



Bachelorarbeit

Entwicklung einer Heiz-/Kühleinheit zur Messbereichserweiterung von Pulverproben im Guinier-Pulverdiffraktometer

Johannes Neidel

18. Oktober 2017

Fachhochschule Aachen, Campus Jülich
Fachbereich Energietechnik
Studiengang Physikingenieurwesen
Jülich Centre for Neutron Science JCNS-2
Forschungszentrum Jülich GmbH



Diese Bachelorarbeit wurde betreut von:

Prof. Dr. Torsten Wagner

PD Dr. Karen Friese

Diese Arbeit ist von mir selbständig angefertigt und verfasst worden. Es sind keine als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt worden.

Jülich, 18.10.2017

Johannes Neidel

Aufgabenstellung

Vorliegende Bachelorarbeit erläutert die Entwicklung eines einfach zu integrierenden Moduls zur kontrollierten Kühlung und Beheizung von einer Pulverprobe in einer vorhandenen Messbereichsumgebung eines HUBER 670 Guinier-Pulverdiffraktometers im Temperaturbereich von 200 K bis 400 K. Die begrenzten räumlichen Gegebenheiten am Pulverdiffraktometer mit der Stabilität, Präzision und einfachen Handhabbarkeit sowie Bedienbarkeit in Einklang zu bringen, fordern sowohl konstruktive als auch ergonomische Ansprüche gleichermaßen heraus.

Die Pulverprobe liegt als Kapillarprobe im Glasrohr vor und soll während der Messung zentriert in der Hochachse rotieren. Die Aufnahme der Kapillare soll außerdem mit einer bereits vorhandenen Optik zur leichteren Justage der Koaxialität der Kapillare zur Drehachse kompatibel sein. Zur Erreichung der Koaxialität wird ein spezieller Goniometerkopf mit geringem Baumaß eingesetzt. Dieser Goniometerkopf bietet eine stufenlose Justagemöglichkeit für 2 horizontale Achsen und 2 Winkel zur Vertikalen.

Zur Kalibrierung und Kontrolle der Messumgebung sollen die Eigenschaften einer Eichprobe herangezogen werden. Die Eichprobe und eine zu untersuchende Pulverprobe sind schichtweise in der Kapillare und sollen sich durch eine Hubvorrichtung, unter sonst identischen Umgebungsparametern, einzeln im Pulverdiffraktometer vermessen lassen. Gegeben ist ein Computer mit einem eigens für die Messauswertung am HUBER 670 ausgelegten Programms.

Objective

The present Bachelor thesis was focused on the development of an easy-to-integrate module for the controlled cooling and heating of a polycrystalline sample in the existing measurement environment of a HUBER 670 Guinier powder diffractometer in the temperature range from 200 K to 400 K. To reconcile the limited spatial conditions of the powder diffractometer with the stability, precision and easy handling as well as usability, posed high demands both on constructive and ergonomic requirements.

During the experiment the powder sample is inside a glass capillary and rotates ideally well centered during the measurement. An already existing optics is used for easy adjustment of the capillary to the axis of rotation. To achieve coaxiality, a special goniometer head with small dimensions is used. This goniometer head offers a continuous adjustment option for 2 horizontal axes and 2 angles with respect to the vertical axis.

The properties of a calibration sample shall be used to calibrate and control the measurement environment. The calibration sample and a powder sample to be examined are placed at different heights in the capillary and will be measured individually by means of a lifting device under otherwise identical environmental parameters in the powder diffractometer. A computer with a program specially designed for the measurement evaluation on the HUBER 670 is given.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Theoretische Grundlagen	3
2.1	Die Röntgenröhre	3
2.1.1	Aufbau	3
2.1.2	Röntgenstrahlung	4
2.2	Gitterstrukturen und Röntgenbeugung	6
2.3	Pulverdiffraktometrie nach Guinier	7
3	Aufbau und Implementierung	11
3.1	Hub-/Dreheinheit	12
3.2	Heizeinheit	21
3.3	Temperaturregelung	25
4	Ergebnisse und Auswertung	35
5	Zusammenfassung und Ausblick	43
	Abbildungsverzeichnis	45
	Quellenverzeichnis	46
A	Anhang: Technische Zeichnungen	47
B	Anhang: Schaltpläne	62

1 Einleitung

Röntgenstrahlung eignet sich in idealer Weise zur Untersuchung von kristallinen Proben. Für polykristalline Proben, bei denen Kristallite gleichzeitig in mehreren Orientierungen vorliegen, ist die Pulverdiffraktometrie eine Standardmethode. Im Rahmen dieser Arbeit wurde zur Betrachtung der Pulverproben ein Pulverdiffraktometer Huber 670 mit bereits vorhandener Möglichkeit der Messauswertung herangezogen. Das Pulverdiffraktometer Huber 670 ist nach dem Prinzip von Guinier aufgebaut und befindet sich in einer von außen zu öffnenden Messkammer.

Die zu untersuchenden Proben liegen in Pulverform in Glaskapillaren vor und sollen, zwecks der Betrachtung bei gezielt anzuwählenden Temperaturen, zwischen 200 K und 400 K homogen beheizt werden, ohne die umliegende Messperipherie zu beeinflussen.

Die am Gerät bereits vorhandene Ausstattung zur Temperierung von Pulverproben deckt entweder einen Temperaturbereich unterhalb von 250 K oder oberhalb von 350 K ab. Für den dazwischenliegenden Temperaturbereich ist daher ein Wechsel des Messaufbaus erforderlich, der zu Problemen bei der Aufeinanderskalierung der gemessenen Daten führt und daher nur eine vergleichsweise ungenaue Charakterisierung des Temperaturverhaltens einer Probe in diesem Bereich zulässt. Eine schnell umzurüstende Einheit für die Temperierung der Pulverproben im dazwischenliegenden Temperaturbereich von 200 K bis 400 K soll Abhilfe schaffen.

Rahmenbedingungen für die Umsetzung einer temperierbaren Einrichtung sind die räumlichen Gegebenheiten in der Messkammer des Guinier-Pulverdiffraktometers, wobei das Augemerke zusätzlich auf einer einfachen und sicheren Handhabung liegt. Um den gesamten Temperaturbereich abzudecken und um den Übergang von einem Temperaturbereich zum anderen unkritisch durchführen zu können, überlappen sich die Temperaturgrenzen zu anderen Temperierausstattungen sowohl an der unteren als auch an der oberen Temperaturgrenze dieses Heiz-/Kühlmoduls.

Zur zusätzlichen Kontrolle der während der Messung erreichten Temperatur soll außerdem eine, sich ebenfalls in der zu untersuchenden Glaskapillare befindliche Eichprobe in Pulverform dienen. Die zu untersuchende Pulverprobe und die Eichprobe sind übereinander in der Kapillare geschichtet, so dass bei Bedarf gezielt, mittels einer Hubvorrichtung, die jeweilige Probe zur Messung in den Röntgenstrahl gefahren werden kann. Die Kapillarprobe steht idealerweise zentriert rotierend im Röntgenstrahl und das gemessene Beugungsspektrum wird mit einem Messcomputer aufgezeichnet. Zur Justage der Koaxialität der Kapillarprobe steht eine optische Vorrichtung zur Verfügung, die zur entwickelten Temperierungseinheit kompatibel sein soll und die bereits für untemperierte Messungen von Kapillarproben eingesetzt wird.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Die Röntgenröhre

2.1.1 Aufbau

Eine Röntgenröhre besteht im Wesentlichen aus einem Glaszylinder unter Vakuum mit integrierter Kathode und Anode (Abb. 1). Die Kathode wird von einer elektrisch leitenden Wicklung gebildet, an der im Betrieb der Röntgenröhre eine Emissionsspannung (auch Heizspannung) angeschlossen ist. Die unter Spannung stehende Kathode erwärmt sich. Die Elektronen des Kathodenmaterials erreichen ein Niveau an thermischer Energie, das höher ist, als die charakteristische Austrittsarbeit des Metalls der Kathode. Es entsteht eine thermisch verursachte Emission von Elektronen – hier im Vakuum: freie Elektronen.

Die Anode steht bei Betrieb der Röntgenröhre unter positivem Potential. Die negativ geladenen Elektronen sind bestrebt, auf möglichst direktem Weg zur Anode zu gelangen. Die Höhe der Anodenspannung (auch Beschleunigungsspannung) ist proportional zur Energie, mit der die Elektronen auf die Anode treffen.

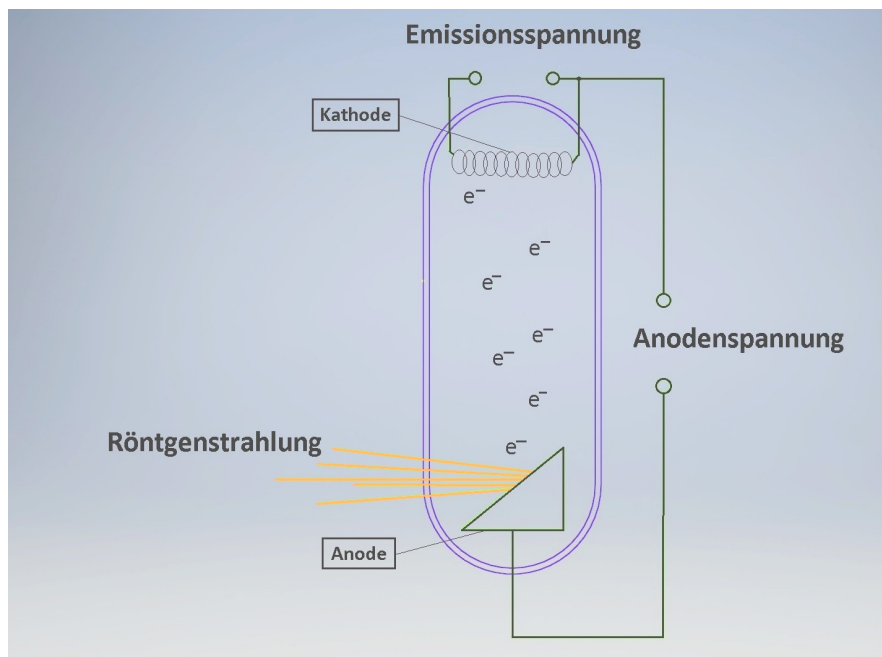


Abb. 1: Schematischer Aufbau einer Röntgenröhre

2 Theoretische Grundlagen

Der mathematische Zusammenhang von Anodenspannung U_A und kinetischer Energie E_{kin} ist:

$$E_{\text{kin}} = e \cdot U_A$$

(e – Elementarladung des Elektrons)

Je nach Anodenmaterial werden etwa 99 % der kinetischen Energie der auftreffenden Elektronen in Wärme umgewandelt, die durch Kühlung der Anode abgeführt wird. Der verbleibende Rest der Energie wird in Röntgenstrahlung umgewandelt, die auf verschiedene Weise genutzt werden kann. Röntgenstrahlung ist elektromagnetische Strahlung mit kleiner Wellenlänge.

2.1.2 Röntgenstrahlung

Die im geringen Anteil an der aufgewendeten Gesamtenergie entstandene Röntgenstrahlung unterteilt sich in zwei Strahlungsarten, die charakteristische Röntgenstrahlung (in Abb. 2: charakteristisches Spektrum) und die Röntgenbremsstrahlung (in Abb. 2: Bremsspektrum), die in ihrer jeweiligen Intensitätsverteilung deutlich zu unterscheiden sind. Bei Erfassung der Strahlungsintensität in Abhängigkeit von der Wellenlänge zeigt sich eine charakteristische Intensitätsverteilung, die schematisch in Abb. 2 dargestellt ist.

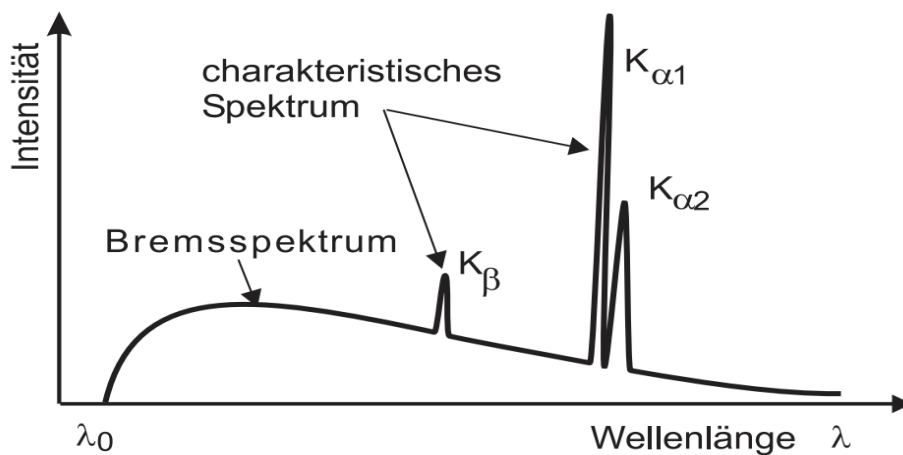


Abb. 2: Intensitätsverteilung einer Röntgenröhre mit Mo-Anode [1]

Charakteristische Röntgenstrahlung:

Die charakteristische Röntgenstrahlung verursacht einzelne, spezifische Intensitätsmaxima, deren Energie abhängig vom Anodenmaterial ist. Die kinetische Energie eines von der Kathode beschleunigten Elektrons erzeugt beim Auftreffen auf das Anodenmaterial einen Stoß auf ein Elektron einer inneren Schale des Atoms. Ist die Bindungsenergie des Atoms des Anodenmaterials kleiner als die Energie des auftreffenden Elektrons, wird ein gebundenes Elektron aus der Atomhülle gestoßen. Es entsteht eine Lücke.

Um die Lücke zu füllen, folgt ein Wechsel eines Elektrons aus einer äußeren, energiereicheren Schale auf eine innere, energieärmere Schale und es wird Energie frei. Dieser Prozess kann auch auftreten, wenn die Energie des auftreffenden Elektrons kleiner als die Bindungsenergie des Atoms ist. Die beim Rückfall des Elektrons freiwerdende Energie ist die Energiedifferenz zwischen höherer und niedrigerer Schale. Diese Energiedifferenz ist elementgebunden und weist spezifische Charakteristika auf, die charakteristische Röntgenstrahlung (Abb. 2).

Röntgenbremsstrahlung:

Die Bremsstrahlung erzeugt ein kontinuierliches Intensitätsspektrum, dessen maximale Energie von der Anodenspannung abhängig ist, jedoch auch durch das Anodenmaterial mitbestimmt wird. Das Anodenmaterial bildet ein Element hoher Ordnungszahl. Je höher die Ordnungszahl des Anodenmaterials, desto größer ist die Intensität der Röntgenbremsstrahlung. Die von der Kathode stark beschleunigten Elektronen werden von der unter positivem Potential stehenden Anode angezogen und treten in das Kristallgitter des Anodenmaterials ein. Je näher ein Elektron beim Eindringen in das Anodengitter einem Kern dessen kommt, desto mehr variiert auch die Größe der Energieabgabe des jeweiligen Elektrons. Dringt ein Elektron in großer Entfernung zu einem Atomkern des Anodengitters ein, gibt es nur wenig Energie ab. Gelangt ein Elektron jedoch sehr dicht an einen Atomkern des Anodenmaterials, verliert es viel bis alle seine Energie. Es wird die sogenannte Röntgenbremsstrahlung frei. Die Energieabgaben der Elektronen können stark variieren, da sehr viele verschiedene Niveaus unterschiedlicher Energie existieren können. So zeigt sich im Spektrum der Röntgenbremsstrahlung eine kontinuierliche Verteilung des Auftretens unterschiedlicher Energien (Abb. 2).

2.2 Gitterstrukturen und Röntgenbeugung

Im Gitter einer kristallinen, chemischen Verbindung ist die räumliche Verteilung der darin vorkommenden Atome geordnet und es ergibt sich eine periodisch wiederholende Struktur - das Kristallgitter. Die kleinste Gittereinheit, durch die sich ein Kristall beschreiben lässt, ist die Elementarzelle (auch Einheitszelle). Eine Vervielfachung der Elementarzelle über Translationen in allen Raumrichtungen bildet das Kristallgitter.

Kristalline Materialien ordnen sich in verschiedenen Kristallgittern unterschiedlicher Symmetrie an. Die Atome (oder Moleküle) ordnen sich innerhalb der Elementarzelle zueinander an, wobei die räumliche Anordnung wesentlich von der Größe der Atome abhängt. Die Abstände zwischen den Atomen im Kristallgitter liegen dabei etwa in der Größenordnung der Wellenlänge der Röntgenstrahlen. Daher kommt es zu einer Wechselwirkung zwischen den Röntgenstrahlen und dem Kristallgitter.

Ein Röntgenstrahl tritt in das Kristallgitter eines Materials ein und wird an der Hülle eines Atoms gebeugt. Je nach Winkel und Ort des Eindringens wird der Röntgenstrahl an einer ersten, äußeren oder an tieferliegenden Gitterebenen gebeugt. Ein Röntgenstrahl, der an tieferliegenden Gitterebenen gebeugt wird, muss einen längeren Weg zurücklegen als ein Röntgenstrahl, der an der ersten Gitterebene abgelenkt wird (Abb. 3). Treten die Röntgenstrahlen wieder aus der Oberfläche aus, sind sie zueinander phasenverschoben. Ob sich die Strahlen konstruktiv oder destruktiv überlagern, hängt vom Winkel und Ort des Eindringens der Röntgenstrahlen in das Kristallgitter und auch von den Abständen der einzelnen Ebenen im Gitter ab. Über den mathematischen Zusammenhang von Winkel, Wellenlänge und Beugungsbild lässt sich eine Aussage über die Struktur des Kristalls treffen.

Die Bedingung für die konstruktive Interferenz der abgebeugten Strahlen liefert die Bragg'sche Gleichung.

