

Peter Kerschenbauer

Widerstandsbestimmung von metallischen Proben mit der Vier-Punkt-Methode

DIPLOMARBEIT

Zur Erlangung des akademischen Grades
Diplom-Ingenieur



**Technische Universität Graz
Institut für Experimentalphysik**

betreut von:

Ao.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Gernot POTTLACHER

mitbetreut von:

Dipl.-Ing. Dr.techn. Boris WILTHAN

Graz, März 2008

Kurzfassung

Es wurde eine Anlage zur Bestimmung des spezifischen Widerstandes von Reinmetallen und Legierungen neu errichtet. Die Widerstandsbestimmung erfolgt mit der Vier-Punkt-Methode, wodurch die Leitungs- und Übergangswiderstände aus der Messung eliminiert werden können. Mit Hilfe einer Konstantstromquelle wird auf die Probe über zwei Kontakte ein Strom von 300 mA aufgeprägt. An zwei dazwischen liegenden Kontakten mit bekanntem Abstand wird der Spannungsabfall gemessen. Mit Hilfe des Ohmschen Gesetzes kann aus diesen beiden Größen der elektrische Widerstand direkt berechnet werden. Die gesamte Messanordnung findet in einem Rohrofen Platz, wodurch bei Kenntnis der Geometrie metallischer Proben und deren thermischer Ausdehnung der spezifische elektrische Widerstand von Raumtemperatur bis etwa 1350 K bestimmt werden kann. Die Anlage wird mit einer Vorvakuumpumpe evakuiert und während der Messung mit Argon gespült, sodass Umgebungseinflüsse weitgehend unterbunden sind.

Es wurden Proben aus Kupfer, Eisen, Nickel, Niob und Hafnium gemessen und mit entsprechenden Literaturwerten verglichen. Weiters wurden zwei Legierungen der Firma Böhler Edelstahl GmbH & Co KG vermessen.

Synopsis

An experimental set-up for measuring the specific electric resistivity of pure metals and alloys has been developed. The so-called Four-Point-Technique is used to measure the temperature-dependent electrical resistance of conducting materials, which eliminates possible influences arising from the resistance of the feed lines. Two electrical contacts apply the sample with a current of 300 mA, coming from a custom designed constant-current source; a second pair of contacts is used to detect the voltage drop across a given distance of the current-fed sample. As a consequence electrical resistivity can be calculated straight forward from Ohm's law. Furthermore, the entire system can be operated inside a tube furnace, which allows the calculation of temperature-dependent resistivity from ambient temperature to about 1350 K, provided that the sample dimensions and its thermal expansion are known. To create and maintain a non-oxidative ambient atmosphere while measuring, the whole system is first evacuated by means of a fore-vacuum pump and purged with argon thereafter. Samples of pure metals (copper, iron, nickel, niobium and hafnium) were investigated and compared with known results. Moreover, two specimens made of alloys which had been produced by the Böhler Edelstahl GmbH & Co KG were measured.

INHALTSVERZEICHNIS

1	Einleitung.....	1
2	Begriffsdefinitionen und physikalische Grundlagen	3
2.1	Allgemeines	3
2.2	Elektrische Kenngrößen.....	3
2.2.1	Elektrische Ladung	3
2.2.2	Stromstärke	4
2.2.3	Elektrische Spannung.....	5
2.2.4	OHMSCHES Gesetz.....	7
2.3	Elektrischer Widerstand.....	8
2.3.1	Elektrische Leitung in Metallen.....	8
2.3.2	Spezifischer elektrischer Widerstand.....	9
2.3.3	Temperaturabhängigkeit des Widerstandes	9
2.3.4	KIRCHHOFFSCHE Regeln.....	10
2.3.5	Serienschaltung von Widerständen.....	12
2.3.6	Parallelschaltung von Widerständen.....	13
2.4	Thermophysikalische Kenngrößen und Effekte.....	14
2.4.1	Wärme.....	14
2.4.2	Temperatur	15
2.4.3	Thermische Ausdehnung	16
2.4.4	Bestimmung des linearen Ausdehnungskoeffizienten.....	19
2.4.5	SEEBECK Effekt	22
2.5	Ermittlung der relevanten Messgrößen.....	24
2.5.1	Thermoelemente	24
2.5.2	Widerstandsbestimmung mit der Zwei-Punkt-Methode.....	27
2.5.3	Widerstandsbestimmung mit der Vier-Punkt-Methode.....	28
2.5.4	Widerstandsbestimmung mit der VAN-DER-PAUW-Methode.....	31
3	Aufbau der Messanordnung.....	33

3.1	Vorbemerkungen.....	33
3.2	Probenabmessungen.....	33
3.3	Zu erwartende Messwerte.....	34
3.4	Spannungs- und Strommessung.....	35
3.5	Temperaturmessung.....	36
3.6	Durchmesserbestimmung.....	37
3.7	Unsicherheitsabschätzung.....	37
3.8	Umgebungseinflüsse.....	39
3.9	Probenaufgabe und Kontaktierung.....	41
3.9.1	Messschiff.....	41
3.9.2	Material.....	42
3.9.3	Stromaufprägung und Spannungsabnehmer.....	43
3.9.4	Elektrische Zuleitungen und Thermoelemente.....	45
3.9.5	Positionierung des Messschiffes und der Leitungen.....	45
3.10	Längenbestimmung.....	47
3.11	Aufnahme der Messwerte.....	47
3.12	Zusammenbau der Anlage.....	48
3.13	Schematischer Aufbau und Geräteliste.....	52
4	Messungen und Auswertungen.....	54
4.1	Grundlegendes.....	54
4.1.1	Vorbemerkungen.....	54
4.1.2	Aufbau der Messung.....	54
4.2	Niob - Nb.....	56
4.2.1	Allgemeine Beschreibung.....	56
4.2.2	Daten der vermessenen Nb-Proben.....	56
4.2.3	Widerstandsbestimmung von Niob.....	58
4.3	Kupfer - Cu.....	61
4.3.1	Allgemeine Beschreibung.....	61
4.3.2	Daten der vermessenen Cu-Probe.....	61
4.3.3	Widerstandsbestimmung von Kupfer.....	62

4.4	Nickel - Ni.....	64
4.4.1	Allgemeine Beschreibung.....	64
4.4.2	Daten der vermessenen Ni-Probe.....	64
4.4.3	Widerstandsbestimmung von Nickel.....	66
4.5	Hafnium - Hf.....	69
4.5.1	Allgemeine Beschreibung.....	69
4.5.2	Daten der vermessenen Hf-Probe.....	69
4.5.3	Widerstandsbestimmung von Hafnium.....	71
4.6	Eisen - Fe.....	73
4.6.1	Allgemeine Beschreibung.....	73
4.6.2	Daten der vermessenen Fe-Probe.....	74
4.6.3	Widerstandsbestimmung von Eisen.....	75
4.7	Nimonic 80A.....	77
4.7.1	Einleitung.....	77
4.7.2	Allgemeine Beschreibung.....	77
4.7.3	Daten der vermessenen Proben.....	78
4.7.4	Widerstandsbestimmung von Nimonic 80A.....	79
4.7.5	Vergleich mit den Messdaten aus dem Pulsheizexperiment.....	82
4.8	X2CrNiMo 18-14-3.....	83
4.8.1	Allgemeine Beschreibung.....	83
4.8.2	Daten der vermessenen Proben.....	83
4.8.3	Widerstandsbestimmung von X2CrNiMo 18-14-3.....	84
5	Unsicherheitsbetrachtung.....	86
5.1	Vorbemerkungen.....	86
5.1.1	Allgemeines.....	86
5.1.2	Signalrauschen während des Heizens.....	86
5.1.3	Zusätzliche Einflüsse.....	88
5.2	Messunsicherheiten.....	89
5.2.1	Niob.....	89
5.2.2	Kupfer.....	90

5.2.3	Nickel.....	90
5.2.4	Hafnium	91
5.2.5	Eisen.....	91
5.2.6	Nimonic 80A.....	92
5.2.7	X2CrNiMo 18-14-3	92
6	Zusammenfassung.....	93

ABBILDUNGSVERZEICHNIS

Abbildung 2-1 Prinzipskizze einer Drehwaage	4
Abbildung 2-2 Stromverzweigungspunkt	11
Abbildung 2-3 Masche eines geschlossenen Stromkreises.....	11
Abbildung 2-4 Serienschaltung zweier Widerstände.....	12
Abbildung 2-5 Parallelschaltung zweier Widerstände.....	13
Abbildung 2-6 Potentialkurve eines Festkörpers (MIE Potential)	16
Abbildung 2-7 Thermische Ausdehnungsmessung	20
Abbildung 2-8 Schematischer Aufbau eines handelsüblichen Dilatometers	21
Abbildung 2-9 FERMI-Niveaus zweier Metalle	22
Abbildung 2-10 Berührungsspannungen an zwei Kontaktstellen.....	23
Abbildung 2-11 Thermoelement mit Referenztemperaturstelle	25
Abbildung 2-12 Zwei-Punkt-Methode und Ersatzschaltbild	27
Abbildung 2-13 Messanordnung für die Vier-Punkt-Methode.....	28
Abbildung 2-14 Ersatzschaltbild für die Vier-Punkt-Methode.....	28
Abbildung 2-15 Vier-Punkt-Methode, Knotenregel	29
Abbildung 2-16 Vier-Punkt-Methode, Maschenregel	29
Abbildung 2-17 Kontaktierung nach VAN DER PAUW	31
Abbildung 2-18 Kleeblatt-, Quadrat- und Kreuzstruktur.....	32
Abbildung 3-1 Rohrofen mit Quarzglasrohr.....	33
Abbildung 3-2 Messmodule und Steuergerät für Stromversorgung und Datenaustausch.....	35
Abbildung 3-3 Stromquelle.....	36
Abbildung 3-4 Kaltstellenkompensation	37
Abbildung 3-5 Lasermikrometer.....	37
Abbildung 3-6 Übergangsstück aus Messing	40
Abbildung 3-7 Planung des KF-Kreuzstücks	40
Abbildung 3-8 KF-Kreuzstück	41
Abbildung 3-9 Planung des Messschiffs.....	42

Abbildung 3-10 Planung des Spannungsabnehmers.....	44
Abbildung 3-11 Spannungsabnehmer.....	44
Abbildung 3-12 Leitungsdurchführungen.....	45
Abbildung 3-13 Keramikplatten zur vertikalen Führung.....	46
Abbildung 3-14 Messschiff mit Führungsplatten und Quarzstab.....	46
Abbildung 3-15 Einlagestück	47
Abbildung 3-16 Plan der Experimentieranordnung.....	49
Abbildung 3-17 Schnitt B-B	49
Abbildung 3-18 Messanlage für die Vier-Punkt-Methode	50
Abbildung 3-19 geöffnete Anlage	50
Abbildung 3-20 Probe nach der Messung.....	51
Abbildung 3-21 Anlage vor dem Verschließen	51
Abbildung 3-22 Schematischer Aufbau der Messanordnung	52
Abbildung 4-1 Messschiff mit Probe bei Raumtemperatur	54
Abbildung 4-2 Messschiff mit Probe bei einer höheren Messtemperatur	55
Abbildung 4-3 Ausdehnungskoeffizient von Niob.....	58
Abbildung 4-4 Vergleich Messwerte, gemittelte Werte und Ausgleichskurve	59
Abbildung 4-5 Spezifischer elektrischer Widerstand von Niob	60
Abbildung 4-6 Ausdehnungskoeffizient von Kupfer.....	62
Abbildung 4-7 Spezifischer elektrischer Widerstand von Kupfer.....	63
Abbildung 4-8 Ausdehnungskoeffizient von Nickel	65
Abbildung 4-9 Vergleich zwischen dem Aufheizen und Abkühlen	67
Abbildung 4-10 Spezifischer elektrischer Widerstand von Nickel.....	68
Abbildung 4-11 Ausdehnungskoeffizient von Hafnium.....	70
Abbildung 4-12 Spezifischer elektrischer Widerstand von Hafnium	72
Abbildung 4-13 Ausdehnungskoeffizient von Eisen	75
Abbildung 4-14 Spezifischer elektrischer Widerstand von Eisen	76
Abbildung 4-15 Ausdehnungskoeffizient von Nimonic 80A.....	79
Abbildung 4-16 Spezifischer elektrischer Widerstand von Nimonic 80A	80
Abbildung 4-17 Spezifischer elektrischer Widerstand von Nimonic 80A ohne 1. Aufheizen	81

Abbildung 4-18 Vergleich der Messwerte mit den Daten aus [1]	82
Abbildung 4-19 Elektrischer Widerstand von X2CrNiMo 18-14-3	85
Abbildung 5-1 Absolutes Rauschen bei Niob.....	86
Abbildung 5-2 Absolutes Rauschen bei Nickel.....	87
Abbildung 5-3 Absolutes Rauschen bei Eisen.....	87
Abbildung 5-4 Analyse des Rauschens anhand von Nb	88

TABELLENVERZEICHNIS

Tabelle 2-1 Thermoelektrische Spannungsreihe	24
Tabelle 2-2 Thermoelemente.....	26
Tabelle 3-1 Errechnete Widerstände für diverse Proben.....	34
Tabelle 3-2 Unsicherheitsabschätzung nach GUM für $d = 0,5$ mm Draht.....	38
Tabelle 3-3 Unsicherheitsabschätzung nach GUM für $d = 1$ mm Draht.....	38
Tabelle 3-4 Temperaturabhängiger Widerstand des Messschiffs.....	43
Tabelle 3-5 Geräte- und Materialliste.....	53
Tabelle 4-1 Durchmesserbestimmung von Niob Probe 1.....	57
Tabelle 4-2 Durchmesserbestimmung von Niob Probe 2.....	57
Tabelle 4-3 1. Messung von Niob	58
Tabelle 4-4 2. Messung von Niob	59
Tabelle 4-5 Durchmesserbestimmung von Kupfer.....	61
Tabelle 4-6 Messung von Kupfer	63
Tabelle 4-7 Durchmesserbestimmung von Nickel	65
Tabelle 4-8 Messung von Nickel.....	66
Tabelle 4-9 Durchmesserbestimmung von Hafnium.....	70
Tabelle 4-10 Messung von Hafnium	71
Tabelle 4-11 Durchmesserbestimmung von Hafnium nach der Messung.....	73
Tabelle 4-12 Durchmesserbestimmung von Eisen, 1. Probe.....	74
Tabelle 4-13 Durchmesserbestimmung von Eisen, 2. Probe.....	74
Tabelle 4-14 Messung von Eisen.....	76
Tabelle 4-15 Durchmesserbestimmung von Nimonic 80A, 1. Probe.....	78
Tabelle 4-16 Durchmesserbestimmung von Nimonic 80A, 2. Probe.....	78
Tabelle 4-17 Messung von Nimonic 80A; 1. Aufheizen.....	79
Tabelle 4-18 Messung von Nimonic 80A; Abkühlen und 2. Aufheizen	80
Tabelle 4-19 Durchmesserbestimmung von X2CrNiMo 18-14-3, 1. Probe.....	83
Tabelle 4-20 Durchmesserbestimmung von X2CrNiMo 18-14-3, 2. Probe.....	84

Tabelle 4-21 Messung von X2CrNiMo 18-14-3	84
Tabelle 5-1 Messunsicherheitsabschätzung für Niob.....	89
Tabelle 5-2 Messunsicherheitsabschätzung für Kupfer.....	90
Tabelle 5-3 Messunsicherheitsabschätzung für Nickel	90
Tabelle 5-4 Messunsicherheitsabschätzung für Hafnium.....	91
Tabelle 5-5 Messunsicherheitsabschätzung für Eisen.....	91
Tabelle 5-6 Messunsicherheitsabschätzung für Nimonic 80A.....	92
Tabelle 5-7 Messunsicherheitsabschätzung für X2CrNiMo 18-14-3.....	92

1 Einleitung

Diese Diplomarbeit wurde im Zuge eines Kooperationsprojektes zwischen der Arbeitsgruppe Subsekundenthermophysik am Institut für Experimentalphysik an der Technischen Universität in Graz und der Böhler Edelstahl GmbH & Co KG, welches von der Österreichischen Forschungsförderungsgesellschaft mbH gefördert wurde (Projektnummer: 810999), durchgeführt.

Ziel dieser Diplomarbeit war es, mit Hilfe eines bestehenden Röhrenofens (Fabrikat: Heraeus; Typ: RO-4/50) eine Versuchsanordnung aufzubauen, welche die Messung von verschiedenen Proben mit unterschiedlichen Längen und unterschiedlichen Querschnitten ermöglicht. Durch diese Messungen sollte es ermöglicht werden, den spezifischen elektrischen Widerstand von Reinmetallen und auch von Legierungen über einen Temperaturbereich von Raumtemperatur bis etwa 1350 K zu ermitteln. Die angestrebte Messunsicherheit wurde mit ± 1 % des errechneten Wertes festgelegt.

Exakte Materialdaten sind für Simulationsberechnungen zwingend erforderlich, da nur bei genügend genauen Daten eine solche Simulation auch brauchbare Ergebnisse liefern kann. Deshalb war es für unseren Kooperationspartner Böhler Edelstahl GmbH & Co KG wünschenswert, die Materialdaten, die bereits von unserer Arbeitsgruppe bestimmt wurden, um den Bereich von Raumtemperatur bis etwa 1085°C zu erweitern. Die bisherigen Ergebnisse deckten den Temperaturbereich oberhalb von etwa 1000°C ab. Somit stellen diese Messungen eine Ergänzung zu den Diplomarbeiten bezüglich Nimonic 80A [1] und X2CrNiMo18-14-3 [2] dar. In beiden angeführten Arbeiten wurde der Messbereich mit Hilfe von DSC - Messdaten auf einen wesentlich größeren Bereich erweitert, was aber aufgrund von nicht eintretenden Phasenumwandlungen im Pulsheizexperiment zu stark abweichenden Ergebnissen führen kann (siehe 4.7.5).

Da die Messanordnung mit einer Konstantstromquelle ausgestattet ist, kann mit Hilfe des OHMSCHEN Gesetzes durch eine Spannungsmessung sehr einfach der Widerstand errechnet werden. Schließlich ist noch die Kenntnis der geometrischen Abmessungen der Probe notwendig um unter Berücksichtigung der thermischen Ausdehnung den spezifischen elektrischen Widerstand des Materials ermitteln zu können. Damit die angestrebten Vorgaben eingehalten bzw. erreicht werden können, müssen die Proben folgenden Abmessungen entsprechen: Durchmesser 0,5 bis 4 mm, Länge 40 bis 200 mm. Größere Probenquerschnitte sind durch den begrenzten Ofenquerschnitt leider nicht messbar.

Im Zuge dieser Diplomarbeit wurden die Reinmetalle Kupfer, Niob, Eisen, Nickel und Hafnium untersucht. Aufgrund dieser Messungen lassen sich Aussagen über die Qualität der Anlage treffen. Mit Kupfer, Hafnium und Niob wurde anhand des Vergleiches mit Literaturdaten

gezeigt, wie die Messwerte qualitativ zu bewerten sind. Nickel- und Eisenproben sollten zum einen die zuvor erhaltenen Ergebnisse bestätigen und zum anderen wurde auch untersucht, ob und wie gut der magnetische Phasenumwandlungspunkt, der sog. CURIE-Punkt¹, experimentell zu ermitteln sei.

Mit Hilfe dieser eingehenden Untersuchung der Funktion der Anlage, konnte nun dazu übergegangen werden, die Legierungen unseres Kooperationspartners zu vermessen.

Nimonic 80A ist eine Nickelbasislegierung und wird in Industrie und Technik für Hochtemperaturanwendungen, wie z.B. Turbinenschaufelräder, Ventilteller oder Wellen, etc. verwendet. Ein weiteres großes Anwendungsgebiet stellt die Nukleartechnik dar, da diese Legierung frei von Kobalt ist. Das Element Kobalt besitzt nur ein stabiles Isotop, Co-59. Durch Neutroneneinfang entsteht das Isotop Co-60, welches in der Radiomedizin und Diagnostik vielfach Anwendung findet. Dieses Isotop selbst ist jedoch ein β -Strahler, und in weiterer Folge das Zerfallsprodukt Ni-60 ein γ -Strahler, wodurch das Element Kobalt direkt im Reaktor nicht eingesetzt werden kann.

Legierungsbestandteile [1]: 75,6 % Nickel, 19,5 % Chrom, 2,5 % Titan, 1,7 % Aluminium, $\leq 1,5$ % Eisen, 0,06 % Kohlenstoff

Bei **X2CrNiMo18-14-3** handelt es sich um einen nichtrostenden Chrom-Nickel-Stahl, welcher Eigenschaften, wie z.B. Kaltumformbarkeit, Beständigkeit gegen reduzierende Säuren, Hochglanzpolierfähigkeit, volle austenitische Schweißbarkeit usw. aufweist. Aufgrund dieser Spezifikationen wird das Material für Pumpenköpfe, Reaktoren und Ventilspindeln und vor allem in chemisch sehr aggressiven Umgebungen, wie in der Harnstoff-, Färber-, Papier-, Textil- und Lederindustrie, sowie auch in der chemischen und pharmazeutischen Industrie eingesetzt.

Legierungsbestandteile [2]: 63,2 % Eisen, 17,5 % Chrom, 14,5 % Nickel, 2,7 % Molybdän, 1,7 % Mangan, 0,3 % Silizium, 0,07 % Stickstoff, $\leq 0,03$ % Kohlenstoff

¹ benannt nach dem Entdecker dieses Phänomens, dem französischen Physiker PIERRE CURIE

2 Begriffsdefinitionen und physikalische Grundlagen

2.1 Allgemeines

Die verwendeten Begriffe, Formeln und Definitionen wurden mit Hilfe der Bücher *Experimentalphysik Band I* [3], *Experimentalphysik Band II* [4], *Physik* [5], *Messtechnik* [6], *Physik* [7] und *Grundlagen der Festkörperphysik* [8] erarbeitet. Der nachfolgende Text stellt eine Zusammenschau aus den hier angeführten Büchern dar.

2.2 Elektrische Kenngrößen

2.2.1 Elektrische Ladung

Ladung ist eine Eigenschaft der Materie, welche sich in einer Kraftwirkung zwischen den beteiligten Körpern niederschlägt. Es gibt zwei willkürlich festgelegte Ladungsarten, die sich gegenseitig neutralisieren können. Deshalb werden sie als positive und negative Ladungen bezeichnet. Bereits seit der Antike sind einige elektrische Effekte bekannt. So wird zum Beispiel Kenntnis der elektrostatischen Aufladung von Bernstein dem griechischen Philosoph und Mathematiker THALES VON MILET zugeschrieben. Außerdem war dieser Effekt Grundlage für die Begriffsbildung „Elektrizität“, da das griechische Wort für Bernstein „elektron“ lautet.

Die Existenz elektrischer Ladungen war also schon lange Zeit bekannt. Jedoch war es schwierig, dieses Phänomen genau zu untersuchen. So definierte der französische Physiker CHARLES AUGUSTE DE COULOMB bereits 1785 das nach ihm benannte COULOMBSCHE Gesetz, welches die Kraft, die zwei elektrische Ladungen (Q, Q') aufeinander ausüben, in Analogie zum NEWTONSCHEN Gravitationsgesetz² folgendermaßen beschreibt:

$$F = k \cdot \frac{QQ'}{r^2} \quad (2.1)$$

F Kraft

k Konstante

² Jede Masse, bzw. jeder Massenpunkt zieht einen anderen mit einer Kraft, welche entlang der gedachten Verbindungslinie gerichtet ist, an. Das Gesetz, welches diese Kraft beschreibt wurde von ISAAC NEWTON bereits

1666 aufgestellt. Die Gravitationskraft ist definiert: $F = -G \cdot \frac{m_1 m_2}{r^2}$

m_1, m_2 Massen der einzelnen Körper

r Abstand der Körper

G Gravitationskonstante [9] $G = (6,6743 \pm 0,0007) \cdot 10^{-11} \text{ N} \cdot \text{m}^2 / (\text{kg})^2$

Q, Q' elektrische Ladungen

r Abstand zwischen den Ladungen

Die elektrostatischen Kraftmessungen wurden analog zu den Gravitationskraftmessungen mit einer geeigneten Drehwaage gemacht. Aus der Verdrehung des Torsionsfadens können direkte Rückschlüsse auf die wirkenden Kräfte gezogen werden. Der große Unterschied zur Gravitationskraftmessung liegt aber darin, dass in diesem Fall auch die Abmessungen der Kugeln eine Rolle spielen, da die Ladungen sich auf den Oberflächen der beiden Kugeln befinden. Die Kugeln müssen nunmehr so klein sein, dass ihre Abmessungen bezogen auf den Abstand zueinander vernachlässigbar sind. Dann kann man in Analogie zum Gravitationsgesetz wieder von Punktladungen sprechen.

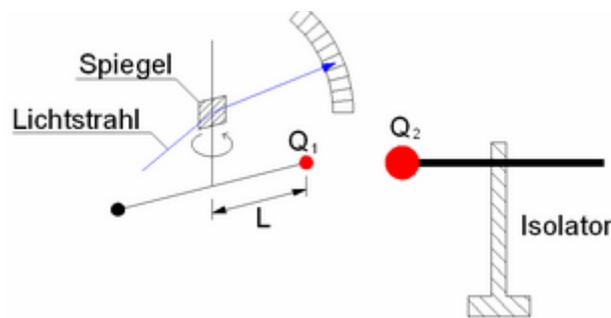


Abbildung 2-1 Prinzipskizze einer Drehwaage

Die elektrische Ladung ist eine Erhaltungsgröße, d.h. Ladung kann in einem abgeschlossenen System weder erzeugt noch vernichtet werden. Außerdem ist Ladung diskret, d.h. sie kommt nur als ein ganzzahliges Vielfaches der kleinsten möglichen Ladungseinheit, der Elementarladung e vor. Diese Elementarladung ist der Absolutbetrag der Ladung eines Elektrons bzw. eines Protons. Die Ladungen beider Elementarteilchen sind exakt gleich. Dies wurde bereits mit einer Unsicherheit von $< 10^{-20}$ bestätigt [5]. Selbst bei geringeren Abweichungen zwischen Elektron- und Protonladung würden in Körpern Kräfte auftreten, welche weit größer als die Gravitation wären.

$$\text{Elementarladung}^3 e = (1,602\ 176\ 49 \pm 0,000\ 000\ 04) \cdot 10^{-19} \text{ As}$$

2.2.2 Stromstärke

Die Stromstärke I ist definiert als jene Ladungsmenge dQ , welche in einer bestimmten Zeit dt durch den Querschnitt eines Leiters fließt. Die Stromstärke ist eine SI-Basisgröße. D.h. sie ist eine der sieben Grundeinheiten des „Internationalen Einheitensystems“ aus denen alle weiteren physikalischen Einheiten abgeleitet werden.

³ Standardwert vom National Institute of Standards and Technology [9]

$$I = \frac{dQ}{dt} \quad (2.2)$$

Als Einheit für die Stromstärke I wurde das Ampere festgelegt.

$$[I] = 1 \text{ Ampere (A)}$$

„Ein Ampere ist die Einheit des Stromes, der in zwei parallelen, geradlinigen, unendlich langen, in einem Meter Abstand befindlichen Leitern fließt und zwischen ihnen eine Kraft von $2 \cdot 10^{-7}$ Newton pro Meter Länge ausübt.“ [4, Seite 123]. Durch diese seit dem 1. Januar 1948 gültige Definition ist die Einheit der Stromstärke auf die Kraft bezogen, welche die Magnetfelder, die durch den Strom erzeugt werden, aufeinander ausüben.

Mit Hilfe der Definition (2.2) kann man nun die elektrische Ladung errechnen. Durch Umformung ergibt sich:

$$Q = \int I \cdot dt \quad (2.3)$$

und für stationären, also zeitlich konstanten Stromfluss:

$$Q = I \cdot t \quad (2.4)$$

Als Einheit für Q ergibt sich nun zwingend:

$$[Q] = [I] \cdot [t] = \text{A} \cdot \text{s}$$

Name: **Coulomb (C)**

1 As ist also jene Ladung, die in 1 s bei einem Strom von 1 A durch einen Querschnitt tritt. Aufgrund der Definition der Stromstärke kann nun auch die Konstante des COULOMBSCHEN Gesetzes eindeutig bestimmt werden. Hiezu schreiben wir noch mal Gleichung (2.1) an, ersetzen jedoch k mit $(4 \pi \epsilon_0)^{-1}$.

$$F = \frac{1}{4\pi\epsilon_0} \cdot \frac{QQ'}{r^2} \quad (2.5)$$

ϵ_0 heißt *elektrische Feldkonstante*, *Influenzkonstante* oder *absolute Dielektrizitätskonstante des Vakuums* und beträgt [9]:

$$\epsilon_0 = 8,854\,187\,817 \cdot 10^{-12} \text{ A}^2 \text{ s}^{-4} \text{ m}^{-3} (\text{kg})^{-1}$$

2.2.3 Elektrische Spannung

Um den Begriff der Spannung zu erläutern muss hier kurz das *elektrische Feld* erwähnt werden. Dieses elektrische Feld ist ein Zustand des Raumes, der sich insofern zeigt, als dass elektrische Ladungen Q , welche sich im Feld befinden, eine Kraft erfahren, welche freie Ladungen entlang der Feldlinien bewegen würde. Die elektrische Feldstärke E ist definiert als

Kraft F dividiert durch eine sehr kleine Probeladung Q , da größere Ladungen wiederum Einfluss auf das elektrische Feld nehmen würden.

$$E = \frac{F}{Q} \quad (2.6)$$

Bewegt man nun eine Ladung entgegen dem elektrischen Feld von einem tieferen (P_1) zu einem höheren Niveau (P_2), so muss Arbeit verrichtet werden, es kommt also zu einem Energiegewinn. Die zugeführte Energie ${}_1W_2$ errechnet sich aus:

$${}_1W_2 = \int_1^2 F \cdot ds = \int_1^2 Q \cdot E \cdot ds = Q \cdot E \cdot l \quad (2.7)$$

Man erkennt sehr gut die Analogie zur mechanischen Hubarbeit⁴. In beiden Fällen gilt, dass das Ergebnis unabhängig vom Weg zwischen den beiden Niveaus ist. Es ist lediglich ausschlaggebend, welchen Wert die Potentialdifferenz zwischen Anfangs- und Endpunkt hat. Demzufolge kann (2.7) auch in dieser Art geschrieben werden:

$${}_1W_2 = W_{p,2} - W_{p,1} \quad (2.8)$$

$W_{p,1}$potentielle Energie im Startpunkt

$W_{p,2}$potentielle Energie im Endpunkt

Um zu einer charakteristischen Größe für das elektrische Feld zu kommen wird die potentielle elektrische Energie W_p auf die Ladungseinheit bezogen. Diese Größe bezeichnet man als elektrisches Potential U^* .

$$U^* = \frac{W_p}{Q} \quad (2.9)$$

Das Bezugsniveau kann frei gewählt werden. Üblicherweise wählt man das Niveau jedoch Null, sodass das Potential jener Energie entspricht, welche benötigt wird um die Ladungseinheit auf das Endniveau zu befördern.

In den meisten technischen Anwendungsfällen wiederum kommt es aber nicht darauf an, welches Potential zwei Körper bezüglich eines festgesetzten Nullniveaus (z.B. Erde) haben, da dieses ohnehin frei wählbar wäre. Viel interessanter ist die Potentialdifferenz zwischen den Körpern selbst. Die Arbeit, welche erforderlich ist, um eine Ladungseinheit von Körper 1 zu

⁴ Hubarbeit: ${}_1W_2 = m \cdot g \cdot h$

mMasse

gErdbeschleunigung $g = 9,81 \text{ m} \cdot \text{s}^{-2}$

hHöhendifferenz zwischen den Niveaus

Körper 2 zu bringen, entspricht der vorhin bereits erläuterten Differenz der elektrischen Potentiale. Diese Potentialdifferenz bezeichnet man als elektrische Spannung U .

$$U = U_2^* - U_1^* = \frac{1W_2}{Q_+} \quad (2.10)$$

Die Spannung zwischen zwei Körpern ist also die Arbeit, welche erforderlich ist, um eine positive Ladung vom negativeren zum positiveren Körper zu bringen. Als Einheit für die Spannung U ergibt sich:

$$[U] = [W] / [Q] = \text{J} / \text{As} = \text{kg} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-3} \cdot \text{A}^{-1}$$

Name: **Volt** (V)

2.2.4 OHMSCHES Gesetz

Wenn man eine metallische Probe nimmt, z.B. ein Stück Draht, und diese Probe in einen Stromkreis einbindet, so stellt man fest, dass zwischen Anfangs- und Endpunkt der Probe eine Potentialdifferenz, ein Spannungsabfall, entsteht. Stromstärke I und Spannungsabfall U sind direkt proportional. D.h. je größer der angelegte Strom ist, desto größer ist auch der zugehörige Spannungsabfall. Der Quotient aus Spannungsabfall und Stromstärke wird „elektrischer Widerstand R “ genannt. Der deutsche Physiker GEORG SIMON OHM entdeckte diese Proportionalität bereits 1826 und formulierte das nach ihm benannte Gesetz für homogene Leiter:

$$R = \frac{U}{I} = \text{const.} \quad (2.11)$$

„Die Stromstärke in einem homogenen Leiter ist der Spannung an den Enden des Leiters direkt und dem Widerstand des Leiters umgekehrt proportional.“ [4, Seite 128]

Als Einheit für den Widerstand ergibt sich:

$$[R] = [U] / [I] = \text{V} / \text{A} = \text{kg} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-3} \cdot \text{A}^{-2}$$

Name: **Ohm** (Ω)

Das OHMSCHE Gesetz ist für Metalle erfüllt und gilt dann, wenn unter konstanten äußeren Bedingungen der Widerstand unabhängig von Strom und Spannung ist. Ausgenommen vom OHMSCHEN Gesetz sind z.B. Gasentladungsstrecken in Bogenlampen und Leuchtstoffröhren und viele Halbleiterbauelemente.

Für einige Berechnungen ist es jedoch einfacher anstatt mit dem elektrischen Widerstand, mit dem sog. elektrischen Leitwert G als Kenngröße zu rechnen. Dieser Leitwert stellt nichts anderes als den reziproken Widerstand dar:

$$G = \frac{1}{R} = \frac{I}{U} \quad (2.12)$$

Als Einheit ergibt sich:

$$[G] = [I] / [U] = \text{A} / \text{V} = (\text{kg})^{-1} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^3 \cdot \text{A}^2 = \Omega^{-1}$$

Name: **Siemens** (S)

2.3 Elektrischer Widerstand

2.3.1 Elektrische Leitung in Metallen

Die klassische Vorstellung der elektrischen Leitung in Metallen beruht darauf, dass sich die Elektronen der Metallatome, welche sich in der äußersten Schale des jeweiligen Atoms befinden, im Metall frei bewegen können. Die Atomrümpfe bilden dabei unter Einbeziehung der vollbesetzten unteren Schalen ein Kristallgitter, in dem die einzelnen Elemente positiv geladen sind. Die frei beweglichen Elektronen werden als Elektronengas bezeichnet. Liegt kein elektrisches Feld vor, so bewegen sich die Elektronen ohne ausgeprägte Richtung („BROWNSCHE Bewegung“). Diese Bewegung entsteht zum einen durch thermisch angeregte Schwingungen der Atome und den daraus resultierenden Wechselwirkungen mit den Phononen und zum anderen aus den elektrostatischen Wechselwirkungen zwischen den Elektronen und Atomen. Weiters tragen auch Stöße zwischen den Teilchen dazu bei.

