

Ortsabhängige Charakterisierung von  
mechanischen und elektrischen Kenngrößen  
von Varistoren

Diplomarbeit am  
Institut für Struktur- und Funktionskeramik  
der Montanuniversität Leoben

Leoben, August 2007

Stefan Frey

## **Danksagung**

An dieser Stelle bedanke ich mich für die fachliche und persönliche Unterstützung bei allen Mitgliedern des gesamten Instituts für Struktur- und Funktionskeramik. Besonderen Dank gilt o. Univ. Prof. Dr. Robert DANZER, der diese Diplomarbeit möglich gemacht hat, und Ao. Univ. Prof. Peter Supancic, der die Betreuung dieser Arbeit übernommen hat.

Weiters bedanke ich mich für die Bereitstellung von Messinstrumenten und Messproben bei der Firma Epcos<sup>®</sup> und für die finanzielle Unterstützung durch das Materials Center Leoben und die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft.

Zum Abschluss ein großes Dankeschön an meinen Eltern, die mir das Studium in Leoben überhaupt erst ermöglicht haben.

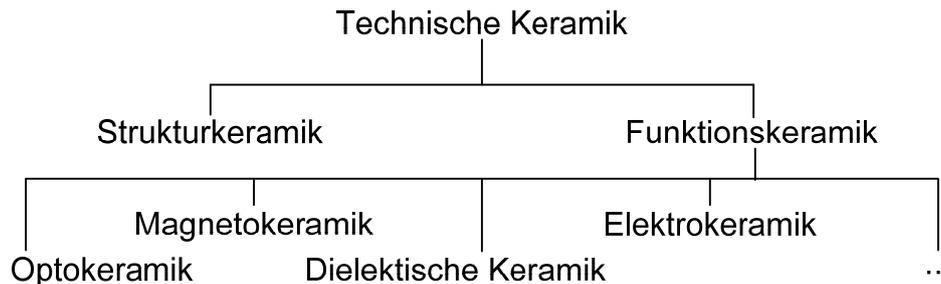
Vielen Dank!

# Inhaltverzeichnis

1. Einleitung .....	1
2. Der innere Aufbau des Varistors, das Gefüge.....	5
2.1. Messproben.....	6
2.2. Porosität.....	7
2.3. Korngrößenverteilung.....	8
2.4. Dichte .....	10
3. Mechanische Eigenschaften .....	12
3.1. Festigkeit .....	12
3.1.1. Biegeproben und Messaufbau .....	12
3.1.2. Auswertung der Festigkeitsdaten .....	13
3.1.3. Ergebnisse.....	14
3.2. E-Modul.....	16
3.2.1. Messung und Auswertung .....	16
4. Elektrische Eigenschaften .....	19
4.1. Messproben.....	19
4.2. Messaufbau und Programm .....	20
4.3. Auswertung.....	24
4.4. Ergebnisse.....	26
5. Diskussion der Ergebnisse .....	31
5.1. Gefüge .....	31
5.2. Mechanische Eigenschaften .....	31
5.3. Elektrische Eigenschaften .....	32
6. Zusammenfassung und Ausblick .....	34
Anhang A Dichtemessung .....	36
Anhang B Weibullverteilung.....	37
Anhang C Programm zur Weibullauswertung .....	39
Anhang D Programm für die elektrische Messung .....	43
Anhang E Kommunikation mit dem Sourcemeter .....	51
Anhang F Programm zur Auswertung der elektrischen Messung.....	53
Anhang G Ergebnisse der elektrischen Messung .....	56
Literaturverzeichnis .....	57

# 1. Einleitung

Die Hochleistungskeramik gliedert sich in zwei Bereiche (Abb.1). Die Strukturkeramiken sind für die mechanische bzw. die thermisch-mechanische Belastungen von Bauteilen ausgelegt. Die Funktionskeramiken nutzen die nicht mechanischen Eigenschaften (i.e. die Funktionseigenschaften) des keramischen Werkstoffes. Diese Eigenschaften betreffen unter anderem das dielektrische, elektrische, magnetischer, optische, thermische und mechanische Verhalten bzw. Kopplungen zwischen diesen.



**Abb.1:** Klassifizierung der Hochleistungskeramik.

Trotz vieler herausragenden Eigenschaften haben die keramischen Werkstoffe einen entscheidenden Nachteil gegenüber Kunststoffen und Metallen; ihre Sprödigkeit. Das bedeutet, dass kleinste Risse, Einschlüsse oder schlagartige Belastungen das keramische Bauteil zerstören können.

Eine Herausforderung besteht deshalb im werkstoffgerechten Design von keramischen Bauteilen. Dies gilt sowohl für Struktur- als auch Funktionskeramik. Betrachten wir nun im Zusammenhang zwischen Funktionalität und werkstoffgerechten Design den Bereich der Elektrokeramiken.

Die Elektrokeramik macht sich die besonderen nichtlinearen elektrischen Eigenschaften gewisser keramischer Werkstoffe und Legierungen zu nutze. Dazu zählen zum Beispiel Bariumtitanat ( $\text{BaTiO}_3$ ) für Kaltleiter (PTC), Nickelmanganat ( $\text{NiMn}_2\text{O}_4$ ) für Heißleiter (NTC) oder Zinkoxid ( $\text{ZnO}$ ) für Varistoren.

Bei der Entwicklung und Herstellung von elektrokeramischen Bauteilen muss einerseits auf die geforderte elektrische Funktionalität und andererseits auf die Erfüllung einer Mindest-Lebensdauer geachtet werden. Bei aktiven Elektrokeramiken werden die Bauteile nicht nur elektrisch, sondern auch thermisch durch die entstehende joulesche Wärme belastet. Dies führt zu Wärmespannungen, die zur Zerstörung führen können. Die Erwärmung kann aber auch so weit gehen, dass Bereiche aufschmelzen oder sogar verdampfen.

In dieser Arbeit werden an einem elektrokeramischen Bauteile, dem Zinkoxid (ZnO) Varistor, elektrische und mechanische Eigenschaften gemessen, um dadurch Schlüsse auf das Verhalten beim Versagen treffen zu können.

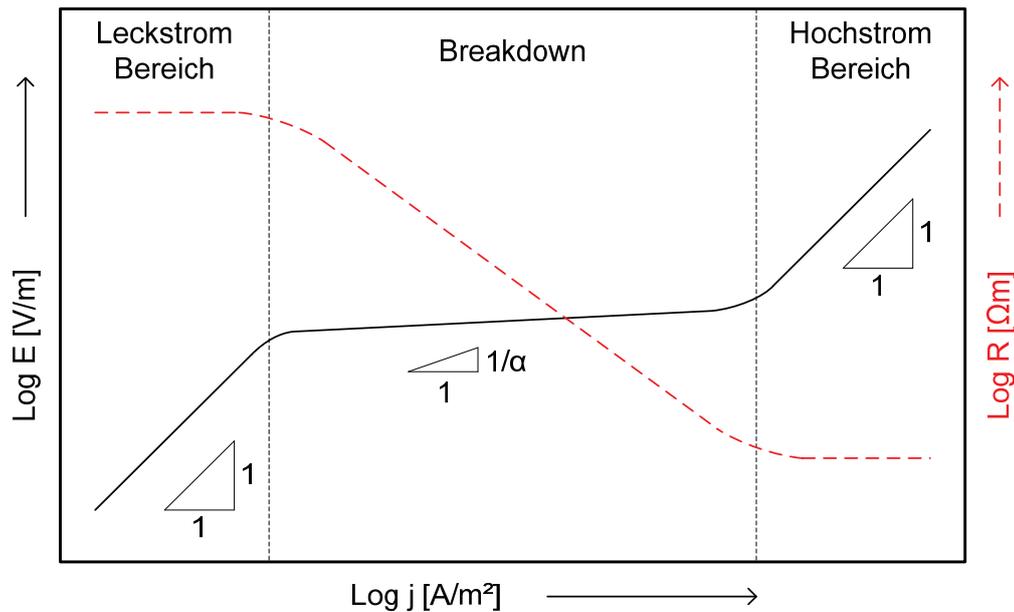
ZnO Varistoren sind die bedeutendsten Vertreter von keramischen Varistoren. Im Englischen sind sie unter verschiedenen Namen bekannt, wie nonlinear resistor, variable resistor, surge suppressors, surge protectors und voltage limiters [gtk90]. Varistoren haben eine große technische Bedeutung in der elektrischen und elektronischen Industrie erlangt. Sie werden in der Praxis als Überspannungsschutz parallel zum Verbraucher geschaltet.

Die Entwicklung und erste Anwendung von Varistoren startete ca. 1930 bei der Firma Bell Systems, um die betriebseigenen Telefonsysteme vor Überspannungspulsen zu schützen. Im Jahr 2004 wurden weltweit über 2 Milliarden Dollar für Bauteile im Bereich des Überspannungsschutzes ausgegeben [tti07].

Die Funktionsweise des Varistors ist im Prinzip einfach. Im Bereich der erwünschten Spannung des zu schützenden Verbrauchers ist der Varistor ein einfacher hoher Ohm'scher Widerstand, der nahezu keinen Strom passieren lässt (Leckstrom) und dem Verbraucher den gesamten Strom zur Verfügung stellt. Erhöht sich jedoch die Spannung über einen definierten Schwellwert - kommt es, beispielsweise zu Überspannungspulsen, die schädlich für den Verbraucher sind - so senkt der Varistor quasi instantan seinen Widerstand auf einen sehr geringen Wert. Dadurch fließt der Strom fast vollständig über den Varistor und der Verbraucher wird vor Beschädigung oder Zerstörung geschützt. Bei dieser Umleitung des Stromflusses kommt es zu einer Erwärmung des Varistor-Bauteiles, das die Energie des Überspannungspulses absorbiert.

Varistoren können aus verschiedenen halbleitenden Keramiken wie SiC, ZnO, TiO<sub>2</sub> und SrTiO<sub>3</sub> hergestellt werden, wobei ZnO die größte industrielle Anwendung findet. Legierungsbestandteile des ZnO-Systems sind Bismut, Mangan, Chrom, Antimon, Magnesium, Kobalt, Silizium und Aluminium [cdr99]. Damit erhält der Varistor seine besondere elektrische Kennlinie (Abb.2). In diesem Diagramm wird schematisch die Varistor-Kennlinie mit der elektrischen Feldstärke E über der Stromdichte j gezeigt.

Die Kennlinie unterteilt sich in drei Bereiche, Leckstrom – Schaltbereich – Hochstrombereich. Technisch verwendet wird der mittlere Bereich (Breakdown-Bereich), in dem der Strom I nicht linear von der Spannung U abhängt, sondern proportional der Spannung hoch dem Varistorkoeffizienten  $\alpha$  fließt:  $I \sim U^\alpha$ . In diesem Bereich findet der Übergang von einem hohen zu niedrigeren Widerstand statt (siehe rot strichlierte Linie in Abb.2).



**Abb.2:** typische Varistor Kennlinie (schematisch): Leckstrom – Schaltbereich (Breakdown-Bereich, mit hoher Nichtlinearität) – Hochstrombereich.

Da die Verbraucher mit verschiedenen Spannungen arbeiten, müssen unterschiedliche Varianten von Varistoren erzeugt werden. Die Faustformel ist, je größer die Spannung, desto größer ist der Varistor. In der Hochenergietechnik, z.B. bei Stromkraftwerken, wird mit Spannungen von mehreren hundert Kilovolt gearbeitet. Entsprechend erreichen hier Varistor-Systeme Dimensionen von über einem Meter. In der Niederspannungstechnik, z.B. in KFZ's, werden unter anderem auch Vielschichtvaristoren von wenigen Millimeter Größe und einen Elektrodenabstand von wenigen 10  $\mu\text{m}$  eingesetzt.

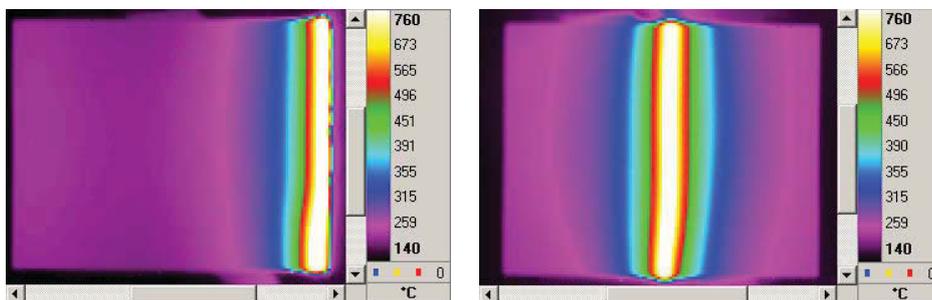
Ein großes technisches Problem für Varistoren ist die thermisch-mechanische Belastung durch die Erwärmung beim Stromdurchfluss. Um das Varistormaterial im Bauteil optimal zu nutzen, wäre ein homogener Stromfluss und damit verbunden, eine homogene Aufheizung erstrebenswert. In den Bauteilen zeigt sich jedoch durchaus inhomogenes Verhalten. In einer Studie des Institutes für Struktur- und Funktionskeramik der Montanuniversität Leoben aus dem Jahr 2006 [sup06] sind die Auswirkungen beim Versagen durch einen elektrischen Durchschlag gut zu erkennen (Abb.3). Dabei wurden zwei verschiedene Varistorentypen zwecks der Beobachtung der inneren Vorgänge längs der Zylinderachsen auseinandergeschnitten und destruktiv im Überlastbereich getestet.

Bei Typ I zeigt sich aufgrund des Schmelzkanals am Mantel der Durchbruch an den Mantelflächen. Die Zerstörung führt dabei zum Aufplatzen des Mantels, jedoch bleibt der Kern intakt. Das Versagen bei Typ II beginnt im Kern und führt durch den inneren Druck zu einem Zerplatzen des gesamten Bauteiles. Um Beschädigungen der Umgebung des Bauteiles zu vermeiden, ist der Versagensvorgang an den Mantelflächen zu bevorzugen.



**Abb.3:** Varistoren bei elektrischen Überlastversuche, links Typ I mit Durchbruch am Mantel, rechts Typ II mit Durchbruch längs der Zylinderachse. Der Schmelzkanal ist jeweils mit Pfeilen markiert.

Um dieses Phänomen der unterschiedlichen Versagensörtlichkeiten, Mantel oder Mitte, besser zu verstehen, wurden mit der Thermokamera Aufnahmen gemacht [sup06]. Diese zeigen die räumliche Temperaturverteilung der Varistoren (Abb.4) kurz vor dem elektrischen Durchschlag. Dabei zeigen sich die hohen Temperaturen an den späteren Bruchstellen, die zur Bildung von Schmelzkanälen und zur Zerstörung des Bauteiles durch die thermisch mechanische Belastung führen.



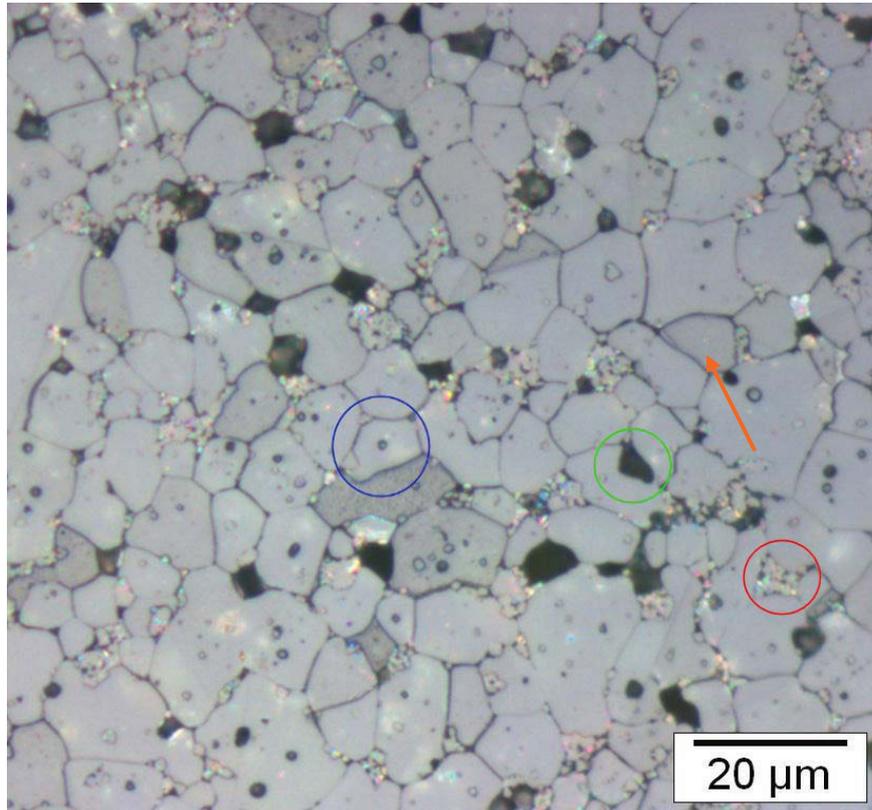
**Abb.4:** Thermographische Aufnahme der Halb-Varistoren aus Abb.3. Aufnahmen wurden kurz vor dem Versagen der Bauteile aufgenommen.

Die mir gestellte Aufgabe ist die Erforschung der Ursachen der unterschiedlichen Versagensörtlichkeiten. Aufbauend auf diesen Erkenntnissen könnte man in Zukunft, gezielt bei der Herstellung von Varistoren den Ort und das Versagen einstellen.

Es wurde der Energievaristor Typ I ( $\text{\O}41 \times 33$  mm) ausgewählt, bei dem das Versagen im Mantelbereich stattfindet, siehe Abb.3 und Abb.4 (jeweils linke Darstellung). Für einen ausgewählten diesen Varistor werden mechanische und elektrische Kenngrößen ortsabhängig ermittelt. Offensichtlich ist der Widerstand bei diesem Typen am Rand geringer als im Kern. Um dieser Ursache auf den Grund zu gehen ist es notwendig, an unterschiedlichen Bauteilstellen Dichte-, Porosität-, Korngrößen-, E-Modul-, Festigkeit- und elektrische Messungen durchzuführen.

## 2. Der innere Aufbau des Varistors, das Gefüge

Das Gefüge der Varistorkeramik besteht grundsätzlich aus halbleitenden ZnO Körnern,  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  und anderen Additiven. Dabei umschließt eine mit stark Bismut angereicherten Phase die ZnO Körnern und reichert sich an den dreifach Korngrenzen (triple junctions) an. Weiters befinden sich im Gefüge eine oder mehrere Spinell-Phasen [cdr99] (Abb.5).



**Abb.5:** Gefügebild ZnO Varistor mit ZnO Körner (blau), Spinell-Phasen in  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  eingebettet (rot) und Poren (grün), vereinzelt findet man auch ZnO-Zwillingskörner (oranger Pfeil).

Bei der Herstellung der Bauteile wird Wärme über die Oberflächen eingebracht und ins Innere der Teile weitergeleitet. Dies führt zumindest zeitweise zu inhomogenen Temperaturverteilungen im Bauteilvolumen. Daher ist es möglich, dass das Gefüge der Varistoren nicht homogen sondern von Ort zu Ort unterschiedlich ist. Dieser Umstand könnte für inhomogene Festigkeits- und Funktionseigenschaften verantwortlich sein.

Von Interesse sind die Korngrößen und die Porosität des Gefüges im Bauteil. Um mögliche Unterschiede zu erkennen, wurden 4 Raumpositionen gewählt, dort Proben hergestellt und analysiert.

## 2.1. Messproben



**Abb. 6:** Energievaristoren Mantel- und Deckflächenansicht,  $h = 33 \text{ mm} / \varnothing = 41 \text{ mm}$ .

Wenn man den Energievaristor, der als Zylinder gefertigt ist, betrachtet (Abb. 6), so wurden vier unterschiedliche Raumpositionen ausgewählt. Diese sind:

**Tab. 1:** Probenpositionen.

Nummer	Position
1	Kantenbereich Mantel-/Deckfläche
2	Mantelfläche Mitte
3	Deckfläche Mitte
4	Kern

Zunächst wurde aus dem Bauteil parallel und symmetrisch zur Zylinderachse eine Platte mit 6 mm Dicke herausgeschnitten. Die vier Proben (6x6x6 mm) wurden dann mittels der Präzisionstrennmaschine Struers Accutom-50 mit einem Diamanttrennblatt aus dieser Platte an den gegebenen Probenpositionen (siehe Abb. 7) herausgeschnitten.

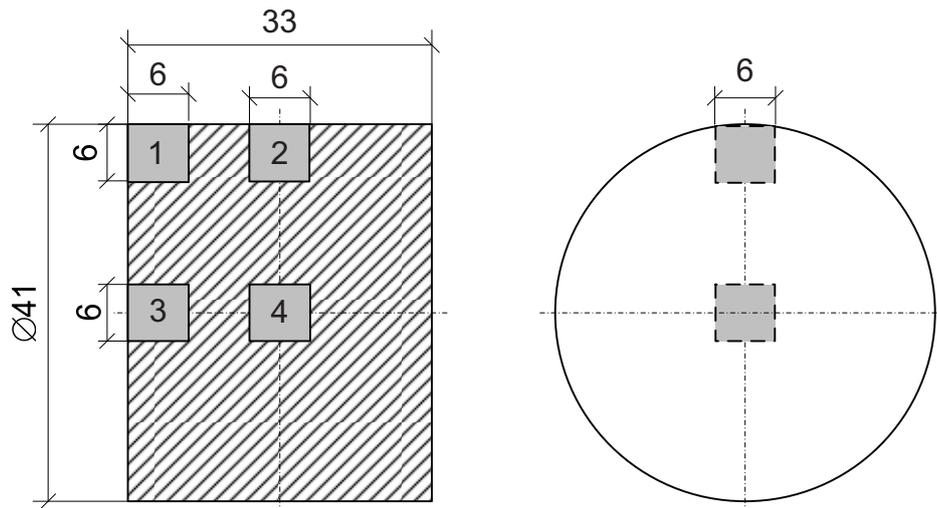


Abb. 7: Proben 1-4 Varistor Typ I.

Anschließend erfolgte das Einbetten der Proben in Poly-Iso-Duro / MultiFast mit der Warmeinbettpresse Labopress-3 von Struers und das Schleifen / Polieren mit der Schleif/Poliermaschine RotoPol-25 von Struers.

## 2.2. Porosität

Die dafür notwendigen Messungen wurden mit dem Mikroskop Olympus BX50, der Digitalkamera Olympus Colorview II und der Analyse Software Olympus analySIS pro 5.0 gemacht. Dabei wurde mit der Funktion Phasenanalyse von analySIS pro 5.0 jeweils 10 Gefügebilder jeder Probe auf die Porosität gemessen (Abb.8).

