

Prüfung von Glas

Bestimmung des spezifischen elektrischen Durchgangswiderstandes

DIN
52 326

Testing of glass; determination of electrical resistivity
 Essais du verre; détermination de la résistivité électrique

Ersatz für Ausgabe 10.61

1 Anwendungsbereich und Zweck

Diese Norm dient zur Bestimmung des spezifischen Durchgangswiderstandes, durch den das „innere“ elektrische Isoliervermögen von Gläsern (siehe auch DIN 53 482/VDE 0303 Teil 3) gekennzeichnet wird.

Diese Norm gilt für alle technisch vorkommenden Gläser. Ihre Anwendung beschränkt sich zu hohen Temperaturen hin auf Temperaturen bis 50 °C unterhalb der Transformationstemperatur und zu tiefen Temperaturen hin auf Temperaturen, bei denen die Oberflächenleitfähigkeit der Probe durch Feuchtigkeit vernachlässigbar ist; bei Umgebungstemperaturen ist das im allgemeinen nicht mehr der Fall.

2 Begriffe

2.1 Durchgangswiderstand

Als Durchgangswiderstand R_D gilt der elektrische Widerstand zwischen zwei an einen Körper gelegten Elektroden, wobei sichergestellt sein muß, daß lediglich der Widerstand im Innern des Körpers unter Ausschluß der Oberflächenanteile gemessen wird.

2.2 Spezifischer Durchgangswiderstand

Der spezifische Durchgangswiderstand ϱ_D ist der Quotient aus elektrischer Feldstärke und Stromdichte. Er kann aus dem Durchgangswiderstand R_D berechnet werden, wenn es die Gestalt der Probe und der verwendeten Elektroden gestattet (siehe Abschnitt 7).

2.3 t_{k100}

Als t_{k100} wird bei Gläsern die dem spezifischen Durchgangswiderstand von $100 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm} = 10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ zugehörige Temperatur in °C bezeichnet (siehe auch DIN IEC 15 C(CO)87/VDE 0335 Teil 200*).

3 Geräte und Prüfmittel

3.1 Ofen

Elektrisch beheizter Ofen mit Regeleinrichtung für einen Temperaturbereich von 100 bis 700 °C. Die räumliche

*) Z. Z. Entwurf

Temperaturänderung in der Zone für die Probe soll 0,5 °C auf einer Länge von mindestens 30 mm nicht überschreiten (z. B. durch ein eingeschobenes zunderbeständiges Metallrohr, das zu erden ist). Die zeitliche Temperaturänderung soll während der Versuchsdurchführung ebenfalls höchstens 0,5 °C betragen.

3.2 Spannungsquelle

Spannungsquelle für Gleich- oder Wechselspannung bis etwa 100 V

3.3 Widerstandsmeßeinrichtung

Gerät zum Messen des elektrischen Widerstandes im Bereich von etwa 10^5 bis $10^{10} \Omega$ auf 5%. Vorzugsweise werden Brückenschaltungen empfohlen (siehe Bilder 8 und 9); jedoch sind auch Ohmmeter (siehe Bilder 6 und 7) oder Strom-Spannungs-Messungen (siehe Bilder 4 und 5) verwendbar.

3.4 Temperaturmeßeinrichtung

Die Thermoelemente aus Platin-Rhodium/Platin (Thermopaar Typ R oder Typ S nach DIN IEC 584 Teil 1) oder Nickel-Chrom/Nickel (Thermopaar Typ K nach DIN IEC 584 Teil 1) sollen genügende Einbaulängen besitzen. Die Meßstelle soll sich dicht an dem Probekörper befinden, ohne ihn zu berühren, Stellung etwa in der Mitte zwischen den Elektroden.

Gerät zur leistungslosen (Kompensator) oder praktisch leistungslosen (elektronischer Meßverstärker mit hohem elektrischem Eingangswiderstand) Messung der Thermospannung auf 1 µV beim Verwenden von Thermoelementen aus Platin-Rhodium/Platin, auf 4 µV beim Verwenden von Nickel-Chrom/Nickel

Anmerkung: Bei der großen Temperaturabhängigkeit des spezifischen Durchgangswiderstandes ϱ_D wird seine Meßunsicherheit oft hauptsächlich durch Fehler der Temperierung oder der Temperaturmessung bestimmt.

3.5 Elektrodenanordnung

Beide Elektroden müssen aus dem gleichen Werkstoff bestehen. Sie müssen über ihre gesamte Meßfläche einen guten elektrischen Kontakt mit der Probe haben und

Fortsetzung Seite 2 bis 8

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

Arbeitsausschuß Glas (AGlas) im DIN

Deutsche Elektrotechnische Kommission im DIN und VDE (DKE)

dürfen diesen Kontakt bei den zu wählenden Prüftemperaturen nicht verändern. Andererseits darf der Elektrodenwerkstoff nicht in merklichem Umfang in die Probe eindiffundieren. Der durch die Halterung entstehende Nebenschlußwiderstand muß auch bei der höchsten Prüftemperatur groß gegen den Durchgangswiderstand der Probe bleiben. Zweckmäßig wird eine der Halterungen für die Probe und eine Elektrodenzuführung geerdet (Schaltbeispiele für Schirmung und Erdung siehe DIN 53 482/VDE 0303 Teil 3).