Legt man aber eine Spannung an das Metall an, so werden sich die freien Ladungsträger in Richtung des elektrischen Feldes bewegen. Die Elektronen bewegen sich zum höheren Potential. Liegt keine Einschränkung der Teilchenbewegung vor, d.h. die Elektronen können sich ohne Energieverlust im Metall bewegen, so spricht man von Supraleitung. Dieser Effekt tritt nur bei Temperaturen nahe dem absoluten Nullpunkt auf. Bei Temperaturen von Raumtemperatur und darüber können sich die Elektronen nicht frei bewegen. Die Elektronen geben einen Teil ihrer kinetischen Energie durch Stoßprozesse mit den Atomrümpfen, sowie durch Wechselwirkung mit den Gitterschwingungen (Phononen) ab. Dadurch entsteht eine konstante Driftgeschwindigkeit der Ladungsträger im Metall. Eine weitere Beeinträchtigung dieser Elektronenbewegung tritt durch Fehler und Unregelmäßigkeiten im Kristallgitter auf, d.h. Korngrenzen, Fremdatome und auch Fehlstellen verändern die Ladungsträrgeschwindigkeit. Die Gesamtheit dieser Störprozesse wird als elektrischer Widerstand bezeichnet. Da die Kristallstruktur bei verschiedenen Materialien unterschiedlich ist und sich die Atome selbst bei verschiedenen Elementen in Größe, Massenzahl, Energieniveaus, Quantenzahlen, usw. unterscheiden, ist es nahe liegend, dass sich der Widerstand einzelner Reinmaterialien und auch Legierungen unterscheidet. Der elektrische Widerstand ist also eine charakteristische, temperaturabhängige Materialeigenschaft.

2.3.2 Spezifischer elektrischer Widerstand

Der spezifische elektrische Widerstand ρ ist eine temperaturabhängige Materialkonstante. Der gemessene Widerstandswert wird auf die jeweiligen Probenabmessungen bezogen.

$$\rho = R \cdot \frac{A}{l} \quad (2.13)$$

A Querschnittsfläche

l Probenlänge

Als Einheit ergibt sich:

$$[\rho] = [R] \cdot [A] / [l] = \Omega \cdot \text{m}^2 / \text{m} = \Omega \cdot \text{m}$$

Der elektrische Widerstand ist also direkt proportional der Länge und indirekt proportional dem Querschnitt eines Leiters. Analog zum elektrischen Leitwert kann man auch die spezifische Leitfähigkeit σ definieren. Sie ist der Kehrwert des spezifischen elektrischen Widerstandes ρ .

$$\sigma = \frac{1}{\rho} = \frac{l}{R \cdot A} \quad (2.14)$$

Als Einheit ergibt sich:

$$[\sigma] = \Omega^{-1} \cdot \text{m}^{-1} = \text{S} \cdot \text{m}^{-1}$$

Der spezifische Widerstand ist umso kleiner, je besser elektrisch leitfähig das Material ist. Die Werte variieren bei Raumtemperatur für Reinmetalle über einen sehr großen Bereich. So weist Silber, welches als bester Leiter bekannt ist, bei Raumtemperatur einen spezifischen elektrischen Widerstand von $1,6 \cdot 10^{-8} \Omega\text{m}$ auf, Nickel hat bereits einen Widerstand von $7 \cdot 10^{-8} \Omega\text{m}$, Antimon $4 \cdot 10^{-7} \Omega\text{m}$ und z.B. Quecksilber $9,6 \cdot 10^{-7} \Omega\text{m}$ [4]. Man sieht, dass bei Metallen die Unterschiede im spezifischen elektrischen Widerstand bereits beträchtlich sind. Halbleiter weisen natürlich einen eklatant höheren spezifischen Widerstand auf und auch die Unterschiede sind noch viel gravierender. Beispielsweise beträgt ρ bei Germanium bei Raumtemperatur $0,46 \Omega\text{m}$, bei Silizium bereits $2300 \Omega\text{m}$. Die Leitfähigkeit von Halbleitern kann jedoch durch Dotierung mit anderen Elementen entsprechend verändert werden.

2.3.3 Temperaturabhängigkeit des Widerstandes

In einem Festkörper führt die thermische Energie dazu, dass die Teilchen um ihre Ruhelage schwingen. Dies bedeutet, dass die Teilchen bei z.B. 1000 K viel stärker schwingen als bei Raumtemperatur, was wiederum zur Folge hat, dass Elektronen in einem Strom führenden Leiter bei höheren Temperaturen viel wahrscheinlicher mit einem schwingenden Atom zusammenstoßen, wodurch die Driftgeschwindigkeit der Ladungsträger und damit die elektrische Leitfähigkeit kleiner und folglich der elektrische Widerstand größer wird. Für Reinme-

talle bedeutet dies, dass der elektrische Widerstand mit steigender Temperatur zunimmt. Bei vielen Reinmetallen ist dieser Effekt über große Temperaturbereiche weitgehend linear. Zu Abweichungen von dieser Linearität kommt es dann, wenn es während des Aufheizens oder Abkühlens zu Phasenumwandlungen im Material kommt. Bei Legierungen kann man jedoch nicht mehr so verallgemeinerte Aussagen treffen, da die Eigenschaften von der Art und dem Anteil der einzelnen Legierungsbestandteile sehr stark abhängig sind. Für Materialien mit linearem Temperaturkoeffizient kann man den Zusammenhang wie folgt ausdrücken:

$$\rho(T) = \rho(T_0) \cdot (1 + \alpha \cdot (T - T_0)) \quad (2.15)$$

T_0 Bezugstemperatur

T Temperatur

α linearer Temperaturkoeffizient

Je nach Vorzeichen von α unterscheidet man zwischen Kaltleitern (*PTC – positive temperature coefficient*) und Heißleitern (*NTC – negative temperature coefficient*). Metalle gehören zu den Kaltleitern, Halbleiter üblicherweise zu den Heißleitern.

Wie bereits unter Punkt 2.2.2 erwähnt wurde, ist die Stromstärke definiert als die Menge der Ladungsträger, die sich pro Zeiteinheit durch einen Querschnitt bewegt. Erhöht man demzufolge die Stromstärke in einem Draht, so bewegen sich mehr Elektronen in der selben Zeit durch den Querschnitt, was zur Folge hat, dass die Wechselwirkungen mit den Atomen und Phononen zunehmen. Dies bedeutet wiederum, dass mehr Energie auf den Draht übertragen wird. Die Folge davon ist, dass die Gitterschwingungen zunehmen, was bedeutet, dass die Temperatur im Draht steigt. Dies ist der Grund dafür, dass für bestimmte Stromstärken Mindestdrahtquerschnitte vorgeschrieben sind, da der Widerstand und damit auch die Temperaturerhöhung indirekt proportional zum Querschnitt ist.

2.3.4 KIRCHHOFFSCHE Regeln

Der deutsche Physiker GUSTAV ROBERT KIRCHHOFF stellte bereits 1845 die beiden nach ihm benannten Regeln zur Berechnung von elektrischen Schaltungen auf. Sie beruhen jeweils auf einem Erhaltungssatz. Die **1. KIRCHHOFFSCHE Regel** („*Knotenregel*“) besagt, dass in einem Verzweigungspunkt einer elektrischen Schaltung die Summe der zufließenden und die Summe der abfließenden Ströme gleich sein müssen. Dies ist eine direkte Konsequenz der Ladungserhaltung, da ja ansonsten der Definition (2.2) entsprechend, Ladungsträger vernichtet oder aus nichts erzeugt werden müssten, was aufgrund des Erhaltungssatzes nicht möglich ist.

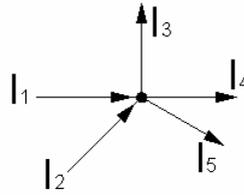


Abbildung 2-2 Stromverzweigungspunkt

$$\sum_i I_i = 0 \quad (2.16)$$

Für obige Abbildung bedeutet dies:

$$I_1 + I_2 - I_3 - I_4 - I_5 = 0$$

Die **2. KIRCHHOFFSCHE Regel** („Maschenregel“) sagt aus, dass die Summe der Spannungen in einem geschlossenen Stromkreis stets 0 sein muss. Dabei werden Spannungen in die eine Richtung, z.B. im Uhrzeigersinn positiv und in die andere Richtung negativ gezählt. Diese Regel ist eine Konsequenz der Energieerhaltung in geschlossenen Systemen, da elektrische Spannung nichts anderes als eine Potentialdifferenz darstellt. Es ist aber für die Maschenregel irrelevant, ob sie auf die gesamte Schaltung oder nur auf einzelne Maschen einer Schaltung angewandt wird. Auch Spannungsquellen werden einfach addiert oder subtrahiert.

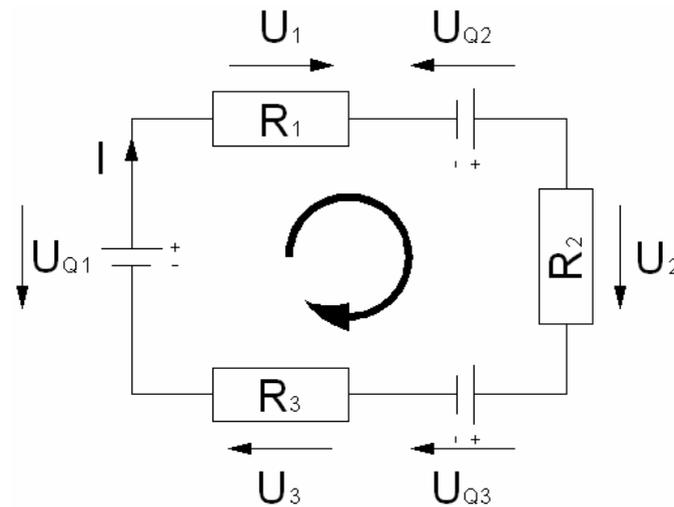


Abbildung 2-3 Masche eines geschlossenen Stromkreises

$$\sum_i U_i = 0 \quad (2.17)$$

Für den zuvor dargestellten Fall heißt dies:

$$U_1 + U_2 + U_3 - U_{Q1} - U_{Q2} + U_{Q3} = 0$$

2.3.5 Serienschaltung von Widerständen

Speziell für die grundlegenden Verknüpfungen von elektrischen Widerständen in Schaltungen sind die KIRCHHOFFSCHEN Regeln ein unverzichtbares Hilfsmittel um die Rechenregeln, welche man zur Anwendung bringen muss, in korrekter Art und Weise zu benutzen. Im Folgenden wird nun die Hintereinanderschaltung, die sog. „Serienschaltung“ besprochen.

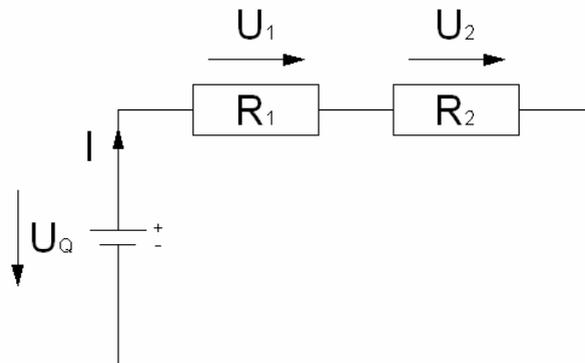


Abbildung 2-4 Serienschaltung zweier Widerstände

Bei der Serienschaltung der Widerstände kommt die 2. KIRCHHOFFSCHE Regel, die Maschenregel, zum Einsatz, welche besagt, dass die Summe der Spannungen Null sein muss. Das bedeutet für die in Abbildung 2-4 dargestellte Schaltung nach (2.17):

$$\sum_i U_i = 0$$

$$U_Q = U_1 + U_2$$

Da die Stromstärke I in beiden Widerständen gleich sein muss, gilt:

$$I \cdot R_{Ges} = I \cdot R_1 + I \cdot R_2 \quad (2.18)$$

$$R_{Ges} = R_1 + R_2 = \sum_i R_i \quad (2.19)$$

Das bedeutet also, dass bei der Serienschaltung von Widerständen der Gesamtwiderstand einfach die Summe der einzelnen Widerstände ist.

2.3.6 Parallelschaltung von Widerständen

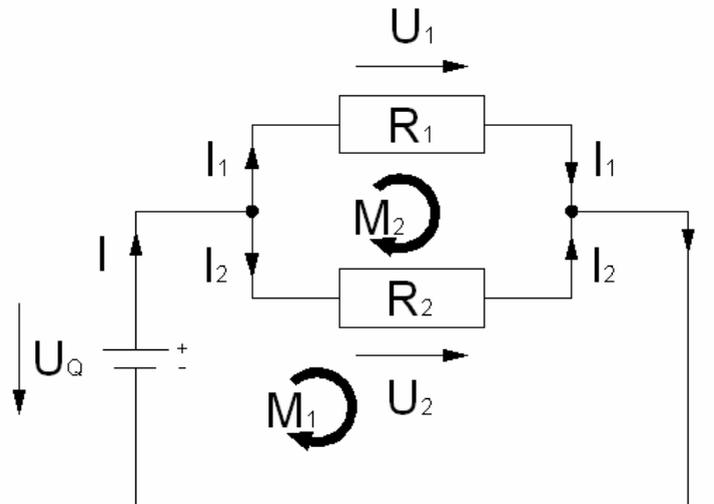


Abbildung 2-5 Parallelschaltung zweier Widerstände

Bei der Parallelschaltung von Widerständen geht man zunächst von der 1. KIRCHHOFFSCHEN Regel, der Knotenregel, aus. Diese besagt, dass die Summe der Ströme an Knotenpunkten Null sein muss, wie bereits in (2.16) angegeben. D.h. für den oben dargestellten Fall:

$$\sum_i I_i = 0$$

$$I = I_1 + I_2$$

$$\frac{U_Q}{R_{Ges}} = \frac{U_1}{R_1} + \frac{U_2}{R_2} \quad (2.20)$$

Aufgrund der Maschenregel muss aber für Masche \$M_1\$ gelten:

$$U_Q = U_2$$

und weiters für Masche \$M_2\$:

$$U_1 = U_2 = U_Q$$

Dies hat nun aber zur Folge dass (2.20) so formuliert werden kann:

$$\frac{U_Q}{R_{Ges}} = \frac{U_Q}{R_1} + \frac{U_Q}{R_2} \quad (2.21)$$

$$\frac{1}{R_{Ges}} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} = \sum_i \frac{1}{R_i} \quad \text{bzw.} \quad G_{Ges} = G_1 + G_2 = \sum_i G_i \quad (2.22)$$

Bei einer Parallelschaltung von Widerständen ist der Kehrwert des Gesamtwiderstandes, der Gesamtleitwert, die Summe der einzelnen Leitwerte.

Mit Hilfe dieser Verknüpfungsregeln und den sich daraus ergebenden Additionsvorschriften für OHMSCHE Widerstände können diverse elektrische Schaltungen für Gleichstromanwendungen entworfen und auch berechnet werden.

2.4 Thermophysikalische Kenngrößen und Effekte

2.4.1 Wärme

Wir Menschen haben in unserer Haut sehr viele Nervenenden, welche uns über einen gewissen Bereich die „Warmheit“ eines Stoffes vermitteln. Man kann demnach unterscheiden, ob es sich nun um kalte, warme oder heiße Körper, Flüssigkeiten oder gasförmige Stoffe handelt. Diese Unterteilung ist jedoch nur eine rein subjektive und für technische Anwendungen, für analytische Untersuchungen, selbst für jeglichen objektiven Umgang mit der Temperatur absolut unbrauchbar. Als Konsequenz hierfür ist es nötig, eine Vergleichsgröße, welche auch messbar ist, einzuführen. Natürlich ist auch eine genaue und eindeutige Begriffsdefinition gefordert.

Wärme und Temperatur sind nicht das Selbe. Bis in das 19. Jahrhundert hinein wurde diesem Umstand nur sehr wenig Glauben geschenkt. Man hielt Wärme für eine unabwägbare Substanz namens „Phlogiston“ und alle Umwandlungen, Zustände und Schlussfolgerungen, welche mit diesem Phlogiston zu tun hatten, waren aus heutiger Sicht, gelinde ausgedrückt, sehr abenteuerlich. Natürlich bedurfte es auch in diesem Bereich der Physik einiger Vorbereiter, sodass sich das heutige Verständnis von Wärme und Temperatur entwickeln konnte. So findet sich bereits bei FRANCIS BACON VON VERULAM 1620 [7] die Vermutung, dass Wärme auf einer Bewegung der Moleküle beruhe und ein Körper umso wärmer sei, je schneller, je heftiger diese Bewegung vonstatten gehe. Aber in den nächsten 200 Jahren sollte sich an der allgemeinen Einstellung zu Wärme und Temperatur nichts Grundlegendes ändern. Erst im Jahre 1840 kam der deutsche Arzt JULIUS ROBERT VON MAYER als erster zu der Erkenntnis, dass auch die Wärme eine Energieform sein muss und diese somit auch in den Energiesatz einzu beziehen ist. Als Folge dieser Feststellung wurde versucht, die Wärme auch quantitativ zu klassifizieren. Wärme ist also eine Energieform. Heute weiß man, es ist die Energie, die in der ungeordneten Bewegung der Moleküle steckt. Betrachtet man einzelne Moleküle in einem Körper, so erkennt man, dass die Energien der Moleküle nicht gleich sind. Dies ist die logische Konsequenz einer Momentaufnahme einer ungeordneten Bewegung. Die mittlere Energie der einzelnen Moleküle ist aber unabhängig ihrer Masse tatsächlich gleich, was zur Folge hat, dass schwerere Moleküle sich im Mittel langsamer bewegen [5]. Man kann also die Wärmeenergie in dieser Art definieren:

$$\overline{W} = \frac{1}{2} \cdot m \cdot \overline{v^2} = \frac{3}{2} \cdot k \cdot T \quad (2.23)$$

$\overline{v^2}$ quadratisch gemittelte Geschwindigkeit

mMasse der Moleküle

kBOLTZMANN-Konstante $k = (1,380\,650 \pm 0,000\,002) \cdot 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1}$ [9]

Man könnte die Konstante k auch 1 setzen, was aber zur Folge hätte, dass die Temperatur direkt in J gemessen werden würde. Jedoch hätte man dann sehr unhandliche Temperaturwerte von etwa 10^{-23} zu verwenden. Zusätzlich ist die Einheit „Kelvin“ insofern sehr praktisch, als dass ihr Auftreten unmittelbar auf thermophysikalische Effekte hinweist. Des Weiteren ist die Temperaturmessung schon viel länger als der Umstand, dass Wärme eine Energieform ist, bekannt, wodurch die Unterteilung der Temperaturskala als bereits gegeben anzusehen ist. Schon allein deshalb wurde die Konstante k der gängigen Temperaturskala angepasst.

2.4.2 Temperatur

Um eine Temperatur messen zu können, bedarf es einer Bezugsgröße, einer Skala. Eine solche Temperaturskala zeichnet sich dadurch aus, dass sie auf einen oder mehrere Fixpunkte bezogen ist. Hierin lag auch sehr lange die Schwierigkeit der Definition der Temperatur, da einige dieser Fixpunkte nur schlecht oder mit zu großer Unsicherheit erreichbar sind. Es gab in der Historie eine Vielzahl verschiedener Temperaturskalen, welche teilweise bis heute Verwendung finden. Der deutsche Physiker DANIEL GABRIEL FAHRENHEIT wählte 1721 die niedrigste Temperatur, die er damals aus einer Mischung von Salz und Eis herstellen konnte, als Nullpunkt. Die Temperatur des Blutes im menschlichen Körper nannte er 100 Grad. Der Schwede ANDERS CELSIUS wählte 1741 den Siedepunkt des Wassers als Nullpunkt und den Schmelzpunkt des Eises als 100 Grad, was sich jedoch als unpraktisch erwies und deshalb auf Vorschlag seines Kollegen MÅRTEN STRÖMER umgekehrt wurde [10]. Die CELSIUS- und mit ihr die KELVIN-Skala (benannt nach dem Briten WILLIAM THOMSON, I. BARON KELVIN, 1848) werden heutzutage in Wissenschaft und Technik genutzt. Die Kelvinskala beruht auf der thermodynamischen Temperaturskala, welche die Grundlage für alle Temperaturmessungen ist. Sie weist die gleiche Unterteilung wie die Celsiusskala auf, es liegen also zwischen Schmelz- und Siedepunkt des Wassers 100 Grade. Diese Grade werden aber im Gegensatz zur Celsiusskala nicht als solche bezeichnet. Man benennt also einerseits Grad Celsius aber andererseits nur Kelvin. Der Nullpunkt der Kelvinskala ist die tiefste vorstellbare, aber nach dem 3. Hauptsatz⁵ der Thermodynamik nicht erreichbare Temperatur. Der zweite Fixpunkt dieser Skala liegt beim Tripelpunkt des Wassers. Die Skala weist dort einen Wert von

⁵ Der 3. Hauptsatz sagt aus, dass sich die Entropie aller Körper bei Annäherung an den Nullpunkt dem Wert Null zwar beliebig nähert, der Nullpunkt selbst ist jedoch nicht erreichbar, da die Annäherung asymptotisch vonstatten geht. [7]

273,16 K auf, was 0,01°C entspricht. Die Ursache für die Verwendung des Tripelpunktes liegt in der Genauigkeit der Erreichbarkeit. So kann der Eispunkt des Wassers nur mit einer Unsicherheit von $\pm 0,002$ K erreicht werden. Der Tripelpunkt, welcher um 0,0098 K über dem Eispunkt liegt, kann mit einer Unsicherheit von $\pm 0,00005$ K [3] erreicht werden. Aus diesem Grund wurde die Kelvinskala seit 1954 mittels dieses einen Fixpunktes definiert. Ein Kelvin ist also der 273,16 Teil des Temperaturbereiches zwischen dem absoluten Nullpunkt und dem Tripelpunkt des Wassers.

$$[T] = 1 \text{ Kelvin (K)}$$

2.4.3 Thermische Ausdehnung

Die Moleküle in einem Festkörper haben bekanntermaßen einen gewissen Abstand zueinander. Ist der Abstand kleiner, überwiegen die Abstoßungen zwischen den Teilchen, bei größeren Abständen überwiegt die Anziehung zwischen ihnen. Setzt man einen Kristall keinen äußeren Kräften aus, so wird sich ein Gleichgewichtszustand einstellen, in welchem der Abstand zwischen den Teilchen genau den Wert hat, bei dem Anziehung und Abstoßung am geringsten sind. Die einzelnen Atome oder Moleküle schwingen um diesen Gleichgewichtsabstand. Die potentielle Energie der Moleküle befindet sich folglich auf einem Minimum.

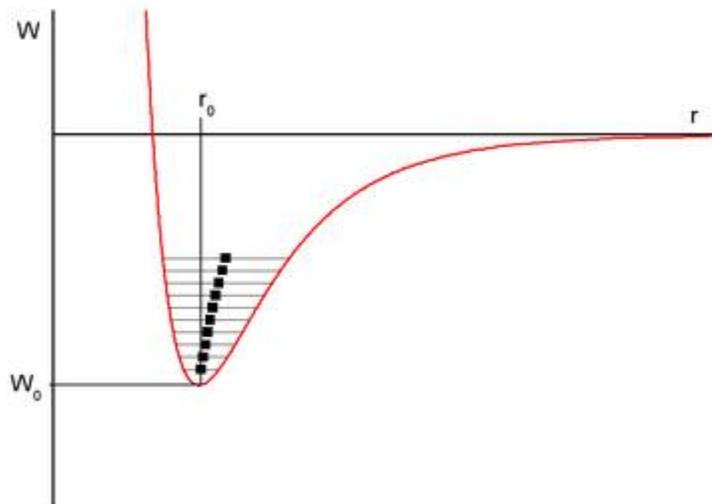


Abbildung 2-6 Potentialkurve eines Festkörpers (MIE Potential⁶)

$$W(r) = A \cdot r^{-m} - B \cdot r^{-n} \quad (2.24)$$

A, BBerechnungskonstanten

m, nGanzzahlige positive Parameter mit der Bedingung $n > m$

$W(r)$potentielle Energie in Abhängigkeit von r

⁶ benannt nach dem deutschen Physiker GUSTAV ADOLF FEODOR WILHELM LUDWIG MIE [11]

Im Ruhezustand stellt sich der Abstand der Moleküle auf den Wert mit dem geringsten Potential (W_0) ein [5]. Der Abstand zwischen den Teilchen beträgt dann r_0 . Bei einer Temperatur T hat ein Gitterteilchen die potentielle Energie $W_{Pot}=3/2 kT$. Die waagrechten Linien in Abbildung 2-6 stellen von unten nach oben zunehmende potentielle Energien aufgrund höherer Temperaturen dar. Bei einer bestimmten Temperatur schwingt das Gitterteilchen mit der kinetischen Energie von ebenfalls $W_{Kin}=3/2 kT$ entlang der entsprechenden waagrechten Potentiallinie. Wegen des asymmetrischen Potentialverlaufes ist das Gitterteilchen im Mittel rechts von r_0 . Der mittlere Abstand zwischen den Gitterteilchen ist in obiger Abbildung als kleines Viereck dargestellt. Wie man sehr gut erkennen kann, nimmt mit zunehmender potentieller Energie, also zunehmender Temperatur, der Abstand zwischen den Molekülen zu. Dies ist die Ursache der thermischen Ausdehnung.

Die Kräfte, die bei solchen thermischen Ausdehnungen auftreten sind enorm. Will man z.B. einen Stahlstab mit einem Durchmesser von 2 cm und einer Länge von 1 m mechanisch um den Wert dehnen, den man bei einer Temperaturzunahme von 100 K erhält, so müsste man eine Kraft von 72,6 kN, bei einem angenommenen Elastizitätsmodul von 210 kN/mm^2 [12], aufwenden, selbstredend vorausgesetzt, dass dabei die Elastizitätsgrenze nicht überschritten wird. Darin liegt auch der Grund, warum bei Eisenbahnschienen, Brücken, Rohrleitungen usw. Vorkehrungen zum Ausgleich dieser Ausdehnungen getroffen werden müssen, da ansonsten schwere Schäden an den Anlagen auftreten würden und ihre einwandfreie Funktion nicht gegeben wäre. Herkömmliches Glas zerspringt, wenn es zu rasch abgekühlt wird. Die Ursache dafür liegt in der sehr schlechten Wärmeleitfähigkeit gepaart mit der Sprödigkeit dieses Werkstoffes. Wird z.B. heißes Glas in Wasser gegeben, kühlt es durch die schlechte Wärmeleitung nur oberflächlich, wodurch extreme Spannungen im Material entstehen, weshalb es dann zerspringt. Abhilfe kann mittels besonders dünner Wandstärken oder durch die Verwendung von Spezialgläsern geschaffen werden. Bei Quarzglas sollte es im Normalfall zu keiner Zerstörung bei schneller Abkühlung kommen, da bei diesem der Ausdehnungskoeffizient so klein ist, dass die Spannungen vom Material aufgenommen werden können.

Die thermische Ausdehnung kann mittels des linearen Ausdehnungskoeffizienten α_l beschrieben werden. Man geht von einer Bezugslänge l_0 bei einer Bezugstemperatur T_0 aus und errechnet dann die relative Längenzunahme Δl für eine neue Temperatur T .

$$\Delta l = l_0 \cdot \alpha_l \cdot (T - T_0) \quad (2.25)$$

$$l = l_0 \cdot (1 + \alpha_l \cdot (T - T_0)) \quad (2.26)$$

Die Wärmeausdehnungskoeffizienten in die einzelnen Gitterrichtungen sind nur für isotrope und kubische Kristalle gleich [8]. In diesem Fall ist der Wärmeausdehnungskoeffizient ein Skalar und die Formeln (2.25) bzw. (2.26) haben über einen sehr großen Temperaturbereich Gültigkeit. Im Falle von anisotropen Kristallen sind die Werte von α in die jeweiligen Rich-

tungen unterschiedlich. Die verschiedenen Wärmeausdehnungskoeffizienten bilden dann einen Tensor 2. Stufe.

Finden Phasenumwandlungen im Material bei bestimmten Temperaturen statt, so ändert sich an diesen Umwandlungspunkten meistens auch der Ausdehnungskoeffizient sprunghaft.

Dieser Koeffizient ist aber, wenngleich nur in sehr geringem Maße, selbst eine temperaturabhängige Größe, sodass (2.26) eigentlich in dieser Art formuliert werden muss:

$$l = l_o \cdot (1 + \alpha_1 \cdot (T - T_0) + \beta_1 \cdot (T - T_0)^2 + \dots) \quad (2.27)$$

Das bedeutet, dass quadratische, kubische und höhere Terme die Gesamtmaterialausdehnung beeinflussen. Jedoch ist z.B. $\beta_1 = 49 \cdot 10^{-10} \text{ K}^{-2}$ [3] im Vergleich zu $\alpha_1 = 9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [5] für Platin verschwindend klein, weshalb diese höherwertigen Terme erst bei großen Temperaturen den Wert merklich beeinflussen.

Es ist nahe liegend, dass sich Materialien nicht nur in eine Richtung, sondern in alle drei Raumrichtungen ausdehnen, womit die thermische Volumenzunahme so definiert wird:

$$V(T) = l(T)^3 = l_o^3 \cdot (1 + \alpha_1 \cdot \Delta T)^3 \approx l_o^3 \cdot (1 + 3\alpha_1 \cdot \Delta T) = V_o \cdot (1 + \gamma \cdot \Delta T) \quad (2.28)$$

In dem Term $(1 + \alpha_1 \cdot \Delta T)^3$ können die Glieder $3\alpha_1^2 \cdot \Delta T^2$ und $\alpha_1^3 \cdot \Delta T^3$ im Vergleich mit $3\alpha_1 \cdot \Delta T$ vernachlässigt werden, da $\alpha_1 \cdot \Delta T \ll 1$ ist. Als Konsequenz kann man den Raumausdehnungskoeffizienten γ in dieser Weise anschreiben:

$$\gamma = 3\alpha_1 \quad (2.29)$$

$$V = V_o \cdot (1 + 3\alpha_1 \cdot \Delta T) \quad (2.30)$$

Den Effekt der thermischen Volumenausdehnung macht man sich für die Temperaturmessung zu Nutze. Beispielsweise befindet sich in Flüssigkeitsthermometern in einem Reservoir eine größere Menge an Quecksilber oder ein eingefärbtes Wasser – Alkohol – Gemisch. Das Thermometer wird nun auf die Temperatur, welche gemessen werden soll, gebracht. Bei der Erwärmung kommt es zu einer Volumenzunahme. Die Flüssigkeit steigt in dem sehr engen Rohr nach oben und man kann mit einer geeigneten Skala die Temperatur ablesen. Für genaue Messungen muss man jedoch Berücksichtigen, dass sich auch das umgebende Rohr ausdehnt.

Es würde hier den Rahmen dieser Diplomarbeit sprengen auf sämtliche Thermometertypen, welche die thermische Ausdehnung zur Temperaturmessung nutzen, einzugehen.

2.4.4 Bestimmung des linearen Ausdehnungskoeffizienten

Der lineare Ausdehnungskoeffizient kann aus der Potentialkurve Abbildung 2-6 errechnet werden. Für α_l [5] ergibt sich mit Hilfe der Größen aus (2.24):

$$\alpha_l = \frac{m+n+3}{2 \cdot m \cdot n} \cdot \frac{k}{W_0} \quad (2.31)$$

Da in der Praxis die Berechnungsgrößen m und n üblicherweise nicht zugänglich sind, ist diese Formel zur Ermittlung von α_l im Normalfall leider nicht verwendbar.

Man ermittelt deshalb den Ausdehnungskoeffizienten eines bestimmten Materials anhand von Messungen mit geeigneten Apparaturen, sog. *Dilatometern*.

Ein Dilatometer für Festkörper funktioniert prinzipiell relativ einfach: Man braucht eine Probe bekannter Länge und bringt diese dann auf eine höhere Temperatur. Bei dieser neuen Temperatur bestimmt man nun die Längenänderung bezogen auf die Probenlänge bei der Ausgangstemperatur und kann den linearen Ausdehnungskoeffizient errechnen.

Wie in so vielen Bereichen der Physik und auch der Technik, ist zwar das Grundprinzip ein sehr einfaches. Die technische Realisierung gestaltet sich jedoch zumeist äußerst schwierig, da eine Vielzahl von Parametern zu berücksichtigen ist, sodass auch Dilatometermessungen mit einer zufrieden stellenden Unsicherheit nicht ganz einfach zu bewerkstelligen sind.

Die Anforderungen an die Dilatometermessung sind folgende [11]:

- Die Probe muss sich ungehindert ausdehnen können. Es dürfen keine Reibungskräfte zwischen der Probe und der mechanischen Führung auftreten.
- Sofern es möglich ist, sollten keine zusätzlichen Zwischenbauteile in die Messanordnung eingebracht werden, da auch deren thermische Ausdehnung berücksichtigt werden muss.
- Die Proben sollten im Betrieb leicht auszutauschen sein, ohne dass die Anlage jedes Mal neu justiert werden muss.
- Die mechanischen Kräfte, die der Wegaufnehmer ausübt, müssen so klein wie möglich gehalten werden, sodass die Beeinträchtigung des Messergebnisses ein Minimum darstellt.
- Es ist zwingend erforderlich, dass auch die Temperatur gleichzeitig und natürlich mit sehr kleiner Unsicherheit gemessen wird, damit das Gesamtergebnis die gewünschte Aussagekraft hat.

Beherzt man die zuvor genannten Gesichtspunkte, so kann man Dilatometermessungen in vielen verschiedenen Modifikationen durchführen, welche sich vor allem in der Art der Bestimmung der Längenzunahme unterscheiden. Die gängigsten sind [11]:

- *Direkte mechanische und optische Methoden* zur Messung relativ kleiner Längenänderungen. Es wird also auf eine zusätzliche Mechanik verzichtet, wodurch man direkt in der beheizten Kammer die Werte ablesen bzw. bestimmen muss. Die erzielbare Genauigkeit beträgt etwa $0,3 \mu\text{m}$.

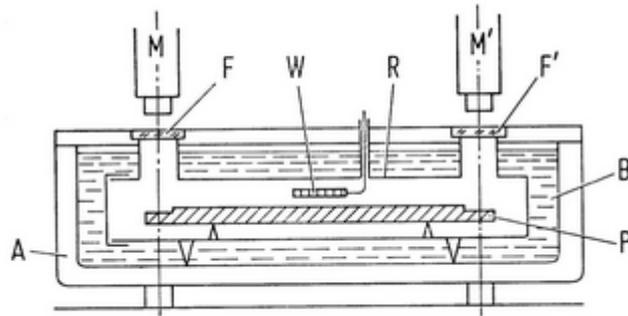


Abbildung 2-7 Thermische Ausdehnungsmessung⁷

Das in Abbildung 2-7 dargestellte Dilatometer funktioniert gänzlich ohne Zwischenbauteile. Die Probe P wird in ein Messrohr R, welches in einem beheizbaren Flüssigkeitsbad B angeordnet ist, eingebracht. Das ganze System ist in einem evakuierten Behälter A positioniert. Unter Miteinbeziehung des Messwertes des Temperatursensors W wird mittels zweier Messmikroskope M, M' durch zwei Planfenster F, F' die Längenzunahme während des Beheizens aufgenommen.

- *Nichtelektrische Verfahren* mit optischer Vergrößerung oder mechanischer Übersetzung der Längenänderung wodurch eine Nachweisempfindlichkeit von bis zu $\Delta l/l_0 = 10^{-9}$ erreicht werden kann.
- *Elektrische Messfühler*, deren Geometrie durch die Ausdehnung der Probe verändert wird (Verzerrung), wodurch sich der Widerstand des Messmechanismus ändert, oder es wird durch die Geometrieänderung die Induktivität in einer Spule geändert. Es sind noch relative Längenänderungen von $3 \cdot 10^{-10}$ nachweisbar.
- *Kapazitive Wegaufnehmer*: Hierbei wird der Abstand zweier Elektroden, welche als Kondensator aufgebaut sind, verändert, was sich in einer Änderung der Kapazität niederschlägt; Relativänderungen von $2 \cdot 10^{-10}$ sind nachweisbar.
- *Optische Interferometer*: Es wird direkt der Abstand zwischen der Probe und einer festen Vergleichsfläche mit Hilfe monochromatischen Lichtes gemessen. Die Nachweisgrenze ist besser als der hundertste Teil der Wellenlänge ($< \lambda/100$).

⁷ aus [11, Seite 44, Bild 4.26]

- *Röntgenographische Methoden:* Bei kristallinen Proben kann die Gitterkonstante a mittels Röntgenstrahlung ermittelt werden, wobei ein $\Delta a/a$ von $3 \cdot 10^{-6}$ nachweisbar ist.

