, precision : integer>>
                >>) : string;
function str2int (intstr : string) : longint;
function str2flt (floatstr : string) : extended;

```

```

function hex (int : longint; length : integer) : string;
function leadingzero (int : longint; length : integer) : string;
function seconds2time (seconds : longint) : string;

procedure writcr (str : string);
procedure message (str : string);
function yes (str : string) : boolean;
function menu (menustr : string) : integer;
{ function menuesc (menustr : string) : integer; }
function menuto (menustr : string; maxmenutime : word) : integer;

function get (strlen : byte; str : string) : string;
function getreal (min, max, default : real; str : string) : real;
function getreal2 (min, max, default : real; str : string) : real;
function getfilename (pattern : string) : string;

```

A.9 Interface von messhelf.pas

```

unit messhelf;
{*****}
***
*** Die Unit beinhaltet die restlichen Routinen, die von divers>>
  >>en Teilen
  *** des Meßprogramms genutzt werden.
  ***
}
interface

{ Für Testzwecke. Wenn kein wirkliches Delay nötig oder erwünsch>>
  >>t ist,
  sondern alles so schnell wie möglich laufen soll, kann "FASTTI>>
  >>ME" gesetzt
  werden. Das hier definierte Uhrenobjekt funktioniert weiterhin>>
  >>, da ndelay
  eine interne Zählervariable setzt, auf die das Objekt dann zur>>
  >>ückgreift.
}
(* {DEFINE FASTTIME} *)

{ Soviel mal schneller ist dieser Rechner als ein i386 25MHZ.
}
const
speedfaktor = 3;

procedure ndelay (msec : word); { Warte msec Millisekunden }

```

```

function fileexist (name : string) : boolean;
function createable (name : string) : boolean;

type
{ CLOCKOBJ implementiert eine Stoppuhr auf Basis der Systemzei>>
  >>t.
  Hinweis:
  - Zwischen zwei Aufrufen von getsec oder gethsec dürfen kein>>
  >>e 24 Stunden
  vergangen sein. Ansonsten fehlen 24 (48, 72, 96, ...) Stun>>
  >>den in der
  zurückgelieferten Zeit.
}
CLOCKOBJPTR = ^CLOCKOBJ;

CLOCKOBJ = object
procedure start; { Setzt Uhr auf Null (Sekun>>
                 >>den) }
function getsec : longint; { Gibt vergangene Sekunden >>
                           >>seit Start zurück }
function gethsec : longint; { Gibt Hundertstelsekunden >>
                             >>seit Start zurück }

private
starttime, startthsec,
days, seconds, hsec : longint;