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \Theta$$

- n - Beugungsordnung
- λ - Wellenlänge
- d - Gitterebenenabstand
- Θ - Einfallswinkel

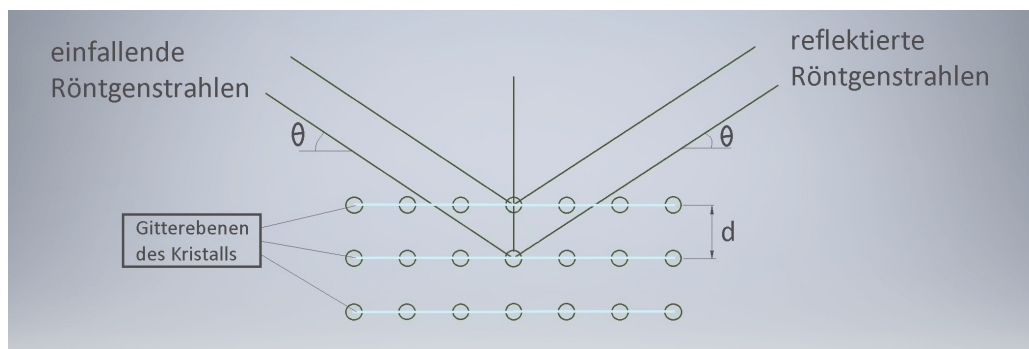


Abb. 3: Röntgenbeugung am Kristallgitter

2.3 Pulverdiffraktometrie nach Guinier

Die Untersuchung von Kristallstrukturen mittels Röntgenstrahlung kann auf verschiedene Art und Weise erfolgen. Grundsätzlich wird zwischen zwei Arten der Probenbeschaffenheit unterschieden. Eine Probe kann im Einkristall vorliegen. Vorausgesetzt, dass es sich um eine Probe homogenen und reinen Materials handelt, kann dann angenommen werden, dass die Gitterebenen der Probe in ihrer Orientierung im Raum einheitlich definiert sind.

Eine Kristallprobe kann ebenfalls in Pulverform vorliegen. Innerhalb eines Pulvers liegen viele kleine Kristallite mit unterschiedlicher Orientierung vor. Im Idealfall ist die Wahrscheinlichkeit für das Auftreten der unterschiedlichen Orientierungen im Pulver gleich groß. Beugungsbilder von einkristallinen und polykristallinen Proben unterscheiden sich daher wesentlich in ihrem Erscheinungsbild.

Aufbau eines Guinier-Pulverdiffraktometers:

Die Funktionsbestandteile eines Pulverdiffraktometers nach Guinier sind die Röntgenröhreneinheit mit Monochromator und Blende, ein Kollimator und ein Kameragehäuse mit integrierter Bildplatte, Laser-Ausleseeinheit samt Photomultiplier und Vorverstärker sowie einer Halogen-Löschlampe. Zur Sicherheit ist in der Röntgenröhreneinheit ein Shutter zur Unterbrechung des Röntgenstrahles verbaut.

Eine Röntgenröhre erzeugt elektromagnetische Strahlung unterschiedlicher Frequenz bzw. unterschiedlicher Wellenlänge. Je nach den zu erwarteten Gitterparametern des zu untersuchenden Kristalls wird nach Erzeugung der Röntgenstrahlung ein geeigneter Monochromatorkristall eingesetzt, mit dem auf der Grundlage der Bragg-Bedingung (Abb. 3) eine definierte Wellenlänge ausgewählt wird. Der Monochromator ist ein Kristall, an dessen Gitterstruktur sich, je

2 Theoretische Grundlagen

nach Auftreffwinkel der Röntgenstrahlung und dessen Gitterparameter, nur Röntgenstrahlen bestimmter Wellenlänge konstruktiv überlagern, passieren und zur Messung der Pulverproben herangezogen werden. Eine Krümmung des Monochromators in Verbindung mit einer justierbaren Blende sorgt hier zugleich für eine Fokussierung gebeugter Röntgenstrahlung zur Hochachse.

Die monochromatische Röntgenstrahlung verlässt die Röntgenröhreneinheit und trifft vor der zu untersuchenden Pulverprobe auf einen Kollimator. Der Kollimator besteht aus mit geringem Abstand zueinander horizontal geschichteten Bleiblechen, die für geringe Divergenz des Röntgenstrahles zur Horizontalen sorgen. Den Kollimator passieren nur Röntgenstrahlen mit annähernd paralleler Ausrichtung zur Horizontalen.

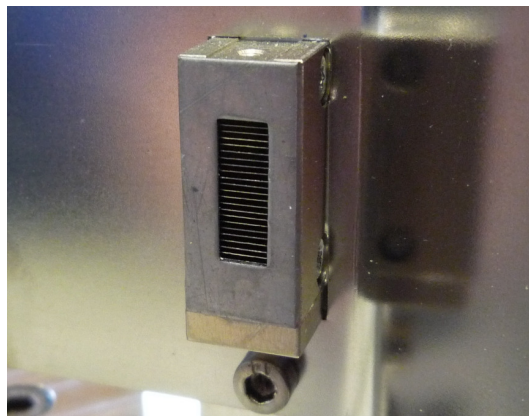


Abb. 4: Foto des Kollimators

Der monochromatische und gebündelte Röntgenstrahl ist in der Anordnung des Pulverdiffraktometers nun auf einen Punkt am linken Rand einer röntgenstrahlungsempfindlichen Bildplatte im Innern des Huber-Diffraktometers fokussiert. Zuvor trifft der Röntgenstrahl auf die rotierende Pulverprobe in der Kapillare und wird an den Gitterebenen des Pulverprobengitters gebeugt. Die unterschiedlichen Orientierungen der Gitterebenen des Pulvers erzeugen eine Beugung der Röntgenstrahlung unter verschiedenen Winkeln. Die Häufigkeit des Auftretens jeweiliger Winkel wird mittels einer röntgenstrahlungsempfindlichen, metastabilen Schicht erfasst, danach über die Laser-Ausleseeinheit gelesen, digitalisiert und von einem Messcomputer graphisch dargestellt. Nach erfolgter Auslesung wird die Information auf der Bildplatte durch Bestrahlung mit einer Halogenlampe gelöscht. Je nach Art der Pulverprobe können geeignete Erfassungs-/Messzeiten gewählt werden.

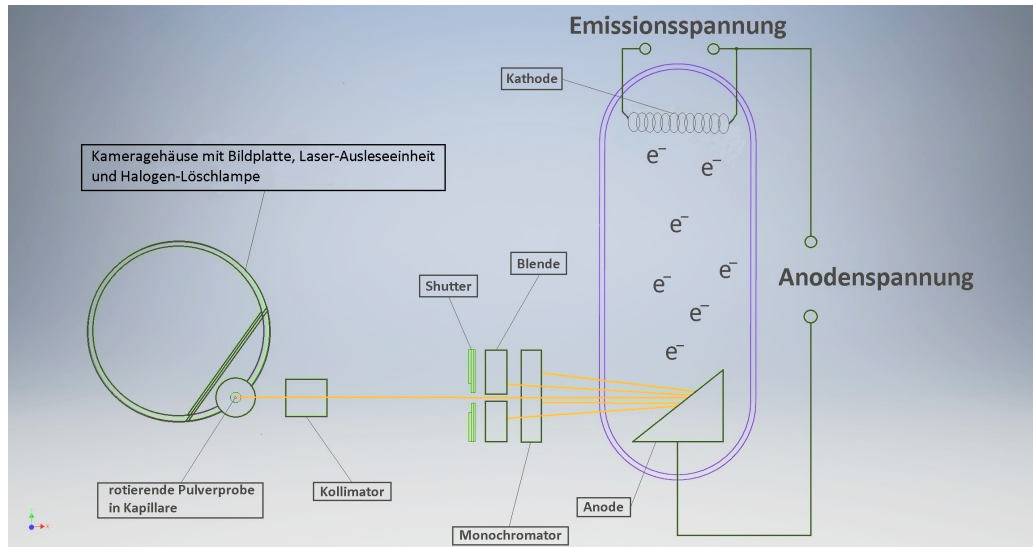


Abb. 5: Schematischer Aufbau eines Guinier-Pulverdiffraktometers mit rotierender Pulverprobe

2 Theoretische Grundlagen

3 Aufbau und Implementierung

Das Guinier-Pulverdiffraktometer von Huber ist in einer mit Blei abgeschirmten Messkammer integriert (Abb. 6) und ermöglicht Messungen mit Röntgenstrahlung ohne Gefahr für die Umwelt. Ein Schalter an der Tür der Messkammer, der bei unbeabsichtigter Öffnung den Röntgenstrahl unmittelbar mit einem Shutter unterbricht, sowie Signallampen bei offenem Shutter tragen zur Sicherheit am Guinier-Pulverdiffraktometer bei. Ein Messcomputer befindet sich in unmittelbarer Nähe zur Messkammer und dient zur Auswertung der Messergebnisse. Die Heiz-/Kühleinheit wird in die Messkammer modular integriert und beeinträchtigt die Nutzung anderer Messeinrichtungen nicht. Abb. 7 zeigt ein Foto des Diffraktometers in der Draufsicht.

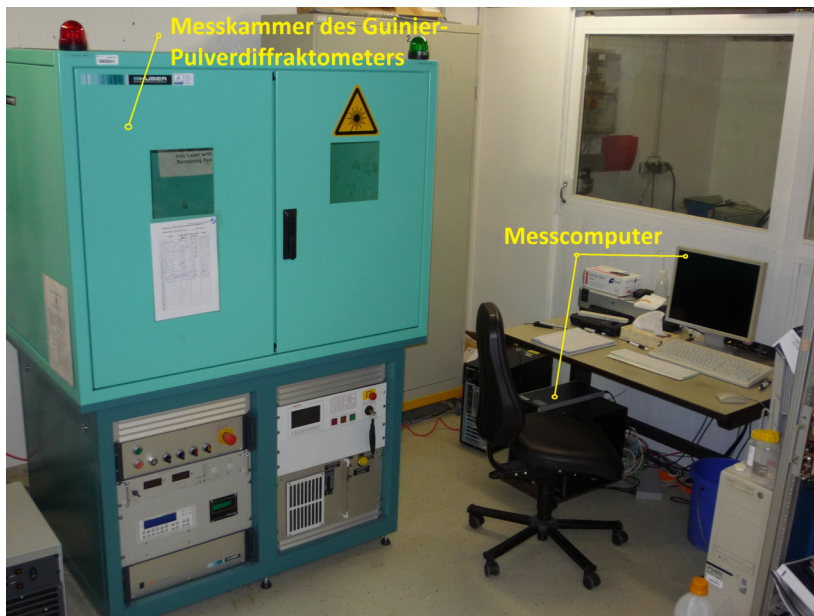


Abb. 6: Messkammer des Guinier-Pulverdiffraktometers von Huber

3 Aufbau und Implementierung

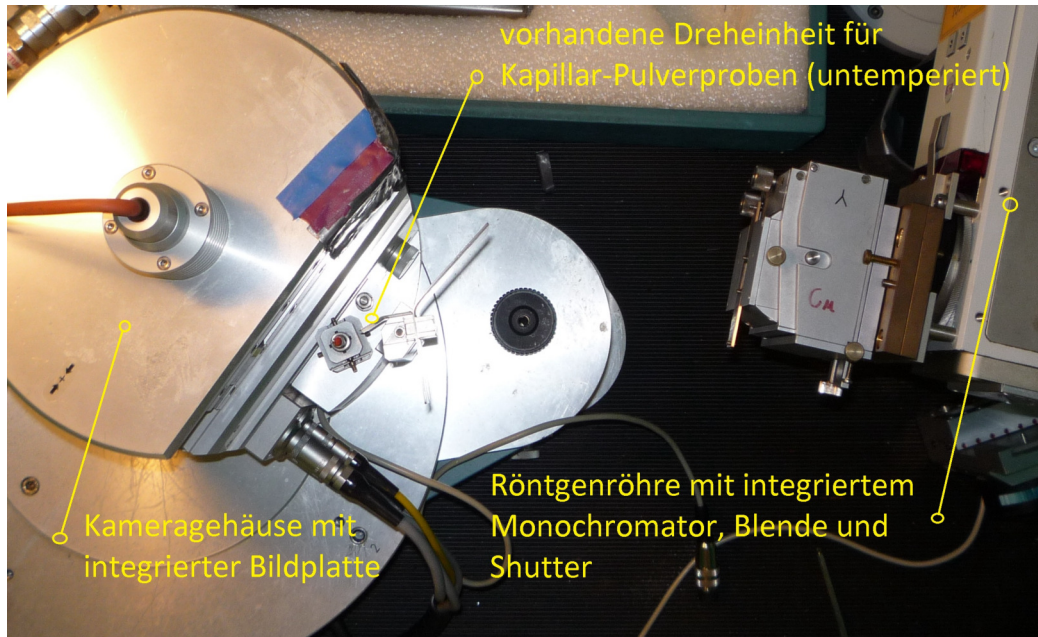


Abb. 7: Foto der ursprünglichen Messumgebung im Guinier-Pulverdiffraktometer mit vorhandener Dreheinrichtung für Kapillaren ohne geregelte Temperierung

Die wesentlichen Bestandteile der Heiz-/Kühleinheit sind die Hub-/Dreheinheit (Abb. 8), die Heizeinheit (Abb. 16) und die Regelung. Die während der Messung erforderlichen Arbeitsmedien sind Stickstoff und Druckluft. Beide Medien sind im Laborumfeld des Pulverdiffraktometers vorhanden. Der Stickstoff wird sowohl zur Kühlung der Kapillare, als auch zur Übertragung der von der Heizeinheit auf den Stickstoffstrom einwirkenden Temperatur genutzt. Die Druckluft dient in Verbindung mit Pneumatikventilen der Betätigung von zwei Pneumatikzylindern von FESTO.

3.1 Hub-/Dreheinheit

Die Wahl eines geeigneten Werkstoffs für den mechanischen Aufbau der Hub-/Dreheinheit wurde nach künftigen Belastungsarten des Materials, nach möglichst geringem Gewicht zwecks besserer Handhabung und nach guter Bearbeitbarkeit (hier Spanbarkeit) getroffen. Die Belastungsarten des erforderlichen Materials umfassen die thermische Belastung unter Einwirkung der Temperaturen von 200 K bis 400 K und die mechanische Belastung unter Beachtung der Einhaltung der Genauigkeit während der Messung. Die Wahl

nach einem geeigneten Werkstoff für die meisten benötigten Komponenten fiel auf eine Aluminiumlegierung mit einem Magnesiumanteil von 3%. Die Aluminiumlegierung AlMg3 bietet erfahrungsgemäß eine ausreichende Festigkeit für den zur Verfügung stehenden konstruktiven Bauraum und lässt sich sehr gut spanend verarbeiten. Eine einfache Verfügbarkeit sowie die unproblematische Bearbeitbarkeit von AlMg3 sind zudem wirtschaftliche Faktoren die eine eventuelle zukünftige Änderung, Ergänzung oder Erweiterung des Aufbaus der Hub-/Dreheinheit begünstigend gestalten können.

Als Befestigungskomponenten wie z.B. Schrauben der Hub-/Dreheinheit kommen aus Haltbarkeitsgründen ausschließlich nichtrostende Komponenten zum Einsatz.

Die Komponenten der Hub-/Dreheinheit (Abb. 8) bilden die Hub-/Drehvorrichtung (Abb. 9), die Montageebene (Abb. 10; A Anhang: A1: Montageebene) und die Bodenebene (Abb. 10; A Anhang: A2: Bodenebene) mit sämtlichen pneumatischen Komponenten sowie dem Aluminiumgehäuse mit der Elektronikplatine (Abb. 13).

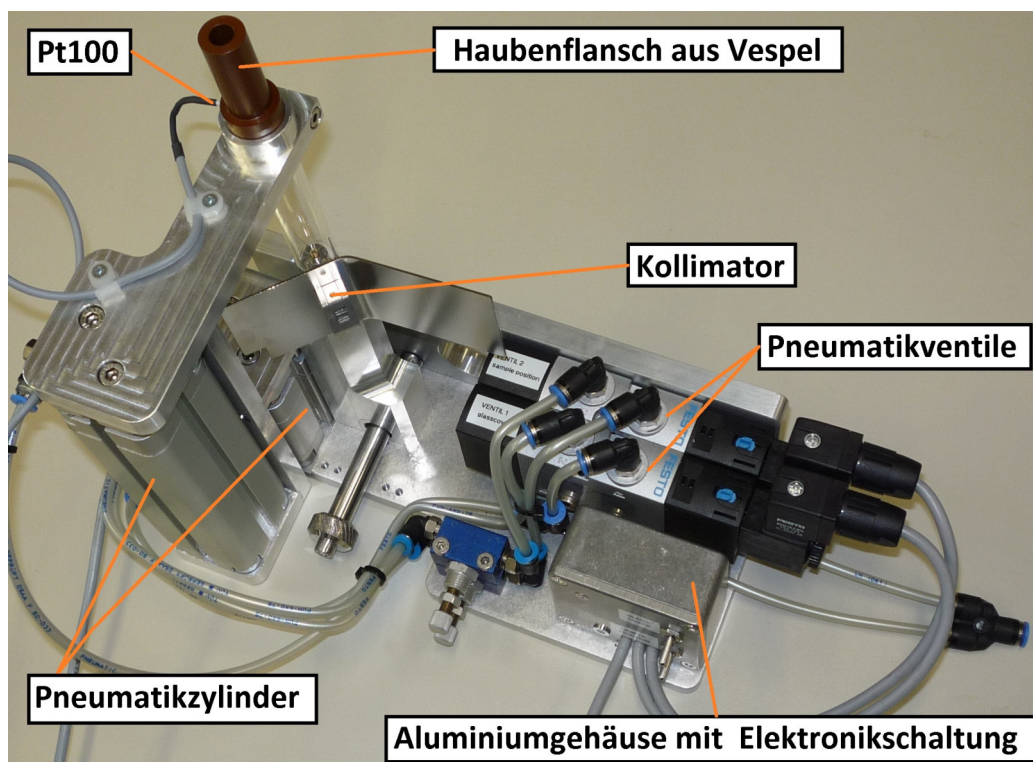


Abb. 8: Foto der neu entwickelten Hub-/Dreheinheit

3 Aufbau und Implementierung

Die Montageebene (Abb. 10; Abb. 8: Platte über den Pneumatikventilen) ist während einer Diffraktionsmessung direkt am Kameragehäuse des Diffraktometers befestigt. Die Bodenebene ist im rechten Winkel mit der Montageebene verschraubt und dient zur Aufnahme der Funktionskomponenten für den Hub und die Drehung der Kapillare. Zur einfachen Montage der gesamten Hub-/Dreheinheit ist lediglich das Anziehen einer gerändelten Zentralschraube (Abb. 10; A Anhang: A3 : Schraube) mit Innensechskant nötig. Zur exakten Positionierung der Montageebene am Kameragehäuse dienen zwei in die Montageebene eingepresste, über die Oberfläche zum Kameragehäuse hin herausstehende, Zylinderstifte (Abb. 11). Die entsprechenden Bohrungen und Innengewinde zur Ausrichtung und Befestigung sind bereits am Kameragehäuse vorhanden und dienen auch anderen Messkomponenten am Pulverdiffraktometer zur präzisen Positionierung.

