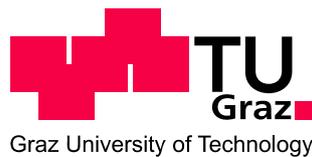


Karl Heinz Martin Preis

Thermophysikalische Daten von Nimonic 80A in der festen und flüssigen Phase

Diplomarbeit

zur Erlangung des akademischen Grades
Diplom-Ingenieur



Technische Universität Graz

Betreuer:

a.o. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Gernot Pottlacher
Institut für Experimentalphysik

Graz, Dezember 2006

Kurzfassung

Nimonic 80A ist eine Nickelbasis Superlegierung, welche für Hochtemperaturanwendungen benutzt wird. Es werden drahtförmige Nimonic 80A Proben mittels ohmscher Pulsheizung mit einer Aufheizrate von etwa 10^8 K/s bis in die flüssige Phase erhitzt. In der kurzen Zeit bis zum Sieden der Probe wird die zylindrische Geometrie noch nicht durch die Schwerkraft und Instabilitäten zerstört. Durch Messung des Spannungsabfalls an der Probe, des Stromes durch die Probe, der Temperatur sowie der Expansion der Probe ist es möglich, die Enthalpie, die spezifische Wärmekapazität, den spezifischen elektrischen Widerstand und die Dichteänderung der Legierung in Abhängigkeit von der Temperatur zu ermitteln. Weiters kann mit Hilfe des WIEDEMANN-FRANZ Gesetzes aus den Werten des spezifischen elektrischen Widerstandes und der Temperatur die Wärmeleitfähigkeit, sowie in weiterer Folge auch die Temperaturleitfähigkeit berechnet werden. Die Kombination mit DSC Messungen ermöglicht die Angabe der thermophysikalischen Daten von Nimonic 80A von 473 K - 2300 K.

Abstract

Nimonic 80A is a nickel superalloy used for high temperature applications. Wire shaped Nimonic 80A samples are resistively heated up to the liquid phase with a heating rate of 10^8 K/s. Because of this rapid heating, the sample geometry stays stable during the liquid phase. The measurements of the current through the specimen, the voltage drop across it, the temperature and the expansion of the specimen offer the possibility to determine specific enthalpie, specific heat capacity, specific electric resistivity and change of density as a function of temperature. Using the WIEDEMANN-FRANZ law it is possible to determine thermal conductivity and thermal diffusivity. By combination with DSC measurements thermophysical properties of Nimonic 80A in a temperature range from 473 K to 2300 K are achieved.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
2. Grundlagen der Dichtebestimmung von Festkörpern	3
2.1 Begriffsdefinition	3
2.1.1 Dichte	3
2.1.2 Masse.....	3
2.1.3 Volumen	4
2.2 Dichtebestimmung bei konstanter Temperatur	5
2.2.1 Geometrisch	5
2.2.2 Pyknometer.....	5
2.2.3 ARCHIMEDISCHES Prinzip – Auftriebsmethode	7
2.2.3.1 Schwebemethode.....	7
2.2.3.2 Hydrostatische Waage.....	7
2.3 Dichtebestimmung bei variabler Temperatur.....	9
2.3.1 Der thermische Ausdehnungskoeffizient	9
2.3.2 Dichtebestimmung mittels Dilatometer in der festen und flüssigen Phase	11
2.3.3 Dichtebestimmung von Metallschmelzen mit der „Maximum Bubble Pressure“ – Methode.....	13
2.3.4 Levitation	13
2.3.5 Dichtebestimmung beim Pulsheizen mittels einer schnellen CCD – Kamera .	16
3. Messaufbau und Messgrößen	17
3.1 Allgemeines.....	17
3.2 Der Pulsheizkreis.....	18
3.2.1 Die Probenkammer.....	20
3.2.2 Die Strommessung	22
3.2.3 Die Bestimmung des Spannungsabfalls an der Probe.....	23
3.2.4 Die Strahlungsintensität	24
3.3 DSC	27
3.4 Längen- und Durchmesserbestimmung.....	28
3.5 Die Dichtebestimmung mittels einer schnellen CCD - Kamera	28
3.5.1 Die Bestandteile der Kamera.....	28
3.5.1.1 Bildverstärkung: Die Multichannelplate	28
3.5.1.2 Der Chip	29
3.5.2 Optischer Aufbau und Justage.....	30
3.5.3 Betrieb der Kamera	30
3.5.3.1 Kameramodus.....	31
3.5.3.2 Der Live – Bild Modus.....	33
3.5.4 Expansionsmessung	33
3.5.4.1 Auswertung durch Pixelzählen.....	35
4. Datenauswertung	36
4.1 Die spezifische Enthalpie	36
4.2 Temperatur	37
4.3 Die Ausdehnung - Dichteänderung.....	40
4.4 Elektrischer Widerstand	40
4.4.1 Unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand.....	41
4.4.2 Korrigierter spezifischer elektrischer Widerstand.....	41
4.5 Wärmeleitfähigkeit.....	41
4.6 Temperaturleitfähigkeit.....	43
5. Messergebnisse und deren Diskussion	44
5.1 Die spezifische Enthalpie	45

5.2	Volumenexpansion und Dichte	50
5.3	Der spezifische elektrische Widerstand	52
5.4	Die Wärmeleitfähigkeit	57
5.5	Die Temperaturleitfähigkeit	59
6.	Unsicherheitsanalyse	61
6.1	Enthalpie.....	61
6.2	Dichte	62
6.3	Widerstand	63
6.4	Wärmeleitfähigkeit.....	64
6.5	Temperaturleitfähigkeit.....	64
7.	Zusammenfassung.....	65
8.	Literaturverzeichnis.....	66

1. Einleitung

Diese Diplomarbeit wurde im Rahmen eines Kooperationsprojekts der TU Graz (Projekt-nummer TU Graz: D-1511000024) mit der Böhler Edelstahl GmbH durchgeführt und von der Österreichischen „Forschungsförderungsgesellschaft mbH“, Sensengasse 1, 1090 Wien gefördert; Projekt: 810999.

Die Böhler Edelstahl GmbH ist im Sektor der Hochleistungswerkstoffe z.B. hochlegierte Edelstähle und Nickelbasislegierungen tätig. Jene Materialien werden in der Energietechnik und in der Luftfahrtindustrie verwendet, deshalb werden sehr hohe Anforderungen an die Herstellung dieser Werkstoffe gestellt. Das Ziel des Projekts ist die Bestimmung der thermophysikalischen Daten von hochlegierten Stählen und Legierungen.

Die Ergebnisse werden von der Böhler Edelstahl GmbH als Eingangsdaten für die numerische Simulation von Umformprozessen und Umschmelzvorgängen und in weiterer Folge zur Prozessoptimierung verwendet.

Die Untersuchung von flüssigen, hochschmelzenden Metallen mit statischen Methoden wird durch verschiedene Effekte, wie chemische Reaktionen, Wärmeverluste und der Oberflächenspannung stark gestört. Deshalb ist am Institut für Experimentalphysik der TU Graz eine schnelle dynamische Untersuchungsmethode entwickelt worden.

Damit wurden bis jetzt die thermophysikalischen Daten reiner Elemente (W, Re, Mo, Ta, Nb, Ni, Fe, Co, Cu, Ag, Au, ...) und von Legierungssystemen (Fe-Ni, Inconel 718, Ti-44%Al-8%Nb-1%B, Ti-6%Al-4%V (TA6V - Legierung), Ag-28%Cu, Ni-Ti, Au-Ni, ...) durch ohmsche Pulsaufheizung ermittelt.

Die erhaltenen thermophysikalische Daten sind:

- die spezifische Enthalpie
- die spezifische Wärmekapazität
- die Dichte
- der spezifische elektrische Widerstand
- die Wärmeleitfähigkeit
- die Temperaturleitfähigkeit
- die Schmelzwärme

Sie werden sowohl in der festen als auch in der flüssigen Phase gemessen oder aus den gemessenen Daten berechnet und in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt.

Die ohmsche Pulsheizung erlaubt eine Bestimmung der thermophysikalischen Daten von elektrisch leitenden Materialien bis weit in die flüssige Phase. Weiters wird mittels Wärmestromdifferenzkalorimetrie (DSC) die spezifische Wärmekapazität in der festen Phase gemessen.

Das Ziel dieser Arbeit war es am Beispiel der Nickel-Basis Legierung Nimonic 80A, die von der Böhler Edelstahl GmbH zur Verfügung gestellt wurde, das am Institut für Experimentalphysik vorhandene Kamerasystem, welches modifiziert worden war, wieder in Betrieb zu nehmen und damit den Dichteverlauf von Nimonic 80A in Abhängigkeit der Temperatur zu messen. Mit diesen Dichtedaten ist es möglich den spezifischen elektrischen Widerstand, bezüglich der thermischen Ausdehnung der Probe, zu korrigieren und damit die Wärmeleitfähigkeit nach dem WIEDEMANN-FRANZ Gesetz zu berechnen.

Nimonic 80A wird in der Industrie und Energietechnik für Hochtemperaturanwendungen wie zum Beispiel für Gasturbinenschaufeln, Wellen und Ventile verwendet. Eine besondere

Anwendung von Nimonic 80A ist in der Nukleartechnik. Da kein Kobalt ($^{59}\text{Co}+n\rightarrow^{60}\text{Co}$) in dieser Legierung vorhanden ist, kommt es dort rund um den Reaktordruckbehälter zum Einsatz.

Tabelle 1: Legierungsbestandteile von Nimonic 80A.

LEGIERUNGSBESTANDTEILE					
Ni	Cr	Ti	Al	Fe	C
75.60%	19.50%	2.50%	1.70%	max. 1.50%	0.06%

Tabelle 2: Charakteristische Materialdaten von Nimonic 80A.

<i>Solidustemperatur</i>	1593 K
<i>Liquidustemperatur</i>	1638 K
<i>Dichte bei 293 K</i>	8152 kg·m ⁻³
<i>linearer Ausdehnungskoeffizient</i>	18.1×10 ⁻⁶ K ⁻¹ (293 -1273 K)

In der Literatur erfährt man bereits einiges über die thermophysikalischen Daten von Nimonic 80A (siehe [Betteridge et al., 1974]). Es wird aber sofort offensichtlich, dass es oberhalb von 1273 K keine gemessenen, thermophysikalischen Daten mehr gibt. Mittels ohmscher Pulsheizung und DSC-Messungen wurden die thermophysikalischen Daten und speziell die Dichte von Nimonic 80A in einem Temperaturbereich von 473 K bis 2300 K gemessen.

2. Grundlagen der Dichtebestimmung von Festkörpern

2.1 Begriffsdefinition

2.1.1 Dichte

Die Dichte d_d (siehe Gleichung (1)) ist ein aus der Masse m und aus dem Volumen V abgeleiteter Begriff, welcher es ermöglicht Stoffe zu charakterisieren. Der Index d bei d_d steht für „density“ und wird hier deshalb für die Dichte gewählt, da es andernfalls mit dem Zeichen für den Probendurchmesser sehr leicht zu Verwechslungen kommen kann.

$$d_d = \frac{m}{V} \quad (1)$$

Ganz allgemein wird die Dichte als Verhältnis von Masse m zu Volumen V bezeichnet. Allerdings besteht hier Verwechslungsgefahr mit dem früher benutzten Begriff der Wichte $\gamma = m \cdot g \cdot V^{-1}$, wobei g die Erdbeschleunigung ist. Um die Dichte eines Materials genau bestimmen zu können, ist es also notwendig einerseits die Masse und andererseits das Volumen genau zu kennen. Deshalb wird in den nächsten Abschnitten auf diese Größen genauer eingegangen und deren Messmethoden vorgestellt, beziehungsweise auf weiterführende Literatur verwiesen.

2.1.2 Masse

Die Masse wird in der Einheit Kilogramm angegeben. Wenn zwei Körper am gleichen Ort im Schwerfeld der Erde die gleiche Gewichtskraft erfahren, dann sind auch die Massen gleich. Es wird die Gewichtskraft einer Substanz mit der Gewichtskraft einer genormten Masse verglichen. Diese Normkilogramm Massen sind Kopien des internationalen Kilogramm-Prototypen, welche mit einer bezogenen erweiterten Unsicherheit von $10^{-10}\%$ angeschlossen werden. Der Prototyp ist ein Zylinder aus 90% Platin und 10% Iridium und befindet sich im Internationalen Büro für Maß und Gewicht in Sèvres bei Paris. (www.bipm.org/en/home/). Die Masse ist vom Aggregatzustand unabhängig. [Bergmann et al., 1998]

Nach dem Vergleichsschema sind Messprinzipien entstanden, welche hier nachfolgend aufgelistet werden.

Hierbei kann die unbekannte Masse mit

- der Gewichtskraft einer bekannten Masse (z.B. Balkenwaage)
- der Deformierung einer relativ weichen Feder (z.B. Federwaage)
- der Deformierung einer steifen Feder (z.B. mit einem Dehnungsmessstreifen bei elektromechanischen Waagen)
- dem Druck eines Gases (Der Druck dient als Maß für die Kraft)
- einer stromdurchflossenen Spule in einem permanenten Magnetfeld

bestimmt werden.

Es ist auch wichtig, dass es die hier angeführten Prinzipien erfordern, die jeweiligen Waagen, außer jenen, welche die Masse direkt mit einer schon geeichten Normmasse bestimmen (z.B. Balkenwaage), vom Standort abhängig¹ zu kalibrieren.

Nach diesen Prinzipien werden heute Massen gemessen. Eine sehr ausführliche Information über Wägemethoden und Unsicherheiten beim Messen von Massen können in [Profos et al., 1994] nachgelesen werden. Es ist wichtig bei der Massenbestimmung den Auftrieb in Luft² zu berücksichtigen. Misst man zum Beispiel die Masse von 1 kg Styropor und 1 kg Eisen ohne Korrektur des Auftriebs, so wird bei Betrachtung im Vakuum ersichtlich, dass die beiden vermeintlich gleich schweren Massen ungleich sind. In diesem Fall ist im Vakuum das Styropor schwerer, da dieses in Luft wegen seiner geringen Dichte (vgl. Eisen) einen weitaus größeren Auftrieb erfährt.

2.1.3 Volumen

Das Volumen ist ein Maß dafür, wie viel Platz ein Körper im Raum benötigt. Die Einheit, mit der das Volumen einer Substanz angegeben wird, ist der Kubikmeter (m^3). Es ist bekannt, dass der Liter (l) eine Volumeneinheit ist und das $1 \text{ l} = 1/1000 \text{ m}^3 = 1 \text{ dm}^3$ ist. Früher konnten Massen weit genauer als Rauminhalte gemessen werden, deshalb wurde vor 1964 ein Liter mit dem Rauminhalt gleichgesetzt, den 1 kg Wasser bei einer Temperatur von 4°C und einem Luftdruck bei Normalbedingungen einnimmt. Seit 1964 gilt: $1 \text{ Liter} = 1 \text{ dm}^3$.

Nachfolgend werden Methoden angegeben, mit denen man das Volumen eines Körpers bestimmen kann.

