

Kurzfassung

Seit einigen Jahren wird am Institut für Experimentalphysik der TU-Graz ein Pulsheizexperiment - auch "Drahtexplosion" genannt - durchgeführt, um thermophysikalische Daten von Metalldrähten zu bestimmen. Die dabei wichtige Temperaturmessung ist nur mittels Pyrometrie möglich. Eine wesentliche Größe der Pyrometrie ist der Emissionsgrad. Um diesen direkt messen zu können, wurde ein μs -DOAP, ein Polarimeter, das ohne bewegliche Teile arbeitet, in den Versuchsaufbau integriert. Das Ziel der Mehrwellenlängenpyrometrie ist es, auch ohne Kenntnis des Emissionsgrades genaue Temperaturmessungen durchführen zu können. Dazu werden in dieser Arbeit einige Methoden beschrieben. Mittels simultaner Messung von zwei Pyrometern während einer Drahtexplosion werden aus dem gemessenen Emissionsgradverlauf bei 684.5 nm die Verläufe bei 902 nm und 1570 nm berechnet. Die untersuchten Materialien sind Eisen, Molybdän und Vanadium.

Abstract

At the Institute of Experimental Physics of TU-Graz an ohmic pulse-heating experiment is used to obtain thermophysical data of metals and alloys at elevated temperatures up to the liquid phase. The temperature-measurement is performed through pyrometry, with the main difficulty of the unknown emissivity. To encounter this problem, a μs -DOAP (Division of Amplitude Photopolarimeter) has been introduced to measure emissivity directly. An other possibility is multi-wavelength pyrometry. The present work explains some of these methods used to obtain true temperatures without knowledge about specimen surface using simultaneous radiation measurements at different wavelengths. Direct measurements at a wavelength of 684.5 nm are used to calculate emissivity-values and -changes with temperature at 902 nm and 1570 nm for the elements iron, molybdenum and vanadium.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	4
1.1	Institut für Experimentalphysik	4
1.2	Mehrwellenlängenpyrometrie	5
1.2.1	Quotientenpyrometer	6
1.2.2	Annahmen über den ϵ -Verlauf	7
1.2.3	„Intervall möglicher Temperaturen“	7
1.2.4	„Zero-Wavelength-Extrapolation“	8
1.3	„High-Speed Pyrometry“	10
2	Grundlagen	11
2.1	„Temperaturstrahlung“	11
2.2	Strahlung des Schwarzen Körpers	12
2.2.1	Kirchhoffsche Gesetze	12
2.2.2	Wiensches Verschiebungsgesetz	13
2.2.3	Plancksches Strahlungsgesetz	14
2.3	Reale Strahler	16
2.4	Pyrometrie	17
3	Experimenteller Aufbau	19
3.1	Das Pulsheizexperiment	19
3.2	Pyrometer	21
3.3	Kalibrierung am Schwarzkörper	26
4	Durchführung und Messergebnisse	29
4.1	Messung	29
4.2	Kalibration am Schwarzkörper	31
4.3	Auswertung	33
4.3.1	Bestimmung der Temperatur	34
4.3.2	Berechnung des Emissionskoeffizienten	34
4.3.3	Anmerkungen	35
4.4	Eisen	36
4.5	Molybdän	38
4.6	Vanadium	40
5	Unsicherheitsanalyse	42
5.1	Verwendete Daten	42
5.2	Kalibration am Schwarzkörper	42
5.3	Messung	43
5.4	Auswertung	43

6	Zusammenfassung	44
6.1	Mehrwellenlängenpyrometrie	44
6.2	Das Experiment	44
6.3	Vergangenheit und Zukunft	45

1 Einleitung

1.1 Institut für Experimentalphysik

Die „Geschichtliche Entwicklung des Experimentes in Graz“ wird detailliert beschrieben in [1]. Diese Ausführungen möchte ich nur kurz zusammenfassen:

„Im Rahmen seiner Diplomarbeit [2] baute Gallob 1979 aus Teilen, die Prof. Jäger aus Kiel mitbrachte, einen schnellen Entladekreis. Die typische Experimentdauer betrug bei dieser Anlage etwa $4 \mu s$. Im Rahmen seiner Dissertation [3] baute Gallob ein Pyrometer, welches bei zwei Wellenlängen (700 nm bzw. 800 nm) arbeitete¹. Mit dieser Anordnung wurde versucht, das Problem, das durch das fehlende Wissen über den Emissionskoeffizienten auftritt, zu umgehen. Um die Stabilität der Drahtprobe bis zum Verdampfen des Metalls zu erhöhen und Entladungen zu vermeiden, konstruierte Pottlacher [4] ein Hochdruck - Entladegefäß, welches von der Firma VEW in Kapfenberg gefertigt wurde. Um größere Messgenauigkeit zu erzielen konstruierte Kaschnitz im Rahmen seiner Dissertation [5] einen neuen Entladekreis mit einer Kapazität der Kondensatoren von $500 \mu F$. Um eine schnellere und genauere Expansionsmessung zu ermöglichen baute Nussbaumer 1993 im Rahmen seiner Diplomarbeit [6] eine Ansteuerung, um Teile eines CCD - Chips in kurzen Zeitabständen zu belichten und danach auszulesen. Die Datenerfassung mittels Speicheroszilloskop wurde 1997 durch zwei Transientenrecorderboards (je zwei Kanäle, 10 MHz Bandbreite, 12 Bit Speichertiefe) ersetzt.“(aus [1]). Um den Emissionskoeffizienten auf experimentelle Weise zu erhalten, wurde von Seifter [1] ein Laserpolarimeter in den Versuchsaufbau integriert. Im Jahr 2000 konnte ein Wärmestromdifferenz - Kalorimeter (Netzsch DSC 404) angeschafft werden, die von Wilthan [7] aufgebaut wurde und zur Zeit betreut wird.

Dieser Aufbau, der jetzt zur „Arbeitsgruppe für Subsecond - Thermophysik“ gehört, ist also ein sehr bewährtes Experiment, das ich in dieser Arbeit benutzen werde², um Emissionsgradverläufe bei verschiedenen Wellenlängen zu berechnen.

¹Aber nicht als Zweifarb-Pyrometer, sondern wie zwei eigenständige Pyrometer.

²In Gedanken an meine Vorgänger sollte ich besser schreiben: benutzen darf.

1.2 Mehrwellenlängenpyrometrie

Aus der Bedienungsanleitung [8] eines Pyrometers, das in seiner Art Stellvertreter ist für viele Pyrometer, wie sie in der Industrie verwendet werden, entnehme ich als kurze Einleitung: „Jeder Körper sendet eine seiner Oberflächentemperatur entsprechende Menge infraroter Strahlung aus. Die Intensität der infraroten Strahlung ändert sich abhängig von der Objekttemperatur. Die ausgesendete (emittierte) Strahlung liegt je nach Material- und Oberflächeneigenschaften in einem Wellenlängenbereich von ca. $1 \dots 20 \mu\text{m}$. Die Intensität der Infrarotstrahlung („Wärmestrahlung“) ist materialabhängig. Für viele Stoffe ist diese materialabhängige Konstante bekannt. Sie wird als „Emissionsgrad“ bezeichnet.

Infrarot-Thermometer sind optoelektronische Sensoren. Diese Sensoren sind in der Lage, „Wärmestrahlung“ zu empfangen. Infrarot-Thermometer bestehen aus einer Linse, einem Spektralfilter, einem Sensor und einer elektronischen Signalverarbeitungseinheit.

Das Spektralfilter hat die Aufgabe, den interessierenden Wellenlängenbereich zu selektieren. Der Sensor wandelt die Infrarotstrahlung in elektrische Parameter um. Die nachgeschaltete Elektronik erzeugt auswertbare elektrische Signale. Da die Intensität der ausgestrahlten Infrarotstrahlung materialabhängig ist, kann der typische Emissionsgrad des Materials am Messwertempfänger eingestellt werden.

Der größte Vorteil der Infrarot-Thermometer ist die berührungslose Messung. Dadurch ist die Oberflächentemperatur sich bewegender oder schwer zu erreichender Messobjekte problemlos messbar.

Eine Grenze für den Einsatz von Infrarot-Thermometern besteht dort, wo das Messobjekt teilweise verdeckt wird. Das ist bei Fertigungsprozessen mit starker Staub- oder Nebelbildung fast immer der Fall.

Eine weitere Grenze stellen Messobjekte dar, die das „Sichtfeld“ eines Infrarot-Thermometers nicht vollständig ausfüllen. Die Messung der Temperatur eines Drahtes ist mit einfachen Infrarot-Thermometern nicht möglich.“ [8] Die Pyrometer am Institut sind gerade für Messungen an Drähten gebaut worden. Und sie als einfach zu bezeichnen, wäre beinahe eine Beleidigung.

Schon in dieser kurzen Beschreibung stößt man auf ein grosses Problem der Temperaturmessung durch Pyrometrie: den Emissionsgrad. Ist der Emissionsgrad der untersuchten Oberfläche unbekannt, so liefert die einfache Pyrometrie keine guten Temperaturwerte. Um dieses Problem zu beseitigen, wurden verschiedenste Verfahren entwickelt. Eines davon ist die Mehrwellenlängenpyrometrie.

Das oben beschriebene Pyrometer arbeitet bei zwei Wellenlängen und wir lesen weiter im Text: „Zweifarb-Infrarot-Thermometer ermöglichen die genaue Temperaturmessung auch unter folgenden Bedingungen:

- Das Messfeld ist teilweise verdeckt oder abgeschattet.

- Der zu messende Bereich ist kleiner als das vom Sensor erfasste Messfeld.
- Die Emissionswerte sind niedrig und/oder variieren (mit gleichem Faktor) für beide Wellenlängenbereiche.

Zweifarb-Infrarot-Thermometer (auch Quotienten-Pyrometer genannt) ermöglichen genaue und reproduzierbare Temperaturmessungen, die unabhängig von der absolut ausgestrahlten Wärmeenergie des Messobjekts sind. Das Zweifarb-Thermometer ermittelt die Temperatur aus dem Verhältnis der in jeweils zwei Wellenlängenbereichen ausgestrahlten Energiemenge. Von großem Vorteil ist außerdem, dass ein Zweifarb-Thermometer hinsichtlich seiner Montage weitgehend unkritisch hinsichtlich der tatsächlichen Messfleckgröße und Messentfernung ist.“ [8]

Die Verwendung von Quotientenpyrometern könnte man als *klassische Mehrwellenlängenpyrometrie* bezeichnen. Es gibt aber noch viele weitere Methoden, um aus der Messung bei verschiedenen Wellenlängen Information zu gewinnen. Sie sollen nun kurz beschrieben werden.

1.2.1 Quotientenpyrometer

Die auftauchenden Formeln werden beschrieben im Abschnitt Grundlagen. Die Begründung ihrer expliziten Form ist an dieser Stelle zum Verständnis der Methoden nicht notwendig.

Die Strahldichte L einer Oberfläche ergibt sich aus:

$$L_{\lambda}(\lambda, T) = \epsilon(\lambda) \cdot \frac{c_1}{\pi \cdot \lambda^5} \cdot \frac{1}{e^{\frac{c_2}{\lambda \cdot T}} - 1} \quad (1)$$

Mit $\epsilon(\lambda)$ = spektraler Emissionsgrad, $c_1 = (3,7415 \pm 0,0003) \cdot 10^{-12} \text{ W cm}^2$, $c_2 = (1,43879 \pm 0,00019) \text{ cmK}$, λ = Wellenlänge, T = Temperatur.

Nun bildet man den Quotienten Q aus zwei Strahldichten bei verschiedenen Wellenlängen λ_1 und λ_2 :

$$Q = \frac{\epsilon(\lambda_1)}{\epsilon(\lambda_2)} \cdot \frac{\lambda_2^5}{\lambda_1^5} \cdot \frac{e^{\frac{c_2}{\lambda_2 \cdot T}} - 1}{e^{\frac{c_2}{\lambda_1 \cdot T}} - 1} \quad (2)$$

Trifft man nun die Annahme, dass ϵ für beide Wellenlängen gleich ist, so kann man kürzen und es bleibt nur mehr ein Ausdruck abhängig von der Temperatur übrig, $Q = Q(T)$. Diese Abhängigkeit kann man zum Beispiel aus einer Kalibration am Schwarzkörper erhalten. Nun kann man Temperaturen messen, ohne den Emissionsgrad ϵ zu kennen.

Dass es aber auch nicht so leicht ist, zeigen folgende Überlegungen: Der Emissionsgrad ist nicht immer für alle Wellenlängen gleich! Damit er aber möglichst gleich wird, sollten die beiden gemessenen Wellenlängen möglichst nahe beieinander liegen. Liegen sie aber zu eng, so wird die Abhängigkeit

von T immer kleiner, und eine kleine Messunsicherheit in Q ergibt starke Unsicherheiten in der berechneten Temperatur.

Derartige Pyrometer bewähren sich also bei Messungen an Materialien, deren Emissionsgrad nicht stark von der Wellenlänge abhängt, im Speziellen also Graue Körper. Ändert sich der Emissionsgrad mit der Wellenlänge, so macht man folgenden Fehler (siehe [9]):

$$\frac{\Delta Q}{Q} = \frac{\epsilon_1 - \epsilon_2}{\epsilon_2} \quad (3)$$

1.2.2 Annahmen über den ϵ -Verlauf

Es wird mit mehreren Pyrometern bei verschiedenen Wellenlängen gemessen. Benutzt man die Wiensche Näherung (siehe Grundlagen, Gleichung 23), so erhält man jedes Pyrometersignal S_i aus:

$$S_i = k_i \epsilon_i \lambda_i^{-5} \exp\left(-\frac{c_2}{\lambda_i T}\right). \quad (4)$$

Dabei ist ϵ_i der Emissionsgrad bei der jeweiligen Wellenlänge λ_i und k_i eine Kalibrationskonstante, die für jedes Pyrometer vorher, etwa durch Kalibration am Schwarzkörper, bestimmt werden muss.

Bei n Pyrometern erhält man also n Gleichungen mit $n+1$ Unbekannten. Trifft man nun Annahmen über den Verlauf der n Emissionsgrade, die höchstens $n-1$ Parameter enthalten, etwa ϵ als Polynom vom Grad $m \leq n-2$ darzustellen

$$\epsilon(\lambda) = \sum_{j=0}^{j=m} a_j \cdot \lambda_j, \quad (5)$$

so ist das Gleichungssystem wieder lösbar³. Eine Aussage, wie genau das Ergebnis ist, ist allerdings nicht möglich. Selbst wenn die eigentliche Messung absolut fehlerfrei ist, so ergeben sich Fehler in der Berechnung der Temperatur aus dem Unterschied zwischen angenommenem und wahren ϵ -Verlauf.

Ohne jedes „Vorwissen“ über ϵ sind die Ergebnisse dieser Methode schlechter als Ergebnisse „einfacher“ Pyrometer (siehe [10], [11] und [12]).

Dennoch lassen sich aus Messungen bei mehreren Wellenlängen brauchbare Aussagen gewinnen, wie die folgenden Methoden zeigen.

1.2.3 „Intervall möglicher Temperaturen“

Wieder wird mit n Pyrometern gemessen und man erhält n Gleichungen vom Typ (4). Würde man die Temperatur kennen, so könnte man die ϵ_i berechnen. Macht man dies mit einer Reihe hypothetischer Temperaturen, so erhält man mehrere ϵ -Verläufe (siehe Abbildung 1).

³Genaugenommen logarithmiert man alle Gleichungen, um sich von den Exponentialfunktionen zu befreien und macht dann Annahmen über den Logarithmus des ϵ -Verlaufs.

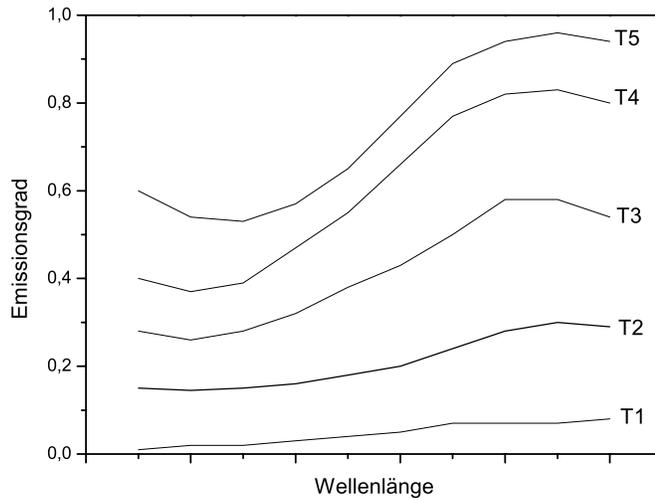


Abbildung 1: Erlaubte Lösungen zur Mehrwellenmessung.