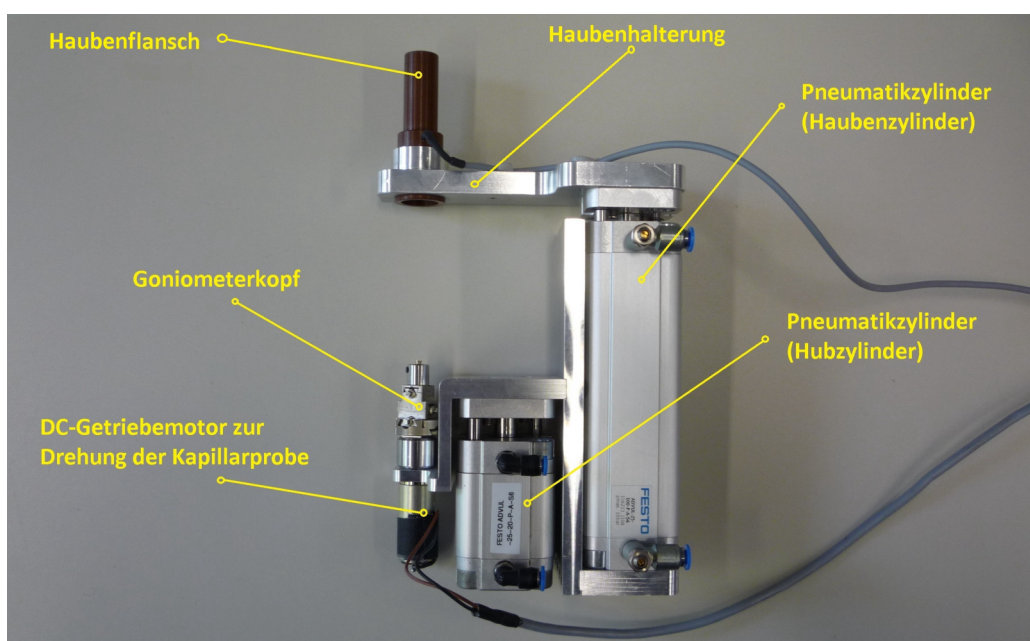


Abb. 9: Foto der Hub-/Drehvorrichtung im Profil

Die Bewegung in die jeweilige Messhöhe für die Eichprobe und die unbekannte Probe übernimmt ein senkrecht auf der Bodenebene montierter doppeltwirkender Pneumatikzylinder (Abb. 9: Hubzylinder FESTO ADVUL-25-20-P-A-S6). Der Kolben des Pneumatikzylinders wird daher in jeder Endlage aktiv mit Druckluft beaufschlagt und sorgt damit zusätzlich für Stabilität. Am oberen Ende der Kolbenstange ist an der Kolbenkopfplatte ein Montagewinkel (A Anhang: A4: Montagewinkel) befestigt, der kameragehäuseseitig den Elektromotor für die Rotation der Kapillare aufnimmt. Um eine Verdrehung des

Montagewinkels um die Kolbenstange des Pneumatikzylinders und damit eine Positionsänderung der Kapillare im Röntgenstrahl zu verhindern, verfügt der Pneumatikzylinder an der Kolbenkopfplatte über zwei zylindrische Führungsstangen, die bei Hub mit ausfahren. Um die Unfallgefahr zu minimieren und um die dünne Glaskapillare nicht unnötiger Belastung auszusetzen, sind am Pneumatikzylinder zusätzlich zwei stufenlos einstellbare Drosselrückschlagventile (FESTO GR-M5-B) zur Reduzierung der Kolbengeschwindigkeit beim Aus- und Einfahren des Zylinderkolbens eingesetzt. Aus Platzmangel auf der linken Seite der Hub-/Dreheinheit im einsatzbereiten Zustand sind die Drosselrückschlagventile (Abb. 10) auf der Bodenebene links neben dem Aluminiumgehäuse (Abb. 13) für die Elektronikschaltung verschraubt.

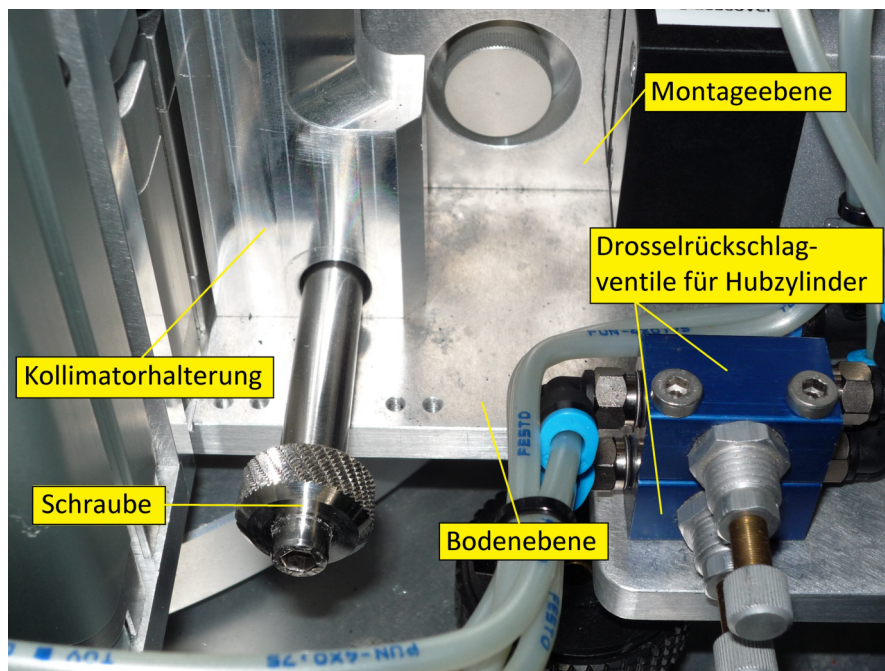


Abb. 10: Foto der Drosselrückschlagventile für den Hubzylinder auf der Bodenebene

Während der Messung der Probenkapillare sorgt eine die Probe coaxial umhüllende zylindrische Haube für eine gezielte und homogene Umströmung mit Stickstoff. Zum Einsetzen oder Entnehmen der Probe wird die Haube pneumatisch angehoben und abgesenkt. Um gut an die Probe herankommen zu können, sorgt ein Pneumatikzylinder (Abb. 9: Haubenzylinder; FESTO ADVUL-25-100-P-A-S6), der wie der Hubzylinder am Montagewinkel, durch zylindrische Führungsstangen gegen Verdrehen um die eigene Kolbenstange

3 Aufbau und Implementierung

gesichert ist, für einen Hub der Haube von 100 mm. Zur Unfallverhütung beim Ein- und Ausfahren der Kolbenstange kommen auch hier zwei Drosselrückschlagventile (FESTO GRLA-M5-QS-4-D) zum Einsatz. Drosselrückschlagventile dieser Bauart werden direkt an die Ein-/Ausgänge des Pneumatikzylinders geschraubt und sind ausgangsgedämpft.

Durch den begrenzten, zur Verfügung stehenden Bauraum sind die Pneumatikzylinder vor der Einwirkung von Kälte und Wärme nur eingeschränkt geschützt und vorsorglich mit Dichtungen einer Temperaturbeständigkeit bis 393 K ausgestattet.

Beide doppelwirkenden Pneumatikzylinder werden jeweils über ein 5/2-Wegeventil (FESTO VUVS-L20-M52-MD-G18-F7-1C1) angesteuert und lassen sich daher separat voneinander schalten. Der Pneumatikzylinder für die Haube (Abb. 9: Haubenzylinder) ist mechanisch so integriert, dass er sich mit dem Hubzylinder (Abb. 9: Hubzylinder) mitbewegt. Der Montagewinkel für den Hubzylinder und den Getriebemotor ist an die Montageplatte (A Anhang: A5: Montageplatte) geschraubt, die wiederum über die Bodenplatte (A Anhang: A6: Bodenplatte) mit dem Haubenzylinder verbunden ist. Die Haube erfährt bei Bewegung in eine andere Messebene, z.B. von Eichprobe zur unbekannt Probe, den gleichen Hub. Dadurch ändern sich keine weiteren Einflussparameter außer die Position der Pulverprobe selbst.

Die Kapillare ist in ein Messingrohr (Abb. 11) geklebt und findet zur Messung ihren Platz in dem Probenhalter aus Edelstahl (A Anhang: A7: Probenhalter). Der Probenhalter ist auf einen speziellen Goniometerkopf von Huber (Abb. 11) mit kleinem Bauraum geschraubt. Vor der Messung im Pulverdiffraktometer ist die Koaxialität der Kapillarprobe mittels optischer Justagevorrichtung zu prüfen, ggfs. zu korrigieren. Über eine stufenlose Verstellmöglichkeit am Goniometerkopf von x- und y-Achse und zwei Winkelverstellmöglichkeiten wird die Kapillare auf dem Goniometerkopf so justiert, dass sie koaxial mit der Getriebemotorwelle übereinstimmt. An der Getriebemotorwelle ist eine Motorspindel (A Anhang: A8: Motorspindel) montiert, die denselben Durchmesser hat wie die Spindel der optischen Justagevorrichtung für Goniometerköpfe.

Ein am unteren Teil des Goniometerkopfes geschraubter Flansch (A Anhang: A9: Goniometerflansch) kann also sowohl auf die optische Justagevorrichtung, als auch auf die Motorspindel der Hub-/Dreheinheit gesteckt werden.

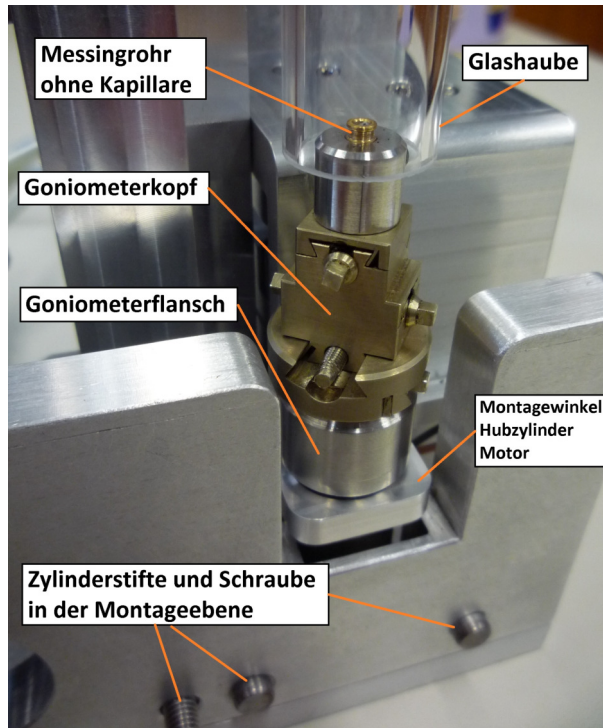


Abb. 11: Goniometerkopf in Messposition

Die an der Kopfplatte des Haubenzyinders befestigte Haubenhalterung (Abb. 9; A Anhang: A11: Haubenhalterung) klemmt senkrecht den Haubenflansch (A Anhang: A10: Haubenflansch) aus Vespel (Herstellerbezeichnung; Hersteller: DuPont), ein thermisch und mechanisch hochbelastbarer Kunststoff. Kapillarprobenseitig ist der Haubenflansch so ausgeführt, das er eine Haube (Rohr) aufnehmen kann, die die Kapillare während der Messung umhüllt. Die Haube ist in den Flansch gesteckt und dicht verklebmt. Das andere Ende des Flansches dient zur Aufnahme der Heizeinheit an der Hub-/Dreheinheit über eine Steckverbindung.

Die Pneumatikventile werden elektrisch betätigt. Jeweils eine Magnetspule pro Ventil schaltet die Position des Ventilkörpers, der am entsprechenden Ausgang des Ventils für Druckluft sorgt. Nur eine der zwei möglichen Positionen des Ventilkörpers wird elektromagnetisch herbeigeführt. Die Rückstellung in die Ursprungslage des Ventilkörpers erfolgt mittels einer Feder im Pneumatikventil. Die Druckluftausgänge der Pneumatikventile sind zur Geräuschreduzierung bei Betätigung mit aufgeschraubten Schalldämpfern von FESTO versehen. Pneumatisch sind die Ventile und Zylinder so angeschlossen (B Anhang: B3: Pneumatik), dass in der länger verbleibenden Position der Pneumatikzylinder

3 Aufbau und Implementierung

die Magnetspulen der Ventile zwecks längerer Haltbarkeit stromlos sind. Ausgehend davon, dass die Eichprobe lediglich zur Kontrolle herangezogen wird und die Haube nur bei Nichtbenutzung oder Probenentnahme in der oberen Position ist, sind die übrigen Endpositionen der Pneumatikzylinder die lang verbleibenden Endpositionen; und die Magnetspulen sind dann entsprechend stromlos.

Die Magnetspulen der Pneumatikventile benötigen 24V Gleichspannung. Am Kameragehäusefuß des Pulverdiffraktometers sind für andere Messanwendungen zwei schaltbare Buchsen mit einer Versorgungsspannung von 12V Gleichspannung und 24V Wechselspannung vorhanden. Zur Unterstützung der einfachen Handhabbarkeit der Hub-/Dreheinheit kommt kein externes Netzteil zum Einsatz, sondern es werden die vorhandenen Versorgungsspannungen genutzt.

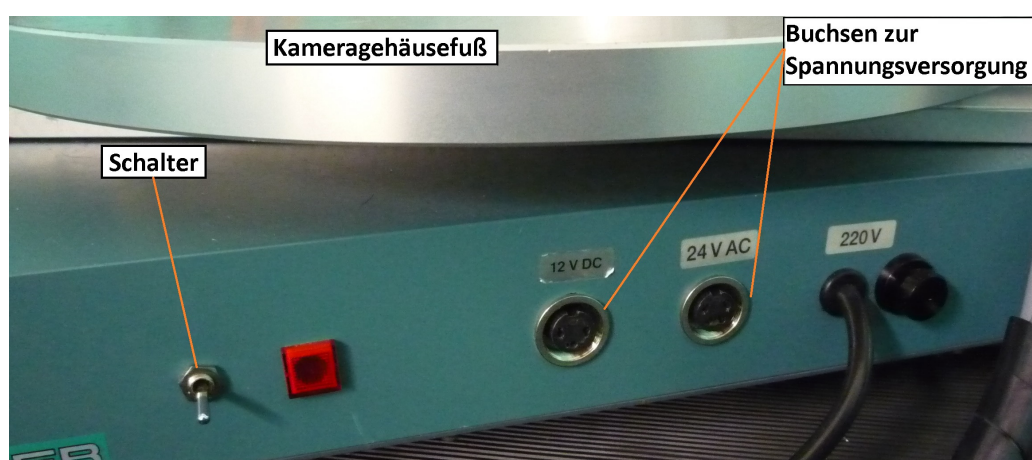


Abb. 12: Kameragehäusefuß mit Buchsen zur Spannungsversorgung

Der Getriebeelektromotor (Faulhaber 1516E0125 5/15 1/141) zur Drehung der Kapillare ist für 12V Gleichspannung ausgelegt und kann an der vorhandenen 12V-DC-Buchse in Einsatz genommen werden. Eine bereits vorhandene Kapillaren-Dreheinrichtung von Huber nutzt vor dem Gleichstrommotor einen 8V-Festspannungsregler, um die Drehzahl des Motors auf geeignete Umdrehung zu reduzieren. Herstellerseitig (Huber) ist im 12V-DC-Stecker ein Festspannungsregler mit einer Diode zum Schutz vor Verpolung integriert. In der vorliegenden, temperierbaren Dreheinrichtung für Kapillare ist die Drehzahl des Gleichstrommotors, die Übersetzung des angeflanschten Getriebes und die elektrische Verschaltung mit Festspannungsregler und Diode, zur Nutzung der bereits empirisch bewährten Umgebungsparameter, identisch übernommen. Auch hier ist ein 8V-Festspannungsregler mit Diode im 12V-DC-Stecker untergebracht (B Anhang: B2: Motor Rotation Kapillare). Um zum Probenwechsel

nicht den 12V-DC-Stecker ziehen zu müssen, ist die Zuleitung zum Getriebemotor mit einem Kabelschalter versehen. Das Betätigen des Schalters am Kameragehäusefuß des Pulverdiffraktometers hätte zwar ein Anhalten des Getriebemotors jedoch auch das sofortige Einfahren beider Pneumatikzylinder zur Folge. Ein Probenwechsel wäre also in diesem Betriebszustand nicht möglich.

Die 24V aus der Wechselstrombuchse werden mit einer Elektronikschaltung (B Anhang: B1: Elektronikplatine) in eine 24V Gleichspannungsquelle gewandelt. Die Elektronikschaltung ist mit zwei Schaltern für die jeweiligen Elektromagneten in einem Aluminiumgehäuse (Abb. 8) integriert, das auf die Bodenebene geschraubt ist.

Durch einen Brückengleichrichter wird aus der 24V Wechselspannung eine pulsierende Gleichspannung mit etwa 34V. Ein Elektrolytkondensator sorgt für eine Glättung der pulsierenden Spannung. Ein Festspannungsregler mit jeweils einem Kondensator am Ein- und Ausgang wandelt die 34V in eine Gleichspannung von 24V. Der Leistungsbedarf pro Magnetspule sind laut FESTO-Datenblatt 2,5W. Kommen beide Elektromagneten gleichzeitig zum Einsatz, was im Messbetrieb nur selten vorkommt, fließen über den Festspannungsregler etwa 0,21A. Die maximale Verlustleistung P_v des Festspannungsreglers ist das Produkt aus der Differenz von Eingangs- zur Ausgangsspannung und dem fließenden Strom.

$$P_v = (34V - 24V) * 0,21A = 2,1W$$

Ausgelegt ist der Festspannungsregler für einen Strom von 1A, im vorliegenden Anwendungsfall also für eine theoretisch zulässige Verlustleistung von 10W. Die tatsächliche Belastung bleibt daher weit unter der zulässigen. Zur Abführung der Verlustwärme ist der Festspannungsregler mit einem Wärmeleitpad an das Aluminiumgehäuse angekoppelt, das die Elektronik beinhaltet.

Die Elektronikschaltung ist auf einer verzinnten Streifenrasterplatine aufgebaut und über die Deckelverschraubung des Aluminiumgehäuses (Abb. 13) von vorn einfach zu erreichen.

Elektromagnete bzw. Magnetspulen erzeugen bei Änderung des durchfließenden Stromes auch eine Veränderung des sie umgebenden Magnetfeldes. Infolge der Magnetfeldänderung kommt es wiederum zur Induzierung einer Spannung in der Spulenwicklung, die bei Trennung des Stromkreises der Spannung entgegengesetzt ist, die vorher angelegen hat. Die induzierte Spannung stellt sich als kurze Spitzenspannung dar, die empfindlichen elektronischen Komponenten im Umfeld schaden könnte. Zur Vermeidung von Defekten der umliegenden Komponenten und Prävention vor Ausfall der Messeinrichtung sind jeweils parallel zu den Magnetspulenwicklungen Freilaufdioden eingesetzt, die eine Rückwirkung aus den Spulenwicklungen verhindern. Die

3 Aufbau und Implementierung

Freilaufdioden befinden sich ebenfalls auf der Streifenrasterplatine im Aluminiumgehäuse (Abb. 13).

