

**Diplomarbeit in Physik
angefertigt im
Helmholtz – Institut für Strahlen- und Kernphysik**

Aufbau und Test einer Regelung des Hochtemperaturmessofens für γ - γ -Winkelkorrelationsmessungen

**vorgelegt der
Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der
Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn**

**von
Pavel Cojocar**

Bonn, November 2010

Anfertigung mit der Genehmigung
der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn

Referent: Priv.-Doz. Dr. Reiner Vianden

Korreferent: Prof. Dr. K.-T. Brinkmann

Hiermit versichere ich, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt sowie die Zitate kenntlich gemacht habe.

Bonn, den 15.11.2010

Inhaltsverzeichnis

| | |
|---|----|
| 1. Einleitung und Zielsetzung | 1 |
| 2. Ofenanschluss und Komponenten | 3 |
| 2.1 Kühlung der Ofenkomponenten..... | 3 |
| 2.1.1 Elektrodenkühlung..... | 4 |
| 2.1.2 Kühlung der oberen Ofenummantelung..... | 4 |
| 2.2 Anschluss Vakuum..... | 6 |
| 2.3 Anschluss Elektrik..... | 7 |
| 2.4 Temperaturmessung..... | 7 |
| 2.5 Datenübermittlung..... | 9 |
| 2.6 Schutzvorrichtungen..... | 9 |
| 3. Grundlagen der Regelungstechnik | 11 |
| 3.1 Grundbegriffe der Regelungstechnik..... | 11 |
| 3.1.1 Der geschlossene Regelkreis..... | 11 |
| 3.1.2 Das Regelverhalten..... | 13 |
| 3.1.3 Erfassung der Temperatur..... | 14 |
| 3.1.4 Reglerarten..... | 14 |
| 3.2 Die Regelstrecke..... | 15 |
| 3.2.1 Allgemeines zur Regelstrecke..... | 15 |
| 3.2.2 Strecken mit und ohne Ausgleich..... | 16 |
| 3.2.3 P-Verhalten, Totzeit und Verzögerungen..... | 17 |
| 3.2.4 Sprungantwort und ihre Charakterisierung..... | 20 |
| 3.3 Stetige Regler..... | 21 |
| 3.3.1 P-Regler..... | 21 |

| | |
|--|-----------|
| 3.3.2 I-Regler..... | 24 |
| 3.3.3 PI-Regler..... | 26 |
| 3.3.4 D-Anteil und PID-Regler..... | 27 |
| 3.4 Geschlossener Regelkreis..... | 29 |
| 3.4.1 Führungs- und Störungsverhalten..... | 29 |
| 3.4.2 Stabilität des Regelverhaltens..... | 29 |
| 4. Das Bedienungsprogramm <i>PID control</i>..... | 31 |
| 4.1 Entwicklungsumgebung LabVIEW..... | 31 |
| 4.2 Umsetzung des PID-Reglers..... | 32 |
| 4.3 Das Hauptprogramm <i>PID control</i> | 35 |
| 4.3.1 Front Panel..... | 35 |
| 4.3.2 <i>Manual mode, automatic mode</i> und <i>settings</i> | 36 |
| 4.3.3 <i>PID status, MCA status</i> und <i>PID parameters</i> | 40 |
| 4.3.4 <i>Statistics</i> und <i>histogram</i> | 42 |
| 4.3.5 <i>10 min, 160 h</i> und <i>logbook</i> | 43 |
| 4.3.6 Weitere Elemente der Bedienoberfläche..... | 44 |
| 4.4 Interne Arbeitsweise des Programms..... | 45 |
| 4.4.1 Case-Struktur der Hauptschleife..... | 47 |
| 4.4.2 Einige Beispiele aus der event-Struktur..... | 48 |
| 5. Bestimmung der Temperaturverteilung und geeigneter PID-Parameter... 51 | 51 |
| 5.1 Methoden zur Auffindung geeigneter Regelparameter..... | 51 |
| 5.1.1 Schwingungsmethode nach Ziegler und Nichols..... | 53 |
| 5.1.2 Verfahren nach der Anstiegsgeschwindigkeit..... | 54 |
| 5.2 Ergebnisse..... | 55 |
| 5.3 Temperaturverteilung im Graphitheizer..... | 56 |
| 6. PAC-Theorie und Detektoraufbau..... 59 | 59 |
| 6.1 Der Sondenkern ¹¹¹ In..... | 59 |
| 6.2 Die ungestörte γ - γ -Winkelkorrelation..... | 60 |
| 6.3 Gestörte γ - γ -Winkelkorrelation..... | 65 |
| 6.4 Elektrische Quadrupolwechselwirkung..... | 67 |

| | |
|--|-----------|
| 6.5 Störung durch die elektrische Quadrupolwechselwirkung..... | 70 |
| 6.6 Messdatenaufnahme und -analyse..... | 72 |
| 7. Untersuchung des Temperaturverhaltens der Al₃Ni₂-Struktur..... | 77 |
| 7.1 Die Al ₃ Ni ₂ -Struktur..... | 77 |
| 7.2 Probenpräparation..... | 79 |
| 7.3 Messergebnisse..... | 80 |
| 7.3.1 Temperaturverhalten der In ₃ Ni ₂ -Verbindung..... | 80 |
| 7.3.2 Temperaturverhalten der Ga ₃ Ni ₂ -Verbindung..... | 82 |
| 7.3.3 Al ₃ Ni ₂ -Verbindung..... | 84 |
| 8. Zusammenfassung und Ausblick..... | 85 |
| Literaturverzeichnis..... | 87 |
| Danksagung..... | 89 |

1. Einleitung und Zielsetzung

Im Grenzgebiet zwischen den beiden großen Forschungsbereichen der Kernphysik und derjenigen der kondensierten Materie befindet sich die nukleare Festkörperphysik. Hier werden kernphysikalische Messmethoden eingesetzt, um Eigenschaften von Festkörpern zu untersuchen. Zu diesen Methoden gehören unter anderem der Mößbauer-Effekt, die magnetische Kernresonanz (Nuclear Magnetic Resonance, NMR), die Myon-Spin-Rotation (μ SR) und die Rutherford-Rückstreuung (Rutherford Backscattering, RBS).

Eine weitere bewährte Methode stellt die gestörte γ - γ -Winkelkorrelation (Perturbed Angular Correlation, PAC) dar. Dabei werden geeignete radioaktive Sondenatome in das Gitter des zu untersuchenden Festkörpers eingebracht. Die beim radioaktiven Zerfall beobachtete Ausstrahlcharakteristik liefert Informationen über die im Festkörper herrschenden elektromagnetischen Felder. Es müssen Sondenkerne eingesetzt werden, die über eine γ - γ -Kaskade in den Grundzustand zerfallen. Das Zwischenniveau dieser Kaskade darf einerseits keine allzu lange Lebensdauer haben, da sonst im registrierten Spektrum die zufälligen Ereignisse überwiegen würden. Andererseits ist diese Lebensdauer durch die nach unten beschränkte Zeitauflösung der Mess- und Auswerteeinrichtung begrenzt.

Diese Methode bietet unter anderem große Vorteile bei der Untersuchung temperaturabhängiger Eigenschaften von Festkörpern, da ihre Sensitivität nicht temperaturabhängig ist. Dem zu untersuchenden Temperaturbereich sind also nur apparative Beschränkungen auferlegt. In diesem Aspekt unterscheidet sich die PAC-Methode von beispielsweise der Mößbauer-Spektroskopie oder der magnetischen Kernresonanz. Die Empfindlichkeit dieser Methoden ist temperaturabhängig.

Zur Untersuchung temperaturabhängiger Eigenschaften von Festkörpern mit Hilfe der gestörten γ - γ -Winkelkorrelation bedarf es eines speziell auf die Bedürfnisse dieser Methode zugeschnittenen Hochtemperaturofens. In der Arbeitsgruppe bestand bereits solch ein Ofen, doch wuchs in den letzten Jahren der Wunsch nach einem zweiten Aufbau. Dies erklärt sich aus dem beträchtlichen Alter des bereits vorhandenen Messofens und den damit verbundenen Verschleißerscheinungen, doch vor allem aus der steigenden Bedeutung der temperaturabhängigen Untersuchungen an Probenmaterialien und der fehlenden Kapazitäten, um diese

Untersuchungen zu tätigen.

Der Aufwand eines Neuaufbaus erwies sich als beachtlich, und so wurde diese Aufgabe in zwei unterschiedliche Diplomarbeitsthemen aufgeteilt. Den einen Teil übernahm Marius Arenz [Are10]. Sein Tätigkeitsfeld belief sich in der Entwicklungsphase auf den mechanischen Aufbau des Ofens. Ich andererseits übernahm in dieser Phase den Anschluss des Ofens und die Bereitstellung der Temperaturregelung. In der zweiten Phase dieses Projekts wurde allgemein das Temperaturverhalten und speziell das Regelungsverhalten des Ofens von uns getestet. In der dritten und letzten Phase wurde dann der Ofen in seiner eigentlichen Arbeitsumgebung eingesetzt. Mit Hilfe der PAC-Methode wurden endgültige Untersuchungen zur absoluten Temperaturgenauigkeit des Ofens angestellt, um anschließend das Temperaturverhalten einiger Legierungen bis hin zu ihrem Schmelzbereich zu bestimmen.

An dieser Stelle möchte ich noch ein Paar Worte zur Struktur dieser Arbeit anfügen. Diese wird eher chronologischer als thematischer Art sein. Doch das wird sich keineswegs negativ am Verständnis des Dargestellten auswirken. Diese Wahl resultiert daraus, dass auf diese Weise nicht nur das Ergebnis, sondern auch der Prozess, der hinter dieser Arbeit steckt, also das Praktikumsjahr mit allen seinen Höhen und Tiefen, wiedergegeben werden kann. Dies wiederum verleiht dem Geschriebenen ein Mehr an Natürlichkeit und Lebendigkeit, was bei der dargestellten Thematik nur von Vorteil sein kann.

2. Ofenanschluss und Komponenten

In diesem Kapitel wird der Anschluss des weiter entwickelten Messofens beschrieben. Die Stromversorgung, die Kühlung und der Vakuumananschluss werden angesprochen. Ebenso wird der Temperaturmesskreis erläutert. Es folgt eine Beschreibung der Peripheriegeräte, die diesen Ofen betriebsbereit machen. Dazu gehören das Netzgerät und die Digitalmultimeter. Ihre Kommunikation mit dem Computer, über welchen der Ofen gesteuert wird, wird ebenfalls kurz angesprochen.

Der komplette mechanische Aufbau des Hochtemperaturmessofens wird in [Are10] detailliert beschrieben. Deshalb wird hier nicht explizit auf diesen eingegangen, sondern nur so weit, wie es der Kontext verlangt.

2.1 Kühlung der Ofenkomponenten

Das Funktionsprinzip des Messofens lässt sich wie folgt darstellen (Abbildung 2.1). An den Elektroden im unteren Teil des Ofens wird eine Gleichspannung angelegt. Der Stromfluss führt dabei zur Erwärmung des Heizers im oberen Teil, in welchem sich auch die Probe befindet. Die Erwärmung bei Betrieb des Ofens soll möglichst nur im Bereich des Graphitheizers stattfinden. Da aber dieser nicht von allen anderen Ofenkomponenten thermisch entkoppelt werden kann, wird eine gezielte Kühlung eingesetzt.

Die Kühlung der Ofenkomponenten geschieht aus zwei unterschiedlichen Gründen. Die Elektroden, welche Kontakt mit dem Heizer haben, können die so gesammelte Wärmeenergie schneller abgeben. Gleichzeitig wird die bei Stromführung entstandene Wärme abgeführt. Die Kühlung der oberen Ofenummante- lung soll die nahe positionierten Detektoren schützen.

Als Kühlmittel wird Leitungswasser benutzt, welches dem hausinternen Kühlsystem entnommen wird. Dabei wird für jede der eben erwähnten Komponenten ein eigener Kreislauf realisiert. Um das Wasser vom Verteiler zum Messplatz zu führen, wurde eine zusätzliche Schiene an der Decke des Labors verlegt. Für die Leitungen wurde ein PVC-Schlauch mit Gewebeeinlage, einem Innendurchmesser

von 9 mm und einer Wandstärke von 3 mm verwendet. Auf der Verteilerseite wurden die Vor- und Rückläufe mittels neu montierter Schnellkupplungen angeschlossen.

2.1.1 Elektrodenkühlung

Um die Handhabung zu erleichtern, wurden an den Elektroden Steckanschlüsse verwendet. Die Verbindung zwischen den PVC-Leitungen und diesen Anschlüssen sind durch den Einbau kurzer Stücke eines PU-Schlauches ausgeführt worden. Dieser hat einen Innendurchmesser von 6 mm und eine Wandstärke von 1 mm.

Die Elektroden werden seriell vom Kühlmittel durchlaufen. Dies hat den Vorteil, dass eine Verringerung des Durchflusses in einer der Elektroden schnell bemerkt werden kann. Es hat sich herausgestellt, dass man bei Verbindung des Vorlaufs mit dem seitlichen Anschluss der Elektrode den größten Durchfluss erreicht. Dieser beträgt etwa 1,5 l/min. Dass dies zur Kühlung der Elektroden ausreicht, wurde mittels Infrarotaufnahmen bei Betrieb des Ofens untersucht [Are10].

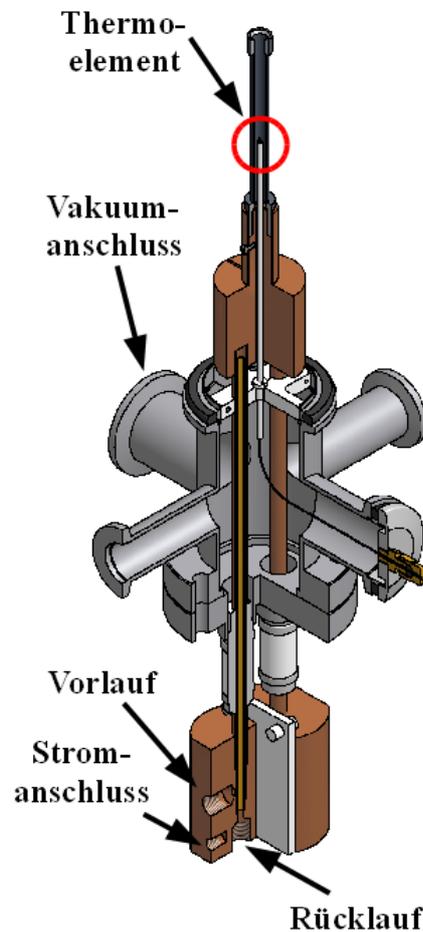


Abbildung 2.1: Die wichtigsten Komponenten und Anschlüsse des Ofens im Überblick. (Quelle: [Are10])

2.1.2 Kühlung der oberen Ofenummantelung

Durch den Einsatz der Ofenummantelung (Abbildung 2.2) kann der Betrieb unter Vakuum stattfinden. Dadurch lässt sich der Wärmetransport durch Konvektion vermeiden. In der Probenebene wird der Durchmesser der Ummantelung minimiert, um die Detektoren möglichst nahe an die Probe heranzuführen zu können. Um diese vor den hohen Temperaturen zu schützen, wird die Ofenummantelung aktiv gekühlt, wozu ein geschlossener Sekundärkreislauf aufgebaut wurde. Dies war notwendig, um die vom Kühlmittel durchlaufenen Aluminiumröhrchen vor

elektrochemischer Zersetzung zu schützen, welche bei den vorherrschenden hohen Betriebstemperaturen in Verbindung mit Leitungswasser auftreten würde. So wird dieser geschlossene Kreislauf mit einem Gemisch aus destilliertem Wasser und herkömmlichem Frostschutzmittel betrieben. Ein besonderer Blickfang ist dabei die Farbe Rosa des so entstehenden Gemisches. Das Verhältnis der beiden Komponenten beträgt drei zu zwei, wobei etwas über einem Liter Flüssigkeit nötig war, um den Kreislauf zu füllen. Dieser ist schematisch in der Abbildung 2.3 zu sehen.

Um das Kühlmittel zu befördern, wurde eine Kreiselpumpe der Firma Eheim¹, Modell 1260, eingesetzt (1). Mit ihrer maximalen Pumpleistung von 40 l/min und einer Förderhöhe von 3,7 m ist diese mehr als ausreichend für den gegebenen Aufbau.

Von der Pumpe wird das Kühlmittel zu einem Intensivkühler geleitet, welcher als Wärmetauscher agiert (2). Dieser stellt die Verbindung zwischen dem offenen Primärkreislauf und dem geschlossenen Sekundärkreislauf her. Das Leitungswasser des Hauskühlsystems wird durch den Mantel und durch die sich im Inneren des Kühlers befindliche Spirale geleitet, bevor es dem Rücklauf zugeführt wird. Das Gemisch des geschlossenen Kreises wird dadurch sehr effizient gekühlt.

Anschließend gelangt das Kühlmittel nach oben zu einem 3-Wege Ventil (3). Bei Betrieb ist die oberste Abzweigung geschlossen. Dadurch wird ein Entweichen des Kühlmittels unterbunden. So muss man sich über einen zu niedrigen Flüssigkeitsstand keine Sorgen machen. Beim Aufbau wurde der Kreis durch dieses Ventil befüllt, weshalb es in einer Höhe von etwa 2 m an einer Stativstange angebracht wurde.

Diese Stange erfüllt außerdem noch eine andere Funktion. Da sich der Messaufbau in der Mitte des Labors befindet und der vorhandene Gerätetisch verwendet werden sollte, wurde der Intensivkühler an dieser Stange mit Hilfe von Stativklammern montiert. Dabei wurde großer Wert darauf gelegt, den Kühler geschützt

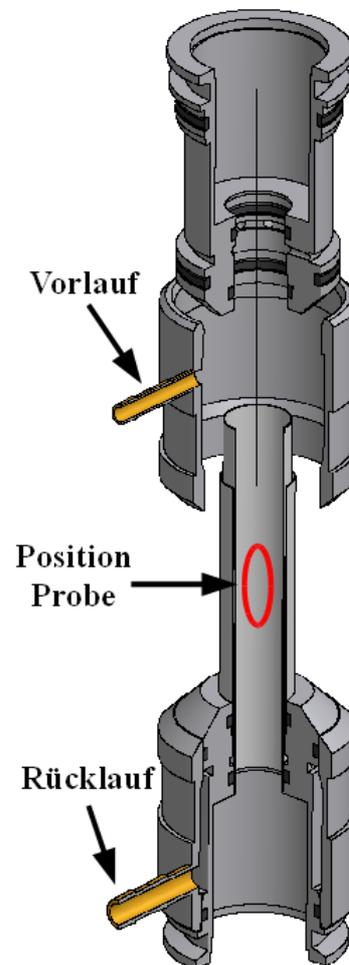


Abbildung 2.2: Die obere Ofenummantelung. Probenposition sowie Kühlanschlüsse sind markiert. (Quelle:[Are10])

¹ Eheim GmbH & Co. KG, Deizisau, Deutschland, www.eheim.de

innerhalb des Tisches zu positionieren.

Nach dem Ventil gelangt das Kühlgemisch in die Ofenummantelung (4). Bevor der Rücklauf an der Pumpe den Kreis schließt, wird noch ein Durchflusswächter (5), welcher eine von mehreren Schutzmaßnahmen in diesem Aufbau bildet.

Die Ofenummantelung sollte möglichst flexibel an den Kühlkreis angeschlossen werden. Dies wird durch das vertikale Verschieben des Ofens zur Justierung der Probe und beim Verlagern der Ummantelung verlangt. Es wurde ein Silikonschlauch mit einem Innendurchmesser von 9 mm und einer Wandstärke von 2 mm verwendet. Dieser ist steif und gleichzeitig leicht genug, um bei Betrieb nicht zu knicken und die Ausrichtung der Ummantelung durch Seitenkräfte möglichst wenig zu verändern. Ebenso von Vorteil ist die maximale Gebrauchstemperatur von 200 °C, was bei größerer Erwärmung der Kühlflüssigkeit relevant sein könnte. Natürlich sollte dabei die Temperatur die durch andere Komponenten des Kreises gesetzten Grenzen nicht überschreiten.

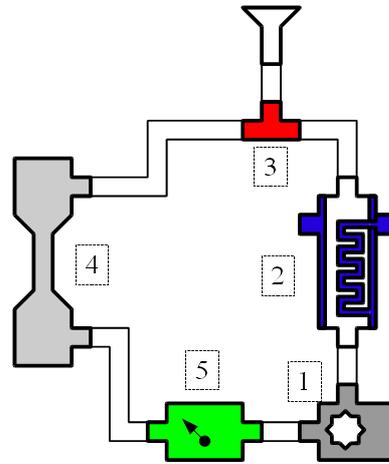


Abbildung 2.3: Schematische Zeichnung des geschlossenen Sekundärkreislaufs.

2.2 Anschluss Vakuum

Der Betrieb des Messofens findet unter Vakuum statt. So lässt sich der Wärmetransport durch Konvektion vermeiden. Zusätzlich kann dadurch der Oxidation des Graphitheizers vorgebeugt werden, welche ab 500 °C eintritt. [Are10].

Das Vakuum wird durch einen Pumpstand erzeugt, welcher aus einer wassergekühlten Turbomolekularpumpe und der ihr vorgeschalteten luftgekühlten Drehschiebervakuumpumpe, welche als Vorpumpe agiert, besteht. Beide Pumpen stammen von der Firma Pfeiffer Vacuum² (Typ TPU 170, Vorpumpe: DUO 004 B). Mit diesem Pumpstand ließen sich im Betrieb Drücke von bis zu $4 \cdot 10^{-6}$ mbar erzeugen.

² Pfeiffer Vacuum GmbH, Asslar, Deutschland, www.pfeiffer-vacuum.de

2.3 Anschluss Elektrik

Zur Stromversorgung des Messofens wird ein Netzgerät der Firma TDK-Lambda³, Modell Genesys 20-76, eingesetzt. Bei einer maximalen Gleichspannung von 20 V und einem Strom von 76 A kann eine Leistung von bis zu 1520 W ausgegeben werden. Auf der Netzseite wird das Gerät mit 230 V Wechselspannung betrieben. Um eine Überlastung der Zuleitung durch mehrere Verbraucher zu vermeiden, wird das Netzgerät durch eine eigene Leitung versorgt.

Da die Verbraucherseite für hohe Ströme ausgelegt sein muss, wurden zur Verbindung mit den Ofenelektroden zwei Kupferleitungen mit einem Querschnitt von 25 mm² verwendet. Die Leitungsenden, welche mit Ringkabelschuhen versehen sind, werden mit den Elektroden und den Polen des Netzgerätes verschraubt. Dabei sollten für die Elektroden Schrauben aus korrosionsbeständigem Material verwendet werden.

2.4 Temperaturmessung

Die Temperatur im Ofeninneren wird mittels eines Thermoelements bestimmt (1). Es werden Mantelthermoelemente vom Typ K der Firma Rössel⁴ verwendet ([Kle09]). Der Durchmesser des Mantels beträgt 0,5 mm. Der Pluschenkel des Thermopaars besteht aus NiCr, der Minuschenkel aus Ni. Für diesen Typ sind Thermospannungen bis zu einer Temperatur von 1372 °C definiert, was einem Spannungswert von 54886 µV entspricht. Dennoch sollte die Temperatur von 1300 °C, sogar bei kurzzeitigem Gebrauch, nicht überschritten werden.

Wenn die Spannung zwischen den Anschlüssen des Thermoelements gemessen wird, muss eine Vergleichsstelle auf einer bekannten Temperatur benutzt werden. An dieser Stelle befindet sich dabei ein zweites Thermoelement vom gleichen Typ (2). Es werden die Ni-Schenkel der beiden Thermoelemente untereinander und die NiCr-Schenkel mittels Büschelstecker mit dem Messgerät verbunden (3). Die so ermittelte Spannung repräsentiert den Temperaturunterschied zur Vergleichsstelle. In diesem Aufbau wird ein Kupferblock als Vergleichsstelle eingesetzt (4). Das Thermoelement steckt in einer Bohrung, wobei die Spitze sich in der Mitte des Blocks befindet. Dadurch kann man kleine Schwankungen der Raumtemperatur eliminieren.

Um aus der so bestimmten Thermospannung die entsprechende Temperatur auszurechnen, werden Grundwertreihen benutzt, welche international genormt sind.

³ TDK-Lambda Germany GmbH, Achern, Deutschland, www.de.tdk-lambda.com

⁴ RÖSSEL-Messtechnik GmbH, Dresden, Deutschland, www.roessel-messtechnik.de

Diese sind auf ein Grad genau angegeben und werden dazwischen linear interpoliert. Allerdings muss beachtet werden, dass sie auf eine Vergleichsstellentemperatur von 0 °C bezogen sind.

In unserem Fall befindet sich die Vergleichsstelle auf Raumtemperatur. Um diese zu bestimmen, wird ein Widerstandsthermometer der Firma Jumo⁵, Typ Pt100, in die gleiche Bohrung eingesetzt, in welcher sich das Thermoelement befindet (5). Über den Widerstandswert, welcher durch eine 4-Draht Messung bestimmt wird, lässt sich die Temperatur errechnen, da sich der Zusammenhang durch ein Polynom zweiten Grades darstellen lässt. Der gesamte Messkreis ist in der Abbildung 2.4 dargestellt.

Nun muss noch beachtet werden, dass die Kennlinie des Thermoelements nicht linear verläuft, weshalb es falsch wäre, den aus der Thermospannung ermittelten Temperaturwert zu dem der Vergleichsstelle zu addieren. Vielmehr müssen die Thermospannungen addiert werden. Der aus dem Widerstand errechnete Temperaturwert wird also in eine Thermospannung umgerechnet und zur gemessenen hinzugefügt.

Letztendlich wird aus der so ermittelten Gesamtspannung die absolute Temperatur im Ofen bestimmt. Der große Vorteil solch eines Vorgehens ist die automatische Korrektur der schwankenden Temperatur an der Vergleichsstelle.

Um die Thermospannung und den Wert des Widerstandsthermometers zu messen, werden zwei Digitalmultimeter der Firma Agilent⁶, Modell 34401A, eingesetzt. Bei dem Messbereich von 100 mV lässt sich der Wert der Thermospannung auf 0,1 µV genau bestimmen, was für diese Anwendung mehr als genügt. Durch die integrierte Funktion für Widerstandsbestimmung mittels 4-Draht Messung wird der Wert direkt vom Messgerät ausgegeben, wodurch allerdings alle 4 Anschlüsse belegt sind (6).

Um die oben beschriebenen Umrechnungen durchzuführen und die Temperatur zu bestimmen, werden die Messwerte an den Computer weitergeleitet. Die Kommunikation mit den Peripheriegeräten wird im nächsten Abschnitt beschrieben.

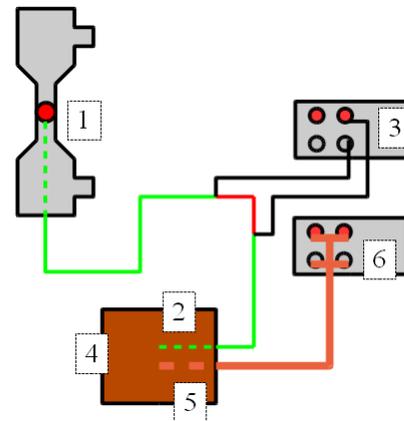


Abbildung 2.4: Der Temperaturmesskreis mit den wichtigsten Komponenten.

5 JUMO GmbH & Co. KG, Fulda, Deutschland, www.jumo.net

6 Agilent Technologies Inc., Santa Clara, CA, USA, www.agilent.com

2.5 Datenübermittlung

Die Digitalmultimeter kommunizieren über die GPIB-Schnittstelle mit dem Computer. Da dieser aber keine solche Schnittstelle hat, wird ein zusätzlicher USB-zu-GPIB-Adapter der Firma Agilent, Modell 82357B, eingesetzt. Dieser Adapter wird vom Computer als eine eingebaute GPIB-Schnittstellenkarte angesehen. Die GPIB-Adresse des Multimeters, welches die Thermospannung ermittelt, lautet 22, die des anderen 23. Diese dürfen nicht verändert werden, da das Programm, welches die Regelung des Ofens übernimmt, sich auf diese bezieht.

Da die Leitung zwischen dem Computer und den Peripheriegeräten die Länge des Adapterkabels übersteigt, wurde ein USB-Repeater eingesetzt, um den Anschluss zum Computer zu erreichen und dabei die Signale nicht abzuschwächen.

Um die Regelung des Ofens zu ermöglichen, muss auch das Netzgerät vom Computer gesteuert werden. Leider hat dieses keine GPIB-Schnittstelle, sondern eine serielle vom Typ RS232, welche aber am Computer verfügbar ist. So musste kein spezieller Adapter für dieses Gerät gefunden werden. Das dazu passende Datenkabel wurde aus einem handelsüblichen Netzkabel durch Anlöten eines DB9-Steckers auf der Seite des Computers hergestellt.

2.6 Schutzvorrichtungen

Der vorliegende Aufbau soll automatisch und ohne Aufsicht funktionieren. Um bei Störungen größere Schäden zu vermeiden, wurden einige Schutzmaßnahmen eingeplant, die die Stromzufuhr zum Netzgerät unterbrechen. Dazu wurde eine Schützschiene entwickelt, welche in Verbindung mit zwei Durchflusswächtern, einem Temperaturschalter und einem Not-Aus – Taster die Verbindung des Netzgerätes zum Stromkreis gegebenenfalls unterbrechen kann. Ist die Verbindung einmal unterbrochen worden, so kann sie nur manuell durch Betätigen eines Schalters am Schützkasten wieder hergestellt werden.

Einer der Durchflusswächter ist im Rücklauf des Elektrodenkreislaufes eingebaut. Ein anderer befindet sich im Rücklauf des geschlossenen Kreislaufes, welcher die obere Ofenummantelung kühlt. Platzt nun einer der Schläuche, so unterbrechen die Wächter die Spannungsversorgung und das Netzgerät wird abgeschaltet. Die Möglichkeit, dass der Vor- oder Rücklauf zum geschlossenen Kühlkreis platzt, wird dadurch berücksichtigt, dass an der Ofenummantelung ein Temperaturschalter angebracht wird, welcher bei Überhitzung die Spannungsversorgung unterbricht.

Für den Fall, dass die Regelung zu hohe Spannungswerte ausgibt und ein Abschalten über das Bedienungsprogramm nicht schnell genug geschehen würde, wird ein Taster neben dem Computer angebracht. Das Betätigen dieses Tasters führt zum selben Ergebnis, wie in den übrigen Situationen beschrieben.

3. Grundlagen der Regelungstechnik

Im vorherigen Kapitel wurden die einzelnen Komponenten mit ihrer Fülle von den für Gesamtaufbau wichtigen Eigenschaften beschrieben. Nun ist es an der Zeit, ihre Rolle aus der Sichtweise der Regelungstechnik aufzuklären. Dazu werden zuerst einige fundamentale Begriffe der Regelungstheorie vorgestellt und am Beispiel des vorliegenden Aufbaus erläutert. Anschließend wird näher auf die vorgestellten Begriffe eingegangen, um die Einzelheiten hinter dem Ausdruck Regelung aus Sicht der Regelungstechnik zum Vorschein zu bringen. Zum Schluss wird auf die Umsetzung des Temperaturreglers eingegangen, welche detaillierter im nächsten Kapitel beschrieben wird.

Eine gute Übersicht zu den hier dargestellt Inhalten bietet [Sch06]. Tiefer gehende Betrachtungen werden in [Sam70] angestellt.

3.1 Grundbegriffe der Regelungstechnik

In diesem Abschnitt werden einige Grundlagen der Regelungstechnik vermittelt, die als Einführung für die weiteren Abschnitte dienen sollen. Gleichzeitig wird eine Brücke zwischen dem vorhandenen Aufbau und den eher abstrakt gehaltenen Regelungskomponenten geschlagen.

3.1.1 Der geschlossene Regelkreis

Die Hauptkomponenten eines geschlossenen Regelkreises sind die Regelstrecke, der Regler und das Stellglied. Diesen Zusammenhang kann man anschaulich aus der folgenden Abbildung 3.1 ersehen.