Von diesen Lösungen kann man alle ausschließen, bei denen sich ein Emissionsgrad größer als eins oder kleiner als null ergibt, oder auch $0.02 < \epsilon < 0.99$. Wie aus der Abbildung zu sehen ist, kennt man nun eine obere und eine untere Grenztemperatur - ein „Intervall möglicher Temperaturen“. Dieses wird um so schmaler - die Aussage umso genauer - , je mehr sich ϵ mit der Wellenlänge ändert. Es würde bei dieser Methode also Sinn machen, bei den Wellenlängen zu messen, bei denen die Wellenlängenabhängigkeit von ϵ am größten ist [12].

Diese Methode liefert auch Aussagen, wie genau ein Ergebnis ist, oder besser: sie liefert Fehlergrenzen.

1.2.4 „Zero-Wavelength-Extrapolation“

Wird ein klassisches Einwellenlängenpyrometer am Schwarzkörper kalibriert, so misst man damit später reale Körper mit Emissionsgrad ~ 1 richtig und bei anderen Körpern misst man eine hypothetische Strahlungstemperatur T_r . Der Zusammenhang lautet:

$$\frac{1}{T_r} = \frac{1}{T} - \frac{\lambda}{c_2} \ln \epsilon. \quad (6)$$

Mit T der (wahren) Temperatur, und ϵ dem Emissionsgrad.

Da ϵ zwischen null und eins liegt, ist die gemessene Strahlungstemperatur stets kleiner als die wahre Temperatur. Der zweite Term auf der rechten

Seite zeigt den „Emissionsgradfehler“. Man erkennt, dass dieser Fehler mit kleineren Wellenlängen immer kleiner wird [13].

Hier läßt sich die Mehrwellenlängenpyrometrie praktisch einsetzen: Aus den gemessenen Strahlungstemperaturen bei verschiedenen Wellenlängen berechnet man einen Extrapolationswert für $\lambda = 0$. Dieser entspricht der wahren Temperatur der Probe.

Diese Methode bietet eine einfache und transparente Möglichkeit, durch Mehrwellenlängenpyrometrie die wahre Temperatur zu bestimmen. Die Genauigkeit ist nicht schlechter als bei den Methoden mit größerem mathematischen Aufwand [14].

1.3 „High-Speed Pyrometry“

Ernste Forschung auf dem Gebiet der High-Speed Pyrometrie begann in den frühen Sechzigerjahren. Am NIST begann die Entwicklung eines Millisekunden-Pyrometers 1963.

Eine grundlegende Forderung in der High-Speed Pyrometrie ist die Verfügbarkeit von genügend Photonen. Dies wird einerseits erreicht durch große Linsen mit geringer Brennweite, die viel Licht einsammeln, und andererseits durch qualitativ hochwertige optische Bauteile, die wenig Verluste bei der Transmission verursachen.

Die ersten Hochgeschwindigkeitspyrometer benutzten Photomultiplier. Vorteile in Herstellung und Operationscharakteristik, wie Stabilität, Linearität, Signal/Rausch-Verhältnis, machten ab 1970 die Siliziumdioden zum bevorzugten Detektor. Diese arbeiten im Wellenlängenbereich 500 nm - 1000 nm (bevorzugt ~ 900 nm).

Wenn über einen großen Temperaturbereich gemessen wird, so ändert sich das Spannungssignal um mehrere Größenordnungen. Um dies in einem Experiment abdecken zu können, wurden am NIST drei Verstärker in Serie geschaltet, die sich bei Erreichen eines bestimmten Spannungssignales selbst ausklinken. Am IMGC (Istituto di Metrologia „G. Colonnetti“) wird die programmierbare Verstärkung (1, 2, 5, ..., 1000) mit einer geeigneten Software gesteuert.

Um optimale Arbeitsweise zu erreichen, ist nicht nur ein gutes Pyrometer, sondern auch die richtige Datenverarbeitung notwendig. Die verwendeten Instrumente arbeiten üblicherweise mit 12- bis 16-bit Speichertiefe, bei einer Bandbreite von 10 kHz bis 10 MHz. Entweder als eigenes Gerät, oder als Karten für PCs.

Es ist zu erwarten, dass sich die intensive Forschung im Bereich der Optoelektronik positiv auf die High-Speed Pyrometrie auswirkt. Beispielsweise könnten Arraydetektoren Anwendung finden zur Messung bei einer großen Zahl verschiedener Wellenlängen oder um ganze Bereiche einer Oberfläche, deren Temperatur sich zeitlich ändert, abzubilden. Neue empfindlichere Detektoren könnten die High-Speed Pyrometrie ausdehnen auf Temperaturen unterhalb 1000 K.

Ein noch zu lösendes Problem ist das fehlende Wissen über den Emissionsgrades. Zur Zeit scheint es, als ob monochromatische Pyrometrie mit simultaner Messung des Emissionsgrades die beste Methode sei, genaue Temperaturen zu bestimmen (nach [15]).

2 Grundlagen

2.1 „Temperaturstrahlung“

Jeder Körper der eine Temperatur oberhalb des absoluten Nullpunktes besitzt, emittiert Energie in Form elektromagnetischer Strahlung. „Der als Emission bezeichnete Akt der Strahlungsentstehung findet in materiellen Volumenelementen statt und entzieht sich im allgemeinen der Beobachtung.“[16]

Ein eher populistischer Einschub: Keiner würde bezweifeln, dass eine heiße Herdplatte Energie abstrahlt. Sitzt man aber vor einer kalten Wand, so hat man eher das Gefühl, dass diese Wand Energie „absaugt“. Tatsächlich strahlt aber auch diese Wand Energie ab. Befindet sich allerdings die Umgebung vor der Wand auf höherer Temperatur, so strahlt diese mehr Energie ab und es entsteht ein Energietransport von der Umgebung zur kalten Wand. „Die von der Oberfläche eines Temperaturstrahlers in der Zeiteinheit ausgestrahlte Energie heißt *Strahlungsfluss* oder *Strahlungsleistung* und wird mit Φ bezeichnet, ihre Einheit ist W.“[16]

Ist man aber an der Strahlungsleistung eines Flächenelementes dA dieses Temperaturstrahlers interessiert, die unter einem bestimmten Winkel θ zur Flächennormalen in einen Raumwinkel Ω abgestrahlt wird, so erhält man die *Strahldichte* L . Sie ist die Größe, die integriert über alle Raumwinkel und alle Winkel zur Flächennormalen die Strahlungsleistung ergibt, also:

$$d^2\Phi = L \cdot dA \cdot \cos\theta \cdot d\Omega \quad (7)$$

Die Einheit der Strahlungsleistung ist W/m^2 .

Die *spektrale Strahldichte* L_λ entspricht der Strahldichte bei einer bestimmten Wellenlänge λ . Integriert über alle Wellenlängen ergibt sich wieder die Strahldichte:

$$L = \int_0^\infty L_\lambda \cdot d\lambda \quad (8)$$

Die spektrale Strahldichte ist die Größe, die in dieser Arbeit mit Pyrometern gemessen werden soll. Die Selektion einer bestimmten Wellenlänge⁴ geschieht durch dielektrische Filter. Damit sind einige Schwierigkeiten verbunden, deren Behandlung uns bereits mitten in die Pyrometrie leiten würde. Ich möchte aber zuerst noch einige weitere Grundlagen abhandeln, bevor wir uns diesem zentralen Thema widmen.

⁴Die Pyrometer am Institut arbeiten bei den Wellenlängen 650 nm, 902 nm und 1570 nm.

2.2 Strahlung des Schwarzen Körpers

Auch diesen Abschnitt möchte ich mit einem populistischen Beispiel beginnen: Es handelt sich dabei um einen Freihandversuch, den ich immer wieder zeige, wenn ich zum Thema meiner Arbeit gefragt werde. Man stelle sich eine neue beschichtete Pfanne vor, die unten blank spiegelnd ist und oben eine schwarze Oberfläche hat. Diese Pfanne wird nun aufgeheizt. Unter der Annahme, dass nach gewisser Zeit die ganze Pfanne oben und unten die gleiche Temperatur hat, wird nun die zarte Gesichtshaut als Strahlungsdetektor verwendet. Eindrucksvoll stellt man fest, dass man die heiße Pfanne mit der blanken Oberfläche bedenklich nahe ans Gesicht halten muss, bis man die Wärmestrahlung spürt, während man an der beschichteten Oberfläche die Strahlung wahrnimmt, wie man es von einer heißen Pfanne erwarten würde. Es gibt also Oberflächen, die bei der gleichen Temperatur mehr Strahlung emittieren als andere. Der (hypothetische) Körper, der bei einer Temperatur die meiste Strahlung emittiert, wird Schwarzer Körper genannt. Am nächsten kommen diesem Körper die sogenannten Hohlraumstrahler. Sie bestehen aus einem Kasten mit strahlungsundurchlässigen Wänden, aus dem durch ein Loch Hohlraumstrahlung austreten kann.

2.2.1 Kirchhoffsche Gesetze

Zur Strahlung der Schwarzen Körper hat Kirchhoff [17] wichtige Gesetze aufgestellt. Beispielsweise hängt die spektrale Strahldichte eines Schwarzen Körpers nicht von der Beschaffenheit der Wände ab. Ein Gedankenexperiment liefert den Beweis: Würde sich die Strahldichte je nach Wandmaterial ändern, so könnte man zwei Schwarze Körper gleicher Temperatur gegenüberstellen, und aus dem einen würde mehr Strahlung emittiert werden als aus dem anderen. Es würde also ein Energietransport entstehen, der den einen Schwarzen Körper aufheizen, und den anderen abkühlen würde, was aber dem zweiten Hauptsatz der Wärmelehre widerspricht⁵.

Trifft nun eine bestimmte spektrale Strahldichte $L_{\lambda,S}$ (S für Schwarzkörper) auf eine Wand, so wird der Bruchteil $\alpha(\lambda)$ absorbiert und der Bruchteil $\rho(\lambda)$ reflektiert. $\alpha(\lambda)$ und $\rho(\lambda)$ heißen *spektraler Absorptionsgrad* und *spektraler Reflexionsgrad*. Da die Wand als lichtundurchlässig vorausgesetzt wird gilt:

$$\alpha(\lambda) + \rho(\lambda) = 1. \quad (9)$$

Zur Erhaltung des Gleichgewichts im Hohlraum, muss die absorbierte Energie von der Wand wieder als Wärmestrahlung emittiert werden. Die der auftreffenden Strahldichte entgegengerichtete ist also:

$$L_{\lambda}(\lambda, T) = \alpha(\lambda) \cdot L_{\lambda,S}(\lambda, T) \quad (10)$$

⁵Eine mögliche Formulierung dieses 2. Hauptsatzes: Wärme fließt von selbst nur vom wärmeren zum kälteren Körper und niemals umgekehrt.

Dies ist der zweite Kirchhoffsche Satz. Da α immer kleiner als eins ist, emittieren reale Oberflächen stets weniger Strahlung als ein Schwarzer Körper gleicher Temperatur. Führt man folgend dieser Überlegung noch den *spektralen Emissionsgrad* $\epsilon(\lambda)$ ein:

$$\epsilon(\lambda) = \alpha(\lambda) \quad (11)$$

so erhält man den Kirchhoffschen Satz in der Form:

$$L_\lambda(\lambda, T) = \epsilon(\lambda) \cdot L_{\lambda,S}(\lambda, T) \quad (12)$$

(nach [16]). Dieser Emissionsgrad oder auch Emissionskoeffizient ist integraler Bestandteil dieser Arbeit.

2.2.2 Wiensches Verschiebungsgesetz

„Die spektrale Strahldichte des Schwarzen Körpers war bei Kirchhoff eine noch unbekannte Funktion von Temperatur und Wellenlänge. Einen Schritt weiter führte ein Gedankenversuch von W. Wien [18] (1893). Er betrachtete einen Hohlraum, der von nicht absorbierenden, diffus reflektierenden Wänden und der Oberfläche eines beweglichen Kolbens mit absolut spiegelnder Kolbenfläche umgeben war. Die in diesem Raum enthaltene Schwarze Strahlung kann durch Bewegung des Kolbens adiabatisch komprimiert oder dilatiert werden, ohne ihren Charakter als Schwarze Strahlung zu verlieren. Da Absorptionen und Emissionen nicht vorkommen, lassen sich die Farb- und Energieänderungen berechnen, die an den monochromatischen Strahlenbündeln bei der Reflexion am bewegten Spiegel unter Berücksichtigung des Dopplereffekts und des Strahlungsdrucks auftreten. Die Rechnung liefert für die spektrale Strahldichte

$$L_{\lambda,S}(\lambda, T) = \frac{c^2}{\lambda^5 \Omega_0} \cdot F\left(\frac{\lambda T}{c}\right). \quad (13)$$

c bedeutet die Lichtgeschwindigkeit und Ω_0 die Raumwinkelkonstante vom Zahlenwert 1 sr.

Das „Wiensche Verschiebungsgesetz“ führt die spektrale Strahldichte des Schwarzen Körpers auf eine unbekannte Funktion F einer einzigen Veränderlichen $F\left(\frac{\lambda T}{c}\right)$ zurück.

Aus Gl. (13) lassen sich eine Reihe wichtiger Folgerungen ziehen. Da $L_{\lambda,S}(\lambda, T)$ für $\lambda = 0$ und für $\lambda = \infty$ verschwindet, muss die spektrale Strahldichte für jede Temperatur T ein Maximum haben, das sich errechnet aus $\frac{\partial}{\partial \lambda} L_{\lambda,S}(\lambda, T) = 0$ oder aus

$$\frac{\lambda T}{c} \cdot F'\left(\frac{\lambda T}{c}\right) - 5 \cdot F\left(\frac{\lambda T}{c}\right) = 0. \quad (14)$$

Die Lösung dieser Gleichung führt auf einen konstanten Wert für $\frac{\lambda T}{c}$. Für die zum Maximum der spektralen Strahldichte gehörende Wellenlänge $\lambda = \lambda_m$ gilt die Beziehung

$$\lambda_m \cdot T = b = konst. \quad (15)$$

Diese Wellenlänge verschiebt sich bei Temperaturerhöhung nach kürzeren Wellenlängen. Das Strahldichtemaximum selbst ist proportional zu T^5 entsprechend der Beziehung

$$L_{\lambda,S}(\lambda_m, T) = \frac{c^2}{\Omega_0 b^5} \cdot F\left(\frac{b}{c}\right) \cdot T^5. \quad (16)$$

... Die Integration der Gl. (13) nach λ liefert, wenn man noch die Variable $x = \frac{\lambda T}{c}$ einführt, das Stefan-Boltzmannsche Gesetz. [16]

$$M_S(T) = \pi \cdot \Omega_0 \cdot \int_0^\infty L_{\lambda,S}(\lambda, T) \cdot d\lambda = \frac{\pi}{c^2} \cdot \int_0^\infty \frac{F(x)}{x^5} \cdot dx \cdot T^4 = \sigma \cdot T^4. \quad (17)$$

Mit M der spezifischen Ausstrahlung und σ der Stefan-Boltzmann Konstante.

