Thermochimica Acta, 234 (1994) 1–20 Elsevier Science B.V., Amsterdam *SSDI* 0040-6031(93)01514-4

Beispiele aus der Entwicklung von Waagen für physikalisch-chemische Messungen in kontrollierten Atmosphären¹

Theodor Gast

Institut für Meß- und Regelungstechnik der Technischen Universität Berlin, Bergstraße 1, 1 D-14109, Berlin (Wannsee) (Deutschland)

(Eingegangen am 18 Februar 1993, angenommen am 13 Juli 1993)

Zusammenfassung

Nach einem kurzen Überblick über Prinzipien der Wägung durch Vergleich des Objektgewichts mit Gewichtskräften und Kräften anderer Natur werden einzelne selbstkompensierende Waagen und Ausführungen frei schwebender magnetischer Aufhängung zur direkten Wägung und als Kupplung zwischen Objekt und eigentlicher Waage besprochen.

Examples of the development of balances for physiochemical measurements in controlled atmospheres

Abstract

The principles which underlie weighing by comparison of the object's weight against standard weights or against forces of different origins are briefly reviewed. The paper then discusses some self-compensating balances and the realization of free-floating magnetic suspensions for direct weighing or for coupling of an object to separate balance.

EINLEITUNG

Massenänderungen, die unter definierten Umgebungsbedingungen hinsichtlich Temperatur sowie Druck und Zusammensetzung der umgebenden Atmosphäre an Stoffproben beobachtet werden, gestatten Schlüsse auf deren Natur. Der Verlauf vieler wichtiger physikalischer Vorgänge, z.B.

¹ Hans Georg Wiedemann zu Ehren.

Adsorption, Desorption, Diffusion, Verdampfung, läßt sich mittelbar über die Masse einer Probe verfolgen.

Wesentliche Erkenntnisse über die physikalisch-chemischen Zusammenhänge bei Stofftransport- und Umwandlungsprozessen wurden durch Wägung gewonnen. Aber auch Stoffkennzahlen wie magnetische Suszeptibilität, Dielektrizitätskonstante und dielektrischer Verlustfaktor lassen sich mit der Waage bestimmen. Die Aufgabe, Permeationskonstanten von Kunststoffen für Wasserdampf zu messen, gab früh den Anstoß für die Entwicklung einer registrierenden Vakuum-Mikrowaage [1].

Der Autor hat sich langfristig mit der Vervollkommnung und Ausgestaltung solcher Waagen befaßt, insbesondere mit der Anwendung des freien magnetischen Schwebens zur Wägung und möchte über einzelne Entwicklungen kurz berichten.

PRINZIPIEN DER MASSENBESTIMMUNG

Zur Massenbestimmung vergleichen wir das Gewicht des Objekts mit Kräften gleicher oder anderer Natur oder beobachten die Wirkung der Trägheit. Die im folgenden aufgeführten Meßprinzipien und Instrumente gehen von der Gewichtskraft aus.

Hebelwaage

Als Hilfsmittel zum Kraftvergleich dient vielfach der Waagebalken. Er setzt die zu vergleichenden Gewichtskräfte in gegenläufige Momente um. Mit der Balkenmasse $m_{\rm B}$ und dem Schwerpunktsabstand *s* von der Ebene durch die Schneidenkanten gilt bei Kompensation mit Gewichtstücken im Gleichgewicht

 $l_{\rm l} \cdot G_{\rm l} = l_{\rm r} \cdot \sum G_{\rm r} + m_{\rm B} gs \, {\rm tg} \, \alpha$

Hierin bedeuten l_1 die Hebellänge des linken l_r die des rechten Arms, G_1 das Objektgewicht, $\sum G_r$ die Summe der rechts aufgelegten Gewichtstücke, tg α den Neigungswinkel des Balkens. Der Meßvorgang läßt sich weitgehend automatisieren, doch ist mit der Beschränkung auf Gewichtskräfte ein hoher feinwerktechnischer Aufwand verknüpft. Für Vakuumwaagen sind spezielle, sehr leichte und trotzdem steife Balken als aus sehr dünnen Quarzstäben zusammengeschweißte Fachwerke entwickelt worden [2].

Federwaage

Mit oder ohne Hebel wirkt die Gewichtskraft des Objekts auf ein elastisches Glied, das als Biegefeder, Spiralfeder, Torsionsfeder, Schraubenfeder oder Federparallelogramm ausgebildet sein kann und erzeugt nach dem Hookeschen Gesetz eine Verformung, die direkt angezeigt oder mittels Sensoren, z.B. Dehnungsmeßstreifen in elektrische Signale umgesetzt wird. Verbreitet ist die Vakuum-Federwaage nach McBain und Bakr [2], bei der die Waagschale an einer Wendel aus Quarzglas oder Wolfram hängt und die Auslenkung optisch oder elektrisch meßbar ist. Die Kombination von Waagebalken und kompensierender Torsionsfaser hat zu Empfindlichkeiten bis zu 1 Skulenteil je Nanogramm geführt [3].