Wie man sieht, gibt es eine Vielzahl von Möglichkeiten, den linearen Ausdehnungskoeffizienten zu ermitteln. Man könnte sich also durchaus ein Dilatometer selbst aufbauen, was jedoch mit großen finanziellen Aufwendungen und auch vielen operativen Problemen verbunden wäre, wodurch man im Normalfall eine Anlage eines entsprechenden Anbieters verwendet, was auch den Vorteil der genauen Kenntnis sämtlicher Parameter beinhaltet.

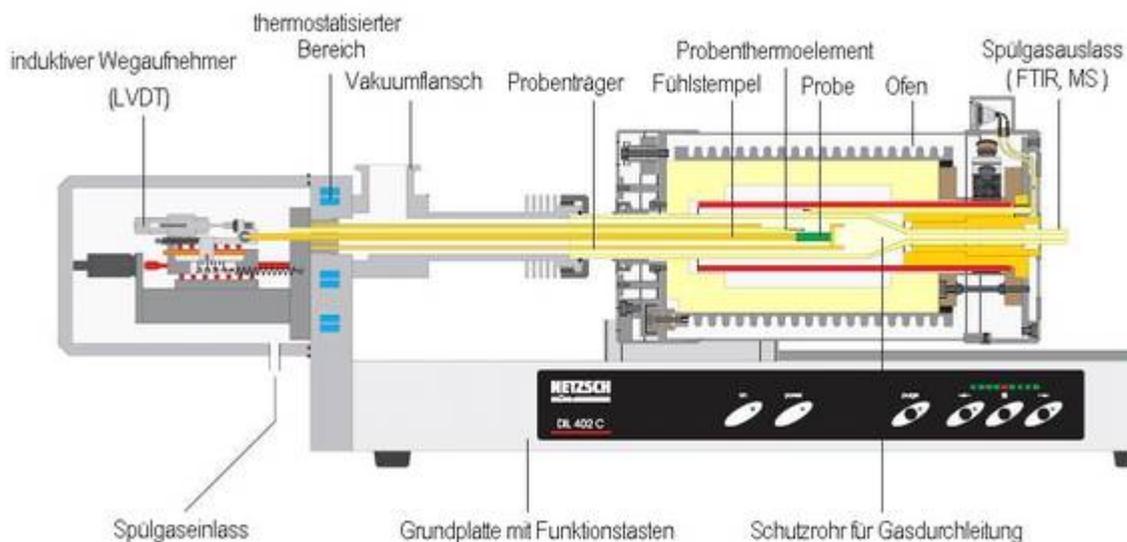


Abbildung 2-8 Schematischer Aufbau eines handelsüblichen Dilatometers⁸

In obiger Abbildung 2-8 sieht man sehr gut die praktische Realisierung eines Schubstangendilatometer mit induktivem Wegaufnehmer. Der rechte Bereich stellt den Ofen dar, mit dem die Probe beheizt wird. Mittels Thermoelementen wird die Temperatur im Ofen und auch die der Schubstange ermittelt. Diese Schubstange überträgt die Ausdehnung auf den Wegaufnehmer, mit welchem die Längenzunahme bestimmt wird. Der Temperaturverlauf in der Schubstange muss genau bekannt sein, denn auch ihre Ausdehnung fließt natürlich ins Messergebnis ein und wird deshalb vom gemessenen Wert subtrahiert. Des Weiteren weisen solche Geräte die Möglichkeit der Umgebungsgasabsaugung und der zusätzlichen Spülung mit einem Inertgas auf, um zu verhindern, dass das Messergebnis durch Moleküle aus der Probenumgebung verfälscht wird.

⁸ mit freundlicher Genehmigung der NETZSCH Gerätebau GmbH

Es gibt auch Dilatometer welche den Übergang von der festen in die flüssige Phase messen können. Die Probenkammer, der Probenaufnehmer sowie auch das Schubstangensystem müssen aufgrund dieser speziellen Anforderung jedoch ein genau definiertes Aussehen haben [1].

Aber nicht nur für Festkörper, sondern auch für Flüssigkeiten sind Dilatometermessungen das Mittel um thermische Ausdehnungskoeffizienten zu ermitteln. Der Unterschied zur Festkörperdilatometrie liegt in zwei wesentlichen Punkten. Einerseits muss die Bauform natürlich eine andere sein und andererseits wird bei Festkörpern der lineare, bei Flüssigkeiten jedoch der Volumenausdehnungskoeffizient gemessen.

2.4.5 SEEBECK Effekt

Bringt man zwei verschiedene Metalle in Kontakt, so gehen an der Berührungsfläche Elektronen vom einen Metall ins andere über. Verantwortlich dafür ist die Tiefe der jeweils höchsten besetzten Elektronenzustände (FERMI-Grenze⁹), die sog. Austrittsarbeit. Das Metall mit der geringeren Austrittsarbeit (B) gibt Elektronen zum anderen Metall (A) ab und ist folglich positiv geladen. Der Übertritt wird erst beendet, wenn eine Kontaktspannung auftritt, welche entgegengesetzt gerichtet und gleich der Differenz der FERMI-Niveaus ist.

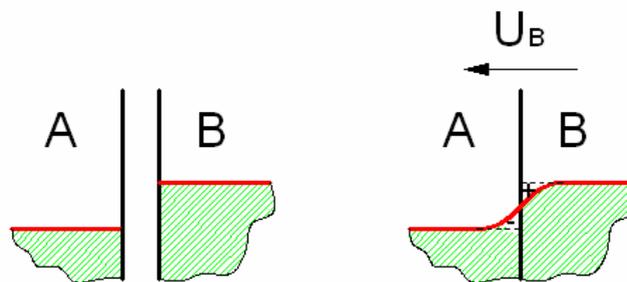


Abbildung 2-9 FERMI-Niveaus zweier Metalle

Wenn man zwei Metalle mit unterschiedlichen FERMI-Niveaus in Berührung bringt, so kommt es wegen der Diffusion der Elektronen von B nach A zu einem Diffusionsstrom, welcher solange erhalten bleibt, bis die dadurch entstandene Potentialdifferenz (Berührungsspannung U_B) gleich dem Unterschied der beiden FERMI-Niveaus ist. Durch das positive Potential erfahren die Elektronen in B eine stärkere Bindung, was den Austritt erschwert und in A erfahren sie eine verstärkte abstoßende Wirkung durch den Elektronenüberschuss. Es stellt sich folglich ein Gleichgewicht ein und der Diffusionsstrom verschwindet.

⁹ benannt nach dem italienischen Physiker ENRICO FERMI

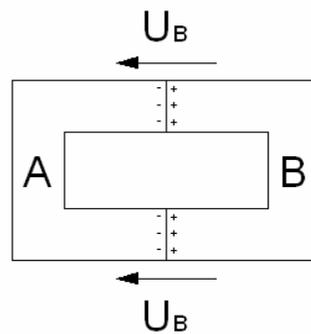


Abbildung 2-10 Berührungsspannungen an zwei Kontaktstellen

Schließt man den Stromkreis zwischen A und B, so tritt die Berührungsspannung U_B an zwei Stellen und in entgegengesetzter Richtung auf. Es fließt folglich kein Strom.

Erhöht man aber die Temperatur, so erhöhen sich die Elektronenniveaus im Metall. Bei zwei unterschiedlichen Metallen A und B ist auch der Unterschied zwischen den jeweiligen Niveaus temperaturabhängig. Wenn man zwei unterschiedliche Metalle, wie in Abbildung 2-10 dargestellt, in Kontakt bringt (z.B. verlötet) und außerdem eine der zwei Kontaktstellen auf einer höheren Temperatur hält, so tritt dort eine höhere Berührungsspannung als an der zweiten Kontaktstelle auf, was zur Folge hat, dass sich beide Spannungen nun nicht mehr kompensieren können, wodurch ein Strom, der sog. *Thermostrom*, auftritt, welcher seine Energie aus der Temperaturdifferenz bezieht. Dieser thermoelektrische Effekt wurde von THOMAS JOHANN SEEBECK 1821 entdeckt, weshalb er ihm zu Ehren als SEEBECK-Effekt bezeichnet wird. SEEBECK begann nach der Entdeckung dieses thermoelektrischen Effektes, die relativen Spannungswerte zwischen den Metallen zu messen und diese tabellarisch zu erfassen. Die Bezugstemperatur war 0°C , da dieser Wert experimentell relativ einfach, nämlich mit Hilfe von Eiswasser, realisierbar war. Diese Tabelle ist nach wie vor in Verwendung, wengleich natürlich um viele Metalle und Legierungen erweitert und die Werte sind heute selbstredend auch genauer bekannt. Es handelt sich hierbei um die **thermoelektrische Spannungsreihe**. Die Abhängigkeit zwischen den Metallen lässt sich in dieser Art ausdrücken [4]:

$$U_{Th.} = a \cdot \Delta T + b \cdot (\Delta T)^2 + c \cdot (\Delta T)^3 + \dots \quad (2.32)$$

$U_{Th.}$ Thermospannung zwischen den Metallen

a, b, c Materialkonstanten

Die Werte müssen immer auf ein Referenzmaterial bezogen sein. In der nachfolgenden Tabelle ist Kupfer [4] das Bezugsmaterial.

Tabelle 2-1 Thermoelektrische Spannungsreihe

Metall	a [$\mu\text{V} / \text{K}$]	b [$\mu\text{V} / \text{K}^2$]	c [$\mu\text{V} / \text{K}^3$]
Eisen	+ 13,403	-0,0137	-0,000087
Molybdän	+ 3,115	-0,0168	-
Zink	+ 0,270	-0,0098	-
Gold	+ 0,122	-0,0002	-0,000002
Kupfer	0	0	0
Silber	- 0,211	-0,0005	-
Zinn	- 2,547	-0,0055	-
Blei	- 2,777	-0,0049	-
Aluminium	- 3,193	-0,0048	-0,000010
Platin	- 5,869	-0,0032	-
Palladium	- 8,273	-0,0224	-
Nickel	- 20,390	-0,0227	-

Wie man sehr gut erkennen kann, sind die Werte für c und auch für nicht zu hohe Temperaturdifferenzen für b im Bezug auf a so klein, dass sie in den meisten Anwendungsfällen vernachlässigt werden können.

Die Thermoelektrizität kann man sich für die Temperaturmessung zu Nutze machen. Das nachfolgende Kapitel wird unter anderem auch diese Thematik behandeln. Der SEEBECK-Effekt kann aber auch zur elektrischen Energieerzeugung genutzt werden. Die Anordnung ist dann als sog. Thermogenerator ausgeführt. Hierbei wird ohne den Umweg der mechanischen Energie Wärme direkt in elektrische Energie umgewandelt. Leider sind nur kleine Wirkungsgrade damit zu erzielen. Eine Umkehrung des eben besprochenen thermoelektrischen Effektes stellt der PELTIER-Effekt¹⁰ dar. Dabei wird durch ein Paar von zwei geeigneten Metallen ein Strom geschickt. Dadurch erwärmt sich die eine Lötstelle und die zweite kühlt sich ab. Dieser Effekt wird z.B. bei Kleinkühlschränken für Autos genutzt.

2.5 Ermittlung der relevanten Messgrößen

2.5.1 Thermoelemente

Wie bereits unter Punkt 2.4.5 angemerkt wurde, kann der thermoelektrische Effekt für die Temperaturmessung verwendet werden. Zwei unterschiedliche Metalle werden punktuell zu einem Thermopaar verlötet. Der große Vorteil gegenüber anderen Methoden der Temperaturmessung liegt in der sehr raschen Aufbereitung der Messwerte aufgrund der geringen Wärmekapazität der Lötstelle. Man braucht jedoch unbedingt eine Bezugstemperatur um die

¹⁰ benannt nach dem Entdecker dieses Phänomens JEAN CHARLES ATHANASE PELTIER

thermoelektrischen Daten auch richtig bewerten zu können. In der Historie ist dies oftmals mit Eiswasser bewerkstelligt worden, da dadurch die Temperatur von 0°C bzw. $273,15\text{ K}$ als Bezugspunkt eingeführt wurde.

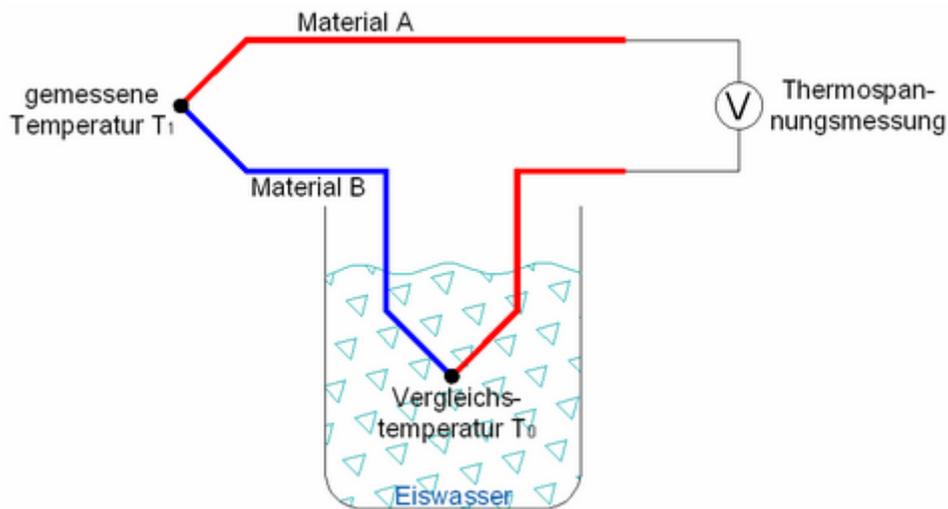


Abbildung 2-11 Thermoelement mit Referenztemperaturstelle

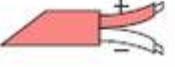
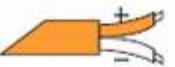
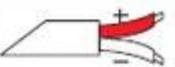
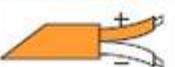
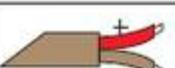
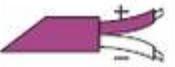
Ein Thermopaar aus bekanntem Material wird als Thermoelement bezeichnet. Man kann in dieser dargestellten Anordnung die Temperaturdifferenz $T_1 - T_0$ mit Hilfe der Spannungsdifferenz ablesen. Es ist dabei völlig irrelevant, ob weitere Metalle in den Stromkreis eingebracht werden, solange sich diese Übergangsstellen auf jeweils der selben Temperatur befinden, da sich in diesem Fall die zusätzlichen Thermospannungen kompensieren. In der Praxis werden ganz bestimmte Materialkombinationen für Thermoelemente verwendet. Sie unterscheiden sich im Temperaturbereich und in der Unsicherheit der Messwerte. Je nach Anforderung sind Thermoelemente mit diversen Materialien ummantelt. Die Bezugstemperatur wird meist mit einer zusätzlichen Messung z.B. mit einem Pt-100 Fühler ermittelt. Die so erhaltene Temperatur wird in einen Spannungswert umgerechnet, mit welchem der gemessene dann einfach numerisch korrigiert wird.

Tabelle 2-2 Thermoelemente¹¹

TypeIndustrielle Typenbezeichnung des genormten Thermopaars

EMK.....Elektromotorische Kraft; äquivalent zur Thermospannung

IEC / DIN.....Farbcode der Leitungsisolierungen nach jeweiliger Norm

Type	Material		Temperaturbereich	EMK	IEC 584	DIN 43714
	+	-				
K	Ni - Cr	Ni - Al	-200 ... 1372 °C	-5,891 ... 54,886 mV		
N	Ni - Cr - Si	Ni - Si - Mg	-200 ... 1300 °C	-3,990 ... 47,514 mV		
J	Fe	Cu - Ni	-210 ... 1200 °C	-8,096 ... 69,555 mV		
L	Fe	Cu - Ni	-200 ... 900 °C	-8,166 ... 53,147 mV		
R	Pt-13% Rh	Pt	-20 ... 1767 °C	-0,101 ... 21,089 mV		
S	Pt-10% Rh	Pt	-20 ... 1767 °C	-0,103 ... 18,682 mV		
T	Cu	Cu - Ni	-250 ... 400 °C	-6,181 ... 20,873 mV		
U	Cu	Cu - Ni	-200 ... 600 °C	-5,693 ... 34,320 mV		
B	Pt-30% Rh	Pt-6% Rh	600 ... 1820 °C	1,792 ... 13,820 mV		
C	W-5% Re	W-26% Re	0 ... 2316 °C	0 ... 37,079 mV		
E	Ni - Cr	Cu - Ni	-250 ... 1000 °C	-9,719 ... 76,370 mV		
D	W-3%	W-25%	0 ... 1800 °C			

¹¹ mit freundlicher Genehmigung der Firma PMR, 8042 Graz

2.5.2 Widerstandsbestimmung mit der Zwei-Punkt-Methode

Die elektrische Widerstandsbestimmung ist Kernthema dieser Diplomarbeit. Im Folgenden wird ein kurzer Überblick über einige Verfahren gegeben. Den Anfang macht die sog. Zwei-Punkt-Methode. Es ist dies nichts anderes als die Widerstandsmessung mit Hilfe eines Widerstandsmessgerätes, eines sog. Ohmmeters. Dieses Messgerät ist üblicherweise nicht anderes als ein Strommesser [13], ein sog. Amperemeter, welches eine konstante Spannung in die Messung einspeist. Die auftretende Stromstärke wird gemessen und die Skaleneinteilung erfolgt via OHMSCHES Gesetz in Widerstandseinheiten. Man muss also eine gewisse Vorsicht walten lassen, will man den Widerstand sensibler elektronischer Bauteile mit einem herkömmlichen Ohmmeter bestimmen, da es bei zu hoher Messspannung zur Zerstörung der Bauteile kommen könnte.

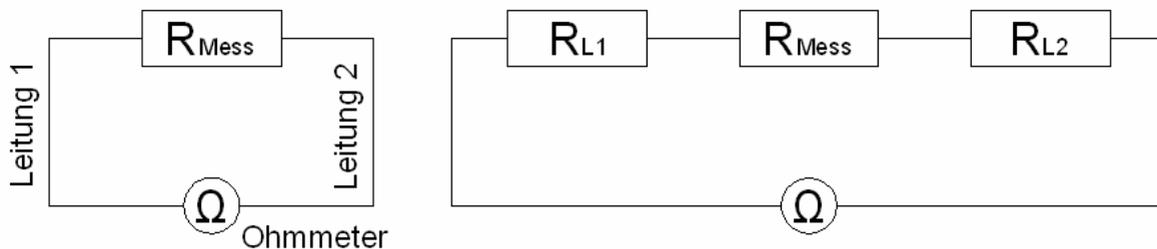


Abbildung 2-12 Zwei-Punkt-Methode und Ersatzschaltbild

In oben angeführter Abbildung sieht man auf der linken Seite die Widerstandsmessung nach der Zwei-Punkt-Methode schematisch dargestellt. Der Messkreis besteht aus einem Ohmmeter, den Zuleitungen und dem zu bestimmenden Widerstand. Auf der rechten Seite sieht man das zugehörige Ersatzschaltbild. Die Zuleitungen sind nun ebenfalls als OHMSCHE Widerstände gezeichnet. Diese Art der Widerstandsbestimmung ist für Widerstände ab etwa $1\text{ M}\Omega$ gut geeignet. Unterhalb dieser Größenordnung verfälscht der Innenwiderstand der Zuleitungen, der im Bereich einiger Ω liegt, das Messergebnis doch erheblich. Der Messwert R_{Ges} , der am Ohmmeter abgelesen wird, setzt sich also folgendermaßen zusammen:

$$R_{Ges} = R_{L1} + R_{Mess} + R_{L2} \quad (2.33)$$

R_{Mess}gemessener Widerstand

R_{L1}, R_{L2}Zuleitungswiderstände

Wie man sieht, ist der Einfluss der Zuleitungswiderstände additiv. Will man nun den spezifischen Widerstand von Metalldrähten bestimmen, so führt diese Art der Messung zu einem unbrauchbaren Ergebnis, da alle Widerstände in der selben Größenordnung liegen.

2.5.3 Widerstandsbestimmung mit der Vier-Punkt-Methode

Um Ergebnisse zu erhalten, welche genügend Aussagekraft haben, muss man folglich den Widerstand auf eine andere Art bestimmen. Als bessere Möglichkeit bietet sich die sog. Vier-Punkt-Methode an. Sie wird in der Literatur oft auch als Vierdraht-, Vierleiter- oder KELVIN-Methode bezeichnet.

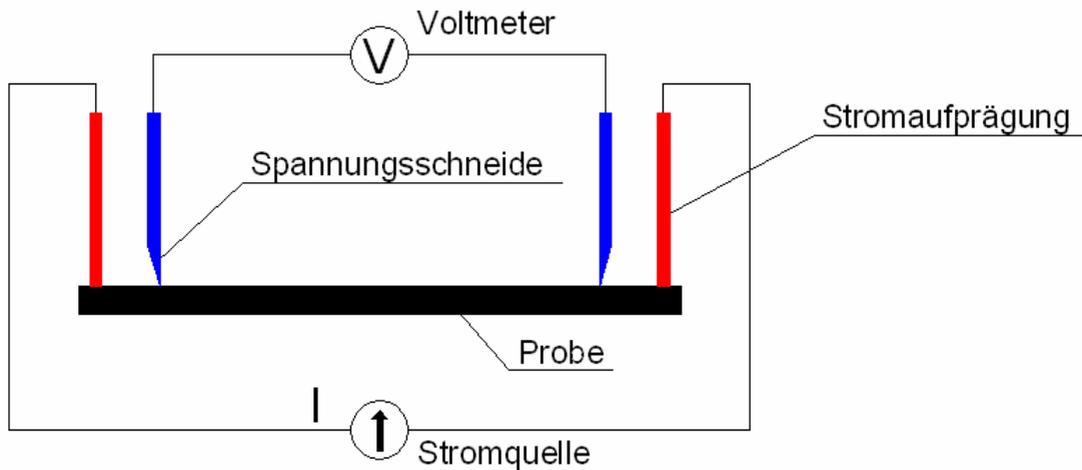


Abbildung 2-13 Messanordnung für die Vier-Punkt-Methode

Die Messanordnung wird wie in Abbildung 2-13 ausgeführt. Es wird auf eine Probe ein konstanter Strom aufgeprägt. Unter Verwendung des OHMSCHEN Gesetzes kann aus dem gemessenen Spannungsabfall der Widerstand zwischen den beiden Spannungskontakten, den sog. Spannungsschneiden, errechnet werden. Bei genauer Kenntnis des Abstandes zwischen den Schneiden und des Probenquerschnittes kann somit auf den spezifischen Widerstand rückgerechnet werden. Um die Berechnung durchführen zu können, muss das Ersatzschaltbild zu Rate gezogen werden.

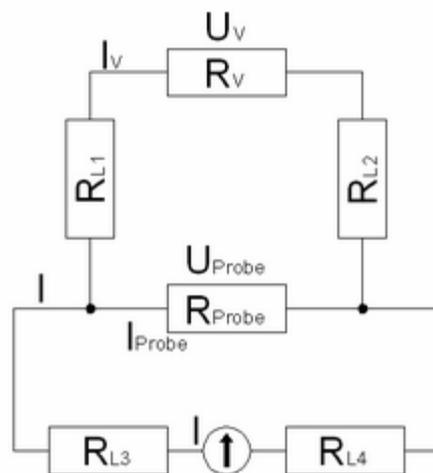
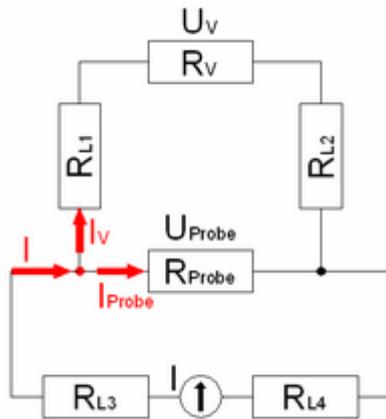


Abbildung 2-14 Ersatzschaltbild für die Vier-Punkt-Methode

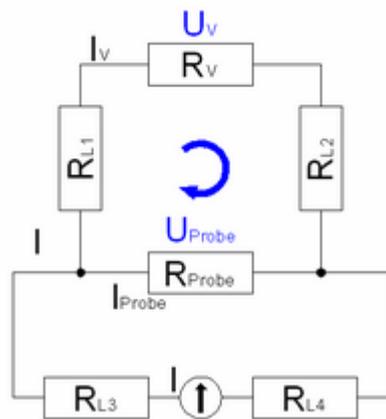
Die Messgrößen U_V , I_V , R_V stehen für die elektrischen Kenngrößen des Voltmeters. R_{L1} und R_{L2} sind die Leitungswiderstände der Spannungsmessung und R_{L3} und R_{L4} die Leitungswiderstände der Stromaufprägung. I ist die von der Konstantstromquelle vorgegebene Stromstärke.



Betrachtet man nun den in der Skizze rot markierten Punkt, so ergibt sich aufgrund der Knotenregel für den Spannungsabfall an der Probe:

$$U_{\text{Probe}} = I_{\text{Probe}} \cdot R_{\text{Probe}} = (I - I_V) \cdot R_{\text{Probe}} \quad (2.34)$$

Abbildung 2-15 Vier-Punkt-Methode, Knotenregel



Man kann aber auch den Spannungsabfall an der Probe anhand der Maschenregel definieren. U_{L1} und U_{L2} stellen dabei die jeweiligen Spannungsabfälle der Leitungen dar.

$$U_{\text{Probe}} = U_{L1} + U_V + U_{L2} \quad (2.35)$$

$$U_{\text{Probe}} = I_V \cdot (R_{L1} + R_V + R_{L2}) \quad (2.36)$$

Abbildung 2-16 Vier-Punkt-Methode, Maschenregel

Durch Gleichsetzen von (2.34) und (2.36) erhält man:

$$(I - I_V) \cdot R_{\text{Probe}} = I_V \cdot (R_{L1} + R_{L2} + R_V)$$

$$I_V = \frac{I \cdot R_{\text{Probe}}}{R_{L1} + R_{L2} + R_V + R_{\text{Probe}}} \quad (2.37)$$

Der Spannungsabfall am Voltmeter ergibt sich aus:

$$U_V = I_V \cdot R_V \quad (2.38)$$

Setzt man nun für I_V Gleichung (2.37) ein, erhält man:

$$U_V = \frac{I \cdot R_{\text{Probe}} \cdot R_V}{R_{L1} + R_{L2} + R_V + R_{\text{Probe}}} \quad (2.39)$$

Man bedient sich hier eines kleinen rechnerischen Tricks und schreibt:

$$U_V = I \cdot R_{\text{Probe}} \cdot (1 - \alpha) \quad (2.40)$$

Der Faktor $(1 - \alpha)$ ergibt sich also:

$$1 - \alpha = \frac{R_V}{R_{L1} + R_{L2} + R_V + R_{\text{Probe}}} \quad (2.41)$$

Durch Umformung erhält man schließlich:

$$\alpha = 1 - \frac{R_V}{R_{L1} + R_{L2} + R_V + R_{\text{Probe}}}$$

$$\alpha = \frac{R_{L1} + R_{L2} + R_V + R_{\text{Probe}}}{R_{L1} + R_{L2} + R_V + R_{\text{Probe}}} - \frac{R_V}{R_{L1} + R_{L2} + R_V + R_{\text{Probe}}}$$

$$\alpha = \frac{R_{L1} + R_{L2} + R_{\text{Probe}}}{R_{L1} + R_{L2} + R_V + R_{\text{Probe}}} \ll 1 \quad (2.42)$$

wodurch man letztendlich in sehr guter Näherung schreiben kann:

$$U_V = I \cdot R_{\text{Probe}} \quad \text{bzw.} \quad R_{\text{Probe}} = \frac{U_V}{I} \quad (2.43)$$

Dass der Faktor $(1 - \alpha)$ praktisch 1 ist, kann sehr einfach überprüft werden. Dazu wurde der Widerstand R_V des Messmoduls, mit welchem die Spannung gemessen wird, bestimmt. Es wurde ein Wert von $R_V = 19 \text{ M}\Omega$ erhalten. Als Gesamtwiderstand für die Zuleitungen und den Probenwiderstand wurde ein Wert von $(R_{L1} + R_{L2} + R_{\text{Probe}}) = 20 \text{ }\Omega$ angenommen, da ja der Spannungsabfall an der Probe bei unterschiedlichen Proben und Temperaturen variiert. Diese Konstellation ergibt nun für den Wert α eine Abweichung vom Idealwert 1 um den Faktor $1 \cdot 10^{-6}$, selbst bei einem um zwei Zehnerpotenzen höheren Wert bleibt die Abweichung nicht messbar. Das heißt nun, dass die Formel (2.43) für die Widerstandsbestimmung mit der Vier-Punkt-Methode ausreichend ist, und dass die Messunsicherheit, die durch das Weglassen der Zuleitungswiderstände entsteht, keinen Einfluss auf den Messwert nehmen kann.

Wie im obigen Text belegt wurde, reduziert sich die Widerstandsbestimmung mit der Vier-Punkt-Methode bei Kenntnis des Stromes auf eine Spannungsmessung. Außerdem lassen sich auch die zu erwartenden kleinen Widerstände, welche sich im Bereich einiger Ω bewegen, mit geringer Messunsicherheit bestimmen. Wegen dieser beiden Umstände wurden der Widerstand und damit auch der spezifische elektrische Widerstand mit dieser Methode ermittelt.

Es sei an dieser Stelle erwähnt, dass es im Handel bereits ganz spezielle Doppelkontakt-klemmen gibt, sodass der Widerstand direkt über die Vier-Punkt-Methode bestimmt werden kann. Diese Klemmen tragen die Bezeichnung *Kelvinklemmen* und können natürlich nur in Verbindung mit geeigneten Messgeräten verwendet werden.

2.5.4 Widerstandsbestimmung mit der VAN-DER-PAUW-Methode

Der Vollständigkeit halber wird an dieser Stelle erläutert, wie die Widerstandsermittlung nach VAN DER PAUW funktioniert [14]. Dieses Verfahren wird vor allem in der Halbleitertechnik angewandt. Es dient zur Bestimmung des elektrischen Flächenwiderstandes dünner, homogener und geschlossener Schichten. Für die Messung wird das Material, wie abgebildet, kontaktiert.

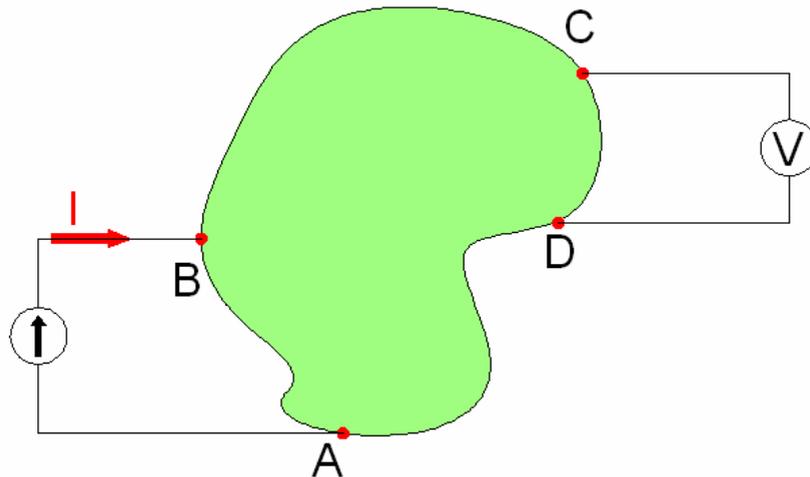


Abbildung 2-17 Kontaktierung nach VAN DER PAUW

Ähnlich wie bei der Vier-Punkt-Methode wird an zwei Punkten A und B am Rand der Fläche ein konstanter Strom aufgeprägt. An zwei weiteren Punkten C und D wird der Spannungsabfall ermittelt.

$$R_{AB,CD} = \frac{U_C - U_D}{I_{AB}} \quad (2.44)$$

Als nächstes wird die Kontaktierung vertauscht. Der Strom wird nun z.B. an B und C aufgeprägt, der Spannungsabfall an D und A gemessen.

$$R_{BC,DA} = \frac{U_D - U_A}{I_{BC}} \quad (2.45)$$

Mit Hilfe des mathematischen Prinzips der *konformen Abbildungen*, konnte gezeigt werden, dass sich aus diesen beiden Messungen der Schichtwiderstand berechnen lässt. Es ist dabei eigentlich völlig irrelevant, wie die Fläche aussieht und an welchen Stellen die Kontakte angebracht sind. Es ergibt sich folgende Gesetzmäßigkeit [15]:

$$\exp\left(-\frac{\pi \cdot d}{\rho} \cdot R_{AB,CD}\right) + \exp\left(-\frac{\pi \cdot d}{\rho} \cdot R_{BC,DA}\right) = 1 \quad (2.46)$$

dSchichtdicke

ρspezifischer elektrischer Widerstand

Sofern man also eine homogene und bekannte Schichtdicke überprüft, verbleibt in Formel (2.46) lediglich ρ als unbekannte Größe. Man kann anhand dieser Spannungsmessungen den Widerstand bestimmen. Leider ist die Gleichung für beliebig geformte Flächen nur iterativ lösbar, sodass man von solchen Flächen üblicherweise Abstand nimmt. Man verwendet nur Proben welche im Normalfall zumindest zwei Symmetrieachsen aufweisen und kontaktiert diese dann entsprechend.

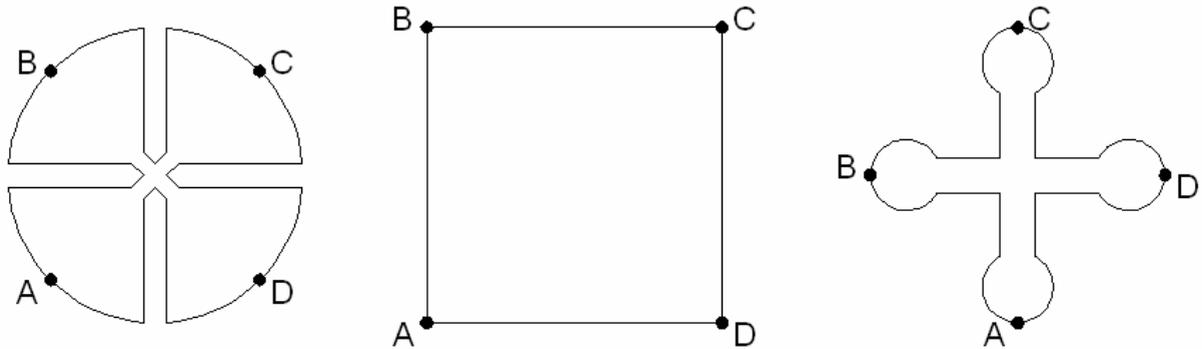


Abbildung 2-18 Kleeblatt-, Quadrat- und Kreuzstruktur

Im Falle dieser symmetrischen Flächen, wie in obiger Abbildung dargestellt, sind die Widerstände $R_{AB,CD}$ und $R_{BC,DA}$ gleich, wodurch sich Formel (2.46) vereinfachen und umformen lässt:

$$\rho = \frac{\pi \cdot d}{\ln(2)} \cdot R_{AB,CD} \quad (2.47)$$

Streng genommen gilt diese Beziehung jedoch nur für ideale punktuelle Kontakte. Bei geeigneter Wahl der Messstruktur werden diese Fehlereinflüsse jedoch verschwindend klein, sodass in der Praxis vor allem die Kleeblatt- und die Kreuzstruktur zur Bestimmung des spezifischen Widerstandes von Halbleitermaterialien verwendet wird.

3 Aufbau der Messanordnung

3.1 Vorbemerkungen

Wenn ein Experiment oder eine Messanordnung neu aufgebaut wird, so sind im Vorfeld viele Aspekte zu berücksichtigen und diverse Festlegungen zu treffen, da ansonsten erst zu einem Zeitpunkt, an dem eigentlich gemessen werden sollte, diverse Schwierigkeiten und Unzulänglichkeiten ans Licht treten, die im Vorfeld meist zu vermeiden gewesen wären. Deshalb wird in diesem Kapitel geschildert, wie im Zuge dieser Diplomarbeit an den Aufbau der Messanordnung mit den Voraussetzungen aus Kapitel 1 herangegangen wurde.