2.2.3 Plancksches Strahlungsgesetz

Die Ausführungen in diesen Abschnitten sind nicht unbedingt notwendig zum Verständnis dieser Arbeit. Sie sollen vielmehr den geschichtlichen Gehalt hinter diesen Formeln zum Ausdruck bringen. Wir fahren also fort:

„Um den expliziten Ausdruck der Funktion F im Wienschen Verschiebungsgesetz übereinstimmend mit den Beobachtungen angeben zu können, musste noch ein weiterer Weg zurückgelegt werden, der durch das Wort Quantentheorie gekennzeichnet ist. Zunächst fand F. Paschen [19] auf empirischem Wege eine Strahlungsformel, die seine Messungen befriedigend darstellte. Sie enthielt 3 Konstanten, c_1, α, c_2 , und lautete

$$L_{\lambda,S}(\lambda, T) = \frac{c_1}{\pi \Omega_0} \cdot \lambda^{-\alpha} \cdot e^{-\frac{c_2}{\lambda T}}. \quad (18)$$

Aus molekularkinetischen Betrachtungen leitete W. Wien eine Formel ab, die mit der vorstehenden übereinstimmte, wenn man $\alpha = 5$ setzte:

$$L_{\lambda,S}(\lambda, T) = \frac{c_1}{\pi \Omega_0} \cdot \lambda^{-5} \cdot e^{-\frac{c_2}{\lambda T}}. \quad (19)$$

Gegen die Ableitung der Wienschen Formel hatten O. Lummer und E. Pringsheim Einwände erhoben.

Klassische Mechanik und Elektrodynamik sowie klassische Statistik führten zu der Strahlungsgleichung

$$L_{\lambda,S}(\lambda T) = \frac{2ckT}{\Omega_0 \lambda^4}, \quad (20)$$

die zuerst von Lord Rayleigh 1900 angegeben und später von J. H. Jeans auf breiter Basis abgeleitet wurde; k bedeutet die Boltzmannsche Konstante. Die Rayleighsche Formel widerspricht dem Stefan-Boltzmannschen Gesetz und führt zur sogenannten *Ultraviolett Katastrophe*, da sie fordert, dass die Strahldichte für $\lambda = 0$ unendlich groß sein muss.

M. Planck hat zunächst die Strahlungsgesetze von Wien und Rayleigh in einer gelungenen Interpolationsformel vereinigt, wodurch Übereinstimmung mit den Beobachtungen erzielt wurde. Die nachfolgende theoretische Begründung brachte die Einführung des Planckschen Wirkungsquantums h und stellte die Strahlungstheorie auf eine neue Grundlage.

In einem von einer wärmeundurchlässigen Hülle abgeschlossenen Hohlraum mit absorbierenden und emittierenden Körpern bildet sich unabhängig von der chemischen Natur dieser Körper die Gleichgewichtsstrahlung aus. Da die mit der Strahlung in Wechselwirkung stehenden Substanzen in weitem Umfang willkürlich wählbar sind, dürfen sie durch möglichst einfach gebaute Gebilde - ideale Oszillatoren - ersetzt werden. Planck untersuchte zunächst unabhängig von der Strahlung die Verteilung der Energie in dem Oszillatorensystem beim thermodynamischen Gleichgewicht. Im Gegensatz zu den Vorstellungen der klassischen Physik machte er die Annahme, dass die Energie E eines Oszillators der Schwingungszahl ν nur ganzzahlige Vielfache n von $h\nu$ betragen kann:

$$E = n \cdot h\nu. \quad (21)$$

Wenn sich die Oszillatoren in Wechselwirkung mit der Strahlung des Hohlraums befinden und sich jetzt für die Oszillatoren der gleiche stationäre Zustand einstellt, der vorher thermodynamisch abgeleitet war, dann hat die Strahlung die Eigenschaften der Schwarzen Strahlung und besitzt die „normale Energieverteilung“.

Auf diesem Wege erhielt M. Planck für die auf das Vakuum bezogene spektrale Strahldichte $L_{\lambda,S}(\lambda, T)$ eines unpolarisierten Strahlenbündels im Schwarzen Körper der Temperatur T

$$L_{\lambda,S}(\lambda, T) = \frac{c_1}{\pi\Omega_0} \cdot \lambda^{-5} \cdot \left(e^{\frac{c_2}{\lambda T}} - 1 \right)^{-1} \quad (22)$$

mit den Konstanten $c_1 = 2 \cdot \pi \cdot c^2 \cdot h = (3,7415 \pm 0,0003) \cdot 10^{-12} \text{ Wcm}^2$, $c_2 = \frac{ch}{k} = (1,43879 \pm 0,00019) \text{ cmK}$ (international festgelegter Wert: $c_2 = 1,4388 \text{ cmK}$; $c =$ Lichtgeschwindigkeit im Vakuum, $h =$ Plancksches Wirkungsquantum, $k =$ Boltzmannsche Konstante, $\Omega_0 = 1 \text{ sr}$).“[16]

Mit dieser Gleichung 22 haben wir nun endlich die berühmte Plancksche Strahlungsformel erreicht, die heute Grundlage der gesamten Pyrometrie ist. Abbildung 2 zeigt die charakteristische Form. Häufig verwendet man aber der Einfachheit halber die Wiensche Näherung [21]: Im Bereich kleiner

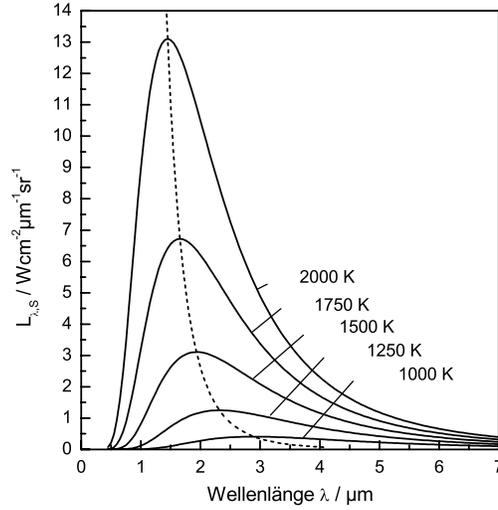


Abbildung 2: Strahldichte als Funktion der Wellenlänge für verschiedene Temperaturen; strichlierte Linie: Maximum der Strahldichte nach Gleichung 15; gezeichnet von [20].

Wellenlängen ($\frac{c_2}{\lambda T} \gg 1$) gilt:

$$e^{\frac{c_2}{\lambda T}} - 1 \approx e^{\frac{c_2}{\lambda T}} \quad (23)$$

Im Bereich großer Wellenlängen ($\frac{c_2}{\lambda T} \ll 1$) gilt die Näherung von Reyleigh-Jeans:

$$e^{\frac{c_2}{\lambda T}} - 1 = 1 + \left(\frac{c_2}{\lambda T}\right) + \frac{1}{2} \cdot \left(\frac{c_2}{\lambda T}\right)^2 + \dots - 1 \approx \frac{c_2}{\lambda T} \quad (24)$$

2.3 Reale Strahler

Für reale Strahler gilt die Plancksche Strahlungsformel nicht, denn sie emittieren stets weniger Strahlung als der Schwarze Körper. Dies lässt sich ausdrücken durch den *spektralen Emissionsgrad* $\epsilon(\lambda)$:

$$\epsilon(\lambda) = \frac{L_\lambda}{L_{\lambda,S}} \quad (25)$$

Ein realer Strahler, dessen Emissionsgrad für alle Wellenlängen gleich ist, heißt Grauer Strahler. Bei vielen Materialien ist allerdings der Emissionsgrad abhängig von der Wellenlänge und der Temperatur. Eine Temperaturbestimmung aus der Messung der Strahldichte alleine ist somit nicht mehr möglich. „Man kann aber als Hilfsgröße die *Schwarze Temperatur* oder *Strahlungstemperatur* $T_r(\lambda)$ definieren. Diese *Pseudotemperatur* ist definiert als

die Temperatur, die ein Schwarzer Strahler haben müsste, um bei der gegebenen Beobachtungswellenlänge λ die gleiche Strahldichte zu emittieren, wie der betrachtete reale Strahler. Die Definitionsgleichung lautet:

$$L_\lambda(\lambda, T) = L_{\lambda, S}(\lambda, T_r(\lambda)) \quad (26)$$

bzw. wenn man in obige Gleichung das Plancksche Gesetz aus Gleichung 22 einsetzt, so erhält man folgende Darstellung für die zur Schwarzen Temperatur gehörende Strahldichte $L_{\lambda, S}(\lambda, T_r(\lambda))$:

$$L_{\lambda, S}(\lambda, T_r(\lambda)) = \frac{c_1}{\pi \lambda^5} \cdot \frac{1}{e^{\frac{c_2}{\lambda T_r(\lambda)}} - 1} \quad (27)$$

Hieraus liefert das Kirchhoffsche Gesetz Gleichung 10 in Verbindung mit der Planckschen Formel folgende Beziehung zwischen Wahrer und Schwarzer Temperatur:

$$\frac{1}{T_r(\lambda)} = \frac{1}{T} - \frac{\lambda}{c_2} \cdot \ln \alpha(\lambda, T) - \frac{\lambda}{c_2} \cdot \ln \left(\frac{1 - e^{-\frac{c_2}{\lambda T_r(\lambda)}}}{1 - e^{-\frac{c_2}{\lambda T}}} \right) \quad (28)$$

Das letzte Glied auf der rechten Seite verschwindet, falls die spektralen Strahldichten durch die Wiensche Näherung ausgedrückt werden dürfen⁶, ... Mit dieser Annahme und der Definition des spektralen Emissionskoeffizienten aus Gleichung 25 vereinfacht sich Gleichung 28 wesentlich und nimmt folgende Gestalt an, wenn noch nach der Wahren Temperatur aufgelöst wird:

$$\frac{1}{T} = \frac{1}{T_r(\lambda)} + \frac{\lambda}{c_2} \cdot \ln \epsilon(\lambda, T) \quad (29)$$

Wegen $\epsilon(\lambda, T) < 1$ ist die Schwarze Temperatur $T_r(\lambda)$ stets niedriger als die Wahre Temperatur des realen Strahlers. Gleichung 29 gestattet nun die Bestimmung der Wahren Temperatur eines realen Strahlers mit Hilfe der Strahlungstemperatur und des spektralen Emissionsgrades“ [20] Dies ist genau, was im Zuge dieser Arbeit gemacht wird.

Ein Pyrometer liefert allerdings zu allererst nur eine Spannung. Wie man daraus zur Strahlungstemperatur kommt, zeigt der folgende Abschnitt.

2.4 Pyrometrie

Die verwendeten Pyrometer sind Strahldichtepyrometer, sie liefern also je nach Strahldichte ein Spannungssignal $S(T)$. Dieses Signal hängt natürlich auch vom optischen Aufbau ab, dem Transmissionsverhalten aller Teile im

⁶Die Bedingung hierfür lautet: $\lambda \cdot T < \lambda_m \cdot T$; das trifft bis auf eine Abweichung von 0.1 % bei der häufig verwendeten Wellenlänge $\lambda = 650 \text{ nm}$ für Temperaturen bis 3200 K zu [16].

Strahlengang (Fenster, Linsen, Lichtleiter) und der Detektorempfindlichkeit. Dies läßt sich in folgender Form schreiben:

$$S(T) = Ge \cdot \int_{\lambda=0}^{\infty} \tau_{ges}(\lambda) \cdot r(\lambda) \cdot L_{\lambda,S}(\lambda, T) \cdot d\lambda \quad (30)$$

Mit Ge = Geometriefaktor, τ = Transmissionsfaktor, r = Detektorempfindlichkeit, $L_{\lambda,S}$ = Strahldichte des Schwarzen Körpers. Für nicht schwarze Körper muss noch der Emissionsgrad eingefügt werden. Für graue Körper könnte man ihn wie Ge vors Integral ziehen, da diese Größen nicht von der Wellenlänge abhängig sind.

Nimmt man nun an, dass die verwendeten Interferenzfilter wirklich nur eine Wellenlänge λ_{IF} durchließen, so ergibt sich:

$$S_{\lambda_{IF}}(T) = Ge \cdot \tau_{ges}(\lambda_{IF}) \cdot r(\lambda_{IF}) \cdot L_{\lambda,S}(\lambda_{IF}, T) \quad (31)$$

Fasst man alle Konstanten in dieser Gleichung zu einer *Pyrometerkonstante* K zusammen, so ergibt sich die Pyrometergleichung:

$$S(T) = \frac{K}{e^{\frac{c_2}{\lambda_{IF}T}} - 1} \quad (32)$$

Löst man diese Gleichung nach T auf, so erhält man zu einem bestimmten Pyrometersignal $S(T)$ die Strahlungstemperatur T_r :

$$T_r(t) = \frac{c_2}{\lambda \cdot \ln\left(\frac{K}{S(t)} + 1\right)} \quad (33)$$

Nun sind aber die Interferenzfilter nicht unendlich schmal. Dies wird auch gar nicht versucht, denn je schmaler das durchgelassenen Wellenlängenband ist, desto geringer wird auch die detektierte Intensität und die Empfindlichkeit des Pyrometers nimmt ab. Auch ist K keine echte Konstante, sondern hängt von der Temperatur ab $K = K(T)$.

Möglichkeiten zur Bestimmung von K sind die Kalibration am Schwarzkörper, oder die Kalibration am Schmelzplateau. Dabei wird bei bekannter Schmelztemperatur und bekanntem Emissionsgrad am Schmelzen dem Pyrometersignal $S(T_m)$ eine Strahlungstemperatur T_r zugewiesen und daraus die Pyrometerkonstante berechnet:

$$K = S(T_m) \cdot \left(e^{\frac{c_2}{\lambda \cdot T_{r,m}}} - 1 \right) \quad (34)$$

Beide Methoden werden in dieser Arbeit verwendet (siehe Abschnitt 4.2 und 4.3.1).

3 Experimenteller Aufbau

Der experimentelle Aufbau an der TU-Graz besteht aus folgenden Teilen:

- Ohmscher Pulsheizkreis
- Photopolarimeter (μs -DOAP)
- Kalibriervorrichtungen: Schwarzkörperstrahler und Wolframbandlampen
- Differentielle Thermoanalyse (DSC)

In der Abbildung 3 sieht man die Anordnung am Versuchstisch. Die DSC⁷ befindet sich in einem anderen Raum.

Für die Durchführung dieser Diplomarbeit wurden am bestehenden Aufbau im Labor keine Änderungen vorgenommen. Es wurden auch nicht alle experimentellen Möglichkeiten ausgeschöpft. So wurden z.B. keine Messungen mit dem Photopolarimeter oder der DSC gemacht, obwohl Daten aus diesen (ϵ -Verlauf als Funktion der Temperatur [22]) in der Auswertung verwendet werden.

Hier sollen nur die verwendeten Teile so weit als für das Verständnis dieser Arbeit notwendig beschrieben werden. Für genauere Angaben, die „Geschichtliche Entwicklung“ [1], sowie für eine Beschreibung des μs -DOAP und der DSC verweise ich auf andere Arbeiten, die am Institut durchgeführt wurden [23].

3.1 Das Pulsheizexperiment

„Die Pulsheizmethode oder OHMsche Widerstandsheizung, wie das Verfahren auch öfters bezeichnet wird, beruht auf dem Prinzip, dass ein hoher Strompuls aus einer Kondensatorbatterie über eine drahtförmige Probe mit einem typischen Durchmesser von ... 0.5 mm und einer typischen Längen von $l = 45$ mm entladen wird und sich dabei die Probe selbst durch ihren elektrischen Widerstand⁸ aufheizt. Die dafür nötige Energie wird in einer Kondensatorbank mit einer Gesamtkapazität von $\sim 500 \mu F$ gespeichert⁹ (siehe Abbildung 4). Da mit dieser Methode Aufheizraten von bis zu 10^8 K/s erzielt werden, erreicht man Temperaturen bis weit in die flüssige Phase der Materialien, bevor der Draht in die Gasphase übergeht und aufgrund der

⁷Hochtemperatur DSC Netzsch 404, bis $1500^\circ C$.

⁸Der Widerstand wird oftmals auch als OHMscher Widerstand bezeichnet, woraus sich der Name der Methode ableitet.

⁹Das entspricht bei einer für das Experiment typischen Ladespannung von 5 kV einer Energie von 6.25 kJ bzw. einer Leistung von ~ 6 MW bei 100 μs Experimentierdauer [24].



Abbildung 3: Versuchsaufbau in Graz. 1, 3, 5: Teile des DOAPs, 2: Kondensatorbank hinter Abschirmung, 4: Probenkammer, 6: Zündeinheiten für das Pulsheizexperiment, 7: 902 nm Pyrometer, 8: 650 nm Pyrometer, 9: Fassung für Wolframbandlampe.

starken Volumszunahme bei diesem Phasenübergang explodiert.