Vergleich der Gewichtskraft mit elektrostatischen Kräften

Mit einer am Waagebalken angelenkten und einer gehäusefesten planen Elektrode nach Abb. 1(a) erzeugt das homöostatische Kraftglied die Kompensationskraft

 $F = \frac{1}{2} \varepsilon \varepsilon_0 A U^2 / a^2$

worin ε die Dielektrizitätskonstante des Mediums im Zwischenraum, ε_0 die Feldkonstante, A die Elektrodenfläche, a den Abstand der Elektroden, U die an den Elektroden anliegende Spannung bedeuten. Mit zwei ruhenden Elektroden und zwei Spannungen U_1 and U_2 erzielt das heterostatische System gemäß Abb. 1(b) eine lineare Kennlinie

$F = \varepsilon \varepsilon_0 A U_1 U_2 / a^2$

Bei diesen Formeln ist das Randfeld vernachlässigt. Sehr kleine Kräfte sind mit gut meßbaren Spannungen verknüpft, jedoch sind Kontaktpotentiale und die Labilität der abgebildeten Anordnungen zu beachten. Statische Stabilität erfordert ein Rückstellvermögen durch elastische Fesselung oder einen Regelkreis. Umgekehrt ist auch die elektrostatische Astatisierung eines elastisch oder quasielastisch gefesselten Objekts möglich [4].

Wegen der durch Überschlagsgefahr begrenzten Spannungen und der konstruktiv begrenzten Abstände und Flächen dürfte bei Mikrowägung die Grenze für den Meßbereich in der Größenordnung von einigen hundertstel Gramm liegen.



Abb. 1. Elektrostatische Kraftglieder: (a) homöostatisch; (b) heterostatisch.

Vergleich der Gewichtskraft mit elektrodynamischen Kräften

Abbildung 2 zeigt elektrodynamische Systeme zur Erzeugung von Kräften und Momenten für den Vergleich mit Gewichtskräften. Die skizzierten Tauchmagnet-, Drehspul-, Tauchspul- und Schwenkspulsysteme verknüpfen Ströme mit Kräften oder Momenten und haben grundsätzlich weitgehend lineare Kennlinien. Insgesamt beherrschen die Systeme eine Spanne von 10^{-7} bis 10^3 g, also 10 Zehnerpotenzen. Meist werden die Spulen fest mit dem Waagebalken oder der Lastaufnahme der Waagen verbunden, während die Magnete gehäusefest angeordnet sind [5].



Abb. 2. Elektrodynamische Systeme zur Erzeugung von Kräften und Momenten.

SELBSTKOMPENSIERENDE WAAGEN

Um automatisch kompensierende Waagen zu verwirklichen, werden grundsätzlich drei Funktionsgruppen benötigt. Die erste wird durch den Waagebalken oder eine Führung dargestellt und ermöglicht den Kraftorder Momentenvergleich. Die zweite Gruppe dient der Erzeugung der kompensierenden Kräfte oder Momente. Neben den bereits besprochenen elektrostatischen und elektrodynamischen Kraftgliedern kommt hier grundsätzlich auch die Verstellung des Fußpunkts einer am Waagebalken angreifenden Torsions- order Schraubenfeder durch einen Servomotor in Betracht. Sie diente z.B. bei der Staubwaage [6] zur mechanischen Kompensation des Staubgewichts mit gleichzeitiger Registrierung durch Verschieben einer Saphirspitze auf einem Wachspapierstreifen.

Die dritte Funktionsgruppe erfaßt den Ausschlag des Waagebalkens



Abb. 3. Einfaches Beispiel einer selbstkompensierenden Waage.

oder der Lastaufnahme als Folge einer Differenz zwischen kompensierender und zu messenger Größe und wandelt ihn in die zur Kompensation erforderliche Größenart um. Verbreitet sind lichtelektrische Anordungen und trägerfrequente Systeme mit Änderung von Induktivitäten und Gegeninduktivitäten sowie Kapazitäten. Magnetostatische Sensoren werden ebenfalls angewandt.

Im vereinfachten Beispiel nach Abb. 3 hängt vom rechten Ende des Waagebalkens, der zum Vergleich der Gewichtskraft des links angehängten Objektes mit einer Gegenkraft dient, ein Stabmagnet in eine Spule hinein und bildet mit ihr zusammen ein elektrodynamisches Kraftglied.

Die mit dem rechten Gehänge der Waage verbundene Blende steuert die Aufteilung eines Strahlenbündels auf zwei differentiell geschaltete Photodioden und beeinflußt — mittelbar über einen Verstärker — den Strom durch die Kraftspule. Dieser wird als Maß für die Massenänderung der Probe angezeigt.

In Abb. 4 ist das Signalflußdiagramm dieser Anordnung angegeben. Es umfaßt je einen Block für den als Vergleicher dienenden Waagenbalken,



Abb. 4. Signalflußbild einer selbstkompensierenden Waage.