procedure setclock;
end;

```

Abbildungsverzeichnis

1.1	Die vollständige Meßapparatur (Fotomontage aus zwei Bildern).	3
1.2	Funktionsprinzip der Meßapparatur.	4
2.1	Der Rezipient in Seitenansicht.	8
2.2	Der Rezipient in Aufsicht.	9
2.3	Der Probenträger.	10
2.4	Das Innere des Rezipienten in Umgebung des Probenträgers.	11
2.5	Die Einspannung im Detail.	12
2.6	Schaltplan von Heizung und Temperaturmessung.	15
2.7	Die Lichtquelle für die Längenmessung.	17
2.8	Der Empfänger für die Längenmessung.	18
2.9	Optischer Strahlengang der Längenmessung.	19
2.10	Schaltplan der Dilatometrie.	20
2.11	Der Empfänger für die Schwingungsmessung.	23
2.12	Schaltplan der Schwingungsmessung.	24
3.1	Veranschaulichung des Fit-Verfahrens bei Free-Decay-Messungen.	29
3.2	Dämpfung unerwünschter Frequenzkomponenten bei der Resonanzpeakmethode	32
3.3	Zur Bestimmung der temperaturabhängigen Heizleistung.	35
3.4	Zur Bestimmung der Wärmekapazität einer Heizung.	36
4.1	Heraussägen stimmgabelförmiger Proben aus massivem Probenmaterial.	39
4.2	Skizze zur Berechnung des Ausdehnungskoeffizienten.	41
4.3	Längenausdehnungskoeffizient von festem Aluminium im Bereich von Raumtemperatur bis zum Schmelzpunkt.	43
4.4	Temperaturabhängigkeit der spektralen Lichtempfindlichkeit von Silizium-Photodioden.	44
4.5	Photospannung in Abhängigkeit des mittleren LED-Stroms.	44
4.6	Langzeitmessung (eine Woche) von Vitrovac 0080 vor Reinaluminium-Referenz.	45
4.7	$U_{ph}(T)$ von Vitrovac 0080 vor Reinaluminium-Referenz. Ermittelt aus Langzeitmessung über eine Woche.	46
4.8	Schleifen in der Photospannung durch zu große Heizraten.	48
4.9	Zur Abschätzung der Temperaturdifferenz zwischen Probe und Referenz.	49
4.10	Gute und schlechte Spaltgeometrie für die Längenmessung.	50
4.11	Sprunghafte Photospannungsänderung durch starke Krümmung eines Streifens Vitrovac 0080 während der Messung.	52

4.12 Genauigkeit der Schwingungsmessung bei Dämpfungen $Q^{-1} < 10^{-3}$ am Beispiel einer stimmgabelförmigen Pd ₄₀ Ni ₄₀ P ₂₀ -Probe.	54
5.1 Dämpfungspeak der AlMg3-Legierung, gefittet mit einem Debye-Peak.	62
5.2 Dämpfungspeak der AlMg3-Legierung, gefittet mit zwei Debye-Peaks.	62
5.3 Dämpfungspeak der AlMg3-Legierung, gefittet mit drei Debye-Peaks.	63
5.4 Frequenzverlauf der AlMg3-Legierung, verglichen mit theoretischen Kurven nach den Fitergebnissen aus Abb. 5.1, 5.2 und 5.3.	63
5.5 Kombinierte Messung an Vitrovac 0080 (Ni ₇₈ Si ₈ B ₁₄) beim Aufheizen von Raumtemperatur bis 450 °C mit 0,5 K/min. Meßwerte und Korrelationsanalyse der daraus berechneten Längen- und Elastizitätsmoduländerung.	68

Literaturverzeichnis

Arbeiten an unserem Institut

Vorgänger an der Apparatur zur kombinierten Dilatometrie und Vibrating-Reed-Messung:

- [1] Bernhard Porscha. Kombinierte Messungen der Längen- und Frequenzänderungen an verschiedenen metallischen Gläsern — Experimente und effektive Potentiale. Dissertation, TU Braunschweig (1993).
- [2] Detlef Schermeyer. Dilatometrie an metallischen Gläsern mit weitem Glasübergangsbereich. Diplomarbeit, TU Braunschweig (1995).
- [3] Mark Levermann. Kombinierte Dilatometrie- und Schwingungsmessungen an amorphen und kristallinen Legierungen. Diplomarbeit, TU Braunschweig (1997).

Untersuchungen von metallischen Gläsern, im speziellen Vitrovac 0080:

- [4] Harald Friedrichs. Untersuchungen der Strukturrelaxation metallischer Gläser mit einem lastfreien Dilatometer. Diplomarbeit, TU Braunschweig (1987).
- [5] Markus Obert. Untersuchungen zum Einfluß der Strukturrelaxation und des Magnetfeldes auf den Elastizitätsmodul und die Dämpfung von metallischen Gläsern. Diplomarbeit, TU Braunschweig (1988).
- [6] Ludger Kempen. Untersuchungen der Strukturrelaxation amorpher Legierungen mit einem lastfreien Dilatometer. Diplomarbeit, TU Braunschweig (1991).

Weitere Quellen:

- [7] Klaus Bothe. Untersuchung der Strukturrelaxation metallischer Gläser mit Hilfe von Elastizitätsmodul und Dämpfung. Dissertation, TU Braunschweig (1984).
- [8] Peter Krüger. Kinetik der strukturellen Relaxation amorpher Legierungen und der Rekristallisation von verformtem Kupfer. Dissertation, TU Braunschweig (1992)
- [9] Ludger Kempen. Entwicklung eines dynamischen Meßverfahrens zur Bestimmung mechanischer Eigenschaften dünner Schichten. Dissertation, TU Braunschweig (1996)
- [10] Ulrich Harms. Optimierung der mechanischen Spektroskopie zur Untersuchung dünner Schichten. Dissertation, TU Braunschweig (1999).
