

2014•2015
FACULTEIT INDUSTRIËLE INGENIEURSWETENSCHAPPEN
master in de industriële wetenschappen: elektromechanica

Masterproef

Ontwerp van een oven voor het meten van elastische eigenschappen van halfgeleiders in inerte atmosfeer tot 1500°C

Promotor :
dr. Stan WOUTERS

Promotor :
ing. BART BOLLEN

Mathias Kellens , Ian Van Clé

Scriptie ingediend tot het behalen van de graad van master in de industriële wetenschappen: elektromechanica

Gezamenlijke opleiding Universiteit Hasselt en KU Leuven

2014•2015

Faculteit Industriële

ingenieurswetenschappen

master in de industriële wetenschappen: elektromechanica

Masterproef

Ontwerp van een oven voor het meten van elastische eigenschappen van halfgeleiders in inerte atmosfeer tot 1500°C

Promotor :
dr. Stan WOUTERS

Promotor :
ing. BART BOLLEN

Mathias Kellens , Ian Van Clé

Scriptie ingediend tot het behalen van de graad van master in de industriële wetenschappen: elektromechanica

WOORD VOORAF

Elke student in het hoger onderwijs dient in zijn laatste opleidingsjaar de kennis, inzichten en vaardigheden die hij in zijn opleiding heeft verworven te bundelen in een proefschrift. Het departement Faculteit Industriële Ingenieurswetenschappen aan de UHasselt vormt geen uitzondering op deze regel waardoor ook wij deze uitdaging zijn aangegaan, zij het in de vorm van een masterproef en in opdracht van IMCE NV. Het mag duidelijk zijn dat we met dit project een waardige afsluiter willen bieden aan onze opleiding tot industrieel ingenieur; een project waar we het voorbije werkjaar 2014-2015 erg hard aan gewerkt hebben.

Met onderstaande scriptie, een omvangrijk onderdeel van onze masterproef, probeerden we een theoretisch en praktisch onderbouwde analyse te maken. We deden dan ook heel wat kennis op inzake ovenbouw en daarmee samenhangende componenten. Ook het belang van doelgericht werken, een goede planning en een constructieve samenwerking hebben we zonder meer als een meerwaarde ervaren.

Dit project komt echter niet enkel door ons tot stand. Het afgelopen academiejaar hebben we kunnen terugvallen op enkele experts die ons steevast met raad en daad hebben bijgestaan. Graag willen we daarom onze externe promotoren Bart Bollen en Theo Bollen, verbonden aan IMCE NV, bedanken om ons bij te staan en ons te begeleiden tijdens het uitvoeren van de masterproef. Bij uitbreiding wensen we ook alle medewerkers van IMCE te bedanken; zij hebben allen hun steentje bijgedragen om dit voor ons een aangename en leerrijke ervaring te maken. Verder richten we een woord van dank aan onze interne promotor Stan Wouters om onze masterproef op te volgen en ons te helpen.

We willen ook onze dank betuigen aan Jeroen Lievens. Hij heeft onze teksten en andere opdrachten met een sterk oog voor detail taalkundig gecorrigeerd. Mede dankzij hem is deze scriptie nu een samenhangend geheel dat alle elementen omvat.

Als laatste willen we nog een woord van dank richten aan de heer Akhilesh K. Swarnakar. Hij heeft een doctoraatstudie gedaan aan de KU Leuven omtrent het onderwerp halfgeleiders. Ondanks zijn drukke agenda heeft hij toch altijd onze vragen proberen te beantwoorden.

INHOUDSOPGAVE

Woord vooraf.....	1
Inhoudsopgave.....	3
Lijst van tabellen	7
Lijst van figuren	9
Abstract.....	11
Abstract in English.....	13
1 Inleiding	15
1.1 Situering	15
1.2 Probleemstelling	15
1.3 Doelstellingen.....	16
1.4 Materiaal en methode	16
2 Literatuurstudie.....	19
2.1 Halfgeleidermaterialen.....	19
2.1.1 Theorie van halfgeleiders	19
2.1.2 PN-overgang.....	21
2.1.3 Band gap.....	22
2.1.4 Elektrische mogelijkheden van de PN-overgang.....	22
2.1.5 Verschillende halfgeleidermaterialen.....	23
2.2 Verwarmingsmethodes	26
2.2.1 Weerstandsverwarming.....	26
2.2.2 Inductieverwarming	26
2.2.3 Infraroodverwarming.....	27
2.3 Impulse Excitation Technique	29
2.3.1 E-modulus	30
2.3.2 G-modulus	31
2.3.3 Coëfficiënt van Poisson	31
2.3.4 Damping	32
2.4 Inerte atmosfeer in de proceskamer.....	32
2.5 Concurrerende ovenbouwers.....	32
2.6 Isolatie en hitteschilden	35
2.7 Temperatuursmeting	36
2.7.1 Thermokoppel	36
2.7.2 Pyrometer.....	37
2.8 Trillingsmeting	38

2.8.1 Trillingsopname via accelerometer	40
2.8.2 Trillingsopname via microfoon	40
2.8.3 Trillingsopname via laser vibrometer	41
3 Eisen aan de oven.....	43
3.1 Eisen op gebied van temperatuur	43
3.2 Eisen aan het testmonster.....	44
3.2.1 Testmonsters met rechthoekige doorsnede	44
3.3 Eisen op gebied van zuiverheid	45
3.4 Overige eisen	46
4 Keuze van de verwarmingsmethode.....	47
4.1 Infraroodverwarming	47
4.2 Inductieverwarming.....	48
4.3 Weerstandsverwarming	49
5 Materiaalonderzoek	51
5.1 Onderzoek naar geschikte atmosfeer	51
5.1.1 Vacuümatmosfeer	51
5.1.2 Inerte atmosfeer	52
5.2 Materiaal verwarmingselementen	52
5.2.1 Molybdeen.....	53
5.2.2 Wolfram.....	53
5.2.3 Siliciumcarbide.....	54
5.2.4 Molybdeendisilicide	54
5.2.5 Grafiet.....	54
5.3 Materiaal isolatie.....	55
5.3.1 Isolatie – Koolstof.....	55
5.3.2 Isolatie – Grafiet.....	56
5.3.3 Isolatie – Aluminiumoxide + Siliciumoxide	56
5.3.4 Hitteschild – Wolfram.....	58
5.3.5 Hitteschild – Molybdeen.....	58
5.3.6 Hitteschild – Tantalium	58
5.3.7 Hitteschild – Niobium.....	58
5.3.8 Overzicht materialen hitteschild	58
5.4 Materiaal oplegging	59
5.5 Materiaal geleidingsbuis.....	61
5.6 Materiaal behuizing	62

6 Conceptueel ontwerp.....	65
6.1 Concept 1.....	65
6.1.1 Conclusie concept 1.....	67
6.2 Concept 2.....	69
6.2.1 Conclusie concept 2.....	72
6.3 Concept 3.....	74
6.3.1 Conclusie concept 3.....	76
6.4 Uiteindelijke oplossing.....	77
7 Thermische analyse.....	79
7.1 Opstellen van het model.....	79
7.2 Analyse warmtetransport in oven.....	80
7.2.1 Algemene aannames.....	80
7.2.2 Materiaaleigenschappen.....	80
7.2.3 Berekening warmtetransport.....	81
7.2.4 Bespreking van het resultaat.....	84
7.3 Temperatuursgradiënt is de isolatie.....	84
7.3.1 Thermische analyse bodemisolatie.....	84
7.3.2 Thermische analyse bovenkant isolatie.....	85
7.3.3 Bespreking temperatuursgradiënten in isolatie.....	86
8 Definitief ontwerp.....	87
8.1 Overzicht van het ontwerp.....	87
8.2 Aanpassen van de bestaande bodemplaat.....	89
8.2.1 plaatsing keramische afscherming.....	89
8.2.2 Thermische uitzetting.....	91
8.2.3 plaatsing en bevestiging microfoon.....	92
8.2.4 Plaatsing thermokoppel.....	98
8.2.5 aanpassing koelplaat bodem.....	99
8.2.6 bevestiging excitator.....	100
8.2.7 Argon toevoer.....	102
8.3 Ontwerp opstelling.....	102
8.3.1 Uitzetting van de opstelling.....	104
8.3.2 Afmetingen van de opstelling.....	104
8.3.3 Afmetingen monster.....	107
9 Besluit.....	109
Bibliografie.....	111

LIJST VAN TABELLEN

Tabel 1: Toepassingen van materiaaleigenschappen	15
Tabel 2: Vergelijking concurrerende ovenbouwers	34
Tabel 3: vergelijking warmtegeleiders	35
Tabel 4: Overzicht thermokoppels type S, R en B.....	37
Tabel 5: toelaatbare temperaturen van uitwendige oppervlakken	43
Tabel 6: ISO 14644-1 en FED STD 209E equivalent.....	45
Tabel 7: SEMI F-21-1102	45
Tabel 8: Dampdrukken van verschillende halfgeleidermaterialen.....	51
Tabel 9: Weerstandsverwarmingselementen	53
Tabel 10: Thermische eigenschappen	53
Tabel 11: Eigenschappen isolatiematerialen.....	57
Tabel 12: Eigenschappen materialen hitteschild.....	59
Tabel 13: Corrosieresistentie van hitteschilden	59
Tabel 14: Vergelijking materialen draden ophanging	60
Tabel 15: Eigenschappen dichte Al ₂ O ₃	61
Tabel 16: Relevante eigenschappen staal en aluminium.....	62
Tabel 17: Eigenschappen CBCF 14VF-2000	65
Tabel 18: Toetsen van het concept aan de eisen.....	68
Tabel 19: Toetsen van het concept aan de eisen.....	73
Tabel 20: Toetsen van het concept aan de eisen.....	76
Tabel 21: Thermische eigenschappen stoffen in thermisch model.....	80
Tabel 22: Specifieke warmtecapaciteit componenten isolatie.....	81

LIJST VAN FIGUREN

Figuur 1: Elektronenconfiguratie van silicium	19
Figuur 2: Kristalstructuur van silicium.....	20
Figuur 3: Dotatie van silicium met fosfor.....	20
Figuur 4: Dotatie van silicium met boor	21
Figuur 5: Verarmingszone op de PN-overgang.....	21
Figuur 6: : Band gap van metalen, halfgeleiders en isolatoren	22
Figuur 7: Elektromagnetisch spectrum	27
Figuur 8: Opbouw van een infraroodverwarmingselement	28
Figuur 9: Absorptiecoëfficiënt.....	29
Figuur 10: Oplegging en excitatie voor berekening E-modulus	30
Figuur 11: Oplegging en excitatie voor berekening G-modulus	31
Figuur 12: Demping van een signaal.....	32
Figuur 13: Bouw thermokoppel.....	36
Figuur 14: Elektromagnetisch spectrum.....	37
Figuur 15: Schematische werking RFDA-software	39
Figuur 16: Grafiek gedempte trilling.....	39
Figuur 17: Schematische werking piëzo microfoon	41
Figuur 18: Schematische werking laser vibrometer	41
Figuur 19: Voorbeeld dopplereffect - bewegende bron.....	42
Figuur 20: Reflectie-eigenschap van een parabool.....	47
Figuur 21: Verandering van opwarmsnelheid.....	48
Figuur 22: principe van inductie	48
Figuur 23: Ultraboord	57
Figuur 24: UltraVac	57
Figuur 25: resultaat analyse vacuüm.....	63
Figuur 26: Vergelijkingen massadichtheden lucht en argon	66
Figuur 27: Concepttekening 1.....	67
Figuur 28: Bovenaanzicht concept 2.....	69
Figuur 29: Vooraanzicht doorsnede bovenkant.....	70
Figuur 30: Vooraanzicht doorsnede bodem	70
Figuur 31: Oplegging testmonster	71
Figuur 32: Onderaanzicht bodem.....	72
Figuur 33: Doorsnede vooraanzicht bovenkant.....	74
Figuur 34: Doorsnede vooraanzicht bodemplaat.....	75
Figuur 35: Aangepaste oplegging	76
Figuur 36: Doorsnede HTVP1600	79
Figuur 37: warmteverdeling zonder afscherming	83
Figuur 38: warmteverdeling met afscherming.....	83
Figuur 39: warmteverdeling in bodemisotatie	85
Figuur 40: warmteverdeling in bovenkant isolatie	86
Figuur 41: Meetopstelling met microfoon recht	87
Figuur 42: Meetopstelling met microfoon onder een hoek.....	88
Figuur 43: Volledige onderkant oven	88
Figuur 44: Systeem op profielen.....	89
Figuur 45: Standaard afscherming	90

Figuur 46: Onbewerkte bodemplaat.....	90
Figuur 47: Doorsnede bodemplaat.....	92
Figuur 48: Bodemplaat met slede in 3D (links) – Doorsnede bodemplaat met afscherming (rechts).....	92
Figuur 49: Doorsnede bodemplaat met microfoon recht.....	93
Figuur 50: Doorsnede bodem met microfoon recht.....	94
Figuur 51: Bevestiging microfoon recht.....	95
Figuur 52: Doorsnede bodemplaat met microfoon onder een hoek.....	96
Figuur 53: Doorsnede bodem met microfoon onder een hoek.....	96
Figuur 54: Bevestiging microfoon onder een hoek.....	97
Figuur 55: Doorsnede bodemplaat thermokoppel.....	98
Figuur 56: Onderaanzicht koelplaat.....	99
Figuur 57: Bevestigingsplaat excitatory.....	100
Figuur 58: Bevestiging excitator.....	101
Figuur 59: bevestiging excitator aan koelplaat en bodemplaat.....	101
Figuur 60: Doorsnede bodemisolatie.....	102
Figuur 61: Afmetingen testmonster.....	103
Figuur 62: Afmetingen keramische afscherming.....	103
Figuur 63: Onderaanzicht van de opstelling in de afscherming.....	104
Figuur 64: oplegging testmonster.....	105
Figuur 65: Bewerkte zijplaat van de meetopstelling.....	106
Figuur 66: Verbindingsstaaf met ringen voor ophanging.....	107

ABSTRACT

IMCE te Genk ontwerpt meetsystemen om de elastische eigenschappen van materialen te meten bij verschillende temperaturen. Dit wordt gerealiseerd door een testmonster mechanisch te exciteren en de resulterende trilling te meten. Vervolgens bepaalt men softwarematig de elastische eigenschappen. Het doel van deze masterproef is het ontwerpen van een proceskamer waarin de verandering van de elastische eigenschappen van halfgeleiders van kamertemperatuur tot maximaal 1500°C kunnen bepaald worden. De bestaande systemen zijn namelijk niet geschikt om te gebruiken voor halfgeleiders.

De grootste uitdaging in het ontwerp is de combinatie van het behouden van de zuiverheid in de proceskamer en dit in een temperatuurgebied van kamertemperatuur tot de maximale temperatuur.

Om dit doel te bereiken, heeft er een diepgaande studie plaatsgevonden naar geschikte materialen en onderdelen, die enerzijds de zuiverheid van het testmonster niet beïnvloeden en anderzijds geschikt zijn om te gebruiken bij de maximale temperatuur. Na uitvoerig onderzoek bleek het de beste oplossing om een bestaand systeem aan te passen. Een keramische afscherming kan contaminatie verhinderen, maar het moet nog mogelijk zijn om het testmonster tot 1500 °C te brengen. Hiervoor werd met het CAD-pakket Creo de temperatuurgradiënt in deze keramische afscherming onderzocht. Door het plaatsen van een afscherming, kunnen de meetinstrumenten niet meer bij het testmonster. De bodemplaat dient hiervoor aangepast te worden.

ABSTRACT IN ENGLISH

IMCE in Genk designs measurement systems that determine the elastic properties of different materials at different temperatures. This is realized by mechanical excitation of a workpiece and measurement of the resulting vibration. Next, software is used to determine the elastic properties of the material. The objective of this master's thesis is to design a furnace that can measure the change of the elastic properties of semiconductor materials, from room temperature up to a 1500°C. The existing furnaces aren't suited to be used with semiconductor materials.

The biggest challenge in the designing process was the combination of maintaining the purity inside the furnace in the temperature range from room temperature up to 1500°C.

To reach this objective, a study has been performed in search of suitable materials and components. After research it appeared that the best solution is to redesign an existing furnace. A ceramic shielding keeps the workpiece from contamination, but it still needs to be possible to be heated up to 1500°C. To check this, the CAD-package Creo has been used to simulate the temperature distribution inside the ceramic shielding. By placing the shielding, the measurement equipment is unable to reach the workpiece. That is why the bottom plate has to be adapted.

1 INLEIDING

1.1 SITUERING

Deze masterproef vond plaats binnen de KMO IMCE NV te Genk. Dit bedrijf is sinds 1995 actief in het ontwerpen van toestellen voor het niet-destructief meten van elastische eigenschappen bij temperaturen van -100°C tot 1750°C . Enkele toepassingen hiervan staan in tabel 1.

Tabel 1: Toepassingen van materiaaleigenschappen

Materiaal	Toepassing
Staal	Blootleggen van defecten door het meten van interne wrijvingen
Coatings	Elastische eigenschappen op verschillende temperaturen meten
Vuurvaste materialen	Materiaaleigenschappen op hoge temperaturen meten
Keramiëk	Niet-destructieve testen op verschillende temperaturen
Gietijzer	Niet-destructieve testen op verschillende temperaturen
Poreuze materialen	Niet-destructieve testen van elastische eigenschappen
Kwaliteit	Kwaliteitscontrole van o.a. gegoten motorblokken, roetfilters, ...

Bij het meten van deze eigenschappen wordt gebruik gemaakt van de *Impulse Excitation Technique* (IET). Dat houdt in dat het testmonster mechanisch wordt geëxciteerd en de resulterende trilling wordt gemeten. Via *Resonance Frequency and Damping Analysis* software (RFDA-software) wordt de trilling verwerkt en kan men de volgende materiaaleigenschappen bepalen: de E-modulus, de G-modulus, de coëfficiënt van Poisson en de demping.

Alle ovens en testopstellingen worden volledig ontworpen en gebouwd binnen het bedrijf. Enkele voorbeelden van deze producten zijn:

- ovens met maximale temperaturen tot 1750°C , die kunnen werken onder een gewone atmosfeer, een vacuümatmosfeer of een inerte atmosfeer;
- RFDA-opstellingen voor het meten van de resonantiefrequenties en de demping van bepaalde materialen op kamertemperatuur;
- verschillende dragende opstellingen voor testmonsters in allerlei vormen.

IMCE levert aan verschillende prominente onderzoeksinstituten over de hele wereld. Ze hebben dit jaar zes complete ovens gebouwd. Hun technieken zijn binnen het gebied van kwaliteitscontrole nog vrij onbekend, maar de laatste jaren is er vanuit de bedrijfswereld meer interesse om ze te implementeren, met goede resultaten tot gevolg.

1.2 PROBLEEMSTELLING

Tijdens de productieprocessen van halfgeleiders spelen thermische en mechanische spanningen een grote rol. Siliciumkristallen worden bijvoorbeeld geproduceerd volgens het Czochralski-proces. Hierbij wordt een enkelvoudig siliciumkristal getrokken uit een bad van gesmolten silicium. Details over het Czochralski-proces volgen in paragraaf 2.1 "Halfgeleidermaterialen". Bij de overgang van gesmolten materiaal naar kristal bouwen zich grote thermische spanningen op die kunnen leiden tot de vorming van dislocaties. [1] Deze dislocaties zorgen ervoor dat het kristal het sneller begeeft, waardoor de maximale diameter en lengte van het kristal beperkt worden. Door onderzoek te verrichten naar de verandering van de elastische eigenschappen van halfgeleiders in functie van temperatuur kunnen deze kristalgroeitechnieken geoptimaliseerd

worden. Vooral de elastische eigenschappen van het halfgeleidermateriaal net onder de smeltemperatuur is belangrijk bij de kristalgroeitechnieken.

De ovens die IMCE momenteel produceert zijn geschikt om de elastische eigenschappen van verschillende materialen te meten bij temperaturen tot 1750°C. De bestaande ovens zijn echter niet geschikt om halfgeleidermaterialen in te meten. Halfgeleidermaterialen zijn immers gevoelig voor reactieve stoffen en onzuiverheden, vooral op verhoogde temperaturen. Silicium bijvoorbeeld oxideert vanaf 900°C in lucht en vanaf 1400°C vormt zich siliciumnitride door stikstofgas, dat zich ook in lucht bevindt. [2] Ook de materialen die gebruikt worden in de huidige ovens van IMCE kunnen voor reacties met of verontreiniging van halfgeleidermaterialen zorgen.

Wanneer halfgeleidermaterialen op hoge temperaturen worden gemeten, is het dus nodig dat de atmosfeer waarin het testmonster zich bevindt vrij is van reactieve stoffen en onzuiverheden. Zuurstofgas en stikstofgas zorgen er namelijk voor dat afzettingen zich op het testmonster voordoen. Deze afzettingen beïnvloeden de massa en de afmetingen van het testmonster. Deze parameters moeten zeer nauwkeurig gekend zijn bij het gebruik van de *Impulse Excitation Technique*. Wanneer de afmetingen veranderen is namelijk de berekening van de E- en G-modulus niet meer juist. Een oxidelaag op het oppervlak van het testmonster verhoogt ook de hardheid van het oppervlak. Hierdoor komen de gemeten elastische eigenschappen niet langer overeen met de werkelijke eigenschappen.

1.3 DOELSTELLINGEN

Deze masterproef omvat het ontwerp van een oven voor het meten van elastische eigenschappen van halfgeleiders van kamer- tot smeltemperatuur. Deze eigenschappen zijn de E-modulus, de G-modulus, de coëfficiënt van Poisson en de demping. Silicium is het meest gebruikte halfgeleidermateriaal. Aangezien de smeltemperatuur van silicium rond 1410°C ligt, is er een bovengrens gesteld aan de maximale temperatuur van de oven van 1500°C. [3] Verdere eisen waaraan de oven moet voldoen worden weergegeven in hoofdstuk 3 "Eisen aan de oven".

1.4 MATERIAAL EN METHODE

Het ontwerp van de oven vond plaats in verschillende stappen. Eerst werd er een literatuurstudie uitgevoerd, waarin volgende zaken werden onderzocht:

- de werking en eigenschappen van halfgeleiders;
- de verschillende mogelijke verwarmingsmethodes;
- de werking van de *Impulse Excitation Technique*;
- het gebruik van een inerte atmosfeer;
- het ontwerp van bestaande ovens;
- de verschillende soorten isolatie;
- de verschillende soorten temperatuurmetingen;
- de verschillende soorten trillingsmetingen.

Na de literatuurstudie is er een eisenpakket samengesteld waaraan de oven moet voldoen. Aan de hand van dit eisenpakket werd de verwarmingsmethode gekozen, alsook de materiaalkeuze van de verschillende elementen in de oven.

De volgende stap in het ontwerpproces besloeg het uitwerken van verschillende concepten. Deze concepten werden ruw uitgewerkt, om het ontwerp verder af te werken. Aan de hand van

deze verschillende concepten is uiteindelijk besloten om een bestaande oven van IMCE aan te passen. Deze bestaande oven is de HTVP1600, een oven die onder verschillende atmosferen kan meten tot 1600 °C. Deze oven maakt gebruik van elektrische verwarmingselementen uit molybdeendisilicide die het testmonster opwarmen via weerstandsverwarming. De isolatie bestaat uit poreuze aluminiumoxide en de temperatuur van het testmonster wordt gemeten met een thermokoppel dat zo dicht mogelijk bij het testmonster wordt geplaatst.

De HTVP1600 werd zodanig aangepast dat deze wel geschikt werd om er halfgeleidermaterialen in te meten. Dit werd gerealiseerd door een keramische afscherming uit dichte aluminiumoxide te voorzien die het testmonster afschermt van de reactieve stoffen en onzuiverheden in de oven. Om te controleren of het afgeschermd testmonster de gewenste temperatuur kan bereiken, is een thermische analyse uitgevoerd. Aan de hand hiervan kon de ideale positie van het testmonster en het thermokoppel onder de afscherming bepaald worden.

2 LITERATUURSTUDIE

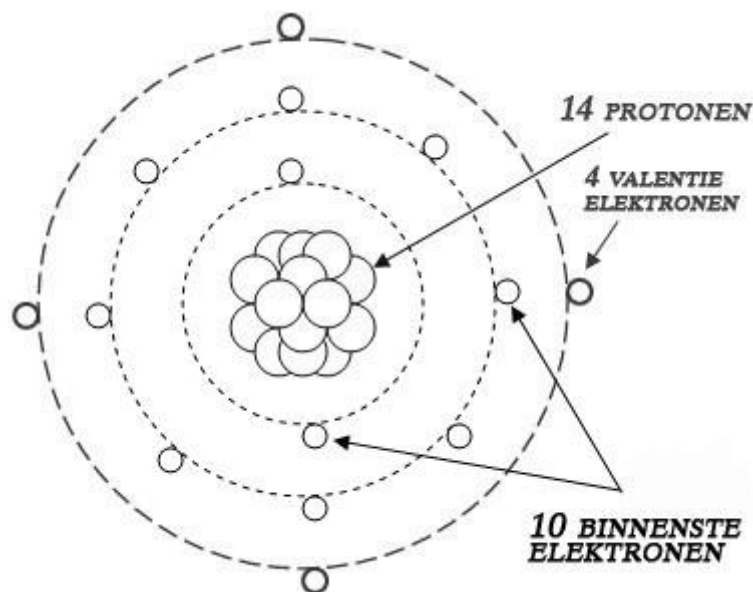
2.1 HALFGELEIDERMATERIALEN

De dag van vandaag zijn halfgeleiders niet meer weg te denken uit het dagelijkse leven. Ze worden gebruikt om diodes te maken die gebruikt worden in alle hedendaagse elektronische toestellen. Diodes zijn de belangrijkste elementen in de productie van geïntegreerde schakelingen.

Onderstaande paragrafen (2.2.1 “Theorie van halfgeleiders” tot 2.2.4 “Elektrische mogelijkheden van de PN-overgang”) zijn gebaseerd op “Electronics Guide” van Robin Vandenberg [4] tenzij anders gerefereerd.

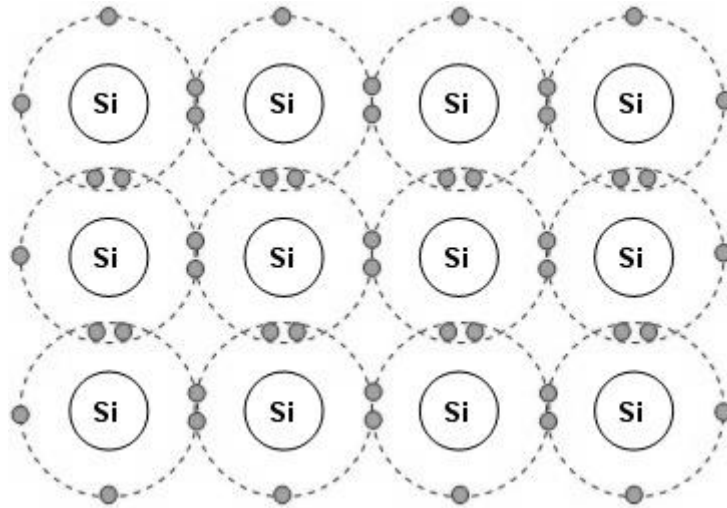
2.1.1 THEORIE VAN HALFGELEIDERS

Halfgeleidermateriaal bestaat uit atomen (of verbindingen) met vier vrije elektronen op de buitenste schil, de zogenaamde valentie-elektronen. Figuur 1 geeft een schematische voorstelling weer van een siliciumatoom, met zijn valentie-elektronen. Om de werking van halfgeleidermaterialen uit te leggen wordt silicium verder als voorbeeld gebruikt. Silicium is namelijk het meest gebruikte materiaal om halfgeleiders te produceren.



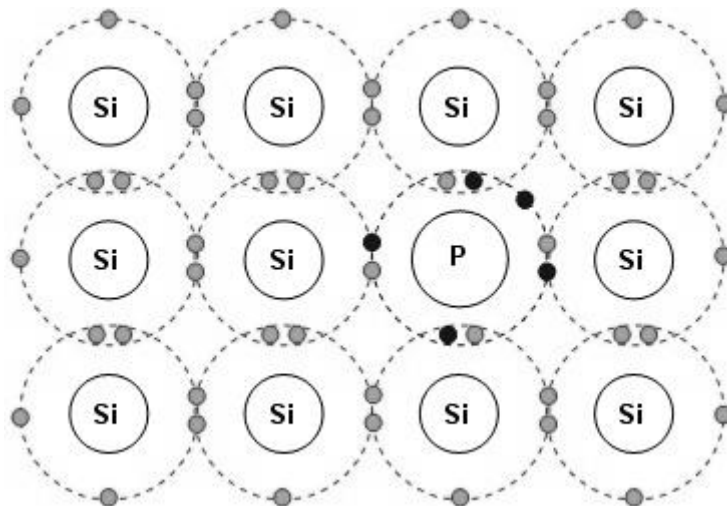
Figuur 1: Elektronenconfiguratie van silicium [4]

Verskillende siliciumatomen vormen in vaste vorm een kristalstructuur. Aangezien ieder siliciumatoom vier valentie-elektronen heeft, bindt ieder atoom zich aan vier andere atomen via een covalente binding. Ieder siliciumatoom streeft naar een valentieschil met acht elektronen omdat dit de meest stabiele vorm is. De covalente bindingen van verschillende siliciumatomen worden weergegeven in figuur 2.



Figuur 2: Kristalstructuur van silicium [4]

Aangezien ieder valentie-elektron gebonden is aan twee kernen, zijn er geen vrije elektronen die kunnen participeren aan elektrische geleiding. Elektrische stroom is namelijk elektronentransport doorheen het materiaal. [5] Of een materiaal een goede elektrische geleider is, hangt af van het vermogen van dit materiaal om elektrische stroom door te laten. Daarom is puur silicium een slechte geleider. Door toevoeging van kleine hoeveelheden van andere elementen aan het pure silicium, het zogenaamde doteren, kunnen de elektrische eigenschappen van silicium echter aangepast worden. Door elementen aan de kristalstructuur toe te voegen met vijf valentie-elektronen (bijvoorbeeld fosfor), komen er elektronen vrij die wel kunnen participeren aan de elektrische geleiding. Figuur 3 geeft een kristalrooster van silicium, gedoteerd met fosfor, weer.

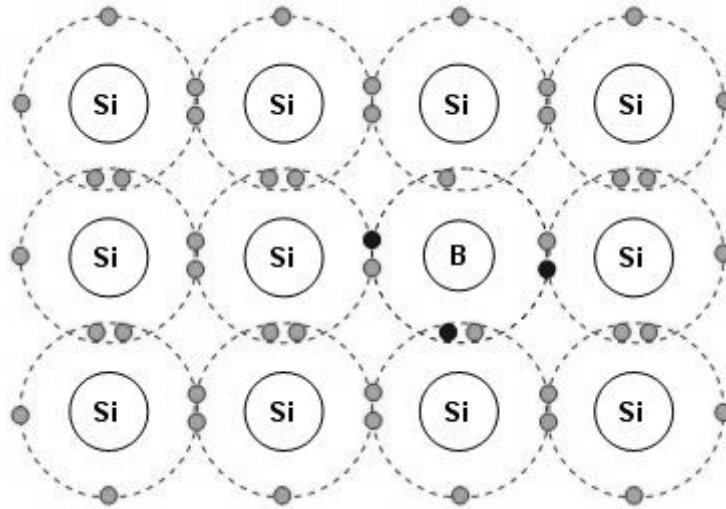


Figuur 3: Dotatie van silicium met fosfor [4]

Het extra valentie-elektron van fosfor kan zich verplaatsen doorheen het kristalrooster, elektrische geleiding is nu wel mogelijk. Er zijn meer elektronen dan gaten aanwezig in het kristalrooster: dit wordt een N-type materiaal genoemd. De N staat voor negatief: een elektron (e^-) is namelijk negatief geladen en er zijn elektronen te veel. Dit resulteert in een kleine negatieve lading ten opzichte van puur silicium.

In werkelijkheid heeft puur silicium bij kamertemperatuur toch vrije elektronen, namelijk 10^{10} vrije ladingsdragers. Door hier 10^{17} fosforatomen aan toe te voegen kan het aantal ladingdragers met een factor 10000 vermenigvuldigd worden.

Door toevoeging van een materiaal met vijf valentie-elektronen ontstaan vrije elektronen die aan de elektrische geleiding kunnen participeren. Het is ook mogelijk om een halfgeleidermateriaal te doteren met een materiaal met drie valentie-elektronen, zoals bijvoorbeeld boor. Figuur 4 geeft een kristalrooster van siliciumatomen gedoteerd met boor weer.

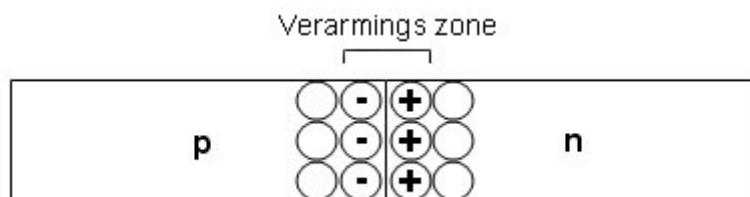


Figuur 4: Dotatie van silicium met boor [4]

Door toevoeging van boor aan het silicium kristalrooster ontstaan “gaten” waardoor elektronen zich vrij kunnen bewegen om deel te nemen aan de elektrische geleiding. Er zijn dus minder elektronen aanwezig dan gaten: dit wordt P-type materiaal genoemd.

2.1.2 PN-OVERGANG

Als een stuk P-type en N-type materiaal tegen elkaar geplaatst worden, zullen de elektronen uit het N-type materiaal zich naar het P-type materiaal willen verplaatsen. Dit komt door het principe van diffusie: door de onwillekeurige beweging van moleculen is er een netto beweging van materie van gebieden met een hoge concentratie naar gebieden met een lage concentratie. [6] Door de verplaatsing van vrije elektronen van het N-type materiaal naar het P-type materiaal ontstaan er positieve, immobiele ionen aan de N-zijde. [7] Hetzelfde gebeurt met de gaten in de P-zone. Die gaten zijn immers positieve ladingen, die worden aangetrokken door de negatieve lading van het N-type materiaal. Aan de P-zijde ontstaan er negatieve, immobiele ionen met een negatieve lading. Dit ladingstransport gebeurt slechts plaatselijk, op het raakvlak van het N- en P-type materiaal. Deze zone is de verarmingszone. Figuur 5 geeft dit schematisch weer.

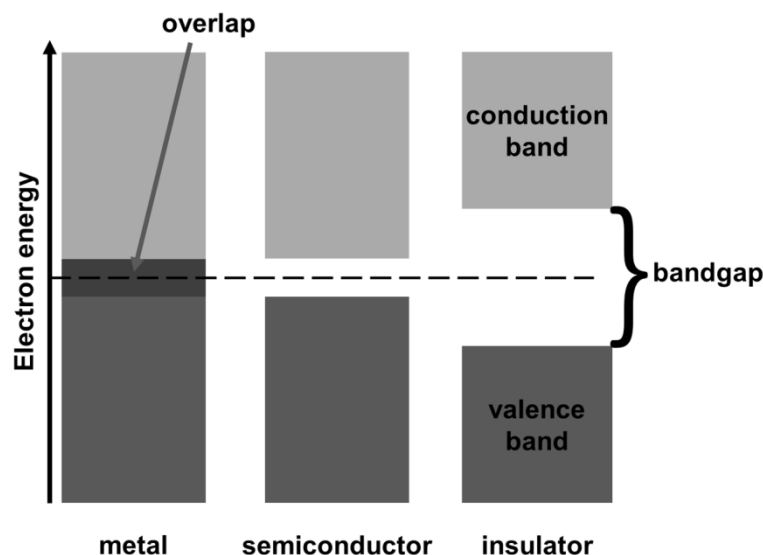


Figuur 5: Verarmingszone op de PN-overgang [4]

Het optredende ladingsverschil in de PN-overgang resulteert in een elektrisch veld. Dit elektrisch veld resulteert op zijn beurt in een spanning die voor de meeste PN-overgangen 0.6 - 0.8 V bedraagt. Deze spanning staat enkel over de verarmingszone. Het elektrisch veld dat over de verarmingszone heerst, zorgt ervoor dat er enkel een elektrische stroom mogelijk wordt in één richting, namelijk van de positieve ionen in het N-type materiaal naar de negatieve ionen in het P-type materiaal.

2.1.3 BAND GAP

Om elektrische geleiding mogelijk te maken zijn er dus vrije ladingsdragers nodig. De mate van elektrische geleiding van een materiaal wordt gekwantificeerd door de *band gap*. De *band gap* kwantificeert de minimale energie die nodig is om een elektron te exciteren zodat het niet langer gebonden blijft en kan participeren in elektrische geleiding. Dus: hoe lager de *band gap* van een materiaal, hoe beter het materiaal elektrisch geleidt. Halfgeleiders zijn een groep van materialen met een *band gap* tussen 0 en ongeveer 4 eV. Materialen met een *band gap* van 0 eV zijn metalen of halfmetalen, materialen met een *band gap* groter dan 4 eV zijn isolatoren. [8] Halfgeleiders zijn dus materialen die zich bevinden tussen geleiders en isolatoren. Figuur 6 geeft een schematische voorstelling van het verschil tussen de *band gaps* voor metalen, halfgeleiders en isolatoren weer.



Figuur 6: : Band gap van metalen, halfgeleiders en isolatoren [9]

2.1.4 ELEKTRISCHE MOGELIJKHEDEN VAN DE PN-OVERGANG

Door puur halfgeleidermateriaal te doperen ontstaan er in dit materiaal verschillende PN-overgangen. Het elektrisch veld dat heerst over de verarmingszone drijft de *band gaps* van de betrokken atomen uit elkaar, wat ervoor zorgt dat elektrische geleiding niet mogelijk is. Om elektrische geleiding mogelijk te maken in het halfgeleidermateriaal moeten de elektronen ervan zich door de geleidingslaag kunnen bewegen. Door een spanning van 0.6 - 0.8 V over de PN-overgang te zetten kan er elektrische geleiding plaatsvinden. De PN-overgang kan dus elektrische stroom geleiden in één richting wanneer er een spanning over wordt gezet. Dit is het principe van een diode, de basis van alle elektronische componenten.

2.1.5 VERSCHILLENDE HALFGELEIDERMATERIALEN

In onderstaande paragrafen volgt een overzicht van enkele veelvoorkomende halfgeleidermaterialen.

2.1.5.1 Silicium (Si)

Kristallijn silicium is het meest gebruikt halfgeleidermateriaal. Het is een puur halfgeleidermateriaal met een grijsachtige kleur en een metalige glans. Het is een vaste stof bij kamertemperatuur en heeft een smeltemperatuur van 1410 °C. Silicium heeft de neiging te oxideren tot SiO₂, de meest voorkomende verbinding in de aardkorst. SiO₂ komt in de natuur onder meer voor als zand, kwarts, rotskristal en vuursteen. [10] Hierdoor is silicium een relatief goedkoop materiaal.

Een populaire methode voor de productie van silicium is het Czochralski-proces, een kristalgroeitechniek. Bij deze techniek wordt het te groeien materiaal (in dit geval silicium) gesmolten in een smeltkroes. Een entkristal met gekende kristaloriëntatie wordt ondergedompeld in het gesmolten materiaal en dan stilaan omhooggetrokken. Het entkristal roteert gelijktijdig om thermische symmetrie te bekomen en bovendien wordt hierdoor het gesmolten materiaal gemengd. Het eindproduct van het Czochralski-proces is een cilinder. Nadien wordt deze cilinder in schijven of *wafers* gesneden van precies 0.75 mm dik. Deze *wafers* worden geëetst en vervolgens gepolierd tot een hoge graad van vlakheid om er later geïntegreerde schakelingen van te maken. Een groot voordeel van het Czochralski-proces is dat het gesmolten materiaal en het vaste materiaal niet gescheiden hoeven te zijn. Bovendien is het met deze methode mogelijk om kristallen te verkrijgen met verschillende kristaloriëntaties. [11] Door de vorming van dislocaties tijdens dit proces te beperken, is het mogelijk om grotere kristallen te trekken uit het gesmolten materiaal. Tegenwoordig is het mogelijk om kristallen met een diameter van 300 mm te trekken en er wordt verwacht dat in de komende jaren de maximale diameter zal toenemen tot 400 mm. [12]

Tijdens het Czochralski-proces is het belangrijk om het gesmolten materiaal zuiver te houden. Om deze zuiverheid te verzekeren wordt het proces uitgevoerd in een inerte argonatmosfeer bij een druk van 20 tot 100 mbar. [13] Wanneer een siliciumkristal wordt geproduceerd wordt gebruik gemaakt van een smeltkroes uit kwarts (SiO₂). Tijdens het verloop van het proces lost deze smeltkroes echter op, waardoor het zuivere silicium gecontamineerd wordt door zuurstof uit het kwarts. De zuurstof kan echter een positieve bijwerking hebben op het kristal. Onder strakke gloeivoorwaarden worden ongewenste overgangsmetalen, zoals ijzer, nikkel en koper, vastgezet tijdens een *gettering process*: de onzuiverheden klitten samen en bewegen weg van het smeltoppervlak. Hierdoor blijft het smeltoppervlak zuiver. [14] Bovendien kan zuurstof ook dislocaties immobiliseren en dus de mechanische sterkte van de *wafers* verhogen.

2.1.5.2 Germanium (Ge)

Germanium komt minder vaak voor dan silicium en is dus een stuk duurder. Ruw germanium wordt gewonnen als een bijproduct van zink, [15] bij de verbranding van bepaalde koolsoorten en via fractionele destillatie van GeCl₄. [16] Germanium is een vrij harde grijs-witte metalloïde en heeft een smeltemperatuur van 937.4 °C. [17] Ook heeft germanium een kleinere *band gap* dan silicium, maar dit kan gewenst zijn bij bepaalde toepassingen.

Net zoals silicium wordt germanium geproduceerd via een kristalgroeitechniek. Het is mogelijk om germaniumkristallen te verkrijgen via het Czochralski-proces, maar de Bridgman-methode

wordt hier geprefereerd. Hierbij wordt een flacon van het te kristalliseren materiaal (in dit geval germanium) getransleerd door van een zone heter dan het smeltpunt door een temperatuursgradiënt, naar een zone koeler dan het smeltpunt om het materiaal heen te laten stollen. [18] Het is ook mogelijk om de temperatuur te laten transleren langs een stationaire flacon door de oven te verplaatsen ten opzichte van de flacon. Dit is gekend als de *Gradient Freeze Technique*.

De Bridgman-methode kan zowel horizontaal als verticaal toegepast worden. De horizontale Bridgman-methode levert kristallen met een betere kristalstructuur en -kwaliteit. Bovendien is de horizontale methode ook geschikt voor het maken van D-vormige staven. Het nadeel van die D-vormige staven is dat er meer interne wrijving optreedt omwille van het vrije oppervlak bovenaan het gesmolten materiaal.

2.1.5.3 Galliumarsenide (GaAs)

Galliumarsenide is een binaire halfgeleider die samengesteld is uit een element uit groep III (gallium) en groep V (arseen) uit de tabel van Mendeljev. Het halfgeleidermateriaal heeft een smeltemperatuur van 1240 °C. [19] Galliumarsenide wordt beschouwd als een carcinogeen omdat het arseen bevat. [20] Het is echter een zeer stabiele stof die bovendien slecht oplosbaar is in water, dus bij inname ervan zal de stof het lichaam vrijwel intact verlaten. Wanneer het poedervormige galliumarsenide betreft, is de kans wel groter dat het oplost in de lichaamsvloeistoffen.

Aangezien gallium zeldzamer is dan goud, is het een dure grondstof. Bovendien verbruiken schakelingen die met galliumarsenide-halfgeleiders werken veel meer stroom dan silicium-schakelingen. Galliumarsenide heeft echter een elektronenmobiliteit die vijf keer hoger is dan die van silicium, dus wordt het vooral toegepast in geïntegreerde schakelingen met hogere frequenties. [21] Galliumarsenide produceert veel minder ruis dan andere halfgeleiders, wat het geschikt maakt voor versterkingstoepassingen van zwakke signalen. Bovendien is galliumarsenide min of meer onafhankelijk van hitte en resistent tegen straling. Dat maakt de stof geschikt voor het gebruik in ruimtevaarttoepassingen. [22]

Net zoals germanium en silicium wordt galliumarsenide gemaakt via een kristalgroeitechniek, meer bepaald de Bridgman-methode.

2.1.5.4 Galliumnitride (GaN)

Galliumnitride is ook een binaire halfgeleider, samengesteld uit een element uit groep III (gallium) en groep V (stikstof). Het heeft een grote directe *band gap*, waardoor het bestand is tegen straling en dus interessant is voor gebruik in de ruimtevaart. De brede *band gap* zorgt er ook voor dat galliumnitride bestand is tegen hoge temperaturen, hoge vermogensdichtheden, hoge spanningen en hoge frequenties. [23] Galliumnitride kan hierdoor gebruikt worden in toepassingen als *power amplifier* op microgolffrequenties. Bovendien heeft galliumnitride een hoge warmtecapaciteit en een smeltemperatuur van meer dan 2500 °C. [24] De lage thermische geleidbaarheid is echter wel een struikelblok. Het is ook een zeer hard materiaal en bovendien vertoont het veel defecten in de kristalstructuur. De toepassingen van galliumnitride zijn vooral terug te vinden binnen het gebied van LED's. Blauwe hoge performantie LED's en langelevensduur violet lasers worden gemaakt met galliumnitride. Zo is de LASER die *Blu-Rays* leest gemaakt uit galliumnitride. Door het doteren van galliumnitride met indium of aluminium is het mogelijk om diodes te creëren met alle kleuren tussen infrarood en ultraviolet. [25]

Galliumnitride is niet-toxisch, wat het (in tegenstelling tot galliumarsenide) bruikbaar maakt in elektrische implantaten.

Galliumnitride kan op verschillende manieren gemaakt worden, maar de meest gebruikte techniek is de *Halide (of Hybrid) Vapor Pressure Epitaxy* (HVPE). Deze methode wordt gebruikt om groep III nitrides te groeien. Dat zijn metalen uit groep III die gebonden zijn aan stikstof. Het proces vindt plaats in een omgeving waarin de temperatuur nauwgezet wordt geregeld, waarbij HCl over groep III metalen (in dit geval gallium) passeert om metaal-chlorides te vormen (in dit geval GaCl). Dit gas wordt gemengd met ammoniak en door de reactie van de metaalchloride en het ammoniak groeit er een kristal van het gewenste materiaal. [26]

2.1.5.5 Indiumfosfide (InP)

Indiumfosfide is een halfgeleidermateriaal dat niet in de natuur voorkomt. Het wordt geproduceerd op verschillende manieren. Een eerste manier is het direct combineren van puur indium en puur fosfor bij hoge druk en hoge temperatuur, onder gecontroleerde omstandigheden. Een tweede manier van productie is als bijproduct van zink-smelt. Een andere productiemaniër is door de thermische decompositie van een mengeling van trialkyl indium en PH₃.

Enkelvoudige indiumfosfide kristallen worden geproduceerd met behulp van het Czochralski-proces. Het heeft een smeltemperatuur van 1062 °C. [27] Wanneer er dotatie aan te pas komt, worden onzuiverheden aan de gesmolten indiumfosfide toegevoegd, vooraleer het Czochralski-proces van start gaat.

Indiumfosfide is één van de best begrepen halfgeleidermaterialen, na silicium en galliumarsenide. Het wordt gebruikt in geïntegreerde schakelingen met hoge vermogens en hoge efficiëntie, zoals in LED's en zonnecellen. Dit is te wijten aan zijn superieure elektronensnelheid tegenover silicium en galliumarsenide. Hierdoor is het mogelijk om zeer kleine apparaten te maken. [28]

2.1.5.6 Organische halfgeleiders

Langs anorganische halfgeleiders bestaan er ook organische halfgeleiders. Dit zijn halfgeleidermaterialen die bestaan uit organische verbindingen. Organische halfgeleidermaterialen zijn over het algemeen veel goedkoper dan hoogkristallijne, anorganische halfgeleidermaterialen. Bovendien hebben organische halfgeleidermaterialen geen gloeibehandeling nodig. Dat is een warmtebehandelingsproces om spanningen of onregelmatigheden uit een ruw materiaal te verwijderen. Hierdoor wordt het materiaal minder bros en makkelijker bewerkbaar.

Een ander voordeel van organische halfgeleiders is dat ze eenvoudig te bewerken zijn in verschillende vormen. Dat komt door de manier van productie van halfgeleiders. Die kunnen namelijk *gespincoated* worden. Dat is een productieproces waarbij een gesmolten polymeer op een plaat wordt geplaatst. De plaat begint te draaien en de vloeistof vloeit radiaal weg van het middelpunt, naar de uiteindes van de plaat door de centrifugale kracht. Hierdoor wordt overvloedig materiaal van de plaat geslingerd en wordt de vloeistoffilm dunner en dunner, naarmate de plaat langer en sneller roteert. Hierdoor kan de dikte van de laag zeer nauwkeurig bepaald worden. [29]

Organische halfgeleiders hebben een aantal toepassingsgebieden, zoals organische fotonische cellen, displays (OLED) en lasers. Het nadeel van organische zonnecellen is echter dat de efficiëntie lager ligt dan bij anorganische zonnecellen. Bovendien zijn organische halfgeleiders gevoeliger voor oxidatie.

