



PULVERBEHANDLUNG UND SPHÄROIDISIERUNG MIT DEM THERMISCHEN INDUKTIONSPLASMA

G. Nutsch, P. Linke, S. Zakharian, B. Dzur, K.-H. Weiss,

TU Ilmenau, Fachgebiet Plasma- und Oberflächentechnik, D-98684 Ilmenau

Summary:

Processing of advanced powder materials for the spraying industry is one of the most promising applications of the thermal RF inductively coupled plasma. By selecting the feedstock carefully and adjusting the RF plasma parameters, unique materials with high quality can be achieved. Powders injected in the hot plasma core emerge with modified shapes, morphology, crystal structure and chemical composition. Ceramic oxide powders such as Al_2O_3 , ZrO_2 , SiO_2 are spheroidized with a high spheroidization rate. By using the RF induction plasma spheroidizing process tungsten melt carbide powders are obtained with a high spheroidization rate at high feeding rates by densification of agglomerated powders consisting of di-tungsten carbide and monocarbide with a definite composition. This kind of ball-like powders is particularly suited for wear resistant applications.

Keywords:

RF plasma, inductively coupled plasma, thermal plasma processing, spheroidizing, Al_2O_3 , SiO_2 , WC- W_2C ,

1. Einleitung

Sphärische Pulver werden heute wegen ihrer großen Vorteile vielfach in der Praxis eingesetzt: Das Erreichen höherer Schüttdichten macht sie geeignet als Füllstoffe, z.B. für Fritten, Filter und poröse Keramik. Kugelige Hartmetallpulver zeigen bessere Verschleißigenschaften als gebrochenes Material. In der Thermischen Spritztechnik werden sie verwendet wegen der besseren Rieselfähigkeit als spratzige bzw. gebrochene Pulver [1-4].

Die Herstellung sphärischer Partikel erfolgt meist durch Schmelzenverdüsen, mit Gas oder Wasser, wobei die Kornfraktion stark variiert und ein Anteil an spratzigen Pulvern vorhanden ist [3]. Diese Pulver können in einem thermischen Plasma nachbehandelt und nahezu vollständig sphäroidisiert werden. Das thermische Plasma ist für diesen Prozess wegen seiner hohen Energiedichte besonders gut geeignet. Prinzipiell ist dies mit einem Gleichstrom-Plasmatron möglich [5]. Bereits in [6] wird jedoch darauf hingewiesen, dass das elektrodenlose Induktionsplasma Vorteile für die Pulverbehandlung bietet.

Folglich wird von den thermischen Plasmen vor allem das **Hochfrequenz-Induktionsplasma** für die Pulverbehandlung eingesetzt, nicht nur wegen der Elektrodenfreiheit, sondern auch wegen seines großen Volumens, der geringen Strömungsgeschwindigkeit und der Möglichkeit, Pulver axial in das Plasma zu injizieren. Das große Plasmavolumen und die durch die Injektion und Strömung bedingten langen Pulveraufenthaltszeiten im heißen Plasmakern ermöglichen es, Pulverwerkstoffe auch mit hohem Schmelzpunkt und / oder relativ großem Durchmesser zu behandeln, zu verdichten und zu sphäroidisieren. Durch Wahl geeigneter Plasmaparameter, Einschuss- und Quenchbedingungen der Pulverteilchen können diese Pulvermodifizierungen mit chemischen Reaktionen und / oder Phasenumwandlungen ablaufen. So besteht die Möglichkeit, durch Verdampfen und anschließendes Quenchen [8] oder durch chemische Reaktion flüssiger Precursoren mit dem Arbeitsgas nanoskalige, sphärische Partikel im Plasma zu erzeugen [9],[10], gebrochene, spratzige oder aus Agglomeraten bestehendes Ausgangspulver zu kompakten Sphäroiden umzuschmelzen [7]. Nachfolgend wird über Ergebnisse der Sphäroidisierung von verschiedenen oxidischen Pulvern (Al_2O_3 , ZrO_2) und der Herstellung von Wolframschmelzkarbid-Pulvern als Funktion der Arbeitsparameter berichtet. Mit Hilfe der optischen und der Elektronenmikroskopie wird die Morphologie bestimmt. Die Phasenzusammensetzung wird mit Hilfe der Röntgendiffraktometrie ermittelt.

2. Experimentelle Anordnung

Der für die Pulverbehandlung verwendete Versuchsaufbau (Bild 1) besteht aus einem Pulverauffangbehälter, dem Reaktor, dem HF-Plasmatron, der Pulverförderlanze und dem Pulverfördergerät (MC-2, Medicoat AG, Mägenwil, CH), das unmittelbar oberhalb der Förderlanze positioniert ist. Das Schema des ver-

wendeten Plasmatrons, entwickelt an der TU Ilmenau, ist ebenfalls im Bild 1 dargestellt.

Es besteht aus dem wassergekühlten, 6-windigen Induktor und konzentrisch angeordneten Rohren für das Hüllgas und das Arbeitsgas. Wie für TU Ilmenau HF-Plasmatrons üblich, werden Kieselglasrohre für beide Rohre verwendet, sowohl für das Hüllgas- als auch für das Arbeitsgasrohr. Die Pulverförderlanze steht bis zum Ende der ersten Induktorwindung zentrisch im Plasmatron und damit direkt im heißen Plasmakern. Das Pulver wird zusammen mit einem Trägergas injiziert. Durch den Flansch wird das Plasmatron mit dem Reaktor verbunden. Zusätzlich kann durch die Düse am Flansch Quenchgas injiziert werden. Das Plasmatron wird von einem HF-Generator mit maximaler Ausgangsleistung von 25 kW (IG 25/4000 der Fa. Hüttinger, Freiburg,) bei einer Frequenz von 3,5 MHz gespeist.