Ein weiterer Vorteil dieser Methode ist auch, dass aufgrund der kurzen Dauer des Experiments (in der Größenordnung von $50 \mu\text{s}$) Abdampfen des Materials von der Oberfläche oder chemische Reaktionen mit der Umgebungsummosphäre (zumeist reiner Stickstoff oder auch Luft) vermieden werden.

Wärmeverluste aufgrund von Abstrahlung sowie Konvektion innerhalb der flüssigen Probe können auf diese Weise auch bei sehr hohen Temperaturen verhindert bzw. vernachlässigt werden, was die Auswertung der Daten erheblich erleichtert.

Ein Problem, das jedoch durch die hohen, sich ändernden Ströme entsteht, ist das von elektromagnetischen Einstreuungen. Um zu verhindern, dass die Messsignale durch solche Einstreuungen in Mitleidenschaft gezogen werden, müssen die Leitungen des gesamten Aufbaus elektrische durch Kupferrohre abgeschirmt sein bzw. auf einen definierten Messerdpunkt gehalten werden.

Tabelle 1: Generelle Einteilung der vier Pyrometer nach ihren Interferenzfiltern (IF) und dem daraus resultierenden (abgeschätzten) Einsatzbereich. Die Filterdaten stammen aus den mitgelieferten Datenblättern. Tabelle nach [20].

λ_0	Zentralwellenlänge
$\Delta\lambda$	Halbwertsbreite (FWHM)
*	Pyrometer hat Filterrand zum Wechseln der IF, nur eine Wellenlänge angegeben, siehe [25]

Pyrometer Nr.	λ_0 / nm	$\Delta\lambda$ / nm	Hersteller	Temperaturbereich / K
1	649.7	37.2	Ealing Electro Optics, Inc.	$\sim 2100 < T < 5500$
2	902.0	18.2	LOT GmbH	$\sim 2000 < T < 5000$
3	1569.5	83.6	Spectrogon	$\sim 1100 < T < 2500$
4*	2106.7	94.0	Spectrogon	$\sim 800 < T < 2000$

Genereller Aufbau

Im Wesentlichen besteht ein Pyrometer aus einem Linsensystem zur optischen Abbildung der Probenoberfläche, einem wellenlängenselektiven Element, wie zum Beispiel einem Interferenzfilter, einer Blende zur Messbereichsbegrenzung und einer Detektoreinheit. Weiters verfügt jedes Pyrometer über ein Justiersystem, mit dem der Ausschnitt der Probenoberfläche gewählt werden bzw. eingestellt werden kann. Dieser schematische Aufbau ist allen vier oben aufgeführten Pyrometern gemeinsam. Ein Schnitt durch eines der Pyrometer ist in Abbildung 5 zu sehen.

Für die Mehrwellenlängenpyrometrie wurde speziell ein neues Pyrometer bei $\lambda = 902$ nm gefertigt (Pyrometer Nr. 2), um bei dieser Standardwellenlänge¹¹ ebenfalls Messungen zur Verfügung zu haben. Bei der Konstruktion dieses Pyrometers haben sich ein paar Neuerungen bzw. Änderungen ergeben, sodass die wichtigsten Teile anhand dieses Pyrometers kurz dargestellt werden sollen.

Linsensystem

Das von der Drahtprobe kommende Licht wird mittels eines Linsensystems, bestehend aus zwei Achromaten, in einer 1 : 1 Abbildung auf die Spaltblende abgebildet. Jede dieser Linsen hat einen Durchmesser von $\varnothing = 63$ mm

¹¹In der Pyrometrie haben sich ein paar Standardwellenlängen zur Temperaturmessung etabliert, wie zum Beispiel 650 nm oder 900 nm.

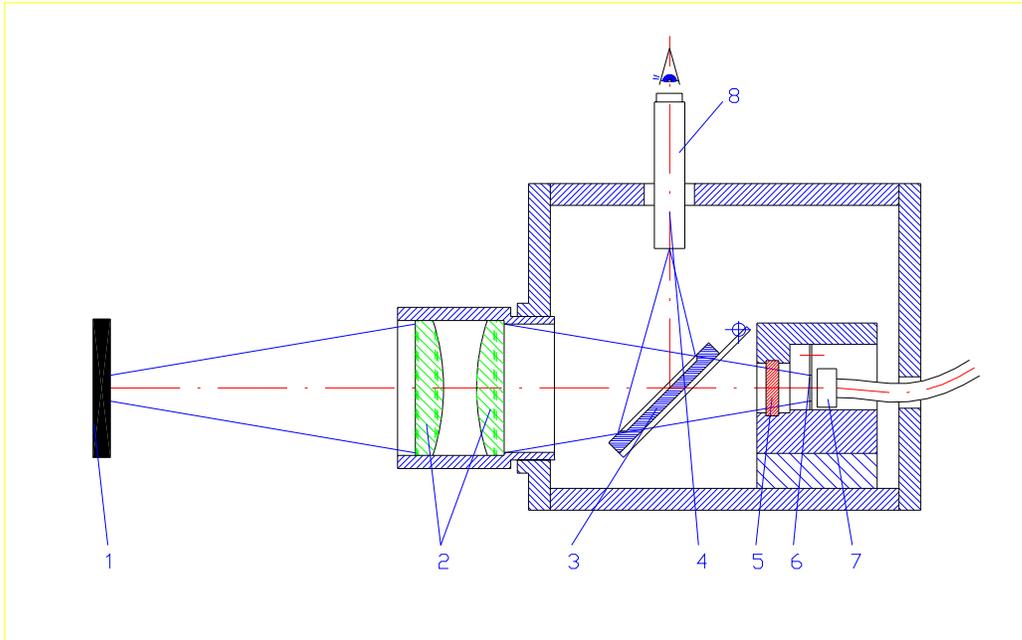


Abbildung 5: Schnitt durch ein Pyrometer. 1: Drahtprobe, 2: Linsensystem, 3: Justagespiegel, 4: Skala im Messmikroskop, 5: Interferenzfilter, 6: Spaltblende, 7: Lichtleiterhalterung, 8: Messmikroskop. Gezeichnet von [20].

und eine nominelle Brennweite von $f = 150 \text{ mm}$. Damit ergibt sich für das Linsensystem eine Gesamtbrennweite von $f_{ges} = 69 \pm 1 \text{ mm}$.¹²

Interferenzfilter

Die für die Berechnung der Temperatur äußerst wichtige Bestimmung der Wellenlänge wird durch einen Interferenzfilter vorgenommen. Der IF arbeitet ähnlich wie ein Fabry-Perot-Etalon und lässt nur Wellenlängen in seinem engen Transmissionsband durch. Durch einen engbandigeren Filter wird auf der einen Seite die Temperaturbestimmung über das Plancksche Strahlungsgesetz genauer, auf der anderen Seite nimmt die Empfindlichkeit des Pyrometers dadurch ab. Dieser Effekt ist auch experimentell beobachtbar¹³. Wie aus Abbildung 5 ersichtlich ist, ist der IF erst knapp vor der Spaltblende angebracht. Das hat den Grund, dass dadurch die Größe des

¹²Bestimmt wurde die Gegenstandsweite $g = 138 \text{ mm}$ bei einer Abbildung mit Vergrößerung von Eins, das entspricht einer $1 : 1$ - Abbildung. Bei diesem speziellen Fall ist die Gegenstandsweite $g = b = 2f$.

¹³Bei gleichzeitiger Messung der Temperatur mittels zweier Pyrometer ist das Signal am Schmelzübergang mit Pyrometer Nr. 2 geringer als das Signal mit Pyrometer Nr. 1.

Filters reduziert werden kann.

In diesem Zusammenhang sollte ein latentes Problem der dielektrischen Filter¹⁴ nicht unerwähnt bleiben. Die Zentrumswellenlänge laut Datenblatt ist nur für senkrechten Lichteinfall bzw. Parallelstrahlen exakt gültig. Diese Voraussetzung ist bei einem Pyrometer unserer Bauform nicht gegeben, der Einfluss kann aufgrund des geringen Öffnungswinkels des fokussierten strahles ($\sim 12^\circ$) in erster Näherung vernachlässigt werden.

Spaltblende und Lichtwellenleiter

Die Spaltblende ist ein wichtiger Bestandteil des Pyrometers, da dadurch das Bildfeld eingeschränkt und definiert wird. Die Spaltblende ist in unserem konkreten Fall aus antimagnetischem Stahl (Dicke = 0.3 mm) durch Laserschneiden hergestellt worden. Die Spaltöffnung ist aufgrund der Drahtgeometrie rechteckig und beträgt nominell 9.80×0.17 mm. Die Blende ist im Pyrometer knapp hinter dem Interferenzfilter und direkt vor dem Lichtleiter platziert, um Streu- und Beugungsverluste zu minimieren.

Die größte Veränderung zu vorherigen Pyrometerkonstruktionen hat sich an der Halterung der Spaltblende und der Fiber ergeben. Dieser für die Justage des Pyrometers wichtige Teil wurde komplett überarbeitet und neu gestaltet, sodass sich nicht nur der Einbau wesentlich einfacher gestaltet, sondern die Blende nur einmal in Bezug auf den Lichtleiter ausgerichtet wird. Bei der weiteren Justierung des Pyrometers kann diese vorjustierte Einheit aus Spalt und Lichtleiter dann als Ganzes verändert werden. Abbildung 6 zeigt den neu konstruierten Blendenhalter.

Der Lichtleiter dient der elektrischen Entkopplung von Pyrometergehäuse und Detektoreinheit. In unserem speziellen Fall ist der Lichtleiter ein Mehrfaserbündel, d.h. mehrere einzelne Fasern sind zu einem Lichtleiter kombiniert. Generell sollte versucht werden, die Länge des Lichtleiters so kurz wie möglich zu halten, da die Absorption in der Fiber stark von ihrer Länge abhängig ist. In unserem Fall hat die Faser eine Länge von $l \approx 1$ m.

Detektoreinheit

Die Detektion der von der Probe kommenden Strahlung erfolgt mittels einer Photodiode, deren Signal im Anschluss verstärkt wird, um ausreichend hohe Signalpegel für die Messdatenerfassung zu erhalten. Im Fall des Pyrometers Nr. 2 ist die Diode eine Si-Pin Photodiode vom Typ SFH-213. Wesentliche Punkte bei der Wahl dieser Diode waren ihre kurze typische Schaltzeit von ~ 5 ns und ihre für unsere Anwendung geeignete spektrale Empfindlichkeit im Bereich von 400 - 1100 nm.

¹⁴Wie die technisch exakte Bezeichnung für die Interferenzfilter lautet



Abbildung 6: Blendenhalter mit der Aufnahme für den Lichtleiter und dem Spalt (Aufnahme von der Rückseite). Die Spaltblende ist von vorne auf den Halter geschraubt.

Die zweistufige elektronische Verstärkereinheit für das Diodensignal wurde von der Elektronikgruppe des Instituts für Experimentalphysik gebaut und ist so ausgelegt, dass die Verstärkung möglichst linear über den gesamten dynamischen Bereich ist.

Justagespiegel und Messmikroskop

Nachdem sich der Probedraht nicht bei jedem Experiment exakt an derselben Position im Messgefäß befindet, muss das Pyrometer auf die Probenoberfläche justierbar sein. Dazu ist das Pyrometer auf einem lateral mittels Mikrometerschrauben verstellbaren Justiertisch aufgebaut. Um eine Überprüfung der Einstellung vornehmen zu können, werden die Pyrometer zusätzlich mit einem Klappspiegel und einem Messmikroskop ausgeführt. Durch Verkippen des Spiegels in den Strahlengang wird dieser so verändert, dass das Bild der Probenoberfläche in der Gegenstandsebene des Mikroskops anstelle der Blendenebene entsteht. Dort befindet sich dann das Messmikroskop mit Skala¹⁵, das ein reproduzierbares Justieren des Pyrometers ermöglicht. Vor dem eigentlichen Experiment muss der Spiegel wieder zurückgekippt werden, damit der Strahlengang zur Blende und zur Diode wieder freigegeben ist.

¹⁵Das Mikroskop ist ein *direct measurement microscope* mit einer 50-fachen Vergrößerung und einem 2.5 mm Maßstab mit einer 0.02 mm Teilung von Edmund Industrieoptik GmbH.

Bauliche Unterschiede der Pyrometer

Von der in Abbildung 5 gezeigten und im Verlauf dieses Kapitels beschriebenen Bauart weicht nur das Pyrometer Nr. 4 wesentlich ab. Die Detektoreinheit ist bei diesem Pyrometer in das Gehäuse direkt integriert, wodurch der Lichtleiter wegfällt. Einen weiteren Unterschied stellen Filterränder dar, die sowohl zum Wechsel der Interferenzfilter als auch von Neutralsdichtefiltern zur Abschwächung der Strahlintensität in den Strahlengang miteingebaut sind. Einzelheiten dazu können in [25] nachgelesen werden.

Weitaus umfassendere und auch detailliertere Informationen zu den Pyrometern wie Dimensionierung, Schaltungen, etc. sind auch in [26] zu finden.“ ([20], S 38 - 42).

3.3 Kalibrierung am Schwarzkörper

An einem zertifizierten Schwarzkörper lassen sich definierte Temperaturen oder besser bestimmte Temperaturstahlungen einstellen, an denen man Pyrometer eichen, genauer: kalibrieren kann.¹⁶

„Als Kalibrierstrahlungsquelle wird ein Schwarzkörperstrahler der Firma *Raytek* (Modell: RAYBB6000A21A) verwendet. Laut Spezifikation aus dem Datenblatt hat der Schwarzkörper einen Emissionsgrad von $\epsilon = 0.999 \pm 0.0005$, eine Nicht-Uniformität von ± 0.1 °C bei einem Temperaturbereich¹⁷ von 300 - 1700 °C.

Zur Kalibrierung wird das Pyrometer vor dem Schwarzkörper plaziert, sodass nur Schwarzkörperstrahlung auf die Spaltblende abgebildet und somit detektiert wird. Die geometrischen Verhältnisse dabei entsprechen denen beim Experiment an einer Drahtprobe (1 : 1 - Abbildung). Der schematische Kalibrationsaufbau ist in Abbildung 7 dargestellt.

Direkt vor die Öffnung des Schwarzkörpers wird aus mehreren Gründen eine wassergekühlte Blende platziert:

- Der Hauptgrund ist sicherlich, dass sich bei üblichen Betriebstemperaturen des Schwarzkörpers von ± 1300 °C die Vorderseite des Gehäuses so stark erwärmt, dass sie selbst zur Quelle von Temperaturstrahlung wird. Die gekühlte Blende verhindert, dass Strahlung von der Vorderseite des Schwarzkörpers zum Pyrometer gelangt und somit zum gemessenen Signal beiträgt.

¹⁶Eichen darf ein Gerät nur ein Eichamt.

¹⁷Der Schwarzkörper soll aber nicht über 1500 °C betrieben werden, da er sonst seine Kalibrierung verliert.

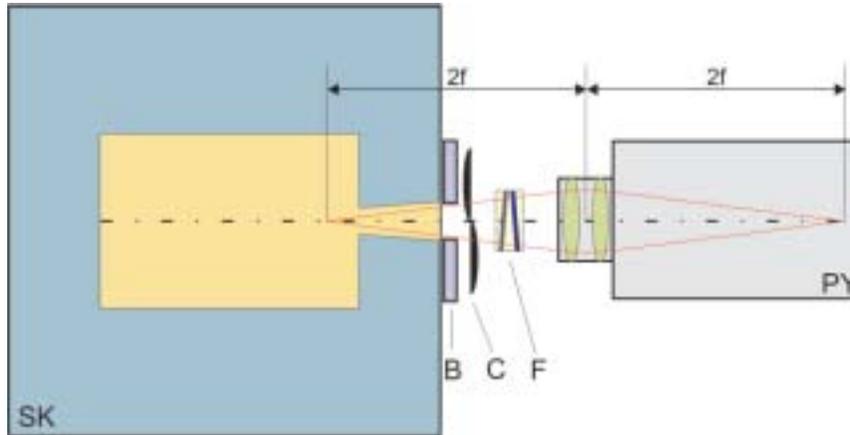


Abbildung 7: Aufbau zur Pyrometerkalibration. SK Schwarzkörper, B: wassergekühlte Blende, C: Chopper, F: Filterhalter mit Neutraldichtefilter und Fenster, PY: Pyrometer, $2f$: Abstand der zweifachen Brennweite.