Een groot verschil tussen organische en anorganische halfgeleiders is de smelttemperatuur. Die ligt bij organische halfgeleiders aanzienlijk lager. Dit kan zowel een voor- als een nadeel zijn, afhankelijk van de toepassing waarin de halfgeleider gebruikt wordt.

2.2 VERWARMINGSMETHODES

De verandering van de elastische eigenschappen in functie van de temperatuur wordt met de oven onderzocht. Om ervoor te zorgen dat het testmonster de gewenste temperatuur bereikt, wordt gebruik gemaakt van elektrische verwarmingselementen.

Er zijn verschillende verwarmingsmethodes mogelijk. Met verwarmingsmethode wordt bedoeld op welke manier elektrische stroom wordt omgezet in verwarming van het testmonster. De drie methodes die verder besproken zullen worden zijn weerstandsverwarming, inductieverwarming en infraroodverwarming.

2.2.1 WEERSTANDSVERWARMING

Weerstandsverwarming steunt op het Joule-effect: als een elektrische stroom door een weerstand stroomt, wordt elektrisch vermogen omgezet in thermisch vermogen. [30] Dit fenomeen wordt beschreven door onderstaande formule:

$$\dot{Q} = RI^2$$

Met:

\dot{Q}	Opgewekt vermogen [W]
R	Elektrische weerstand [Ω]
I	Stroomsterkte [A]

Het vermogen dat een verwarmingselement opwekt is dus afhankelijk van de weerstandswaarde ervan en de stroom die erdoor loopt. Weerstandsverwarming heeft een COP-waarde (*Coefficient Of Performance*) van 1. Dit betekent dat iedere joule die als elektrische energie wordt toegevoegd aan de verwarmingselementen wordt omgezet in één joule warmte. [31] Het regelen van de uitgaande warmte van een weerstandsverwarmingselement gaat dus relatief eenvoudig door de waarde van de inkomende stroom aan te passen.

Een nadeel van weerstandsverwarming is dat het voornamelijk steunt op het principe van conductie en convectie. Om het testmonster in de oven op te warmen, is een tussenliggend medium nodig dat de warmte van het element overdraagt aan het testmonster. Er gaat dus een deel van de warmte verloren om het tussenliggend medium op te warmen.

2.2.2 INDUCTIEVERWARMING

Inductieverwarming steunt op het principe van een transformator. Het verwarmingselement fungeert als de primaire spoel, het testmonster als de secundaire spoel. Het verwarmingselement moet dus een helicoïdale vorm hebben en het testmonster bevindt zich best in de holte van het verwarmingselement. Door een spanning te zetten over het verwarmingselement ontstaat er een elektromagnetisch veld of flux. Deze flux concentreert zich

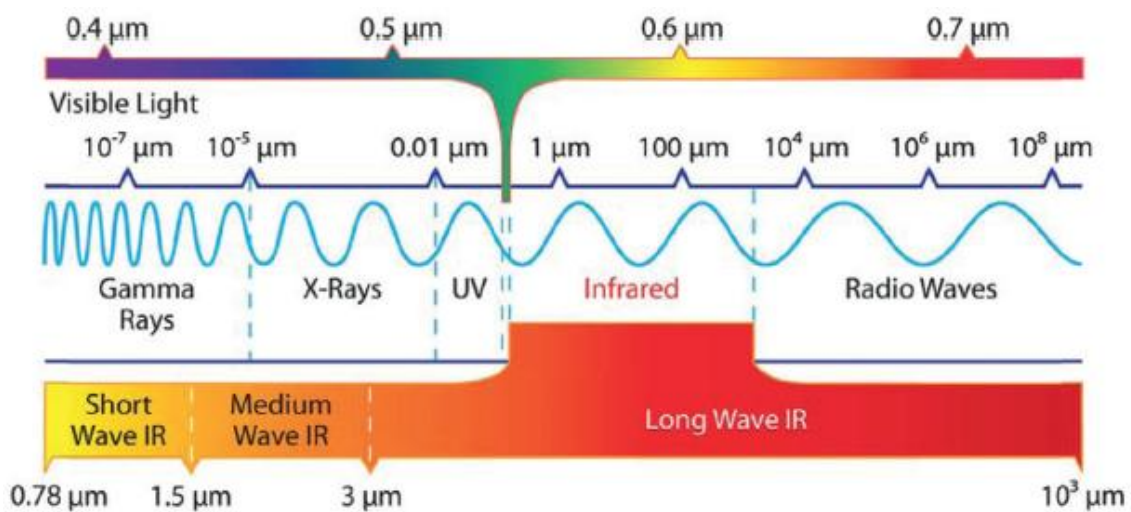
in de luchtspleet tussen het spoelvorming verwarmingselement en het testmonster. De flux die door het testmonster loopt induceert een elektrische stroom in het testmonster. Door de elektrische weerstand van het testmonster warmt dit op volgens het Joule-effect. De opwarmingssnelheid van het testmonster is afhankelijk van de frequentie van de geïnduceerde stroom, de intensiteit van de geïnduceerde stroom, de specifieke warmte van het testmonstermateriaal, de magnetische permeabiliteit van het materiaal en de elektrische weerstand van het testmonstermateriaal. [32]

Een groot voordeel van inductieverwarming is dat het testmonster verwarmd kan worden, zonder contact te maken met de verwarmingselementen en zonder het tussenliggende medium op te warmen.

Er zijn echter ook een aantal nadelen verbonden aan het gebruik van inductieverwarming. Een eerste nadeel is dat inductieverwarming enkel gebruikt kan worden om elektrisch-geleidende testmonsters op te warmen. In de halfgeleiderindustrie wordt inductieverwarming reeds uitvoerig toegepast. Een tweede nadeel is dat er een elektromagnetisch veld ontstaat rondom het testmonster.

2.2.3 INFRAROODVERWARMING

Infraroodverwarming steunt op verwarming via straling. Infraroodstraling is het gedeelte in het elektromagnetisch spectrum tussen microgolven en zichtbaar licht, zie figuur 7.



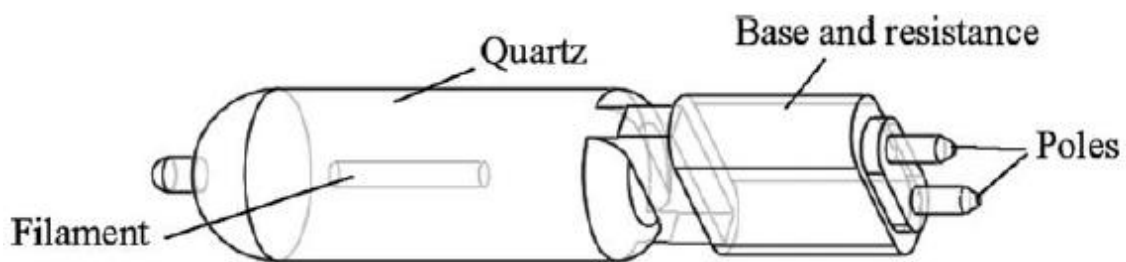
Figuur 7: Elektromagnetisch spectrum [33]

Infraroodstraling wordt uitgezonden door ieder lichaam met een temperatuur boven het absolute nulpunt (-273.15 °C of 0 K). Wanneer de temperatuur van het lichaam dat straling uitzendt stijgt, worden de atomen en moleculen ervan geëxciteerd en dit resulteert in het uitzenden van fotonen. Deze fotonen worden uitgezonden door het lichaam in de vorm van infraroodstraling. Wanneer deze fotonen op een materiaal botsen, zorgen moleculaire oscillaties voor het opwarmen van het materiaal. [33] Bij infraroodverwarming zendt het verwarmingselement de fotonen uit, die ervoor zorgen dat de moleculen van het testmonster oscilleren waardoor het testmonster opwarmt.

Om een testmonster efficiënt op te warmen is het belangrijk om ervoor te zorgen dat het verwarmingselement en het testmonster goed op elkaar zijn afgestemd, in termen van

golflengte, vorm van het testmonster en uitgaand vermogen van het verwarmingselement. De golflengte heeft namelijk een significante invloed op het verwarmingsproces. Straling met een lage golflengte kan diep in het testmonster dringen en zorgt voor een uniforme verwarming. Straling met een hoge golflengte verwarmt enkel het oppervlak van het testmonster.

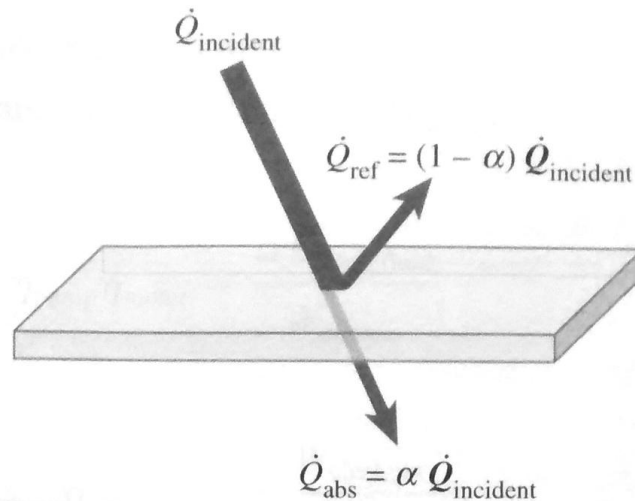
Infraroodverwarmingselementen zijn opgebouwd zoals weergegeven in figuur 8. Het eigenlijke verwarmingselement, het filament, bestaat uit een vuurvast materiaal, zoals wolfram. Een elektrische stroom door dit filament zorgt ervoor dat dit opwarmt. Het filament is omgeven door een kwartsen buis. Deze buis is gevuld met stikstof onder overdruk om de verdamping van het wolfram tegen te gaan. Door toevoeging van een halogeengas aan de stikstof wordt een halogeencyclus gecreëerd die helpt bij de redepositie van het wolfram. Hierdoor verhoogt de levensduur en de helderheid van de lamp. [34] In dit geval spreekt men over halogeenvverwarming.



Figuur 8: Opbouw van een infraroodverwarmingselement [35]

Er zijn verschillende voordelen verbonden aan het gebruik van infraroodverwarming. Het belangrijkste voordeel is dat er geen tussenliggend medium nodig is om het testmonster op te warmen. Het warmtetransport gebeurt namelijk via straling, waardoor enkel het testmonster opwarmt. Een ander voordeel is dat de stralingswarmte zeer nauwkeurig gericht kan worden met behulp van spiegels. Ook gebeurt de opwarming via infraroodstraling zeer snel aan het oppervlak van het testmonster.

Infraroodverwarming heeft echter ook enkele nadelen. Zo is het zeer moeilijk om een testmonster op te warmen dat een spiegelend oppervlak heeft. Een spiegelend oppervlak heeft namelijk een lage absorptiecoëfficiënt (α). De absorptiecoëfficiënt neemt een waarde aan tussen 0 (geen absorptie) en 1 (perfecte absorptie). Dit betekent dat slechts een fractie van de invallende straling door het testmonster geabsorbeerd wordt. [36] Figuur 9 verduidelijkt de betekenis van de absorptiecoëfficiënt.



Figuur 9: Absorptiecoëfficiënt [36]

Een bijkomend nadeel van infraroodverwarmingselementen is de toelaatbare temperatuur. Het eigenlijke verwarmingselement, het filament, bestaat uit een vuurvast materiaal, dat een hoog smeltpunt heeft. Het kwartsen omhulsel daarentegen heeft een lagere smeltemperatuur. Wanneer een infraroodverwarmingselement gedurende lange tijd wordt gebruikt in een gesloten omgeving, zal de volledige ruimte opwarmen. De maximale bruikbare temperatuur in een gesloten ruimte is dus afhankelijk van de smeltemperatuur van het kwarts.

2.3 IMPULSE EXCITATION TECHNIQUE

De *Impulse Excitation Technique* (IET) is een mechanische-spectroscopische analyse van impulsgeëxciteerde resonantietrillingen. [37] Deze techniek wordt gebruikt om de resonantiefrequentie en de demping van een testmonster te bepalen. Resonantie is het verschijnsel waarbij een systeem (in dit geval het testmonster) op een bepaalde frequentie oscilleert met een grotere amplitude dan op andere frequenties. De frequentie waarbij de amplitude relatief het grootst is, is de resonantiefrequentie van het systeem. Demping is het verschijnsel dat de oscillatie van een systeem in functie van de tijd doet afnemen en uiteindelijk doet stilstaan.

Aan de hand van de demping en de resonantiefrequentie kunnen met behulp van *Resonance Frequency and Damping Analysis* (RFDA)-software de volgende elastische eigenschappen berekend worden: [38]

- E-modulus ;
- G-modulus ;
- coëfficiënt van Poisson;
- demping.

De metingen worden meestal uitgevoerd op balkvormige testmonsters, maar het is ook mogelijk om metingen uit te voeren op cilinder- en schijfvormige testmonsters.

Om een IET-meting uit te voeren moet het testmonster vrij kunnen trillen. Aangezien de trilling van het testmonster zich gedraagt als een staande golf, zijn er over de lengte van het testmonster punten die niet van positie veranderen tijdens het trillen. Dit zijn de zogenaamde knooppunten. Door het testmonster te ondersteunen in de knooppunten, zal de trilling zo weinig mogelijk beïnvloed worden door deze ondersteuning. De excitatie kan best plaatsvinden in een

zogenaamde buik. Dit is een punt van een staande golf waar de amplitude maximaal is. Buiken bevinden zich in het midden tussen twee knooppunten en op de uiteindes van het testmonster. [39]

Wanneer het testmonster geëxciteerd wordt en resonantie treedt op, wordt de beweging van het testmonster beschreven volgens de fundamentele mode. De posities van knooppunten en buiken in de fundamentele mode zijn de beste posities van respectievelijk ondersteuning en excitatie.

Afhankelijk van de gewenste eigenschappen moet het testmonster op een andere manier opgelegd en geëxciteerd worden. De te berekenen elastische eigenschappen met bijhorende oplegging en excitatie worden uitgelegd aan de hand van een balkvormig testmonster. De meetmethodes en formules zijn conform met ASTM E 1876, ISO 12680-1 en ENV 843-2.

2.3.1 E-MODULUS

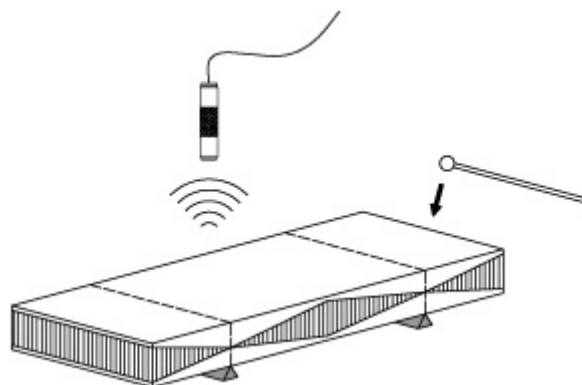
De RFDA-software meet de normale trillingsfrequentie en berekent de E-modulus met behulp van onderstaande formule:

$$E = 0.9465 \left(\frac{mf_f^2}{w} \right) \left(\frac{l}{t} \right)^3 T$$

Met:

E	E-modulus [kPa]
m	massa van het testmonster [kg]
f_f	buigingsfrequentie [Hz]
w	breedte [m]
l	lengte [m]
t	dikte [m]
T	correctiecoëfficiënt

T is een correctiecoëfficiënt die bij de fundamentele buigingsmodus rekening houdt met de eindige dikte van het testmonster, de coëfficiënt van Poisson, etc. [40] Figuur 10 geeft de plaats van ondersteuning en excitatie weer. Het is in dit geval ook mogelijk om te exciteren in het midden van het testmonster in plaats van op het uiteinde. De afstand in de langsrichting van de uiteindes van de balk tot de knooppunten bedraagt 22.4% van de lengte voor balkvormige elementen. [41]



Figuur 10: Oplegging en excitatie voor berekening E-modulus [38]

Hetzelfde principe, met andere formules, kan gebruikt worden om de E-modulus te bepalen van schijven en cilinders.

2.3.2 G-MODULUS

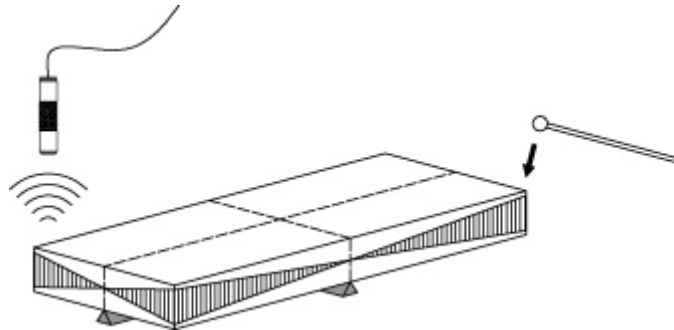
De RFDA-software meet de torsionale trillingsfrequentie en de G-modulus wordt met behulp van onderstaande formule berekend:

$$G = \frac{4lmf_t^2}{wt} \left(\frac{B}{1+A} \right)$$

Met:

G	G-modulus [kPa]
f_t	torsionale frequentie [Hz]
m	massa [kg]
l	lengte [m]
w	breedte [m]
t	dikte [m]
A	correctiecoëfficiënt 1
B	correctiecoëfficiënt 2

A en B zijn correctiecoëfficiënten die voor de fundamentele buigingsmodus rekening houden met de eindige dikte van het testmonster, de coëfficiënt van Poisson, etc. [40] Figuur 11 geeft de plaats van ondersteuning en excitatie weer. Bij de meting van de torsionale frequentie wordt het testmonster opgelegd op twee assen die door het midden van lengte en breedte gaan en elkaar loodrecht snijden. De buiken bevinden zich nu in de hoekpunten van het testmonster.



Figuur 11: Oplegging en excitatie voor berekening G-modulus [38]

Hetzelfde principe, met andere formules, kan gebruikt worden om de G-modulus van schijven te bepalen.

2.3.3 COËFFICIËNT VAN POISSON

Als de E- en G-modulus berekend zijn, bepaalt de RFDA-software de coëfficiënt van Poisson aan de hand van de wet van Hooke:

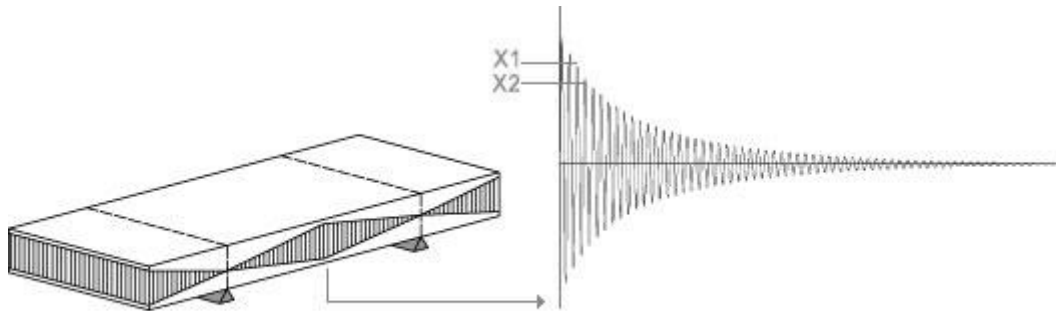
$$\nu = \frac{E}{2G} - 1$$

Hetzelfde principe, met andere formules, kan gebruikt worden om de coëfficiënt van Poisson te bepalen van schijven. Aangezien de wet van Hooke enkel geldt voor isotrope materialen, kan de

coëfficiënt van Poisson niet berekend worden voor anisotrope materialen aan de hand van de IET.

2.3.4 DEMPING

Damping is de onderdrukking van mechanische energie veroorzaakt door interne wrijving in het oscillerend systeem. Het is het afnemen van de amplitude van een periodiek signaal in functie van de tijd. [42] Figuur 12 geeft een gedempt signaal weer.



Figuur 12: Damping van een signaal [38]

De damping wordt berekend aan de hand van onderstaande formule:

$$damping = \frac{E_{gedissipeerd}}{E_{opgeslagen}} = \frac{1}{x} \ln \left(\frac{X_1}{X_2} \right)$$

Met:

$E_{gedissipeerd}$	Energie gedissipeerd als warmte per eenheid van volume per cyclus
$E_{opgeslagen}$	Opgeslagen energie per eenheid van volume
X_1	Amplitude op tijdstip 1
X_2	Amplitude op tijdstip 2

2.4 INERTE ATMOSFEER IN DE PROCESKAMER

In de oven zal een inerte atmosfeer aanwezig zijn die ervoor zorgt dat de oven vrij is van reactieve gassen zoals zuurstof of stikstof. Deze reactieve gassen kunnen er namelijk voor zorgen dat er zich reacties voordoen op het testmonster, zoals bijvoorbeeld oxidatie. In extreme omstandigheden zorgen deze afzettingen voor een significant verschil in massa en afmetingen van het testmonster. Als dit gebeurt, zijn de beginafmetingen en -massa niet dezelfde gedurende de verschillende metingen en zijn de berekende E- en G-modulus niet langer juist. Door de oven voor de aanvang van de metingen te spoelen, kan een groot deel van de achtergebleven reactieve gassen verwijderd worden, waardoor ongewenste reacties zo goed als mogelijk vermeden kunnen worden. Bij het spoelen wordt de oven afwisselend vacuüm getrokken en met een inert gas gevuld en dit een aantal keer na elkaar.

2.5 CONCURRERENDE OVENBOUWERS

In het onderzoek naar het bouwen van een oven met inerte atmosfeer is er gekeken naar wat andere spelers op de markt aanbieden en hoe de ovens van andere merken gebouwd zijn. Het is

niet de bedoeling een oven van de concurrentie na te bouwen, er wordt enkel naar gekeken om een idee te krijgen wat voor ovens er tegenwoordig al gebouwd worden. Het doel hiervan is het zoeken naar toepassingen of ontwikkelingen die bruikbaar zijn in het kader van deze masterproef.

Qua gebruik van materialen zijn er vele gelijkenissen met de materialen die nu gebruikt worden in de ovens van IMCE. Onder andere isolatiemateriaal, verwarmingselementen en temperatuurmeters zijn vergelijkbaar. Het verschil met de ovens van IMCE is dat deze ontworpen zijn voor het testen van elastische eigenschappen. Daarom zijn deze ovens ook uitgerust met een trillingsopnemer en signaalverwerkingsapparatuur die niet terug te vinden zijn bij andere ovenbouwers. Qua toepassing kan er dus geen echte vergelijking gemaakt worden met de concurrentie.

Tabel 2 geeft een overzicht weer van een aantal interessante ovens van andere ovenbouwers met hun belangrijkste eigenschappen.

Tabel 2: Vergelijking concurrerende ovenbouwers [43] [44]

Keramiekoven	Wolframoven	Molybdeenoven	Grafietoven	Buisoven	Temperatuursgebied en opwarmingsnelheid	Verwarmingsmethode	Isolatie / Hitteschild	Atmosfeer	Drukbereik	Speciale kenmerken
20°C – 1800°C 5-10°C/min Elektrisch – molybdeen- disilicide (MoSi ₂) verwarmings-elementen	20°C – 2200°C tot 10°C/min Elektrisch – wolfram (W) verwarmings- elementen	20°C – 1600°C tot 10°C/min Elektrisch – molybdeen (Mo) verwarmings-elementen	20°C – 2200°C tot 10°C/min Elektrisch – grafiet verwarmings- elementen	20°C – 1800°C tot 10°C/min Elektrisch – molybdeen- disilicide (MoSi ₂) verwarmings-elementen	Temperatuursgebied en opwarmingsnelheid	Verwarmingsmethode	Isolatie / Hitteschild	Atmosfeer	Drukbereik	Speciale kenmerken
Keramische vezelisolatie	Hitteschild – Wolfram (W)	Hitteschild – molybdeen (Mo)	Grafiet vezelisolatie	Vacuüm gevormde keramische vezelplaten						
Argon (Ar), stikstof (N ₂), lucht	(Hoog) vacuüm, argon (Ar), stikstof (N ₂)	(Hoog) vacuüm, argon (Ar), stikstof (N ₂)	(Hoog) vacuüm, argon (Ar), stikstof (N ₂), waterstof (H), koolstofmonoxide (CO)	Vacuüm, stikstof (N ₂), argon (Ar), waterstofgas (H ₂), lucht, koolstofmonoxide (CO)						
10 ⁻³ – 1000 mbar	10 ⁻⁶ – 1000 mbar	10 ⁻⁶ – 1000 mbar	10 ⁻³ – 1000 mbar	Atmosfeerdruk						
Op de gebruikte verwarmings-elementen vormt zich een oxidelaag ter bescherming tegen chemische of thermische corrosie bij hoge temperatuur en aanwezigheid van lucht	Koolstofvrij (=> zeer reine proceskamer), geen vezelisolatie gebruikt meerdere lagen isolatie zonder vezels, beste vacuüm mogelijk	Koolstofvrij (=> zeer reine proceskamer), geen vezelisolatie gebruikt maar meerdere lagen isolatie zonder vezels, beste vacuüm mogelijk	Mag niet met lucht gebruikt worden	Op de gebruikte verwarmings-elementen vormt zich een oxidelaag ter bescherming tegen chemische of thermische corrosie bij hoge temperatuur en aanwezigheid van lucht						

In eerste instantie lijken een molybdeen- en wolframoven zeer interessant op basis van de vraag van de masterproef. Hierbij worden hitteschilden van molybdeen of wolfram gebruikt als begrenzing van de ovenkamer. Dit zijn ovens die het best mogelijke vacuüm kunnen verwezenlijken en ze maken geen gebruik van vezelisolatie. Het vacuüm heeft namelijk een isolerende werking. Om te kunnen werken met een gas als atmosfeer is er wel isolatie nodig. Daarom worden hier meerdere lagen isolatie zonder vezels gebruikt.

2.6 ISOLATIE EN HITTESCHILDEN

In deze paragraaf wordt een verschil gemaakt tussen isolatiematerialen en hitteschilden. Isolatiematerialen dienen om de warmte binnen de proceskamer te houden en de behuizing af te schermen van de warmte. Hitteschilden behoren tot de metalen en geleiden de warmte goed. Ze hebben niet de functie om de warmte binnen de proceskamer te houden, maar reflecteren wel thermische straling.

Of een materiaal al dan niet warmte geleidt, hangt af van de thermische geleidbaarheid. De eenheid van de thermische geleidbaarheid is W/mK (watt per meter en per kelvin). Een thermische geleidbaarheid van $1W/mK$ betekent dat er 1 joule aan warmte doorgelaten wordt in 1 seconde door een oppervlak van 1 vierkante meter met een dikte van 1 meter waarbij het temperatuurverschil tussen het binnenste en het buitenste vlak 1 kelvin bedraagt [45]. Isolatiematerialen hebben een lage thermische geleidbaarheid. Dat betekent dat ze traag opwarmen en de warmte slecht geleiden. Hitteschilden hebben in vergelijking met isolatiematerialen een hoge thermische geleidbaarheid, tot honderden malen groter. Dat betekent dat ze de warmte goed geleiden en snel opwarmen.

Tabel 3 geeft een beeld van welke materialen goede of slechte warmtegeleiders zijn. De waarden van de thermische geleidbaarheid zijn allemaal van toepassing bij $20\text{ }^{\circ}\text{C}$. De materialen zijn gerangschikt in aflopende volgorde van zeer goed naar zeer slecht warmtegeleidend.

Tabel 3: vergelijking warmtegeleiders [46]

Toepassing	Materiaal	Thermische geleidbaarheid [$W/(m\cdot K)$] bij $20\text{ }^{\circ}\text{C}$
Zeer goede warmtegeleider	Koper	390 [47]
Hitteschild	Wolfram	162 [48]
Goede warmtegeleider	Staal	50 [41]
Isolatiemateriaal	Koolstof	0.1 [49]
Zeer slechte warmtegeleider	Lucht	0.024 [47]

De thermische geleidbaarheid is afhankelijk van verschillende eigenschappen. Een van deze eigenschappen is de porositeit van het materiaal. Dat duidt op de kleine holtes in het materiaal waarin lucht of een ander gas aanwezig is. Stilstaande lucht is namelijk een zeer goede thermische isolator dus een materiaal met veel lucht in (hoge porositeit) kan de warmte goed isoleren. Isolatiemateriaal heeft vaak een poreuze structuur waardoor het veel lucht of een ander gas kan bevatten. Een hitteschild heeft een zeer dichte structuur en is dus een goede warmtegeleider.

2.7 TEMPERATUURSMETING

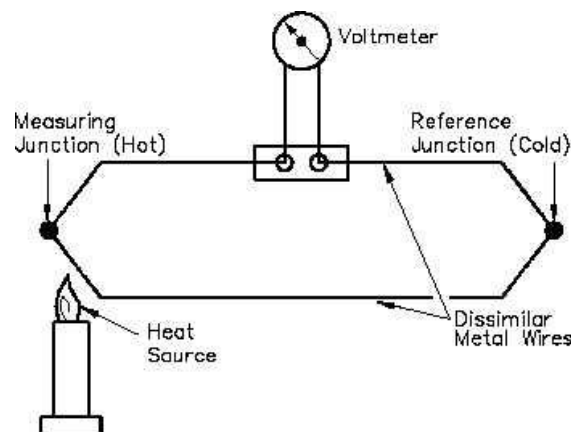
Een zeer belangrijke parameter in de ovenindustrie is de temperatuur binnen de proceskamer. In het kader van deze masterproef is de temperatuur belangrijk omdat de elastische eigenschappen in functie van de temperatuur onderzocht worden.

Voor de temperatuur binnen de proceskamer wordt een onderscheid gemaakt tussen de temperatuur van het testmonster en de temperatuur van de atmosfeer in de proceskamer. De atmosfeer in de proceskamer zal sneller opwarmen dan het testmonster. Dit wordt bepaald door de soortelijke warmte van de stoffen. Dit is de hoeveelheid warmte die nodig is om de temperatuur van 1 kilogram van een stof met 1 kelvin te doen stijgen. De soortelijke warmte van lucht of argon (312 J/kgK bij constant volume, 520 J/kgK bij constante druk) is lager dan die van silicium (710 J/kgK). [50] Dat wilt zeggen dat er meer warmte nodig is om silicium op te warmen. De temperatuur van het testmonster is de parameter waarmee gewerkt wordt om de resultaten van de metingen weer te geven. Daarom gaat enkel deze temperatuur gemeten worden.

Het meten van de temperatuur kan op verschillende manieren gebeuren. Dikwijls wordt gebruik gemaakt van een thermokoppel. Daarnaast kan men ook gebruik maken van pyrometers. Het verschil tussen beide wordt verklaard in volgende paragrafen.

2.7.1 THERMOKOPPEL

Het meten van de temperatuur met een thermokoppel is in principe een contactmeting. Dat wil zeggen dat er steeds contact moet zijn tussen het thermokoppel en het stuk of de omgeving waarvan men de temperatuur wilt meten. Een thermokoppel is eigenlijk niet meer dan een gesloten circuit bestaande uit twee verschillende metalen geleiders. Dit circuit heeft twee contactpunten, namelijk een warm en een koud contactpunt. Hiermee bedoelt men de plaatsen waar de twee geleiders samenkomen. Het koud contactpunt is een referentiepunt en staat buiten de plaats waar men de temperatuur wil meten. Het warm contactpunt bevindt zich op de plaats waar men de temperatuur wilt meten. Figuur 13 geeft de bouw van een thermokoppel weer.



Figuur 13: Bouw thermokoppel [51]

Door het temperatuurverschil tussen beide contactpunten gaat er een stroom vloeien door de geleiders. Deze stroom wekt een potentiaalverschil op tussen beide punten dat proportioneel is aan het temperatuurverschil. Hoe groter de resulterende spanning, hoe groter het temperatuurverschil. De resulterende spanning is tevens afhankelijk van de gebruikte

materialen omwille van hun verschillende thermische en elektrische geleidbaarheid. Aan de hand van dit potentiaalverschil kan men de te meten temperatuur afleiden.

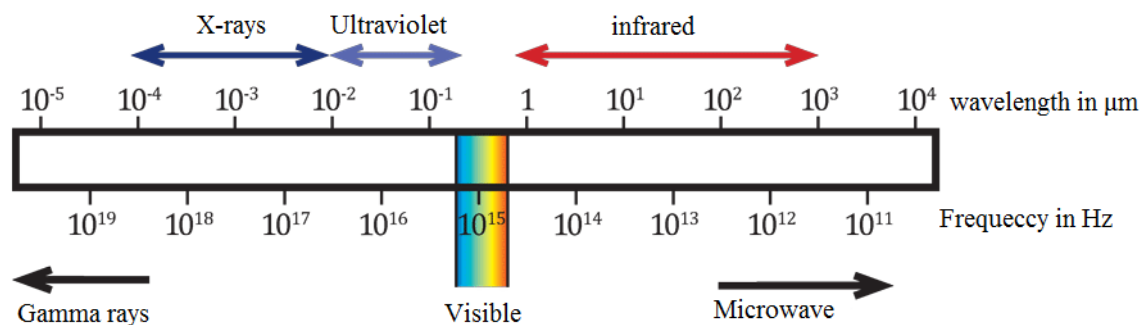
Tabel 4 geeft de meest geschikte thermokoppels weer voor toepassing in ovens waar hoge temperaturen bereikt worden.

Tabel 4: Overzicht thermokoppels type S, R en B [52]

Pluspool		Minpool		Type	Temperatuurbereik	Uitgangsspanning	Kleur steker	
Legering	SI	Legering	SI				IEC	ANSI
Platina rhodium (10%)	Pt-10%Rh	Platina	Pt	S	-50 .. 1398°C	-0,236 .. 18,693 mV	Oranje	Groen
Platina rhodium (13%)	Pt-13%Rh	Platina	Pt	R	-50 .. 1398°C	0,226 .. 21,101 mV	Oranje	Groen
Platina rhodium (30%)	Pt-30%Rh	Platina rhodium (6%)	Pt-6%Rh	B	0 .. 1704°C	0,000 .. 13,820 mV	Grijs	Grijs
Wolfram	W	Wolfram rhenium (26%)	W-26%Re	G	0 .. 2320 °C	0,000 .. 38,564 mV	Wit	Rood

2.7.2 PYROMETER

Voor het contactloos meten van temperatuur worden pyrometers of infrarood thermometers gebruikt. Contactloze temperatuurmeting maakt gebruik van infraroodstraling om de oppervlaktetemperatuur van een stuk te bepalen. Infraroodstraling wordt voornamelijk gegenereerd door hitte, daarom noemt men ze ook thermische straling. Deze straling is een deel van het elektromagnetisch spectrum wat niet met het blote oog kan waargenomen worden, zie figuur 14. Dit is elektromagnetische straling die uitgezonden wordt met golflengtes tussen 0.75 en 1000 micrometer.



Figuur 14: Elektromagnetisch spectrum [53]

Het oppervlak waarvan de temperatuur gemeten wordt, zendt thermische stralen uit die opgenomen worden door de pyrometer. De stralen worden gefocust op een detector die op zijn beurt het signaal omzet naar een elektrisch signaal om een temperatuurdisplay of regeleenheid aan te sturen. De pyrometer vergelijkt de emissiviteit van het stuk met die van een perfecte straler (zwart lichaam) op dezelfde temperatuur. Emissiviteit wordt bepaald door de oppervlaktekwaliteit, het soort materiaal en de uitgezonden golflengte en kan waarden aannemen tussen 0 en 1. Vanuit de emissiviteit of de gemeten helderheid wordt de reële temperatuur bepaald.

Het bepalen van de emissiviteit van het testmonster is net het probleem. Omdat er gewerkt wordt tussen kamertemperatuur en 1500 °C moet de emissiviteit gekend zijn in functie van de temperatuur. Dit is moeilijk om exact te bepalen en kan zorgen voor onjuiste meetwaarden.

Er zijn verschillende types pyrometers die we kunnen onderverdelen in twee grote categorieën:
- breedband pyrometers;

- smallband pyrometers.

Smallband pyrometers kunnen verder opgedeeld worden als volgt:

- enkele kleur pyrometer;
- twee kleuren pyrometer;
- multi golflengte pyrometer;
- optische pyrometer.

2.7.2.1 Breedband pyrometer

Dit zijn meestal de goedkopere en simpelere toestellen. Ze kunnen een groter spectrum van de thermische stralen meten. Ze zijn toepasbaar voor verschillende doeleinden. De breedband pyrometer is wel erg gevoelig voor vuildeeltjes zoals rook of stof en water (stoom) in de lucht. Dit kan resulteren in foute metingen.

2.7.2.2 Smallband pyrometers

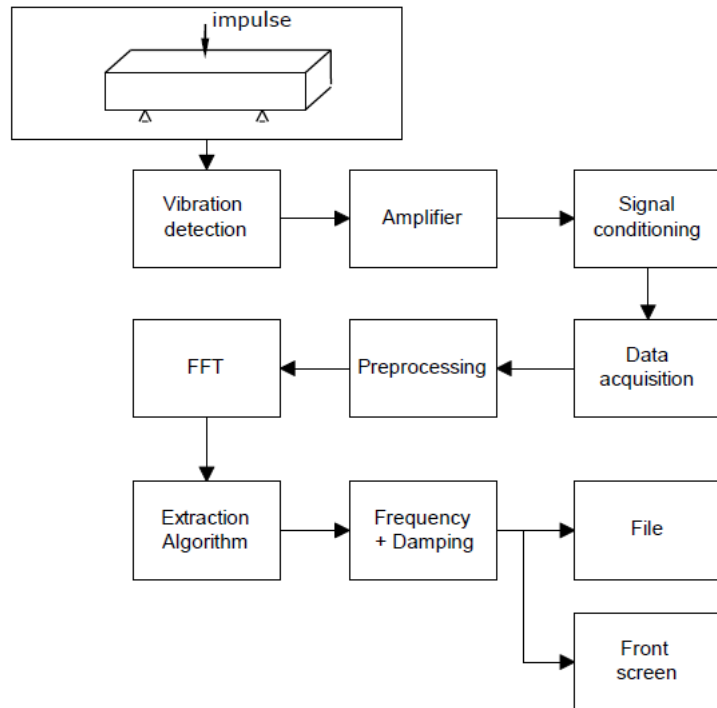
Op zich verschillen smallband pyrometers niet zo veel van de breedband pyrometers. Ze zijn zo ontworpen dat ze slechts een klein deel van het spectrum van thermische stralen doorlaten. Dat betekent dat ze voor meer specifieke doeleinden gebruikt worden zoals bijvoorbeeld het meten van de oppervlaktetemperatuur van glas. [53]

2.8 TRILLINGSMETING

Voor het bepalen van de elastische eigenschappen moet de trillingsfrequentie van het testmonster gemeten worden. Dit kan op drie manieren gebeuren:

- trillingsopname via een piëzo sensor;
- trillingsopname via een microfoon;
- trillingsopname via een laser vibrometer

De trilling wordt opgemeten via één van deze drie systemen en omgezet naar een elektrisch signaal. Dit elektrisch signaal wordt naar de RFDA-software gestuurd. Figuur 15 geeft schematisch weer hoe deze software de trilling interpreteert.

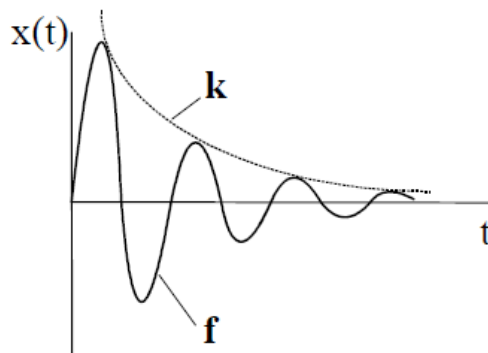


Figuur 15: Schematische werking RFDA-software [54]

Via speciaal ontwikkelde algoritmes berekent en visualiseert de computer elke waargenomen frequentie en demping. Deze worden weergegeven in grafieken in de vorm van een gedempte trilling: [54]

$$x(t) = A * e^{-kt} * \sin(\omega t + \varphi)$$

Figuur 16 geeft een grafiek van een gedempte trilling weer.



Figuur 16: Grafiek gedempte trilling [54]

2.8.1 TRILLINGSOPNAME VIA ACCELEROMETER

Een accelerometer wordt in de industrie vaak gebruikt om trillingen van een machine te meten. Deze kunnen eenvoudig op de machine geplaatst worden door middel van magnetische koppeling, hiervoor voorziene lijm of via een schroefverbinding. De werking van sommige accelerometers steunt op het piëzo-elektrisch effect. Deze types bestaan uit piëzo-elektrische schijven belast door een seismische massa in een compacte behuizing. Wanneer de sensor onderworpen wordt aan een trilling, wordt er door de massa een kracht opgewekt op de schijven. Door het piëzo-elektrisch effect produceert deze kracht een overeenkomstige elektrische lading. Deze lading is zo klein dat ze versterkt dient te worden om de meting te kunnen analyseren [55].

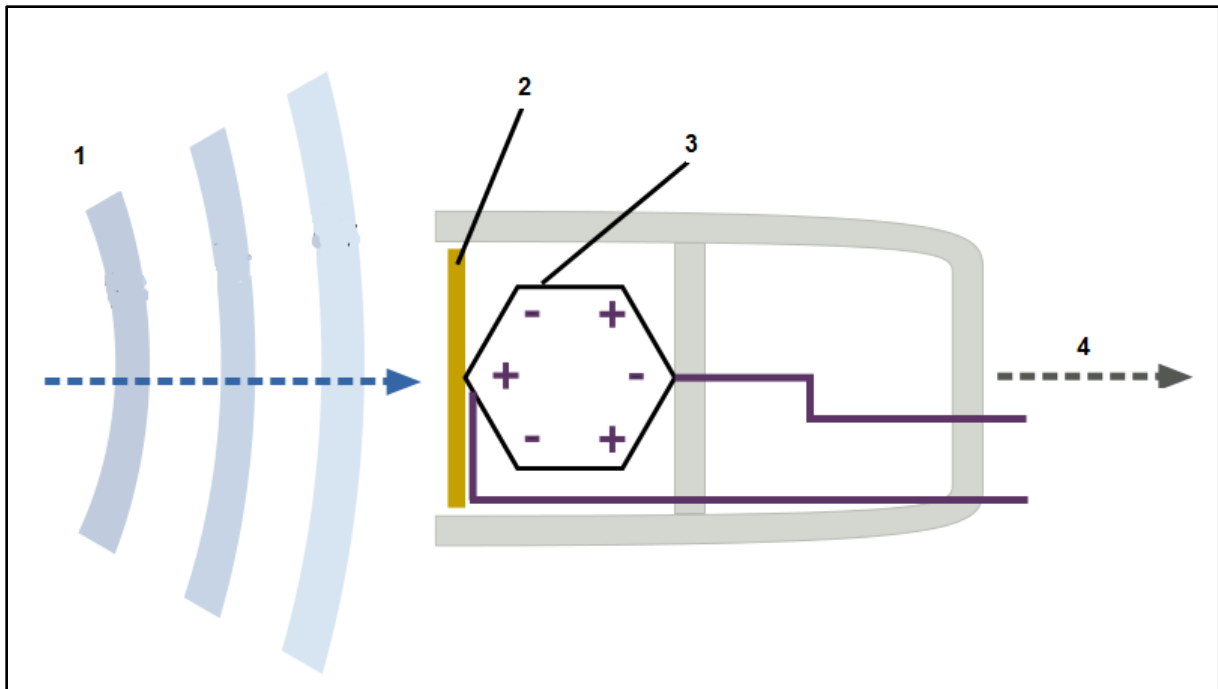
2.8.2 TRILLINGSOPNAME VIA MICROFOON

Dit is een contactloze manier van trillingsopname. Door het trillen van het testmonster gaan de deeltjes van het medium er rondom in beweging gebracht worden. Ditzelfde effect vindt plaats wanneer er muziek gespeeld wordt door een luidspreker. De muziek is hoorbaar omdat de luchtdeeltjes rondom de luidspreker bewegen en de beweging zich voortplant in de vorm van drukgolven door de lucht.

Het trillende testmonster brengt de deeltjes errond dus in beweging en de geluidsgolven planten zich voort in de proceskamer. Een microfoon neemt de trilling waar en zet dit akoestisch signaal om in een elektrisch signaal.

Er bestaan verschillende types microfoons met verschillende werkingsprincipes. Deze verschillende types zijn echter minder belangrijk in het kader van dit onderzoek. Een van de types van microfoons is de piëzo-microfoon. Dit type wordt in de huidige ovens van IMCE gebruikt als trillingsopnemer. De uitvoering en werking hiervan worden hieronder kort toegelicht.

De werking van een piëzo-microfoon berust op het principe van het piëzo-elektrisch effect. Dit effect is hiervoor reeds uitgelegd in paragraaf 2.8.1 "Trillingsopname via accelerometer". Bij een microfoon werkt dit wel net iets anders. Hier is het namelijk geen seismische massa die door trillingen een kracht opwekt, maar wel een membraan wat door drukgolven op en neer beweegt [56]. Door het bewegen van het piëzo-elektrisch element wordt er een spanning opgewekt die als signaal naar buiten gestuurd wordt. Op figuur 17 is eenvoudig afgebeeld hoe een piëzo-microfoon is opgebouwd.



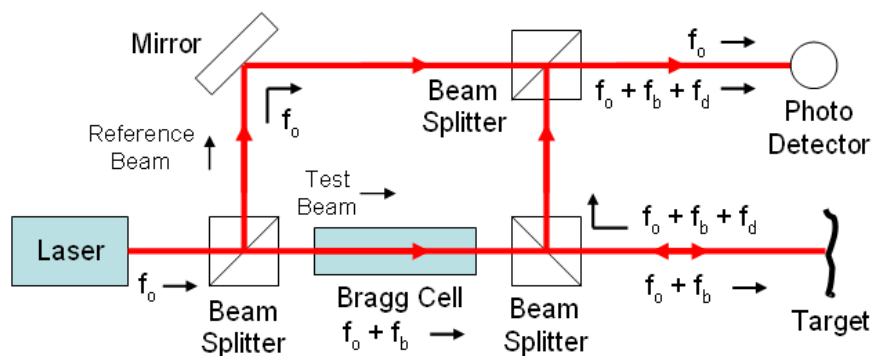
Figuur 17: Schematische werking piëzo microfoon [57]

Legende:

1. Drukgolven (geluid)
2. Membraan
3. Piëzo-elektrisch element
4. Spanningssignaal

2.8.3 TRILLINGSOPNAME VIA LASER VIBROMETER

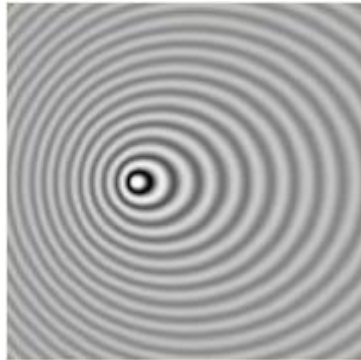
Een *laser vibrometer* wordt gebruikt voor het contactloos meten van trillingen. Het toestel wordt gericht op het oppervlak waarvan men de frequentie wilt meten. Het zendt een referentiestraal met een bepaalde frequentie rechtstreeks naar de detector en een tweede laserstraal met dezelfde frequentie naar het te meten oppervlak. De straal wordt weerkaatst door het oppervlak en opgevangen in het toestel door een detector. Onder invloed van de trilling van het te meten oppervlak ondergaat de laserstraal een faseverschuiving. Aan de hand van de faseverschuiving tussen de referentiestraal en de weerkaatste straal bepaalt het toestel de amplitude en de frequentie van het trillend oppervlak. Deze werking steunt op het dopplereffect. Figuur 18 geeft schematisch weer hoe een laser vibrometer werkt [58], [59].



Figuur 18: Schematische werking laser vibrometer [58]

2.8.3.1 Dopplereffect:

Het dopplereffect is de verandering van de golflengte van geluid of licht. Deze verandering treedt op wanneer de bron of de ontvanger in beweging zijn. Wanneer bron en ontvanger stilstaan ten opzichte van elkaar en de bron trillingen produceert met een bepaalde frequentie zal de ontvanger deze onveranderd waarnemen. Een bewegende bron zal aan de kant waar ze naartoe beweegt een kortere golflengte produceren dan aan de kant waar ze van weg beweegt. Voor de frequentie geldt het omgekeerde. Figuur 19 geeft dit weer. In deze figuur beweegt de bron naar links.



Figuur 19: Voorbeeld dopplereffect - bewegende bron [60]

3 EISEN AAN DE OVEN

De oven moet aan verschillende eisen voldoen. Deze eisen werden gedurende het hele ontwerpproces in acht genomen. Aan de hand van deze eisen werd het ontwerp namelijk opgesteld.