Eine grüne 24V-LED am Gehäuse der Elektronikschaltung signalisiert die Bereitschaft zum Schalten der Pneumatikventile bzw. das Anliegen von 24V vor den Schaltern zu den Magnetventilen.

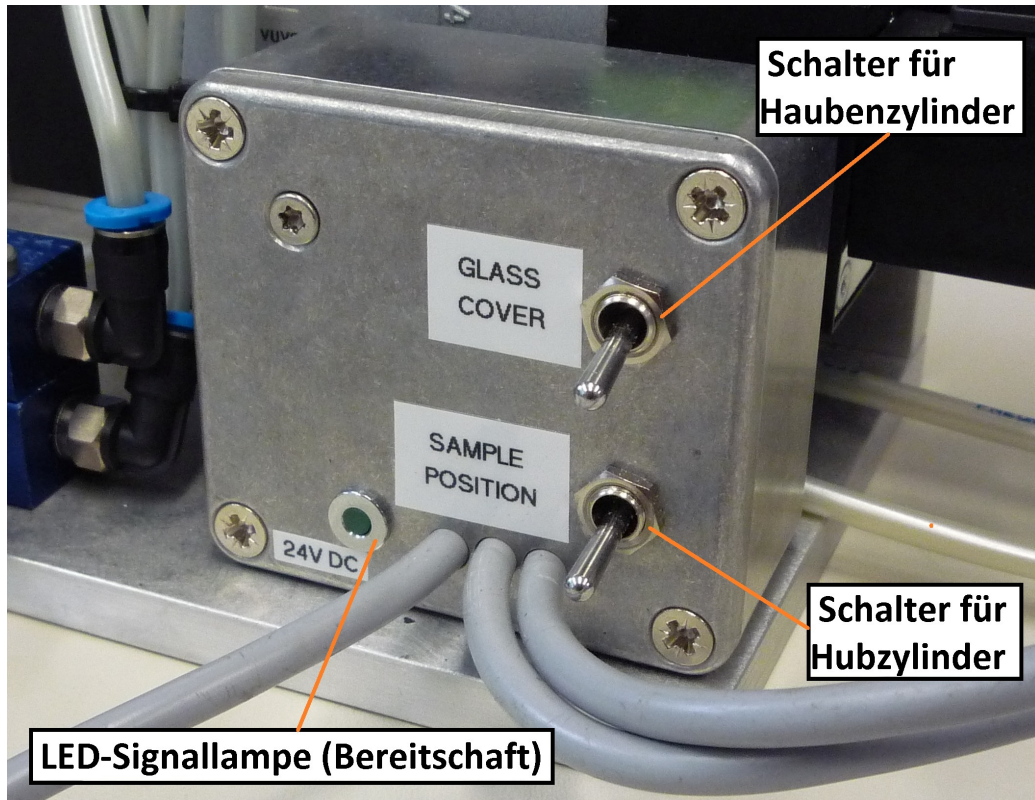


Abb. 13: Aluminiumgehäuse mit integrierter Elektronikschaltung

Der Kollimator (Abb. 4) in der Hub-/Dreheinrichtung ist auf der Kollimatorhalterung (Abb. 10; A Anhang: A12: Kollimatorhalterung) montiert. Durch den begrenzten Platz am Messort vor dem Kameragehäuse des Pulverdiffraktometers ist die Kollimatorhalterung so gestaltet, dass die gerändelte Zentralschraube zur Befestigung der Hub-/Dreheinheit am Kameragehäuse durch den unteren Teil der Kollimatorhalterung durchgesteckt wird (Abb. 10) und bei Anzug der Schraube (Abb. 10) die Montageebene, auch mittels der Zylinderstifte (Abb. 11), in Position hält.

Zur Vermeidung von störender Streuung des primären Röntgenstrahls und einer damit einhergehenden Beeinträchtigung des Röntgenspektrums ist um den Kollimator ein Edelstahlblech (A Anhang: A13: Kollimatorblech) angebracht.

Damit wird sichergestellt, dass im aufgenommenen Röntgendiagramm nur Röntgenstrahlen berücksichtigt werden, die den Kollimator passiert haben. Die Höhe und die Position des Kollimators ist identisch mit der Position einer bereits vorhandenen Messvorrichtung für drehende aber untemperierte Kapillarproben. Auch die Kapillarprobe in der temperierbaren Hub-/Dreheinheit befindet sich während einer Messung am geometrisch identischen Ort im Röntgenstrahl vor dem Kameragehäuse.

3.2 Heizeinheit

Die Stickstoffversorgung der Heiz-/Kühleinheit erfolgt durch einen isolierten Edelstahlbehälter (Abb. 14; Stickstoffbehälter) über ein Regelventil. Durch das Regelventil (Abb. 14) wird mittels Volumenflussmesser der gewünschte Stickstofffluss eingestellt. Der Stickstoff in dem Edelstahlbehälter liegt in flüssiger Form vor und wird unter atmosphärischem Umgebungsdruck (auch Normaldruck) gasförmig (Siedepunkt Stickstoff 77 K) als Arbeitsmedium entnommen. Der Stickstoff gelangt weitestgehend gasförmig in die Entnahmeleitung (Wellenschlauch). Über die Länge des angeschlossenen Wellenschlauches findet ein Temperaturaustausch mit der Umgebung statt. Der Austausch mit der Umgebungstemperatur und die Länge der Zuleitung (hier: Edelstahlwellenschlauch) sorgen für einen vorteilhaften Effekt, da sie die teilweise in den Wellenschlauch gelangende Flüssigphase und die dadurch entstehenden Volumenflussschwankungen weitestgehend ausgleichen. Um den Volumenstrom während der Messung möglichst konstant zu halten, wird zusätzlich ein weiteres Regelventil nach dem Wellenschlauch, von dem Stickstoffbehälter über den Edelstahlwellenschlauch kommend, eingesetzt.

Der Stickstoffbehälter aus Edelstahl ist zwar isoliert, jedoch gibt es dennoch ein Temperaturgefälle von der Außenwandung des Behälters zur Umgebungstemperatur, d.h. der Stickstoff tauscht sich bei längerer Lagerung thermisch mit der Umgebungstemperatur aus und ist bei über 77 K bestrebt, in die Gasphase überzugehen. Infolgedessen erhöht sich der Druck im Edelstahlbehälter. Zur Sicherheit ist dafür ein Überdruckventil (Abb. 14) am Edelstahlbehälter angebracht, das bei Erhöhung des Innendruckes infolge der gestiegenen Innen-

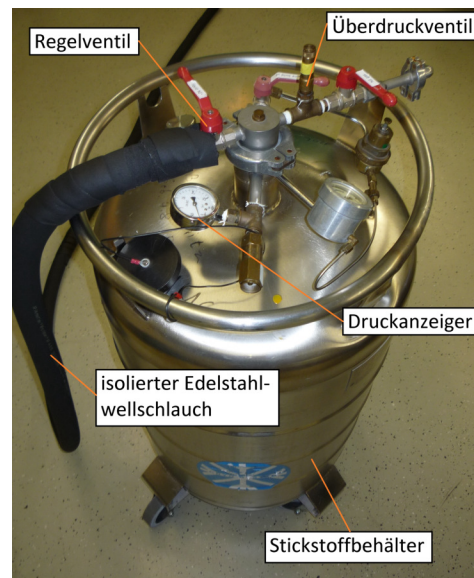


Abb. 14: Foto des Stickstoffbehälters 21

3 Aufbau und Implementierung

temperatur den „Überdruck“ entweichen lässt. Das Überdruckventil löst ab einem Druck von 250 mbar aus und verschließt sich bei Erreichen des Soll-druckes wieder selbstständig.

Durch eine in der Nähe des Kameragehäuses des Pulverdiffraktometers befindliche Kammeröffnung ist der isolierte, vom Stickstoffbehälter kommende, Edelstahlwellschlauch eingeführt und auf direktem Weg an den Eingang des zweiten Regelventils geschraubt. Das zweite Regelventil ist neben dem Well-schlauch die einzige fest in der Messkammer montierte Komponente der Heiz-/Kühleinheit und an der linken, oberen Kammerwand an einem Edelstahlblech elektrisch isoliert befestigt. An den Ausgang des zweiten Regelventils ist mittels einer Svagelockverschraubung (lösbare Rohrverbindung mit Schneidring-Dichtung) ein ebenfalls thermisch isolierter Wellschlauch befestigt, der den Stickstoffstrom zur Heizeinheit (Abb. 16) leitet. Der Wellschlauch am Ausgang des Regelventils zur Heizeinheit ist ausreichend lang dimensioniert um ein ungehindertes Ausfahren der Pneumatikzylinder, ohne Gefahr der plastischen Verformung von Wellschlauch oder der Hub-/Dreheinheit, zu gewähren. Auch zur Nutzung anderer Messausstattungen am Pulverdiffraktometer kann die Heizeinheit mit dem Regelventil verbunden bleiben und durch den flexiblen Wellschlauch einfach zur linken, freien Seite der Messkammer gelegt werden.

Durch die Heizeinheit wird während der Messung Stickstoff geführt, der sowohl zur Kühlung als auch für den Transport der Wärme dient. Um höhere Temperaturen als 200 K zu erreichen, werden Heizelemente eingesetzt, die in der Heizeinheit integriert sind, jedoch aus Dichtigkeitsgründen hermetisch nicht in Berührung mit dem Volumenstrom des Stickstoffes stehen. In den Heizkörper (Abb. 15) der Heizeinheit ist eine Nut eingebracht, die sich um die Heizelemente windet und dafür sorgt, dass der Stickstoffstrom vom Eingang bis zum Ausgang der Heizeinheit stetig erwärmt wird.

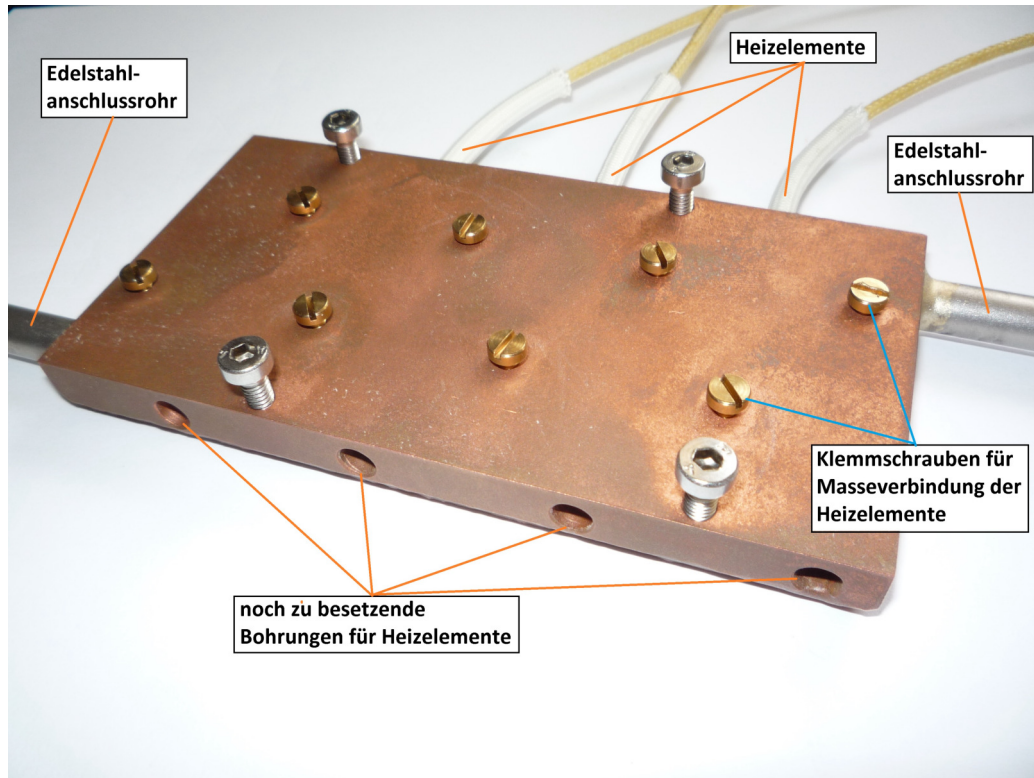


Abb. 15: Foto des Kupferheizkörpers mit 3 Heizelementen

Um eine gute Wärmeübertragung zu gewährleisten, sind der Heizkörper (A Anhang: A14: Heizkörper) und der Heizkörperdeckel (A Anhang: A15: Heizkörperdeckel) aus Kupfer hergestellt. Die konstruktive Gestaltung des Heizkörpers ist nach einfacher Herstellbarkeit, möglichst schneller Wärmeübertragung, zwecks kurzer Reaktionszeit von dem Temperatursensor zu den Heizelementen, und möglichst turbulenzarmer Durchströmung des Stickstoffes ausgeführt. Für eine schnelle und effektive Wärmeübertragung ist der Heizkörper so dimensioniert, dass die Heizelemente nah am Stickstoff einwirken, möglichst wenig Masse (hier: Kupfer) erwärmt werden muss und die Einwirkoberfläche auf den Stickstoff möglichst groß ist. Der Heizkörper und der Heizkörperdeckel sind gasdicht verschweißt.

Die elektrische Masse der Heizelemente wird über den Außenmantel des jeweiligen Heizelementes bezogen. Zur Sicherung eines guten elektrischen Kontaktes kommen Klemmschrauben (Abb. 15) zum Einsatz, die am Ende eines jeden Heizelementes den zugehörigen Außenmantel an die Wandung der Aufnahmebohrung des Heizelementes im Heizkörper drücken. Eine bis 473 K temperaturbeständige Wärmeleitpaste sorgt für optimale Wärmeübertragung von den Heizelementen zum Heizkörper.

3 Aufbau und Implementierung

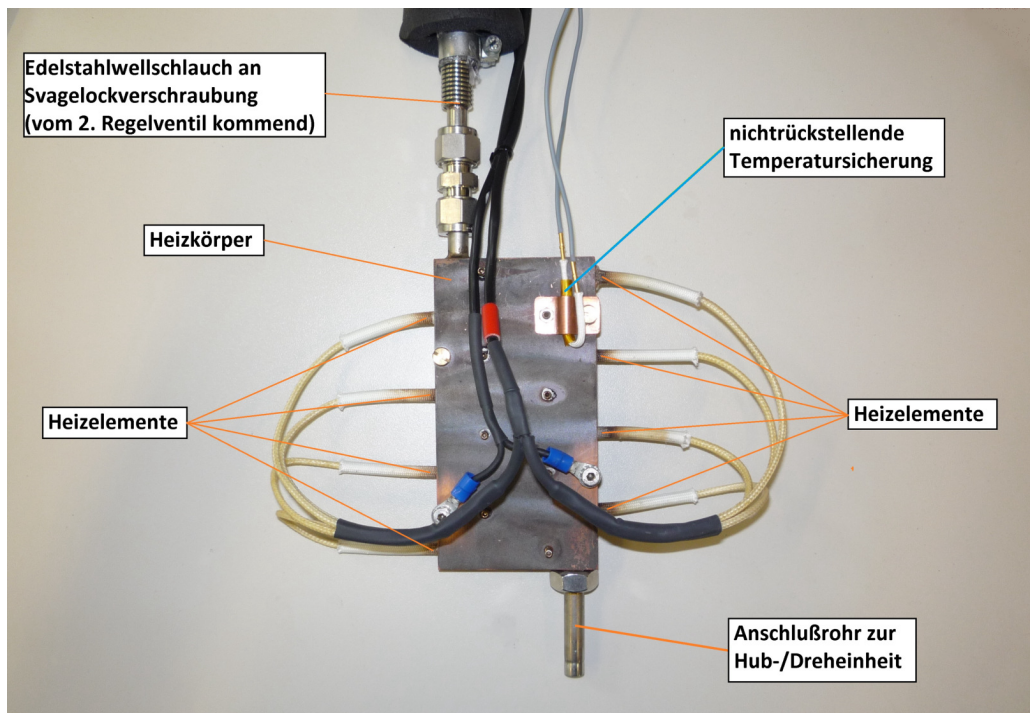


Abb. 16: Foto der unisolierten Heizeinheit

Als Anschluss für den Stickstofffluss dient an der Einlassseite des Heizkörpers ein hartverlötetes Edelstahlrohr mit einer Svalockverbindung. Auch an der Auslassseite des Heizkörpers ist ein Edelstahlrohr eingelötet, das modular in den Haubenflansch eingesteckt wird, um die Kapillarprobe zu temperieren.

Wie der Wellschlauch ist auch die Heizeinheit mit einem thermisch beständigen Gewebeband isoliert. Dies verringert bei höherer Umgebungstemperatur als der Zieltemperatur Kondensatbildung und macht damit die Temperaturregelung unabhängiger.

Die elektrische Zuleitung zu den Heizelementen der Heizeinheit und die Zuleitung der Temperatursicherung ist am isolierten Edelstahlwellschlauch (Abb. 16) geführt und am Regelventil an der linken Kammerwand steckbar ausgelegt. Ein einfacher Aus- und Einbau der modularen Komponenten der Heiz-/Kühleinheit ist damit gesichert.