den lichtelektrischen Sensor, den Verstärker und das Kraftglied [7]. Die erste der auf das Gesamtsystem wirkenden Störgrößen ist die Störkraft Z_1 , die elektrostatisch, magnetisch oder durch eine Strömung verursacht sein mag, von einer Gewichtsänderung der Probe nicht unterscheidbar ist und voll in die Meßungenauigkeit eingeht. Die Störgröße Z_2 ist als Nullpunktsdrift des Sensors oder als auf dessen Eingang bezogene Drift des Verstärkers aufzufassen. Ihr Einfluß ist umso geringer, je höher die Nachgiebigkeit des Vergleichers ist. Ein astatisierter Waagebalken reduziert die verursachte Abweichung auf Null, sofern sich die veränderte Neigung des Balkens nicht auf die Konstante des Kraftgliedes auswirkt. Gleichzeitig wächst durch die Astatisierung der Verstärkungsfaktor der offenen Schleife sehr stark an und verliert dadurch seinen Einfluß auf das Meßergebnis. Eine nach dem Verstärker wirkende Störgröße Z_3 ginge voll in das Ergebnis ein und könnte z.B. einen Tarierstrom darstellen. Schließlich bedeutet Z_4 einen äußeren Einfluß auf das Kraftglied, der dessen Übertragungskonstante ändert. Als Ursache kommt sowohl eine Temperaturänderung des Magneten als auch die Überlagerung eines äußeren Magnetfeldes in Betracht. Der entstehende Fehler ist im ersten Fall beispielsweise durch einen temperaturabhängigen magnetischen Shunt, im zweiten durch Abschirmung behebbar. Eine wirksame Dämpfung läßt sich durch verzögerte Gegenkopplung des Verstärkers erzielen.

Vakuum-Ultramikrowaage als Beispiel einer vielseitig anwendbaren selbstkompensierenden Balkenwaage

Bei einer Waage, die wechselnden Atmosphären und Temperaturen ausgesetzt ist, sollte der Balken möglichst symmetrisch sein, um Fehler durch Sorption und thermische Ausdehnung zu unterdrücken. Das im Abb. 5 skizzierte Wägesystem einer Vakuum-Ultramikrowaage ist in Hinblick auf diese Forderung konstruiert [8]. Der sehr leichte und sorptionsarme Waagebalken (1) besteht aus einem dünnen metallisierten Quarzrohr. Er trägt an beiden Enden Schneiden (2) zur Auflage der einander gleichen Gehänge sowie Spindeln aus unmagnetischem Stahl von sehr geringem Ausdehnungskoeffizienten, mit Muttern zur Justierung des Nullpunkts.



Abb. 5. Skizze des Wägesystemes einer Ultramikrowaage.

Die rechteckige, horizontal gerichtete Drehspule (3) erzeugt im Feld des Permanentmagneten (4) mit dem Eisenrückschluß (5) das kompensierende Drehmoment. Die Spule ist in Spannbändern aufgehängt und mit dem Balken starr verbunden. Zusammen mit zwei in geringem Abstand von der Rückseite angebrachten rähmchenförmigen, durch einen Oszillator hochfrequent erregten gehäusefesten Spulen, bildet die Drehspule einen Differentialtransformator. Das induzierte Signal verschwindet bei horizontaler Lage des Balkens. Verstärkung und phasenempfindliche Gleichrichtung führen es in eine dem Drehwinkel proportionale Gleichspannung über, die - mittelbar über einen PID-Regler - den Kompensationsstrom erzeugt. Bei diesem Waagentyp stellt die Drehspule im Hochfrequenzfeld der Hilfsspulen den Lagesensor und im Gleichfeld des permanenten Magnetsystems das Stellglied dar, ein Prinzip, das sich in jahrzehntelanger Anwendung bewährt hat [9]. Das Lagesignal wird durch einen Übertrager vom Kompensationsstrom getrennt. Abstimmung der Spule auf Resonanz erhöht die Empfindlichkeit der Lagendetektion und behebt das unerwünschte elektrodynamische Richtvermögen.

Selbsttätige elektrostatische Kompensation

Abbildung 6 zeigt eine Anordnung zum Vergleich von mechanischen und elektrostatischen Kräften oder Momenten. Die Kraft F wirkt auf eine bewegliche Platte und verschiebt sie nach rechts. Hierdurch ändert sich das Verhältnis der Kapazitäten zwischen der Platte und den sie mit dem Abstand a einschließenden Elektroden. Mittelbar über einen Transformator erzeugt ein Oszillator an diesen eine erdsymmetrische Hochfrequenzspannung. Daher tritt an der verschobenen mittleren Platte ein



Abb. 6. Elektrostatische Meßgrößenumformung.

Hochfrequenzsignal gegenüber Erde auf. Hieraus entsteht durch Verstärkung und phasenabhängige Gleichrichtung die zur Auslenkung proportionale Spannung U_2 . Sie wird über einen hochohmigen Widerstand zur beweglichen Elektrode zurückgeführt. Ein Kondensator in der Leitung zum Verstärkereingang blockt den Gleichstrom ab, so daß U_2 voll an der mittleren Elektrode zur Wirkung kommt. Infolge der an den äußeren Elektroden erdsymmetrisch anliegenden Spannung U_1 entsteht eine Gegenkraft $F_{\rm el} = k_0 (F - F_{\rm el})$, worin k_0 den Verstärkungsfaktor in der offenen Regelschleife bedeutet. Bei hohem k_0 dreht die Gegenkraft F_{el} die Mittelelektrode bis auf einen sehr kleinen Restbetrag in die Ausgangslage zurück. der durch ein integrierendes Glied im Verstärker zum Verschwinden gebracht werden kann. Für die Spannung U_2 gilt dann die Beziehung $U_2 = Fk_1/U_1$, mit $k_1 = (\varepsilon \varepsilon_0 A/a^2)^{-1}$. Bei Atmosphärendruck hält die Luftdämpfung den Regelkreis stabil. Zur Anwendung im Vakuum ist hierzu elektrische Dämpfung durch ein Vorhaltglied im Verstärker erforderlich.