3.1 EISEN OP GEBIED VAN TEMPERATUUR

De oven heeft als functie om metingen uit te voeren op halfgeleidermaterialen. Deze metingen worden uitgevoerd aan de hand van de *Impulse Excitation Technique*. Dat is een methode die gebruikt wordt om contactloos de elastische eigenschappen van een bepaald materiaal te bepalen. De elastische eigenschappen van een materiaal zijn temperatuursafhankelijk. De oven moet de elastische eigenschappen bij temperaturen van kamertemperatuur tot net onder de smeltemperatuur van het halfgeleidermateriaal kunnen meten. Silicium is het materiaal dat het meeste voorkomt als halfgeleidermateriaal. De smeltemperatuur van silicium bedraagt 1410 °C. Daarom zal de oven een maximale werkingstemperatuur van 1500 °C hebben. Andere veelgebruikte halfgeleidermaterialen hebben een lagere smeltemperatuur, waardoor ook deze materialen kunnen gebruikt worden in de oven. Het is dus noodzakelijk dat deze oven ook op lagere temperaturen dan 1500 °C gebruikt kan worden.

Behalve de maximaal toelaatbare temperatuur zijn er nog andere temperatuursafhankelijke eisen aan de oven. Zo moet de temperatuur in de oven geregeld worden met een nauwkeurigheid van 1.5 °C of 0.25% van de absolute maximumtemperatuur, de grootste van de twee is van toepassing. Om temperatuurgradiënten in het testmonster te vermijden, moet er gewerkt worden met een opwarmingssnelheid van 3 – 5 °C/min.

Het Algemeen Reglement op de Elektrische Installaties (AREI) schrijft een maximale temperatuur van de behuizing voor. Tabel 5 geeft de bijhorende tabel uit AREI, artikel 103, weer.

Tabel 5: toelaatbare temperaturen van uitwendige oppervlakken [61]

Maximumtemperaturen van de uitwendige oppervlakken van elektrisch materieel aangebracht binnen het genaakbaarheidsprofiel	
Uitwendige oppervlakken	Maximum temperaturen (°C)
van bedieningsorganen	
metalen	55
niet metalen	65
bestemd om onder normale gebruiksomstandigheden aangeraakt te worden maar niet om voortdurend in de hand te worden gehouden:	
metalen	70
niet metalen	80
Die genaakbaar zijn maar niet bestemd om onder normale gebruiksomstandigheden aangeraakt te worden:	
metalen	80
niet metalen	90

De behuizing van de oven bestaat uit een metaal en mag onder normale omstandigheden aangeraakt worden. Daarom is de maximaal toelaatbare temperatuur van het buitenoppervlak van de oven 70 °C wanneer de oven wordt gebruikt.

Er bevinden zich verschillende elementen in de oven die nodig zijn bij het meet- of verwarmingsproces. Elementen nodig voor het meetproces zijn de oplegging voor het testmonster, de excitator die de trilling opwekt en de geleidingsbuis die de trilling tot bij de microfoon leidt. Elementen nodig voor het verwarmingsproces zijn de verwarmingselementen, de isolatie en de temperatuurmeter. Deze elementen moeten uiteraard ook in staat zijn om te gebruiken bij 1500 °C.

3.2 EISEN AAN HET TESTMONSTER

De *Impulse Excitation Technique* en bijhorende formules kunnen slechts gebruikt worden wanneer het testmonster (waarop de techniek wordt toegepast) aan strikte eisen voldoet. De oven moet in staat zijn om IET-metingen uit te voeren op testmonsters met een rechthoekige doorsnede. Hoewel de absolute afmetingen van het testmonster afhankelijk zijn van de afmetingen van de binnenkant van de oven, zijn de onderlinge afmetingen van het testmonster wel van belang voor de meting. Er wordt een onderscheid gemaakt tussen testmonsters met een rechthoekige doorsnede, testmonsters met een cirkelvormige doorsnede en schijfvormige testmonsters. [62] Aangezien de oven enkel rechthoekige testmonsters moet kunnen meten, wordt er niet verder ingegaan op cilindrische en schijfvormige testmonsters. A. K. Swarnakar, Assistent Onderzoeker aan de KULeuven, antwoordde op 3 december 2014 dat de maximale afmetingen van de testmonsters 60 mm bedraagt. Dit houdt voor de testmonsters met rechthoekige en cirkelvormige doorsnede een maximale lengte van 60 mm in en voor de schijfvormige testmonsters een maximale diameter van 60 mm. Deze maximale afmetingen zijn interessante maten voor halfgeleidermaterialen, maar staan los van de IET.

3.2.1 TESTMONSTERS MET RECHTHOEKIGE DOORSNEDE

Voor testmonsters met een rechthoekige doorsnede gelden verschillende richtlijnen volgens ASTM-E1876-99, ENV 843-2 en ASTM-C1259-08: [62]

- de verhouding van de lengte over de dikte van het testmonster moet groter of gelijk zijn aan 5 (ASTM) of 10 (ENV);
- voor eenvoudigere berekeningen echter kiest men de verhouding van lengte over dikte best tussen 20 en 25;
- om de G-modulus te berekenen moet de verhouding van de breedte over de dikte groter of gelijk zijn aan 3 om de experimenten te vereenvoudigen;
- de oppervlakken moeten allen vlak zijn;
- de evenwijdigheid tussen parallelle vlakken over de lengte- en de breedterichting moet kleiner dan 0.01 mm of 0.1% zijn, de grootste van de twee is van toepassing;
- de evenwijdigheid van parallelle vlakken over de dikterichting moet kleiner zijn dan 0.02 mm of 0.2%, de grootste van de twee is van toepassing;
- de verhouding van de lengte over de breedte moet groter zijn dan 10;
- de dikte van het testmonster is het meest kritisch;
- de resonantiefrequentie van het testmonster moet groter zijn dan 500Hz, om problemen met ruis te vermijden;

- wanneer enkel de interne wrijving gemeten wordt, is de afstandsnauwkeurigheid niet langer relevant. Het is dan voldoende dat de resonantiefrequentie hoog genoeg is.

3.3 EISEN OP GEBIED VAN ZUIVERHEID

Aangezien de resultaten van de metingen nauw samenhangen met de afmetingen van het testmonster, is het belangrijk dat deze afmetingen niet veranderen tijdens het meetproces. Daarom is het belangrijk dat er zich zo weinig mogelijk reacties voordoen op het testmonster. Dit wordt bereikt door de atmosfeer in de oven zo zuiver mogelijk te houden.

In de halfgeleiderindustrie zijn er verschillende normen die een grens stellen aan de zuiverheid van de werkingsatmosfeer tijdens de productie van halfgeleiders. Eén van die normen is ISO 14644-1 *Cleanroom standards*. Tabel 6 geeft een overzicht van de ISO-norm, samen met het FED equivalent weer.

Tabel 6: ISO 14644-1 en FED STD 209E equivalent [63]

ISO 14644-1 Klasse	Maximum aantal deeltjes per m ³						FED STD 209E equivalent
	≥0.1µm	≥0.2µm	≥0.3µm	≥0.5µm	≥1µm	≥5µm	
ISO 1	10	2					
ISO 2	100	24	10	4			
ISO 3	1000	237	102	35	8		Klasse 1
ISO 4	10000	2370	1020	352	83		Klasse 10
ISO 5	100000	23700	10200	3520	832	29	Klasse 100
ISO 6	1000000	237000	102000	35200	8320	293	Klasse 1000
ISO 7				352000	83200	2930	Klasse 10000
ISO 8				3520000	832000	29300	Klasse 100000
ISO 9				35200000	8320000	293000	Buitenlucht

ISO 14644-1 geeft een classificatie weer van de concentratie van deeltjes, gesorteerd volgens grootte. ISO 1 is het meest zuivere, ISO 9 komt overeen met buitenlucht.

Een andere mogelijke norm is SEMI F21-1102: *Classification of airborne molecular contaminant level in clean environments*. Tabel 7 geeft een overzicht van deze norm.

Tabel 7: SEMI F-21-1102 [64]

Parts per trillion (pptm) 10 ⁻¹²					
Material Category	1	10	100	1000	10000
Acids	MA-1	MA-10	MA-100	MA-1000	MA-10000
Bases	MB-1	MB-10	MB-100	MB-1000	MB-10000
Condensables	MC-1	MC-10	MC-100	MC-1000	MC-10000
Dopants	MD-1	MD-10	MD-100	MD-1000	MD-10000

SEMI F-21-1102 geeft een classificatie weer van de concentratie van de deeltjes, gesorteerd volgens de aard van de onzuiverheid.

ISO 14644-1 en SEMI F-21-1102 geven de onzuiverheden weer van een gas op microscopisch niveau. Dit is bij de productie van halfgeleiders van belang omdat zelfs de kleinste onzuiverheden de elektrische eigenschappen van het halfgeleidermateriaal beïnvloeden. Tijdens het ontwerp van de oven zijn vooral macroscopische veranderingen aan de afmetingen van het testmonster van belang. De normen uit de halfgeleiderindustrie zijn hiervoor te strikt. Deze zullen dus niet toegepast worden. Daarom zal er getracht worden om de reactieve stoffen en onzuiverheden in de oven zo goed als mogelijk te verwijderen, door ervoor te zorgen dat de elementen in de oven geen onzuiverheden of reactieve stoffen bevatten. Ook de atmosfeer waaronder de metingen worden uitgevoerd zal hieraan aangepast worden. Daarom wordt er in de oven enkel onder inerte atmosfeer gemeten.

Het spoelen zorgt ervoor dat achtergebleven reactieve stoffen zoveel mogelijk verwijderd worden. Om de oven te spoelen wordt er met een vacuüm gewerkt. De oven moet dus ook een vacuüm kunnen realiseren van 10^{-1} mbar.

3.4 OVERIGE EISEN

Om het testmonster in de opstelling te plaatsen, moet de oven geopend kunnen worden. Tijdens het meten moet de oven uiteraard gesloten worden. De afsluiting moet vacuümdicht zijn zodat de buitenlucht de inerte atmosfeer niet kan vervuilen. Dit geldt tevens voor alle aansluitingen die de elementen binnen de oven verbinden met de buitenwereld.

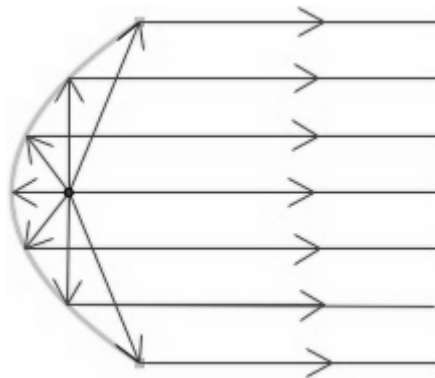
De trilling van het testmonster moet zo weinig mogelijk beïnvloed worden. Om hiervoor te zorgen moet het testmonster zo weinig mogelijk contact maken met de andere elementen. De oplegging moet dus op zo een manier gebeuren dat dit een zo klein mogelijke invloed heeft op de trilling van het testmonster. Om dezelfde reden kan de trilling best contactloos gemeten worden.

4 KEUZE VAN DE VERWARMINGSMETHODE

Na een uiteenzetting van de verschillende verwarmingsmethodes in hoofdstuk 2, volgt in dit hoofdstuk een keuze van de verwarmingsmethode. Ter herhaling: met verwarmingsmethode wordt bedoeld hoe de elektrische energie in het verwarmingselement wordt omgezet in het verwarmen van het testmonster.

4.1 INFRAROODVERWARMING

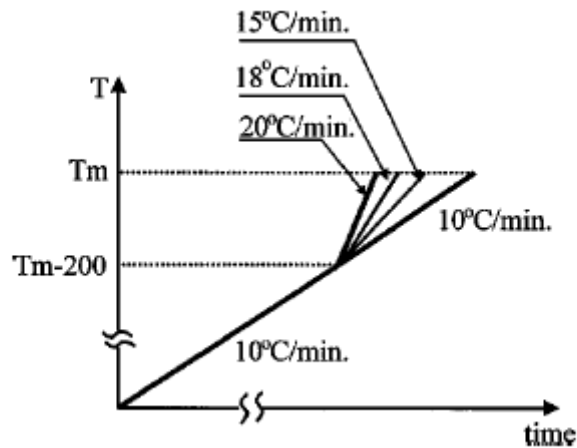
Zoals in hoofdstuk 2 werd uitgelegd, wordt een product bij infraroodverwarming opgewarmd via infraroodstraling. Een belangrijk voordeel is dat deze straling zeer eenvoudig te richten is met behulp van spiegels. Door gebruik te maken van een parabolische spiegel rond het verwarmingselement kan de straling in de gewenste richting worden gericht. De wet van reflectie zegt namelijk dat de invalshoek gelijk is aan de reflectiehoek, beide gemeten ten opzichte van de normaal op het reflecterend oppervlak. [65] Wanneer het verwarmingselement zich in het brandpunt van de parabool bevindt, is deze eigenschap erg interessant. Figuur 20 geeft het resultaat van deze wet, toegepast op een parabool, weer.



Figuur 20: Reflectie-eigenschap van een parabool [66]

Door het oppervlak van het testmonster loodrecht te plaatsen ten opzichte van de stralingsvectoren (horizontale lijnen op figuur 21) kan het testmonster gelijkmatig opgewarmd worden.

Een bijkomend voordeel van infraroodverwarming is dat hoge opwarmingssnelheden mogelijk zijn. Te hoge opwarmingssnelheden hebben echter ook nadelen. Daarom is de maximale opwarmingssnelheid van silicium onderzocht. Bij het opwarmen van silicium van kamertemperatuur (20 °C) tot smeltemperatuur (1410 °C) is het temperatuursgebied van 800 °C – 1000 °C kritiek. In dit gebied is de kans op vorming van thermische, spanningsgeïnduceerde dislocaties namelijk het grootst. Bij hoge opwarmingssnelheden ontstaan grote temperatuurgradiënten in het testmonster. Deze temperatuurgradiënten zorgen voor thermische spanningen die zorgen voor ongelijkmatige opwarming. Daarom mag het testmonster van kamertemperatuur tot 1200 °C opgewarmd worden met een maximale snelheid van 10 °C per minuut. Het opwarmen van het testmonster van 1200 °C tot smeltemperatuur is minder kritiek en kan dus gebeuren bij een snelheid tot maximaal 20° C per minuut. In dit temperatuursgebied is het testmonster namelijk minder vatbaar voor de gevolgen van temperatuurgradiënten. [67] Figuur 21 visualiseert de verandering van de opwarmingssnelheid. T_m is de smeltemperatuur van silicium.



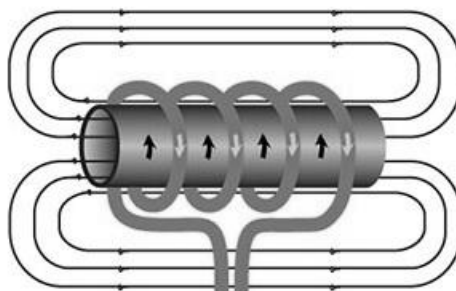
Figuur 21: Verandering van opwarmsnelheid [67]

Uit hoofdstuk 3 volgt dat de maximale opwarmsnelheid 3-5 °C/min bedraagt. Deze opwarmsnelheid is voldoende laag om temperatuurgradiënten in het testmonster te vermijden.

In de oven wordt geen infraroodverwarming gebruikt om verschillende redenen. Een eerste reden is dat de testmonsters die in de oven geplaatst worden vaak gepolierd of geëtst zijn. Deze behandeling zorgt ervoor dat het oppervlak van het testmonster spiegelend is. Hierdoor hebben de testmonsters vaak een lage absorptiecoëfficiënt waardoor een groot deel van de straling die het verwarmingselement uitzendt gereflecteerd wordt. Ten tweede is de veel hogere opwarmsnelheid bij infraroodverwarming onnodig. Ten derde overschrijdt de maximale temperatuur in de oven de maximale toelaatbare temperatuur van infraroodverwarmingselementen. Deze verwarmingselementen mogen namelijk maar gebruikt worden bij een maximale producttemperatuur van 1000 °C. [68]

4.2 INDUCTIEVERWARMING

Bij inductieverwarming wordt er een stroom in het testmonster geïnduceerd met behulp van een elektromagnetisch veld. Zoals in hoofdstuk 2 werd gezegd, steunt de werking van inductieverwarming op de werking van een transformator. Als een wisselstroom door de primaire spoel van een transformator loopt, wekt deze een wisselend elektrisch veld op. Uit de wet van Faraday volgt dat als de secundaire spoel van de transformator zich in dit veld bevindt, er een stroom wordt geïnduceerd in de secundaire spoel. Bij inductieverwarming doet het te verwarmen testmonster dienst als secundaire spoel. Geïnduceerde wervelstromen in het testmonster zorgen ervoor dat het opwarmt. [69] Figuur 22 geeft een schematische voorstelling van het principe van inductie weer.



Figuur 22: principe van inductie [69]

Inductieverwarming kan dus enkel gebruikt worden indien er wisselstroom is. Dit is geen probleem, aangezien de oven wordt gevoed door netspanning. Een groot nadeel is echter dat er een elektromagnetisch veld wordt opgewekt. Dit veld kan storingen in de meetapparaten veroorzaken, de meetsignalen beïnvloeden of zelfs de elektronische componenten van de oven beschadigen. Het is om deze reden dat er in de oven geen gebruik gemaakt werd van inductieverwarming.

4.3 WEERSTANDSVERWARMING

Weerstandsverwarming is de eenvoudigste vorm van elektrische verwarming. Bij het gebruik van weerstandsverwarming wordt het testmonster voornamelijk opgewarmd via het tussenliggende medium, in dit geval argon. Dit maakt het mogelijk om het testmonster geleidelijk en uniform op te warmen. Hierdoor verlaagt de kans op thermische schok en temperatuurgradiënten in het testmonster. Het is om deze redenen dat er in de oven weerstandsverwarming gebruikt wordt.

5 MATERIAALONDERZOEK

De oven is opgebouwd uit verschillende elementen. Deze elementen moeten geschikt zijn om te gebruiken tot 1500 °C, maar mogen ook geen onzuiverheden of reactieve stoffen afscheiden die het testmonster kunnen beïnvloeden. De zuiverheid in de oven moet gewaarborgd blijven over het volledige temperatuurgebied. Dit zijn de uitgangspunten bij de materiaalkeuze van de verschillende elementen.

5.1 ONDERZOEK NAAR GESCHIKTE ATMOSFEER

Om ervoor te zorgen dat de atmosfeer in de oven geen reacties veroorzaakt met het testmonster, zijn er verschillende opties. Zoals in paragraaf 2.5 “Inerte atmosfeer en proceskamer” al werd aangehaald, moeten oxidatie en nitridatie van het testmonster vermeden worden. Dit kan gerealiseerd worden door ervoor te zorgen dat er geen gas aanwezig is in de oven met behulp van een vacuüm of door voor een inerte atmosfeer te zorgen.

5.1.1 VACUÛMATMOSFEER

Om ervoor te zorgen dat er zich geen reacties voordoen tussen het testmonster en de gassen in de oven, kan een vacuüm gebruikt worden. Een perfect vacuüm is echter onmogelijk om te realiseren. Daarom wordt het niveau van vacuüm uitgedrukt in een eenheden van druk.

De standaardatmosfeer op aarde bedraagt 101.325 kPa of 1 bar. [70] Wanneer de druk in een volume tussen 0 en 1 bar ligt, spreekt men van een vacuüm of onderdruk. De druk van een perfect vacuüm bedraagt 0 bar, maar is onmogelijk te realiseren. Dus hoe dichter de druk 0 bar benaderd, hoe hoger het niveau van het vacuüm.

Een bijkomend voordeel van het werken onder een vacuümatmosfeer is zijn isolatievermogen. Bij een vacuüm kan er namelijk geen warmtetransport via conductie of convectie optreden. Warmtetransport doorheen een vacuüm kan enkel via straling. Daarom worden vacuümvovens altijd gebruikt in combinatie met hitteschilden. De hitteschilden reflecteren namelijk de infraroodstraling, waardoor de ovenwand niet opwarmt.

Wanneer er onder een vacuümatmosfeer gewerkt wordt, moet er rekening gehouden worden met sublimatie. De combinatie van de lage druk en de hoge temperatuur in de oven kan het testmonster doen verdampen. Daarom mag de werkdruk in de oven nooit lager zijn dan de dampdruk van het gebruikte testmonster bij een bepaalde temperatuur. Dus hoe hoger de dampdruk van een materiaal, hoe sneller dit materiaal zal sublimeren. In de oven zal dit als gevolg hebben dat de gasfase van het testmonster de oven zal vervuilen door neer te slaan op de elementen binnen in de oven. Tabel 8 geeft de dampdruk van verschillende halfgeleidermaterialen bij hun smeltpunt weer.

Tabel 8: Dampdrukken van verschillende halfgeleidermaterialen

Materiaal	Smeltemperatuur [°C]	Dampdruk [kPa]
Silicium (Si)	1410	$8.1 \cdot 10^{-3}$ [71]
Germanium (Ge)	938.2	$1.0 \cdot 10^{-7}$ [71]
Galliumarsenide (GaAs)	1238	± 72 [72]
Galliumnitride (GaN)	2215	2000-6000 [73]
Indiumfosfide (IP)	1062	0.0266 [74]

De dampdruk van galliumnitride is gemeten tussen 1200 °C en 2215 °C. Dit verklaart de grote spreiding op deze dampdruk. De dampdruk van indiumfosfide is gebaseerd op een kristalgroeiproces van indiumfosfidepoeder, dat plaatsvindt bij 600 °C – 800 °C. Organische halfgeleiders zijn niet opgenomen in deze tabel, maar deze halfgeleiders hebben een veel lagere smelttemperatuur en sublimeren over het algemeen sneller dan anorganische halfgeleiders.

Uit tabel 8 volgt dat de dampdrukken van sommige van de meest voorkomende halfgeleiders hoge waardes aannemen. De dampdruk van silicium bedraagt $8.1 \cdot 10^{-3}$ kPa of $8.1 \cdot 10^{-2}$ mbar. Een vacuüm van 10^{-1} mbar bij de smelttemperatuur van silicium is in theorie mogelijk. Hiervoor zijn echter tests nodig die moeten uitwijzen of het silicium onder die voorwaarden al dan niet verdampt. Een bijkomend nadeel van werken onder vacuüm is dat het aantal soorten halfgeleidermaterialen die gebruikt kunnen worden in de oven slinkt aangezien de meeste halfgeleiders uit tabel 4 een veel hogere dampdruk hebben. Het is om deze redenen dat er niet gewerkt wordt met een vacuümatmosfeer in de oven.

5.1.2 INERTE ATMOSFEER

De atmosfeer op aarde bestaat voor 78.08% uit stikstofgas en voor 20.94% uit zuurstof. [75] In deze toepassing zijn zowel oxidatie als nitratie gevaarlijk voor het testmonster. Daarom mag de atmosfeer in de oven geen lucht zijn. In de halfgeleiderindustrie wordt vaak gewerkt onder een inerte atmosfeer. Dit wordt gedaan om reacties van de halfgeleidermaterialen te voorkomen. In de oven wordt om dezelfde reden onder een inerte atmosfeer gewerkt.

Argon (Ar) wordt vaak toegepast als gas om een inerte atmosfeer te bekomen. Bij het Czochralski-proces wordt bijvoorbeeld gewerkt onder een argonatmosfeer van 20-100 mbar om een inerte atmosfeer te realiseren. [13] Aangezien dit inert gas wordt gebruikt bij productietoepassingen van halfgeleiders, wordt dit gas ook gebruikt in de oven.

De vorming van nitriden op het testmonster en de elementen moet vermeden worden. Nitratie van keramieken gebeurt namelijk in het temperatuursgebied van 1250-1550 °C. [76] Omdat keramieken zeer interessante materialen zijn voor deze toepassing, wordt er geen stikstofgas (N₂) gebruikt als inert gas.

5.2 MATERIAAL VERWARMINGSELEMENTEN

Het materiaal waaruit de verwarmingselementen zijn opgebouwd bepaalt of het element geschikt is voor de oven of niet. Of een materiaal al dan niet geschikt is om te gebruiken als weerstandsverwarmingselement hangt af van de volgende voorwaarden:

- het materiaal moet elektrisch geleidend zijn;
- het materiaal moet een voldoende hoge smelttemperatuur hebben;
- het materiaal moet geschikt zijn om onder een argonatmosfeer te werken;
- het materiaal moet een voldoende hoge thermische geleidbaarheid hebben;
- het materiaal moet een voldoende lage thermische expansiecoëfficiënt hebben;
- het materiaal moet een voldoende lage specifieke warmtecapaciteit hebben.

Tabel 9 geeft een overzicht van een selectie van mogelijke materialen waaruit de weerstandsverwarmingselementen kunnen opgebouwd worden.

Tabel 9: Weerstandsverwarmingselementen [77]

Materiaal	Maximale gebruikstemperatuur [°C]
Metalen	
Molybdeen (Mo)	1800
Wolfram (W)	2800
Keramieken	
Siliciumcarbide (SiC)	1500
Molybdeendisilicide (MoSi ₂)	1700
Grafiet (C)	3000

De materialen in tabel 9 zijn allemaal elektrisch geleidend en geschikt om onder een argonatmosfeer te gebruiken. De smelttemperatuur van deze materialen ligt ook voldoende hoog. Tabel 10 geeft een aantal andere belangrijke eigenschappen van de geselecteerde materialen weer.

Tabel 10: Thermische eigenschappen

Materiaal	Thermische geleidbaarheid [W/m.K]	Thermische expansiecoëfficiënt [$10^{-6}/K$]	Specifieke warmtecapaciteit [kJ/kg.K]
Mo	138 [78]	4.8 [79]	0.25 [80]
W	175 [81]	4.32 – 4.68 [81]	0.135 [81]
SiC	120 [82]	4 [82]	0.75 [82]
MoSi ₂	60 – 70 [83]	7 – 10 [83]	0.40 – 0.43 [83]
Grafiet	25 - 470 [84]	1.2 – 8.2 [84]	0.71 – 0.83 [84]

In de volgende paragrafen wordt een overzicht gegeven van de verschillende materialen die geschikt zijn om te gebruiken als verwarmingselementen in de oven. Het materiaal dat uiteindelijk gebruikt wordt als verwarmingselement wordt gekozen aan de hand van de verschillende conceptuele ontwerpen in hoofdstuk 6.

5.2.1 MOLYBDEEN

Molybdeen is een vuurvast metaal en is dus resistent tegen extreem hoge temperaturen en slijtage. Bij temperaturen onder 1000 °C is molybdeen bros, maar bij hogere temperaturen stijgt zijn sterkte. De thermische geleidbaarheid van molybdeen bedraagt 138 W/mK, bijna twee keer zo hoog als die van ijzer. [78] Molybdeen oxideert bij 250 tot 300 °C. De vorming van molybdeendioxide beschermt het onderliggende pure molybdeen tegen verdere oxidatie rond 600 °C. Molybdeendioxide verandert in molybdeentrioxide, wat extreem vluchtig is. Hierdoor wordt het onderliggende materiaal niet langer beschermd tegen verdere oxidatie. Bij ongeveer 800 °C treedt catastrofale oxidatie op. [85] Daarom mag molybdeen niet gebruikt worden in een oxiderende atmosfeer. Molybdeen reageert niet met stikstofgas, zelfs niet bij hoge temperaturen. [86] Vanaf 1100 °C vormen er zich echter wel silicides op molybdeen. [87] Een bijkomend nadeel is dat molybdeen na verloop van tijd niet langer ductiel is, maar bros wordt.

5.2.2 WOLFRAM

Wolfram is ook een vuurvast metaal. Het is het zwaarste element van alle metalen (19250 kg/m³), het heeft de laagste dampdruk van alle metalen ($8.15 \cdot 10^{-10}$ mbar) en de laagste thermische expansiecoëfficiënt van alle metalen. [81] Door zijn hoge elektronenemmissiviteit wordt wolfram meestal toegepast in infraroodverwarmingselementen, als filament omgeven

door stikstofgas in een kwartsen behuizing. Door wolfram te omgeven met stikstof, zal het filament minder snel opgebruikt worden. Wolfram en stikstofgas reageren namelijk niet. [88] Het nadeel van wolfram als weerstandsverwarmingselement is dat het vanaf 500 °C begint te oxideren en vanaf 1200 °C treedt catastrofale oxidatie op. Wolfram en silicium reageren enkel met elkaar als wolfram in de gasfase is en onder strikte voorwaarden. In dit geval spreekt men van *Chemical Vapor Deposition*. [89] Wolfram vertoont veel gelijkenissen met molybdeen op gebied van mechanische, elektrische, thermische en chemische eigenschappen. Het is wel minder ductiel en moeilijker te bewerken dan molybdeen. [85]

5.2.3 SILICIUMCARBIDE

Siliciumcarbide wordt vaak gebruikt als verwarmingselement omdat het zijn mechanische eigenschappen behoudt bij hoge temperaturen. Wel treedt er veroudering op bij siliciumcarbide verwarmingselementen: de elektrische weerstand van het materiaal neemt toe. Hoewel het verouderingsverschijnsel nog niet goed begrepen is, wordt wel aangenomen dat het hoofdzakelijk te wijten is aan oxidatie van het materiaal. [90] Siliciumcarbide kan op verschillende manieren gevormd worden, onder zeer strikte voorwaarden. [91] Daarom werd ervan uitgegaan dat siliciumcarbide niet met silicium reageert. Een groot voordeel van siliciumcarbide verwarmingselementen is dat het materiaal een porositeit van 0% heeft. [82] Hierdoor kan het verwarmingselement geen reactieve gassen absorberen, die kunnen zorgen voor reacties met het testmonster op hoge temperaturen.

5.2.4 MOLYBDEENDISILICIDE

Molybdeendisilicide is een vuurvast materiaal dat veelvuldig gebruikt wordt als verwarmingselement. Het materiaal is goed bestand tegen oxidatie. Dit komt door de vorming van stabiele lagen siliciumoxide op zijn oppervlak bij hoge temperaturen. Het materiaal behoudt ook zijn mechanische sterkte bij verhoogde temperaturen. Onder 1000 °C is het wel extreem bros en het vertoont kruip bij temperaturen boven 1200 °C. [83] Kruip is een fenomeen dat optreedt wanneer materialen gedurende lange tijd worden blootgesteld aan spanningen. Het materiaal vervormt dan mechanisch, ook al ligt de spanning ver onder de vloeigrens van het materiaal. Kruip treedt sneller op wanneer het materiaal een hogere temperatuur heeft. [92] Molybdeendisilicide kan op verschillende manieren gevormd worden uit molybdeen en silicium. Dit gebeurt echter steeds onder een hoog vacuüm om beide of één van de substanties in de gasfase te krijgen. [93] Daarom werd ervan uitgegaan dat molybdeendisilicide en silicium niet reageren met elkaar. Molybdeendisilicide mag in combinatie met argon gebruikt worden. Een sterke *gas-flow* kan er echter voor zorgen dat het chemisch evenwicht rondom het verwarmingselement verstoord wordt. [76] Dit is niet het geval in de oven.

5.2.5 GRAFIET

Grafiet is één van de twee kristalvormen van koolstof, samen met diamant. Het materiaal heeft een hexagonaal-kubische structuur. In een oxiderende atmosfeer reageert het met zuurstof tot CO₂ bij temperaturen vanaf 700 °C. Aangezien siliciumcarbide enkel onder strikte voorwaarden gevormd kan worden, werd ervan uitgegaan dat silicium en grafiet niet zullen reageren. [91] Grafiet is thermisch stabiel waardoor het vaak gebruikt wordt als vuurvast materiaal in toepassingen op hoge temperaturen. [94] Grafiet heeft een porositeit van 0.7 tot 53%. [84]

5.3 MATERIAAL ISOLATIE

Om te kiezen welk isolatiemateriaal het meest geschikt is voor deze toepassing zijn verschillende eigenschappen van de materialen in acht genomen. De samenstelling van het materiaal bepaalt of dit het testmonster gaat contamineren. De thermische geleidbaarheidscoëfficiënt bepaalt in welke mate het materiaal de warmte geleidt. De thermische uitzettingscoëfficiënt geeft aan in welke mate het materiaal uitzet of krimpt bij het opwarmen of afkoelen. In de volgende paragrafen worden de onderzochte materialen verder toegelicht.

5.3.1 ISOLATIE – KOOLSTOF

Het isolatiemateriaal genaamd CALCARB van producent Mersen is een materiaal gemaakt uit korte koolstofvezels. Het is speciaal ontwikkeld voor zeer hoge temperaturen en kan gebruikt worden tot maximaal 3000 °C in argon of stikstof atmosfeer. In lucht oxideert het bij 350 °C. Toepassingen van dit materiaal zijn:

- warmtebehandeling in gecontroleerde atmosfeer;
- CVD-ovens;
- kristalgroei industrie;
- optische vezels;
- gieten van turbinebladen;
- silicium wafer productie.

Het materiaal wordt zo geproduceerd dat het zeer geschikt is voor zuivere processen. Hierbij wordt rekening gehouden met de afgassing van koolstofdeeltjes. Een speciale vacuüm behandeling verzekert de temperatuurstabiliteit en het niet afgassen van koolstofdeeltjes. Het materiaal bevat niet meer dan 500 ppm onzuiverheden en dit kan door middel van speciale reinigingsprocessen zelfs tot 20 ppm herleid worden.

Indien deze koolstofdeeltjes vrij zouden komen en in de proceskamer gaan rondzweven, is de kans groot dat ze terecht komen op het testmonster. Er worden dan carbiden gevormd op het testmonster. Hoewel carbidevorming pas optreedt bij een temperatuur van 1390 °C is dit toch een gegeven waar rekening mee gehouden wordt omdat de elastische eigenschappen van silicium nabij de smelttemperatuur van 1410 °C onderzocht worden.

Het materiaal heeft een goede isolatiewaarde, kan in verschillende vormen en maten geleverd worden en is gemakkelijk bewerkbaar. Koolstof is een elektrisch geleidend materiaal. Hiermee moet dus rekening gehouden worden wanneer er later voor weerstandsverwarming gekozen zou worden.

Het materiaal kan voorzien worden van verschillende coatings. [49] Zo een coating biedt een oplossing om het stoffige en vezelachtige karakter van het materiaal tegen te gaan. Of deze coatings ook de contaminatie van het testmonster door carbidevorming tegengaan kan enkel uitgesloten worden op basis van testen met een prototype. De verschillende coatings worden kort toegelicht in volgende paragrafen.

5.3.1.1 Calcoat

Het materiaal wordt bij wijze van spreken geleverd met een colloïdale suspensie van koolstofvezels in hars. Nadien wordt het geheel gecarboniseerd waardoor het oppervlak veel

gladder wordt en niet meer poreus is. Deze coating zorgt ervoor dat er geen afstoving van het materiaal optreedt.

5.3.1.2 Calcoat CVD (Chemical Vapor Deposition)

Dit materiaal is buiten een Calcoat-suspensie nog voorzien van een laag pyrocarbon op de buitenkant van de isolatie door 'cracking' van methaangas (CVD). CVD of chemische dampdepositie is een chemisch proces waarbij door middel van dampen een dunne laag, pyrocarbon in dit geval, op een oppervlakte wordt aangebracht. Doordat er al een Calcoat laag aanwezig is op het materiaal, kan de gedeponeerde pyrocarbon slechts miniem in de isolatie dringen en zit dus echt in de buitenlaag. De laag kan maar indringen tot een diepte van 40 tot 100 micron. Door dit proces ontstaat een harde, taaie buitenlaag die ervoor zorgt dat het materiaal zeer slijtbestendig is, ook tegen abrasieve substanties. Tevens biedt het dankzij de coating een perfecte weerstand tegen chemische corrosie. De pyrocarbon coating is totaal niet reactief en daarom zeer geschikt voor de toepassing met halfgeleiders.

5.3.1.3 CVI (Chemical Vapor Infiltration)

In dit geval wordt er een pyrocarbon coating toegepast op het onbewerkte Calcarb isolatie materiaal. Het materiaal is niet eerst voorzien van een Calcoat laag. Door chemische dampinfiltratie vestigen zich dampdeeltjes in het isolatiemateriaal waardoor de dichtheid verhoogt. Dit zorgt voor extra mechanische sterkte.

5.3.1.4 Calfoil

Calfoil is een heel dun glanzend blad grafietfolie dat aan het buitenoppervlak van de isolatie wordt gecementeerd. Dit zorgt voor een perfecte afdichting zodat er geen gassen doorheen kunnen. De glans van de folie zorgt er tevens voor dat de thermische straling zeer goed weerkaatst wordt.

5.3.2 ISOLATIE – GRAFIET

Grafietisolatie is een bewerkte vorm van koolstofisolatie. Tijdens het grafiteren wordt de koolstofisolatie verhit boven 3000 °C waardoor koolstof omzet in grafiet, een kristallijne vorm van koolstof. Het materiaal heeft een lage thermische geleidbaarheid wat betekent dat het een goede isolator is. Grafietisolatie wordt vaak gebruikt als isolatiemateriaal voor filters, hitteschilden, isolerende bekleding, hoge temperatuur ovens en zo verder.

Grafiet is een goede elektrische geleider. Dit is een eigenschap die in het achterhoofd gehouden moet worden bij het ontwerpen. Het materiaal is zeer geschikt om in vacuüm of inerte atmosfeer te gebruiken bij hoge temperaturen.

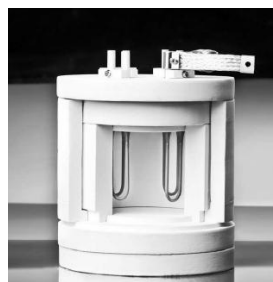
5.3.3 ISOLATIE – ALUMINIUMOXIDE + SILICIUMOXIDE

Het isolatiemateriaal genaamd UltraBoard of UltraVac van de producent M.E. SCHUPP is een materiaal gemaakt uit polykristallijne aluminiumoxide wol en speciale anorganische vezels. Het heeft zeer goede isolerende eigenschappen wat het zeer geschikt maakt als isolatiemateriaal voor industriële ovens. Het is verkrijgbaar in plaatvorm onder de naam UltraBoard (figuur 23) en in cilindrische vorm onder de naam UltraVac (Figuur 24).

Het materiaal bevat geen koolstof en kan dus geen carbidevorming op het testmonster veroorzaken. De oven zal maximaal tot 1500 °C verwarmen en bij deze temperatuur is het materiaal stabiel [95]. Er zullen geen reacties optreden met andere materialen in de oven of met het gebruikte argongas.



Figuur 23: Ultraboard [96]



Figuur 24: UltraVac [96]

Enkele toepassingen waarbij dit materiaal gebruikt wordt zijn:

- technische keramiek;
- poederinjectie;
- elektronische componenten;
- thermische isolatie van diffusieovens in de halfgeleiderindustrie.

Het is een goed bewerkbaar materiaal wat het mogelijk maakt om complexere vormen uit te maken indien gewenst. Tevens is het een elektrisch isolerend materiaal. Dit zijn twee eigenschappen die interessant zijn bij het ontwerp van de oven.

In tabel 11 wordt een overzicht gegeven van de besproken isolatiematerialen met hun belangrijkste eigenschappen. Dit zijn eigenschappen waarmee rekening moet gehouden worden bij het ontwerp van de oven.

Tabel 11: Eigenschappen isolatiematerialen [49], [96]

Materiaal isolatie	Temperatuur bereik	Thermische expansie coëfficiënt	Thermische geleidbaarheid coëfficiënt [W/m.K]			Dichtheid
				Vacuüm	Stikstof	
Grafiet	tot 2800°C (inert of vacuüm)	(2 - 6)E-6 m/m.K	0,33 - 1000°C / 0,92 - 2000°C	0,20 - 1000°C / 0,80 - 2000°C	0,47 - 1000°C / 1,05 - 2000°C	0,15 g/cm ³
Koolstof	tot 3000°C (inert of vacuüm)	(1,15 - 6,2)E-6 m/m.K	0,48 - 1200°C / 1,00 - 2000°C	0,84 - 1000°C / 1,47 - 2000°C		0,14 - 0,25 g/cm ³
Al ₂ O ₃ -SiO ₂	tot 1850°C (inert of vacuüm)	0,0% bij 1500°C	/	0,14 - 800°C / 0,29 - 1400°C		0,4 - 0,5 g/cm ³

5.3.4 HITTESCHILD – WOLFRAM

Wolfram is bij kamertemperatuur een bros materiaal waarmee voorzichtig omgegaan moet worden. Bij hoge temperatuur is het een zeer robuust, praktisch onverwoestbaar materiaal. Het heeft de hoogste smelttemperatuur van alle metalen. Hierdoor is het zeer geschikt voor gebruik bij heel hoge temperaturen. Wolfram heeft ook een zeer lage thermische expansiecoëfficiënt en een hoge dimensionale stabiliteit. Meer specifieke eigenschappen van dit materiaal zijn reeds besproken in paragraaf 5.2.2 “Wolfram”. Toepassingen van wolfram die betrekking hebben op deze masterproef zijn:

- ovencomponenten;
- filament van lampen.

Door de hoge thermische geleidbaarheid kan wolfram niet dienen als isolerend materiaal. Het kan wel een omgeving afschermen van thermische stralen.

5.3.5 HITTESCHILD – MOLYBDEEN

Molybdeen is zeer vergelijkbaar met wolfram. Ze hebben ongeveer dezelfde eigenschappen, maar sommige eigenschappen zijn iets minder uitgesproken bij molybdeen. Specifieke eigenschappen van molybdeen zijn reeds besproken in paragraaf 5.2.1 “Molybdeen”. Enkele toepassingen van molybdeen die verband houden met deze masterproef zijn:

- basisplaatjes voor halfgeleiders;
- *hot zones* voor ovens;
- filamenten voor verlichtingsindustrie.

5.3.6 HITTESCHILD – TANTALIUM

Tantalium door zijn hoge corrosieresistentie een materiaal dat vergelijkbaar is met de edelmetalen qua chemische resistentie. Het is een goed bewerkbaar materiaal, zelfs bij kamertemperatuur, en wordt vaak gebruikt in de chemische sector. Door zijn hoge prijs wordt tantalium bijna alleen gebruikt voor specifieke toepassingen, vooral in corrosieve atmosfeer.

Enkele toepassingen van tantalium zijn:

- ladingdragers voor ovens;
- condensators voor de elektronische industrie.

5.3.7 HITTESCHILD – NIOBIUM

Niobium is vergelijkbaar met tantalium. Het heeft een hoge chemische resistentie en is eveneens makkelijk bewerkbaar bij kamertemperatuur. Ondanks zijn relatief lage gewicht is het toch een zeer sterk materiaal. Enkele toepassingen van niobium zijn:

- smeltkroezen voor kristalgroei;
- supergeleidende kabels.

5.3.8 OVERZICHT MATERIALEN HITTESCHILD

In tabel 12 wordt een overzicht gegeven van verschillende materialen die gebruikt kunnen worden als hitteschild, samen met hun belangrijkste eigenschappen.

Tabel 12: Eigenschappen materialen hittedekking [48]

Materiaal hittedekking	Dichtheid [g/cm ³] bij 20°C	Smelt-temperatuur	Lineaire expansie/°C bij 20°C [m/m.K]	Thermische geleidbaarheids-coëfficiënt [W/m.K] bij 20°C	Dampdruk [Pa]		Geschikte atmosfeer
					1800°C	2000°C	
Wolfram	19,3	3410°C	4,3E-6	164	0,000000002	0,000006	Edelgassen + N ₂
Molybdeen	10,2	2610°C	4,9E-6	142	0,0001	0,05	Edelgassen + N ₃
Tantalium	16,6	2996°C	6,5E-6	54	0,000000005	0,00007	Edelgassen
Niobium	8,55	2468°C	7,1E-6	52	0,000005	0,004	Edelgassen

In het onderzoek naar materialen voor hittedekkingen is ook gekeken naar de corrosieresistentie ervan tegenover constructiematerialen voor ovens en edelgassen. De resultaten hiervan staan in tabel 13 en zijn getest in een vacuüm. Bij gebruik in argon of een ander edelgas liggen de waarden gemiddeld 100 °C tot 200 °C lager.

Tabel 13: Corrosieresistentie van hittedekkingen [48]

Materiaal	Corrosie resistentie								
	Al-oxide	Be-oxide	Mg-oxide	Grafiët	Si-carbide	Zr-oxide	W	Mo	Edelgassen
Wolfram	<1900°C	<2000°C	<1600°C	<1200°C	<1300°C	<1900°C	/	/	resistent
Molybdeen	<1900°C	<1900°C	<1600°C	<1100°C	<1300°C	<1900°C	/	/	resistent
Tantalium	<1900°C	<1600°C	<1800°C	<1000°C	<1300°C	<1900°C	resistent	resistent	resistent
Niobium	<1700°C	<1500°C	<1600°C	<800°C	/	<1500°C	<2000°C	resistent	resistent

5.4 MATERIAAL OPLEGGING

De oplegging kan gemaakt worden uit hexagonaal boornitride, dichte aluminiumoxide of poreuze aluminiumoxide.

Hexagonaal boornitride (h-BN) is een zeer interessant materiaal voor toepassingen bij hoge temperaturen. Het materiaal heeft een smelttemperatuur van ongeveer 2600 °C, is chemisch inert en goed bestand tegen thermische schok. In argonatmosfeer is het materiaal stabiel tot 2200 °C. Boornitride wordt reeds gebruikt als materiaal voor ondersteuning en houders in hoge temperatuur ovens. Een andere interessante eigenschap van boornitride is dat het tot een poeder verwerkt kan worden. Hierdoor is het materiaal zeer goed bewerkbaar. Het kan namelijk geperst worden in verschillende vormen. Door het materiaal achteraf te sinteren kan de porositeit van het materiaal verlaagd worden. [97] Poreuze materialen absorberen namelijk gassen, die voor reacties met het testmonster kunnen zorgen. Het grote nadeel van boornitride is de prijs. De prijs van hexagonaal boornitride, met een dichtheid van 2300 kg/m³ kan tot 350 € per kilogram oplopen, afhankelijk van de gewenste vorm en zuiverheid. [98]

Dichte aluminiumoxide heeft een porositeit van 0%, wat erg interessant is bij de huidige toepassing. Het materiaal is een van de meest gebruikte keramische materialen omdat het een goede prijs-kwaliteitverhouding biedt. Het heeft een maximale gebruikstemperatuur van 1700 °C tot 1750 °C en een dichtheid van 3700 tot 3900 kg/m³, afhankelijk van de chemische samenstelling. Het wordt als typisch materiaal gebruikt voor afsluitingsringen, geleidingsbuizen en smeltkroezen. [99]

Uiteindelijk is er gekozen om de oplegging te maken uit poreuze aluminiumoxide. Het gekozen materiaal is zeer geschikt voor gebruik bij hoge temperaturen tot 1700 °C en reageert niet met het argongas en het silicium testmonster.

Het is ook een goed bewerkbaar materiaal. Dit maakt het mogelijk om iets complexere vormen ermee te maken dus is het geen probleem om de opstelling te vervaardigen uit dit materiaal.

Het testmonster wordt in draden opgehangen in de opstelling. Het materiaal van deze draden is onderzocht. De belangrijkste eigenschappen ervan zijn het temperatuurbereik en of er al dan niet reacties optreden met het testmonster.

In tabel 14 staan de mogelijke materialen voor draden opgesomd met hun belangrijkste eigenschappen.

Tabel 14: Vergelijking materialen draden ophanging [100]

Materiaal	Beschrijving	Eigenschappen
Koolstof	bij temperaturen boven 1390°C worden er carbiden gevormd op silicium (SiC) in argon atmosfeer	-gebruikstemperatuur: tot 3000°C
Platinum	bij temperaturen boven 350°C worden en siliciden gevormd op Platinum (PtSi) in argon atmosfeer	-smelttemperatuur: 1768°C -dichtheid: 21,45 g/cm ³
Keramische vezel	-bros materiaal -kleinste draaddikte is 0.74mm	-continu gebruikstemperatuur: tot 1370°C -smelttemperatuur: 1800°C
Molybdeen	-oxideert in lucht -geen reactie met Argon -relatief zwaar, kan trilling tegenwerken -bij temperaturen boven 1100°C worden er carbiden (Mo ₂ C) en siliciden (MoSi ₂) gevormd op Molybdeen - reactie met grafiet vanaf 1100°C en reactie met Aluminiumoxide vanaf 1900°C in vacuüm (in argon: 100-200°C lager)	-smelttemperatuur van 2623°C -dichtheid: 10,2 g/cm ³
Wolfram	-zeer hoge dichtheid -nog zwaarder dan Molybdeen -oxideert in lucht vanaf 400°C -geen reactie met argon -bij temperaturen boven 1000°C worden er siliciden gevormd op Wolfram (WSi ₂) - reactie met grafiet vanaf 1200°C en reactie met Aluminiumoxide vanaf 1900°C in vacuüm (in argon: 100-200°C lager)	-smelttemperatuur: 3420°C -dichtheid: 19,3 g/cm ³
Tantalum	-oxideert in lucht vanaf 300°C -geen reactie met argon -reactie met grafiet vanaf 1000°C en reactie met Aluminiumoxide vanaf 1900°C in vacuüm (in argon: 100-200°C lager)	-smelttemperatuur: 2996°C -dichtheid: 16,6 g/cm ³

Materiaal	Beschrijving	Eigenschappen
Niobium	-oxideert in lucht vanaf 230°C -geen reactie met argon -reactie met grafiet vanaf 800°C en reactie met Aluminiumoxide vanaf 1700°C in vacuüm (in argon: 100-200°C lager)	-smelttemperatuur: 2468°C -dichtheid: 8,55 g/cm ³
Iridium	-geen vorming van siliciden -geen reactie met argon -oxideert in lucht vanaf 1200°C	-smelttemperatuur: 2410°C -dichtheid: 22,42 g/cm ³
Rhodium	-vorming van siliciden (RhSi) vanaf 600°C in lucht -oxideert in lucht vanaf 1030°C	-smelttemperatuur: 1830°C -dichtheid: 12,41 g/cm ³

Op basis van al deze gegevens en rekening houdend met het feit dat contaminatie van het testmonster het belangrijkste is, lijkt iridium de beste oplossing. Dit heeft geen last van silicidevorming, reageert niet met argon en heeft een smelttemperatuur die veel hoger ligt dan de maximale temperatuur in de oven. Het nadeel van iridium is dat het zeer duur is. Zo kost een rol draad met een lengte van 1 meter en een draaddiameter van 0,1 mm ongeveer 1180 € [101].