Anmerkung: Störungen durch Eindiffundieren des Elektrodenwerkstoffs sind vor allem bei Silber beobachtet worden. Im Zweifelsfall vergleicht man die Meßergebnisse nach Wechsel des Elektrodenwerkstoffs.

Zur Berechnung des spezifischen Durchgangswiderstandes ϱ_D aus dem gemessenen Durchgangswiderstand R_D müssen Größe, Form und räumliche Anordnung der Elektroden so gut wie möglich dem geometrischen Modell entsprechen, das der Berechnung zugrunde liegt.

3.5.1 Flächenelektroden durch Aufbringen von Metallschichten

Auf die für die Elektroden vorgesehenen Flächen einer Probe werden Schichten aus Platin oder Gold durch Aufdampfen, Kathodenzerstäubung oder aus kolloidaler Lösung aufgebracht. Zur sicheren Kontaktgabe sind die Stromzuführungen als Platinscheiben ausgebildet, die mechanisch auf die Schichten gepreßt werden.

3.5.2 Angeschmolzene Flächenelektroden

An die für die Elektroden vorgesehenen Flächen einer Probe können mitunter auch Elektroden aus Gold- oder Platinfolie angeschmolzen werden.

3.5.3 Eingeschmolzene Drahtelektroden

Die Drahtelektroden aus Platin, Wolfram oder Molybdän werden axial in den stabförmigen Probekörper mit Kreisquerschnitt eingeschmolzen, wie aus Bild 1 hervorgeht.

Anmerkung: Bei dieser Anordnung muß ein definiertes inhomogenes Feld zur Bestimmung des spezifischen Durchgangswiderstandes verwendet werden (siehe Abschnitt 6.2).

Ein Vorteil dieser Anordnung kann darin bestehen, daß die Elektroden bei guter Kontaktgabe gleichzeitig als Halterungen verwendbar sind, also Nebenschlüsse leichter vermieden werden.

3.5.4 Elektrodenanordnungen mit Schutzring

Werden plattenförmige Proben zwischen Flächenelektroden geprüft, so können durch einen Schutzring die Einflüsse der Oberflächenleitfähigkeit und des inhomogenen Feldes außerhalb des Spaltes zwischen den Elektroden ausgeschaltet werden. Anordnungen und Auswertung hierfür sind in DIN 53 482/VDE 0303 Teil 3 ausführlich beschrieben.

4 Proben

4.1 Probenahme

Die Proben sind einem blasenfreien und nach Möglichkeit schlierenfreien Glasstück zu entnehmen.

4.2 Probenform

Die Proben müssen eine geometrisch einfache Form (Würfel, Platte, Zylinder und ähnliches) haben, die es gestattet, aus den gemessenen Werten für den Durchgangswiderstand R_D den spezifischen Durchgangswiderstand ϱ_D zu errechnen. Damit die Proben schnell durchgewärmt werden können, sind ihre Maße klein zu halten; sie sind dem jeweiligen Ofen anzupassen. Die elektrodenfreien Oberflächen der Proben sollten eine Feuer- oder Filzpolitur haben.

4.3 Maße

Die Durchmesser zylindrischer Proben sollen möglichst zwischen 5 und 10 mm liegen, die Länge zwischen 10 und 20 mm. Alle in die Auswertung eingehenden Maße sollen auf 0,05 mm bestimmt werden. Zur Vermeidung von Oberflächenverunreinigungen sind die Maße an den freien Flächen erst nach Durchführung der elektrischen Messungen zu bestimmen.

4.4 Anzahl der Proben

Die Prüfung ist an mindestens zwei Proben durchzuführen.

4.5 Probenvorbereitung

Die Proben müssen vor der Prüfung entspannt werden. Dazu werden sie bis etwa 30 °C oberhalb der Transformationstemperatur (siehe DIN 52 324) erwärmt und dann bis 150 °C unterhalb der Transformationstemperatur mit einer konstanten Geschwindigkeit von $(2 \pm 0,2)$ °C je Minute, danach in zugfreier Luft auf Umgebungstemperatur abgekühlt.

Vor dem Einbau in den Ofen werden sie (z. B. mit einem organischen fettlösenden Mittel) gereinigt.

5 Durchführung

5.1 Die Proben werden mit der Elektrodenanordnung in den Ofen gebracht und etwa 10 Minuten bei 200 °C erwärmt.

5.2 Anschließend wird die Probe auf die ungefähre Prüftemperatur erwärmt und die Meßspannung kurzzeitig angelegt. Während der Messung der zusammengehörigen Temperatur- und Widerstandswerte soll die Prüftemperatur um nicht mehr als 1 °C je Minute geändert werden.