Die Regelstrecke stellt denjenigen Teil des Aufbaus dar, in dem die Regelgröße x konstant gehalten werden muss. In unserem Fall ist die Regelgröße die Temperatur, die durch den Istwert gegeben wird. Dieser wird von dem im Ofeninneren montierten Sensor, einem Thermoelement, bestimmt.

In Regelkreisen geschieht die erwünschte Beeinflussung der Regelgröße durch den Stellgrad y . Der Stellgrad steht in Form von Energie zur Verfügung und liegt in unserem Fall als die am Heizer angelegte Spannung vor.

Der Regler versucht den gemessenen Istwert x , hier also die Temperatur im Ofeninneren, auf den vom Benutzer vorgegebenen Sollwert w , ebenfalls eine Temperatur, zu bringen. Dafür wird der Unterschied zwischen dem Sollwert w und dem Istwert x , die Regelabweichung e , erfasst und entsprechend diesem ein Reglerstellgrad y_R ausgegeben. Der Reglerstellgrad liegt meist als relative Angabe vor. In unserem Fall erstreckt sich dieser Bereich von -100 % bis hin zu 100 %. Eine Ausgabe des Reglerstellgrades von 100 % bedeutet, dass die maximale Energie auf die Regelstrecke gegeben wird, entsprechend bedeutet eine Ausgabe von -100 % die Weitergabe von minimaler Energie auf die Regelstrecke. Wieso überhaupt negative Ausgaben verwendet werden, erklärt sich aus den späteren Abschnitten.

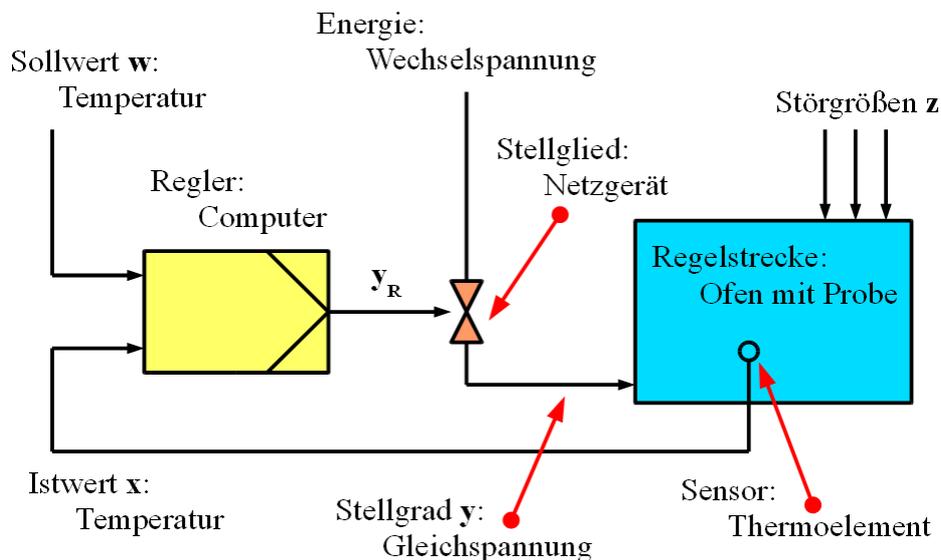


Abbildung 3.1: Der geschlossene Regelkreis.

Häufig kann der Regler nicht direkt den Stellgrad steuern. In diesen Fällen bedarf es eines Stellgliedes. Stellglieder werden vom Regler mit dem Reglerstellgrad y_R angesteuert, meist mit relativen Angaben. Das Stellglied formt dann diese relative Angabe je nach vorgegebenem Bereich in absolute Werte um. In unserem Beispiel wird der Regler durch den PC dargestellt. Dieser berechnet in jedem Schritt den notwendigen Reglerstellgrad und formt ihn direkt in einen absoluten Wert um. Dieser Wert, eine Spannungsangabe, wird an das Netzgerät übermittelt. Das Netzgerät, welches das Stellglied darstellt, kann nun die geforderte Spannung am Heizer einstellen.

In den meisten Fällen wirken unterschiedliche Störgrößen z auf die Regelstrecke ein. Im vorliegenden Fall kann das die sich ändernde Raumtemperatur sein, aber auch der schwankende Durchfluss der Kühlkreisläufe, Veränderung des Druckes im Ofeninneren oder kleine Änderungen der angelegten Spannung infolge von Netzspannungsschwankungen.

Ändert sich nun eine dieser Störgrößen, so wird die Regelgröße in unerwünschter Weise beeinflusst. In diesen Fällen muss der Regler entgegensteuern und die Regelgröße wieder auf den Sollwert bringen. Das mögliche Auftreten dieser Störungen ist einer der Gründe dafür, dass hier ein Regelungsmechanismus überhaupt angewendet wird. Ein anderer besteht darin, dass die Regelstrecke ebenso Veränderungen unterworfen ist. Diesem dynamischen Verhalten kann mit einer statischen Steuerung nicht Genüge getan werden.

3.1.2 Das Regelverhalten

Eine der wichtigsten Aufgaben bei der Aufstellung eines Regelkreises ist das Auffinden der richtigen Parameter für den Regler. Durch diese Parameter wird das Regelverhalten definiert. Ein typisches Verhalten bei der Vorgabe eines neuen Sollwertes wird in der Abbildung 3.2 dargestellt.

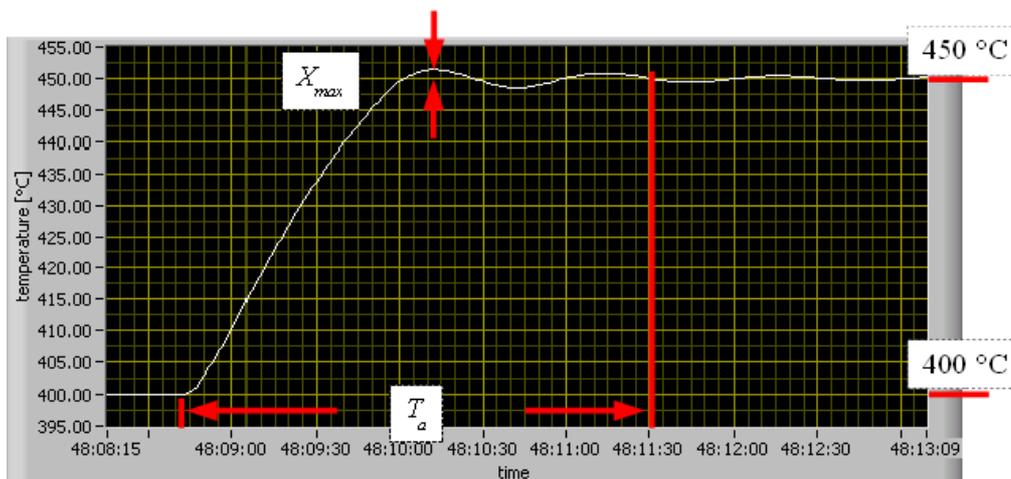


Abbildung 3.2: Typischer Temperaturverlauf. Es wurde ein Temperatursprung von 400 °C auf 450 °C vorgegeben. Die Überschwingweite und die Ausregelzeit sind eingezeichnet.

Wird nun ein neuer Sollwert eingestellt, so vergeht eine gewisse Zeitdauer, bis sich der Istwert der Temperatur dauerhaft in einem Band um den Sollwert befindet. Dieser Toleranzbereich ($\pm \Delta x$) wird vom Benutzer des Systems vorgegeben

und liegt meist bei 1 °C um den jeweiligen Sollwert. Die Zeit, die vergeht, bis sich die Regelgröße in diesem Toleranzbereich eingependelt hat, wird Ausregelzeit T_a genannt.

Oftmals geschieht es, dass der Istwert bei der Vorgabe eines neuen Sollwertes erst überschwingt, bevor die Ausregelzeit abgelaufen ist. Den maximalen Abstand zwischen dem Ist- und dem Sollwert bezeichnet man dabei als Überschwingweite X_{max} . Allgemein kann man davon ausgehen, dass ein Regelkreis optimal arbeitet, wenn die Ausregelzeit T_a und die Überschwingweite X_{max} für alle Arbeitsbereiche minimiert werden.

3.1.3 Erfassung der Temperatur

Im vorherigen Kapitel wurden die Komponenten, die der Temperaturerfassung dienen, vorgestellt. Aus Sicht der Regelung bleibt noch ein Aspekt erwähnenswert, und zwar die Abtastzeit.

In unserem Fall stellt diese die Zeit zum Abarbeiten eines Regelungszyklus dar. Dieser fängt mit dem Erfassen des Temperaturunterschiedes zwischen dem Ofeninneren und der Referenzstelle, der Digitalisierung dieses Wertes durch das Multimeter und der Übertragung zum PC an. Danach wird der Prozess wiederholt, indem der Widerstandswert des Pt100 an den PC übertragen wird. Diese beiden Größen werden intern verarbeitet und als Ergebnis wird die absolute Temperatur im Ofeninneren an den Regler weitergegeben. Dieser wiederum gibt den benötigten Spannungswert an das Netzgerät weiter, welches eine gewisse Zeit braucht, um auf die Vorgabe zu reagieren.

Die Abtastzeit beinhaltet all diese Prozesse und muss bei der Einstellung des Reglers berücksichtigt werden. Es ist einleuchtend, dass die Abtastzeit minimiert werden sollte. Diesem Ziel sind aber Grenzen durch die verwendeten Komponenten gesetzt. Im vorliegenden Aufbau beträgt diese Zeit etwa 1,2 Sekunden.

3.1.4 Reglerarten

Man unterscheidet allgemein zwischen stetigen und unstetigen Reglern. Die unstetigen Regler weisen einen schaltenden Ausgang vor. Dieser kann entweder den maximalen oder den minimalen Reglerstellgrad an das Stellglied weitergeben. Ungeachtet dessen wird effektiv ein quasi-stetiger Stellgrad ausgegeben. Der Regler variiert die relative Einschaltdauer des Ausgangs proportional zum geforderten Stellgrad.

Bei den stetigen Reglern kann der Ausgang auf beliebige relative Werte eingestellt werden. Solch ein Regler wird auch hier verwendet. Das Betriebsprogramm kann jeden errechneten Reglerstellgrad in absolute Spannungsausgaben umwandeln und diese an das Netzgerät übermitteln.

3.2 Die Regelstrecke

Dieser Abschnitt geht näher auf den Begriff der Regelstrecke ein. Es werden Eigenschaften der Regelstrecke mit und ohne Ausgleich vorgestellt, Totzeit- und Verzögerungsglieder eingeführt und erläutert, nach welchen Kriterien die Charakterisierung einer Strecke stattfinden kann.

3.2.1 Allgemeines zur Regelstrecke

Wie bereits im einführenden Abschnitt erwähnt, bildet die Regelstrecke denjenigen Teil des Gesamtaufbaus, von dessen Eigenschaften der Wert der Regelgröße abhängt. Hier kann man von der vereinfachenden Sichtweise ausgehen und die Strecke beim Stellglied beginnen und am Sensor enden lassen.

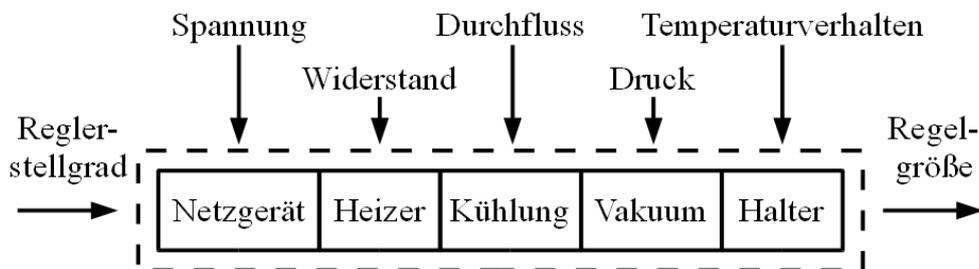


Abbildung 3.3: Die Regelstrecke. Jede Komponente ist mit einer Störgröße behaftet.

Zusätzlich zur Stellgröße wirken Störgrößen auf die Strecke. Diese können in unterschiedlichem Maße die Regelgröße beeinflussen, wenn sie ihren Wert ändern.

In diesem Fall liegt der Reglerstellgrad am Netzgerät an. Hier beginnt auch unsere Regelstrecke. Im Ofeninneren, an der Spitze des Thermoelements, findet die Temperaturerfassung statt. An dieser Stelle endet die Strecke.

Betrachtet man den Energiefluss, so ergibt sich Folgendes: Übermittelt der Regler einen neuen Stellgrad an das Netzgerät, so stellt dieses die geforderte Spannung

unverzöglich an seinen Ausgängen bereit. Diese Spannung liegt auch ohne nennenswerte Abschwächung am Graphitheizer im Ofeninneren an. Die Leitungen zwischen dem Netzgerät und den Kupferelektroden sowie die Elektroden selber wurden mit Blick auf ihren geringen Widerstand hin optimiert. Der Graphitheizer erwärmt sich in Folge des Stromdurchflusses mit einer gewissen Verzögerung und gibt diese Wärme an seine Umgebung weiter. Je nach gewählter Konfiguration muss noch die Quarzglasampulle, in welcher sich die Probe befindet, oder der Macor-Probenhalter erwärmt werden, bevor die Probe selber ihre endgültige Temperatur erreichen kann.

In unserer Regelstrecke sind also Energiespeicher vorhanden, welche eine unmittelbare Temperatureinstellung an der Probe verhindern. Im Verhalten der Regelstrecke äußern sich diese als Zeitglieder.

Ändert sich nun eine der Störgrößen, so wird sich auch die Regelgröße ändern, obwohl der Stellgrad konstant bleibt. Hat sich eine erwünschte Temperatur in der Probe eingestellt, und verringert sich beispielsweise der Durchfluss des Kühlwassers in der oberen Ofenummantelung, so führt dies zu einer Erhöhung des Istwertes, welche nicht erwünscht ist.

3.2.2 Strecken mit und ohne Ausgleich

Die uns vorliegende Regelstrecke stellt eine Strecke mit Ausgleich dar. Gibt man einen beliebigen Stellgrad am Regler manuell vor und wartet einen stabilen Istwert ab, so wird sich immer eine Regelgröße ergeben, die dem eingestellten Stellgrad proportional ist.

Verfährt man so im gesamten Arbeitsbereich des Ofens, so ergibt sich die statische Kennlinie der vorliegenden Regelstrecke. Diese muss immer unter Realbedingungen aufgenommen werden. Je nach dem, ob er mit einer Quarzglasampulle, einem Macor-Probenhalter oder im Leerlauf betrieben wird, zeigt der Ofen ein anderes Verhalten. Die in der Abbildung 3.4 gezeigte Kurve stellt ein Beispiel der Abhängigkeit der gemessenen Temperatur von der am Netzgerät eingestellten Spannung dar.

Man erkennt, dass die Kennlinie einen nichtlinearen Verlauf aufweist. Diese Nichtlinearität ist einer der Gründe dafür, dass je nach Arbeitspunkt die Regelparameter variiert werden müssen, um im gesamten Arbeitsbereich ein gutes Regelverhalten zu erreichen.

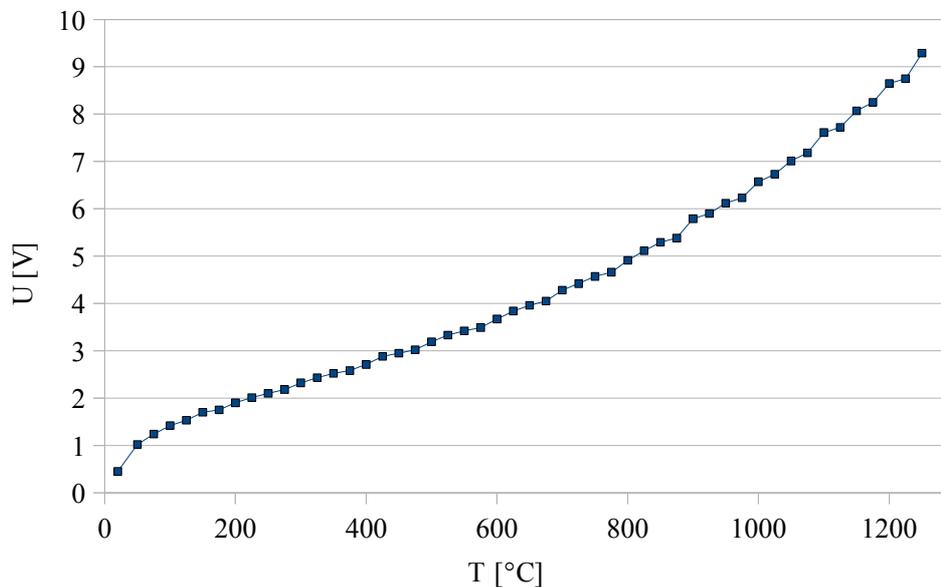


Abbildung 3.4: Die Kennlinie des Heizers bei Verwendung einer Quarzglasampulle als Probenhalter. Hier liegt eine Strecke mit Ausgleich vor.

Ein völlig anderes Verhalten zeigt eine Strecke ohne Ausgleich. Diese reagiert auf eine eingestellte Stellgröße mit einer konstanten Veränderung des Istwertes. Dabei ist die Regelgrößenabweichung abhängig von der gegebenen Strecke und proportional zur vorgegebenen Stellgröße und der seit der Einstellung vergangenen Zeit.

3.2.3 P-Verhalten, Totzeit und Verzögerungen

In diesem Abschnitt werden nur Strecken mit Ausgleich betrachtet. Es werden Streckenanteile diskutiert, die eines der gerade genannten Verhalten haben. Bei realen Strecken liegen diese Anteile nicht in reiner Form vor. Es werden meist alle Anteile zu einem Gesamtverhalten vereinigt.

3.2.3.1 P-Strecken

Strecken mit proportionalem Verhalten werden durch den Übertragungsbeiwert K_S charakterisiert. Dabei folgt die Einstellung der Regelgröße ohne jeglichen Zeitverzug der neu eingestellten Stellgröße. Bei einer sprungförmigen Stellgradänderung Δy verhält sich die Änderung der Regelgröße Δx wie folgt: $\Delta x = K_S \cdot \Delta y$. Reine

P-Regelstrecken treten in der Praxis nicht auf. Viel mehr liegt eine Kombination dieser mit Zeitgliedern vor. Diese werden in den nächsten Abschnitten vorgestellt.

3.2.3.2 Strecken mit Totzeit: PT_T -Strecken

Eine der möglichen zuvor erwähnten Kombinationen ist das gemeinsame Auftreten eines P-Elements mit einem Totzeitelement. Dies führt zur PT_T -Strecke. Diese Strecke ist nicht nur durch den bereits erwähnten Übertragungsbeiwert K_S definiert, sondern auch durch die Totzeit T_T . Das Verhalten einer solchen Strecke wird in der Abbildung 3.5 gezeigt.

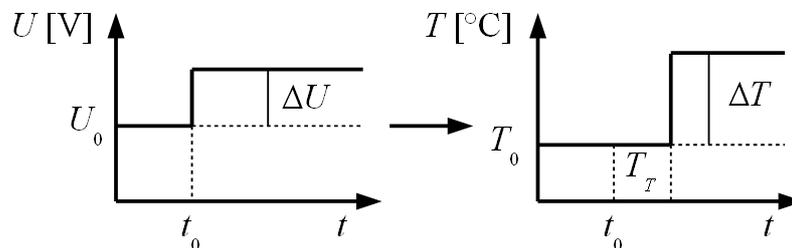


Abbildung 3.5: Die Antwort einer PT_T -Strecke.

Das Verhalten unterscheidet sich von der zuvor erwähnten P-Strecke durch die Verzögerung der Sprungantwort um die Totzeit. Der funktionale Zusammenhang bleibt gleich.

3.2.3.3 Strecken mit Verzögerungen: PT_n -Strecken

Bei diesen Strecken findet die Einstellung des neuen Istwertes nicht sprunghaft, sondern verzögert statt. Dies erklärt sich dadurch, dass die der Regelstrecke zugeführte Energie zuerst einige Energiespeicher auffüllen muss, bevor diese weitergegeben wird. In unserem Fall sind diese Energiespeicher beispielsweise die Wärmekapazitäten, die im Ofeninneren auftreten.

Mathematisch lassen sich solche Energiespeicher durch Exponentialglieder beschreiben. So erklärt sich die Bezeichnung der Strecken als erster, zweiter, dritter usw. Ordnung aus der Anzahl der vorhandenen Energiespeicher bzw. Exponentialterme.

Bei Strecken, die eine einzige Verzögerungskomponente aufweisen, reagiert die Regelgröße sofort auf einen Stellgrößensprung. Die Änderungsgeschwindigkeit des Istwertes wird mit kleiner werdenden Differenz zum Endwert immer geringer.

Dieses Verhalten lässt sich in der folgenden Abbildung 3.6 veranschaulichen.

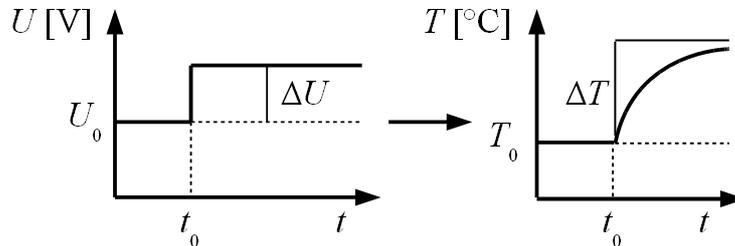


Abbildung 3.6: Die Antwort einer Strecke erster Ordnung.

Der mathematische Zusammenhang zwischen der Regel- und der Stellgrößenänderung sieht dabei so aus:

$$\Delta x = K_S \cdot \Delta y \cdot (1 - e^{-\frac{t}{T_s}}).$$

Eine Strecke zweiter Ordnung lässt sich durch die Zeitkonstanten der beiden vorhandenen Energiespeicher, T_1 und T_2 , und den Übertragungsbeiwert K_S beschreiben:

$$\Delta x = K_S \cdot \Delta y \cdot \left(1 - \frac{T_1}{T_1 - T_2} e^{-\frac{t}{T_1}} + \frac{T_2}{T_1 - T_2} e^{-\frac{t}{T_2}} \right) \text{ mit } T_1 \neq T_2.$$

Die Antwort auf einen Stellgrößensprung kann man aus der folgenden Abbildung 3.7 ersehen.

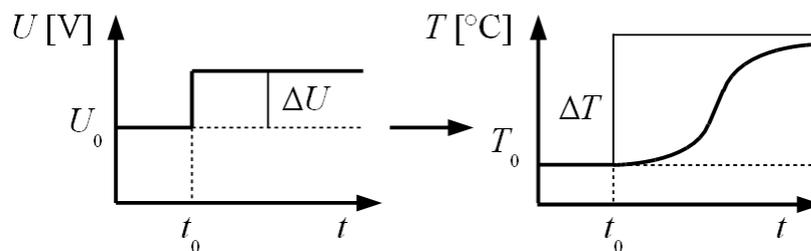


Abbildung 3.7: Die Antwort einer Strecke zweiter Ordnung.

Der Istwert steigt verzögert an. Die Steigung der Kurve wird dabei bis zum Wendepunkt immer steiler, nach diesem zeigt sie einen immer flacher werdenden Verlauf bis zum Erreichen des Endwertes.

Reale Strecken weisen normalerweise mehr als zwei Energiespeicher auf. Der Verlauf der Sprungantwort sieht aber dem einer Strecke zweiter Ordnung ähnlich aus. Um solche Strecken höherer Ordnung zu charakterisieren, verwendet man

keine Zeitkonstanten mehr, sondern bedient sich zweier Ersatzgrößen, die im nächsten Abschnitt erläutert werden.

3.2.4 Sprungantwort und ihre Charakterisierung

Da man in den meisten Fällen keine Information über die die gegebene Strecke definierenden Parameter hat, werden Ersatzgrößen eingeführt. Diese sind der bereits bekannte Übertragungsbeiwert K_S , die Verzugszeit T_u und die Ausgleichszeit T_g . Um diese Kenngrößen zu veranschaulichen, nimmt man eine Sprungantwort der Strecke auf. Dabei wird ein Stellgradsprung der Strecke vorgegeben und der Verlauf der Regelgröße aufgezeichnet. In der Abbildung 3.8 ist eine Sprungantwort dargestellt.

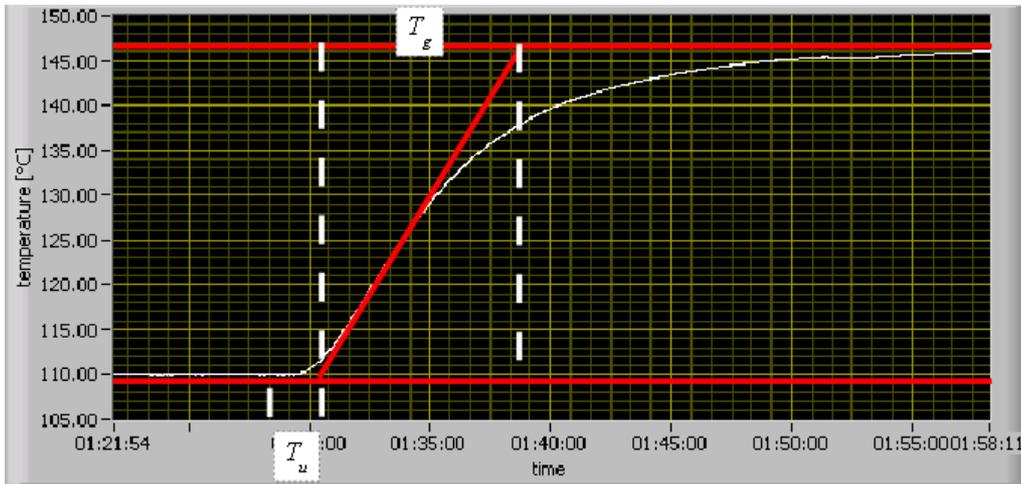


Abbildung 3.8: Die Sprungantwort charakterisiert die Regelstrecke. Durch Anlegen der Wendetangente lassen sich die Verzugs- und die Ausgleichszeit ermitteln.

Wie man die Kenngrößen T_u und T_g ermittelt, wird aus der Abbildung ersichtlich. Den Übertragungsbeiwert erhält man aus dem Quotienten der Regelgrößenänderung und der Stellgrößenänderung.

Diese Ersatzgrößen verhelfen einem, günstige Regelparameter für die Strecke ausfindig zu machen und können als Maß für die Regelbarkeit benutzt werden. Je nach Verhältnis von T_g und T_u bedeutet das:

$$\begin{aligned} T_g/T_u > 10 &\Rightarrow \text{gut regelbar,} \\ T_g/T_u = 10..3 &\Rightarrow \text{noch regelbar,} \\ T_g/T_u < 3 &\Rightarrow \text{schwer regelbar.} \end{aligned}$$

Um diese Hilfsgrößen bei der Bestimmung günstiger Regelparameter einzusetzen, müssen die Sprungantworten um die späteren Arbeitspunkte aufgenommen werden. Wie diese Parameter bestimmt werden, wird in einem späteren Abschnitt erläutert.

3.3 Stetige Regler

Im letzten Abschnitt wurden unterschiedlichste Eigenschaften einer Regelstrecke erläutert. In diesem wird ihr Gegenspieler, der Regler selber, unter die Lupe genommen. Dabei werden nur die stetigen Regler betrachtet. Der PID-Regler, welcher auch in unserem Aufbau verwendet wird, stellt eine Möglichkeit der Umsetzung eines solchen stetigen Reglers dar. Um diesen zu charakterisieren, werden nacheinander die Anteile P, I und D besprochen. Am Ende des Abschnitts wird dann ihr Zusammenspiel in einer PID-Struktur aufgezeigt.

3.3.1 P-Regler

Der Proportionalregler bildet aus der Differenz der Eingangsgrößen, also dem Sollwert w und dem Istwert x , die Regelabweichung e . Der Istwert ist dabei die Temperatur, die im Ofeninneren herrscht und von dem sich dort befindlichen Thermoelement registriert wird. Der Sollwert stellt ebenso eine Temperatur dar, welche vom Benutzer der Anlage eingestellt wird. Somit ist deren Differenz, die Regelabweichung, auch eine Temperatur. Diese wird mit einem Faktor, dem Proportionalbeiwert K_p , multipliziert und am Ausgang des Reglers als Reglerstellgrad ausgegeben. Wie bereits im einführenden Abschnitt erläutert, steht der Reglerstellgrad meist als relative Größe zur Verfügung und wird in % vom absoluten Stellgradbereich angegeben. Somit muss der Proportionalbeiwert K_p in unserem Fall in der Einheit $\%/^{\circ}\text{C}$ eingestellt werden. Dieser ist frei vom Benutzer wählbar. Der Zusammenhang zwischen den Eingangs- und den Ausgangsgrößen sieht dabei so aus: $y = K_p \cdot (w - x)$.

In der Abbildung 3.9 ist die Sprungantwort eines P-Reglers dargestellt. Dabei gibt man einen Sprung an den Eingang des Reglers, zum Beispiel durch eine sprunghafte Erhöhung des Sollwertes, und nimmt den Verlauf des Reglerstellgrades am Ausgang des Reglers auf.

Man sieht hier, dass der Regler sein Ausgangssignal unverzüglich und proportional zur Regelabweichung einstellt.

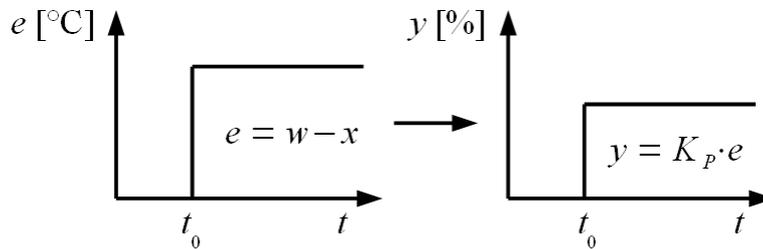


Abbildung 3.9: Die Sprungantwort des reinen P-Anteils.

Es gibt einen alternativen Parameter, durch den man den P-Regler beschreiben kann. Dies ist der Proportionalbereich X_p . Der Vorteil der Verwendung dieses Parameters liegt in seiner Anschaulichkeit. Aus diesem Grund wurde der Proportionalbereich, und nicht der Proportionalbeiwert, bei der Umsetzung des PID-Reglers im vorliegenden Aufbau benutzt.

Der Proportionalbereich definiert ein Band, in welchem sich der Reglerstellgrad proportional zur Regelabweichung verhält. Dies ist in der Abbildung 3.10 dargestellt. Aus der Abbildung erkennt man, dass bis zu dem Erreichen der unteren Grenze des X_p -Bereiches der Regler den maximalen Stellgrad ausgibt. Wird diese Grenze überschritten, so zeigt das Ausgangssignal das bereits erwähnte, zur bestehenden Regelabweichung proportionale Verhalten. Ist der Sollwert erreicht, so wird der minimale Stellgrad ausgegeben. Die Relation zwischen dem Proportionalbeiwert K_p und dem Proportionalbereich X_p lautet: $K_p = 100\% / X_p$. Somit trägt X_p die Einheit der Regelabweichung, also $^{\circ}\text{C}$ in unserem Fall.

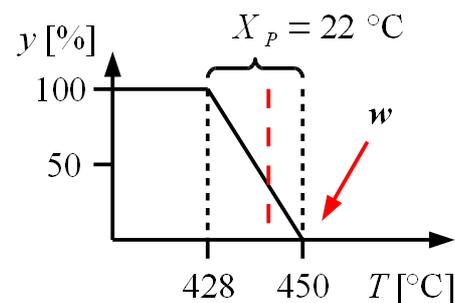


Abbildung 3.10: Der Proportionalbereich und die bleibende Regelabweichung

Der P-Regler hat bei all seiner Einfachheit einen großen Nachteil: in seiner Gleichgewichtseinstellung bleibt eine Abweichung des Istwertes vom Sollwert. Dies kann man am besten an einem konkreten Beispiel erläutern (Abbildung 3.10). Wird für unseren Ofen ein Sollwert von 450°C und ein X_p -Bereich von 22°C vorgegeben, so heizt der Ofen bis zu der Marke von 428°C mit voller (relativer) Leistung. Kommt der Istwert der Temperatur in diesen Bereich, so wird die Leistung des Ofens herunter geregelt, bis diese bei der Temperatur von 450°C minimal wird. Dadurch bekommt aber der Ofen nicht genug Energie und kühlt ab. Wiederum steigt die Leistung und es stellt sich zuerst eine Pendelbewegung des Istwertes ein, die nach einer Zeit zu ihrer Gleichgewichtslage kommt, die immer

unterhalb des Sollwertes bleiben wird. Der Temperaturverlauf aus diesem Beispiel wird in Abbildung 3.11 dargestellt.