Er zal dus overwogen moeten worden of de contaminatie van het testmonster opweegt tegen de hoge prijs van iridium en de andere metalen. Indien de oven in productie zou gaan, moet er nog steeds getest worden of er al dan niet contaminatie optreedt komende van het gebruikte materiaal voor het testmonster op te hangen.

5.5 MATERIAAL GELEIDINGSBUIS

Een geleidingsbuis wordt tweemaal gebruikt. Enerzijds om de trilling naar de microfoon te leiden die zich buiten de proceskamer bevindt. Anderzijds wordt ze gebruikt om het projectiel van de excitator te geleiden zodat dit tegen het testmonster geschoten kan worden. De excitator bevindt zich namelijk ook buiten de proceskamer. Verder wordt het materiaal nog gebruikt om de draden van het thermokoppel te beschermen.

Het materiaal dat gebruikt wordt voor de geleidingsbuis en de bescherming van het thermokoppel mag het testmonster wat zich in de proceskamer bevindt niet contamineren. Ze worden daarom gemaakt uit het dichte aluminiumoxide. In tabel 15 worden de verschillende samenstellingen weergegeven met hun belangrijkste eigenschappen.

Tabel 15: Eigenschappen dichte Al₂O₃ [102]

Materiaal	AL-960	AL-975	AL-980	AL-995
% Al ₂ O ₃	96	97,5	98	99,7
Porositeit	0	0	0	0,00
Maximale gebruikstemperatuur [°C]	1600	1650	1650	1700
Thermische geleidbaarheid [W/mK]	20,5	20,92	21,75	23,01
Dichtheid [g/cm ³]	3,67	3,72	3,80	3,90

Het materiaal is geschikt voor de toepassing omdat het de hoge temperatuur aankan en omdat het niet gaat reageren met andere materialen binnen de ovenkamer. Omdat het zo een zuiver en stabiel materiaal is wordt het ook vaak toegepast in *cleanrooms*.

5.6 MATERIAAL BEHUIZING

De behuizing van de oven moet de proceskamer afscheiden van de buitenwereld. Het geschikte materiaal werd gezocht aan de hand van volgende eisen:

- het materiaal moet een voldoende hoge smelttemperatuur hebben;
- het materiaal moet een voldoende hoge thermische geleidbaarheid hebben;
- het materiaal moet een voldoende lage thermische expansiecoëfficiënt hebben;
- het materiaal mag het niet begeven onder de thermische belasting;
- het materiaal moet goed bewerkbaar zijn.

Tabel 16 geeft een aantal relevante eigenschappen weer van staal en aluminium.

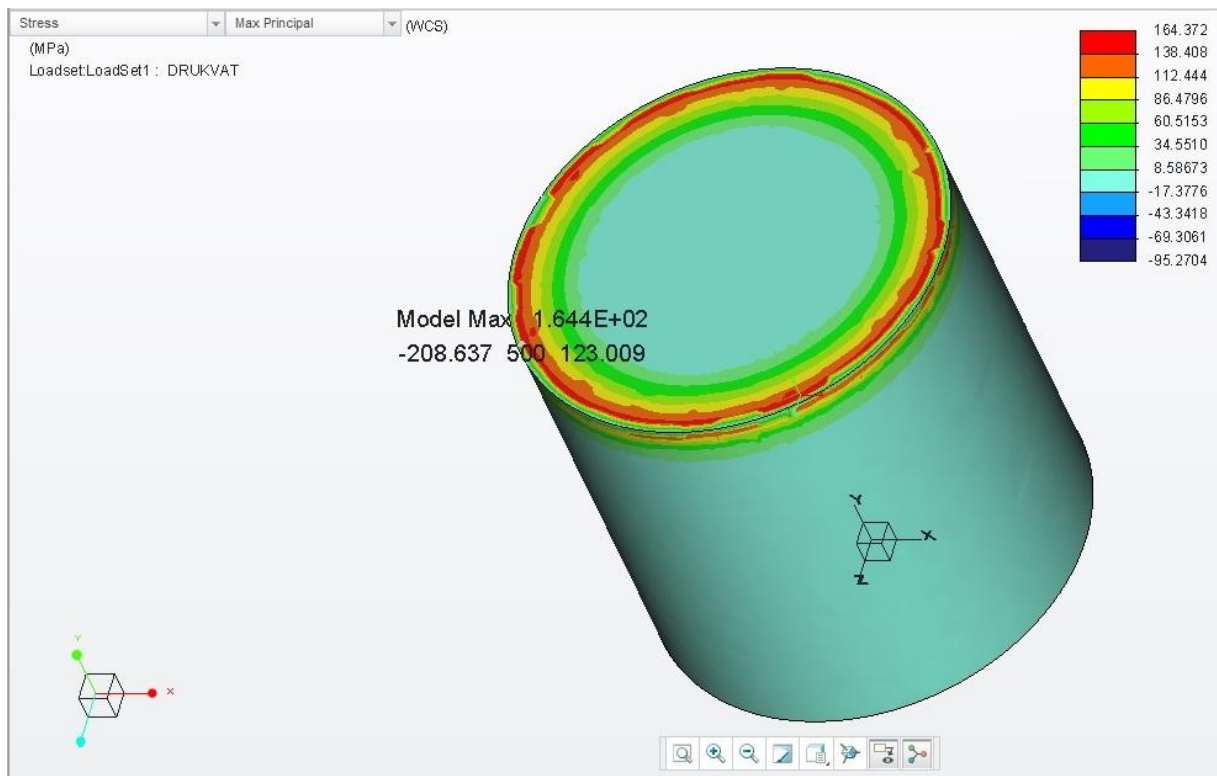
Tabel 16: Relevante eigenschappen staal en aluminium

Eigenschap	Staal	Aluminium
Smelttemperatuur [°C]	1400-1500 [103]	660 [103]
Thermische geleidbaarheid [W/mK]	10-30 [104]	205-250 [105]
Thermische expansiecoëfficiënt [$10^{-6}/^{\circ}\text{C}$]	10-17 [104]	22-37.2 [106]
E-modulus [GPa]	69 [107]	210 [107]
Bewerkbaarheid	Goed	Zeer goed

Uit deze eigenschappen blijkt dat aluminium het meest interessante materiaal is. Uit hoofdstuk 3 volgt dat de maximale temperatuur van de behuizing 70 °C is. Dit wordt gerealiseerd door isolatie en koeling rond de proceskamer te plaatsen.

Het nadeel van aluminium is de hogere thermische expansiecoëfficiënt. Stel dat er een temperatuursverschil van 100 °C in de behuizing optreedt en dat de maximale afmeting ervan 500 mm bedraagt. Dan zal een behuizing uit staal maximaal 0.85 mm uitzetten en een behuizing uit aluminium 1.85 mm. Dat is een rek van 0.17% voor staal en van 0.37% voor aluminium. De rek die optreedt in beide materialen is dus verwaarloosbaar.

De invloed van een vacuüm op de constructie is ook nagegaan. Om te spoelen wordt er namelijk met een vacuüm van 10^{-1} mbar gewerkt. Er werd gewerkt met een vat met een buitendiameter van 500mm, een hoogte van 500mm en een dikte van 5mm. Figuur 25 geeft het resultaat van deze analyse weer. Op het model werd de atmosferische druk toegepast (101.325kPa) langs de buitenkant, binnenin het vat heerst een vacuüm. Het



Figuur 25: resultaat analyse vacuum

De maximale druk die in het vat optreedt is 164.4MPa. De vloeigrens van aluminium en -legeringen ligt tussen 152 en 379MPa. Er kan dus zeker een geschikte aluminiumlegering gevonden worden die gebruikt kan worden om het vat uit te bouwen. Een andere optie is om de dikte van het vat te verhogen.

6 CONCEPTUEEL ONTWERP

In dit hoofdstuk worden verschillende concepten uitgewerkt. Na het uitwerken van ieder concept wordt er beslist wat behouden kan blijven en wat moet aangepast worden. Op die manier wordt er iteratief naar het beste concept gewerkt.

6.1 CONCEPT 1

Een eerste concept bestaat uit een rechthoekige oven met weerstandverwarmingselementen uit siliciumcarbide (SiC) die boven het testmonster worden gehangen. De temperatuur wordt gemeten met een thermokoppel, die de temperatuur van het testmonster vergelijkt met een referentietemperatuur in de oven. Het thermokoppel wordt zo dicht mogelijk bij het testmonster geplaatst, zodat dit zich in dezelfde homogene temperatuurszone bevindt. De temperatuur van het testmonster wordt opgewarmd met een snelheid van 3-5 °C/min met behulp van een regelkring die de verwarmingselementen stuurt in functie van de meting van het thermokoppel.

Het testmonster wordt in zijn knooppunten opgelegd in koolstofdraden. Deze zullen het testmonster licht contamineren vanaf 1390 °C. [40] De mate van contaminatie dient getest te worden eens er een prototype gebouwd is. Indien er te veel contaminatie is, kan nog gekozen worden voor een ander soort draad. De verschillende mogelijke soorten worden beschreven in paragraaf 5.4 “Materiaal opstelling”. Dit zal dan wel een prijsverhoging met zich meebrengen. Zo is de prijs van iridiumdraad bijvoorbeeld zo’n 1000 keer hoger dan de prijs van koolstofdraad.

De trilling wordt sonisch gemeten met een microfoon. Om deze microfoon te beschermen tegen de hoge oventemperatuur wordt de geluidsgolf door een keramische holle buis geleid naar de microfoon, die zich aan de ‘koude kant’ van de isolatie bevindt. Aangezien de trilling sonisch wordt gemeten, is er een tussenliggend medium nodig.

Er wordt met halfgeleidermaterialen gewerkt, dus zal er onder een inerte atmosfeer gemeten worden in de oven. Daarvoor wordt het inert gas argon (Ar) gebruikt. Argon wordt namelijk ook gebruikt om halfgeleidermaterialen te beschermen tegen reactieve gassen tijdens de productieprocessen ervan. Het is na stikstofgas ook het goedkoopste inert gas, aangezien de atmosfeer op de aarde voor 0.94% uit argon bestaat. [108] Uit paragraaf 5.1.2 “Inerte atmosfeer” volgt ook dat stikstofgas niet geschikt is voor de huidige toepassing.

De isolatie in dit concept zal koolstofisolatie zijn, meerbepaald CALCARB CBCT 14VF-2000 van Mersen. Dit is een isolatie die bestaat uit korte koolstofvezels, onderling verbonden in een matrix geproduceerd door de carbonisatie van fenolische hars. Het materiaal wordt dan vacuüm behandeld tot een temperatuur boven 2000 °C om zijn thermische stabiliteit en de afwezigheid van *outgassing* te garanderen. [109] Tabel 17 geeft een overzicht van de eigenschappen van deze isolatie.

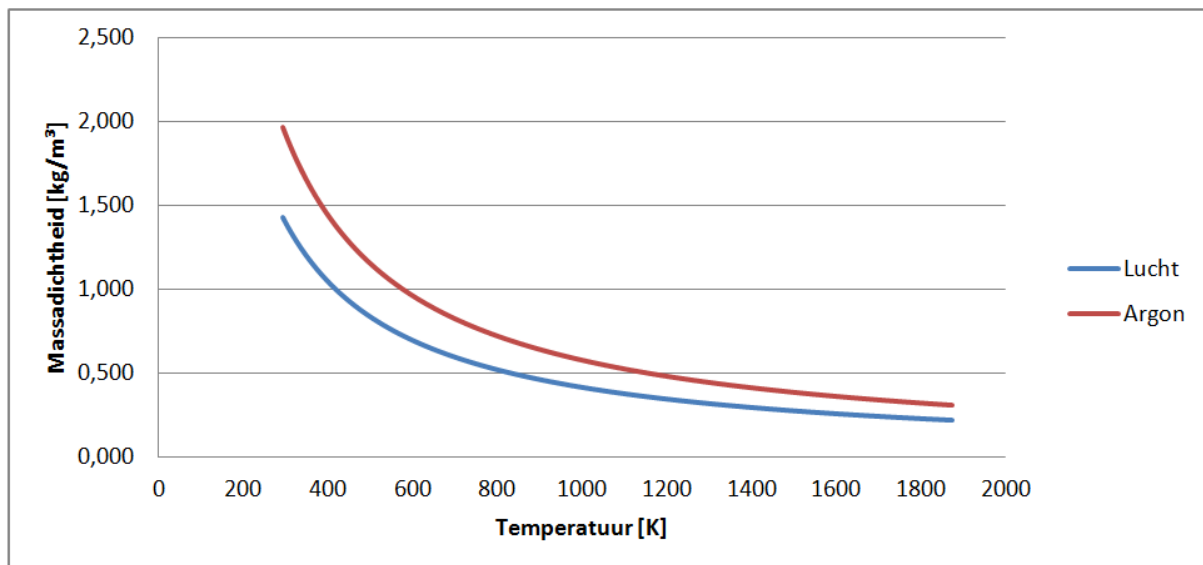
Tabel 17: Eigenschappen CBCF 14VF-2000 [109]

Graad		CBCF 14VF-2000
Dichtheid [g/cm ³]		0.14 – 0.16
Druksterkte [MPa]	Parallel met vezelrichting	1.09
	Loodrecht op vezelrichting	0.23

Buigsterkte[MPa]	Parallel met vezelrichting	1.65		
	Loodrecht op vezelrichting	0.20		
Thermische expansiecoëfficiënt [K^{-1}]	25 tot 1000 °C	$2.9 \cdot 10^{-6}$		
	1000 tot 2000 °C	$2.2 \cdot 10^{-6}$		
Thermische geleidbaarheid [W/mK]		Vacuüm	N ₂	Ar
	500 °C	0.06	0.11	0.08
	1000 °C	0.16	0.28	0.21
	2000 °C	0.62	0.97	0.76

Deze isolatie beïnvloedt de zuiverheid van de ovenatmosfeer niet. Door de warmtebehandeling die het materiaal ondergaat tijdens de productie, wordt de permeabiliteit verbeterd. Het materiaal bevat niet meer dan 500 ppm aan onzuiverheden. Een niveau van 20 ppm onzuiverheden kan ook bereikt worden, mits een zuiveringsproces. [109]

Om achtergebleven lucht uit de oven te krijgen, wordt de oven voor het opwarmproces gespoeld. Figuur 25 geeft het verloop van de massadichtheid van argon en lucht in functie van de temperatuur weer.



Figuur 26: Vergelijkingen massadichtheden lucht en argon

Uit deze grafiek blijkt dat argon over het hele temperatuurgebied zwaarder is dan lucht. Hierdoor zal achtergebleven lucht zich boven in de oven bevinden. Deze zuurstof moet tijdens het spoelen zo goed mogelijk verwijderd worden. Daarom wordt de vacuümleiding in dit concept boven in de oven geplaatst worden, weliswaar aan de 'koude kant' van de isolatie. Ook de argonaansluiting wordt aan de 'koude kant' van de isolatie geplaatst. De grafiek is opgesteld aan de hand van de ideale gaswet voor beide gassen. Een overdrukventiel dat zich eveneens bovenaan in de oven aan de 'koude kant' van de isolatie bevindt, zorgt ervoor dat de druk in de oven constant blijft op 1.2 bar. Als er zich een lek in de behuizing zou bevinden, lekt het gas naar buiten. Zo blijft lucht uit de proceskamer. De verandering van de massadichtheden van beide gassen is berekend van 20 °C tot 1500 °C, met een gasconstante van lucht van 286.9 J/kgK en een gasconstante van argon van 208 J/kgK. [110]

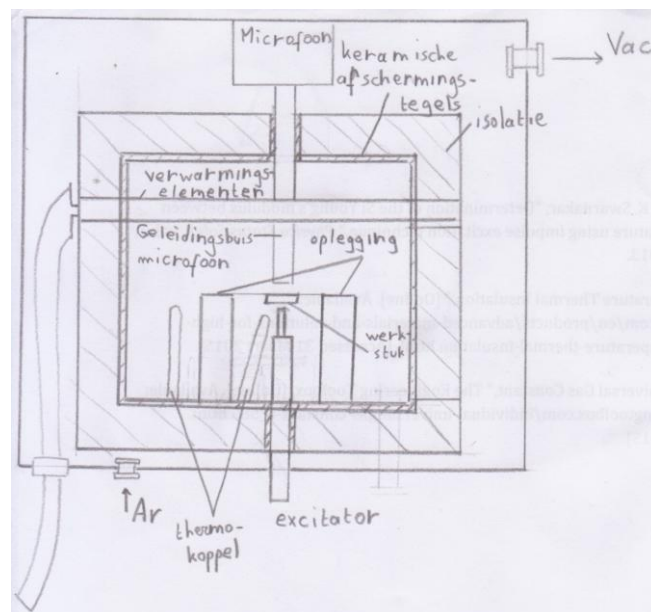
Het testmonster wordt opgelegd in koolstofdraden. De dragende constructie die de koolstofdraden ondersteunt, wordt gemaakt uit poreuze aluminiumoxide.

Om het testmonster af te schermen van de achtergebleven gassen in de poreuze isolatie, wordt in dit concept gebruik gemaakt van keramische afschermingstegels. Deze tegels moeten de isolatie volledig afschermen, ook in de toevoerkanalen door de isolatie. Hier zal gewerkt worden met keramische holle buizen. Om de voegen van de tegels af te dichten, kan gewerkt worden met keramische pasta's van Minkon Fortafix. Zowel de 2 Part Chemical Sets als Firebrand Cement zijn geschikt om te gebruiken tot 1600 °C. [111]

Om ervoor te zorgen dat de verschillende toevoerkanalen door de behuizing afgesloten blijven, zal gebruik gemaakt worden van afsluitringen uit nikkel. Deze zijn geschikt tot 1204 °C. [112] Om de elektrische leidingen door de behuizing te geleiden wordt gebruik gemaakt van elektrische *feedthroughs*. Deze *feedthroughs* zorgen ervoor dat er zich geen gaslekken vormen op de plaatsen waar elektrische leidingen doorheen de behuizing moeten lopen.

Om het testmonster in de oplegging te plaatsen wordt gebruik gemaakt van een deur aan de zijkant. Deze deur is aan de binnenkant voorzien van isolatie, zodat hier geen warmte door verloren gaat. Om ervoor te zorgen dat de deur geen gaslekken toelaat, is ook deze voorzien van een vacuümdichte afsluiting uit nikkel.

Figuur 26 geeft een concepttekening van concept 1 weer.



Figuur 27: Concepttekening 1

6.1.1 CONCLUSIE CONCEPT 1

De siliciumcarbide verwarmingselementen zijn geschikt voor deze toepassing. Uit nader onderzoek blijkt dat molybdeendisilicide verwarmingselementen ook geschikt zijn voor de huidige toepassing. [113] Eén van deze materialen wordt dus gebruikt in het uiteindelijk ontwerp.

Het grootste voordeel van siliciumcarbide ten opzichte van molybdeendisilicide is dat dit materiaal zelfondersteunend is. Hierdoor kunnen deze elementen horizontaal geplaatst worden

met enkel ondersteuning in de uiteindes. Een groot nadeel is dat siliciumcarbide verouderd. Dit houdt in dat de elektrische weerstand van dit materiaal toeneemt na verloop van tijd. Hierdoor is er meer onderhoud nodig voor siliciumcarbide verwarmingselementen.

Molybdeendisilicide heeft een hogere werkingstemperatuur en een hogere maximale vermogensbelasting dan siliciumcarbide. Deze verwarmingselementen hebben ook een langere levensduur. Het nadeel is dat molybdeendisilicide verwarmingselementen duurder zijn dan siliciumcarbide verwarmingselementen.

Aangezien er met een vacuüm wordt gewerkt tijdens het spoelen, is een rechthoekige opbouw niet geschikt. Een cilindrische opbouw is beter geschikt. De dragende constructie van het testmonster zal niet uit dichte aluminiumoxide of boornitride bestaan. Een betere oplossing wordt in het volgende concept uitgewerkt. Het gebruik van keramische tegels om de isolatie af te schermen wordt niet toegepast in het uiteindelijk ontwerp. Het is namelijk zeer moeilijk om de isolatie volledig af te schermen. De voegen van de tegels moeten immers ook opgevuld worden. Ook de bevestiging van de tegels aan de isolatie is erg moeilijk. Aangezien de isolatiemantel niet geschikt is om de proceskamer gasdicht te maken, zal de behuizing hiervoor zorgen. Dat betekent dat het gas zich kan verplaatsen van de warme proceskamer naar de koudere omgeving rond de isolatie. Er zullen dus sowieso onzuiverheden en reactieve gassen van uit de isolatie tot bij het testmonster kunnen komen met dit concept. Tabel 18 toetst de eigenschappen van dit eerste concept aan de gestelde eisen uit hoofdstuk 3.

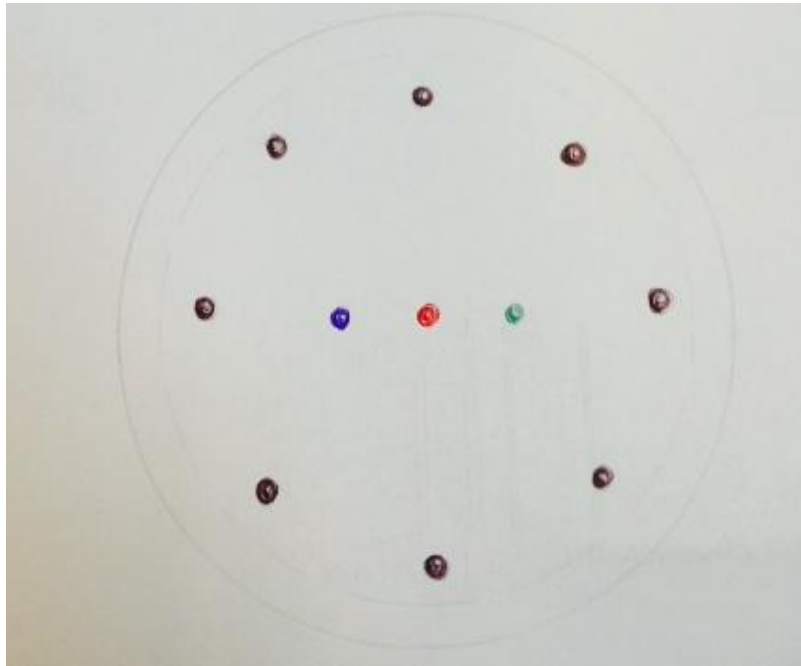
Tabel 18: Toetsen van het concept aan de eisen

Eis	Voldaan?
Metten van kamertemperatuur tot 1500 °C	Ja, SiC en MoSi ₂ kunnen eenvoudig geregeld worden
Meetnauwkeurigheid van 1.5 °C of 0.25%	Ja, thermokoppels Pt -10% Rh en Pt – 13% Rh zijn geschikt
Opwarmsnelheid 3 – 5 °C/min	Ja, wordt geregeld in een regelkring
Behuizing maximaal 70 °C	Neen, beter koeling voorzien
Elementen in oven geschikt tot 1500 °C	Ja
Testmonster met rechthoekige doorsnede	Ja
Testmonster maximaal 60 mm	Afhankelijk van uiteindelijke constructie
Inerte atmosfeer	Ja, argon
Elementen mogen zuiverheid testmonster niet beïnvloeden	Lichte contaminatie door koolstofdraden vanaf 1390 °C
Geen reactieve stoffen in oven	Nee, achtergebleven in poreuze isolatie
Spoelen met behulp van een vacuüm van 10 ⁻¹ mbar	Nee, rechthoekige constructie laat dit niet toe
Opstelling moet toegankelijk zijn	Ja, deur in zijkant
Vrije oplegging	Ja, in koolstofdraden

Contactloos meten	Ja, sonisch met behulp van een microfoon

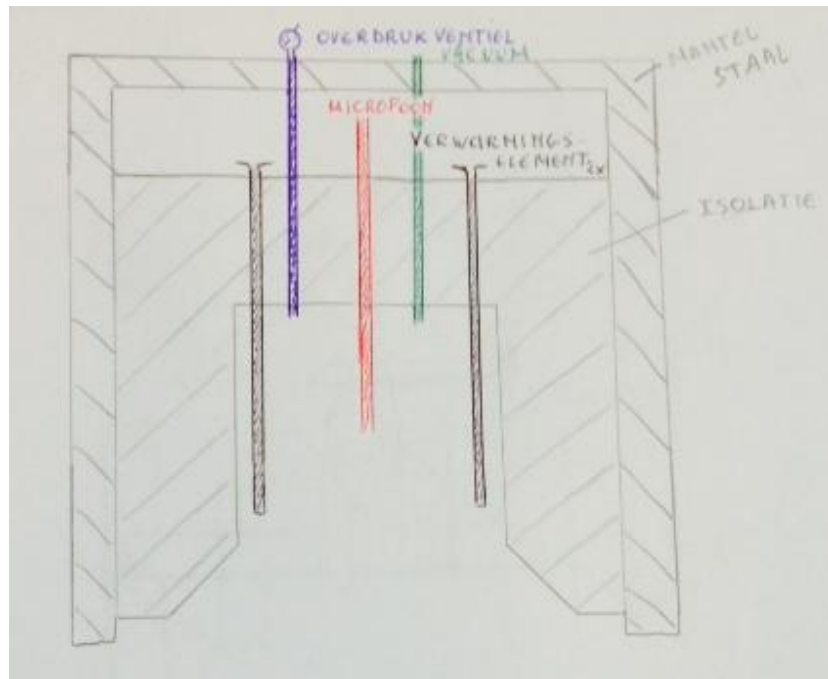
6.2 CONCEPT 2

Voor dit concept is er gekozen voor een cilindrische opbouw van de proceskamer. De proceskamer wordt ingebouwd in een cilindrisch aluminium vat dat vacuümdicht is. Siliciumcarbide of molybdeensilicide verwarmingselementen worden cirkelvormig geplaatst. Ze hangen verticaal met hun aansluitingen door de bovenkant van de oven en moeten daarom dus niet zelfdragend zijn. De cilindrische vorm en de opstelling van de verwarmingselementen zorgen ervoor dat er een betere en gelijkmatigere temperatuurverdeling is binnen de proceskamer. Dit heeft als gevolg dat het testmonster in een homogene temperatuurzone geplaatst kan worden zodat het gelijkmatig opwarmt. Figuur 27 geeft een bovenaanzicht weer van de oven. Dit verduidelijkt de plaatsing van de verwarmingselementen (zwart), microfoon (rood), vacuüm aansluiting (groen) en het overdrukventiel (blauw)



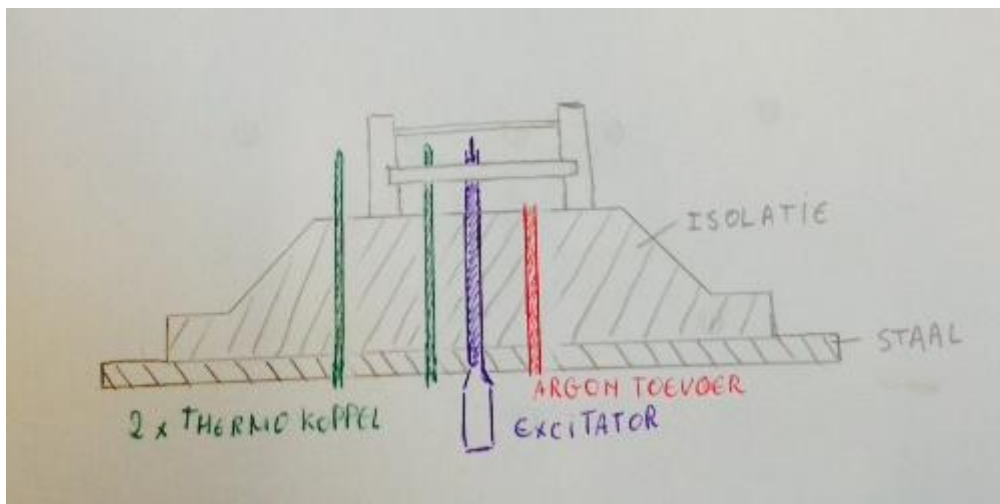
Figuur 28: Boven aanzicht concept 2

Figuur 28 geeft een doorsnede van het vooraanzicht van de bovenkant van de oven. Het overdrukventiel zorgt ervoor dat de druk in de ovenkamer tijdens het opwarmen constant blijft. Gas zet uit wanneer het opwarmt en als er geen overdrukventiel voorzien zou zijn, zou de druk in de ovenkamer oplopen tot zo'n 6 bar bij een temperatuur van 1500 °C.



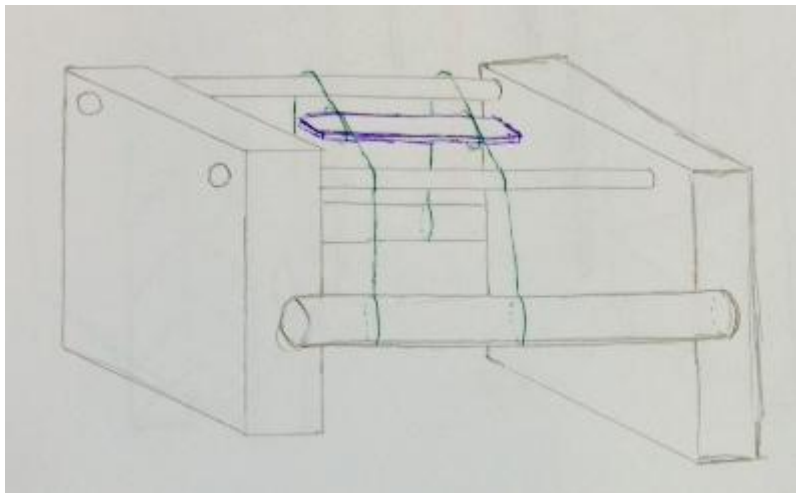
Figuur 29: Vooraanzicht doorsnede bovenkant

Figuur 29 geeft een doorsnede van het vooraanzicht van de bodemplaat van de oven. Er wordt gewerkt met een conische bodemplaat.



Figuur 30: Vooraanzicht doorsnede bodem

Figuur 30 geeft een schets van de opstelling van het testmonster weer.



Figuur 31: Oplegging testmonster

Het testmonster wordt opgehangen in koolstofdraden in de meetopstelling. In plaats van koolstofdraden kunnen ook draden van een ander materiaal gebruikt worden om het stuk op te hangen, zie paragraaf 5.4 'Materiaal opstelling'. De meetopstelling is vervaardigd uit aluminiumoxide isolatiemateriaal omdat dit goed bewerkbaar is en niet voor contaminatie van het testmonster gaat zorgen.

Om de temperatuur van het testmonster te meten wordt er een thermokoppel afgeschermd door een aluminiumoxide buis zo dicht mogelijk bij het testmonster te plaatsen. Een tweede thermokoppel meet de temperatuur van de proceskamer en vergelijkt deze met de temperatuur van het testmonster. Het gebruik van een tweede thermokoppel is ter controle of het testmonster gelijk opwarmt met de rest van de ovenkamer. Het tweede thermokoppel wordt op dezelfde hoogte geplaatst als het eerste thermokoppel. Thermokoppels komen binnen in de ovenkamer langs de bodem.

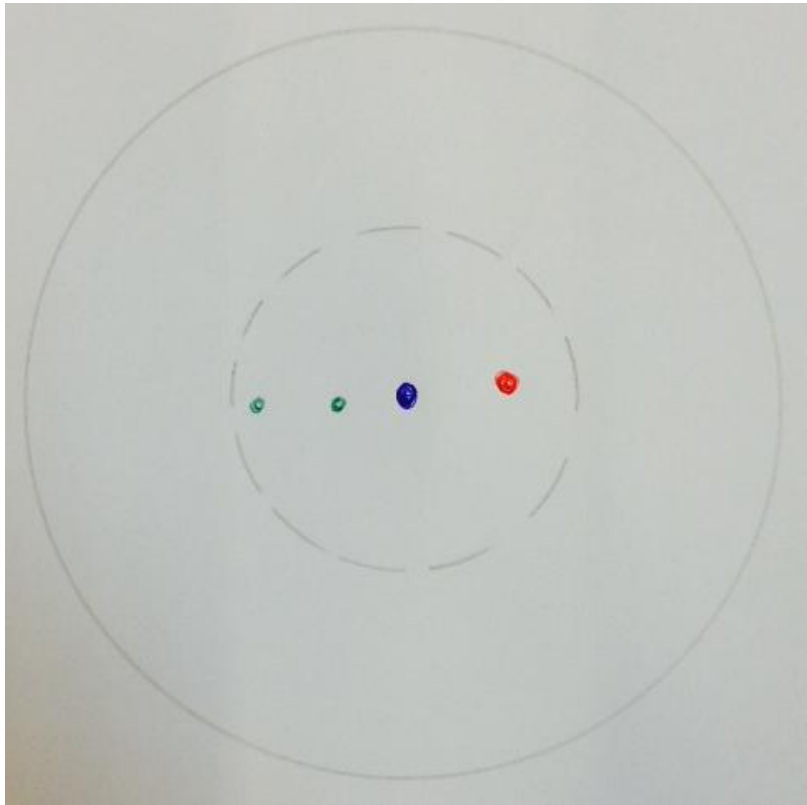
Om het laden van de oven of het plaatsen van het testmonster in de opstelling te vergemakkelijken is gekozen om de oven te openen door het laten zakken van de bodem. Op deze manier is er genoeg ruimte langs voor, langs links en langs rechts om het testmonster te kunnen plaatsen. De bodem is conisch van vorm zodat deze goed aansluit tegen het bovenste gedeelte van de oven.

Waterkoeling van de behuizing van de oven is nodig omdat alleen de isolatie niet al de warmte kan tegenhouden. De isolatie gaat na verloop van tijd veel warmte opnemen en de temperatuur ervan zal ook hoog oplopen. Als de behuizing niet gekoeld wordt, zal deze na een tijd ook veel te warm worden. De behuizing mag maximaal 70 °C worden volgens het AREI.

Het isolatiemateriaal is overgenomen uit concept 1. Deze keer wordt de isolatie wel gecoat. Dit wordt gedaan om afgassing tegen te gaan en het testmonster te beschermen tegen mogelijke carbidevorming.

Het testmonster wordt langs onder aangetikt door de excitator en de trilling wordt langs boven gemeten door een microfoon die zich buiten de isolatie bevindt. De plaatsing van de excitator

(blauw), thermokoppels (groen) en argontoevoer (rood) is te zien op figuur 31, dit is het onderaanzicht van de bodem.



Figuur 32: Onderaanzicht bodem

6.2.1 CONCLUSIE CONCEPT 2

In dit concept is er nog vrees voor contaminatie van het testmonster. De coating van de isolatie kan de afgassing van het materiaal tegengaan, maar na het bewerken van de isolatie blijven er altijd nog ongecoate delen over.

Een tweede thermokoppel is niet nodig om de temperatuur van het testmonster te vergelijken met de temperatuur van de ovenkamer. Het is wel goed om een tweede thermokoppel te gebruiken als beveiliging. Indien het eerste thermokoppel het begeeft en de regelenheid geen signaal meer ontvangt, kan het zijn dat de verwarmingselementen de ovenkamer blijven opwarmen. Dit kan ervoor zorgen dat het testmonster smelt. In het slechtste geval wordt de hele ovenkamer met alle componenten aangetast door de te hoge temperaturen waardoor deze onbruikbaar wordt.

De meetopstelling in dit concept is beperkt in gebruik naar grootte van het testmonster. Het testmonster kan maar zo lang zijn als de binnenkant van de opstelling. Deze kan nog aangepast worden zodat er langere testmonsters in gehangen kunnen worden. De bodemplaat is in dit concept conisch van vorm. Het probleem hiermee is dat wanneer de bodemplaat en de bovenkant geen goed contact maken door de onnauwkeurigheid van de conische sluiting, gas kan ontsnappen. Een getrapte vorm is beter. Deze kan minder nauwkeurig ontworpen zijn en toch beter aansluiten. Hierdoor gaat er ook minder warmte verloren.

Omdat er in dit concept gewerkt wordt met een vacuümdicht cilindrisch vat waar alles ingebouwd wordt, is het niet nodig dat de vacuüm-, argon-, en overdrukaansluitingen uitkomen in de ovenkamer zelf. Deze mogen rechtstreeks in het vat uitkomen. Door de geleidingsbuis van de excitator en de microfoon is het mogelijk om de lucht uit de ovenkamer te verwijderen en ze terug te vullen met argon. In tabel 19 wordt het concept getoetst aan de eisen van het ontwerp.

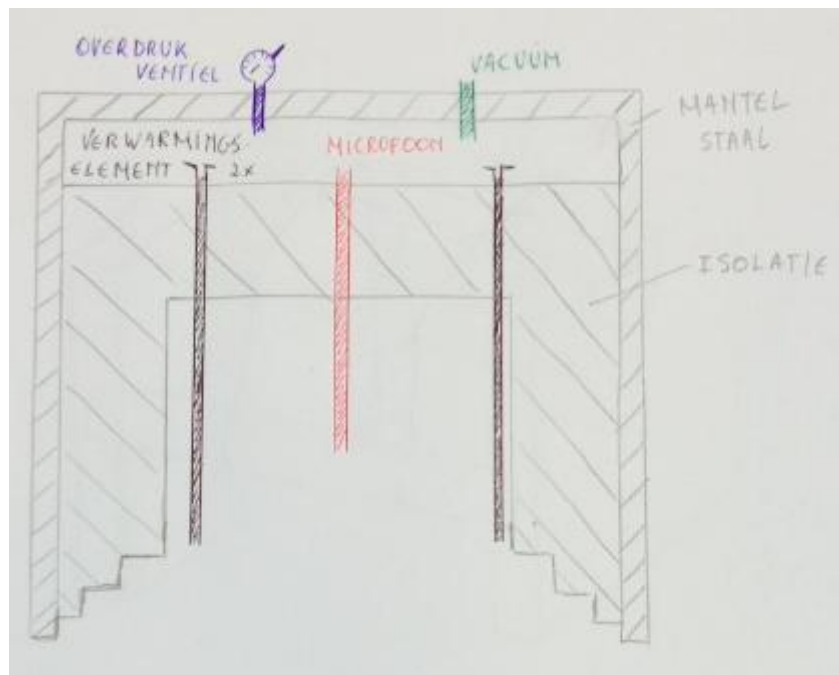
Tabel 19: Toetsen van het concept aan de eisen

Eis	Voldaan?
Meten van kamertemperatuur tot 1500 °C	Ja, SiC of MoSi ₂ is geschikt
Meetnauwkeurigheid van 1.5° C of 0.25%	Ja, thermokoppel
Opwarmingsnelheid 3 – 5 °C/min	Ja, regelbaar door aansturing verwarmingselementen
Behuizing maximaal 70 °C	Ja, waterkoeling voorzien
Elementen in oven geschikt tot 1500 °C	Ja
Testmonster met rechthoekige doorsnede	Ja
Testmonster maximaal 60 mm	Ja, afhankelijk van grootte oplegging
Inerte atmosfeer	Ja, argon
Elementen mogen zuiverheid niet beïnvloeden	Carbidevorming vanaf 1390 °C indien koolstofdraden gebruikt worden
Geen reactieve stoffen in oven	Ja, spoelen
Spoelen met behulp van een vacuüm van 10 ⁻¹ mbar	Ja
Opstelling moet toegankelijk zijn	Ja, door het zakken van de bodemplaat
Vrije oplegging	Ja, testmonster opgelegd in draden
Contactloos meten	Ja, sonisch met behulp van een microfoon

6.3 CONCEPT 3

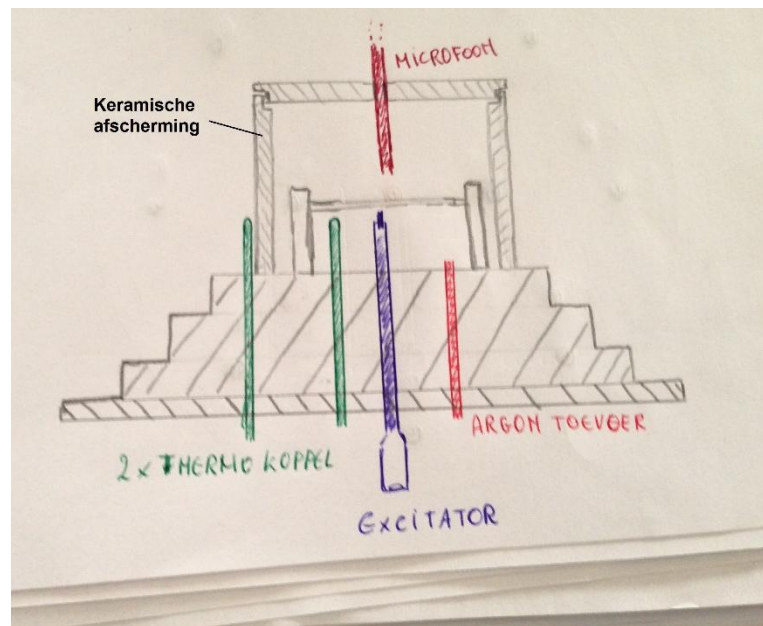
Het uiteindelijk concept verschilt niet zo veel van het vorige concept. Het blijft een cilindrische oven waarbij acht siliciumcarbide verwarmingselementen gebruikt worden. Deze hangen verticaal in een cirkelvorm door de bovenkant van de oven. Omdat er acht verwarmingselementen gebruikt worden, is er garantie op een homogene temperatuurzone in de ovenkamer.

De plaatsing van de verwarmingselementen, vacuümaansluiting en overdrukventiel is hetzelfde gebleven als in concept 2, net zoals de plaatsing van de excitator, thermokoppels en argontoevoer die door de bodem komen. Figuur 32 toont een doorsnede van het vooraanzicht van de oven.



Figuur 33: Doorsnede vooraanzicht bovenkant

De conische bodem is aangepast naar een getrapte bodem. Dit zorgt voor een veel betere afsluiting van de ovenkamer. Figuur 33 geeft dit weer.

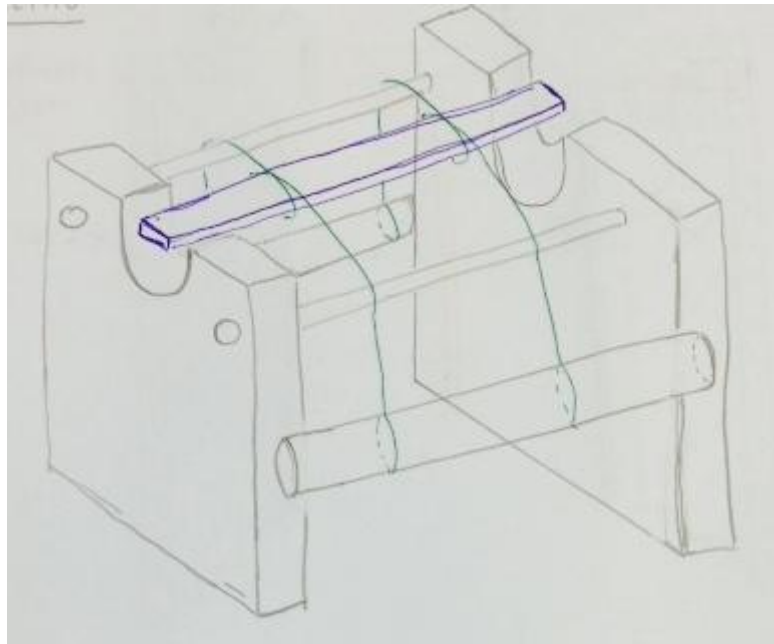


Figuur 34: Doorsnede vooraanzicht bodemplaat

De koolstofisolatie is vervangen door aluminiumoxide isolatiemateriaal. Dit materiaal heeft betere isolerende eigenschappen en de kans op carbidevorming op het testmonster door de isolatie wordt hiermee uitgesloten. Aluminiumoxide bevat namelijk geen koolstof. Het testmonster wordt ook afgescheiden van de rest van de proceskamer door een keramische afscherming. De geleidingsbuis van de microfoon moet wel tot aan het testmonster komen. Hiervoor zal er een gat voorzien moeten worden in de keramische afscherming.

De vacuüm- en overdrukaansluitingen komen nu gewoon uit in het aluminium vat. Deze moeten niet binnen de isolatie uitkomen. De argontoevoer komt uit onder de overkapping zodat deze zeker gevuld wordt met argon en er zich geen lucht ophoopt onder de overkapping.

De oplegging wordt gemaakt uit hetzelfde materiaal als de isolatie. De vorm van de meetopstelling is aangepast zodat er langere testmonsters in gehangen kunnen worden, dit is te zien op figuur 34. De lengte van het testmonster is nu niet meer beperkt door de afmetingen van de opstelling.



Figuur 35: Aangepaste oplegging

Er moet ook nagegaan worden of de mate van contaminatie werkelijk de metingen beïnvloedt. Het zijn mechanische eigenschappen als E-modulus en G-modulus die getest worden. Lichte contaminatie van het testmonster kan onbelangrijk zijn ten opzichte van de resultaten van de metingen. In de elektronica-industrie test men elektrische eigenschappen van halfgeleiders. Hier kan de kleinste contaminatie al grote gevolgen hebben op bijvoorbeeld de geleidbaarheid van het materiaal.

6.3.1 CONCLUSIE CONCEPT 3

De keramische afscherming is een goed idee om reacties met het testmonster te vermijden. Het nadeel is wel dat er een gat in gemaakt moet worden om de geleidingsbuis van de microfoon erdoor te laten komen. Keramische materialen zijn namelijk erg bros en breken snel.

Het aftoetsen van concept 3 aan de eisen gebeurt in tabel 20.

Tabel 20: Toetsen van het concept aan de eisen

Eis	Voldaan?
Metten van kamertemperatuur tot 1500 °C	Ja
Meetnauwkeurigheid van 1.5 °C of 0.25%	Ja, door meting met thermokoppel
Opwarmsnelheid 3 – 5 °C/min	Regelbaar door het aansturen van de verwarmingselementen
Behuizing maximaal 70 °C	Ja, watergekoelde buitenmantel
Elementen in oven geschikt tot 1500 °C	Ja
Testmonster met rechthoekige doorsnede	Ja
Testmonster maximaal 60 mm	Ja, afhankelijk van keramische afscherming

Eis	Voldaan?
Inerte atmosfeer	Ja, argon
Elementen mogen zuiverheid niet beïnvloeden	Enkel mogelijk door draden oplegging
Geen reactieve stoffen in oven	Ja, keramische afscherming
Spoelen met behulp van een vacuüm van 10^{-1} mbar	Ja
Opstelling moet toegankelijk zijn	Ja, bodemplaat zakt
Vrije oplegging	Ja, in draden
Contactloos meten	Ja, sonisch met behulp van een microfoon

6.4 UITEINDELIJKE OPLOSSING

Na het uitwerken van het definitief concept bleek dat het conceptueel ontwerp en de reeds bestaande ovens van IMCE veel gelijkenissen vertoonden. Daarom is de beslissing genomen om geen nieuwe oven te ontwerpen, maar wel een bestaande oven aan te passen. Er moet voor gezorgd worden dat het testmonster uit halfgeleidermateriaal zo zuiver mogelijk blijft. Dit wordt gerealiseerd door een keramische overkoepeling uit dichte aluminiumoxide over het testmonster te plaatsen.