Messmethoden:

- *Volumen von regelmäßigen Festkörpern:* Hier kann das Volumen bestimmt werden, indem man die charakteristischen Längen misst und in Formeln einsetzt.
- *Volumen von Flüssigkeiten:* Dazu benutzt man ein Gefäß mit einem kalibrierten Volumen. Solche Gefäße sind z.B. Pyknometer, Überlaufgefäße, Messkolben, etc. Da sich das Volumen von Flüssigkeiten stark mit der Temperatur ändert, sind solche Gefäße oft mit einem Thermometer verbunden.
- *Volumen von beliebigen Festkörpern:* Es ist meistens nicht möglich, das Volumen eines beliebig geformten Körpers geometrisch zu ermitteln. Deshalb nimmt man ein Gefäß mit einem bekannten Volumen (Pyknometer), welches mit einer Flüssigkeit gefüllt ist, deren Dichte genau bekannt ist. Wenn drei Wägungen vorgenommen werden, dann ergibt sich für das Volumen des Körpers $V = (m_1 - m_2 + m_3) / d_d$. (m_1 : Masse von Gefäß mit eingefüllter Flüssigkeit; m_2 : Masse von Gefäß mit Flüssigkeit und Körper; m_3 : Masse des Körpers; d_d : Dichte der Flüssigkeit.)

[Bergmann et al., 1998]

¹ Die Erdbeschleunigung ist nicht überall gleich groß, sodass diese Waagen je nach Standort neu kalibriert werden müssen.

² $F_A = d_{d, \text{Luft}} \cdot V$; V : Volumen des Körpers; $d_{d, \text{Luft}}$: Luftdichte; $d_{d, \text{Luft}, 293 \text{ K}}$: $1.204 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$

2.2 Dichtebestimmung bei konstanter Temperatur

In diesem Kapitel werden Methoden zur Dichtebestimmung von Festkörpern vorgestellt, welche bei Raumtemperatur oder über einen sehr kleinen Temperaturbereich angewendet werden.

2.2.1 Geometrisch

Ist ein Körper regelmäßig, dann ist es möglich sein Volumen zu bestimmen indem man die Regeln der Geometrie benutzt. Wenn zusätzlich noch seine Masse bekannt ist, dann ergibt sich nach Gleichung (1) sofort seine Dichte. Diese Methode ist zwar relativ einfach, aber nicht die genaueste. Weil ein Körper niemals als perfekt angesehen werden kann, ist die Unsicherheit hier größer als bei anderen Methoden. Am genauesten sind jene Methoden, bei denen die Dichte mit Hilfe von Wägung (z.B. Pyknometer, ARCHIMEDISCHES Prinzip) bestimmt wird.

In dieser Arbeit wurde die Dichte von Nimonic 80A bei Raumtemperatur nach diesem Verfahren bestimmt. Dazu wurde ein Zylinder verwendet, welcher auf einer Drehbank erzeugt wurde, um eine regelmäßige Form sicherzustellen. Mit einer Mikrometerschraube wurde der Durchmesser und die Höhe mehrmals bestimmt und daraus jeweils ein Mittelwert gebildet. Danach wurde mit der Formel für das Zylindervolumen das Volumen berechnet. Die Masse des Zylinders wurde mit einer geeichten Waage bestimmt. Damit ergab sich nach Formel (1), die Dichte von Nimonic 80A bei Raumtemperatur.

2.2.2 Pyknometer



Abbildung 1: 2 typische Pyknometer.

Linkes Pyknometer: Pyknometer nach Gay Lussac; Rechtes Pyknometer: Blaubrand® Pyknometer mit Thermometer und Seitenkapillare.³

Ein Pyknometer (siehe Abbildung 1) ist ein Gefäß, dessen Volumen bekannt ist. Es hat ein großes Volumen, einen sehr genau eingeschliffenen Stöpsel und geht oben in eine Kapillare mit einer Strichmarkierung über. Für die Dichtebestimmung von Festkörpern wird das Pyknometer mit einer Flüssigkeit von bekannter Dichte gefüllt. Die eigentliche

³ Die Fotos stammen von der Homepage der Firma BRAND GMBH + CO KG. (www.brand.de)

Dichtebestimmung beruht auf mehreren Wägungen. Als erstes wird die Masse des mit der Flüssigkeit gefüllten Pyknometers bestimmt. Wird der Festkörper dann in das Pyknometer gesetzt, so verdrängt er Flüssigkeit. Nach drei Wägungen ergibt sich für die Masse der verdrängten Flüssigkeit:

$$\Delta m_{fl} = m_2 - (m_3 - m_1) \quad (2)$$

m_1 : Masse des Probenkörpers; m_2 : Masse des bis zur Strichmarke gefüllten Pyknometers; m_3 : Masse des bis zur Strichmarke gefüllten Pyknometers mit Probenkörper; Δm_{fl} : Masse der übergelaufenen Flüssigkeit.

Da die Dichte der Flüssigkeit bekannt ist, erhält man nun nach einfacher Rechnung aus der Masse der übergelaufenen Flüssigkeit die Dichte des Festkörpers.

$$\Delta V_{fl} = \frac{\Delta m_{fl}}{d_{d,fl}} \quad (3)$$

$$d_d = \frac{m_1}{\Delta V_{fl}} = d_{d,fl} \cdot \frac{m_1}{\Delta m_{fl}} \quad (4)$$

ΔV : Volumsänderung; $d_{d,fl}$: Dichte der Flüssigkeit; d_d : Dichte des Festkörpers.

Fehlerquellen die berücksichtigt werden müssen:

- Aufgrund der starken Volumsänderung, welche bei Flüssigkeiten während einer Temperaturänderung beobachtet werden kann, müssen die einzelnen Wägungen bei derselben Temperatur durchgeführt werden. Die meisten Pyknometer sind deshalb mit einem fixen Thermometer ausgestattet.⁴
- Weiters wurde hier der Luftauftrieb nicht berücksichtigt. Bei dieser Methode ist der Auftrieb in Luft nur bei der Wägung von m_1 zu berücksichtigen, da ja aus den beiden Pyknometerwägungen eine Differenz gebildet wird⁵. [Bergmann et al., 1952]

⁴ Eine andere Methode der Dichtebestimmung stellt auch die *Helium-Pyknometer* Methode dar. Das Pyknometer ist wieder ein Gefäß mit bekannten Volumen, welches in diesem Fall allerdings mit Helium geflutet wird. Man kennt den Druck und die Menge des Heliums, welches sich im Innenraum befindet. Dadurch kann bei bekannter Temperatur berechnet werden, welches Volumen das Helium im Innenraum einnimmt. Mit der Masse der Probe ergibt sich daraus die Dichte, von der meist pulverförmigen oder sehr porösen Probe. Diese Methode wird außerdem dazu verwendet, Hohlraumvolumina von porösen Proben zu bestimmen. Nähere Information über solche Methoden und Messgeräte können bei der Firma Micromeritics (www.micromeritics.com) eingeholt werden.

⁵ Das Volumen des Pyknometers bleibt gleich, die Masse ändert sich.

2.2.3 ARCHIMEDISCHES Prinzip – Auftriebsmethode

Prinzip von ARCHIMEDES (287 – 212 v. Chr.)

„Der Auftrieb eines Körpers in einer Flüssigkeit ist gleich der Gewichtskraft der von ihm verdrängten Flüssigkeit.“

[Bergmann et al., 1998, S 435]

Wenn man einen Körper in eine Flüssigkeit gibt, wird er je nachdem, wie groß seine Dichte im Vergleich zur Dichte der Flüssigkeit ist, entweder aufsteigen oder absinken. Das lässt sich mit Hilfe des hydrostatischen Drucks verstehen. Da eine Seite des Körpers sich tiefer in der Flüssigkeit befindet als die andere, entsteht eine Druckdifferenz, welche eine Kraft nach oben zur Folge hat. Ist nun diese Kraft größer als die Gewichtskraft des Körpers, so wird der Körper nach oben gedrückt. Ist die Kraft kleiner als die Gewichtskraft des Körpers, so sinkt er nach unten. Der Körper schwebt genau dann, wenn die von ihm verdrängte Flüssigkeit gleich schwer wie er selber ist. [Bergmann et al., 1998]

2.2.3.1 Schwebemethode

Hat man einen festen Stoff in Pulverform vorliegen, dann kann seine Dichte bestimmt werden, indem zwei Flüssigkeiten⁶ mit unterschiedlicher Dichte miteinander vermischt werden. Die Dichten der Flüssigkeiten müssen größer und kleiner als die des Pulvers sein. Wenn nun das Pulver in einem bestimmten Verhältnis der Flüssigkeiten schwebt, dann ist dessen Dichte gleich der Dichte des Gemisches. [Profos et al., 1994]

2.2.3.2 Hydrostatische Waage

Bei dieser Art der Dichtebestimmung wird der Festkörper einmal an Luft und einmal in einer Flüssigkeit mit bekannter Dichte gewogen. Bei der Wägung in Luft muss der Auftrieb in Luft berücksichtigt werden.

$$m_L = (d_d - d_{d,L}) \cdot V \quad (5)$$

$$m_{fl} = (d_d - d_{d,fl}) \cdot V \quad (6)$$

Dann wird ein Verhältnis gebildet und man erhält für die Dichte:

$$d_d = \frac{m_L \cdot d_{d,fl} - m_{fl} \cdot d_{d,L}}{m_L - m_{fl}} \quad (7)$$

$d_{d,L}$: Dichte der Luft; $d_{d,fl}$: Dichte der Flüssigkeit; m_L und m_{fl} : Masse des Körpers in Luft und Flüssigkeit.

Es ist auch bei dieser Methode notwendig die Temperatur zu messen, weil die Dichten von Flüssigkeiten nicht unwesentlich von der Temperatur abhängen. [Profos et al., 1994]

⁶ Diese müssen mischbar sein und dürfen nicht mit dem Pulver reagieren.

Eine ähnliche Methode ist die Dichtebestimmung mit einer *Federwaage nach JOLLY*. Der Körper wird je einmal in Luft und einmal in einer Flüssigkeit an eine Feder gehängt. Es wird, jeweils relativ zu einer Marke (Leergewicht), die Dehnung der Feder gemessen. Aufgrund des HOOK'schen Gesetzes weiß man, dass die Dehnung einer Feder proportional zu einer Kraft ist.

$$F = D \cdot \Delta x \quad (8)$$

F : Kraft; D : Federkonstante; Δx : Dehnung der Feder.

Hier wird die Kraft durch die Gewichtskraft des Körpers, einmal in einer Flüssigkeit und einmal in Luft, verursacht. Da sich die einzelnen Proportionalitätsfaktoren der Feder in Formel (7) kürzen, kann man bei dieser Messmethode die Längenänderung direkt in Gleichung (7) einsetzen. [Bergmann et al., 1957]

2.3 Dichtebestimmung bei variabler Temperatur

In diesem Kapitel wird gezeigt, welche Methoden es möglich machen, die Dichte eines Festkörpers vor und nach dem Schmelzen, in Abhängigkeit von der Temperatur zu messen. Im Prinzip können alle Methoden im Kapitel 2.2 auch für die Dichtemessung bei variabler Temperatur benutzt werden. Es hat sich aber gezeigt, dass andere bei variabler Temperatur besser geeignet sind. Die bekanntesten werden in diesem Kapitel angeführt.

2.3.1 Der thermische Ausdehnungskoeffizient

Will man die Längenänderung eines Eisenstabes mit 1 cm^2 Querschnitt, welcher um 100 K erwärmt wurde, mechanisch erreichen, so muss eine Kraft von 26 kN aufgewendet werden.⁷ Es ist deshalb sehr wichtig das Verhalten des Volumens eines Körpers in Abhängigkeit von der Temperatur zu kennen.

Die Antwort auf die Frage, weshalb sich ein Material überhaupt bei einer Temperaturerhöhung ausdehnt, erhält man, wenn das Wechselwirkungspotential im Feld der Atome näher betrachtet wird. Die Atomrümpfe schwingen im Potentialtopf um ihre Gleichgewichtslage. Wäre das Potential symmetrisch, dann würde sich die Lage der Atomrümpfe im Mittel nicht ändern. Wird der Potentialverlauf in Abhängigkeit des Abstandes von zwei Atomen betrachtet, so wird offensichtlich, dass das Potential asymmetrisch ist. Es wird immer größer, je näher sich die Atomrümpfe kommen und immer kleiner, je weiter sie sich voneinander entfernen. Haben die Atomrümpfe eine höhere Energie, so schwingen sie in eine Richtung weiter als in die andere. Der mittlere Abstand zwischen den Atomen wächst aufgrund dieser Asymmetrie. [Weißmantel et al., 1979]

Es hat sich gezeigt, dass die Längenänderung Δl eines Stabes mit der Länge l_0 , welcher um eine Temperaturdifferenz ΔT erwärmt wird, proportional zu seiner Länge am Anfang ist.

$$\Delta l = l_0 \cdot \alpha_1 \cdot \Delta T \quad (9)$$

$$l = l_0 \cdot (1 + \alpha_1 \cdot \Delta T) \quad (10)$$

In den Gleichungen (9) und (10) ist α_1 der lineare Ausdehnungskoeffizient für eine Richtung im Kristall. Der lineare thermische Ausdehnungskoeffizient gibt die relative Längenänderung pro Grad Erwärmung an. Im Allgemeinen ist die Ausdehnung von Kristallen, wenn sie gleichförmig erwärmt werden, anisotrop. Die thermischen Ausdehnungskoeffizienten α_{ik} bilden einen Tensor 2. Stufe, bei dem die linearen Ausdehnungskoeffizienten in der Diagonalen stehen. Die Indizes i und k stehen hier für die 3 Raumrichtungen. Für kubische Kristalle und isotrope Werkstoffe mit einem polykristallinen Gefüge oder amorpher Struktur wird der Tensor der Ausdehnungskoeffizienten zu dem Skalar α . [Weißmantel et al., 1979] Dieser ist abhängig von dem Material, aus dem der Stab besteht. Es ist möglich, dass α_1 selbst von der Temperatur abhängt. Diese Abhängigkeit kann mit Korrekturgliedern höherer Ordnung berücksichtigt werden.

$$l = l_0 \cdot (1 + \alpha_1 \cdot \Delta T + \beta_1 \cdot (\Delta T)^2 + \dots) \quad (11)$$

⁷ z.B. Eisenbahnschienen würden sich gegenseitig verbiegen, wenn man die thermische Ausdehnung bei der Montage vernachlässigen würde.

$\beta_1 \cdot \Delta T^2$ ist der Term der quadratischen Korrektur der thermischen Ausdehnung und ist im Allgemeinen klein im Vergleich zum linearen, sodass dieser meistens vernachlässigt werden kann. Hinter dem quadratischen Korrekturterm in (11) ist durch die Punktierung angedeutet, dass es auch Korrekturterme höherer Ordnung gibt, welche meistens ebenfalls vernachlässigt werden können.

Ein Körper dehnt sich ja bekanntlich nicht nur in eine Richtung aus, wenn er einer Temperaturänderung ausgesetzt wird. Die Änderung vom Volumen wird wie bei Gleichung (9) durch einen Volumenausdehnungskoeffizienten, den mittleren thermischen Raumausdehnungskoeffizienten, α_3 beschrieben.

$$\Delta V = \alpha_3 \cdot V_0 \cdot \Delta T \quad (12)$$

Wird ein isotroper Körper betrachtet, dann kann die thermische Raumausdehnung auch mit α_1 beschrieben werden. Bei einem Würfel mit der Kantenlänge l_0 erhält man dann das Volumen nach einer Temperaturänderung, indem man Gleichung (11) zur dritten Potenz nimmt.

$$\begin{aligned} V_0 &= l_0^3 \\ V &= V_0 \cdot (1 + 3 \cdot \alpha_1 \cdot \Delta T + 3 \cdot \alpha_1^2 \cdot \Delta T^2 + \alpha_1^3 \cdot \Delta T^3) \end{aligned} \quad (13)$$

Weil $\alpha_1 \Delta T$ klein gegen 1 ist, können die Terme höherer Ordnung ($3 \cdot \alpha_1^2 \cdot \Delta T^2 + \alpha_1^3 \cdot \Delta T^3$) vernachlässigt werden.