- Nachdem der reale Schwarzkörper wie in Abbildung 7 eine trichterförmige Öffnung besitzt, wird das aktive Gesichtsfeld des Pyrometers durch die Blende auf den uniform temperierten Hohlraum beschränkt und somit ein Fehlsignal von den (möglicherweise) kühleren Randregionen vermieden.
- Die Blende vor der Öffnung des Schwarzkörpers erleichtert die Justage des Pyrometers, da der Interferenzfilter ein Spiegelbild der Blendenöffnung erzeugt, das durch Überlappung mit der ursprünglichen Blende zur Höhen- und Entfernungsjustage des Pyrometers verwendet werden kann.

Knapp vor der gekühlten Blende befindet sich ein Chopper, der das Signal moduliert. Damit soll verhindert werden, dass die Photodiode des Pyrometers zu stark thermisch belastet wird und möglicherweise eine Temperaturdrift erleidet. Zusätzlich kann auf diese Weise sowohl das Signal bei der entsprechenden Temperatur als auch das Dunkelsignal (erzeugt aus Vorspannung der Diode und Rauschen) des Pyrometers mit einer Messung simultan aufgezeichnet werden. Wenn die Frequenz des Choppers groß genug gewählt wird, um zwei komplette Zyklen auf einmal zu messen, dann wäre daraus sogar eine Temperaturdrift herauszulesen.

Damit eine Kalibration überhaupt auf ein Experiment übertragbar wird, müssen sich dieselben optischen Elemente wie bei einem realen Experiment im Strahlengang befinden. Deswegen muss auch ein Filterhalter mit einem Glasfenster in den Strahlengang gebracht werden, da während der Messung das Pyrometersignal durch ein Glasfenster der Probenkammer gemessen wird. Die somit erhaltene Kalibration ist aber nur auf Fenster mit derselben

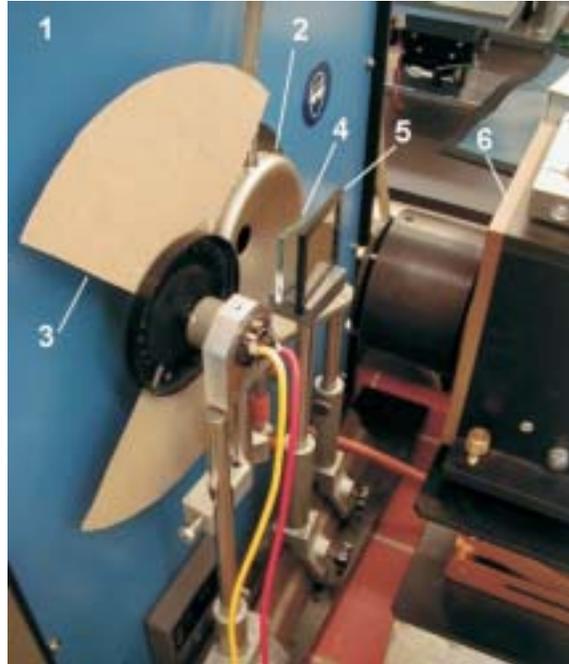


Abbildung 8: Tatsächlicher Aufbau zur Kalibration am Schwarzkörper. 1: Schwarzkörper, 2: gekühlte Blende, 3: Chopper, 4: Fenster, 5: Neutraldichtefilter, 6: Pyrometer.

Dicke anwendbar, da das Transmissionsverhalten stark von der Dicke der Absorber abhängt¹⁸.

Der Filterhalter bietet auch noch eine weitere Aufnahmemöglichkeit für einen Neutraldichtefilter. Das kann deshalb wichtig sein, da bei gleichzeitiger Messung mit mehreren Pyrometern das Temperatursignal nur dann korreliert werden kann, wenn alle beteiligten Pyrometer etwa denselben Temperaturbereich (vorzugsweise um den Schmelzpunkt) aufweisen.

Wie in Abbildung 8 deutlich zu sehen ist, nehmen das Fenster und der Neutraldichtefilter am Halter einen Winkel zueinander ein, womit mögliche Interferenzen und Vielfachreflexionen vermieden werden sollen.

Nachdem die Brennweite des Pyrometers nur ± 69 mm beträgt, sind alle zur Kalibration notwendigen Elemente auf engem Raum konzentriert, wie in Abbildung 8 zu sehen ist.“([20], S 49ff).

¹⁸Die Absorption folgt aus dem Absorptionsgesetz von Lambert mit $I(d) = I_0 \cdot e^{-k \cdot d}$, wobei k der Absorptionskoeffizient ist.

4 Durchführung und Messergebnisse

Die Messungen für die drei Materialien gliedern sich alle in folgende Schritte:

4.1 Messung

1. Herrichten der Probe

Zuerst schneidet man ein Stück des Drahtes in der entsprechenden Länge ab (der Aufbau wurde so optimiert, dass das benötigte Stück möglichst kurz ist, um bei teureren Proben¹⁹ mehr Experimente durchführen zu können). Dann wird die Oberfläche mit Schleifpapier abgeschliffen, um erstens bei Materialien wie Eisen Korrosionen zu entfernen und zweitens bei besonders glatten Proben die Oberfläche aufzurauen, damit man beim Justieren besser erkennt, wann der Draht scharf aufs Pyrometer abgebildet wird. Zuletzt wird noch mit Aceton etwaiger Schmutz (Fett) entfernt.

Nun wird der Draht eingeklemmt, gespannt, die ganze Probenhalterung eingesetzt und das Entladegefäß mit Stickstoff gefüllt (1.5 bar Überdruck). Der Stickstoff soll verhindern, dass bei hohen Temperaturen die Oberfläche des Drahtes mit dem Luftsauerstoff reagiert und dass Gasentladungen stattfinden, die nicht über den Draht laufen.

Jetzt können durch die zwei großen Fenster zwei Pyrometer auf den Draht focussiert werden. Dazu wird der Draht von aussen beleuchtet. Das 650 nm Pyrometer kann man mit Stellschrauben sehr gut justieren; das zweite Pyrometer (entweder 902 nm oder 1570 nm) muss man „händisch“ in die richtige Position bringen, was nicht immer ganz leicht ist.

2. Messen

Wenn man sich vergewissert hat, dass alle Einstellungen richtig sind (richtige Pyrometer angeschlossen, richtige Auflösung usw.) macht man nun die Elektronik „scharf“. Das bedeutet, für die eingestellte Zeit wird ab dem Triggersignal aufgezeichnet. Vergisst man diesen Schritt, läuft das Experiment ohne Aufzeichnung der Daten ab.

Zum Schutz vor unbedachtem Betreten wird der Experimentierraum provisorisch verschlossen, bevor man nun mit dem Laden der Kondensatorenbank auf die gewünschte Hochspannung beginnt.

Das eigentliche Messen ist die leichteste aller Aufgaben: Nach dem Auslösen des Trigges findet die Entladung über den Draht statt und alle elektronischen Daten werden aufgezeichnet. Nach ca. 300 μ s ist alles vorbei. „Von aussen“ nimmt man das Ganze je nach Ladespannung mehr oder weniger als Explosion und kurzen Lichtblitz wahr.

¹⁹z.B. Rhodiumdraht: 0.5 mm Durchmesser, 99.9% Reinheit, 1 m: 1400 Euro.

Bevor man den Raum wieder betritt, entlädt man die Kondensatorbank über einen Widerstand und schließt später mit einem Erdungsbügel kurz.

3. Reinigen

Das Entladegefäß, in dem sich jetzt der pulverisierte Draht befindet²⁰, wird mit Stickstoff gespült und ausgebaut. Zum Reinigen verwenden wir Methanol. Die Fenster der Probenkammer, jetzt mit Pulver und erstarrten Metalltropfen überzogen, werden ausgetauscht, die Probenhalter aus Messing werden je nach Verschmutzung mit Feile oder Schleifpapier wieder blankgeschliffen²¹. Spart man sich diesen Schritt, so wäre die bald verkraterte Oberfläche Ausgangspunkt von unerwünschten Entladungen über das Gas.

4. Wiederholung oder Parameter verbessern

Wenn die Daten wie gewünscht aufgezeichnet wurden, so wiederholt man das Experiment um die Reproduzierbarkeit sicherzustellen und um bei der Auswertung einen Mittelwert aus mehreren Experimenten zu Verfügung zu haben. Läßt sich die Aufzeichnung der Daten noch verbessern (etwa durch eine andere Ladespannung, andere Auflösung, durch Filter zur Schwächung eines Pyrometersignales²², ...), so wiederholt man das Experiment mit den neuen Parametern²³.

²⁰Eine erste kurze Untersuchung dieses Staubes hat ergeben, dass bei so einer Entladung „Nano-Powder“ entsteht.

²¹Bei manchen Materialien passiert es, dass der geschmolzene Draht mit dem Probenhalter legiert, was dann den Reinigungsaufwand erhöht.

²²Filter werden angegeben nach ihrer Optischen Dichte OD. Durchgelassen wird dabei $10^{-OD} \cdot 100\%$ der ursprünglichen Intensität, also bei $OD = 2$ ein Prozent.

²³Hierbei kann man durch Erfahrung viel Zeit und Mühe sparen. Ich möchte meine Kollegen Claus und Boris erwähnen, die mir dabei immer sehr geholfen haben (siehe auch [20] und [7]).

4.2 Kalibration am Schwarzkörper

Zur späteren Auswertung ist es notwendig, dass die beiden Pyrometer, bei deren Wellenlängen man den Verlauf des Emissionskoeffizienten berechnen will, kalibriert sind. Das bedeutet, dass bekannt sein muss, welchem Spannungssignal welche Strahlungstemperatur entspricht (ausgedrückt durch einen funktionalen Zusammenhang). Diese Kalibration geschieht am Schwarzkörper, indem man einige Temperaturen vorgibt, dabei die Spannung des Pyrometers aufzeichnet und dann durch diese „Stützpunkte“ die geeignete Funktion fittet. Diese Schritte seien nun beschrieben:

Es wird das gewünschte Pyrometer mit dem richtigen Filter (siehe oben) wie unter 3.3 beschrieben aufgebaut. Es dauert sehr lange, bis sich der Schwarzkörper bei einer eingestellten Temperatur stabilisiert. Etwas schneller geht es, wenn man diese Temperatur „von oben“ erreicht, da beim Abkühlen die Wärme gleichmäßiger wegtransportiert wird als sie beim Aufheizen hineintransportiert wird. Wir haben daher immer zuerst die höchste Temperatur ($T = 1500\text{ °C}$) eingestellt und sind dann in 50 Grad Schritten nach unten gegangen bis das Signal des Pyrometers nicht mehr auswertbar war.

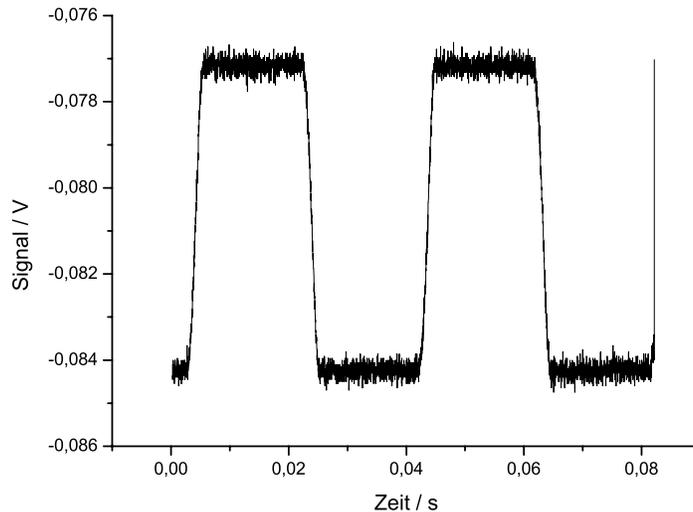


Abbildung 9: Pyrometersignal des 902 nm Pyrometers bei der Kalibration am Schwarzkörper bei 1450 °C ohne Filter.

Für jede dieser Temperaturen erhält man ein Ergebnis wie Abbildung 9.

Man erkennt die durch den Chopper bewirkten Zustände Strahlengang offen - Strahlengang geschlossen. „Die einzelnen Teilstücke des Signals werden nun getrennt und für jeweils beide Teilstücke des Dunkelsignals und des Pyrometersignals die Mittelwerte über das Signal bestimmt. Dies dient dazu, um ein besseres Signal/Rauschverhältnis zu erreichen, da das Pyrometersignal mit Rauschen überlagert ist. Das absolute Pyrometersignal $S(T)$ ergibt sich aus dem Betrag der Differenz des Dunkelsignals S_{DS} und des Pyrometersignals $S_{Sig}(T)$ durch:

$$S(T) = |S_{Sig}(T) - S_{DS}| \quad (35)$$

Hierzu wurde S_{DS} unabhängig von der Temperatur angenommen, was in guter Näherung erfüllt ist. Trotzdem variiert die Dunkelspannung ein wenig mit der Zeit, sodass S_{DS} bei jeder Kalibrationstemperatur erneut bestimmt werden muss.“[20]

Nun stellt sich die Frage nach dem richtigen funktionellen Zusammenhang der $S(T)$ und der Temperatur. Es scheint vernünftig, eine Funktion ähnlich dem Planckschen Strahlungsgesetz (vgl. Gleichung 22) mit zwei Fitparametern anzusetzen:

$$S(T) = \frac{P_2}{e^{\left(\frac{P_1}{T}\right)}} \quad (36)$$

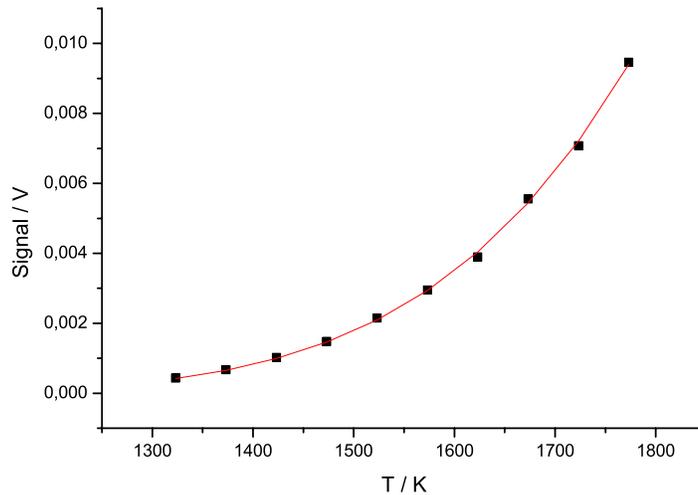


Abbildung 10: (Absolutes) Pyrometersignal S und Fitkurve als Funktion der Temperatur T für das 902 nm Pyrometer ohne Filter.

Man erhält dann aus jeder Kalibration eine Kurve wie Abbildung 10. In der Auswertung wird die gefittete Kurve allerdings andersherum verwendet,

weil man ja zu einem Signal S eine Temperatur erhalten will:

$$T(S) = \frac{P_1}{\ln\left(\frac{P_2}{S}\right)} \quad (37)$$

4.3 Auswertung

Nach der Auswertung der Rohdaten mit dem eigens dafür geschriebenen Matlab-Programm „hotwire“^[24] erhält man als Messergebnis für jedes Material mindestens zwei Kurven, in denen zwei Spannungssignale gegen die Zeit aufgetragen sind (aus den schon erwähnten Gründen wurden natürlich immer mehr Messungen durchgeführt). Als Beispiel verweise ich auf Abbildung 11, in der eine Messung an Molybdän zu sehen ist, bei der gleichzeitig mit dem 650 nm und dem 902 nm Pyrometer gemessen wurde.