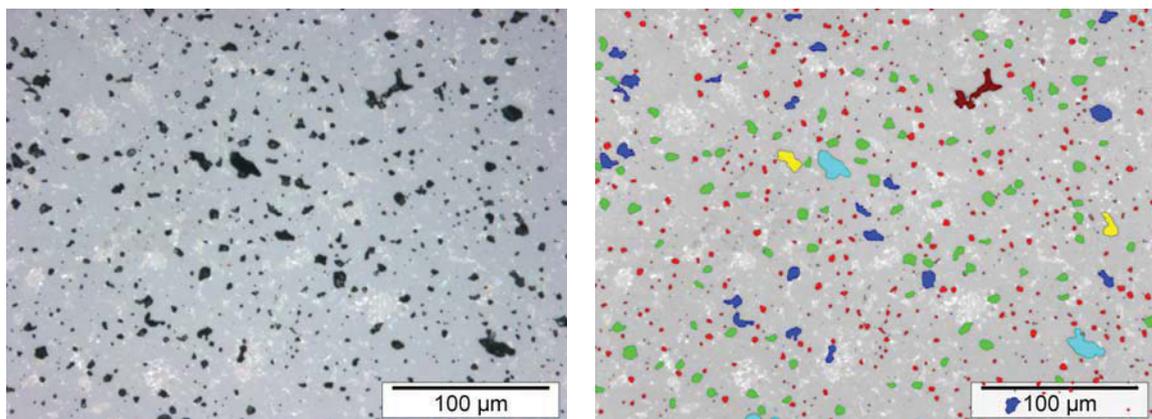


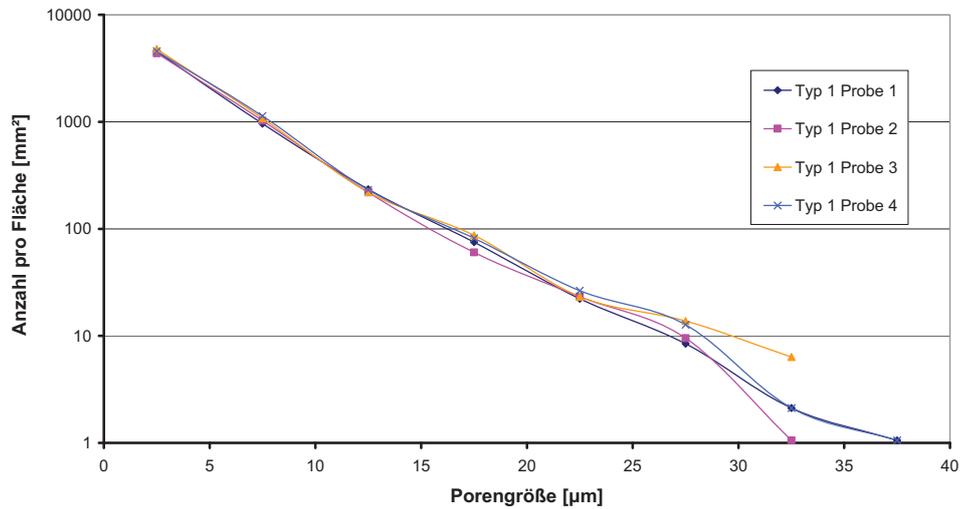
Abb.8: Porositätsmessung Probe 1 Varistor Typ I, links original Bild mit Poren (dunkle Flecken), rechts gleicher Bildausschnitt, der mit Bildanalyse bearbeitet wurde. Die Porengröße ist farbcodiert.

Die Ergebnisse für die einzelnen Proben sind in der folgenden Tabelle (Tab. 2) und im Diagramm (Abb. 9) dargestellt.

**Tab. 2:** Ergebnisse der Porositätsmessung, Gesamtporosität.

	Porosität Mittelwert	Standardabweichung
Typ I Probe 1	5.8 %	0.4 %
Typ I Probe 2	5.6 %	0.5 %
Typ I Probe 3	6.2 %	0.5 %
Typ I Probe 4	6.4 %	0.5 %

### Porositätsverteilung



**Abb. 9:** Diagramm Korngrößenverteilung Varistor Typ I, Klassifizierung der Porengröße in 5  $\mu\text{m}$  Schritten.

Hier ist keine bzw. höchstens eine minimale Verringerung der Porosität des Varistors Typ I von außen nach innen zu erkennen.

### 2.3. Korngrößenverteilung

Für die Korngrößenbestimmung wurden die Proben mit 1,4 % Flußsäure 50 Sekunden geätzt, um die einzelnen Phasen im Gefüge unter dem Lichtmikroskop zu erkennen.

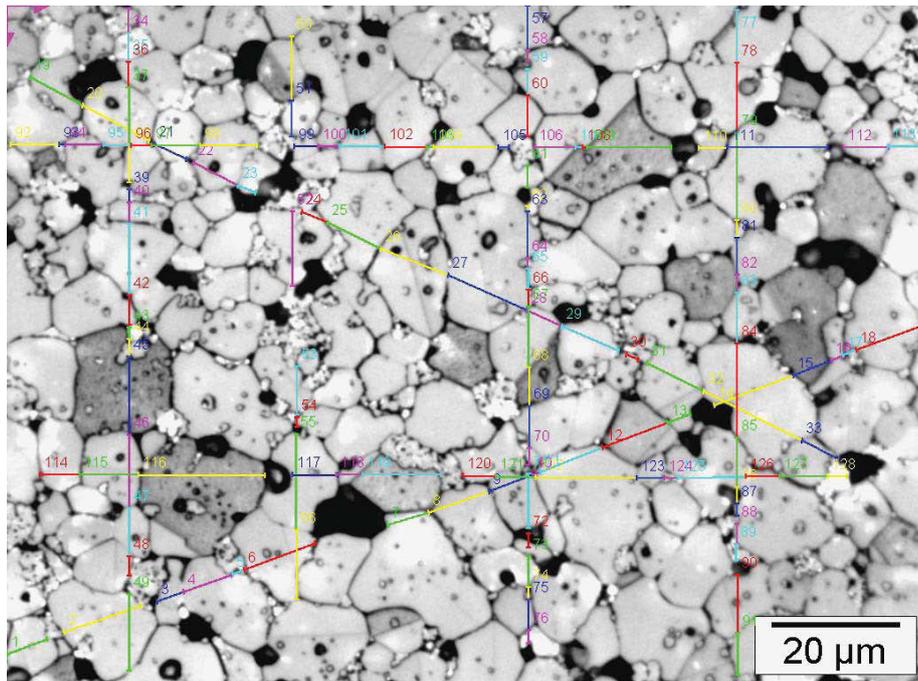


Abb. 10: Varistor-Gefüge Probe 1 mit eingezeichneten Schnittlinien.

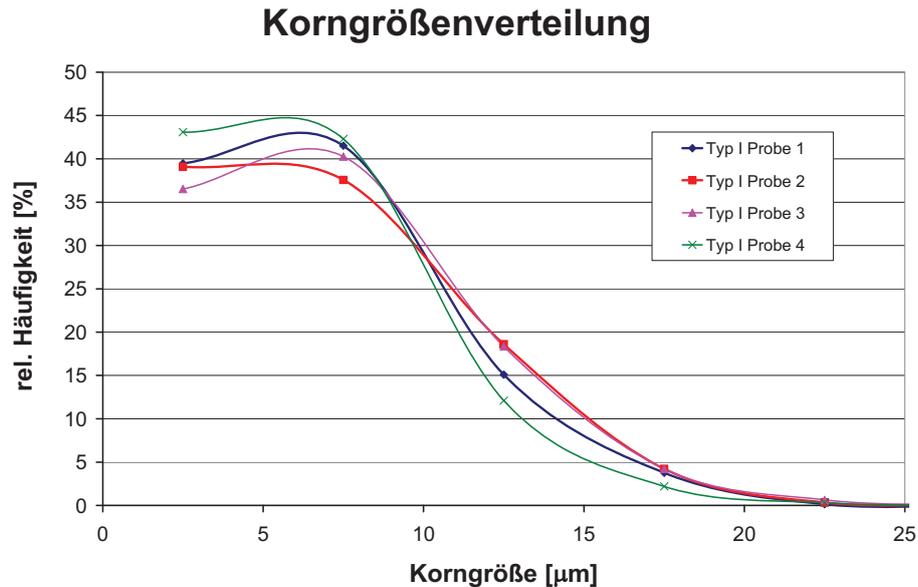
Für die Analyse der Porositätsverteilung wurden die gleichen Geräte wie für die Korngrößenverteilung eingesetzt. Die Gefügebilder wurden mit 500-facher Vergrößerung aufgenommen, danach in Graustufen Bilder umgewandelt und ihr Kontrast erhöht.

Die in der Software AnalySIS integrierte Korngrößenanalyse konnte wegen den Spinell-Phasen und Poren nicht eingesetzt werden, da diese nur für einphasige Gefüge einsetzbar ist. In dieser Arbeit ist die Verteilung der ZnO-Körner von Interesse, weil diese für die elektrischen Eigenschaften Hauptverantwortlich sind. Aus diesem Grund wurde eine händische Auswertung mit AnalySIS per Linienschnittverfahren gewählt (Abb. 10).

Von jeder Probe wurden 5 Gefügebilder ausgewertet( siehe Tabelle Tab. 3 und Diagramm Abb. 11):

Tab. 3: Probe 1-4 mittlere Korngröße und deren Standardabweichung.

	Korngröße Mittelwert	Standardabweichung
Typ I Probe 1	6.61 $\mu\text{m}$	0.39 $\mu\text{m}$
Typ I Probe 2	7.05 $\mu\text{m}$	0.53 $\mu\text{m}$
Typ I Probe 3	7.19 $\mu\text{m}$	0.50 $\mu\text{m}$
Typ I Probe 4	6.26 $\mu\text{m}$	0.29 $\mu\text{m}$



**Abb. 11:** Diagramm Korngrößenverteilung Varistor Typ I, Klassifizierung in 5 μm Schritten.

Da bekannt ist, dass der elektrische Widerstand eines Varistors durch Sperrschichten, so genannte Schottky-Barrieren [kcb97], zwischen den Körnern hervorgerufen wird, stehen die Funktionseigenschaften im direkten Zusammenhang mit der Korngrößenverteilung im Gefüge. Die Tabelle zeigt eine signifikante Änderung der Korngrößenverteilung zwischen den Bereichen Deckfläche / Mantelfläche und den Kern des Varistors Typ I. Daraus kann eine erste Erklärung für den elektrischen Durchschlag im Bereich der Mantelfläche abgeleitet werden.

## 2.4. Dichte

Um das Ergebnis der Porositätsmessung zu verifizieren, eignet sich die Dichte, da die Porosität einen direkten Einfluss auf die Dichte hat. Das Messergebnis der 4 Proben (siehe Kap. 2.2) sollte einen ähnlichen Verlauf wie die Porosität aufweisen.

Um eine möglichst große Genauigkeit bei der Dichte- und Porositätsmessung von kleinen Proben zu erreichen, wird laut EN 623-2 das Archimedes Prinzip angewendet [sda04]. Da die Proben (siehe Kap. 2.1) aufgrund ihrer geringen Porosität eine geschlossene Oberfläche haben, ist es auch anwendbar.

$$\rho_{\text{Probe}} = \rho_{\text{Flüssigkeit}} \frac{m_{\text{Luft}}}{m_{\text{Luft}} - m_{\text{Flüssigkeit}}} \quad \text{F. 1}$$

Als Messgerät wurde ein Dichtebestimmungsset YDK 01 von Sartorius verwendet, welche folgende Fehlerquelle berücksichtigt und Korrekturen angibt [sar92]:

- Temperaturabhängigkeit der Dichte der Auftriebsflüssigkeit,

- Luftauftrieb bei der Wägung an Luft,
- Änderung der Eintauchtiefe der Bügelschale beim Untertauchen der Probe,
- Adhäsion der Flüssigkeit am Aufhängedraht der Bügelschale,
- an der Probe auftretende Luftbläschen.

Daraus ergibt sich für die Berechnung diese Formel:

$$\rho_{\text{Probe}} = \frac{m_{\text{Luft}} (\rho_{\text{Flüssigkeit}} - \rho_{\text{Luft}})}{f_{\text{korr}} (m_{\text{Luft}} - m_{\text{Flüssigkeit}})} + \rho_{\text{Luft}} \quad \text{F. 2}$$

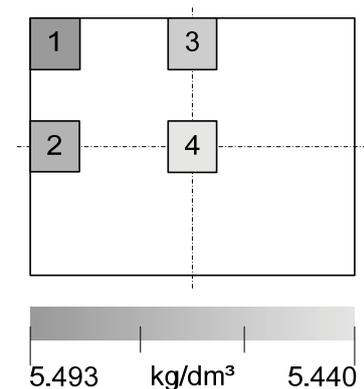
$m_{\text{Luft}}$	Masse der Probe an der Luft
$m_{\text{Flüssigkeit}}$	Masse der Probe in der Messflüssigkeit
$\rho_{\text{Probe}}$	Dichte der Probe
$\rho_{\text{Flüssigkeit}}$	Dichte der Flüssigkeit (bei Messtemperatur)
$\rho_{\text{Luft}}$	Dichte der Luft (bei Messtemperatur)
$f_{\text{korr}}$	Korrekturfaktor des Messgerätes

Der Korrekturfaktor bezieht sich auf den Durchmesser des Becherglases und die Dicke der Drähte der Tauchvorrichtung des Dichtebestimmungsset YDK 01.

Zur Berechnung der Dichte wurde jede Probe fünfmal gemessen (siehe Anhang A). Die Standardabweichung der einzelnen Messungen schwankte im Bereich von 0.007 bis 0.017 kg/dm<sup>3</sup>. Der Dichteunterschied der einzelnen Proben ergab bis zu ca. 1 Prozent, womit eine charakteristische unterschiedliche Dichte zu erkennen ist (Abb. 12).

**Tab. 4:** Dichteverteilung Probe 1-4.

Proben	Mittelwert	Standardabweichung
1	5.493 kg/dm <sup>3</sup>	0.014 kg/dm <sup>3</sup>
2	5.480 kg/dm <sup>3</sup>	0.011 kg/dm <sup>3</sup>
3	5.470 kg/dm <sup>3</sup>	0.007 kg/dm <sup>3</sup>
4	5.440 kg/dm <sup>3</sup>	0.017 kg/dm <sup>3</sup>



**Abb. 12:** Dichteverteilung, farbcodiert.

Die Dichteverteilung zeigt dieselbe Verringerung von außen nach innen, wie sie sich bei der Porositätsmessung abzeichnet.

### 3. Mechanische Eigenschaften

Da die Festigkeit und der E-Modul auch von der Korngrößen- und Porositätsverteilung abhängen, wäre bei den folgenden Messergebnissen eine Ortsabhängigkeit zu erwarten.

#### 3.1. Festigkeit

Für die Bestimmung der Biegefestigkeit wurde der 4-Punkt-Biegeversuch verwendet. Die Messung erfolgte auf der Universalprüfmaschine Zwick 010 und der Software Zwick PC-Software Z1005 V3.2. Die Auswertung erfolgte über ein selbst programmiertes Mathematica Notebook. Laut EN-843-5 sind mindestens 30 Proben für die Bestimmung einer Festigkeitsverteilung notwendig. Für eine ortsabhängige Charakterisierung der Verteilungen würden somit  $x$  Mal 30 Proben benötigt. Da die Fertigung von Biegeproben aufwändig ist, wurde nur ein Varistor Bauteil in Biegeproben aufgetrennt. Es standen deshalb nur 31 Biegeproben des Varistors Typ I zur Verfügung, womit keine Ortsabhängigkeit gemessen werden konnte.

##### 3.1.1. Biegeproben und Messaufbau

Die Proben wurden aus einem Varistor Typ I nach Plan (Abb.13) herausgeschnitten. Die Proben  $\alpha$ , E, L, M und 9 waren unbrauchbar, die Proben P und T sind für die E-Modul-Messung verwendet worden.

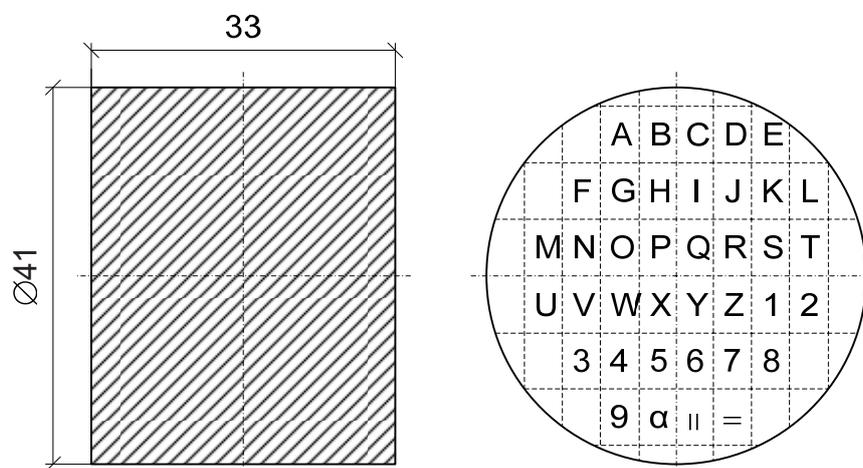


Abb.13: Nummerierung Biegeproben Varistor Typ I.

Für die Messung wurden abweichend von der Norm EN-843-1 die Proben mit der Länge von 33 mm mit einer 0.2 mm breiten  $45^\circ$  Fase (Abb.14) verwendet.



Abb.14: Abmessungen Biegeproben Varistor Typ I.

Deshalb wurde auch die Biegevorrichtung (Abb. 15) mit 30 / 15 mm eingesetzt.

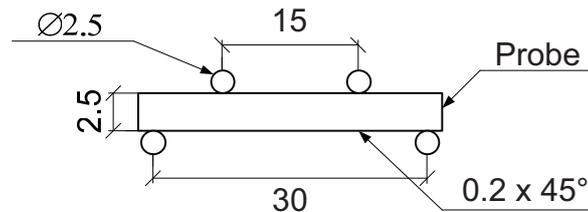


Abb. 15: Biegevorrichtung.

### 3.1.2. Auswertung der Festigkeitsdaten

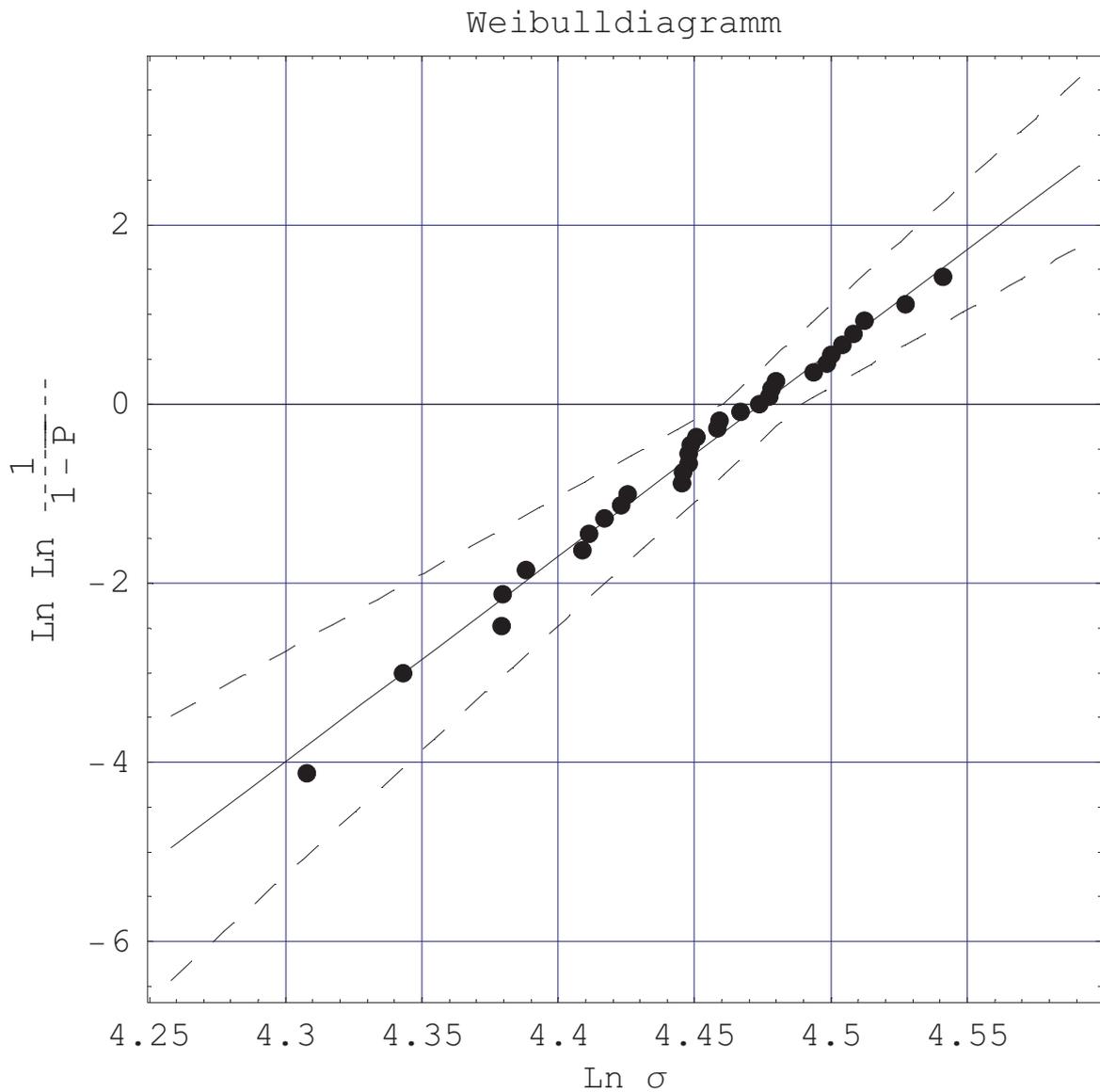
Die in Anhang B anführten mathematischen Grundlagen werden jetzt in das Programm Mathematica (Versionsnummer: 5.1.1.0) eingebaut. Neben der numerischen Lösung soll dabei auch eine graphische Lösung ausgegeben werden.

Bevor die Daten der einzelnen Proben ins Mathematica eingefügt werden, ist eine Berechnung der Festigkeitswerte  $\sigma$  notwendig, das in Excel durchgeführt wurde. Dafür werden die Höchstkraft bei der Biegemessung  $F$ , die Dicke  $d$  und die Breite  $b$  der einzelnen Proben und der Abstand der Stützrolle  $L$  und der Lastrolle  $l$  herangezogen.

$$F_i = \frac{3 * \sigma_i * (L - l)}{2 * b_i * d_i^2} \quad \text{F. 3}$$

Das Mathematica Notebook siehe Anhang C.