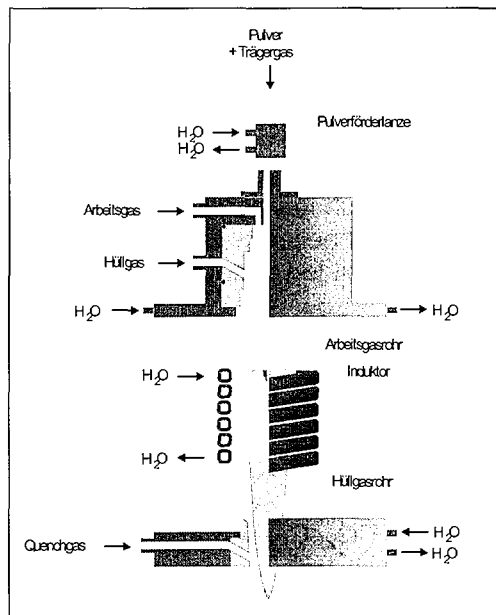
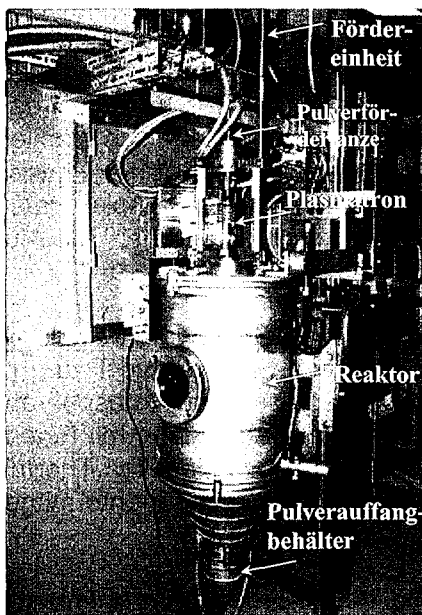


Bild 1: Experimentier-Anlage zur Pulvermodifizierung mit Schema des Plasmatrons

Es werden zwei verschiedene Größen des Plasmatrons verwendet. In Tabelle 1 sind die Standard-Parameter für beide Plasmatrons (Type Willi) angegeben.

Tabellle 1: Standard – Parameter für die verwendeten Plasmatrons

Parameter	Plasmatron 1	Plasmatron 2
Induktordurchmesser	36 mm	47 mm
Generatorleistung	12 kW	20 kW
Arbeitsgasdurchsatz	6,5 NI/min	30 NI/min
Hüllgasdurchsatz Argon	35 NI/min	45 NI/min
Hüllgasdurchsatz Stickstoff	0 – 6 NI/min	0 - 6 NI/min
Trärgasdurchsatz Argon	2 slpm	2 slpm

3. Sphäroidisierung oxidischer Pulver

Die Sphäroidisierung von oxidischen Pulvern erfolgt unter Atmosphärendruck mit Plasmatron 1, nur mit Pulverauffangbehälter, ohne Reaktor. Die chemische Zusammensetzung wird beim Umschmelzen bei atmosphärischen Bedingungen nicht geändert. **Aluminiumoxid-Pulver**, das für das thermische Spritzen verwendet wird, ist fast ausschließlich gebrochener Korund. Dieses Pulver ist das Ausgangspulver für die Sphäroidisierung. Neben der thermodynamisch stabilen α - Phase des Korund besitzt Aluminiumoxid noch mehrere metastabile Phasen (Bild 2), die sich bei der Plasmabehandlung durch unterschiedliche Abkühlraten infolge der schnelleren Gitterdiffusion der Sauerstoffionen gegenüber den Aluminiumionen bilden können.

Die Phasenumwandlungen sind bei allen herkömmlichen Spritzverfahren durch die rasche Abkühlung der Partikel beim Aufprall auf das Substrat nicht zu umgehen [11-13], ausgenommen das Induktionsplasmaspritzen bei Atmosphärendruck [15], [16]. Wie die Tabelle 2 zeigt, sind Phasenumwandlungen mit Eigenschaftsänderungen verbunden [14]. Deshalb wird beim konventionellen Thermischen Spritzen zur Stabilisation dieser Phasen eine zweite Komponente mitgespritzt, z.B. TiO_2 , Cr_2O_3 u.a. [12].

Lange Aufenthaltszeiten des Pulvers im Plasma des HF-Plasmatrons ermöglichen die Sphäroidisierung relativ großer Pulverteilchen verglichen mit anderen Verfahren. Damit sind die Abkühlraten geringer, so dass sich die α -Phase bilden

kann und die Entstehung metastabiler Phasen unterbleibt. Dies wird durch Röntgendiffraktometrie (XRD) für alle sphäroidisierten Al_2O_3 -Pulver bestätigt.