Damit ergibt sich für einen isotropen Körper, dass der thermische Raumausdehnungskoeffizient in guter Näherung dem dreifachen des linearen Ausdehnungskoeffizienten entspricht. [Bergmann et al., 1998]

2.3.2 Dichtebestimmung mittels Dilatometer in der festen und flüssigen Phase



Abbildung 2: Schubstangendilatometer mit induktivem Wegaufnehmer⁸.

Mit einem Dilatometer wird der lineare Ausdehnungskoeffizient eines Materials in Abhängigkeit von der Temperatur gemessen. Dabei wird ein vorher festgelegtes Temperaturprogramm durchgeführt und die jeweilige Längenänderung bestimmt.

Ein Dilatometer besteht im Allgemeinen aus:

- Ofen
- Probe
- Schutzrohr
- Schubstange
- Thermometer
- Wegaufnehmer

Das Schutzrohr und die Schubstange bestehen aus demselben Material. Während der Messung befindet sich die Probe im Schutzrohr, dabei wird die Schubstange mit einer gewissen Kraft gegen die Probe gepresst. Die Kraft soll nur den Kontakt der Probe mit der Schubstange gewährleisten. Dabei wird ein Wegaufnehmer zur Aufnahme und Verstärkung der meist kleinen Längenänderung Δl benutzt.

Die gebräuchlichsten Wegaufnehmer sind:

- Feinmessuhr (Genauigkeit $\Delta l = 1 \mu\text{m}$)
- Induktiver Wegaufnehmer (Genauigkeit $\Delta l = 30 \text{ nm}$)
- Dehnungsmessstreifen (Genauigkeit $\Delta l = 0.1 \mu\text{m}$)
- Kapazitiver Aufnehmer (Genauigkeit $\Delta l = 0.1 \text{ nm}$)
- Laser Interferometer (Genauigkeit $\Delta l < 0.1 \text{ nm}$)

Da sich Schubstange und Schutzrohr während der Messung auch ausdehnen, misst man „nur“ die relative Ausdehnung der Probe. Um die wirkliche Ausdehnung der Probe zu ermitteln, ist es notwendig, zu der gemessenen Ausdehnung die bekannte Ausdehnung des Schutzrohrmaterials in Probenabmessung zu addieren. [Hemminger et al., 1989]

Wird nun angenommen, dass die Ausdehnung isotrop erfolgt, dann ist es möglich nach Gleichung (13) das von der Temperatur abhängige Volumen zu berechnen und erhält daraus mit der konstanten Masse die Dichte bei der jeweiligen Temperatur.

⁸ Die Abbildung wurde aus [Hemminger et al., 1989] entnommen und modifiziert.

Auch die Ausdehnung einer Schmelze kann mit Dilatometern in Abhängigkeit von der Temperatur gemessen werden. Es ist sogar möglich, den Schmelzübergang durchgehend mit einem Dilatometer zu betrachten⁹. Es haben sich für diese Anwendung zwei Bauarten etabliert:

- Kapillardilatometer
- Schubstangendilatometer

Das Kapillardilatometer hat eine lange dünne Kapillare, welche mit einem bekannten Volumen V_0 verbunden ist. Eine Flüssigkeit nimmt im Kapillardilatometer folgendes Volumen ein:

$$V = V_0 + \pi r^2 h \quad (14)$$

r: Radius der Kapillare; h: Höhe der Flüssigkeitssäule in der Kapillare.

Wird die Temperatur verändert, so ändert sich die Höhe der Flüssigkeitssäule in der Kapillare. Damit ist es nach Gleichung (1) möglich, die Dichte der Flüssigkeit, als Funktion der Temperatur zu bestimmen. Die thermische Expansion des Behälters und der Kapillare muss bekannt sein, um die Messunsicherheit zu minimieren. Bei der Dichtebestimmung bei hoher Temperatur, z.B. Metallschmelzen, ist es meist nicht möglich transparente Kapillaren zu verwenden oder den Meniskus in der Kapillare mit freiem Auge zu beobachten. Daher muss die jeweilige Höhe mittels elektrischer Kontakte, welche von der Flüssigkeit betätigt werden, bestimmt werden. Das Prinzip des Kapillardilatometers wird im Alltag täglich in der Form von Flüssigkeitsthermometern angewandt. Hier wird über eine bekannte Dichteänderung auf die jeweilige Temperatur geschlossen.

Mit einer speziellen Art von Schubstangendilatometern ist es möglich, die thermische Ausdehnung sowohl in der festen als auch in der flüssigen Phase zu messen. Allerdings gibt es bei diesen einige Unterschiede in der Ausführung des Probenhalters. Als Probenhalter wird ein Tiegel in Zylinderform genommen, in dem ein Kolben, welcher mit der Schubstange verbunden ist, eingepasst ist. Der übrige Aufbau ist im Prinzip unverändert. Diese Anordnung macht es möglich, im Festen die lineare Ausdehnung und im Flüssigen die Volumenausdehnung zu messen. Am Schmelzübergang ist jedoch erhöhte Vorsicht geboten, weil hier durch das Schmelzen der Probe der Zylinder langsam aufgefüllt wird und eine Expansion normal zur Schubstangenrichtung in eine Expansion in Schubstangenrichtung übersetzt wird. Für einen isotropen Körper ist dann nach Gleichung (13) der Raumausdehnungskoeffizient das Dreifache des linearen Ausdehnungskoeffizienten. Um die Unsicherheit zu minimieren, muss auch hier die thermische Ausdehnung der einzelnen Komponenten berücksichtigt werden. In der festen Phase soll die Probe mit Spiel in den Zylinder eingefügt werden und in der flüssigen Phase diesen ganz ausfüllen. Voraussetzung für eine sichere Messung ist die Dichtheit des Systems. [Goodwin et al., 2003]

⁹ Mit einem Schubstangendilatometer.

2.3.3 Dichtebestimmung von Metallschmelzen mit der „Maximum Bubble Pressure“ – Methode

Diese Methode wird zur temperaturabhängigen Dichtebestimmung von Schmelzen herangezogen. Durch eine Kapillare wird in einer bestimmten Tiefe der Schmelze Inertgas eingeblasen. Gemessen werden der maximale Gasdruck bis zum Ablösen einer Gasblase und die Eintauchtiefe der Kapillare.

Um eine sphärische Gasblase mit einem Radius r in der Tiefe h in einer Flüssigkeit mit der Oberflächenspannung γ zu erzeugen, ist folgender Druck aufzubringen:

$$p = d_d \cdot g \cdot h + \frac{2 \cdot \gamma}{r} \quad (15)$$

Die beiden Drücke p_1 und p_2 , welche in den Tiefen h_1 und h_2 gebraucht werden, um Gasblasen mit dem gleichen Durchmesser zu erzeugen, werden gemessen. Daraus ergibt sich für die Dichte der Flüssigkeit:

$$d_d = \frac{p_1 - p_2}{g \cdot (h_1 - h_2)} \quad (16)$$

Diese Rechnung erfordert die Annahme, dass der Radius und die Oberflächenspannung unabhängig von der Tiefe sind. Um das für die Oberflächenspannung zu erfüllen, ist es notwendig eine möglichst homogene Temperaturverteilung in der Schmelze zu haben. Unter derselben Annahme ist es dann bei bekannter Dichte der Schmelze möglich die Oberflächenspannung der Schmelze zu bestimmen. Probleme können auftreten, wenn das Material, aus welchem die Kapillare besteht, bei hohen Temperaturen porös wird und das Gas einfach durch die Wand austritt. Um Oxidationen zu verhindern, welche die Messung verfälschen würden, muss das verwendete Inertgas hochrein sein. [Goodwin et al., 2003]

2.3.4 Levitation

Eine andere Methode, welche eine Bestimmung der Dichte von Metallschmelzen, bei variabler Temperatur ermöglicht, ist die Levitation. Bringt man eine Metallschmelze in Schwebe, so wird diese im kräftefreien Fall die Kugelform und damit eine einfache Geometrie annehmen. Das macht es möglich, die Dichte der Flüssigkeit nach Gleichung (1) zu bestimmen.

Gängige Methoden der Levitation sind:

- Akustische Levitation
- Aerodynamische Levitation
- Elektrostatische Levitation
- Elektromagnetische Levitation
- Elektromagnetische Levitation unter μg ¹⁰ (TEMPUS¹¹)
- Fallturm
- Fallrohr

¹⁰ Mikrogravitation

¹¹ Tiegfrees ElektroMagnetisches Prozessieren Unter Schwerelosigkeit

Dieser Abschnitt beschränkt sich auf die am Deutschen Luft und Raumfahrtinstitut angewandte Technik der elektromagnetischen Levitation, da mit dieser Technik auch die Dichte von Metallschmelzen bei hohen Temperaturen gemessen werden kann. Die übrigen Techniken sind nur der Vollständigkeit halber angeführt, und können in [Meister, 2000] genauer nachgelesen werden.



Abbildung 3: Spulenanordnung für elektromagnetische Levitation.

Linkes Bild: Heiz- und Positionierspule sind getrennt (TEMPUS); rechtes Bild: Einspulensystem¹².

Die elektromagnetische Levitation beruht auf der Tatsache, dass sich im Inneren einer von einem hochfrequenten Wechselstrom durchflossenen Spule ein sich änderndes Magnetfeld bildet. Dieses Feld erzeugt in einer leitenden Probe Wirbelströme, welche die Probe aufheizen. Die Lorenzkraft bewirkt, bei einer geeigneten Spulengeometrie (siehe Abbildung 3), ein Schweben der Probe. Dabei kann die Temperatur berührungslos mit einem Pyrometer bestimmt werden, welches auf der Spulenchse direkt über der Probe montiert ist. Diese Methode birgt jedoch den Nachteil, dass die Levitationsspule hier gleichzeitig auch die Heizspule ist. Das hat eine sehr starke Erhitzung der Probe aufgrund der Positionierung zur Folge. Um die Kräfte der Gravitation aufzuheben, muss immer eine gewisse Wirbelstromstärke vorhanden sein. Das führt zu einer Mindesterwärmung, sodass man bei Materialien mit einem niedrigen Schmelzpunkt zusätzlich zur Strahlungskühlung, eine Konvektionskühlung mit Kühlgas vornehmen muss, um zum Beispiel den Schmelzübergang schön zu sehen. Das birgt jedoch die Gefahr, dass die Probe verunreinigt wird. Bei TEMPUS (siehe linkes Bild in Abbildung 3) wird dieses Problem gelöst, indem die Heizspule von der Levitationsspule getrennt und das Experiment in Mikrogravitation durchgeführt wird. Damit braucht man keine starken Positionierungsfelder und die Probe wird nicht so stark erwärmt. Aus diesem Grund kann hier die Probe im Vakuum untersucht werden weil hier die Kühlung durch Strahlung ausreicht. Dadurch können auch niederschmelzende Metalle im Vakuum untersucht werden und so Reaktionen mit Gasen ausgeschlossen werden. [Meister, 2000]

Die Volumenbestimmung bei der Levitation wird mit einer Videotechnik verwirklicht. Bei der Levitation auf der Erde hat die schwebende Schmelze keine perfekte Kugelform, weil sich Gravitations- und Levitationskräfte nicht vollständig kompensieren. Aber im Gleichgewicht ist die verzerrte Kugel trotzdem rotationssymmetrisch um den Vektor des Gravitationsfeldes der Erde. So kann das Volumen erfasst werden, indem man Bilder verwendet, welche im rechten Winkel zu diesem Vektor aufgenommen wurden.

¹² Präsentation mit dem Titel *Elektromagnetische Levitation* von Egry I., Institut für Raumsimulation, DLR Köln. (www.dlr.de/rs/forschung/zeus/aktuelles/vorlesungen/Vorlesung_MaterialwissenschaftlicheExperimente/ElektromagnetischeLevitation.pdf#search=%22Elektromagnetische%20Levitation%22)

Das Volumen V eines rotationssymmetrischen Körpers wird berechnet mit:

$$V = \frac{2\pi}{3} \int_{-1}^{+1} r^3(u) du \quad (17)$$

wobei $u = \cos(\theta)$. θ ist der Winkel zwischen der vertikalen Achse und dem winkelabhängigen Radius $r(u)$. Mit der vorher gemessenen Masse und dem nach Gleichung (17) berechneten Volumen erhält man dann nach Gleichung (1), bei der jeweiligen Temperatur, die Dichte. Die Bilder werden bei konstanter Temperatur aufgenommen und dann mit einer Bildbearbeitungssoftware bearbeitet. Es wird über ca. 100 Bilder gemittelt um die Unsicherheit zu minimieren. Diese gemittelten Werte werden gefittet und mit den Fits in weiterer Folge das Volumen bestimmt. Bei dieser Methode gibt es drei Probleme:

- *Kalibration*: Man kann den Radius nur dann in einer Längeneinheit angeben, wenn ein Vergleichskörper an der exakt gleichen Stelle mit bekannten Abmessungen und bekannter thermischer Ausdehnung gegeben ist.
- *Randwerterkennung*: Ein Algorithmus erkennt in einer Pixelzeile den Übergang von dunkel auf hell und berechnet daraus den Radius. Es gibt hier mehrere Möglichkeiten, welche aber alle dasselbe Problem haben. Die Bildschärfe, das Rauschen in der Elektronik, gestreutes Licht etc. sind Einflüsse, welche sich negativ auf die Unsicherheit auswirken.
- *Bewegung der Probe*: Es gibt hier zwei Arten der Bewegung, nämlich die Bewegung des ganzen Tropfens und die Bewegung aufgrund von Oszillationen der Oberfläche.

Die Problemlösungsvorschläge für Dichtemessung mittels Levitation können in [Goodwin et al., 2003] nachgelesen werden.

2.3.5 Dichtebestimmung beim Pulsheizen mittels einer schnellen CCD – Kamera

Beim Pulsheiz-Experiment in Graz wird eine drahtförmige Probe, als Teil eines Entladungskreises, sehr schnell erwärmt. Aus diesem Grund reduziert sich hier die Dichtebestimmung auf das Beobachten des Probendurchmessers. Dabei werden schnell hintereinander und zu definierten Zeitpunkten während dem Experiment mit einer CCD – Kamera Bilder gemacht (siehe Abbildung 14), welche dann mit einer Software bearbeitet werden können. Diese Bilder werden mit den Bildern der Probe bei Raumtemperatur, welche vor dem Experiment aufgenommen wurden, verglichen.

Durch die hohe Heizrate ist es für die Probe nicht möglich axial zu expandieren. Ist die Heizrate zu niedrig, so expandiert die Probe auch axial. Dies kann man eindrucksvoll auf den Bildern erkennen, wenn die Probe knickt.

$$d_0 \hat{=} D_0 \rightarrow d(T) \hat{=} D(T) \quad (18)$$

d_0 : Durchmesser des Drahtes bei Raumtemperatur (293 K); $d(T)$: Durchmesser des Drahtes bei der Temperatur T ; D_0 : Breite des Kaltbildes in Pixel; $D(T)$: Breite des Warmbildes in Pixel.