3.2 Probenabmessungen

Das Kernelement der Messanordnung ist der bereits vorhandene Röhrenofen (Fabrikat: Heraeus, Typ: RO 4/50). Es handelt sich hierbei um einen elektrisch beheizten Ofen (el. Spannung: 230 V; el. Leistung: 2 kW) mit einem einfachen Regler, welcher ermöglicht, Programme mit maximal neun Temperaturfixpunkten auszuführen. Die Ofentemperatur ist mit 1100°C nach oben begrenzt.



Abbildung 3-1 Rohröfen mit Quarzglasrohr

Im oberen Bereich ist ein beidseitig offenes Keramikrohr aus Al_2O_3 eingebaut. Um dieses Rohr sind über einen Bereich von 50 cm Widerstandheizdrähte gewickelt. Darüber befindet sich eine etwa 10 cm dicke Isolierschicht, sodass das Ofengehäuse auch während des Betriebs nicht zu heiß wird. Das Keramikrohr hat einen Innendurchmesser von 39,8 mm und der Bereich innerhalb des Rohres, in dem die Temperatur homogen ist, beträgt ungefähr 20 cm. Diese Abmessungen schränken die Probengröße vorab schon ein. Weiters ist zu berücksichtigen, dass zusätzlich ein evakuierbares Trägerrohr eingebracht werden muss, da ja auch Materialien gemessen werden sollen, welche an normaler Luft unter hohen Temperaturen stark oxidieren. Außerdem benötigt man eine Probenaufgabe, in der die Metalldrähte fixiert und gemessen werden können. Als Trägerrohr wurde ein Spezialquarzglas mit der Markenbezeichnung *Philips PH-300* gewählt, welches folgende für die Auswahl dieses Materials prägnante physikali-

sche Eigenschaften aufweist: geringer linearer Ausdehnungskoeffizient und damit hohe Temperaturwechselbeständigkeit, maximale Dauergebrauchstemperatur 1100°C, niedrige Wärmeleitfähigkeit, elektrisch nicht leitend, optisch durchsichtig und gasdicht.

Natürlich schränkt das zusätzliche Quarzglasrohr den zugänglichen Querschnitt weiter ein, sodass unter Berücksichtigung einer geeigneten Probenaufgabe nur mehr Drahtdurchmesser von bis zu maximal 5 mm gemessen werden können. Die maximale Probenlänge ist durch den homogenen Bereich im Ofen auf etwa 200 mm beschränkt.

3.3 Zu erwartende Messwerte

Es existieren bereits sehr viele Literaturdaten bezüglich des spezifischen Widerstandes der meisten Metalle. Dies hat zur Folge, dass man sehr genau abschätzen kann, über welchen Bereich die Messwerte erwartungsgemäß variieren werden.

Tabelle 3-1 Errechnete Widerstände für diverse Proben

ρ spezifischer elektrischer Widerstand [16]

R Widerstand aus $R = \rho \cdot l / A$

U Spannungsabfall bei gegebener Stromstärke I aus $U = R \cdot I$

Metall	l [mm]	d [mm]	T [K]	ρ [$\mu\text{W} \cdot \text{m}$]	R [W]	I [mA]	U [mV]
Silber	100	0,5	300	0,016	0,0081	300	2,4
	100	0,5	800	0,048	0,0244	300	7,3
	100	1	300	0,016	0,0020	300	0,6
	100	1	800	0,048	0,0061	300	1,8
	100	4	300	0,016	0,0001	300	-
	100	4	800	0,048	0,0004	300	0,1
Eisen	100	0,5	300	0,100	0,0509	300	15,3
	100	0,5	800	0,580	0,2954	300	88,6
	100	0,5	1300	1,160	0,5908	300	177,2
	100	1	300	0,100	0,0127	300	3,8
	100	1	800	0,580	0,0738	300	22,2
	100	1	1300	1,160	0,1477	300	44,3
	200	0,25	300	0,100	0,4074	300	122,2
	200	0,25	800	0,580	2,3631	300	708,9
	200	0,25	1300	1,160	4,7263	300	1417,9
	200	4	300	0,100	0,0016	300	0,5
	200	4	800	0,580	0,0092	300	2,8
	200	4	1300	1,160	0,0185	300	5,5

Bevor man die Werte errechnen kann, muss man festlegen mit welcher Stromstärke das Experiment betrieben wird. Die Stromstärke I sollte dabei so gering sein, dass die Heizwirkung durch den Strom minimal wird. Gleichwohl sollte sie aber zumindest genügend groß sein um vernünftig messbare Spannungswerte zu bekommen. Aufgrund dieser beiden Überlegungen

wurde die Stromstärke mit 300 mA festgelegt. Bei genauerer Betrachtung der Tabelle 3-1 bemerkt man, dass der Messbereich für die Spannungsmessung von einigen mV bis zu maximal ca. 1,5 V gehen muss. Es ist also nach einem Messgerät zu suchen, welches diesen Messbereich abdecken kann und gleichzeitig eine genügend kleine Messunsicherheit aufweist.

3.4 Spannungs- und Strommessung

Als Folge dieser vorangegangenen Überlegungen kann man nun geeignete Spannungs- und Strommessgeräte auswählen. Da die aufgenommenen Messwerte rechnergestützt weiterverarbeitet werden, müssen die Messgeräte die Möglichkeit bieten, die Messdaten in einen PC auslesen zu können. Weiters ist zu berücksichtigen, dass der Messzeitraum zumindest einige Stunden betragen wird, da die maximale Heizrate des Ofens mit etwa 14 K/min limitiert ist. Die Wahl fiel aus diesen Überlegungen auf Messmodule der Firma Gantner, da diese die Möglichkeit bieten, mehrere dieser Module mittels eines einzigen Bussystems anzusteuern. Man kann also sowohl die Spannungs-, die Temperatur- und eventuell auch die Strommessung, sofern diese erforderlich ist, sehr einfach ansteuern und gegebenenfalls auch erweitern. Außerdem waren die erzielbare Messunsicherheit sowie der Messbereich der Module für die Experimentieranordnung optimal. Die Messbereiche erstrecken sich über $(\pm 10 \pm 0,01)\text{ mV}$, $(\pm 100 \pm 0,02)\text{ mV}$, $\pm 1\text{ V} \pm 0,2\text{ mV}$ und $\pm 10\text{ V} \pm 2\text{ mV}$. Die Umschaltung des Spannungsbereiches erfolgt automatisch.

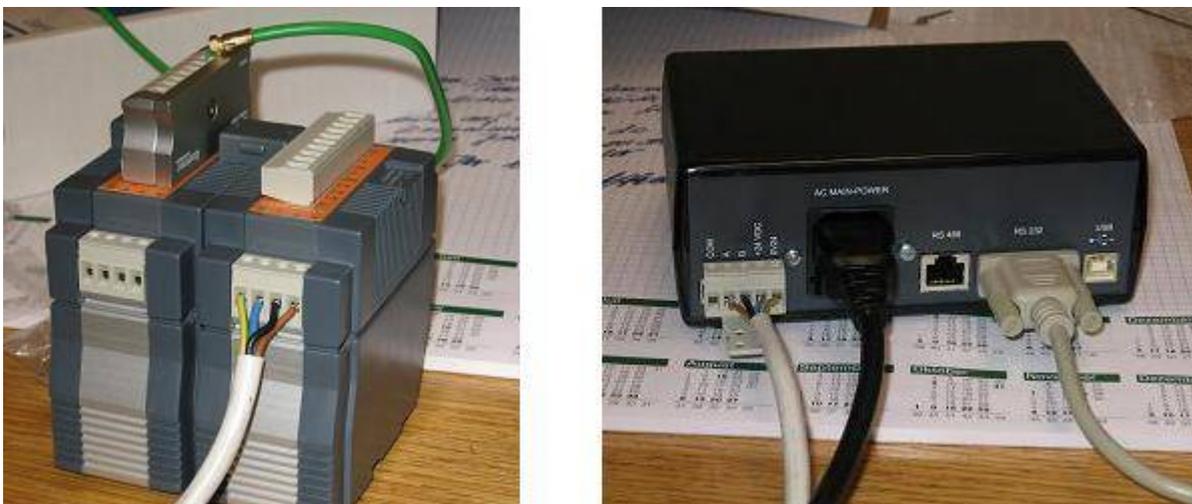


Abbildung 3-2 Messmodule und Steuergerät für Stromversorgung und Datenaustausch

Die Spannungs- und Temperaturmessung wird also mit den abgebildeten Modulen realisiert. Für die Stromermittlung können mehrere Wege gewählt werden. So gibt es im Handel Konstantstromquellen, welche über einen gewissen Bereich regelbar sind. Das Problem dieser Geräte ist aber die Messunsicherheit. Diese liegt bei Geräten, welche mit sehr hohen Kosten verbunden sind, bestenfalls in der Größenordnung von zumindest $\pm 1\%$. Aufgrund der Gesamtmessunsicherheit für diese Anordnung, welche nach den selbst gewählten Vorgaben nicht über 1% betragen soll, können solche Stromquellen nicht verwendet werden. Eine wei-

tere Überlegung wären günstige Konstantstromquellen, welche als Stromversorgung für spezielle Leuchtdioden dienen. Man kann mittels eines Präzisionswiderstandes den Strom ermitteln. Gegen diese Methode sprechen jedoch die zusätzliche Messung eines weiteren Spannungsabfalls und außerdem die Tatsache, dass nicht gewährleistet werden kann, dass die Stromstärke über einen längeren Messzeitraum nicht schwanken würde. Aufgrund dieser Überlegungen wurde vom Elektroniker des Instituts für Experimentalphysik Ing. Reinhard Dämon eine Konstantstromquelle gebaut, welche einen Strom von $299,98 \text{ mA} \pm 0,1 \%$ liefert. Außerdem ist die Umkehrung der Stromrichtung möglich, sodass während des Messens mögliche auftretende Thermospannungen, welche durch eine nicht vollständig homogene Heizung und damit verbundene ungleiche Temperatur in der Probe entstehen, kompensiert werden. Diese Stromrichtungsumkehr ist über eine RS 232 – Schnittstelle mit dem PC steuerbar.



Abbildung 3-3 Stromquelle

3.5 Temperaturmessung

Die Bestimmung der Temperatur erfolgt mit Hilfe von Thermoelementen des Typs K (siehe Tabelle 2-2). Dies sind die gängigsten Thermoelemente. Sie bestehen aus einem NiAl – NiCr Thermopaar. Das messbare Temperaturintervall erstreckt sich über den Bereich von 73 bis 1655 K. Es werden aufgrund des geringen Platzes lediglich zwei dieser Thermoelemente jeweils über den Spannungskontakten im Ofen positioniert. Die Thermoelemente sind mit Inconel ummantelt, wodurch sie den Umgebungseinflüssen im Ofen standhalten sollten. Die Messung erfolgt ebenfalls mit einem Messmodul der Firma Gantner, in das jedoch zusätzlich ein Element zur Kaltstellenkompensation eingebaut ist. Wie bereits in Abschnitt 2.5.1 erklärt, benötigt man bei der Temperaturmessung durch Thermoelemente eine Bezugstemperatur. Diese Temperatur wird mittels eines zwischen Thermoelement und Modul eingebauten Aluminiumblocks, in welchem ein Pt-100 Fühler integriert ist, genau gemessen. Der Wert, der von diesem Fühler gemessen wird, dient als Bezugstemperatur für die Kaltstelle des Thermoelementes. Sollte sich während der Messung die Umgebungstemperatur ändern, so wird dies mit der Kompensationseinheit insitu nachkorrigiert.

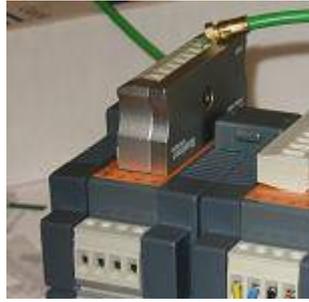


Abbildung 3-4 Kaltstellenkompensation

3.6 Durchmesserbestimmung

Da es erforderlich ist, den Durchmesser der Proben möglichst genau zu bestimmen, wird dafür ein Lasermikrometer verwendet. Es werden hierbei der minimale und der maximale Durchmesser an mehreren Stellen des Drahtes ermittelt. Anschließend wird über alle Werte der Mittelwert gebildet. Man erhält dadurch eine Messunsicherheit, welche geringer als $4\ \mu\text{m}$ ist.



Abbildung 3-5 Lasermikrometer

3.7 Unsicherheitsabschätzung

Nach der Entscheidung welche Messgeräte verwendet werden und mit welcher Unsicherheit deren Messwerte zu berücksichtigen sind, kann nun die zu erwartende Unsicherheit in den Ergebnissen errechnet werden. Man bedient sich hierbei des Programms GUM-Workbench 1.3, welches die zu erwartenden Unsicherheiten nach den Richtlinien und Vorgaben des *ISO Guide to the Uncertainty in Measurement (GUM)* [17] bestimmt.

Tabelle 3-2 Unsicherheitsabschätzung nach GUM für $d = 0,5 \text{ mm}$ Draht

Größe	Wert	Std.-Mess-unsicherheit	Freiheits-grad	Sensitivitäts- koeffizient	Unsicher- heitsbeitrag	Index
L_m	8.9000 cm	0.0144 cm	unendlich	$-870 \cdot 10^{-9}$	$-13 \cdot 10^{-9}$	10.7 %
I_{fix}	300.000 mA	0.173 mA	unendlich	$-26 \cdot 10^{-9}$	$-4.5 \cdot 10^{-9}$	1.4 %
d_m	0.050000 cm	$115 \cdot 10^{-6}$ cm	unendlich	$310 \cdot 10^{-6}$	$36 \cdot 10^{-9}$	86.7 %
PI	3.1415926535898					
U_{m1}	10.50000	$5.77 \cdot 10^{-3}$	unendlich	$740 \cdot 10^{-9}$	$4.2 \cdot 10^{-9}$	1.2 %
δ_{U_m}	0.0	$115 \cdot 10^{-6}$	unendlich	$740 \cdot 10^{-9}$	$85 \cdot 10^{-12}$	0.0 %
ρ	$7.7216 \cdot 10^{-6}$	$38.3 \cdot 10^{-9}$	unendlich			

Ergebnis: Messgröße: ρ
 Wert: $7.722 \cdot 10^{-6}$
 Relative erweiterte Messunsicherheit: $\pm 0.99 \%$
 Erweiterungsfaktor: 2.00
 Überdeckung: manuell

Es wurde hier die Messunsicherheit für einen Draht mit einem Durchmesser von $d = 0,5 \text{ mm}$ abgeschätzt. Der Spannungsabfall wurde mit 10,5 mV in Rechnung gesetzt, da dies einen denkbar ungünstigsten Fall darstellt. Der Messunsicherheit in der Längenbestimmung ist die Messung mit einer Schieblehre zugrunde gelegt, welche sich mit einer geschätzten Unsicherheit von 0,5 mm zu Buche schlägt. Der große Einfluss auf die Messunsicherheit liegt in der Durchmesserbestimmung der Proben. Diese erfolgt zwar mittels Lasermikrometer und einer angenommenen Unsicherheit von $\pm 4 \text{ }\mu\text{m}$. Da jedoch der Querschnitt quadratisch vom Durchmesser abhängt ist dieser große Einfluss nicht zu vermeiden. Nichtsdestotrotz können die Vorgaben auch in diesem recht ungünstigen Berechnungsfall ab einer Probenlänge von etwa 9 cm eingehalten werden.

Tabelle 3-3 Unsicherheitsabschätzung nach GUM für $d = 1 \text{ mm}$ Draht

Größe	Wert	Std.-Mess-unsicherheit	Freiheits-grad	Sensitivitäts- koeffizient	Unsicher- heitsbeitrag	Index
L_m	8.9000 cm	0.0144 cm	unendlich	$-3.5 \cdot 10^{-6}$	$-50 \cdot 10^{-9}$	30.6 %
I_{fix}	300.000 mA	0.173 mA	unendlich	$-100 \cdot 10^{-9}$	$-18 \cdot 10^{-9}$	3.9 %
d_m	0.100000 cm	$115 \cdot 10^{-6}$ cm	unendlich	$620 \cdot 10^{-6}$	$71 \cdot 10^{-9}$	62.0 %
PI	3.1415926535898					
U_{m1}	10.50000	$5.77 \cdot 10^{-3}$	unendlich	$2.9 \cdot 10^{-6}$	$17 \cdot 10^{-9}$	3.5 %
δ_{U_m}	0.0	$115 \cdot 10^{-6}$	unendlich	$2.9 \cdot 10^{-6}$	$340 \cdot 10^{-12}$	0.0 %
ρ	$30.8864 \cdot 10^{-6}$	$90.6 \cdot 10^{-9}$	unendlich			

Ergebnis: Messgröße: ρ
 Wert: $30.89 \cdot 10^{-6}$
 Relative erweiterte Messunsicherheit: $\pm 0.59 \%$
 Erweiterungsfaktor: 2.00
 Überdeckung: manuell

Bei näherer Betrachtung springt einem sofort ins Auge, dass die Unsicherheit mit größerem Probendurchmesser geringer wird. Bis auf diesen einen Wert sind alle anderen unverändert zu Tabelle 3-2 geblieben. Für spätere Messungen ist es folglich von Vorteil, wenn die Durchmesser der Proben etwa 1 mm oder größer sind.

3.8 Umgebungseinflüsse

Viele Metalle weisen eine gewisse Reaktionsfreudigkeit mit der umgebenden Atmosphäre auf. So beginnt Eisen zu rosten, sofern Feuchtigkeit im Spiel ist. Kupfer oxidiert ebenfalls, was sich in einem grünen Überzug, der sog. Patina niederschlägt. Diese Liste könnte nahezu endlos fortgesetzt werden. Meist wird die Reaktionsfähigkeit und –wahrscheinlichkeit mit steigenden Temperaturen erhöht, sodass Vorkehrungen zu treffen sind, damit die Proben möglichst keine Verbindungen mit den umgebenden Molekülen eingehen, da z.B. Oxidschichten meist niedrigere Leitfähigkeiten als das Material selbst aufweisen. Außerdem sind auch die Leitungen und die Kontaktierungselemente im Ofen gefährdet, durch etwaige chemische Verbindungen in ihrer Funktion beeinträchtigt zu werden. Deshalb ist es erforderlich eine inerte Atmosphäre zu schaffen, sodass diese Einflüsse verhindert werden können. Das bedeutet, es muss eine Vorvakuumanlage in das System integriert werden. Nach dem Abpumpen der Luft wird das Quarzglasrohr, welches bekanntermaßen als Trägerrohr dient, mit Argon gespült. Diese Prozedur wird mehrmals wiederholt, sodass die Messanordnung praktisch nur noch Argon enthält. Während des Messens wird das System mit Argon gespült um zu verhindern, dass durch mögliche Undichtheiten Luft eindringt. Gleichsam ist es von Vorteil kein geschlossenes System zu haben, da sich ansonsten im Rohr während des Heizens ein Überdruck aufgrund der Volumenzunahme einstellen würde. Aus der Zustandsgleichung für ideale Gase

$$p \cdot V = R_s \cdot T \quad (3.1)$$

pDruck

V Volumen

R_sspezifische Gaskonstante

T Temperatur

erhält man das Gesetz von AMONTONS¹²

$$\frac{p_1}{p_2} = \frac{T_1}{T_2} \quad (3.2)$$

Dies bedeutet, dass sich in einem geschlossenen System der Gasdruck während der Temperaturänderung von Raumtemperatur auf 1373 K auf das 4,6 fache des Ausgangswerts erhöhen würde.

¹² benannt nach dem französischen Physiker GUILLAUME AMONTONS

Man erhalte also im Trägerrohr einen Druck von $p = 4,6$ bar. Nichtsdestotrotz muss die Anlage gasdicht ausgeführt werden. Zu diesem Zweck wurde ein Übergangsstück aus Messing geplant, welches mit einem Zweikomponenten-Kleber dicht auf das Trägerrohr geklebt wird. Weiters wird dieser Teil mit einem KF-Flansch¹³ ausgestattet, sodass auf diesen handelsübliche Vakuumanlagenbauteile angeklemt werden können.

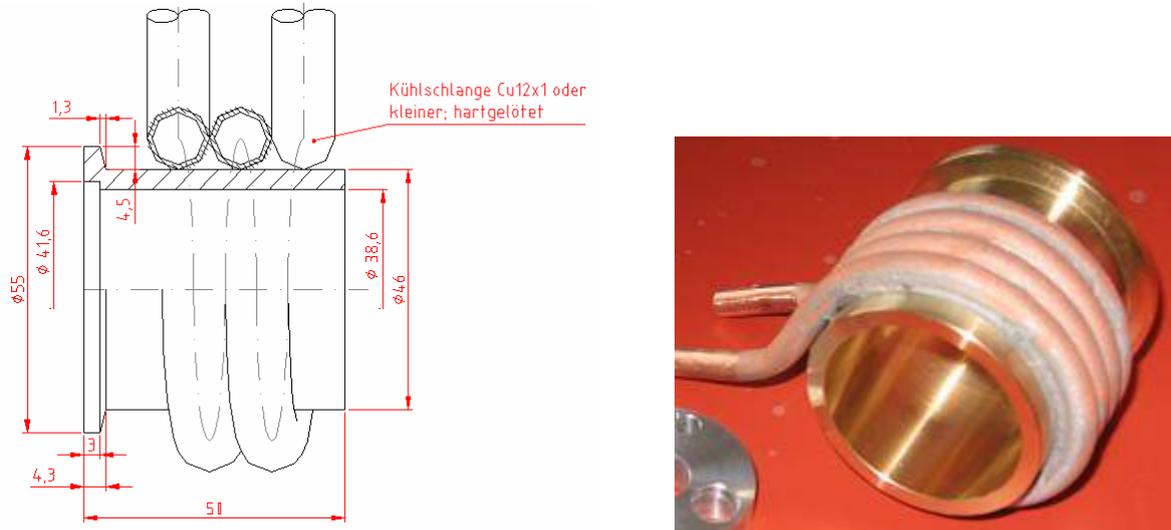


Abbildung 3-6 Übergangsstück aus Messing

Dieser Messingteil verfügt zusätzlich noch über eine Wasserkühlung, damit sichergestellt ist, dass, trotz der schlechten Wärmeleitung von Quarzglas, der Kleber thermisch nicht zerstört wird.

Auf dieses Übergangsstück wird ein Kreuzstück geklemmt, welches den Anschluss der Vakuumpumpe, die Argon Zu- und Ableitung, die elektrischen Leitungs- und die Thermoelementdurchführungen beherbergt.

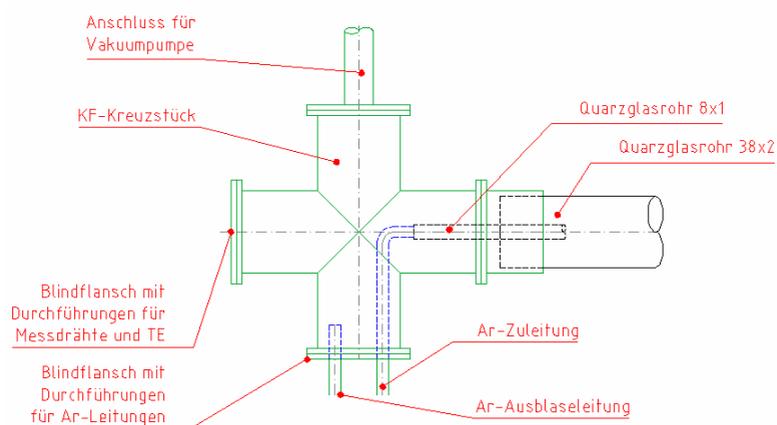


Abbildung 3-7 Planung des KF-Kreuzstücks

¹³ Kleinflansch- oder KF-Norm für Vakuumbauteile (DIN 28403 bzw. ISO 2961)

Die Argoneinblaseleitung wird über ein kleines Quarzglasrohr bis ans verschlossene Ende des Trägerrohres geführt, wodurch die Luft besser aus dem Trägerrohr heraustransportiert werden kann. Außerdem ist ein Durchflussmesser in die Argonleitung integriert, sodass die Messungen reproduzierbar sind. Der Durchfluss liegt während der Messungen bei einigen Litern pro Stunde.



Abbildung 3-8 KF-Kreuzstück

In obiger Abbildung 3-8 sieht man nun das tatsächlich eingebaute Kreuzstück. Auf der rechten Seite erkennt man den Schlauch, welcher zur Vorvakuumpumpe führt. Dieser Bereich beinhaltet zusätzlich ein Manometer, wodurch etwaige Undichtheiten in der Anlage bemerkt werden können. Links sieht man die beiden Ventile der Argonleitungen. An der Rückseite befindet sich das Quarzglasrohr, welches in den Ofen führt. Die beiden metallischen Drähte, welche stirnseitig aus dem Kreuzstück treten, sind die zwei im Ofen positionierten Thermoelemente. Diese roten Kunststoffhülsen, welche ebenfalls erkennbar sind, fungieren als dichte Leitungsdurchführungen in das System. Dieses Foto entstand während des Aufbaues der Anlage. Die Messmodule und die Konstantstromquelle wurden erst zu einem späteren Zeitpunkt an die Durchführungen geklemmt. Die graue Kunststoffhalbschale, welche direkt vor dem Kreuzstück Platz findet, ermöglicht es, nach Öffnen der vorderen und hinteren Klemme, das gesamte Messsystem waagrecht aus dem Ofen zu ziehen, sodass man die Proben wechseln kann. Die seitlichen Klemmen für den Vakuumpumpenschlauch und die Argonleitungen bleiben normalerweise geschlossen.

3.9 Probenauflage und Kontaktierung

3.9.1 Messschiff

Die nächsten Punkte der Planung stellen die Probenauflage und die zugehörige Kontaktierung dar. Zum einen ist der Platz innerhalb des Quarzglasrohres begrenzt und zum anderen benötigt man vier elektrische Leitungen, zwei Thermoelemente, eine Argonleitung und eine Möglichkeit, die Proben stabil im Ofen zu positionieren. Als erstes galt es die Probenauflage zu

konzipieren. Der Grundkörper dieser Auflage, das sog. Messschiff sollte ein Quader sein. In diesen wird entlang der gesamten Oberseite eine dreieckige Vertiefung mittig eingefräst, so dass die drahtförmigen Proben gerade und definiert aufliegen können. Die Stromaufprägung und die Spannungsmessung werden so ausgeführt, dass mit ihnen die Probe auf dem Messschiff fixiert wird. Gleichsam sollte es auch möglich sein, verschiedene Probenlängen zu vermessen.

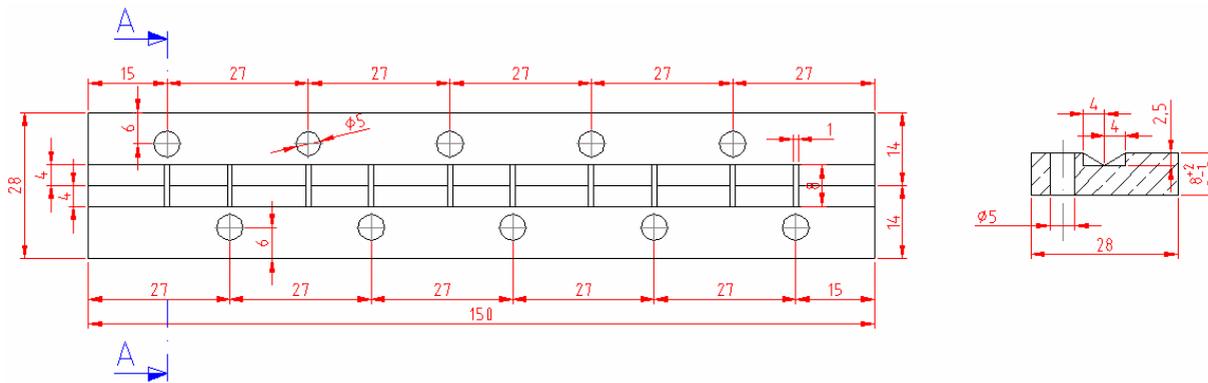


Abbildung 3-9 Planung des Messschiffs

In Abbildung 3-9 sieht man das Messschiff wie es letztendlich gebaut wurde. Auf der rechten Seite befindet sich die Schnittdarstellung. In der Mitte befindet sich die angesprochene Vertiefung, in der die Probe Platz finden wird. Außerdem müssen Schnitte wie im Plan eingezeichnet angebracht werden, damit die Spannungsschneiden direkt auf die Probe drücken. Dies wäre bei sehr kleinen Probenquerschnitten ohne diese Schlitze nicht der Fall. Die zehn Bohrungen dienen dazu, unterschiedlich lange Proben entsprechend kontaktieren zu können.

3.9.2 Material

Das Material, aus welchem das Messschiff gebaut werden soll, muss einigen Anforderungen entsprechen. Es muss natürlich thermisch stabil sein und sollte mechanisch bearbeitbar und elektrisch nichtleitend sein. Der thermische Ausdehnkoeffizient sollte gering sein. Aus diesen Überlegungen wurde als Material vorerst Siliziumnitrid gewählt. Leider scheiterte der Einsatz dieses Werkstoffes an der langen Lieferdauer, sodass nach Ersatz Ausschau gehalten werden musste. Es wurde vorerst probeweise versucht, aus herkömmlichen Brennplatten, welche im Normalfall als Objektträger in großen Brennöfen fungieren, das Messschiff anzufertigen. Solche Brennplatten bestehen zumeist aus diversen Siliziumcarbidverbindungen und haben den Nachteil, dass ihre genaue Zusammensetzung oftmals nicht die selbe ist. Außerdem besteht die Möglichkeit, dass dieser Werkstoff bei hohen Temperaturen elektrisch leitend werden kann. Es war also erforderlich, vor dem Messeinsatz die elektrischen Daten des Werkstoffes aufzunehmen.

Die Messung des Widerstandes erfolgte mit einem handelsüblichen Multimeter, welches eine Unsicherheit von $\pm 5\%$ im $M\Omega$ -Bereich aufweist. Das Messschiff wurde mit zwei in

Punkt 3.9.3 beschriebenen Spannungsabnehmern kontaktiert, welche ohne Vorhandensein einer Probe direkt auf die Keramik selbst drückten. Die Zuleitungen aus Molybdän und die Thermolemente wurden wie in Punkt 3.9.4 beschrieben ausgeführt. Anschließend wurde die Anlage aufgeheizt und der Widerstand in Abhängigkeit der Temperatur festgehalten. Während des Aufheizens konnte jedoch kein Widerstand gemessen werden, da der Messwert im M Ω -Bereich sehr stark zu schwanken anfing. Dies musste seine Ursache aus der Kombination des elektrischen Feldes des Rohrofens und den thermischen Eigenschaften der Keramik haben. Während des Abkühlens konnte der Widerstand jedoch problemlos gemessen werden.

Tabelle 3-4 Temperaturabhängiger Widerstand des Messschiffs

Tgemessene Temperatur [16]

Rgemessener Widerstand

T [°C]	R [MW]	T [°C]	R [MW]
1092	0,49	954	1,60
1068	0,58	950	1,73
1033	0,67	872	2,30
1002	0,86	865	2,60
992	1,00	820	6,70
984	1,09	803	9,10
973	1,27	790	12,80
962	1,50	778	16,60

In der Tabelle sieht man, dass bei der höchsten Temperatur, der Widerstand der Keramik noch immer bei etwa 500 k Ω liegt. Sieht man also die Messanordnung als die Parallelschaltung zweier Widerstände, wobei der eine Widerstand die Probe und der andere das Messschiff ist, an, so erhält man selbst bei einer schlecht leitenden Probe (siehe Tabelle 3-1) ein Verhältnis der beiden Widerstände in der Größenordnung von $1 / 1 \cdot 10^6$, was bedeutet, dass der Anteil der Stromstärke, welcher nunmehr durch die Probenaufgabe fließt, höchstens im nA-Bereich liegt und somit keinen Einfluss auf das Messergebnis hat.

3.9.3 Stromaufprägung und Spannungsabnehmer

Die elektrische Kontaktierung der Probe stellt einen sehr wichtigen Punkt dar. Einerseits ist der Platz im Quarzglasrohr sehr spärlich bemessen und andererseits muss die Kontaktierung im Messbetrieb stabil bleiben. Unter Berücksichtigung dieser Vorgaben wurden die Spannungsabnehmer geplant. Das Material dieser Spannungsabnehmer muss elektrisch leitend sein, dauereinsatzbeständig bis 1100°C und mechanisch bearbeitbar. Die Wahl fiel auf Winkel aus Edelstahl, welche in der hausinternen Werkstätte angefertigt wurden. Für die weiteren Bauteile wurde darauf geachtet, dass nur handelsübliche Normteile verwendet werden, sodass

Ersatzteile rasch und unkompliziert erneuert und nachgekauft werden können. Die Winkel werden mit Edelstahlschrauben auf dem Messschiff fixiert. Mithilfe von Spannungsschneiden aus Molybdänblech (Dicke $s = 10 \mu\text{m}$) wird die Probe letztendlich kontaktiert. Diese Spannungsschneiden müssen in den Spannungsabnehmern austauschbar angebracht werden, so dass auf unterschiedliche Probenquerschnitte Rücksicht genommen werden kann. Zu diesem Zweck wurden die Edelstahlwinkel eingeschnitten und mit einer zusätzlichen Bohrung versehen.

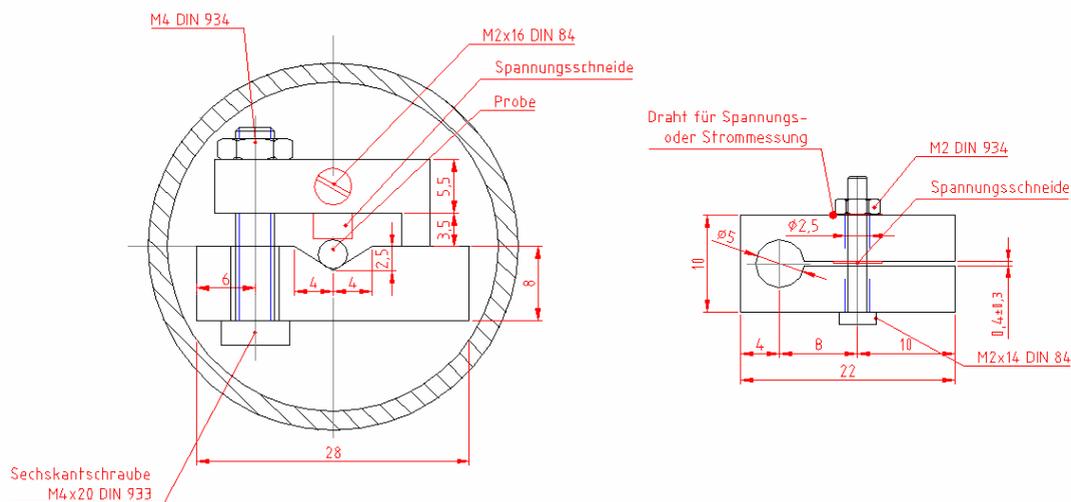


Abbildung 3-10 Planung des Spannungsabnehmers

In obiger Abbildung 3-10 sieht man auf der linken Seite das Messschiff mit einer Probe im Quarzglasrohr, den Winkel aus Edelstahl, welcher mit einer Schraube fixiert wird und die Spannungsschneide, die auf die Probe drückt. Rechts sieht man nun nur den Spannungsabnehmer in der Draufsicht. Man erkennt sowohl die Bohrung für die Schraube als auch den Schlitz mit der anderen Schraube zur Fixierung der Spannungsschneide. Auf der im Spannungsabnehmer befindlichen Seite wird die Spannungsschneide dreieckig eingeschnitten, sodass diese fest positioniert ist. Die Länge der Schneide wird so gewählt, dass sie sich aufgrund des Drucks etwas durchbiegt. Damit kann gewährleistet werden, dass die Schneide während der thermischen Ausdehnung der Probe, welche durch das Aufheizen bedingt ist, auf der selben Stelle verharrt.



Abbildung 3-11 Spannungsabnehmer

Man sieht in Abbildung 3-11 wie die Stromaufprägung und die Spannungsabnehmer letztendlich gebaut wurden. Für dieses Bild wurde jedoch keine Probe eingespannt.