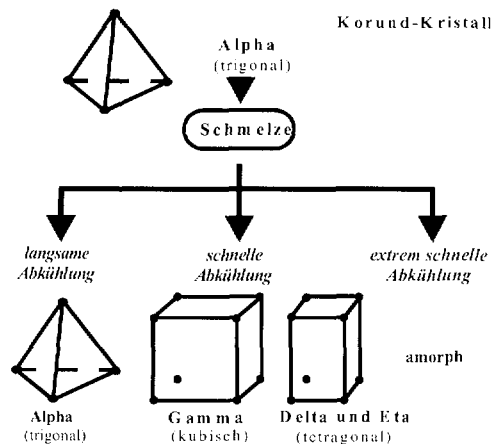


Bild 2: Bedeutung der Abkühlgeschwindigkeit für die Entstehung unterschiedlicher Kristallmodifikationen bei Aluminiumoxid

Tabelle 2: Eigenschaften von Al_2O_3 – Phasen

	Einheit	Alpha	Delta	Gamma	Schmelze
Struktur	-	trigonal	tetragonal	kubisch	-
Dichte	kg/m ³	4000	3800	3600	2900
spezifische Wärme	J/kg K	1363	1402	1425	1888
Schmelztemperatur	K	2327	2308	2289	
Schmelzwärme	kJ/kg	1090	915	770	
Linearer kinetischer Koeffizient	mm/s K	2,47	2,11	1,80	

Der Sphäroidisierungsgrad - gemittelt aus 5 Zählungen - wird bestimmt aus dem Verhältnis der Anzahl der sphärischen Teilchen zur Gesamtzahl der Teilchen in einem Flächenelement, wie im Bild 3b. Bild 3a zeigt die Morphologie des Ausgangspulvers.

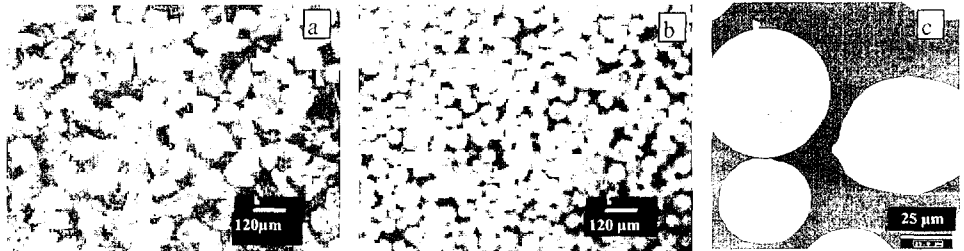


Bild 3: Al₂O₃-Pulver vor (a) und nach (b) der Plasmabehandlung, (c) REM-Aufnahme von (b)

Der ermittelte Sphäroidisierungsgrad als Funktion der Förderrate für Aluminiumoxid mit Plasmatron 1 ist im Bild 4 gezeigt. Wie erwartet, sinkt bei konstanten Plasmaparametern mit zunehmendem Pulverdurchsatz die Sphäroidisierungsrate. Die Pulver kühlen das Plasma zunehmend ab, so dass seine Energie nicht mehr zum Schmelzen der Pulver ausreicht, bekannt als loading effect (z.B.[17]).

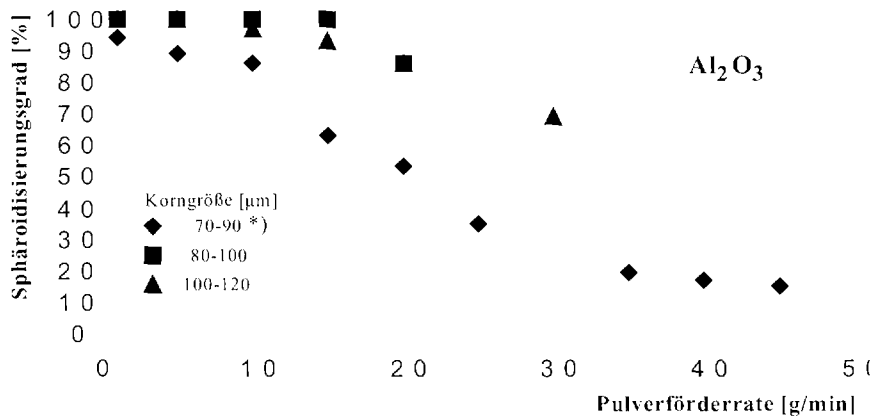


Bild 4: Sphäroidisierungsgrad von Al₂O₃ – Pulvern mit den Parametern für Plasmatron 1 als Funktion der Förderrate mit der Korngröße als Parameter (* - HF-Generatorleistung = 9 kW)

Mit Erhöhung des Volumenstromes des Trägergases und damit auch der Pulvergeschwindigkeit und somit der Reduzierung der Aufenthaltsdauer der Pulver im Plasma nimmt der Sphäroidisierungsgrad deutlich ab. Bei einem dreifachen Gasdurchsatzes des Trägergas wird nur noch ein Sphäroidisierungsgrad von 35% erhalten.

Außerdem beeinflusst die Korngröße die Flugbahn der Pulverpartikel durch das Plasma. Kleinere Partikel folgen den Strömungslinien mehr, die größeren fliegen auf Grund ihrer Trägheit in der ursprünglichen Injektionsrichtung weiter. So ergeben sich unterschiedliche Oberflächenmorphologien der Partikel infolge unterschiedlicher Aufheiz- und Abkühlbedingungen, wie im Bild 3c zu sehen ist. Die dendritische Struktur bildet sich bei langsamem Abkühlen aus, während sich glatte Strukturen durch rasche Abkühlung bilden. Die relativ großen Pulverpartikel kühlen sich langsam ab. Durch die dendritische Struktur können jedoch das Fließverhalten und u. U. die Benetzungsfähigkeit des Pulvers beeinträchtigt werden.