ELEKTROSTATISCHE DREHMOMENTMESSUNG ALS HILFSMITTEL ZUR BESTIMMUNG VON MOLEKULARGEWICHTEN

Bei der Molekulargewichtsmessung nach Knudsen wird die Probe in einem zylindrischen Behälter verdampft, der an einem Gehängedraht in einen Ofen hineinhängt und, wie oben in Abb. 7 gezeigt, zwei Bohrungen mit dem Abstand *l* zentralsymmetrisch zur Drehachse besitzt. Der Dampf der Probe tritt in Form von Molekularstrahlen in die evakuierte Umgebung aus. Es entsteht ein Reaktionsmoment $\tau = Fl = mvl$. Bei



Abb. 7. Molekulargewichtsbestimmung durch Rückstoß.



Abb. 8. Elektrodynamische Waage mit elektrostatischer Drehmoment-Meßeinrichtung.

bekannter Massenrate \dot{m} kann die Geschwindigkeit v der Moleküle und aus dieser und der Temperatur das Molekulargewicht berechnet werden. Demnach sind gleichzeitig eine Drehmomentmessung um eine vertikale Achse und eine Massenratemessung mit horizontaler Achse durchzuführen. Um gegenseitige Beeinflussung auszuschließen, wird die Massenrate mit einer elektrodynamischen Waage, das Drehmoment durch elektrostatische Kompensation erfaßt [10].

Abbildung 8 ist ein Schema der Meßanordnung. Das von der symbolisch gezeichneten Probe erzeugte Drehmoment wird über ein Kardangelenk auf einen Schaft übertragen, der mittels eines Torsionsbandes und zweier Hängebänder am Balken einer selbstkompensierenden Mikrowaage aufgehängt ist. Der Schaft trägt einen leichten metallenen Flügel, der sich in den Spalten von zwei gehäusefesten Elektrodenpaaren bewegt. Die Elektroden sind wie in Abb. 7 unten gezeigt, über Kreuz miteinander verbunden.



Abb. 9. Schaltung der Drehmoment-Meßeinrichtung.

In der Schaltung nach Abb. 9 sind sie als einfaches Elektrodenpaar wiedergegeben, das an die äußeren Enden der einlagigen zweiteiligen Primärwicklung eines Hochfrequenztransformators angeschlossen ist. Die einander zugekehrten Wicklungsenden sind einerseits über Kondensatoren mit einem Hochfrequenzoszillator verbunden, andererseits über Hochohmwiderstände an eine symmetrische Gleichspannungsquelle der Spannung U_1 gelegt. Dem Symmetriepunkt dieser Spannungsquelle wird die Ausgangsspannung U_2 eines Gleichstromverstärkers zugeführt, den die Spannung der gegeneinander geschalteten Sekundärspulen des Hochfrequenzatransformators mittelbar über einen Verstärker, einen phasenempfindlichen Gleichrichter und einen PID-Regler steuert. Die Spannung am Reglereingang entspricht der Differenz der Verschiebungsströme durch die Teilkapazitäten des Elektrodensystems. Sie ist proportional zur Auslenkung des Flügels. So schließt sich ein Regelkreis, der den Flügel parallel zur Mittelebene der Elektrodenspalte hält. Im Unterschied zur Schaltung in Abb. 7 liegt die mittlere Elektrode an Masse. Sie ist über Torsionsband und Hängebänder mit dem geerdeten Anschluß der Balkenspule verbunden und benötigt daher keine gesonderte bewegliche Zuleitung. Anzeigegröße für das auf den Flügel wirkende Drehmoment ist die Spannung U_2 zwischen dem Symmetriepunkt der Gleichspannungsquelle und Erde. Es gilt

 $U_2 = Mk_2/2U_1\varepsilon\varepsilon_0.$

worin die Gerätekonstante k_2 von den Dimensionen des Flügels und von Gestalt und Anordnung der Elektroden abhängt. Eine Empfindlichkeit von 10^{-12} Nm skt⁻¹ wird erreicht. In der Skizze ist angedeutet, daß die Elektroden oben und unten über den Flügel hinausragen, der seitlich etwas übersteht. Neigung des Waagebalkens und eventuell durch dessen Bewegung angeregte Schwingungen des Probenträgers in der Mittelebene des Meßsystems verursachen daher weder Nullpunkts- noch Empfindlichkeitsfehler, weil sich weder die Teilkapazitäten noch die Anziehungskräfte ändern. Schwingungen, die den Drehflügel parallel zu sich selbst verlagern, führen zu Empfindlichkeitsfehlern, die dem Quadrat der relativen Änderung des Abstandes Flügel-Elektroden proportional sind. Ein sehr präziser Aufbau des Systems und eine Arretierung, die den Schaft vor der Messung ohne Ruck freigibt, sind daher erforderlich.