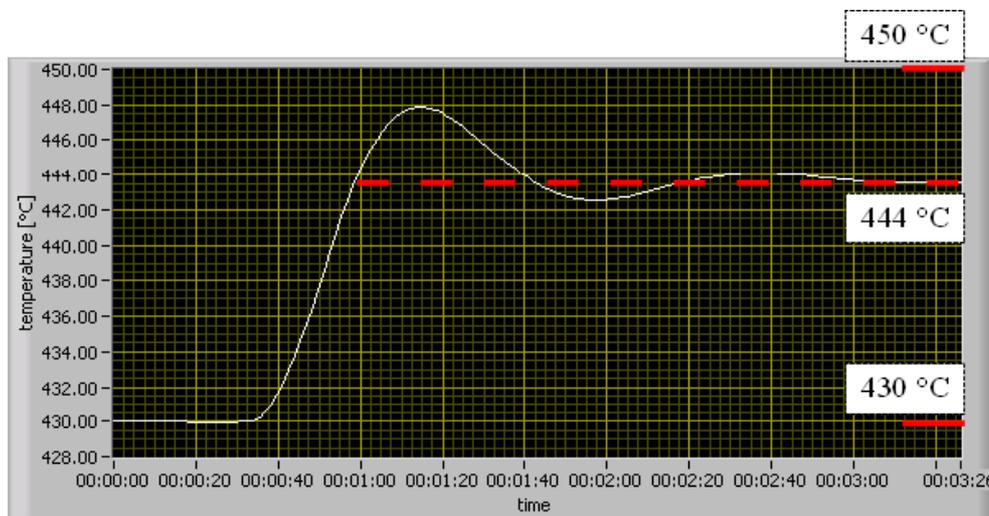


Abbildung 3.11: Das Verhalten des P-Anteils. Es wird ein Sprung von 430 °C auf 450 °C vorgegeben. Dabei pendelt sich die Temperatur auf 444 °C ein.

Aus diesem Grund wird der P-Regler mit einem I-Anteil und zusätzlich meist noch mit einem D-Anteil kombiniert. Man könnte natürlich versuchen, die bleibende Regelabweichung dadurch (scheinbar) zu umgehen, dass man den Proportionalbereich extrem klein macht. In unserem Beispiel würde dieser auf 0,5 °C verkleinert werden. So würde die Pendelbewegung ihren erzwungenen Gleichgewicht um 0,25 °C unterhalb des Sollwertes finden. Dieses Verfahren widerspricht aber dem Sinn einer Regelung und zeigt folgende Nachteile.

Man muss einerseits sehr genau die notwendigen Leistungen für alle Arbeitspunkte abschätzen. Tut man das nicht, so wird es entweder zum starken Überschwingen kommen, oder aber der Sollwert wird überhaupt nicht erreicht, da die maximale Leistung zu gering ausfällt.

Andererseits führt ein Verkleinern des X_P -Bereiches zur Destabilisierung des Regelkreises. Es werden bloß die maximale oder die minimale Leistung ausgegeben, was zu nicht zur Ruhe kommenden, oder sich sogar verstärkenden Schwingungen der Regelgröße führt.

3.3.2 I-Regler

Der I-Regler integriert die Regelabweichung über die Zeit und gibt das Ergebnis der Integration als Stellgrad aus. Das kann man am besten aus der Sprungantwort des I-Reglers ersehen.

Vor der Aufschaltung der Regelabweichung, welche durch die Einstellung eines neuen Sollwertes geschieht, ist diese Null und somit behält der ausgegebene Reglerstellgrad seinen Wert. Tritt die Regelabweichung sprunghaft in Kraft, so fängt der Regel ab diesem Zeitpunkt an zu integrieren. Der Stellgrad steigt rampenförmig bis zu seinem Maximalwert an, wo er dann auch verharrt. Die Steigung dieser Rampe hängt von der Größe der Abweichung ab. Die Reglergleichung sieht dabei wie folgt aus:

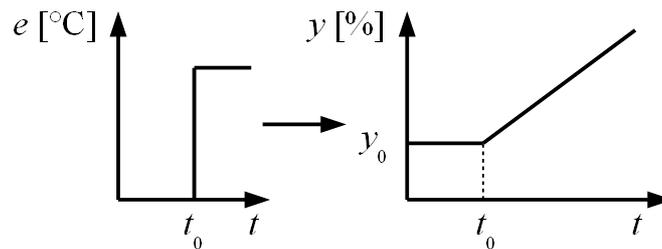


Abbildung 3.12: Die Antwort eines reinen I-Anteils.

$$\Delta y = \frac{1}{T_n} \cdot \int_{t_0}^t e \, dt + y_{t_0} .$$

t_0 bezeichnet den Zeitpunkt, zu dem die Regelabweichung aufgeschaltet wird. Die Nachstellzeit T_n dient als vom Benutzer einstellbarer Parameter des I-Reglers. Mit diesem Parameter kann man die Geschwindigkeit des Reglers verändern: je kleiner dieser gewählt wird, desto schneller baut der Regler seinen Stellgrad auf.

Bei der Umsetzung des Reglers benutzt das im nächsten Kapitel beschriebene Programm eine modifizierte Beziehung, um den auszugebenden Stellgrad zu berechnen.

$$\Delta y = \frac{\Delta t}{T_n} \cdot \sum_i e_i .$$

Um diese verständlich zu machen, erinnern wir uns an das, was über die Abtastzeit im Abschnitt „Erfassung der Temperatur“ gesagt wurde. Gerade diese Abtastzeit, die man für die gegebene Anlage abschätzen muss, wird hier unter der Bezeichnung Δt benutzt. Diese wird vom Benutzer vorgegeben. Alle weiteren Einstellungen des Regelkreises sind bei einer Veränderung dieser zu überprüfen, denn dadurch verändert sich auch das Verhältnis zur Nachstellzeit T_n .

Die bei jedem Iterationsschritt des Bedienungsprogramms erfasste Regelabweichung e_i wird also bei jedem Schritt der Summe hinzugefügt und diese mit dem Verhältnis aus Abtastzeit und Nachstellzeit multipliziert. Das Ergebnis wird als Stellgrad ausgegeben.

Bei einer gegebenen Abtastzeit von 1 s und einer Nachstellzeit von 3 s wird der Stellgrad bei einer bleibenden Regelabweichung von 3 °C jede Sekunde um 1 % erhöht, bis er in Sättigung geht.

In einem geschlossenen Regelkreis geht die Abweichung des Istwertes vom Sollwert mit der Zeit zurück. In der Abbildung 3.13 ist dieser Fall dargestellt.

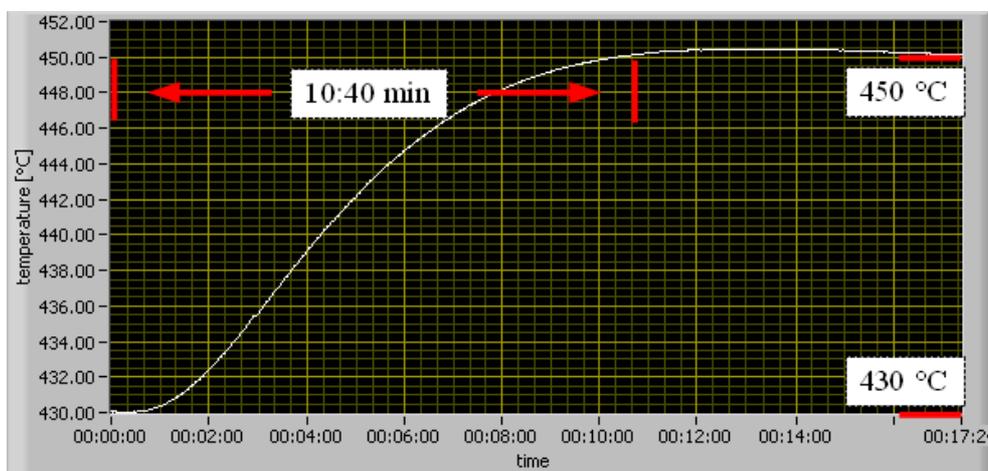


Abbildung 3.13: Das Verhalten des I-Anteils. Es wird wiederum ein Sollwert von 450 °C vorgegeben. Im Vergleich zum P-Anteil braucht dieser das 20-fache an Zeit.

Wird ein Sollwert neu definiert, so vergrößert sich der Stellgrad sofort, eine Änderung des Istwertes erfolgt aber eher zögerlich. Steigt nun der Istwert, und verringert sich somit die Regelabweichung, führt dies zu einem immer flacher werdenden Stellgradverlauf. Hat der Regler einmal ausgeregelt, so ist die Regelabweichung Null und der I-Regler behält den aufgebauten Stellgrad.

Hier erkennt man auch den Unterschied zum P-Regler. Der I-Regler beseitigt die Regelabweichung komplett, was einen Vorteil gegenüber dem P-Regler darstellt. Andererseits wirkt sich die Trägheit des I-Reglers nachteilig aus.

Das Regelverhalten kann mit Hilfe der Nachstellzeit eingestellt werden. Ist diese zu groß eingestellt, so baut der Regler den Stellgrad zu langsam auf, was zu einem stabilen Verlauf des Istwertes führt, aber auch zu einem langsamen Erreichen des Sollwertes. Wird die Nachstellzeit zu klein eingestellt, so wird der Stellgrad zu schnell aufgebaut. Dies führt zu einem Überschwingen und einem anschließenden

langsamen Anlauf des Sollwertes.

3.3.3 PI-Regler

In diesem Fall werden die Vorteile beider Regler, die Schnelligkeit des P-Anteils und das Verschwinden der Regelabweichung beim I-Anteil, umgesetzt. Bei einer auftretenden Regelabweichung wird diese vom P-Anteil verstärkt und als ein relativ hoher Stellgrad ausgegeben. Der I-Anteil vergrößert diesen Stellgrad, solange eine Abweichung zum Sollwert besteht. Die beiden beim PI-Regler einzustellenden Parameter sind X_P und T_n . Wird der Proportionalbereich kleiner eingestellt, so verstärkt sich der P-Anteil. Ebenso wird bei einer Verkleinerung der Nachstellzeit der I-Anteil stärker. Die Regelgleichung für den PI-Regler lautet:

$$\Delta y = \frac{100\%}{X_P} \cdot \left(e + \frac{1}{T_n} \cdot \int_{t_0}^t e dt \right).$$

Hieran erkennt man, dass das Verhalten des I-Anteils ebenfalls von dem eingestellten X_P abhängt: werden X_P und T_n gleichzeitig halbiert, so verstärkt sich der P-Anteil um das Doppelte, der I-Anteil aber um das Vierfache.

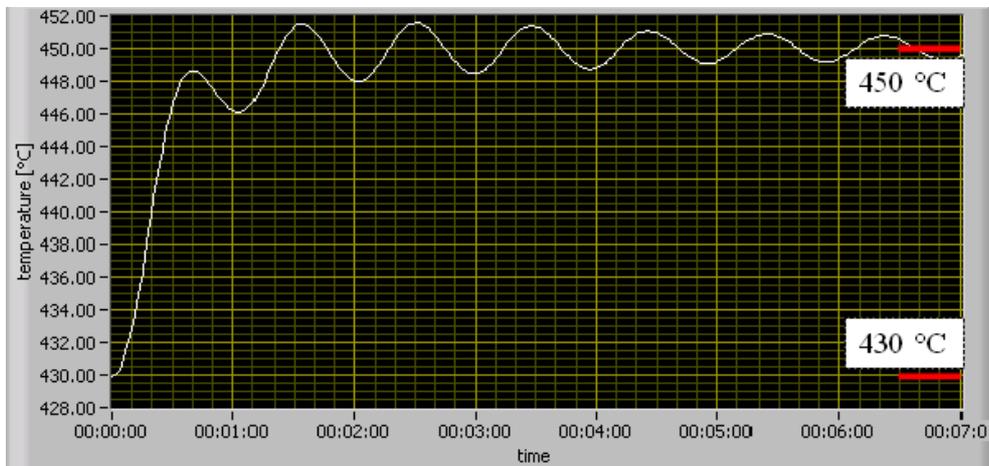


Abbildung 3.14: Das Verhalten eines PI-Reglers. Sein Nachteil äußert sich in der Störanfälligkeit.

Das Verhalten eines PI-Reglers im geschlossenen Regelkreis ist in der Abbildung 3.14 gezeigt.

Bevor ein neuer Sollwert eingestellt ist, wird die Temperatur auf der Marke von 430 °C gehalten und der Regler behält seinen Stellgrad. Dieser Stellgrad kommt

nur vom I-Anteil, da es keine Abweichung zum Sollwert gibt. Wird nun ein neuer Sollwert eingestellt, so liefert am Anfang der P-Anteil das Gros des Stellgrades. Dieser wird aber mit kleiner werdenden Regelabweichung immer schwächer. Für ihn kann jetzt aber der I-Anteil die Arbeit übernehmen, welcher seinen Stellgrad erhöht, bis die Abweichung komplett verschwindet. So liefert der Regler im ausgeregelten Zustand einen Stellgrad, welcher wiederum nur vom I-Anteil herrührt.

Der Nachteil des PI-Reglers äußert sich in seiner Störanfälligkeit. Dies kann man ebenfalls aus der Abbildung 3.14 ersehen. Der Schwingungszustand, welcher sich nach dem Überschreiten des Sollwertes einstellt, kann nur langsam abgebaut werden. Um dieses Problem zu lösen, wird der D-Anteil eingesetzt.

3.3.4 D-Anteil und PID-Regler

Der Name dieses Anteils kommt von seinem differenzierenden Verhalten, denn er registriert Änderungen der Regelgröße und wirkt diesen entgegen. Da es im störungsfreien Fall keine Änderungen der Regelgröße ohne eine treibende Kraft geben kann, kommt der D-Anteil nur in Kombination mit einem P- oder PI-Anteil zusammen.

In unserem Aufbau wird eine PID-Regelstruktur verwendet. Die Regelgleichung dafür lautet:

$$\Delta y = \frac{100\%}{X_p} \cdot \left(e + \frac{1}{T_n} \cdot \int_{t_0}^t e \, dt - T_v \cdot \frac{dx}{dt} \right).$$

Der letzte Summand in der Klammer bildet den Kern des D-Anteils. An dieser Stelle soll betont werden, dass hier nur der Istwert betrachtet wird, und nicht die Regelabweichung. Das Minuszeichen zeigt, dass der D-Anteil der Änderung des Istwertes entgegenwirkt. T_v wird als Vorhaltezeit bezeichnet. Mit diesem Parameter kann man, ähnlich wie bei dem I-Regler, die Stärke des D-Anteils regulieren.

Ebenso wie bei der Diskussion des I-Anteils stellt auch hier dt die Abtastzeit dar. So muss T_v immer in Bezug auf diese gewählt werden. Auch hier wirkt sich die Veränderung von X_p auf den D-Anteil aus. Verkleinert man X_p auf die Hälfte und vergrößert man gleichzeitig T_v auf das Doppelte, so verstärkt sich die Wirkung des D-Anteils insgesamt auf das Vierfache.

Je nach vorliegender Situation übernimmt der D-Anteil eine etwas unterschiedliche Aufgabe. Geht man davon aus, dass die Temperatur ihren Sollwert erreicht hat und stabil verläuft, so liefert der D-Anteil bei einer plötzlich eintretenden Störung zusätzlichen Stellgrad, um den Istwert wieder in Richtung Sollwert zu bewegen.

Dieser Stellgrad ist umso höher, je steiler der anfängliche Temperaturverlauf ist. Hier zeigt er also eine dämpfende Wirkung.

Wird ein neuer Sollwert vorgegeben, so erhöht sich durch die anderen Anteile auch der Istwert. Der D-Anteil bremst diesen Anstieg mit einem negativen Stellgrad. Hier zeigt sich eine bremsende Wirkung, welche ein Überschwingen unwahrscheinlicher macht.

Bei der Einstellung des Regelkreises muss man darauf Acht geben, die Vorhaltezeit T_v nicht zu groß zu wählen. Ansonsten kann der D-Anteil bei der Einstellung eines neuen Sollwertes eine zu starke rücktreibende Wirkung entfalten, welche dazu führt, dass der Anstieg der Temperatur nicht glatt verläuft, sondern Pendelbewegungen aufzeigt.

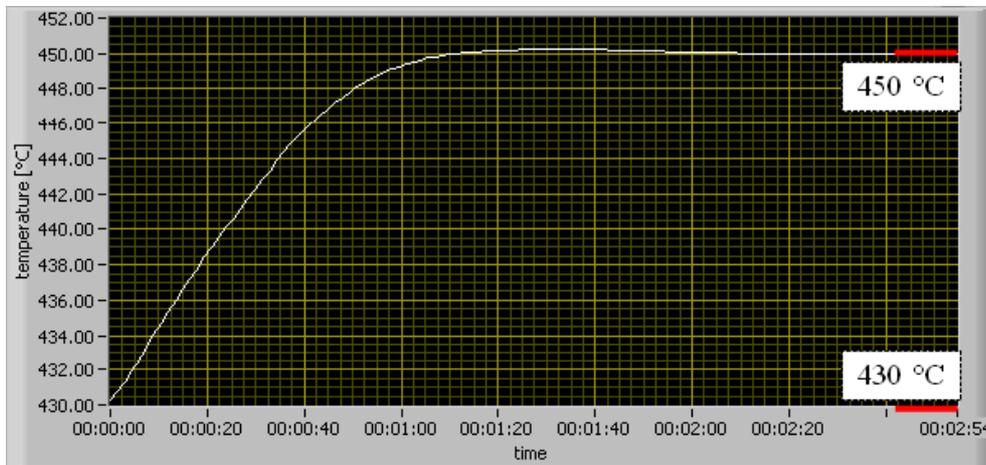


Abbildung 3.15: Das Verhalten des PID-Reglers im geschlossenen Regelkreis. Die Temperatur erreicht den vorgegebenen Sollwert, wobei die Überschwingweite und die Ausregelzeit minimiert werden.

Kombiniert man den D-Anteil mit dem im früheren Abschnitt beschriebenen PI-Regler, so entsteht der PID-Regler. Dieser vereinigt in sich die Vorzüge der drei Anteile, doch gestaltet er sich auch komplizierter in seiner Einstellung. Hier muss man die drei Parameter X_P , T_n und T_v möglichst genau für jeden Arbeitspunkt finden. Da diese miteinander gekoppelt sind, wurden spezielle Verfahren entwickelt, die das Auffinden dieser vereinfachen sollen. Von diesen Verfahren wird im Kapitel 5 die Rede sein. Es soll hier auch das Verhalten eines kompletten PID-Reglers im geschlossenen Regelkreis demonstriert werden. Dieses ist in Abbildung 3.15 zu sehen. Dabei kann man das optimale Verhalten, welches am Anfang dieses Kapitels beschrieben wurde, wiedererkennen.

3.4 Geschlossener Regelkreis

Nachdem die wichtigsten Komponenten des Regelkreises im Detail besprochen wurden, wird in diesem Abschnitt ein Blick auf das Verhalten der Regelgröße im geschlossenen Regelkreis geworfen. Ebenfalls wird der Begriff der Stabilität eines Regelkreises besprochen.

3.4.1 Führungs- und Störungsverhalten

Beim Führungsverhalten wird der Verlauf der Regelgröße bei der Vorgabe eines neuen Sollwertes betrachtet. Das Störverhalten bezeichnet dagegen den Verlauf des Istwertes beim Auftreten einer Störgrößenänderung.

Wird ein neuer Sollwert vorgegeben, so verlangt man bei einem günstigen Führungsverhalten, dass dieser schnell und ohne Überschwingen erreicht wird. Tritt eine Störung auf, so soll der Regler entgegenwirken, indem er seinen Stellgrad entsprechend anpasst. Bei einem guten Störverhalten wird der Sollwert zügig und ohne Pendelbewegungen wieder eingestellt.

Ein Regler kann darauf optimiert werden, die Regelgröße gut zu führen. In diesem Fall fallen die Parameter eher etwas größer aus. Wird er auf Störverhalten eingestellt, so fallen diese eher kleiner aus. Je nach Anwendung wird entweder die eine oder die andere Möglichkeit angestrebt. Beides ist nicht mit einem Satz von Parametern je Arbeitsbereich zu erreichen.

3.4.2 Stabilität des Regelverhaltens

Durch eine Fehleinstellung der Regelparameter kann es dazu kommen, dass der Regelkreis instabil wird. In Abbildung 3.16 ist ein solches Verhalten gezeigt. In diesem Fall schwingt die Stellgröße, doch die Pendelbewegung ihrer Amplitude ist noch beschränkt. Daraus resultiert ein instabiler Verlauf der Regelgröße. Ein extremeres Verhalten erreicht man, wenn die Stellgröße so stark schwingt, dass sie jedes Mal die Marken von 0 und 100 % erreicht. Das führt zu einem noch stärker schwingenden Istwert.

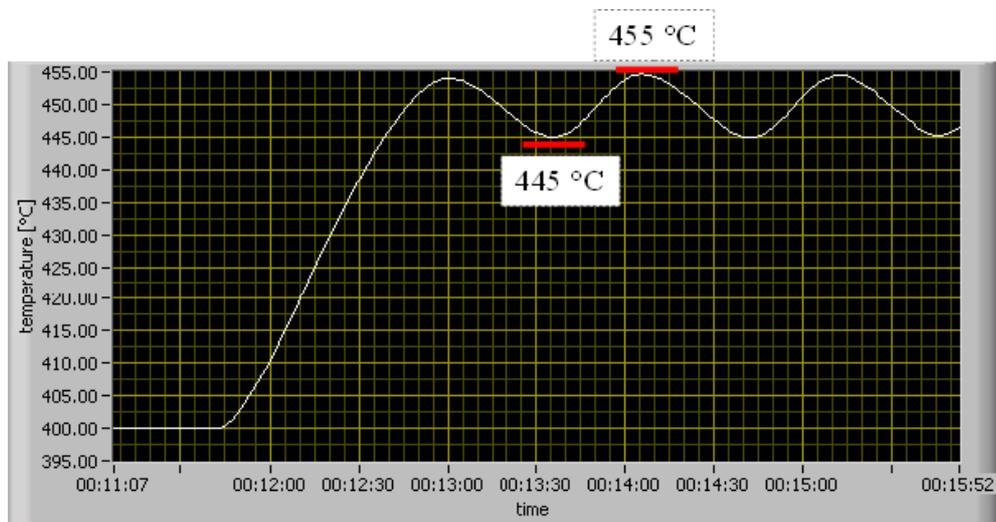


Abbildung 3.16: *Durch Einstellung einer zu kleinen Nachstellzeit wird der Regelkreis instabil.*

Solch einen instabilen Verlauf erreicht man dann, wenn X_p , T_n und T_v zu klein gewählt werden. Um ein stabiles Verhalten zu erzielen, sollten diese dementsprechend vergrößert werden.

4. Das Bedienungsprogramm *PID control*

Im vorherigen Kapitel wurde ein Einblick in die regelungstechnischen Grundlagen gegeben und der im vorliegenden Aufbau eingesetzte PID-Regler von diesem Standpunkt aus erläutert. In diesem Kapitel wird auf die Umsetzung dieses Reglers eingegangen. Das Programm, welches die Regelung des Temperaturkreises übernimmt, wird samt seinen vielseitigen Funktionen vorgestellt und seine Bedienung erklärt. Gleichzeitig wird auch gezeigt, wie das Programm intern funktioniert.

Es soll hier nicht unerwähnt bleiben, dass das im Rahmen dieser Diplomarbeit entstandene Programm *PID control* nach dem Muster des Vorgängers entwickelt wurde, welches am bereits vorhandenen Hochtemperaturofen eingesetzt wird. Die Bedienoberfläche wurde in Anlehnung an dieses gestaltet, um unter anderem einen leichteren Umstieg auf das neue Programm zu erlauben. Intern aber wurde das Programm komplett überarbeitet und erweitert. Details zum Vorgängerprogramm können [Ste07] und [Ste09] entnommen werden.

4.1 Entwicklungsumgebung LabVIEW

Das Bedienungsprogramm *PID control* wurde in der Entwicklungsumgebung LabVIEW 8.6 von National Instruments⁷ erstellt. Diese Umgebung arbeitet nach dem graphischen Programmieransatz. Die dabei verwendete Sprache wird als G bezeichnet. Da LabVIEW primär zur Lösung von Mess-, Steuer- und Regelungsaufgaben eingesetzt wird, nennt man die in dieser Umgebung entstehenden Programme Virtual Instruments. Diese virtuellen Instrumente werden dann anstatt elektronischer Geräte in den zuvor erwähnten Anwendungsfeldern eingesetzt. Dabei kann der Entwickler frei über das Aussehen und die Funktionsweise dieser Instrumente entscheiden.

Um diese beiden Aspekte zu verarbeiten, kann man sich die Entwicklungsumgebung in zwei Bereiche aufgeteilt vorstellen. Im ersten Bereich, dem sogenannten Front Panel, werden die Bedienelemente und die Anzeigen des VI

⁷ National Instruments Corp., Austin, TX, USA, www.ni.com

beherbergt. Über das Front Panel kommuniziert das Programm mit dem Benutzer.

Die eigentliche Funktionsweise des Programms wird im zweiten Bereich, dem Block Diagram, beschrieben. Hier findet man den Quellcode des VI. Dieser besteht aus unterschiedlichsten Funktionsknoten, die über Drähte verbunden werden. Die Daten werden an die Eingänge eines Knotens gegeben, von diesem verarbeitet und die Ergebnisse der durchgeführten Operationen an die Ausgänge weitergeleitet. Die Reihenfolge der Ausführung unterschiedlicher Programmteile wird durch das Prinzip des Datenflusses vorgegeben. Erst nachdem an allen Eingängen eines Knotens Daten anliegen, wird dieser bearbeitet. Da die Funktionsknoten sehr komplex werden können, wird im Sinne der modularen Programmierung mit Unterprogrammen gearbeitet. Diese werden SubVIs genannt. Sie können wie normale Funktionen in das Hauptprogramm eingefügt werden.

Zusätzlich zur Entwicklungsumgebung LabVIEW wurde ein Regelungsmodul verwendet, welches über die in Verbindung mit Regelungsaufgaben vorkommenden Funktionen und Unterprogramme verfügt. Die Kommunikation mit den verwendeten Geräten wurde mit Hilfe des Standards VISA (Virtual Instrument Software Architecture) über LabVIEW Gerätetreiber sichergestellt.

4.2 Umsetzung des PID-Reglers

Mit Hilfe des Zusatzmoduls *PID Control Toolkit* für LabVIEW konnte der Regler ohne größeren Aufwand konstruiert werden. Da dieser Programmbaustein oft im Hauptprogramm vorkommt, wurde er als ein eigenständiges SubVI umgesetzt. Das Block Diagram dieses Unterprogramms wird in der Abbildung 4.1 dargestellt.

Hierbei müssen die vom Benutzer eingegebenen Regelungsparameter zuerst angepasst werden, bevor sie an den eigentlichen Regler weitergegeben werden. So wird der Proportionalbereich X_P in den entsprechenden Proportionalbeiwert K_P umgewandelt, die Werte für die Vorhalte- und Nachstellzeit müssen in Minuten angegeben werden.

Die für die Regelung relevanten Parameter und die aktuelle Temperatur werden dann von der Regelfunktion  verarbeitet und der Stellgrad als relative Größe ausgegeben. Diese muss noch in eine absolute Angabe umgewandelt werden, was durch die Funktion  mit Hilfe der Grenzen des Stellbereiches geschieht. Der so ermittelte Spannungswert wird in jedem Programmzyklus als Befehl an das Netzgerät gesendet.

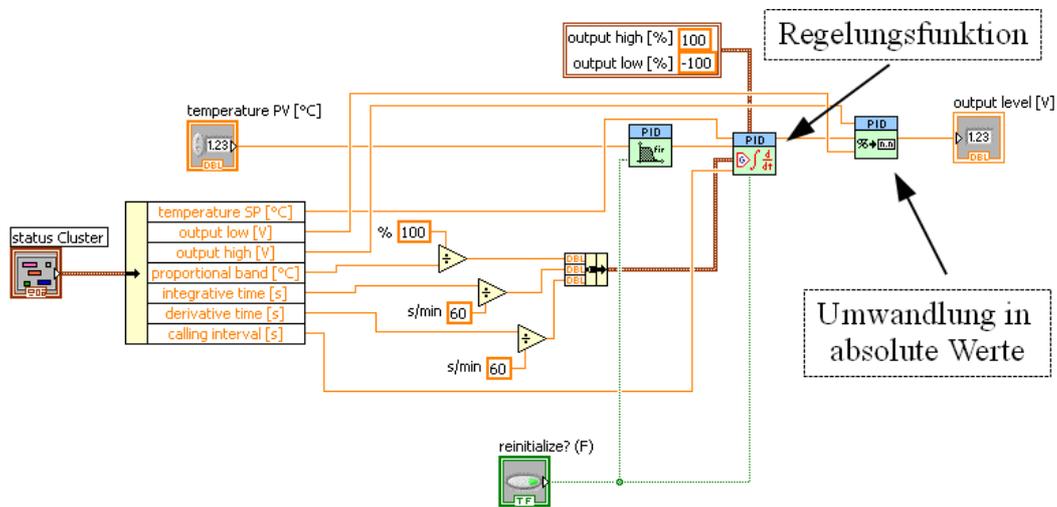


Abbildung 4.1: Der PID-Regler als SubVI.

Die Kommunikation mit den Peripheriegeräten wird durch den Standard VISA ermöglicht. Diese Option muss ebenfalls zusätzlich zur LabVIEW-Umgebung installiert werden. Durch die Verwendung dieses Standards kann man vorgefertigte Treiberfunktionen bei der Programmierung einsetzen. Hierin äußert sich der Vorteil der modularen Programmierung. Die vorgefertigten Funktionen lassen sich sehr vielseitig einsetzen und versprechen eine sichere Kommunikation mit den Geräten, auf welche sie zugeschnitten wurden.

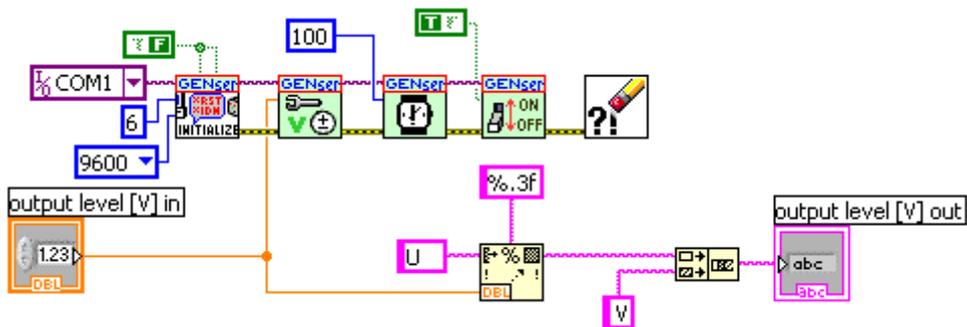


Abbildung 4.2: Die Spannungswerte werden an das Netzgerät übermittelt und zusätzlich dem Benutzer angezeigt.

Die Weitergabe der Spannungswerte an das Netzgerät wurde ebenso in einem SubVI untergebracht (Abbildung 4.2). Zuerst wird das Netzgerät über die serielle

Schnittstelle initialisiert. Anschließend wird der Spannungswert übermittelt, gefolgt von dem Befehl, den Ausgang des Netzgerätes zu aktivieren. Zwischen den Befehlen wird eine Pause von 100 ms eingelegt, damit das Netzgerät auf die Anordnungen reagieren kann.