3.9.4 Elektrische Zuleitungen und Thermoelemente

Die elektrischen Zuleitungen im Rohr sind natürlich den selben thermischen Belastungen wie das Messschiff ausgesetzt. Deshalb muss für sie ein Material gewählt werden, welches der Temperatur im Dauerbetrieb standhält, wodurch z.B. Kupfer bereits ausscheidet. Weiters müssen die Drähte zueinander isoliert und gegebenenfalls austauschbar sein. Als Zuleitungen wurden Drähte aus Molybdän mit einem Durchmesser von $d = 0,25$ mm gewählt. Die Isolierung der Drähte erfolgt mittels Quarzglasrohren mit einem Außendurchmesser von $d = 4$ mm und einer Wandstärke s von $s = 1$ mm. Aufgrund der Austauschbarkeit wurden an beiden Enden der Durchführungen in das Kreuzstück Lüsterklemmen angebracht. Dadurch können die Molybdändrähte jederzeit ausgetauscht werden. Bei den Thermoelementen handelt es sich um handelsübliche Typ K – Thermoelemente (siehe Tabelle 2-2) mit einem Durchmesser von $d = 1,5$ mm und einer Länge von $l = 800$ mm. Diese wurden mit einem Zweikomponentenkleber dicht in den vorderen Flansch des Kreuzstücks eingeklebt. Auch die Thermoelemente werden im Ofen in einem Quarzglasrohr geführt. Lediglich die letzten 10 mm über der Probe verlaufen außerhalb des Schutzrohres.



Abbildung 3-12 Leitungsdurchführungen

Auf der rechten Seite erkennt man die Leitungen welche zur Stromquelle und zu den Messmodulen führen. Links sieht man die Quarzglasrohre, in welchen sich die Molybdänleitungen befinden. Diese sind durch Öffnen der entsprechenden Klemme problemlos austauschbar.

3.9.5 Positionierung des Messschiffes und der Leitungen

Die Messung wurde in der Art konzipiert, dass die Probe etwa zentral im Trägerrohr platziert wird. Zu diesem Zweck muss das Messschiff eine vertikale Führung erhalten. Es wurden daher zwei Platten entwickelt, welche am Messschiff an den beiden Stirnseiten angebracht werden, sodass dieses im Rohr richtig positioniert wird. Die vordere der beiden Platten weist außerdem mehrere Bohrungen auf. Damit ist es möglich die Quarzglasrohre für elektrische Lei-

tungen und für die Thermoelemente ebenfalls zu fixieren. Die Platten sind aus dem selben Material wie das Messschiff und werden mit einem geeigneten Keramikkleber angeklebt.

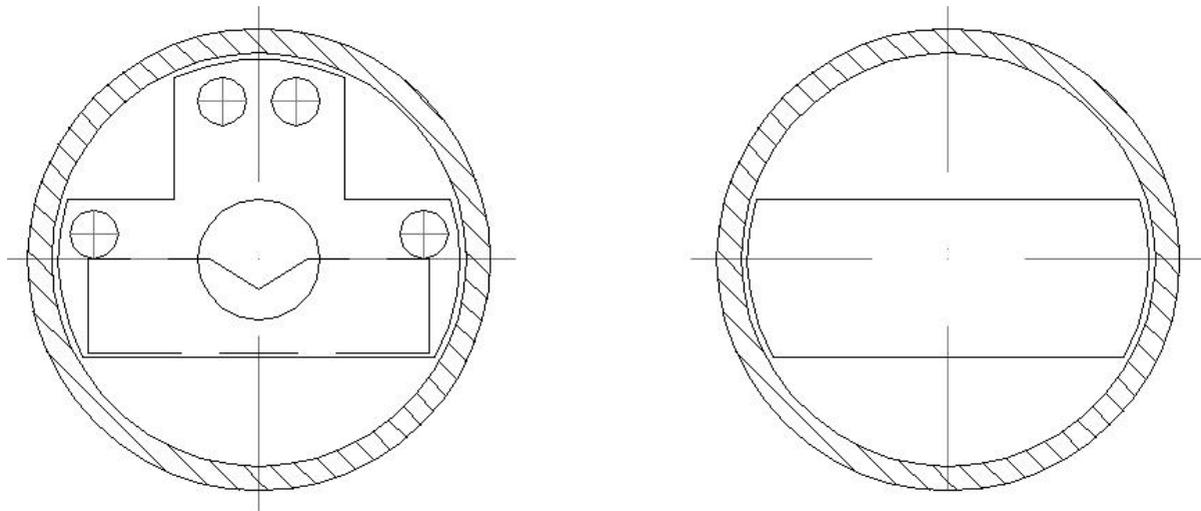


Abbildung 3-13 Keramikplatten zur vertikalen Führung

In obiger Abbildung sieht man links die Keramikplatte mit den Rohrführungen und rechts die zweite Platte, welche an der Rückseite des Messschiffs angeklebt wird. Der untere Bereich ist frei, da dort ein Rohr mit Außendurchmesser von $d = 8 \text{ mm}$ vorgesehen ist, welches der Argonzuleitung dient.

Aber nicht nur die vertikale Positionierung ist von Bedeutung, es muss gewährleistet sein, dass das Messschiff im homogenen Bereich des Ofens ist, sodass die Temperaturdifferenzen zwischen den Messpunkten nicht zu hoch werden. Zu diesem Zweck ist ein Quarzglasstab in das Zentrum der vorderen Platte eingeklebt. Dieser Stab weist eine Länge von $l = 580 \text{ mm}$ auf, womit bewerkstelligt ist, dass sich die Probe während des Messens in der Mitte des Ofens befindet. Das zweite Ende des Glasstabs berührt den vorderen Flansch des Kreuzstücks.



Abbildung 3-14 Messschiff mit Führungsplatten und Quarzstab

Um den Quarzglasrohren und dem Stab eine zweite Führung zu geben, wurde ein Einlagestück aus Aluminium entworfen, welches sich im Messbetrieb im Kreuzstück befindet.

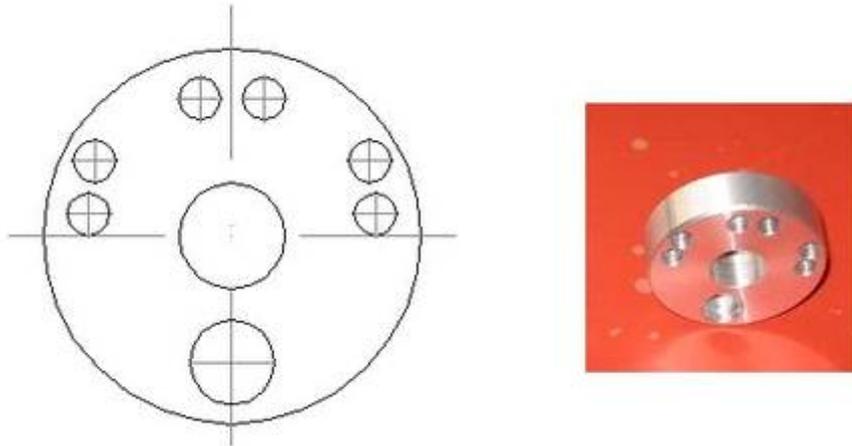


Abbildung 3-15 Einlagestück

3.10 Längenbestimmung

Um den spezifischen Widerstand der Probe bestimmen zu können, muss der Abstand zwischen den Spannungsschneiden möglichst genau bekannt sein. Dieser Abstand wird üblicherweise mit einer Schieblehre gemessen. Bei dickeren und weicheren Proben, z.B. Kupferdraht mit einem Durchmesser von 1,5 mm kann man Kerben in die Probe drücken, sodass in diesen die Spannungsschneiden fixiert sind. Dadurch kann man die Längenmessung mit Hilfe eines Messmikroskops durchführen, was die Genauigkeit erheblich verbessert.

Während der Widerstandsmessung muss sowohl beim Aufheizen als auch beim Abkühlen gewährleistet sein, dass die Spannungsschneiden trotz der temperaturbedingten Längenänderung auf dem selben Punkt auf der Probe bleiben. Nur so kann die thermische Ausdehnung richtig in die Berechnung miteinbezogen werden. Durch Kenntnis der thermischen Ausdehnung aus Tabellen für Reinmetalle und aus Dilatometermessungen für Legierungen kann folglich der spezifische elektrische Widerstand berechnet werden.

3.11 Aufnahme der Messwerte

Die Messwerte werden rechnergestützt aufgezeichnet. Aus diesem Grund wurde ein entsprechendes Messprogramm mit Hilfe von LabView 8.2 programmiert. Mit diesem Programm wird auch die Konstantstromquelle angesteuert. Diese wird drei Sekunden vor der Messung eingeschaltet, dann werden die Spannungsdifferenz, zweimal die Temperatur im Inneren des Ofens und einmal die Umgebungstemperatur aufgenommen. Dann wird die Stromquelle umgepolt und zwei Sekunden später werden die selben vier Messwerte erneut aufgenommen. Die Umkehrung der Stromrichtung hat den Zweck, dass etwaige auftretende Thermospannungen durch leichte Temperaturdifferenzen an den beiden Spannungsschneiden durch Mit-

telwertbildung der zwei Spannungsmessungen kompensiert werden können. Nach der zweiten Messung wird die Stromquelle ausgeschaltet, sodass es zu keiner zusätzlichen Aufheizung der Probe durch den Messstrom kommt. Die Zeit zwischen den Messzyklen ist variabel. Jedoch ist die Programmierung in der Art gestaltet, dass zumindest 15 Sekunden zwischen zwei Messungen verstreichen. Meist wird die Einstellung so gewählt, dass zwischen den Messzyklen ein Zeitraum von 60 bis 120 Sekunden liegt, was normalerweise vollkommen ausreichend ist.

Das eigentliche Heizprogramm wird am Ofenregler programmiert. Die Heizrate ist mit maximal 13 – 15 K/min begrenzt. Für die Messungen wurde der Ofen jedoch so programmiert, dass die Heizrate 6 K/min meistens sogar nur 4 K/min nicht übersteigt. Damit wird der Temperaturverlauf im Ofen homogener und die Temperaturdifferenz an den Spannungsschneiden ist geringer. Das Abkühlen kann nicht wirklich gesteuert werden, sodass man von der natürlichen Abkühlrate des Ofens abhängig ist. Dies hat wiederum zur Folge, dass mehr als zwölf Stunden vergehen, ehe man nach der vollständigen Aufheizung des Ofens die Probe tauschen kann. Außerdem ist die Temperaturwechselbeständigkeit des eingesetzten Keramikklebers äußerst begrenzt, sodass man den Ofen auf unter 80°C abkühlen lassen muss, bevor man das System öffnen kann. Wird dieser Umstand missachtet, bricht üblicherweise der Kleber.

Der Ofenregler erlaubt es pro Heizzyklus maximal neun Messpunkte einzustellen. Das heißt man kann einerseits konstante Heizraten ab etwa 0,5 K/min zwischen zwei Punkten einstellen, oder man kann andererseits ein Temperaturplateau einstellen, welches für einen bestimmten Zeitraum gehalten werden soll. Hierbei schwingt die Ofentemperatur mit Schwankungsbreite von einigen Kelvin um den festgelegten Wert.

3.12 Zusammenbau der Anlage

Nach der abgeschlossenen Planung konnten nun die Bauteile zur fertigen Experimentieranordnung zusammengefügt werden. Dabei musste sehr sorgfältig gearbeitet werden, da Quarzglas und Keramik aufgrund ihrer Sprödigkeit bei unsachgemäßer Handhabung sehr leicht zerstört werden können.

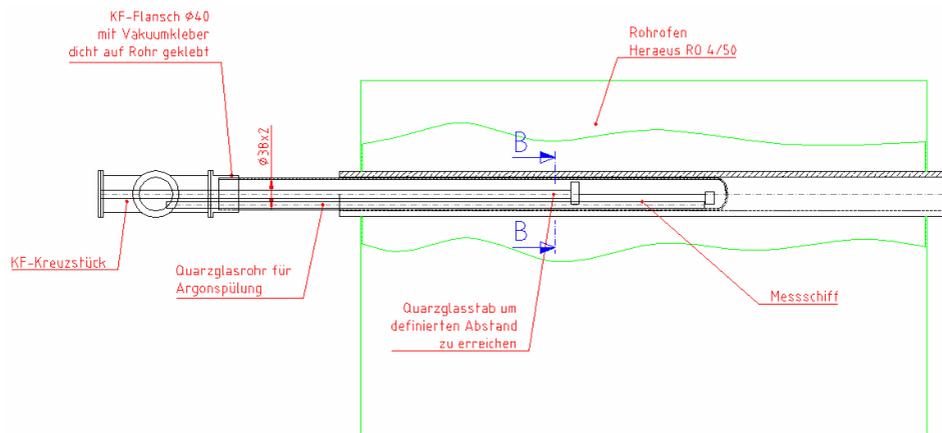


Abbildung 3-16 Plan der Experimentieranordnung

Der in obiger Abbildung 3-16 in blau markierte Schnitt ermöglicht es nachzuvollziehen, wie eng der Platz im Trägerrohr tatsächlich bemessen ist.

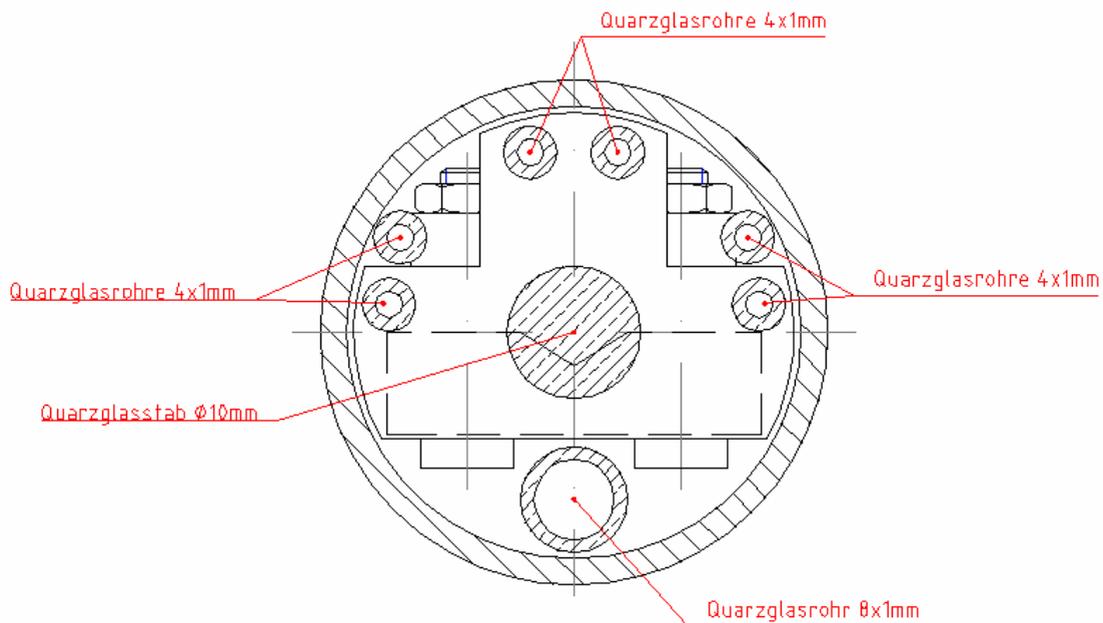


Abbildung 3-17 Schnitt B-B

Wie man aus Abbildung 3-17 sehr gut erkennen kann, wurde der vorhandene Platz im Ofen vollkommen ausgenutzt.



Abbildung 3-18 Messanlage für die Vier-Punkt-Methode

Beim Aufstellen der Anlage ist darauf zu achten, dass das KF-Kreuzstück und mit ihm die graue Kunststoffhalbschale exakt waagrecht und in direkter Verlängerung des Heizrohres zum Ofen positioniert sind. Andernfalls ist das problemlose und zerstörungsfreie Öffnen und Verschließen der Anlage nicht möglich.

Will man nun eine Probe in den Ofen geben, müssen die beiden Klemmen in Durchgangsrichtung gelöst werden. Der stirnseitige Flansch mit den elektrischen Leitungen und den Thermo-elementen, sowie der Quarzglasstab und mit ihm das Messschiff werden nach rechts bewegt. Das Trägerrohr wird zum Ofen hin geschoben, sodass sich zwischen dem Kreuzstück und dem Trägerrohr ein frei zugänglicher Bereich ergibt. Das Messschiff wird nun genau soweit aus dem Ofen gezogen, dass es sich in diesem freien Bereich befindet.



Abbildung 3-19 geöffnete Anlage

Wie man in obiger Abbildung sieht, ist es nun problemlos möglich, Proben in das Messsystem einzubringen oder zu entfernen.



Abbildung 3-20 Probe nach der Messung

In diesem Bild sieht man eine Niob-Probe direkt nach der Messung. Über der Probe befinden sich die beiden Thermoelemente welche jeweils über den Spannungsschneiden positioniert sind. Nach dem Entfernen der Probe und dem Reinigen der Strom- und Spannungsabnehmer kann unter Verwendung neuer Molybdänspannungsschneiden eine neue Messung durchgeführt werden. Aufgrund der sehr langsamen Abkühlrate ist bestenfalls eine Messung pro Tag möglich.

Nach dem Einbau der neuen Probe verbindet man das Trägerrohr mit dem Kreuzstück und schiebt das Messschiff wieder in den Ofen. Anschließend sollte man die Vakuumdichtungen wieder etwas schmieren und dann die Anlage wieder dicht verschließen.



Abbildung 3-21 Anlage vor dem Verschließen

3.13 Schematischer Aufbau und Geräteliste

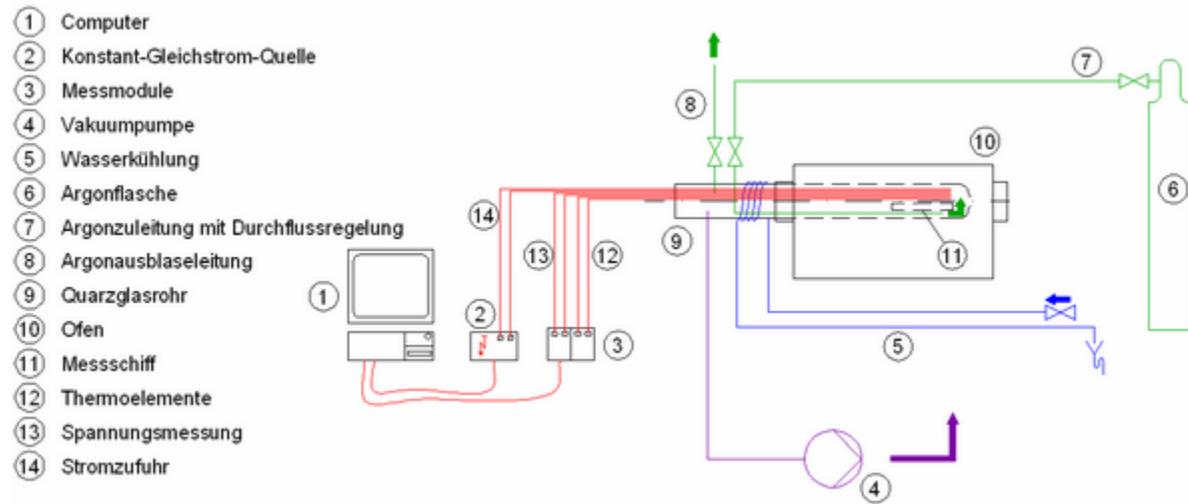


Abbildung 3-22 Schematischer Aufbau der Messanordnung

Tabelle 3-5 Geräte- und Materialliste

Nr.Nummer laut Abbildung 3-22 sofern dargestellt

Nr.	Beschreibung
1	Messcomputer mit Labview 8.2, Betriebssystem Windows XP
2	Konstantgleichstromquelle $I = 300 \pm 0,3$ mA
3	Messmodule Gantner e.bloxx A1 und Gantner e.bloxx A4TC inkl. Kaltstellenkompensation
4	Vorvakuumpumpe Alcatel 2004 A
5	Flexibler Schlauch Länge ca. 5 m, Innendurchmesser 6 mm
6	Argonflasche 50 Liter, 200 bar
7	Edelstahlleitung $d = 6$ mm inkl. Durchflussregler und Absperrventil
-	Quarzglasrohr Philips PH 300: 8 x 1 mm, Länge ca. 750 mm, Argonleitung
8	Edelstahlleitung $d = 6$ mm inkl. Absperrventil
9	Quarzglasrohr Philips PH 300: 38 x 2 mm, an einem Ende abgeschmolzen, Länge 750 mm
10	Rohröfen Heraeus RO 50/4, elektrische Heizleistung $P = 2$ kW, maximale Temp.: 1100°C
11	Messschiff; Sonderanfertigung aus einer handelsüblichen Brennplatte
-	Quarzglasstab Philips PH 300: Außendurchmesser 10 mm, Länge 580 mm
-	Keramikklebekitt Autostic 1100, Temperaturbeständig bis 1100°C
-	Führungsplatten, Sonderanfertigung aus einer handelsüblichen Brennplatte
12	2 Stk. Thermoelemente Typ K, Durchmesser 1,5 mm, Länge 800 mm, Kabellänge 2 m
-	Quarzglasrohr Philips PH 300: 4 x 1 mm, Länge 670 mm
-	Quarzglasrohr Philips PH 300: 4 x 1 mm, Länge 600 mm
13	2 Stk. Molybdändraht, Durchmesser 0,25 mm, Länge ca. 800 mm
-	Quarzglasrohr Philips PH 300: 4 x 1 mm, Länge 655 mm
-	Quarzglasrohr Philips PH 300: 4 x 1 mm, Länge 555 mm
14	2 Stk. Molybdändraht, Durchmesser 0,25 mm, Länge ca. 800 mm
-	Quarzglasrohr Philips PH 300: 4 x 1 mm, Länge 655 mm
-	Quarzglasrohr Philips PH 300: 4 x 1 mm, Länge 555 mm
-	Sechskantschrauben DIN 933, M4 x 20, Material A2
-	Sechskantmuttern DIN 934, M4, Material A2
-	Sechskantmuttern DIN 934, M2, Material A2
-	Schrauben DIN 84, M2 x 16, Material A2
-	Beilagscheiben DIN 125, M4, Material A2
-	Beilagscheiben DIN 125, M2, Material A2
-	Zweikomponenten Kleber zum dichten Kleben der Durchführungen Uhu Endfest 300
-	Lüsterklemmen
-	Lasermikrometer Keyence 7010 mit Anzeigeeinheit LS-7001
-	Molybdänblech für Spannungsschneiden, Dicke 0,01 mm, Breite ca. 5 mm

4 Messungen und Auswertungen

4.1 Grundlegendes

4.1.1 Vorbemerkungen

Nach dem erfolgreichen Aufbau der Anlage galt es nun Messungen vorzunehmen, welche Schlussfolgerungen über die Qualität der Messwerte erlauben. Es waren also mehrere Materialien und auch unterschiedliche Heizraten zu wählen, sodass man mögliche Fehlerquellen ausfindig macht und beheben kann. Zu diesem Zwecke muss man natürlich Proben verwenden, deren Parameter bekannt sind, sodass man bereits vorhandene Werte zum Vergleich heranziehen kann.

4.1.2 Aufbau der Messung

Die Anlage wurde, wie in Kapitel 3 ausführlich geschildert, aufgebaut. Die Messanordnung innerhalb des Ofens sieht schematisch folgendermaßen aus:

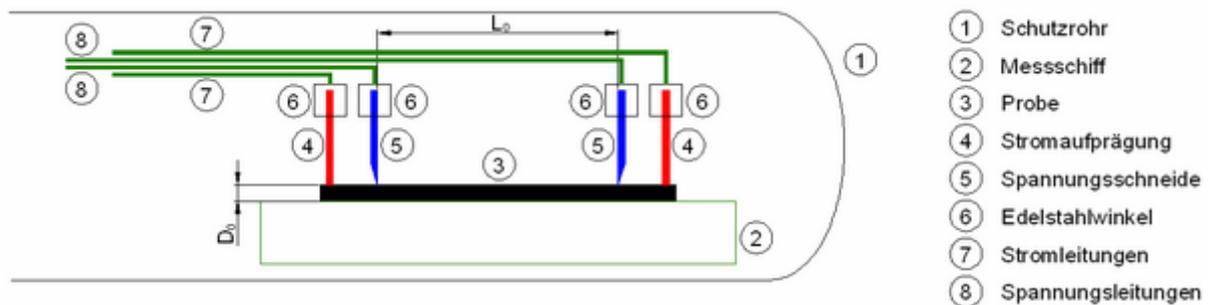


Abbildung 4-1 Messschiff mit Probe bei Raumtemperatur

Die Spannungsschneiden werden mit Druck auf die Probe gepresst, sodass deren Abstand L_0 fixiert ist und vor dem Heizen gemessen werden kann. Für die Widerstandsbestimmung wurden meinerseits nur runde Proben mit dem Durchmesser D_0 verwendet. Dies wird in den folgenden Formeln berücksichtigt, wenngleich sämtliche Berechnungen auch für rechteckige oder quadratische Proben gültig sind, es muss lediglich die Flächenformel entsprechend ersetzt werden. Für die Messanordnung ergeben sich demnach folgende Gesetzmäßigkeiten bei Raumtemperatur:

$$\rho = R \cdot \frac{A_0}{L_0} = \frac{U}{I} \cdot \frac{A_0}{L_0} \quad (4.1)$$

$$\rho = \frac{U \cdot D_0^2 \cdot \pi}{I \cdot 4 \cdot L_0} \quad (4.2)$$

- ρ spezifischer Widerstand
 U gemessener Spannungsabfall
 I konstanter Strom
 A Probenquerschnittsfläche
 L_0 Abstand der Spannungsschneiden bei Raumtemperatur
 D_0 Durchmesser bei Raumtemperatur

Man kann also ohne Umwege den spezifischen Widerstand von Proben bei Raumtemperatur bestimmen. Erhöht man die Temperatur, so hat man auch die thermische Ausdehnung zu berücksichtigen. Die Messanordnung sieht nun in etwa so aus:

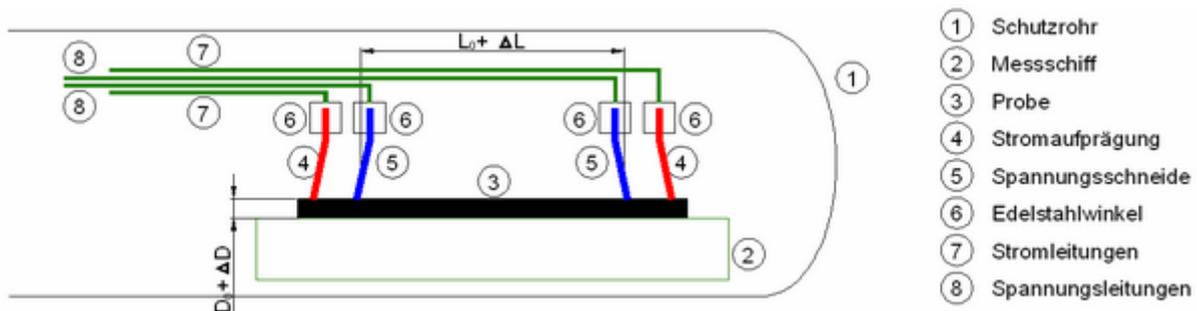


Abbildung 4-2 Messschiff mit Probe bei einer höheren Messtemperatur

Die Probe dehnt sich entsprechend ihres linearen Ausdehnungskoeffizienten α_l aus. Dieser Koeffizient wurde für Reinmetalle aus entsprechender Literatur entnommen [18]. Für Legierungen wurden die Dilatometermessdaten vom Kooperationspartner zu Verfügung gestellt.

Weil die Spannungsschneiden fest auf die Probe gedrückt werden, bewegen sich diese mit der Probe mit. Das bedeutet, dass während der Messung nun der neue Abstand $L_0 + \Delta L$ zu berücksichtigen ist. Gleichzeitig expandiert die Probe natürlich auch in den anderen Raumrichtungen, sodass auch eine Durchmesseränderung von $D_0 + \Delta D$ auf die Messung Einfluss nimmt.

Durch die thermisch bedingte Expansion muss Formel (4.2) nun wie folgt geschrieben werden:

$$\rho = \frac{U \cdot (D_0 + \Delta D)^2 \cdot \pi}{I \cdot 4 \cdot (L_0 + \Delta L)} \quad (4.3)$$

Da auch gilt

$$L = L_0 + \Delta L = L_0 \cdot (1 + \alpha_l) \quad \text{bzw.} \quad D = D_0 + \Delta D = D_0 \cdot (1 + \alpha_l) \quad (4.4)$$

ändert sich (4.3) nun zu:

$$\rho = \frac{U \cdot D_0^2 \cdot (1 + \alpha_1)^2 \cdot \pi}{I \cdot 4 \cdot L_0 \cdot (1 + \alpha_1)} = \frac{U \cdot D_0^2 \cdot (1 + \alpha_1) \cdot \pi}{I \cdot 4 \cdot L_0} \quad (4.5)$$

4.2 Niob - Nb

4.2.1 Allgemeine Beschreibung

Niob ist ein silbrig glänzendes Schwermetall welches 1801 vom britischen Chemiker CHARLES HATCHETT entdeckt wurde. Er gab dem Element mit der Ordnungszahl 41 jedoch den Namen „Columbium“ (Cb), da das Element aus dem Mineral Columbit gewonnen wurde. Diese Bezeichnung ist heute noch im englischen Sprachraum in Gebrauch. Niob kommt in Mineralien immer zusammen mit Tantal vor, sodass nach dessen Entdeckung lange Zeit nicht geklärt werden konnte, ob es sich um zwei verschiedene Elemente handelt. Erst 1844 gelang es dem deutschen Chemiker Heinrich Rose den unumstößlichen Beweis zu erbringen, dass beide zuvor genannten Elemente nicht dasselbe sind. Nicht wissend um die Arbeiten HATCHETTS gab er dem Element den Namen „Niob“, benannt nach der in der griechischen Mythologie vorkommenden Nymphe Niobe, welche die Tochter des Tantalus war. Nachdem über 100 Jahre gestritten wurde, wie das Element nun heiße, wurde schließlich 1950 von der *International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC) der Name Niob als offizielle Bezeichnung festgelegt.

Niob hat ähnliche Eigenschaften wie Vanadium und Tantal, da alle drei Elemente in der selben Hauptgruppe zu finden sind. Es wird als Legierungsmaterial für Sonder- und Edelstähle verwendet. Weiters wird es häufig in Schweißelektroden genutzt, da es unter hohen Temperaturen sehr reaktionsfreudig mit Kohlenstoff ist und sich daher sehr gut zum Abbinden dieses Elementes eignet. Auch in der Schmuckindustrie wird Niob wegen seines leicht bläulichen Schimmers gerne verwendet. An Luft bildet sich eine passivierende Oxidschicht, sodass es resistent gegen die meisten Säuren ist.

4.2.2 Daten der vermessenen Nb-Proben

Beim Probenmaterial handelte es sich um einen runden Draht der Firma Goodfellow. Vom Hersteller werden folgende Angaben bezüglich des Materials gemacht:

Name:	Niob
Durchmesser:	1 mm
Bezeichnung:	NB 005130/6
Reinheit:	99,9 %
Härtegrad:	geglüht

Zusammensetzung in ppm: Al<10, B=2, Ca<10, Co<10, Cr<10, Cu<10, Fe<10, Mg<10, Mn<10, Mo<10, Ni<10, Si<10, Sn<10, Ta=255, Ti<20, W=100, Zn<5

Die Proben, von welchen letztendlich der Widerstand bestimmt wurde, waren zwei etwa 13 cm lange Drähte. Wie in Abschnitt 3.6 beschrieben wurde der Durchmesser mit dem Lasermikrometer bestimmt.

Tabelle 4-1 Durchmesserbestimmung von Niob Probe 1

Nr.Bezeichnung der vermessenen Stelle
 min. Ø.....kleinster gemessener Durchmesser
 max. Ø.....größter gemessener Durchmesser
 mittl. ØMittelwert aus den beiden Werten

Nr.	min. Ø [µm]	max. Ø [µm]	mittl. Ø [µm]
1	989	998	993,5
2	989	998	993,5
3	988	996	992,0
4	989	997	993,0
5	989	995	992,0
Gesamtmittelwert:			992,8

Tabelle 4-2 Durchmesserbestimmung von Niob Probe 2

Nr.	min. Ø [µm]	max. Ø [µm]	mittl. Ø [µm]
1	990	997	993,5
2	989	998	993,5
3	989	998	993,5
4	990	996	993,0
5	989	996	992,5
Gesamtmittelwert:			993,2

Die thermische Ausdehnung des Elements Niob lässt sich gemäß [18] als ein Polynom folgenden Aussehens darstellen:

Für $293 \text{ K} < T < 2300 \text{ K}$ (4.6)

$$\alpha_1 = \frac{\Delta L}{L_0} = 0,01 \cdot (7,265 \cdot 10^{-4} \cdot (T - 293) + 1,026 \cdot 10^{-7} \cdot (T - 293)^2 - 1,032 \cdot 10^{-11} \cdot (T - 293)^3)$$

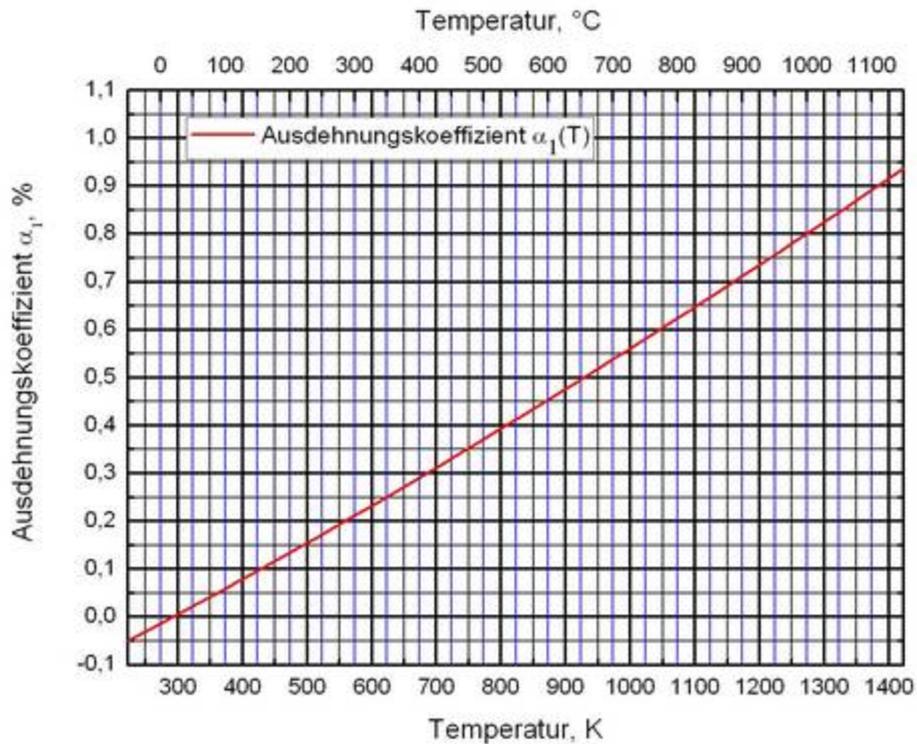


Abbildung 4-3 Ausdehnungskoeffizient von Niob

4.2.3 Widerstandsbestimmung von Niob

Für den Nb-Draht wurden zwei Messungen vorgenommen, wobei bei der ersten Messung der mögliche Temperaturbereich nicht vollends ausgeschöpft wurde. Die Messwerte wurden wie in Abschnitt 3.11 beschrieben in einem Abstand von jeweils 60 Sekunden aufgenommen. Die Heizrate betrug 3 K/min, der Abstand der Spannungsschneiden 8,2 mm und der Argondurchsatz etwa 4 l/h. Aus dieser Vielzahl von Daten wurden repräsentativ folgende Werte erhalten:

Tabelle 4-3 1. Messung von Niob

T Temperatur

ρ errechneter spezifischer elektrischer Widerstand aus (4.5)

T [K]	r [$\mu\text{W m}$]	T [K]	r [$\mu\text{W m}$]
327	0,162	600	0,280
350	0,171	650	0,296
400	0,195	700	0,317
450	0,217	750	0,340
500	0,237	767	0,345
550	0,257	785	0,351

Tabelle 4-4 2. Messung von Niob

T [K]	r [$\mu\text{W m}$]	T [K]	r [$\mu\text{W m}$]
299	0,158	850	0,382
301	0,160	900	0,404
350	0,173	950	0,424
400	0,191	1000	0,444
450	0,213	1050	0,462
500	0,236	1100	0,481
550	0,257	1150	0,499
600	0,279	1200	0,515
650	0,299	1250	0,536
700	0,320	1300	0,558
750	0,340	1350	0,581
800	0,360	1369	0,597

Durch die elektrische Heizung des Ofens werden die Messwerte durch ein immer stärker werdendes Rauschen ab etwa 1100 K beeinträchtigt. Dieser Effekt tritt während des Abkühlens nicht auf. Aufgrund dieses Rauschens wurden die Messwerte gemittelt. Dieser Durchschnittswert liegt sehr gut in der durch ein Polynom approximierten Kurve, wie auch mit der nachfolgenden Abbildung gezeigt wird.