Für die Dichte einer drahtförmigen Probe mit der Länge l ergibt sich:

$$d_{d,0} = m \cdot \frac{1}{\left(l \cdot \left(\frac{d_0}{2} \right)^2 \cdot \pi \right)} \quad (19)$$

$$d_d(T) = m \cdot \frac{1}{\left(l \cdot \left(\frac{d(T)}{2} \right)^2 \cdot \pi \right)}$$

$d_{d,0}$ Dichte bei Raumtemperatur; $d_d(T)$: Dichte bei der Temperatur T .

Damit ist es möglich, mit der konstanten Länge, aus dem Verhältnis der Durchmesser die Dichte in Abhängigkeit von der Temperatur zu bestimmen, wenn die Dichte bei Raumtemperatur bekannt ist.

$$d_d(T) = d_{d,0} \cdot \frac{d_0^2}{d(T)^2} = d_{d,0} \cdot \frac{D_0^2}{D(T)^2} \quad (20)$$

3. Messaufbau und Messgrößen

3.1 Allgemeines

Das Verfahren, welches zur Messdatenerfassung für diese Arbeit verwendet wurde, wird ganz allgemein „Pulsheizen“ genannt. Hier wird die Probe sehr schnell – Pulsartig – erhitzt. Das Experiment (siehe Abbildung 4) wurde seit seinem Aufbau in Graz schon öfters abgewandelt und verbessert.

Die Probe Nimonic 80A ist drahtförmig, mit einer typischen Länge von 70 mm und hat einen Durchmesser von $d_0 = 0.6$ mm. Diese ist Teil des Stromkreis (siehe Abbildung 4) und mit einer Kondensatorbatterie, welche als Energiereservoir dient, verbunden. Wird die Kondensatorbatterie über die Probe entladen, so wird die Probe aufgrund ihres elektrischen Widerstands erhitzt. Die Kondensatorbatterie hat eine Gesamtkapazität von $\sim 500 \mu\text{F}$ und wird vor einem Experiment auf bis zu maximal 10 kV (bei Nimonic 80A auf 6 kV) aufgeladen.

Während dem Experiment (typische Dauer von 42 μs) wird die Probe zuerst geschmolzen und dann in der flüssigen Phase weiter erhitzt, bis sie schließlich in die Gasphase übergeht und, wenn das Experiment nicht gezielt beendet wird, wegen der starken Expansion explodiert. Die kurze Experimentierdauer hat den Vorteil, dass kein Material von der Oberfläche abdampft und dass chemische Reaktionen mit der Umgebung (Luft oder reiner Stickstoff) ausgeschlossen werden können. Damit sind auch Wärmeverluste durch Abstrahlung und Konvektion innerhalb der flüssigen Probe vernachlässigbar. Man erreicht so mit dieser Methode Heizraten von bis zu 10^8 K/s. Ein sehr gewichtiger Nebeneffekt sind die bei diesem Experiment auftretenden elektromagnetischen Felder, welche eine Abschirmung notwendig machen. Alle Coax-Kabel, die zur Messdatenerfassung notwendig sind, werden mit Kupferrohren geschirmt. Weiters sind die Verstärker und Detektoren für die Pyrometersignale in einem Aluminiumkasten untergebracht. Der Raum, in welchem alle Messsignale zusammenkommen und wo sich auch die Messkarten und der Messcomputer befinden, ist ein FARADAY'scher Käfig. [Cagran, 2004]

3.2 Der Pulsheizkreis

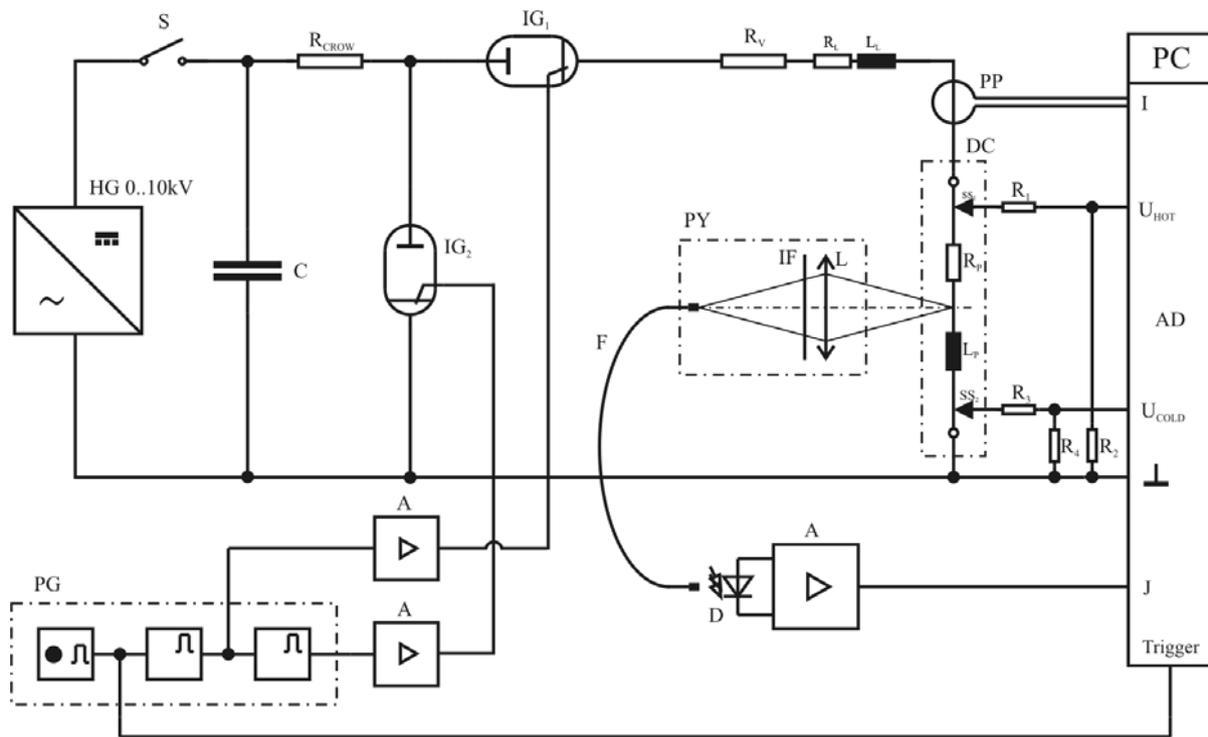


Abbildung 4: Der experimentelle Aufbau des Pulsheizkreises¹³.

S: Schalter; R_{Crow} : Kurzschlusswiderstand; $IG_{1,2}$: Start- und Löschnitron; R_V : Vorschaltwiderstand; R_L , L_L : ohmscher und induktiver Leitungswiderstand; PP: Strommesssonde (Pearson-Probe); HG: Hochspannungsgenerator; C: Kondensatorbank; PY: Pyrometer; IF: Interferenzfilter; L: Linse; R_{1-4} : Widerstände der Spannungsteiler; $SS_{1,2}$: Spannungsschneiden; R_p , L_p : ohmscher und induktiver Probenwiderstand; PG: Pulsgenerator; A: Verstärker; F: Lichtwellenleiter; D: Detektor (verschiedene Photodioden); I: Strom; U_{HOT} , U_{COLD} : Spannungsabnehmer; J: Pyrometersignal

Abbildung 4 zeigt ein Schema für den experimentellen Aufbau. Die Dichtemessung wird am gleichen Apparat durchgeführt, nur ist es der Übersicht halber besser, diese getrennt zu betrachten (siehe Abbildung 11).

Die Energie für das Pulsheizexperiment wird mit der Kondensatorbank, welche auf Hochspannung geladen wurde (bis 10 kV), bereitgestellt. Das Laden erfolgt mit einem Hochspannungstransformator. Nachdem die Kondensatorbank geladen wurde, kann das Experiment mit einem Triggerimpuls manuell gestartet werden.

„Die zeitliche Steuerung des Experiments erfolgt mit einem TTL-Impuls Generator (in Abbildung 4 mit PG gekennzeichnet), der bis zu fünf TTL-Impulse in einem exakt einstellbaren zeitlichen Abstand zueinander erzeugt. Der erste Impuls, welcher manuell ausgelöst wird, triggert die Datenerfassung.“ [Seifert, 2001, S 9] Zu der gewünschten Zeit wird dann das Triggersignal zur Zündbox geleitet. Die Zündboxen sind Bauteile, welche schnelle Schalter (Krytrons) enthalten, die einen auf 3 kV aufgeladenen Kondensator (0.25 μF) entladen. Dieser erzeugt einen Hochspannungsimpuls, welcher über einen Triggertransformator (galvanische Trennung) z.B. das Startignitron¹⁴ schaltet. Dieses schließt dann die Kondensatorbank über den Probedraht kurz. Nach einer vom Experimentator definierten Zeit wird das Experiment mit dem Löschnitron definiert beendet. Die noch vorhandene Restladung wird dann über Crowbar-Widerstände (Lastwiderstand) entladen. Die

¹³ Dieses Schema wurde abgewandelt aus [Wilthan, 2005] übernommen.

¹⁴ Diese sind besser als ein spezieller Typ von Quecksilbergleichrichter bekannt.

speziellen Schalter (Krytron¹⁵, Ignitrons¹⁶) garantieren eine exakte Zeitsteuerung. [nach Cagran, 2004] Damit der Entladekreis nicht zu schwingen beginnt, ist er stark gedämpft. Diese Dämpfung ist mit einem Vorschaltwiderstand realisiert worden. Man kann den Vorschaltwiderstand in zwei Varianten ($\frac{1}{2} \Omega$ oder $\frac{1}{4} \Omega$) in den Kreis schalten. In dieser Arbeit wurde mit einem halben Ohm gearbeitet, weil dadurch die Heizrate etwas geringer ist, und so mehr Zeit für Bilder zur Verfügung stand.

Die Zeiten für das Zünden bzw. Entladen sind individuell. Sie hängen vom Material und vom Ziel der Messung ab.

¹⁵ Die Krytrons sind Röhrenschalter, bei denen vor der Anode ein Ni63 - Strahler sitzt, damit immer genügend Ionen im Gas vorhanden sind. Erst wenn zwischen Kathode und Anode das Steuergitter einen positiven Triggerimpuls bekommt, kommt es zur Primärentladung.

¹⁶ Ignitrons können in 500 ns Ströme mit bis zu 10 kA schalten und haben eine Durchbruchspannung von 50 kV. [nach Wilthan, 2005]

3.2.1 Die Probenkammer

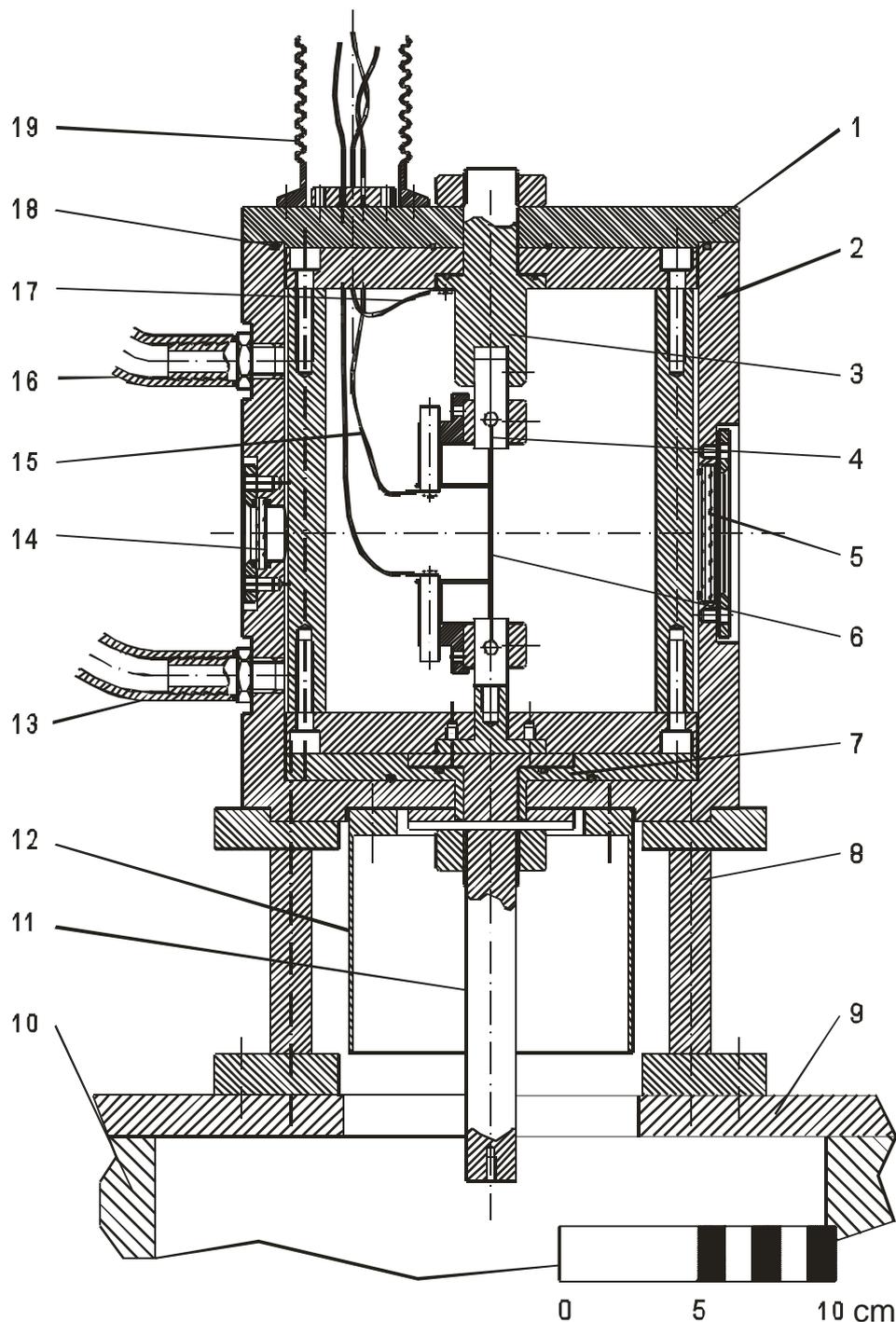


Abbildung 5: Die Probenkammer¹⁷.

1: Gehäusedeckel aus Aluminium; 2: Probengehäuse aus eloxiertem Aluminium; 3: Spannvorrichtung; 4: Probenklemme; 5: Pyrometerfenster (Glas); 6: Drahtprobe; 7: Isolierung der Stromdurchführung; 8: Halterung; 9: Aluminiumplatte zur Befestigung; 10: Betontisch; 11: Stromzuführung; 12: Stromrückführung; 13: Auslass; 14: Polarimeterfenster (BK-7); 15: Messdraht zur Spannungsschneide; 16: Schutzgaseinlass; 17: Erdpotential für die Spannungsmessung; 18: O-Ring Dichtung; 19: Vakuumschlauch zur elektromagnetischen Abschirmung.