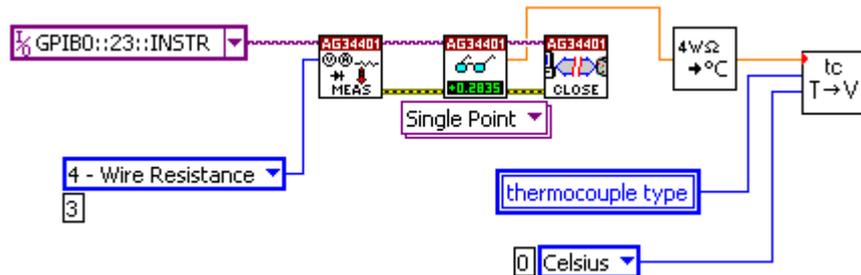


Abbildung 4.3: Bestimmung der Temperatur an der Vergleichsstelle.

Der aktuelle Temperaturwert, der für die Regelung notwendig ist, wird wie folgt ermittelt. Zuerst wird die Temperatur an der Vergleichsstelle berechnet (Abbildung 4.3). Über die GPIB-Schnittstelle wird der Wert eines Platinwiderstandes mit einem Multimeter vermessen, mit Hilfe einer Umrechnungsfunktion in eine Temperatur umgerechnet und an die nächste Funktion weitergegeben. Diese rechnet den Temperaturwert in die entsprechende Thermoelementspannung um.

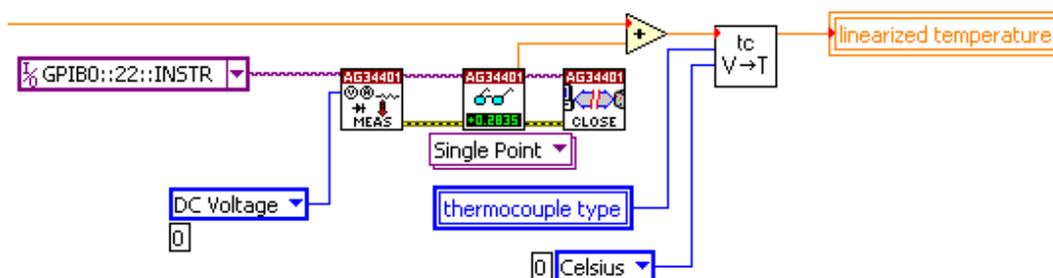


Abbildung 4.4: Die Umwandlung der Thermoelementspannung in eine Temperatur.

Im nächsten Schritt wird das zweite Multimeter angesprochen, um die Spannung zu ermitteln, welche der Differenz der Temperaturen im Ofen und an der Vergleichsstelle entspricht (Abbildung 4.4). Schließlich werden beide Spannungen addiert und letztendlich mit Hilfe einer weiteren Funktion in einen Temperaturwert umgerechnet. So kommt man zu einer absoluten Temperatur, die bei jedem Programmzyklus aktualisiert wird. Ein zusätzlicher Vorteil ist, dass Raumtemperaturschwankungen durch das ständige Vermessen der Vergleichsstelle automatisch eliminiert werden.

Durch diese drei Prozesse schließt sich der Regelkreis. Die weiteren Funktionen und Eigenschaften, die in diesem Kapitel beschrieben werden, vervollständigen diesen Regelungsalgorithmus zu einem benutzerfreundlichen und vielseitigen Programm. Nachfolgend werden sie vorgestellt.

4.3 Das Hauptprogramm *PID control*

In diesem Abschnitt wird das Hauptprogramm beschrieben. Seine Bedienoberfläche mit ihren Bestandteilen wird vorgestellt und die Funktionen des Programms erörtert. Dieser Abschnitt ist aus der Sichtweise des Anwenders geschrieben. Auf die innere Struktur des Programms wird gezielt nur beschränkt eingegangen.

4.3.1 Front Panel

In diesem Abschnitt wird die Bedienoberfläche des Hauptprogramms *PID control* vorgestellt. Es soll ein Überblick über die Bedienelemente und Funktionen vermittelt werden. Die Programmoberfläche, die in der unten stehenden Abbildung 4.5 zu sehen ist, lässt sich in vier größere Bereiche gliedern. Jeder dieser Bereiche ist in Registerkarten unterteilt. Dies geschieht zum einen um die Übersichtlichkeit zu fördern, zum anderen um die in einem Arbeitsschritt nicht benötigten Elemente der Oberfläche ausblenden zu können.

Fängt man links oben an, so findet man dort den Bereich für die Einstellungen des Regelprogramms. Dieser ist auf vier Karten aufgeteilt, wobei die ersten drei spezifische Einstellungen für den betreffenden Modus beinhalten. In der vierten Karte lassen sich allgemeine Parameter für alle Modi einstellen.

Geht man weiter nach rechts, so sieht man den Informationsbereich. Dieser erteilt dem Benutzer Auskunft über den Ablauf des Programms. Der erste der drei Reiter bezieht sich dabei auf die Regelung, der zweite auf die Datenaufnahme mittels der MCA-Karte. Die dritte Karte zeigt die aktuellen PID-Parameter.

Unten links befindet sich der Statistikbereich. Hier findet man statistische Daten des Temperaturverlaufs der aktuellen Messung und ein zusätzliches Histogramm, welches den Verlauf veranschaulicht.

Der letzte große Bereich unten rechts zeigt den zeitlichen Temperaturverlauf, wobei je nach Reiter eine Skala mit größerer oder kleinerer Auflösung zu finden ist. In der letzten Karte ist ein Logbuch enthalten.

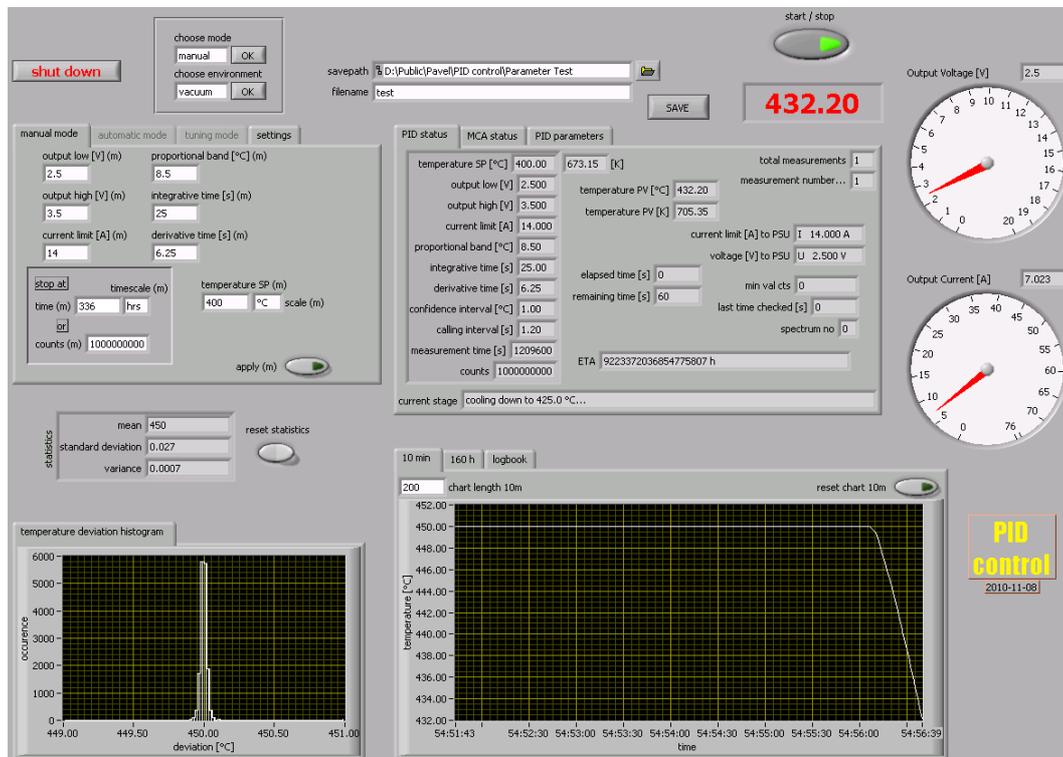


Abbildung 4.5: Das Front Panel des Programms. Die vier beschriebenen Bereiche sind von links nach rechts und von oben nach unten der Bereich der Einstellungen, der Informationsbereich, der Statistikbereich und die Temperatur- und Logbuchanzeige.

4.3.2 *Manual mode, automatic mode und settings*

Hier sollen die zwei Modi und ihre Einstellungen beschrieben und erläutert werden. Die Registerkarte *tuning mode* ist momentan leer und wurde aufgenommen, um Erweiterungen des Programms leichter zu gestalten. Im *tuning mode* könnten die Regelungsparameter automatisch für jeden Arbeitsbereich aufgefunden werden. Somit bietet dieser Modus eine Idee zur zukünftigen Verbesserung der Arbeitsroutine. Bisher mussten die Parameter manuell bestimmt werden, was eine nicht zu unterschätzende Aufgabe darstellt, welche im nächsten Kapitel angesprochen wird.

Der manuelle Modus (Abbildung 4.6) zeichnet sich dadurch aus, dass alle für die Regelung benötigten Parameter von Hand eingetragen werden müssen. Um das Regelungsverhalten zu bestimmen sind fünf Größen vonnöten. Diese hängen immer vom gewählten Arbeitsbereich ab. So unterscheiden sich die Parameter für eine Solltemperatur von 200 °C von denjenigen bei 600 °C.

Die den hier verwendeten PID-Regler beschreibenden Parameter sind der Proportionalbereich X_P , die Nachstellzeit T_n und die Vorhaltezeit T_v . Diese wurden im letzten Kapitel eingeführt und im Detail beschrieben. Die entsprechenden englischen Begriffe lauten *proportional band*, *integrative time* und *derivative time*. Um den Reglerstellgrad, welcher relativ zum gewählten Stellbereich ausgegeben wird, in absolute Werte umzuwandeln, bedarf es noch der Angabe des eigentlichen Stellbereiches. Dieser wird durch seine untere Grenze *output low* und seine obere Grenze *output high* gegeben. Zusätzlich zu diesen Größen wird noch die Strombegrenzung *current limit* angegeben. Dadurch kann sichergestellt werden, dass unter keinen Umständen ein größerer Strom als der erlaubte durch die Regelstrecke fließen wird.

Abbildung 4.6: Die Registerkarte *manual mode*. Alle Parameter müssen von Hand eingestellt werden.

Die Solltemperatur (*temperature setpoint*) wird im unteren Bereich der Registerkarte angegeben. Es besteht die Möglichkeit, diese in Grad Celsius oder in Kelvin anzugeben, wobei intern immer mit °C gearbeitet wird. Will man im manuellen Modus eine Datenaufnahme durchführen, so kann man nach Wunsch eine Zeitdauer für die Messung angeben, oder aber eine Mindestanzahl von registrierten Ereignissen im kleinsten Spektrum. Die Zeitdauer kann dabei in Sekunden, Minuten und Stunden angegeben werden. Normalerweise ist man im manuellen Modus nicht an einer gewissen Messzeit oder Ereigniszahl interessiert, weshalb hier die Maximalwerte voreingestellt sind.

Alle Angaben, die in hier gemacht werden, werden erst nach Betätigen des Knopfes *apply* in die eigentliche Routine übernommen, was auch für die übrigen Registerkarten in diesem Bereich gilt. Dadurch wird ein versehentliches Verändern der Parameter unterbunden.

Der automatische Modus (Abbildung 4.7) erlaubt das Aufnehmen einer kompletten Messreihe, wobei das Programm völlig selbstständig arbeitet. Um eine Messung zu definieren, bedarf es der Angabe einer Solltemperatur, einer Messdauer und einer Mindestereigniszahl, wie das bereits im manuellen Modus vorgekommen ist. Um eine größere Flexibilität bei der Datenaufnahme zu erlauben, kann man noch für jede Messung den Dateinamen und den Speicherort eigens

angeben. Hat man eine Messung durch diese Angaben beschrieben, so fügt man diese Daten in die Messreihe durch betätigen des Knopfes + ein. In der Tabelle rechts, an welche die neue Messreihe angehängt wird, sind dann die Messtemperatur, die Dauer der Messung und die Mindestzahl an Ereignissen im kleinsten Spektrum zu sehen. Dabei gilt, dass die zuerst eintretende Bedingung zum Anhalten der Messung führt. Zusätzlich wird der Speicherpfad notiert.

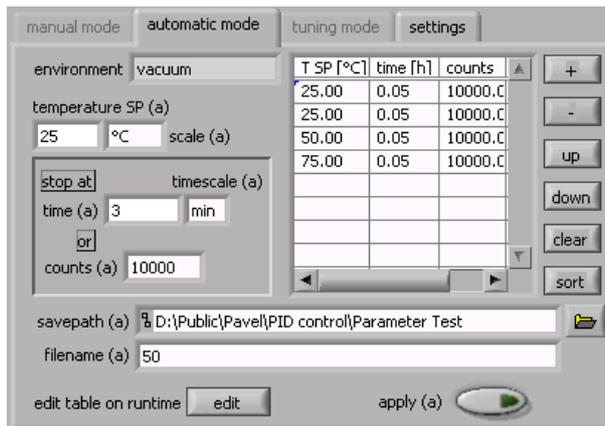


Abbildung 4.7: Der Reiter *automatic mode*. Bereits nach Angabe der Temperatur und Messzeit kann die Messung starten.

Will man eine Messung löschen, so muss man nichts weiter tun, als die betreffende Zeile zu markieren und auf – zu drücken. Da die Messungen in der Reihenfolge ausgeführt werden, in welcher sie in der Tabelle vorkommen, gibt es ebenfalls die Möglichkeit, einzelne Zeilen, oder sogar mehrere Zeilen auf einmal, in der Liste nach oben oder nach unten zu verschieben. Dies geschieht durch das Betätigen der Knopfes *up* bzw. *down*. Um alle Messungen aus der Messreihe zu lö-

schen, drückt man *clear*, um diese der steigenden Temperatur nach zu sortieren, drückt man *sort*.

Hat man die Messreihe einmal gestartet, so kann man diese nicht mehr von diesem Fenster aus verändern. Besteht trotzdem der Bedarf, Parameter abzuändern, so kann man das mittels des Knopfes *edit* tun. Nach Betätigung öffnet sich ein zusätzliches Fenster, in welchem man alle Parameter zu jeder Messung der Messreihe variieren kann. Diese werden nach Schließen des Fensters in das Hauptprogramm übernommen.

Die letzte Registerkarte (Abbildung 4.8) enthält allgemeine Einstellungen des Programms, die sich sowohl auf den manuellen als auch auf den automatischen Modus auswirken. Durch die Angabe des Konfidenzintervalls bestimmt man, ab welcher Genauigkeit des Temperaturverlaufs eine Messung gestartet werden soll. Der voreingestellte Bereich von 1 °C wurde während der Testmessungen für optimal befunden. Das Aufrufintervall, *calling interval*, bezeichnet die im früheren Kapitel zur Regelungstechnik angesprochene Abtastzeit. Diese sollte nicht verändert werden, solange der Regelkreis nicht verändert wird. Die Stabilisierungszeit, *stabilizing time*, wird in Verbindung mit dem Konfidenzintervall

benutzt, um die Datenaufnahme erst zu starten, nachdem die Temperatur diese Zeitdauer im angegebenen Konfidenzintervall um den Sollwert verblieben ist. Dadurch kann man „unechte“ Messumstände, bei denen die Temperatur bloß den Konfidenzintervall passiert, vermeiden.

Der Angabe des verwendeten Thermoelements bedarf es, um eine korrekte Umrechnung der gemessenen Spannung in die Temperatur zu gewährleisten. Bei der Auswahl des Typs wird automatisch auch die richtige maximale Gebrauchstemperatur des Thermoelements gewählt. Diese kann vom Benutzer nach unten verschoben werden, aber nicht nach oben. Somit ist dem Anwender eine Möglichkeit gegeben, die Solltemperatur nach oben hin zu beschränken.

Dies ist insbesondere von Vorteil, wenn in der Regelstrecke Bauteile eingesetzt werden, die eine niedrigere Temperaturgrenze aufweisen, als das verwendete Thermoelement. Als Beispiel sie hier der Macor-Probenhalter erwähnt, der eine maximale Dauergebrauchstemperatur von 800 °C aufweist [Are10].

Das Feld *bins in histogram* erlaubt es, die Anzahl der Bins, in welche das weiter unten besprochene Histogramm unterteilt wird, zu variieren. Somit kann man die Genauigkeit der Histogrammdarstellung anpassen.

Auf der rechten Seite der Registerkarte kann man Angaben dazu machen, wie die während der Messdatenaufnahme gesammelten Koinzidenzereignisse sortiert werden. Die Standardeinstellungen sind eingetragen. Auf diese Angaben bezieht sich dann die Einstellung der Mindestereigniszahl im manuellen oder automatischen Modus, die bereits besprochen wurde. Das Feld *channels offset* wird benutzt, um die als Abbruchbedingung verwendete Mindestzahl an Ereignissen pro Spektrum von dem jeweiligen Maximum um die angegebene Zahl von Kanälen zu verschieben. Dadurch wird ein frühzeitiges Anhalten der Messung durch prompte Ereignisse im Maximum vermieden.

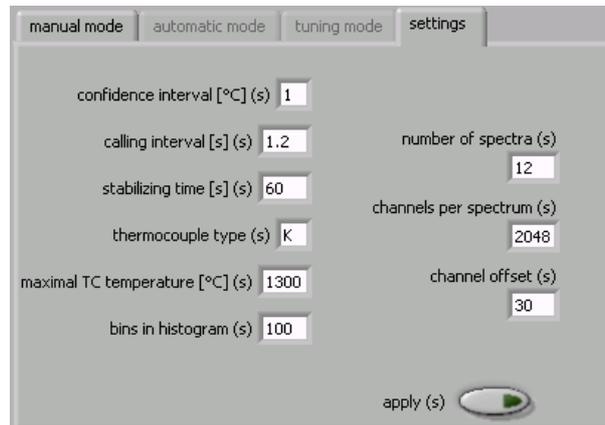


Abbildung 4.8: *Diese Einstellungen beeinflussen sowohl den manuellen, als auch den automatischen Modus.*

4.3.3 *PID status, MCA status und PID parameters*

Die Karte *PID status* zeigt in ihrer linken Hälfte eine Übersicht über die für die laufende Messung festgelegten Parameter, ebenso wie die Solltemperatur und die Anhaltebedingungen (Abbildung 4.9). Gleich rechts neben der Solltemperatur in °C wird diese zu Kontrollzwecken auch in Kelvin angegeben. So verhält es sich auch mit der Isttemperatur, *temperature Process Variable*. Unterhalb der Isttemperatur ist die bereits verstrichene und die noch verbleibende Messzeit dargestellt. Die *Estimated Time of Arrival* berücksichtigt im Vergleich zu diesen die Totzeit bei der Aufnahme der Koinzidenzspektren und versucht somit die wahre verbleibende Zeitdauer abzuschätzen.

The screenshot shows a control interface with three tabs: 'PID status', 'MCA status', and 'PID parameters'. The 'PID status' tab is active. It displays a grid of parameters and their values:

| | | | | | |
|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------|-----------------------|----|
| temperature SP [°C] | 125.00 | 398.15 [K] | total measurements | 1 | |
| output low [V] | 0.000 | temperature PV [°C] | 125.00 | measurement number... | 1 |
| output high [V] | 2.000 | temperature PV [K] | 398.15 | | |
| current limit [A] | 10.000 | current limit [A] to PSU | I 10.000 A | | |
| proportional band [°C] | 50.00 | voltage [V] to PSU | U 1.225 V | | |
| integrative time [s] | 200.00 | elapsed time [s] | 15 | min val cts | 0 |
| derivative time [s] | 3.00 | remaining time [s] | 1209585 | last time checked [s] | 15 |
| confidence interval [°C] | 1.00 | | | spectrum no | 0 |
| calling interval [s] | 1.20 | | | | |
| measurement time [s] | 1209600 | ETA | 191124 h | | |
| counts | 1000000000 | | | | |
| current stage | measuring at 125.0 °C... | | | | |

Abbildung 4.9: Die Anzeigen in dieser Registerkarte informieren den Anwender über fast alle relevanten Bereich des Programmablaufs.

Misst man im automatischen Modus eine ganze Reihe von Messungen, so kann man hier auch die Nummer der aktuellen Messung und ihre Gesamtanzahl ansehen. Weiter unten findet man die Befehle, die zum Netzgerät geschickt werden. Diese sind die Stromstärkenbegrenzung und die aktuelle Spannung. Unten rechts erhält man Auskunft zu der Anzahl der Ereignisse im kleinsten Spektrum und zu dem Zeitpunkt, wann und in welchem Spektrum diese bestimmt wurde.

Die unterste Zeile, *current stage*, zeigt den aktuellen Status des Temperaturverlaufs an. Dazu werden selbsterklärende Aussagen wie „heating up to ...“ gemacht, doch diese Aussagen sind rein formaler Natur. In allen Stufen der Programmschleife ist ein und derselbe Regelungsalgorithmus tätig.

Die nächste Registerkarte, *MCA status*, liefert Informationen zur MCA-Karte, welche die PAC-Spektren aufnimmt (Abbildung 4.10). Diese sind auf der linken Seite der Karte zu finden. Je nach Modus kann man die MCA-Karte manuell steuern oder die Steuerung dem Programm überlassen. Im manuellen Modus hat man beide Möglichkeiten. Will man vollständige Kontrolle über die Datenaufnahme behalten, so wählt man *manual* bei *MCA acquisition*. Dann kann die Datenaufnahme mit den darunterliegenden Schaltern gestartet und angehalten, fortgesetzt und gestoppt werden. Der Unterschied zwischen *stop* und *pause* liegt darin, dass nach *stop* die Daten gelöscht werden, nach *pause* nicht. Somit übernimmt *start* die Rolle des Startens oder des Fortsetzens, je nachdem, welcher der beiden anderen Schalter davor aktiv gewesen ist. Unterhalb der Schalter wird noch der letzte an die MCA-Karte geschickte Befehl angezeigt und seine Ausführung bestätigt.

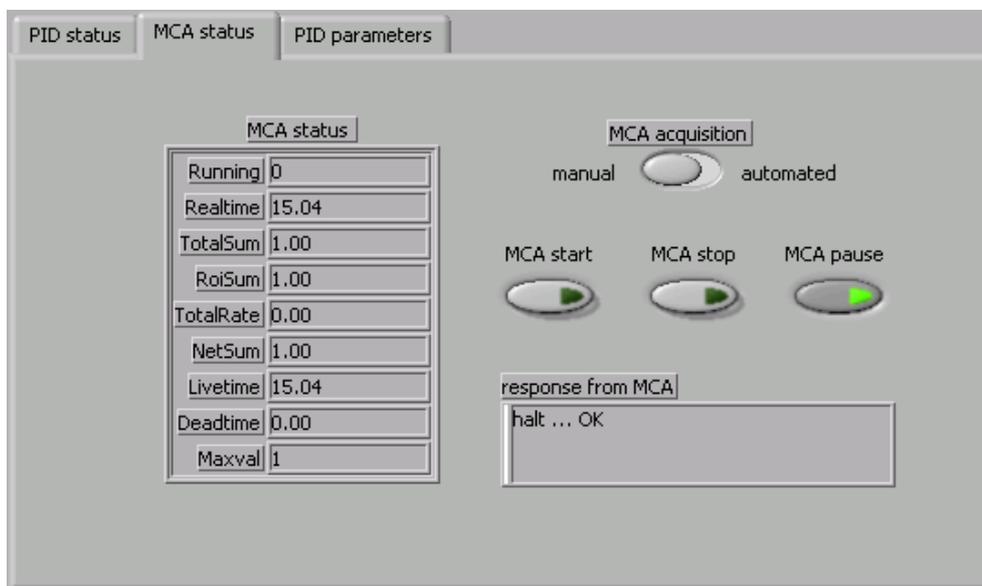


Abbildung 4.10: Hier kann man die MCA Karte bedienen und ihren Status einsehen.

Die letzte Registerkarte in diesem Bereich, *PID parameters*, zeigt die bei Auswahl des automatischen Modus verwendeten Parameter für die Regelung (Abbildung 4.11). An diesen Angaben kann man sich gleichzeitig orientieren, wenn man den manuellen Modus ausgewählt hat. Wie man aus der Abbildung erkennen kann, wird zwischen zwei Messumgebungen unterschieden, zwischen Messungen unter Vakuum und unter Stickstoffatmosphäre. Bei Programmstart wird der Benutzer nach der Messumgebung gefragt, und die entsprechenden Parameter werden intern ausgewählt. Es müssen aber beide Parametersätze geladen werden. Die Werte, die in den beiden Tabellen dargestellt sind, können während der Laufzeit des Programms verändert und gespeichert werden. Nach dem Speichervorgang

werden die neuen Parametersätze automatisch neu geladen.

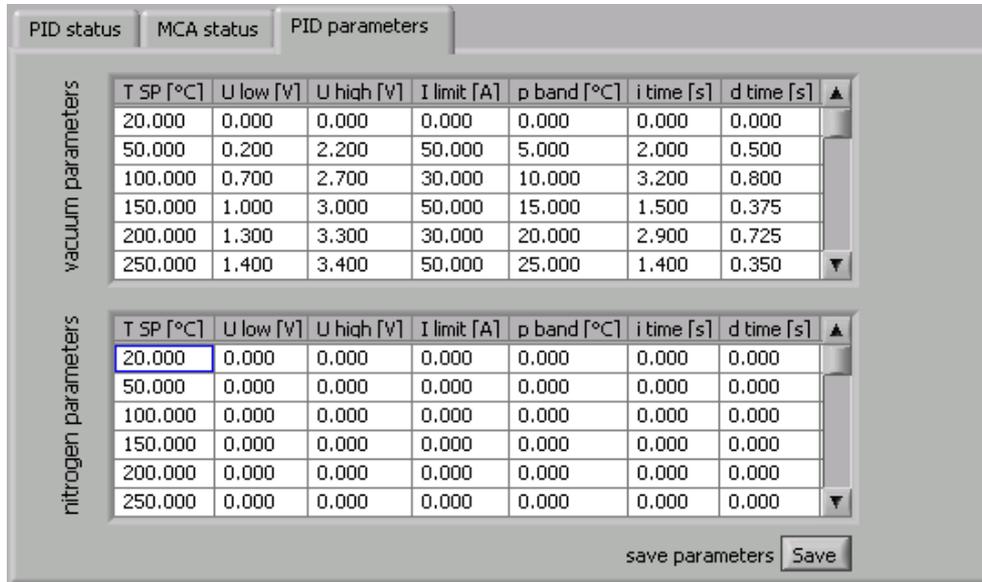


Abbildung 4.11: Die aktuellen Parameter können hier eingesehen und gespeichert werden.

4.3.4 Statistics und histogram

Bei der Berechnung der hier dargestellten statistischen Größen werden nur Werte berücksichtigt, bei denen die Datenaufnahme im automatischen Modus aktiv wäre (Abbildung 4.12). Die Temperatur muss also im Konfidenzintervall verlaufen und die Stabilisierungszeit muss abgelaufen sein. Durch den Schalter *reset statistics* ist der Benutzer in die Lage versetzt, die Statistikaufnahme jederzeit neu zu starten.

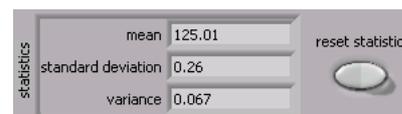


Abbildung 4.12: Statistische Daten zum Temperaturverlauf.

Das Histogramm stellt den Temperaturverlauf bildlich dar, wobei für die Aufnahme von Temperaturwerten die gleichen Bedingungen gelten, wie für die Statistikberechnung (Abbildung 4.13). Der Bereich, über den sich die Temperatur im Histogramm erstreckt, wird automatisch an die Breite des Konfidenzintervalls und den aktuellen Sollwert angepasst. Dabei wird dieser auf die Anzahl der Bins aufgeteilt, die im Einstellungsfenster vorgegeben wurde.

4.3.5 10 min, 160 h und logbook

Die ersten beiden Reiter zeigen den Temperaturverlauf in Abhängigkeit von der seit dem Programmstart verstrichenen Zeit (Abbildung 4.14). Sie unterscheiden sich bloß durch die Größe des Zeitbereichs. Der erste Reiter beschränkt sich auf die letzten 10 Minuten, der zweite zeigt die vergangenen 160 Stunden an.

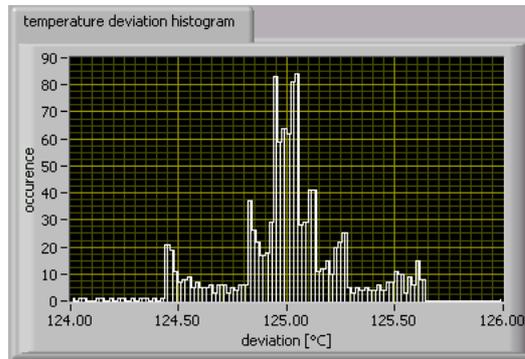


Abbildung 4.13: Das Histogramm bietet eine übersichtliche Darstellung der Regelungs-güte.

Dabei muss beachtet werden, dass dies keine exakten Zeitangaben sind. Der Zeitbereich, welcher dargestellt wird, berechnet sich nämlich aus der Anzahl der Programmzyklen, die vom Benutzer oben rechts im jeweiligen Fenster bestimmt werden kann. Die Dauer eines Zyklus entspricht dabei ungefähr der Abtastzeit, welche im vorliegenden Aufbau etwa 1,2 Sekunden beträgt. Will man die aktuellen Temperaturverlauf löschen, so muss man den Schalter *reset chart* betätigen. Dies ist wegen der beschränkten Größe des Darstellungsfensters insbesondere bei längeren Messreihen von Vorteil.

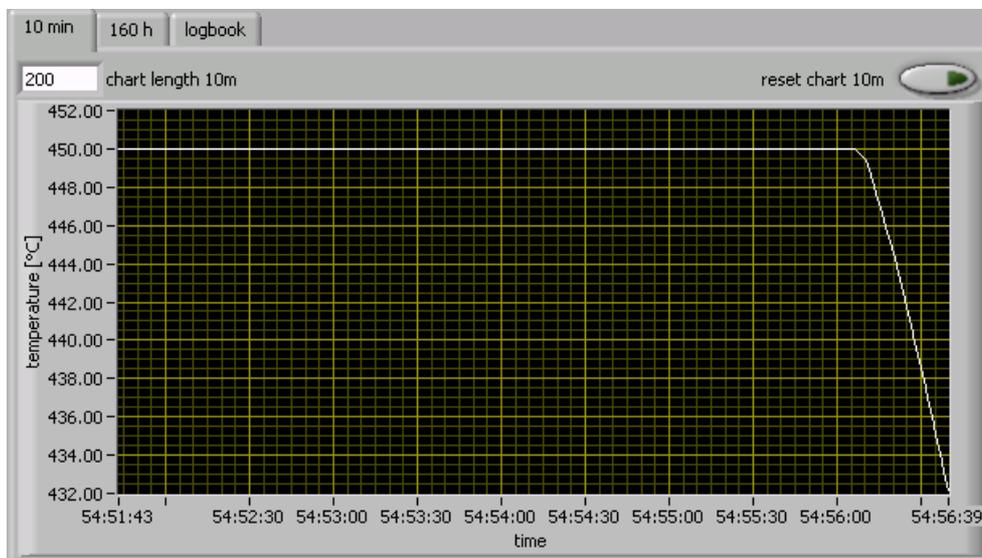


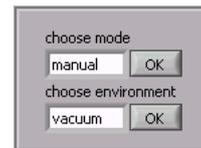
Abbildung 4.14: Der zeitliche Temperaturverlauf kann aus den ersten beiden Registerkarten ersehen werden.

Unter dem letzten Reiter dieses Bereichs ist das Logbuch untergebracht. In diesem werden alle erdenklichen Daten zum Programmablauf mit ihrer Startzeit aufgezeichnet. So kann man die Arbeitsweise des Programms zu jedem Zeitpunkt nachvollziehen und bei Bedarf die Dauer der Messungen bestimmen. Am unteren Rand dieses Reiters wird noch die Anzahl der Warnung der aktuellen Messung und aller Messungen angezeigt. Eine Warnung wird ausgegeben, wenn der Temperaturverlauf nach einmaliger Stabilisierung wieder den Konfidenzintervall betreten muss.

4.3.6 Weitere Elemente der Bedienoberfläche

 Das Front Panel weist weitere Elemente auf, die an dieser Stelle besprochen werden sollen. Der Schalter *shut down* bewirkt ein Beenden des Hauptprogramms. Dabei wird die Spannung und die Strombegrenzung auf Null gesetzt und der Ausgang des Netzgerätes ausgeschaltet.