Die Mikrowaage hat eine Tragkraft von ca. 15 g. Sie besitzt einen in Abb. 8 skizzierten, spannbandgelagerten Fachwerkbalken aus Ouarzelas mit einer angeschmolzenen Quarzplatte, die beidseitig geätzte Spulen trägt. sich zwischen den einander zugekehrten Polen zweier Hufeisenmagnete bewegt und die Kompensationskraft erzeugt. Zwischen den Schenkeln der Magnete sind symmetrisch zur Platte zwei hochfrequent erregte, rähmchenförmige Spulen befestigt, die in den geätzten Spulen das Lagesignal induzieren. Die Schaltung der Waage enthält einen Oszillator, einen Verstärker für das Lagesignal, einen phasenempfindlichen Gleichrichter, einen PID-Regler und einen Gleichstromverstärker zur Speisung der Kompensationspule. Ein Kompensationsbereich von 200 mg und eine Nullpunktsicherheit von $\pm 1 \,\mu g$ über mehrere Stunden im 10 mg Meßbereich wurden erreicht. Mit einem symmetrischen spannbandgelagerten Fachwerkbalken, der an beiden Enden je eine Quarzplatte mit zwei geätzten Spulen trug, ließ sich bei ungeregelter Raumtemperatur eine Nullpunktsicherheit besser als $0,1 \mu g$ über mehrere Stunden erzielen [11]. Noch günstiger verhielt sich ein Balken aus einer hochkantgestellten Quarzplatte mit zentral eingekitteter spannbandgelagerter Achse. Hier wurde eine Nullpunktsicherheit von ± 10 ng erreicht [12].

SCHWEBEWAAGEN

Bei den herkömmlichen Thermowaagen steht der Raum, in dem sich die Probe unter kontrollierten Bedingungen hinsichtlich Druck, Temperatur und Gaszusammensetzung befindet, über die reibungslose Durchführung für den Gehängedraht oder einen nach oben gerichteten Schalenträger in Verbindung mit dem Waagengehäuse. Daher ist nicht auszuschließen, daß die Waage mit Gasen oder Dämpfen aus dem Probenraum in Berührung kommt. Dies kann zu Meßfehlern durch Sorption und bei aggressiven Medien zur Beschädigung der Waage führen. Füllung des Waagengehäuses mit inertem Gas unter Überdruck mit einer schwachen Strömung zum Reaktionsraum bietet keinen sicheren Schutz gegen unerwünschten Gasübertritt und kann am Gehängedraht durch tangentiale Strömungskräfte Fehler verursachen. Umgekehrt könnten Ausgasungen aus der Waage bei sehr hohen Ansprüchen an das Vakuum stören.

Die erwünschte reibungsfreie Kraftübertragung aus dem Probenraum zur Waage durch eine gasdichte Trennwand gelingt mit Hilfe frei schwebender magnetischer Aufhängung. Eine magnetische Kupplung zwischen Waagschale und Waagebalken, bei der die tragenden Kraftlinien durch ein unmagnetisches und elektrisch isolierendes Fenster in der Wand des Reaktionsraums greifen, wurde bereits 1959 vorgeschlagen [13]. Eine solche Kupplung kann bie verminderten Ansprüchen an die Meßgenauigkeit auch direkt als Waage dienen.

Magnetische Schwebewaage mit Permanentmagnet und lichtelektrischem Lageindikator

Abbildung 10 zeigt ein sehr einfaches, zur Wägung geeignetes Schwebesystem. Ein Elektromagnet hält einen permanenten Stabmagneten in freier magnetischer Aufhängung. Nach dem Theorem von Earnshaw muß hierzu bei ferromagnetischen Partnern mindestens ein Freiheitsgrad des schwebenden Körpers festgelegt sein [14]. Im dargestellten System handelt es sich um die vertikale Verschiebung des Permanentmagneten. Für einen bestimmten Polabstand ist die Anziehungskraft gleich dem Gewicht des Schwebekörpers. Mit wachsendem Abstand überweigt das Gewicht, mit abnehmendem die Anziehungskraft. Die resultierende Kraft wirkt also in Bewegungsrichtung, das Gleichgewicht ist labil. Radial ist das System stabil, weil seitliche Auslenkung in beliebiger Richtung einer zentrierenden Rückstellkraft begegnet. Zur achsialen Stabiliserung dient ein Regelkreis.



Abb. 10. Magnetische Schwebewaage.



Abb. 11. Kraft und potentielle Energie bei magnetischer Aufhängung.

Am Schwebekörper ist eine Blende befestigt. Sie greift in eine gehäusefeste Lichtschranke ein, die den Erregerstrom des Elektromagneten steuert. Mit wachsendem Polabstand wird der Erregerstrom derart verändert, daß die Anziehungskraft zunimmt.

Abbildung 11 läßt die Veränderung der Abstands-Kraft-Kennlinie durch den Regelkreis erkennen. Die durch Integration erhaltene Potentialkurve zeigt ohne Regelung ein dem labilen Gleichgewicht entsprechendes Maximum, mit Regelung eine Mulde, die einem stabilen Gleichgewicht entspricht.

Zweckmäßig wird die Lichtschranke so justiert, daß der Polabstand des vom Regler erzwungenen stabilen Gleichgewichts mit dem des natürlichen labilen Gleichgewichts ohne Last übereinstimmt. Der Erregerstrom ist dann gleich Null. Oszillatorische Stabilität wird durch Dämpfung mittels eines PD-Glieds im Regelkreis erzielt, Konstanz des Abstands, als Voraussetzung einer linearen Last-Strom-Kennlinie, durch ein I-Glied. Zur Tarierung kann ein Konstantstorm durch eine Hilfswicklung des Elektromagneten dienen.