### 3.1.3. Ergebnisse



Ergebnisse:

$m$  []: 22.8604 ,  $\sigma_0$  [MPa]: 87.762

Erwartungswert [MPa]: 85.7058 , Standardabweichung [MPa]: 4.66581

$m_{\text{korr}}$  []: 21.8605

Konfidenzintervall  $1-\alpha=0.9$

$m$  []: 17.2246 , 27.8004

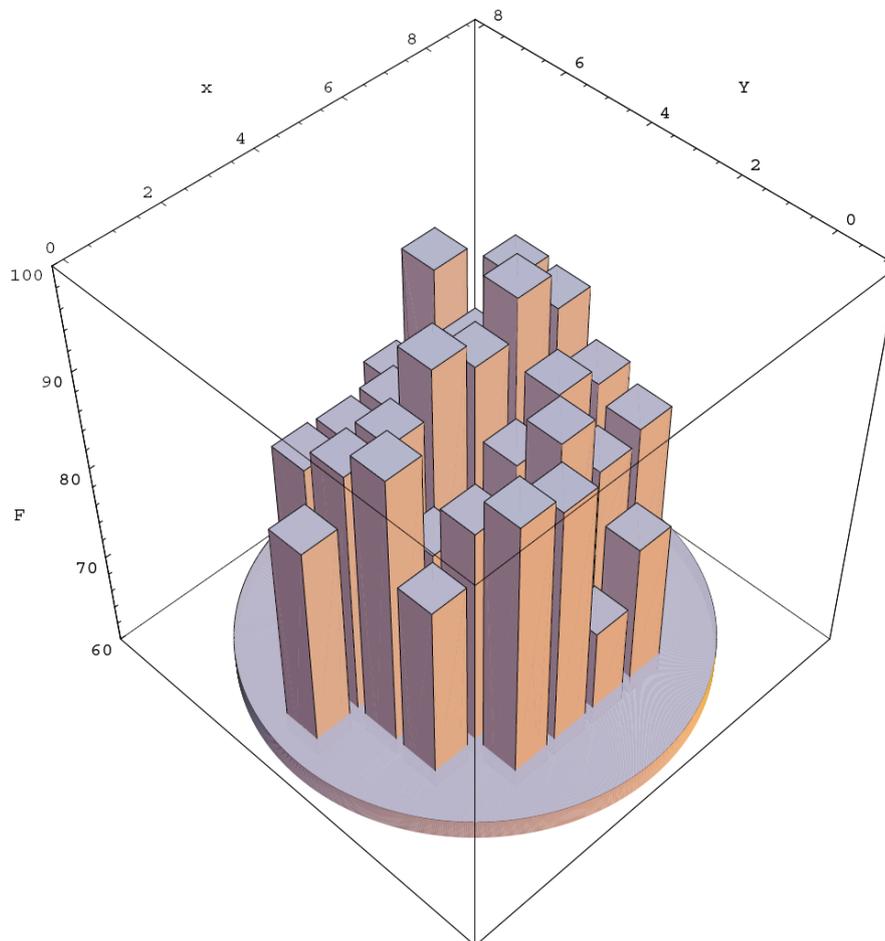
$m_{\text{korr}}$  []: 16.4712 , 26.5844

$\sigma_0$  [MPa]: 86.5117 , 89.0439

$\sigma_0$  für  $m_{\text{korr}}$  [MPa]: 86.455 , 89.1029

**Abb.16:** Weibullverteilung von Varistor Typ I, Output des selbst programmierten Mathematica Notebooks.

Das in Abb.17 gezeigte 3D-Diagramm der Festigkeitswerte über den Querschnitt des Varistors hat aufgrund der statistischen Verteilung, wie schon am Beginn von Kapitel 3.1 erwähnt, keine Aussagekraft in Bezug auf eine eventuelle ortsabhängige Festigkeitsverteilung. Die Streuung der Messwerte überdeckt eine eventuell vorhandenes Profil in der Festigkeit.



**Abb.17:** 3D-Diagramm Festigkeit der einzelnen Proben, über das Profil des Bauteiles.

### 3.2. E-Modul

Die zweite mechanische Eigenschaft von Interesse ist der Widerstand gegen elastische Verformung, genannt E-Modul. Die geprüften Proben sind gleich den Biegefestigkeitsproben (Abb.14), jedoch ohne die 45° Fasen. Die Position der Proben P ist in der Varistor Mitte, die der Probe T nahe Mantel (siehe Abb.13).

#### 3.2.1. Messung und Auswertung

Die Messgeräte bestanden aus einer  $\mu$ -strain der Firma Messphysik, einem Dehnungsaufnehmer DD1 der Firma Hottinger Baldwin Messtechnik und einem externen digitalen Controller EDC120 von DOLI, der per PC und DOLI-Software angesteuert wurde. Der Messaufbau ist ident mit dem 3-Punkt-Biegeversuch.

Die maximale Kraft für den E-Modul Versuch, wurde aus dem Ergebniswert für  $\sigma = 87$  MPa des Festigkeitsversuch (siehe Kap. 3.1.3) und der Formel F. 4 laut DIN EN 843-2 berechnet.

$$F = \frac{2 * \sigma * a * b^2}{3 * l} \quad \text{F. 4}$$

**Tab. 5:** Biegeproben Abmessung und  $F_{\max}$ .

	Probe T	Probe P
a [mm]	3.71	3.76
b [mm]	2.61	2.66
l [mm]	33.00	33.00
$F_{\max}$ [N]	48.86	51.43

Als Messkraft wurde 45 N, zirka 90% der Maximalkraft, eingestellt, um die Proben bei der Messung nicht zu zerstören. Aufgrund der differenziellen Längenmessung musste während und nach der Messung keine Kalibrierung noch Korrektur der Auslenkungswerte vorgenommen werden, weshalb auch der Wert  $d_s$  in der Formel F. 5 null gesetzt wurde.

Anhand des Diagramms in Abb.18 ist die Linearität des E-Moduls zu erkennen. Die Auslenkung der Messung beginnt aufgrund eines messtechnisch bedingten Offset nicht bei Null.

## lineare Kennlinie E-Modul-Messung

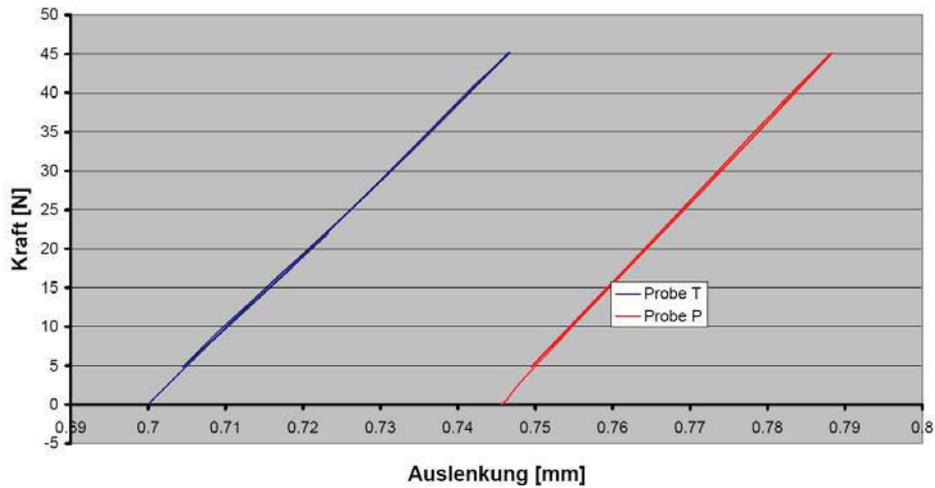


Abb.18: Nachweis des linearen E-Moduls der Proben P und T.

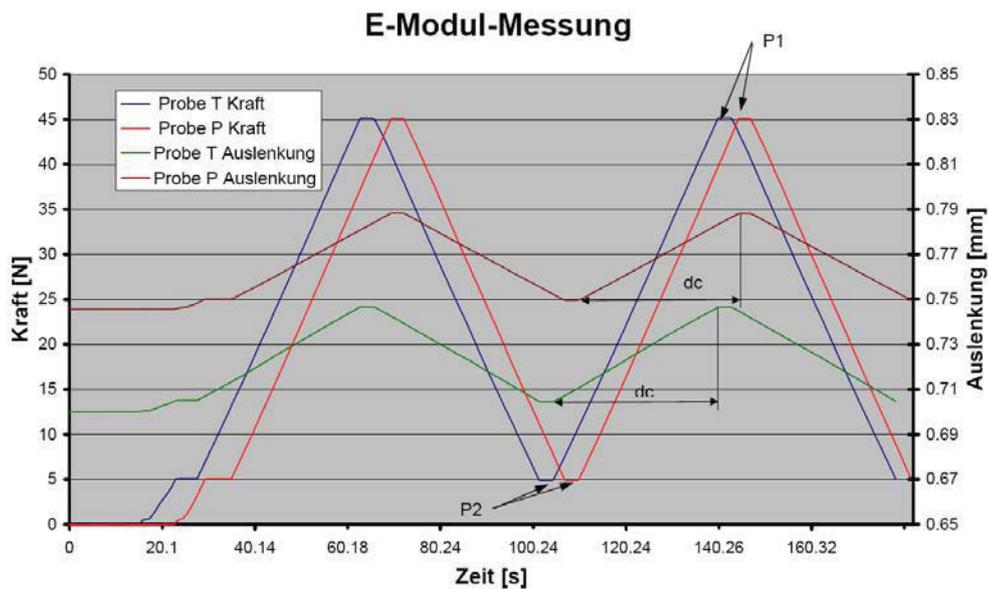


Abb.19: Kraft und Auslenkung bei der E-Modul-Messung der Proben P und T als Funktion der Zeit.

Durch Auswerten der Messdaten, die im Diagramm Abb.19 abgebildet sind, wurden die maximale Verschiebung  $d_c$ , das obere und untere Kraftniveau  $P_1$  und  $P_2$  ermittelt (siehe Tab. 6). Mit der Formel F. 5 aus der Norm EN 843-2, sind die E-Module der Proben T und P berechnet worden.

$$E = \frac{(P_2 - P_1)l^3}{4ab^3(d_c - d_s)}$$

F. 5

**Tab. 6:** Auswertung der Messung .

	Probe T	Probe P
P <sub>1</sub> [N]	4.849	4.861
P <sub>2</sub> [N]	45.21	45.12
d <sub>s</sub> [mm]	0	0
d <sub>c</sub> [mm]	4.220E-2	3.870E-2
E [N/mm <sup>2</sup> ]	97600	99340
E [GPa]	97.60	99.34
Toleranz [GPa]	±4.88	±4.97

Anhand der bisherigen E-Modul-Messungen mit diesem Messaufbau am Institut für Struktur- und Funktionskeramik wurde eine Messtoleranz von ca. 5 Prozent ermittelt.

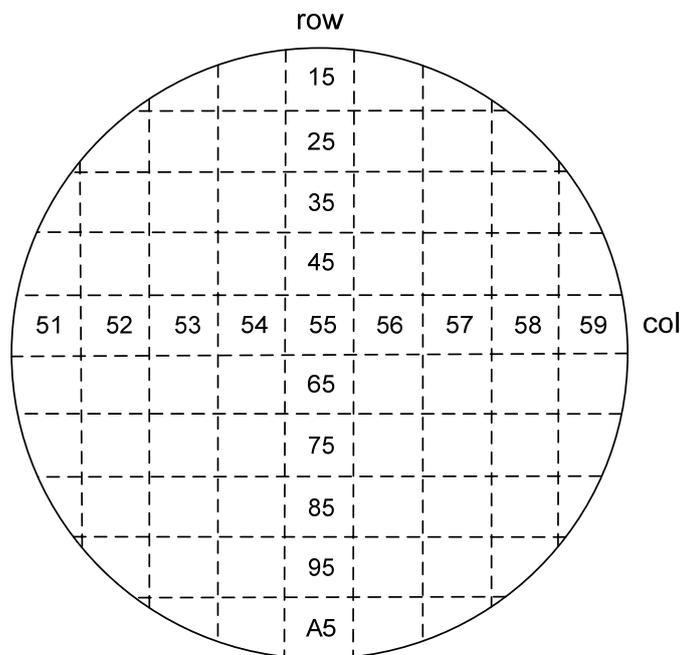
Da auch hier, wie schon bei der Festigkeitsmessung, zu wenig Proben zur Verfügung standen und aufgrund der Toleranz keine Tendenz erkennbar ist, ist keine Ortsabhängigkeit des E-Moduls feststellbar. Es sei auch angemerkt, dass die in der Norm EN 843-2 angegebene minimale Anzahl von 3 Messproben nicht erfüllt worden ist. In facheinschlägiger Literatur [kri04] und [vcl97] finden sich E-Module von ZnO Varistoren um die 110 GPa, womit diese Messungen bestätigt werden.

## 4. Elektrische Eigenschaften

Wie auch die mechanischen sind die elektrischen Eigenschaften vom Gefüge des Bauteiles abhängig. Im Unterschied zu den vorangegangenen Messungen wurde hier neben dem Standard Varistor Typ I auch der Typ II gemessen, um einen Vergleich herstellen zu können. Der Varistor Typ II hat eine ähnliche chemische Zusammensetzung wie Typ I, jedoch eine andere Wärmebehandlung bei der Herstellung durchlaufen. Das Versagen findet, wie in Abb.3 zu sehen, beim Typ I am Mantel und bei Typ II im Kern statt

### 4.1. Messproben

Es wurden jeweils 18 Proben auf 3 Schichten aus den Varistoren Typ I (CiT1) und II (C1T1) herausgeschnitten. Die Proben haben eine quadratische Querschnittsfläche mit 3.5 mm Seitenlänge und sind ca. 1.7 mm dick.



**Abb.20:** hexadezimale Nummerierung der einzelnen Messproben je Messschicht. Die erste Stelle gibt die Reihe, die zweite die Spalte an.

Die Messpositionen wurden so gewählt, dass einerseits der gesamte Querschnitt (Abb.20), andererseits auch über die Höhe des Varistors (Abb.21) eine charakteristische Ortsabhängigkeit der elektrischen Eigenschaften erkennbar sein muss.

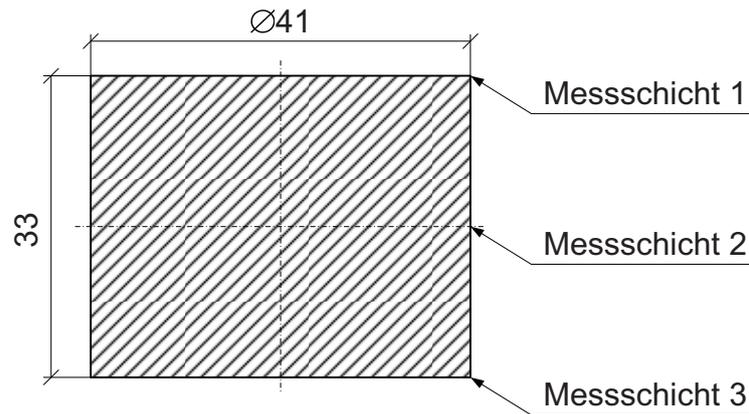


Abb.21: Position der Messschichten.

Alle Proben wurden auf der oberen und unteren Deckfläche metallisiert, um eine gute Kontaktoberfläche zu erhalten.

## 4.2. Messaufbau und Programm

Der Messaufbau bestand aus 3 Geräten: PC, Keithley<sup>®</sup> Sourcemeter<sup>®</sup> 2410 und einem Einzelprobenaufnahme. Der PC ist über eine IEEE-488.2 Schnittstelle und GPIB-Kabel mit dem Sourcemeter<sup>®</sup> verbunden. Der Einzelmessplatz ist 2-polig mit dem Sourcemeter<sup>®</sup> verkabelt. Die Ansteuerung des Sourcemeter<sup>®</sup> erfolgte mit der PC-Software Agilent VEE pro 6.2. In den Vorversuchen wurde der Sourcemeter<sup>®</sup> 2400 verwendet, beidem aufgrund des geringeren Spannungsmessbereich von  $\pm 200$  V ein getaktetes Netzteil, FUG MCA 3000M-1500, seriell zum Sourcemeter<sup>®</sup> geschaltet wurde, damit der Messbereich von  $\pm 200$  V auf 0-400 V verändert wurde.

Die Aufgabe bestand darin, die Spannung und den Widerstand bei vorgegebenen Stromstärken an den in Kap. 4.1 beschriebenen Proben zu messen. Dafür musste zuerst der Messbereich definiert werden. Als Einschränkungen wurden dafür die Spannung mit bis zu 400 V und die Erwärmung der Proben mit bis zu 4 K in der Messzeit (um die Messergebnisse nicht durch thermischen Einfluss in der Probe zu verfälschen) herangezogen. Um die Erwärmung zu berechnen wurden folgende Probenkennwerte ermittelt (Masse, Dichte):

Masse der Probe $m$ :	$1.135 \cdot 10^{-4}$ kg
mittlere Dichte $\rho$ :	5.5 kg/dm <sup>3</sup>

Der Wert  $c_p$  wurde anhand von eigenen Messungen des Instituts für Struktur- und Funktionskeramik bestimmt. Die Messzeit wurde mit 20 ms festgelegt, da es die kürzeste sinnvolle Messzeit mit dem vorhandenen Messinstrument ist:

spezifische Wärmekapazität von ZnO  $c_p$ : 500 J/kg K

Dauer des Stromflusses bei der Messung  $t$ : 0.02 s

$$\Delta T = \frac{I * U * t}{m * c_p}$$

F. 6

Tab. 7: Erwärmung der Messproben abhängig von der Stromstärke bei 400V.

Strom	Spannung[V]	Leistung [W]	Energie [J]	Erwärmung [K]
0.000001	400	4.00E-04	8.00E-06	1.76E-04
0.000010	400	4.00E-03	8.00E-05	1.76E-03
0.000100	400	4.00E-02	8.00E-04	1.76E-02
0.001000	400	4.00E-01	8.00E-03	1.76E-01
0.010000	400	4.00E+00	8.00E-02	1.76E+00
0.100000	400	4.00E+01	8.00E-01	1.76E+01
1.000000	400	4.00E+02	8.00E+00	1.76E+02

Wie aus der Formel F. 6 ersichtlich ist die Erwärmung der Messproben direkt proportional zur Stromstärke.

Bei 10 mA ist somit mit einer Erwärmung von 1.76 K und bei 20 mA mit 3.52 K zu rechnen (F. 6). Der Startwert der stromgesteuerten Messung wurde mit 5  $\mu$ A gewählt. Somit ist der Bereich der Messung von 5  $\mu$ A bis 20 mA definiert.

Um ein genau definierte Messreihe für jede Probe zu erstellen, wurde ein Programm mittels der Software Agilent VEE pro 6.2 erstellt (siehe Anhang D). Dieses Programm musste folgende Hauptaufgaben bei Eingabe, Verarbeitung und Ausgabe erfüllen:

- Eingabe:       Arbeitsverzeichnis  
                   Probenbezeichnung  
                   mehrere Messstromstärke  
                   max. Messspannung
- Verarbeitung:  Berechnung der Messdurchläufe pro Messstromstärke  
                   Messung der Spannung  
                   Aufzeichnung aller Messdaten  
                   Berechnung von Widerstand und Energie
- Ausgabe:       Messdaten in zwei Dateien (all und kl)

Da eine komplette Erklärung des Programms den Umfang dieser Arbeit sprengen würde, wird im Anhang E der wichtigste Teil, die Kommunikation mit dem Keithley 2410 Sourcemeter<sup>®</sup>, beschrieben. Die Eingabemaske ist in Abb.22 abgebildet.

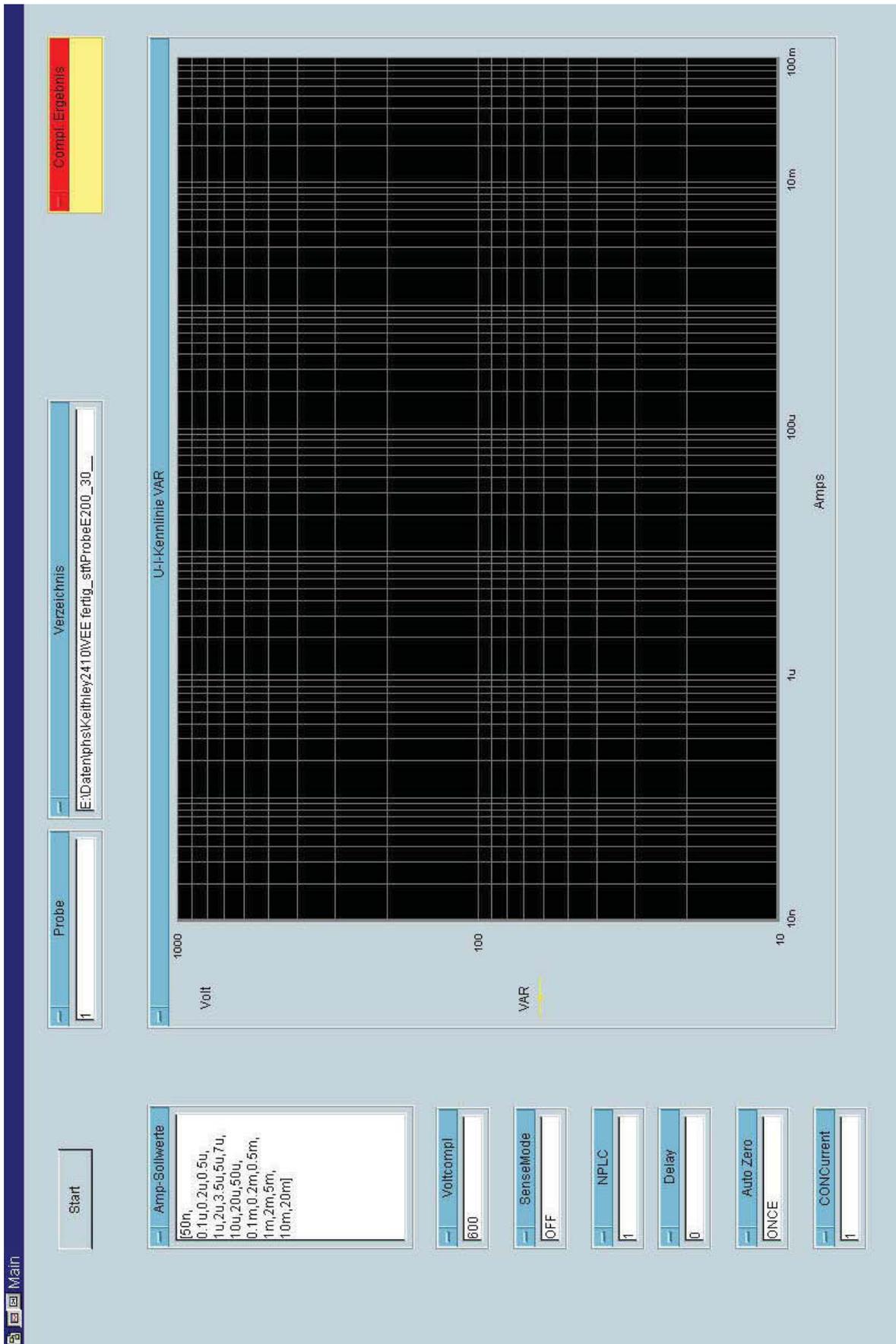


Abb.22: Panel, selbst programmiert in Agilent VEE 6.2.

### 4.3. Auswertung

Die Auswertung sollte als Ergebnis eine Varistor Kennlinie und den Varistorkoeffizient  $\alpha$  ermitteln bei der Varistor Spannung 1 mA/cm<sup>2</sup> (Abb.23). Da die Messung aufgrund der thermischen Beschränkung nicht über 20 mA hinausgeht, wird der zweite ohmsche Bereich bei der Messung nicht erfasst.

Für die Auswertung wurden aus den einzelnen „kl“ Dateien (Anhang D Abb.32) die Messwerte der einzelnen Proben und aus den Excel-Dateien die Dicken der Proben ausgelesen. Die Daten wurden in ein Mathematica Notebook (siehe Anhang F) importiert und dort mit der Dicke und Fläche der Proben (siehe Kap. 4.1) auf Einheitswerte mA/cm<sup>2</sup> und V/mm normiert. Daraus wurde für jede Probe in einem doppelt logarithmischen Diagramm eine Kennlinie erstellt. Die Steigung im Breakdown Bereich entspricht dem Varistorkoeffizienten  $\alpha$ .