Rechts von diesem Schalter befindet sich ein Feld, in welchem man die Einstellung des aktuellen Modus und die Messumgebung verändern kann. Diese Einstellungen können nur bei ausgeschalteter Temperaturregelung wirken. So kann man von dem manuellen Modus in den automatischen wechseln und dabei das Programm laufen lassen.



Weiter nach rechts folgend befinden sich zwei Felder zur Angabe des Speicherortes. Bei Programmstart wird der Pfad der Programmbibliothek eingestellt. Läuft das Programm im automatischen Modus, so ändert sich der Pfad bei jeder Messung entsprechend der Voreinstellung. Dabei wird jedes mal gespeichert, wenn eine Messung die Anhaltebedingung erreicht hat. Es besteht aber auch die Möglichkeit, durch Betätigen des Schalters *save* manuell zu speichern.



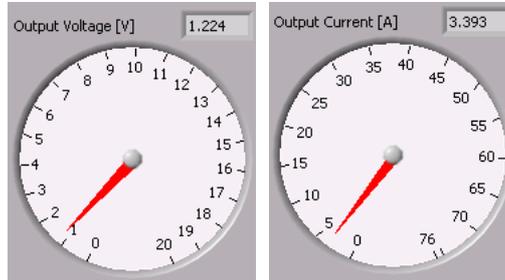
Bei jedem Speichervorgang werden drei Dateien erzeugt. Die wichtigste enthält die PAC-Spektren. Diese Datei wird mit dem Stichwort *data* im Dateinamen gekennzeichnet. Weiterhin werden das Histogramm und die Logbucheinträge gespeichert, wobei diese mit *histo* und *log* gekennzeichnet werden. Misst man im automatischen Modus, so wird die Logdatei erst am Ende einer Messreihe erzeugt.



Der Schalter *start / stop* startet die Temperaturregelung oder pausiert diese. Dabei werden ungeachtet des Betriebsmodus alle Einstellungen beibehalten. Die sich darunter befindende Anzeige stellt die Isttemperatur dar und dient dazu, schnell die Prozessvariable ins Auge zu fassen.

Am rechten Rand des Front Panel befinden sich zwei zusätzliche Anzeigen, die mit einer Rundskala versehen sind. Diese erfassen die Spannungs- und

Stromstärkewerte, die am Ausgang des Netzgerätes anliegen. Dem Benutzer wird hierdurch die Möglichkeit gegeben zu überprüfen, ob die Ausgabe des Netzgerätes mit den Befehlen übereinstimmt, die an dieses geschickt werden. Zusätzlich kann man immer sehen, ob die Strombegrenzung eventuell erreicht wurde, um diese höher zu setzen. So kann man den Temperaturkreis fernsteuern, was insbesondere bei längerem manuellen Betrieb einen enormen Vorteil darstellt.



4.4 Interne Arbeitsweise des Programms

Nachdem die Bedienoberfläche vorgestellt wurde und die Funktionen des Programms dem Anwender bekannt sind, soll hier die interne Arbeitsweise des Programms angesprochen werden. Es werden nicht alle Merkmale des Block Diagramm erläutert, denn dies wäre hier fehl am Platz. Es sollen eher charakteristische Prinzipien anhand von Beispielen vermittelt werden, die bei der Erstellung des Programms verfolgt wurden.

Die Aufgabe des Programms besteht im Wesentlichen darin, eine gegebene Messabfolge von mehreren Messungen zu verwalten. Es soll die verlangte Temperatur erreicht und bis zum Eintreten der Anhaltebedingung stabil gehalten werden. Nach dem Eintreten dieser Bedingung sollen die aufgenommenen Daten abgespeichert und der nächste Messschritt verfolgt werden. Diese Aufgaben werden im automatischen Modus bearbeitet.

Der manuelle Modus erlaubt es dem Anwender, alle Freiheiten der Konfiguration zu nutzen. Dies ist insbesondere für die Auffindung der korrekten Parameter für die Regelung notwendig, da im Nachhinein sich der Betrieb im automatischen Modus als viel bequemer gestaltet.

Diese Arbeitsweise, aufgeteilt auf zwei Modi, äußert sich auch in dem Aufbau des Quellcodes des Hauptprogramms, also des Block Diagramm. Beim Start des Programms wird zuerst eine einmalige Initialisierung durchgeführt. Dabei werden alle Variablen auf ihre Standardwerte zurückgesetzt und die Kommunikation mit den Peripheriegeräten hergestellt. Ebenso wird eine eventuelle Datenaufnahme der MCA-Karte angehalten, wobei anschließend die Daten gelöscht werden. Der Anwender wird zu der benutzten Umgebung und zum gewünschten Modus befragt, wonach die Parametersätze geladen werden und der gewählte Modus freigeschaltet wird.

Nachdem diese Schritte durchgeführt wurden, wird der Hauptteil des Programms

betreten (Abbildung 4.15). Die wichtigste Komponente bildet eine große while-Schleife, welche während der Laufzeit des Programms immer wieder abgearbeitet wird. Das Anhalten dieser Schleife, was nur durch das Betätigen des Schalters *shut down* auf dem Front Panel geschehen kann, führt zur Terminierung des Programms. Diese Schleife enthält zwei Strukturen, die gänzlich unterschiedliche Aufgaben erfüllen. Die erste ist eine case-Struktur, also eine Fallunterscheidung, welche in jedem Zyklus der Schleife kontrolliert, ob der Schalter *start / stop* an oder aus ist. Dieser Schalter aktiviert die Temperaturregelung. Die zweite Struktur ist eine event-Struktur, in welcher in jedem Zyklus eine Überprüfung auf eventuell auftretende Ereignisse geschieht.

Diese Aufteilung der Hauptschleife ist sehr vorteilhaft für die Abarbeitung des Programms. In der case-Struktur werden nur diejenigen Programmschritte aufgenommen, die unbedingt in jedem Zyklus verarbeitet werden müssen. Es sind unter anderem die Abfrage und Anzeige der aktuellen Temperatur sowie der Ausgangsgrößen des Netzgerätes und des Status der MCA-Karte. Vor allem aber ist dies der Regelalgorithmus, welcher am Anfang dieses Kapitels beschrieben wurde.

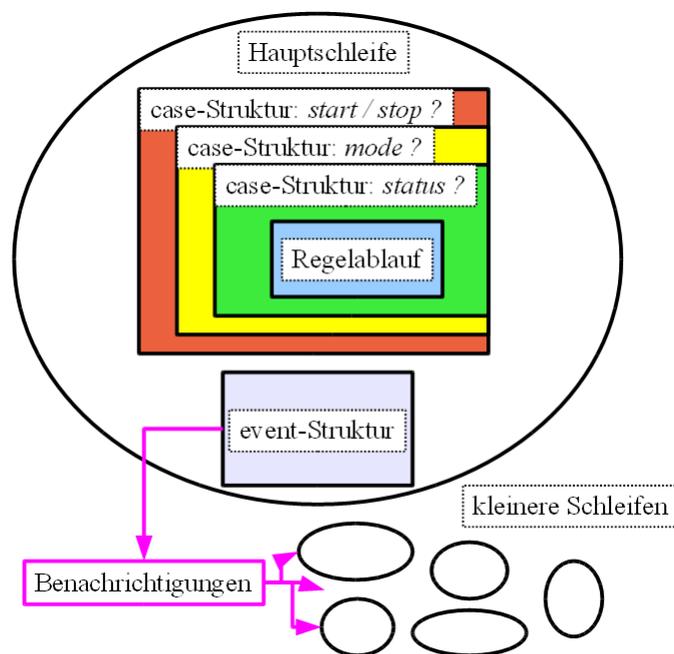


Abbildung 4.15: Der Hauptteil des Programms in struktureller Darstellung.

In der event-Struktur andererseits kommen diejenigen Schritte vor, die irregulär auftreten. Dies sind vor allem Benutzereingaben, aber auch Ereignisse, die programmatisch ausgelöst werden. Tritt nun eines solcher Ereignisse auf, wie beispielsweise *reset statistics*, so wird der entsprechende Programmteil, welcher in der event-Struktur enthalten ist, sofort ausgeführt.

Da manche dieser Fälle während ihrer Abarbeitung wiederum Eingaben vom Anwender verlangen, dürfen sie sich nicht in der Hauptschleife befinden, da sonst eine Verzögerung derjenigen Programmteile auftreten würde, die in jedem Zyklus in der case-Struktur abgearbeitet werden müssen. Um dies zu vermeiden, wurden

die entsprechenden Programmteile der event-Struktur in separate Schleifen ausgelagert.

Diese kleineren Schleifen werden durch Benachrichtigungen aktiviert, welche von der event-Struktur ausgelöst werden. So wird die Hauptschleife im Hintergrund weiterhin durchlaufen, auch wenn im Vordergrund eine Eingabeaufforderung auf den Benutzer wartet. Es ist damit eine Parallelisierung des Programms zustande gekommen, die ein störungsfreies Funktionieren der Regelung erlaubt.

4.4.1 Case-Struktur der Hauptschleife

Wie bereits erwähnt überprüft diese Struktur, ob der Schalter *start / stop* aktiviert ist. Ist dem nicht so, dann werden bloß die Werte für die Temperatur und die Ausgaben des Netzteils sowie der Status der MCA-Karte in jedem Zyklus der Hauptschleife aktualisiert.

Wird der Schalter aktiviert, so betritt das Programm den Regelkreis. In jedem Zyklus wird zuerst überprüft, welcher Modus gewählt ist, denn die weiteren Schritte hängen von diesem ab. Es soll hier darauf hingewiesen werden, dass die Regelung in den beiden Modi sich kaum unterscheiden. Es besteht bloß ein Unterschied bei den Logbucheinträgen, die den aktuellen Modus berücksichtigen. deshalb sollen die im Weiteren gemachten Angaben als für beide Modi geltend verstanden werden, es sei denn, es wird speziell auf den betreffenden Modus hingewiesen.

Nachdem der aktuelle Modus erfasst wurde, wird eine weitere case-Struktur betreten. Diese unterscheidet sechs Fälle, welche nacheinander durchlaufen werden. In jedem dieser Fälle werden die gleichen Schritte wie bei der nicht aktivierten Temperaturregelung durchgeführt, doch auch noch zusätzliche.

Bei Start einer Messung wird der Fall 0 betreten, in welchem die Startzeit registriert wird. Die nächsten drei Fälle, 1 bis 3, unterscheiden sich durch die Abweichung der aktuellen Isttemperatur vom Sollwert. Der Fall 3 tritt nur auf, wenn die Temperatur sich im Konfidenzintervall befindet, aber die Stabilisierungszeit noch nicht abgelaufen ist. Ist diese abgelaufen, so wird Fall 4 betreten, in welchem die Datenaufnahme eventuell gestartet wird und die Anhaltebedingungen überprüft werden. Ebenso werden die Statistikanzeige und das Histogramm aktiviert.

Tritt eine Störung auf und verlässt infolge dessen die Temperatur den gesetzten Konfidenzintervall, so werden die darunterliegenden Fälle in umgekehrter Reihenfolge durchlaufen. Wird dagegen eine der beiden möglichen Anhaltebedingungen erreicht, so wird der Fall 5 betreten. In diesem findet eine Speicherung der gesammelten Daten statt, welche unter anderen die PAC-Spektren enthalten. Im manuellen Modus wird anschließend die Temperaturregelung ausgeschaltet. Im

automatischen dagegen wird zuerst überprüft, ob weitere Messungen vorliegen, und die nächste eventuell gestartet.

4.4.2 Einige Beispiele aus der event-Struktur

Die event-Struktur kann als eine case-Struktur angesehen werden, deren Fälle bei Auftreten einer bestimmten Bedingung ausgeführt werden. Wie oft der Status dieser Bedingungen überprüft wird, hängt von dem gesetzten Timeout ab, welcher hier 100 ms beträgt. Passiert 100 ms lang nichts, so wird die Struktur geschlossen und die Hauptschleife kann zum nächsten Zyklus übergehen.

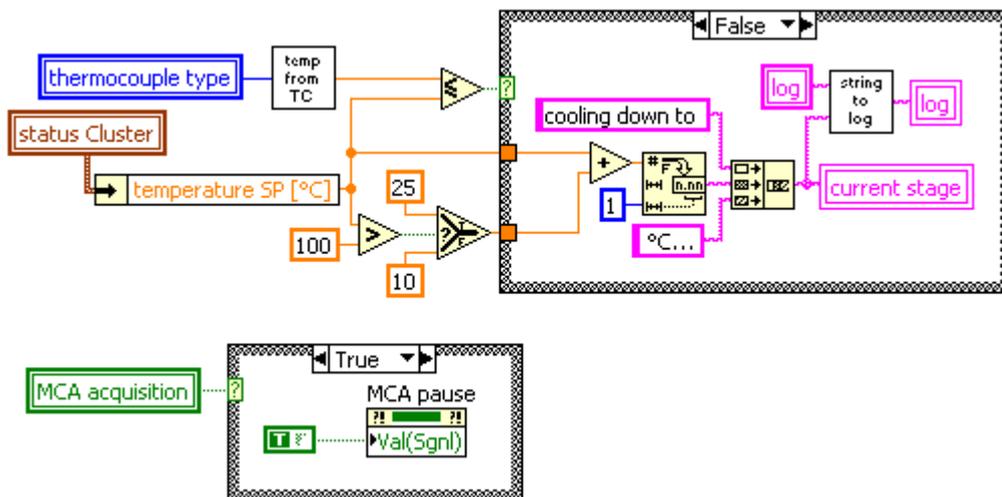


Abbildung 4.16: Der Übergang zu Fall 1. Die automatisierte Datenaufnahme wird pausiert und bei zu hoher Temperatur die entsprechende Anzeige ausgegeben.

An dieser Stelle sollen zwei Beispiele folgen, die die Funktionsweise dieser Struktur näher erläutern. Das erste Beispiel bezieht sich auf ein Ereignis, welches nicht vom Anwender, sondern programmatisch ausgelöst wird. Es geht um die Änderung des Wertes des gerade ausgeführten Falles, und konkret um den Übergang zum Fall 1. Dies kann entweder beim Start einer Messung, also vom Fall 0, oder bei einer großen Störung, also vom Fall 2 aus geschehen.

Ist die automatisierte Datenaufnahme aktiviert, so muss die Aufnahme beim Verlassen des Konfidenzintervalls pausiert werden (Abbildung 4.16). Ist dem nicht der Fall, so geschieht nichts, da der Benutzer ja volle Kontrolle über die Datenaufnahme hat. Es wird also der Wert der Variablen *MCA acquisition* überprüft und gegebenenfalls die Variable *MCA pause* auf wahr geschaltet.

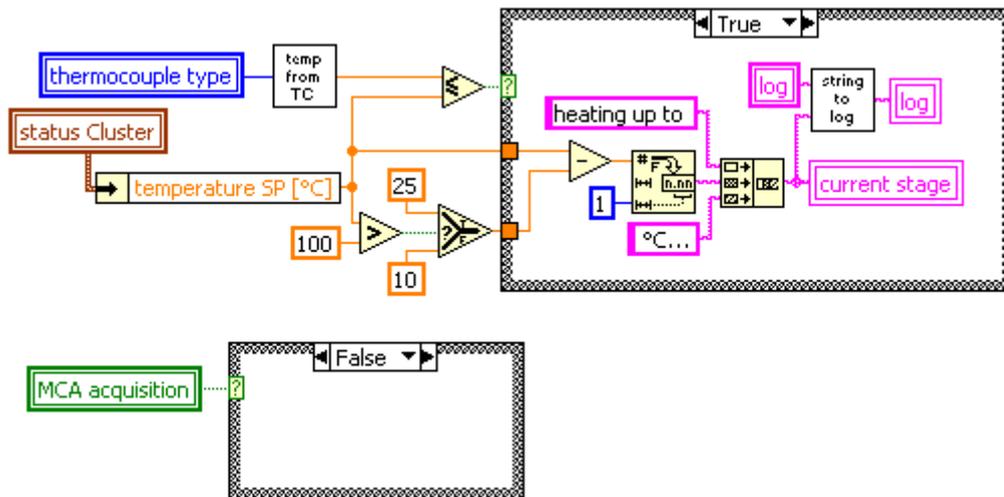


Abbildung 4.17: Hier ist die automatisierte Datenaufnahme deaktiviert. Die Temperatur ist dabei unterhalb des Sollwertes.

Zusätzlich wird der auf der Bedienoberfläche angezeigte Status der Regelung geändert. Es werden dabei ebenfalls zwei Fälle unterschieden. Stellt man sich einen Bereich um die gegebene Solltemperatur vor, so sollen seine Grenzen 25 °C entfernt um diesen liegen. Ist der Sollwert kleiner als 100 °C, so ist dieser Wert auf 10 °C zu verkleinern. Befindet sich nun die aktuelle Temperatur unterhalb der unteren Grenze (Abbildung 4.17), so wird die untere Grenze berechnet und folgende Meldung ausgegeben: „heating up to <untere Grenze> °C...“. Diese Meldung erscheint in der Statusanzeige der Registerkarte *PID status* und als Eintrag im Logbuch.

Ist dagegen die Temperatur nicht kleiner als die untere Grenze, so muss diese größer als die obere Grenze des Intervalls sein, denn das ist die Bedingung für das Auftreten des Falls 1. Es wird also die entsprechende Meldung ausgegeben: „cooling down to <obere Grenze> °C...“.

Im zweiten Beispiel wird ein Ereignis vorgestellt, welches vom Benutzer initiiert wird. Es geht um den Wechsel des Modus während der Laufzeit des Programms. Um einen versehentlichen Wechsel zu vermeiden, wird hier eine Aufforderung zur Bestätigung an den Benutzer gestellt. Gibt der Benutzer auf der Bedienoberfläche einen neuen Modus ein und bestätigt diesen mit *ok*, so wird der Wert der Variablen *mode?* geändert. Dies führt zum Verarbeiten des entsprechenden Ereignisses. Da aber eine weitere Abfrage folgt, die die Ausführung der gesamten Hauptschleife verzögern könnte, wird der eigentliche Programmteil, welcher durch dieses Ereignis aktiviert wird, in eine separate Schleife ausgelagert.

In der event-Struktur befindet sich in diesem Fall nur der Befehl, den alten Wert

der Variablen *mode?* in eine neue Variable *old mode* zu kopieren. Um die Nebenschleife zu aktivieren, wird eine Benachrichtigung an diese abgeschickt.

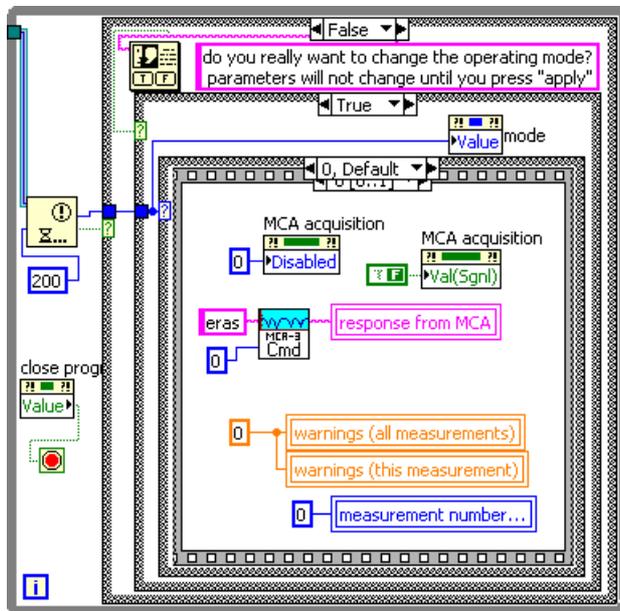


Abbildung 4.18: Die Datenerfassung wird beendet und freigeschaltet. Dabei werden alle Daten gelöscht.

Am Beispiel des manuellen Modus passiert folgendes (Abbildung 4.18). Zuerst wird die automatisierte Datenaufnahme, *MCA acquisition*, frei- und ausgeschaltet. Die Daten der MCA-Karte werden gelöscht und alle Warnungen zurückgesetzt. Ebenso wird die Nummer der Messung auf Null gesetzt. Anschließend wird die Registerkarte des manuellen Modus freigeschaltet, wobei die restlichen Karten gesperrt werden, und der ausgewählte Modus in das Logbuch geschrieben.

Diese Beispiele spiegeln die Funktionsweise aller Fälle in der event-Struktur. Es sind insgesamt 36 Fälle zu unterscheiden, wobei manche ausgegliedert wurden, andere aber in der Hauptschleife belassen wurden.

Wird nun das Programm terminiert, so werden gleichzeitig alle Nebenschleifen mit der Hauptschleife geschlossen und das Programm kann beendet werden.

Die Nebenschleife, welche mit der Hauptschleife gestartet wird, und auch mit dieser beendet wird, wartet in jedem Zyklus auf die Benachrichtigung, und zwar 200 ms lang. Tritt diese nicht ein, wird zum nächsten Zyklus übergegangen. Wird aber eine Benachrichtigung empfangen, so wird der Benutzer in einem Dialogfenster gefragt, ob nun wirklich der Modus gewechselt werden soll. Ist die Antwort Nein, so wird der ursprüngliche Modus in das Auswahlfenster geschrieben. Lautet die Antwort dagegen Ja, so werden die bei einem Wechsel nötigen Schritte ergriffen. Am Bei-

5. Bestimmung der Temperaturverteilung und geeigneter PID-Parameter

Mit Hilfe des im letzten Kapitel vorgestellten Programms lässt sich der Betrieb des Hochtemperaturofens problemlos kontrollieren. Doch um das erwünschte stabile Verhalten des Temperaturverlaufs in jedem Arbeitsbereich des Ofens zu erhalten, bedarf es noch der richtigen Regelungsparameter. In diesem Kapitel werden einführend einige Verfahren gezeigt, nach denen sich die Parameter bestimmen lassen. Anschließend werden die Ergebnisse vorgestellt.

Nachdem nun jede erwünschte Temperatur eingestellt und stabil gehalten werden kann, stellt sich die Frage, wie die Temperaturverteilung im Graphitheizer aussieht. Denn die eingestellte Temperatur herrscht nur am Ort des Thermoelements. Da aber dieses keinen direkten Kontakt mit der untersuchten Probe hat, ist es wichtig zu wissen, ob und in welchem Maße es einen Temperaturunterschied gibt. Mit dieser Frage beschäftigt sich der zweite Teil dieses Kapitels.

5.1 Methoden zur Auffindung geeigneter Regelparameter

Unterschiedliche Optimierungsverfahren werden primär nach ihrer Eignung zum Einsatz bei bestimmten Regelstrecken unterschieden. So gibt es Verfahren, die eher bei schnellen Regelstrecken ihren Einsatz finden, da sonst die Einstellung zu viel Zeit in Anspruch nehmen würde. Es gibt andererseits auch Verfahren, die bei langsamen Strecken vorzuziehen sind.

Es sind folgende Methoden zum Einsatz gekommen:

- Schwingungsmethode nach Ziegler und Nichols
- Empirische Methode
- Streckensprungantwort nach Chien, Hrones und Reswick
- Bestimmung der Anstiegsgeschwindigkeit

Die in unserem Fall vorliegende Regelstrecke zeigt, insbesondere bei Temperaturen oberhalb 400 °C, ein schnelles Verhalten. Für diesen Temperaturbereich eignen sich die beiden erstgenannten Methoden. Darunter aber ist das Verhalten träge und die Strecke langsam. Es werden also im Folgenden zwei Verfahren vorgestellt, je eines für schnelle und eines für langsame Strecken, die bei der Auffindung der Parameter hauptsächlich benutzt wurden. Das zuerst vorgestellte Verfahren ist die Schwingungsmethode. Das zweite Verfahren orientiert sich nach der Anstiegsgeschwindigkeit.

Es muss noch erklärt werden, wieso überhaupt alle in der oberen Liste erwähnten Methoden zu Einsatz kamen. Ich muss gestehen, dass ich viele Schwierigkeiten mit der Einstellung des Regelkreises hatte. Zur Erinnerung soll hier noch einmal die Gleichung für den PID-Regler vorgeführt werden:

$$\Delta y = \frac{100\%}{X_p} \cdot \left(e + \frac{1}{T_n} \int e dt - T_v \cdot \frac{dx}{dt} \right).$$

Da das Regelungsprogramm nicht kontinuierlich, sondern diskret arbeitet, wird diese Gleichung an die gegebenen Verhältnisse angepasst:

$$\Delta y = \frac{100\%}{X_p} \cdot \left(e + \frac{\Delta t}{T_n} \sum_i e_i - \frac{T_v}{\Delta t} \cdot \Delta x \right).$$

Die Integration wurde in eine Summe über die in jedem Zyklus vorhandene Regelabweichung umgewandelt und bei der Differentiation wird die Änderung des Istwertes bezüglich des vorangegangenen Zyklus bestimmt. Die Zeit, auf welche sich diese Gleichung bezieht, ist die in früheren Kapiteln bereits oft vorgekommene Abtastzeit des gesamten Kreises, welche 1,2 s beträgt.

Die durch verschiedene Verfahren bestimmten Parameter T_n und T_v beziehen sich also immer auf diese Abtastzeit, woraus sich dann der Reglerstellgrad bestimmt. Leider ist mir dieser Zusammenhang erst sehr spät aufgefallen, weshalb über längere Zeit für Δt ein Wert von 0,1 s benutzt wurde. Im Programm wird dieser Wert *calling interval* genannt, da mit dieser Periodendauer die Reglerfunktion ausgeführt wird. Ich habe diese Zeit nur als ein Geschwindigkeitsmaß für den Regelungsalgorithmus angesehen, weshalb 100 ms mir als angemessen erschienen.

So wurden die Parameter immer noch richtig bestimmt, doch beim Einsatz konnten sie sich nicht bewähren, da Δt falsch eingestellt war und somit der Reglerstellgrad auch. Aus diesem Grund habe ich alle Verfahren ausprobiert, in der Hoffnung, dass das Scheitern des einen zum Erfolg des anderen führen würde.

Nachdem die richtige Abtastzeit gefunden und übernommen wurde, funktionierten auch die Methoden, die demnächst vorgestellt werden. Es muss wohl nicht erwähnt werden, wie zufriedenstellend das war.

Beachtung sollte man der Tatsache schenken, dass die Einstellung des Regelkreises immer unter Realbedingungen zu geschehen hat. Konkret bedeutet dies, dass der Heizer nicht leer sein darf, sondern mit einem der bei PAC-Messungen eingesetzten Probenhalter bestückt sein muss. Da jeder der Probenhalter ein anderes Temperaturverhalten aufweist, muss auch für jeden einzelnen ein Satz von geeigneten Parametern bestimmt werden. Ob wirklich eine Probe vorhanden ist oder nicht, ist nicht relevant, da diese klein genug sind, um das Temperaturverhalten des Probenhalters nicht zu verändern.

Die verwendeten Probenhalter sind Quarzglasampullen, welche bei Pulverproben und zu schmelzenden Proben eingesetzt werden, und ein Macor-Probenhalter, welcher bei einkristallinen Proben benutzt wird. Da Macor ab einer Temperatur von 800 °C nicht mehr einsetzbar ist, wird anstatt dessen ein Quarzglasprobenhalter verwendet. Details dazu findet man in [Are10].

5.1.1 Schwingungsmethode nach Ziegler und Nichols

Dieses Verfahren wird bei schnellen Regelstrecken eingesetzt. Dabei wird der Kreis bewusst instabil gemacht. Zuerst wird der Regler auf P-Struktur umgeschaltet und ein relativ großes X_P gewählt. Nun wird ein Sollwert vorgegeben, der im späteren Arbeitsbereich liegt.

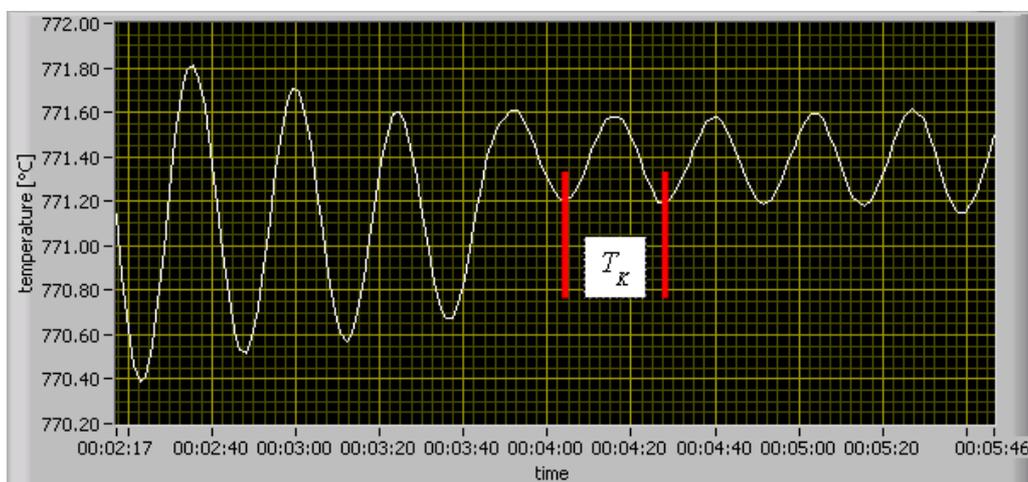


Abbildung 5.1: *Beim kritischen Wert von X_P schwingt der Istwert mit konstanter Amplitude. Hier wird die kritische Periodendauer T_K bestimmt.*

Der Istwert erreicht nach einer kurzen Schwingung seinen Endwert, welcher unterhalb des Sollwertes liegt, da hier nur der P-Regler verwendet wird. Anschlie-

ßend wird X_p schrittweise verkleinert, bis der Istwert periodisch unterhalb des Sollwertes schwingt. Das dafür nötige X_p muss möglichst genau bestimmt werden, was zu einer kleinen Schrittweite führt. Deshalb ist diese Methode nicht für langsame Regelstrecken geeignet. Nachdem der kritische Wert X_{pK} gefunden wurde, muss noch die Schwingungsperiode T_K bestimmt werden (Abbildung 5.1).

Diese beiden Kenngrößen benutzt man letztendlich, um die Regelparameter aufzufinden. Für die PID-Struktur gilt folgender Zusammenhang:

$$X_p = X_{pK} / 0,6 ; T_n = 0,5 \cdot T_K ; T_v = 0,125 \cdot T_K .$$

5.1.2 Verfahren nach der Anstiegsgeschwindigkeit

Hat man eine langsame Strecke gegeben, so kann man aus der Anstiegsgeschwindigkeit geeignete Parameter erhalten. Dafür muss aber die Strecke mindestens zweiter Ordnung sein, was aber in unserem Fall gegeben ist. Dabei wird ein Stellgradsprung auf die Strecke gegeben und der Verlauf des Istwertes aufgenommen.

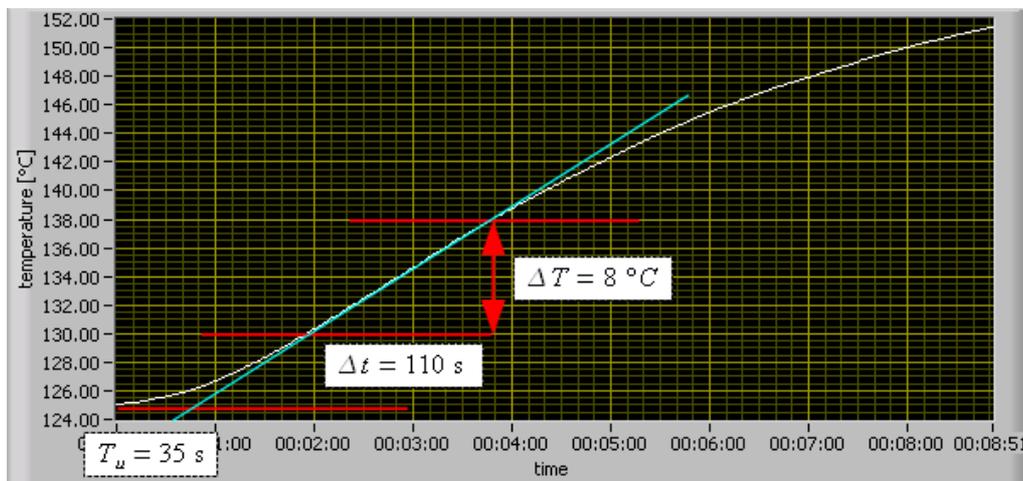


Abbildung 5.2: Die nötigen Kenngrößen werden aus der Sprungantwort ermittelt. Dabei wurde ein Sprung von 0,2 V bei einem Stellbereich von 1 V aufgegeben.