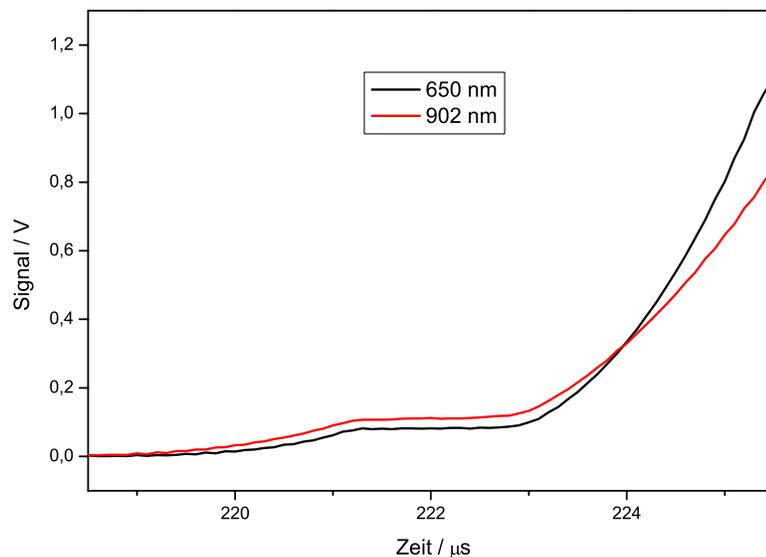


Abbildung 11: Typisches Messergebnis am Beispiel Molybdän. Gleichzeitige Messung der Pyrometer bei 650 nm und 902 nm. Pyrometersignal in Abhängigkeit von der Zeit.

Die Auswertung so eines Messergebnisses gliedert sich in zwei Schritte: Zuerst wird mit Hilfe des 650 nm Pyrometers die Temperatur während dieses einen Experimentes bestimmt (auf Grund möglicher unterschiedlicher Heizraten²⁴ muss dies bei jedem „Schuss“²⁵ getan werden).

²⁴z.B. durch schwankende Drahtdicke, unterschiedliche Präparation, ...

²⁵So der auf Grund des Ablaufs des Experimentes durchaus passende Sprachgebrauch

Dann wird aus dieser Temperatur und dem Signal des zweiten Pyrometers der Verlauf des Emissionskoeffizienten bei der zweiten Wellenlänge (902 nm oder 1570 nm) berechnet.

4.3.1 Bestimmung der Temperatur

Um aus einem Spannungssignal eines Pyrometers eine Temperatur zu erhalten, braucht man folgende Größen: die Kalibrationskonstante des Pyrometers (aus Spannungssignal wird Strahlungstemperatur) und den Verlauf des Emissionskoeffizienten (aus Strahlungstemperatur wird (wahre) Temperatur).

1. Aus der bekannten Schmelztemperatur T_m (aus der Literatur) und dem bekannten Emissionskoeffizienten am Schmelzen ϵ_m (am Institut gemessen) kann die Strahlungstemperatur $T_{r,m}$ berechnet werden:

$$T_{r,m} = \frac{c_2}{\lambda} \cdot \frac{1}{\ln\left(\frac{e^{\frac{c_2}{\lambda T_{r,m}}} + 1}{\epsilon_m}\right)} \quad (38)$$

2. Aus dieser Strahlungstemperatur und der Signalhöhe am Schmelzen ergibt sich die Kalibrationskonstante:

$$K = S(T_m) \cdot \left(e^{\frac{c_2}{\lambda T_{r,m}}} - 1\right) \quad (39)$$

3. Nun hätte man ein sogenanntes kalibriertes Pyrometer vor sich. Dieses liefert uns eine die Strahlungstemperatur über die gesamte Dauer des Experiments:

$$T_r(t) = \frac{c_2}{\lambda \cdot \ln\left(\frac{K}{S(t)} + 1\right)} \quad (40)$$

4. Hat man nun auch Kenntnis über den Verlauf des Emissionskoeffizienten, so erhält man daraus die (wahre) Temperatur während dieses Experiments:

$$T(t) = \frac{c_2}{\lambda \cdot \ln\left(\epsilon(t) \cdot \left(e^{\frac{c_2}{\lambda T_r(t)}} - 1\right) + 1\right)} \quad (41)$$

4.3.2 Berechnung des Emissionskoeffizienten

Aus dem Signal des zweiten Pyrometers (vgl. Abbildung 11) berechnen wir nun den gesuchten ϵ -Verlauf. Die beiden Pyrometer (902 nm und 1570 nm) sind ja *kalibriert* (siehe 4.2) - sie liefern also bereits eine Strahlungstemperatur, wenn man das Pyrometersignal in die richtige Fitfunktion (siehe Gleichung 37 und Abbildung 10) einsetzt. Die (wahre) Temperatur des Drahtes,

zusammen mit der Strahlungstemperatur bei einer anderen Wellenlänge, erlauben uns nun, den Verlauf des Emissionskoeffizienten bei dieser zweiten Wellenlänge (beispielsweise 902 nm) zu berechnen:

$$\epsilon_{902}(t) = \frac{e^{\frac{c_2}{\lambda T(t)}} - 1}{e^{\frac{c_2}{\lambda T_r, 902(t)}} - 1} \quad (42)$$

4.3.3 Anmerkungen

„Bei der Verwendung des beschriebenen Formalismus zur Berechnung des Emissionsgrades haben sich einige Punkte als kritisch herausgestellt. Diese sollen kurz erwähnt werden, um das Verfahren besser verständlich zu machen.

Die Berechnung des Kalibrationsfaktors K mit Gleichung 39 kann sich insofern kritisch auf die weiteren Resultate auswirken, als die Pyrometerkonstante fälschlicherweise zu hoch oder zu niedrig bestimmt werden kann, falls das Schmelzplateau keinen rein horizontalen Verlauf zeigt, sondern eine Steigung aufweist.

Es soll auch darauf hingewiesen werden, dass die Berechnungen in den Gleichungen 38 und 40 keinen Zirkelschluss darstellen, da mit der Gleichung 38 nur die Strahlungstemperatur am Schmelzübergang bestimmt wird, um daraus die Pyrometerkonstante mittels bekannter Schmelztemperatur berechnen zu können. In Gleichung 40 wird hingegen aus der Strahlungsintensität $S(t)$ die Strahlungstemperatur für den gesamten zeitlichen Verlauf des Experiments bestimmt. Einzig der Wert am Schmelzübergang $T_r(T_m)$ wird durch dieses Verfahren doppelt bestimmt.“ [20]

Das μ s-DOAP, mit dem die Messungen des Emissionskoeffizienten durchgeführt wurden, arbeitet bei 684.5 nm und nicht bei 650 nm. „Dadurch entsteht eine Ungenauigkeit in der Bestimmung der Wahren Temperatur, die jedoch, wie gezeigt werden kann [27]²⁶, im Bereich < 1 K über dem gesamten Messbereich ist und somit in guter Näherung vernachlässigt werden kann.“ [20]

²⁶In der zitierten Arbeit beträgt die Wellenlängendifferenz zwischen Pyrometer und DOAP nur ca. 25 nm und nicht 35 nm wie in Graz. Die dadurch bedingte Unsicherheit beträgt aber auch nur ~ 0.35 K.

4.4 Eisen

Zu den Messungen an Eisen sind zwei Dinge erwähnenswert; erstens: Der Schmelzpunkt des Eisens liegt so tief, dass er mit dem 650 nm Pyrometer gerade noch sichtbar ist. Dies könnte die Unsicherheit etwas erhöhen. Und zweitens: Das Eisen korrodiert an der Oberfläche und das Schmelzplateau wird „verschmiert“, das heißt, es weist eine Steigung auf. Dies läßt sich durch stärkeres Abschleifen des Drahtes verhindern.

Schmelztemperatur und Strahlungstemperatur am Schmelzen bei 650 nm [28]:

$$T_m = 1811 K$$

$$T_{r,m} = 1670 K$$

Emissionskoeffizient am Schmelzen [29] und ϵ -Verlauf in Abhängigkeit der Strahlungstemperatur T_r für 650 nm:

$$\epsilon_m = 0.363$$

$$\epsilon(T_r) = 0.307 + 3.037 \cdot 10^{-5} \cdot T_r \quad 1800 K < T_r < 2300 K \quad (43)$$

Eine derartige Angabe des ϵ -Verlaufes ist für die Berechnungen hier (siehe 4.3.1) sehr praktisch, für die Abbildung 13 wurde allerdings in $\epsilon(T)$ umgerechnet.

Abbildung 12 zeigt die ϵ -Verläufe über der Zeit. Man erkennt im Bereich von $t = 234 \mu s$ eine vergrößerte Unsicherheit, weil hier die untere Grenze des Temperaturbereiches vom 650 nm Pyrometer gerade noch überschritten wird²⁷. Der weitere Verlauf bei 902 nm ist leicht steigend von ca. 0.35 bis 0.45. Für 1570 nm ergibt sich eine glattere Kurve mit stärker steigendem Verlauf von 0.3 bis ca. 0.47. Interessant ist noch, dass sich die Reihenfolge der verschiedenen Wellenlängen im Laufe des Experiments umkehrt, sodass am Ende (also bei der höchsten Temperatur) der Emissionsgrad bei 1570 nm am größten ist.

Abbildung 13 zeigt die ϵ -Verläufe über der Temperatur mit Fehlerbalken. Ein linearer Fit ergibt für den Verlauf des Emissionskoeffizienten bei 902 nm:

$$\epsilon(T_r) = -0.008 + 2.178 \cdot 10^{-4} \cdot T_r \quad 1900 K < T_r < 2400 K \quad (44)$$

Für 1570 nm ergibt sich:

$$\epsilon(T_r) = -0.211 + 3.235 \cdot 10^{-4} \cdot T_r \quad 1900 K < T_r < 2400 K \quad (45)$$

²⁷Der hier gezeigte Verlauf bei 650 nm stammt aus einer Messung mit dem μs -DOAP. Das Signal des 650 nm Pyrometers wurde allerdings in der Berechnung des Emissionsgrades bei den beiden anderen Wellenlängen verwendet und vergrößert so deren Unsicherheit.

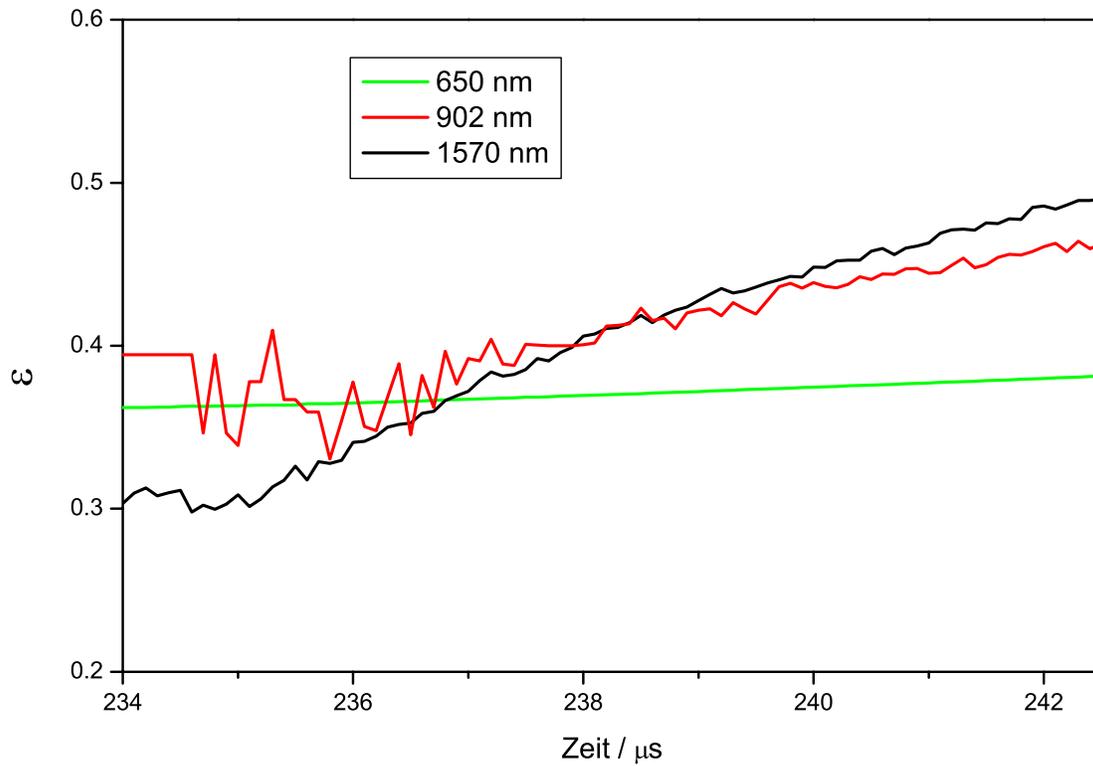


Abbildung 12: Verlauf des Emissionskoeffizienten von Eisen über der Zeit des Experiments (entspricht dem Verlauf mit steigender Temperatur).

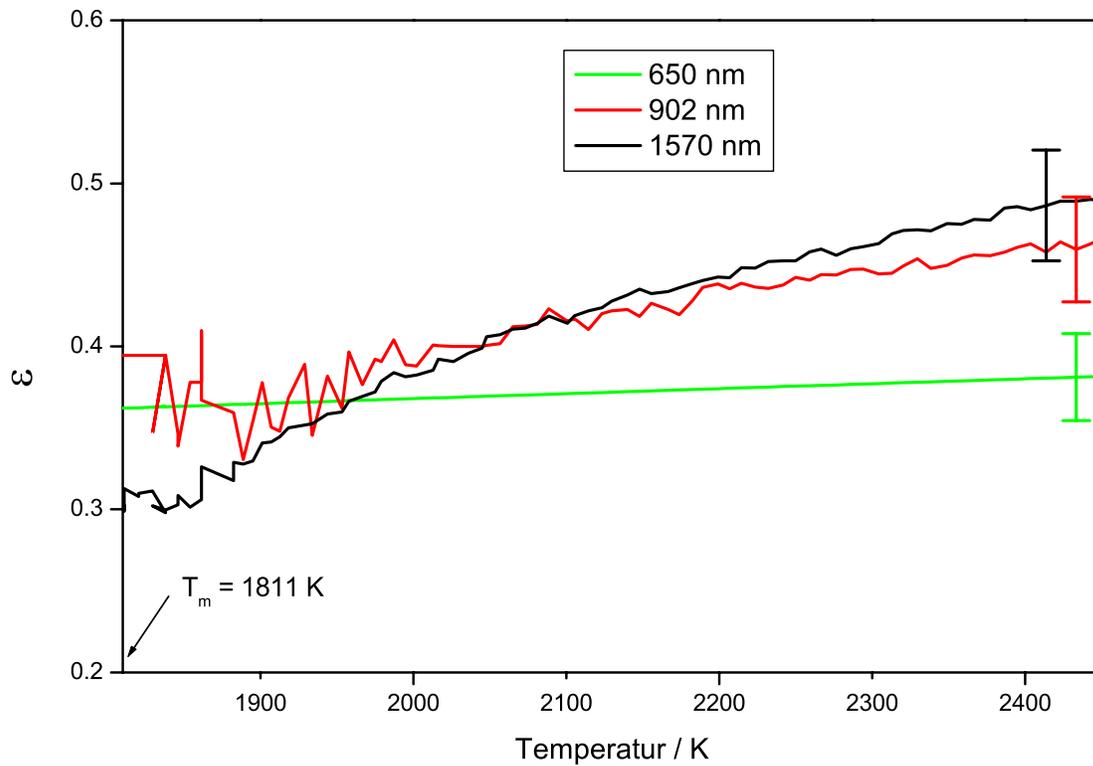


Abbildung 13: Verlauf des Emissionskoeffizienten von Eisen über der Temperatur mit Fehlerbalken.

4.5 Molybdän

Schmelztemperatur und Strahlungstemperatur am Schmelzen bei 650 nm [28]:

$$T_m = 2895 K$$

$$T_{r,m} = 2530 K$$

Emissionskoeffizient am Schmelzen und ϵ -Verlauf in Abhängigkeit der Strahlungstemperatur [22]:

$$\epsilon_m = 0,332$$

$$\epsilon(T_r) = 0,3047 + 1,0902 \cdot 10^{-5} \cdot T_r \quad 2520 K < T_r < 5000 K \quad (46)$$

Abbildung 14 zeigt die ϵ -Verläufe über der Zeit. Der Zeitpunkt des Schmelzens des Drahtes ist eingezeichnet. Bei 902 nm steigt der Emissionskoeffizient von ca. 0.28 am Schmelzen bis 0.32. Der Verlauf bei 1570 nm ist stärker „verwackelt“; man erkennt jedoch abermals einen steigenden Verlauf von ca. 0.24 auf 0.28. Die „Reihenfolge“ der Wellenlängen bleibt hier bis auf einen kleinen Bereich erhalten.