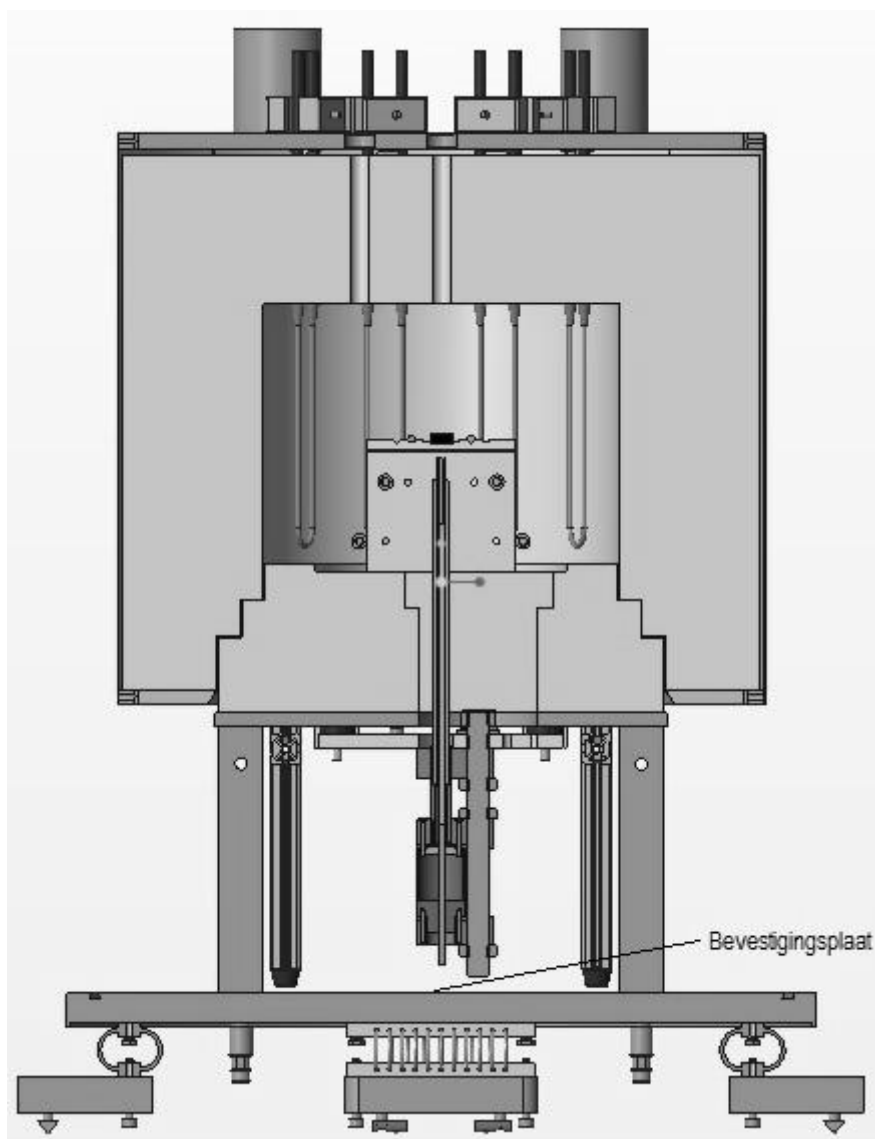
De HTVP1600 is een bestaande oven met een maximale oventemperatuur van 1600 °C, die onder luchtatmosfeer en inerte atmosfeer kan werken. De verwarmingselementen bestaan uit molybdeendisilicide, de isolatie bestaat uit poreuze aluminiumoxide. De temperatuur wordt gemeten met een thermokoppel en geregeld met een PID-regelaar. Het thermokoppel wordt zo dicht mogelijk bij het testmonster geplaatst om de temperatuur ervan te meten. Aan de hand van deze gemeten temperatuur wordt het vermogen van de verwarmingselementen gestuurd om een gewenste opwarmingssnelheid te bereiken, die 3 tot 5 °C/min bedraagt. Ook heeft deze oven een vacuümaansluiting, die kan gebruikt worden om de oven te spoelen. Hierdoor kan in de oven een druk van 10^{-1} mbar gehaald worden.

In de HTVP1600 wordt de trilling van het testmonster ofwel sonisch gemeten met een microfoon, ofwel optisch met een laser vibrometer. Door de plaatsing van de keramische afscherming, die uiteindelijk een omgekeerde standaard kroes is, kan de trilling enkel nog langs onder gemeten worden. Het is niet mogelijk om in deze standaard kroes een gat te voorzien om de trilling langs boven te kunnen opnemen. Daarom wordt de bodemplaat aangepast, zodat de geleidingsbuis langs onder het monster bereikt en de microfoon de trilling langs onder kan meten.

7 THERMISCHE ANALYSE

7.1 OPSTELLEN VAN HET MODEL

Door de HTVP1600 aan te passen, zal de temperatuursverdeling in de oven veranderen. De thermische eigenschappen van de keramische overkoepeling hebben hier onder andere een invloed op. Om deze veranderingen in rekening te brengen is er een thermische analyse van de situatie in de herontworpen oven uitgevoerd. Aan de hand van deze thermische analyse wordt de ideale positie van het testmonster in de overkoepeling bepaald. Ook de positie van het thermokoppel kan op deze manier bepaald worden, zodat deze zich bevindt in dezelfde homogene temperatuurszone als het testmonster. Ook werd de temperatuursverdeling in de isolatie berekend worden. Aan de hand hiervan kan de samenstelling van de isolatie geoptimaliseerd worden. Figuur 35 geeft een doorsnede van de HTVP1600 weer.



Figuur 36: Doorsnede HTVP1600

Figuur 35 geeft de HTVP1600 zonder de metalen behuizing weer. Deze behuizing wordt geplaatst over de isolatie en bevestigd op de bevestigingsplaat. Op die manier is er een afgesloten volume dat tijdens de meting gevuld wordt met argon.

7.2 ANALYSE WARMTE-TRANSPORT IN OVEN

7.2.1 ALGEMENE AANNAMES

Er werd een vergelijking gemaakt tussen de warmteverdeling in de oven zonder afscherming, en de warmteverdeling in de oven met afscherming. Een aantal zaken zijn echter veralgemeend voor beide metingen.

Een eerste benadering is dat het argon in de oven benaderd wordt als een vaste stof. Creo kan namelijk alleen temperatuursverdelingen van vaste stoffen simuleren. Er wordt dus geen rekening gehouden met de temperatuursverdeling in de herontworpen oven ten gevolge van convectie.

Een tweede benadering is dat de temperatuur onder de bodemisotatie 50°C bedraagt, en op alle andere plaatsen rond de isolatie bedraagt de temperatuur 150°C. Er is namelijk waterkoeling voorzien, die de warmte kan afvoeren, en uit metingen van IMCE bleek dat de temperatuur onder de bodemisotatie nooit boven 50°C steeg.

Een derde benadering is dat er enkel warmteverlies optreedt door conductie. Er gaat warmte verloren via het bovenoppervlak van de argoncilinder, via het manteloppervlak van de isolatiecilinder en via het contactoppervlak tussen de bodemisotatie en de aluminium koelplaat.

7.2.2 MATERIAALEIGENSCHAPPEN

De verschillende materialen waaruit het model voor de thermische analyse is opgebouwd, samen met hun thermische eigenschappen, worden weergegeven in tabel 21.

Deze eigenschappen zijn de eigenschappen die gebruikt werden om de simulaties mee uit te voeren.

Tabel 21: Thermische eigenschappen stoffen in thermisch model

Materiaal	Dichtheid [kg/m ³]	Thermische expansiecoëfficiënt [1/K]	Specifieke warmtecapaciteit [J/kgK]	Thermische geleidbaarheid [W/mK]
Argon	0.325 [110]	0.0036	312 [114]	0.063652 [115]
Al ₂ O ₃ , poreus	400 [116]	0 [116]	703.56	0.29 [116]
Al ₂ O ₃ , dicht	3845 [117]	8.6 · 10 ⁻⁶ [117]	990 [117]	25 [117]
Al	2793.55	8.5 · 10 ⁻⁶	963.753	192.163
MoSi ₂				

De thermische eigenschappen van argon zijn de eigenschappen bij 1500 °C. De dichtheid is berekend aan de hand van de ideale gaswet. De thermische expansie van gassen onder constante druk is hetzelfde voor alle gassen. Gas neemt 1/273.15 meer plaats in per graad Kelvin dat de temperatuur stijgt, zolang de druk hetzelfde blijft. [118] Aangezien er in de herontworpen oven gewerkt wordt met een constante druk van 1.2 bar, mag deze waarde gebruikt worden.

De thermische eigenschappen van de isolatie zijn bekomen uit de catalogus van de leverancier. De specifieke warmtecapaciteit wordt berekend aan de hand van de samenstelling van de isolatie. Deze bestaat namelijk uit 72% Al₂O₃ en 28% SiO₂. De specifieke warmtecapaciteit van deze materialen staat in tabel 22.

Tabel 22: Specifieke warmtecapaciteit componenten isolatie

Materiaal	Specifieke warmtecapaciteit [J/kgK]
Al ₂ O ₃	451-955 [119]
SiO ₂	680-730 [120]

De specifieke warmtecapaciteit van de isolatie wordt benaderd aan de hand van de procentuele concentratie van beide componenten. Deze ligt dus tussen 515.12 en 892 J/kgK. De waarde uit tabel 9 is het gemiddelde van deze waarden.

De thermische eigenschappen van aluminium zijn overgenomen uit de materialenbibliotheek van Creo.

7.2.3 BEREKENING WARMTETRANSPORT

Om de invloed van de keramische afscherming op het warmtetransport in de oven te bepalen, moet eerst de huidige situatie vastgelegd worden. Er zijn een aantal analyses uitgevoerd om te bepalen hoe warm de verwarmingselementen moeten worden om in de oven een temperatuur van 1500°C te kunnen realiseren.

Om de warmteverliezen door de bovenplaat en de onderplaat van de isolatie te bepalen, werd gebruik gemaakt van onderstaande formule:

$$\dot{Q} = kA \frac{\Delta T}{\Delta x}$$

Met:

k thermische geleidbaarheid isolatie [W/mK]

A contactoppervlak tussen argon en bovenplaat isolatie [m²]

ΔT temperatuursverschil [K]

Δx dikte van de bovenisolatie [m]

De thermische geleidbaarheid van de isolatie bedraagt 0.29 W/mK, het contactoppervlak bedraagt 0.028 m² en de dikte van de bovenisolatie is 0.1 m. Het warmteverlies door de bovenisolatie en de bodemisolatie kan dus als volgt berekend worden:

$$\dot{Q} = \frac{\Delta T}{12.32 \text{ K/W}}$$

Het vermogen dat geleverd wordt door de verwarmingselementen bij 1500 °C om de temperatuur in de oven op 1500 °C te houden, bedraagt ongeveer 1500 W. Dit is gemeten bij de HTVP1600 door IMCE. Het warmteverlies dat optreedt door het temperatuursverschil tussen de oven wordt dan afgetrokken van de 1500 W die de verwarmingselementen leveren en het overblijvende vermogen wordt geleverd aan het manteloppervlak van de argoncylinder. Dit warmteverlies wordt berekend met onderstaande formule:

$$\dot{Q} = \frac{\Delta T}{R_{\text{thermisch}}}$$

Hierbij is $R_{\text{thermisch}}$ de thermische weerstand [$^{\circ}\text{C}/\text{W}$] van de isolatiemantel. Aangezien de isolatie de vorm heeft van een holle buis, kan deze thermische weerstand als volgt berekend worden:

$$R_{\text{thermisch}} = \frac{\ln\left(\frac{r_{\text{uit}}}{r_{\text{in}}}\right)}{2\pi Lk}$$

Met:

r_{uit}	buitenstraal isolatiemantel [m]
r_{in}	binnenstraal isolatiemantel [m]
L	hoogte van de isolatiemantel gemeten langs de binnenkant [m]
k	thermische geleidbaarheid isolatie [W/mK]

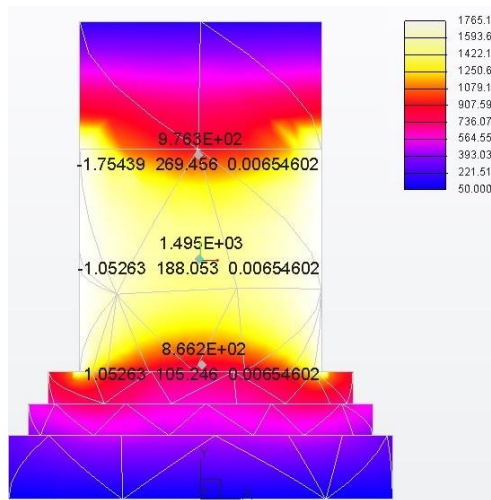
De buitenstraal van de isolatiemantel van de HTVP1600 bedraagt 0.215 m, de binnenstraal bedraagt 0.0945 m, de hoogte bedraagt 0.199 m en de thermische geleidbaarheid bedraagt 0.29 W/mK. Hieruit volgt dat het warmteverlies door de isolatiemantel als volgt berekend kan worden:

$$\dot{Q} = \frac{\Delta T}{2.27 \text{ K/W}}$$

Om de thermische analyses uit te voeren, wordt gebruik gemaakt van de eindige elementenmethode die in Creo is ingebouwd. Bij deze methode worden de verschillende onderdelen van het model automatisch opgedeeld in kleinere volumes, elementen genoemd. Het verdelen van het model in elementen wordt *meshing* genoemd. De opdeling van het model in elementen is de *mesh*. Door het model op te delen in een *mesh*, kan het thermisch probleem opgelost worden door een vergelijking op te stellen voor ieder element in de *mesh*. Creo lost de vergelijkingen van ieder element op en op die manier wordt de thermische analyse uitgevoerd. Om ervoor te zorgen dat de *mesh* die gegenereerd wordt een goede benadering is voor het model, moet convergentie optreden. Door de *mesh* te verfijnen wordt de analytische oplossing van het mathematisch model benaderd door de eindige elementenoplossing. [121] Hoe goed deze benadering is, wordt beschreven door convergentie.

Er zijn echter verschillende soorten elementen, namelijk P- en H-elementen. Bij het gebruik van H-elementen wordt de mesh verfijnd door meer elementen toe te voegen. Ieder element wordt benaderd door een veeltermvergelijking met een lage graad. Ingewikkelde systemen bevatten dus veel H-elementen. Wanneer er met P-elementen wordt gewerkt, wordt de graad van de veelterm van de elementen verhoogd. Dit is voor de huidige toepassing een betere benadering. [122] Daarom werd in de simulaties gebruik gemaakt van de *Multi-pass adaptive* methode om convergentie te bereiken. Hierbij worden meerdere iteraties gedaan door het programma, waarbij de graad van de veelterm wordt verhoogd. Dit wordt gedaan tot convergentie wordt bereikt of totdat de maximale graad van de veelterm bereikt wordt. Door de maximale graad van de veelterm te verhogen en door het percentage van convergentie te verlagen, wordt de eigenlijke oplossing zo goed mogelijk benaderd door de eindige elementenmethode. Om die reden is er gekozen voor een maximale graad van 9 voor de veelterm en wordt convergentie tot 10% van lokale temperaturen en lokale energienormen bepaald.

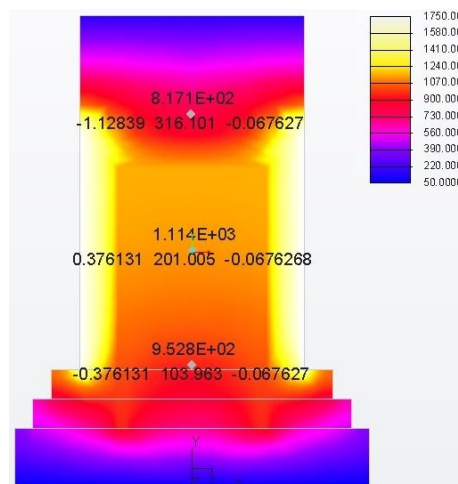
Uit verschillende simulaties bleek dat de temperatuur van de verwarmingselementen 1750°C moest bedragen om ervoor te zorgen dat er in het midden van de oven een temperatuur van 1500°C bereikt kon worden. Figuur 37 geeft de warmteverdeling in de oven onder deze omstandigheden.



Figuur 37: warmteverdeling zonder afscherming

In deze simulatie werd gewerkt met een warmteafvoer via de bovenisolatie van 65.8W, een warmteafvoer via de bodemisolatie van 66.19W en een warmtetoevoer via de cilindermantel van 795.15W. Deze waardes zijn berekend aan de hand van de formules die eerder beschreven werden.

Om te onderzoeken wat de invloed van de keramische afscherming op het warmtetransport in de oven is, werd er een simulatie uitgevoerd met keramische afscherming. Ook bij deze simulatie bedroeg de temperatuur van de verwarmingselementen 1750°C. Figuur 38 geeft het resultaat van de simulatie weer.



Figuur 38: warmteverdeling met afscherming

In deze simulatie werd gewerkt met een warmteafvoer via de bodemisolatie van 63.32W, een warmteafvoer via de bovenisolatie van 73.73W en een warmtetoevoer via de cilindermantel van 795.15W.

7.2.4 BESPREKING VAN HET RESULTAAT

De temperatuursgradiënt die volgens de simulatie in de oven optreedt is erg hoog. Over een afstand van enkele millimeters is er een verschil in temperatuur van 600°C volgens deze simulaties. Deze waarden zijn niet realistisch voor een gas.

De reden hiervoor is dat het gas benaderd werd door een vaste stof. Hoewel de thermische eigenschappen die van argon waren, zijn er een aantal andere zaken die niet vergeten mochten worden. Het warmtetransport in de reële oven gebeurt namelijk niet enkel via conductie. Bij gassen spelen ook convectie, en zeker thermische straling een belangrijke rol. Door deze twee vormen van warmtetransport te negeren, heeft een gas veel overeenkomsten met een isolator. Een stilstaand gas heeft namelijk een zeer lage thermische conductiviteit. Hierdoor houdt het warmte zeer goed tegen. Dit verklaart waarom er zulke hoge temperatuursgradiënten optraden in de simulaties.

Uit deze simulaties is dus gebleken dat het CAD-pakket Creo niet geschikt is om warmtetransportberekeningen uit te voeren van gassen of andere vloeistoffen. Wanneer dit gewenst is, zal een ander software-pakket gebruikt moeten worden.

7.3 TEMPERATUURSGRADIËNT IN DE ISOLATIE

Een tweede doel van de thermische analyse is om de temperatuursgradiënt in de isolatie te simuleren. Door kennis van deze verdeling is het namelijk mogelijk om een isolatie te voorzien die perfect geschikt is voor een bepaalde toepassing.

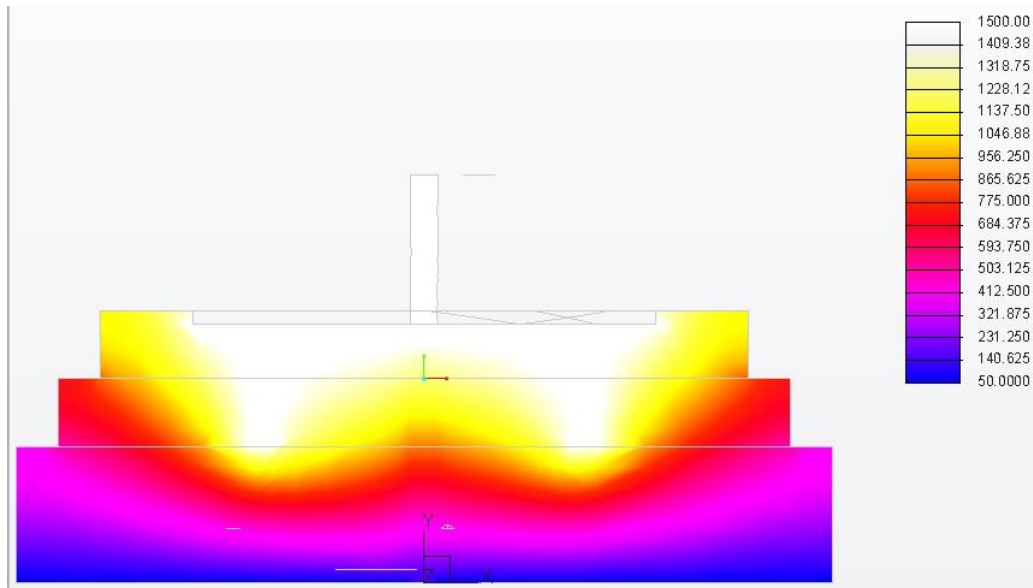
De temperatuursgradiënten in de isolatie werden zowel voor de bovenkant als voor de bodemplaat gesimuleerd. Aangezien er in dit geval enkel met vaste stoffen gewerkt wordt, is Creo wel geschikt om voor deze toepassing te gebruiken.

7.3.1 THERMISCHE ANALYSE BODEMISOLATIE

Onder de bodemplaat van de isolatie is koeling, waardoor de temperatuur hier nooit hoger is dan 50°C.

De thermische weerstand van de bodemplaat bedraagt 12.32°C/W. Dit is berekend aan de hand van de dikte van de bodemisolatie (0.1m), de oppervlakte van het vlak waardoor het warmtetransport plaatsvindt (0.028m²) en de thermische conductiviteit van de isolatie (0.29W/mK). Het temperatuurverschil tussen binnen- en buitenkant bedraagt 1450°C. Het vermogen verloren aan warmte door de bodemisolatie bedraagt dus 117.69W.

Ook is er rekening gehouden met de groef in de bodemisolatie, en met de verschillende gaten om de meetapparatuur door te geleiden. Meer hierover de opbouw van de bodemisolatie volgt in hoofdstuk 8 "Definitief ontwerp". Figuur 39 geeft de warmteverdeling in de bodemisolatie weer.



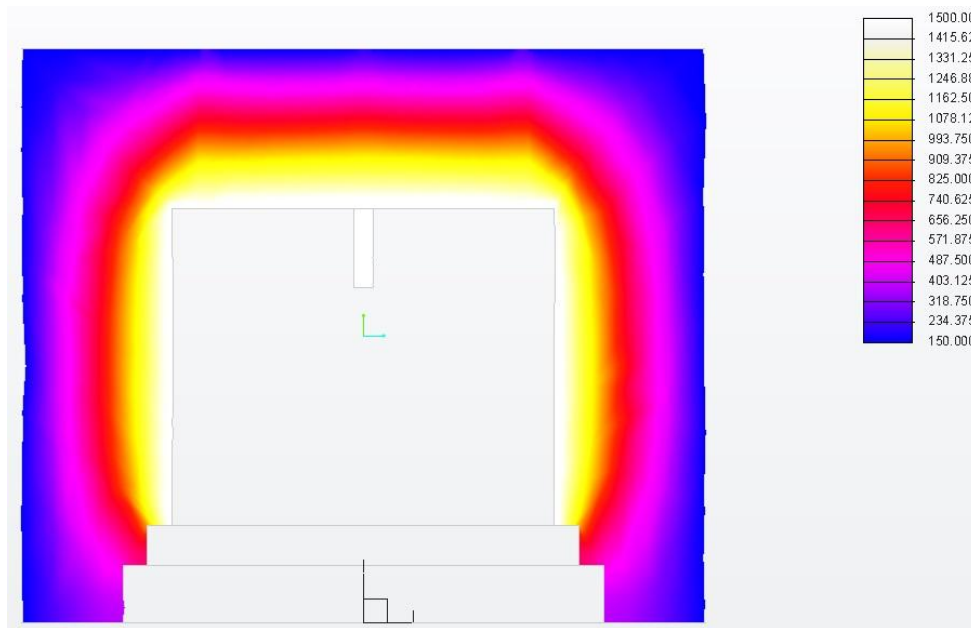
Figuur 39: warmteverdeling in bodemisolatie

7.3.2 THERMISCHE ANALYSE BOVENKANT ISOLATIE

De temperatuur rondom de buitenkant van de bovenkant van de isolatie werd op 150°C geschat. De bovenkant wordt opgedeeld in de mantel en in de bovenkant.

De thermische weerstand van de mantel bedraagt 2.37W/°C. Dit is berekend aan de hand van de binnenstraal van de isolatie (0.0945m), de buitenstraal (0.215m), de hoogte van de mantel langs de binnenkant gemeten (0.199m) en de thermische conductiviteit (0.29W/mK). Hieruit werd een thermische weerstand van 2.27°C/W berekend. Het temperatuursverschil tussen binnen- en buitenkant van de mantel bedraagt 1350°C, dus het vermogen verloren langs de mantel bedraagt 594.71W

De thermische weerstand van de bovenkant van de top isolatie is dezelfde als deze van de bodemplaat (12.32W/°C). Het temperatuursverschil tussen binnen- en buitenkant van de isolatie bedraagt 1350°C. Het vermogen verloren langs de bovenkant van de isolatie bedraagt dus 109.58W. Figuur 40 geeft de resultaten van deze simulatie weer.



Figuur 40: warmteverdeling in bovenkant isolatie

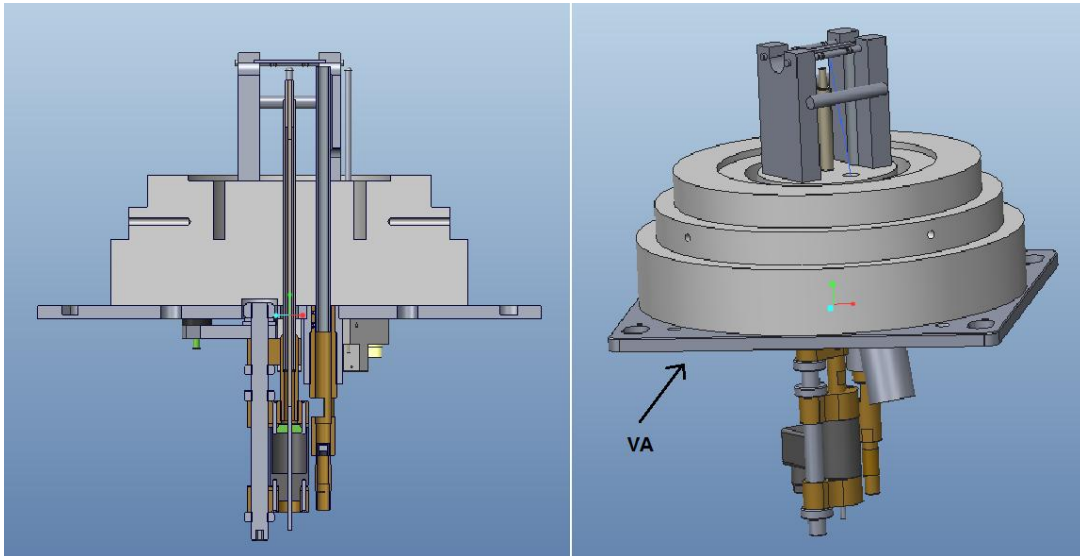
7.3.3 *BESPREKING TEMPERATUURSGRADIËNTEN IN ISOLATIE*

Uit figuur 39 en 40 blijkt dat de isolatie niet overal even zwaar belast wordt. Het is vooral de laag isolatie aan de binnenkant van de oven die de hoogste temperaturen moet kunnen verdragen. Het verschil in temperatuur tussen de “warme kant” en de “koude kant” van de isolatie is zo hoog, dat het mogelijk is om een gelamineerde isolatie te voorzien. Dit brengt veel voordelen met zich mee. Zo kan aan de “koude kant” een veel goedkopere soort isolatie gebruikt worden dan aan de binnenkant.

8 DEFINITIEF ONTWERP

8.1 OVERZICHT VAN HET ONTWERP

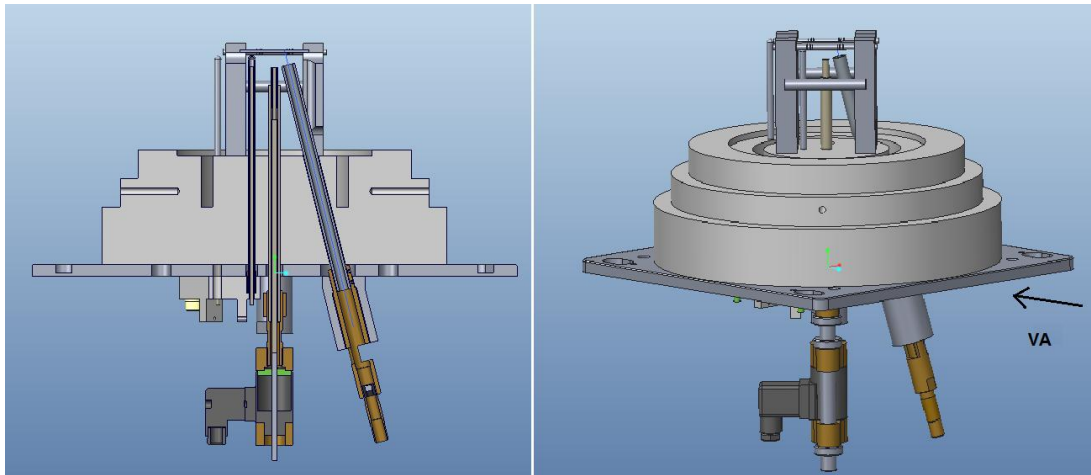
In deze paragraaf wordt een overzicht gegeven van alle aanpassingen en hoe het ontwerp er uiteindelijk uit ziet. Er zijn twee mogelijk meetopstellingen die kunnen toegepast worden. Één met de microfoon verticaal geplaatst en twee met de microfoon onder een hoek geplaatst. De opstelling voor het testmonster wordt over een hoek van 90° gedraaid wanneer van meetopstelling gewisseld wordt. Figuur 41 laat de meetopstelling zien wanneer de microfoon recht geplaatst is zodat deze de trilling van het testmonster onder het uiteinde ervan opneemt.



Figuur 41: Meetopstelling met microfoon recht

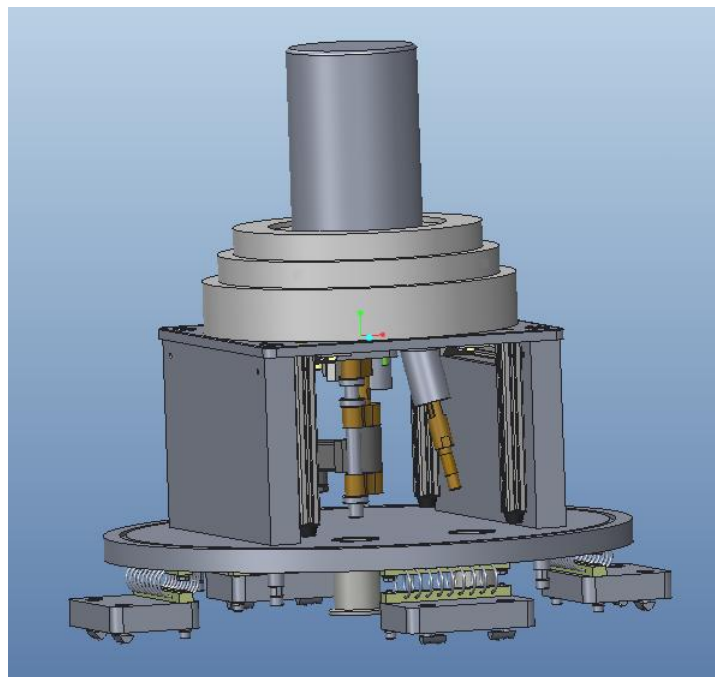
Op figuur 41 is links een doorsnede weergegeven en rechts de volledige bodem met alles erop en eraan. Thermokoppels, microfoon, excitator, opstelling en andere componenten zijn hierop te zien. Enkel de afscherming is weggelaten op de figuur om de opstelling zichtbaar te houden.

Figuur 42 laat de meetopstelling zien wanneer de microfoon onder een hoek geplaatst is zodat deze de trilling in het midden van het testmonster opneemt. Op de figuur staat eveneens links een doorsnede en rechts de volledige bodem



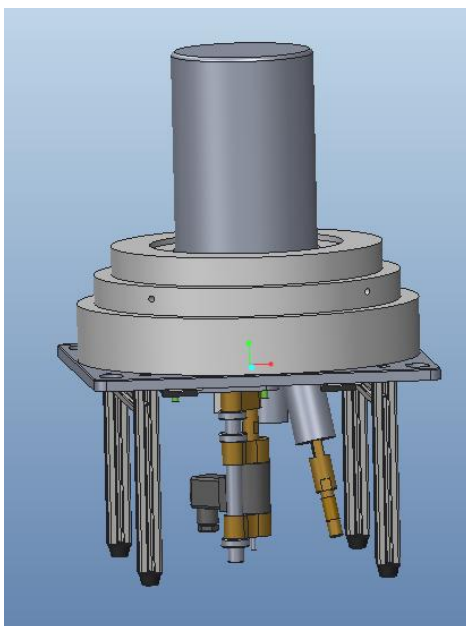
Figuur 42: Meetopstelling met microfoon onder een hoek

Figuur 43 laat de volledige onderkant van de oven zien. Op deze figuur zijn ook alle bijkomende onderdelen van de oven te zien. Deze zijn niet aangepast want ze kunnen perfect opnieuw gebruikt worden. Bijkomende onderdelen zijn de watergekoelde opstaande koelblokken, de profielen, de onderste plaat van het vat waarin de isolatie zit en de geveerde bevestigingen onderaan. Deze geveerde bevestigingen dienen speciaal om trillingen van buitenaf tegen te gaan.



Figuur 43: Volledige onderkant oven

Om de meetopstelling te veranderen moet de koelplaat en bodemplaat gedemonteerd worden. Het is mogelijk om de koelplaat los te schroeven van de opstaande koelblokken en de hele bovenkant er apart af te nemen. De profielen dienen hiervoor. Na het demonteren kan het systeem op een tafel gezet worden en steunt het op de profielen. Op deze manier kan de meetopstelling eenvoudig aangepast worden. Figuur 44 verduidelijkt dit.



Figuur 44: Systeem op profielen

8.2 AANPASSEN VAN DE BESTAANDE BODEMPLAAT

Het definitief ontwerp is de aanpassing van een bestaande oven, namelijk de HTVP-1600. Meer precies de aanpassing van de bodemplaat. De huidige bodemplaat is voorzien van een draaibaar mechanisme waarop de excitator bevestigd is en twee thermokoppels die door de bodemplaat komen. De volgende aanpassingen moeten gebeuren:

- inbouwen van de keramische afscherming
- inbouwen van de microfoon (recht en onder een hoek)
- verplaatsen van het thermokoppel
- aanpassen van de koelplaat
- aanpassen van de bevestiging van de excitator en microfoon

In volgende paragrafen worden deze aanpassingen beschreven en er worden afbeeldingen van getoond. Meer gedetailleerde tekeningen en exacte bematingen van de onderdelen zijn terug te vinden in de bijlagen.

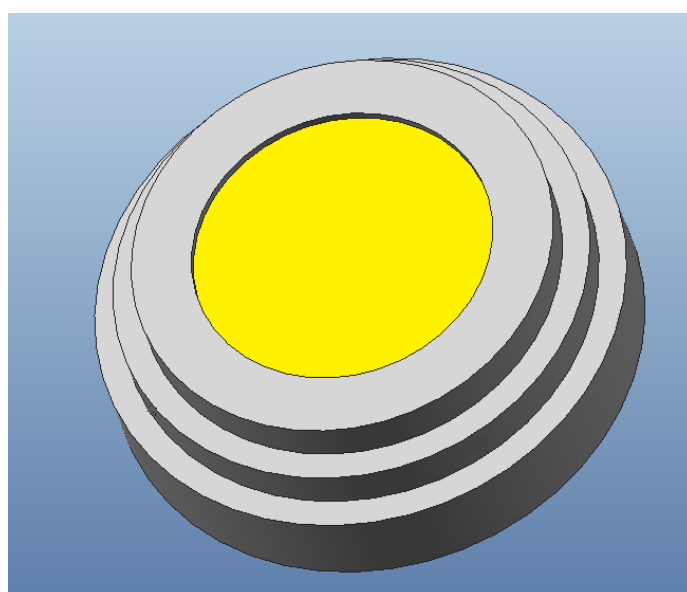
8.2.1 PLAATSING KERAMISCHE AFSCHERMING

De plaatsing van een keramische afscherming betreft het inbouwen van een keramische afscherming in de bodemplaat. Er is gekozen voor een standaard afscherming van het merk 'Morgan Technical Ceramics' van de serie 'alsint 99,7'. Deze zijn er in verschillende maten en vormen maar in deze toepassing wordt een gewone cilindrische kroes gebruikt met een buitendiameter van 125mm en een hoogte van 220mm. Dit is de grootste afscherming in zijn categorie. Figuur 45 toont de kroes die gebruikt wordt als afscherming.



Figuur 45: Standaard afscherming

De ruimte in de oven die gebruikt kan worden om de afscherming te plaatsen is een cilindervormige ruimte met een diameter van 170mm en een hoogte van 180mm. Figuur 46 laat een onbewerkte bodemplaat zien. In het geel is de bruikbare grondoppervlakte te zien.



Figuur 46: Onbewerkte bodemplaat

De bodemplaat is getrapt van vorm. Dit heeft als nut dat de top isolatie zo goed mogelijk aansluit op de bodemplaat. Zo gaat er het minste warmte verloren en is de ovenkamer zo gasdicht mogelijk.

Het eerste probleem wat zich voordoet is het feit dat de afscherming een hoogte heeft van 220mm en de bruikbare ruimte maar 180mm hoog is. De afscherming zal dus voor een stuk in de bodemplaat moeten zakken. Dit heeft als voordeel dat de grote afscherming toch in de beschikbare ruimte zal passen en dat brengt ook nog een ander voordeel met zich mee. Omdat de afscherming in de bodemplaat zal zakken, wordt de ruimte in de afscherming nog beter afgeschermd van de ruimte die nog overblijft buiten de afscherming. Dit is net de bedoeling van het plaatsen van de afscherming. In dit project wordt gewerkt naar een zo zuiver mogelijke omgeving binnen de afscherming zodat het testmonster zo goed mogelijk afgeschermd is van alles buiten de afscherming.

Om de afscherming in de bodemplaat te kunnen laten zakken, wordt een cirkelvormige slede uit de bodemplaat gehaald. Het materiaal waaruit de afscherming gemaakt is, is een keramiek. Het is een bros en hard materiaal wat relatief snel kan breken. Tevens wordt er rekening gehouden

met de thermische uitzetting van de afscherming. Daarom wordt er in de slede wat speling gelaten om de afscherming in te plaatsen. In volgende paragraaf wordt de thermische uitzetting van de afscherming berekent.

8.2.2 THERMISCHE UITZETTING

De lineaire thermische uitzettingscoëfficiënt van de keramische afscherming bij 1500°C is gelijk aan $9.7 \times 10^{-6}/K$ [123]. Aan de hand van volgende formule kan de verlenging van de binnenste omtrek berekent worden en daarop volgend de uitzetting van de binnendiameter.

$$\alpha = \frac{1}{L_0} * \frac{dL}{dT}$$

$$dL = \alpha * L_0 * dT$$

Met:

α lineaire thermische uitzettingscoëfficiënt [1/K]

L_0 beginlengte [m]

$\frac{dL}{dT}$ verlenging [m/K]

De afscherming heeft bij kamertemperatuur een binnendiameter van 110mm wat overeenkomt met een binnenste omtrek van 345.6mm. Invullen van de vergelijking geeft:

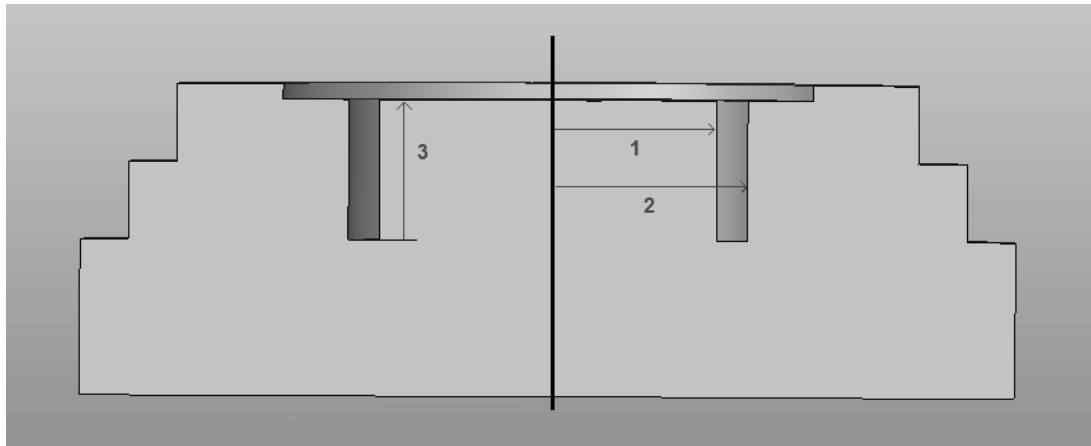
$$dL = 9.7 \times 10^{-6} * 345.6 * 1500$$

$$dL = 5.0mm$$

Dit geeft een verlenging van de binnenste omtrek met 5mm wat een nieuwe binnenste omtrek van 350.6 mm (= 345.6+5.0) geeft. Dit komt overeen met een nieuwe binnendiameter van **111.6mm**.

De buitendiameter zal ook toenemen. Dit wordt op dezelfde manier berekent als de uitzetting van de binnendiameter. De buitendiameter zal bij 1500°C een waarde aannemen van **126,8mm**.

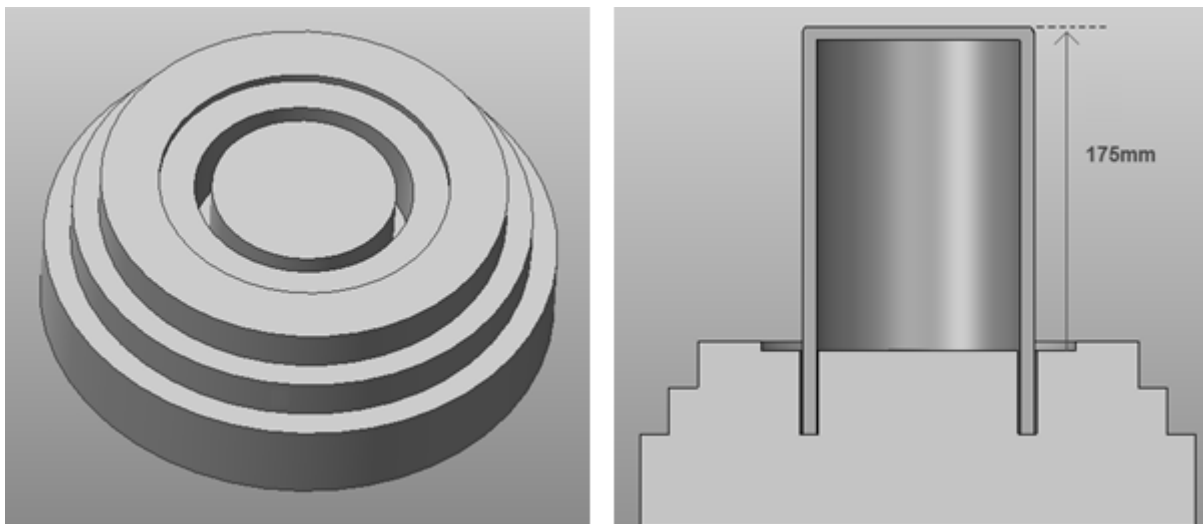
Figuur 47 laat een doorsnede zien van de bodemplaaf waarop de afmetingen van de slede aangeduid zijn. Figuur 48 toont de bodemplaaf met slede in 3D en een doorsnede van de bodem met de afscherming. Na het inbouwen heeft de afscherming nog een hoogte van 175mm, dit past in de beschikbare ruimte van 180mm hoog.



Figuur 47: Doorsnede bodemplaat

Legende:

1. straal van de binnencirkel = 54mm (diameter 108mm)
2. straal van de buitencirkel = 64mm (diameter 128mm)
3. diepte van de slede = 45mm



Figuur 48: Bodemplaat met slede in 3D (links) - Doorsnede bodemplaat met afscherming (rechts)

8.2.3 PLAATSING EN BEVESTIGING MICROFOON

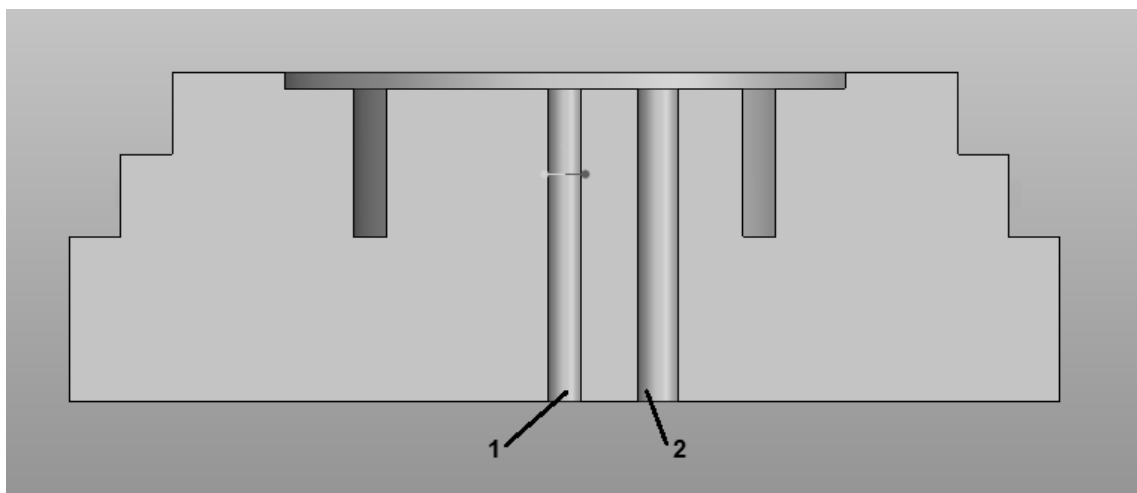
In de bestaande oven wordt de microfoon door de bovenkant van de isolatie naar binnen gebracht, althans de geleidingsbuis. De microfoon zelf bevindt zich buiten de isolatie. De trillingen worden opgenomen recht boven het midden van het testmonster. In het herontwerp dient de microfoon de trillingen langs onder te meten. Door de afscherming die over het testmonster geplaatst wordt, is de enige manier om meetinstrumenten bij het testmonster te brengen door de bodemplaat. De keramische afscherming is bros en moeilijk om te bewerken en door het temperatuurverschil van kamertemperatuur tot 1500°C treden er veel spanningen op in het materiaal. Indien hier een gat in gemaakt zou worden, zou de afscherming al snel barsten of kapot springen.

Er zijn twee manieren hoe de trilling van het testmonster opgenomen kan worden. Enerzijds kan onder het uiteinde van het testmonster gemeten worden, anderzijds kan de trilling in het midden van het testmonster gemeten worden. De reden hiervoor is omdat de trilling op die

plaatsen de grootste amplitude heeft. Om een bepaalde flexibiliteit van het systeem te garanderen is gekozen om de bodemplaat zo aan te passen dat beide manieren van meten gebruikt kunnen worden. Dit kan naar de klant toe ook zeer interessant zijn.

Er zijn twee problemen die zich voordoen bij het plaatsen van de microfoon door de bodemplaat. Ten eerste is er weinig ruimte beschikbaar, zeker om de microfoon in 2 verschillende posities te plaatsen. Ten tweede komt de excitator recht onder het midden van het testmonster uit. Het is dus niet mogelijk om de microfoon ook nog recht onder het testmonster te laten uitkomen tenzij die onder een hoek geplaatst wordt, gericht naar het midden van het testmonster.

Figuur 49 toont een doorsnede van de bodemplaat wanneer de microfoon recht geplaatst wordt om te meten onder het uiteinde van het testmonster.

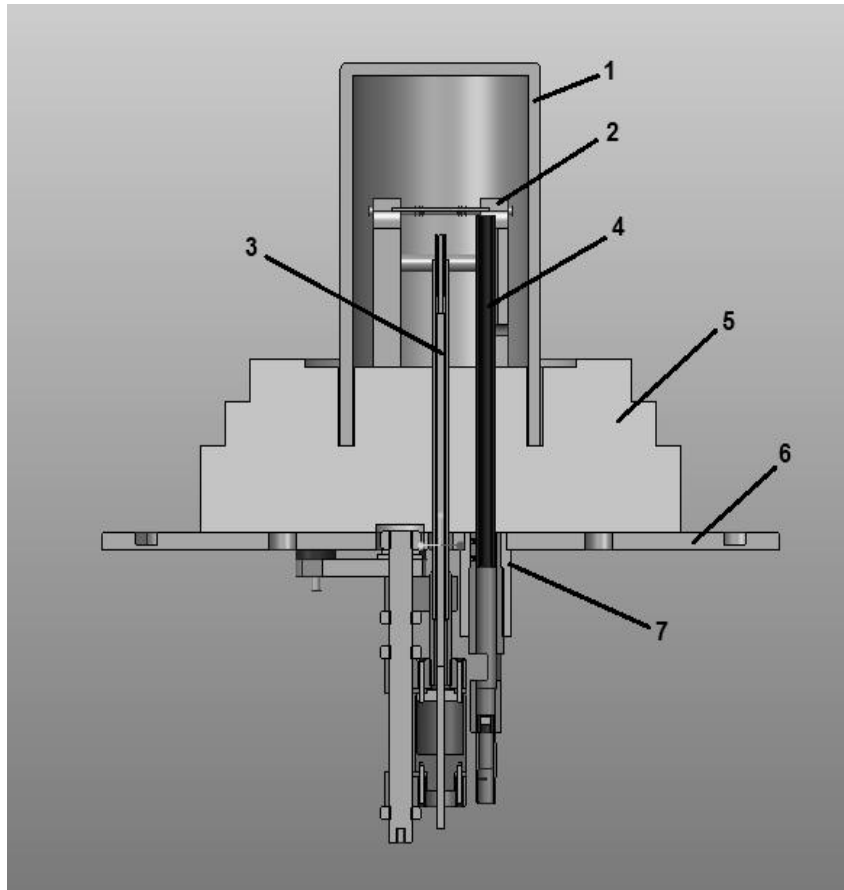


Figuur 49: Doorsnede bodemplaat met microfoon recht

Legende:

1. boring voor de excitator (diameter = 10mm)
2. boring voor de microfoon (diameter = 12mm)

Figuur 50 laat een doorsnede van de bodemplaat zien met de microfoon en excitator reeds bevestigd. De koelplaat, de afscherming en de opstelling staan ook op deze figuur. Er is te zien dat de geleidingsbuis van de microfoon recht onder het uiteinde van het testmonster uitkomt.