- [11] Mark Levermann. Persönliche Mitteilung (1997).

- [12] Ulrich Harms. Persönliche Mitteilung (1999).

Physik der inneren Reibung und Relaxation und verwandte Themen

- [13] Clarence Zener. *Elasticity and Anelasticity of Metals*. University of Chicago Press, Chicago (1948).
- [14] A. S. Nowick, B. S. Berry. *Anelastic Relaxation in Crystalline Solids*. Academic Press, New York (1972).
- [15] Hans-Rainer Sinning. *Anelastische Relaxation von Wasserstoff in intermetallischen Strukturen*. Habilitationsschrift, Braunschweig (1994).
- [16] Werner Riehemann. *Metallische Werkstoffe mit extremer innerer Reibung und deren Messung*. Habilitationsschrift, Clausthal (1994).
- [17] B. S. Berry. *Elastic and Anelastic Behavior*. In: *Metallic Glasses*. American Society of Metals, Ohio (1978).
- [18] E. Carreño-Morelli, S. E. Urreta, A. A. Ghilardicci. High Temperature Damping in Al-Mg-Si Industrial Alloys. *Phys. stat. sol. (a)* **158**, 449 (1996).
- [19] J. Baur, A. Kulik. Optimal sample shape for internal friction measurements using a dual cantilevered beam. *J. Appl. Phys.* **58**, 1489 (1984).

Allgemeine naturwissenschaftliche und mathematische Nachschlagewerke

- [20] Günter Lautz, Rolf Taubert (Hrsg.). *Kohlrausch — Praktische Physik*. Bd. 3. Tafeln. 22. Aufl., Teubner Verlag, Stuttgart (1968).
- [21] Landolt Börnstein — *Zahlenwerte und Funktionen aus Physik, Chemie, Astronomie, Geophysik und Technik*. Bd. 2. *Eigenschaften der Materie in ihren Aggregatzuständen*. Teil 1. *Mechanisch-thermische Zustandsgrößen*. Dieser Teil: Klaus Schäfer (Hrsg.) (1971). Gesamtwerk: 6. Aufl., Springer-Verlag, Berlin (1950-1980).
- [22] Horst Kuchling. *Physik — Formeln und Gesetze*. 20. Aufl., VEB Fachbuchverlag, Leipzig (1988).
- [23] G. Grosche, V. Ziegler, D. Ziegler (Hrsg.). *Bronstein Semendjajew — Taschenbuch der Mathematik*. 25. Aufl., Teubner Verlag, Stuttgart (1991).

Elektronik

- [24] U. Tietze, Ch. Schenk. *Halbleiter-Schaltungstechnik*. 5. Aufl., Springer-Verlag, München (1980).
- [25] Dieter Nührmann. *Das große Werkbuch Elektronik*. 4. Aufl., Franzis-Verlag, München (1983).

Software

- [26] J. A. Nelder, R. Mead. A simplex method for function minimization. *Computer Journal* **7**, 308–314 (1965).

[27] K. Niederdrenk. Die endliche Fourier- und Walsh-Transformation mit einer Einführung in die Bildverarbeitung. 2. Aufl., Wiesbaden (1984).

[28] Michael Tischer. Turbo Pascal intern. 3. Aufl., Data Becker, Düsseldorf (1991).

Hersteller und Händler

[29] Apple Computer, Cupertino (USA). <http://www.apple.com>.

[30] BOC Edwards, Sussex (UK). <http://www.boc.com/evt/>.

[31] Conrad Electronic, Hirschau. <http://www.conrad.de>.

[32] Conrad Electronic. Der Profi-Contrad 2000. Produktkatalog, Hirschau (1999).

[33] Inprise, Scotts Valley (USA). <http://www.inprise.com>.

[34] Jenoptik, Jena. <http://www.jenoptik.de>.

[35] J.E.T. Jessen Electronic Team, Elmshorn.

[36] Goodfellow, Bad Nauheim. <http://www.goodfellow.com>.

[37] Goodfellow. Produktkatalog, Bad Nauheim (1996).

[38] Hameg Instruments, Frankfurt a. M. <http://www.hameg.de>.

[39] Harman/Kardon, Woodbury (USA), <http://www.harmankardon.com>.

[40] Hottinger Baldwin Messtechnik, Darmstadt. <http://www.hbm.de>.

[41] ILX Lightwave, Bozeman (USA). <http://www.ilxlightwave.com>.

[42] Keithley Instruments, Cleveland (USA). <http://www.keithley.com>.

[43] Laser Components, Olching. <http://www.lasercomponents.de>.

[44] Laser Components. Silizium-Photodioden. Produktkatalog, Göbenzell/München (1993).

[45] Microsoft, Redmond (USA). <http://www.microsoft.com>.

[46] Philips, Eindhoven (Niederlande). <http://www.philips.com>.

[47] Tenberry Software, Fountain Hills (USA). <http://www.tenberry.com>.

[48] Borland Turbo Pascal 7.0, <http://www.borland.com/pascal/>.

[49] RS Components, Mörfelden-Walldorf. <http://www.rs-components.de>.

[50] RS Components. Produktkatalog 2/97, Mörfelden-Walldorf (1997).

[51] SPSS, Chicago (USA). <http://www.spss.com>.

[52] VAC (Vacuumschmelze), Hanau. <http://www.vacuum.de>.

[53] Zentro-Elektrik, Pforzheim. <http://www.zentro-elektrik.de>.

Nicht themenbezogene Arbeiten anderer genannter Personen

- [54] Jochen Plessing. Nahordnung und inhomogene Gleitung in konzentrierten Kupferlegierungen. Dissertation, TU Braunschweig (1995).