Eine Vergrößerung der aktiven Oberfläche zur Sensibilisierung, wie beispielsweise für das **Spezialglas** - Pulver in Bild 5, kann durch eine Sphäroidisierung von großen Pulverkörnungen, im vorliegenden Fall 45 μm , mit einer gleichzeitigen Co - Verdampfung von kleinen (< 2 μm) Pulvern im HF-Induktionsplasma erreicht werden. Das verdampfte Material kondensiert an den Pulvern und vergrößert so die Oberfläche.



Bild 5: Sphäroidisierung mit Co-Verdampfung von Spezialglas-Pulver

Der Sphäroidisierungsgrad für **Yttrium-stabilisiertes Zirkonoxid (YSZ)** liegt bei Verwendung gleicher Plasmaparameter niedriger als beim Aluminiumoxid (Bild 6). Wegen des höheren Schmelzpunktes und der niedrigeren Wärmeleitfähigkeit benötigen diese Pulver längere Aufenthaltszeiten im Plasma, um ausreichend aufgeschmolzen zu werden.

No. 186 – page 8

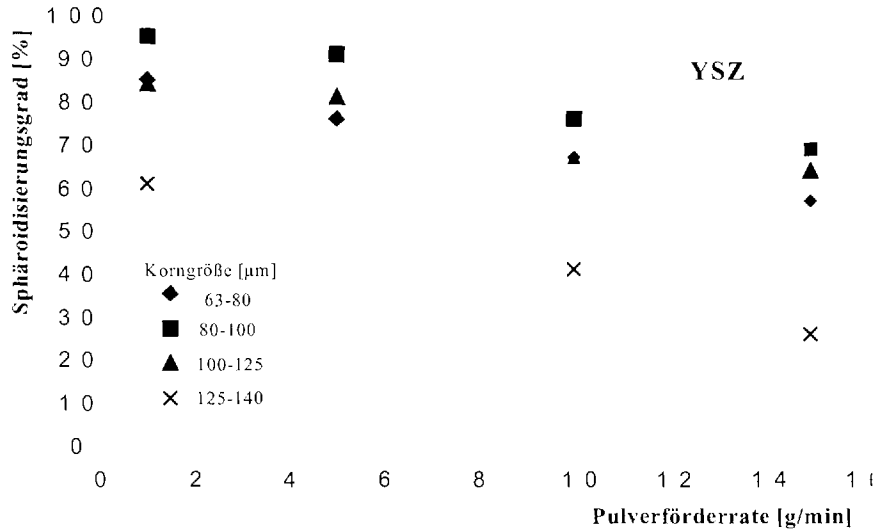


Bild 6: Sphäroidisierungsgrad für YSZ – Pulver mit den Parametern für Plasmatron 1 als Funktion der Förderrate mit der Korngröße als Parameter

Bei konstanten Plasmaparametern ergibt sich für jedes Pulver eine optimale Korngröße, mit der die höchsten Sphäroidisierungsraten (Anzahl sphärischer Teilchen pro Zeiteinheit) erreicht werden. Im Fall YSZ ist es die Fraktion von 80–100 µm. Nachteilig beim Plasmabehandeln von YSZ ist, bedingt durch die physikalischen Eigenschaften, wie die geringe Wärmeleitfähigkeit und die Anlagerung von Gasatomen/-ionen während des Durchganges durch das Plasma, das Auftreten von Hohlkugeln (Bild 7c). Beim Plasmaspritzen solcher Pulver ist mit einem erhöhten Porengehalt zu rechnen.

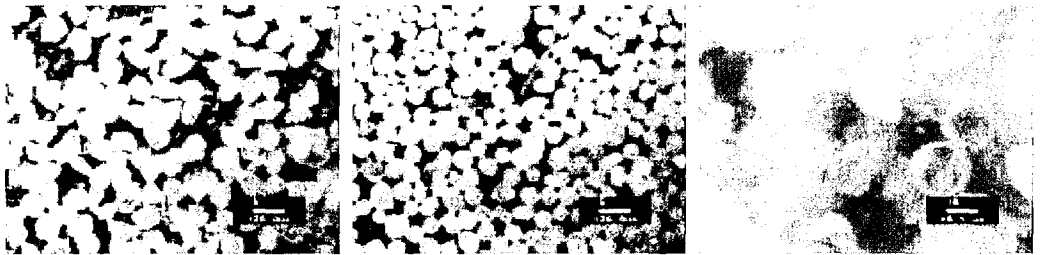


Bild 7: Sphäroidisierung von YSZ,
(a) Ausgangspulver, (b) sphäroidisiertes Pulver, (c) Querschliff

4. Herstellung von kugeligem Wolframschmelzkarbid – Pulver

4.1 Ausgangswerkstoffe

Wolframkarbid gehört zu der Gruppe der Hartmetalle. Aus dem ursprünglich kubisch-raumzentrierten Wolfram-Gitter wird durch Besetzung der Oktaederlücken bei der Einlagerung der Kohlenstoffatome bei Wolfram-Monokarbid (WC) die einfache hexagonale Packung und bei dem Di-Wolframkarbid (W_2C) die hexagonal dichteste Packung (Bild 8):



Bild 8: Wolframkarbid-Gitter, links: WC, rechts: W_2C

Beide Verbindungen sind thermodynamisch stabil. Das W_2C existiert in der α -, β - und γ -Phase. α - WC_{1-x} ist kubisch flächenzentriert und hat einen großen Homogenitätsbereich. Dagegen existiert das WC nur bei einer Kohlenstoffkonzentration von 6,16 Gew.% (= 50At%). Von technischem Interesse ist besonders das **Wolfram-Schmelzkarbid (WSC)**, das aus einem Gemisch von W_2C und WC mit einer Kohlenstoffkonzentration von 3,8 – 4,3 Gew.% besteht, wobei das härtere W_2C in die weichere WC-Matrix eingebettet ist. Kugeliges WSC – Pulver verbessert die bekannt guten Eigenschaften des Hartmetalls gegen Verschleiß im Vergleich zum spratzigen Schmelzkarbidpulver beträchtlich.