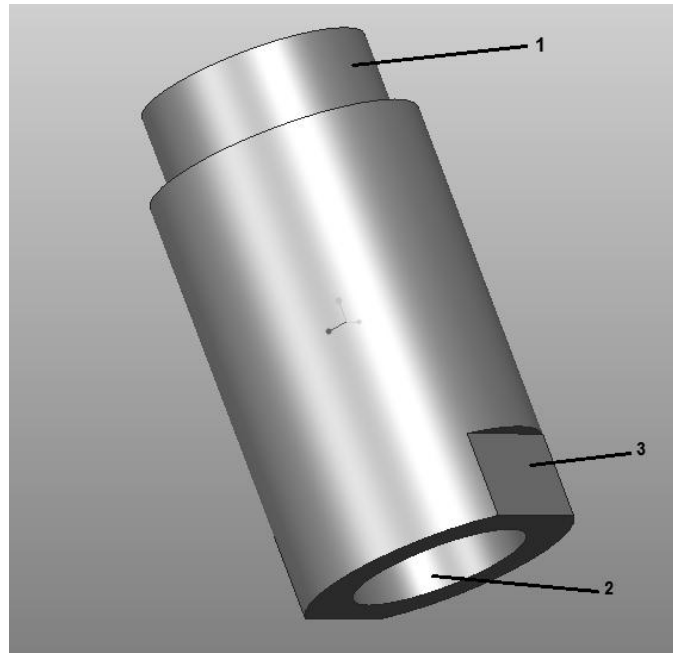


Figuur 50: Doorsnede bodem met microfoon recht

Legende:

1. afscherming
2. opstelling
3. excitator
4. geleidingsbuis van de microfoon
5. bodemplaat
6. koelplaat
7. bevestiging van de microfoon

Omdat er in de ovenkamer een temperatuur van plus minus 1500°C heerst, is het nodig dat de microfoon gekoeld wordt. Dit wordt gerealiseerd door de microfoon tegen de koelplaat te bevestigen. De microfoon zit in een messing behuizing en deze komt tegen de aluminium koelplaat. De afstand van de microfoon tot het testmonster is ook belangrijk, daarom moet deze regelbaar zijn. Door gebruik te maken van een aluminium bus die met uitwendige fijne schroefdraad in de koelplaat geschroefd wordt en die inwendig van fijne schroefdraad voorzien is om de behuizing van de microfoon in te schroeven, zijn deze twee problemen in één keer opgelost. Figuur 51 toont hoe deze bus eruit ziet.



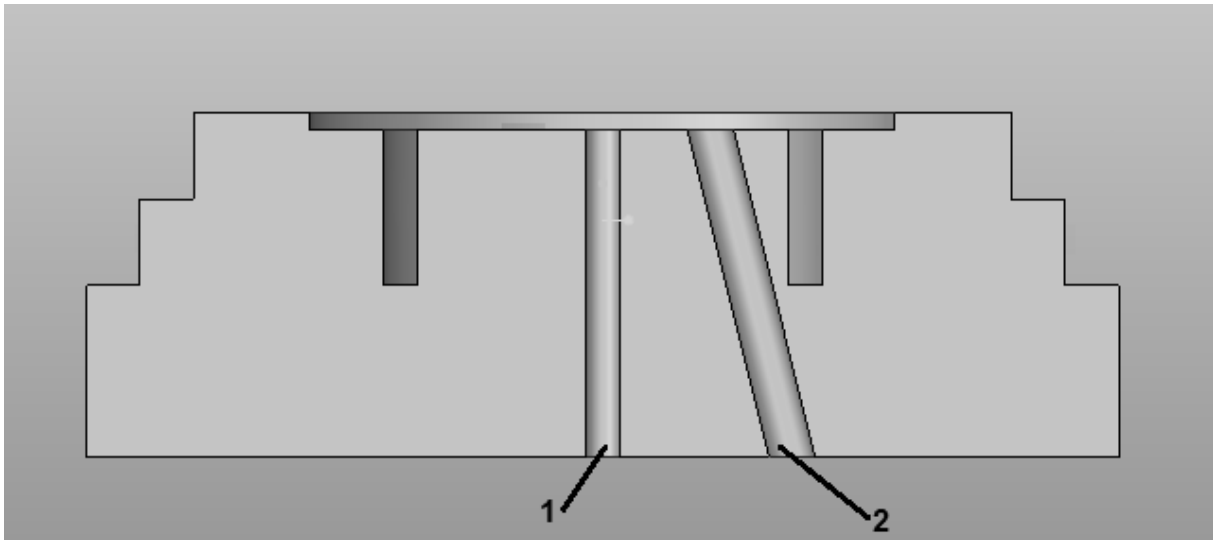
Figuur 51: Bevestiging microfoon recht

Legende:

1. uitwendige fijne schroefdraad die in de koelplaat geschroefd wordt
2. inwendige fijne schroefdraad waar de microfoon in geschroefd wordt
3. plat vlak aan twee kanten om de bus vast te draaien in de koelplaat

Het nut van de fijne schroefdraad is enerzijds een pluspunt voor de koeling. Hoe meer draadgangen, hoe meer raakvlakken er zijn dus hoe beter de bus en microfoon gekoeld worden. Anderzijds, hoe kleiner de spoed van de inwendige schroefdraad, hoe fijner de afstand van de microfoon tot het testmonster geregeld kan worden.

Figuur 52 toont een doorsnede van de bodemplaat als de microfoon onder een hoek geplaatst wordt om te meten in het midden van het testmonster.

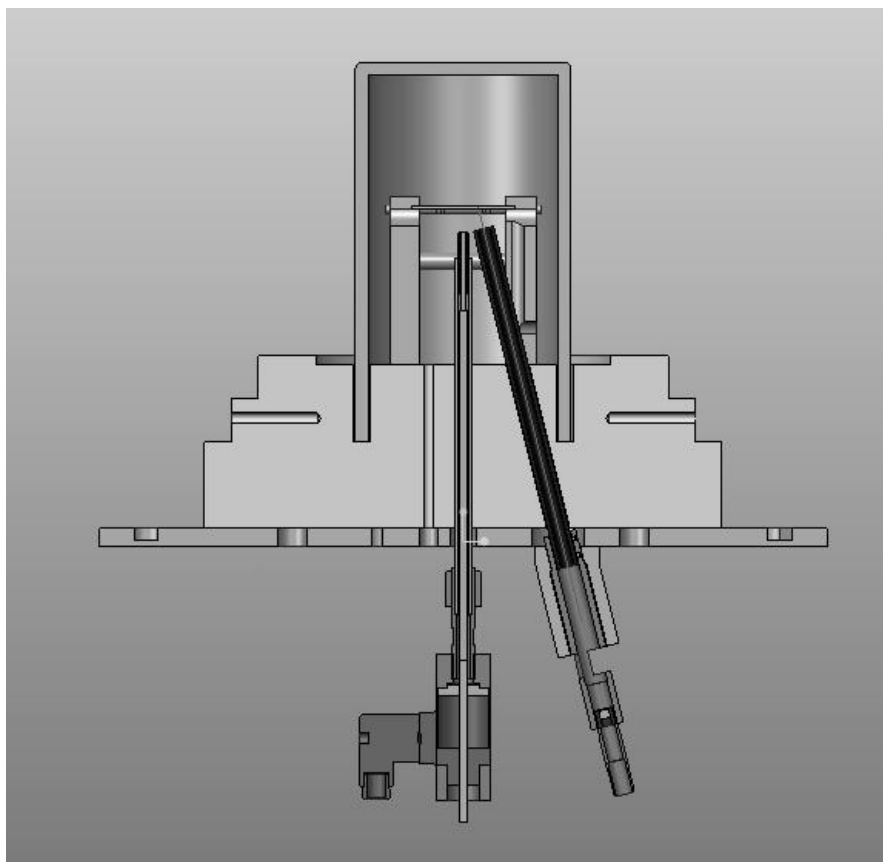


Figuur 52: Doorsnede bodemplaat met microfoon onder een hoek

Legende:

1. boring excitator (diameter = 10mm)
2. boring geleidingsbuis microfoon (diameter = 13mm)

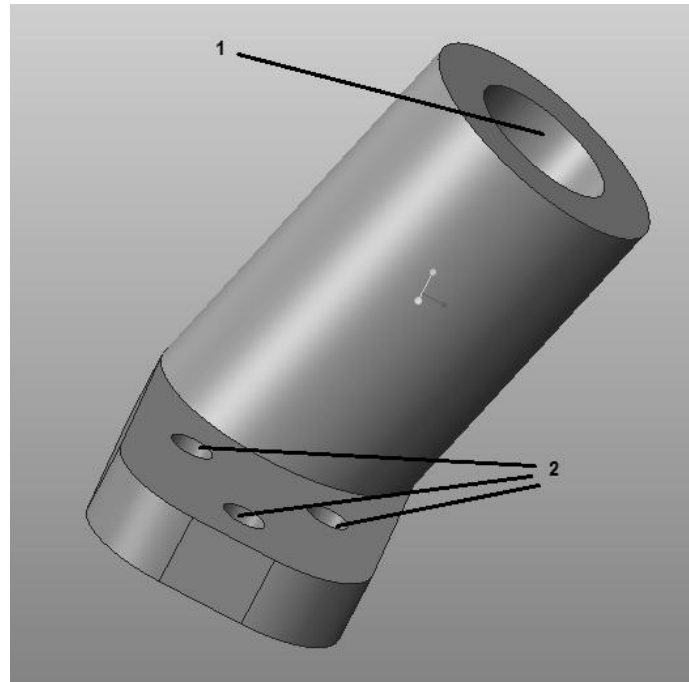
Figuur 53 laat een doorsnede van de bodemplaat zien met de microfoon en excitator reeds bevestigd. De koelplaat, de afscherming en de opstelling staan ook op deze figuur. Er is te zien dat de geleidingsbuis van de microfoon naar het midden van het testmonster gericht is.



Figuur 53: Doorsnede bodem met microfoon onder een hoek

De bevestiging en hoogteregeling van de microfoon is nu iets anders dan wanneer de microfoon in een rechte positie geplaatst wordt. Er wordt weer met een aluminium bus gewerkt die tegen de koelplaat bevestigd wordt. Maar omdat de geleidingsbuis van de microfoon nu onder een hoek van 14° staat met de excitator, kan deze bus niet rechtstreeks in de koelplaat geschroefd worden. Deze wordt bevestigd door middel van 3 schroeven. Figuur 54 laat zien hoe deze bus eruit ziet.

Omdat de microfoon onder een hoek bevestigd is, is de boring in de bodemplaat iets groter gekozen. Zo zal er nooit een probleem zijn dat de geleidingsbuis gaat klemmen tijdens het regelen van de afstand tot het testmonster.



Figuur 54: Bevestiging microfoon onder een hoek

Legende:

1. inwendige fijne schroefdraad waar de microfoon in geschroefd wordt
2. drie gaten voorzien voor de bevestiging van de bus tegen de koelplaat

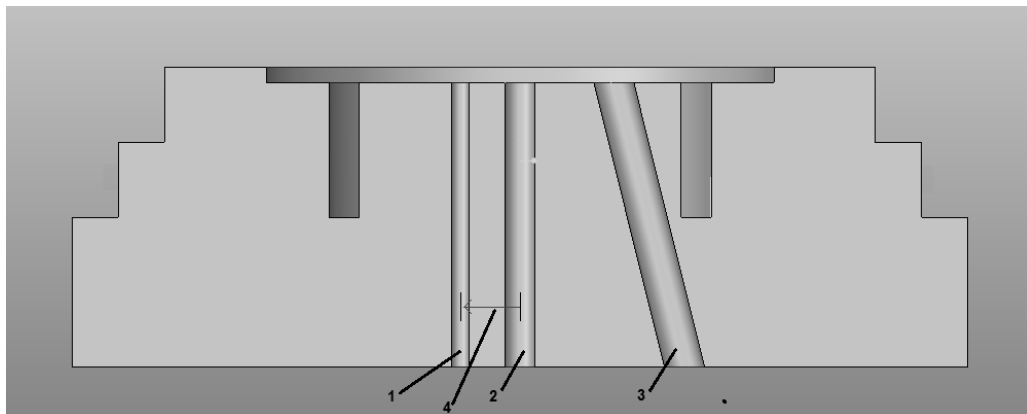
Kort samengevat kan het systeem op twee manieren gebruikt worden. Ofwel meet de microfoon recht onder het uiteinde van het testmonster en is deze verticaal geplaatst. Ofwel meet de microfoon in het midden van het testmonster en staat deze onder een hoek geplaatst van 14° met de excitator. Het enige wat moet gebeuren om te wisselen tussen meetopstelling 1 of 2 is de microfoon uitschroeven en op de andere positie terug inschroeven en de opstelling met het testmonster draaien over een hoek van 90° . Er moeten uiteraard ook 2 staven voorzien worden uit isolatiemateriaal om de boring op te vullen die op dat moment niet gebruikt wordt.

8.2.4 PLAATSING THERMOKOPPEL

In de oven worden twee thermokoppels gebruikt. Één thermokoppel wordt gebruikt om de temperatuur te meten en te regelen en komt de ovenkamer binnen door de bodemplaaf. Deze staat ongeveer op gelijke hoogte met het testmonster. De temperatuur van het testmonster is zeer belangrijk omdat de elastische eigenschappen van het testmonster in functie van de temperatuur onderzocht worden.

Een tweede thermokoppel dient ter beveiliging en komt de ovenkamer binnen langs boven. Zonder deze beveiliging zou de oven blijven opwarmen indien het eerste thermokoppel stuk zou gaan. Dit kan nefaste gevolgen hebben voor de ovenkamer en het testmonster. Het tweede thermokoppel zorgt er dan voor de oven niet verder opwarmt wanneer een bepaalde maximale temperatuur bereikt is.

Het thermokoppel waarmee gemeten wordt, wordt geplaatst zo dicht mogelijk bij het testmonster. Het beveiligingsthermokoppel wordt buiten de keramische afscherming geplaatst. Figuur 55 laat de positie zien van het thermokoppel waarmee de temperatuur van het testmonster gemeten wordt.



Figuur 55: Doorsnede bodemplaaf thermokoppel

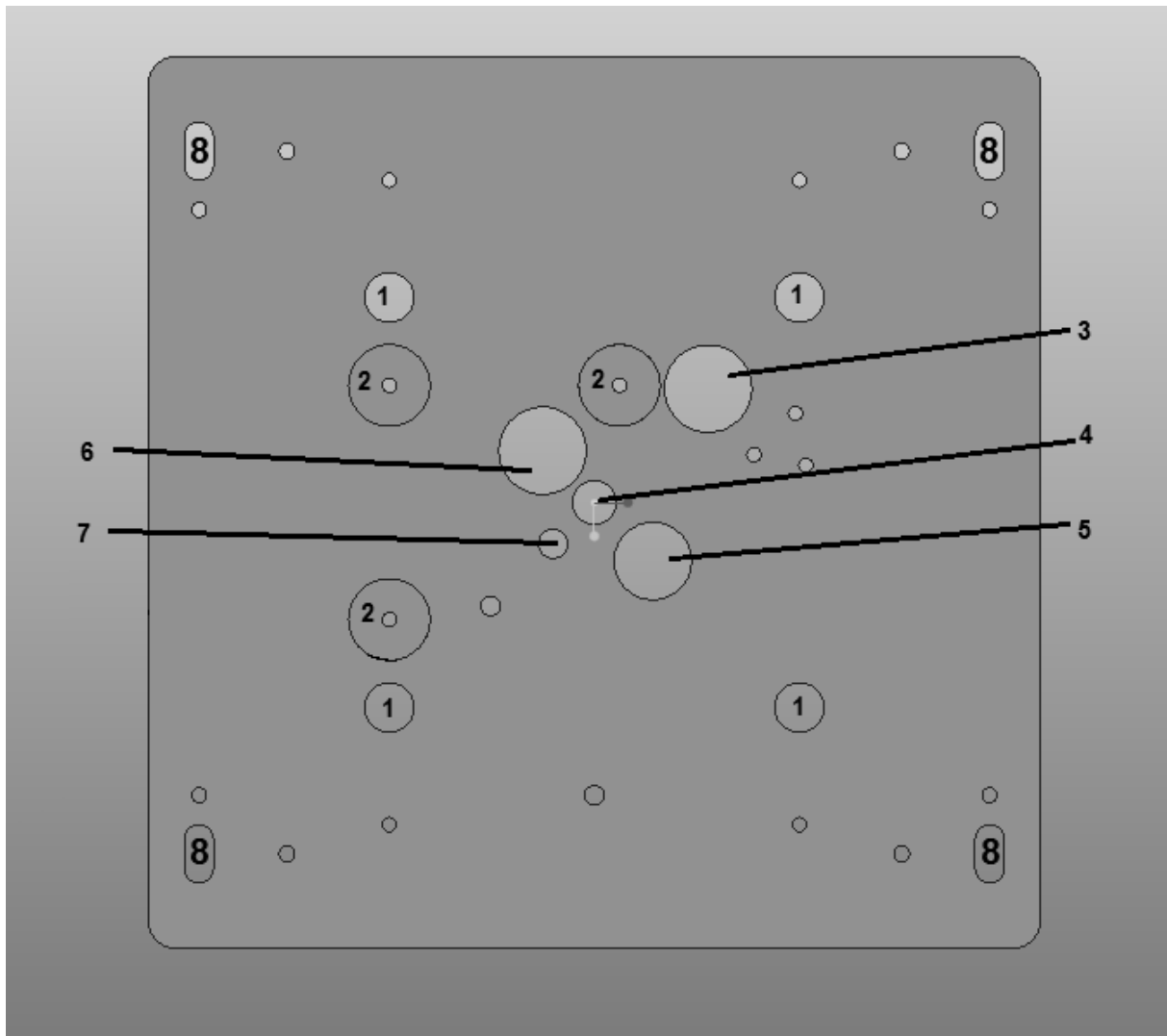
Legende:

1. boring van het thermokoppel (diameter = 6mm)
2. boring van de excitator
3. boring van de microfoon
4. afstand van het midden tot de boring van het thermokoppel (=20mm)

De twee thermokoppels hebben vaste posities. Dit betekent dat de positie van het thermokoppel ten opzicht van het testmonster afhankelijk is van de positie van de microfoon. Wanneer de microfoon onder een hoek staat, meet het thermokoppel recht onder het testmonster. Wanneer de microfoon recht staat wordt de opstelling 90° gedraaid en meet het thermokoppel niet meer recht onder het testmonster maar iets erlangs. Aan de hand van de uitgevoerde thermische analyse (Zie hoofdstuk 7) kan wel geconcludeerd worden dat dit weinig tot geen verschil zal geven in gemeten temperatuur. Het testmonster is namelijk op een bepaalde hoogte geplaatst zodat het in een homogene temperatuurzone ligt. Het thermokoppel meet de temperatuur ook in die zone.

8.2.5 AANPASSING KOELPLAAT BODEM

Vermits er in het herontwerp langs de bodem gemeten wordt en er weinig ruimte is door de keramische afscherming, is de koelplaat van de bodem ook aangepast. Het is eigenlijk een volledig nieuwe koelplaat want de gaten in de originele koelplaat komen niet overeen met die in de nieuwe. In de nieuwe koelplaat staat alles korter op elkaar en zijn er extra gaten gemaakt voor onder andere de microfoon. Figuur 56 toont het onderaanzicht van de nieuwe koelplaat.



Figuur 56: Onderaanzicht koelplaat

Legende:

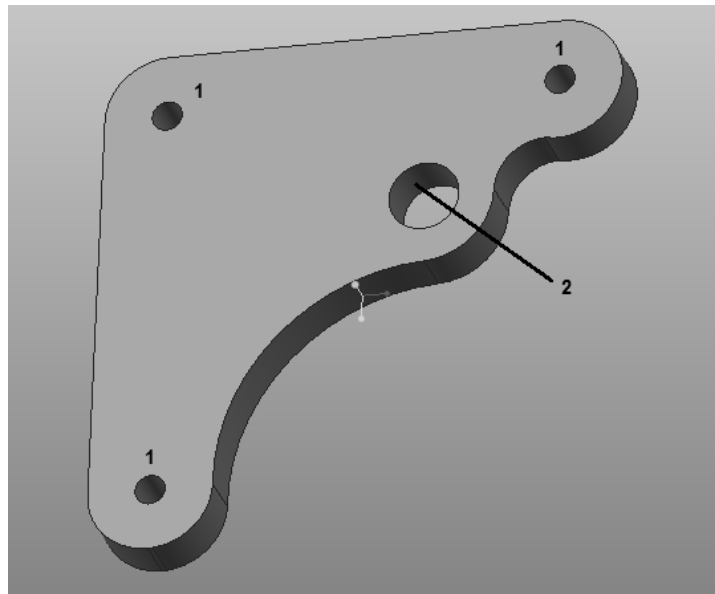
1. Gaten voor de fixatie van de bodemisolatie
2. Gaten voor de ophanging van de excitator
3. Doorgang voor de microfoon gepositioneerd onder een hoek
4. Doorgang voor de excitator
5. Doorgang voor microfoon recht gepositioneerd
6. Uitsparring voor de bevestiging van de excitator
7. Doorgang voor het meet-thermokoppel
8. Uitsparringen voor de bevestiging van de koelblokken

De gaten die niet aangeduid zijn op de figuur zijn schroefgaten.

8.2.6 BEVESTIGING EXCITATOR

Zoals aan het begin van dit hoofdstuk reeds vermeld werd, is de excitator in de bestaande oven bevestigd op een draaibaar mechanisme. In het herontwerp is ervoor gekozen om de excitator een vaste positie te geven en dat is in het midden van de bodemplaat. Enkel de hoogteregeling moet mogelijk blijven.

De bestaande bevestigingsmethode is dus niet meer bruikbaar. Dit heeft twee redenen. De eerste reden is hierboven reeds vermeld. De tweede reden is het feit dat de excitator bevestigd is aan een plaat, deze plaat neemt te veel plaats in nu en moet opnieuw ontworpen worden. De nieuwe bevestigingsplaat ziet eruit zoals in figuur 57.

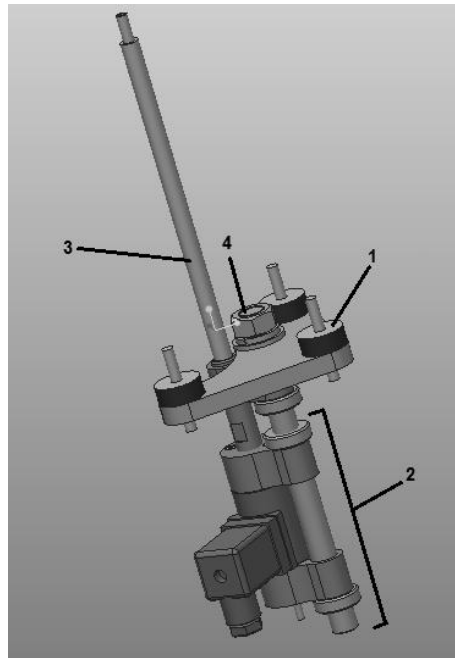


Figuur 57: Bevestigingsplaat excitatory

Legende:

1. Gaten voor de bevestiging van de plaat tegen de koelplaat
2. Gat voor de bevestiging van de excitator aan de plaat

Figuur 58 laat zien hoe de excitator bevestigd wordt aan de bevestigingsplaat en hoe deze plaat aan de koelplaat bevestigd wordt. De bevestigingsplaat en de koelplaat worden verbonden met elkaar door middel van dempingsrubbers. Dit is omdat de excitator telkens een lichte trilling opwekt wanneer deze gaat exciteren. Indien de excitator niet gedempt opgehangen zou zijn, kan de opgewekte trilling de trilling van het testmonster beïnvloeden alsook de metingen.



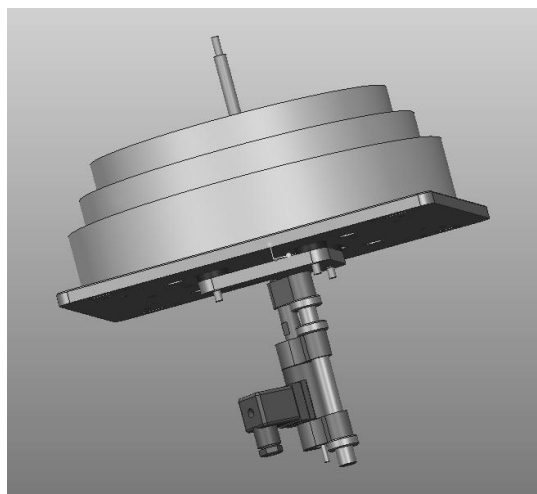
Figuur 58: Bevestiging excitator

Legende:

1. Dempingsrubber ophanging
2. Hoogteregeling excitator
3. Geleidingsbuis excitator
4. Bevestiging excitator aan bevestigingsplaat

De dempingsrubbers (1) komen tegen de koelplaat. In de koelplaat is tevens een uitsparring voorzien zodat de moer voor de bevestiging van de excitator (4) aan de bevestigingsplaat nog vast gezet kan worden en nergens de koelplaat raakt. De geleidingsbuis (3) komt net onder het testmonster uit in de ovenkamer. De afstand van het testmonster tot het uiteinde van de geleidingsbuis kan met 25mm geregeld worden door de hoogteregeling (2).

Figuur 59 toont de bevestiging van de excitator met de koelplaat en de bodemplaat. Op deze figuur zijn voor de duidelijkheid geen andere componenten weergegeven.

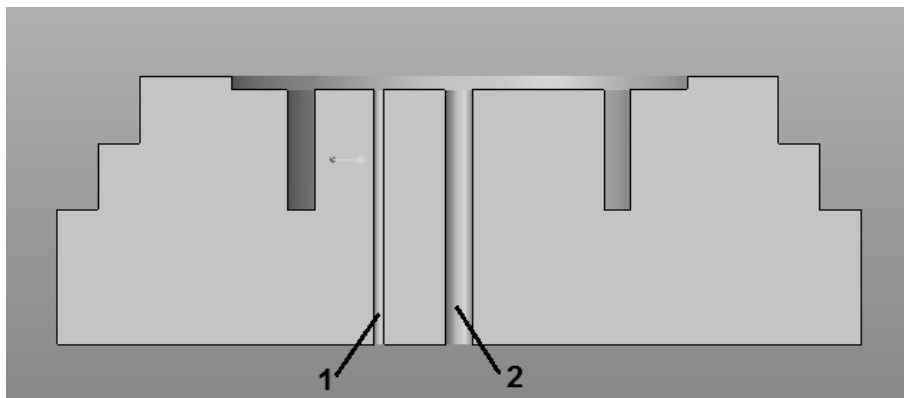


Figuur 59: bevestiging excitator aan koelplaat en bodemplaat

8.2.7 ARGON TOEVOER

Omdat het testmonster afgeschermd is van de rest van de ovenkamer wordt er een buis voorzien waardoor rechtstreeks argon onder de afscherming geblazen wordt. Bij het spoelen van de ovenkamer kan er mogelijk lucht achterblijven onder de afscherming. Door argon onder de afscherming te blazen wordt de lucht die eronder zit toch nog verdrongen en vervangen door argon.

Praktisch uit zich dit als een kleine boring van slechts 4mm diameter doorheen de bodemisolatie en de koelplaat. De toevoerleiding voor het argongas moet niet groter zijn. De toevoerleiding heeft een binnendiameter van 3mm. Figuur 60 toont een doorsnede van de bodemplaat waar de boring voor de toevoerleiding op te zien is.



Figuur 60: Doorsnede bodemisolatie

Legende:

1. boring toevoerleiding argon
2. boring excitator

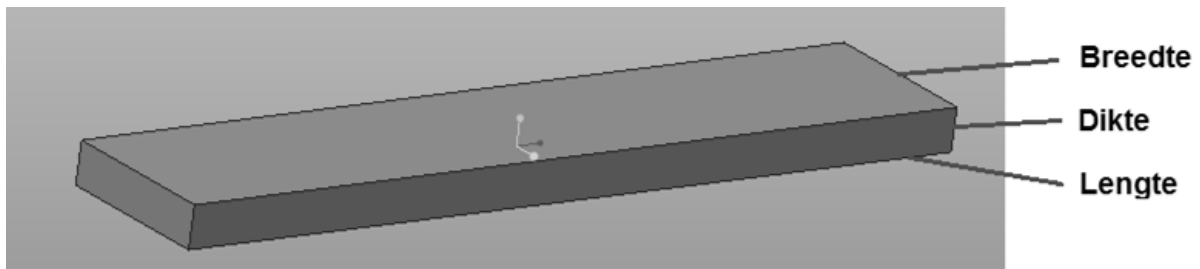
8.3 ONTWERP OPSTELLING

De bestaande opstelling kan niet hergebruikt worden omdat ze niet past in de keramische afscherming die over de opstelling komt te staan. De afmetingen van de opstelling moeten aangepast worden aan de maten van de afscherming zodat de opstelling erin past. Tevens moet er rekening gehouden worden met de plaats die er overblijft voor het testmonster want hiervoor zijn bepaalde minimale afmetingen vastgelegd. De vorm van de opstelling en manier van ophangen van het testmonster zijn al voorgesteld in de conceptfase en zijn gebaseerd op de bestaande opstelling die IMCE reeds gebruikt.

De minimale afmetingen van het testmonster zijn:

- lengte $\geq 40\text{mm}$,
- dikte $\leq \text{lengte} / 20$,
- breedte ≥ 3 maal dikte ; breedte $\leq \text{lengte} / 2$.

Figuur 61 visualiseert dit.

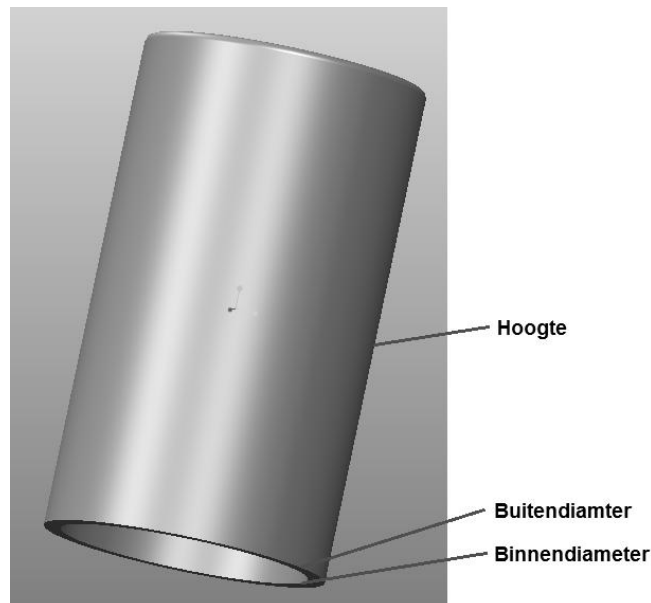


Figuur 61: Afmetingen testmonster

De afmetingen van de keramische afscherming zijn:

- binnendiameter = 110mm,
- buitendiameter = 125mm,
- hoogte = 220mm.

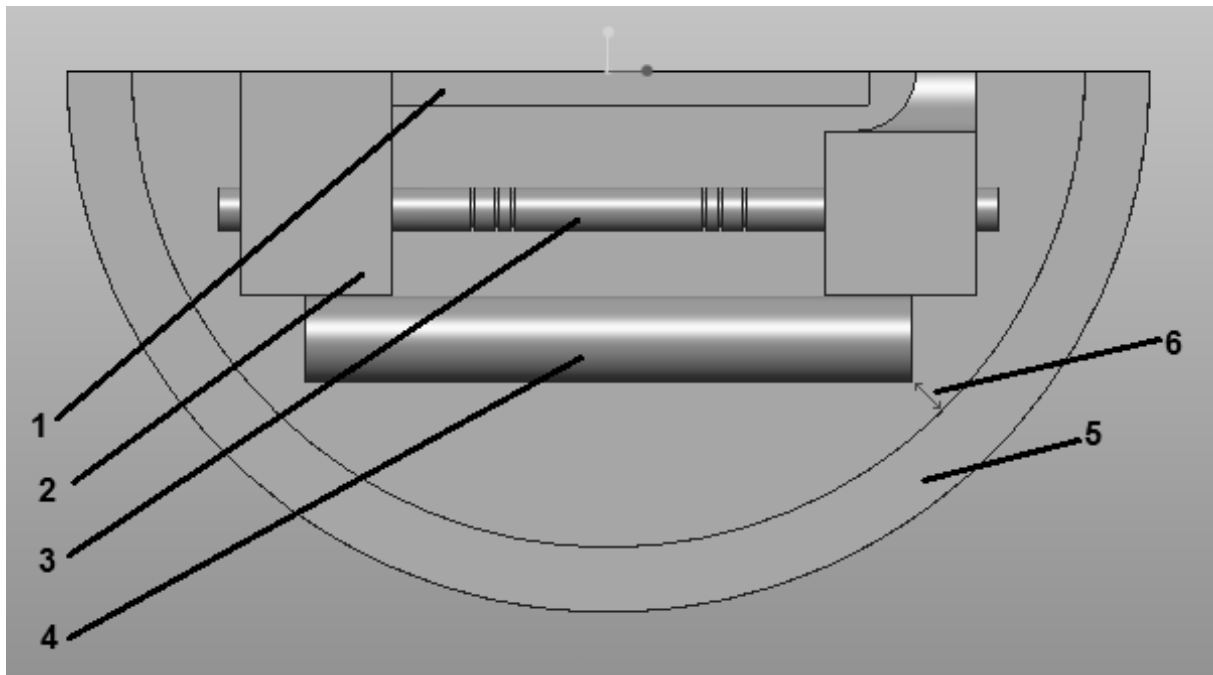
Figuur 62 weergeeft de keramische afscherming.



Figuur 62: Afmetingen keramische afscherming

Met het tekenpakket ProEngineer Creo is gekeken welke de maximale afmetingen voor de opstelling kunnen zijn. Deze mag op geen enkele plaats de binnenkant van de afscherming raken. Toch moet de opstelling groot genoeg zijn om het testmonster te kunnen dragen en moet er ruimte zijn om door de bodemplaat het testmonster te exciteren, de trilling op te nemen, de temperatuur te meten en argon in de afscherming te blazen. Omdat de metingen ook op hoge temperatuur uitgevoerd worden moet er rekening gehouden worden met de thermische uitzettingscoëfficiënt van de verschillende onderdelen.

In figuur 63 is het onderaanzicht van de opstelling in de keramische afscherming te zien. Hierop zijn de verschillende onderdelen aangeduid alsook de kleinste afstand tussen de opstelling en de afscherming. Op figuur 63 is te zien dat de opstelling met de gegeven maten in de afscherming past en nergens de afscherming raakt.



Figuur 63: Onderaanzicht van de opstelling in de afscherming

Legende:

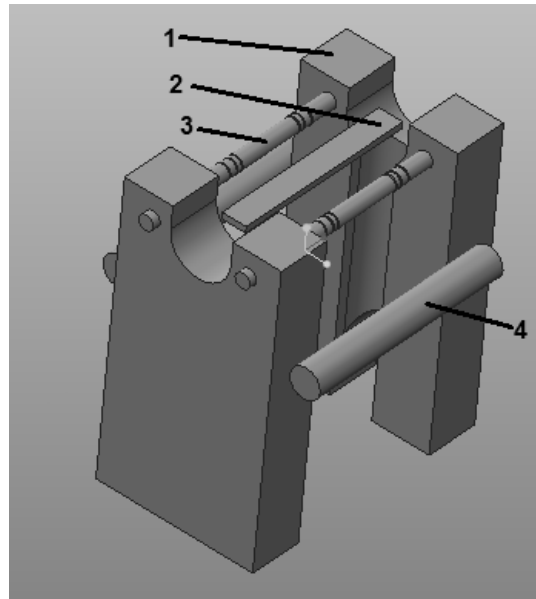
1. het testmonster
2. de zijplaat
3. de verbindingstaaf
4. de spanstaaf
5. de keramische afscherming
6. de kleinste afstand tussen de afscherming en de opstelling (=4,8mm)

8.3.1 UITZETTING VAN DE OPSTELLING

Het aluminiumoxide isolatiemateriaal waaruit de opstelling vervaardigd is, heeft bij 1500°C een lineaire thermische uitzettingscoëfficiënt van 0.0% [96]. Dit betekent dus dat de maten van de opstelling niet veranderen ten opzichte van de maten bij kamertemperatuur.

8.3.2 AFMETINGEN VAN DE OPSTELLING

De afmetingen van de opstelling zijn zo gekozen dat de opstelling zo groot mogelijk is en dat er nog genoeg ruimte tussen de keramische afscherming en de opstelling is. Op basis van de berekeningen van de thermische expansie van de gebruikte materialen zijn er geen problemen om de opstelling in de afscherming te plaatsen. Enkel de afscherming gaat uitzetten onder invloed van de temperatuur wat betekent dat de opstelling niet speciaal kleiner gekozen moet worden. De opstelling wordt weergegeven in figuur 64.



Figuur 64: oplegging testmonster

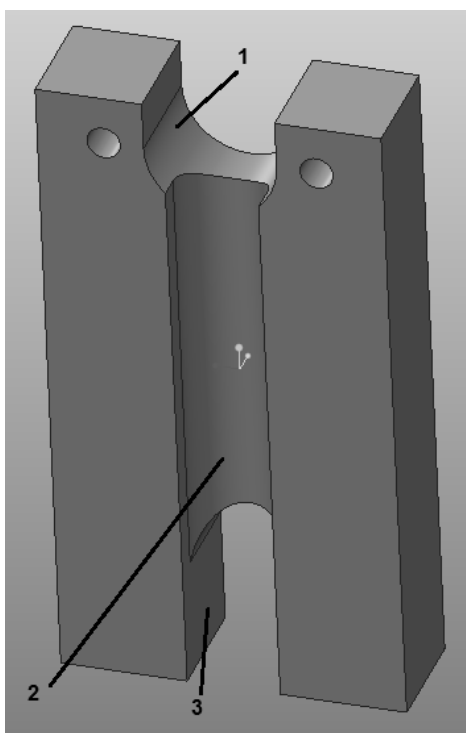
Legende:

1. Zijplaat opstelling
2. Testmonster
3. Verbindingsstaaf
4. Spanstaaf

De buitenste afmetingen van de opstelling op de positie waar ze het grootst zijn:

- lengte = 90mm,
- breedte = 72mm,
- hoogte= 97,5mm.

In beide zijplaten is aan de bovenkant een uitsparring gemaakt. Dit is gedaan omdat de lengte van het testmonster beperkt werd door de afstand van 50mm tussen de twee zijplaten. Op deze manier kan gemakkelijk een langer testmonster geplaatst worden. In 1 zijplaat is aan de onderkant een uitsparring gemaakt voor de geleidingsbuis van de microfoon indien deze onder een hoek geplaatst wordt en de trilling opneemt onder het midden van het testmonster. Er is ook een verticale half-cirkelvormige uitsparring voorzien aan de binnenkant van deze plaat voor de geleidingsbuis van de microfoon als deze recht wordt geplaatst en de trilling opneemt onder het uiteinde van het testmonster. Figuur 65 verduidelijkt dit.

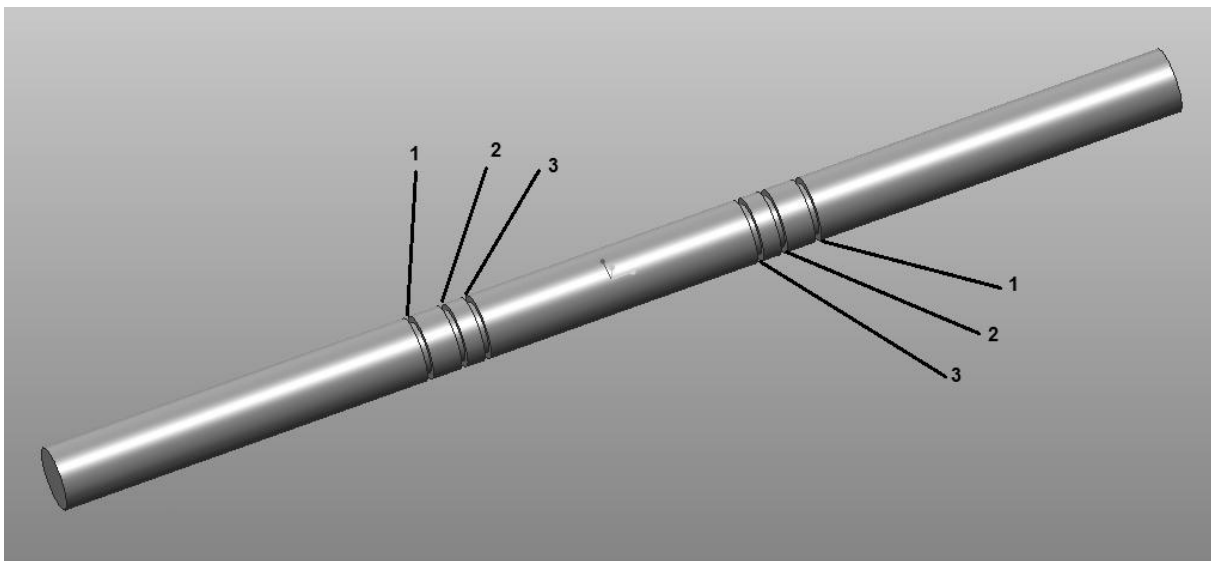


Figuur 65: Bewerkte zijplaat van de meetopstelling

Legende:

1. Uitsparring om een langer testmonster te kunnen plaatsen
2. Uitsparring om de microfoon recht te kunnen plaatsen
3. Uitsparring om de microfoon schuin te kunnen plaatsen

De verbindingsstaaf die de twee zijplaten verbindt, die te zien is in figuur 66, is voorzien van een aantal groeven. Deze groeven dienen om het testmonster eenvoudiger te kunnen vastmaken. Het midden van het testmonster moet enkel gelijk liggen met het midden van de staaf om de posities van de ophangingsdraden te bepalen. Het testmonster wordt bevestigd door er twee draden omheen te doen. De uiteinden van deze twee draden worden bevestigd aan de spanstaven zodat de draden altijd gespannen staan. De draden moeten in de groeven liggen in de verbindingsstaven. Deze groeven staan op welbepaalde afstanden zodat de groeven die het kortst bij elkaar staan dienen voor een testmonster van 40mm, de groeven in het midden voor een testmonster van 50mm en de buitenste groeven voor een testmonster van 60mm. De draden worden altijd op een bepaalde afstand van het uiteinde van het testmonster geplaatst. Deze afstand is 22,4% van de lengte van het testmonster.



Figuur 66: Verbindingsstaaf met ringen voor ophanging

Legende:

1. groeven voor een testmonster van 60mm – afstand tussen de groeven = 33,12mm
2. groeven voor een testmonster van 50mm – afstand tussen de groeven = 27,60mm
3. groeven voor een testmonster van 40mm – afstand tussen de groeven = 22,08mm

8.3.3 AFMETINGEN MONSTER

Uiteindelijk zijn de maximale afmetingen van het monster afhankelijk van de positie waar de trilling opgenomen wordt. Indien er met de microfoon recht onder het uiteinde van het monster gemeten wordt, is de maximale lengte van het monster 60mm. Indien er met de microfoon onder een hoek gemeten wordt en de trilling dus in het midden van het monster opgenomen wordt kan er een langer monster gebruikt worden. De maximale lengte van het monster is dan 100mm. Een langer monster zou de binnenkant van de afscherming raken.

9 BESLUIT

In opdracht van IMCE werd de HTVP1600 aangepast, zodat deze geschikt is om de elastische eigenschappen van halfgeleiders te meten van kamertemperatuur tot de smeltemperatuur. Uit de literatuurstudie en het conceptueel ontwerp bleek dit een betere oplossing dan een nieuwe oven te ontwerpen. Er is een thermische analyse gedaan om uit te zoeken wat de optimale positie is om het testmonster te plaatsen, zodat dit testmonster zich in een homogene temperatuurzone bevindt.

Door een keramische afscherming te voorzien voor het testmonster is de aangepaste oven geschikt om halfgeleidermaterialen in te meten. Deze afscherming schermt het testmonster af van mogelijk reactieve of vervuilende stoffen in de proceskamer. De bodemplaat is daarvoor aangepast, zodat alle meetinstrumenten het testmonster langs de bodemplaat bereiken.

Wanneer de oven eenmaal gebouwd is, is het mogelijk om het ontwerp te perfectioneren. Of het gebruik van koolstofdraden als oplegging voor te veel contaminatie zorgt, kan dan ook getest worden. Alternatieve materialen als ophanging zijn beschreven in deze scriptie.

BIBLIOGRAFIE

- [1] O. V. d. B. J. V. Akhilesh K. Swarnakar, "Determination of the Si Young's modulus between room and melt temperature using the impulse excitation technique," *Phys. Status Solidi C*, vol. 1, no. 11, pp. 150-155, 2014.
- [2] "Silicon: reactions of elements," WebElements, [Online]. Available: <https://www.webelements.com/silicon/chemistry.html>. [Accessed 15 Mei 2015].
- [3] T. E. o. E. Britannica, "Silicon (Si)," Encyclopaedia Britannica Inc., 5 Februari 2015. [Online]. Available: <http://www.britannica.com/EBchecked/topic/544301/silicon-Si/278869/Uses>. [Accessed 3 Maart 2015].
- [4] R. Vandeberg, "Elektronics Guide," 2005. [Online]. Available: <http://members.home.nl/robinvandenbergh/electro/halfgeleider.html>. [Accessed 22 12 2014].
- [5] T. E. o. E. Britannica, "Electric Current," Encyclopaedia Britannica Inc., 9 September 2014. [Online]. Available: <http://www.britannica.com/EBchecked/topic/182467/electric-current>. [Accessed 3 Maart 2015].
- [6] T. E. o. E. Britannica, "Diffusion," Encyclopaedia Britannica Inc., [Online]. Available: <http://www.britannica.com/EBchecked/topic/163068/diffusion>. [Accessed 3 Maart 2015].
- [7] "Electrical 4U: Online Electrical Engineering Study Side," [Online]. Available: <http://electrical4u.com/diode-working-principle-and-types-of-diode/>. [Accessed 23 12 2012].
- [8] M. C. Peter YU, *Fundamentals of Semiconductors: Physics and Materials Properties*, Springer Science & Business Media, 2010.
- [9] "The Solar Spark," [Online]. Available: <http://www.thesolarspark.co.uk/the-science/solar-power/excitonic-solar-cells/dye-sensitised-cells/>. [Accessed 23 December 2014].
- [1 R. Hull, *Properties of Crystalline Silicon*, Onbekend: IET, 1999.
0]
- [1 T. O. K. Byrappa, *Crystal Growth Technology*, onbekend: Springer Science & Business Media,
1] 2003.
- [1 Onbekend, "Czochralski Cristal Growth Method," h2g2 The Hitchhiker's Guide to the Galaxy:
2] Earth Edition, 30 Januari 2003. [Online]. Available: http://h2g2.com/edited_entry/A912151. [Accessed 3 Maart 2015].
- [1 E. D. W. v. A. R. A. B. F. D. T. Sinno, "Defect Engineering of Czochralski single-crystal silicon,"
3] *Materials Science and Engineering*, vol. 28, pp. 149-198, 2000.