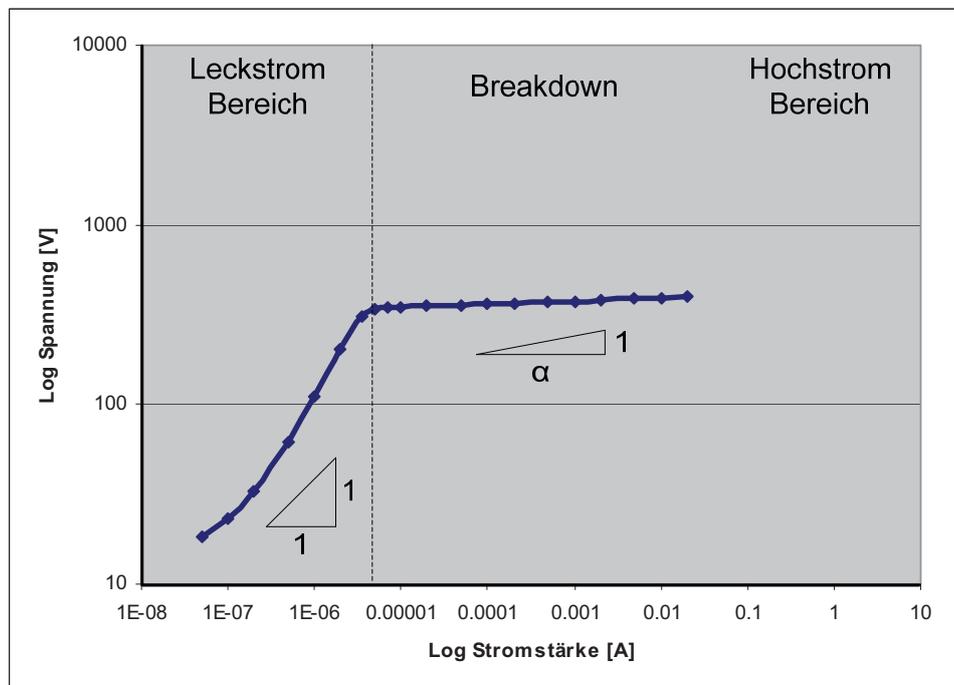


Abb.23: Messwerte Varistor Typ I Position 25 (blaue Symbole, Linie).

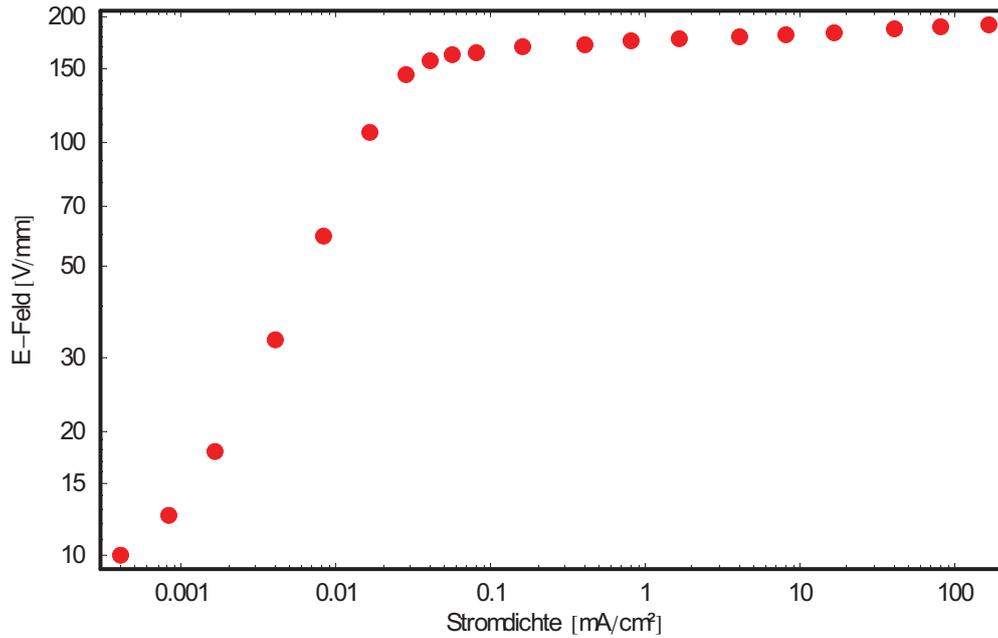


Abb.24: Varistor Kennlinie Typ1 Position 25.

Aus der Kennlinie (Abb.24) wurden die Werte im Breakdown Bereich ermittelt und aus den logarithmierten Daten eine Funktion dritten Grades  $f(x)$  gefittet (Abb.25).

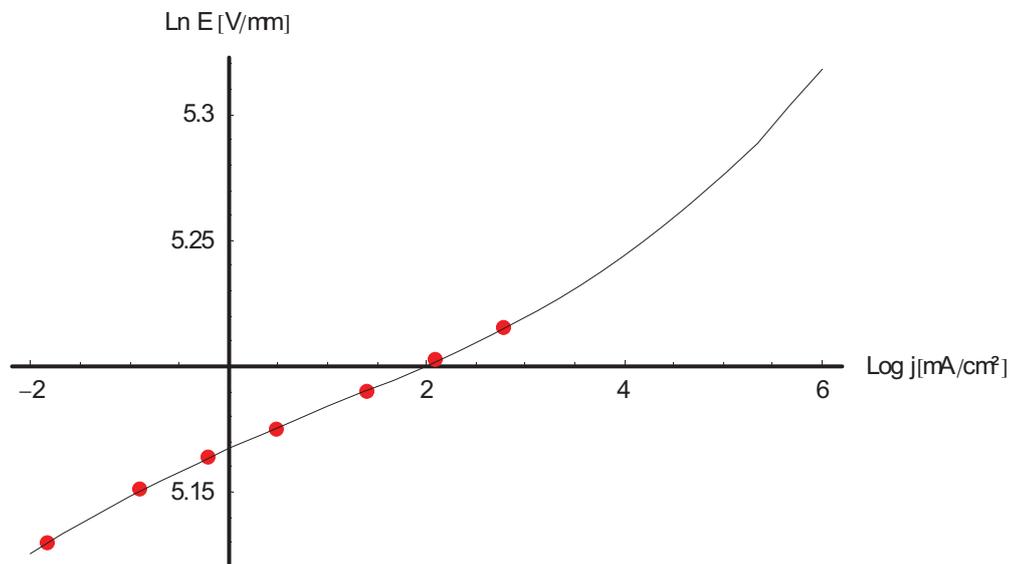


Abb.25: Diagramm der gefitteten Funktion des Typ1 an der Position 25

Daraus wurde die Varistorsspannung bei 1 mA/cm² ermittelt (F. 7).

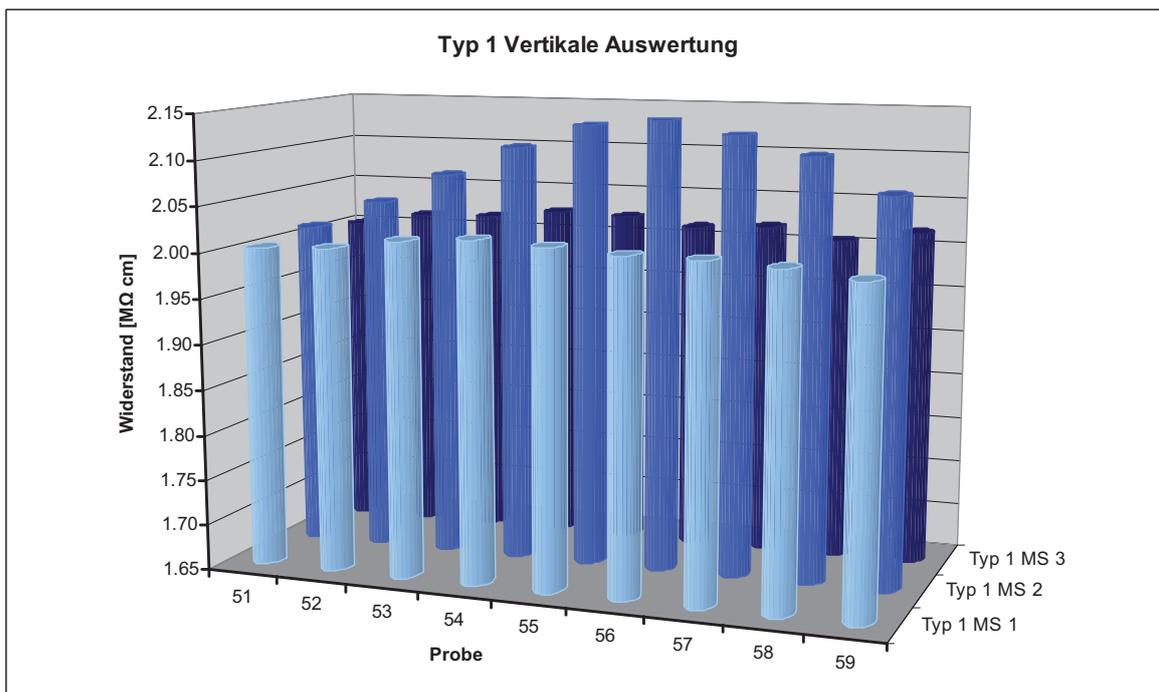
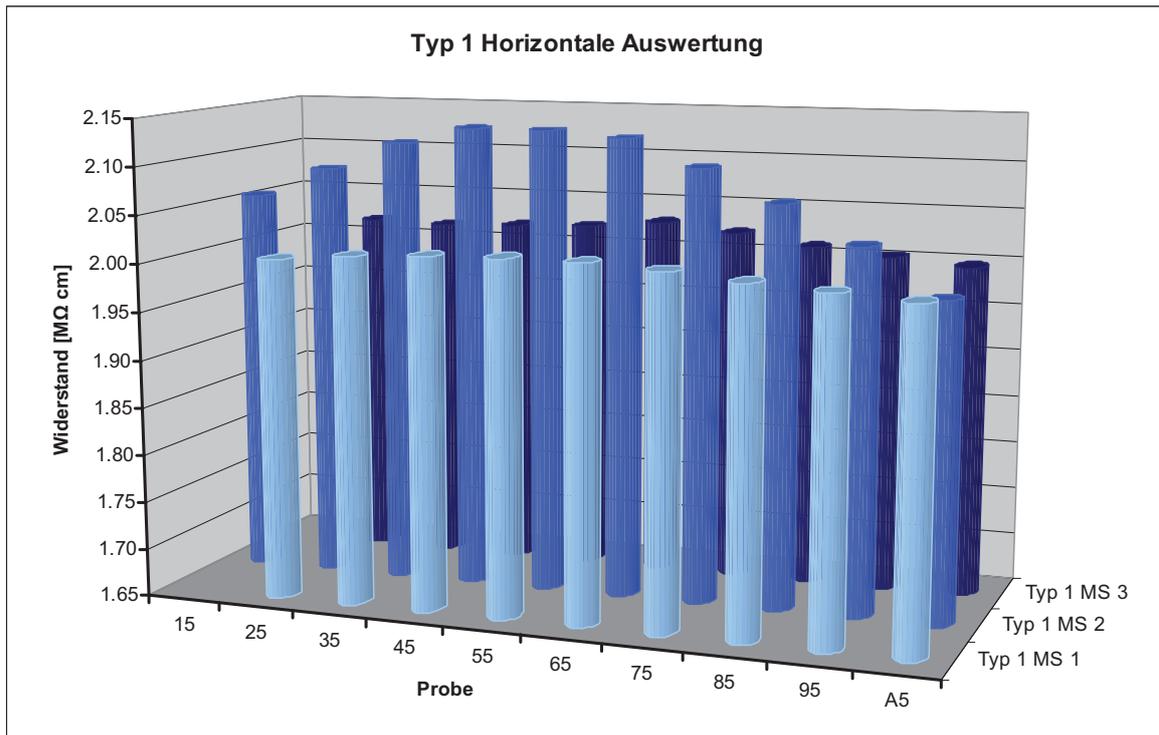
$$U_{1[mA/cm^2]} = e^{f(0)} \quad \text{F. 7}$$

Um den Varistorkoeffizient  $\alpha$  zu bekommen, wurde die Tangentensteigung im Punkt 0 aus dem Fit bestimmt (F. 8).

$$\alpha = \frac{1}{f'(0)} \quad \text{F. 8}$$

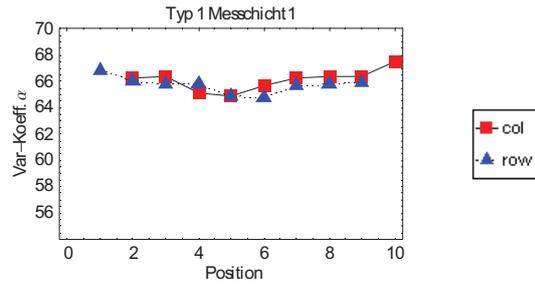
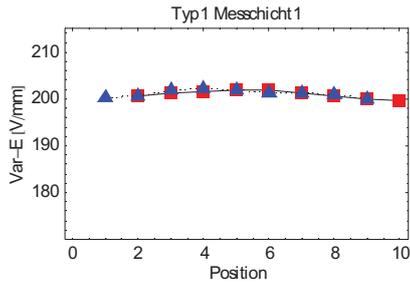
#### **4.4. Ergebnisse**

Die Ergebnisse sind im Detail für jede Probe und Messschicht im Anhang G zu finden. Folgend wird die Auswertung der Messwerte der Varistoren Typ 1 und 2 graphisch gezeigt. Da der elektrische Strom den Weg des geringsten elektrischen Widerstandes wählt, wurde bei den Diagrammen die Darstellung Widerstand pro Zentimeter über den einzelnen Messpositionen gewählt. Zu beachten ist, dass pro Messschicht jeweils eine horizontale „col“ und eine vertikale „row“ Linie von Proben getestet wurden (siehe Kap. 4.1). Die Diagramme wurden im Excel und in Mathematica erstellt.



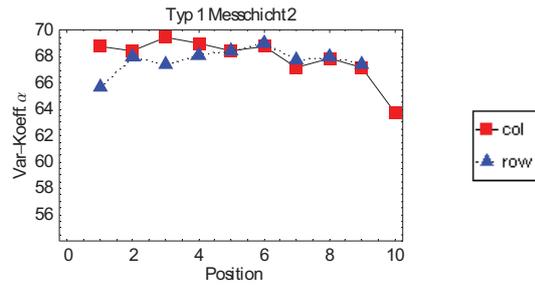
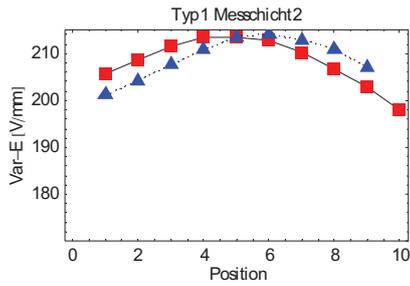
**Abb.26:** Typ 1 Vergleich der einzelnen Messschichten bei  $1 \text{ mA/cm}^2$ .

Aus der Abbildung (Abb.26) ist klar ersichtlich, dass im Varistor Typ 1 der Widerstand in der von der Mitte nach außen abnimmt. Somit ist der Weg des geringsten Widerstandes im Bereich der Mantelfläche.



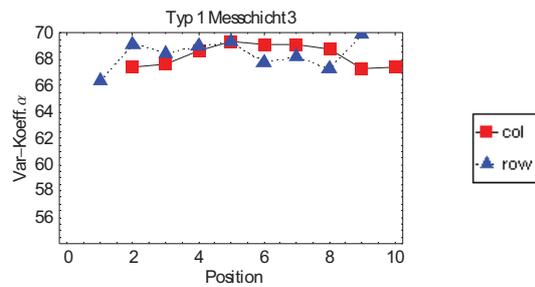
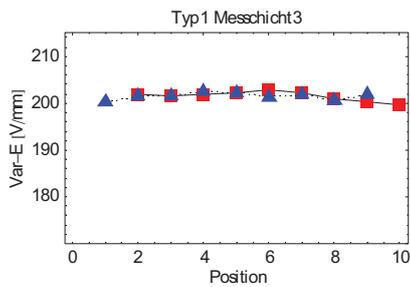
Mw. Var.-Spannung [V/mm]: 201.02

Alpha []: 65.96



Mw. Var.-Spannung [V/mm]: 208.52

Alpha []: 67.78

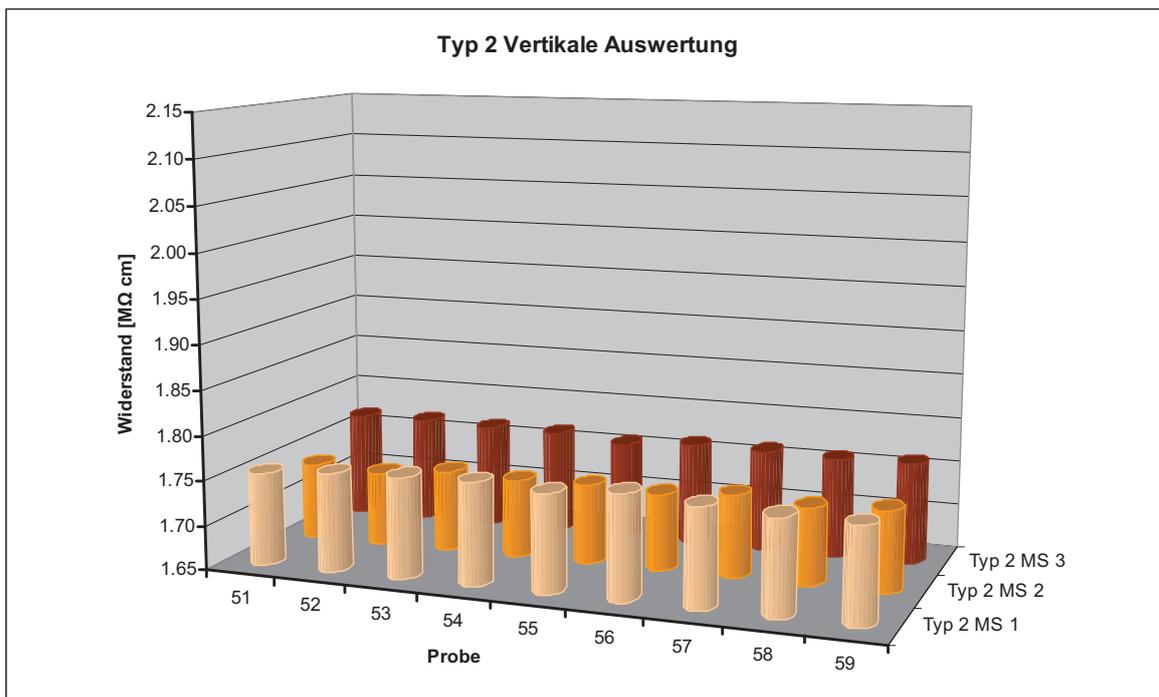
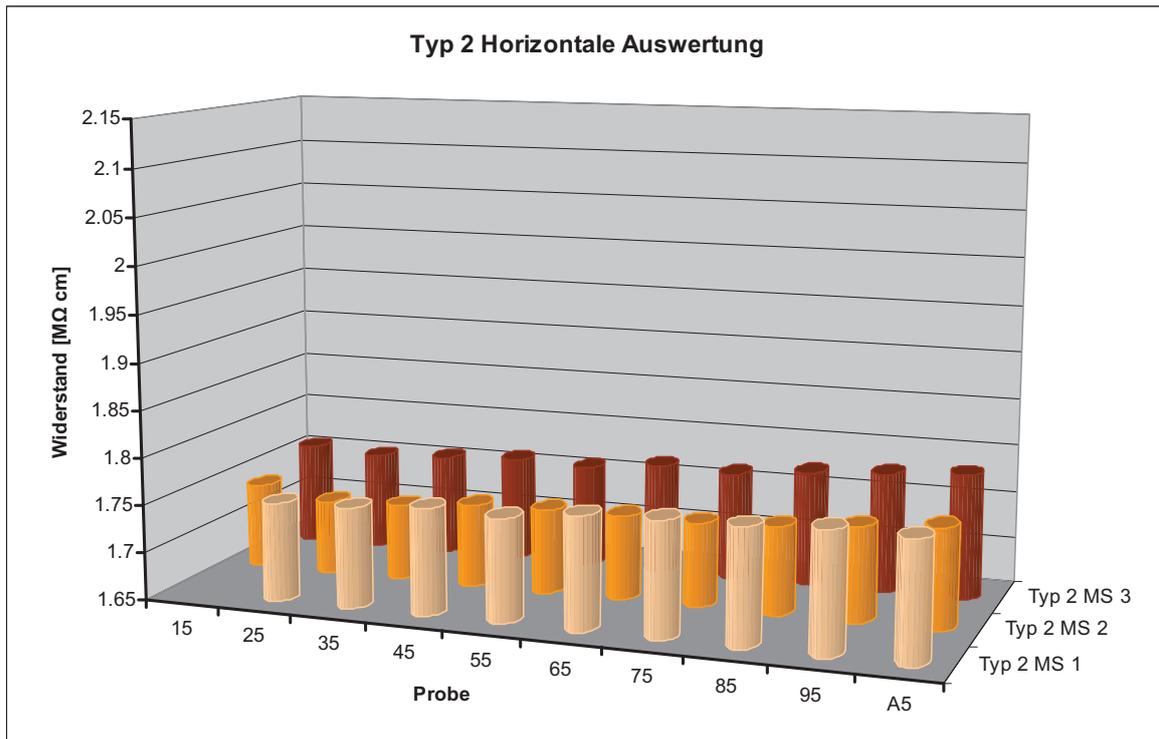


Mw. Var.-Spannung [V/mm]: 201.50

Alpha []: 68.28

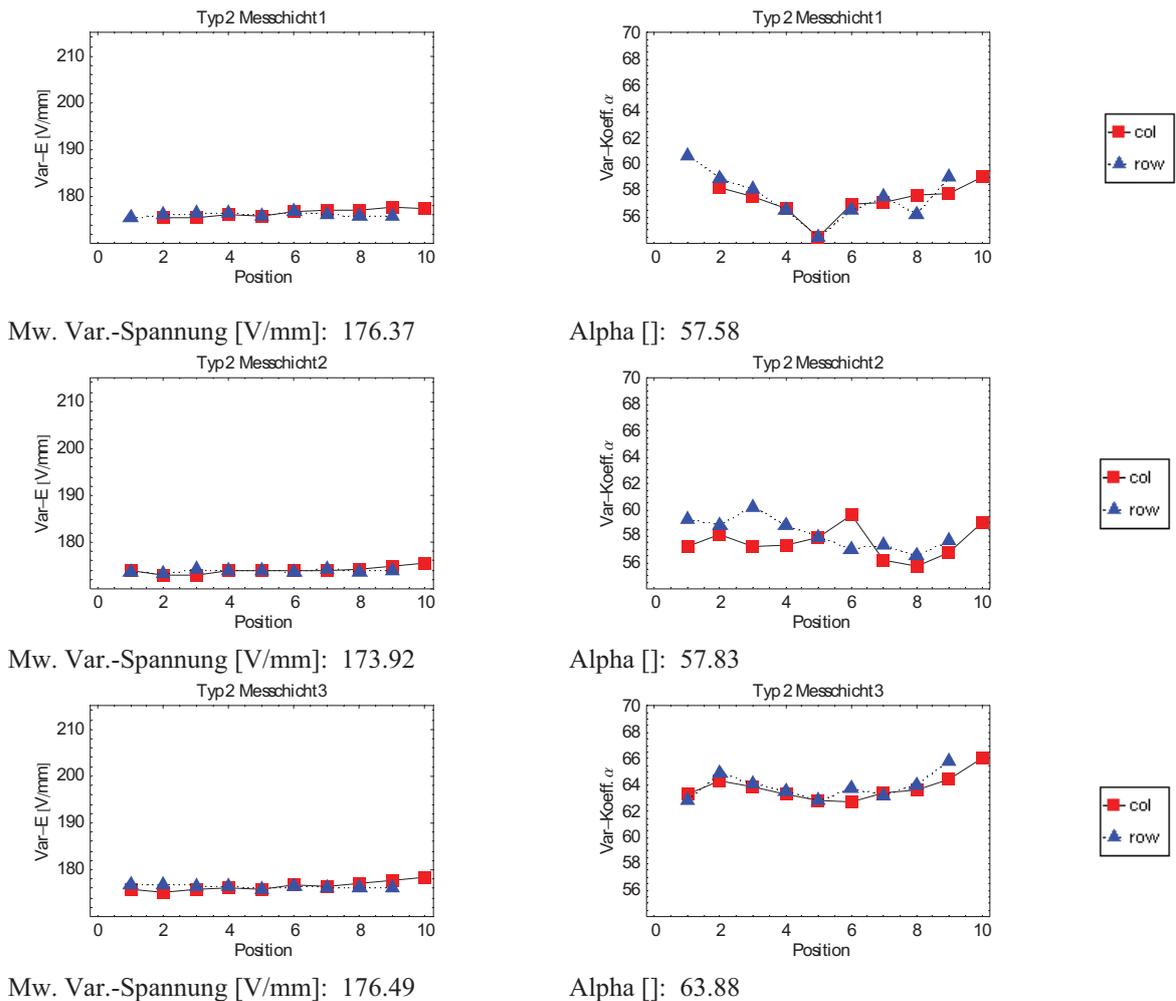
**Abb.27:** Typ 1 Ergebnisse der einzelnen Messschichten bei 1 mA/cm<sup>2</sup>.