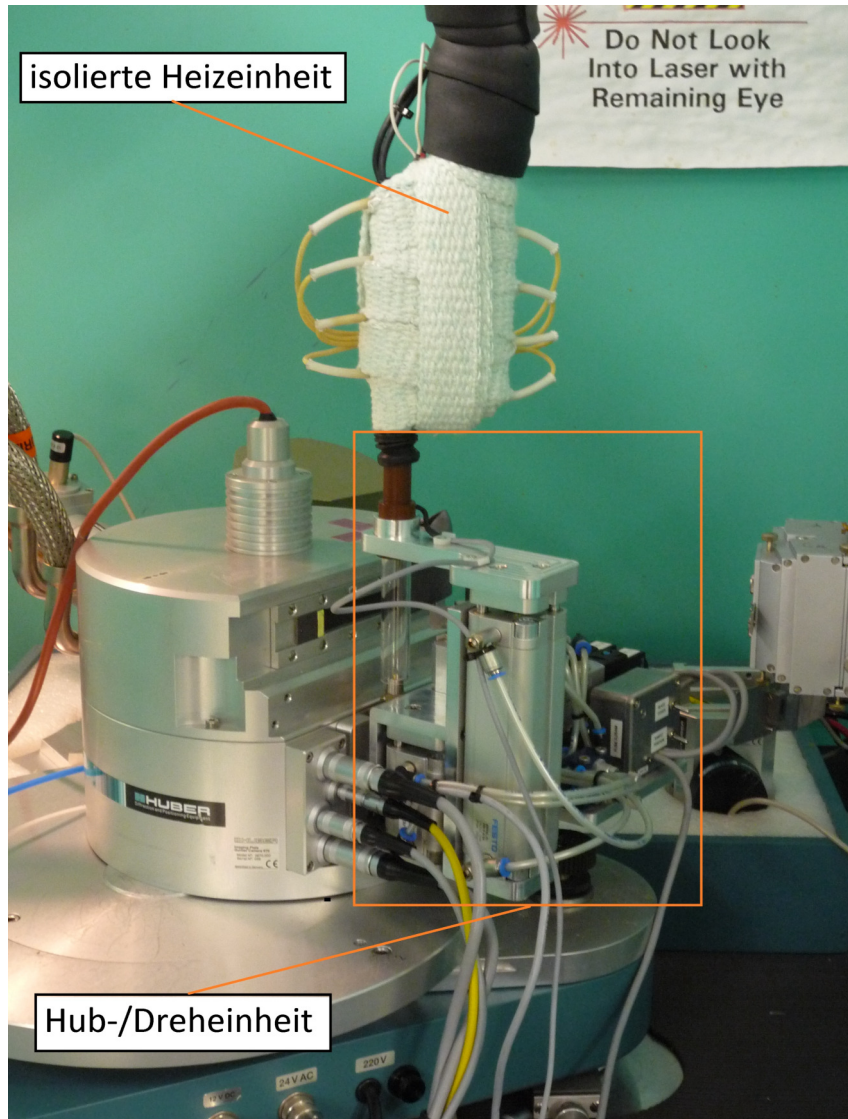


Abb. 17: Foto der isolierten Heizeinheit, aufgesteckt auf die Hub-/Dreheinheit

3.3 Temperaturregelung

Da der Stickstoffstrom in vorliegender Anordnung sowohl zur Kühlung der Kapillarprobe, als auch zur Übertragung der von dem Heizkörper auf den Stickstoff (B Anhang: B5: Blockdiagramm Regelkreis: Regelstrecke) einwirkenden Wärme dient, ist das im Laufe der Messung weitestgehend konstant gehaltene Stickstoffvolumen so zu wählen, dass 200 K an der Probe als unterer

3 Aufbau und Implementierung

Temperaturzielwert erreicht wird. Eine Isolierung des Wellschlauches von der Stickstoffquelle bis zum Heizkörper hält die Kondensatbildung um den Schlauch gering und reduziert somit Temperaturverluste. Der Wellschlauch vom zweiten Regelventil zur Heizeinheit ist 2-fach isoliert. Ein Gewebiband und eine zusätzliche Schaumstoffisolierung erhalten die Flexibilität des Wellschlauches und verringern das Temperaturgefälle.

Die Erfassung der Temperatur ist durch einen Pt100-Temperatursensor realisiert, der unmittelbar im Stickstofffluss nahe der Probe in den Haubenflansch integriert ist. Zur Kompensation des Spannungsabfalls über die Länge der Messleitung des Pt100 und wegen der Gefahr, dadurch von der Regelung ungenaue Temperaturwerte zu erhalten, wird für den Temperatursensor ein 4-Leiter-Messverfahren angewendet.

Auch die Zuleitung zum Temperatursensor ist steckbar ausgelegt und kann mit der Hub-/Dreheinheit unkompliziert in die Messkammer eingesetzt und entnommen werden. Zur Sicherheit ist die Zuleitung zum Temperatursensor nach der Steckverbindung über eine Zugentlastung am Haubenhalter befestigt.

Ein Regler von Lakeshore (Modell 331; Abb.18) dient zur Verarbeitung der von dem Pt100 erfassten Temperatur (B Anhang: B4: Regelung). Je nach ausgewählten Regelparametern gibt der Regler entsprechend zur Eingangsspannung/Eingangswiderstand (Pt100) am Ausgang einen Strom von 0,1A bei maximal 50V aus. Die Ausgangsleistung dieses Reglers reicht damit nicht aus, um die Heizelemente direkt zu betreiben. Jedes Heizelement hat eine Leistung von 80W bei 42V-DC und der Kupferheizkörper (Abb. 15) ist für 8 Heizelemente ausgelegt. Zum uneingeschränkten Betrieb der Heizeinheit werden entsprechend 15,2 A bei 42V-DC benötigt. Dies macht ein entsprechend regelbares Netzteil erforderlich. Das gewählte Netzteil zum Betrieb der Heizelemente ist ein Delta Elektronika SMX 7220-D (Abb. 18; B Anhang: B5: Blockdiagramm Regelkreis: Stellglied), das eine Eingangsspannung von 0-5V-DC verarbeitet. Da der Regler von Lakeshore am Ausgang stromgeregelt ist, wird auch das Netzteil von Delta Elektronika mittels Logikschalter auf Stromregelung umprogrammiert. Das Netzteil ist in der Lage, eine Ausgangsspannung von 0-72V-DC zu liefern und ist so eingestellt, dass es bei einem bestimmten Eingangsstrom eine proportional dazu abhängige Ausgangsspannung liefert. Da die Heizelemente nur für 42V-DC ausgelegt sind, das Netzteil aber eine maximale Ausgangsspannung von 72V-DC ausgeben kann, kommt ein Spannungsteiler zwischen Regler und Netzteil zum Einsatz. Er ist auf einer Lochrasterplatine in einem separaten Aluminiumgehäuse untergebracht.

Der Spannungsteiler sorgt sowohl für das Angleichen der Ausgangsspannung des Reglers am Eingang des Netzteiles, als auch für eine Last am Ausgang des Reglers. Der Regler erfasst vor Beginn des Regelvorgangs den Widerstand am Ausgang. Ohne entsprechende ohmsche Last wird der Ausgang des Reglers als offen gewertet und es findet kein Regelvorgang von dem Regler statt.



Abb. 18: Foto des Reglers Lakeshore 331 und des Netzteils Delta Elektronika SMX 7220-D

Die Berechnung der erforderlichen Eingangsspannung am Netzteil erfolgt nach:

$$U_2 = (U_{\max; \text{Heizelement}} / U_{a \max; \text{Netzteil}}) * U_{e \max; \text{Netzteil}}$$

$$U_2 = (42\text{V} / 72\text{V}) * 5\text{V} = 2,92\text{V}$$

In Betracht der existierenden Toleranzfeldbreite von Festwiderständen wird, zur Betriebssicherheit der Heizeinheit und um die Heizelemente am Ausgang des Netzteils nicht zu überlasten, zur Bestimmung der erforderlichen Widerstände mit $U_2 = 2,85\text{V}$ weitergerechnet. Die vom Hersteller der Heizelemente angegebene Leistung von 80W bei 42V könnte bei ungünstiger Toleranzüberschneidung der Widerstände möglicherweise nicht ganz erreicht werden, was aus Betriebssicherheitsgründen in Kauf genommen wird.

3 Aufbau und Implementierung

Der Regler ist am Ausgang stromgeregelt bei einer maximalen Spannung von $U_{\text{ges}}=50\text{V}$. Der Strom am Ausgang des Reglers bei Vollaussteuerung ist $I=0,1\text{A}$.

Der Widerstand R_2 im Spannungsteiler errechnet sich wie folgt:

$$R_2=U_2/I=2,85\text{V}/0,1\text{A}=28,5\text{ Ohm}$$

Der Gesamtwiderstand ist dann:

$$R_{\text{ges}}=(U_{\text{ges}}/U_2)*R_2=(50\text{V}/2,85\text{V})*28,5\text{ Ohm}=500\text{ Ohm}$$

Der Widerstand R_1 kann bestimmt werden nach:

$$R_{\text{ges}}=R_1+R_2$$

Daraus folgt nach Umstellung:

$$R_1=R_{\text{ges}}-R_2=500\text{ Ohm}-28,5\text{ Ohm}=471,5\text{ Ohm}$$

Ausgewählt werden damit ein Widerstandswert aus der Reihe E24 (Toleranz 5%) von 470 Ohm für R_1 und ein Widerstandswert von 27 Ohm für R_2 .

Der Spannungsabfall über R_1 ist:

$$U_1=I*R_1=0,1\text{A}*470\text{ Ohm}=47\text{V}$$

Für den Spannungsabfall über R_2 folgt:

$$U_2=I*R_2=0,1\text{A}*27\text{ Ohm}=2,7\text{V}$$

Die entsprechenden Leistungen der Widerstände ergeben sich nach:

$$P_1=U_1*I=47\text{V}*0,1\text{A}=4,7\text{W}$$

$$P_2=U_2*I=2,7\text{V}*0,1\text{A}=0,27\text{W}$$

Ausgewählt werden Widerstände aus dem Sortiment der verfügbaren Leistungsabstufungen, jedoch mit einer Sicherheitszugabe zu den oben errechneten Maximalleistungen P_1 und P_2 . Für R_1 wird ein Widerstand mit einer Leistung von $P_{1,S}=5W$ und für R_2 ein Widerstand mit einer Leistung von $P_{2,S}=1W$ ausgewählt.

Da am Pulverdiffraktometer erfahrungsgemäß auch Messungen über längere, unbeaufsichtigte Zeiträume stattfinden, ist an den Heizkörper eine Thermosicherung geschraubt. Sollte der Stickstoffstrom z.B. infolge eines leergewordenen Stickstoffbehälters ausfallen, heißt das, dass auch das wärmetransportierende Medium nicht mehr vorhanden ist. Die Temperatur des im Haubenflansch angebrachten Temperatursensors würde in der Folge sinken und die Regelung würde versuchen, dies über eine Erhöhung der Heizleistung zu kompensieren, wodurch die Temperatur im Heizkörper ansteigt.

Aus Sicherheitsgründen wird daher eine nichtrückstellende Thermosicherung verwendet. Eine selbstrückstellende Absicherung, z.B. über ein Bimetall, hätte ein alternierendes Aufheizen und Abkühlen zur Folge, das erst durch aktives Eingreifen unterbrochen werden kann. Auch ist bei Einsatz eines Bimetallschalters, der nahezu dem gesamten Temperaturbereich von etwa 200 K bis 400 K ausgesetzt ist, laut diverser Hersteller nicht garantiert, dass sich das Bimetallblech bei niedrigen Temperaturen nicht derart plastisch verformt, dass es bei der kritischen, hohen Temperatur definitiv den Stromkreis trennt.

Die in dem Zeitraum erfassten Messergebnisse, sowohl bei Auslösung eines Temperatursensors als auch im Fall des fehlenden Stickstoffflusses ohne Thermosicherung, d.h. ohne funktionierende Temperaturregelung, wären nicht repräsentativ und müssten wiederholt werden. Es ist also sicherzustellen, dass der Vorrat an Stickstoff für die gesamte Messzeit ausreicht. Zur Kontrolle des Druckes im Stickstoffbehälter ist an dessen Armatur ein Druckanzeiger (Abb. 14) angebracht. Sinkt der Druck im Stickstoffbehälter auf unter 250 mbar, dann ist ein Druck unterhalb des Auslösedrucks des Überdruckventils erreicht. Es ist damit zu rechnen, dass die Verluste des Stickstoffbehälters danach ausgeglichen sind und die mögliche Stickstoffentnahmemenge sinkt. In diesem Fall sollte die Entnahme für eine halbe Stunde unterbrochen werden, um den Druck im Stickstoffbehälter wieder aufzubauen oder ein Stickstoffbehälter mit höherem Volumen verwendet werden.

Die Thermosicherung unterbricht bei einer Auslösetemperatur von 457 K die Verbindung von Reglerausgang zum Eingang des Netzteils. Das Netzteil verliert so sein Eingangssignal, die Heizelemente sind infolge dessen leistungsfrei und es wird nicht mehr geheizt.

Der Lakeshore 331 ist ein komplexer Temperaturregler, der auch das Verhalten diverser Sensoren unter Einfluss von Temperaturänderungen kennt. Im vorlie-

3 Aufbau und Implementierung

genden Fall sind die geeigneten Regelparameter in Bezug auf die Regelstrecke durch manuelle Variation einzelner Regelparameter ermittelt worden. Zuvor sind, in Bezug auf die nötigen Regelparameter, die äußeren, grundlegenden Gegebenheiten des Regelkreises bedacht worden.

Der Ort der thermischen Einwirkung auf den Volumenstrom ist nahe dem Temperatursensor. Es ist demzufolge eine kurze Totzeit zu erwarten, d.h. die Solltemperatur wird in kurzem zeitlichem Abstand mit der Isttemperatur verglichen, und es kann schnell nachgeregelt werden. Der Heizkörper ist aus thermisch gut leitendem Material (hier: Kupfer) hergestellt, braucht aber dennoch Zeit um aufzuheizen. Einmal aufgeheizt speichert er die Wärme gut und ist durch das Gewebeband zusätzlich isoliert. Der Heizkörper wird vorwiegend durch den Stickstoffstrom wieder abgekühlt. Für eine schnelle, unmittelbare Reaktion auf Änderung der von dem Pt100 erfassten Temperatur und ein schnelles Anstreben der Solltemperatur wird ein P-Verhalten (Ausgangssignal reagiert proportional zum Eingangssignal) des Reglers genutzt. Damit die Solltemperatur bei Abweichungen zur Isttemperatur ohne großes Überschwingen erreicht werden kann, wird zudem ein I-Anteil (Reaktion nach zeitlicher Integration der Regelabweichung) des Reglerverhaltens definiert. Eine Regelabweichung sorgt hier für eine stetige Veränderung der Stellgröße. Auch wird die bleibende Regelabweichung des P-Reglers durch den I-Regler gut kompensiert. Ein D-Verhalten (Reaktion auf Änderung der Regelabweichung; wirkt nicht bei konstanter Reglerabweichung) des Reglers ist hier von Vorteil, da die thermische Trägheit des Heizkörpers damit ausgleichend behandelt werden kann.

Für die Dimensionierung der Regelparameter wird ein Solltemperaturwert am Regler eingestellt und danach der P-Anteil des Reglers solange erhöht, bis der Regelkreis die Solltemperatur umschwingend erreicht. Dann wird der P-Anteil reduziert und ein I-Anteil kommt hinzu. Das Verringern des P-Anteils in Kombination mit der Erhöhung des I-Anteils wird solange wiederholt, bis ein guter Kompromiss zwischen zügigem Anstreben der Solltemperatur und einem geringen Überschwingen erreicht ist. Da die Reaktion auf die Regelabweichung bei sinkender Temperatur nahe der Solltemperatur mittels eines proportionalen und integrativen Regelanteiles durch die Trägheit des Aufheizens des Heizkörpers noch nicht ausreicht und immer noch ein gelegentliches Unterschwingen zur Folge hat, wird auch ein D-Anteil des Reglerverhaltens definiert. Der D-Anteil sorgt für ein rechtzeitiges Abfangen des Temperatursturzes über dem Solltemperaturwert durch vorzeitiges kurzes Anheizen der Heizeinheit.

Das stabile Erreichen einer von der Isttemperatur +40 K entfernten Solltemperatur mit einer Abweichung der von 0,3 K um die Solltemperatur in einer Zeit von weniger als 5 Minuten bestätigen die empirisch ermittelten PID-Parameter des vorliegenden Regelkreises.

Die für die Anwendung geeigneten Regelparameter des Lakeshore 331 für den vorliegenden Regelkreis sind:

Prop (P) 440,0

Für den I-Anteil des PID-Reglers wird eine Nachstellzeit definiert:

Integ (I) 42,0

Für den D-Anteil des Reglerverhaltens bewährte sich eine Vorhaltzeit von:

Deriv (D) 13,0

Der „Sensor type“ und der Messbereich werden eingestellt. „100R“ bedeuten hier 100 Ohm bei 0°C. „Plat/250“ bedeutet, dass Platin als Widerstandselement eingesetzt ist und im Messbereich von 250 Ohm gemessen wird.

Sensor type - 100R/Plat/250

Damit der Regler den veränderlichen Widerstandswert des im Stickstoffstrom befindlichen Pt100 richtig deuten kann, wird die im Regler hinterlegte Widerstandskurve 06 zum Pt100 ausgewählt:

Curve - Curve06 Pt100

Mit der „Heater Range“ wird der maximale Ausgangsstrom in Abhängigkeit zum Innenwiderstand der angeschlossenen Heizung eingestellt. Hier ist zu beachten, dass ein niedriger Innenwiderstand (hier: Spannungsteiler) einen hohen Strom zu Folge hat. Es müsste im Spannungsteiler dementsprechend viel Leistung umgesetzt werden. Einen zu hohen Widerstand im Spannungsteiler wertet der Regler als „nicht angeschlossen“ und startet dadurch keinen Regelvorgang.

Ist „Heater Range“ auf „low“ eingestellt, entspricht das einem maximalen Ausgangsstrom von 100 mA, was die Grundlage für die Berechnung des Spannungsteilers ist.

Während der Charakterisierung des Regelkreises war eine leichte, aber permanente Schwankung der mittels Pt100 erfassten Temperatur auffällig, die auch durch Zugluft um den Haubenflansch beeinflusst werden konnte. Temperatursensoren (hier Pt100) sind häufig nicht nur an der vorderen Spitze temperaturempfindlich, sondern lassen sich in ihrem temperaturabhängigen Innenwiderstand auch am restlichen Körper beeinflussen. Ein anderer, kürzerer Pt100

3 *Aufbau und Implementierung*

nimmt, ebenfalls wie der vorherige, die Temperatur unmittelbar im Volumenstrom auf, kann aber in seiner vollständigen Länge in den Haubenflansch eingeführt werden und misst nun ohne relevanten Einfluss der Umgebungstemperatur auf die Messtemperatur.

Die Tatsache, dass die Heizeinheit nah der Probe ist, macht es möglich, dass der Regler auf eine Veränderung der Strömungstemperatur schnell reagieren kann. Auch das Temperaturgefälle von Heizeinheit zum Temperatursensor ist durch die räumliche Nähe gering und die Heizleistung kann dadurch effektiv genutzt werden. Der teils leicht schwankende Volumenfluss des Stickstoffes und die dadurch hervorgerufene Änderung im Wärme-/Kälte transport wird durch die Temperaturkapazität der Welschläuche und des Kupferheizkörpers zusätzlich gut ausgeglichen.