- [1 R. Falster, "Gettering in silicon: fundamentals and recent advances," *Semiconductor Fabtech*,
4] vol. 2001, no. 13, p. 14, 2001.
- [1 L. Bernstein, "Germanium geochemistry and mineralogy," *Geochemica et Cosmochimica Acta*,
5] vol. 11, no. 49, pp. 2409-2422, 1985.
- [1 A. V. Naumov, "World market of germanium and its prospects," *Russian Journal of Non-
6] Ferrous Metals*, vol. 7, no. 48, pp. 265-272, 2007.
- [1 T. E. o. E. Britannica, "Germanium (Ge)," Encyclopaedia Britannica Inc., 31 Maart 2014.
7] [Online]. Available: <http://www.britannica.com/EBchecked/topic/231124/germanium-Ge>.
[Accessed 3 Maart 2015].
- [1 K. B. V. P. M. D. Govindhan Dhanaraj, Springer Handboek of Crystal Growth, Onbekend:
8] Springer Science & Business Media, 2010.
- [1 J. S. Blakemore, "Chapter 1: Multitopic Reviews," in *Gallium Arsenide*, Oregon, Springer
9] Science and Business Media, 1961, pp. 3-61.
- [2 *CHEMICALS LISTED EFFECTIVE AUGUST 1, 2008 AS KNOWN TO THE STATE OF CALIFORNIA
0] TO CAUSE CANCER OR REPRODUCTIVE TOXICITY: GALLIUM ARSENIDE,
HEXAFLUOROACETONE, NITROUS OXIDE AND VINYL CYCLOHEXENE DIOXIDE*, California:
Environmental Health Hazard Assessment, 2008.
- [2 G. L. M. H. R. W. K. C. W. Wang, "First principle study of GaAs(001)- $\beta_2(2 \times 4)$ surface
1] oxidation and passivation with H, Cl, F and GaO," *Journal of Applied Physics*, vol. 2010, no.
107, p. 10, 2010.
- [2 "www.logitech.uk.com," Logitech, [Online]. Available:
2] <http://www.logitech.com/applications/gallium-arsenide.aspx>. [Accessed 20 September
2014].
- [2 A. C. L. M. S. K. Y. Dora, "High Breakdown Voltage Achieved on AlGaN/GaN HEMTs With
3] Integrated Slant Field Plates," *Electron Device Letters*, vol. 9, no. 27, pp. 713-715, 2006.
- [2 C. Mion, *INVESTIGATION OF THE THERMAL PROPERTIES OF GALLIUM NITRIDE USING THE
4] THREE OMEGA TECHNIQUE*, North Carolina: Graduate Faculty of North Carolina State
University, 2005.
- [2 Onbekend, "Gallium Nitride (GaN) versus Silicon Carbide (SiC) in The High Frequency (RF)
5] and Power Switching Applications," [Online]. Available:
http://www.digikey.com/Web%20Export/Supplier%20Content/Microsemi_278/PDF/Microsemi_GalliumNitride_VS_SiliconCarbide.pdf?redirected=1. [Accessed 24 septemer 2014].
- [2 E. M. M. B. Dirk Ehrentraut, Technology of Gallium Nitride Crystal Growth, New York:
6] Springer Series in Materials Science, 2010.
- [2 Onbekend, "Indium Phosphide (InP) Semiconductors," AZO Materials, 11 Juni 2013. [Online].

- 7] Available: <http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=8364>. [Accessed 3 Maart 2015].
- [2 Onbekend, *Indiumphospide*, Onbekend: IARC Monographs Volume 86, Onbekend.
8]
- [2 P. U. J. M. T. David B. Hall, *Spin Coating of Thin and Ultrathin Polymer Film*, Evanston, Illinois:
9] Northwestern University, 1998.
- [3 A. V. Meier, "The Physics of Electricity - Resistive Heating," in *Electrical Power Systems: A
0] Conceptual Introduction*, Hoboken, New Jersey, John Wiley & Zonen, 2006, pp. 14-17.
- [3 M. A. R. Ibrahim Dincer, "Exergy Analysis of heat pump systems," in *EXERGY: Energy,
1] Environment and Sustainable Development*, Newnes, Elsevier, 2012, pp. 101-114.
- [3 A. International, "Theory of Heating by Induction," in *Practical Induction Heat Treating*, Ohio,
2] USA, ASM International, 2001, pp. 5-10.
- [3 G. M. C. Wilson, "Infrared heating comes of age," Maart-April 2014. [Online]. Available:
3] www.reinforcedplastics.com. [Accessed 15 Oktober 2014].
- [3 A. B. P.O. Logerais, "Modelling of an infrared halogen lamp in a rapid thermal system,"
4] *International Journal of Thermal Sciences*, no. 49, pp. 1437-1445, 2010.
- [3 S.-J. H. Pei-Chi Chang, "Simulation of infrared rapid surface heating for injection molding,"
5] *International Journal of Heat and Mass Transfer*, no. 49, p. 3846-3854, 2006.
- [3 M. A. B. Yunus A. Cengel, "Energy, Energy Transfer and General Energy Analysis," in
6] *Thermodynamics: an Engineering Approach*, New York, McGraw-Hill, 2011, p. 978.
- [3 B. B. J. V. J. V. H. O. V. d. B. G. Roebben, "The innovative impulse excitation technique for high-
7] temperature mechanical spectroscopy," *Journal of Alloys and Compounds*, no. 310, pp. 284-
287, 2000.
- [3 Onbekend, "Impulse excitation technique," IMCE, [Online]. Available:
8] <http://www.imce.eu/impulse-excitation-technique>. [Accessed 27 Februari 2014].
- [3 J. M. T. A. L. Stanford, "Reflection, Superposition and Standing Waves," in *Physics for Students
9] of Science and Engineering*, Onbekend, Academic Press, 2014, p. 561.
- [4 O. V. d. B. J. V. Akhilesh K. Swarnakar, "Determination of the Si Young's modulus between
0] room and melt temperature using impulse excitation technique," *Physica Status Solidi*, vol. 1,
no. 11, pp. 150-155, 2013.
- [4 R. M. J. D. Lord, "Measurement Good Practice Guide No. 98: Elastic Modulus Measurement,"
1] National Physics Laboratory, Teddington, Middlesex, 2006.
- [4 T. E. o. E. Brittanica, "Damping," Encyclopaedia Britannica Inc., 1 Juni 2006. [Online].
2] Available: <http://www.britannica.com/EBchecked/topic/150616/damping>. [Accessed 27

Februari 2015].

- [4 G. gmbh, "Gero high temperature furnaces - vacuum furnaces," Gero gmbh, / / 1982.
3] [Online]. Available: <http://www.gero-gmbh.de/>. [Accessed 23 September 2014].
- [4 H. Reetz, "HTM Reetz GmbH high temperature furnaces," HTM Reetz GmbH, / / 1992.
4] [Online]. Available: <http://www.htm-reetz.de/en/>. [Accessed 24 September 2014].
- [4 T. D. Vakgroep bouwfysica, Bouwfysica, Delft: DUM, 1990.
5]
- [4 J. Fortuin, Polytechnisch zakboek, Doetinchem: Reeds business information, 2004.
6]
- [4 MADE, "Wikipedia," / , 5 April 2005. [Online]. Available:
7] http://nl.wikipedia.org/w/index.php?title=Thermische_geleidbaarheid&offset=20070112110732&limit=500&action=history. [Accessed 12 November 2014].
- [4 PLANSEE, "PLANSEE - Strong metals make strong products," / , / / . [Online]. Available:
8] <http://www.plansee.com/en/Materials-Tungsten-403.htm>. [Accessed 14 November 2014].
- [4 Mersen, "Mersen - expertise, our source of energy," 27 Maart 2012. [Online]. Available:
9] https://www.mersen.com/uploads/tx_mersen/3-CALCARB-rigid-carbon-thermal-insulation-mersen_04.pdf. [Accessed 24 September 2014].
- [5 T. Gray, "Periodic table of the elements," / , 18 oktober 2009. [Online]. Available:
0] www.periodictable.com. [Accessed 20 februari 2015].
- [5 "Photodiode Amplifier Circuits," Nuclear Power Training, [Online]. Available:
1] http://nuclearpowertraining.tpub.com/h1013v1/css/h1013v1_24.htm. [Accessed 18 Mei 2015].
- [5 I. Omega Engineering, The Temperature Handbook, onbekend: Omega, 1989.
2]
- [5 AST, "AST, Accurate Sensors Technology," 13 November 2011. [Online]. Available:
3] www accuratesensors.com/catalogues/finalhandbook.pdf. [Accessed 19 November 2014].
- [5 I. NV, "Manual RFDA professional," IMCE NV, Genk, 2014.
4]
- [5 B. e. Kjaer, "Bruël & Kjaer, Beyond measure," 4 juli 2002. [Online]. Available:
5] <http://www.bksv.com/>. [Accessed 21 februari 2015].
- [5 "Dynamische microfoon," Wikipedia, 7 Maart 2006. [Online]. Available:
6] http://nl.wikipedia.org/wiki/Dynamische_microfoon. [Accessed 19 November 2014].
- [5 Hobbema, "Kristalmicrofoon," wikipedia, 08 Mei 2013. [Online]. Available:

- [7] <http://nl.wikipedia.org/wiki/Kristalmicrofoon>. [Accessed 11 November 2014].
- [5] Laderaranch, "Laser Dopler Vibrometer," Wikipedia, 18 September 2008. [Online]. Available:
 [8] http://en.wikipedia.org/wiki/Laser_Doppler_vibrometer. [Accessed 19 November 2014].
- [5] P. GmbH, "Basic principles of vibrometry," Polytec, 1994. [Online]. Available:
 [9] <http://www.polytec.com/us/solutions/vibration-measurement/basic-principles-of-vibrometry/>. [Accessed 15 november 2014].
- [6] A. v. d. Sande, "Doppler effect," Megawetenschap, 5 Mei 2015. [Online]. Available:
 [0] http://www.megawetenschap.nl/doppler_effect.html. [Accessed 10 Mei 2015].
- [6] AIB-Vinçotte, "AREI: compacte uitgave," 2002. [Online]. Available: www.aib-vincotte.com/tecomas. [Accessed 16 April 2015].
- [6] P. Vleugels, "Impulse Excitation Technique: Study of Elastic and Damping Properties," 12
 [2] Augustus 2010. [Online]. Available:
<https://www.mtm.kuleuven.be/Onderzoek/Ceramics/IET>. [Accessed 18 Februari 2015].
- [6] V. M. N., "The Center of Excellence in Nanoelectronics (CEN)," [Online]. Available:
 [3] http://www.nano.iisc.ernet.in/Semiconductor%20clean%20room_%20intro.pdf. [Accessed 17 Februari 2015].
- [6] Kevin Nguyen, "Semi International Standards," 9 Juli 2012. [Online]. Available:
 [4] <http://www.semi.org/standards>. [Accessed 17 Februari 2015].
- [6] T. Henderson, "The Law of Reflection," The Physics Classroom, [Online]. Available:
 [5] <http://www.physicsclassroom.com/class/refln/Lesson-1/The-Law-of-Reflection>. [Accessed 7 januari 2015].
- [6] J. Wilson, "Reflective property of a parabola," The University of Georgia, [Online]. Available:
 [6] <http://jwilson.coe.uga.edu/EMAT6680Fa08/Wisdom/EMAT6690/Parabolanjw/reflectiveproperty.htm>. [Accessed 7 januari 2015].
- [6] K. K. Y. Wang, "heating rate dependence of melting silicon: An in situ x-ray topography
 [7] study," *Journal of Applied Physics*, vol. 5, no. 90, pp. 1-6, 2001.
- [6] Heraeus Noblelight, "Heraeus," [Online]. Available:
 [8] http://noblelight.net/resources/pdf_downloads/booklet/booklet.pdf. [Accessed 9 December 2014].
- [6] "What Is Induction Heating?," GH Induction Atmospheres, [Online]. Available:
 [9] http://www.gh-ia.com/induction_heating.html. [Accessed 29 April 2015].
- [7] T. E. o. E. Britannica, "Atmospheric Pressure," Encyclopaedia Britannica, 6 Augustus 2014.
 [0] [Online]. Available: <http://www.britannica.com/EBchecked/topic/41486/atmospheric-pressure>. [Accessed 24 April 2015].

- [7 Onbekend, "Vapor Pressure of the Chemical Elements," Power Stream, 6 April 2015.
1] [Online]. Available: <http://www.powerstream.com/vapor-pressure.htm>. [Accessed 21 April 2015].
- [7 K. H. C. F. M. J. E. B. S. Hegewald, "Investigation on the equilibrium vapour pressure over a
2] GaAs melt," *Crystal Research & Technology*, vol. 4, no. 29, pp. 549-554, 2006.
- [7 O. d. M. J. A.-H. R. M.-P. B. M. M. E.-E. M. L.-L. F. d. M. L. A. H. G. C.-P. G. Santana-Rodriguez,
3] "Close space vapor transport of gallium nitride in vacuum," *Materials Letters*, no. 96, pp. 34-37, 2013.
- [7 D. K. e.a., "Morphological and spatial control of InP growth using closed-space sublimation,"
4] *Journal of Applied Physics*, no. 112, pp. 123102.1 - 123102.6, 2012.
- [7 "Gaseous composition of dry air," EESC, [Online]. Available:
5] http://eesc.columbia.edu/courses/eesc/slides/climate/table_1.html. [Accessed 28 Mei 2015].
- [7 "MoSi2 heating elements," [Online]. Available: <http://kanthal.com/en/products/download-documentation/furnace-products-and-heating-systems/heating-elements/mosi2-heating-elements/>. [Accessed 30 September 2014].
- [7 M. G. N. C. Barry Carter, "Heating Elements," in *Ceramic Materials: Science and Engineering*,
7] Springer Science & Business Media, 2013, pp. 148-150.
- [7 AZoM.com, "Molybdenum (Mo) - Properties, Applications," AZO Materials, 29 Juli 2001.
8] [Online]. Available: <http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=616>. [Accessed 22 April 2015].
- [7 "Molybdenum properties," International Molybdenom Association, [Online]. Available:
9] <http://www.imoa.info/molybdenum/molybdenum-properties.php>. [Accessed 24 April 2015].
- [8 "Metals - Specific Heats," The Engineering Toolbox, [Online]. Available:
0] http://www.engineeringtoolbox.com/specific-heat-metals-d_152.html. [Accessed 24 April 2015].
- [8 "Tungsten Properties," International Tungsten Industry Association, 2011. [Online].
1] Available: <http://www.itia.info/tungsten-properties.html>. [Accessed 24 April 2015].
- [8 "Silicon Carbide (SiC) Properties and Applications," AZO Materials, 2015. [Online]. Available:
2] <http://www.azom.com/properties.aspx?ArticleID=42>. [Accessed 24 April 2015].
- [8 "Molybdenum Disilicide," AZO Materials, 2015. [Online]. Available:
3] <http://www.azom.com/properties.aspx?ArticleID=512>. [Accessed 24 April 2015].
- [8 "Graphite (C) - Classifications, Properties and Applications of Graphit," AZO Materials, 2015.
[Online]. Available: <http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=1630>. [Accessed 24 April 2015].

- 4] 2015].
- [8 "Packaged heating Elements for Furnaces - Molybdenum, Tungsten, Tantalum and Precious
5] Metals," AZO Materials, 2015. [Online]. Available:
http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=5775. [Accessed 24 April 2015].
- [8 "Molybdenum. The all-rounder among the specialists," Plansee, [Online]. Available:
6] http://www.plansee.com/en/Materials-Molybdenum-402.htm. [Accessed 24 September
2014].
- [8 "Molybdenum," Metal Technology Inc., [Online]. Available:
7] http://www.mtialbany.com/metals/molybdenum/. [Accessed 28 Mei 2015].
- [8 "Keeping cool when things get hot: Tungsten," Plansee, [Online]. Available:
8] http://www.plansee.com/en/Materials-Tungsten-403.htm. [Accessed 24 September 2014].
- [8 G. M. M. L. G. S. a. S. Y. S. S. V. Plyushcheva, "Tungsten Thin-Film Deposition on a Silicon
9] Wafer: The Formation of Silicides at W-Si Interface," Institute of Technological Problems of
Microelectronics and High Purity Materials, Russian Academy of Sciences, Chernogolovka,
Moskou, 2007.
- [9 T. C. J. M. L. K. Pelissier, "Silicon Carbide Heating Elements," *Ceramics International*, no. 24,
0] pp. 371-377, 1998.
- [9 E. S. B. H. H. Houyem Abderrazak, "Silicon Carbide: Synthesis and Properties," in *Properties
1] and Applications of Silicon Carbide*, InTech, 2011, pp. 361-388.
- [9 J. L. Rhoads, "Basic Explanation of Creep Processes," Department of Nuclear Engineering,
2] University of California, Berkeley.
- [9 J. L. M. P. A. G. O. M. S. Chandrasekharaiah, "The Disilicides of Tungsten, Molybdenum,
3] Tantalum, Titanium, Cobalt, and Nickel, and Platinum Monosilicide: A Survey of Their
Thermodynamic Properties," HARC Material Science Research Center, Chemical Kinetics and
Thermodynamics Division, 1992.
- [9 M. M. C. L. C. C. S. D. Hanaor, "The effects of firing conditions on the properties of
4] electrophoretically deposited titanium dioxide films on graphite substrates," *Journal of the
European Ceramic Society*, vol. 15, no. 31, pp. 2877-2885, 2011.
- [9 S. H. R. a. J. F. S. David J. Duval, "Mullite," in *Ceramic and glass materials*, New York, Springer,
5] 2008, p. 202.
- [9 M. SCHUPP, "M.E.SCHUPP High Temperature Technology," 15 januari 2014. [Online].
6] Available: http://www.schupp-ceramics.com/en/thermal-insulation/ultraboard-
ultravac.html. [Accessed 15 november 2014].
- [9 B. Ertug, "Powder Preparation, Properties and Industrial Applications of Hexagonal Boron

- 7] Nitride," in *Sintering Applications*, Istanbul, Intech, pp. 33-55.
- [9 D. S. Rudolph, "Boron Nitride Minerals Review 2000," a-m high temperature coatings,
8] [Online]. Available: <http://www.a-m.de/deu/literatur/cb0600.html>. [Accessed 16 Mei 2015].
- [9 "Aluminium Oxide, Al₂O₃ Ceramic Properties," Accuratus, [Online]. Available:
9] <http://accuratus.com/alumox.html>. [Accessed 16 Mei 2015].
- [1 Y. Benter, "Chemical elements," /, / / 1996. [Online]. [Accessed 12 december 2014].
00
]
- [1 Goodfellow, "Goodfellow catalogue," Goodfellow, / / 1946. [Online]. [Accessed 12 december
01 2014].
]
- [1 O. inc, "Ortech advanced ceramics," Ortech, / / 2011. [Online]. [Accessed 12 december
02 2014].
]
- [1 "Metals - Melting Temperatures," The Engineering Toolbox, [Online]. Available:
03 http://www.engineeringtoolbox.com/melting-temperature-metals-d_860.html. [Accessed
] 29 Mei 2015].
- [1 T. E. S. S. D. Association, *Stainless Steel: Tables of Technical Properties*, Brussels: Euro Inox.
04
]
- [1 "Thermal Conductivity of some common Materials and Gases," The Engineering Toolbox,
05 [Online]. Available: http://www.engineeringtoolbox.com/thermal-conductivity-d_429.html.
] [Accessed 29 Mei 2015].
- [1 A. J. C. Wilson, "The thermal expansion of aluminium from 0° to 650°C," *Proceedings of the*
06 *Physical Society*, vol. 3, no. 53, 1940.
]
- [1 "Tensile Modulus - Modulus of Elasticity or Young's Modulus - for some common Materials,"
07 The Engineering Toolbox, [Online]. Available: http://www.engineeringtoolbox.com/young-modulus-d_417.html. [Accessed 29 Mei 2015].
]
- [1 "Argon - Ar," Lentech, [Online]. Available:
08 <http://www.lenntech.com/periodic/elements/ar.htm>. [Accessed 15 Mei 2015].
]
- [1 MERSEN, "High Temperature Thermal Insulation," [Online]. Available:
09 <https://www.mersen.com/en/products/advanced-materials-and-solutions-for-high->

-] [temperature/high-temperature-thermal-insulation.html](http://www.engineeringtoolbox.com/temperature-high-temperature-thermal-insulation.html). [Accessed 31 Maart 2015].
- [1 "The Individual Gas Constant - R," The Engineering Toolbox, [Online]. Available:
10 http://www.engineeringtoolbox.com/individual-universal-gas-constant-d_588.html.
] [Accessed 5 Mei 2015].
- [1 "Industrial Engineering," Minkon Fortafix, [Online]. Available:
11 <http://www.fortafix.com/industrial-engineering.html>. [Accessed 10 Januari 2015].
]
- [1 "Metal Seal Design Guide," [Online]. Available:
12 <http://www.parker.com/literature/Seal%20Group/CSS%205129.pdf>. [Accessed 11
] Februari 2015].
- [1 M. McGinnis, "Selecting heating Elements for Electrically Heated Furnaces & Kilns," [Online].
13 Available:
] http://www.keithcompany.com/documents/WhitePapers_Electric_Heating_Elements.pdf.
[Accessed 25 Februari 2015].
- [1 M. A. B. Y. A. Cengel, "Energy, Energy transfer and General Energy Analysis," in
14 *Thermodynamics: an Engineering Approach*, New York, McGraw-Hill, 2011, pp. 52-109.
]
- [1 N. B. Vargaftik, "Thermal Conductivity of monoatomic substances," in *Handbook of Thermal*
15 *Conductivity of Liquids and Gasses*, Florida, CRC Press, 1993, pp. 16-34.
]
- [1 "UltraBoard® & UltraVac®: Industrial and laboratory furnaces perfectly thermally
16 insulated," [Online]. Available: [http://www.schupp-ceramics.com/en/thermal-](http://www.schupp-ceramics.com/en/thermal-insulation/ultraboard-ultravac.html)
] [insulation/ultraboard-ultravac.html](http://www.schupp-ceramics.com/en/thermal-insulation/ultraboard-ultravac.html). [Accessed 11 Mei 2015].
- [1 "Morgan Advanced Ceramics - Catalogues," [Online]. Available:
17 <http://www.haldenwanger.com/resources/catalogues/>. [Accessed 1 April 2015].
]
- [1 "Expansion," How Stuff Works, 18 Augustus 2009. [Online]. Available:
18 <http://science.howstuffworks.com/dictionary/physics-terms/expansion-info.htm>.
] [Accessed 28 April 2015].
- [1 "Alumina - Aluminium Oxide - Al₂O₃ - A Refractory Ceramic Oxide," AZO Materials, [Online].
19 Available: <http://www.azom.com/properties.aspx?ArticleID=52>. [Accessed 2 Mei 2015].
]
- [1 "Silica - Silicon Dioxide (SiO₂)," AZO Materials, [Online]. Available:
20 <http://www.azom.com/properties.aspx?ArticleID=1114>. [Accessed 7 Mei 2015].
]
- [1 "FEM Convergence Requirements," [Online]. Available:

21 <http://www.colorado.edu/engineering/CAS/courses.d/IFEM.d/IFEM.Ch19.d/IFEM.Ch19.pdf>
] f. [Accessed 18 Mei 2015].

[1 R. Toogood, "Finite Element Analysis with Creo Simulate," in *Creo Simulate Tutorial - Releases*
22 *1.0 & 2.0*, Canada, ProCAD Books, 2012, pp. 2.17 - 2.19.
]

[1 W. Haldenwanger, "MTC Haldenwanger - Morgan Technical Ceramics," 18 April 2006.
23 [Online]. Available: <http://www.haldenwanger.com/resources/catalogues/>. [Accessed 23
] Februari 2015].

[1 T. t. s. corporation, "Thermosensors," [Online]. Available: www.thermosensors.com.
24 [Accessed Oktober 2014].
]

[1 E. P. Degarmo, *Materials and Processes in Manufacturing*, no. 5, 1979.
25
]

[1 K. K. Yuren Wang, "Heating rate dependence of melting silicon: An in situ x-ray topography
26 study," *Journal of Applied Physics*, vol. 5, no. 90, pp. 1-6, 2001.
]

[1 "Product Finder," FORTAFIX - High Temperature Sealants and Adhesives. Fire Resistant
27 Sealants. Heat Resistant Cements, [Online]. Available: <http://fortafix.com/product-list.html>.
] [Accessed 10 Januari 2015].

[1 J. A. Bucaro, "High-temperature Brillouin scattering in fused quartz," *Journal of Applied*
28 *Physics*, vol. 12, no. 45, 1974.
]

[1 P. Davis, "Non-contact fiber optic vibrometer," *Proceedings of SPIE*, vol. 51, no. 3860, pp. 1-
29 10, 1999.
]

[1 R. E. Smallwood, "Use of Refractory Metals in Chemical Process Industries," in *Refractory*
30 *Metals and Their Industrial Applications: A Symposium*, Baltimore, ASTM International, 1984,
] p. 120.

[1 "Goodfellow," [Online]. Available: http://www.goodfellow.com/pdf/716_1111010.pdf.
31 [Accessed 16 Mei 2015].
]

[1 "Mersen," [Online]. Available: [https://www.mersen.com/en/products/advanced-materials-](https://www.mersen.com/en/products/advanced-materials-and-solutions-for-high-temperature/high-temperature-thermal-insulation.html)
32 [and-solutions-for-high-temperature/high-temperature-thermal-insulation.html](https://www.mersen.com/en/products/advanced-materials-and-solutions-for-high-temperature/high-temperature-thermal-insulation.html). [Accessed
] 24 Maart 2015].

[1 "The individual and Universal Gas Constant," The Engineering Toolbox, [Online]. Available:

- 33 http://www.engineeringtoolbox.com/individual-universal-gas-constant-d_588.html.
] [Accessed 31 Maart 2015].
- [1 R. Beardmore, "Heat Transfer," ROYMECH, 26 Januari 2013. [Online]. Available:
34 http://www.roymech.co.uk/Related/Thermos/Thermos_HeatTransfer.html. [Accessed 28
] April 2015].
- [1 H. J. M. H. B. A. Younglove, "The Viscosity and Thermal conductivity Coefficients of gaseous
35 and Liquid Argon," *J. Phys. Chem. Ref. Data.*, vol. 4, no. 15, pp. 1323-1337, 1986.
]
- [1 M. A. B. Yunus A. Cengel, "Energy, Energy Transfer and General Energy Analysis," in
36 *Thermodynamics: an Engineering Approach*, New York, McGraw-Hill, 2011, pp. 52-109.
]
- [1 "Expansion," How Stuff Works, 18 Augustus 2009. [Online]. Available:
37 <http://science.howstuffworks.com/dictionary/physics-terms/expansion-info.htm>.
] [Accessed 28 April 2015].
- [1 "Convective Heat Transfer," The Engineering Toolbox, [Online]. Available:
38 http://www.engineeringtoolbox.com/convective-heat-transfer-d_430.html. [Accessed 28
] April 2015].
- [1 Y. A. B. E. V. T. D. V. Grashchenkov, "Aluminum Oxide Ceramic Fibers and Materials Based on
39 Them," *Glass and Ceramics*, vol. 2012, no. 69, 2012.
]
- [1 B. Ertug, " Powder Preparation, Properties and Industrial Applications of Hexagonal Boron
40 Nitride," in *Sintering Applications*, Istanbul Technical University, Intech, 2013, p. 350.
]
- [1 Onbekend, "Understanding infrared heating," Heraeus, 2005-2011.
41
]
- [1 Onbekend, "Boron Nitride, BN Ceramic Properties," Accuratus, [Online]. Available:
42 <http://accuratus.com/boron.html>. [Accessed 7 januari 2014].
]
- [1 Onbekend, "Aluminium Oxide (Alumina) & Alumina Products," Marketch International Inc.,
43 [Online]. Available: <http://mkt-intl.com/materials/ceramic-materials/aluminum-oxide/>.
] [Accessed 7 januari 2015].
- [1 H. Noblelight, "Infrared Emitters for Industrial Processes," Onbekend, Onbekend, Onbekend.
44
]
- [1 A. B. P.O. Logerais, "Modelling of an Infrared Halogen Lamp in a Rapid Therma System,"

45 *International Journal of Thermal Sciences*, vol. Onbekend, no. 49, p. 9, 2010.

]

[1 M. A. B. Yunus A. Cengel, "Energy, Energy Transfer and General Energy Analysis," in

46 *Thermodynamics: an Engineering Approach*, New York, McGraw-Hill, 2011, p. 978.

]

[1 "I Squared R Element Co., Inc.," Onbekend Onbekend Onbekend. [Online]. Available:

47 <http://www.isquaredrelement.com/starbar-engineering-information.html>. [Accessed 2

] Februari 2015].

[1 "Calcarb Rigid Carbon Thermal Insulation," Onbekend Onbekend Onbekend. [Online].

48 Available: [https://www.mersen.com/en/landing-pages/1/mersen-usa/advanced-materials-](https://www.mersen.com/en/landing-pages/1/mersen-usa/advanced-materials-and-solutions-for-high-temperature/high-temperature-thermal-insulation.html)

] [and-solutions-for-high-temperature/high-temperature-thermal-insulation.html](https://www.mersen.com/en/landing-pages/1/mersen-usa/advanced-materials-and-solutions-for-high-temperature/high-temperature-thermal-insulation.html). [Accessed 24 September 2014].

[1 Onbekend, "Parker," Onbekend Onbekend Onbenend. [Online]. Available: www.parker.com.

49 [Accessed 11 Februari 2015].

]

[1 A. M. Helmenstine, "About Education," About, 12 Juni 2014. [Online]. Available:

50 <http://chemistry.about.com/od/chemistryglossary/g/Electroplating-Definition.htm>.

] [Accessed 18 Februari 2015].

[1 K. K. B. Gao, "Three-dimensional analysis of dislocation multiplication in single-crystal

51 silicon under accurate control of cooling history of temperature," *Journal of Crystal Growth*,

] vol. Onbekend, no. 396, pp. 7-13, 2014.

[1 Vijayaraghavan.M.N, "The Center of Excellence in Nanoelectronics (CEN)," Onbekend

52 Onbekend Onbekend. [Online]. Available:

] http://www.nano.iisc.ernet.in/Semiconductor%20clean%20room_%20intro.pdf. [Accessed 17 Februari 2015].

[1 E. S. B. H. H. P. R. G. (. Houyem Abdezzazak, "Silicon Carbide: Synthesis and Properties," in

53 *Properties and Applications of Silicon Carbide*, Rijeka, Croatia, InTech, 2011, pp. 361-388.

]

[1 P. Vleugels, "Impulse Excitation Technique: Study of Elastic and Damping Properties," 12

54 Augustus 2010. [Online]. Available:

] <https://www.mtm.kuleuven.be/Onderzoek/Ceramics/IET>. [Accessed 18 Februari 2015].

[1 N. B. Vargaftik, "Thermal conductivity of monoatomic substances," in *Handbook of Thermal*

55 *Conductivity of Liquids and Gases*, Florida, CRC Press, 1993, pp. 16-34.

]

[1 N. M. I. C. (NMIC), "Mechanical Insulation Design Guide - Design Data," Whole Building

56 Design Guide (WBDG), 22 September 2011. [Online]. Available:

-] http://www.wbdg.org/design/midg_data.php. [Accessed 24 Maart 2015].
- [1 G. Neuer, "Emmissivity measurements on graphite and composite materials in the visible
57 and onfrared spectral range," *Eurotherm Series*, vol. 27, pp. 359-364, 1992.
]
- [1 "Mersen," [Online]. Available: [https://www.mersen.com/en/products/advanced-materials-
58 and-solutions-for-high-temperature/high-temperature-thermal-insulation.html](https://www.mersen.com/en/products/advanced-materials-and-solutions-for-high-temperature/high-temperature-thermal-insulation.html). [Accessed
] 24 Maart 2015].
- [1 "The NIST Reference on Constans, Units, and Uncertainty," NIST, 2010. [Online]. Available:
59 <http://physics.nist.gov/cgi-bin/cuu/Value?sigma>. [Accessed 24 Maart 2015].
]
- [1 A. S. A. S. P. V. V. G. Okhotin, "Thermophysical Properties of Semiconductors," *Atom Publ.*
60 *House*, 1972.
]
- [1 N. B. Vargaftik, "Thermal conductivity of monoatomic substances," in *Handbook of Thermal*
61 *Conductivity of Liquids and Gases*, Florida, CRC Press, 1993, pp. 16-34.
]
- [1 "UltraBoard & UltraVac: Industrial and laboratory furnaces perfectly thermally insulated,"
62 [Online]. Available: [http://www.schupp-ceramics.com/en/thermal-insulation/ultraboard-
\] ultravac.html](http://www.schupp-ceramics.com/en/thermal-insulation/ultraboard-ultravac.html). [Accessed 5 Mei 2015].
- [1 T. E. S. S. D. Association, *Stainless Steel: Tables of Technical Properties*, Brussels: Euro Inox.
63
]
- [1 P. Z. S. Spakovszky, "Thermal Resistance Circuits," Massachusetts Institute of Technology,
64 [Online]. Available:
] <http://web.mit.edu/16.unified/www/FALL/thermodynamics/notes/node118.html>.
[Accessed 5 Mei 2015].
- [1 D. A. Verma, "Steady-state heat conduction through a variable area," NPTEL, [Online].
65 Available: <http://nptel.ac.in/courses/103103032/6>. [Accessed 6 Mei 2015].
]
- [1 F. Schmidh, "FL Schmidh pneumatic conveyors," 20 april 2009. [Online]. Available:
66 [http://catalog.conveyorspneumatic.com/Asset/FLS%20Specific%20Heat%20Capacities%2
\] 0of%20Gases.pdf](http://catalog.conveyorspneumatic.com/Asset/FLS%20Specific%20Heat%20Capacities%20of%20Gases.pdf). [Accessed 15 februari 2015].
- [1 TSC, "Thermo sensors corporation," TSC, / / 1972. [Online]. Available:
67 <http://www.thermosensors.com/>. [Accessed 11 Oktober 2014].
]
- [1 AST, "Accurate sensor technologies," / / 1994. [Online]. Available:

68 <http://www accuratesensors.com>. [Accessed 11 Oktober 2014].
]

[1 LME, "LME - London Metal Exchange," HKEx group, 1877. [Online]. [Accessed 11 februari
69 2015].
]

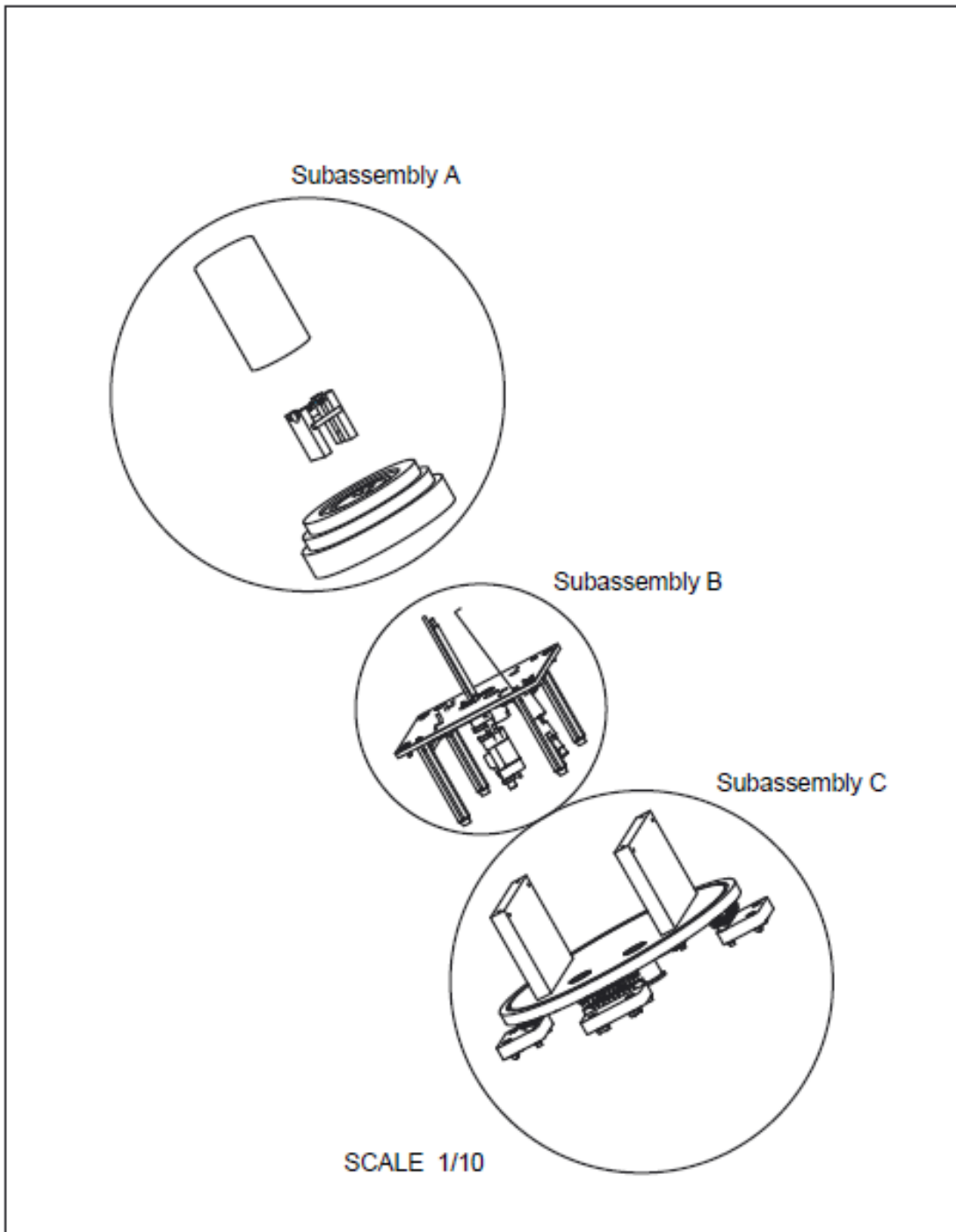
[1 Muschiol, "Morgan advanced materials," / / 1865. [Online]. Available:
70 <http://www.haldenwanger.com>. [Accessed 16 februari 2015].
]


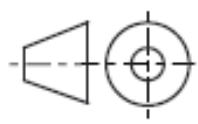
[1 T. Gray, "Periodic table of the elements," /, 18 Oktober 2009. [Online]. Available:
71 www.periodictable.com. [Accessed 20 Februari 2015].
]

BIJLAGEN

Bijlage A: Samenstelling compleet.....	126
Bijlage B: Subassembly A	127
Bijlage C: Subassembly B	128
Bijlage D: Subassembly C	129
Bijlage E: Subassembly D	130
Bijlage F: Zijplaat opstelling dicht.....	131
Bijlage G: Zijplaat opstelling met inkeping.....	132
Bijlage H: Spanstaaf opstelling	133
Bijlage I: Verbindingsstaaf opstelling	134
Bijlage J: Bodemisolatie	135
Bijlage K: Koelplaat	138
Bijlage L: plaat demping excitator.....	139
Bijlage M: bevestiging microfoon recht	140
Bijlage N: Bevestiging microfoon schuin.....	142
Bijlage O: Stuklijst.....	144

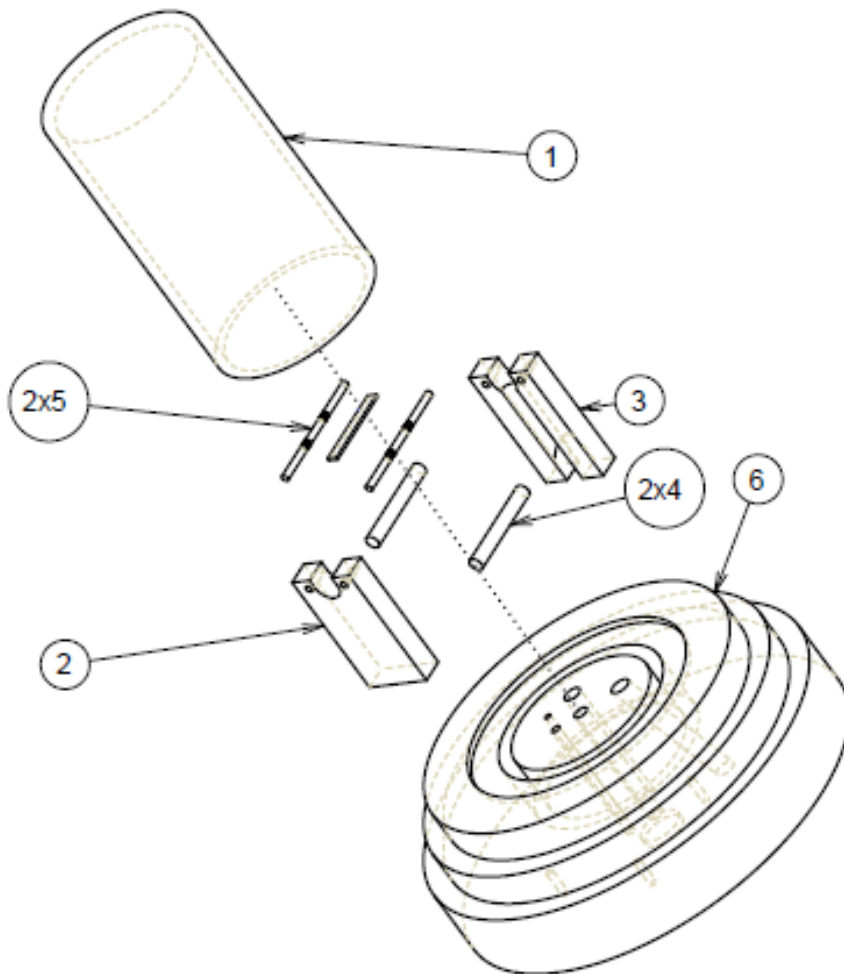
Bijlage A: Samenstelling compleet


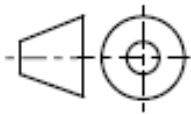


Materiaal:		Ruwmaten:	
Norm:		Behandeling:	
Benaming : BODEMPLAAT_COMPLEET		Tek.nr: 1	Aantal:
		Stukhr:	Mach.nr:
	Tekenaar:	Formaat: A4	Schaal: 1/1
	Groep:	Datum: 30/03/14	
			

Bijlage B: Subassembly A

Stuknummer	Aantal	Onderdeel
1	1	Keramische afscherming
2	1	Zijplaat dicht
3	1	Zijplaat inkepingen
4	2	Spanstaaf
5	2	Verbindingsstaaf
6	1	Bodemisolatie



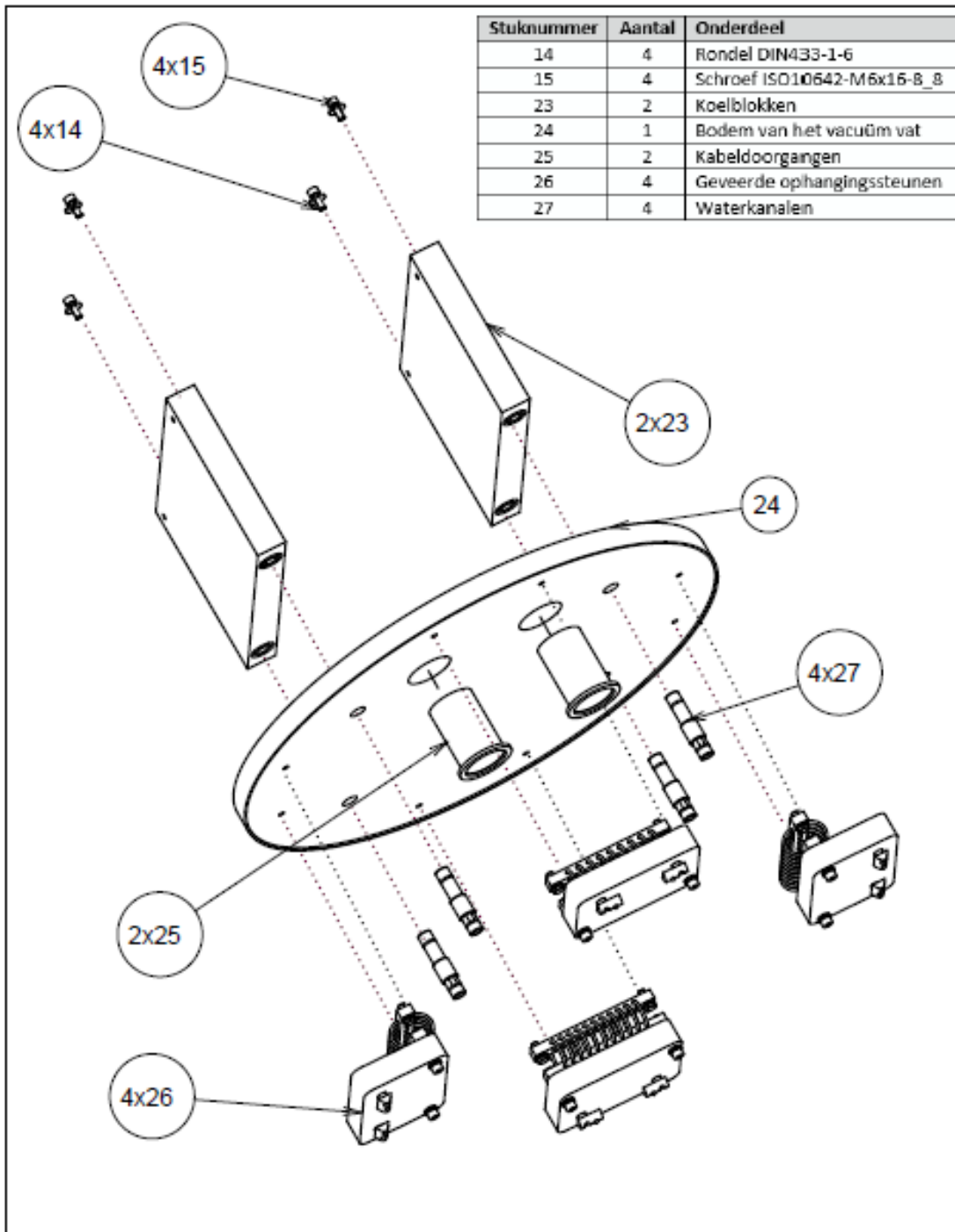
Materiaal:		Ruwmaten:	
Norm:		Behandeling:	
Benaming : ASSEMBLY_A		Tek.nr: 2	Aantal:
		Stuknr:	Sam.nr:
 www.khlim.be	Tekenaar:	Formaat: A4	Schaal: 1/4
	Groep:	Datum: 01/06/15	
			

Bijlage C: Subassembly B


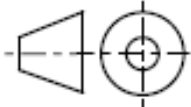
Stuknummer	Aantal	Onderdeel
7	1	Koepelplaat
8	1	Plaat demping exciator
9	4	Profiel 20x20x163
10	2	Profiel 70x20x220
11	4	Afdeekplaat
12	4	Rubberen voet
13	4	Schroef ISO 10642-M4x20-8-8
15	3	Schroef ISO10642-M6x16-8-8
16	4	Rondsel DIN433-1-4
17	4	Schroef ISO4762-M4x12-8-8
18	1	Moer DIN433-1-8
19	1	Microfoon
20	1	Excitator
21	1	Thermokoppel
22	1	Bevestiging microfoon recht
28	1	Bevestiging microfoon schuin
29	1	Fixatie bodem isolatie
30	4	

Materiaal:		Ruwmaten:	
Norm:		Behandeling:	
Benaming : Subassembly B		Tek.nr.:	11
Tekenaar:		Stuknr.:	
Formaat: A3		Schaal:	1/3
Groep:		Datum:	01/08/15
 universiteit Hasselt			

Bijlage D: Subassembly C



Stuknummer	Aantal	Onderdeel
14	4	Rondel DIN433-1-6
15	4	Schroef ISO10642-M6x16-8_8
23	2	Koelblokken
24	1	Bodem van het vacuüm vat
25	2	Kabeldoorgangen
26	4	Geveerde ophangingssteunen
27	4	Waterkanalen

Materiaal:		Ruwmaten:	
Norm:		Behandeling:	
Benaming : Subassembly_C		Tek.nr: 19	Aantal:
		Stuknr:	Sam.nr:
	Tekenaar:	Formaat: A4	Schaal: 1/5
	Groep:	Datum: 31/05/15	
			

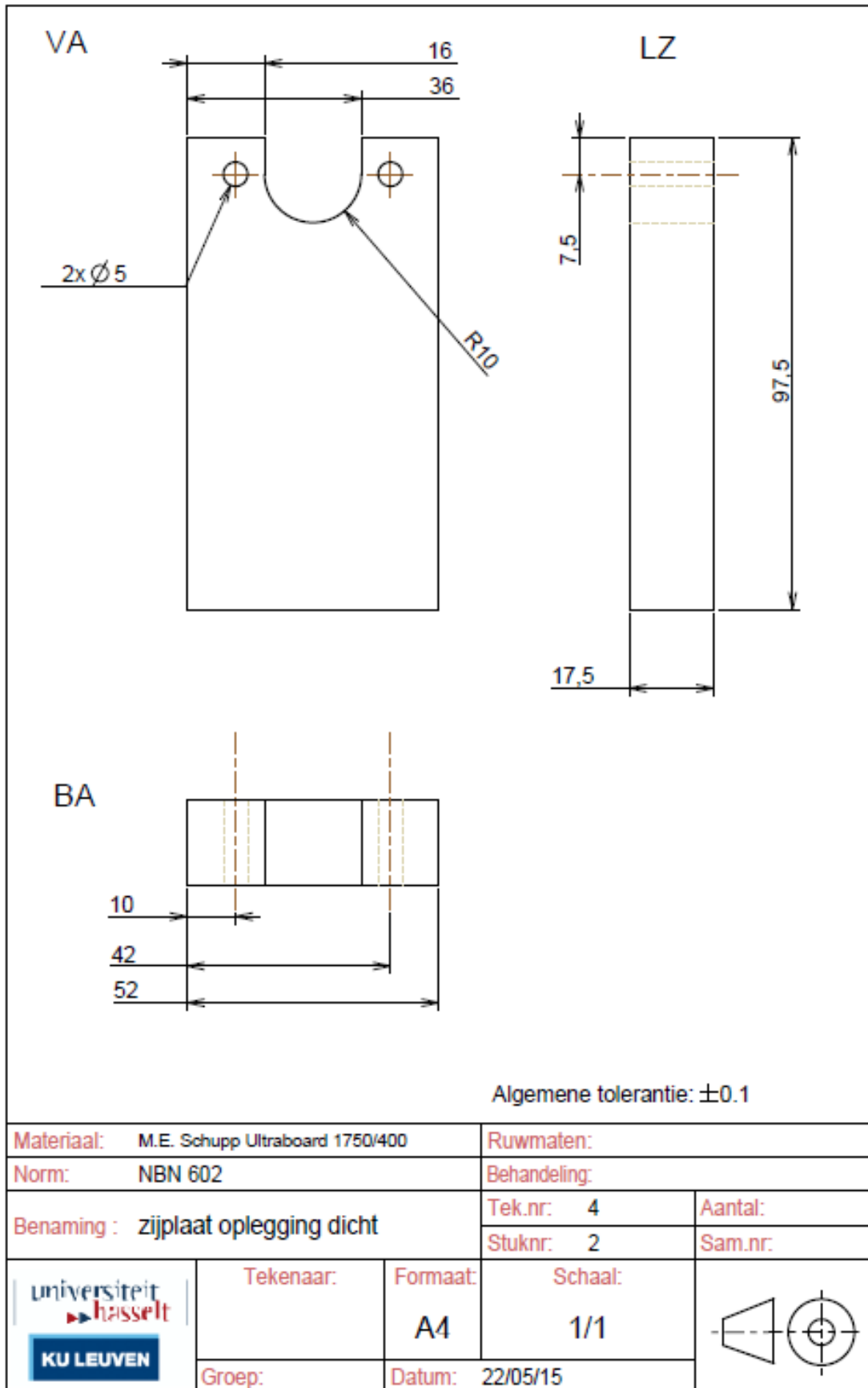
Bijlage E: Subassembly D

Exploded view diagram of Subassembly D. The diagram shows two side plates (2 and 3) connected by two span rods (4) and two connecting rods (5). The top span rod is labeled '2x5' and the bottom span rod is labeled '2x4'.