Beim Vergleich der einzelnen Messschichten (Abb.27) fallen die höheren Widerstandswerte in Messschicht 2 auf. Eine weitere Besonderheit sind die hohen Werte für den Varistorkoeffizienten in Messschicht 3 im Vergleich zu Messschicht 1.



**Abb.28:** Typ 2 Vergleich der einzelnen Messschichten bei  $1 \text{ mA/cm}^2$ .

Im Gegensatz zum Varistor Typ 1 zeigt sich hier (Abb.28), dass im Typ 2 der Widerstand in der Messschicht 2 im Vergleich zu den anderen Messschichten niedriger ist und kein klarer Verlauf von innen nach außen erkennbar ist.



**Abb.29:** Typ 2 Ergebnisse der einzelnen Messschichten bei 1 mA/cm<sup>2</sup>.

Aus den Messergebnissen (Abb.29) ist zwischen den einzelnen Positionen der Messschichten nur ein geringer Unterschied erkennbar, der einen höheren Widerstand in den äußeren Bereichen des Varistors zeigt. Die Varistorkoeffizienten schwanken sehr stark zwischen den Messschichten und Positionen. Auch hier haben die Varistorkoeffizienten in Messschicht 3 die höchsten Werte, wobei Messschicht 1 und 2 ähnliche Mittelwerte besitzen.

Generell weist der Varistor Typ 1 eine höhere Varistor Spannung und einen höheren Varistorkoeffizienten  $\alpha$  als der Typ 2 auf. Durch die ortsabhängige Messung ist auch der unterschiedliche Verlauf (größer Werte außen bzw. innen) in den zwei Typen zu erkennen.

## 5. Diskussion der Ergebnisse

### 5.1. Gefüge

Die Eigenschaften eines Varistors sind durch zwei Hauptfaktoren gegeben. Auf der einen Seite steht die chemische Zusammensetzung, auf der anderen der innere Aufbau des Varistors. Neben der Verteilung der einzelnen Legierungselemente im Gefüge, sind die Porosität und die Korngrößen entscheidend. Poren sind elektrisch nicht leitende Gebiete. Sie verringern auch die mechanische Festigkeit. Für das Varistorverhalten ist die Anzahl der Korngrenzen von Bedeutung. Desto kleiner die Körner in einem Bauteil sind, desto mehr Korngrenzen gibt es. In diesen Korngrenzen bilden sich Schottky-Barrieren, die den elektrischen Widerstand des Varistors bestimmen.

Da aufgrund des Herstellungsprozess die Porosität und Korngrößenverteilung nicht homogen ist, wurden diese Größen an mehreren Positionen im Varistor Bauteil gemessen. Dabei stellte sich im Gegensatz zur Korngrößenverteilung ein Porositätsverlauf von innen nach außen heraus. Der Bauteil besitzt außen einen Anteil von  $5.8 \pm 0.5$  % und in der Mitte  $6.4 \pm 0.5$  % an Poren. Auf Basis dieser Messung war zu erwarten, dass die mechanische Festigkeit und der Widerstand gegen Verformung in den äußeren Gebieten höher und der elektrische Widerstand im Kern geringfügig höher ist.

Bei der mittleren Korngrößenverteilung sind die Werte der einzelnen Positionen nicht eindeutig unterscheidbar. Jedoch zeigt sich an den Korngrößenverteilungen, dass die Häufigkeit an kleineren Körner in der Mitte größer ist und an der Deckschicht und Mantelfläche mehr große Körner vorhanden sind. Die daraus ergebende Anzahl an Korngrenzen und gleichzeitig Größe des elektrischen Widerstandes ist deshalb im Kern höher.

Die Dichtemessung diente zu Überprüfung der Porositätsmessung und konnte aufgrund der geschlossenen Probenkörpers mit dem archimedischen Prinzip gemacht werden. Die Messergebnisse zeigten eine charakteristische räumliche ortsabhängige Dichte, welche die Porositätsmessungen voll bestätigt.

### 5.2. Mechanische Eigenschaften

Die Festigkeit und der E-Modul werden bei Funktionskeramiken meist zu wenig beachtet. Bei der Elektrokeramik, hier ein Varistor Bauteil, sind diese Werte aufgrund der thermomechanischen Belastungen, die durch den elektrischen Strom erzeugt werden, von Bedeutung. Deshalb wurde 31 Proben für die Biegefestigkeitsmessung und 2 Proben für die E-Modulmessung von einem Bauteil bereitgestellt.

Anhand des 4-Punkt-Biegeversuches konnte eine charakteristische Biegefestigkeit von 88 MPa und eine geringe Streuung (Weibullmodul 23) festgestellt werden. Bei der Darstellung der Festigkeitswerte der einzelnen Proben über den Querschnitt ist aufgrund zweier Tatsachen keine Ortsabhängigkeit feststellbar. Zum einen die Messungenauigkeiten beim Biegeversuch, zum anderen die statistische Verteilung der Festigkeit in keramischen Werkstoffen, die eine zu große Ungenauigkeit jedes Wertes bedeuten. Der zweite Punkt wäre durch eine größere Anzahl von Proben lösbar, jedoch standen für diese Arbeit nicht mehr Proben zur Verfügung.

Auch bei der E-Modul-Messung waren die Unterschiede zwischen „Außen und Innen“ so gering, dass aufgrund der Messunsicherheit keine signifikante Änderung sichtbar war. Der gemessene E-Modul von  $97 \pm 5$  GPa (Außen) und  $99 \pm 5$  GPa (Innen) konnte zwar durch facheinschlägige Literatur bestätigt werden, aber die Erwartungen aufgrund der Ergebnisse der Porositätsmessung, dass die Festigkeit und der E-Modul in der Mitte des Varistors geringer sind, konnten nicht überprüft werden.

### **5.3. Elektrische Eigenschaften**

Bevor die elektrischen Versuche gestartet werden konnten, musste die Auslegung der Versuche geplant werden. Diese ist notwendig, da der Widerstand über die Temperatur nicht konstant ist und der elektrische Strom bei den Messungen die Probe erwärmt. Da eine maximale Erwärmung von 4 K bei einer sinnvollen Messzeit von 20 ms angestrebt wurde, konnte aufgrund von Berechnung die Messung der einzelnen Proben bei maximal 20 mA und 400 V durchgeführt werden. Die Dauer der Messung konnte aufgrund des Messgerätes nicht verkürzt werden, womit auch eine Erhöhung der Stromstärke unmöglich war.

Somit konnte bei jeder einzelnen Probe nur der erste ohmsche Bereich und ein großer Teil des Breakdown Bereich der elektrischen Kennlinie gemessen werden. Erst durch eine Umstellung der Messgeräte auf Sourcemeter<sup>®</sup> Keithley<sup>®</sup> Model 2410 statt 2400, konnte ohne die parallele Schaltung Zwischenschaltung eines getakteten Netzteiles, FUG MCA 3000M-1500, der gesamte Spannungsbereich gemessen werden. Die Messstromschritte wurden so gewählt, dass  $I_{k+1} = I_k * 2$  ist.

Da nicht alle Proben einer Messschicht benötigt werden, um eine klare Darstellung der örtlichen elektrischen Eigenschaften zu bekommen, wurde nur eine horizontale (col) und vertikale (row) Reihe von Proben herangezogen wurde. Die Positionen der Proben zeigt die Abb.20.

Vor und bei der Messung musste jede Probe optisch und anhand der gemessenen Kennlinie auf Beschädigung geprüft werden, da einige Messteile eine Beschädigung der Kante oder Metallisierung hatten. Neben der elektrischen Kennlinie wurden mit den Messdaten der Varistorkoeffizient  $\alpha$  und die Varistorspannung bei  $1 \text{ mA/cm}^2$  berechnet.

Nach der Auswertung der einzelnen elektrischen Messungen wurden alle Ergebnisse in vier Diagrammen, Abb.26 und Abb.28, übertragen. Diese zeigen das Widerstandsprofil der Varistoren über den gesamten Querschnitt und für alle Messschichten.

Betrachtet man das col und row Widerstandsprofil des Typ I Varistors so zeigen sich auf den ersten Blick zwei Besonderheiten. Zum einen besitzt die mittlere Messschicht einen höheren Widerstand als die äußeren und zum zweiten ist diese konkave geformt. Die Erwartung des Widerstandsverlaufes anhand der Korngrößenmessung und Porosität wurde damit bestätigt.

Das Profil des Varistors vom Typ II, der mit anderer Wärmebehandlung hergestellt wurde, zeigt einen gegensätzlichen Verlauf. Nicht nur der Widerstand in der mittleren Messschicht ist geringer, auch eine leichte konvexe Kurve ist zu erkennen.

Die örtliche Verschiebung der Widerstands Maxima in Typ I aus der Mitte und bei Typ II im äußeren Bereich bei der Probe A5 wird auf die Lage der Varistoren im Ofen bei der Wärmebehandlung zurückgeführt. Auch der erhöhte Wert des Varistorkoeffizient  $\alpha$  in der unteren Messschicht könnte darauf schließen.

Generell konnte das Phänomen der unterschiedlichen Versagensörtlichkeiten bei den Varistortypen I und II, die in Abb.3 zu sehen sind, anhand der örtlichen elektrischen Eigenschaften beschrieben werden. Denn der elektrische Strom sucht sich den Weg des geringsten Widerstandes durch den Bauteil, der bei Typ I am Rand und bei Typ II in der Mitte ist.

## 6. Zusammenfassung und Ausblick

Ausgangspunkt der Arbeit waren elektrische Durchschlagsversuche an zwei Varistortypen, die bei Typ I eine Beschädigung entlang des Mantels und bei Typ II entlang der Achse der zylinderförmigen Bauteile erzeugten. Aufgrund der entstehenden Wärme und daraus resultierenden inneren Druck, kann der elektrische Durchschlag im Kernbereich des Bauteils zu seiner Explosion führen und seine Umgebung beschädigen oder zerstören. Deshalb ist das Versagen des Bauteils an den Mantelflächen bei Varistoren zu bevorzugen.

Diese Diplomarbeit befasst sich mit der mechanischen und elektrischen Charakterisierung dieser zwei ZnO Varistor Bauteiltypen. Dabei liegt der Schwerpunkt bei der Messung der Ortsabhängigkeit der Eigenschaften, um die Ursache des örtlich unterschiedlichen Versagens der Varistortypen zu finden. Die Charakterisierung des Gefüges und die mechanischen Messungen wurden nur am Varistor Typ I durchgeführt. Für die elektrischen Messungen standen Vergleichsproben des Varistor Typ II zur Verfügung. Als Proben wurden mehrere ZnO Varistoren mit der Abmessung  $\varnothing 41 \times 33$  mm verwendet, die für die einzelnen Messungen in unterschiedlich große Stücke zerschnitten wurden.

Als erster Schritt wurde das Gefüge quantitativ auf Porosität und Korngrößenverteilung an vier charakteristischen Stellen (Kantenbereich Mantel-/Deckfläche, Mantelfläche Mitte, Deckfläche Mitte und Kern) im Bauteil vermessen. Das Ergebnis der Porositätsmessung wurde danach anhand einer Dichtemessung mit archimedischem Prinzip verifiziert. Es zeigte sich eine geringfügige Zunahme der Porosität im Bauteil von außen nach innen. Die Korngröße in Oberflächennähe (Mantel-/Deckfläche und Kern) ist größer als im Kern.

Im nächsten Schritt wurden die mechanischen Eigenschaften anhand von 33 Biegeproben, die aus einem Bauteil herausgeschnitten und nach ihrer Position im Bauteil gekennzeichnet wurden (Abmessungen  $3.5 \times 2.5 \times 33$  mm), bestimmt. Davon wurden 31 Proben für die Ermittlung der 4-Punkt-Biegefestigkeit verwendet. Die charakteristische Festigkeit ist 88 MPa und der Weibull-Modul beträgt  $m=23$ . Die E-Modul-Messungen erfolgten mit den restlichen 2 Proben anhand von 3-Punkt-Biegeversuchen und ergaben  $97 \pm 5$  und  $99 \pm 5$  GPa. Aufgrund der geringen Anzahl von Proben und der Messstreuung konnte bei beiden Messungen keine Aussage über eine qualitative Veränderung der mechanischen Eigenschaften über das Volumen getroffen werden. Es ist jedoch, wegen der geringen Porositätsunterschiede, kein signifikanter Effekt zu erwarten.

Der letzte und wichtigste Schritt der Arbeit lag in der Bestimmung der ortsabhängigen elektrischen Kennlinien. Dafür wurde neben Varistor Typ I ein zweiter Varistor (Typ II) gleicher Bauteilgröße mit ähnlicher chemischer Zusammensetzung, jedoch unterschiedlicher Wärmebehandlung, verwendet. Aus einem Bauteil jedes Typs wurden drei 1.7 mm dicke Schichten an den drei Positionen (obere, unter Deckfläche und Mitte)

herausgeschnitten, dann metallisiert und in quadratische Proben mit 3.5 mm Seitenlänge zerteilt. Die Messung wurde mittels eines Sourcemeter<sup>®</sup> von Keithley<sup>®</sup> (2400 und 2410), einer GPIB Schnittstelle und mit Steuerung durch einen PC durchgeführt. Mit der Software Agilent VEE pro 6.2 wurde dafür ein Steuerungsprogramm geschrieben. Mit diesem Programm wurden die elektrischen Kennlinien der einzelnen Proben stromgesteuert zwischen 5  $\mu\text{A}$  bis 20 mA gemessen, wobei aus jeder Schicht nur eine horizontale (col) und vertikale (row) Reihe von Proben herangezogen wurde.

Um die Ortsabhängigkeit des elektrischen Widerstandes über den Querschnitt zu charakterisieren wurden die Kennlinien der einzelnen Proben an einem bestimmten Punkt (1 mA/cm<sup>2</sup>) ausgewählt und verglichen. Dafür wurden aus diesen Messdaten mit einem eigens programmierten Mathematica Notebook der Varistorkoeffizient  $\alpha$ , die Varistorspannung bei 1 mA/cm<sup>2</sup> und eine graphische Darstellung der einzelnen elektrischen Kennlinie für jede Probe berechnet. Um die unterschiedlichen örtlichen elektrischen Eigenschaften der Varistortypen besser erkennen zu können, wurden die Widerstandswerte anhand der bestimmten Varistorenspannungen der col und row Reihen der einzelnen Messschichten und Varistoren in Diagrammen ausgegeben. Diese Diagramme zeigen den Verlauf des Widerstandes über den Querschnitt der Varistoren, der bei Typ I eine konkave und bei Typ II eine konvexe Kurve zeigte.

So hat der Varistor Typ I einen höheren Widerstand im Kernbereich als am Rand, der bei maximal 2.15 M $\Omega$  cm liegt. Dagegen ist der Widerstand im Typ II entlang des Mantels und an den äußeren Messschichten höher als im Kern und erreicht einen maximalen Wert von 1.78 M $\Omega$  cm. Generell hat der Varistor Typ I eine höhere Widerstandskurve und einen höheren Varistorkoeffizient. Da der elektrische Strom den Weg des geringsten Widerstandes geht, erklären die Widerstandsverläufe der Varistortypen I und II das Versagen an der Mantelfläche bzw. im Kernbereich.

Da der Typ II Varistor von ähnlicher chemischen Zusammensetzung wie Typ I ist, jedoch einen anderen Herstellungsprozess im Bereich des Sinterns und Temperns besitzt, ist bewiesen, dass der entscheidende Faktor bezüglich Widerstandsverlauf der Herstellungsprozess ist. Weitere Arbeiten sollten im Bereich des Temperaturverlaufes und der Gasatmosphäre der Wärmebehandlungen durchgeführt werden, um in Zukunft die gewünschten mechanischen und elektrischen Eigenschaften des Varistor Bauteiles gezielter einstellen zu können. Ein erster Schritt in diese Richtung wäre die Herstellung eines Übergangstypen zwischen I und II.

## Anhang A Dichtemessung

Ergebnisse:

Proben	$m_{\text{Luft}}$	Messung 1	Messung 2	Messung 3	Messung 4	Messung 5
		$m_{\text{Flüssigkeit}}$	$m_{\text{Flüssigkeit}}$	$m_{\text{Flüssigkeit}}$	$m_{\text{Flüssigkeit}}$	$m_{\text{Flüssigkeit}}$
1	0.936	0.766	0.766	0.766	0.767	0.766
2	0.904	0.739	0.740	0.739	0.740	0.739
3	0.901	0.737	0.737	0.737	0.737	0.737
4	0.903	0.737	0.738	0.737	0.737	0.738

Proben	$\rho_{\text{Flüssigkeit}}$	$\rho_{\text{Probe}}$	$\rho_{\text{Probe}}$	$\rho_{\text{Probe}}$	$\rho_{\text{Probe}}$	$\rho_{\text{Probe}}$
1	0.998	5.479	5.499	5.479	5.512	5.495
2	0.998	5.475	5.485	5.465	5.495	5.482
3	0.998	5.467	5.470	5.460	5.480	5.473
4	0.998	5.421	5.454	5.451	5.421	5.454

Proben	$\Delta\rho_{\text{Probe}}$	Stbw.	Prozent(G)	Stbw %
1	<b>5.493</b>	0.014	100.000	0.251
2	<b>5.480</b>	0.011	99.775	0.204
3	<b>5.470</b>	0.007	99.584	0.136
4	<b>5.440</b>	0.017	99.042	0.321

$f_{\text{korr}}$	1.000
Temp. [C°]	21.400

$\rho_{\text{Luft}}$	0.001
----------------------	-------

$m_{\text{Luft}}$	[g]	Masse der Probe an der Luft
$m_{\text{Flüssigkeit}}$	[g]	Masse der Probe in der Messflüssigkeit
$\rho_{\text{Probe}}$	[gcm <sup>-3</sup> ]	Dichte der Probe
$\rho_{\text{Flüssigkeit}}$	[gcm <sup>-3</sup> ]	Dichte der Flüssigkeit (bei Messtemperatur)
$\rho_{\text{Luft}}$	[gcm <sup>-3</sup> ]	Dichte der Luft (bei Messtemperatur)
$f_{\text{korr}}$	[ ]	Korrekturfaktor des Messgerätes

## Anhang B Weibullverteilung

### Auswertung mit Maximum-Likelihood-Methode

„Das wichtigste Verfahren zur Gewinnung brauchbarer Schätzfunktionen für Parameter einer Verteilung ist die so genannte Maximum-Likelihood-Methode oder Methode der maximalen Mutmaßlichkeit.“ [kre72] Zur Feststellung der Festigkeit von Keramiken wird die Weibullverteilung herangezogen, welche folgende Verteilungsfunktion mit den Parametern  $m$  und  $\sigma_0$  aufweist:

$$F_{\sigma_0, m}(\sigma) = 1 - \exp\left(-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right) \quad \text{F. 9}$$

Daraus abgeleitet erhält man die Dichtefunktion:

$$f_{\sigma_0, m}(\sigma) = \frac{F_{\sigma_0, m}(\sigma)}{\partial \sigma} = m \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^{m-1} \frac{1}{\sigma_0} \exp\left(-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right) \quad \text{F. 10}$$

Die zugehörige Maximum-Likelihood-Funktion mit der Stichprobenanzahl  $N$  und den Festigkeitswerten  $\sigma_i$  lautet:

$$l(\sigma_0, m) = \prod_{i=1}^N f_{\sigma_0, m}(\sigma_i) * d\sigma_i = \text{Max} \quad \text{F. 11}$$

Ein Maximum wird dann erreicht, wenn die Ableitung der Maximum-Likelihood-Funktion Null ist. „Da  $f(x)$  nicht negativ ist, so ist  $l$  an der stelle eines Maximums im Allgemeinen positiv. Da der natürliche Logarithmus  $\ln l$  eine monoton wachsende Funktion von  $l$  ist, hat er genau dort ein Maximum, wo  $l$  ein Maximum hat. Dies legt es nahe, statt  $l$  die Funktion  $\ln l$  zu verwenden.“ [kre72] Weiters benutzt man eine partielle Differentiation, um die einzelnen Parameter  $m$  und  $\sigma_0$  zu berechnen:

$$\frac{\partial \ln[l]}{\partial \sigma_0} = 0, \quad \frac{\partial \ln[l]}{\partial m} = 0 \quad \text{F. 12}$$

Weiters ist der Parameter  $m$  nicht erwartungstreu, deshalb wird ein Korrekturfaktor  $b$  eingeführt werden, welcher sich über die Anzahl der Proben ändert und in der Norm EN-843-5 tabelliert ist.

$$m_{\text{kor}} = m * b \quad \text{F. 13}$$

Die Parametern  $m$  und  $\sigma_0$  sind abhängig vom keramischen Werkstoff und hängen direkt mit der Größe und der Spannungsverteilung im Bauteil ab. Die Festigkeitsverteilung wird aber oft mit Erwartungswert  $\mu$  und Standardabweichung  $\sigma_{st}$  angeben. Zwischen den Parametern bestehen folgende Beziehungen:

$$\mu = \sigma_0 \Gamma\left(1 + \frac{1}{m}\right)$$

F. 14

$$\sigma_{st} = \sigma_0 \left[ \Gamma\left(1 + \frac{2}{m}\right) - \Gamma^2\left(1 + \frac{1}{m}\right) \right]^{\frac{1}{2}}$$

F. 15

Mit  $\Gamma$  ist die Gamma-Funktion gemeint. [bar99]

## Anhang C Programm zur Weibullauswertung

„Weibull\_Auswertung\_Diplomarbeit\_mit\_Erklärung\_2.nb“

Mathematica Programm zur Weibull Auswertung unterteilt sich in mehreren Abschnitte: Initialisierung, Maximum-Likelihood-Methode, Blockprogrammierung der Auswertung und Ausgabe, Eingabe der Messwerte und Auswertung.