Mit einem empirisch ermittelten Volumen von 28 bis 42 Liter Stickstoff pro Minute wird eine Temperatur von 200 K zuverlässig erreicht. Gemessen wurde das Volumen mit einem Gasvolumenmesser. Da während der Volumenmessung auch der Gasvolumenmesser im Stickstoffstrom liegt, mitgekühlt wird und die Kühlleistung am Temperatursensor mindert, wurde nach einer kurzen Messung des Volumens immer wieder zur Kühl-/Heizeinheit gewechselt, um zu überprüfen, ob die Kühlleistung (Stickstoffvolumenfluss) zum Erreichen von 200 K ausreicht. Je nach zur Verfügung stehender Zeit und nach Höhe der Verluste des eingesetzten Stickstoffbehälters kann der Volumenfluss noch etwas erhöht werden. Grundsätzlich sind die Abkühlphasen bei höherem Volumenstrom kürzer. Wenn also eine niedrigere Temperatur als die gegenwärtige zügig erreicht werden soll, wird dies mit erhöhtem Volumenstrom schneller realisiert. Tendenziell ist daher im niedrigen Temperaturbereich ein höherer Volumenfluss empfehlenswert. Auch ist die Heizeinheit mit der ihr zur Verfügung stehenden Leistung großzügig bemessen und in der Lage, gegen den kalten, vom Stickstoffbehälter kommenden Volumenstrom, zuverlässig und schnell zu heizen. Die Heizphasen mit 100% Leistung der Heizelemente sind umso länger, je größer die Regelabweichung von niedriger Isttemperatur zur hohen Solltemperatur ist. Die kritische Auslösetemperatur von 457 K der nichtrückstellenden Thermosicherung an der Oberfläche des Kupferheizkörpers wurde selbst bei höherem Volumenstrom sowie langen Heizphasen nicht erreicht und gewährleistet diesbezüglich eine unterbrechungsfreie Messung am Pulverdiffraktometer.

Auch für die Gewährleistung einer möglichst guten Regelbarkeit ist es vorteilhaft, einen nicht zu geringen Volumenstrom einzusetzen, denn nicht nur die Nähe der Heizung zum Temperatursensor, sondern auch die Strömungsgeschwindigkeit des Stickstoffes hat einen positiven Einfluss auf die Totzeit des Regelkreises.

Die im Blockdiagramm (B Anhang: B5: Blockdiagramm Regelkreis) dargestellte Führungsgröße ist die zu erreichende Temperatur, die dem Regler (Lakeshore 331) aufgetragen wird. Mit der Rückführgröße wird die Spannung des Temperatursensors erfasst und mit der im Regler abgelegten Spannungs-

bzw. Widerstandskurve an dem gewählten Temperaturpunkt verglichen. Die Differenz bildet die Regelabweichung. Mit der Regelabweichung und den ermittelten Regelparametern greift der Regler ein und beaufschlagt das Stellglied (hier: Delta Elektronika SMX 7220-D) entsprechend. Das Netzteil ist als ausführendes Stellglied für die dosierte Spannungsversorgung der Heizelemente verantwortlich, deren Wärme auf die Regelstrecke einwirkt (hier: Stickstoff). Als Störgrößen der Regelstrecke sind hier die Umgebungstemperatur und die Volumenschwankungen des Stickstoffes zu nennen, die jedoch, wie experimentell nachgewiesen, kaum Relevanz für eine genaue Regelung haben, da durch Isolierung und Auslegung der Komponenten ein guter Ausgleich erfolgt.

3 Aufbau und Implementierung

4 Ergebnisse und Auswertung

Zur Auswertung der Funktionstüchtigkeit der Heiz-/Kühleinheit wird eine Glaskapillare unter einer Haube beheizt und die Homogenität der Temperierung mittels Wärmebildkamera aufgenommen. Die Wärmebildkamera erfasst nur direkte Oberflächentemperaturen. Da die Kapillare für ein auswertbares Wärmebild zu dünn ist, wurde die Oberflächentemperatur der Glashaube erfasst.

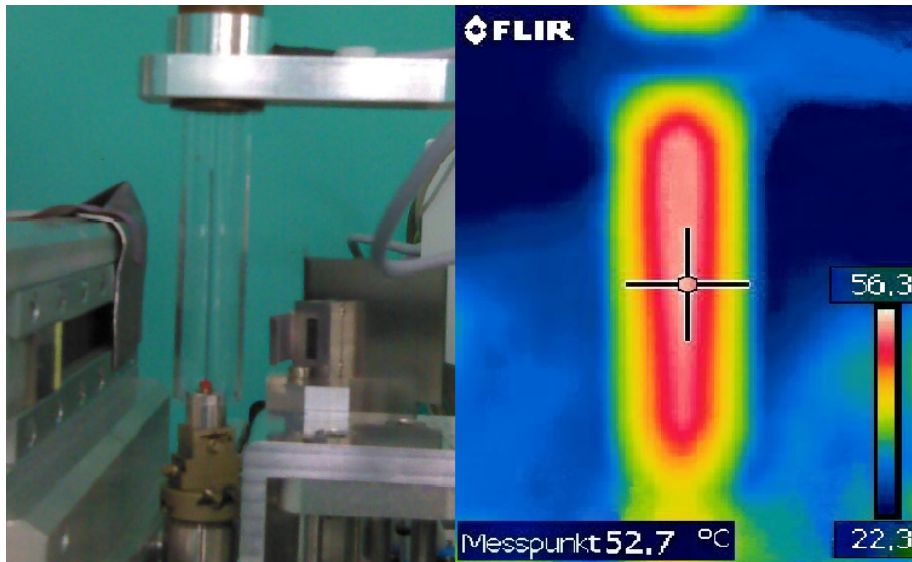


Abb. 19: Wärmebild der beheizten Glashaube ($d=16\text{mm}$ $t=0,4\text{mm}$)

Die Oberflächentemperatur (Farbe hellrosa) der Glashaube ist gleichmäßig und es gibt im Verlauf von oben nach unten (Flussrichtung des Stickstoffs) nur ein geringes Temperaturgefälle.

Um das Röntgenbeugungsspektrums einer Pulverprobe richtig zu deuten, ist es notwendig zu erfahren, welchen Einfluss die Komponenten der Heiz-/Kühleinheit, die von den Röntgenstrahlen getroffen werden, auf den Untergrund des Beugungsspektrums haben. Insbesondere das Haubenmaterial ist hier zu berücksichtigen. Es wurden daher einige Testmessungen durchgeführt. Zur Vergleichbarkeit der Untergrundspektren sind die relevanten Messparameter wie Temperatur (Raumtemperatur) und Messdauer (60 min) hierbei konstant gehalten. In den folgenden Messungen wird immer mit Kollimator und Kollimatorblech gemessen, da sie unveränderliche Bestandteile der Messumgebung sind. Für die Wahl eines geeigneten Haubenmaterials, dass das Röntgenbeugungsbild möglichst gering oder auf bestimmte Weise

4 Ergebnisse und Auswertung

beeinflusst, werden die Röntgenbeugungseigenschaften verschiedener Materialien verglichen.

Beugungsdiagramme der Kapillare und einer Standardprobe

Zunächst wurde das Beugungsdiagramm einer leeren Kapillare aufgenommen. Die Kapillare hat einen Außendurchmesser von 0,5 mm und eine Wandstärke von 0,01 mm.

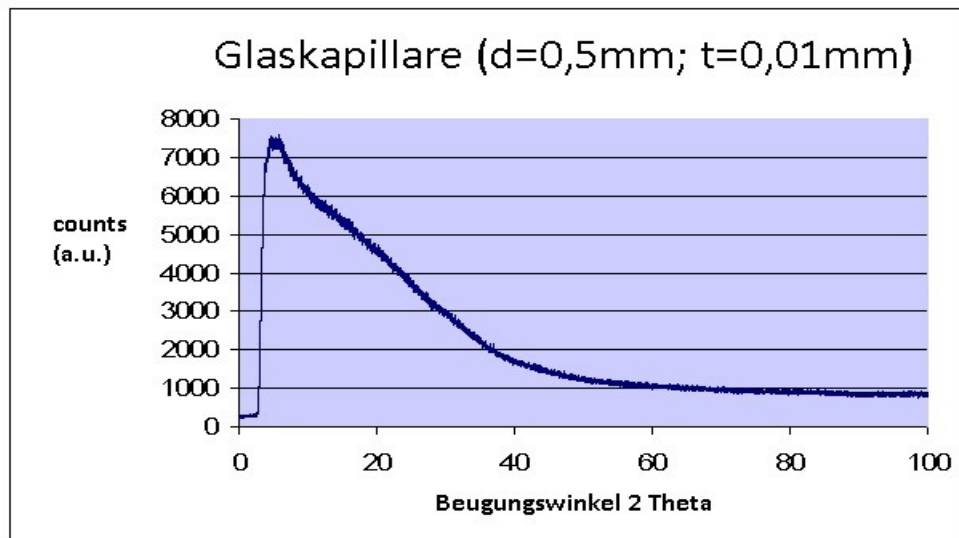
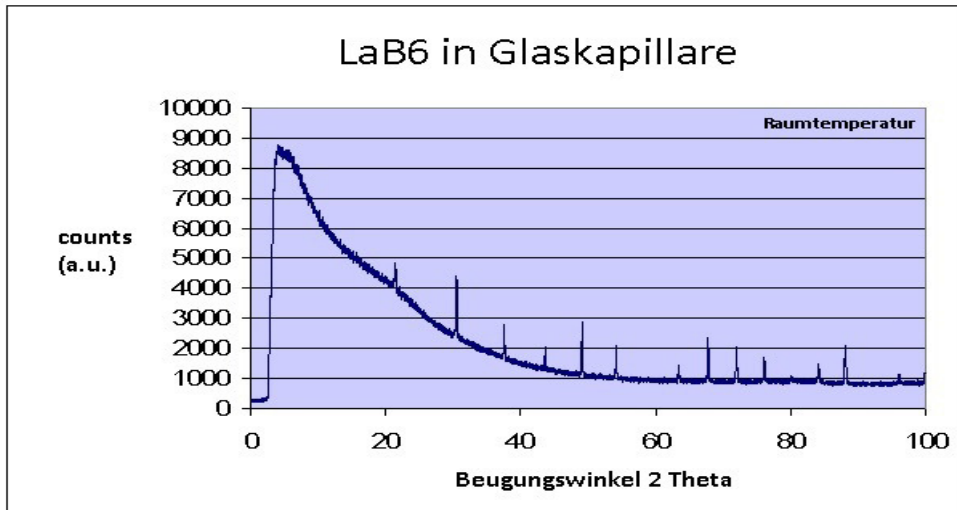


Abb. 20: Röntgenbeugungsspektrum mit leerer Glaskapillare

Die Kapillare weist unspezifische Beugungseigenschaften auf und führt zu einer Erhöhung des Untergrundes über einen breiten Beugungswinkel (Abb.20).

Im zweiten Schritt wurde die Glaskapillare mit einer Standardprobe (LaB_6) befüllt. Abb. 21 zeigt das Beugungsdiagramm mit den charakteristischen Reflexintensitäten von LaB_6 , die das Hintergrundsignal der Glaskapillare überlagern.

Abb. 21: Röntgenbeugungsspektrum von LaB₆ in einer Glaskapillaren

Beugungsdiagramme verschiedener Haubenmaterialien

Zur homogenen Stickstoffumströmung der Pulverprobe in der Kapillare ist in der Heiz-/Kühleinheit eine Haube vorgesehen. Auch das Haubenmaterial trägt zum Beugungsdiagramm bei, da es sowohl vom einfallenden als auch von den abgebeugten Röntgenstrahlen getroffen wird. Die Wahl des Haubenmaterials ist daher von wesentlicher Bedeutung für die Qualität des aufgenommenen Röntgendiagramms. Im Rahmen dieser Arbeit wurden drei verschiedene Materialien als Haubenmaterial getestet: Quarzglas, Kapton und Aluminium.

Quarzglas ist im Wesentlichen in seinen Eigenschaften bekannt, da auch die Kapillaren aus demselben Material bestehen (siehe Abb. 20).

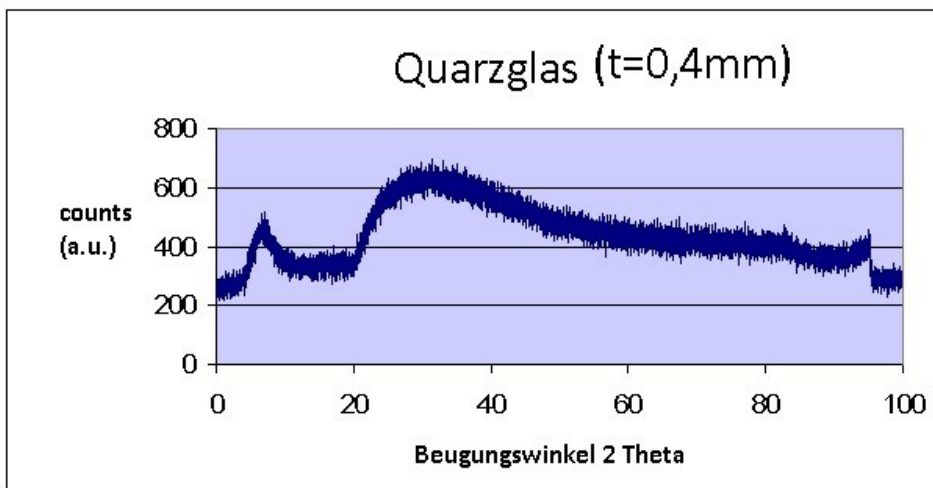


Abb. 22: Röntgenbeugungsspektrum einer Quarzglas-Haube

4 Ergebnisse und Auswertung

Die Maße des Quarzglas sind im Außendurchmesser $d=16\text{mm}$ und in der Wandstärke $t=0,4\text{mm}$. Somit ist das Quarzglas der Haube um mehr als eine Größenordnung dicker als das Glas der Kapillare. Zusätzlich trifft der Röntgenstrahl sowohl beim Ein- als auch beim Austritt aus der Haube auf das Quarzglas. Vergleicht man das Röntgendiagramm der Quarzglas-Haube mit dem Diagramm der Kapillare, so fällt eine starke Reduzierung der gemessenen Counts auf (von ca. 8000 cts. im Maximum für die Kapillare zu ca. 650 cts. für die Haube). Diese Reduktion ist auf die starke Absorption des dicken Quarzglas zurückzuführen.

Zusätzlich hat das Quarzglas der Haube in bestimmten Winkelbereichen, insbesondere um $5-10^\circ$, ausgeprägte Beugungseigenschaften, die so bei der Glaskapillare nicht beobachtet wurden. Das kann auf die Unterschiede der Lokalstruktur des Glases der Kapillare zu der Haube zurückgeführt werden.

Kapton ist ein temperaturbeständiger und formstabiler Kunststoff und würde sich daher für ein Material der Haube gut eignen. Die zylindrische Kapton-Haube besteht aus einer $0,14\text{mm}$ starken Kapton-Folie. Die Betrachtung der Röntgenbeugungseigenschaften ergeben:

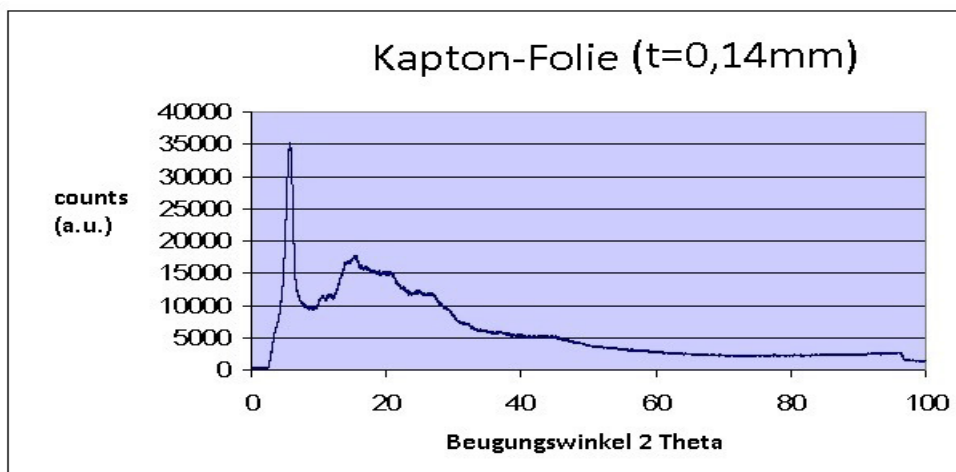


Abb. 23: Röntgenbeugungsspektrum einer Kapton-Haube

Die Kapton-Folie hat in Beugungswinkeln bis 40° ein ausgeprägtes Maximum bei etwa 7° und einen breiten Beugungsbereich um etwa 18° . Im Vergleich der Quarzglashaube zu dem Aufbau ohne Haube ist die Anzahl der Counts nur etwa um den Faktor zwei reduziert. Der Effekt der Absorption ist somit deutlich geringer.

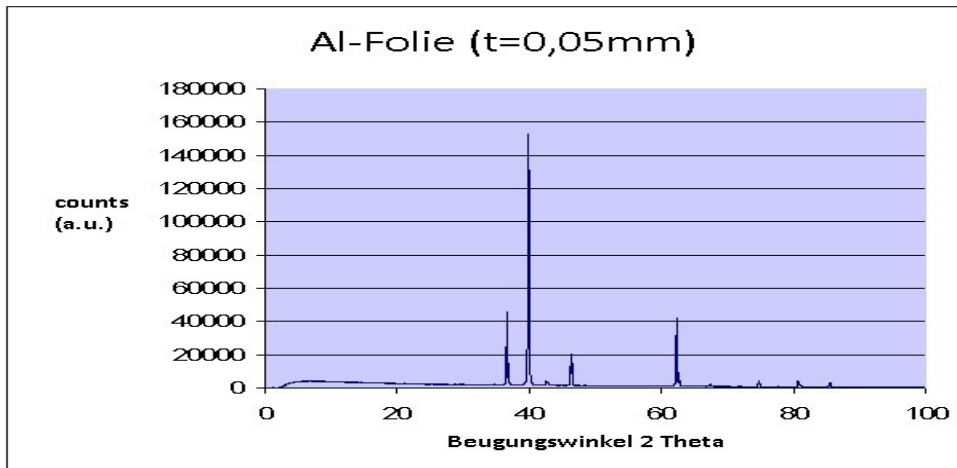


Abb. 24: Röntgenbeugungsspektrum einer Aluminium-Haube

Die Aluminium-Haube besteht aus einer Folie mit einer Dicke von $t=0,05\text{mm}$. Im Röntgenbild der Aluminium-Haube sind deutlich die charakteristischen Beugungsmaxima bei den entsprechenden diskreten Winkeln sichtbar. Der Untergrund ist gleichmäßig über den gesamten Winkelbereich verteilt und mit der Kapton-Haube (Abb. 23) vergleichbar

Beugungsdiagramme von Haubenmaterial mit Probe

Da die Glaskapillare aus Quarzglas besteht und sich das Material bekanntermaßen für die Untersuchung von Röntgenbeugungseigenschaften eignet, wird das LaB_6 unter der $0,4\text{mm}$ starken Glashaube bei Raumtemperatur betrachtet.