Schwebesystem mit koaxialen Magneten und Flußverdrängungs-Sensor

Das System ist als magnetische Kupplung konzipiert [15], kann jedoch auch als selbständige Waage dienen. Wieder hält ein Elektromagnet einen Permanentmagneten in der Schwebe.

Durch Hüllen aus Vacoflux (Abb. 12) wird die magnetische Streuung herabgesetzt. In der Öffnung des oberen Magnetgehäuses befindet sich eine Sensorspule für den Polabstand. Ihre Induktivität wird durch die Annäherung einer Kupferscheibe beeinflußt, die das untere Magnetgehäuse abschließt. Eine abgestimmte flache Spule, die nach dem rechten Teilbild an die Stelle der Kupferscheibe tritt, beeinflußt die Sensorspule ebenfalls und kann darüber hinaus zur Energieversorgung einer Telemetrieschaltung für die Meßwertübertragung von der Probe in den Außenraum dienen [16].



Abb. 12. Magnetische Kupplung für Semimikrowaagen.

Zusammen mit der festen Kapazität C_2 und einer parallel geschalteten Kapazitätsdiode bildet die Sensorspule gemäß Abb. 13 einen Schwingungskreis. Dieser liegt in Reihe mit dem Kondensator C_1 an der Sekundärwicklung eines Übertragers, der von einem spannungsgesteuerten



Abb. 13. Blockschaltung der Schwebekupplung.

Oszillator gespeist wird. Die Phasendifferenz der Teilspannungen an C₁ und am Schwingungskreis steuert diesen Oszillator mittelbar über einen Diskriminator und den Integrator I, so daß er auf der positionsabhängigen Eigenfrequenz der Sensorspule mit ihren Parallelkapazitäten schwingt. Im Gleichgewicht dieser phasenstarren Regelschleife ist die Steuerspannung des VCO ein Maß des Abstandes zwischen Sensorspule und Kupferscheibe. Sie wird zu einem PID-Regler geführt, der die Stromquelle zur Speisung des Elektromagneten steuert. Damit ist der Lageregelkreis geschlossen und das System stabilisiert. Soll es als Kupplung dienen, so führt man die an der Steuerwicklung abfallende Spannung über den Integrator II einer Kapazitätsdiode zu. Deren Kapazitätsänderung verschiebt dann die Sensorkennlinie soweit, bis der Erregerstrom verschwindet und der vom Lageregelkreis eingeregelte Abstand nach dem Abstands-Kraftgesetz des Magnetsystems dem Gewicht des schwebenden Teils entspricht. Diese unterlagerte Stromregelung bringt folgende Vorteile:

(i) in der Kraftspule fließen nur transiente Ströme; es wird keine nennenswerte Leistung umgesetzt. Fehler durch Konvektion entfallen.

(ii) Der Ausgangsstrombereich der Stromquelle ist stets voll verfügbar.

(iii) Die Ausgangsspannung des Integrators II stellt ein Maß für die anhängende Last dar. Durch Einwirkung dieser Spannung auf den Verstärkungsfaktor des Lageregelkreises läßt sich die Eigenfrequenz der Kupplung adaptiv steuern.

(iv) Bei verschwindendem Mittelwert des Stromes übt die Erregerspule keine Kräfte auf die ferromagnetischen Teile des Schwebesystems aus. Sie kann gehäusefest angeordnet werden, ohne daß dadurch Wägefehler entstehen.

Schwebewaage mit Polabstand als Zwischenergebnis

Wird der Mittelwert des Erregerstroms mit kleinstmöglichem Rest zum Verschwinden gebracht und der Polabstand möglichst genau gemessen, so kann aus diesem das gesuchte Gewicht bestimmt werden. Luce [17] hat die Grundlagen einer solchen Wägung sehr ausführlich untersucht und mit einem Modell bei einem Lastbereich von 50 g eine nutzbare Ablesbarkeit von 10 μ g erreicht. Zur Polabstandsmessung dient ein Wirbelstromsensor. Die gehäusefeste Sensorspule wird in einem Phasenregelkreis durch Frequenzvariation in Phasenresonanz betrieben und durch eine am Schwebekörper befestigte Aluminiumscheibe beeinflußt. Die resultierende Frequenz ist durch eine fallende gekrümmte Kennlinie mit dem Abstand verknüpft. Die VCO-Steuerspannung stellt den Momentanwert des Lagesignals dar und steuert auch den Schweberegler. Die Meßgröße Frequenz

wird durch Zählung gewonnen und digital weiterverarbeitet. Das Zusammenwirken von Kraft-Abstandskennlinie und Sensorkennline wirkt linearisierend. Bei geschickter Parameterwahl ist die Masse-Frequenzkennlinie weitgehend linear. Systematische Fehler entstehen durch die Temperaturabhängigkeiten der Remanenz des Magneten und des Widerstands der Sensorscheibe. Beide sind korrigierbar, ebenso die Temperaturabhängigkeit der Induktivität der Sensorspule.

Luce hat auch nachgewiesen, daß ein Schwebesystem mit unterlagerter Stromregelung keines Lagesensors bedarf, wenn die Geschwindigkeit des schwebenden Körpers relativ zum Elektromagneten detektiert wird. Diese läßt sich aus der in der Kraftspule induzierten Spannung ermitteln.