Abbildung 5 zeigt den Querschnitt einer Probenkammer, welche der in dieser Arbeit verwendeten sehr ähnlich ist. Die verwendete Probenkammer hat keine Polarimeterfenster

¹⁷ Abbildung entnommen aus [Cagran, 2004, S. 37]

und einen kleineren Durchmesser. Anstatt der Polarimeterfenster sind im rechten Winkel zur Gefäßachse auf der Höhe des Pyrometerfensters 2 Fenster angebracht (siehe Abbildung 11), welche die Dichtemessung ermöglichen. Die Probenkammer besteht aus Aluminium und ist schwarz eloxiert. Die schwarze Eloxierung verhindert Streulicht beim Experiment und wirkt isolierend. Während dem Experiment ist die Kammer mit einem Inertgas (Stickstoff $p = 1.3$ bar) gefüllt, um Entladungen zwischen Probedraht und Probenhalter zu vermeiden und ein Verbrennen des flüssigen Metalls zu verhindern. Um nach dem Experiment einen nicht allzu großen Reinigungsaufwand zu haben, sollte die Probenkammer nach jedem Experiment gut mit Gas gespült werden. Bei einem Experiment fließt der Strom über einen Bündelstecker von unten auf die Probe zu und wird dann über die Gefäßaußenwand wieder abgeleitet. Der eigentliche Probenhalter ist als Einsatz für das Gefäß ausgeführt. Alle Teile im Stromkreis sind aus Messing, während die übrigen, zur Isolation, aus Trovidur® hergestellt sind. [Cagran, 2004]

3.2.2 Die Strommessung

Da der Messkreis eine sehr geringe Induktivität hat, erreicht der Strom in wenigen μs seinen Spitzenwert. Deshalb erfolgt die Strommessung nach dem Induktionsprinzip, mit einer so genannten Pearson-Probe (www.pearsonelectronics.com). Dabei ist das Messsignal eine zum Strom proportionale Spannung. Ein ohmscher Spannungsteiler mit einem Teilungsverhältnis von 1:60 und einem $50\ \Omega$ Abschlusswiderstand, der noch eine Halbierung des Signals nach sich zieht, ermöglicht eine Detektion mit einer Messkarte (max. Eingangsspannung ist 5 V) [Wilthan, 2005]. So ergibt sich für die von der Messkarte empfangene Spannung ein Faktor von 4868.15 A/V. Die Kalibration wurde von der Erzeugerfirma der Strommesssonde durchgeführt. Im Datenerfassungsprogramm INSIGHT wird dann das gemessene Signal abgespeichert. Erst bei der Auswertung mit dem von [Sachsenhofer, 2000] geschriebenen Programm HOTWIRE, wird dieser Faktor in der Form eines Parameters berücksichtigt. Die nächste Abbildung zeigt einen typischen Stromverlauf bei einem Experiment mit Nimonic 80A.

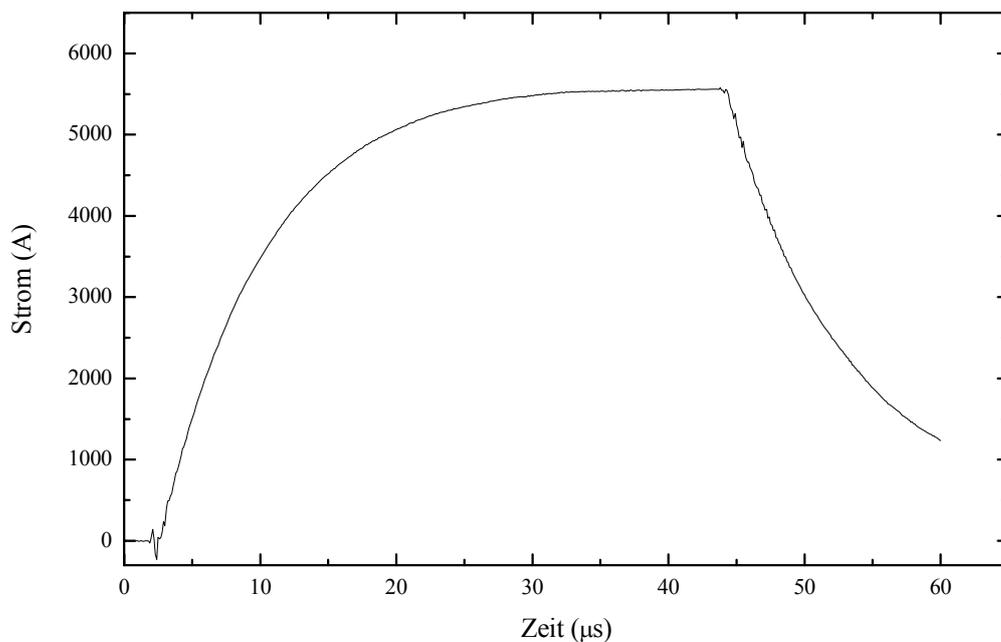


Abbildung 6: Typischer Stromverlauf eines Experiments in Abhängigkeit von der Zeit.

3.2.3 Die Bestimmung des Spannungsabfalls an der Probe

Eine weitere wichtige Messgröße ist der Spannungsabfall an der Probe. Dazu wurden Spannungsschneiden verwendet. Eine Spannungsschneide ist ein dünner Metallstreifen aus Molybdän (ca. $35 \times 5 \times 0.1$ mm). Die Spannungsschneide wird an einem Ende V-förmig eingeschnitten und mit einem gewissen Druck auf die Probe gedrückt. Diese sollte dabei aber nicht verbogen oder geknickt werden, da dies zu einem Abheben der Schneide im Experiment führt und das Messergebnis unbrauchbar macht.

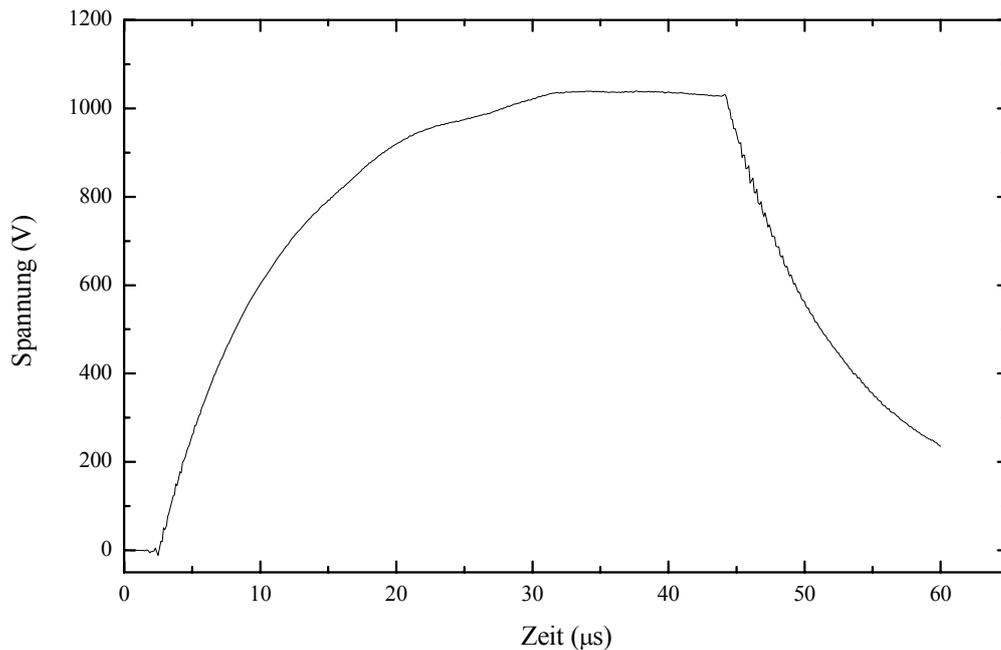


Abbildung 7: Typischer korrigierter Spannungsverlauf eines Experiments in Abhängigkeit von der Zeit.

Der Spannungsabfall an der Probe wird mit 2 Schneiden gegen Erde gemessen, wobei sich allfällige Übergangswiderstände bei der Subtraktion der beiden Werte aufheben. Damit die Messkarte nicht übersteuert, sind Spannungsteiler vorgeschaltet. Zur Unterscheidung der beiden Spannungen bürgerten sich die Namen „heiße“ und „kalte“ Spannungsschneide ein. Für die an der heißen Spannungsschneide auftretenden Spannung ergibt sich ein Teiler von 1:1033.61 und für die Kalte ein Teiler von 1:307.42. U_H und U_K sind jene Spannungen, welche die Messkarte anzeigt. Daraus wird der Spannungsabfall an der Probe U_0 berechnet:

$$U_0 = 1033,61 \cdot U_H - 307,42 \cdot U_K \quad (21)$$

U_H : Heiße Spannung – Heiße Spannungsschneide gegen Erde gemessen; U_K : Kalte Spannung – Kalte Spannungsschneide gegen Erde gemessen.

U_0 ist aber noch der unkorrigierte Wert, da hier die induktiven Anteile der Probe noch nicht berücksichtigt sind.

$$U_0 = R_p \cdot I + L_p \frac{dI}{dt} + I \frac{dL_p}{dt} \quad (22)$$

Der erste Term in Formel (22) gibt den gesuchten ohmschen Anteil vom Spannungsabfall an der Probe wieder. Term zwei geht auf den Einfluss der Eigeninduktivität L_P des Probengefäßes und der Probe ein, welcher aufgrund der hohen Änderungsrate des Stroms I hier auftritt. Der dritte Term kann im Allgemeinen vernachlässigt werden und berücksichtigt die Änderung der Eigeninduktivität der Probe. Mit dem von [Sachsenhofer, 2000] geschriebenen Programm HOTWIRE wird aus den Rohdaten der gesuchte Spannungsabfall an der Probe, unter Berücksichtigung der Korrektur nach Gleichung (22), berechnet. [Wilthan, 2005] Abbildung 7 zeigt einen typischen korrigierten Spannungsverlauf bei einem Experiment mit Nimonic 80A.

3.2.4 Die Strahlungsintensität

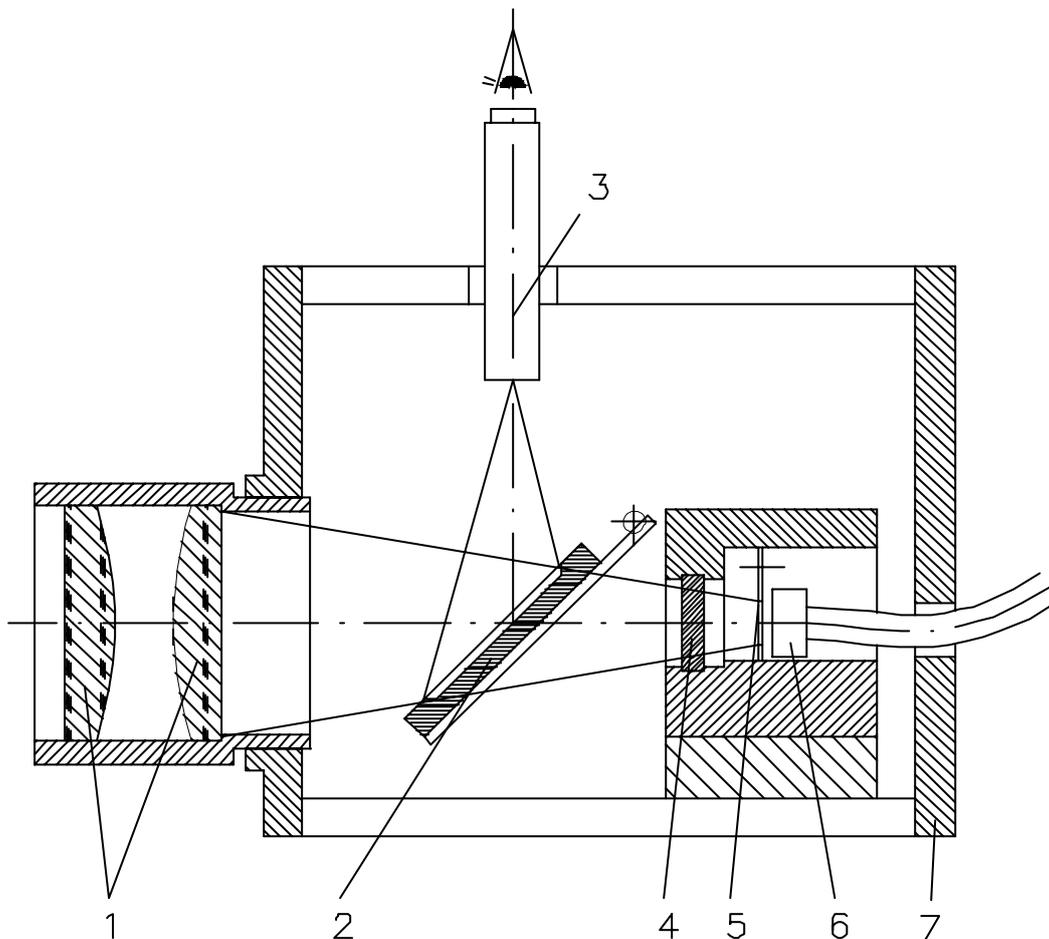


Abbildung 8: Schematischer Querschnitt des Pyrometers¹⁸.

1: Linsensystem bestehend aus Doppelachromat; 2: Klappbarer Justagespiegel; 3: Mikroskop; 4: Interferenzfilter; 5: Spaltblende; 6: Lichtleiter; 7: Gehäuse.

„Die Temperaturmessung mit Hilfe eines optischen Strahlungs-pyrometers ist die einzige Möglichkeit, den Temperaturbereich von ca. 1000 K bis zu 10.000 K abzudecken. Außerdem bietet sie den Vorteil, dass sie die zu messende Probe vernachlässigbar gering beeinflusst und darüber hinaus ist sie in der Lage schnellen Temperaturänderungen zu folgen.“ [Seifert, 1996, S 15] Das von der Probenoberfläche kommende Licht passiert zuerst ein Linsensystem, welches es auf die Detektoreinheit abbildet. Nach dem Linsensystem ist ein wellenlängenselektives Element (Interferenzfilter) montiert, das nur für die gewünschte

¹⁸ Dieses Bild wurde aus [Cagran, 2004, S 40] übernommen.

Wellenlänge durchlässig ist¹⁹. Um Beugungen und Reflexionen zu vermeiden, ist vor der Detektoreinheit zusätzlich eine Spaltblende angebracht. Bei dem in dieser Arbeit verwendeten Pyrometer ist die Detektoreinheit in einem anderen Gehäuse untergebracht, welches über einen Lichtwellenleiter mit dem Pyrometer verbunden ist. Das Licht trifft das rechteckige²⁰ Ende des Lichtleiters. Von dort wird es über den Lichtleiter zur Photodiode gebracht und detektiert. Dieses elektrische Signal wird verstärkt und gelangt dann über geschirmte Leitungen in den FARADAY – Raum, zum Messcomputer mit der Messkarte.

Das Pyrometer ist auf einem horizontal und vertikal verstellbaren Tischchen platziert. Bei jedem Experiment ist es notwendig das Pyrometer neu zu justieren, da die Probe nicht jedes Mal auf der exakt gleichen Stelle steht. Das wird mit dem Justage – Spiegel gemacht. Dieser bringt, in herunter geklappter Position, das Bild des Probenausschnitts in die Gegenstandsebene des Messmikroskops. Damit ist es möglich, das Pyrometer durch Verstellen des Tischchens scharf zu stellen. Nach dem Scharfstellen sollte der Justagespiegel wieder in die obere Position gebracht werden, da sonst die Photodiode kein Signal bekommt.

In dieser Arbeit wurde mit dem „1570 nm Pyrometer“ gearbeitet.

Tabelle 3: Charakterisierung des Interferenzfilters und der Diode des „1570 Pyrometers“.

Interferenzfilter	$\lambda_0=1569.5 \text{ nm}$	$\Delta\lambda=83.6 \text{ nm}$
Photodiode	InGaAs ²¹	$\lambda_{s, \text{max}} =1550 \text{ nm}^{22}$

λ_0 : Zentralwellenlänge des Interferenzfilters; $\Delta\lambda$: Bandbreite.