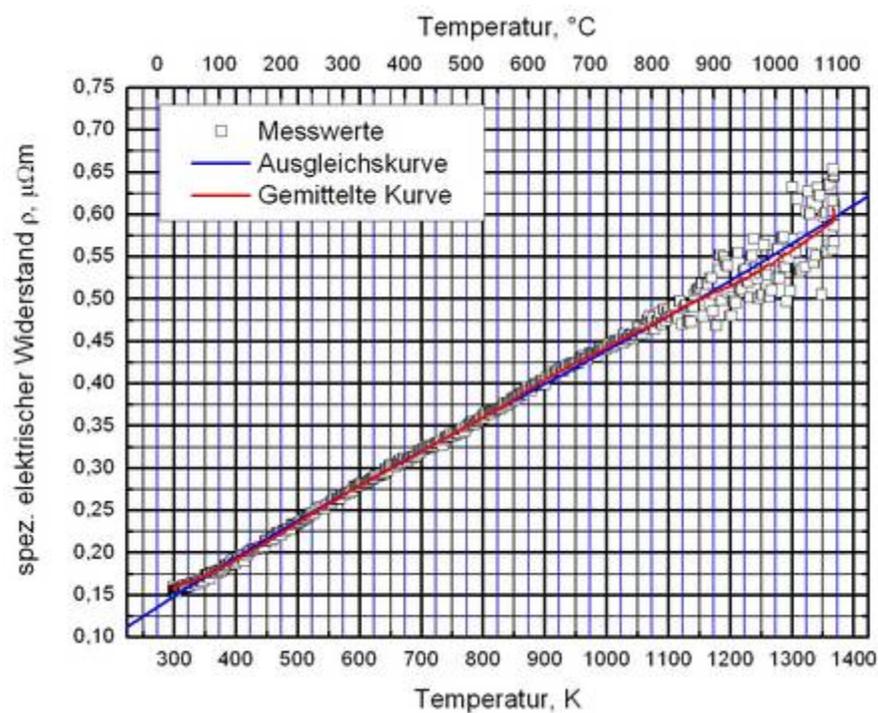


Abbildung 4-4 Vergleich Messwerte, gemittelte Werte und Ausgleichskurve

Die erhaltenen Messwerte werden zusammen mit Literaturwerten aus [16] und [19] in ein entsprechendes Diagramm eingezeichnet.

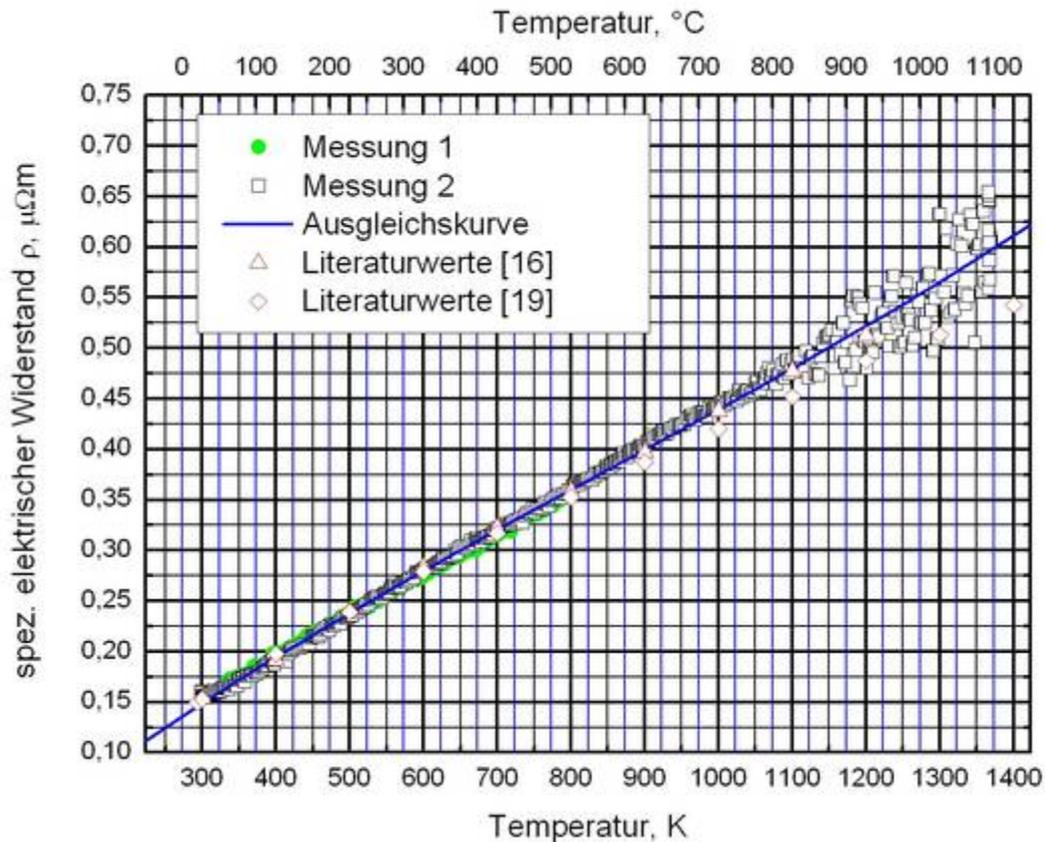


Abbildung 4-5 Spezifischer elektrischer Widerstand von Niob

Wie in der Abbildung ersichtlich liegen alle Messwerte im unteren Temperaturbereich auf der Ausgleichskurve. Ab etwa 1100 K tritt beträchtliches Rauschen auf, welches zu einer gleichmäßigen Streuung um die Ausgleichskurve führt. Die Literaturwerte [16] sind praktisch identisch mit den hier vorliegenden Messwerten. Die Literaturwerte [19] weichen ab etwa 1200 K von den Messwerten ab. Der Grund liegt in der etwas anderen Zusammensetzung der Probe. Die Fehlerbalken der Messwerte (siehe Punkt 5.2.1) wurden aufgrund der geringen Größe nicht dargestellt.

Die Ausgleichskurve wurde bis zu Termen dritter Ordnung mit Hilfe von Origin 7.5 ermittelt. Höherwertige Terme wurden vernachlässigt.

Für $293 \text{ K} < T < 1370 \text{ K}$

(4.7)

$$\rho(T)_{Nb} = 5,4428 \cdot 10^{-4} \cdot T - 1,7529 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 + 6,9347 \cdot 10^{-11} \cdot T^3$$

4.3 Kupfer - Cu

4.3.1 Allgemeine Beschreibung

Kupfer ist ein Schwermetall mit der Ordnungszahl 29. Es ist bereits seit dem Altertum bekannt. Der lateinische Name cuprum ist abgeleitet von cyprum, was sich wiederum auf die Insel Zypern bezieht, wo in dieser Zeit Kupfer gewonnen wurde.

Es ist als weiches und sehr gut formbares Metall bekannt. Außerdem verfügt Kupfer über eine sehr gute Wärme- und Stromleitfähigkeit, wodurch es vor allem für elektrische Leitungen und Bauteile verwendet wird. Zusätzlich findet es aufgrund seiner markanten Farbe in der Schmuckindustrie Verwendung. Weitere Anwendungen sind Münzen, Kesselbau, Rohrleitungen, Gebäudetechnik, etc.

4.3.2 Daten der vermessenen Cu-Probe

Bei der Probe handelte es sich um ein Stück Kupferdraht, welches von der Firma Advent produziert wurde und laut Hersteller folgende Spezifikationen aufweist:

Name:	Kupfer
Durchmesser:	0,5 mm
Bezeichnung:	CU 510815
Reinheit:	99,996 %
Zusammensetzung in ppm:	Ag<12, As<2, Bi<0.5, Cd<1, Fe<1, Mn<0.3, Ni<1, O=1.9, P<1, Pb<0.5, S=6, Sb<1, Se<1, Sn<1, Te<1, Zn<1, Cu = 99,996 %

Tabelle 4-5 Durchmesserbestimmung von Kupfer

Nr.Bezeichnung der vermessenen Stelle
 min. \emptysetkleinster gemessener Durchmesser
 max. \emptyset größter gemessener Durchmesser
 mittl. \emptyset Mittelwert aus den beiden Werten

Nr.	min. \emptyset [μm]	max. \emptyset [μm]	mittl. \emptyset [μm]
1	497	506	501,5
2	496	505	500,5
3	496	506	501,0
4	496	505	500,5
5	497	503	500,0
Gesamtmittelwert:			500,7

Die thermische Ausdehnung des Elements mit der Ordnungszahl 29 kann als folgendes Polynom dargestellt werden [18].

Für $293 \text{ K} < T < 1300 \text{ K}$ (4.8)

$$\alpha_1 = \frac{\Delta L}{L_0} = 0,01 \cdot (1,685 \cdot 10^{-3} \cdot (T - 293) + 2,702 \cdot 10^{-7} \cdot (T - 293)^2 + 1,149 \cdot 10^{-10} \cdot (T - 293)^3)$$

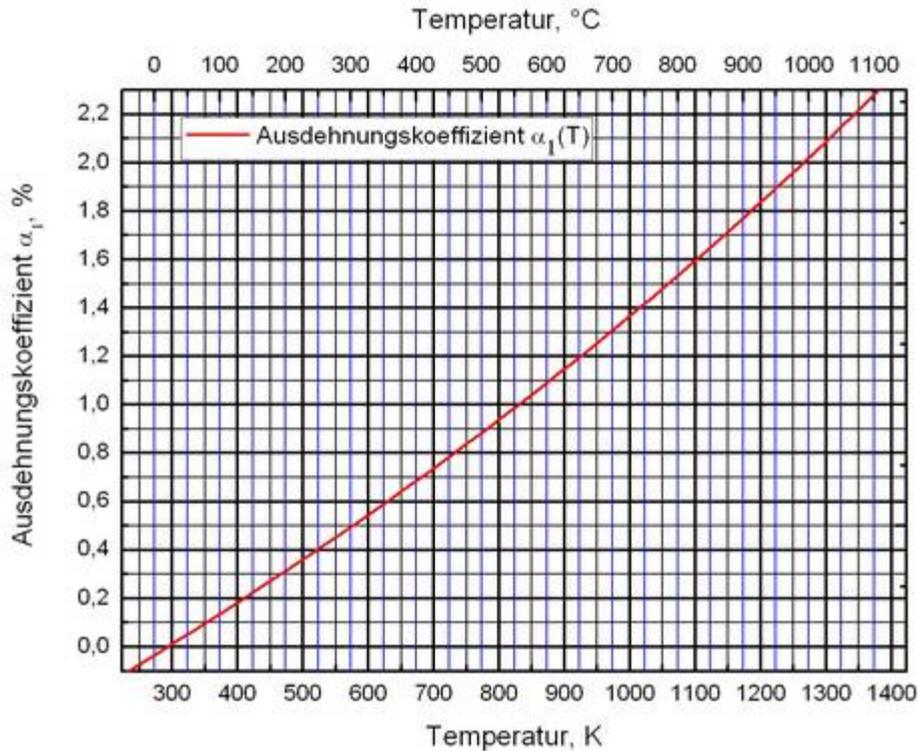


Abbildung 4-6 Ausdehnungskoeffizient von Kupfer

4.3.3 Widerstandsbestimmung von Kupfer

Da der Schmelzpunkt von Kupfer bei 1357 K liegt, wurde der Temperaturbereich für die Messung mit maximal 1070 K begrenzt, um einerseits nicht in die Nähe des Schmelzpunktes zu gelangen und andererseits um das Rauschen der Messwerte gänzlich zu unterdrücken. Die Spannungsschneiden drückten in einem Abstand von 8,2 cm auf die Probe, die Heizrate betrug abermals 3 K/min, die Messintervalle wurden auf 30 Sekunden verkürzt und die Argonspülung betrug wieder ca. 4 l/h. Es wurde sowohl während des Aufheizens als auch während des Abkühlens gemessen.

Tabelle 4-6 Messung von Kupfer

T Temperatur

ρ errechneter spezifischer elektrischer Widerstand aus (4.5)

T [K]	r [$\mu\text{W m}$]	T [K]	r [$\mu\text{W m}$]
297	0,018	700	0,045
300	0,018	750	0,049
350	0,020	800	0,052
400	0,024	850	0,056
450	0,028	900	0,060
500	0,031	950	0,064
550	0,034	1000	0,068
600	0,037	1050	0,072
650	0,041	1067	0,075

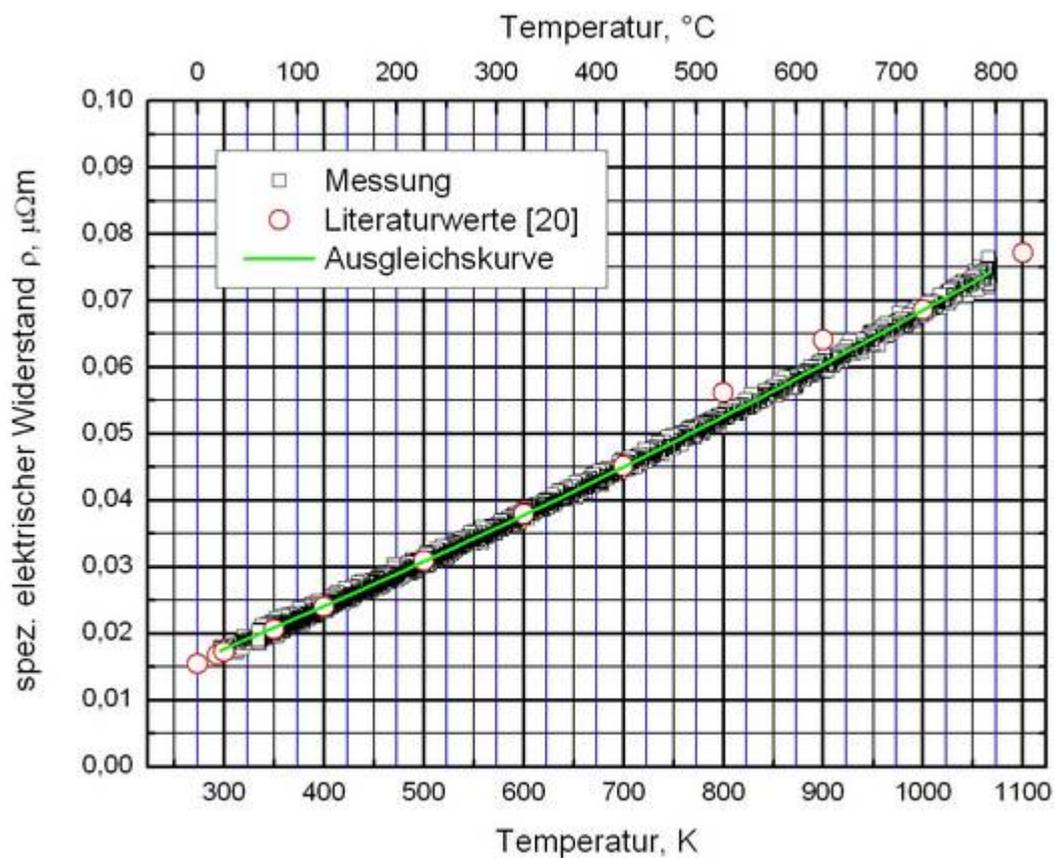


Abbildung 4-7 Spezifischer elektrischer Widerstand von Kupfer

Es ist in obiger Abbildung 4-7 gut ersichtlich, dass noch kein Rauschen vorliegt. Außerdem herrscht sehr gute Übereinstimmung mit den Literaturwerten [20].

Für $273 \text{ K} < T < 800 \text{ K}$ (4.9)

$$\rho(T)_{Cu} = 5,5311 \cdot 10^{-5} \cdot T + 1,2104 \cdot 10^{-8} \cdot T^2 + 1,1739 \cdot 10^{-12} \cdot T^3$$

4.4 Nickel - Ni

4.4.1 Allgemeine Beschreibung

Das Element mit der Ordnungszahl 28, Nickel, ist bereits seit mehr als 3000 Jahren in Gebrauch. So weisen Bronzefunde aus Syrien einen Anteil von etwa 2 % Nickel auf, was aber darauf schließen lässt, dass das Kupfer verunreinigt war. In China wurden bereits vor mehr als 2000 Jahren Nickelmünzen verwendet. Der Name leitet sich aus dem Deutschen ab. So wurden im 17. Jahrhundert im Erzgebirge bei der Suche nach Silber immer wieder rot schimmernde Erze gefunden, welche die Hoffnung auf Kupfer schürten. Es ließ sich jedoch kein Kupfer aus ihnen gewinnen, da es sich um Nickelin (NiAs) handelte, worauf diese Erze als Kupfernichel (Teufels-Kupfer) bezeichnet wurden, wobei Nickel als Synonym für Teufel, Dämon oder böser Erdgeist gilt. 1751 gelang es dem Schweden AXEL FREDRIK CRONSTEDT aus dem erwähnten Erz das Reinmetall Nickel zu gewinnen. Er gab dem Material in Anlehnung an dessen abwertende Bezeichnung den Namen Nickel.

Nickel ist ein ferromagnetisches Material. Seine CURIE-Temperatur beträgt etwa 360°C . Oberhalb dieses Wertes verschwindet die ferromagnetische Ausrichtung im Metall und es wird paramagnetisch. Dieser Umstand muss auch in der Widerstandsbestimmung erkennbar sein. Nickel ist hart, sehr gut schmiedbar, polierbar und resistent gegen viele Säuren. Es wird ob seiner Beständigkeit im chemischen Apparatebau oder auch als Korrosionsschutz (*vernicken*) verwendet. Sein größtes Anwendungsgebiet ist aber in Form von Legierungsbestandteilen in der Metallindustrie (Chrom-Nickel Stähle, Inconel, Konstantan, Münzen, etc.).

4.4.2 Daten der vermessenen Ni-Probe

Es wurde ein Stück Nickeldraht, geliefert von der Firma Advent, vermessen, welches folgenden Herstellerspezifikationen entspricht:

Name:	Nickel
Durchmesser:	0,75 mm
Bezeichnung:	NI 535812
Reinheit:	99,98 %
Härtegrad:	geglüht
Zusammensetzung in ppm:	C=150, Mn<10, Ca<10, Si<10, Mg<10, Al<10, Pb<5, O=10, Cr<10, P<10, Fe<10, Ti<10, Co<10, Zn<10

Tabelle 4-7 Durchmesserbestimmung von Nickel

Nr.Bezeichnung der vermessenen Stelle

min. \emptysetkleinster gemessener Durchmesser

max. \emptysetgrößter gemessener Durchmesser

mittl. \emptyset Mittelwert aus den beiden Werten

Nr.	min. \emptyset [μm]	max. \emptyset [μm]	mittl. \emptyset [μm]
1	741	752	746,5
2	742	752	747,0
3	741	750	745,5
4	741	751	746,0
5	743	755	749,0
Gesamtmittelwert:			746,8

Das Polynom bezüglich der thermischen Ausdehnung sieht nunmehr so aus [18]:

Für $293 \text{ K} < T < 895 \text{ K}$ (4.10)

$$\alpha_1 = 0,01 \cdot (1,362 \cdot 10^{-3} \cdot (T - 293) + 4,544 \cdot 10^{-7} \cdot (T - 293)^2 - 1,806 \cdot 10^{-10} \cdot (T - 293)^3)$$

und für $895 \text{ K} < T < 1500 \text{ K}$ (4.11)

$$\alpha_1 = 0,01 \cdot (0,944 + 1,71 \cdot 10^{-3} \cdot (T - 895) + 1,28 \cdot 10^{-7} \cdot (T - 895)^2 + 1,447 \cdot 10^{-10} \cdot (T - 895)^3)$$

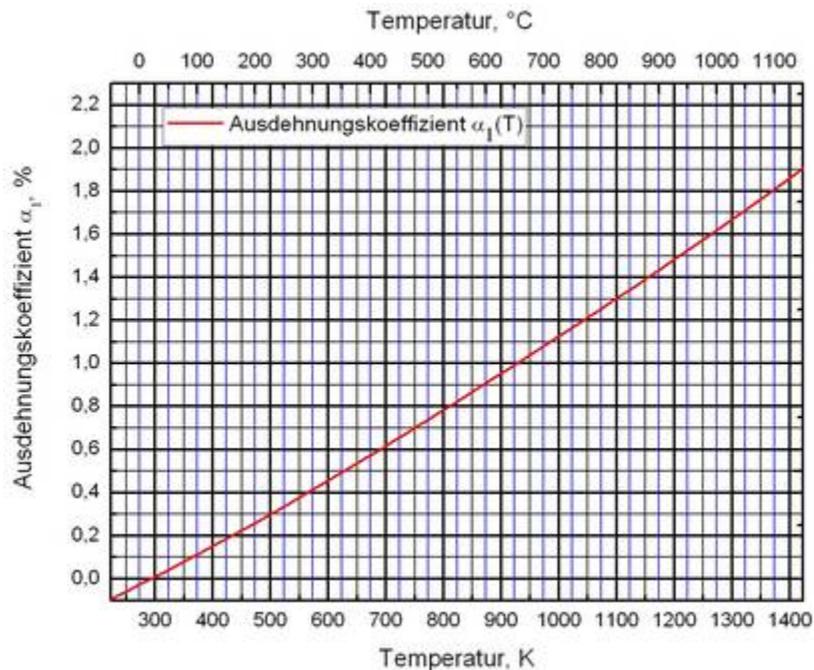


Abbildung 4-8 Ausdehnungskoeffizient von Nickel

4.4.3 Widerstandsbestimmung von Nickel

Bei der Widerstandsbestimmung von Nickel wurde abermals mit einem Abstand der Spannungsschneiden von 8,2 cm gemessen. Die Heizrate betrug über einen weiten Bereich 2 K/min. Lediglich zwischen 600 K und 670 K wurde mit einer Heizrate von 0,5 K/min geheizt, da dort der Curiepunkt erwartet wurde. Das Intervall zwischen den Messpunktpaaren wurde wieder mit 30 Sekunden eingestellt. Es wurde über den gesamten Temperaturbereich gemessen, wobei am Spitzenwert für etwa 60 Minuten die Temperatur gehalten wurde. Auch während des Abkühlens wurde der Widerstand gemessen.

Tabelle 4-8 Messung von Nickel

T Temperatur

ρ errechneter spezifischer elektrischer Widerstand aus (4.5)

T [K]	r [$\mu\text{W m}$]	T [K]	r [$\mu\text{W m}$]	T [K]	r [$\mu\text{W m}$]
300	0,074	632	0,287	850	0,374
350	0,090	634	0,290	900	0,389
400	0,115	636	0,292	950	0,404
450	0,143	638	0,292	1000	0,417
500	0,174	640	0,293	1050	0,430
550	0,209	642	0,295	1100	0,444
600	0,253	644	0,298	1150	0,456
624	0,277	650	0,301	1200	0,469
626	0,280	700	0,320	1250	0,483
628	0,284	750	0,340	1300	0,495
630	0,285	800	0,358	1350	0,509

Trägt man die gesammelten Datenpunkte für den spezifischen elektrischen Widerstand in ein entsprechendes Diagramm ein, so sieht man die unter Punkt 4.2.3 angeführte Bemerkung, dass das Rauschen nur durch die Heizung im Ofen entstände, bestätigt.

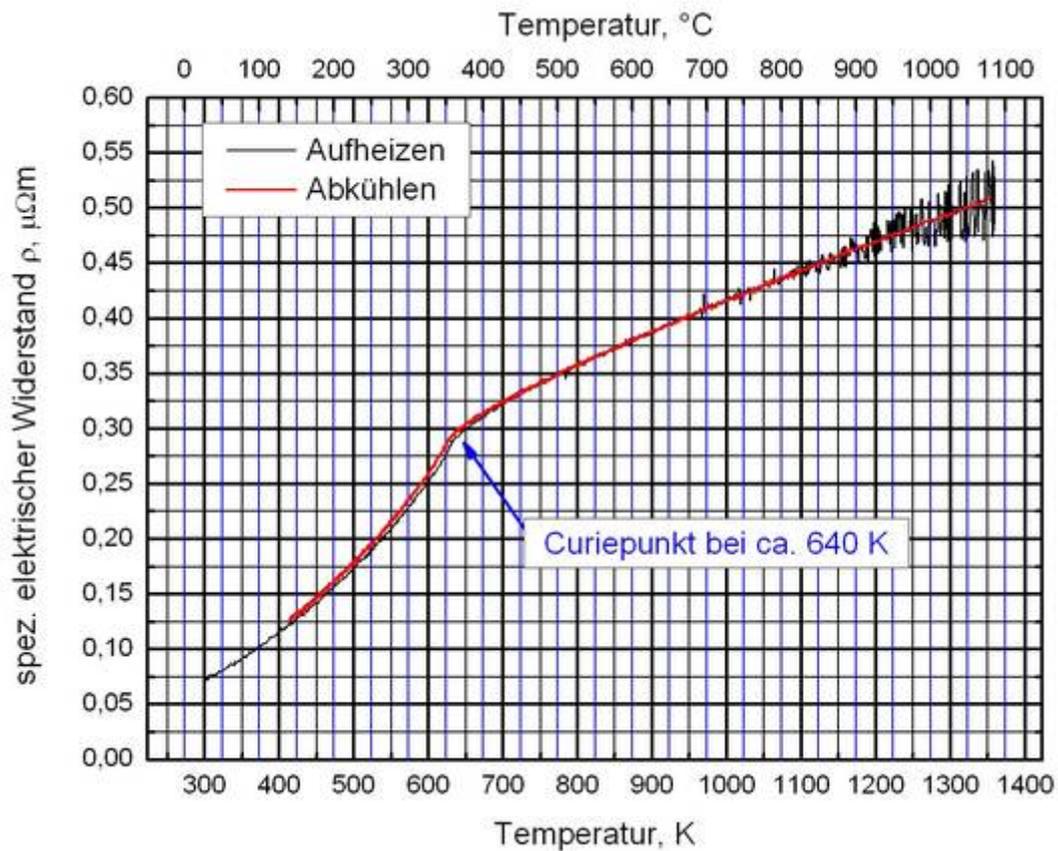


Abbildung 4-9 Vergleich zwischen dem Aufheizen und Abkühlen

Man sieht in obiger Abbildung 4-9 eindeutig, dass während des Abkühlens keinerlei Rauschen auftritt. Weiters kann man aus dieser Kurve den Curiepunkt von Nickel graphisch ermitteln. Er liegt bei etwa 640 K (367 $^{\circ}\text{C}$). Zusätzlich kann man sogar eine leichte Hysterese unterhalb dieser Temperatur feststellen.

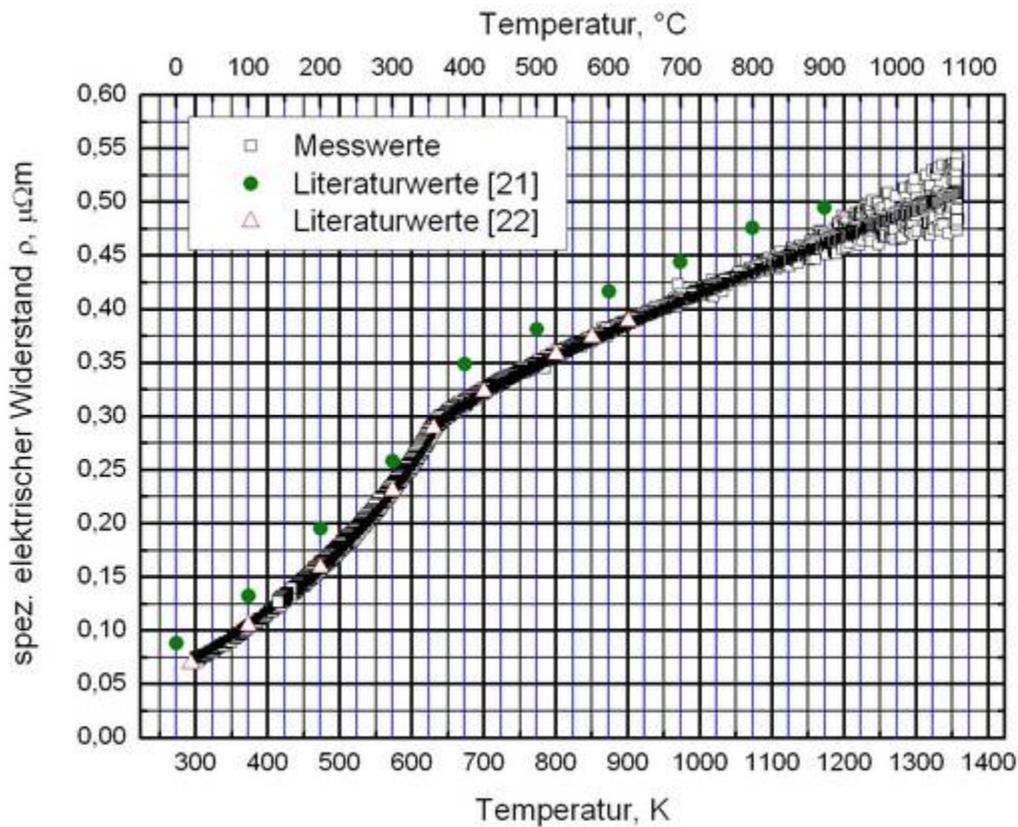


Abbildung 4-10 Spezifischer elektrischer Widerstand von Nickel

Beim Vergleich mit den Literaturwerten [21] fällt auf, dass die Messwerte offenbar die gleiche Tendenz haben, jedoch die Vergleichswerte immer um etwa $0,03 \mu\Omega\text{m}$ höher liegen. Dies lässt den Schluss zu, dass die beiden Materialien nicht die exakt gleiche Zusammensetzung aufweisen (Reinheit der Probe [21]: 99,48 %) oder dass die in [21] verwendete Anlage einen systematischen Fehler beinhaltet.

Die Ausgleichskurven für die Widerstandsbestimmung lauten wie folgt:

Für $293 \text{ K} < T < 644 \text{ K}$ (4.12)

$$\rho(T)_{Ni,1} = 2,1225 \cdot 10^{-4} \cdot T - 1,3547 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 + 8,1068 \cdot 10^{-10} \cdot T^3$$

Für $644 \text{ K} < T < 1370 \text{ K}$ (4.13)

$$\rho(T)_{Ni,2} = -6,1642 \cdot 10^{-2} + 8,0751 \cdot 10^{-4} \cdot T - 4,5415 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 + 1,2518 \cdot 10^{-10} \cdot T^3$$

Aus dem Schnittpunkt der beiden Kurven erhält man die CURIE-Temperatur für diese Ausgleichswerte. Diese liegt bei $T_{Curie} = 644,8 \text{ K}$ ($371,6^\circ\text{C}$), was sehr gut mit dem Literaturwert aus [5] übereinstimmt. Der Vollständigkeit halber muss aber erwähnt werden, dass die Literaturwerte für die CURIE-Temperatur über einen Bereich von etwa 20 K streuen.

4.5 Hafnium - Hf

4.5.1 Allgemeine Beschreibung

Hafnium ist ein silbrig glänzendes Schwermetall mit der Ordnungszahl 72. Seine Entdeckung gestaltete sich recht schwierig, obwohl Chemiker bereits im 19. Jahrhundert vermuteten, dass in Zirkonium-Mineralien ein anderes unbekanntes Metall enthalten sein müsste. NIELS BOHR sagte mit seiner Arbeit zur Atomtheorie voraus, dass das Element ähnlich dem Zirkonium sein müsse. Ein Jahr danach, 1923, konnten DIRK COSTER und GEORGE DE HEVESY Hafnium mit Hilfe von Röntgenspektren in norwegischem Zirkonium nachweisen. Der Name geht auf den Ort dieser Entdeckung, nämlich Kopenhagen, was auf Latein „Hafnia“ heißt, zurück.

Das Element tritt in der Natur immer zusammen mit Zirkonium auf und die Trennung der beiden gestaltet sich als sehr umständlich und schwierig. Reines Hafnium tritt eigentlich als Abfallprodukt in der Zirkoniumproduktion auf, da dieses im Einsatz in Reaktoren hafniumfrei sein muss. Normalerweise beinhalten jedoch beide Elemente in handelsüblichen Proben jeweils etwa 3 % des anderen Materials. Hafnium ist sehr reaktiv. Es bildet an Luft eine Oxidschicht, welche passivierend wirkt. Bei hohen Temperaturen ist es darüber hinaus sehr reaktionsfreudig mit anderen Nichtmetallen, wie z.B. Stickstoff, Kohlenstoff, Bor, etc.

4.5.2 Daten der vermessenen Hf-Probe

Für diese Arbeit wurde Hafniumdraht von der Firma Alfa-Aesar untersucht. Laut Hersteller sind folgende Daten maßgebend:

Name:	Hafnium
Durchmesser:	0,5 mm
Bezeichnung:	#42982; Lot #A06 N08
Reinheit:	99,95 % exklusive ca. 3 % Zirkonium
Zusammensetzung in ppm:	Al=30, Cr<50, Cu<50, Fe=100, Mn<10, Mo<10, Nb<50, Ta<100, Ti=25, U=0.5, W<50, Zr=2.8 %, C=30, N=10, O=270

Tabelle 4-9 Durchmesserbestimmung von Hafnium

Nr.Bezeichnung der vermessenen Stelle
 min. \emptysetkleinster gemessener Durchmesser
 max. \emptysetgrößter gemessener Durchmesser
 mittl. \emptyset Mittelwert aus den beiden Werten

Nr.	min. \emptyset [μm]	max. \emptyset [μm]	mittl. \emptyset [μm]
1	503	524	513,5
2	505	527	516,0
3	506	526	516,0
4	504	524	514,0
5	506	523	514,5
Gesamtmittelwert:			514,8

Abermals wird die Ausdehnung mittels eines charakteristischen Polynoms [18] beschrieben.

Für $100 \text{ K} < T < 1300 \text{ K}$

(4.14)

$$\alpha_1 = 0,01 \cdot (-0,164 + 5,365 \cdot 10^{-4} \cdot T + 9,631 \cdot 10^{-8} \cdot T^2 + 7,281 \cdot 10^{-12} \cdot T^3)$$

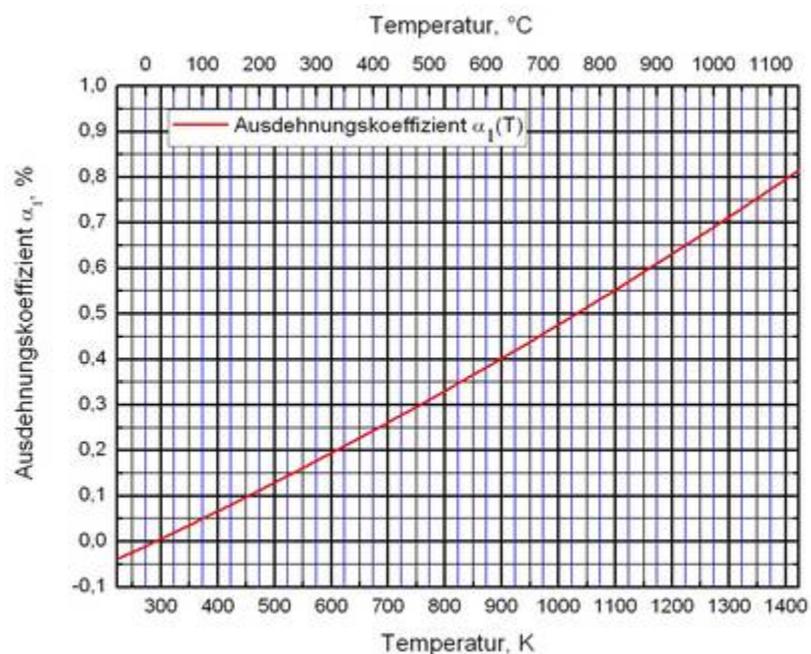


Abbildung 4-11 Ausdehnungskoeffizient von Hafnium

4.5.3 Widerstandsbestimmung von Hafnium

Für die Bestimmung des spezifischen elektrischen Widerstandes wurden zwei Proben vermessen. Leider liegen für die zweite Messreihe nicht sehr viele Daten vor, sodass diese nur im Diagramm dargestellt werden und von einer Wertetabelle abgesehen wird. Die Messdaten werden hier sowohl fürs Aufheizen als auch fürs Abkühlen aufgelistet. Die Messung lief mit einer Heizrate von 4 K/min, einem Verweilen von einer Stunde auf der höchsten Temperatur und schließlich dem natürlichen Abkühlen. Die Messdatenpaare wurden alle 60 Sekunden aufgezeichnet und der Abstand der Spannungsschneiden betrug 8,9 cm. Die Argonspülung wurde mit etwa 4 l/h betrieben.