Aus der Aufnahme der Sprungantwort muss man zwei Kenngrößen extrahieren: die bereits bekannte Verzugszeit T_u und die maximale Steilheit des Istwertanstiegs (Abbildung 5.2). Da man nur am Maximalwert der Steigung der Regelgröße interessiert ist reicht es, den Verlauf lediglich bis zu diesem Punkt aufzunehmen. Deshalb kann dieses Verfahren sogar bei langsamen Regelstrecken

zeitsparend angewendet werden.

Hat man die beiden Kenngrößen ermittelt, so muss man diese in folgende Gleichungen einsetzen:

$$X_p = 0,83 \cdot V_{max} \cdot T_u \cdot y_H / \Delta y ; T_n = 2 \cdot T_u ; T_v = 0,5 \cdot T_u .$$

Dabei ist V_{max} die ermittelte maximale Steigung des Istwertverlaufs, y_H der maximale zur Verfügung stehende Stellgradbereich und Δy der Stellgradsprung.

5.2 Ergebnisse

Unabhängig von dem dabei angewandten Verfahren wurde folgende Strategie bei der Bestimmung der Parameter verfolgt. Zuallererst muss eine Kennlinie ermittelt werden, welche die Abhängigkeit der Temperatur von der eingestellten Spannung aufzeigt. Gleichzeitig wird auch die entsprechende Stromstärke aufgezeichnet. Dabei müssen alle Ausgleichsvorgänge abgewartet werden, was insbesondere bei Temperaturen unterhalb 200 °C sehr langsam geschieht. Diese Kennlinie dient dazu, den Spannungswert abzuschätzen, bei welchem eine erwünschte Temperatur eingestellt wird.

Anschließend muss eine geeignete Größe für den Arbeitsbereich gewählt werden. An jedem angesteuerten Punkt dieses Bereiches sollen dieselben Parameter ein zufriedenstellendes Ergebnis liefern. Wählt man diesen zu groß, so wird das Regelverhalten an einem der Ränder des Bereiches schlechter. Wählt man diesen zu klein, so muss man unnötig viele Parametersätze auffinden. Bei der Einstellung habe ich mich für einen Arbeitsbereich von 50 °C entschieden, was sich im Nachhinein als optimal erwiesen hat.

Nun wird der ganze Sollwertbereich in Arbeitsbereiche unterteilt, welche durch ihren Mittelwert definiert sind. So gehören zu Bereich 350 °C Temperaturen von 325 °C bis 375 °C. Aus der Kennlinie wird die Spannung bestimmt, welche einer Temperatur von 350 °C entspricht, beispielsweise 2,3 V.

Ein weiterer wichtiger Schritt ist die Auswahl der Größe des absoluten Stellgrades. Um wie viel soll die Spannung in einem gegebenen Arbeitsbereich variiert werden können? Diese Frage ist genau so zu beantworten, wie die zur Größe des Arbeitsbereiches. Erlaubt man eine zu große Variation, so läuft man Gefahr, den Kreis zu destabilisieren. Schränkt man diese zu sehr ein, so wird der Aufheiz- oder Abkühlvorgang zu lange dauern. Es wurde ein Wert von 0,5 V für optimal empfunden. Um den obigen Beispiel zu folgen, kann die Spannung bei dem Arbeitsbereich von 350 °C von 1,8 bis 2,8 V variiert werden.

Diesem Prinzip folgend wurde für die oben erwähnten Probenhalter Parameter-

sätze gefunden, die unter Vakuum zufriedenstellende Regelungsergebnisse liefern. Diese wurden in Textdateien gespeichert, die automatisch vom Betriebsprogramm geladen werden. Ein beispielhafter Temperaturverlauf einer typischen Messreihe ist in der Abbildung 5.3 dargestellt. Dabei wurde versucht, alle möglichen Situationen einzubeziehen: große und kleine Temperatursprünge, Aufheiz- und Abkühlvorgänge.

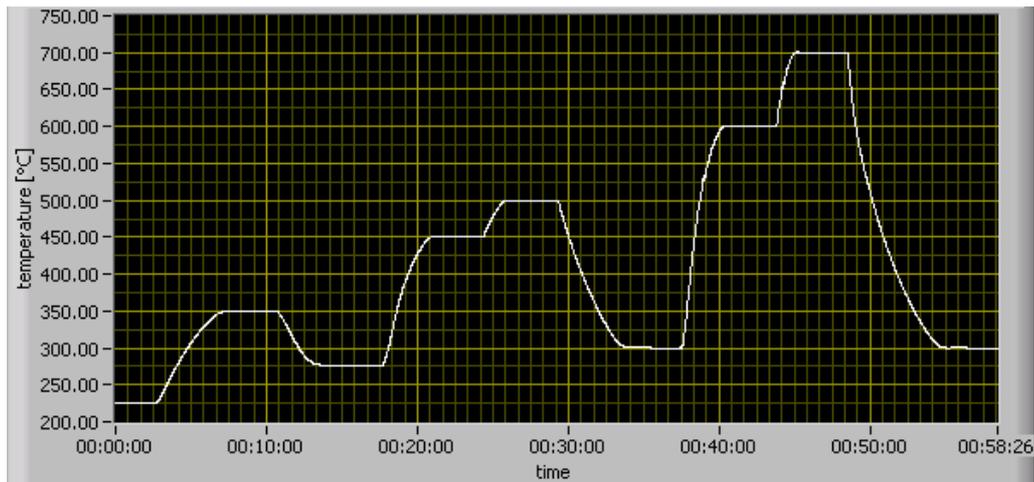


Abbildung 5.3: Die Regelgüte wird anhand eines typischen Temperaturverlaufs dargestellt. Es wurde dabei der Macor-Probenhalter eingesetzt.

5.3 Temperaturverteilung im Graphitheizer

Wie eingangs erwähnt wurde, ist es wichtig, die räumliche Temperaturverteilung im Graphitheizer zu kennen. Einerseits will man dadurch eventuelle Temperaturgradienten entlang der Probe feststellen, andererseits kann man so die unterschiedlichen Positionen der Probe und des regelnden Thermoelements berücksichtigen. Hier soll nur auf die axiale Temperaturverteilung eingegangen werden. Anisotropien in der radialen Verteilung werden im Detail in [Are10] behandelt.

Um die Verteilung entlang der Heizerachse untersuchen zu können, wurden gleichzeitig zwei Thermoelemente (TE) verwendet. Das untere Thermoelement, welches fest im Ofen montiert ist, hat die Regelung übernommen. Das obere wurde bei jedem Messschritt entlang der Achse auf eine neue Position gesetzt.

In einer ersten Versuchsreihe wurde die Temperatur über das untere TE auf 700 °C geregelt und die vom oberen TE gemessene gegen seine Höhe im Heizer aufgetragen. Da das obere TE bei diesen Messungen die Heizerwand berührt hat, entstand die Befürchtung, dass dadurch eine größere Diskrepanz zur tatsächlichen Proben-temperatur an dieser Stelle entstehen würde. Deshalb wurde die Versuchsreihe

noch zwei Mal wiederholt. Zuerst wurde ein Quarzglasröhrchen in den Heizer gebracht, was ähnliche Bedingungen wie bei einer Messung mit Quarzglasampullen herstellen sollte. Anschließend wurde das Röhrchen entfernt, dem oberen TE aber eine Führung aus Macor aufgesetzt.

Diese Versuchsreihen haben gezeigt, dass die dabei entstehenden Unterschiede zu vernachlässigen sind. So konnte man weitere Messungen ohne zusätzliche Maßnahmen durchführen. Es konnte allerdings eine zunächst verwunderliche Tatsache beobachtet werden. Bei der gleichen Höhe des unteren und oberen TE im Heizer lag ein Temperaturunterschied von etwa 50 °C vor. Dies konnten wir durch die unterschiedliche thermische Kopplung der beiden TE erklären. Das untere hat Kontakt zu den Elektroden, welche aktiv gekühlt werden. Das oberer andererseits leitet seine Wärme an die obere Durchführung. Diese wird allerdings nicht gekühlt und wärmt sich im Betrieb auf.

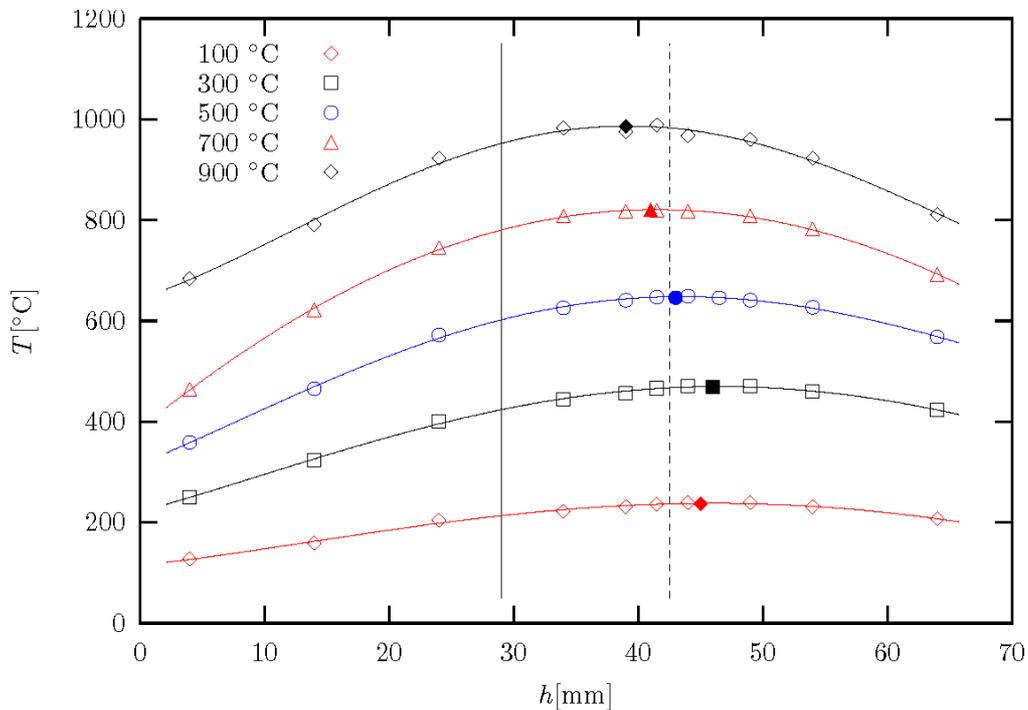


Abbildung 5.4: Die Temperaturgradienten entlang der Heizerachse. Die gefüllten Symbole repräsentieren die Maxima der Verläufe. Die durchgezogene Linie zeigt die Probenposition bei Verwendung der Quarzglasampulle, die gestrichelte bei Einsatz des Macor-Probenhalters. Die Höhenskala fängt dabei an der unteren Stufe des Heizerprofils an. (Quelle: [Are10])

Folgend wurden Temperaturprofile von 100 °C bis 900 °C in Schritten von 200 °C aufgenommen. Das dabei entstehende Bild (Abbildung 5.4) zeigt Temperatur-

gradienten im gesamten Messbereich auf. Dabei sind diese bei höheren Temperaturen ausgeprägter als bei niedrigeren. Somit wäre es wünschenswert, die Proben am Maximum dieser Verteilungen, und damit im Bereich des geringsten Gradienten, zu positionieren. Dies ist aus zwei Gründen nicht möglich. Zum einen befinden sich die Maxima je nach angeregter Temperatur an unterschiedlichen Stellen des Heizers. zum anderen wird die Position der Probe im Heizer vom verwendeten Probenhalter bestimmt. Werden einkristalline Proben eingesetzt, so ist die bestimmende Größe die Länge des Probenhalters. Werden Glasampullen benutzt, so hängt die Position der Probe von der Höhe des unteren Thermoelements, auf welchem die Ampulle sitzt. Trotz dieser Umstände weisen die so erhaltenen Probenpositionen einen genügend flachen Temperaturverlauf auf.

Nachdem die Frage nach der Temperaturverteilung im Heizer geklärt ist, bleibt nur noch eine letzte übrig. Wie bestimmt man den Temperaturunterschied zwischen der Probe und dem Thermoelement? Im Falle des Probenhalters ist die Antwort recht einfach zu finden. Da das Thermoelement von oben durch den Halter bis an die Probe herangeführt wird, nimmt man an, dies wäre auch die tatsächliche Temperatur in der Probe.

Im Falle der Glasampulle gestaltet sich die Frage ein wenig komplizierter. Durch den Boden der Ampulle, an welchem sich die Probe normalerweise befindet, entsteht ein Höhenunterschied, welcher berücksichtigt werden muss. Zu diesen Zwecken wurde eine weitere Messreihe durchgeführt, in welcher man das obere Thermoelement in eine Ampulle einführte und mit dem unteren Temperaturen von 50 °C bis 1100 °C anregelte. Dazu wurde eine oben offen gelassene Ampulle verwendet. Die Ergebnisse dieser Messungen lassen sich in zwei Funktionen darstellen [Are10]. Die erste für den Bereich ab 200 °C lautet:

$$T_{\text{Amp}} = 0,884(6) \cdot T_{\text{Soll}} + 129(4)^\circ\text{C} .$$

Die zweite für Temperaturen bis 200 °C lautet:

$$T_{\text{Amp}} = -3,6(8) \cdot 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1} \cdot T_{\text{Soll}}^2 + 2,3(2) \cdot T_{\text{Soll}} + 12(9)^\circ\text{C} .$$

Um diese Zusammenhänge auf ein noch festeres Fundament zu stellen, wurden Schmelzmessungen mit drei unterschiedlichen Materialien durchgeführt, welche das oben dargelegte Bild nur bestätigen konnten [Are10].

Somit kann man bei zukünftigen Messungen mit Glasampullen die wirklich in der Probe vorherrschende Temperatur bestimmen, oder umgekehrt die Solltemperatur so einstellen, dass in der Probe die gewünschte Temperatur besteht.

6. PAC-Theorie und Detektoraufbau

Die Methode der gestörten γ - γ -Winkelkorrelation (Perturbed Angular Correlation, PAC) wird zur Untersuchung elektrischer und magnetischer Felder auf lokaler Ebene in Festkörpern eingesetzt. Hierzu werden die als Sonden agierenden radioaktiven Kerne in das Kristallgitter des Festkörpers eingebracht. Um die PAC-Methode anwenden zu können, müssen diese Kerne mittels einer γ - γ -Kaskade in den Grundzustand übergehen. Außerdem sollten diese Sonden, je nach Anwendungsfall, ein möglichst großes magnetisches Dipolmoment oder elektrisches Quadrupolmoment im Zwischenniveau der Kaskade aufweisen. Dadurch wird die Beobachtung der am Sondenort herrschenden elektromagnetischen Felder wesentlich erleichtert.

Die hier dargestellten Zusammenhänge beruhen zum großen Teil auf den Darlegungen in [Sie68]. Eine gute Übersicht über die Methode bietet [Sch10].

6.1 Der Sondenkern ^{111}In

Alle im Rahmen dieser Diplomarbeit getätigten Untersuchungen mittels der PAC-Methode wurden mit der Sonde ^{111}In durchgeführt. An dieser Stelle soll ein kurzer Überblick über die hier vorliegenden Energieniveaus und Zerfallsdaten verhelfen, weitere Betrachtungen in diesem Kapitel auf ein weniger abstraktes Fundament zu stellen. So werden sich alle folgend aufgeführten Beispiele auf die speziellen Eigenschaften dieser Sonde beziehen.

Das Isotop ^{111}In zerfällt über Elektroneneinfang (Electron Capture, EC) zu ^{111}Cd . Die für die PAC-Methode relevante γ - γ -Kaskade findet anschließend in diesem Kern statt. In dem in Abbildung 6.1 gezeigten partiellen Zerfallsschema sind die wichtigsten Eckdaten aufgeführt.

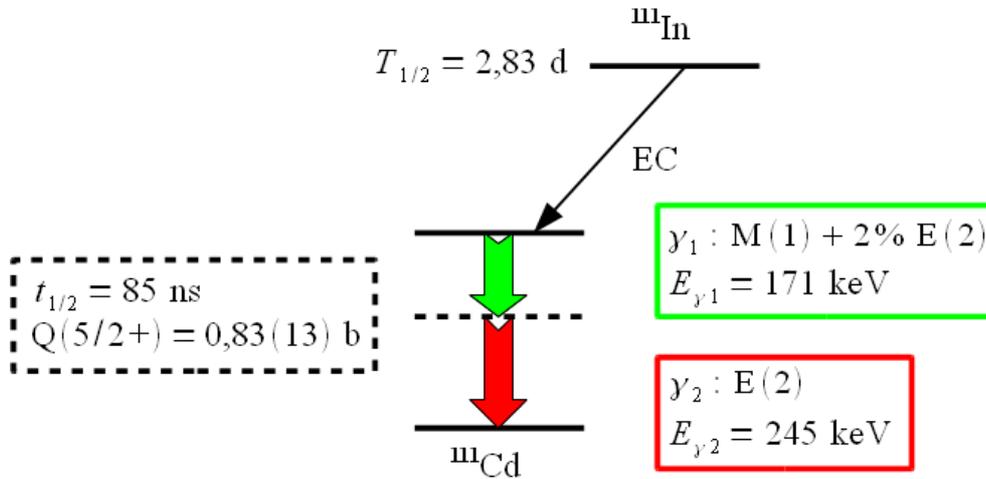


Abbildung 6.1: Partielles Zerfallsschema von ^{111}In . Die wichtigsten Daten sind angegeben (nach [Sch10]).

6.2 Die ungestörte γ - γ -Winkelkorrelation

Geht ein angeregter Atomkern vom Anfangszustand mit den Quantenzahlen (I_i , M_i , π_i) in den Endzustand mit den Quantenzahlen (I_f , M_f , π_f) unter Aussendung von γ -Strahlung über, so hat das so emittierte Photon ebenfalls wohldefinierte Quantenzahlen (l , m , π). Dabei gelten folgende Erhaltungssätze für Energie, Drehimpuls und Parität:

$$E_i = E_f + \hbar\omega \quad ; \quad \vec{I}_i = \vec{I}_f + \vec{l} \quad ; \quad \pi_i = \pi_f \cdot \pi$$

Bleibt man im Strahlungsbild, so lässt sich die bei diesem Übergang entstehende elektromagnetische Strahlung durch Multipolfelder beschreiben. Die so gefundenen Lösungen stellen Schwingungsfelder für elektrische und magnetische 2^l -Pole dar. Bei gleicher Ordnung sind magnetische gegenüber elektrischen Übergängen im Allgemeinen unterdrückt. Dies führt dazu, dass $M(l+1)$ gegenüber $E(l)$ zu vernachlässigen ist. Hat man aber $M(l)$ und $E(l+1)$ vorliegen, so sind diese häufig von vergleichbarer Stärke und ergeben somit gemischte Strahlungsfelder.

Dies kann man auch am Beispiel der γ - γ -Kaskade von ^{111}Cd beobachten. Unter Beachtung der Drehimpulsauswahlregel

$$l = I_i + I_f, \dots, |I_i - I_f|$$

und der Beziehung für die Parität von Multipolfeldern

$$E(l): \pi = (-1)^l \quad \text{und} \quad M(l): \pi = (-1)^{l+1}$$

erhält man für den ersten Übergang $M(1)$ und $E(2)$. Für den zweiten Übergang

ergibt sich entsprechend E(2) und M(3), wobei M(3) gegenüber E(2) zu vernachlässigen ist. In beiden Fällen wurden nur die zwei niedrigsten Ordnungen aufgeführt. Dieses Ergebnis wird auch beobachtet. Die Beimischung des E(2)-Feldes beträgt 2 % der Gesamtintensität.

Je nach Ordnung der Pole weist die Strahlung unterschiedliche Winkelverteilungen bezüglich der Richtung des Kernspins auf. Die Emissionswahrscheinlichkeit eines γ -Quants ist also vom Winkel zwischen dem Kernspin und der Emissionsrichtung abhängig, was sich in der Ausstrahlcharakteristik des jeweiligen Überganges äußert. Will man nun die Winkelverteilung eines γ -Überganges aufnehmen, so braucht man dafür ein Ensemble von ausgerichteten Kernspins der zu untersuchenden Substanz. Dies ist aber nicht ohne weiteres zu bewerkstelligen, denn im Normalfall sind die Orientierungen der Kernspins einer gegebenen radioaktiven Probe statistisch verteilt. Bei Beobachtung der Ausstrahlcharakteristik dieser Probe erhält man unweigerlich eine isotrope Verteilung.

Eine Anisotropie der Emissionswahrscheinlichkeit kann also nur bei Auswahl eines präparierten Kernspinensembles beobachtet werden. Den Ausweg aus dieser Problematik liefert die Verwendung radioaktiver Substanzen, die mittels einer γ - γ -Kaskade zerfallen. Darauf basiert die Technik der γ - γ -Winkelkorrelation. Das Prinzip dieser Methode ist in der Abbildung 6.2 dargestellt.

Ein Kern im Anfangszustand E_i mit den Quantenzahlen (I_i, M_i, π_i) zerfällt unter Aussendung eines γ -Quants in den Zwischenzustand E mit den Quantenzahlen (I, M, π) . Dieser Zustand wiederum geht nach einer gewissen Lebensdauer in den niedrigeren Zustand E_f mit den Quantenzahlen (I_f, M_f, π_f) über, ebenfalls mittels eines γ -Überganges. Die beiden Strahlungsübergänge werden dabei durch Multipolfelder beschrieben. Im Falle gemischter Übergänge liegen Felder der Ordnung l_1 und l_1' für γ_1 und der Ordnung l_2 und l_2' für γ_2 vor.

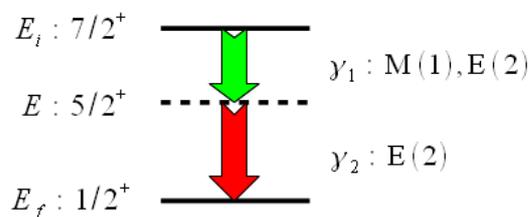


Abbildung 6.2: Die γ - γ -Kaskade in ^{111}In .

Die Detektion erfolgt im einfachsten Fall durch zwei Detektoren (Abbildung 6.3). Registriert nun einer der Detektoren γ_1 , so ist die Besetzung der M-Unterstufen des Zwischenniveaus bezüglich der Emissionsrichtung von γ_1 nicht gleich wahrscheinlich. Die auftretende Populationsverteilung wird Alignment genannt. Diese Ausrichtung der Unterzustände hat nun zur Folge, dass die Emission von γ_2 bezogen auf die Emissionsrichtung von γ_1 , also auf die Richtung zum ersten Detektor, nicht mehr gleich wahrscheinlich ist, sondern von dem zwischen den beiden Richtungen eingeschlossenen Winkel abhängt. Dabei ist es wichtig, den Bezug zwischen den beiden γ -Quanten nicht zu verlieren, denn nur so kann eine

Auswahl nicht isotrop verteilter Kernspinorientierungen aufrecht erhalten werden. Die Beobachtung von γ_1 und γ_2 muss also koinzident geschehen, damit sichergestellt werden kann, dass sie aus demselben Kern stammen.

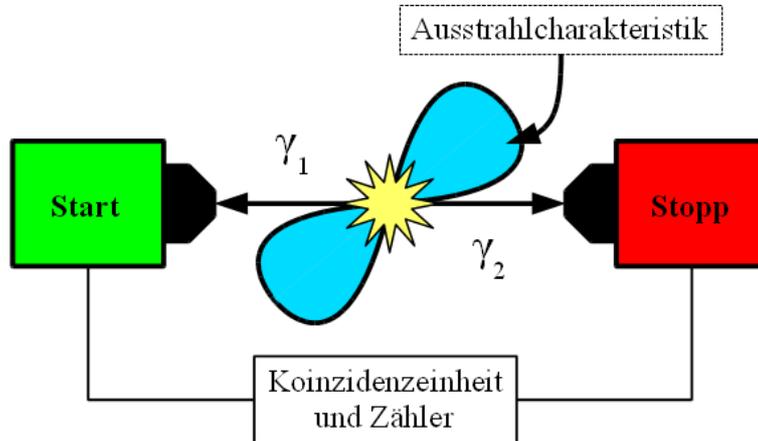


Abbildung 6.3: Die Aufnahme der Ausstrahlcharakteristik von γ_2 mittels der Koinzidenztechnik.

Um die Winkelkorrelation, die zwischen den beiden γ -Quanten in Erscheinung tritt, zu beschreiben, geht man von den Übergangsamplituden

$$\langle I, M, \vec{k}_1, \sigma_1 | H_1 | I_i, M_i \rangle \text{ und } \langle I_f, M_f, \vec{k}_2, \sigma_2 | H_2 | I, M \rangle$$

aus, die beim Übergang vom Anfangszustand E_i zum Zwischenzustand E und von diesem zum Endzustand E_f auftreten. Dabei sind \vec{k}_i die Richtungsvektoren der Emission der beiden Quanten und σ_i die entsprechenden Polarisationen. Die Wechselwirkungsoperatoren werden durch H_i dargestellt. Da hier vor allem die magnetischen Quantenzahlen von Interesse sind, werden die Übergangsamplituden durch die etwas kürzere Schreibweise

$$\langle M | H_1 | M_i \rangle \text{ und } \langle M_f | H_2 | M \rangle$$

beschrieben. So erhält man für die Winkelkorrelationsfunktion den Ausdruck

$$W(\vec{k}_1, \vec{k}_2) = \sum_{M_i, M_f, \sigma_1, \sigma_2} \left| \sum_M \langle M_f | H_2 | M \rangle \langle M | H_1 | M_i \rangle \right|^2.$$

Über den Zwischenzustand M wurde kohärent summiert, da dieser nicht beobachtet wird. Der Anfangs- und der Endzustand sowie die Polarisationen können im Prinzip beobachtet werden. Über diese wurde inkohärent summiert. Führt man die Berechnung der Matrixelemente und die Summation aus, so nimmt die Winkelkorrelation folgende Form an:

$$W(\vec{k}_1, \vec{k}_2) = W(\theta) = \sum_{k=0}^{k_{\max}} A_{kk} P_k(\cos\theta).$$

P_k stellen Legendre-Polynome dar. θ ist der Winkel zwischen den beiden Richtungsvektoren von γ_1 und γ_2 . Der Laufindex k , der in dem hier betrachteten Fall nur gerade Werte annehmen kann, ist nach oben durch folgende Bedingung beschränkt:

$$0 \leq k \leq \min[2I, \max(2l_1, 2l'_1), \max(2l_2, 2l'_2)].$$

In der oben dargestellten Form ist die Winkelkorrelationsfunktion bereits normalisiert. In dieser Normalform gilt $A_{00} = 1$, so dass man mit $P_0(\cos\theta) = 1$ auch schreiben kann:

$$W(\theta) = 1 + \sum_{k=2, \text{gerade}}^{k_{\max}} A_{kk} P_k(\cos\theta).$$

Die Koeffizienten A_{kk} lassen sich faktorisieren, wobei jeder der beiden Faktoren nur von einem Übergang bestimmt wird: $A_{kk} = A_k(1)A_k(2)$. Wie man diese Koeffizienten berechnen kann, soll hier am Beispiel unserer Kaskade demonstriert werden. Nach der oben angegebenen Beschränkung für den Laufindex k ergibt sich $k_{\max} = 4$. Die benötigten Legendre-Polynome lauten also:

$$P_2 = \frac{1}{2} (3 \cos^2(\theta) - 1) \text{ und } P_4 = \frac{1}{8} (35 \cos^4(\theta) - 30 \cos^2(\theta) + 3).$$

Die Koeffizienten A_{kk} lassen sich aus den so genannten F-Koeffizienten berechnen. Diese sind tabellarisiert und lassen sich nachschlagen. Bei der Berechnung muss man aber zwischen den beiden Fällen der reinen und gemischten Übergänge unterscheiden. In unserem Fall ist der erste γ -Übergang gemischt, M(1) mit 2 % E(2), und der zweite rein, E(2). So gilt für den zweiten Übergang: $A_k(2) = A_k(l_2 l_2 I_f I) = F_k(l_2 l_2 I_f I)$. Der Koeffizient des ersten Übergangs lässt sich nach folgender Beziehung bestimmen:

$$A_k(1) = A_k(l_1 l_1 I_i I) = \frac{F_k(l_1 l_1 I_i I) + 2 \delta_1(\gamma) F_k(l_1 l'_1 I_i I) + \delta_1^2(\gamma) F_k(l'_1 l'_1 I_i I)}{1 + \delta_1^2(\gamma)}.$$

Dabei bedeutet $\delta_1(\gamma)$ das Amplituden- und $\delta_1^2(\gamma)$ entsprechend das Intensitätenmischungsverhältnis. Für das letztere gilt in diesem Fall $\delta_1^2(\gamma) = 0,021$, was zu $\delta_1(\gamma) = 0,145$ führt. In der unten stehenden Tabelle sind die F-Koeffizienten angegeben.

| l | l' | I' | I | $F(k=2)$ | $F(k=4)$ |
|-----|------|------|-----|----------|----------|
| 1 | 1 | 7/2 | 5/2 | 0,134 | 0 |
| 1 | 2 | 7/2 | 5/2 | 0,694 | 0 |
| 2 | 2 | 7/2 | 5/2 | 0,325 | 0,118 |
| 2 | 2 | 1/2 | 5/2 | -0,535 | -0,617 |

Tabelle 6.1: Die F -Koeffizienten, abhängig von k , sind in den letzten beiden Spalten zu sehen. Diese hängen von der Multipolarität der emittierten Strahlung und den Kernspins der beteiligten Niveaus ab ([Sie68]).

Für die Koeffizienten A_{kk} ergeben sich somit folgende Werte:

$$A_{22} = -0,1789 \text{ und } A_{44} = -0,0015 .$$

Daraus folgt für die Winkelkorrelationsfunktion:

$$W(\theta) = \frac{35}{8} A_{44} \cos^4(\theta) + \left(\frac{3}{2} A_{22} - \frac{30}{8} A_{44} \right) \cos^2(\theta) + \left(1 - \frac{1}{2} A_{22} + \frac{3}{8} A_{44} \right) .$$

Will man die Anisotropie der Winkelkorrelation ausrechnen, so braucht man die Werte für $\theta = 90^\circ, 180^\circ$. Diese berechnen sich zu: $W(90^\circ) = 1,0889$ und $W(180^\circ) = 0,8196$. Das ergibt für die ungestörte maximale Anisotropie:

$$A = \frac{W(180^\circ) - W(90^\circ)}{W(90^\circ)} = -0,2474 .$$

Die oben dargestellten Berechnungen sind eine Idealisierung des vorliegenden Sachverhalts. Im Normalfall muss mit einer Abschwächung der Strahlung gerechnet werden. Ebenso muss die Form und der Abstand der Detektoren berücksichtigt und Raumwinkelkorrekturen vorgenommen werden. Dies wird durch Einbeziehen der Abschwächungskoeffizienten Q_k erreicht. Somit ergibt sich bei Messungen immer eine geringere Anisotropie als die maximale, die oben berechnet wurde.

Die bisherigen Betrachtungen gingen davon aus, dass keine Umbesetzung der M-Unterszustände des Zwischenniveaus stattfindet. Da aber dieses immer eine gewisse Lebensdauer hat, können Störungen und infolgedessen auch Umverteilungen der M-Unterszustände auftreten. Damit beschäftigt sich der nächste Abschnitt.

6.3 Gestörte γ - γ -Winkelkorrelation

Wie in der Einleitung zu diesem Kapitel erwähnt wurde, benutzt man die Methode der gestörten γ - γ -Winkelkorrelation zur Untersuchung elektrischer und magnetischer Felder, die im Festkörper am Ort der dort platzierten Sondenkerne vorherrschen. Daraus kann man Aussagen zur Struktur der lokalen Umgebung der Sondenkerne machen. Das Zwischenniveau, welches die Halbwertszeit τ_N haben soll, ist während seiner Lebensdauer der Hyperfeinwechselwirkung mit diesen Feldern ausgesetzt. Die magnetische Dipol- oder die elektrische Quadrupolwechselwirkung führen dazu, dass sich das erwartete Bild der ungestörten Winkelkorrelation ändert. Diese Störung bringt eine Aufspaltung und Umbesetzung der M-Untersätze des Zwischenniveaus mit sich.