Die zur Zeit bekannten Herstellungstechnologien liefern noch keine zufriedenstellenden Ergebnisse in dem gewünschten Korngrößenbereich (40 - 150 μm). Die Verwendung des HF-Induktionsplasmas erweist sich auch hierfür von großem Vorteil [7],[18]. Bei dem Induktionsplasma (ICP) - Prozess für die Herstellung von kugeligem WSC wird ein sprühgetrocknetes Ausgangsmaterial verwendet, das im Plasma chemisch reagiert und verdichtet wird. Das Ausgangsmaterial, bestehend aus W und WC mit einer Korngröße von 2 μm , wird zusammen mit dem Binder sprühgetrocknet und agglomeriert. Der Hohlraumanteil

beträgt ca. 50%. Der geringe Zusammenhalt durch den Binder erschwert die Förderung des Pulvers bis in das Plasma. Für den Plasmabehandlungsprozess wird eine Pulvergröße von $-125 \mu\text{m} +100 \mu\text{m}$ verwendet (Bild 9).

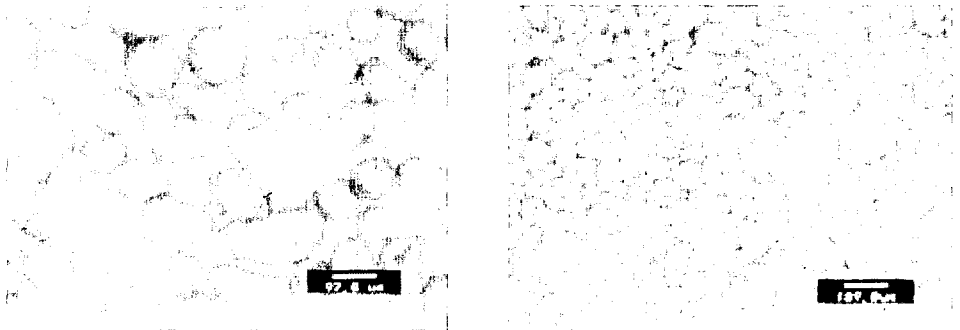


Bild 9: Rohpulver aus verschiedenen Chargen

4.2 Herstellungsprozess

Das Plasmatron wird für diese Versuche durch Änderung der geometrischen Abmessungen modifiziert, so dass mit einem höheren Leistungseintrag die Pulverfördertrate auf ca. 2,5 kg/h erhöht wird, um den industriellen Forderungen

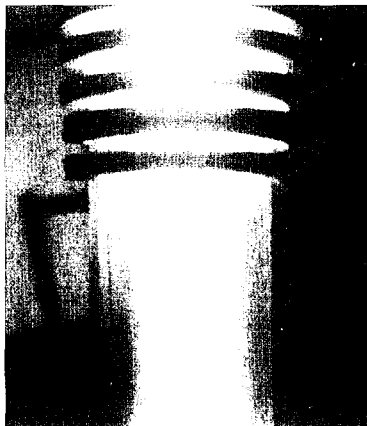


Bild 10: Pulverdurchgang durch das ICP

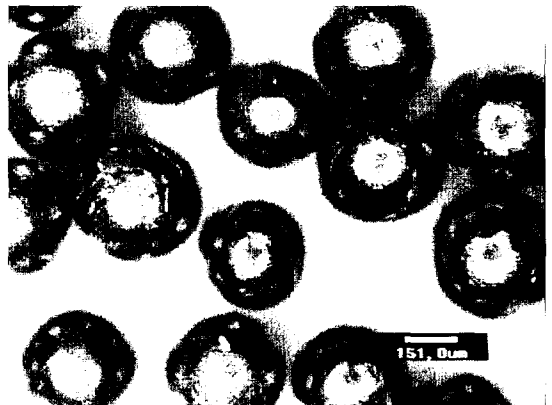


Bild 11: Sphärisches WSC

besser zu entsprechen. Mit den in Tabelle 1 angegebenen Parametern für Plasmatron 2 kann ein Sphäroidisierungsgrad für WSC-Partikel von größer 90% garantiert werden. Dies entspricht einer Sphäroidisierungsrate von ca. 2,2 kg/h.

Bei dem Prozess muß darauf geachtet werden, dass die Pulverinjektionslanze zentriert ist und das Pulver sich zentral durch das Plasma bewegt. Durch die Verwendung von Kieselglas-Rohren kann der Pulverdurchgang kontrolliert werden, wie Bild 10 zeigt.

Die Ermittlung des Sphäroidisierungsgrades mit dem Lichtmikroskop ist bei dem WSC-Pulver einfacher als bei oxidischen Pulvern, weil die sphärischen WSC-Pulver glänzen (Bild 11), im Gegensatz zu dem Rohpulver (Bild 9). Der Glanz beweist den metallischen Charakter des WSC.