Tabelle 4-10 Messung von Hafnium

T Temperatur

ρ errechneter spezifischer elektrischer Widerstand aus (4.5)

T [K]	r [$\mu\text{W m}$]	T [K]	r [$\mu\text{W m}$]	T [K]	r [$\mu\text{W m}$]
300	0,426	1000	1,370	1050	1,952
350	0,479	1050	1,429	1000	1,915
400	0,547	1100	1,480	950	1,872
450	0,618	1150	1,550	900	1,827
500	0,690	1200	1,612	850	1,777
550	0,762	1250	1,681	800	1,724
600	0,841	1300	1,781	750	1,669
650	0,913	1355	1,869	700	1,610
700	0,985	1355	2,042	650	1,556
750	1,052	1300	2,064	600	1,489
800	1,117	1250	2,058	550	1,406
850	1,184	1200	2,042	500	1,321
900	1,248	1150	2,018	450	1,240
950	1,311	1100	1,988	400	1,155

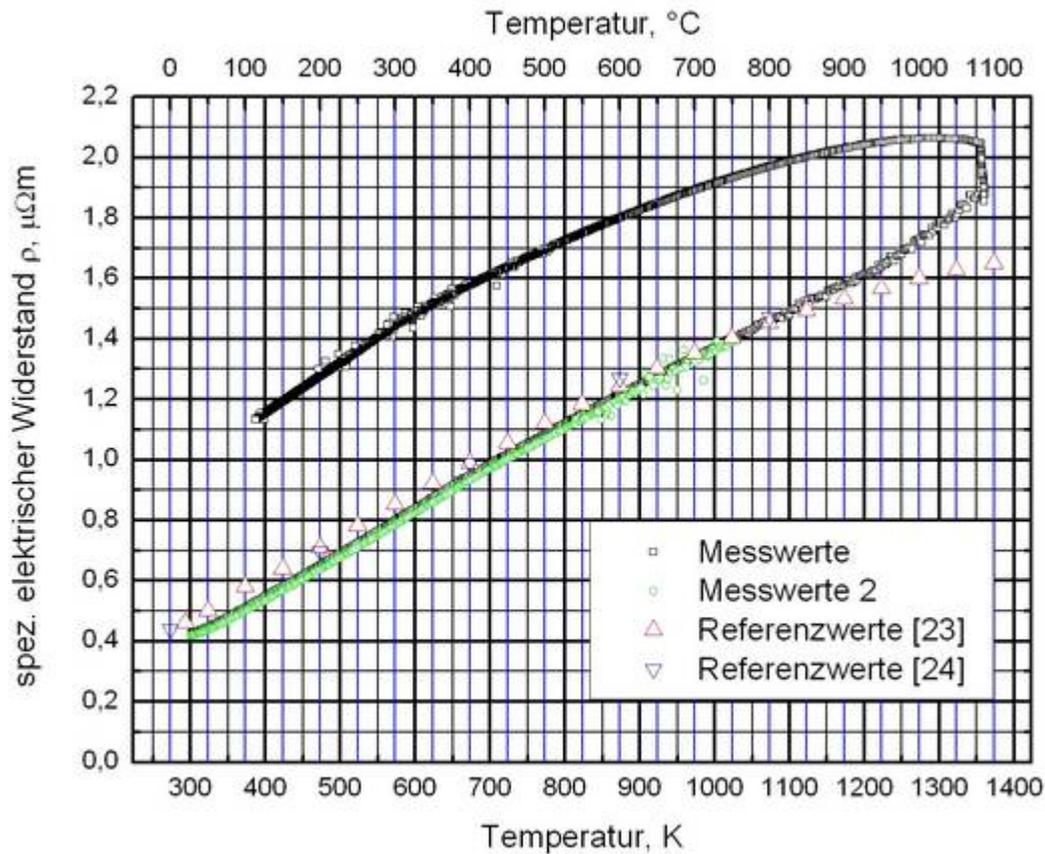


Abbildung 4-12 Spezifischer elektrischer Widerstand von Hafnium

In obiger Abbildung 4-12 kann man einen sehr eigenartigen Verlauf der Widerstandskurve sehen. Dies liegt daran, dass das Material offensichtlich Verbindungen mit den Gasmolekülen Stickstoff und Sauerstoff eingegangen ist. Wie bereit in der Einleitung zum Material festgehalten, nimmt die Fähigkeit zur Gasbindung mit höherer Temperatur zu. Ein weiterer Beleg für diese Annahme ist, dass während der Stunde, in der die Probe auf etwa 1355 K gehalten wurde, der Widerstand weiter zunahm. Die lange Messzeit der verwendeten Messapparatur ist für stark reaktive Metalle problematisch und muss bei der Beurteilung der gewonnenen Daten kritisch berücksichtigt werden. Bis etwa 1100 K wurden die Literaturwerte sehr gut erreicht.

Diese Messergebnisse können zumindest auch bis etwa 1000 K mit einem Polynom ausgedrückt werden:

Für $293 \text{ K} < T < 1000 \text{ K}$ (4.15)

$$\rho(T)_{\text{Hf}} = 1,2281 \cdot 10^{-3} \cdot T + 4,9906 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 - 3,5746 \cdot 10^{-10} \cdot T^3$$

Nach den Messungen wurde nochmals der Durchmesser der Probe ermittelt.

Tabelle 4-11 Durchmesserbestimmung von Hafnium nach der Messung

Nr.Bezeichnung der vermessenen Stelle

min. Økleinster gemessener Durchmesser

max. Øgrößter gemessener Durchmesser

mittl. ØMittelwert aus den beiden Werten

Nr.	<i>min. Ø</i> [µm]	<i>max. Ø</i> [µm]	<i>mittl. Ø</i> [µm]
1	512	537	524,5
2	510	534	522,0
3	515	535	525,0
4	516	538	527,0
5	514	537	525,5
Gesamtmittelwert:			524,8

Dies bedeutet also, dass während der Messung der mittlere Durchmesser der Probe von 514,8 µm auf 524,8 µm zunahm, was einer Vergrößerung des Wertes um etwa 1,9 % entspricht.

4.6 Eisen - Fe

4.6.1 Allgemeine Beschreibung

Eisen ist das Element mit der Ordnungszahl 26. Der deutsche Name geht auf das gotische Wort *isarn* zurück, was festes Metall im Gegensatz zur weichen Bronze bedeutet. Die Entdeckung des Eisens kann man nicht genau datieren. Zuerst wurde wahrscheinlich das seltene reine Meteoreisen als Werkzeug- und als Waffenrohstoff verwendet. In ägyptischen Gräbern wurden auch bereits kleinere Eisengegenstände entdeckt. Die Römer verfügten über Hüttenanlagen in ganz Europa, was bedeutet, dass Eisen schon seit mehr als 2000 Jahren ein wichtiger Faktor des täglichen Lebens ist.

Eisen ist wahrscheinlich der Hauptbestandteil des Erdkerns und außerdem eines der häufigsten Elemente der Erdkruste. Dies ist der Grund, warum es das meistverwendete Metall der Erde ist. Reines Eisen ist ein sehr weicher Werkstoff und oxidiert („rostet“) an Luft. Es kommt in seiner reinen Form in den praktischen Anwendungen üblicherweise nicht vor. Vielmehr verwendet man Stahl oder Gusseisen. Der Unterschied liegt hier nur im Kohlenstoffgehalt in der Legierung. Von 0,06 – 2,06 % C spricht man von Stahl, bei einem höheren C-Gehalt von Gusseisen. Der C-Gehalt ist die Ursache warum Stahl flexibel, zäh und gut formbar ist, während Gusseisen sehr spröde ist.

Mit zusätzlichen Legierungsbestandteilen können entsprechende Eigenschaften wie z.B. größere Härte, Säurebeständigkeit, bessere Zähigkeit, etc. eingestellt werden.

4.6.2 Daten der vermessenen Fe-Probe

Es wurden für diese Messungen ein Draht der Firma Advent mit einem Durchmesser von $d = 0,5$ mm und ein Draht der Firma Goodfellow mit $d = 0,9$ mm eingesetzt. Von letzterem ist leider nur die Reinheit von 99,6 % bekannt, da dieser schon seit längerer Zeit nicht mehr im Sortiment der Firma ist. Für erstgenannten konnten folgende Herstellerangaben erhalten werden:

Name:	Eisen
Durchmesser:	0,5 mm
Bezeichnung:	FE525715
Reinheit:	99,5 %
Zusammensetzung in ppm:	C<1000, S<250, Mn<4000, P<200

Tabelle 4-12 Durchmesserbestimmung von Eisen, 1. Probe

Nr.Bezeichnung der vermessenen Stelle
 min. \emptyset kleinster gemessener Durchmesser
 max. \emptyset größter gemessener Durchmesser
 mittl. \emptyset Mittelwert aus den beiden Werten

Nr.	min. \emptyset [μm]	max. \emptyset [μm]	mittl. \emptyset [μm]
1	493	500	496,5
2	493	503	498,0
3	493	502	497,5
4	493	500	496,5
5	493	500	496,5
Gesamtmittelwert:			497,0

Tabelle 4-13 Durchmesserbestimmung von Eisen, 2. Probe

Nr.	min. \emptyset [μm]	max. \emptyset [μm]	mittl. \emptyset [μm]
1	908	914	911,0
2	909	916	912,5
3	909	913	911,0
4	909	912	910,5
5	908	912	910,0
Gesamtmittelwert:			911,0

Die thermische Ausdehnung errechnet sich wie folgt [18]:

Für $300 \text{ K} < T < 1185 \text{ K}$ (4.16)

$$\alpha_1 = 0,01 \cdot (0,007 + 1,21 \cdot 10^{-3} \cdot (T - 300) + 6,504 \cdot 10^{-7} \cdot (T - 300)^2 - 3,14 \cdot 10^{-10} \cdot (T - 300)^3)$$

und für $1185 \text{ K} < T < 1650 \text{ K}$ (4.17)

$$\alpha_1 = 0,01 \cdot (-1,81 + 2,435 \cdot 10^{-3} \cdot T - 8,1 \cdot 10^{-8} \cdot T^2 + 2,057 \cdot 10^{-11} \cdot T^3)$$

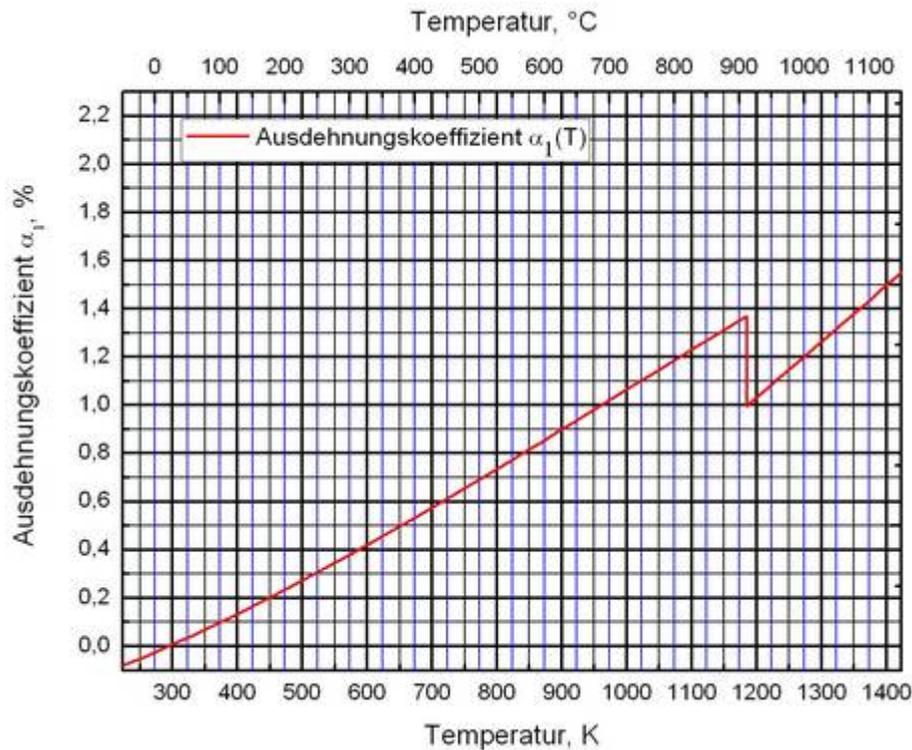


Abbildung 4-13 Ausdehnungskoeffizient von Eisen

Dieser Sprung im Ausdehnungskoeffizienten ist die Folge einer Phasenumwandlung im Material.

4.6.3 Widerstandsbestimmung von Eisen

Von beiden Probedrähten wurde ein Stück von etwa 12 cm Länge vermessen, wobei die erste Probe einen Abstand zwischen den Spannungsschneiden von $L_0 = 8,2 \text{ cm}$ und die zweite einen Abstand von $L_0 = 8,9 \text{ cm}$ aufwies. Die Heizrate betrug jeweils 2 K/min , der Temperaturbereich sollte sich von Raumtemperatur bis zum Maximum von 1350 K erstrecken. Die Messwertpaare wurden in einem Abstand von 60 Sekunden aufgenommen und die Argonspülung wurde mit etwa 5 l/h eingestellt.

Tabelle 4-14 Messung von Eisen

T Temperatur

ρ errechneter spezifischer elektrischer Widerstand aus (4.5)

T [K]	r [$\mu\text{W m}$]	T [K]	r [$\mu\text{W m}$]	T [K]	r [$\mu\text{W m}$]
300	0,121	700	0,455	1050	1,032
350	0,143	750	0,520	1100	1,082
400	0,173	800	0,589	1150	1,109
450	0,209	850	0,658	1200	1,134
500	0,249	900	0,739	1250	1,150
550	0,294	950	0,824	1300	1,161
600	0,344	1000	0,915	1350	1,188
650	0,397	1040	1,013	1360	1,190

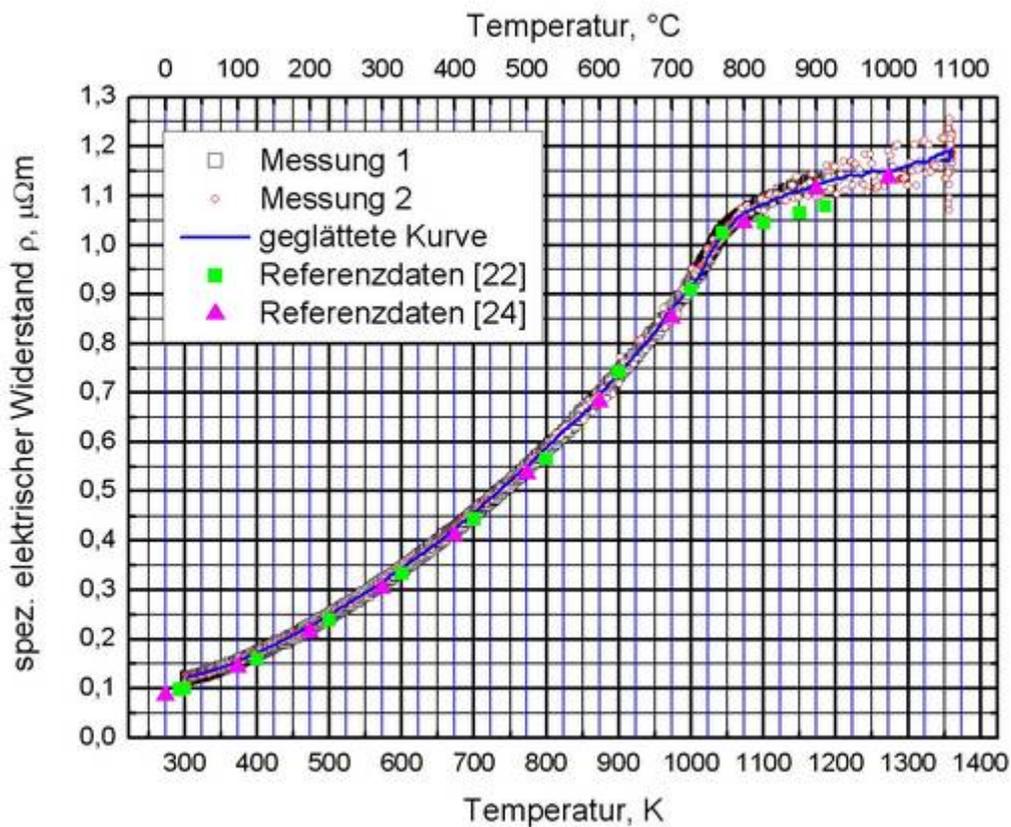


Abbildung 4-14 Spezifischer elektrischer Widerstand von Eisen

Wie auch in den anderen Messungen trat bei hohen Temperaturen ein gewisses Rauschen auf. Die geglättete Kurve stimmt wiederum sehr gut mit den Literaturwerten überein.

Der Übergangspunkt vom ferromagnetischen in den paramagnetischen Zustand wurde bei etwa 1055 K (782°C) graphisch ermittelt.

Für den Widerstand ergeben sich nun folgende Gesetzmäßigkeiten:

Für $293 \text{ K} < T < 1055 \text{ K}$ (4.18)

$$\rho(T)_{Fe,1} = 2,7718 \cdot 10^{-4} \cdot T + 2,5115 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 + 3,9725 \cdot 10^{-10} \cdot T^3$$

Für $1055 \text{ K} < T < 1370 \text{ K}$ (4.19)

$$\rho(T)_{Fe,2} = -11,7922 + 3,0586 \cdot 10^{-2} \cdot T - 2,4330 \cdot 10^{-5} \cdot T^2 + 6,5141 \cdot 10^{-9} \cdot T^3$$

4.7 Nimonic 80A

4.7.1 Einleitung

Nach den Messungen der diversen Reinmetalle, welche im Vergleich mit entsprechenden Literaturwerten die erwarteten Ergebnisse lieferten, war es nun an der Zeit, Materialien unseres Kooperationspartners zu vermessen. Hierbei wurden nun zwei Legierungen ausgewählt, welche im Rahmen zweier weiterer Diplomarbeiten ([1] und [2]) bereits mit der Pulsheizmethode charakterisiert wurden. Für die Messungen wurden zwei Proben jeweils zweimal gemessen, sodass etwaige thermische Behandlungen durch das Ausglühen der Drähte rückgängig gemacht werden können.

4.7.2 Allgemeine Beschreibung

Nimonic 80A ist eine Nickelbasislegierung und wird in Industrie und Technik für Hochtemperaturanwendungen verwendet. Die Legierungszusammensetzung wurde bereits in Kapitel 1 angegeben.

4.7.3 Daten der vermessenen Proben

Es wurden zwei Stück eines Drahtes mit einem nominellen Durchmesser von $d = 0,6$ mm vermessen. Dazu wurde analog zu den anderen Messungen der Durchmesser bestimmt.

Tabelle 4-15 Durchmesserbestimmung von Nimonic 80A, 1. Probe

Nr.Bezeichnung der vermessenen Stelle
min. Økleinster gemessener Durchmesser
max. Øgrößter gemessener Durchmesser
mittl. ØMittelwert aus den beiden Werten

Nr.	<i>min. Ø</i> [µm]	<i>max. Ø</i> [µm]	<i>mittl. Ø</i> [µm]
1	595	604	599,5
2	596	608	602,0
3	596	603	599,5
4	596	603	599,5
5	596	604	600,0
Gesamtmittelwert:			600,1

Tabelle 4-16 Durchmesserbestimmung von Nimonic 80A, 2. Probe

Nr.	<i>min. Ø</i> [µm]	<i>max. Ø</i> [µm]	<i>mittl. Ø</i> [µm]
1	595	607	601,0
2	597	607	602,0
3	597	602	599,5
4	595	602	598,5
5	597	607	602,0
Gesamtmittelwert:			600,6

Die thermische Ausdehnung wurde von unserem Kooperationspartner Böhler Edelstahl GmbH & Co KG mittels eines Dilatometers gemessen. Die Messdaten wurden uns zur Verfügung gestellt.

Für $273 \text{ K} < T < 1473 \text{ K}$

(4.20)

$$\alpha_1 = -0,24773 + 7,2908 \cdot 10^{-4} \cdot T + 6,188 \cdot 10^{-7} \cdot T^2$$

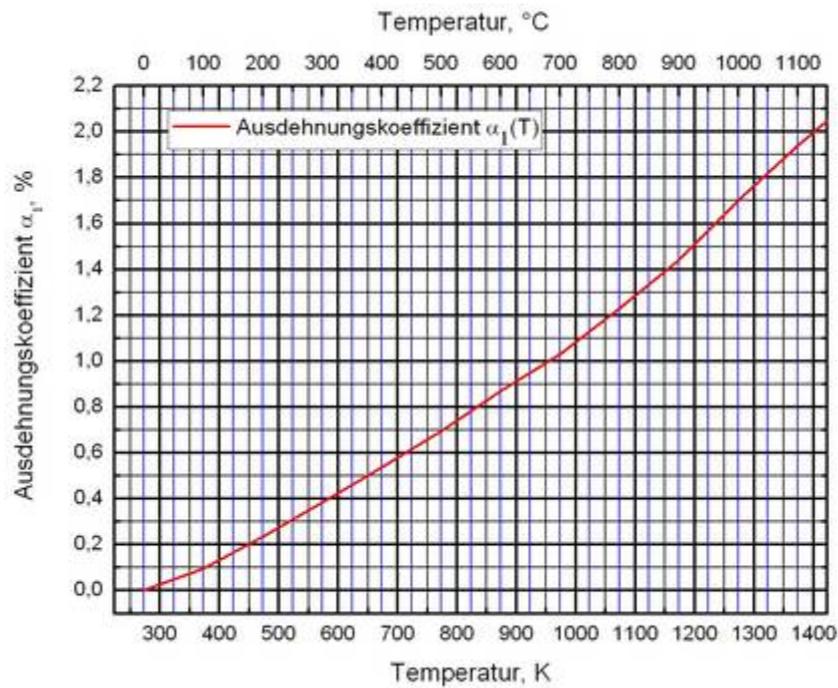


Abbildung 4-15 Ausdehnungskoeffizient von Nimonic 80A

4.7.4 Widerstandsbestimmung von Nimonic 80A

Es handelt sich um ein Material, welches in dem hier betrachteten Temperaturbereich eine Phasenumwandlung aufweist. Wie bereits vorhin erwähnt, wurden zwei Proben dieses Metalls jeweils zweimal gemessen. Dies war deshalb erforderlich, da das Rohmaterial thermisch behandelt worden war und deshalb unterschiedliche Messwerte zwischen dem ersten und dem zweiten Aufheizen zu erwarten waren. Die Probenlänge betrug jeweils etwa 13 cm. Der Abstand der Spannungsschneiden betrug bei allen vier Messungen 8,9 cm. Die Heizrate betrug jeweils etwa 3 K/min und die Argonspülung wurde wiederum mit ca. 4 l/h eingestellt.

Tabelle 4-17 Messung von Nimonic 80A; 1. Aufheizen

T Temperatur

ρ errechneter spezifischer elektrischer Widerstand aus (4.5)

T [K]	r [$\mu\text{W m}$]	T [K]	r [$\mu\text{W m}$]	T [K]	r [$\mu\text{W m}$]
300	1,145	700	1,281	1050	1,327
350	1,150	750	1,305	1100	1,312
400	1,158	800	1,332	1150	1,298
450	1,176	850	1,347	1200	1,286
500	1,190	900	1,362	1250	1,276
550	1,215	950	1,357	1300	1,272
600	1,241	1000	1,342	1350	1,275

Tabelle 4-18 Messung von Nimonic 80A; Abkühlen und 2. Aufheizen

T Temperatur

ρ errechneter spezifischer elektrischer Widerstand aus (4.5)

T [K]	r [$\mu\text{W m}$]	T [K]	r [$\mu\text{W m}$]	T [K]	r [$\mu\text{W m}$]
300	1,266	700	1,348	1050	1,326
350	1,282	750	1,351	1100	1,321
400	1,294	800	1,350	1150	1,316
450	1,305	850	1,347	1200	1,306
500	1,315	900	1,341	1250	1,294
600	1,334	950	1,335	1300	1,287
650	1,342	1000	1,330	1350	1,291

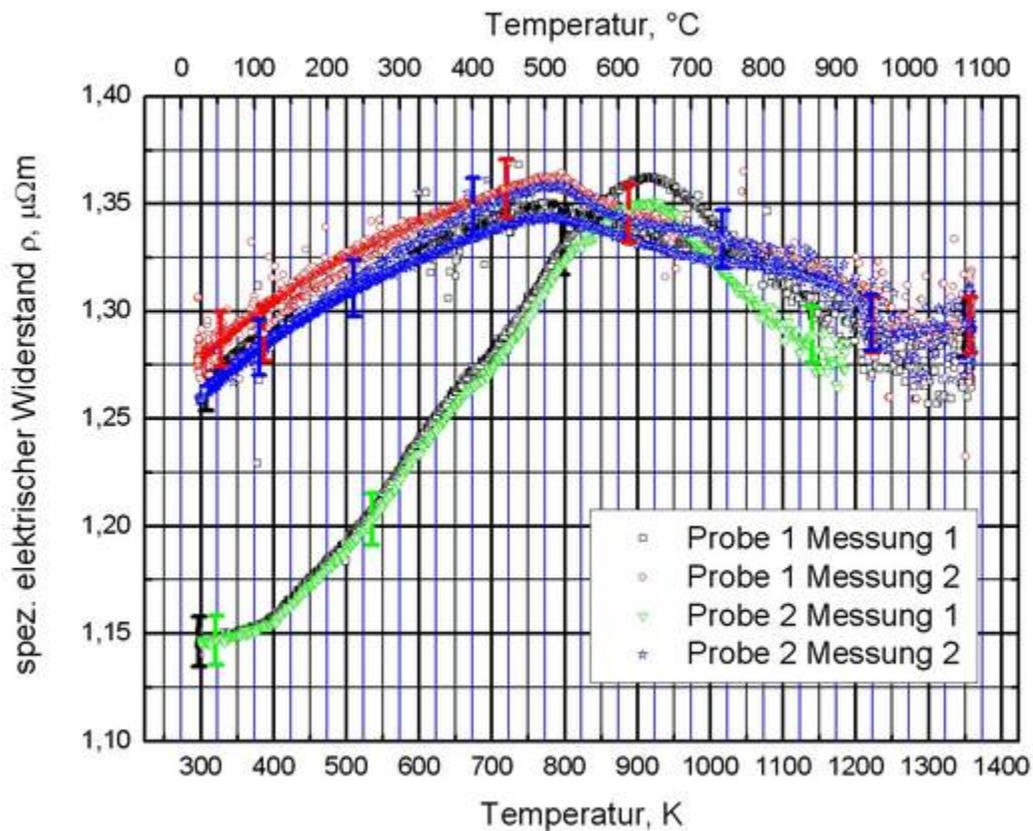


Abbildung 4-16 Spezifischer elektrischer Widerstand von Nimonic 80A

In Abbildung sieht man sehr gut, dass die Proben wärmebehandelt waren. Die beiden Kurven, welche ihren Maximalwert bei etwas über 900 K haben, waren jeweils die ersten Messungen der entsprechenden Proben. Beim Abkühlen und Wiederaufheizen nimmt der Widerstandsverlauf eine andere, jedoch gleich bleibende Charakteristik an.

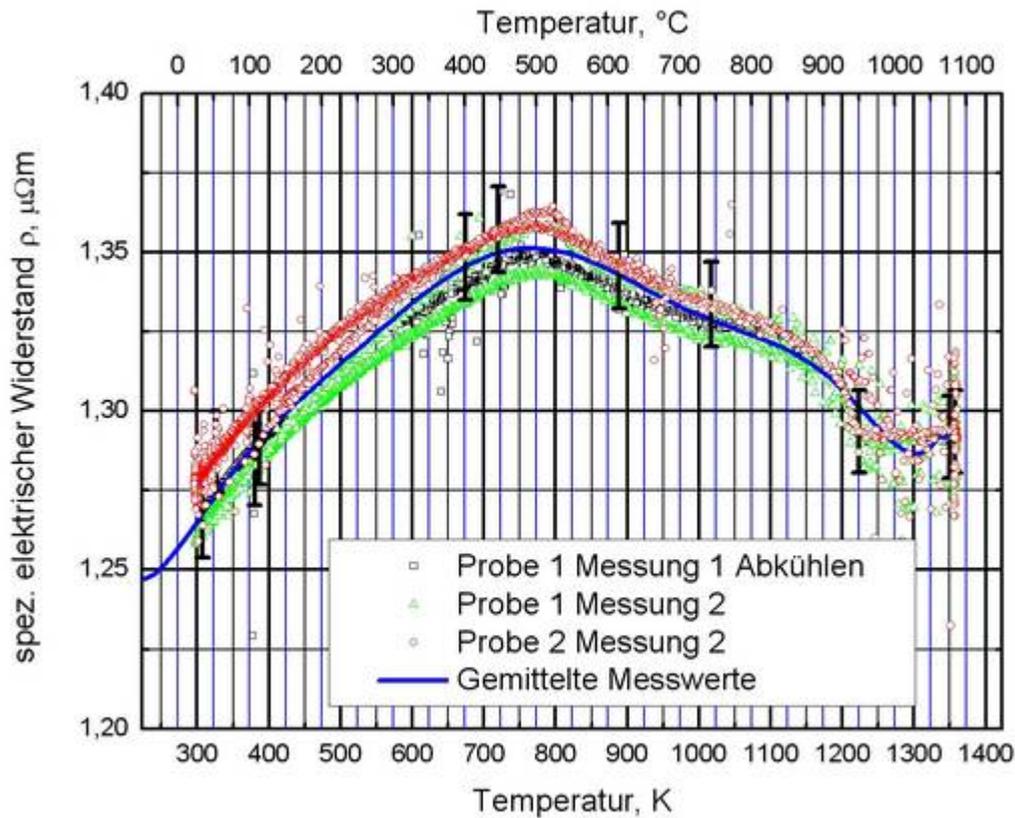


Abbildung 4-17 Spezifischer elektrischer Widerstand von Nimonic 80A ohne 1. Aufheizen

In obiger Abbildung wird der spezifische elektrische Widerstand der Proben nach dem ersten Aufheizen dargestellt. Man sieht, dass die Kurve beim Aufheizen und Abkühlen denselben Verlauf hat. Außerdem liegt der Mittelwert innerhalb der 1 % Messunsicherheit der gesamten Messwerte.

Bei etwa 790 K findet eine Phasenumwandlung in der Probe statt, was zur Folge hat, dass ab diesem Punkt der Widerstand mit höherer Temperatur wieder leicht abnimmt. Erst bei über 1300 K beginnt er wieder zu steigen, was aufgrund der Temperaturbegrenzung der Messanordnung nicht viel weiter untersucht werden konnte.

Der spezifische Widerstand verhält sich folgendermaßen:

Für $295 \text{ K} < T < 798 \text{ K}$ (4.21)

$$\rho(T)_{\text{Nimonic } 80A,1} = 1,1877 + 2,3055 \cdot 10^{-4} \cdot T + 1,9025 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 - 2,7703 \cdot 10^{-10} \cdot T^3$$

für $798 \text{ K} < T < 1350 \text{ K}$ (4.22)

$$\rho(T)_{\text{Nimonic } 80A,2} = -34,41795 + 0,17629 \cdot T - 3,4454 \cdot 10^{-4} \cdot T^2 + 3,3386 \cdot 10^{-7} \cdot T^3 - 1,6046 \cdot 10^{-10} \cdot T^4 + 3,06 \cdot 10^{-14} \cdot T^5$$

4.7.5 Vergleich mit den Messdaten aus dem Pulsheizexperiment

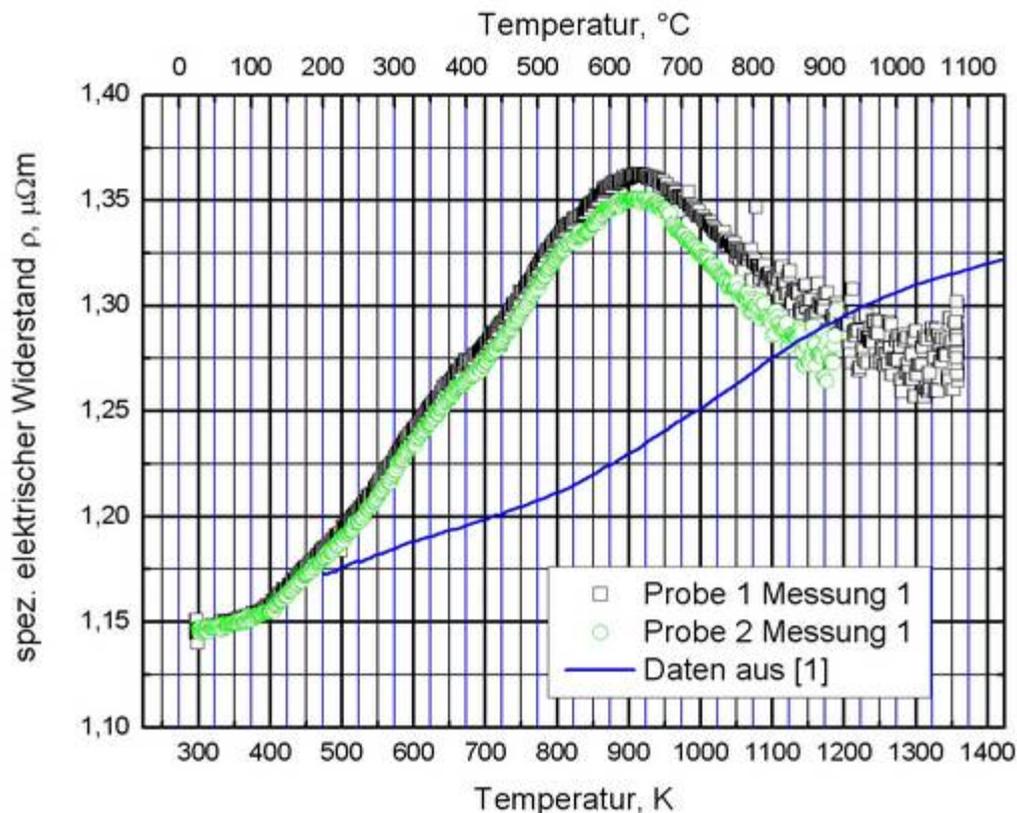


Abbildung 4-18 Vergleich der Messwerte mit den Daten aus [1]

Die beiden Messreihen stellen die Messdaten, welche jeweils beim ersten Aufheizen ermittelt wurden dar. Im Vergleich dazu ist die Messkurve aus dem Pulsheizexperiment (siehe [1] bzw. [2]) eingezeichnet. Bei diesem Experiment werden der elektrische Widerstand und die Enthalpie beim schnellen Aufheizen mitgemessen. Mit einem Differenzkalorimeter wird in einer weiteren Messung die Enthalpie des Materials in Abhängigkeit der Temperatur bestimmt. Somit lässt sich dann den Widerstandsmesswerten eine Temperatur zuordnen. Die erhebliche Diskrepanz zwischen den Messwerten erklärt sich insofern, als dass durch das schnelle Aufheizen der Probe, welches in einigen $10\ \mu\text{s}$ vonstattengeht, beim Pulsheizexperiment die Phasenumwandlung nicht stattfindet. Dieser Effekt wird häufig beim raschen Abkühlen von diversen Werkstoffen ausgenutzt.