### Weibull Auswertung

Autor: Stefan Frey

Datum: 29.1.2007

```
In[1]:= $Version
```

```
Out[1]= 5.1 for Microsoft Windows (January 27, 2005)
```

#### Initialisierung

```
In[2]:= Clear["@"]; (* Löschung aller Definitionen und Variablen *)
Off[General::spell1]; (* Fehlermeldung bzgl. Bezeichnungen von Variablen abschalten *)
<< Statistics`; << Graphics`
(* Laden von Zusatzmodulen für Mathematica *)
```

```
In[3]:= localmachine = $MachineName
```

```
Out[3]= g4107u
```

```
In[4]:= Which [localmachine == "g4106m",
  locdirname = "E:\phs\Diplomanden\stf" (* g4106m *),
  localmachine == "g4131m",
  locdirname = "C:\Dokumente und Einstellungen\stf\Desktop" (* g4131m *),
  localmachine == "g4107u",
  locdirname = "D:\Daten Stefan Frey\Mathematica\Auswertung" (* g4107u *)];
Print["Arbeitsverzeichnis: ", locdirname]; (* Bildverzeichnis *)
filename = "weibull.pcx"; (* Bildname Auswertung*)
filenamechart = "chart.pdf"; (* Bildname 3D Chart*)
bsize = {500, 500}
(* Bildgröße *);
```

```
Arbeitsverzeichnis: D:\Daten Stefan Frey\Mathematica\Auswertung
```

#### Maximum-Likelihood-Methode

```
In[8]:= funweibull[sample_] := Block[{term1, term2, term3, nvalues, mfun, solm, m},
  {nvalues = Length[sample]; term1 = nvalues / m; term2 = Total[Log[sample]];
  term3 = -nvalues *  $\frac{\text{Total}[\text{sample}^m * \text{Log}[\text{sample}]]}{\text{Total}[\text{sample}^m]}$ ; mfun[m_] = term1 + term2 + term3;
  solm = FindRoot[mfun[m] == 0, {m, 1, 30}]; mML = m /. solm; sigmaML =  $\sqrt{\text{Mean}[\text{sample}^{\text{mML}]}}$ ;
  ergebnis = {mML, sigmaML}]}
(* Partielle Ableitung der Maximum-Likelihood-Funktion und Bestimmung der Parameter m und  $\sigma$  *)
```

## Blockprogrammierung der Auswertung und Ausgabe

```

In[9]:= plotweibull[sample_] :=
  Block[{weibullpar, fschaetz, punkte, liplo, plo, lang, tu, tl, plkuu, plkul, plkll, plklu},
    (* Definition der Blockvariablen *)
    lang = Length[sample]; (* Anzahl der Proben *)
    weibullpar = funweibull[sample]; (* Berechnung von den Parameter m und  $\sigma$  *)
    m1 = weibullpar[[1, 1]]; sigmal = weibullpar[[1, 2]]; (* Übergabe der Parameter *)
    fschaetz = Table[(i - 1/2) / lang, {i, 1, lang}]; (* Reihe herstellen *)
    punkte = Transpose[{Log[Sort[sample]], Log[Log[1 / (1 - fschaetz)]]}];
    (* Zuordnung von  $\sigma$ -Werte in die Reihe *)
    b = 1 - 1.593145 * lang^-1.046958; (* Korrekturfaktor für m *)
    mkorr = m1 * b; (* korrigiertes m berechnen *)
    ost = sigmal (Gamma[1 + 2 / m1] - Gamma[1 + 1 / m1]^2)^0.5; (* Standardabweichung *)
     $\mu$  = sigmal * Gamma[1 + 1 / m1]; (* Erwartungswert *)
    tu = -0.093855 - 8.923643 * lang^-1 + 57.188333 * lang^-2 - 289.652407 * lang^-3 +
      414.564355 * lang^-4;
    tl = 0.094398 + 8.936937 * lang^-1 - 63.138186 * lang^-2 + 350.042216 * lang^-3 -
      656.956591 * lang^-4;
    (* Faktoren tu und tl für Konfidenzintervall von  $\sigma$  berechnen (Polynom 4 ten Grades) *)
    sigmau = sigmal * Exp[-tu / m1]; (*  $\sigma$  (untere Grenze vom Vertrauensbereich) *)
    sigmal = sigmal * Exp[-tl / m1]; (*  $\sigma$  (obere Grenze vom Vertrauensbereich) *)
    lu = 0.926590 - 4.462694 * lang^-1 + 45.526681 * lang^-2 - 245.406120 * lang^-3 +
      495.178495 * lang^-4;
    ll = 1.057217 + 9.961686 * lang^-1 - 64.610008 * lang^-2 + 507.924763 * lang^-3 -
      1092.852916 * lang^-4;
    (* Faktoren lu und ll für Konfidenzintervall von m berechnen (Polynom 4 ten Grades) *)
    du = m1 / lu; dl = m1 / ll; (* m (obere und untere Grenze vom Vertrauensbereich) *)
    plkuu := Plot[(x - Log[sigmau]) * du, {x, punkte[[1, 1]] - 0.05, Log[sigmau]},
      PlotStyle -> {GrayLevel[0], Dashing[{.03}]}];
    plkul := Plot[(x - Log[sigmau]) * dl, {x, Log[sigmau], punkte[[lang, 1]] + 0.05},
      PlotStyle -> {GrayLevel[0], Dashing[{.03}]}];
    plkll := Plot[(x - Log[sigmal]) * dl, {x, punkte[[1, 1]] - 0.05, Log[sigmal]},
      PlotStyle -> {GrayLevel[0], Dashing[{.03}]}];
    plklu := Plot[(x - Log[sigmal]) * du, {x, Log[sigmal], punkte[[lang, 1]] + 0.05},
      PlotStyle -> {GrayLevel[0], Dashing[{.03}]}];
    (* Berechnen der einzelnen Geraden für das Vertrauensintervall *)
    liplo := ListPlot[punkte, PlotStyle -> PointSize[0.02]];
    (* Berechnen der Festigkeitspunkte im Diagramm *)
    plo := Plot[x * m1 - Log[sigmal] * m1, {x, punkte[[1, 1]] - 0.05, punkte[[lang, 1]] + 0.05};
    (* Berechnung der m Geraden im Diagramm *)
    Export[ToFileName[locdirname, filename],
      DisplayTogether[plo, liplo, plkuu, plkul, plkll, plklu, GridLines -> Automatic,
        Frame -> True, AspectRatio -> 1, FrameLabel -> {"Ln  $\sigma$ ", "Ln Ln  $\frac{1}{1 - p}$ "},
        PlotLabel -> StringJoin["Weibulldiagramm"], TextStyle -> {FontFamily -> "Courier", FontSize -> 16},
        ImageSize -> bsize}];
    (* Zeichnen und Speicherung des Diagrammes *)
    Print["Ergebnisse:"];
    Print["m: ", m1, " ,  $\sigma_0$ : ", sigmal];
    Print["Erwartungswert: ",  $\mu$ , " , Standardabweichung: ", ost];
    Print["mKORR: ", mkorr];
    Print[""];
    Print["Konfidenzintervall 1- $\alpha$ =0.9"];
    Print["m: ", dl, " , ", du];
    Print["mKORR: ", mkorr / ll, " , ", mkorr / lu];
    Print[" $\sigma_0$ : ", sigmal, " , ", sigmau];
    Print[" $\sigma_0$  für mKORR: ", sigmal * Exp[-tl / mkorr], " , ", sigmal * Exp[-tu / mkorr]];]
  (* Ausgabe der Parameter *)

```

## Eingabe der Messwerte

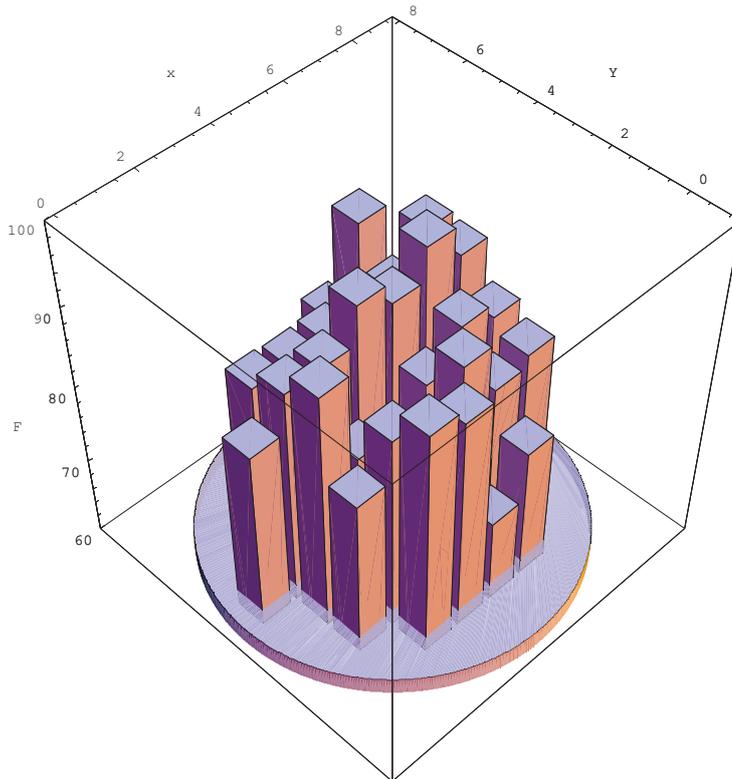
```

In[10]:=
messung = {74.27, 76.94, 79.79, 79.81, 80.49, 82.17, 82.37, 82.86, 83.34, 83.54, 85.25, 85.27, 85.44, 85.45, 85.51, 85.70, 86.34,
86.42, 87.10, 87.69, 88.02, 88.08, 88.22, 89.46, 89.88, 90.03, 90.40, 90.75, 91.12, 92.53, 93.79};
(* Messwerte eingeben *)

In[11]:=
messung3d = {{0, 0, 0, 83.337, 0, 0}, {0, 80.488, 90.831, 88.023, 85.508, 0},
{89.462, 85.438, 79.785, 87.983, 85.272, 0}, {87.690, 74.184, 0, 92.528, 85.447, 0},
{70.834, 88.220, 82.861, 89.876, 85.047, 82.369}, {76.941, 82.175, 87.099, 93.786, 85.700, 91.119},
{0, 83.539, 85.252, 90.035, 90.400, 0}};
(* Messwerte nach Position X,Y eingeben *)

In[12]:=
barplot := BarChart3D[messung3d, XSpacing -> 0.2, YSpacing -> 0.2, ViewPoint -> {-2, -2, 3},
AxesLabel -> {"x", "Y", "F"}]
ndots = 800;
radius0 = 4.5;
height0 = 4;
circ1points =
Table[{radius0 * Cos[phi], radius0 * Sin[phi], -height0 / 2}, {phi, 0, 2 * Pi, 2 * Pi / ndots}] // N;
circ2points = Table[{radius0 * Cos[phi], radius0 * Sin[phi], height0 / 2}, {phi, 0, 2 * Pi, 2 * Pi / ndots}] //
N;
disk = {Graphics3D[{EdgeForm[], Cylinder[radius0, height0 / 2, ndots]}],
Graphics3D[Polygon[circ1points]], Graphics3D[Polygon[circ2points]]};
Export[ToFileName[locdirname, filenamechart],
DisplayTogether[barplot, Show[TranslateShape[disk, {4.5, 3.5, 60}]], PlotRange -> {60, 100},
ImageSize -> bsize]];
(* Ausgabe der Festigkeitsdaten nach Positionen im Varistor und symbolische Darstellung
des Varistors. Die Dartstellung ist aufgrund der Polygone nicht einwandfrei. Deshalb
der Export in eine pdf-Datei, um eine bessere Grafik zu erhalten. *)

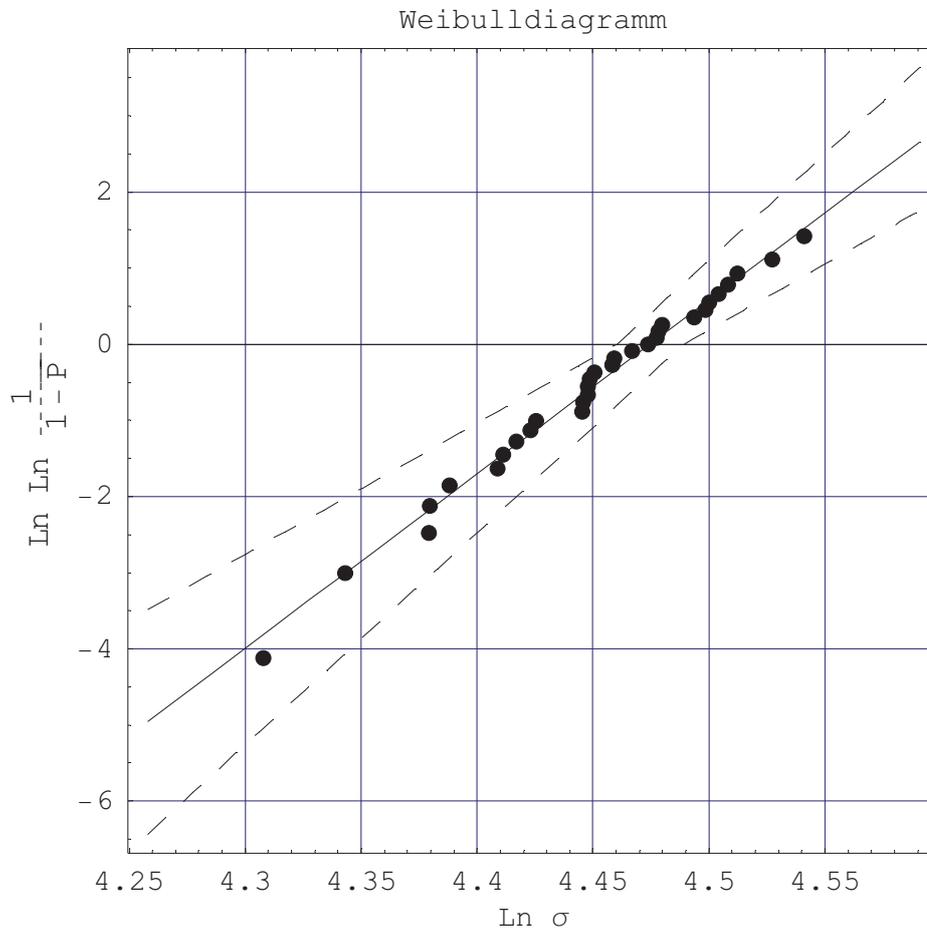
```



## Auswertung

ln[20]:=

plotweibull[messung] (\* Start der Auswertung \*)



Ergebnisse:

m: 22.8604 ,  $\sigma_0$ : 87.762

Erwartungswert: 85.7058 , Standardabweichung: 4.66581

$m_{\text{KORR}}$ : 21.8605

Konfidenzintervall  $1-\alpha=0.9$

m: 17.2246 , 27.8004

$m_{\text{KORR}}$ : 16.4712 , 26.5844

$\sigma_0$ : 86.5117 , 89.0439

$\sigma_0$  für  $m_{\text{KORR}}$ : 86.455 , 89.1029

# Anhang D Programm für die elektrische Messung

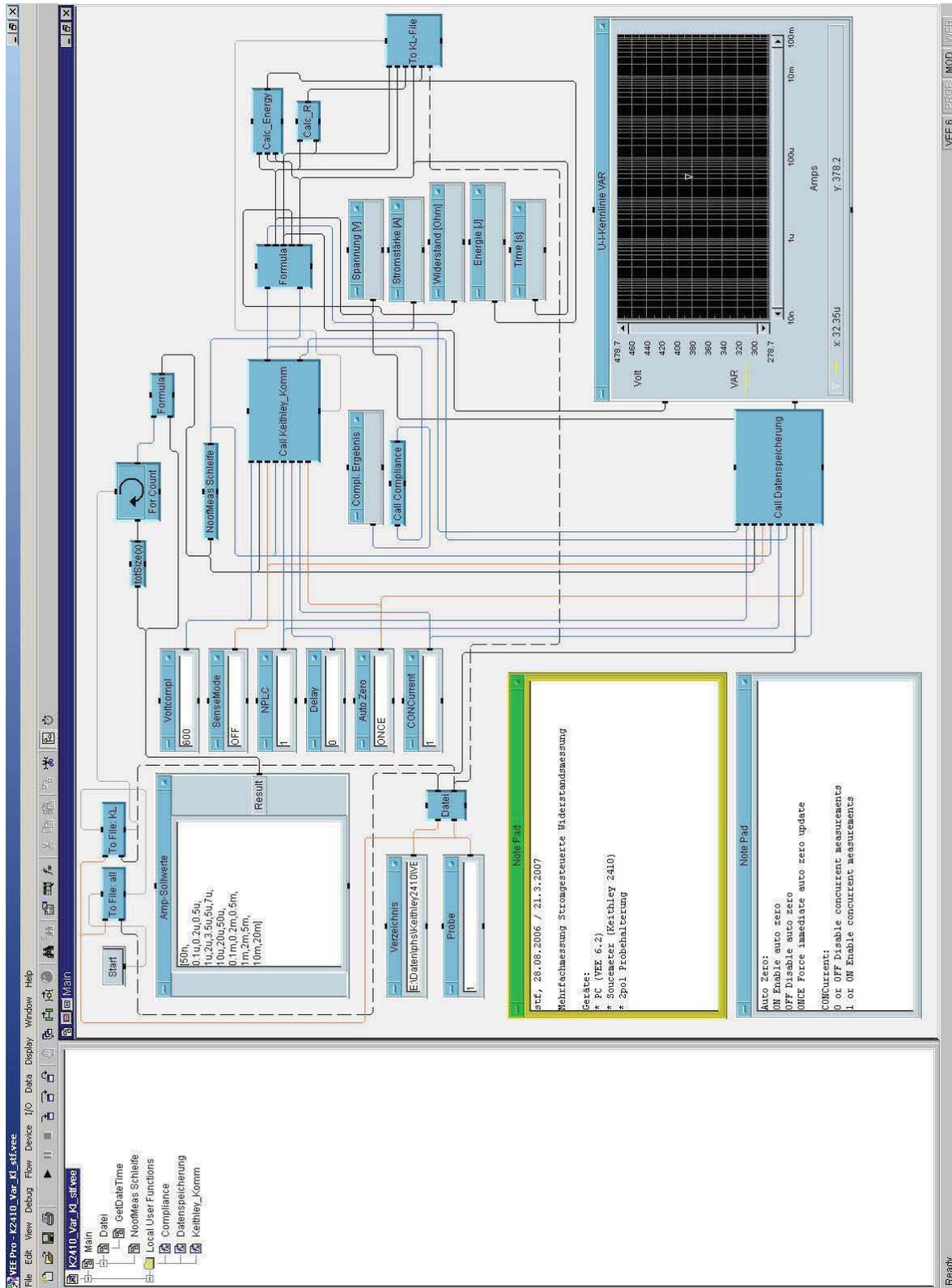


Abb.30: VEE Main, "K2410\_Var\_KI\_stf.vee".

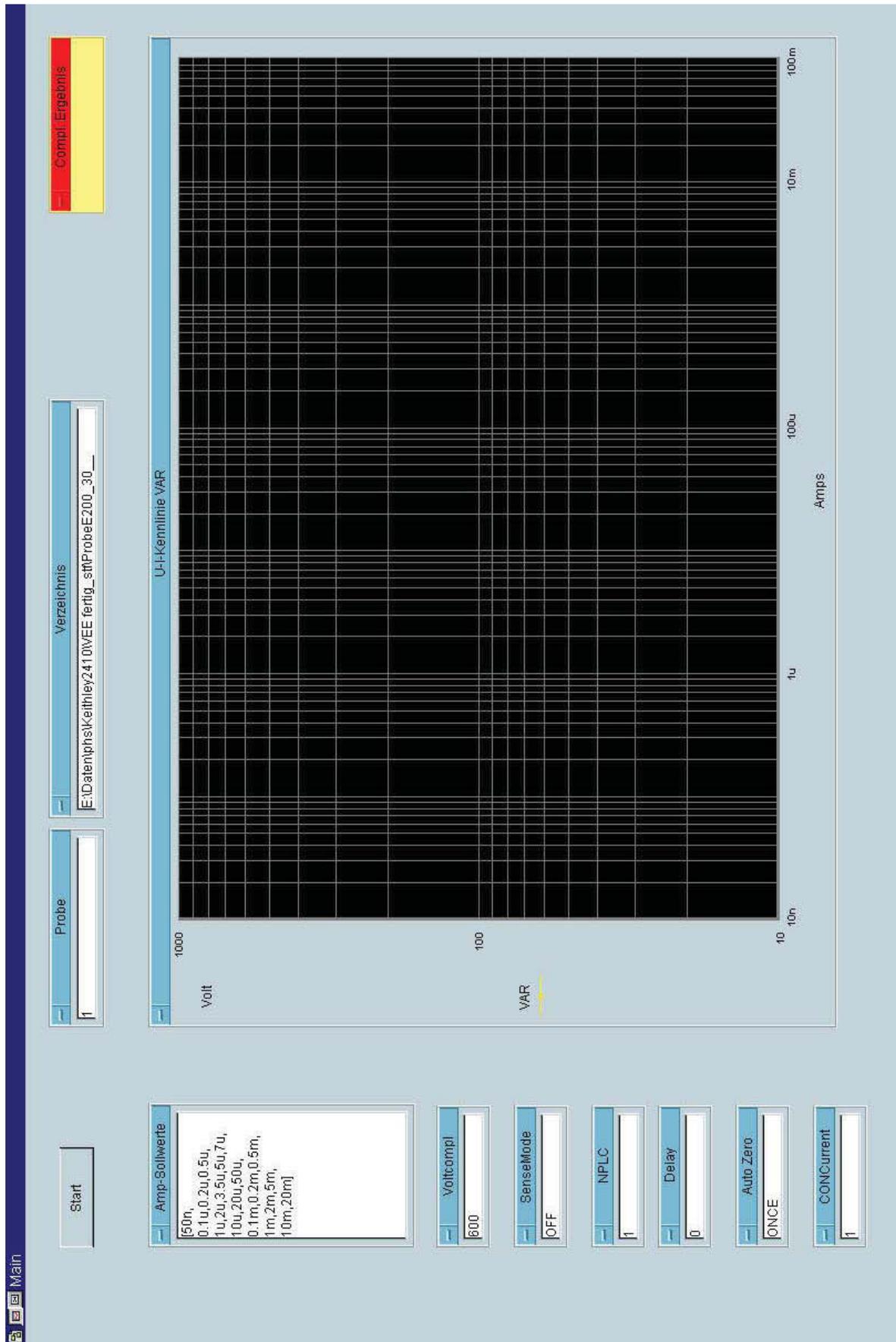


Abb.31: VEE Panel.