Abbildung 15 zeigt die ϵ -Verläufe über der Temperatur mit Fehlerbalken. Ganz links erkennt man, dass der Emissionsgrad erst beim Schmelzen einen reproduzierbaren Wert annimmt. In der festen Phase hängt er stark von der Oberflächenbeschaffenheit der Probe ab, die sich zum Beispiel durch Abschleifen leicht ändern läßt.

Ein linearer Fit ergibt für den Verlauf des Emissionskoeffizienten bei 902 nm:

$$\epsilon(T_r) = 0.26 + 2.44 \cdot 10^{-5} \cdot T_r \quad 3000 K < T_r < 4200 K \quad (47)$$

Für 1570 nm ergibt sich:

$$\epsilon(T_r) = 0.13 + 4.49 \cdot 10^{-5} \cdot T_r \quad 3000 K < T_r < 4200 K \quad (48)$$

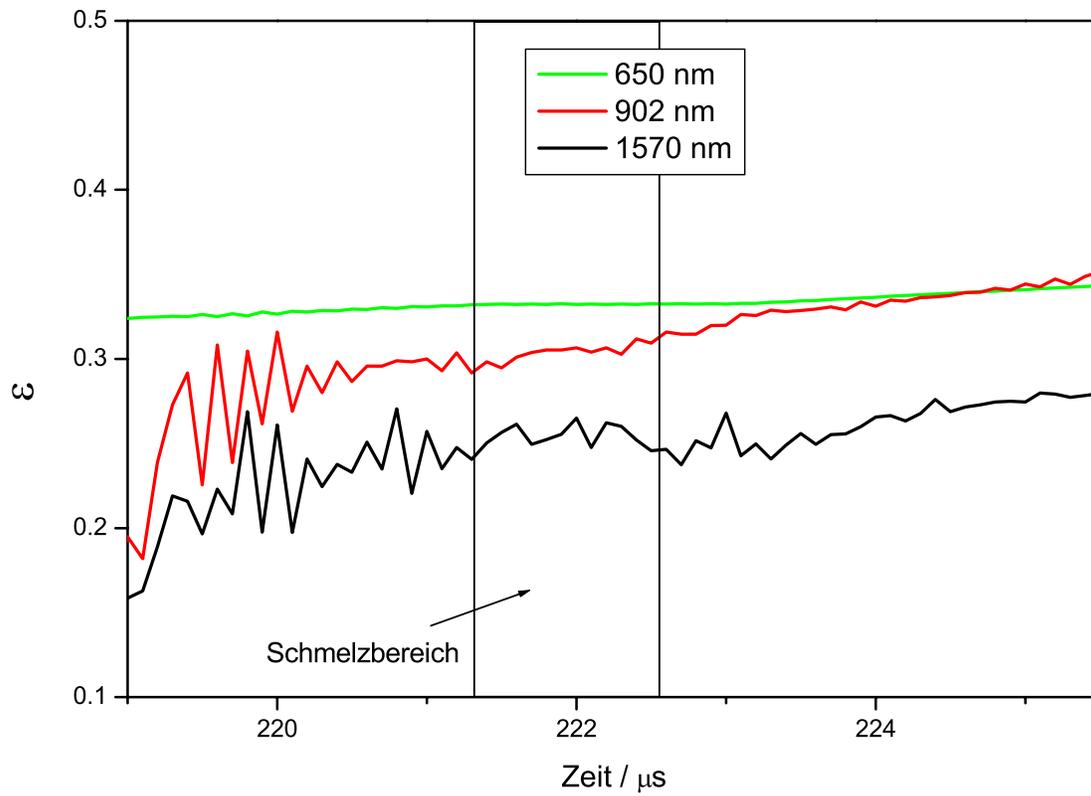


Abbildung 14: Verlauf des Emissionskoeffizienten von Molybdän über der Zeit des Experiments (entspricht dem Verlauf mit steigender Temperatur).

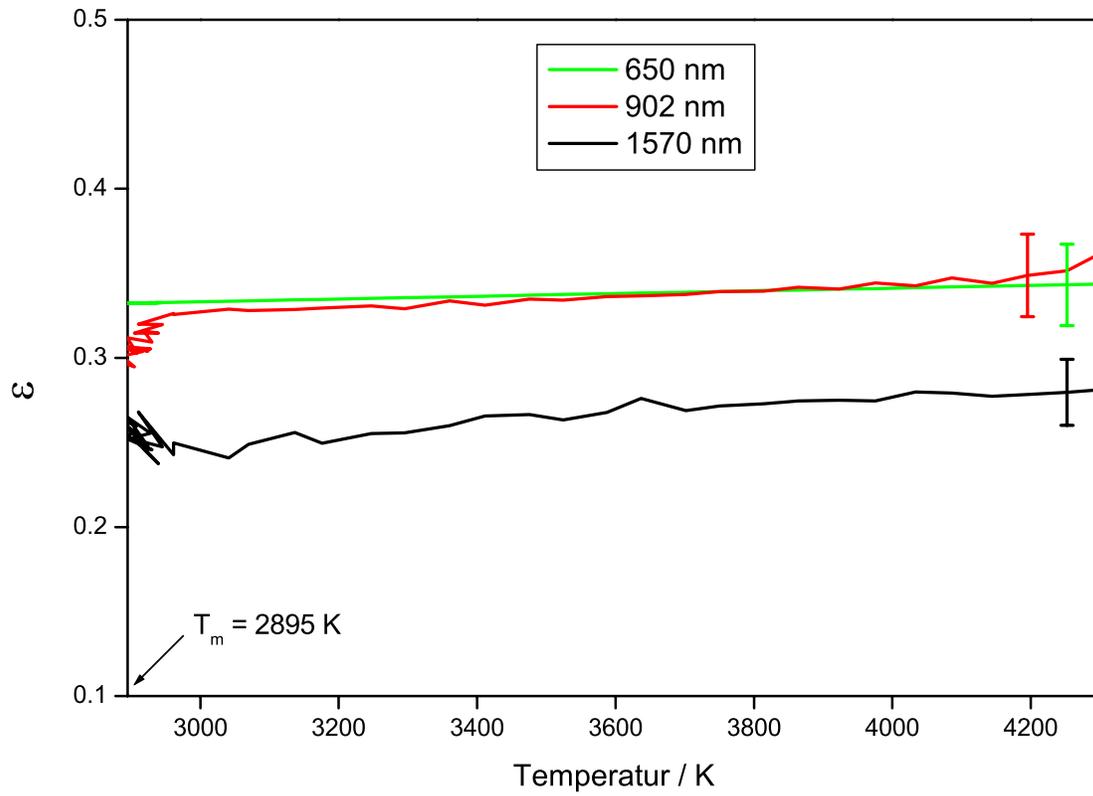


Abbildung 15: Verlauf des Emissionskoeffizienten von Molybdän über der Temperatur.

4.6 Vanadium

Schmelztemperatur und Strahlungstemperatur am Schmelzen bei 650 nm:

$$T_m = 2183 K$$

$$T_{r,m} = 1978 K$$

Emissionskoeffizient am Schmelzen und ϵ -Verlauf in Abhängigkeit der Strahlungstemperatur [20], [30]:

$$\epsilon_m = 0,353$$

$$\epsilon(T_r) = 0,3584 - 2,4707 \cdot 10^{-6} \cdot T_r \quad 1990 K < T_r < 3300 K \quad (49)$$

Abbildung 16 zeigt die ϵ -Verläufe über der Zeit. Für 902 nm zeigt das Experiment zu Beginn ein beinahe konstantes Verhalten des Emissionsgrades bei ca. 0.33. Bei $t = 237 \mu s$ beginnt er zu steigen und bleibt bei $t = 240 \mu s$ wieder konstant auf 0.37. Die Kurve für 1570 nm stabilisiert sich erst Mitte des Experimentes auf ca. 0.31 und steigt dann sehr leicht an. Abbildung 17 zeigt die ϵ -Verläufe über der Temperatur mit Fehlerbalken.

Ein linearer Fit ergibt für den Verlauf des Emissionskoeffizienten bei 902 nm:

$$\epsilon(T_r) = 0.24 + 5.04 \cdot 10^{-5} \cdot T_r \quad 2300 K < T_r < 2900 K \quad (50)$$

Für 1570 nm ergibt sich:

$$\epsilon(T_r) = 0.235 + 3.778 \cdot 10^{-5} \cdot T_r \quad 2300 K < T_r < 2900 K \quad (51)$$

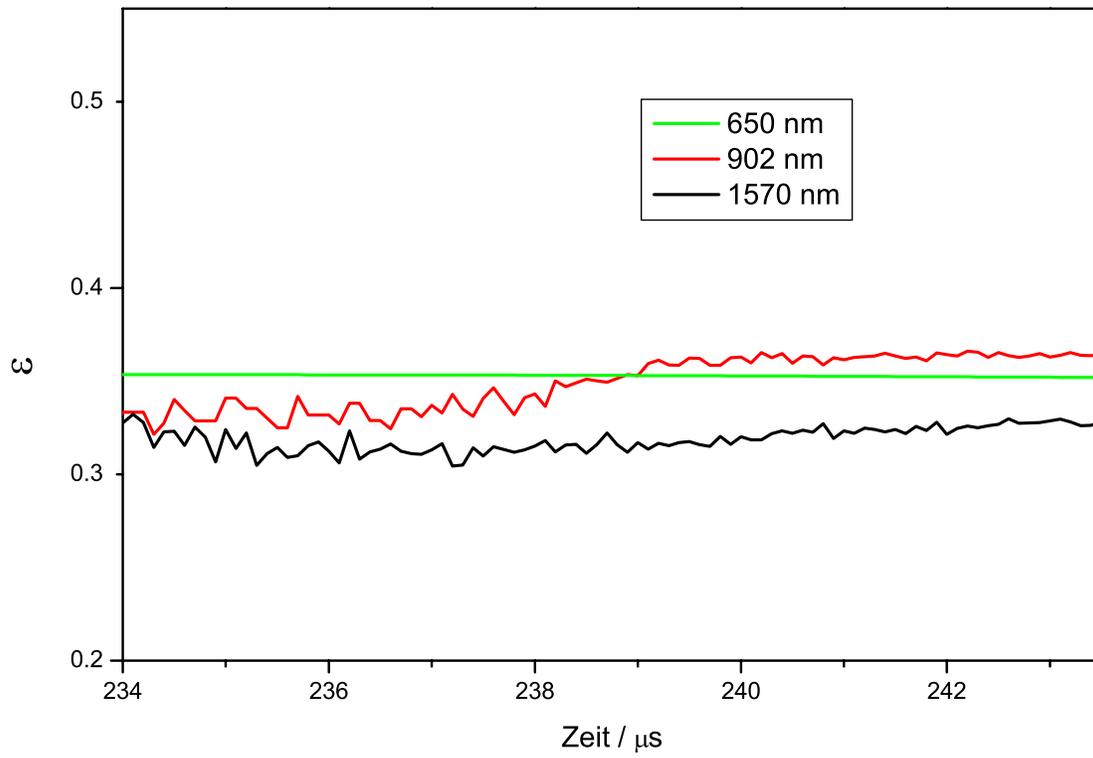


Abbildung 16: Verlauf des Emissionskoeffizienten von Vanadium über der Zeit des Experiments (entspricht dem Verlauf mit steigender Temperatur).

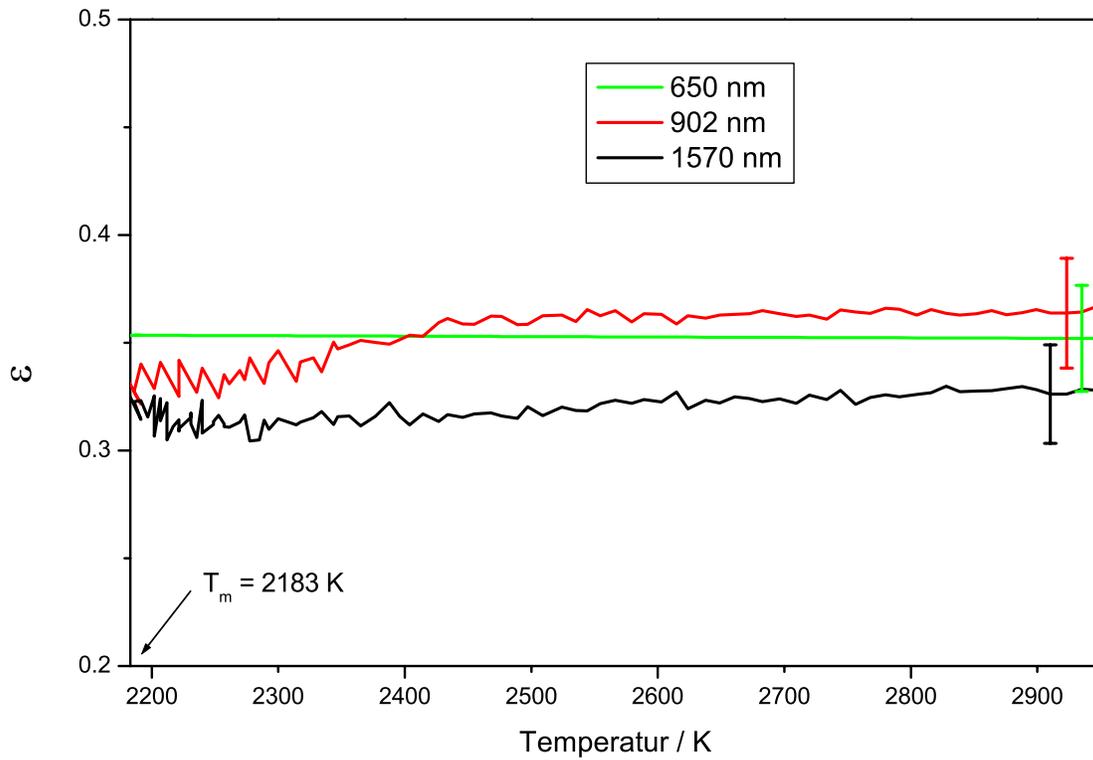


Abbildung 17: Verlauf des Emissionskoeffizienten von Vanadium über der Temperatur.

5 Unsicherheitsanalyse

Im Rahmen seiner Dissertation führt gerade Boris Wilthan eine umfassende Beurteilung der Messunsicherheiten des gesamten Aufbaues durch. Dies stellt alle Unsicherheitsangaben auf eine fundierte Grundlage. Ich werde daher in dieser Arbeit die Unsicherheiten nur so weit aufschlüsseln, dass der geneigte Leser ein Gefühl für die Messung bekommt.

5.1 Verwendete Daten

„Die Unsicherheit der Literaturdaten ist relativ gering, da zum Beispiel für den Schmelzpunkt von Wolfram eine maximale Unsicherheit von ± 15 K angegeben wird, was einer Unsicherheit von $\pm 0.4\%$ entspricht.“ [20]
Die verwendeten ϵ -Verläufe haben Unsicherheiten von $\pm 6\%$ [22].

5.2 Kalibration am Schwarzkörper

Die Unsicherheit der Temperatur des Schwarzkörpers beträgt laut Datenblatt 1.7 K. Zusätzlich kann eine Nicht-Uniformität von ± 0.1 K auftreten. Die Justage des Pyrometers vor dem Schwarzkörper ist keine kritische Angelegenheit, da die Öffnung und somit der ausgestrahlte Bereich verglichen mit einer Messung am Draht sehr groß, also fast nicht zu verfehlen ist.

„Die bei der Kalibration verwendeten Glasfenster und Neutraldichtefilter beeinflussen auch direkt den Wert der Pyrometerkonstante und somit die Temperaturmessung. Bei einer Überprüfung der Dicke der Fenster (die maßgeblich die Abschwächung verändern kann) mittels Mikrometerschraube konnten nur Abweichungen von ± 0.02 mm von der nominellen Dicke (5.37 mm) festgestellt werden. Aus dieser Unsicherheit des Signals resultiert eine Temperaturunsicherheit von maximal 0.7 K.

Die Transmissionsverhalten der Neutraldichtefilter stimmen laut Messungen auch nur auf $\pm 2\%$ mit den Nominalwerten überein, daraus entsteht aber keine Unsicherheit, da dieselben Filter auch zur Messung verwendet werden und ihr Transmissionsverhalten als zeitstabil angesehen werden darf.“ [20]

Durch das Rauschen der Verstärkerelektronik (siehe Abbildung 9) entsteht eine Unsicherheit in der Bestimmung des Signals. Bei der eigentlichen Messung ist allerdings das Signal viel höher als das Rauschen und begrenzt also nur die untere Einsatztemperatur des Pyrometers.