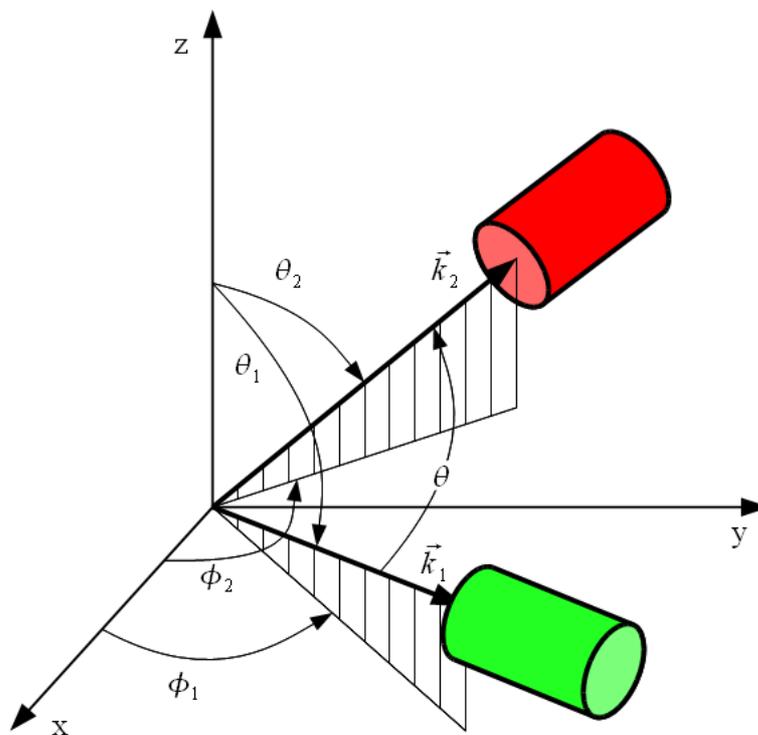


Abbildung 6.4: Allgemeines Koordinatensystem. Der Winkel zwischen den beiden Quanten wird durch θ beschrieben.

Für die Beschreibung der γ - γ -Winkelkorrelation wird ein allgemeines Koordinatensystem eingeführt (Abbildung 6.4). Die zeitliche Entwicklung des Zwischenzustandes wird durch den Zeitentwicklungsoperator $A(t)$ beschrieben. Aus dem ursprünglich nach dem ersten Übergang besetzten M-Untersatz $|M_a\rangle$ erhält

man:

$$|M_a\rangle \rightarrow \Lambda(t) |M_a\rangle = \sum_{M_b} |M_b\rangle \langle M_b | \Lambda(t) |M_a\rangle .$$

Die $|M_b\rangle$ repräsentieren dabei die Anfangszustände des zweiten Überganges. Mit Berücksichtigung der Hyperfeinwechselwirkung ergibt sich für die Winkelkorrelationsfunktion:

$$\begin{aligned} W(\vec{k}_1, \vec{k}_2, t) &= \sum_{M_i, M_f, M_a, M'_a} \langle M_f | H_2 \Lambda(t) | M_a \rangle \langle M_a | H_1 | M_i \rangle \times \\ &\times \langle M_f | H_2 \Lambda(t) | M'_a \rangle^* \langle M'_a | H_1 | M_i \rangle^* . \end{aligned}$$

Die Auswertung dieser Gleichung liefert die allgemeine Form der zeitabhängigen γ - γ -Winkelkorrelation:

$$W(\vec{k}_1, \vec{k}_2, t) = \sum_{k_1, k_2, N_1, N_2} A_{k_1}(1) A_{k_2}(2) G_{k_1 k_2}^{N_1 N_2}(t) \frac{Y_{k_1}^{N_1}(\theta_1, \phi_1) Y_{k_2}^{N_2}(\theta_2, \phi_2)}{\sqrt{(2k_1+1)(2k_2+1)}} .$$

Der zeitabhängige Störfaktor hat dabei die Form:

$$\begin{aligned} G_{k_1 k_2}^{N_1 N_2}(t) &= \sum_{M_a, M_b} (-1)^{2I+M_a+M_b} \sqrt{(2k_1+1)(2k_2+1)} \begin{pmatrix} I & I & k_1 \\ M'_a & -M_a & N_1 \end{pmatrix} \times \\ &\times \begin{pmatrix} I & I & k_2 \\ M'_b & -M_b & N_2 \end{pmatrix} \langle M_b | \Lambda(t) | M_a \rangle \langle M'_b | \Lambda(t) | M'_a \rangle^* . \end{aligned}$$

Für die Laufindizes gilt die Bedingung $0 \leq k_i \leq \min(2I, l_i + l_i)$, wobei k_i nur gerade Werte annehmen kann, und $|N_i| \leq k_i$ für $i = 1, 2$. Dabei ist $N = M - M'$. Für die hier verwendete Sonde heißt das: $k_i = 0, 2, 4$. Man erkennt an der Funktion für die gestörte Winkelkorrelation, dass im Gegensatz zum ungestörten Fall Interferenzterme auftreten, also Terme mit $k_1 \neq k_2$. Im Allgemeinen lassen sich auch keine einfachen Beziehungen zwischen den Koeffizienten der ungestörten Korrelationsfunktion, $A_{kk} = A_k(1) A_k(2)$, und den hier vorliegenden Faktoren $A_{k_1}(1) A_{k_2}(2) G_{k_1 k_2}^{N_1 N_2}(t)$ finden.

Die oben angegebenen Ausdrücke lassen sich numerisch lösen. Für manche Fälle existieren auch analytisch darstellbare Formen dieser Gleichungen. Ein Beispiel hierfür sind statische, axialsymmetrische Felder, die im weiteren Verlauf dieses Abschnitts beschrieben werden. Für diese Art von Wechselwirkung kann die Symmetrieachse als Quantisierungsachse gewählt werden. Daraus ergibt sich folgende Gleichung für den Störfaktor:

$$G_{k_1 k_2}^{NN}(t) = \sum_M \sqrt{(2k_1+1)(2k_2+1)} \begin{pmatrix} I & I & k_1 \\ M' & -M & N \end{pmatrix} \times \\ \times \begin{pmatrix} I & I & k_2 \\ M' & -M & N \end{pmatrix} \exp\left(-\frac{i}{\hbar} [E(M) - E(M')] t\right).$$

Daran sieht man, dass der Störfaktor für diesen Fall nur die Übergangsfrequenzen zwischen den verschiedenen M-Unterszuständen des Zwischenniveaus enthält. In dieser Diplomarbeit wird das Augenmerk auf die Wechselwirkung der elektrischen Felder mit dem Kernquadrupolmoment des Zwischenzustandes gerichtet. Diese wird im folgenden Abschnitt besprochen.

6.4 Elektrische Quadrupolwechselwirkung

Befindet sich der Sondenkern in einem Festkörper, so erzeugen die ihn umgebenden Ladungen am Ort des Kerns ein elektrisches Potential $\Phi(\vec{r})$. Die Energie, die die Kernladungsverteilung $\rho(\vec{r})$ in diesem Potential erhält, berechnet sich nach

$$E_{\text{elektr}} = \int \rho(\vec{r}) \Phi(\vec{r}) d^3 r.$$

Entwickelt man das elektrische Potential in eine Taylor-Reihe um $\vec{r} = 0$, so erkennt man, dass es nur einen relevanten Anteil gibt, der zur Energieaufspaltung der M-Unterszustände führt und somit für unsere weiteren Betrachtungen interessant ist:

$$E_Q = \frac{1}{2} \sum_{\alpha} \Phi_{\alpha\alpha} \int \rho(\vec{r}) \left(x_{\alpha}^2 - \frac{r^2}{3}\right) d^3 r.$$

Die Größen $\Phi_{\alpha\alpha}$ stellen die zweite Ableitung des elektrischen Potentials nach den kartesischen Koordinaten x_{α} am Ort des Kerns dar:

$$\Phi_{\alpha\alpha} = \left(\frac{\partial^2 \Phi}{\partial x_{\alpha}^2} \right)_0.$$

Mit der Definition des Quadrupolmoments

$$Q_{\alpha\alpha} = \frac{1}{e} \int \rho(\vec{r}) (3x_{\alpha}^2 - r^2) d^3 r$$

kann man diesen Ausdruck in

$$E_Q = \frac{e}{6} \sum_{\alpha} \Phi_{\alpha\alpha} Q_{\alpha\alpha}$$

umformen. Trennt man die Matrix $\Phi_{\alpha\alpha}$ in zwei Anteile, wobei nur der letztere zur

Spur $\Delta \Phi = \sum_{\alpha} \Phi_{\alpha\alpha}$ beiträgt, so ergibt sich:

$$\Phi_{\alpha\alpha} = V_{\alpha\alpha} + \frac{1}{3}(\Delta \Phi).$$

Wenn man diese Form in die obere Gleichung einsetzt,

$$E_Q = \frac{e}{6} \sum_{\alpha} \left(V_{\alpha\alpha} Q_{\alpha\alpha} + \frac{1}{3}(\Delta \Phi) Q_{\alpha\alpha} \right) = \frac{e}{6} \sum_{\alpha} V_{\alpha\alpha} Q_{\alpha\alpha} + \frac{e}{18}(\Delta \Phi) \sum_{\alpha} Q_{\alpha\alpha},$$

und die Relation $r^2 = x_1^2 + x_2^2 + x_3^2$ berücksichtigt, so erkennt man, dass der zweite Summand verschwindet und die Beziehung für diesen Energieterm letztendlich lautet:

$$E_Q = \frac{e}{6} \sum_{\alpha} V_{\alpha\alpha} Q_{\alpha\alpha}.$$

Dieser Term stellt die elektrische Quadrupolwechselwirkung dar. Die sich so ergebende Matrix $V_{\alpha\alpha}$ wird der Tensor des elektrischen Feldgradienten, oder einfach elektrischer Feldgradient (EFG), genannt. Zum EFG tragen nur Ladungen bei, die sich nicht am Kernort befinden. Kugelsymmetrische Ladungsverteilungen aber tragen nicht zur Energieaufspaltung bei, denn aus $V_{xx} = V_{yy} = V_{zz}$ und der Spurfreiheit des Tensors folgt, dass alle Komponenten Null ergeben. Wegen $\sum V_{\alpha\alpha} = 0$ lässt sich der EFG durch zwei Parameter beschreiben. Man wählt normalerweise das Hauptachsensystem so, dass $|V_{xx}| \leq |V_{yy}| \leq |V_{zz}|$ gilt. So kann man die größte Komponente des EFG, V_{zz} , und den Asymmetrieparameter η als geeignete Parameter wählen. Dieser ist durch

$$\eta = \frac{V_{xx} - V_{yy}}{V_{zz}}$$

definiert. Berechnet man den Ausdruck für E_Q , so erhält man für einen bezüglich der z-Achse symmetrischen EFG, also $\eta = 0$, folgenden Ausdruck:

$$E_Q = \frac{3M^2 - I(I+1)}{4I(2I-1)} eQ V_{zz}.$$

Dabei ist I die Drehimpulsquantenzahl und M die magnetische Quantenzahl des betrachteten Niveaus, Q das Quadrupolmoment dieses Niveaus und V_{zz} die betragsmäßig größte Komponente des EFG. Dieser Wechselwirkungsterm spaltet also die M-Unterstufen dem Betrage der magnetischen Quantenzahl nach, das Vorzeichen bleibt dabei aber unberücksichtigt. Häufig werden folgende zusammenfassenden Größen verwendet:

$$\nu_Q = \frac{eQ V_{zz}}{h},$$

die Quadrupolkopplungskonstante, und

$$\omega_Q = \frac{eQV_{zz}}{4I(2I-1)\hbar},$$

die Quadrupolfrequenz. Mit der letzteren lässt sich die Übergangsenergie zwischen zwei Unterzuständen mit den magnetischen Quantenzahlen M und M' zu

$$E_Q(M) - E_Q(M') = 3|M^2 - M'^2|\hbar\omega_Q$$

angeben. Da die Größe $|M^2 - M'^2|$ immer ganzzahlig ist, stehen auch die auftretenden Übergangsfrequenzen in einem ganzzahligen Verhältnis zueinander. Für die niedrigste Übergangsfrequenz ergibt sich $\omega_Q^0 = 6\omega_Q$ bei einem halbzahligen Kernspin I und $\omega_Q^0 = 3\omega_Q$ für ein ganzzahliges I .

Betrachtet man die elektrische Quadrupolaufspaltung beispielhaft für den Kernspin $5/2$, so ergeben sich folgende Energieverschiebungen für die Unterzustände (Abbildung 6.5):

$$E_Q(M = \pm 1/2) = -\frac{1}{5} eQV_{zz};$$

$$E_Q(M = \pm 3/2) = -\frac{1}{20} eQV_{zz};$$

$$E_Q(M = \pm 5/2) = +\frac{1}{4} eQV_{zz}.$$

Für die gezeigten Übergangsfrequenzen ergibt sich hierbei:

$$\omega_1 = \frac{E_Q(\pm 3/2) - E_Q(\pm 1/2)}{\hbar} = 6\omega_Q = \omega_Q^0;$$

$$\omega_2 = 12\omega_Q; \quad \omega_3 = \omega_1 + \omega_2 = 18\omega_Q.$$

Diese stehen im ganzzahligen Verhältnis von 1:2:3 zueinander. Die bisherigen Betrachtungen beliefen sich auf den Fall eines axialsymmetrischen EFG. Im allgemeinen Fall eines nicht-axialsymmetrischen EFG sind die Aufspaltungen der Energieniveaus und die sich daraus ergebenden Übergangsfrequenzen Funktionen des Asymmetrieparameters η . Es ergeben sich folgende Beziehungen für die Energieverschiebungen (Abbildung 6.6):

$$E_Q(\pm 1/2) = -2\alpha\hbar\omega_Q \cos\left(\frac{\pi - \arccos(\beta)}{3}\right),$$

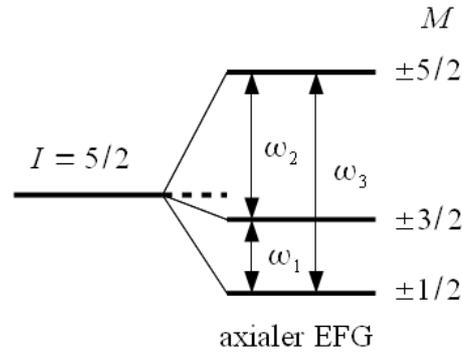


Abbildung 6.5: Die Aufspaltung des Zwischenlevels unter Einwirkung eines axialen EFG.

$$E_Q(\pm 3/2) = -2\alpha \hbar \omega_Q \cos\left(\frac{\pi + \arccos(\beta)}{3}\right),$$

$$E_Q(\pm 5/2) = +2\alpha \hbar \omega_Q \cos\left(\frac{\arccos(\beta)}{3}\right).$$

Die verwendeten Parameter ergeben sich aus:

$$\alpha = \sqrt{28(1+\eta^2/3)} \text{ und } \beta = 80(1-\eta^2)/\alpha^3.$$

Für die Übergangsfrequenzen gilt entsprechend (Abbildung 6.7):

$$\omega_1 = 2\sqrt{3}\alpha\omega_Q \sin\left(\frac{\arccos(\beta)}{3}\right),$$

$$\omega_2 = 2\sqrt{3}\alpha\omega_Q \sin\left(\frac{\pi - \arccos(\beta)}{3}\right),$$

$$\omega_3 = \omega_1 + \omega_2.$$

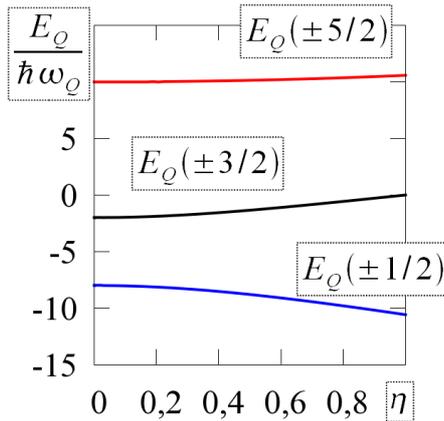


Abbildung 6.6: Die Energieaufspaltung in Abhängigkeit von η .

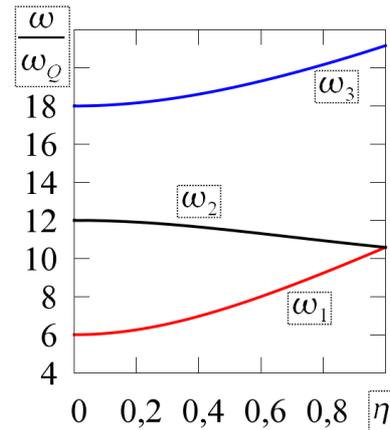


Abbildung 6.7: Der Verlauf der Übergangsfrequenzen.

6.5 Störung durch die elektrische Quadrupolwechselwirkung

Wie im vorherigen Abschnitt gezeigt wurde, gilt im Falle elektrischer Quadrupolwechselwirkung für den Energieabstand zweier M-Niveaus:

$$E_Q(M) - E_Q(M') = 3|M^2 - M'^2| \hbar \omega_Q.$$

Damit ergibt sich der Störfaktor zu:

$$G_{k_1 k_2}^{NN}(t) = \sqrt{(2k_1+1)(2k_2+1)} \sum_M \begin{pmatrix} I & I & k_1 \\ M' & -M & N \end{pmatrix} \times \\ \times \begin{pmatrix} I & I & k_2 \\ M' & -M & N \end{pmatrix} \exp(-3i|M^2 - M'^2|\omega_Q t) .$$

Es lässt sich zeigen, dass dieser Störfaktor verschwindet, wenn k_1 oder k_2 Null sind. Das Ergebnis kann man in die übersichtlichere Form bringen:

$$G_{k_1 k_2}^{NN}(t) = \sum_n s_n^{k_1 k_2} \cos(n\omega_Q^0 t) .$$

Je nachdem, ob der Kernspin im Zwischenzustand halb- oder ganzzahlig ist, gilt:

$$\omega_Q^0 = 3\omega_Q \text{ und } n = |M^2 - M'^2| \text{ für ein ganzzahliges } I;$$

$$\omega_Q^0 = 6\omega_Q \text{ und } n = (1/2)|M^2 - M'^2| \text{ für ein halbzahliges } I.$$

Das Zwischenniveau unserer Sonde hat einen Kernspin von $5/2$. Also ist $n = 0, 1, 2, 3$. Für die Parameter $s_n^{k_1 k_2}$ lautet die Gleichung:

$$s_n^{k_1 k_2} = \sqrt{(2k_1+1)(2k_2+1)} \sum_{M, M'} \begin{pmatrix} I & I & k_1 \\ M' & -M & N \end{pmatrix} \begin{pmatrix} I & I & k_2 \\ M' & -M & N \end{pmatrix} .$$

Dabei darf die Summation über M und M' nur solche Werte für die magnetischen Quantenzahlen annehmen, für die die oben angegebene Beziehung erfüllt ist.

Ein wichtiger Spezialfall bei der hier betrachteten elektrischen Quadrupolwechselwirkung ist die polykristalline Probe. Der elektrische Feldgradient mag axiale Symmetrie in jedem einzelnen Kristallit vorweisen, doch muss wegen der statistischen Verteilung der Orientierung aller Kristallite in der Probe eine Mittelung über alle Orientierungen des elektrischen Feldgradienten stattfinden. In diesem Fall vereinfacht sich die Beziehung für die Winkelkorrelationsfunktion. Diese ist nur noch von dem Winkel θ zwischen den beiden Emissionsrichtungen \vec{k}_1 und \vec{k}_2 abhängig. Es ergibt sich folgende Form für die Winkelkorrelation und den Störfaktor:

$$W(\theta, t) = \sum_{k \text{ gerade}}^{k_{\max}} A_{kk} G_{kk}(t) P_k(\cos\theta) \text{ und } G_{kk}(t) = \sum_{n=0}^{n_{\max}} s_n^{kk} \cos(n\omega_Q^0 t) .$$

In diesem Spezialfall der axialen Symmetrie und polykristalliner Probe hängt der Störfaktor $G_{kk}(t)$ nicht von N ab; zusätzlich gilt $k_1 = k_2 = k$. Für die Parameter s_n^{kk} ergibt sich:

$$s_n^{kk} = \sum_{M, M'} \left(\begin{pmatrix} I & I & k \\ M' & -M & M - M' \end{pmatrix} \right)^2 .$$

Wie man aus diesen Zusammenhängen ersehen kann, ist eine zeitabhängige Störung der Winkelkorrelationsfunktion sogar bei Mittelung über statistisch verteilte Orientierungen des EFG vorhanden.

Der bisher dargelegte Sachverhalt bezieht sich nur auf den Fall axialer Symmetrie des EFG. Ist dem nicht so, wird die Berechnung des Störfaktors komplizierter. In diesem Fall hängen nicht nur die Übergangsfrequenzen von dem Asymmetrieparameter η ab, sondern auch die Koeffizienten $s_{nN}^{k_1 k_2}$ und s_n^{kk} . Dieser Fall soll hier aber nicht weiter verfolgt werden.

6.6 Messdatenaufnahme und -analyse

Bisher wurde in diesem Kapitel auf die Methode der γ - γ -Winkelkorrelation eingegangen. Doch das Ziel, zu welchem der Einsatz dieser Methode führen soll, ist die Untersuchung von lokalen Feldern in der Umgebung der Sondenkerne im Probenmaterial. Wie man zu Erkenntnissen bezüglich dieser Fragestellung kommt, wird in diesem Abschnitt beschrieben.

Wenn eine Störwechselwirkung die Winkelkorrelation beeinflusst, so kann man diese mittels der Störfaktoren beschreiben. Diese Faktoren enthalten die gesamte Information bezüglich der untersuchten Felder. So beläuft sich die primäre Aufgabe darauf, die Störfaktoren zu ermitteln. Die Störung bewirkt anschaulich eine Präzession der Winkelkorrelation mit den Übergangsfrequenzen des Zwischenzustandes. Hat man eine Apparatur mit fest montierten Detektoren vorliegen, so äußert sich diese Präzession in einer Oszillation der Koinzidenzzählrate. Der Wunsch nach einer möglichst genauen Aufnahme dieser Oszillationen spiegelt sich in der präzisen Zeitmessung, zu der die Detektorapparatur im Stande sein muss. Diese zeitlich differentielle Aufnahme der gestörten γ - γ -Winkelkorrelation (Time Differential PAC, TDPAC) wird im Rahmen dieser Diplomarbeit mit einer 4-Detektor-Anlage durchgeführt. Zur zeitlichen Koinzidenzmessungen wendet man hier das sogenannte fast-fast-Prinzip an. Dieses Prinzip lässt sich durch die gleichzeitige Aufnahme von Energie- und Zeitinformationen beschreiben.

Zerfällt ein Kern über die γ - γ -Kaskade, so muss zwischen den Energien γ_1 und γ_2 unterschieden werden, damit man sie richtig einem Start- und einem Stoppsignal zuweisen kann. Die Energieauflösung der Detektoren muss gut genug sein, um eine sichere Energieselektion zu gewährleisten. Außerdem muss noch die Zeit zwischen den beiden Signalen bestimmt werden, denn während dieser Zeit konnten die Felder in der Probe mit dem Zwischenniveau der Kaskade wechselwirken.

Um alle Anforderungen zu erfüllen, werden in dieser Apparatur vier Szintillationsdetektoren mit Luthetium-Oxyorthosilikat als Szintillationsmaterial verwendet. Dabei haben die Szintillatoren die Form eines Kegelstumpfes, um ein Herannahen der Detektoren an die Probe maximal möglich zu gestalten und gleichzeitig eine große Raumwinkelabdeckung zu erhalten.

Registriert nun einer der Detektoren γ_1 , so wird der vom Sekundärelektronenvervielfacher geformte Spannungsimpuls an dessen Anode abgegriffen und dem Timing Filter Amplifier (TFA) zugeführt. Dieser hat die Aufgabe, den Puls zu verstärken. Anschließend wird der so gestaltete Impuls geteilt und an zwei Constant-Fraction-Differential-Diskriminatoren (CFDD) weitergeleitet. Sie sind auf die Energien von γ_1 und γ_2 eingestellt und weisen zwei Ausgänge auf. Einer der Ausgänge liefert die Zeitinformation, der andere die Energieinformation. Entsprechend wird auch γ_2 registriert. Die beiden Zeitsignale gelangen an den Time-to-Pulseheight-Converter (TPC). Dieser gibt einen Impuls aus, welcher der Zeitdauer zwischen den beiden Signalen proportional ist. Nachdem die in dieser Form gegebene Zeitinformation mittels eines Analog-Digital-Wandlers (ADC) digitalisiert wird, gelangt sie zu einer Routing-Einheit. Diese Einheit hat die Aufgabe, Ereignisse, die nicht sicher zugewiesen werden können, auszusortieren und die restlichen Ereignisse der korrekten Detektorkombination zuzuweisen.

Die so sortierten und aufbereiteten Ereignisse werden einem Multichannel-Analyzer (MCA) zugeführt und von diesem in den entsprechenden Kanälen als 12 Spektren ausgegeben. Diese Anzahl ergibt sich aus den möglichen Start-Stopp-Kombinationen der Detektoren. Es können nämlich bei der gegebenen Geometrie acht 90° - und vier 180° -Koinzidenzspektren aufgenommen werden. Diese Spektren haben die Form:

$$N_{ij}(\theta, t) = N_0 \exp(-t/\tau_N) W(\theta, t) + U .$$

Dabei bedeutet $N_{ij}(\theta, t)$ die von den unter dem Winkel θ ausgerichteten Detektoren i und j registrierte Koinzidenzzählrate. Die Zeit zwischen dem Start- und dem Stoppereignis wird mit t angegeben, τ_N ist die Halbwertszeit des Zwischenzustandes. U ist die zeitunabhängige Untergrundzählrate und W die aufgenommene Winkelkorrelation. N_0 beinhaltet außer der Aktivität der Probe auch die jeweiligen Ansprechwahrscheinlichkeiten und Dejustierungsfaktoren der Detektoren.

Es muss beachtet werden, dass neben den echten Koinzidenzen auch zufällige auftreten, die das Spektrum verfälschen. Das Verhältnis von zufälligen zu echten Ereignissen bei einer Probenaktivität N lautet:

$$\frac{N_{ij}(\text{zufällig})}{N_{ij}} = N \tau .$$

Das bedeutet, dass die Probe in ihrer Aktivität beschränkt werden muss, oder aber die Zeit τ , während der noch zwei Gammaquanten als zusammengehörig regis-

triert werden, also die Zeitdauer des TPC-Bereiches. Diese ist aber von der Halbwertszeit des Zwischenniveaus abhängig und soll dieser nach Möglichkeit entsprechen. Es ist also günstig, eine Sonde mit möglichst kleiner Halbwertszeit des Zwischenniveaus zu verwenden, wobei hier wiederum Grenzen durch die endliche Zeitaufösung der gesamten Apparatur bestehen. So ergeben sich Grenzen für die Halbwertszeit des Zwischenniveaus, die bei einigen ns am unteren Ende und bei einigen μ s am oberen Ende liegen.

Kehren wir nun zu den Koizidenzspektren zurück, so werden diese im nächsten Schritt auf denselben Zeitnullpunkt verschoben und der Untergrund bereinigt, wobei dieser für jedes Spektrum getrennt bestimmt wird. Aus den so gestalteten Spektren wird nun folgender Ausdruck gebildet:

$$R(t) = 2 \frac{\overline{N(180^\circ, t)} - \overline{N(90^\circ, t)}}{\overline{N(180^\circ, t)} + 2 \overline{N(90^\circ, t)}}.$$

Dies ist der sogenannte R-Wert (ratio value). Für seine Berechnung werden geometrische Mittel der aufgenommenen, aber bereits vom Untergrund bereinigten, 90° - und 180° -Spektren gebildet. Mit diesem Schritt fallen die für jedes Spektrum verschiedenen Vorkonstanten N_0 heraus, ebenso wie ihre exponentielle Form. Diese Berechnungen werden mit dem Programm *Showfit* durchgeführt [Rus01]. Da bei langsamen Übergangsfrequenzen der Untergrund falsch berechnet werden könnte, gibt das Programm dem Benutzer die Möglichkeit, die Untergrundzählrate manuell zu korrigieren. Am Ende erhält man also aus den einzelnen Koinzidenzspektren den R-Wert $R(t)$.

Die Beziehung für den R-Wert erhält man dabei aus folgenden Überlegungen. Häufig werden polykristalline Proben verwendet. Die theoretische Winkelkorrelation dafür lautet:

$$W(\theta, t) = 1 + A_{22} G_{22}(t) P_2(\cos\theta) + A_{44} G_{44}(t) P_4(\cos\theta) + \dots$$

Wie wir das aus dem Abschnitt über ungestörte Korrelation erfahren haben, beträgt der Anisotropiekoeffizient A_{44} häufig nur einen Bruchteil von A_{22} . Vernachlässigt man diesen Summanden und setzt die theoretische Winkelkorrelationsfunktion in die Beziehung für den R-Wert ein, so ergibt sich die sehr einfache Gleichung: $R(t) = A_{22} G_{22}(t)$. Somit stellt in diesem Fall der R-Wert fast unmittelbar den gesuchten Störfaktor dar.

Dass die Sonden immer die gleiche Wechselwirkung erfahren, ist eine Idealisierung. Gibt es geringe Variationen in der Sondenumgebung, die zum Beispiel durch Gitterfehlstellen oder Fremdatome hervorgerufen werden, so kann eine statistische Verteilung der Feldgradienten um ihre entsprechenden Mittelwerte angenommen werden. Dies kann man durch Wechselwirkungsfrequenzen, die einer Gaußverteilung folgen, gut beschreiben. Effektiv folgt daraus eine Dämpfung δ der Amplitude der Störfunktion.

Nehmen die Sondenkerne anteilig unterschiedliche Plätze im Wirtskristall ein, so entspricht diese Situation mehreren charakteristischen Sondenumgebungen, was zu unterschiedlichen Störfunktionen führt. Es gilt dann:

$$G(t) = \sum_i f_i G_i(t) \text{ mit } \sum_i f_i = 1.$$

Dabei bezeichnet f_i die unterschiedlichen Anteile an der gesamten Störfunktion. All dies kann mit dem verwendeten Fitprogramm *Nightmare* berücksichtigt werden [Néd07]. Dieses Programm bestimmt nach der Methode der kleinsten Abweichungsquadrate die gesuchten Parameter, wie zum Beispiel die Wechselwirkungsfrequenzen, die Asymmetrie des Feldgradienten, die Dämpfung und die Anteile der jeweiligen Umgebungen.

7. Untersuchung des Temperaturverhaltens der Al_3Ni_2 -Struktur

In den vorhergehenden Kapiteln wurde das Regelungsverhalten des Messofens im Detail besprochen. Ebenso wurde die Messmethode der gestörten γ - γ -Winkelkorrelation eingehend betrachtet. Um den Messofen vollständig in die bestehende Apparatur zu integrieren, wurden zum Schluss Testmessungen durchgeführt, welche in diesem Kapitel beschrieben werden. Im Rahmen dieser Messungen wurde das Temperaturverhalten der drei Ni-Verbindungen Al_3Ni_2 , Ga_3Ni_2 und In_3Ni_2 untersucht. Diesen liegt ein und dieselbe Kristallstruktur zugrunde, nämlich die Al_3Ni_2 -Struktur. Diese wird im ersten Teil dieses Kapitels beschrieben. Anschließend wird auf die Probenpräparation eingegangen, bevor am Ende dieses Kapitels die Messergebnisse präsentiert werden.