Schwebekupplungen für Mikrowaagen

Eisenrückschluß und Steuerwicklung der bis jetzt beschriebenen Kupplung belasten die Waage erheblich. Zur Verwendung mit Mikrowaagen ist Gewichtsreduktion erwünscht.

Bei der Schwebekupplung nach Abb. 14 wird das Stellglied durch eine gehäusefeste Spule L dargestellt. Die sich anziehenden Stabmagnete tauchen mit den einander abgewandten Enden in Strahlenbündel ein, und verändern die auf die Photodioden D_1 and D_2 fallenden Lichtströme. Die Summe der Diodenströme wird mit dem durch ICR verstärkten Strom der Referenzdiode D_3 verglichen. Die entstehende, linear vom Polabstand der Magnete abhängige Differenz steuert über den Verstärker IC3 den als PD-Regler beschalteten Verstärker IC4, dessen Ausgangsstrom durch die Kraftspule L fließt. Hier schließt sich der Regelkreis für den Polabstand, dessen Sollwert am Gegenkopplungswiderstand von ICR einstellbar ist. Der Spannungsabfall an L wird durch IC5 integriert und auf den Eingang



Abb. 14. Schwebekupplung für eine Mikrowaage.

von IC3 aufgeschaltet. Damit ist erreicht, daß sich der Polabstand der Stabmagnete stabil auf einen Wert einstellt, bei dem der Steuerstrom gleich Null ist und das Gewicht des unteren, mit Waagschale und Wägegut belasteten Magneten ausschließlich durch die permanentmagnetische Anziehungskraft getragen wird. Die gehäusefeste Spule übt dann keine den Meßwert verfälschenden Kräfte auf die Magnete aus. Bei sehr hohen Ansprüchen an die Meßgenauigkeit kann durch einen weiteren Regelkreis eine stets symmetrische Stellung des Magnetpaars relativ zur Spule erzwungen werden. Diese Maßnahme setzt die Kraftwirkung eines restlichen Spulenstroms nochmals um mindestens eine Zehnerpotenz herab. Hierzu vergleicht der Verstärker IC6 die durch IC1 und IC2 verstärkten Diodenströme von D_1 and D_2 und steuert mit einer zu deren Differenz proportionalen Spannung den Motor M. Dieser verschiebt eine die Lichtschranken und die Kraftspule tragende Platte in senkrechter Führung, bis die auf D₁ and D₂ treffenden Lichtströme gleich sind, d.h. die Lichtschranken und damit auch die Spule symmetrisch zum Polspalt stehen.

Schwebekupplung mit magnetostatischem Lagesensor

Mit dem Ziel einer verdrehungssicheren, zur Übertragung der Gewichtskraft aus einem Autoklaven auf eine elektrische Mikrowaage geeigneten Kupplung, hat Pahlke [12] die in Abb. 15 skizzierte Anordnung entwickelt. Er verwendet Paare von Stabmagneten, die einander parallel gerichtet und an je einer Traverse zur Aufhängung an der Waage und zum Anhängen der



Abb. 15. Schwebesystem mit magnetostatischen Sensoren.

Waagschale befestigt sind. Die unteren Magnete greifen in Sacklöcher des unmagnetischen Autoklavendeckels ein, von dem ein Ansatz in die Kraftspule hineinragt. Im Schwebezustand liegen die Polspalte der Magnete bei einer mittleren Last symmetrisch zur Mittelebene der Spule. Unterhalb der Steuerwicklung sind, symmetrisch zum unteren Magnetpaar, zwei Hallsonden gehäusefest angebracht, die auf die Radialkomponente des von den Stabmagneten erzeugten Feldes ansprechen. Für gegebene feste Position des oberen Magneten geht diese Komponente bei einem bestimmten Polabstand durch Null. Die Summe der Hallspannungen steuert über den Lageregler die Kraftspule. Bei Schwingungen des unteren Magnetpaares in der Zeichenebene des rechten Teilbildes heben sich die gegenläufigen Abstandsänderungen zwischen Sonden und Magneten im Summensignal weitgehend auf. Schwingungen in dazu senkrechter Ebene erzeugen durch das Vorhandensein von je zwei Magneten ebenfalls nur geringe Störsignale. Ein Übersprechen des steuernden Magnetfeldes kann durch Aufschalten einer dem Steuerstrom proportionalen Spannung auf den Eingang des Lagereglers korrigiert werden. Bei der Stromregelung auf Null wird das im Stromregler gebildete Integral des Steuerstroms zum Sollwert des Lagereglers addiert. Eine nutzbare Auflösung von $\pm 1 \mu g$ wurde erzielt.

Simultane Messung von Gewicht und Drehmoment mit einem Schwebesystem

Koppe [11] hat die Anziehungskraft zwischen den einander zugewandten Polen zweier Permanentmagnete zur freien Aufhängung benutzt.