[Cagran, 2004]

¹⁹ Siehe Tabelle 3.

²⁰ Diese Form wurde gewählt, weil das einfallende Licht durch eine, der Probenform entsprechend, rechteckige Blende geht und auf diese Weise mehr Licht detektiert wird. Das andere Ende des Lichtleiters ist kreisrund.

²¹ long wavelength type

²² $\lambda_{s, \text{max}}$... Bereich der maximalen spektralen Empfindlichkeit

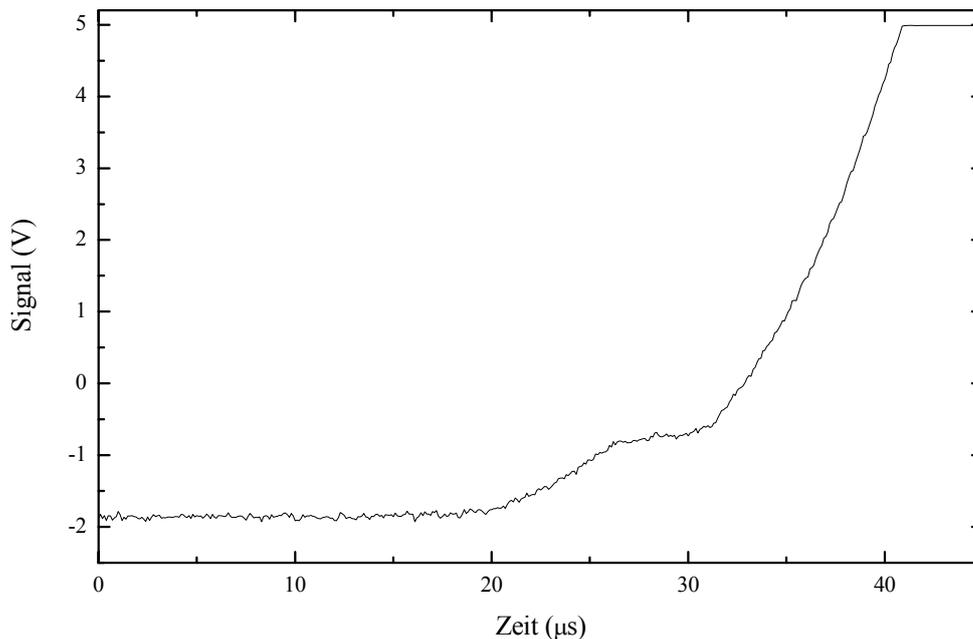


Abbildung 9: Ein typisches Pyrometersignal bei einem Experiment in Abhängigkeit von der Zeit.

Abbildung 9 zeigt ein typisches Pyrometersignal für Nimonic 80A. Man sieht deutlich, dass bei $27 \mu\text{s}$ das Material einen Phasenübergang hat. Dies ist der Schmelzübergang, mit welchem die Temperaturzuordnung kalibriert wird. Weiters kann man erkennen, dass das Pyrometer ab ca. $40 \mu\text{s}$ übersteuert. Ab diesem Zeitpunkt kann keine Temperatur mehr zugeordnet werden. Die Ordinate hat, der Messkarte entsprechend, Volt als Einheit. Eine Temperaturzuordnung wird mit dem PLANCKschen Strahlungsgesetz bewerkstelligt und im Abschnitt Temperatur näher beschrieben. Im Messbetrieb erfolgt die Temperaturzuordnung mit dem von [Sachsenhofer, 2000] geschriebenen Programm HOTWIRE. Genauere Details zu den einzelnen Komponenten sind ausführlich in [Cagran, 2004] beschrieben.

Zur Zeit dieser Diplomarbeit war es noch nicht möglich die Dichteänderung gleichzeitig mit der Temperaturänderung zu messen. Es wurde daher die Expansionsmessung getrennt von der Temperaturmessung durchgeführt. Die Kombination dieser Datensätze erfolgte über die spezifische Enthalpie.

3.3 DSC

Das 1570 nm-Pyrometer ist unterhalb einer Einsatztemperatur von ~ 1100 K „blind“, da unterhalb dieser Temperatur die Strahlungsintensität zu gering ist, um detektiert zu werden. Die Spannung und die Strommessung liefern aber auch bei niederen Temperaturwerten Information. Zur Vervollständigung der thermophysikalischen Daten von Nimonic 80A über einen Temperaturbereich von $473 \text{ K} < T < 2300 \text{ K}$, wurden auch Daten von einem Differential Scanning Calorimeter (DSC) hinzugenommen, um diese mit den Daten aus dem Pulsheizexperiment zu kombinieren.

Die DSC, welche am Institut für Experimentalphysik in Graz benutzt wird, ist eine Hochtemperatur DSC (DSC-404) der Fa. Netzsch.

Dabei wird das Probenmaterial einem geregelten Temperatur-Zeitprogramm unterworfen und mit einer Referenz verglichen. Durch Vergleich ergibt sich dann auch die von der Probe bei der jeweiligen Temperatur aufgenommene Wärmemenge. Dabei wird der Ofen mit einer konstanten Heizrate aufgeheizt, wobei die Probenbehälter symmetrisch zum Mittelpunkt positioniert sind. Die Tiegel, in denen die zylinderförmigen Proben platziert werden, sind auf eine sehr gut wärmeleitende Scheibe, in welcher die Thermolemente integriert sind, aufgesetzt. Gemessen wird dann ein Signal, welches der Temperaturdifferenz zwischen Probe und Referenz entsprechend, aufgrund von verschiedenen Wärmekapazitäten, proportional ist.

Die Messung zur Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität besteht aus drei Einzelmessungen. „Der erste Durchlauf der Heizkurve dient zur Bestimmung der Leerkurve. Alle Abweichungen von der theoretischen Nulllinie, verursacht durch unsymmetrische Tiegelmassen oder Platzierung sowie gerätespezifische Einzelheiten, werden damit erfasst und es ist dadurch eine Korrektur der nachfolgenden Messdaten möglich. Die Wiederholbarkeit dieser Messung ist somit in hohem Maße für die erreichbare Genauigkeit verantwortlich.“ [Wilthan, 2002, S 11]

Es gehen neben den Kalibrationsdaten der DSC auch die Massen der Referenz m_{Standard} und der Probe m_{Probe} in die, aus dem Signal berechnete, Wärmekapazität ein. Damit ergibt sich für die spezifische Wärmekapazität [Wilthan, 2002]:

$$c_{p,Probe} = \frac{m_{\text{Standard}}}{m_{\text{Probe}}} \cdot \frac{\Phi_{\text{Probe}} - \Phi_{\text{leer}}}{\Phi_{\text{Standard}} - \Phi_{\text{leer}}} \cdot c_{p,Standard} \quad (23)$$

$c_{p,Probe}$, $c_{p,Standard}$: Wärmekapazität der Probe und des Standards; Φ_{Probe} : Signal des Proben – Materials; Φ_{Standard} : Signal des Standard; Φ_{leer} : Leersignal.

3.4 Längen- und Durchmesserbestimmung

Es ist für die Bestimmung der spezifischen Enthalpie und des spezifischen elektrischen Widerstands wichtig das Volumen der Probe bei Raumtemperatur zu kennen. Dazu wird der Abstand l zwischen den Spannungsschneiden mit einem Meßkathetometer²³ bestimmt. Zur Bestimmung des Probendurchmessers wird ein Lasermikrometer²⁴ verwendet. Der Messkopf ermöglicht eine Messung mit einer Unsicherheit von bis zu $\pm 0.5 \mu\text{m}$. [Wilthan, 2005] Für Nimonic 80A wurde an verschiedenen Stellen der Probe Messungen vorgenommen um mit diesen einen Mittelwert zu bilden.

3.5 Die Dichtebestimmung mittels einer schnellen CCD - Kamera

3.5.1 Die Bestandteile der Kamera

Das zentrale Element des Kamerasystems ist der CCD-Chip von der Firma THOMSON COMPOSANTS MILITAIRES ET SPATIAUX mit der Seriennummer TH 7863A. Dieser wurde von der Fa. Theta Systems so umgebaut, dass nur ein Teil belichtet werden kann. Das ermöglicht mit einer speziellen Steuerungselektronik, ein Abspeichern von Bildern der Größe von 32×384 Pixel, im Mikrosekundenbereich. Um eine definierte Belichtungszeit des Chips zu gewährleisten, ist vor dem Chip eine Multichannelplate montiert, welche das Blitzlicht in eine Ladung umwandelt und damit, nach einer Beschleunigung derselben, einen Phosphorschirm zum Leuchten bringt. Die Multichannelplate ermöglicht durch Regeln der Spannung, auch eine Verstärkung des Signals. Das Bild am Phosphorschirm wird nun mit zwei Linsensystemen, welche es 1:1 abbilden, auf die fotoaktive Schicht des Chips abgebildet.

3.5.1.1 Bildverstärkung: Die Multichannelplate

Die Multichannelplate (MCP) ist ein Produkt der Fa. Photonis DEP (www.dep.nl). Es ist eine GEN II MCP mit der Artikelnummer XX1450 und hat einen Durchmesser von 18 mm. Die Eintritt- und Austrittsfenster der MCP (siehe Abbildung 10) sind jeweils aus einer Faseroptik. Auf der abgewandten Seite der Probe ist ein P46²⁵ Phosphorschirm. Dieser Phosphorschirm klingt in $2 \mu\text{s}$ von 100 auf 1% der maximalen Leuchtstärke ab. Das ist notwendig für die hohe Bildwiederholungsfrequenz. Die Integration der MCP in das Kamerasystem wurde von der Fa. PCO AG (www.pco.de) durchgeführt.

Die Verstärkung und die Regelung werden durch zwei Module, die Module *HVMCP* und *HVP2N*, möglich gemacht. Beide Module stammen von der Fa. PCO AG.

²³ Mit einem Skalenteiler von 2/100 mm

²⁴ Lasermikrometer: LS-7010 der Fa. Keyence

²⁵ P46 ist eine Klassifizierung für den Phosphor der am Schirm aufgebracht ist.

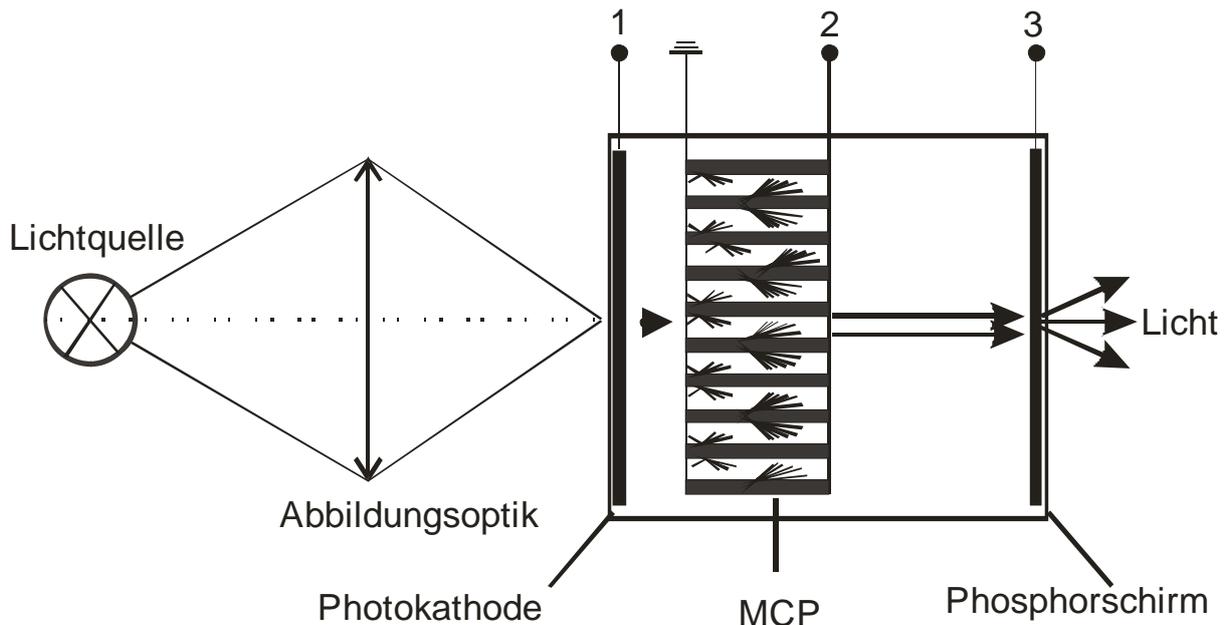


Abbildung 10: Schemaskizze des MCP – Systems der Fa. PCO²⁶.

1: Verschluss, Auf/Zu mit -180 V/ +80 V gesteuert mit HVP2N; 2: 0 ... 900 V, Verstärkungsspannung; 3: Nachbeschleunigung mit 6 kV, 2 und 3 werden mit HVMCP gesteuert.

Das *Modul HVP2N* ist ein „Pulser for Micro Channel Plate Image Intensifiers“ und hat die Aufgabe die MCP zu öffnen (Ausgangsspannung: -180 V) und zu schließen (Ausgangsspannung: +80 V). Mittels eines TTL-Pulses wird dieses Modul, und damit die Belichtungszeit gesteuert.

Das *Modul HVMCP* ist für die Betriebsspannung der MCP zuständig und liefert eine Phosphorspannung von 6 kV und eine regelbare MCP Spannung, zur Verstärkung des Signals, von 0-900 V. Die MCP Spannung wird mit einem Digitalpotentiometer (0-3 V) geregelt.

Das Licht löst auf der Photokathode Photoelektronen aus. Diese treffen auf die einzelnen Kanäle der MCP, in welchen sie durch Sekundärelektronenvervielfachung vermehrt werden und dann in weiterer Folge auf den Phosphorschirm beschleunigt werden. Zur Vereinfachung ist das MCP-System mit einer Fiberoptik ausgestattet, um die Bildebene aus dem Inneren des Systems auf die Oberfläche zu verlegen. Das ermöglicht eine einfachere Einbindung der restlichen Kamerasysteme. Die Photokathode ist sehr empfindlich gegen zu große Lichtstärken. Es ist daher besser mit einer geringeren Intensität der Lichtquelle und hoher Verstärkung der MCP zu arbeiten. [PCO]

3.5.1.2 Der Chip

Der Chip ist ein „Frame Transfer CCD Image Sensor“ mit 576×384 Pixel. Dieser Chip ist nur bis auf einen 32×384 Pixel großen Bereich abgedeckt. Der für die Belichtung vorgesehene Bereich sind die ersten 32 Pixelzeilen des Chips. Damit wird das Bild nur auf diesen Bereich des Chips abgebildet. Die übrige Fläche des Chips wird als Speicher verwendet.

²⁶ Dieses Schema wurde abgewandelt aus [PCO] entnommen.