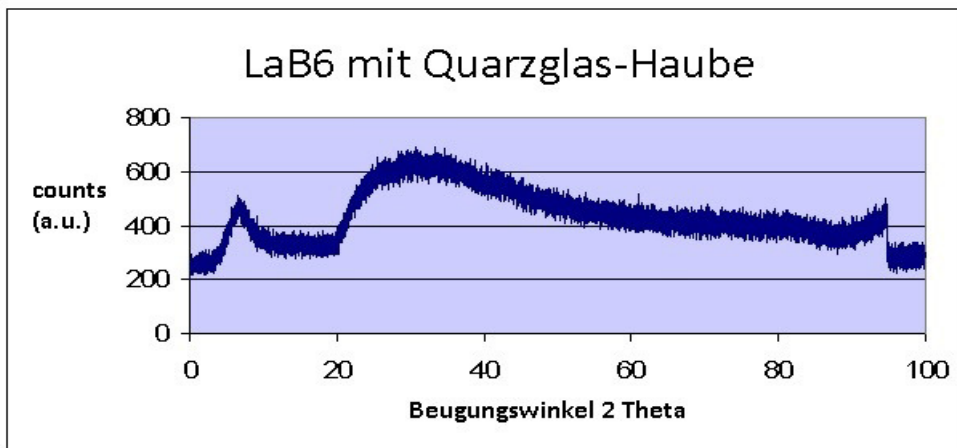


Abb. 25: LaB_6 in Glaskapillare und Quarzglashaube

4 Ergebnisse und Auswertung

Die Quarzglas-Haube mit der LaB_6 -Probe weist nahezu identische Beugungseigenschaften wie die leere Glashaube auf. Es müssten die charakteristischen Beugungswinkel des LaB_6 zu sehen sein. Die relativ dicke Wandstärke des Quarzglases von 0,4 mm sorgt hier für eine so starke Absorption der Röntgenstrahlen, dass von der eigentlichen Pulverprobe im Beugungsbild kein Signal mehr zu sehen ist. Hieraus kann man schließen, dass sich Quarzglas zwar grundsätzlich eignen könnte, jedoch eine deutlich dünnere Wandstärke im Röntgenstrahl erforderlich ist. Dies wiederum könnte zu Problemen mit der mechanischen Stabilität der Haube führen.

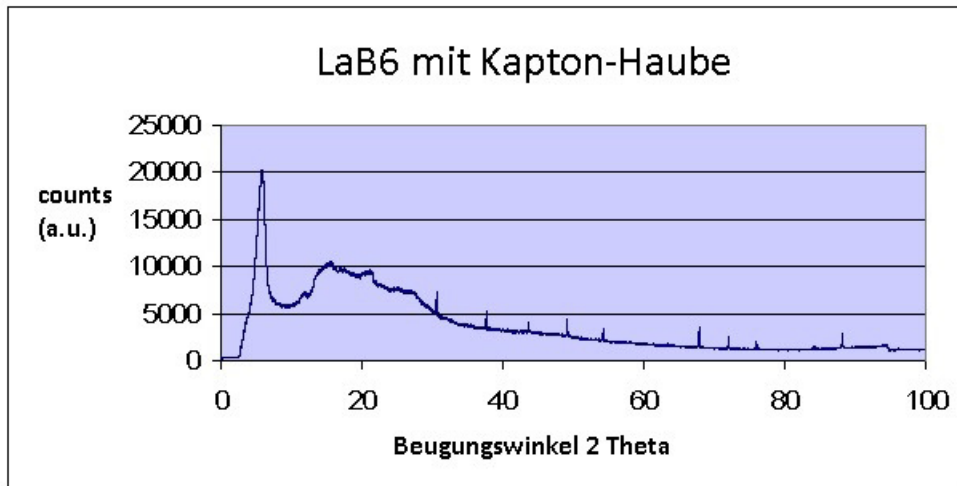


Abb. 26: LaB_6 in Glaskapillare und Kapton-Haube

Die Röntgenbeugungseigenschaften von LaB_6 mit Kapton-Haube sind im Vergleich zur Glashaube aufgrund der geringeren Absorption besser geeignet. So sieht man im Beugungsbild ab ca. 30° die charakteristischen Beugungswinkel von LaB_6 , wie sie auch in Abb. 21 zu erkennen sind. Unter den gewählten Messbedingungen weist Kapton einen Untergrund von mindestens 2100 cts. auf. Da sich Kapton als mechanisch belastbares Material gut für eine Haube eignet, könnte hier auch ein dünneres Material als 0,14mm eingesetzt werden. Die Absorption wäre dann geringer und die charakteristischen Winkel des LaB_6 im Beugungsbild sowohl ausgeprägter als auch Signale bei Beugungswinkeln unter 30° besser erkennbar.

Das Aluminium weist klar definierte Beugungswinkel auf und hat einen kontinuierlichen Untergrund von mindestens 530 cts. Es eignet sich daher grundsätzlich zur Untersuchung von Materialien, deren Beugungswinkel sich von denen des Aluminiums unterscheiden, um nicht am selben Beugungswinkel verwechselt zu werden. Das Spektrum der Aluminium-Haube weist für

4 Ergebnisse und Auswertung

Beugungswinkel unter 30° einen viel geringeren Untergrund als Kapton auf (Untergrund: Aluminium max. 4149 cts.; Kapton max. 11211 cts.) und hat zudem einen deutlich gleichmäßigeren Untergrund, was für die eindeutige Charakterisierung von Pulverproben von Vorteil ist.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass sich Quarzglas als Haubenmaterial physikalisch eignet, jedoch wegen der nötigen Glasdicke zu instabil ist. Kapton-Folie ist für Beugungswinkeln bis 30° ungünstig, da der Untergrund in dem Bereich stark schwankend ist. Für Winkel über 30° weist Kapton einen gleichmäßigeren Untergrund auf und lässt Beugungswinkel von Proben klar erkennen. Aluminium zeigt den gleichmäßigsten und niedrigsten Untergrund, hat jedoch charakteristische Beugungswinkel, die sich von den zu erwartenden Beugungswinkel der Probe unterscheiden sollten. Sowohl das Kapton als auch das Aluminium weisen mit steigendem Beugungswinkel einen stetig sinkenden Untergrund auf. Beide Materialien sind für die Aufnahme des Beugungsspektrums einer Pulverprobe geeignet, wenn die jeweiligen Eigenschaften bei der Auswertung berücksichtigt werden.

4 Ergebnisse und Auswertung

5 Zusammenfassung und Ausblick

Die räumlichen Gegebenheiten des zur Umsetzung der Entwicklung einer Heiz-/Kühleinheit zur Verfügung stehenden Bauraumes waren in viele Raumrichtungen beschränkt. So war es teilweise nötig, um die fest installierten Elemente in der Messkammer herumzubauen, um alle nötigen Komponenten der Heiz-Kühleinheit funktionell, modular und platzsparend unterzubringen. Auch war Bedingung, die Funktionen der sonstigen Messausstattungen in keiner Weise zu beeinträchtigen.

Die Funktion der Beheizung und der Kühlung von kapillaren Pulverproben wurde mit Blick auf den angestrebten Temperaturbereich von 200 K bis 400 K in Verbindung mit einer sorgfältigen Auswahl geeigneter Komponenten und Materialien auch durch die konstruktive Gestaltung in Kombination mit einem entsprechend charakterisiertem Regelkreis erfolgreich umgesetzt.

Tiefere Temperaturen als 200 K zu erreichen, wäre durch Einsatz eines höheren Stickstoffvolumenstromes durchaus möglich, jedoch durch die Kondensatbildung bei höherer Umgebungstemperatur und längeren Messzeiten evtl. problematisch. Durch Einsatz von Wärmeleitpaste höherer Temperaturbeständigkeit in Verbindung mit einer Temperatursicherung, die bei höherer Temperatur auslöst, stünde auch einer Messtemperatur über 400 K in der Heiz-Kühleinheit nichts im Wege.

Zur Charakterisierung einer kapillaren Pulverprobe ist es nötig, die Eichprobe zur Kontrolle der Messumgebung klar im Beugungsspektrum zu erkennen. Ein ausgeprägtes Beugungsspektrum, verursacht durch umliegende Komponenten, (z.B. Haube) macht es in weiten Teilen des Beugungsspektrums unmöglich, charakteristische Beugungswinkel des Probenmaterials zu erkennen und zuzuordnen. Die Untersuchung unterschiedlicher Materialien im Blick auf die Wahl eines geeigneten Haubenmaterials führte zu dem Ergebnis, dass es je nach zu erwartendem Beugungsspektrum unterschiedliche Materialien zur Anwendung kommen können.

Für die Zukunft wäre aber auch eine Modifikation des Aufbaus denkbar, bei der man ohne störendes Material im Röntgenstrahl auskommen könnte. Das erfordert die Ausformung einer entsprechenden Düse, die den Stickstoffstrahl nur auf den zu untersuchenden Bereich der Kapillarprobe richtet, sich jedoch räumlich außerhalb des Röntgenstrahles befindet. Ein entsprechend zur Probenkapillare koaxial umformender Reflektor unterhalb des Röntgenstrahles könnte die Homogenität der Stickstoffumspülung unterstützen.

5 Zusammenfassung und Ausblick

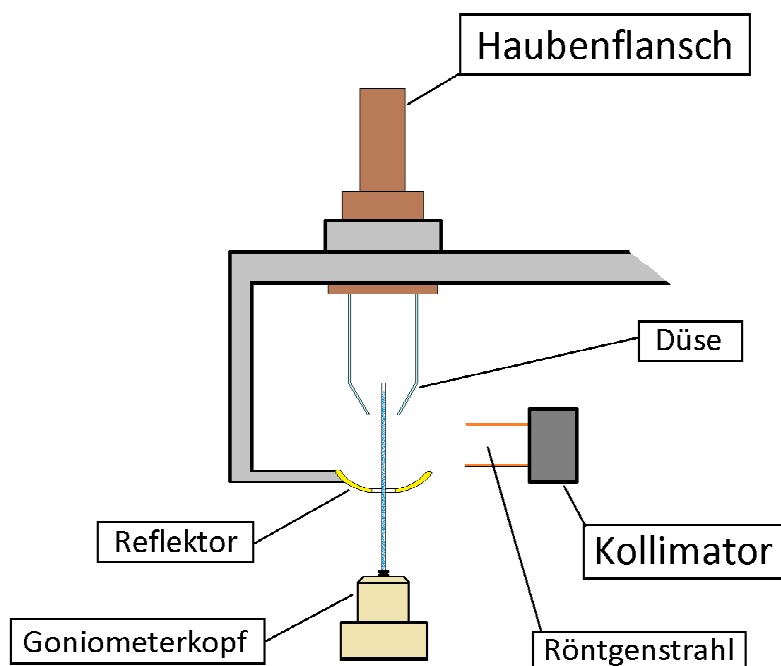


Abb. 27: Leitung des Stickstoffstrahls mit Düse um die Probenkapillare

Der Hubzylinder würde in diesem Aufbau nur den Montagewinkel mit der Probe anheben. Der Haubenzyylinder stünde eigenständig und würde sich nicht mit dem Hubzylinder mitbewegen. Die Abänderung einiger weniger Teile der entwickelten Hub-/Dreheinheit wären dafür nötig.

Unberührt davon wäre die Heiz-/Kühlfunktion. Sie wäre auch in der entsprechend umgestalteten Hub-/Dreheinheit uneingeschränkt funktionstüchtig und bietet auch zukünftig eine zuverlässige und sorgfältig entwickelte Möglichkeit der Beheizung und der Kühlung.

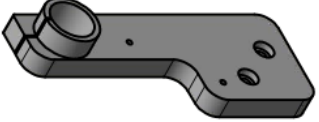
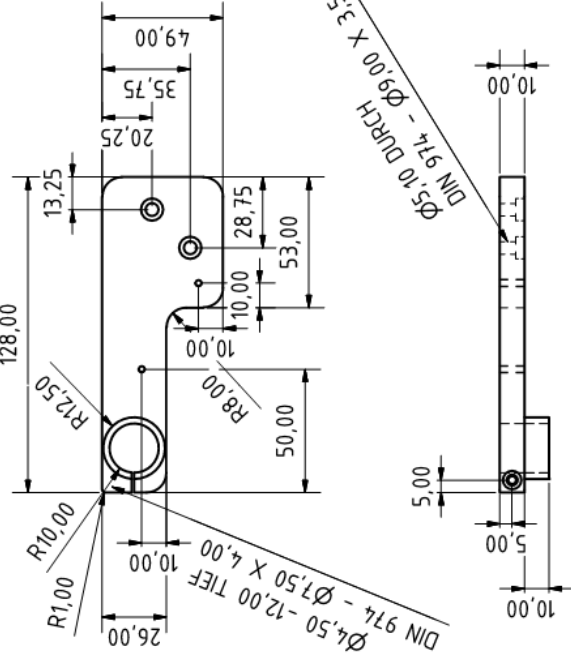
Abbildungsverzeichnis

Abb. 1: Schematischer Aufbau einer Röntgenröhre	3
Abb. 2: Intensitätsverteilung einer Röntgenröhre mit Mo-Anode [1]	4
Abb. 3: Röntgenbeugung am Kristallgitter	7
Abb. 4: Foto des Kollimators	8
Abb. 5: Schematischer Aufbau eines Guinier-Pulverdiffraktometers mit rotierender Pulverprobe	9
Abb. 6: Messkammer des Guinier-Pulverdiffraktometers von Huber	11
Abb. 7: Foto der ursprünglichen Messumgebung im Guinier-Pulverdiffraktometer mit vorhandener Dreheinrichtung für Kapillaren ohne geregelte Temperierung	12
Abb. 8: Foto der neu entwickelten Hub-/Dreheinheit	13
Abb. 9: Foto der Hub-/Drehvorrichtung im Profil	14
Abb. 10: Foto der Drosselrückschlagventile für den Hubzylinder auf der Bodenebene	15
Abb. 11: Goniometerkopf in Messposition	17
Abb. 12: Kameragehäusefuß mit Buchsen zur Spannungsversorgung	18
Abb. 13: Aluminiumgehäuse mit integrierter Elektronikschaltung	20
Abb. 14: Foto des Stickstoffbehälters	21
Abb. 15: Foto des Kupferheizkörpers mit 3 Heizelementen	23
Abb. 16: Foto der unisolierten Heizeinheit	24
Abb. 17: Foto der isolierten Heizeinheit, aufgesteckt auf die Hub-/Dreheinheit	25
Abb. 18: Foto des Reglers Lakeshore 331 und des Netzteils Delta Elektronika SMX 7220-D	27
Abb. 19: Wärmebild der beheizten Glashaube ($d=16\text{mm}$ $t=0,4\text{mm}$)	35
Abb. 20: Röntgenbeugungsspektrum mit leerer Glaskapillare	36
Abb. 21: Röntgenbeugungsspektrum von LaB_6 in einer Glaskapillaren	37
Abb. 22: Röntgenbeugungsspektrum einer Quarzglas-Haube	37
Abb. 23: Röntgenbeugungsspektrum einer Kapton-Haube	38
Abb. 24: Röntgenbeugungsspektrum einer Aluminium-Haube	39
Abb. 25: LaB_6 in Glaskapillare und Quarzglas-Haube	39
Abb. 26: LaB_6 in Glaskapillare und Kapton-Haube	40
Abb. 27: Leitung des Stickstoffstrahls mit Düse um die Probenkapillare	44

Quellenverzeichnis

[1] Spieß, L.; Schwarzer, R.; Bennken, H.; Teichert, G.: Moderne Röntgenbeugung; Teubner Verlag, 1. Auflage 2005.

A11: Haubenhalterung

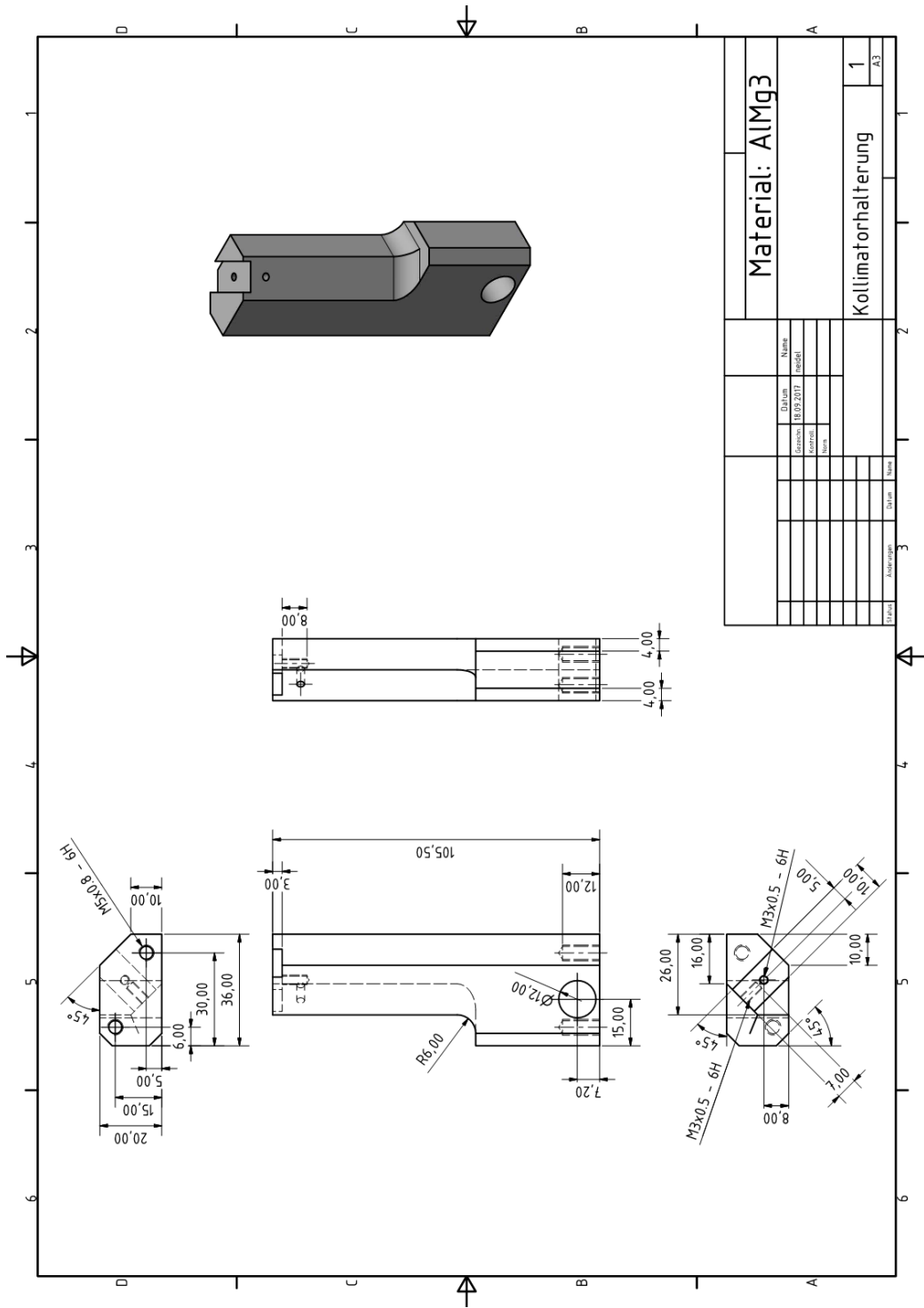



Technical drawing details:
 Front View Dimensions: 128,00 (total height), 26,00 (bottom width), 10,00 (radius), R1,00 (fillet), R10,00 (fillet), R2,50 (fillet), 13,25 (top offset), 20,25 (radius), 49,00 (total width), 35,75 (inner width), 28,75 (radius), 53,00 (total width), 10,00 (radius), 10,00 (radius), 50,00 (radius), 10,00 (radius).
 Side View Dimensions: 5,00 (total height), 5,00 (radius), 10,00 (total width), 10,00 (radius).
 Annotations:
 - $\phi 4,50 - 12,00$ TIEF DIN 974 - $\phi 7,50 \times 4,00$
 - $\phi 5,10$ DURCH - $\phi 9,00 \times 3,50$ DIN 974