Der obere Magnet, der eine Steuerwicklung besitzt, befindet sich nach Abb. 16 außerhalb des Reaktionsraums, der untere, schwebende trägt eine Traverse, an deren Ende quadratische Kupferplatten befestigt sind. Der Deckel des Reaktionsraums besteht aus unmagnetischem Stahl mit relativ hohem spezifischen Widerstand. Vier darauf befestigte induktive Abstandsfühler sind in eine Schaltung eingegliedert, die sowohl den mittleren Polabstand der Magnete, als auch die Verdrehung des unteren Magneten erfassen kann. Der Polabstand wird durch einen PID-Regler



Abb. 16. System zur Messung von Gewicht und Drehmoment.

konstant gehalten. Aus dem Strom durch die Steuerwicklung ergibt sich das am unteren Magneten hängende Gewicht. Die Verdrehung des unteren Magneten ist ein Maß für das auf ihn wirkende Drehmoment. Der Steuerstrom des Elektromagneten beeinflußt allerdings die Empfindlichkeit der Drehmomentmessung, das Drehmoment die Konstante der Wägung. Beide Einflüsse sind schaltungstechnisch oder rechnerische korrigierbar. Für Lasten bis zu 10 g wurde eine nutzbare Empfindlichkeit von 10 Skulenteilen je Milligramm erzielt. Die Konstante der Drehmomentmessung betrug 5 mV je μ Nm.

Schwebekopplung mit sich abstoßenden Magneten

Zur Kopplung einer oberschaligen Waage mit einer frei im Reaktionsraum schwebenden Schale können auch abstoßende Kräfte dienen. Wagner [18] hat diesen Lösungsweg eingehend untersucht. Er verwendete zwei axial magnetisierte Ringmagnete, von denen der untere auf der eigentlichen Waage lag, während der durch Abstoßung schwebend gehaltene obere Magnet durch je eine Regelschleife in zwei horizontalen Richtungen stabilisiert wurde. Die hierzu dienenden Steuermagnete und magnetostatischen Abstandsfühler waren starr mit der Schale der Waage



Abb. 17. Axial stabilisiertes Schwebesystem für eine Hochdruck-Schwebewaage: A, Schale; B, Kraftspule; C, Kurzschlußring; D, Differentialdrossel; E, Tauchspule der Waage.

verbunden. Die unerwünschte direkte Einwirkung der Steuermagnete auf die Abstandsfühler wurde schaltungstechnisch kompensiert.

Das gleiche Ziel kann jedoch durch Kombination von zwei ungeregelten, radial stabilen und axial instabilen magnetischen Führungen, eines axial wirkenden elektromagnetischen Stellgliedes und eines induktiven Positionsdetektors auch mit einer einzigen Regelschleife erreicht werden [19].

Wie in Abb. 17 zu erkennen, trägt die Tauchspule E der eigentlichen Waage einen aixal geführten Käfig. Dieser enthält oben und unten die Ringmagnete der beiden Führungen und dazwischen den Stator B des elektromagnetischen Stellgliedes sowie die Differentialdrossel D des Positionsdetektors. Auf dem schwebenden Schaft der Waagschale A sind die inneren Magnete der Führungen, der zentrale Magnet des Stellgliedes und, als Partner von D ein Kurzschlußring C befestigt. Ein Glasmantel trennt den Reaktionsraum von dem mit einer inerten Flüssigkeit gefüllten Waageraum. Beide Räume stehen mithilfe eines ausgleichenden Faltenbalges unter gleichem Druck.

LITERATUR

- 1 R. Vieweg und Th. Gast, Kunststoffe, 34 (1944) 6.
- 2 A. Czanderna und S.P. Wolsky, Microweighing in Vacuum and Controlled Environments, Elsevier, Amsterdam, 1980.
- 3 R. Bowers und E.A. Long, Rev. Sci. Instrum., 26 (1955) 237.
- 4 H. Mayer, R. Niedermayer, W. Schroen, D. Stuenkel und H. Göhre, Vac. Microbalance Tech., 3 (1963) 75.
- 5 J. Reimpell, W. Bachmann und B.F. Voigt, Handbuch des Waagenbaues, Band 3, Verlag Handwerk und Technik, Berlin, 1966.
- 6 Th. Gast, Z. Staub, 41 (1955) 388.
- 7 Th. Gast, Konstruktion in Maschinen- Apparate- und Gerätebau, 29 (1977) 231.
- 8 Produktinformation der Fa. Sartorius, Modell M25 D, 1991.
- 9 Th. Gast, Umschau, 60 (1960) 237.
- 10 Th. Gast, Thermal Analysis, Vol. 1, Proc. 3rd ICTA, Davos, 1971, H.G. Wiedemann Arsg. Birkhäuser, Basel.
- 11 K. Koppe, Dissertation T.U. Berlin, 1977, D 83.
- 12 W. Pahlke, Dissertation T.U. Berlin, 1991, D 83.
- 13 Th. Gast, Vortrag bei Dechema Jahrestagung 1959, DECHEMA Monogr., 38 (1960) 1.
- 14 A. Mirahmadi, Dissertation T.U. Berlin, 1981, D 83.
- 15 Th. Gast, Measurement, 4 (1986) 53.
- 16 Th. Gast, H. Jakobs und G. Luce, Thermochim. Acta, 82 (1984) 1.
- 17 G. Luce, Dissertation T.U. Berlin, 1991, D 83.
- 18 F.E. Wagner, Dissertation T.U. Berlin, 1973, D 83.
- 19 Th. Gast, A. Mirahmadi and F.E. Wagner, Acta IMEKO, 1979, 599, Akadem Kiado, Budapest.