3.5.2 Optischer Aufbau und Justage

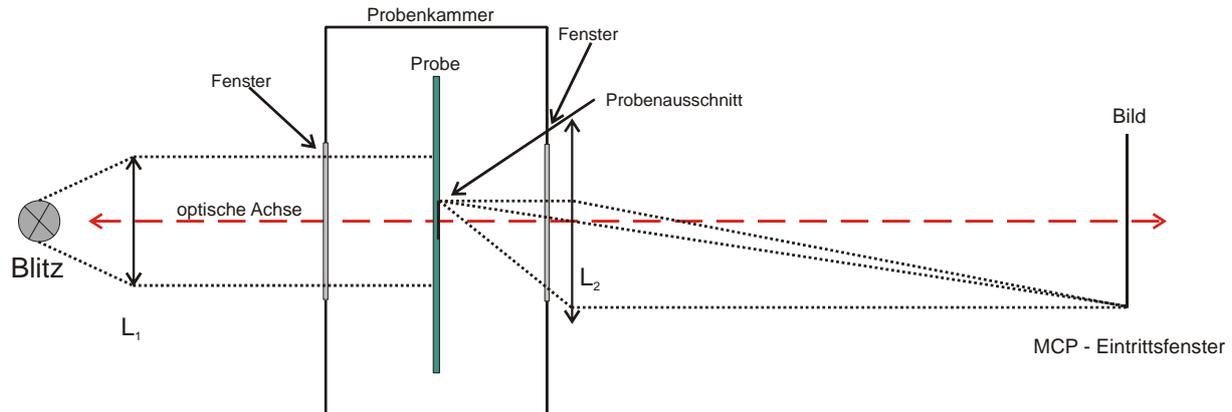


Abbildung 11: Schematische Anordnung für die Dichtemessung.

Das System Blitz-Probenkammer-Kamera ist auf einer Achse montiert. Diese Achse fällt mit den optischen Achsen der beiden Sammellinsen L_1 ($f = 60 \text{ mm}$) und L_2 ($f = 80 \text{ mm}$) zusammen. L_1 wird so justiert, dass damit das divergente Licht der Blitzlampe das Eintrittsfenster, und damit die Probe, gleichmäßig ausleuchtet. L_2 bildet nun das Schattenbild der Probe (diese steht kurz vor dem linken Brennpunkt von L_2) auf das Eintrittsfenster der MCP ab. Dabei ist die Bildweite L_2 -MCP maßgeblich für das Auswerten der Dichte. Bei den Nimonic 80A Proben ($d = 0.6 \text{ mm}$) ergab sich eine Vergrößerung um den Faktor 13 (Bild auf der MCP: $d \sim 8 \text{ mm}$). Bei dünnen Proben sollte die Bildweite größer sein um ein besseres Pixel/Durchmesser-Verhältnis zu bekommen. Zu groß darf allerdings die Vergrößerung auch nicht sein, da sonst das Bild der expandierenden Probe größer als das Eintrittsfenster der MCP ist. Die Grobjustage der einzelnen Komponenten erfolgt mit einem Laserstrahl, welcher mit der Probe und der MCP die optische Achse vorgibt. Die einzelnen Linsen werden dann nach der optischen Achse ausgerichtet. Im Live-Bild Modus (hier ist zusätzlich eine Lichtquelle notwendig) wird dann scharf gestellt. Das geschieht, indem in der WinSIS²⁷ Software das Profil des aktuellen Bildes betrachtet wird. Dabei gilt: Je steiler die Flanke ist, desto besser ist das Bild. Da man beim Justieren im Live-Bild Modus den Blitz nicht benutzt, ist es notwendig, vor dem Experiment den Blitz auch noch optimal vor L_1 zu platzieren, um maximale Intensität zu erlangen. Das geschieht dann im normalen Kamera Modus. Führt man mehrere Experimente hintereinander durch, dann steht die Probe meist an „fast“ der gleichen Stelle in der Probenkammer, sodass dann „nur“ mehr L_2 nachjustiert werden muss. Das ermöglicht die Justage im normalen Kamera Modus, indem man das Profil vom aktuellen Bild betrachtet und L_2 verschiebt.

3.5.3 Betrieb der Kamera

Die Kamera kann in 2 Betriebsarten betrieben werden. Die eine ist der normale Kameramodus, welcher beim Pulsheizexperiment genutzt wird. Die andere ist der Live-Bild Modus. Dieser liefert ein Echt-Zeit Bild von der Probe. Bei beiden Betriebsarten wird das Bild zum Bildverarbeitungsprogramm WinSIS übertragen.

²⁷ Diese Software wird für die Auswertung benötigt.

3.5.3.1 Kameramodus

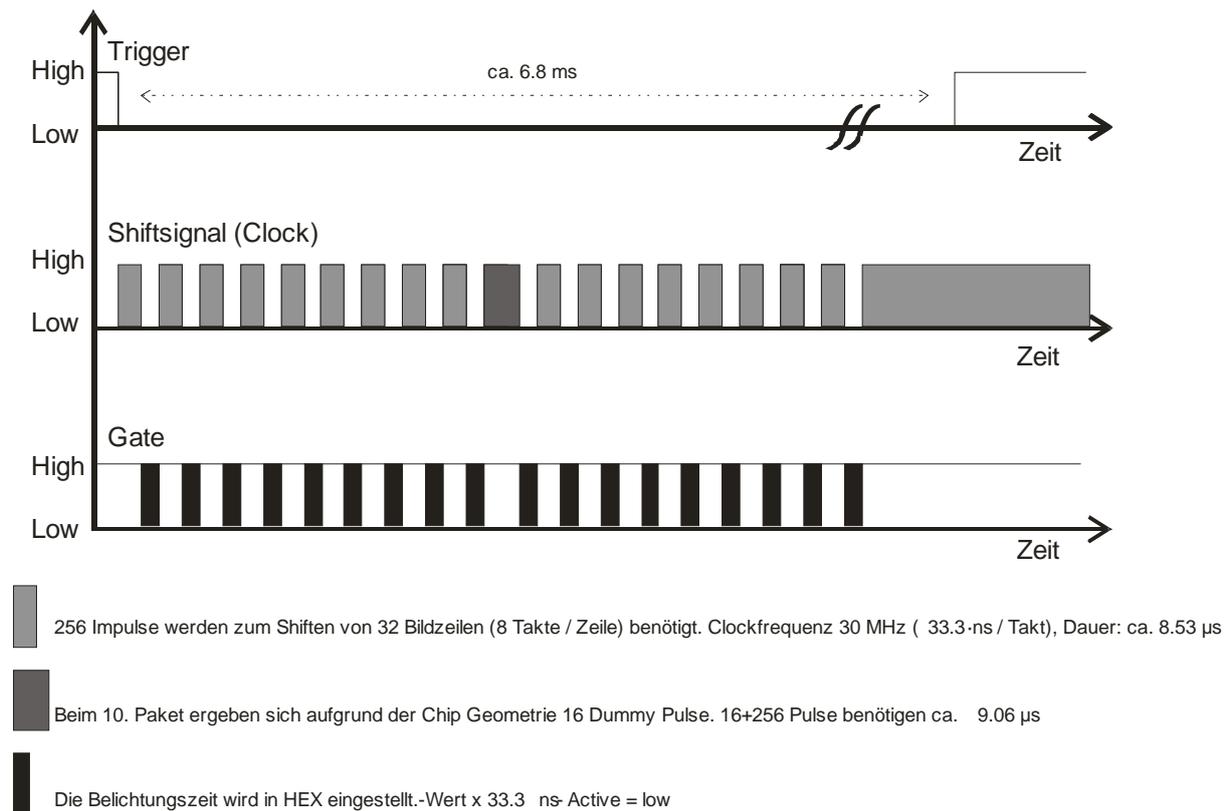


Abbildung 12: Zeitschema der Bildverarbeitungsvorgänge.

Die Kamera wird bei einem Experiment von dem in Abschnitt 3.2 angesprochenen TTL-Impuls Generator angesteuert. Drei Impulse sind notwendig um ein erfolgreiches Experiment durchführen. Der erste Impuls steuert die Auslösung des Hintergrundblitzes. Weil die Intensität des Blitzes nach ca. 200 μs einen konstanten Wert erreicht, beginnt das Experiment erst um 200 μs später, um eine gleichmäßige Hintergrundbeleuchtung zu garantieren. Der nächste Impuls, dieser muss noch vor dem Startsignal kommen, macht bei der Kamerasteuerung einen Reset, damit diese sich im Ready-Status befindet. Zum gewünschten Zeitpunkt wird dann die Kamera gestartet (siehe Abbildung 12). Das Triggersignal geht dann von High auf Low²⁸, die interne Clock (30 MHz) fängt an zu zählen und die Kamera beginnt als erstes mit 256 Shiftimpulsen. Diese lesen den lichtempfindlichen Teil des Chips aus und machen ihn für die erste Belichtung bereit. Danach wird sofort das Gate Signal, der Belichtungsdauer entsprechend, vom Pegel High auf Low geschaltet²⁹. Bei den Experimenten mit Nimonic 80A hat sich eine Belichtungsdauer von HEX = C (Anzahl der Takte) bewährt. Rechnet man den HEX Wert in das Dezimalsystem um, dann erhält man den Wert 12. Bei einer Clock Frequenz von 30 MHz (1 Takt = 33.3 ns) ergibt sich dann für die Belichtungsdauer ein Wert von $12 \times 33.3 \text{ ns} = 399.6 \text{ ns}$. Nach dem Belichten wird das Bild am Chip in den abgedeckten Bereich des Chips geschiftet. Dieser Vorgang wird nun so lange wiederholt, bis der gesamte Chip voll geschrieben ist. Danach wird der Speicher langsam ausgelesen und zur Messkarte am Computer geschickt. Das Bild kann dann am PC mit der Bildbearbeitungssoftware WinSIS bearbeitet werden.

²⁸Die Zeitspanne zwischen Startsignal und Triggersignal beträgt 0.3 μs

²⁹Die Schaltzeit beträgt 80 ns.

In Tabelle 4 sind die Einstellungen der Kamerasteuerung für den Kameramodus angeführt.

Tabelle 4: Parametereinstellung für den Kamera Modus.

Bezeichnung	Einstellung	Bemerkung
CFD	0 oder 8-F	Ist eine Teilung der internen Clock. Die beiden Einstellungen sind nicht belegt.
int. / ext.	ext.	Auswahl der verwendeten Clock
DFT	Ein	Aufgrund der Chip Struktur
Grüne LED		Wird mit Reset eingeschaltet. Die Kamera ist bereit
Gelbe LED		Die Impulsfolge wird verarbeitet.
Rote LED		Die Impulsfolge ist abgelaufen, das Experiment ist beendet.
On / Off ext. Trigger	On	
BEL. Zeit	HEX - Wert	Belichtungszeit in Hexadezimalsystem. Wert \times 33.3 ns (30 MHz) ergibt dann die Belichtungsdauer.
Start/ Reset		Die beiden Stecker müssen belegt sein, damit die Kamera von außen getriggert werden kann. (Ein Reset ist auch manuell möglich (siehe Grüne LED)).
CLOCK		Die beiden Stecker müssen verbunden sein, damit der Chip im gleichen Takt wie die MCP ist.
MCP - Drehregler	Wert	Dort wird die gewünschte MCP Verstärkerspannung eingestellt. In dieser Arbeit wurde 255 benutzt.
On/Off - MCP	On	Das Gate Kabel muss angesteckt sein

3.5.3.2 Der Live – Bild Modus

In der nachfolgenden Tabelle 5 sind die Einstellungen für den Live-Bild Modus angegeben. Die Schalter oder Stecker, welche die Funktion dieses Modus nicht einschränken, sind hier nicht mehr angeführt. Im Live-Bild Modus ist die MCP offen, dh., der Chip wird andauernd belichtet und mit einer Taktfrequenz von 8 MHz ausgelesen. Dieses Bild wird am Computer im Programm WinSIS in einem Framing Modus dargestellt.

Tabelle 5: Parametereinstellung für den Live - Bild Modus.

Bezeichnung	Einstellung	Bemerkung
CFD	0 oder 8-F	Ist eine Teilung der internen Clock. Die beiden Einstellungen sind nicht belegt.
int. / ext.	int.	Auswahl der verwendeten Clock
DFT	Ein	Aufgrund der Chip Struktur
On / Off ext. Trigger	Off	
On/Off - MCP	On	Die MCP muss offen sein.

3.5.4 Expansionsmessung

Die Expansionsmessung erfolgt durch Vergleich. Vor dem Experiment wird ein Kaltbild aufgenommen, welches als Referenz für das während des Experiments aufgenommene Heißbild dient. Um die Bilder richtig zuzuordnen zu können, müssen die Zeitpunkte der Belichtung exakt bekannt sein. Diese Zeitpunkte ergeben sich als Summe der Zeitspannen der einzelnen Schritte, welche zu einem Bild gehören. Die Kamera bekommt bei 200 μ s das Startsignal. Mit einer festgelegten Belichtungsdauer sind die Zeitpunkte der Bilder fix. Durch das Verschieben des Experimentstarts (siehe Abbildung 13), indem man den Ignitronstartzeitpunkt verändert, ist es möglich die expandierende Probe bei verschiedenen Zeitpunkten zu fotografieren.

Die Bildzeitpunkte sind durch folgende Größen festgelegt:

- Kamerastart
- Signallaufzeiten
- Belichtungszeit
- Dauer des Speichervorgangs auf dem Chip (Shiftvorgang)

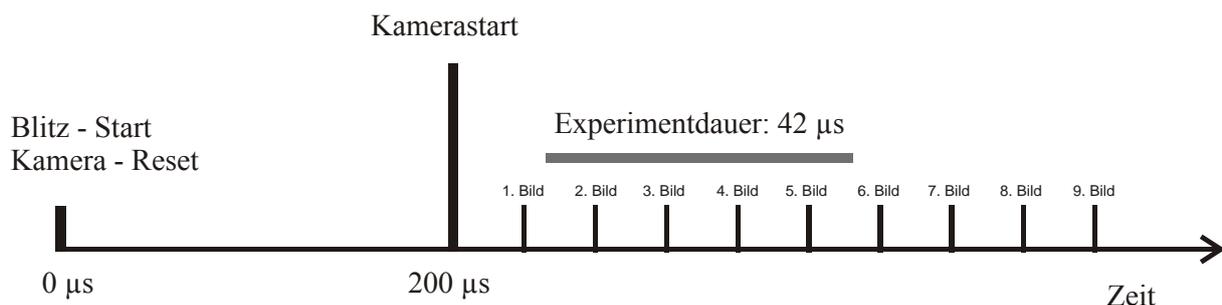


Abbildung 13: Schematische zeitliche Abfolge bei einem Experiment mit Expansionsmessung.

In Abbildung 14 sieht man 6 Bilder von einem Experiment mit Nimonic 80A wie sie in WinSIS dargestellt werden.

Das Bildbearbeitungsprogramm WinSIS ermöglicht eine Darstellung des Bildes mit einem besseren Kontrast und einen Export des Bildes als ASCII-File. Das dargestellte Bild besteht aus den 18 zeitlich versetzten Bildern. Aufgrund der kurzen Experimentierdauer sind aber nur 6 Bilder auswertbar, da danach die Probe schon verdampft ist.



Abbildung 14: Typisches Bild zur Expansionsmessung bei Nimonic 80A mit eingezeichneten Einzelbildern.