Der hohe Sphäroidisierungsgrad wird durch die Rasterelektronenmikroskop (REM) – Aufnahme im Bild 12, links, sichtbar. Bei höherer Vergrößerung wird die ausgezeichnete Kugelform deutlich. Bei noch höherer Vergrößerung (Bild 13) ist aus der Oberflächenmorphologie zu erkennen, wie die einzelnen

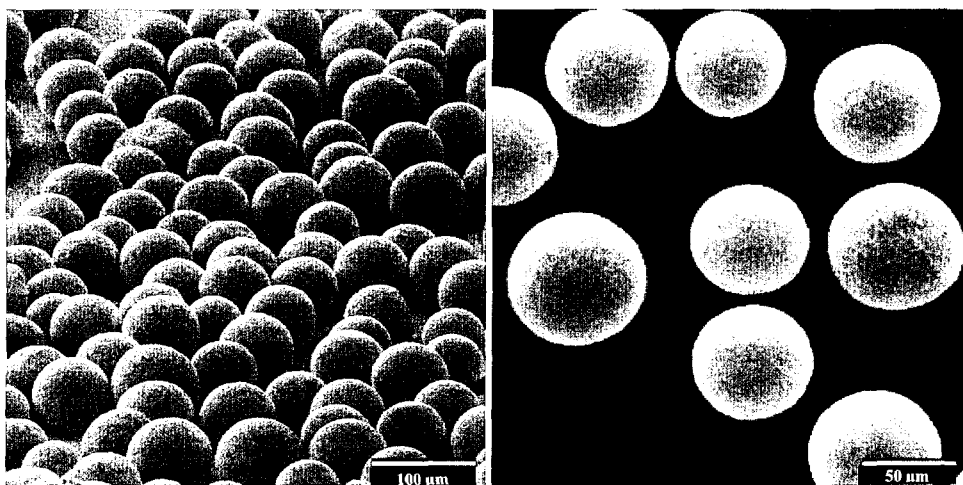


Bild 12: REM-Aufnahmen von plasmabehandeltem Wolframschmelzkarbid (links: Vergrößerung 180x, rechts: Vergrößerung 320x)

Wolframschmelzkarbid-Phasen miteinander verschmolzen sind. Der Querschliff (Kupferschliff) im Bild 14 zeigt das gewünschte Gefüge im Inneren des Partikels nach dem Polieren und Ätzen mit einer 1/1-Lösung von $K_3[Fe(CN)_6]$ / KOH, jeweils 20%ig. Die feinfiedrige Struktur des W_2C liegt fein verteilt im Partikel vor. Freier Kohlenstoff ist nicht zu erkennen und kann auch nicht nachgewiesen

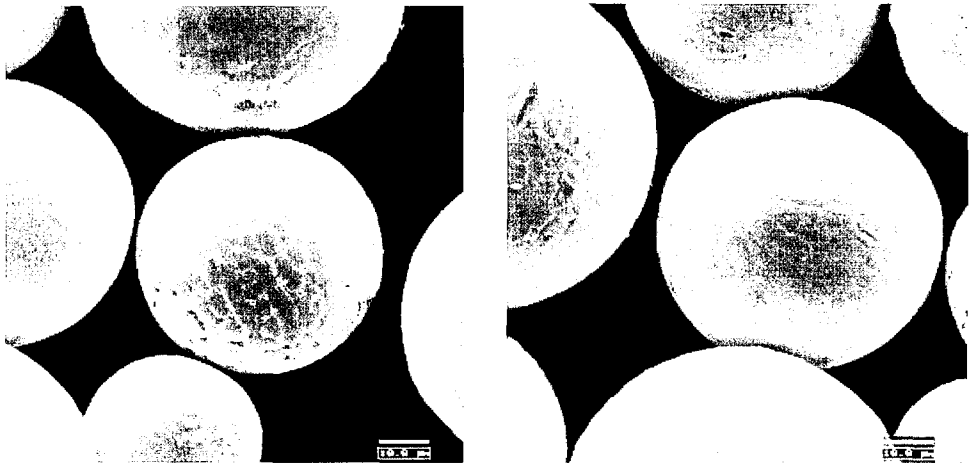


Bild 13: REM - Aufnahmen plasmabehandelter Wolframschmelzkarbidpulver
(Vergrößerung: 900x)

werden. Der Kohlenstoffgehalt der Pulver liegt durchweg im erwarteten Bereich von 3,8 – 4,3 Gew.%, gemessen mit einem Gerät der Firma LECO. Die Mikrohärtigkeit der Pulver liegt stets über einem Wert von 3500 HV 0,1. Bei allen untersuchten Pulvern konnte keine Abhängigkeit von den Prozess-Parametern festgestellt werden.

Die Zusammensetzung der Pulver wird mit Hilfe der Röntgenbeugung (XRD) ($CuK\alpha_1$ -Strahlung, Fa. Siemens) analysiert. Das Ergebnis unterschiedlicher Versuchsreihen ist im Bild 15 dargestellt. Es ist ersichtlich, dass das freie Wolfram des Ausgangsmaterials vollständig mit dem Kohlenstoff reagiert und umgesetzt wird. Im plasmabehandelten Pulver sind nur karbidische Phasen nachweisbar. Unerwünschten Phasen von Oxiden oder Nitriden können nicht nachgewiesen werden.