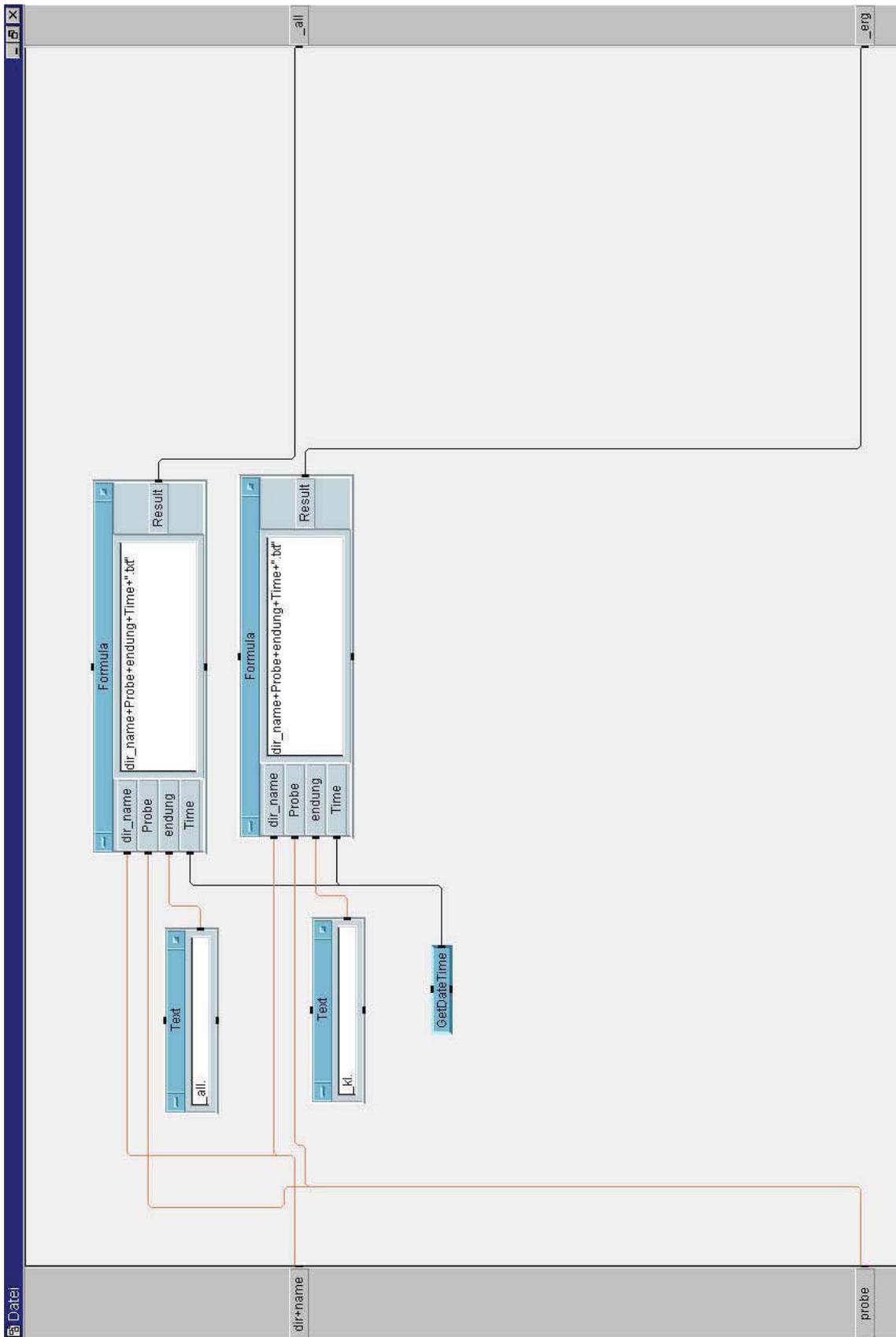


Abb.32: VEE Dateinamen zusammenstellen.



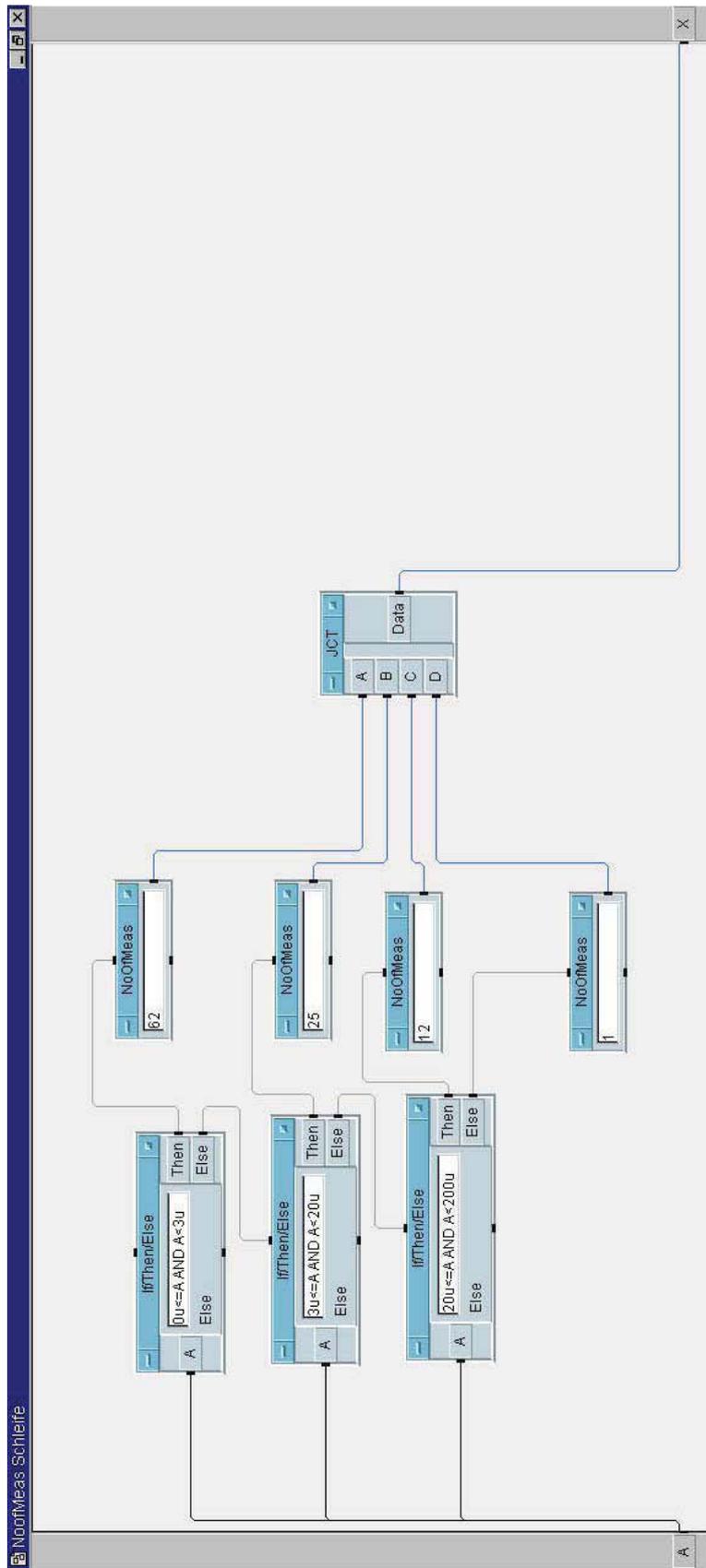


Abb.34: VEE Definition der Anzahl der Messungen bei den einzelnen Stromstärken.

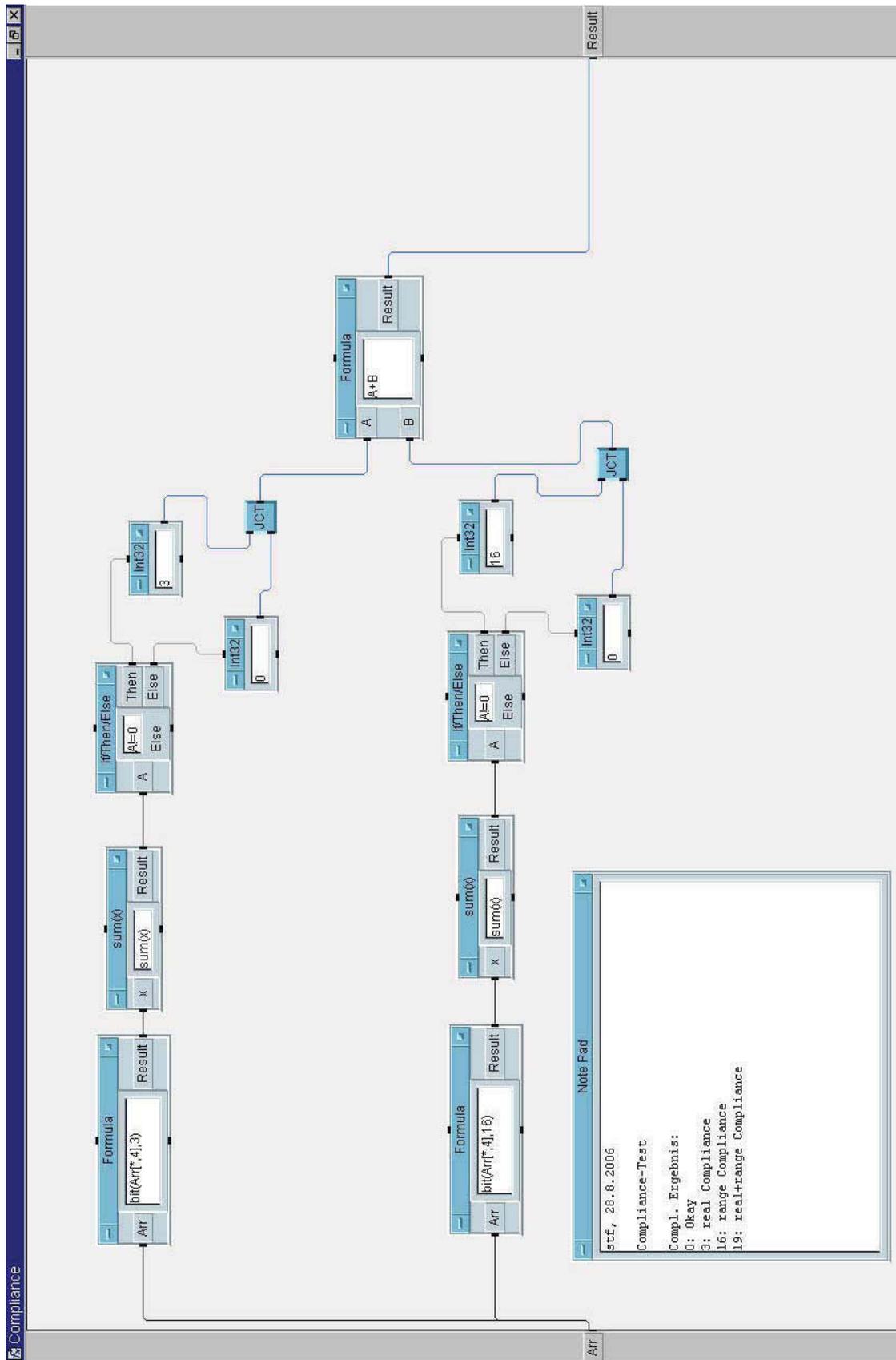


Abb.35: VEE Compliance Auswertung.

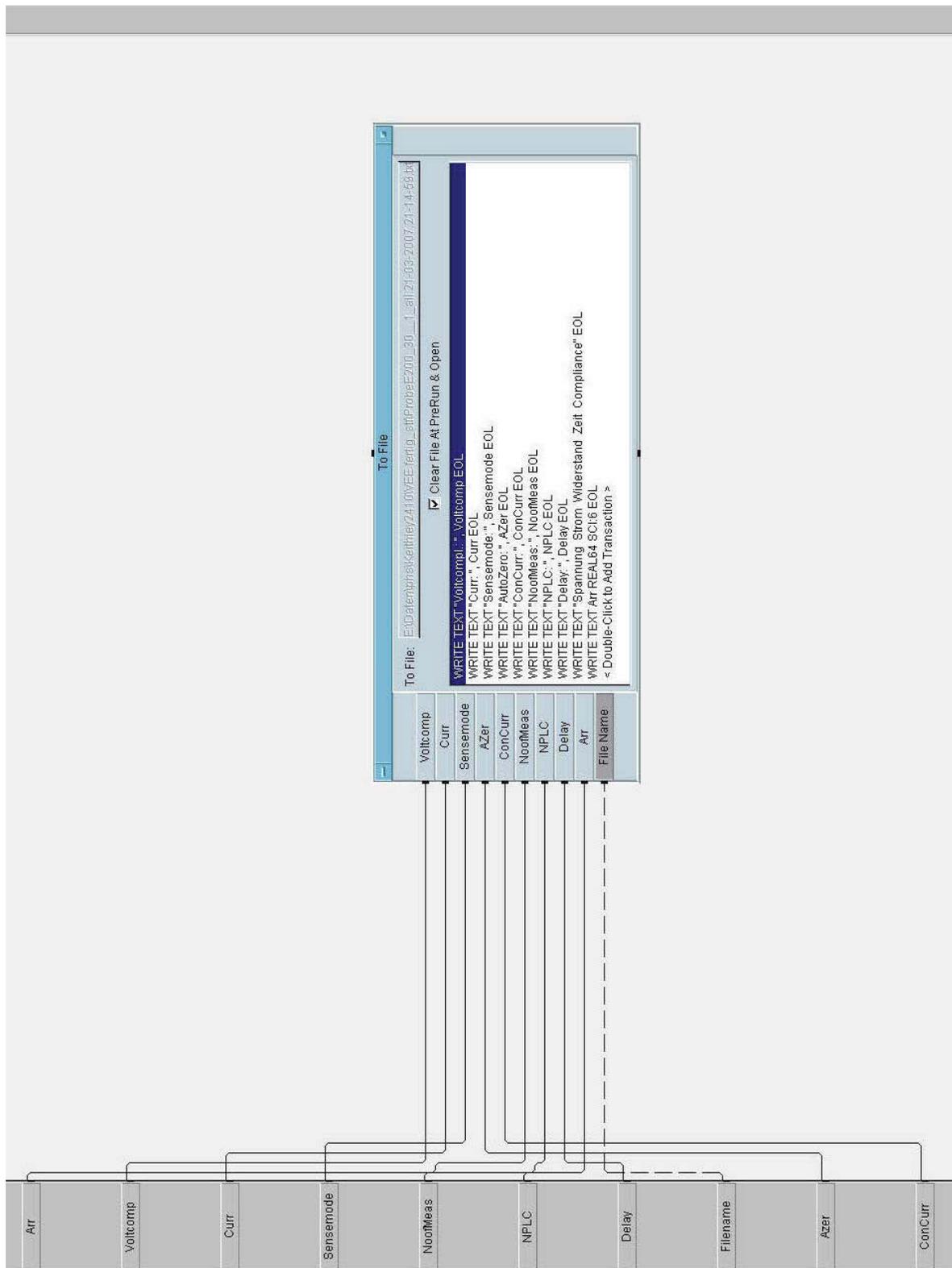


Abb.36: VEE Datenspeicherung in Datei.

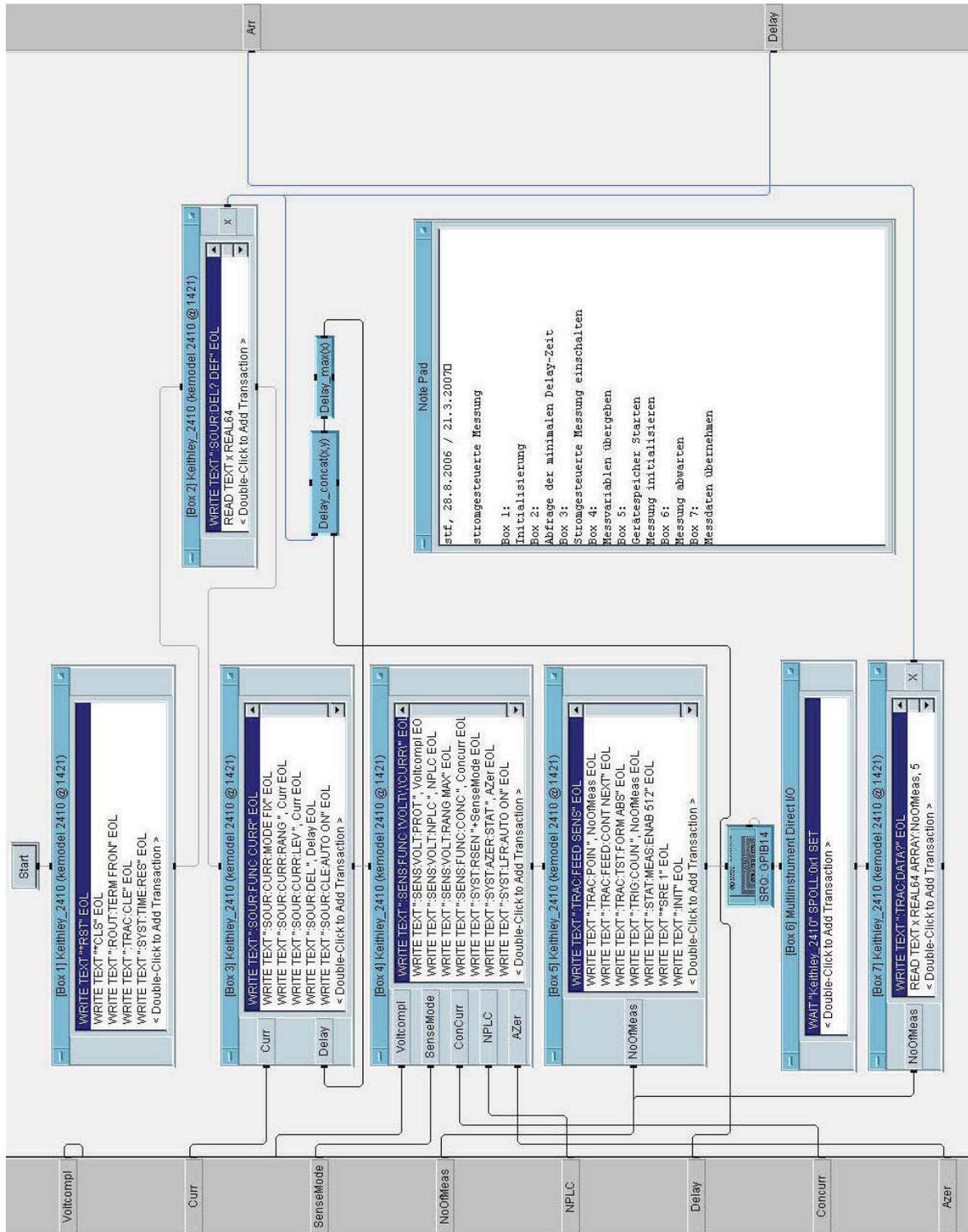


Abb.37: Kommunikation von VEE mit dem Sourcemeter®.

## Anhang E Kommunikation mit dem Sourcemeter

Die Kommunikation mit dem Sourcemeter® Keithley® 2410 (Abb.37) wird in einer eigenen User-Funktion im Agilent VEE abgehandelt. Bevor ein Befehl an das Sourcemeter® gesendet werden konnte, war eine Konfiguration des Messgerätes im Instrumenten Manager erforderlich. Das Keithley 2410 wurde an GPIB 14 und Adresse 1421 erkannt und mit den Befehlsblöcken Box 1-7 programmiert.

### Box 1: Initialisierung

WRITE TEXT "*RST" EOL	Setzt das GPIB-Gerät auf Standard.
WRITE TEXT "*CLS" EOL	Löscht allfällige Fehlermeldung aus der Warteschlange.
WRITE TEXT ":ROUT:TERM FRON" EOL	Es werden die vorderen Mess-Anschlüsse des K2410 aktiviert.
WRITE TEXT ":TRAC:CLE" EOL	Datenspeicher löschen.
WRITE TEXT ":SYST:TIME:RES" EOL	Die interne Geräteuhr wird auf Null gesetzt.

### Box 2: Abfrage der minimalen Delay Einstellung

WRITE TEXT ":SOUR:DEL? DEF" EOL	Abfrage der minimalen Laufzeit der Stromquelle.
READ TEXT x REAL64	Übergabe der Laufzeit.

### Box 3: Stromgesteuerte Messung konfigurieren

WRITE TEXT ":SOUR:FUNC CURR" EOL	Stromstärkeeinstellungen anwählen.
WRITE TEXT ":SOUR:CURR:MODE FIX" EOL	Stromstärke bei der Messung fixieren.
WRITE TEXT ":SOUR:CURR:RANG ", Curr EOL	Stromstärkebereich auf setzen.
WRITE TEXT ":SOUR:CURR:LEV ", Curr EOL	Stromstärkeamplitude setzen.
WRITE TEXT ":SOUR:DEL ", Delay EOL	Messstrom in Sekunden vor der Messung.
WRITE TEXT ":SOUR:CLE:AUTO ON" EOL	Stromfluss zwischen den Messungen auf Null setzen.

<b>Box 4: Messvariablen übergeben</b>	
WRITE TEXT ":SENS:FUNC \\'VOLT\','CURR\'" EOL	Spannungs- und Widerstandsmessung einschalten.
WRITE TEXT ":SENS:VOLT:PROT ", Voltcompl EOL	max. Spannung einstellen.
WRITE TEXT ":SENS:VOLT:NPLC ", NPLC EOL	Number of Power Line Cycles.
WRITE TEXT ":SENS:VOLT:RANG MAX" EOL	Maximalen Messbereich festlegen.
WRITE TEXT ":SENS:FUNC:CONC ", Concurr EOL	ob mehrere Messungen (z.B. Spannung und Widerstand) gleichzeitig möglich sind.
WRITE TEXT ":SYST:RSEN "+SenseMode EOL	2 oder 4polige Messung.
WRITE TEXT ":SYST:AZER:STAT ", AZer EOL	Messstromkorrektur.
WRITE TEXT ":SYST:LFR:AUTO ON" EOL	Messfrequenz automatisch.

<b>Box 5: Gerätespeicher und Messung starten</b>	
WRITE TEXT ":TRAC:FEED SENS" EOL	Speicherung der Roh-Messdaten im Gerätespeicher.
WRITE TEXT ":TRAC:POIN ", NoOfMeas EOL	Größe des Speichers (Anzahl der Messungen).
WRITE TEXT ":TRAC:FEED:CONT NEXT" EOL	Startet den Gerätespeicher.
WRITE TEXT ":TRAC:TST:FORM ABS" EOL	Zeitstempel für die Messdaten.
WRITE TEXT ":TRIG:COUN ", NoOfMeas EOL	Wiederholungen der Messung.
WRITE TEXT ":STAT:MEAS:ENAB 512" EOL	Speicherkontrolle aktivieren.
WRITE TEXT "*SRE 1" EOL	Service Request.
WRITE TEXT ":INIT" EOL	Messung starten.