7.1 Die Al_3Ni_2 -Struktur

Verbindungen mit der Al_3Ni_2 -Struktur (Raumgruppe $\text{P}\bar{3}\text{m}1$) entstehen aus acht von neun Kombinationen der Übergangsmetalle Ni, Pd und Pt (Gruppe VIII B) mit den Elementen Al, Ga und In (Gruppe III A) ([Zac04]). GaPd ordnet sich nicht in dieser Struktur. Die Entstehung dieser Verbindungen kann man sich folgendermaßen vorstellen. Besteht in der binären Phase AlNi ein Mangel an Ni-Atomen und somit eine Abweichung von der stöchiometrischen Komposition, so wird dieser Mangel durch Leerstellen behoben, welche sich auf Raumbgitterplätzen des Übergangsmetalls statistisch verteilen. Diese Leerstellen können als Punktdefekte angesehen werden. Kondensieren sie aber auf jeder dritten 111-Ebene, so nimmt die Verbindung die Al_3Ni_2 -Struktur an. Im stöchiometrischen Fall, also bei einem Anteil des Übergangsmetalls von 40 Atomprozent, ist jede dritte 111-Ebene leer.

Nach [Zac04], deren Notation hier übernommen wird, kann die Al_3Ni_2 -Struktur kubisch approximiert werden. In dieser Notation werden die Atome der Übergangsmetalle mit A und die dreiwertigen mit B bezeichnet. Somit haben wir hier die A_2B_3 -Verbindung vorliegen. Die Struktur weist vier Untergitter auf. Das Untergitter α ist mit A -Atomen belegt. Zwei unterschiedliche Gitter β_1 und β_2 werden

von B-Atomen besetzt. Die Leerstellen formen das Gitter τ . Die Struktur ist in der Abbildung 7.1 dargestellt.

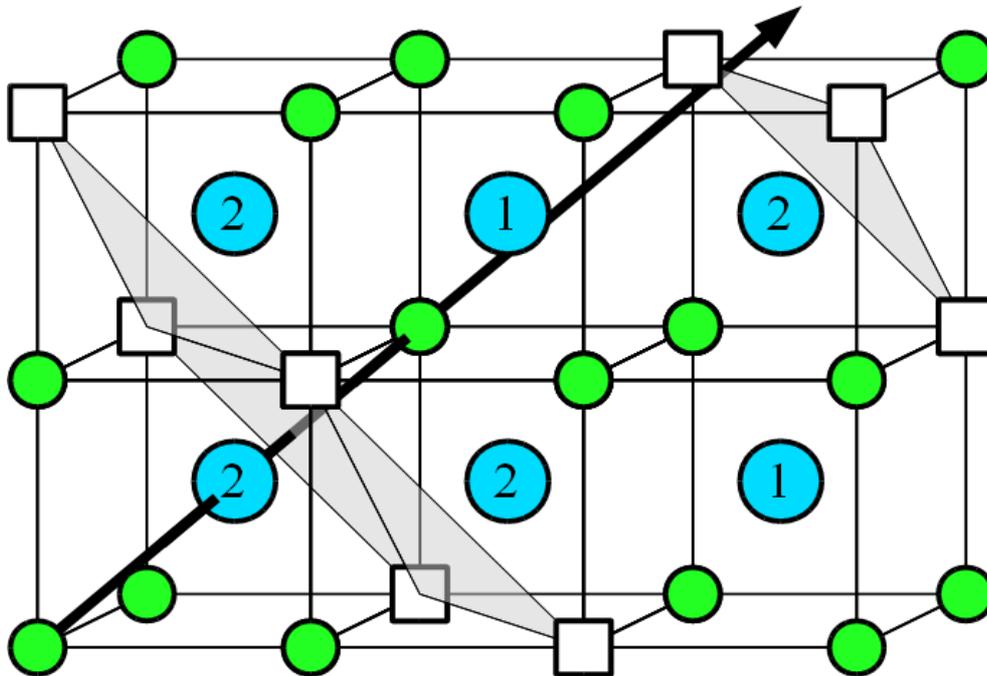


Abbildung 7.1: Die A_2B_3 -Struktur in kubischer Approximation. Atome des Übergangsmetalls (α , grün), der Gruppe III A (β , blau) und die Leerstellen (τ , weiß) sind zu sehen. Die Zahlen deuten auf die unterschiedlichen Umgebungen hin. Ebenso sind die 111-Achse und die von Leerstellen geformten Ebenen eingezeichnet.

Die lokalen Umgebungen von Atomen der vier Untergitter sind in Abbildung 7.2 gezeigt. Die Atome des Übergangsmetalls (c) und die Leerstellen (d) sind von acht dreiwertigen B-Atomen in kubischer Konfiguration umgeben. Hier erwartet man also keinen oder einen sehr geringen EFG. Die dreiwertigen Atome sind von sechs (a) bzw. fünf (b) A-Atomen umgeben, wobei die übrigen Plätze von Leerstellen besetzt sind. Alle vier Umgebungen weisen dreifache Rotationssymmetrie um die 111-Achse auf, was einen axialsymmetrischen EFG erwarten lässt. Die nicht-kubischen Umgebungen der dreiwertigen Atome erzeugen hierbei einen starken Gradienten.

Die von uns eingesetzte Sonde ^{111}In nimmt einen der Plätze der vier besprochenen Umgebungen ein. Um Voraussagen bezüglich der Präferenz treffen zu können, wurden die Gitterparameter der untersuchten Verbindungen vermessen und daraus die Volumina der unterschiedlichen Gitterplätze bestimmt [Zac04]. Diese Volumina wurden anschließend mit dem Volumen von In-Atomen in In-Metall

($18,0 \cdot 10^{-3} \text{ nm}^3$) verglichen. Es hat sich ergeben, dass die zur Verfügung stehenden Volumina der Umgebungen β_1 und β_2 in Al- und Ga-Verbindungen zu klein ausfallen. Dabei kommt die β_2 -Umgebung den Anforderungen am nächsten. Somit erwartet man in Al- und Ga-Verbindungen, dass die Sonden die β_2 -Umgebung bevorzugen. In In-Verbindungen andererseits sollten die Sonden Gitterplätze in beiden Umgebungen gleichermaßen einnehmen.

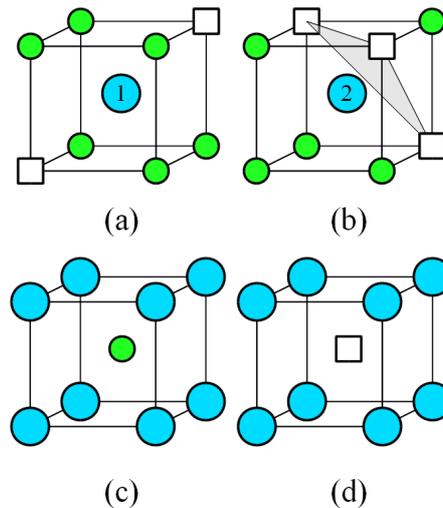


Abbildung 7.2: Die vier auftretenden lokalen Umgebungen in kubischer Approximation.

7.2 Probenpräparation

Bei der Herstellung der Proben wurden die nötigen Mengen der einzelnen Komponenten abgewogen und in einem Lichtbogenofen geschmolzen. Dabei entstehen kleine kugelförmige Gebilde mit einem Durchmesser von etwa 2 mm. Die Massen der Proben liegen zwischen 50 und 100 mg. Diese Dimensionierung war wünschenswert, da sich die Proben während der Messung in einer Quarzglasampulle befinden, welche einen Innendurchmesser von 3 mm aufweist.

Als Übergangsmetall wurde Nickel verwendet, welches als Folie mit einer Dicke von 25 μm vorlag. Gallium und Indium lagen als Blöcke vor, von denen Stücke der benötigten Massen abgeschnitten wurden. Zur Herstellung der dritten Verbindung wurde Aluminiumfolie verwendet. Die Massen wurden mit Blick auf eine stöchiometrische Komposition bestimmt und mit einer Genauigkeit von 0,1 mg abgewogen. ^{111}In lag als Indiumchlorid (InCl_3) vor. Dieses wurde mit destilliertem Wasser verdünnt und mit einer Pipette auf die Nickelfolie getropft. Nach dem Eindampfen unter einer Infrarotlampe wurde die zweite Komponente in diese Folie eingewickelt und beide eingeschmolzen. Das Einwickeln ist notwendig, damit das InCl_3 -Salz während des Schmelzvorganges nicht von der Oberfläche abdampft und somit der Probe verlorenght.

Das Schmelzen geschah unter reaktionsträger Argonatmosphäre. Die so entstandenen Proben wurden jeweils in eine Quarzglasampulle eingeschmolzen und auf ihr Temperaturverhalten hin untersucht. Dabei wurden Temperaturen bis zur unteren Grenze des Schmelzbereiches der einzelnen Verbindungen angefahren. Die Ergebnisse sind im nächsten Abschnitt dargestellt.

7.3 Messergebnisse

In diesem Abschnitt werden die aufgenommenen R-Wert – Spektren gezeigt und analysiert. Dabei werden die beobachteten Wechselwirkungsfrequenzen, welche unterschiedliche Sondenumgebungen repräsentieren, angegeben. Bei der Analyse der Spektren hat sich die Vermutung bestätigt, dass die so hergestellten Proben polykristallin sind.

7.3.1 Temperaturverhalten der In₃Ni₂-Verbindung

Die Schmelzphase dieser Verbindung fängt bei 864 °C an ([Han58]). Es wurden Temperaturen von 200 °C bis 800 °C in Schritten von 100 °C eingestellt. Zuvor wurde eine Raumtemperaturmessung durchgeführt. Die aufgenommenen Spektren sind in Abbildung 7.3 zu sehen. Die Analyse der Spektren liefert, wie erwartet, zwei Frequenzanteile, die den beiden β -Umgebungen entsprechen (Tabelle 7.1). Der erste Anteil mit einer Frequenz von 242,3 Mrad/s bei Raumtemperatur entsteht, wenn die Sonden Plätze in der β_1 -Umgebung einnehmen ([Zac04]). Der zweite Anteil mit einer Frequenz von 145,9 Mrad/s bei Raumtemperatur repräsentiert die β_2 -Umgebung. Die kleine Dämpfung der beiden Anteile zeugt von einer geringen Variation der wirkenden Gradienten. Die übrigen Sonden, deren Anteil hier nicht gezeigt wird, erfahren eine starke Variation der Richtung und der Stärke des EFG. Dieser Anteil weist eine große Dämpfung auf ($\delta \approx 70$).

| T [°C] | f_1 [%] | ω_1 [Mrad/s] | δ_1 | f_2 [%] | ω_2 [Mrad/s] | δ_2 |
|----------|-----------|---------------------|------------|-----------|---------------------|------------|
| 20 | 15,2 | 242,3 | 1,4 | 29,9 | 145,9 | 1,3 |
| 200 | 17,2 | 240,3 | 1,1 | 32,3 | 143 | 1,2 |
| 300 | 18,6 | 237,8 | 1,7 | 34,6 | 141,8 | 1,6 |
| 400 | 18,9 | 235,2 | 1,5 | 37,3 | 140,7 | 1,2 |
| 500 | 20,9 | 233,8 | 1,5 | 40,1 | 138,8 | 1 |
| 600 | 20,9 | 230,4 | 1 | 39,7 | 137,2 | 0,7 |
| 700 | 18,2 | 227,4 | 0,8 | 35 | 134,3 | 1,1 |
| 800 | 23,2 | 220,9 | 4,1 | 39,6 | 130,9 | 2,7 |

Tabelle 7.1: Die Kenndaten der beiden Frequenzanteile in der In₃Ni₂-Verbindung.

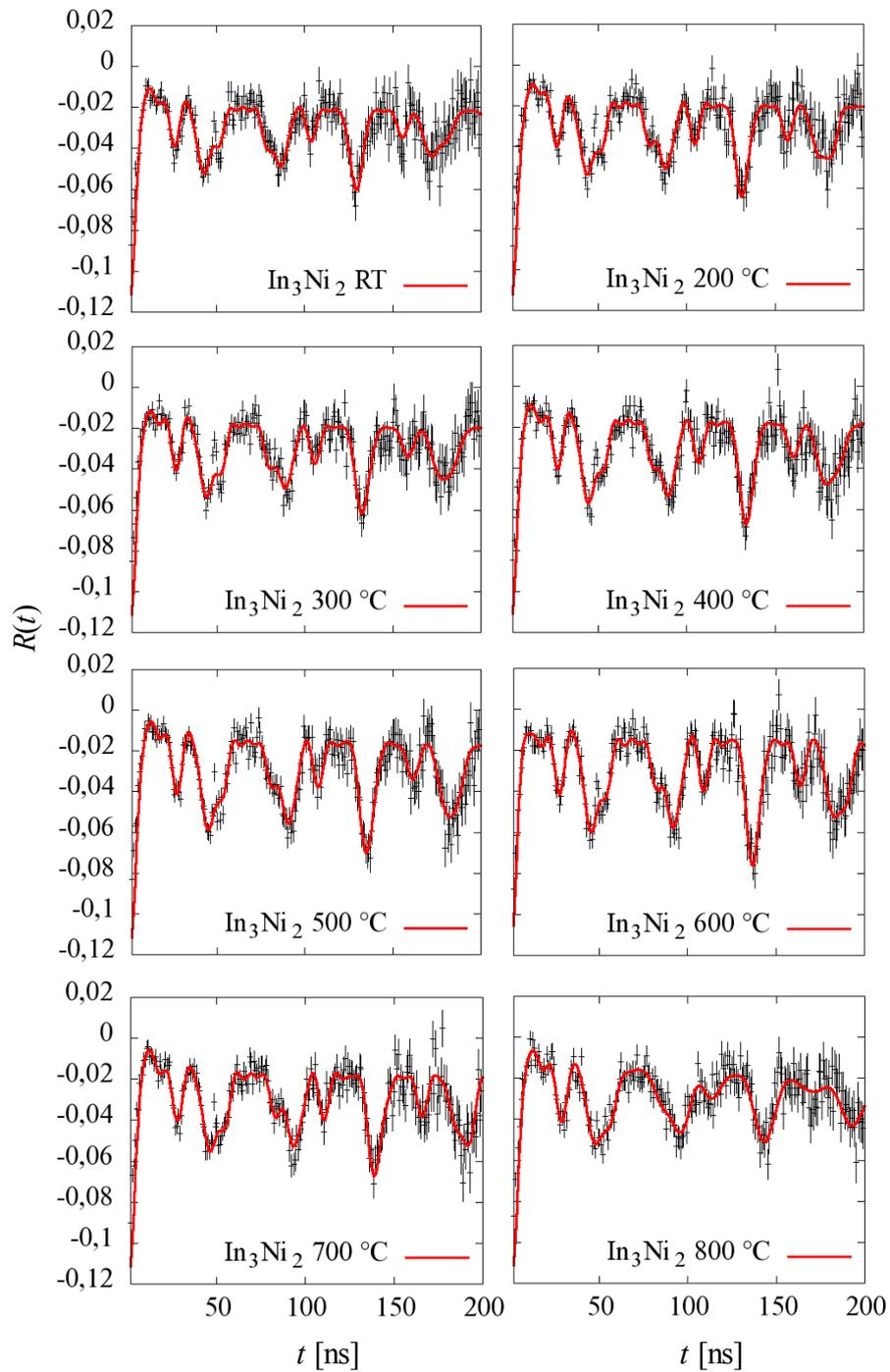


Abbildung 7.3: Die R-Wert – Spektren der In_3Ni_2 -Verbindung.

Der Temperaturverlauf der beiden Wechselwirkungsfrequenzen ist in der Abbildung 7.4 dargestellt. Das beobachtete abfallende Verhalten zeigt die mit steigender Temperatur abnehmende Stärke der Wechselwirkung. Die Ursache dafür liegt hauptsächlich in der thermischen Ausdehnung des Kristallgitters.

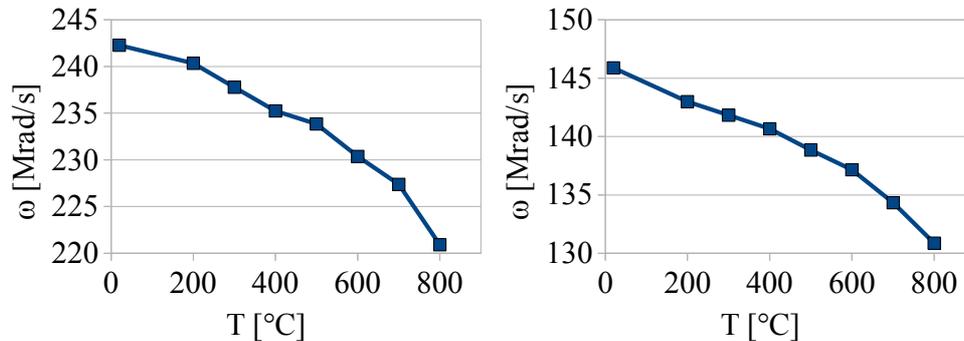


Abbildung 7.4: Der Temperaturverlauf der beiden Frequenzanteile von In₃Ni₂.

7.3.2 Temperaturverhalten der Ga₃Ni₂-Verbindung

Die Soliduskurve dieser Verbindung verläuft bei 895 °C ([Han58]). Es wurden Messungen bei fünf Temperaturen in der gegebenen Reihenfolge durchgeführt: 450, 650, 750, 850 °C und RT. Die Spektren sind in der Abbildung 7.5 gezeigt. Die Kenndaten der beobachteten Frequenzanteile sind in der Tabelle 7.2 dargestellt.

| T [°C] | f_1 [%] | ω_1 [Mrad/s] | δ_1 | f_2 [%] | ω_2 [Mrad/s] | δ_2 |
|----------|-----------|---------------------|------------|-----------|---------------------|------------|
| 450 | 38,6 | 157,8 | 1,8 | 42,2 | 0,6 | 0 |
| 650 | 64,3 | 154,2 | 1,3 | | | |
| 750 | 67,1 | 151,3 | 2,1 | | | |
| 850 | 45,2 | 148,4 | 2,1 | | | |
| 20 | 61,8 | 165,9 | 1,3 | 19,9 | 165,9 | 1,3 |

Tabelle 7.2: Die Kenndaten der beobachteten Anteile in der Ga₃Ni₂-Verbindung.

Der erste in der Tabelle beschriebene Anteil bestätigt wiederum die Erwartung, dass die Sonden die voluminösere β_2 -Umgebung bevorzugen. Der in der Tabelle nicht gezeigte Anteil ist, wie auch bei der zuvor beschriebenen Verbindung, auf

diejenigen Sonden zurückzuführen, die ihren Platz in der Nähe von Gitterfehlstellen oder sonstigen Defekten gefunden haben. Dieser Anteil ist stark gedämpft ($\delta \approx 60$).

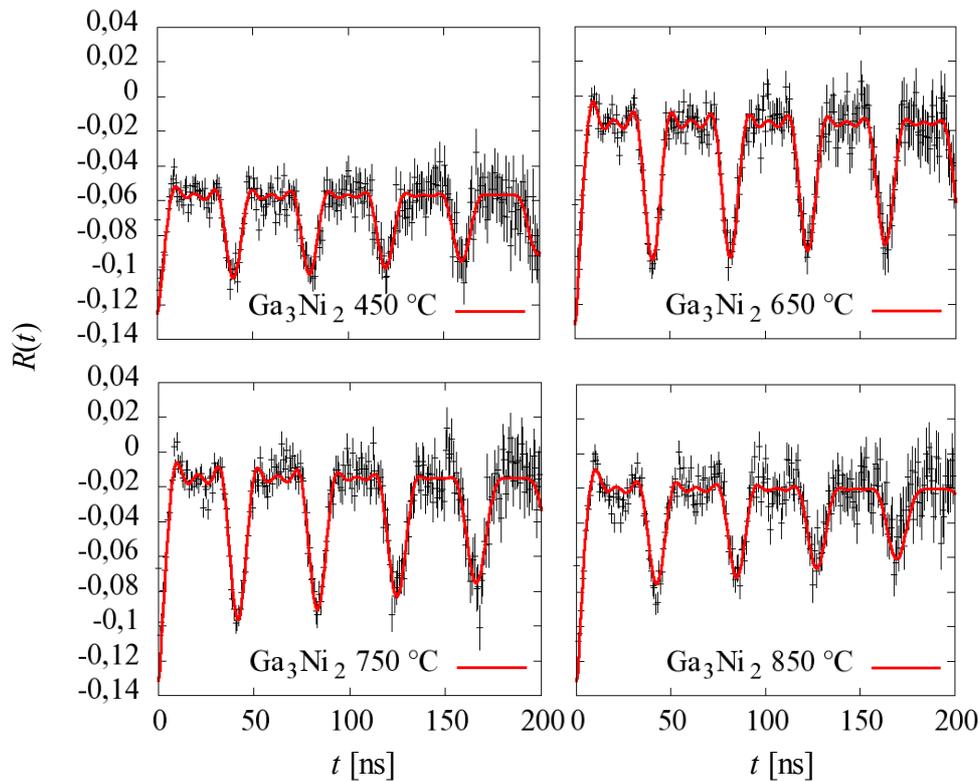


Abbildung 7.5: Die R-Wert – Spektren der Ga_3Ni_2 -Verbindung.

Der Temperaturverlauf der Wechselwirkungsfrequenz, welche die β_2 -Umgebung beschreibt, ist in Abbildung 7.6 zu sehen.

Zwei Besonderheiten sollen hier angesprochen werden. Bei der Temperatur von 450 °C beobachtet man einen zusätzlichen Anteil. Da die Frequenz und die Dämpfung fast Null betragen, kann man auf eine ungestörte, kubische Umgebung schließen. Bei der Herstellung der Probe wurde vermutlich die hohe Schmelztemperatur von Nickel (1453 °C, [Han58])

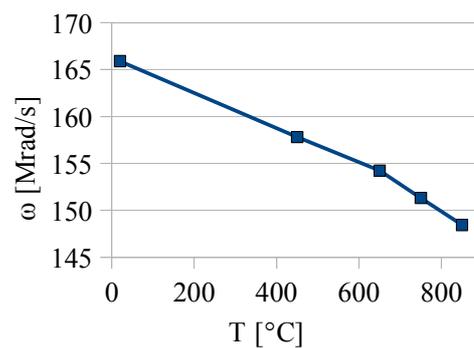


Abbildung 7.6: Temperaturverlauf der Wechselwirkungsfrequenz in der Ga_3Ni_2 -Verbindung.

nicht überall erreicht, oder nicht lange genug gehalten, und reine Ni-Phasen sind übriggeblieben, in welche die Sondenatome eingedrungen sind. Bei höheren Temperaturen verschwindet dieser Anteil, was wahrscheinlich durch Diffusionsprozesse hervorgerufen wurde. Am Schluss der Messreihe wurde eine Raumtemperaturmessung durchgeführt. Beim Abkühlvorgang hat sich dabei ein einkristalliner Anteil ausgebildet, welcher die gleiche Frequenz aufweist, wie der polykristalline Anteil. Dies kann man aus dem abweichenden Verlauf des RT-Spektrums ersehen (Abbildung 7.7).

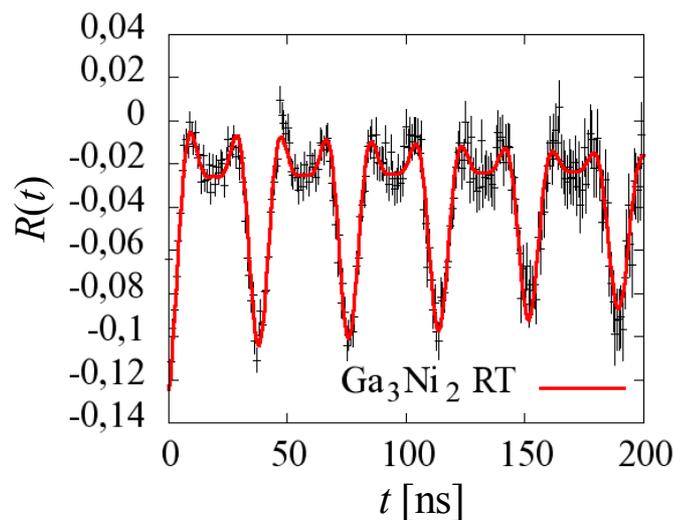


Abbildung 7.7: Verlauf des R-Wertes bei RT.

7.3.3 Al₃Ni₂-Verbindung

An dieser Stelle sollten ähnliche Betrachtungen und Ergebnisse folgen, wie in den beiden vorhergehenden Abschnitten. Leider weisen die erhaltenen Spektren darauf hin, dass diese Probe nicht die erwartete Struktur besitzt. Aus Zeitmangel konnte eine zweite Probe der Al₃Ni₂-Verbindung nicht hergestellt und analysiert werden.

Trotz dessen kann man von einem erfolgreichen Abschlusstest für den Hochtemperaturmessofen sprechen. Die Untersuchung der beiden bereits dargestellten Verbindungen liefert Ergebnisse, die den Erwartungen entsprechen. Dabei konnten die Messungen automatisch durchgeführt werden, was wiederum ein gutes Resultat für das eingesetzte Regelungsprogramm ist.

8. Zusammenfassung und Ausblick

Zur Untersuchung temperaturabhängiger Eigenschaften von Festkörpern mittels der Methode der gestörten γ - γ -Winkelkorrelation wurde in diesem Jahr der in unserer Arbeitsgruppe vorhandene Messofen weiterentwickelt und neu aufgebaut. Der mechanische Teil des Messaufbaus ist in [Are10] detailliert beschrieben.

Der Anschluss dieses Aufbaus an die zum Betrieb notwendigen Peripheriegeräte sowie an die Kühl- und Vakuumeinrichtung und die Energiezufuhr wird zu Beginn dieser Arbeit beschrieben.

Um einen stabilen Temperaturverlauf im gesamten Arbeitsbereich zu erhalten wurde ein Regelkreis aufgebaut und programmatisch umgesetzt. Bevor die Umsetzung besprochen wird, werden die Grundlagen und die allgemeine Funktionsweise eines Regelkreises erläutert.

Das Bedienungsprogramm *PID control*, in welches der Regelungsalgorithmus integriert wurde, bietet die Möglichkeit, völlig automatisch Messreihen bei verschiedenen Temperaturen durchzuführen und die anfallenden Daten zu speichern. Zusätzlich wurde das Programm so konzipiert, dass eine Fernsteuerung problemlos stattfinden kann.

Für eine optimale Regelung des Temperaturverlaufs müssen geeignete Parameter für jeden vorhandenen Arbeitsbereich gefunden werden. Erst dann kann die Anforderung umgesetzt werden, beliebige Temperaturen stabil halten zu können. Um zur Kenntnis der tatsächlichen Proben­temperatur beizutragen, wurden Untersuchungen bezüglich des Temperaturprofils im Ofenheizer angestellt und der Unterschied zwischen der gemessenen und vorliegenden Proben­temperatur erfasst.

Nach den eingehenden Tests der Regelungsfunktionen sollte der Aufbau unter Realbedingungen überprüft werden. Dazu wurden temperaturabhängige Messungen der gestörten γ - γ -Winkelkorrelation an Verbindungen mit der Al_3Ni_2 -Struktur durchgeführt und die anfallenden Daten analysiert.

Die Ergebnisse haben bestätigt, dass die am Anfang der Entwicklungsphase gesteckten Ziele vollständig erreicht wurden. In der Zukunft können die Möglichkeiten dieser Messapparatur erweitert werden, indem der Ofen für Hochtemperaturuntersuchungen aufgerüstet wird. Dies würde die aktuelle Grenze des Messbe-

reichs von 1300 °C auf über 2000 °C erweitern.

Ein weiterer Schritt könnte in der Umsetzung einer automatischen Parametersuche für den Regelkreis liegen. Dies würde die bisher notwendige manuelle Auffindung dieser Größen entbehrlich machen.

Die so entwickelte Messapparatur erlaubt es, automatisch ablaufende Messreihen mit einer hohen Temperaturgenauigkeit bequem durchzuführen.

Literaturverzeichnis

- [Are10] Arenz, Marius: Aufbau und Test eines Hochtemperaturmessofens für γ - γ -Winkelkorrelationsmessungen, Diplomarbeit, Universität Bonn, September 2010
- [Han58] Hansen, Max: Constitution of Binary Alloys, McGraw-Hill Book Company, Inc., 1958
- [Kle09] Klemm, Reinhard: Thermolemente in der industriellen Praxis, RÖSSEL-Messtechnik GmbH, 2009
- [Néd07] Nédélec, Ronan: Seltene Erden in GaN und ZnO untersucht mit der PAC-Methode, Dissertation, Universität Bonn, Juli 2007
- [Rus01] Ruske, Florian: Indiumimplantation in Galliumnitrid untersucht mit der γ - γ -Winkelkorrelationsmethode, Diplomarbeit, Universität Bonn, November 2001
- [Sam70] Samal, Erwin: Grundriß der praktischen Regelungstechnik, Band I, R. Oldenbourg, 1971
- [Sam70] Samal, Erwin: Grundriß der praktischen Regelungstechnik, Band II, R. Oldenbourg, 1970
- [Sch06] Schleicher, Manfred: Regelungstechnik für den Praktiker, Jumo GmbH und Co. KG, 2006
- [Sch10] Schatz, Günter; Weidinger, Alois; Deicher, Manfred: Nukleare Festkörperphysik, Vieweg + Teubner, 2010
- [Sie68] Frauenfelder, H.; Steffen, M.; Siegbahn, Kai (Hrsg.): Alpha-, beta- and gamma-ray spectroscopy, North-Holland Publishing Company, 1968
- [Ste07] Steffens, Michael: PID-Control - Manual, Universität Bonn, 2007
- [Ste09] Steffens, Michael: PID-Control - Developer Manual, Universität Bonn, 2009
- [Zac04] Zacate, Matthew O.; Collins, Gary S.: Composition-driven changes in lattice sites occupied by indium solutes in Ni_2Al_3 phases, Physical Review B **70**, 2004

Danksagung

Dieses lange Jahr, während dessen die vorliegende Arbeit entstanden ist, wurde in einer Gemeinschaft verbracht, mit der ich meine Freuden geteilt habe und die mich in schwierigeren Zeiten unterstützt hat. Dafür möchte ich hier meinen Dank aussprechen.

Herrn Priv.-Doz. Dr. Reiner Vianden danke ich dafür, dass er mir einen eindrucksvollen Einblick in den Alltag des wissenschaftlichen Arbeitens ermöglicht hat. Egal wie schwierig die Fragestellung, er hatte immer eine elegante Lösung parat, und das nicht nur in fachlichen Fragen.

Für die Übernahme des Korreferats bedanke ich mich bei Herrn Prof. Dr. K.-T. Brinkmann. Frau Priv.-Doz. Dr. Elisabeth Soergel danke ich für die Anhörung des Vortrags im Rahmen des Diplomkolloquiums.

Ein großer Dank geht an die gesamte Arbeitsgruppe: Marius Arenz, Thomas Geruschke, Maqsud Rasulbaev, Christian Karrasch, Matthias Heinrichs, Riccardo Valentini, Nicole Santen, Valentin Germic, Jakob Penner, Sahar Hamidi, Patrick Keßler und Michael Steffens. Sie haben die Arbeit in einen angenehmen Zeitvertreib verwandelt.

Besonders möchte ich mich bei Marius Arenz bedanken, der mich während des ganzen Jahres auf Schritt und Tritt begleitet hat. Seiner Beharrlichkeit habe ich es wohl zum großen Teil zu verdanken, dass ich diese Arbeit termingerecht abschließen konnte.

Maqsud Rasulbaev danke ich dafür, dass er meinen Alltag mit seinem subtilen Humor verfeinert hat, aber auch für seine Lebensgeschichten.

An Thomas Geruschke geht besonderer Dank für seine Unterstützung in der hitzigen Endphase dieses Projekts, und für die immer gewährte lockere Art, mit welcher er mich zu jeder Zeit mit meinen Fragen empfangen hat.

Meinen Freunden möchte ich für ihre ständige Hilfsbereitschaft, wie auch für ihre Gesellschaft, danken. Ausdrücklicher Dank geht an Ksenia Vasilenko. Sie hat dafür gesorgt, dass ich nie den Zeitplan aus den Augen verlor. Ebenso stellte sie sicher, dass ich während meiner Arbeit immer mit dem nötigen Proviant versorgt bleibe.

Zum Schluss geht mein Dank an meine Familie im Allgemeinen und speziell an meine Eltern. Sie waren und bleiben ein Zufluchtsort, an dem man sich ausruhen kann und zu jeglicher Lebensfrage Rat erhält. Meiner Mutter danke ich für ihre hervorragende weltliche und geistige Nahrung, meinem Vater für seine Ideen, die mich immer vorangebracht haben.