No. 186 – page 13

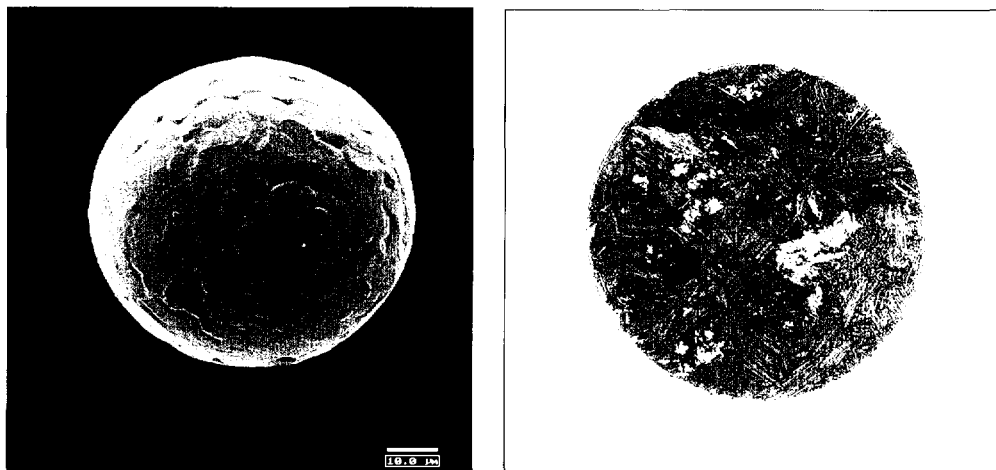


Bild 14: Draufsicht und Querschnitt eines einzelnen WSC – Partikels

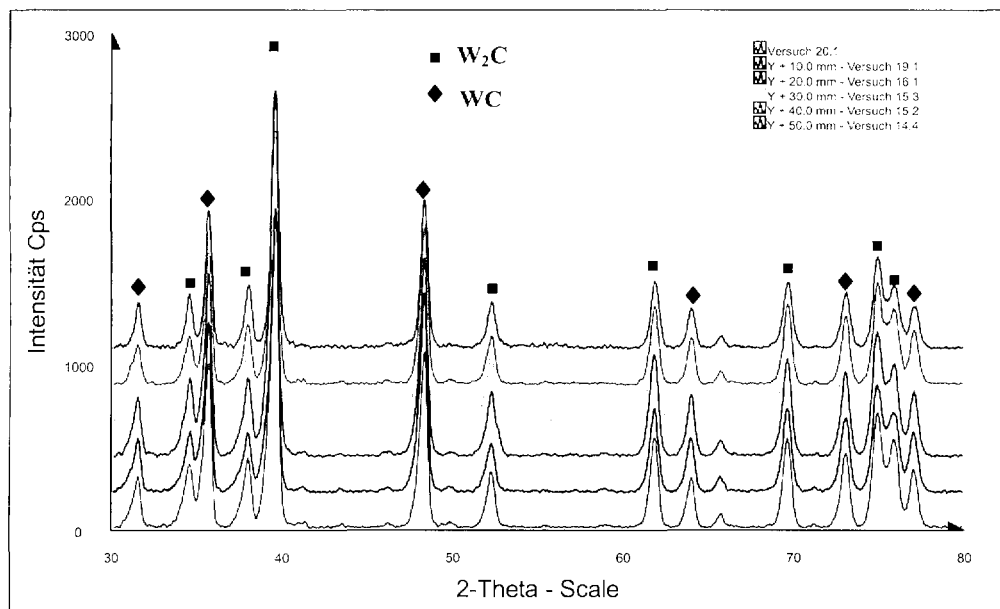


Bild 15: XRD-Diagramme von 6 Versuchsreihen

In einem ersten Testversuch werden die Pulver mittels Hochgeschwindigkeitsflammspritzen (HVOF) mit einer selbstfließenden NiCrBSi-Legierung verspritzt. Bei diesem Spritzprozess treffen die Pulver mit hoher Geschwindigkeit (ca. 400 m/s) auf das Werkstück auf. Die Hartmetallpulver werden in der Flamme nicht aufgeschmolzen, nur das Matrix-Material wird aufgeschmolzen, in das das Hartmetallpulver eingebettet wird. Wie im Bild 16 im Querschliff zu sehen, sind die Pulver unverändert in der Matrix vorhanden.