<b>Box 6: Messungsprozess abwarten</b>	
WAIT "Keithley_2410" SPOLL:0x1 SET	Abwarten bis der SRE die Bereitschaft anzeigt.

<b>Box 7: Messwerte übernehmen</b>	
WRITE TEXT ":TRAC:DATA?" EOL	Messwerte abfragen.
READ TEXT x REAL64 ARRAY:NoOfMeas, 5	Messwerte übergeben.

# Anhang F Programm zur Auswertung der elektrischen Messung

Mathematica Programm zur Auswertung der elektrischen Messung.

---

## Varistorkennlinie Typ I Auswertung

Autor: Stefan Frey  
Datum: 23.3.2007

```
In[1]:= $Version
```

```
Out[1]= 5.1 for Microsoft Windows (January 27, 2005)
```

### Initialisierung:

```
In[2]:= Clear["@"]; (* Löschung aller Definitionen und Variablen *)
```

```
In[3]:= << Graphics` ;
Off[General::spell1];
Off[General::spell];
Clear[$DefaultFont];
```

```
In[7]:= << Statistics` ;
```

```
In[8]:= Needs["ExcelLink`"]
```

```
In[9]:= $DefaultFont = {"Helvetica", 10}
```

```
Out[9]= {Helvetica, 10}
```

```
In[10]:=
SetOptions[{LogLogPlot, LogLogListPlot, MultipleListPlot, ListPlot}, ImageSize -> {600, Automatic}];
```

### Definition des Arbeitsverzeichnis:

```
In[11]:=
localmachine = $MachineName;
locdirname = "D:\Daten Stefan Frey\VEE\Messung_TYP2_TYP1_stf\TYPliT1";
```

```
In[13]:=
Print["Arbeitsverzeichnis: ", locdirname]
SetDirectory[locdirname];

Arbeitsverzeichnis: D:\Daten Stefan Frey\VEE\Messung_TYP2_TYP1_stf\TYPliT1
```

```
In[15]:=
maindir = locdirname;
```

```
In[16]:=
SetDirectory[maindir];
```

### Loop-Version mit Excel-data

```
In[17]:=
stringkennung = "VAR_TYP1-i-T1-1_"; (* "VAR_TYP1-i-T1-1_", "VAR_TYP1-i-T1-2_", "VAR_TYP1-i-T1-3_" *)
klextension = "*_kl*.txt";
datafilextall = FileNames[StringJoin[stringkennung, klextension]]; nfiles = Length[datafilextall];
Print["Anzahl files: ", nfiles];
(* datafilextall//TableForm *)
```

```
Anzahl files: 17
```

*Auswertung Loop-Version mit Excel-data*

```

In[19]:=
excelfile = "VaristorDickeTabelle_TYP1-i-T1.xls"
excelfilefull = StringJoin[maindir, "/", excelfile];
Print[excelfilefull];
ExcelInstall[Visible → False];
ExcelOpen[excelfilefull];
Print[ExcelSheets[]];
excelkennung = StringDrop[StringDrop[stringkennung, 4], -1];
Print["Excelsheet: ", excelkennung];
data0 = ExcelRead[excelkennung];
ExcelClose[];
ExcelUninstall[];
data1 = Drop[data0, 2];
data2 = {};
Do[
  {If[NumberQ[data1[[iline, 1]]] == True, AppendTo[data2, {Round[data1[[iline, 1]], data1[[iline, 2]]}],
    AppendTo[data2, data1[[iline]]]}], {iline, 1, Length[data1]}; nvalexcel = Length[data2];
Print["Anzahl Excel-Daten: ", nvalexcel];
data2

Out[19]= VaristorDickeTabelle_TYP1-i-T1.xls

D:\Daten Stefan Frey\VEE\Messung_TYP2_TYP1_stf\TYP1iT1\VaristorDickeTabelle_TYP1-i-T1.xls
{-Sheet: TYP1-i-T1-1-, -Sheet: TYP1-i-T1-2-, -Sheet: TYP1-i-T1-3-}

Excelsheet: TYP1-i-T1-1

Anzahl Excel-Daten: 18

Out[33]= {{51, 1.804}, {52, 1.806}, {53, 1.8023}, {54, 1.803}, {55, 1.808}, {56, 1.808},
  {57, 1.806}, {58, 1.808}, {59, 1.808}, {15, 1.808}, {25, 1.81}, {35, 1.809},
  {45, 1.808}, {65, 1.805}, {75, 1.803}, {85, 1.805}, {95, 1.802}, {A5, 1.804}}

In[34]:=
areacm2 = 0.35 * 0.35;
stromstd = 1; (* 1 mA *)
ndots2 = 3;
ausgabe = 0; (* Optionen: 3 Print und Plot Ausgabe, 1 Print Ausgabe, 0 keine Ausgabe *)

In[38]:=
vararray = {};
If[nfiles != nvalexcel && ausgabe >= 1,
  Print["***** WARNING: nfiles!=", nvalexcel, " *****"], True];
Do[{If[ausgabe >= 1, Print["+++++++ ifile=", ifile, " ++++++"]];
  datafiletxt = datafilextall[[ifile]];
  datafiletxtfull = ToFileName[maindir, datafiletxt];
  If[ausgabe >= 1, Print["txt-file: ", datafiletxtfull]];
  stringkennl = StringLength[stringkennung];
  stringnr = StringTake[datafiletxt, {stringkennl + 1, stringkennl + 2}];
  If[ausgabe >= 1, Print["file-Nr: ", stringnr]];
  probearr = Select[data2, ToString[#[[1]]] == stringnr &];
  If[ausgabe >= 1, Print["Datenpaar aus Excel: ", probearr]];
  hoehe = probearr[[1, 2]]; (* Hoehe aus Excel data *)
  inp = OpenRead[datafiletxtfull];
  Skip[inp, {String}, 3]; (* skipping 3 lines *)
  datastr = ReadList[inp, {Number, Number, Number, Number, Number}];
  (* Strom Spannung Widerstand Zeit Energie *)
  Close[inp];
  nvalues = Length[datastr];
  If[ausgabe >= 1, Print["Number of values: ", nvalues]];
  spannungvolt = Transpose[datastr][[2]];
  stromamp = Transpose[datastr][[1]];
  uikennlin = Transpose[{stromamp, spannungvolt}];
  eikennlin = Transpose[{1000 * stromamp / areacm2, spannungvolt / hoehe}];
  If[ausgabe >= 3, LogLogListPlot[eikennlin, Frame → True,
    FrameLabel → {"Stromdichte [mA/cm2]", "E-Feld [V/mm]"}, PlotRange → All,
    PlotStyle → {Hue[0], PointSize[.02]}]];
  pos1mA = (Position[Transpose[eikennlin][[1]], _? (stromstd < # &)] // Flatten)[[1]];
  (* gives 1st pos. for i > 1 mA *)
  Which[pos1mA + ndots2 ≤ nvalues && pos1mA - ndots2 > 0, {ipos1 = pos1mA - ndots2; ipos2 = pos1mA + ndots2};
  pos1mA + ndots2 > nvalues, {ipos2 = nvalues; ipos1 = nvalues - 2 * ndots2 + 1}; pos1mA - ndots2 < 1,
  {ipos1 = 1; ipos2 = 2 * ndots2 - 1};];
  If[ausgabe >= 1, Print["Fit: ipos1, ipos2: ", ipos1, " ", ipos2]];
  fitdata = Take[eikennlin, {ipos1, ipos2}];
  ucutfit[x_] = Fit[Log[fitdata], {1, x, x^2, x^3}, x];
  If[ausgabe >= 1, Print[ucutfit[x]]];
  If[ausgabe >= 3, DisplayTogether[ListPlot[Log[fitdata], PlotStyle → {Hue[0], PointSize[.02]}],
    Plot[ucutfit[x], {x, -2, 6}]]];
  varspannung1mA = Exp[ucutfit[0]];
  alpha1mA = 1 / (D[ucutfit[x], x] /. x → 0);
  If[ausgabe >= 1, Print["Var-Spannung [V/mm], alpha: ", varspannung1mA, " ", alpha1mA, "\n"];
  AppendTo[vararray, {stringnr, varspannung1mA, alpha1mA}];
}, {ifile, 1, nfiles}];

```

## Postprozessing:

### ■ Daten

```

In[41]:=
(* vararray//TableForm *)

In[42]:=
col = Select[vararray, ToExpression[StringTake#[[1]], -1] == 5 &];

In[43]:=
row = Select[vararray, ToExpression[StringTake#[[1]], 1] == 5 &];

In[44]:=
coli = {};
Do[{ilevel = ToExpression[StringJoin["16^^", StringTake[col[[inum], 1]], 1]];
  AppendTo[coli, Prepend[col[[inum]], ilevel]]}, {inum, 1, Length[col]};

In[46]:=
rowi = {};
Do[{ilevel = ToExpression[StringJoin["16^^", StringTake[row[[inum], 1]], -1]];
  AppendTo[rowi, Prepend[row[[inum]], ilevel]]}, {inum, 1, Length[row]};

```

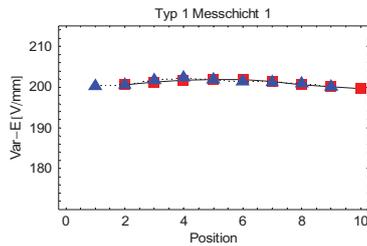
### ■ Varistorspannung:

```

In[48]:=
Which[stringkennung == "VAR_TYP1-i-T1-1_",
  probe = "Typ 1 Messschicht 1",
  stringkennung == "VAR_TYP1-i-T1-2_",
  probe = "Typ 1 Messschicht 2",
  stringkennung == "VAR_TYP1-i-T1-3_",
  probe = "Typ 1 Messschicht 3"];

In[49]:=
spannmean = Mean[Transpose[vararray][[2]]];
coldata = Transpose[{Transpose[coli][[1]], Transpose[coli][[3]]};
rowdata = Transpose[{Transpose[rowi][[1]], Transpose[rowi][[3]]};
MultipleListPlot[coldata, rowdata, Frame -> True, FrameLabel -> {"Position", "Var-E [V/mm]"},
  PlotLabel -> probe, PlotRange -> {170, 215}, SymbolShape -> {PlotSymbol[Box, 4], PlotSymbol[Triangle, 6]},
  SymbolStyle -> {Red, Blue}, PlotJoined -> True, ImageSize -> {300, Automatic};
Print["Mw. Var.-Spannung [V/mm]: ", spannmean];

```



Mw. Var.-Spannung [V/mm]: 201.02

### ■ Varistorkoeffizient:

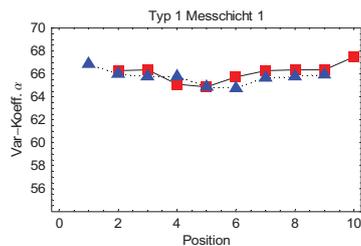
```

In[54]:=
alphamean = Mean[Transpose[vararray][[3]]]

Out[54]= 65.9675

In[55]:=
alphamean = Mean[Transpose[vararray][[3]]];
coladata = Transpose[{Transpose[coli][[1]], Transpose[coli][[4]]};
rowadata = Transpose[{Transpose[rowi][[1]], Transpose[rowi][[4]]};
MultipleListPlot[coladata, rowadata, Frame -> True, FrameLabel -> {"Position", "Var-Koeff. α"},
  PlotLabel -> probe, PlotRange -> {54, 70}, SymbolShape -> {PlotSymbol[Box, 4], PlotSymbol[Triangle, 6]},
  SymbolStyle -> {Red, Blue}, PlotJoined -> True (*, PlotLegend -> {"col", "row"}, LegendSize -> {0.3, 0.3} *),
  ImageSize -> {300, Automatic};
Print["Alpha []: ", alphamean];

```



Alpha []: 65.9675

# Anhang G Ergebnisse der elektrischen Messung

TYP1	TYP 1 Messschicht 1			TYP 1 Messschicht 2			TYP 1 Messschicht 3		
	Probe	Spannung [V/mm]	Varistorkoeffizient	Probe	Spannung [V/mm]	Varistorkoeffizient	Probe	Spannung [V/mm]	Varistorkoeffizient
	15	205.6230838	68.74600741	15	205.6230838	68.74600741	15	205.6230838	68.74600741
	25	206.6175106	66.29703176	25	208.7595977	67.47502161	25	201.9619894	67.40789244
	35	201.2147775	66.33090844	35	211.7093819	68.47072423	35	201.6802661	67.67480221
	45	201.6500743	65.1067146	45	213.5032815	68.97925166	45	201.9565398	68.67213851
	55	201.8489352	64.86065107	55	213.528194	68.42139853	55	202.2619159	69.32377854
	65	201.7941509	65.74082541	65	212.9021476	68.8184385	65	202.9513262	69.09872164
	75	201.3431632	66.27872159	75	210.2183824	67.16554892	75	202.1754751	69.10120779
	85	200.6505832	66.33691219	85	206.8684222	67.82345898	85	201.0196455	69.77204374
	95	200.0973308	66.38435766	95	202.9487975	67.20193599	95	200.3757913	67.26088507
	A5	199.551649	67.49286422	A5	198.0473734	63.75475631	A5	199.067685	67.37699776
	51	200.3008968	66.88152625	51	201.1435394	65.63248631	51	200.2152442	66.3852843
	52	200.574849	65.9895996	52	204.2881802	67.95378378	52	201.5003961	69.15834499
	53	201.7605781	65.7757217	53	207.6305221	67.36284721	53	201.6300551	69.45639376
	54	202.278508	65.80434987	54	210.8721168	68.14607907	54	202.511737	69.97613411
	55	201.8489352	64.86065107	55	213.528194	68.42139853	55	202.2619159	69.32377854
	56	201.37196	64.76809959	56	214.2618243	69.04657715	56	202.3941362	67.76104446
	57	201.3006418	65.6707714	57	212.9162281	67.73595628	57	201.7842855	68.16415664
	58	200.8705004	65.77622207	58	210.9308027	67.95037261	58	200.6191484	67.27045754
	59	200.0476466	65.9526129	59	207.1692153	67.45163378	59	201.8187617	69.87144137
TYP2	TYP 2 Messschicht 1			TYP 2 Messschicht 2			TYP 2 Messschicht 3		
	Probe	Spannung [V/mm]	Varistorkoeffizient	Probe	Spannung [V/mm]	Varistorkoeffizient	Probe	Spannung [V/mm]	Varistorkoeffizient
	15	173.9838171	57.18352869	15	173.9838171	57.18352869	15	173.9838171	57.18352869
	25	175.4231223	58.28831719	25	172.8035933	58.17952151	25	175.3279954	64.26110991
	35	175.6069541	57.50025668	35	173.0463504	57.19530238	35	175.7391654	63.88288923
	45	176.2547194	56.61395079	45	173.7631318	57.36356437	45	176.1599831	63.28597237
	55	175.9661974	54.47531731	55	173.9471434	57.95296484	55	175.9577544	62.78001212
	65	176.9340908	57.01077764	65	173.9922549	59.63964813	65	176.6114486	62.70330784
	75	177.2112041	57.05928681	75	173.9393514	56.19633492	75	176.4221102	63.42321487
	85	177.2374101	57.61733001	85	174.3018886	55.67829624	85	177.2050814	63.62420224
	95	177.692597	57.78623623	95	174.9915139	56.73492142	95	177.0693666	64.46688832
	A5	177.5781864	59.00956352	A5	175.6113019	59.02847553	A5	178.2411873	66.00812035
	51	175.3734511	60.66899714	51	173.5789251	59.25680025	51	176.7591641	62.84191453
	52	176.0233526	58.9443011	52	173.2530411	58.8623016	52	176.6291774	64.8631033
	53	176.3179625	58.08719033	53	174.0989595	60.28616218	53	176.5914921	64.09428006
	54	176.4918294	56.53127537	54	173.7783608	58.84437428	54	176.5083882	63.53435495
	55	175.9661974	54.47531731	55	173.9471434	57.95296484	55	175.9577544	62.78001212
	56	176.7318354	56.4697889	56	173.6159166	57.3389544	56	176.3801726	63.73850973
	57	176.107186	57.53868673	57	174.2659406	57.3337178	57	176.2851781	63.20421132
	58	175.7026198	56.23719219	58	173.5626009	56.51950177	58	176.0496959	63.99516153
	59	175.6757729	58.00082868	59	174.0229073	57.64364151	59	176.2333529	65.7921818

TYP1	TYP 1 MS 1			TYP 1 MS 2			TYP 1 MS 3			
	Probe	Widerstand [Ohm/mm]	Probe	Widerstand [Ohm/mm]	Probe	Widerstand [Ohm/mm]	Probe	Widerstand [Ohm/mm]	Probe	Widerstand [Ohm/mm]
	15	205623.0838	15	205623.0838	15	205623.0838	15	205623.0838	15	205623.0838
	25	206617.5106	206617.5106	25	206759.5977	206759.5977	25	201961.9894	201961.9894	
	35	201274.7775	201274.7775	35	211709.3919	211709.3919	35	201689.2681	201689.2681	
	45	201650.0743	201650.0743	45	213503.2815	213503.2815	45	201966.5398	201966.5398	
	55	201848.9352	201848.9352	55	213528.194	213528.194	55	202281.9159	202281.9159	
	65	201794.1509	201794.1509	65	212902.1476	212902.1476	65	202951.3262	202951.3262	
	75	201343.1632	201343.1632	75	210218.3824	210218.3824	75	202175.4751	202175.4751	
	85	200650.5832	200650.5832	85	206868.4222	206868.4222	85	201018.6455	201018.6455	
	95	200097.3308	200097.3308	95	202948.7975	202948.7975	95	200376.7913	200376.7913	
	A5	199551.649	199551.649	A5	196047.3734	196047.3734	A5	198667.685	198667.685	
	51	200300.8968	200300.8968	51	201143.5394	201143.5394	51	200215.2442	200215.2442	
	52	200574.849	200574.849	52	204288.1802	204288.1802	52	201500.3961	201500.3961	
	53	201760.5781	201760.5781	53	207630.5221	207630.5221	53	201630.0561	201630.0561	
	54	202278.508	202278.508	54	210872.1168	210872.1168	54	202511.737	202511.737	
	55	201848.9352	201848.9352	55	213528.194	213528.194	55	202281.9159	202281.9159	
	56	201371.96	201371.96	56	214281.8243	214281.8243	56	201394.1362	201394.1362	
	57	201300.6418	201300.6418	57	212916.2281	212916.2281	57	201784.2855	201784.2855	
	58	200870.5004	200870.5004	58	210930.8027	210930.8027	58	200619.1484	200619.1484	
	59	200047.6466	200047.6466	59	207169.2153	207169.2153	59	201818.7617	201818.7617	
TYP2	TYP 2 MS 1			TYP 2 MS 2			TYP 2 MS 3			
	Probe	Widerstand [Ohm/mm]	Probe	Widerstand [Ohm/mm]	Probe	Widerstand [Ohm/mm]	Probe	Widerstand [Ohm/mm]	Probe	Widerstand [Ohm/mm]
	15	173983.6171	15	173983.6171	15	173983.6171	15	173983.6171	15	173983.6171
	25	175423.1223	175423.1223	25	172803.9933	172803.9933	25	175327.9954	175327.9954	
	35	175606.9541	175606.9541	35	173045.3504	173045.3504	35	175739.1654	175739.1654	
	45	176254.7194	176254.7194	45	173763.1318	173763.1318	45	176159.9831	176159.9831	
	55	175966.1974	175966.1974	55	173947.1434	173947.1434	55	175857.7544	175857.7544	
	65	176934.0908	176934.0908	65	173992.2549	173992.2549	65	176711.4486	176711.4486	
	75	177211.2041	177211.2041	75	173939.3514	173939.3514	75	176422.1102	176422.1102	
	85	177237.4101	177237.4101	85	174301.8886	174301.8886	85	177205.0814	177205.0814	
	95	177692.597	177692.597	95	174991.5139	174991.5139	95	177706.6366	177706.6366	
	A5	177578.1864	177578.1864	A5	175611.3019	175611.3019	A5	178241.1873	178241.1873	
	51	175373.4511	175373.4511	51	173578.9251	173578.9251	51	176759.1641	176759.1641	
	52	176023.3526	176023.3526	52	173253.0411	173253.0411	52	176829.174	176829.174	
	53	176317.9625	176317.9625	53	174098.9595	174098.9595	53	176959.4921	176959.4921	
	54	176491.8294	176491.8294	54	173778.3608	173778.3608	54	176550.8382	176550.8382	
	55	175966.1974	175966.1974	55	173947.1434	173947.1434	55	175857.7544	175857.7544	
	56	176731.8354	176731.8354	56	173615.9166	173615.9166	56	176380.1726	176380.1726	
	57	176107.186	176107.186	57	174265.9406	174265.9406	57	174285.1781	174285.1781	
	58	175702.6198	175702.6198	58	173562.6009	173562.6009	58	176045.6959	176045.6959	
	59	175675.7729	175675.7729	59	174022.9073	174022.9073	59	176233.3529	176233.3529	

Tab. 8: Messergebnisse der elektrischen Versuche.

## Literaturverzeichnis

- [bar99] Bartsch, H.J. (1999) *Taschenbuch Mathematische Formeln*, Carl-Hanser-Verlag, Leipzig
- [cdr99] Clarke, D.R. (1999) *Varistor Ceramics*, J. Am. Ceram. Soc. 82 [3], 485-502
- [gtk90] Gupta, T.K. (1990) *Application of Zinc Oxide Varistors*, J. Am. Ceram. Soc. 73 [7], 1817-1840
- [kcb97] Kingery, W.D., Chiang, Y.-M., Birnie D.P. (1997) *Physical ceramics : principles for ceramics science and engineering*, Wiley, New York
- [kre72] Kreyszig, E. (1972) *Statistische Methoden und ihre Anwendung*, Vandenhoeck & Ruprecht, Göttingen
- [kri04] Krivec, A. (2004) *Diplomarbeit Thermoschockversuche an Varistor-Bauteile*, Institut für Struktur und Funktionskeramik, Montanuniversität Leoben
- [mfe99] Munz, D., Fett, T. (1999) *Ceramics: Mechanical Properties, Failure Behavior, Materials Selection*, Springer, Berlin
- [sar92] Bedienungshandbuch Density Determination Kit (1972), *Sartorius YDK 01, YDK01-0D*, Sartorius AG, Göttingen
- [sda04] Sonnleitner, M.; Danzer, R. (2004) *High Precision Densitometry of Small Specimens*, Advanced Engineering Materials 6 [9], 784-786
- [sup06] Supancic, P. (2006) *Aufklärung des Versagens von Energie-Varistoren*, Institut für Struktur und Funktionskeramik Bericht Nr. 67, Montanuniversität Leoben
- [tti07] [http://www.ttiinc.com/object/ME\\_Zogbi\\_20050221.html](http://www.ttiinc.com/object/ME_Zogbi_20050221.html) (Stand 10.August 2007)
- [vcl97] Vojta, A., Clarke D.R. (1997) *Electrical-Impulse-Induced Fracture of Zinc Oxide Varistor Ceramics*, Journal of the American Ceramic Society 80(8), 2086-2092.