Zum Kalibrationsfit erhält man Unsicherheiten für die Parameter P_1 und P_2 von: ± 400 bzw ± 13 .

5.3 Messung

Die Justage des Pyrometers muss gewissenhaft durchgeführt werden. Speziell das zweite Pyrometer (entweder 902 nm oder 1570 nm), das „per Hand“ justiert werden muss, ist kritisch. An der Reproduzierbarkeit der Messung wurde entschieden, ob einzelne Messungen verworfen werden. Dies ist einfach durchzuführen, da die Reproduzierbarkeit bei korrekter Justage sehr gut ist, aber andernfalls die Messungen sehr stark abweichen.

Ein weiterer Punkt ist die Gleichheit der Aufheizraten. Da ja später die Messergebnisse aus mehreren Messungen auf der gleichen Zeitachse verglichen werden, muss sichergestellt sein, dass zur gleichen Zeit im Experiment auch die gleiche Temperatur herrschte. Mehrere Überprüfungen haben ergeben, dass dies bei gleichen Einstellungen (z. B. Ladespannung) gut erfüllt ist.

Die Unsicherheit der Temperatur (Strahlungstemperatur) beträgt 4% [22].

5.4 Auswertung

„Die Unsicherheit der Emissionsgradberechnung nach dem Mehrwellenlängenpyrometrie-Formalismus beinhaltet die Unsicherheit der Wahren Temperatur, die Unsicherheit der Temperaturmessung mit einem zweiten Pyrometer sowie einen Beitrag aus der Unsicherheit der Kalibration dieses Pyrometers, der jedoch in die Unsicherheit der Temperaturbestimmung miteinbezogen wird. Die verbleibenden beiden Einflüsse können als einigermaßen unabhängig voneinander betrachtet werden.“ [20]

Es ergibt sich eine Gesamtunsicherheit von $\pm 7\%$.

6 Zusammenfassung

Die Vergangenheit des Aufbaues in Graz - detaillierter beschrieben in [1] - ist so voller Ereignisse und Persönlichkeiten, dass sie es wert wäre, selbst Thema einer Arbeit zu sein.

6.1 Mehrwellenlängenpyrometrie

Das Gebiet der Pyrometrie, der Mehrwellenlängenpyrometrie im speziellen, ist in keinster Weise abgeschlossen oder tot. Es wird durch neue Technologien, neue Rechenverfahren und den Wunsch nach genauerer Temperaturmessung ständig aktualisiert und verbessert.

Im Abschnitt 1.2 werden vier Methoden der Mehrwellenlängenpyrometrie beschrieben:

- Quotientenpyrometer - die klassische Methode, häufig verwendet.
- Annahmen über den Emissionskoeffizientenverlauf: Messungen bei mehreren Wellenlängen und komplizierte mathematische Grundlagen bewirken keine entscheidende Verbesserung bei der Temperaturmessung.
- „Intervall möglicher Temperaturen“: Aus dem Wissen, dass der Emissionsgrad zwischen null und eins liegen muss, läßt sich durch Messung bei mehreren Wellenlängen ein Temperaturbereich eingrenzen.
- „Zero-Wavelength-Extrapolation“: Bei der Wellenlänge $\lambda = 0$ entspricht die Strahlungstemperatur der wahren Temperatur.

Der Abschnitt 1.3 gibt eine Einführung in die „High-Speed-Pyrometry“, zu der ja diese Arbeit zu zählen ist.

6.2 Das Experiment

Die simultane Messung zweier Pyrometer während einer Drahtexplosion erlaubt es, aus dem bekannten Emissionsgrad²⁸ bei einer Wellenlänge, den Emissionsgrad bei der anderen Wellenlängen zu berechnen. Auf diese Weise wurden mit drei Pyrometern (bei den Wellenlängen 650 nm, 902 nm und 1570 nm) die Emissionsgrade von Eisen, Molybdän und Vanadium bei den betrachteten Wellenlängen bestimmt. Da sich während eines Experiments der Draht stets aufheizt, bis er explodiert, kann man aus der zeitlichen Entwicklung einer Messung einen Emissionsgradverlauf mit steigender Temperatur berechnen. Dies dokumentiert der Abschnitt 4.

Zusammenfassend kann man sagen, dass die Werte am Schmelzen gut mit

²⁸Messungen wurden am eigenen Institut durchgeführt.

Literaturwerten übereinstimmen. Die Verläufe mit steigender Temperatur sind konstant bis leicht steigend.

6.3 Vergangenheit und Zukunft

Die Ergebnisse der Messungen (mit der Temperatur leicht steigender Emissionsgrad) sind plausibel und nicht erstaunlich. Das bedeutet aber nicht, dass es nicht hätte anders kommen können: Hätte sich z. B. bei 1570 nm der Trend umgekehrt, so würde dies bedeuten, dass irgendwo zwischen 902 nm und 1570 nm ein Punkt liegt, an dem sich der Emissionsgrad nicht mit der Temperatur ändert. Dies wurde 1954 von DeVos [31] an Wolfram beobachtet (siehe Abbildung 18).

In der Abbildung erkennt man rechts von $1.27 \mu\text{m}$ einen steigenden Verlauf mit der Temperatur und links davon einen fallenden. Dies ergibt eine charakteristische Form, die dazu geführt hat, diesen Punkt (hier $1.27 \mu\text{m}$) als X-Punkt zu bezeichnen. Es ist dies der Punkt, an dem sich die Isothermen der $\epsilon(\lambda)$ -Kurven schneiden.

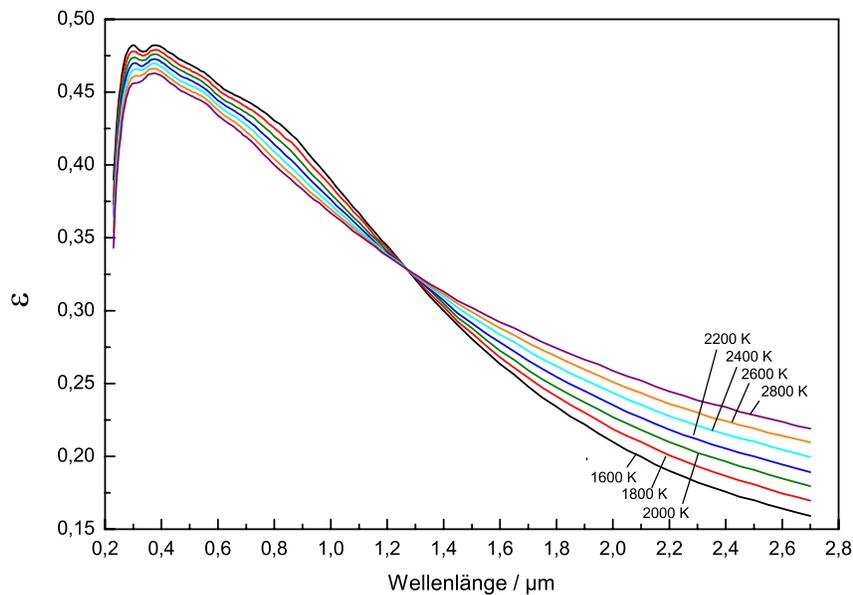


Abbildung 18: Emissionsgrad von Wolfram als Funktion der Wellenlänge für Temperaturen im Bereich zwischen 1600 K und 2800 K. Abbildung adaptiert aus [31], gezeichnet von [20].

Für die Pyrometrie ergäbe sich aus der Kenntnis der X-Punkte der Vor-

teil, dass sich der Emissionsgrad ab dem Schmelzen nicht mehr mit der Temperatur ändert, was die Genauigkeit einer Temperaturmessung verbessern würde. Dazu müsste das verwendete Pyrometer bei der richtigen Wellenlänge λ_x arbeiten.

Nun ist aber diese Kurve von DeVos ein Relikt aus 1954 und es gibt keine neueren oder genaueren Messungen. Es wurden nur wenige Materialien mit X-Punkten gefunden, und bei solchen mit X-Punkt streuen die Ergebnisse sehr stark. Trotzdem werden die Werte von DeVos immer noch bei der Herstellung von Sekundärnormalen zur Kalibration verwendet (nach [20]).

In der Zukunft sollte also die Suche nach X-Punkten weitergehen, und die alten Ergebnisse sollten neu bestätigt werden. Diesbezüglich gibt es eine Zusammenarbeit mit dem IAM in Duisburg.

Literatur

- [1] A. SEIFTER: *Bestimmung des normalen spektralen Emissionskoeffizienten von flüssigen pulsgeheizten Metallen mittels eines schnellen Photopolarimeters*. Dissertation, Institut für Experimentalphysik der Technischen Universität Graz, 2001.
- [2] R. GALLOB: *Bestimmung thermophysikalischer Daten von flüssigem Nickel und Kupfer mit Hilfe der Drahtexplosionsmethode*. Diplomarbeit, Technische Universität Graz, 1979.
- [3] R. GALLOB: *Bestimmung thermophysikalischer Daten von flüssigem Niob bis in den Überhitzungsbereich*. Dissertation, Technische Universität Graz, 1982.
- [4] G. POTTLACHER: *Bestimmung thermophysikalischer Daten von Metallen bis in den Überhitzungsbereich der flüssigen Phase*. Dissertation, Technische Universität Graz, 1987.
- [5] E. KASCHNITZ: *Bestimmung thermophysikalischer Daten verschiedener Metalle bei ohmscher Pulsheizung im Mikrosekundenbereich*. Dissertation, Technische Universität Graz, 1992.
- [6] G. NUSSBAUMER: *Weiterentwicklung der zeitaufgelösten Expansions- und Spannungsmessung bei Mikrosekunden - Pulsheizerperimenten, Bestimmung thermophysikalischer Daten von Kupfer und Gold*. Diplomarbeit, Technische Universität Graz, 1993.
- [7] B. WILTHAN: *Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität von Stoffen mittels dynamischer Differenzkalorimetrie*. Diplomarbeit, Technische Universität Graz, 2002.
- [8] RAYTEK: *Berührungslose Temperaturmessung*. Bedienungsanleitung, Thermalert Marathon Series MR1S, 1997.
- [9] G. RUFFINO: *Increasing precision in two-colour pyrometry*. Inst. Phax. Conf. Ser., 26, 1975.
- [10] B. COATES: *The least-squares approach to multi-wavelength pyrometry*. High Temperatures - High Pressures, Bd. 20, 1988.
- [11] P. C. NORDINE: *The Accuracy of Multicolor Optical Pyrometry*. High Temperature Science, 21, 1986.
- [12] P. B. COATES: *Multi-Wavelength Pyrometry*. Metrologia, 17, 1981.
- [13] G. M. FOLEY: *Modification of emissivity response of two-color pyrometers*. High Temperatures - High Pressures, 10, 1978.

- [14] G. NEUER, L. FIESSLER, M. GROLL E. SCHREIBER: *Critical analysis of the different methods of multiwavelength pyrometry*. Temperature.
- [15] A. CEZAIIRLIYAN, F. RIGHINI: *Issues in high-speed pyrometry*. metrologia, 33, 1996.
- [16] F. HENNING: *Temperaturmessung*. Herausgeber: Helmut Moser, Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, 3., völlig neubearbeitete Auflage, 1977.
- [17] G. R. KIRCHHOFF: *Gesammelte Abhandlungen*. 1882.
- [18] W. WIEN. Sitz. Ber. Akadem. d. Wiss. Berlin, 55, 1893.
- [19] F. PASCHEN. Ann. Phys., 60, 1897.
- [20] C. CAGRAN: *Untersuchung des Emissionsverhaltens flüssiger Metalle mittels Photopolarimetrie und Mehrwellenlängenpyrometrie*. Dissertation, Institut für Experimentalphysik der Technischen Universität Graz, 2004.
- [21] D. P. DEWITT, G. D. NUTTER (Herausgeber): *Theory and Practice of Radiation Thermometry*. John Wiley and Sons, Inc., 1988.
- [22] C. CAGRAN, B. WILTHAN, G. POTTLAGHER: *Normal Spectral Emissivity at a Wavelength of 684.5 nm and Thermophysical Properties of Solid and Liquid Molybdenum*. International Journal of Thermophysics, 25(5), 2004.
- [23] A. SEIFTER, F. SACHSENHOFER, G. POTTLAGHER: *A Fast Laser Polarimeter Improving a Microsecond Pulse Heating System*. International Journal of Thermophysics, 23(5), 2002.
- [24] F. SACHSENHOFER: *Data evaluation for pulse heating experiments with emissivity measurements using a division-of-amplitude photopolarimeter*. Diplomarbeit, Technische Universität Graz, 2000.
- [25] A. SONNBERGER: *Bau eines neuen Pyrometers zur Messung thermophysikalischer Daten von Aluminium*. Diplomarbeit, Technische Universität Graz, 2004.
- [26] J. RUPRECHTER: *Entwicklung und Kalibration eines Submikrosekunden-Pyrometers*. Diplomarbeit, Technische Universität Graz, 2000.
- [27] K. BOBORIDIS: *Application of single-wavelength radiation thermometry an hightspeed laser polarimetry to thermophysical property measurements on pulse-heated metals*. Dissertation, Technische Universität Graz, 2001.

- [28] R. E. BEDFORD, G. BONNIER, H. MAAS F. PAVESE: *Recommended values of temperature on the International Temperature Scale of 1990 for a selected set of secondary reference points*. Metrologia, 33, 1996.
- [29] E. KASCHNITZ, J. L. MCCLURE, A. CEZAIIRLIYAN: *Radiance temperatures (in the wavelength range 530 - 1500 nm) of iron and cobalt at their melting points by a pulse-heating technique*. Hight Temperatures - High Pressures, 8, 1997.
- [30] J. L. MCCLURE, A. CEZAIIRLIYAN: *Radiance Temperatures (in the Wavelength Range 525 to 906 nm) of Vanadium at Its Melting Point by a Pulse-Heating Technique*. International Journal of Thermophysics, 18(1), 1997.
- [31] J. C. DEVOS: *A New Determination of the Emissivity of Tungsten Ribbon*. Physica, XX, 1954.

Dank

Diese Diplomarbeit wurde unter der Leitung von Herrn Ao. Univ.-Prof. Dr. Gernot Pottlacher durchgeführt. Ich möchte ihm danken für die Idee und überhaupt die Möglichkeit, diese Arbeit am Institut für Experimentalphysik durchführen zu können. Er war stets um mich und mein Wohlergehen, aber auch um den Fortschritt meiner Arbeit bemüht, ohne dass ich je das Gefühl hatte, einer zu strengen Kontrolle ausgesetzt zu sein.

Besonders danken möchte ich auch Dr. Claus Cagran und Dipl.-Ing. Boris Wilthan. Sie waren meine direkten Ansprechpartner im Labor und haben mich stets selbstlos bei allen Fragen beraten. Das äußerst positive Betriebsklima in der Arbeitsgruppe ist ihnen zu verdanken.

Generell möchte ich dem Institut für Experimentalphysik unter der Leitung von Herrn Univ.-Prof. Dr. Wolfgang Ernst danken. Schon seit Beginn meines Studium waren sowohl Professoren wie auch alle anderen Mitarbeiter stets freundlich und hilfsbereit.

Für mein sorgenfreies Leben abseits vom Studium möchte ich meinen Eltern und meiner Schwester Gudrun danken.

Mein erster Ausgleich zur Physik ist die Gitarre. Diesbezüglich möchte ich meiner Professorin an der KUG Frau O. Univ.-Prof. Ortrud Posedu danken.

Erwähnen möchte ich auch meine „Nachbarn“ im Studentenheim auf A2. Besonders Astrid Klima und Kristina Sock waren mir, weil sie als Nicht-Physiker in mancherlei Hinsicht noch unverdorben sind, bei vielen Fragen der Meschheit eine Inspiration.

Jedoch auch meinen Physiker-Kollegen gebührt Dank. Ich fühle mich mit ihnen allen sehr verbunden.

Diese Arbeit wurde finanziell vom FWF unterstützt (Projekt: P15055).

begincenter Thomas Hüpf