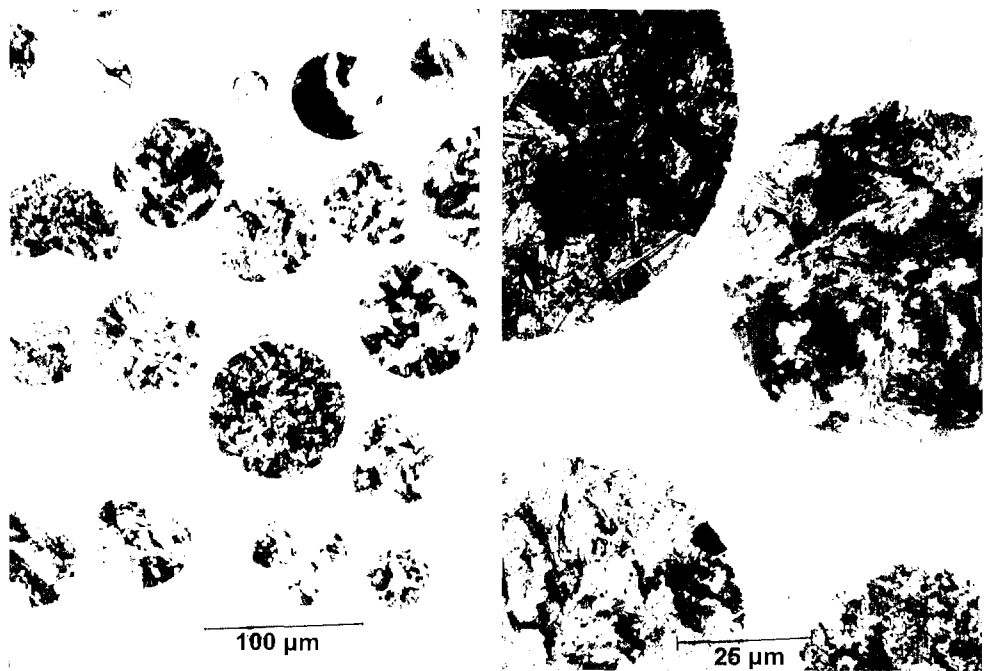


Bild 16: HVOF-Spritzschicht von NiCr-Legierung und Wolframschmelzkarbid

Die sphärische Form der Hartmetallpartikel, die in der zähen Matrix gut verankert ist, garantiert einen hohen Verschleißschutz. Sie unterliegt weniger der Gefahr, bei abrasiver Beanspruchung aus der Matrix herausgerissen zu werden als die spritzige Form, so dass die Schutzwirkung der Schicht längere Zeit erhalten bleibt.

5. Schlußfolgerungen

Das HF-Induktionsplasma zeichnet sich u.a. aus durch Elektrodenfreiheit, ein großes Volumen und die Verwendbarkeit fast aller Gase und Pulverwerkstoffe. Letztere werden axial injiziert und besitzen dadurch eine lange Aufenthaltszeit im Plasmakern mit Temperaturen von über 8000K. Dadurch können Pulver mit Durchmessern über 80 µm auch von hochschmelzenden Stoffen im HF-Induktionsplasma behandelt, sphäroidisiert und / oder verdichtet werden.

Oxidische Pulver lassen sich bei atmosphärischen Bedingungen sphäroidisieren. Das erfordert einen geringeren Aufwand an zusätzlichen Anlagen.

Partikel, die sensibel gegenüber Sauerstoff sind, werden unter Schutzgas oder Inertgas im Reaktor plasmabehandelt. Damit wird bei der Wolframschmelzkarbid-Pulverherstellung der Kohlenstoffabbrand minimiert. So kann bei optimalen Bedingungen der Plasma- und Pulverförderparameter kugeliges Wolframschmelzkarbid in der gewünschten Qualität hergestellt werden.

Die Ergebnisse zeigen, dass die sphäroidisierten Wolframschmelzkarbid-Pulver gut verspritzt werden können. Dies eröffnet ein weites Anwendungsfeld für diese, mit dem HF-Induktionsplasma behandelten Pulver.

Danksagung

Die Arbeiten wurden partiell gefördert von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (Nu 59/ 6) bzw. sind in Zusammenarbeit mit der TRIBO Hartmetall GmbH, Immelborn, durchgeführt worden.

Literatur

1. Weber, Th. F. et al.
DVS-Bericht 175, TS '96; Essen, 1996, 22ff
2. Steine, H.Th.
DVS-Bericht 175, TS '96, Essen, 1996, 29ff
3. Pawlowski, L.
The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings
Wiley&Sons, 1995, Cichester
4. Matejka, D. , Benko, B.
Plasma Spraying of Metallic and Ceramic Materials
Wiley&Sons, 1989, Chichester,

5. A. Notomi et al.:
Proc. of the Int. Thermal Spraying Conference, Orlando 1992,
6. A. Rutscher (Hrsg.):
Wissensspeicher Plasmatechnik
Fachbuchverlag Leipzig, 1983
7. Linke, P.
Diplomarbeit, TU Ilmenau, 2000, Nr. 173-00D-002
8. Hartleb, M.
Diplomarbeit TU Ilmenau, 1995, Nr. 173-95D-
9. Nutsch, G. et al.
Proc. ISPC 14 , Peking, pp 1642 – 1647
10. Nutsch, G. et al.
Proc. 15th Int. Plansee Seminar, paper 185, (ed. G. Kneringer et al., Plan-
see AG, Reutte 2001)
11. R. McPherson
Thin Solid Films 83(1981), 297-310
12. Chraska, P. Dubsy, J., Neufuss, K.
Journal Thermal Spray Techn. **6** (1997), 320-326
13. Beszkoviak, J. et al.
DVS Bericht 175, TS'96, Essen 1996, 68-71
14. Robert, C. et al.
Proc. of the 15th International Thermal Spraying Conference, Nizza,
1999, Vol. 1, pp. 407 ff
15. Chen, H.C., Pfender, E., Dzur, B., Nutsch, G.
Journal Thermal Spray Techn. **9** (2000), 264 – 273
16. Dzur, B., Nutsch, G.
J Thermal Spray Techn. 20001, erscheint demnächst
17. Proulx, P.
Plasma Chemistry and Plasma Processing, Vol 7, No. 1, 1987, pp.29 ff.
18. Zakharian, S.
Diplomarbeit, TU Ilmenau, 1999, Nr. 173-99D-001