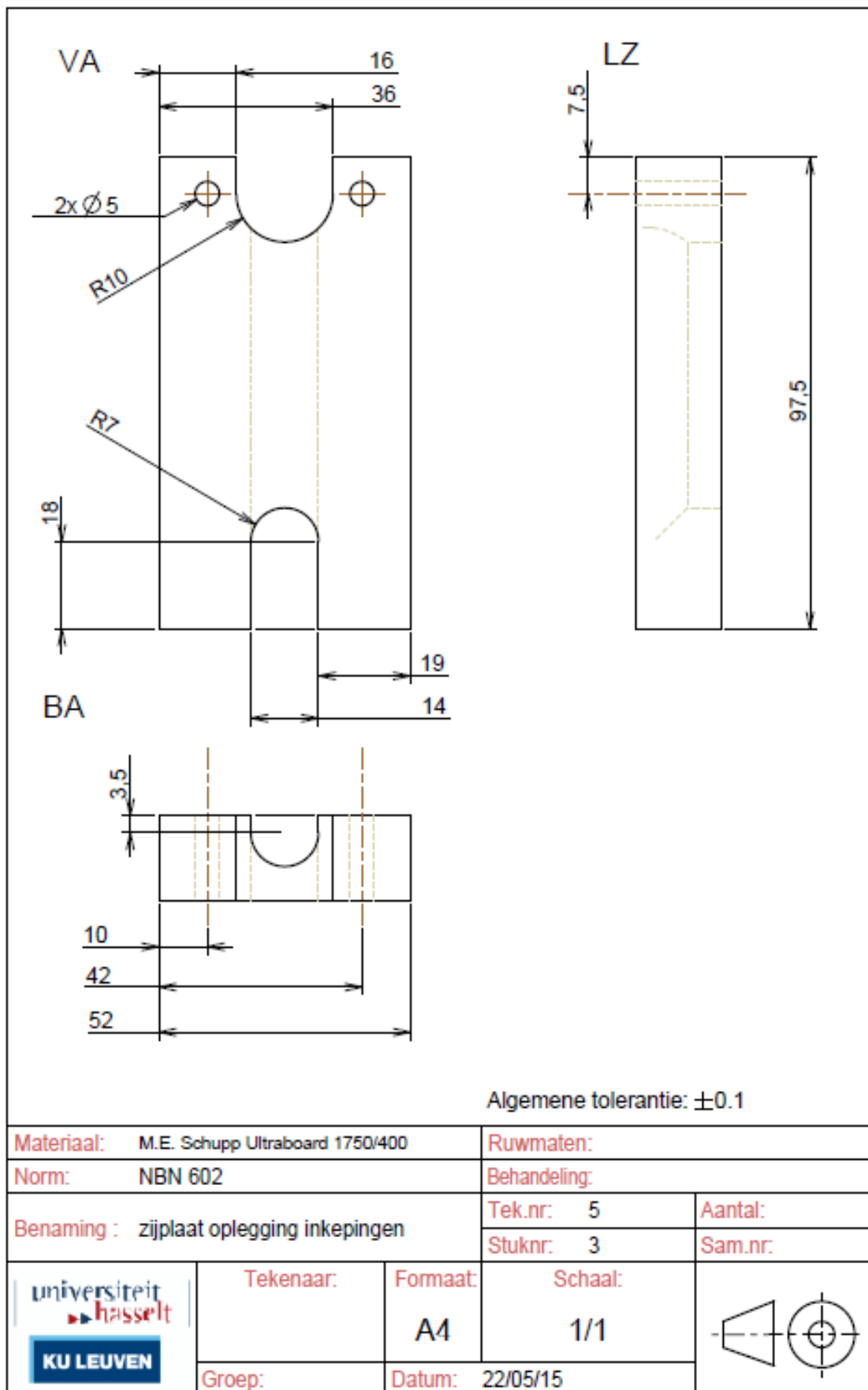
Stuknummer	Aantal	Onderdeel
2	1	Zijplaat dicht
3	1	Zijplaat inkepingen
4	2	Spanstaaf
5	2	Verbindingsstaaf

Materiaal:		Ruwmaten:	
Norm:		Behandeling:	
Benaming : Assembly D		Tek.nr: 3	Aantal:
		Stuknr:	Sam.nr:
	Tekenaar:	Formaat: A4	Schaal: 1/2
	Groep:	Datum: 31/05/15	

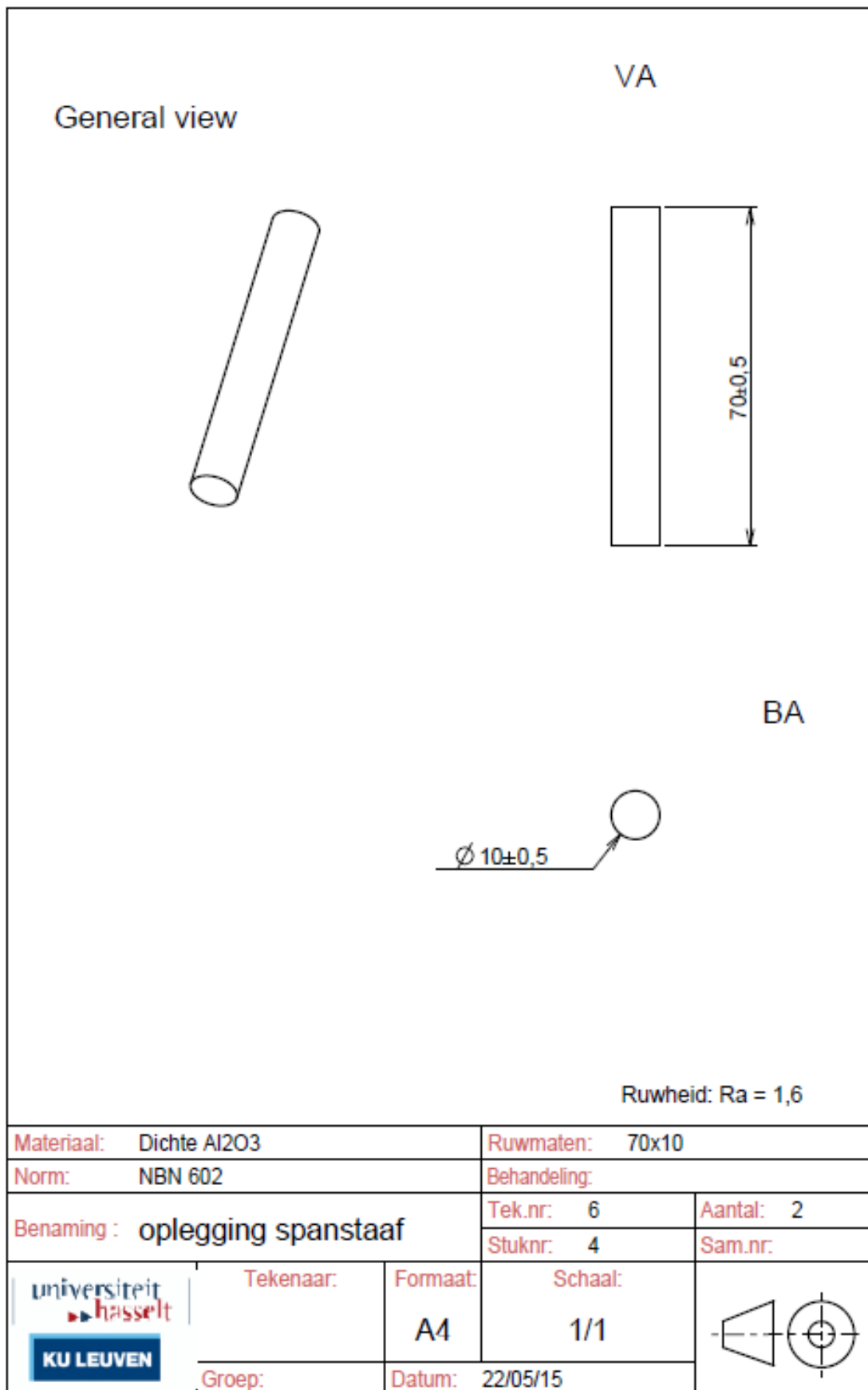
Bijlage F: Zijplaat opstelling dicht



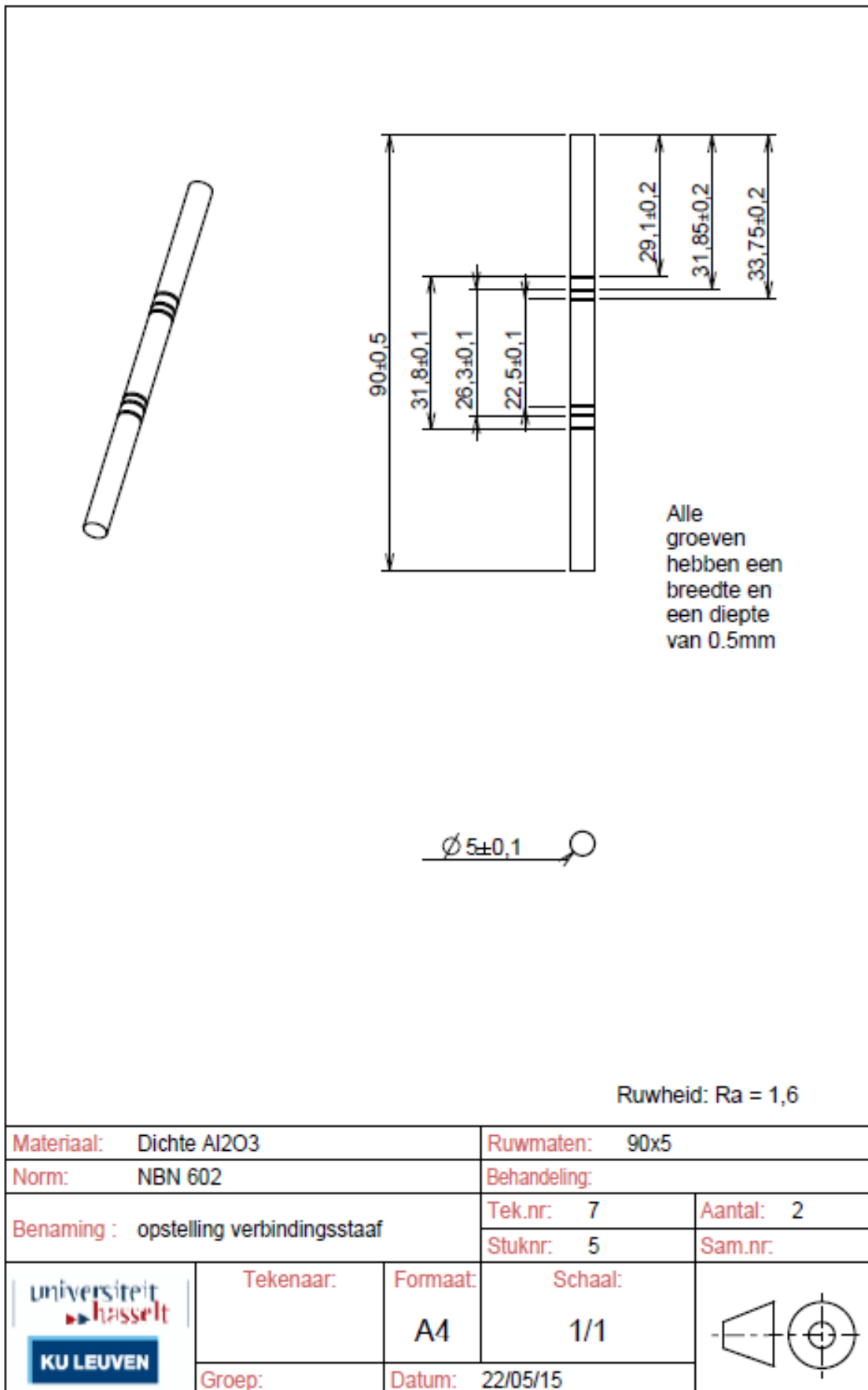
Bijlage G: Zijplaat opstelling met inkeping



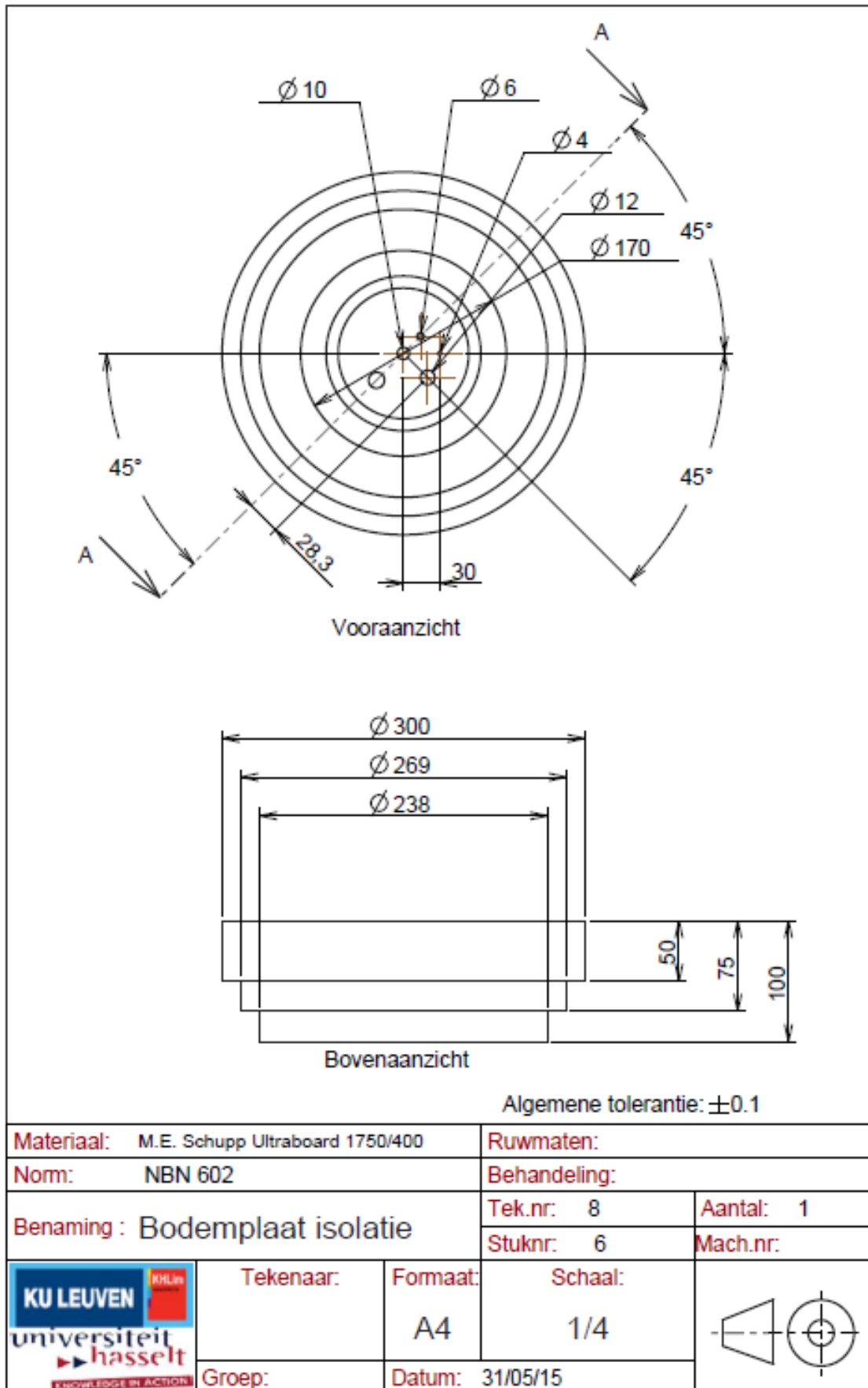
Bijlage H: Spanstaaf opstelling

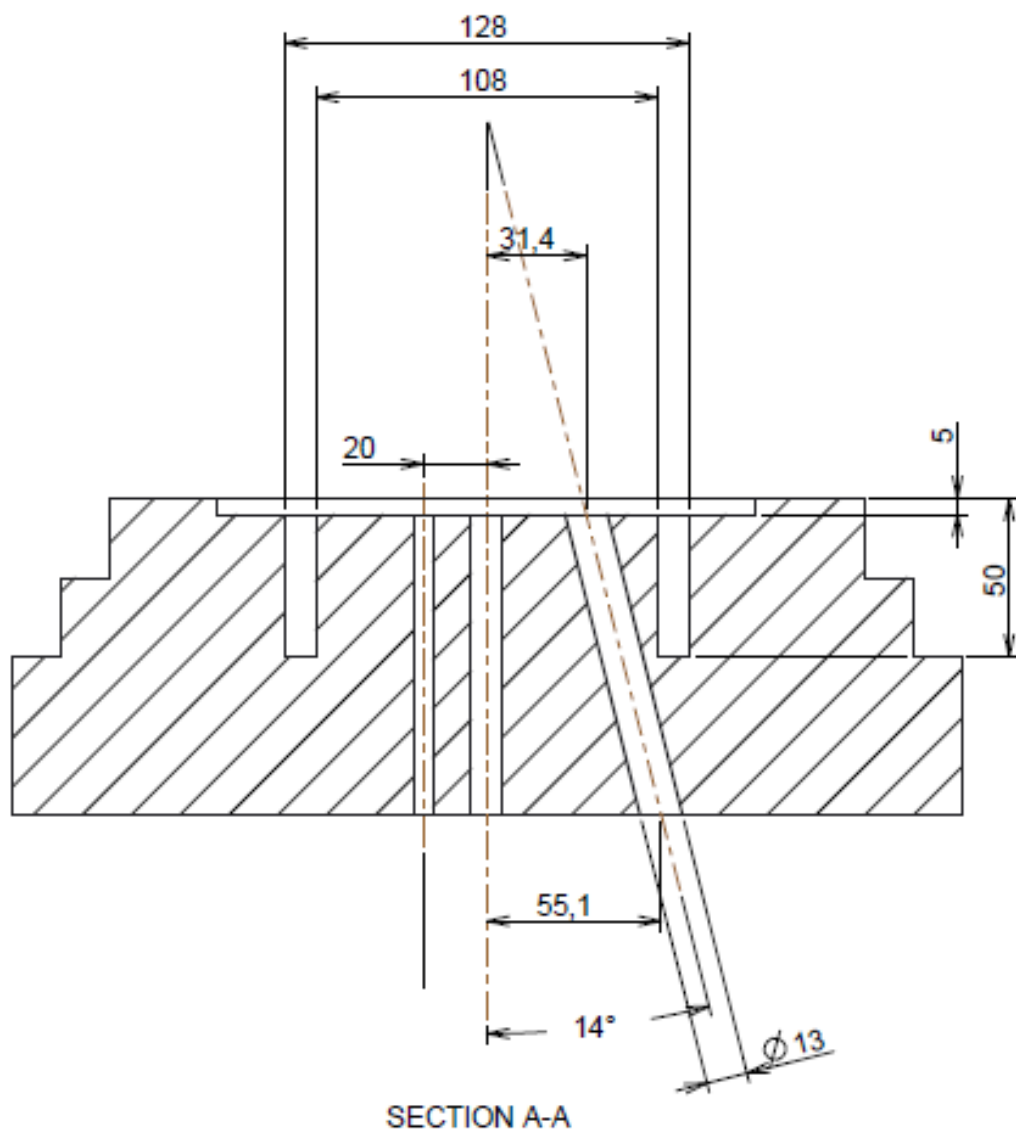


Bijlage I: Verbindingsstaaf opstelling




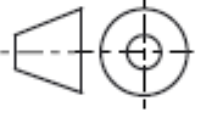
Bijlage J: Bodemisolatie

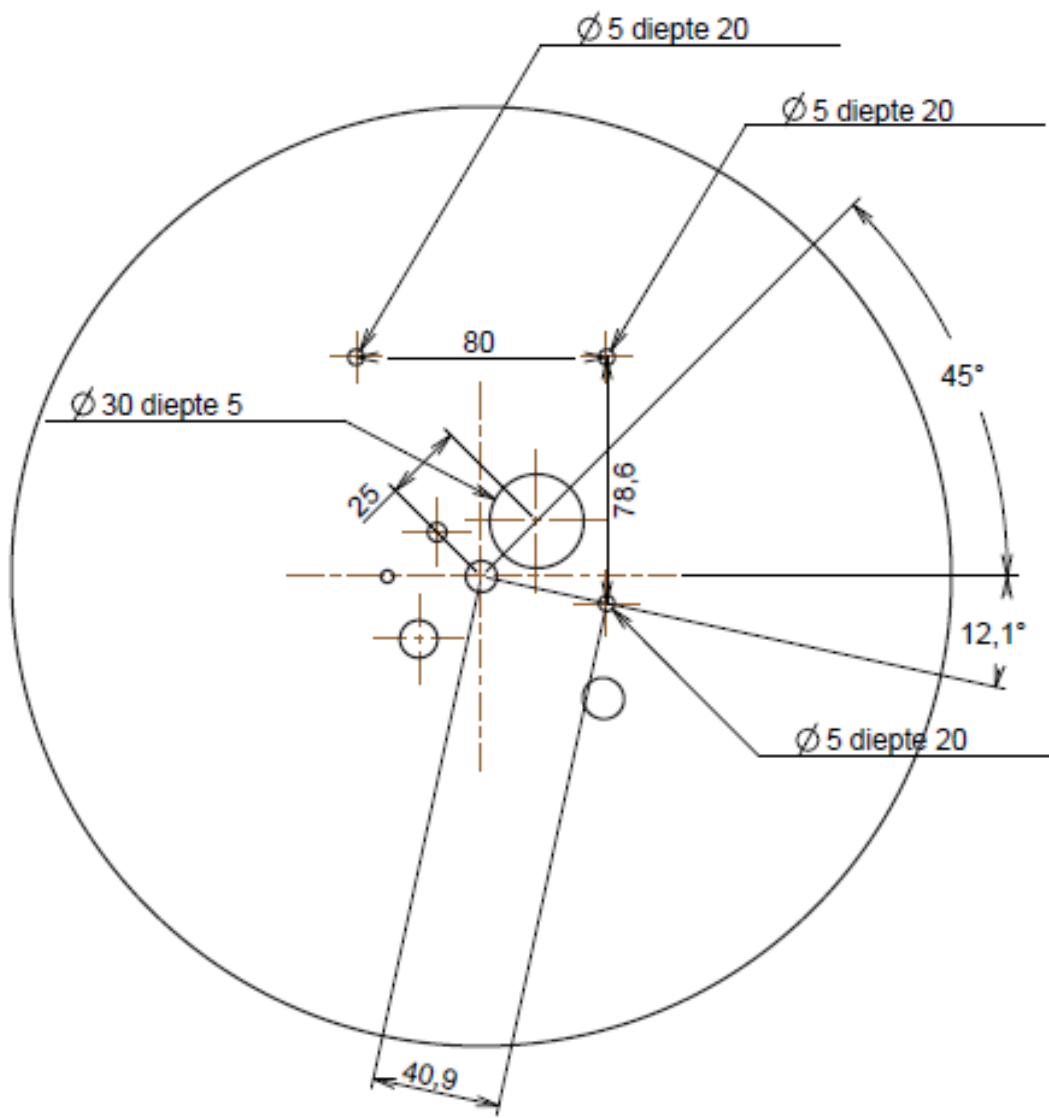




SECTION A-A


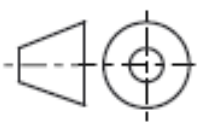
Algemene tolerantie: ± 0.1

Materiaal: M.E. Schupp Ultraboard 1750/400		Ruwmaten:	
Norm: NBN 602		Behandeling:	
Benaming: Bodemplaaf isolatie		Tek.nr: 9	Aantal: 1
		Stuknr: 6	Mach.nr:
	Tekenaar:	Formaat: A4	Schaal: 1/2
	Groep:	Datum: 01/06/15	
			

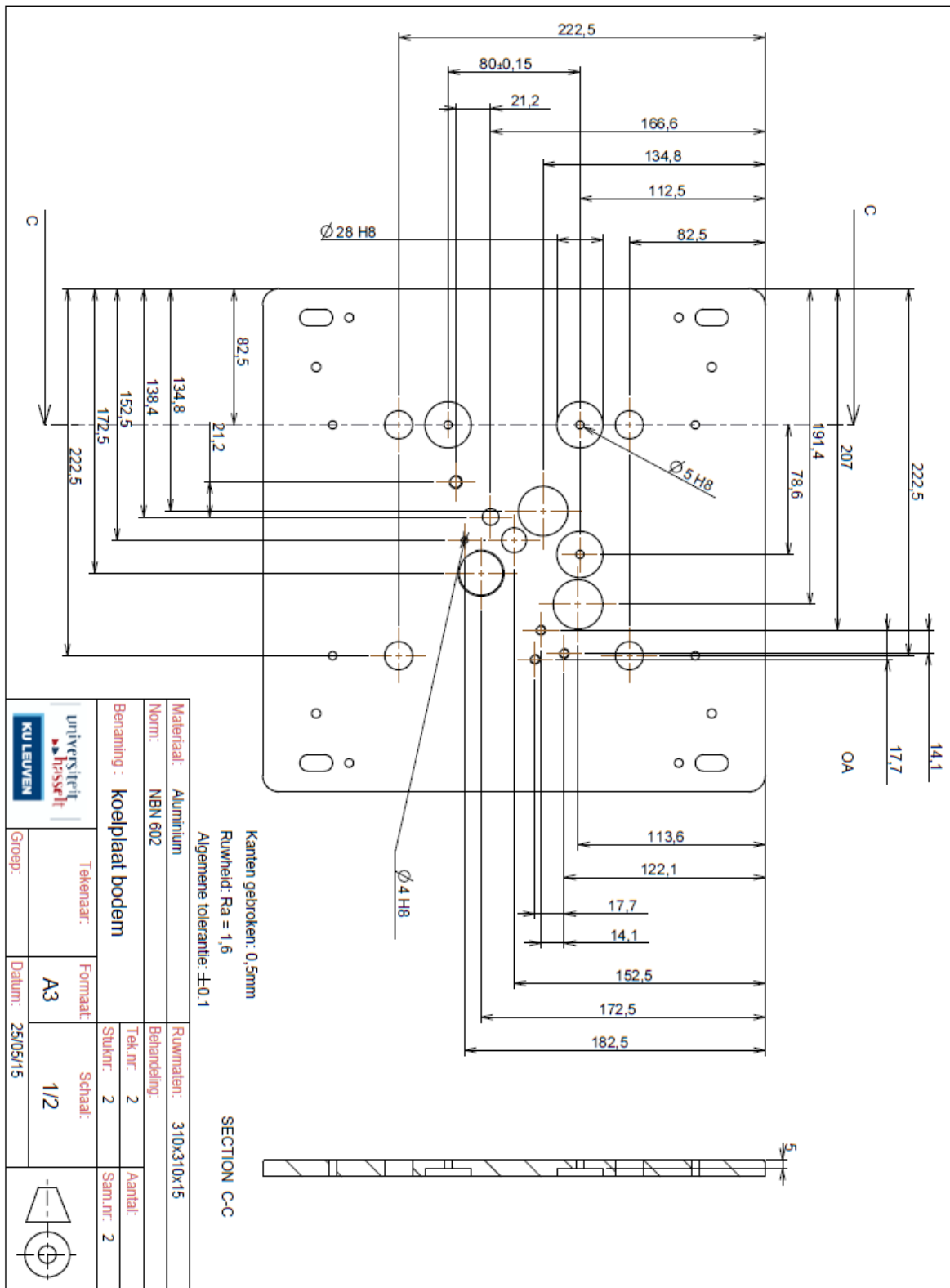


Achteraanzicht

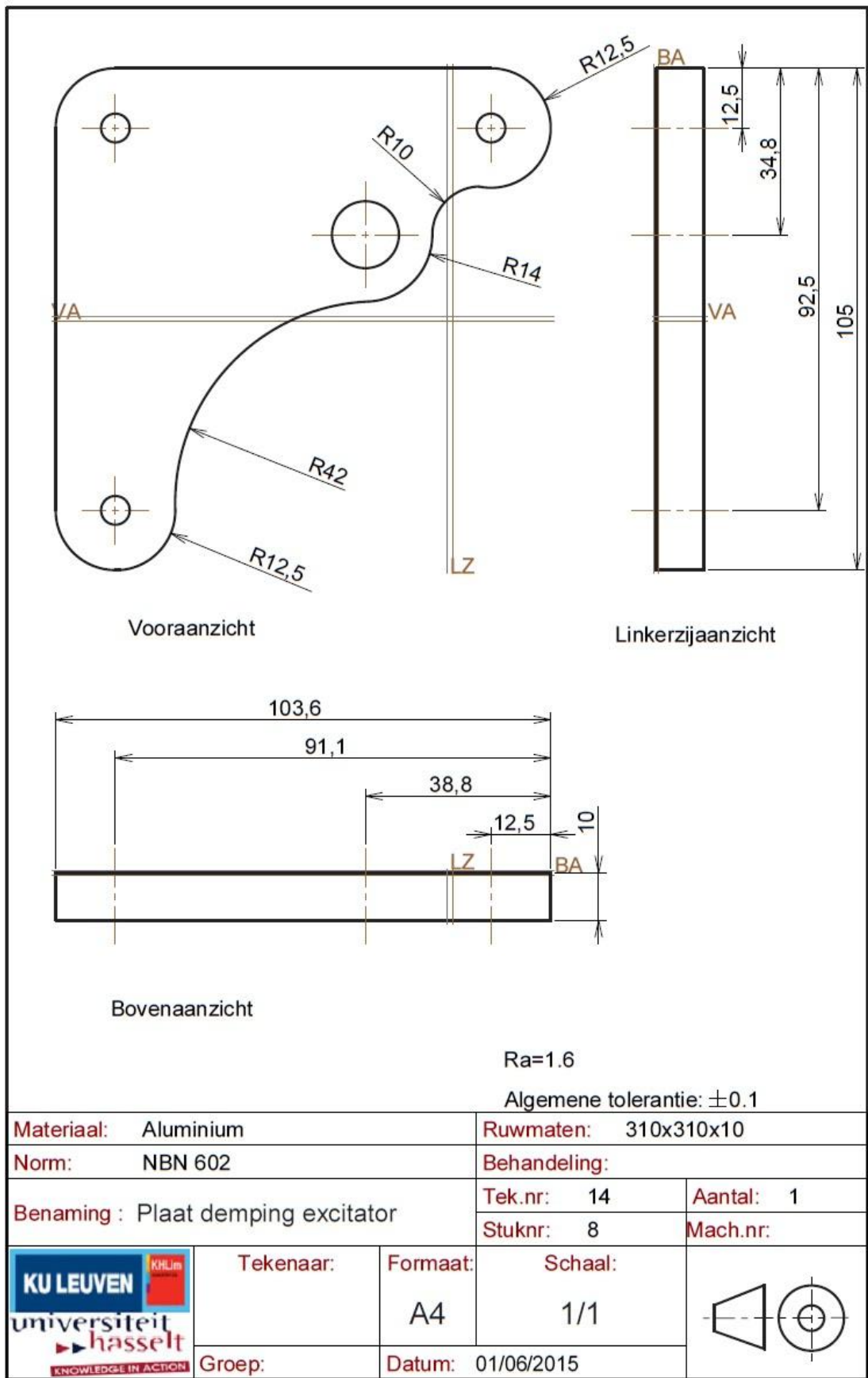
Algemene tolerantie: ± 0.1

Materiaal: M.E. Schupp Ultraboard 1750/400		Ruwmaten:	
Norm: NBN 602		Behandeling:	
Benaming: Bodemplaat isolatie		Tek.nr: 10	Aantal: 1
		Stuknr: 6	Mach.nr:
	Tekenaar:	Formaat: A4	Schaal: 1/2
	Groep:	Datum: 01/06/15	
			

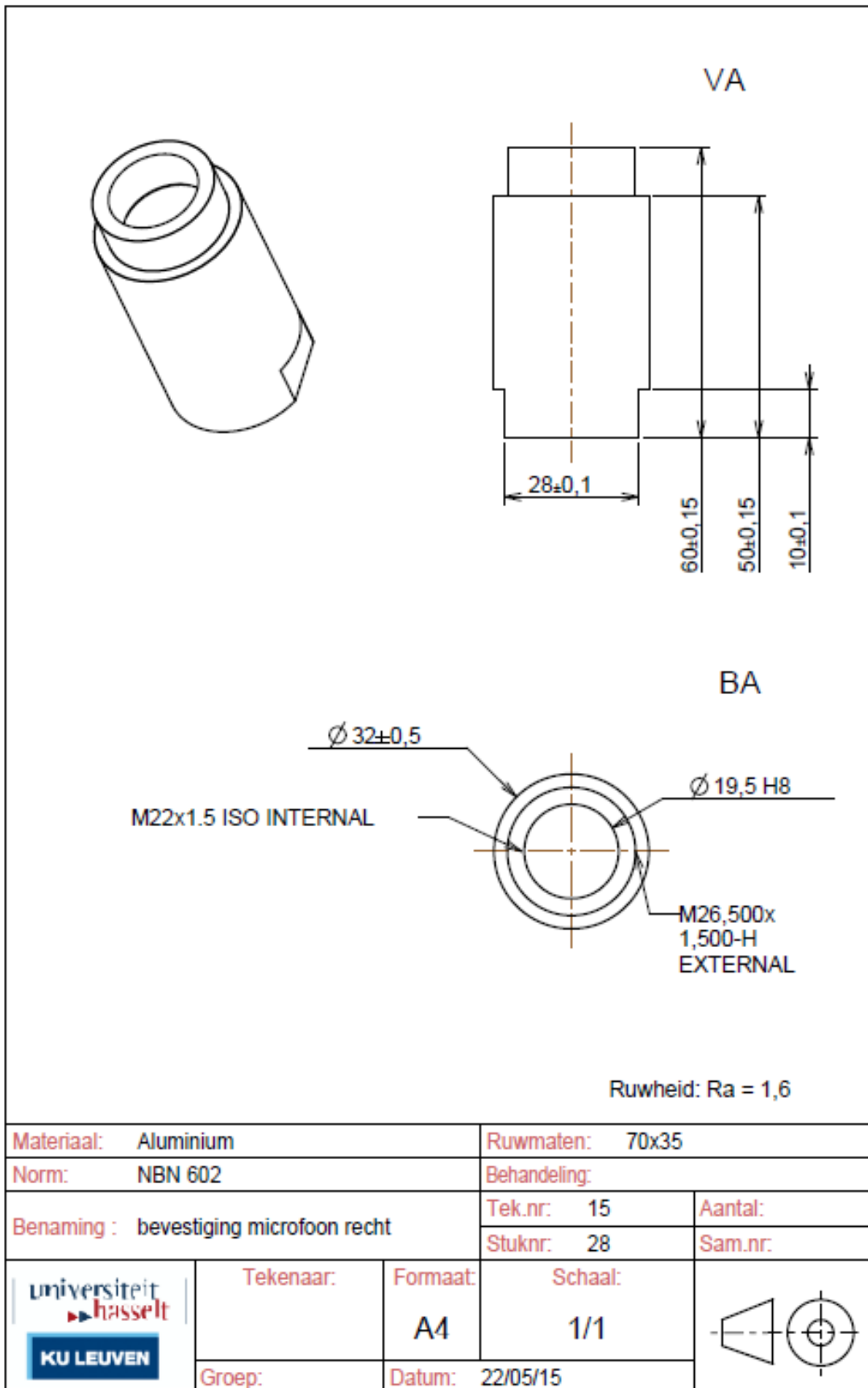
Bijlage K: Koelplaat



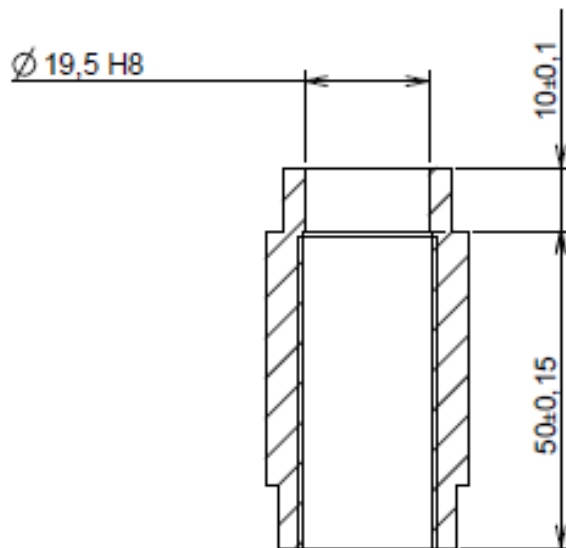
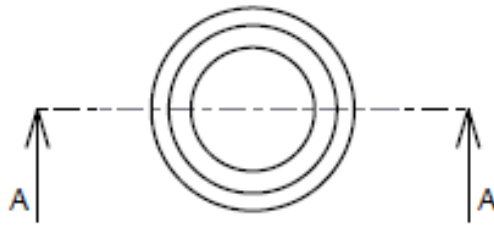
Bijlage L: plaat demping excitator



Bijlage M: bevestiging microfoon recht



BA



Bovenste 10mm is niet voorzien van schroefdraad.

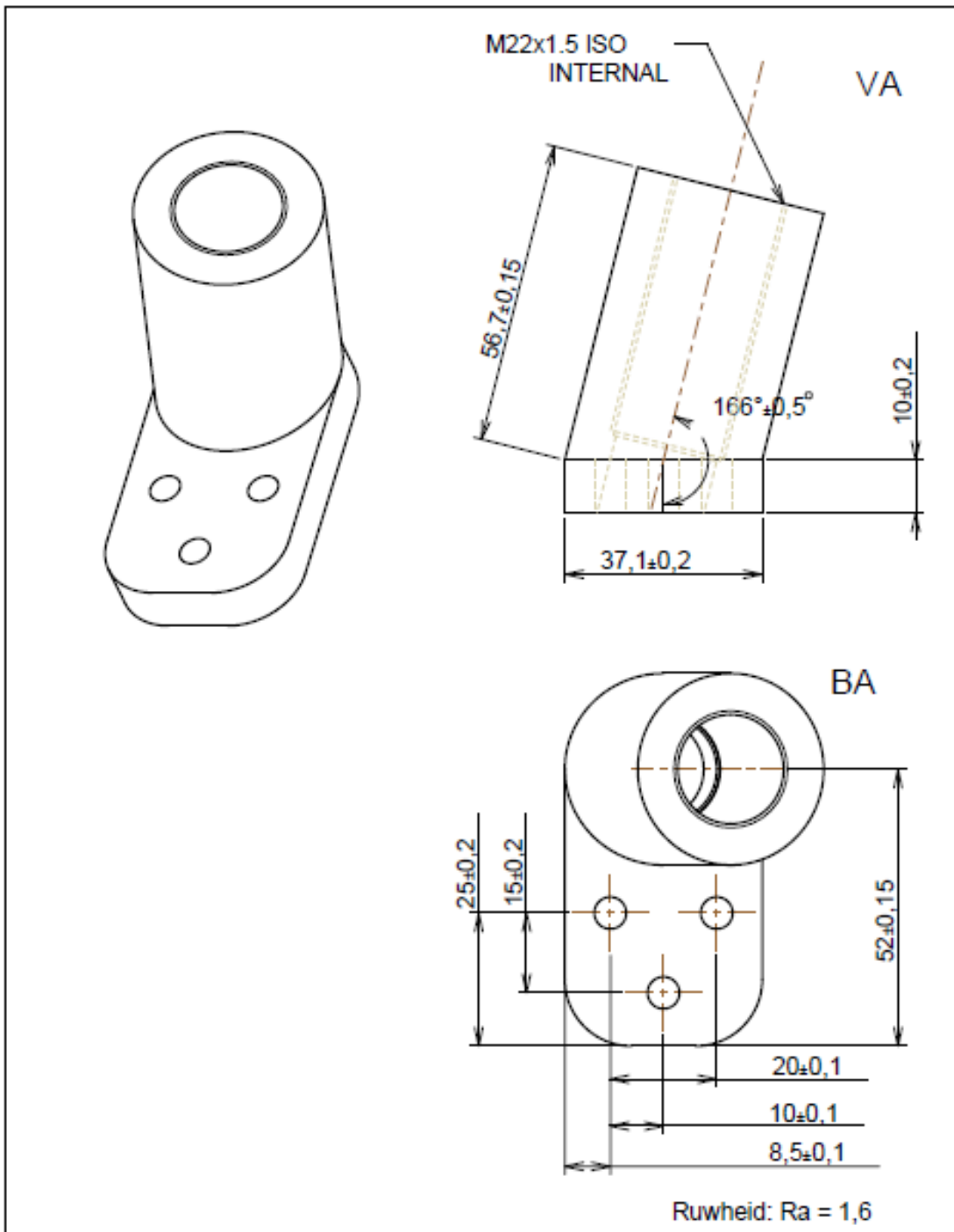
Interne draadlengte is 50mm


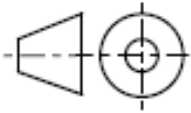
SECTION A-A

Ruwheid: Ra = 1,6

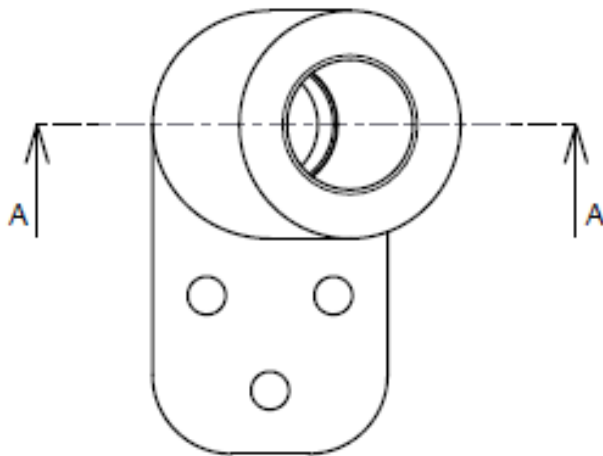
Materiaal: Aluminium		Ruwmaten: 70x35	
Norm: NBN 602		Behandeling:	
Benaming : Bevestiging microfoon recht		Tek.nr: 15	Aantal:
		Stuknr: 28	Sam.nr:
	Tekenaar:	Formaat: A4	Schaal: 1/1
	Groep:	Datum: 22/05/15	

Bijlage N: Bevestiging microfoon schuin



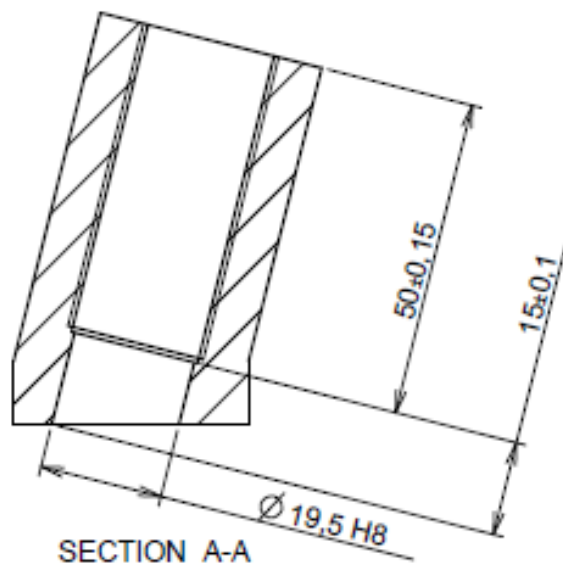
Materiaal: Aluminium		Ruwmaten: 70x80x50	
Norm: NBN 602		Behandeling:	
Benaming : Bevestiging microfoon schuin		Tek.nr: 17	Aantal:
		Stuknr: 29	Sam.nr:
	Tekenaar:	Formaat: A4	Schaal: 1/1
	Groep:	Datum: 22/05/15	
			

BA




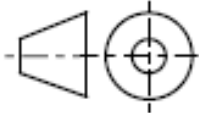
Interne schroefdraad heeft een lengte van 50mm

Onder de schroefdraad is een lengte van 15mm voorzien zonder schroefdraad.



SECTION A-A

Ruwheid: Ra = 1,6

Materiaal: Aluminium		Ruwmaten: 70x80x50	
Norm: NBN 602		Behandeling:	
Benaming : bevestiging microfoon schuin		Tek.nr: 17	Aantal:
		Stuknr: 29	Sam.nr:
	Tekenaar:	Formaat: A4	Schaal: 1/1
	Groep:	Datum: 22/05/15	
			

Bijlage O: Stuklijst

Stuknummer	Aantal	Onderdeel
1	1	Keramische Afscherming
2	1	Zijplaat dicht
3	1	Zijplaat inkepingen
4	2	Spanstaaf
5	2	Verbindingsstaaf
6	1	Bodemisolatie
7	1	Koelplaat
8	1	Plaat demping excitator
9	4	Profiel 20x20x163
10	2	Profiel 20x20x220
11	4	Afdekplaat
12	4	Rubberen voet
13	4	Schroef ISO10642-M4x20-8_8
15	3	Schroef ISO10642-M6x16-8_8
16	4	Schroef ISO4762-M4x12-8_8
17	4	Rondsel DIN433-1-4
18	1	Schroef ISO4762-M8x30-8_8
19	1	Moer DIN433-1-8
20	1	Microfoon
21	1	Excitator
22	1	Thermokoppel
23	2	Koelblok
24	1	Bodem container
25	2	Doorgang kabels
26	4	Ophanging met veren
27	4	Wateraansluiting
28	1	Bevestiging microfoon recht
29	1	Bevestiging microfoon schuin
30	4	Fixatie bodem isolatie

Auteursrechtelijke overeenkomst

Ik/wij verlenen het wereldwijde auteursrecht voor de ingediende eindverhandeling:

Ontwerp van een oven voor het meten van elastische eigenschappen van halfgeleiders in inerte atmosfeer tot 1500°C

Richting: **master in de industriële wetenschappen: elektromechanica**

Jaar: **2015**

in alle mogelijke mediaformaten, - bestaande en in de toekomst te ontwikkelen - , aan de Universiteit Hasselt.

Niet tegenstaand deze toekenning van het auteursrecht aan de Universiteit Hasselt behoud ik als auteur het recht om de eindverhandeling, - in zijn geheel of gedeeltelijk -, vrij te reproduceren, (her)publiceren of distribueren zonder de toelating te moeten verkrijgen van de Universiteit Hasselt.

Ik bevestig dat de eindverhandeling mijn origineel werk is, en dat ik het recht heb om de rechten te verlenen die in deze overeenkomst worden beschreven. Ik verklaar tevens dat de eindverhandeling, naar mijn weten, het auteursrecht van anderen niet overtreedt.

Ik verklaar tevens dat ik voor het materiaal in de eindverhandeling dat beschermd wordt door het auteursrecht, de nodige toelatingen heb verkregen zodat ik deze ook aan de Universiteit Hasselt kan overdragen en dat dit duidelijk in de tekst en inhoud van de eindverhandeling werd genotificeerd.

Universiteit Hasselt zal mij als auteur(s) van de eindverhandeling identificeren en zal geen wijzigingen aanbrengen aan de eindverhandeling, uitgezonderd deze toegelaten door deze overeenkomst.

Voor akkoord,

Kellens, Mathias

Van Clé, Ian

Datum: **1/06/2015**