Extrapoliert man die in blau dargestellte Kurve zu niedrigeren Temperaturen, so erkennt man, dass sie vom selben Ausgangswert startet. Der Widerstand steigt aber in einem ganz anderen Verlauf an. Der Unterschied bei 1300 K ergibt sich aus dem Umstand, dass bei der einen Messmethode die Phasenumwandlung eingetreten ist, bei der anderen jedoch nicht. Somit hat man zwei nicht mehr exakt gleiche Materialien, was sich in einem differierenden spezifischen Widerstand niederschlägt.

4.8 X2CrNiMo 18-14-3

4.8.1 Allgemeine Beschreibung

X2CrNiMo18-14-3 ist ein Chrom-Nickel-Stahl welcher vor allem in sehr aggressiven Umgebungen zum Einsatz kommt. Seine Zusammensetzung und sein genauer Einsatzbereich wurden bereits in Kapitel 1 beschrieben.

Für dieses Material liegen keine Dilatometermessdaten vor, sodass die thermische Ausdehnung in diesem Fall nicht berücksichtigt werden konnte.

4.8.2 Daten der vermessenen Proben

Analog zu den vorangegangenen Messungen wurde der mittlere Durchmesser der beiden Proben mit Hilfe des Lasermikrometers ermittelt.

Tabelle 4-19 Durchmesserbestimmung von X2CrNiMo 18-14-3, 1. Probe

Nr.Bezeichnung der vermessenen Stelle

min. Økleinster gemessener Durchmesser

max. Øgrößter gemessener Durchmesser

mittl. ØMittelwert aus den beiden Werten

Nr.	<i>min. Ø</i> [µm]	<i>max. Ø</i> [µm]	<i>mittl. Ø</i> [µm]
1	644	651	647,5
2	644	649	646,5
3	645	651	648,0
4	645	649	647,0
5	647	649	648,0
Gesamtmittelwert:			647,4

Tabelle 4-20 Durchmesserbestimmung von X2CrNiMo 18-14-3, 2. Probe

Nr.	min. \varnothing [μm]	max. \varnothing [μm]	mittl. \varnothing [μm]
1	647	652	649,5
2	646	653	649,5
3	646	654	650,0
4	647	653	650,0
5	647	653	650,0
Gesamtmittelwert:			649,8

4.8.3 Widerstandsbestimmung von X2CrNiMo 18-14-3

Es wurden zwei Proben mit einem Durchmesser von 0,65 mm vermessen. Beide Proben wiesen eine Länge von ca. 14 cm auf und wurden jeweils zweimal vermessen um mögliche thermische Behandlungen erkennen und bewerten zu können. Die Messungen ergaben jedoch keinerlei Abweichung zwischen dem ersten und dem zweiten Aufheizen der Probe. Der Abstand der Spannungsschneiden betrug wie bereits beim vorherigen Material etwa 8,9 cm. Die Heizrate wurde bei den Messungen der Probe 1 mit 3 K/min und bei Probe 2 mit etwa 4,5 K/min gewählt. Die Argonspülung wurde auf ca. 5 l/h eingestellt.

Tabelle 4-21 Messung von X2CrNiMo 18-14-3

T Temperatur

ρ errechneter spezifischer elektrischer Widerstand aus (4.5)

T [K]	r [$\mu\text{W m}$]	T [K]	r [$\mu\text{W m}$]	T [K]	r [$\mu\text{W m}$]
300	0,798	700	1,038	1100	1,178
350	0,835	750	1,060	1150	1,190
400	0,870	800	1,081	1200	1,202
450	0,903	850	1,100	1250	1,213
500	0,934	900	1,118	1300	1,224
550	0,963	950	1,134	1330	1,230
600	0,990	1000	1,150	1350	1,234
650	1,015	1050	1,164	1360	1,237

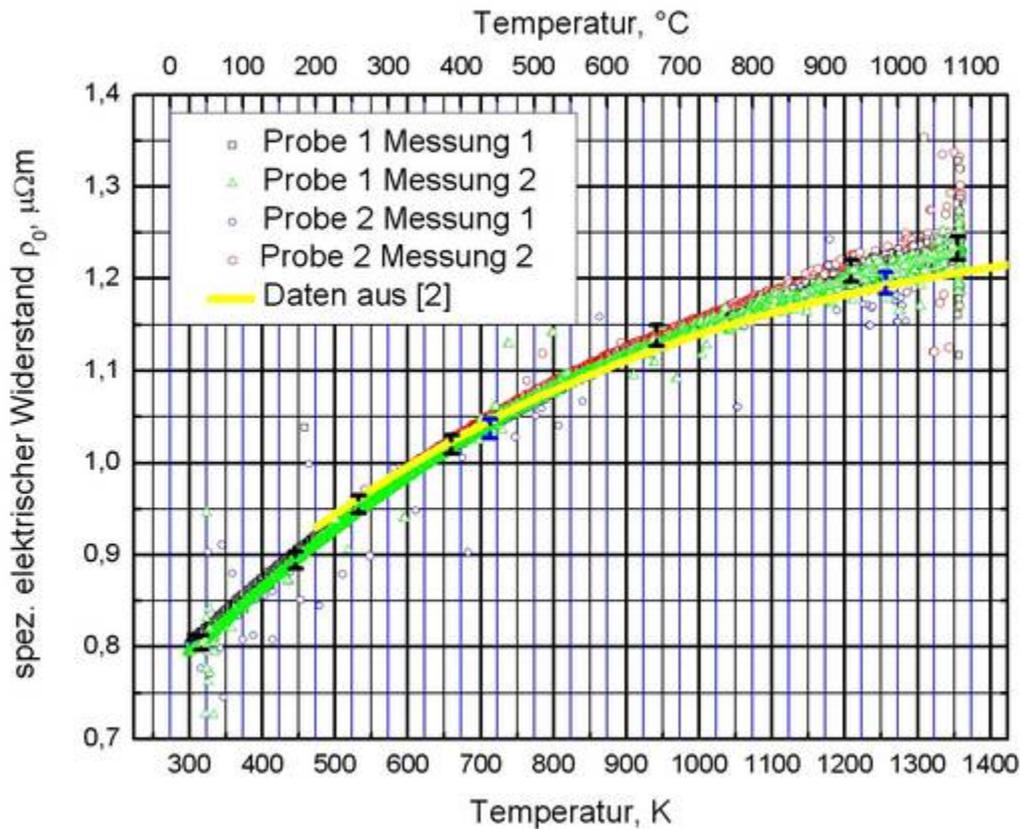


Abbildung 4-19 Elektrischer Widerstand von X2CrNiMo 18-14-3

In obiger Abbildung 4-19 ist der elektrische Widerstand aller vier Messungen während des Aufheizens und des Abkühlens ohne Berücksichtigung der thermischen Ausdehnung dargestellt. Aufgrund des Nichtvorhandenseins von Phasenübergängen erhält man eine kontinuierliche Zunahme von ρ . Außerdem fließen auch die unkorrigierten Messwerte aus dem Pulsheizexperiment (siehe [2]) in das Diagramm mit ein. Im Gegensatz zu Nimonic 80A stimmen beide Ergebnisse sehr gut überein, da sich das Material hier über den gesamten Temperaturbereich nicht ändert.

Aus dieser Messung erhält man folgende Gesetzmäßigkeit für den spezifischen elektrischen Widerstand bezogen auf die Abmessungen bei Raumtemperatur von X2CrNiMo 18-14-3:

$$293 \text{ K} < T < 1370 \text{ K} \quad (4.23)$$

$$\rho_0(T)_{X2CrNiMo \ 18-14-3} = 0,52454 + 1,0695 \cdot 10^{-3} \cdot T - 5,6244 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 + 1,1778 \cdot 10^{-10} \cdot T^3$$

ρ_0 spezifischer elektrischer Widerstand bezogen auf die Geometrie bei 298 K

5 Unsicherheitsbetrachtung

5.1 Vorbemerkungen

5.1.1 Allgemeines

Die zu erwartende Messunsicherheit wird mit Hilfe des Programms GUM-Workbench 1.3 ermittelt. In die Unsicherheit haben die Messunsicherheit der Messmodule, die Messunsicherheit in Längen- und Durchmesserbestimmung und auch das Rauschen der Messwerte Einfluss.

5.1.2 Signalrauschen während des Heizens

Das Signalrauschen bleibt bei Temperaturen unterhalb von 1000 K unter $0,002 \mu\Omega\text{m}$ und wird deshalb in der Unsicherheitsanalyse nicht berücksichtigt. Im Temperaturbereich von ca. 1000 K bis 1370 K nimmt das Rauschen linear auf etwa max. $0,055 \mu\Omega\text{m}$ zu. Dieser Effekt tritt jedoch, wie bereits in Punkt 4.2.3 erwähnt wurde, nur während des Aufheizens auf.

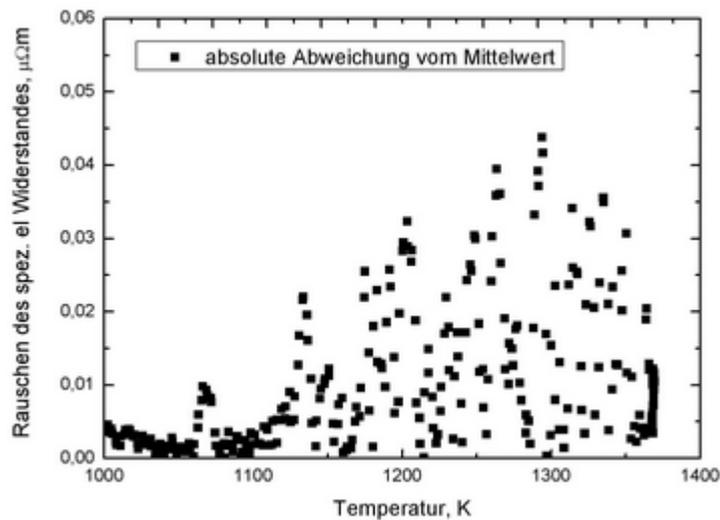


Abbildung 5-1 Absolutes Rauschen bei Niob

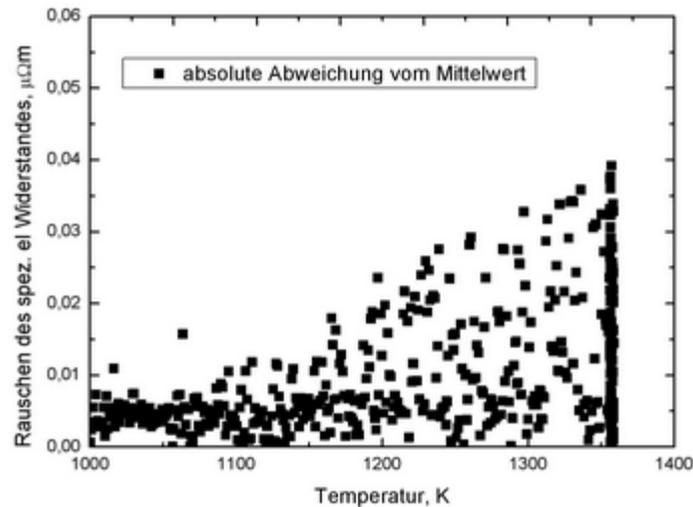


Abbildung 5-2 Absolutes Rauschen bei Nickel

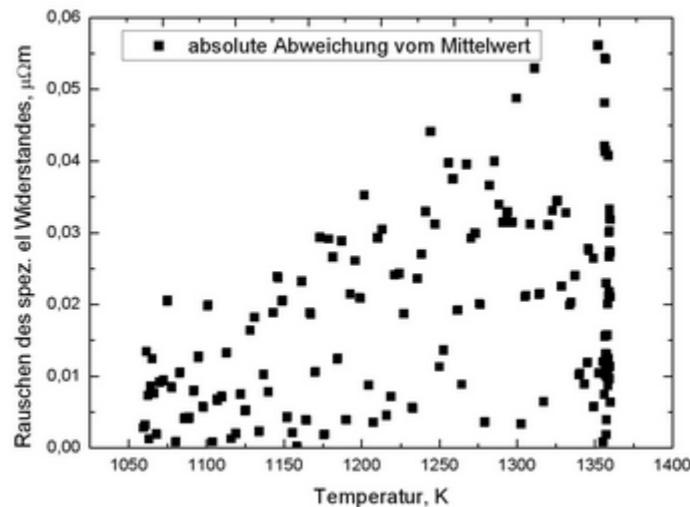


Abbildung 5-3 Absolutes Rauschen bei Eisen

Die weitere Untersuchung dieses Rauschens förderte einen sehr sonderbaren Effekt zu Tage. Im Messprozess wird der Spannungsabfall gemessen, dann wird die Stromrichtung umgekehrt und der Spannungsabfall wird erneut gemessen. Dann wird ein Mittelwert aus den beiden Absolutwerten gebildet um etwaige Thermospannungen zu eliminieren.

Vergleicht man die einzelnen Messwerte des Rauschens so sieht man, dass immer ein Wert am Mittelwert der Gesamtkurve bleibt, während der in die entgegengesetzte Richtung gemessene Wert vom Mittelwert abweicht. Der Absolutbetrag nur eines Wertes schwankt um den Mittelwert. Nach etwa 10 Minuten nähert sich der zuvor schwankende Wert dem Mittelwert wieder an und das vorhin an diesem Wert verharrende Messergebnis beginnt nun in gleicher Weise zu schwanken, während der zuerst schwankende Messwert am Mittelwert bleibt.

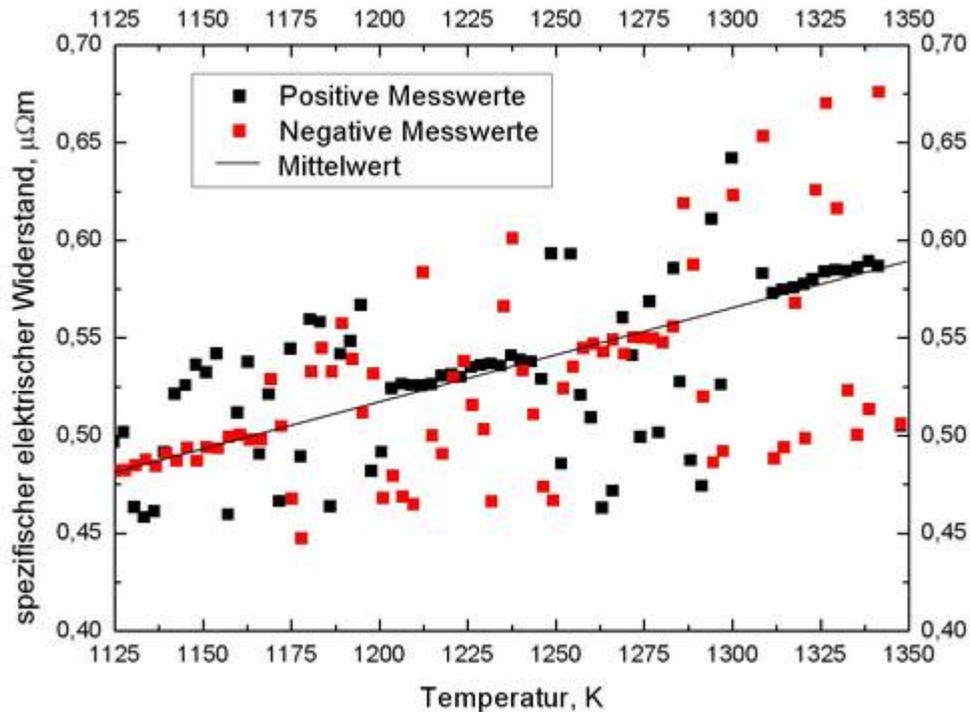


Abbildung 5-4 Analyse des Rauschens anhand von Nb

In der Abbildung 5-4 erkennt man das zuvor beschriebene Phänomen. Im linken Bereich des Bildes sieht man, dass die roten Messwerte am Mittelwert verharren, während die schwarzen schwanken. Nach einer gewissen verstrichenen Zeit kehrt sich dies um.

Alleine durch eine überlagerte elektrische Spannung, welche vom elektrischen Feld, das durch die Heizung des Ofens zwangsläufig vorhanden sein muss, entstanden sein könnte, lässt sich das zuvor Beschriebene nicht erklären, da in diesem Falle der eine Wert um einen gewissen Betrag erhöht, der andere um den ungefähr selben Betrag verringert sein müsste. Vielmehr tritt durch das Feld in Kombination mit der Temperatur ein Effekt in der Keramik selbst auf, welcher nicht näher untersucht wurde. Dies ist auch die Ursache warum die Widerstandsbestimmung der Keramik während des Aufheizens keine aussagekräftigen Ergebnisse liefern konnte (siehe 3.9.2). Für die Messunsicherheit, welche durch das vom Aufheizen hervorgerufene Signalrauschen entsteht, wurde der Absolutbetrag, welcher sich mit maximal $0,055 \mu\Omega\text{m}$ zu Buche schlägt, berücksichtigt.

5.1.3 Zusätzliche Einflüsse

Für die Durchmesserbestimmung wird aufgrund der Mittelung über zehn Messwerte eine Schwankungsbreite von $4 \mu\text{m}$ zugrunde gelegt. Die Unsicherheit in der Längenmessung wird mit $0,5 \text{ mm}$ angenommen. Die Unsicherheit der Spannungsmessung wurde aus den Unterlagen der Firma Gantner Elektronik entnommen. Die Stromquelle wiederum weist eine Unsicherheit von $299,98 \pm 0,1 \%$ auf. Mit diesen Voraussetzungen wird nun mittels des eingangs erwähnten Programms die zu berücksichtigende Gesamtmessunsicherheit ermittelt. Das Pro-

gramm errechnet die Werte nach [17]. Als Berechnungsgrundlage dient wiederum Formel (4.5):

$$\rho = \frac{U \cdot D_0^2 \cdot (1 + \alpha_1) \cdot \pi}{I \cdot 4 \cdot L_0}$$

5.2 Messunsicherheiten

5.2.1 Niob

Tabelle 5-1 Messunsicherheitsabschätzung für Niob

T Temperatur

ρ errechneter spezifischer elektrischer Widerstand aus (4.5)

$\Delta\rho$erweiterte Messunsicherheit mit Erweiterungsfaktor $k = 2$

ΔU anteilmäßige Unsicherheit von $\Delta\rho$ aus der Spannungsmessung

ΔIanteilmäßige Unsicherheit von $\Delta\rho$ von der Konstantstromquelle

ΔLanteilmäßige Unsicherheit von $\Delta\rho$ Längenmessung

ΔD anteilmäßige Unsicherheit von $\Delta\rho$ aus der Durchmesserbestimmung

ΔRanteilmäßige Unsicherheit von $\Delta\rho$ aus dem Signalrauschen ab 1000 K

	T [K]	r [μ W m]	Δr [%]	$D U$ [%]	$D I$ [%]	$D L$ [%]	$D D$ [%]	$D R$ [%]
Heizung ein	300	0,162	0,61	3,8	3,6	33,6	58,9	-
	693	0,315	0,61	3,6	3,6	33,8	59,0	-
	1000	0,444	0,72	2,6	2,6	23,7	41,5	29,6
	1100	0,481	2,20	0,1	0,3	2,5	4,4	92,7
	1200	0,515	3,30	-	0,1	1,1	2,1	96,7
	1300	0,558	4,30	-	-	0,7	1,2	98,1
	1370	0,597	5,00	-	-	0,5	0,9	98,6
aus	1100	0,481	0,60	1,9	3,7	34,3	60,1	-
	1370	0,597	0,60	0,9	3,7	34,6	60,8	-

Man sieht sehr gut, dass außerhalb des Bereiches in dem das Messwertrauschen auftritt, die eingangs anvisierte Gesamtunsicherheit von maximal 1 % erreicht wird. Das Rauschen verfälscht, wie man auch in den entsprechenden Abbildungen in Abschnitt 4 überprüfen kann, den Messwert jedoch erheblich. Dies tritt auch bei allen anderen untersuchten Materialien auf.

5.2.2 Kupfer

Tabelle 5-2 Messunsicherheitsabschätzung für Kupfer

	T [K]	r [$\mu\text{W m}$]	Dr [%]	DU [%]	DI [%]	DL [%]	DD [%]	DR [%]
ein	300	0,018	1,00	6,9	1,3	11,6	80,2	-
	600	0,037	1,00	1,5	1,3	12,3	84,9	-
	1000	0,068	1,00	0,5	1,3	12,4	85,8	-

5.2.3 Nickel

Tabelle 5-3 Messunsicherheitsabschätzung für Nickel

	T [K]	r [$\mu\text{W m}$]	Dr [%]	DU [%]	DI [%]	DL [%]	DD [%]	DR [%]
Heizung ein	300	0,074	0,73	3,6	2,5	22,9	71,0	-
	505	0,181	0,72	0,6	2,5	23,7	73,2	-
	1000	0,417	0,78	0,4	2,2	20,2	62,4	14,8
	1100	0,444	2,30	-	0,3	2,4	7,4	89,9
	1200	0,469	3,80	-	-	0,8	2,6	96,6
	1300	0,495	5,40	-	-	0,4	1,3	98,3
	1355	0,510	6,20	-	-	0,3	1,0	98,7
aus	1100	0,444	0,72	0,4	2,6	23,7	73,3	-
	1355	0,510	0,72	0,3	2,6	23,7	73,4	-

5.2.4 Hafnium

Tabelle 5-4 Messunsicherheitsabschätzung für Hafnium

	T [K]	r [μ W m]	Dr [%]	DU [%]	DI [%]	DL [%]	DD [%]	DR [%]
Heizung ein	300	0,426	0,97	-	1,4	13,1	85,5	-
	565	0,788	0,97	1,4	1,4	11,2	86,0	-
	1000	1,370	0,97	0,5	1,4	11,2	86,0	0,9
	1100	1,480	1,20	0,3	1,0	7,9	60,6	30,2
	1200	1,612	1,50	0,1	0,6	4,9	37,7	56,7
	1300	1,781	1,80	-	0,4	3,4	26,0	70,2
	1355	1,869	1,90	-	0,4	2,8	21,7	75,1
aus	1100	1,988	0,96	0,2	1,4	11,4	87,0	-
	1355	2,042	0,96	0,2	1,4	11,4	87,0	-

5.2.5 Eisen

Tabelle 5-5 Messunsicherheitsabschätzung für Eisen

	T [K]	r [μ W m]	Dr [%]	DU [%]	DI [%]	DL [%]	DD [%]	DR [%]
Heizung ein	300	0,121	0,64	3,8	3,3	30,1	62,8	-
	505	0,269	0,64	3,2	3,3	30,3	63,2	-
	1000	0,915	0,64	0,3	3,2	29,9	62,4	4,2
	1100	1,082	1,10	-	1,1	10,4	21,6	66,9
	1200	1,134	1,70	-	0,5	4,4	9,1	86,0
	1300	1,161	2,30	-	0,3	2,4	5,0	92,3
	1355	1,189	2,70	-	0,2	1,6	3,4	94,8
aus	1100	1,082	0,63	0,2	3,4	31,3	65,1	-
	1355	1,189	0,63	0,2	3,4	31,3	65,1	-

5.2.6 Nimonic 80A

Tabelle 5-6 Messunsicherheitsabschätzung für Nimonic 80A

	T [K]	r [μ W m]	Dr [%]	DU [%]	DI [%]	DL [%]	DD [%]	DR [%]
Heizung ein	300	1,266	0,86	1,3	1,8	16,7	80,2	-
	700	1,348	0,86	1,1	1,8	16,8	80,3	-
	1000	1,330	0,86	1,2	1,8	16,6	79,4	1,0
	1100	1,321	1,10	0,7	1,1	10,4	50,2	37,6
	1200	1,306	1,50	0,4	0,6	5,3	25,4	68,3
	1300	1,287	2,10	0,2	0,3	2,8	13,6	83,1
	1355	1,290	2,50	0,2	0,2	2,0	9,6	88,0
aus	1100	1,321	0,86	1,2	1,8	16,7	80,3	-
	1355	1,290	0,86	1,3	1,8	16,7	80,2	-

5.2.7 X2CrNiMo 18-14-3

Tabelle 5-7 Messunsicherheitsabschätzung für X2CrNiMo 18-14-3

	T [K]	r [μ W m]	Dr [%]	DU [%]	DI [%]	DL [%]	DD [%]	DR [%]
Heizung ein	300	0,798	0,80	-	2,1	19,1	78,8	-
	1000	1,150	0,81	-	2,0	18,8	77,7	1,5
	1100	1,178	1,10	-	1,0	8,3	39,9	50,8
	1200	1,202	1,70	-	0,5	3,7	18,1	77,7
	1300	1,224	2,30	-	0,3	2,0	9,8	87,9
	1360	1,237	2,70	0,2	0,2	1,4	7,0	91,2
aus	1100	1,178	0,79	-	2,1	16,8	81,1	-
	1360	1,237	0,80	2,1	2,1	16,4	79,4	-

In den Ergebnissen der Unsicherheitsbetrachtung sieht man, dass man abgesehen vom Signalrauschen während des Heizens über 1000 K die zum Ziel gesetzte maximale Unsicherheit von 1 % in allen Fällen erreicht oder diese sogar unterschritten werden kann.

6 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine Anlage zur Bestimmung des spezifischen elektrischen Widerstandes ρ von metallischen Proben aufgebaut. Die maximale Messunsicherheit soll 1 % nicht überschreiten.

Zur Funktionsüberprüfung wurden fünf Reinelemente vermessen und mit entsprechenden Literaturwerten verglichen. Es wurden folgende Daten für ρ erhalten:

Niob: für $293 \text{ K} < T < 1370 \text{ K}$ (4.7)

$$\rho(T)_{Nb} = 5,4428 \cdot 10^{-4} \cdot T - 1,7529 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 + 6,9347 \cdot 10^{-11} \cdot T^3$$

Kupfer: für $293 \text{ K} < T < 1370 \text{ K}$ (4.9)

$$\rho(T)_{Cu} = 5,5311 \cdot 10^{-5} \cdot T + 1,2104 \cdot 10^{-8} \cdot T^2 + 1,1739 \cdot 10^{-12} \cdot T^3$$

Nickel: für $293 \text{ K} < T < 644 \text{ K}$ (4.12)

$$\rho(T)_{Ni,1} = 2,1225 \cdot 10^{-4} \cdot T - 1,3547 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 + 8,1068 \cdot 10^{-10} \cdot T^3$$

für $644 \text{ K} < T < 1370 \text{ K}$ (4.13)

$$\rho(T)_{Ni,2} = -6,1642 \cdot 10^{-2} + 8,0751 \cdot 10^{-4} \cdot T - 4,5415 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 + 1,2518 \cdot 10^{-10} \cdot T^3$$

Hafnium: für $293 \text{ K} < T < 1000 \text{ K}$ (4.15)

$$\rho(T)_{Hf} = 1,2281 \cdot 10^{-3} \cdot T + 4,9906 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 - 3,5746 \cdot 10^{-10} \cdot T^3$$

Eisen: für $293 \text{ K} < T < 1055 \text{ K}$ (4.18)

$$\rho(T)_{Fe,1} = 2,7718 \cdot 10^{-4} \cdot T + 2,5115 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 + 3,9725 \cdot 10^{-10} \cdot T^3$$

für $1055 \text{ K} < T < 1370 \text{ K}$ (4.19)

$$\rho(T)_{Fe,2} = -11,7922 + 3,0586 \cdot 10^{-2} \cdot T - 2,4330 \cdot 10^{-5} \cdot T^2 + 6,5141 \cdot 10^{-9} \cdot T^3$$

Da die einwandfreie Funktion der Messanlage anhand der erhaltenen Messergebnisse bestätigt werden konnte, wurden nun noch zwei Proben von Legierungen unseres Kooperationspartners Böhler Edelstahl GmbH & Co KG gemessen.

Nimonic 80A: für $295 \text{ K} < T < 798 \text{ K}$ (4.21)

$$\rho(T)_{\text{Nimonic } 80A,1} = 1,18766 + 2,3055 \cdot 10^{-4} \cdot T + 1,9025 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 - 2,7703 \cdot 10^{-10} \cdot T^3$$

für $798 \text{ K} < T < 1350 \text{ K}$ (4.22)

$$\rho(T)_{\text{Nimonic } 80A,2} = -34,41795 + 0,17629 \cdot T - 3,4454 \cdot 10^{-4} \cdot T^2 + 3,3386 \cdot 10^{-7} \cdot T^3 - 1,6046 \cdot 10^{-10} \cdot T^4 + 3,06 \cdot 10^{-14} \cdot T^5$$

Für die Legierung X2CrNiMo 18-14-3 lagen keine Dilatometermessdaten vor, sodass sich die Werte von ρ auf die Abmessungen bei Raumtemperatur beziehen und folglich als ρ_0 gekennzeichnet werden.

X2CrNiMo 18-14-3: für $293 \text{ K} < T < 1370 \text{ K}$ (4.23)

$$\rho_0(T)_{\text{X2CrNiMo } 18-14-3} = 0,52454 + 1,0695 \cdot 10^{-3} \cdot T - 5,6244 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 + 1,1778 \cdot 10^{-10} \cdot T^3$$

Literaturverzeichnis

- [1] *Karl Heinz Martin Preis*: Thermophysikalische Daten von Nimonic 80A in der festen und flüssigen Phase; Dezember 2006, Diplomarbeit
- [2] *Harald Christian Reschab*: Thermophysikalische Daten von X2CrNiMo18-14-3 in der festen und flüssigen Phase; Februar 2008, Diplomarbeit
- [3] *Ludwig Bergmann und Clemens Schäfer*: Lehrbuch der Experimentalphysik, Band I; Mechanik, Akustik, Wärme; 9. Auflage, 1990
- [4] *Ludwig Bergmann und Clemens Schäfer*: Lehrbuch der Experimentalphysik, Band II; Elektrizität und Magnetismus; 6. Auflage, 1971
- [5] *Christian Gerthsen und Helmut Vogel*: Physik; 17. Auflage, 1993
- [6] *Armin Schöne*: Messtechnik; 2. Auflage, 1997
- [7] *Wilhelm Heinrich Westphal und Walter Westphal*: Physik; 25./26. Auflage, 1970
- [8] *Christian Weißmantel und Claus Hamann*: Grundlagen der Festkörperphysik; 3. Auflage, 1989
- [9] *P. J. Mohr, B. N. Taylor und D. B. Newell*: ‘The 2006 CODATA Recommended Values of the Fundamental Physical Constants’, (Web Version 5.0), April 2007 (Datenbank entwickelt von J. Baker, M. Douma und S. Kotochigova) zugänglich unter: <http://physics.nist.gov/constants>, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, Maryland, U.S.A., 2006
- [10] *Friedrich Henning; Bearbeitet von Helmut Moser, Ulrich Schley, Wilhelm Thomas, Carl Tingwaldt*: Temperaturmessung; 3. Auflage, 1977
- [11] *Franz Xaver Eder*: Arbeitsmethoden der Thermodynamik, Band II; Thermische und kalorische Stoffeigenschaften; 1. Auflage, 1983
- [12] *Adolf Frischherz, Wilhelm Dax, Klaus Gundelfinger, Werner Häffner, Helmut Itschner und Günter Kosch*: Tabellenbuch für Metalltechnik; 2. Auflage, 1988
- [13] *Franz Xaver Eder*: Moderne Messmethoden der Physik, Teil III; Elektrophysik; 1. Auflage, 1972
- [14] *Keithley*: Low Level Measurements Handbook; 6th Edition, 2004
- [15] *L. J. van der Pauw*: A method of measuring specific resistivity and Hall effect of discs of arbitrary shape, Philips Research Report; Volume 13, No. 1, Seiten 1-9, February 1958

- [16] *Alexander Goldsmith, Thomas E. Waterman, Harry J. Hirschhorn*: Handbook of thermophysical properties of solid metals, Volume I – Elements, 1961
- [17] *Deutsches Institut für Normung e. V. (DIN)*: Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, Deutsche Übersetzung des „Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement“; 1. Auflage, 1995
- [18] *Y. S. Touloukian, R. K. Kirby, R. E. Taylor, P.D. Desai*: Thermophysical Properties of Matter; Thermal Expansion, Metallic Elements and Alloys; Volume 12, 1975
- [19] *K. D. Maglic, N. Lj. Perovic, G. S. Vukovic, Lj. P. Zekovic*: Specific Heat and Electrical Resistivity of Niobium measured by Subsecond Calorimetric Technique; International Journal of Thermophysics; Vol. 15, No. 5, 1994
- [20] *R. A. Matula*: Electrical Resistivity of Copper, Gold, Palladium and Silver; J. Phys. Chem. Ref. Data; Vol. 8, No. 4, Seiten 1147-1298, 1979
- [21] *C. L. Hogan, R. B. Sawyer*: The thermal Conductivity of Metals at High Temperature; Journal of Applied Physics; Vol. 23, No. 2, Seiten 177-180, 1952
- [22] *Mohammad Yousuf, P. Ch. Sahu, K. Govinda Rajan*: High-pressure and high-temperature electrical resistivity of ferromagnetic transition metals: Nickel and iron; Physical Review B; Vol. 34, No. 11, Seiten 8086-8100, 1986
- [23] *H. K. Adenstedt*: Physical, Thermal and Electrical Properties of Hafnium and High Purity Zirconium; Transactions of the A. S. M.; Vol. 44, Seiten 949-973, 1952
- [24] *Albert A. Bennett, Bruce H. Billings, D. F. Bleil, G. H. Dieke, Floyd A. Firestone, F. N. D. Kurie, R. Bruce Lindsay, Mark W. Zemansky*: American Institute of Physics Handbook; Electrical Resistivity of some Elements and Alloys as a Function of Temperature; Seite 4-13, 1957

Danksagung

Zuerst will ich mich bei meinen Eltern bedanken, die es mir durch ihre große Unterstützung erst ermöglicht haben, dieses Studium zu beginnen und nun zu einem Abschluss zu bringen.

Meine Diplomarbeit wurde am Institut für Experimentalphysik an der Technischen Universität Graz in der Arbeitsgruppe Subsekundenthermophysik unter der Leitung von Ao.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Gernot Pottlacher durchgeführt. Ich möchte mich auf diesem Wege für die hervorragende Betreuung von seiner Seite bedanken.

Weiters möchte ich mich auch bei Dipl.-Ing. Dr.techn. Boris Wilthan für die Unterstützung bei dieser Arbeit und die konstruktiven Vorschläge bezüglich des Aufbaues der Anlage herzlich bedanken.

Außerdem bedanke ich bei meinem Diplomandenkollegen Harald Reschab und den weiteren Mitgliedern der Arbeitsgruppe Dipl.-Ing. Dr.techn. Claus Cagran und Dipl.-Ing. Thomas Hüpf, sowie meinem Vorgänger Dipl.-Ing. Karl Preis für das sehr freundschaftliche und angenehme Arbeitsklima, in welchem über alle Schwierigkeiten und Probleme gesprochen und dadurch auch konstruktive Lösungen und Verbesserungen gefunden werden konnten.

Dem gesamten Institut für Experimentalphysik mit seinem Personal möchte ich für die Möglichkeit danken, diese Arbeit hier durchführen zu können.

Ein Dankeswort sei hier auch an Dipl.-Ing. Dr.mont. Wolfgang Schützenhöfer, Dipl.-Ing. Robert Tanzer und Dipl.-Ing. Andreas Graf von der Firma Böhler Edelstahl GmbH & Co KG, mit welcher im Zuge eines Kooperationsprojektes diese Arbeit abgewickelt wurde, gerichtet.

Auch will ich meine Freundin Alexandra erwähnen. Sie hat mir während des Studiums durch so manch schwierige Situation geholfen.

Meinen beiden Freunden und Studienkollegen Peter Kreutler und Alois Bayrhammer gilt besonderer Dank für die angenehme Studienzeit und das Teamwork bei diversen Rechen- und Laborübungen.

Ebenfalls möchte ich für die Förderung durch die Österreichische Forschungsförderungs GmbH danken (Projektnummer: 810999).

Abschließend will ich auch dem Rest meiner Familie danken, da sie mich alle immer sehr gut unterstützt und mir immer wieder weitergeholfen haben.

DANKE