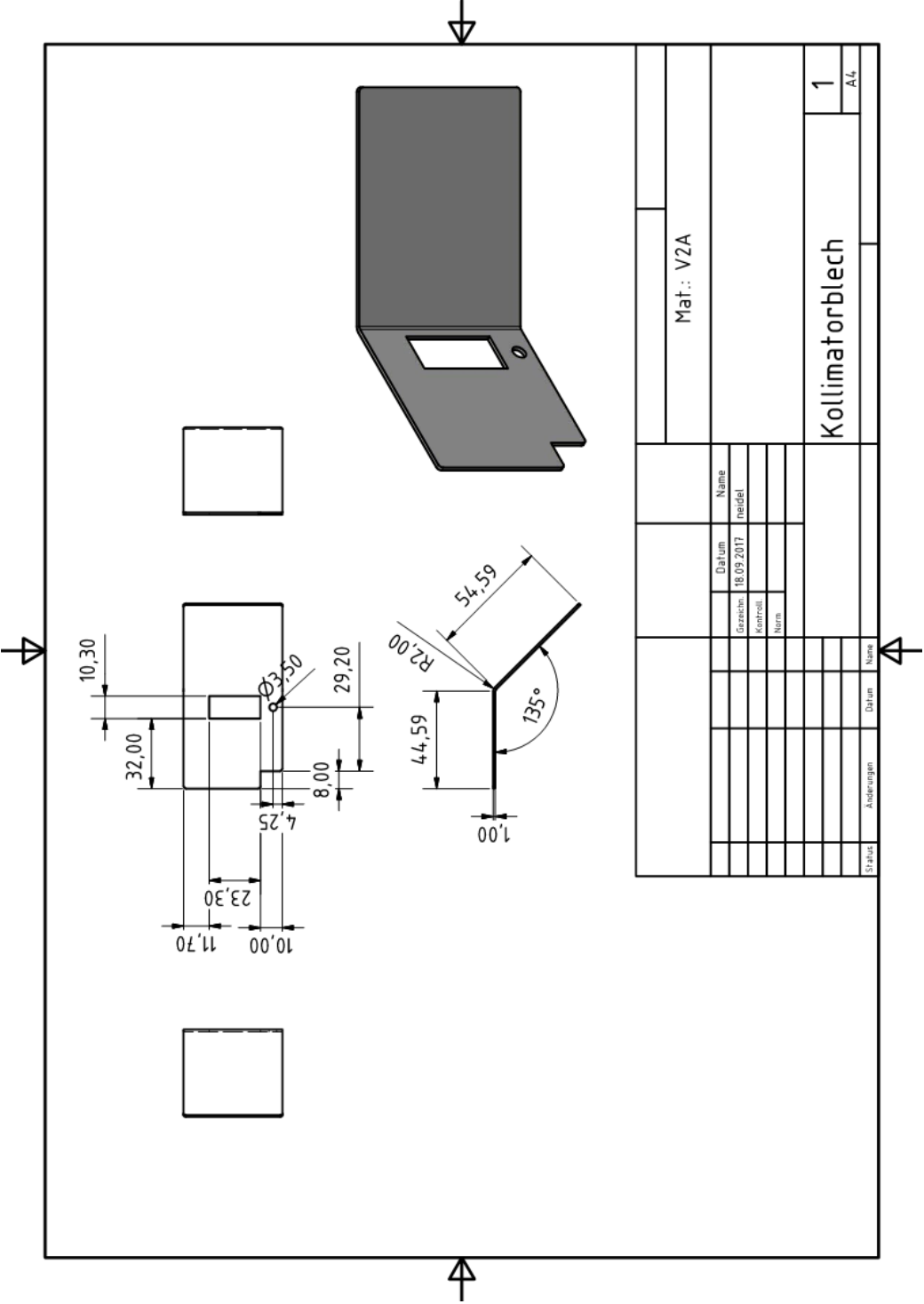
Mat.: AlMg3		Name	
Ges. Nr.	Datum	25.09.2017	
Kontroll.	mittel		
Norm.			
Haubenhalterung		1	
		A.L.	

Status	Änderungen	Datum	Name

A12: Kollimatorhalterung

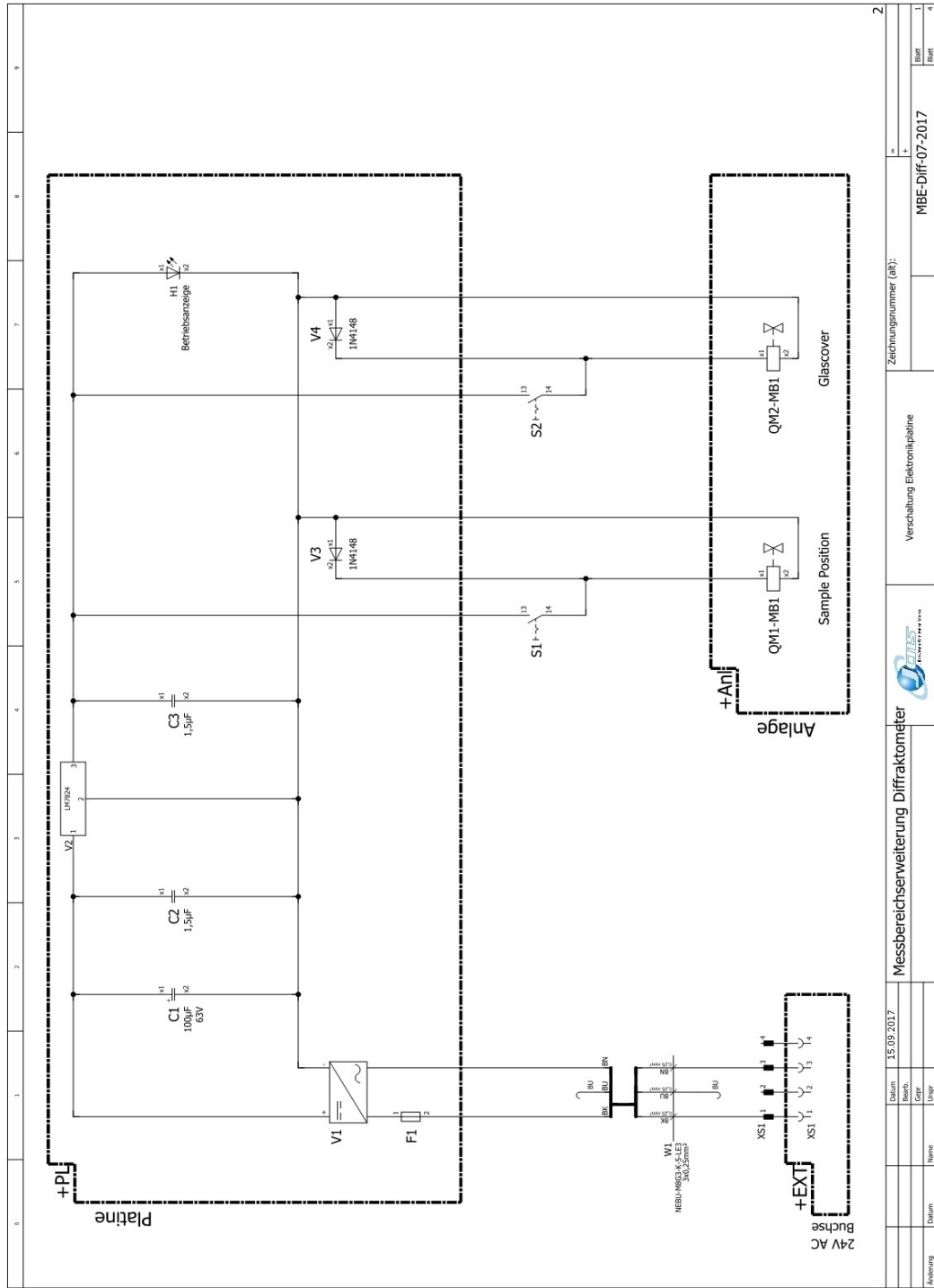


A13: Kollimatorblech

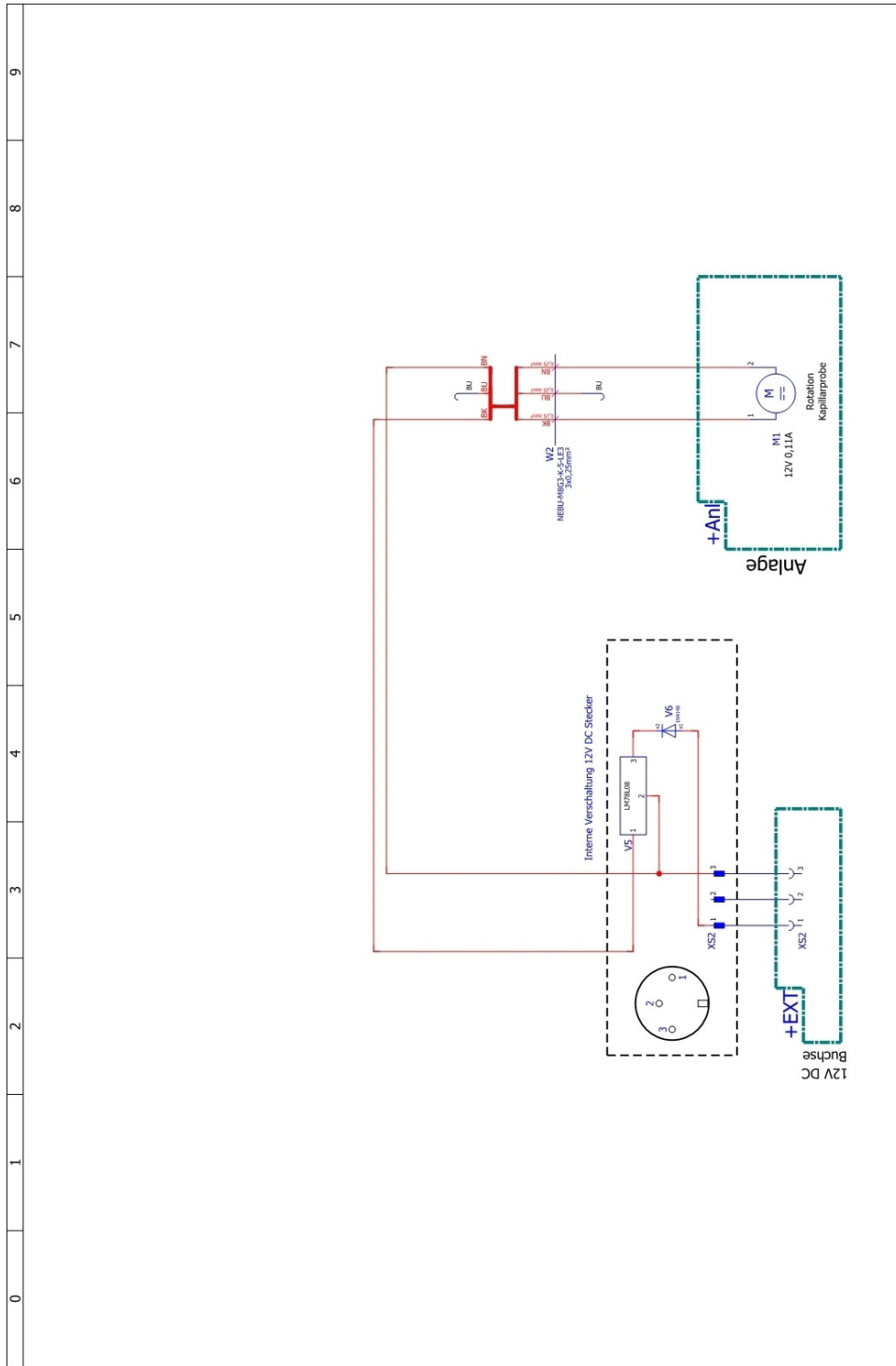


B Anhang: Schaltpläne

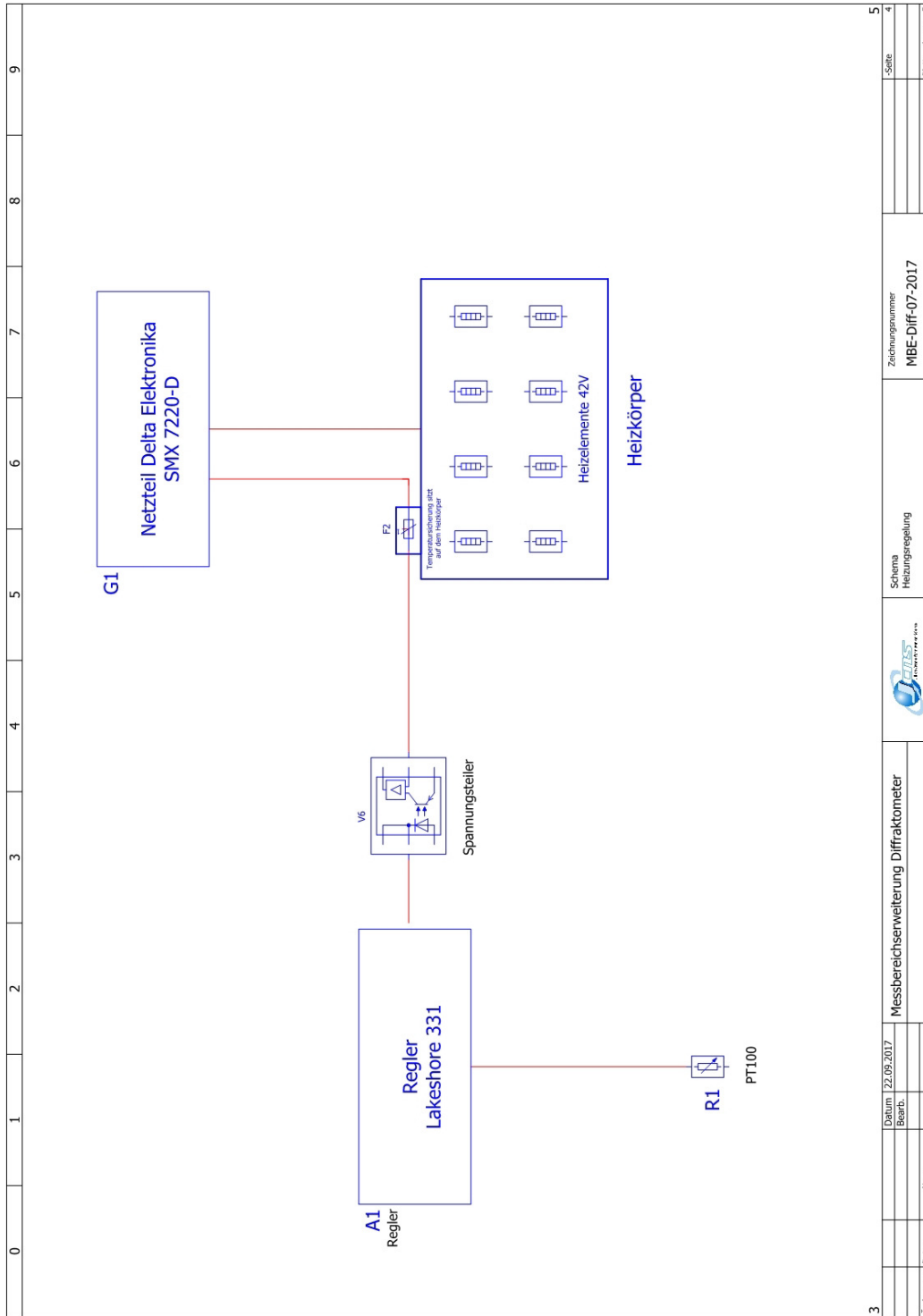
B1: Elektronikplatine



B2: Motor Rotation Kapillare



B4: Regelung



3	Datum	22.09.2017	Messbereichserweiterung Diffraktometer		Schemata	Zeichnungsnummer	5
	Bearb.				Heizungsregelung	MBE-Diff-07-2017	4
	Änderung	Datum	Name				Blatt 4 von 5

Danksagung

Herrn Prof. Dr. Torsten Wagner danke ich sehr für seine Bereitschaft zur Betreuung meiner Bachelorarbeit. Auch dank seines umsichtigen Einsatzes konnte die Arbeit erfolgreich abgeschlossen werden.

Ich möchte mich herzlich bei Herrn Prof. Dr. Thomas Brückel bedanken, der es ermöglicht hat, das interessante und abwechslungsreiche Thema im Rahmen einer Bachelorarbeit zu bearbeiten.

Mein besonderer Dank gilt Frau Dr. Karen Friese. Ich danke ihr sehr für die konstruktive, kompetente sowie freundliche Betreuung während der gesamten Zeit am JCNS-2 des Forschungszentrums Jülich.

Ich danke Herrn Berthold Schmitz herzlich für seine aufopferungsvolle, unermüdliche Begleitung und für den angenehmen, ideenreichen Austausch.

Den Mitarbeitern von JCNS-2 danke ich sehr für die nette Aufnahme in das Team und die Hilfsbereitschaft.

Die Zeit am Forschungszentrum Jülich behalte ich in bester Erinnerung.