Die Messung bei gleitender Temperatur kann dazu führen, daß zwischen der Temperaturmeßstelle und der Probe eine Temperaturdifferenz besteht. Deshalb soll die Anordnung daraufhin überprüft werden, indem eine Meßreihe im gleichen Temperaturbereich mit schrittweise geänderten Prüftemperaturen durchgeführt wird.

5.3 Die Stromdichte soll 1 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ nicht übersteigen. Mögliche Polarisationserscheinungen (beim Verwenden von Gleichspannung) können durch Richtungsumkehr des Feldes überprüft werden.

5.4 Lassen die zu messenden Widerstandswerte einen merklichen Nebenschluß über die Elektrodenhalterung oder die Ofenatmosphäre erwarten, so ist die Durchführung eines Leerversuchs zu empfehlen.

6 Auswertung

6.1 Bei zylinder-, platten- und röhrenförmigen Proben mit völlig metallisierten Endflächen (Elektrodenquerschnitt = Probenquerschnitt) kann der spezifische Durchgangswiderstand nach Zahlenwertgleichung (1) errechnet werden:

$$\varrho_D = 0,1 R_D \cdot A / l_1 \quad (1)$$

Hierin bedeuten:

ϱ_D spezifischer Durchgangswiderstand in $\Omega \cdot \text{cm}$

R_D gemessener Durchgangswiderstand in Ω

A Meßfläche der Elektrode in mm^2

l_1 Länge der Probe zwischen den Elektroden in mm

6.2 Bei Proben mit eingeschmolzenen Drahtelektroden (siehe Abschnitt 3.5.3) ist der spezifische Durchgangswiderstand in $\Omega \cdot \text{cm}$ nach Zahlenwertgleichung (2) zu berechnen:

$$\varrho_D = 0,1 R_D \cdot \frac{\pi d_1^2}{4 l_1} \cdot C \quad (2)$$

Der Formfaktor C ist Tabelle 1 zu entnehmen.

Für andere Maße ist der Formfaktor C nach Gleichung (3) zu berechnen [1].

$$C = \frac{1}{\left[\frac{d_1^2}{4 l_1 \cdot (l_2 + d_2/4)} \cdot \ln \frac{d_1 + d_2}{2 d_2} \right] + 1} \quad (3)$$

In den Gleichungen (2) und (3) sowie in Bild 1 und Tabelle 1 bedeuten:

d_1 Durchmesser der Probe in mm

d_2 Durchmesser der Elektrode in mm

l_1 Länge der Probe zwischen den Elektrodenenden in mm

l_2 Einschmelzlänge der Elektrode in mm

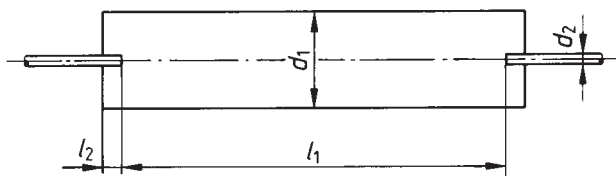


Bild 1. Probe mit eingeschmolzenen Drahtelektroden

6.3 Die Widerstandsmessungen werden bei mindestens drei Temperaturen durchgeführt, die um mehr als 50 °C auseinander liegen sollen. Die Meßwerte werden in ein Diagramm ähnlich Bild 3 eingetragen. Richtige Meßwerte ordnen sich um eine Gerade, die das Gesetz von Rasch und Hinrichsen [2] darstellt (siehe Bild 3).

$$\lg \varrho_D = a + \frac{b}{T} \quad (4)$$

In Zahlenwertgleichung (4) bedeuten:

ϱ_D spezifischer Durchgangswiderstand in $\Omega \cdot \text{cm}$

T Temperatur in K

a und b Stoffkonstanten des Glases

6.4 Unterscheiden sich die an zwei Proben bestimmten spezifischen Durchgangswiderstände ϱ_D bei gleichen Temperaturen um weniger als 20%, so werden sie gemittelt. Andernfalls ist die Prüfung zu wiederholen.

7 Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

a) Art, Bezeichnung und Lieferform des Glases

b) Probenform

c) Art der Elektrodenanordnung

d) Verwendete Spannung, bei Wechselspannung mit Angabe der Frequenz

e) Art der verwendeten Widerstands- und Temperaturmeßeinrichtungen mit ihren Meßunsicherheiten

f) Spezifischer Durchgangswiderstand ϱ_D in $\Omega \cdot \text{cm}$ auf zwei wertanzeigende Ziffern gerundet mit zugehörigen Temperaturen, arithmetische Mittelwerte. Falls notwendig, darf der Zahlenwert der zugehörigen Temperatur in °C als Index zum Kurzzeichen hinzugesetzt werden, z. B. $\varrho_{D 200}$

g) $t_{k 100}$ in °C auf 5 °C gerundet.

8 Präzision des Verfahrens

Die Wiederholbarkeit (ein Beobachter, ein Gerät) beträgt 10% des arithmetischen Mittelwertes.