3.5.4.1 Auswertung durch Pixelzählen

WinSIS speichert den gesamten Inhalt des Chips in ein Bild. Deshalb ist es notwendig die Intensitätswerte der einzelnen Pixel in einem weiteren Schritt zu separieren und den einzelnen Bildern (32×384 Pixel) zuzuordnen. Es ist darauf zu achten, dass das erste und das letzte Bild in WinSIS nur über 30 Pixelzeilen verfügt und so das dargestellte Bild nur 572 Pixelzeilen hat. Das Intensitätsprofil eines Bildes wird durch Summierung über die 32 Zeilen eines Bildes erhalten. Diese Schritte wurden automatisiert, indem in WinSIS das Bild als ASCII abgespeichert und mit dem Matlab Programm „Spaltbild“ die Separierung und Summierung vorgenommen wurde. Die weitere Auswertung erfolgte mit dem Programm Origin. Dort wurde die Breite der einzelnen Intensitätsprofile auf halber Höhe des Profils bestimmt. Dazu wurde am Maximum und am Minimum jeweils eine Waagrechte in das Profil gelegt. Auf halber Höhe zwischen den beiden Werten wurde eine dritte Waagrechte hineingelegt und dann die Schnittpunkte gemessen. Die Differenz der beiden x – Werte der Schnittpunkte liefert den Durchmesser der Probe in Pixel. Bei einem Probendurchmesser von 0.6 mm ergibt sich bei dem in Abbildung 15 dargestellten Bild (Breite des Profils = 165 Pixel) ein Verhältnis von $3.6 \cdot 10^{-3}$ mm/Pixel. Dadurch werden sehr kleine Änderungen im Durchmesser gut messbar.

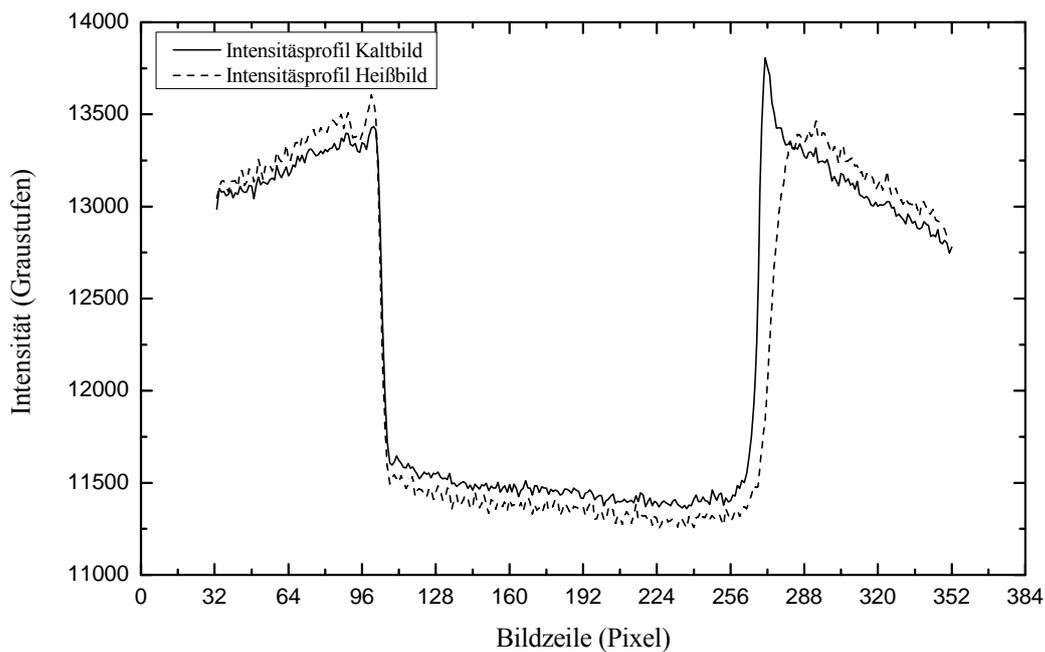


Abbildung 15: Vergleich der Intensitätsverteilung zwischen Kalt- und Heißbild.

Abbildung 15 zeigt zwei typische Intensitätsprofile. Die Randpixel sind hier nicht abgebildet.

4. Datenauswertung

In diesem Abschnitt wird die Berechnung der thermophysikalischen Daten aus den Messgrößen erklärt. Abbildung 16 zeigt ein Schema, wie aus den gemessenen Größen³⁰ die thermophysikalischen Daten der Probe abgeleitet werden.

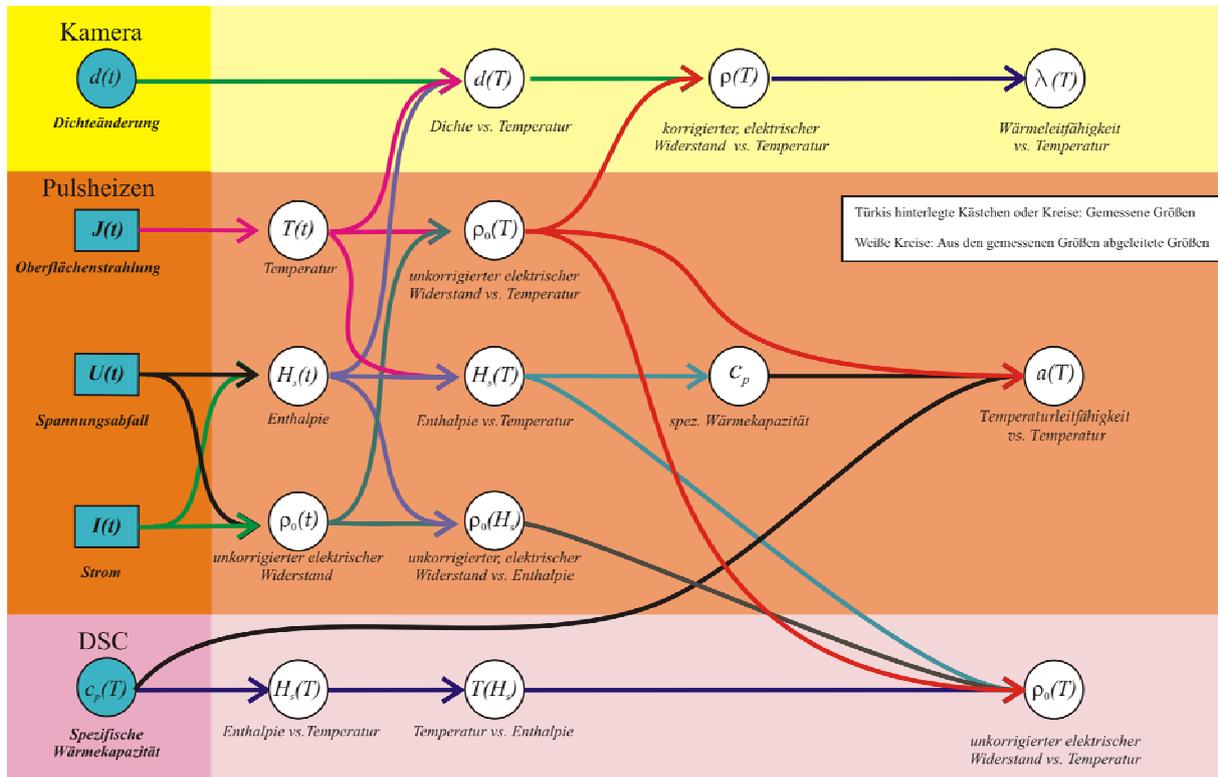


Abbildung 16: Flussdiagramm der gemessenen Daten und die daraus berechneten Größen.

d : Dichte; ρ_0 : unkorrigierter spez. el. Widerstand; ρ : korrigierter spez. el. Widerstand; λ : Wärmeleitfähigkeit; J : Oberflächenstrahlung; U : Spannungsabfall; I : Strom; c_p : spezifische Wärmekapazität; T : Temperatur; H_s : spezifische Enthalpie; a : Temperaturleitfähigkeit.

4.1 Die spezifische Enthalpie

Die Probe wird durch die eingebrachte elektrische Energie aufgrund ihres elektrischen Widerstands erwärmt. Da das Experiment bei annähernd konstantem Umgebungsdruck erfolgt, werden isobare Verhältnisse angenommen.

$$H = U + p \cdot V \rightarrow dH = dU + p \cdot dV + V \cdot dp \quad (24)$$

Mit dem 1. Hauptsatz der Wärmelehre ergibt sich weiters:

$$dH = dQ + V \cdot dp \xrightarrow{dp=0!} dH = dQ \quad (25)$$

H : Enthalpie; U : innere Energie; p : Druck; V : Volumen, Q : Wärme.

³⁰ In dieser Grafik ist die Durchmesser- und Längenbestimmung der Einfachheit halber nicht dargestellt.

Daraus ist zu erkennen, dass bei einem isobaren Prozess die Änderung der Enthalpie gleich der zugeführten Wärme ist. Aufgrund der kurzen Experimentdauer können Wärmeverluste durch Abstrahlung vernachlässigt werden. Deshalb kann die Wärme Q in Formel (25) gleich der in die elektrisch leitende Probe eingebrachten JOULEschen Wärme gesetzt werden.

$$dQ = U(t) \cdot I(t) \cdot dt \quad (26)$$

Damit ergibt sich für die spezifische Enthalpie:

$$H_{298} = H(t) - H_{298K, 1bar} = \frac{1}{m} \cdot \int_0^t U(t') \cdot I(t') \cdot dt' \quad (27)$$

U : Spannungsabfall an der Probe; I : Strom durch die Probe; m : Masse der Probe; t : Zeit.

Die Masse wird aus der Dichte bei Raumtemperatur und dem Anfangsvolumen der Probe bestimmt. $H_{298K, 1bar}$ ist die Enthalpie der Probe bei Normalbedingungen. H_{298} ist die auf Raumtemperatur bezogene spezifische Enthalpie der Probe.

Die spezifische Wärmekapazität bei einem konstanten Umgebungsdruck c_p wird erhalten, wenn die spezifische Enthalpie partiell nach der Temperatur abgeleitet wird, sie entspricht also der Steigung in der temperaturabhängigen Darstellung der Enthalpie.

$$c_p = \left(\frac{\partial H}{\partial T} \right)_p \quad (28)$$

Bei DSC Messungen wird die spezifische Wärmekapazität aus den Temperatursignalen von Probe und Referenz erhalten (Gleichung (23)). Die spezifische Enthalpie ergibt sich dann als das Integral der spezifischen Wärmekapazität über den gemessenen Temperaturbereich. Da der erste Messpunkt bei DSC Messungen erst bei 473 K liegt, wird die spezifische Wärmekapazität im Temperaturintervall von 298 K < T < 473 K als konstant angenommen. Für die spezifische Enthalpie ergibt sich dann:

$$H(T)_{298} = \int_{298}^T c_p(T') dT' = \int_{T_{\min}}^T c_p(T') dT' + c_{p, T_{\min}} \cdot (T_{\min} - 298) \quad (29)$$

4.2 Temperatur

Die Temperaturbestimmung erfolgt in der optischen Pyrometrie mit dem PLANCKschen Strahlungsgesetz für schwarze Körper.

$$L_{\lambda, S}(\lambda, T) = \frac{c_1}{\lambda^5 \cdot \pi} \left(e^{\frac{c_2}{\lambda \cdot T}} - 1 \right)^{-1} \quad (30)$$

$L_{\lambda, S}$: spektrale Strahldichte eines schwarzen Strahler; c_1 , c_2 : erste und zweite Planck'sche Konstante λ : Wellenlänge; T : Temperatur.

Da die Probe kein schwarzer Strahler ist, wird die Oberfläche derselben bei der gegebenen Wellenlänge eine geringere Strahldichte aussenden.

$$L_{\lambda,p}(\lambda, T) = \varepsilon(\lambda, T) \cdot L_{\lambda,s}(\lambda, T) \quad (31)$$

$L_{\lambda,p}$: spektrale Strahldichte der Probe; $\varepsilon(\lambda, T)$: spektraler Emissionskoeffizient.

Integriert man diese Strahldichte über den gesamten Raumwinkel und über alle Wellenlängen, so ergibt sich die Strahlungsleistung pro Flächeneinheit der Probe. Es gelangt aber von der Probenoberfläche nur über einen kleinen Raumwinkel Strahlung zum Detektor. Daher wird vom Pyrometer das folgende Signal empfangen:

$$I_p(T) = G \cdot \int_0^{\infty} \varepsilon(\lambda, T) \cdot L_{\lambda,s}(\lambda, T) \cdot T_s \cdot S(\lambda) \cdot d\lambda \quad (32)$$

I_p : Signal am Pyrometer; G : Geometriefaktor; T_s : Transmissionskoeffizient des Interferenzfilters und des übrigen Messaufbaus; $S(\lambda)$: spektrale Empfindlichkeit des Detektors.

Weiters muss der verwendete Interferenzfilter berücksichtigt werden. Nimmt man für den schmalen Wellenlängenbereich einen Rechteckverlauf an, so ergibt sich für Formel (32):

$$I_p(T) = G \cdot \varepsilon(\lambda_0, T) \cdot L_{\lambda,s}(\lambda_0, T) \cdot T_s \cdot S(\lambda_0) \cdot \Delta\lambda \quad (33)$$

$\Delta\lambda$: durchlässiger Bereich des Interferenzfilters; λ_0 : mittlere Wellenlänge Interferenzfilters.

Werden alle Größen, welche bei einer Temperaturänderung annähernd konstant sind, zur Pyrometerkonstante K zusammengefasst, dann kann man Formel (30) in Formel (33) einsetzen und nach der Temperatur auflösen:

$$T(\lambda) = \frac{c_2}{\lambda \cdot \ln\left(\frac{\varepsilon(\lambda_0, T) \cdot K}{I_p} + 1\right)} \quad (34)$$

$$K = G \cdot T_s \cdot S(\lambda_0) \cdot \Delta\lambda \cdot \frac{c_1}{\pi \cdot \lambda_0^5}$$

Es ist darauf zu achten, dass K bei genauer Betrachtung mit der Temperatur variiert.

Um mit Gleichung (34) die Temperatur zu bestimmen muss die Pyrometerkonstante bekannt sein. Es gibt zwei Möglichkeiten diese zu bestimmen:

1. Direkte Kalibration am Schwarzkörper
2. Indirekte Kalibration an der bekannten Schmelztemperatur

Bei der direkten Kalibration wird die Pyrometerkonstante an einem Schwarzen Körper bei mehreren Temperaturen ermittelt. Der Emissionsgrad ist hier eins. Ist die Kurve mit den Kalibrierungsfaktoren bekannt, so ist es möglich, der heißen Probe gemäß ihrer Temperaturstrahlung eine Strahlungstemperatur zuzuordnen. Allerdings ist es hier notwendig nach Formel (31) den Verlauf des Emissionskoeffizienten zu kennen um die wahre Temperatur zu ermitteln.

Die indirekte Bestimmung der Pyrometerkonstante erfolgt mittels einer Kalibration am Schmelzplateau. Dabei wird bei jeder Messung dem Signal am Schmelzplateau schon die wahre Temperatur zugeordnet. Damit wird die Pyrometerkonstante, in welche in diesem Fall auch der Emissionsgrad eingeht, am Schmelzplateau berechnet. Es wird hier angenommen, dass der Emissionsgrad sich über den gesamten gemessenen Temperaturbereich nicht ändert.

$$K_{ind} = I_m \cdot \left(\exp\left(\frac{c_2}{\lambda \cdot T_m}\right) - 1 \right) \quad (35)$$

$$T(\lambda) = \frac{c_2}{\lambda \cdot \ln\left(\frac{K_{ind}}{I_p} + 1\right)}$$

K_{ind} : indirekte Pyrometerkonstante; I_m : Pyrometersignal am Schmelzplateau; T_m : Temperatur am Schmelzplateau.

Wie in Gleichung (35) zu erkennen ist, macht es die indirekte Bestimmung der wahren Temperatur notwendig, einen markanten Punkt im Pyrometersignal zu haben, bei welchem die Temperatur bekannt ist. In Abbildung 17 erkennt man das Schmelzplateau als diesen markanten Punkt.

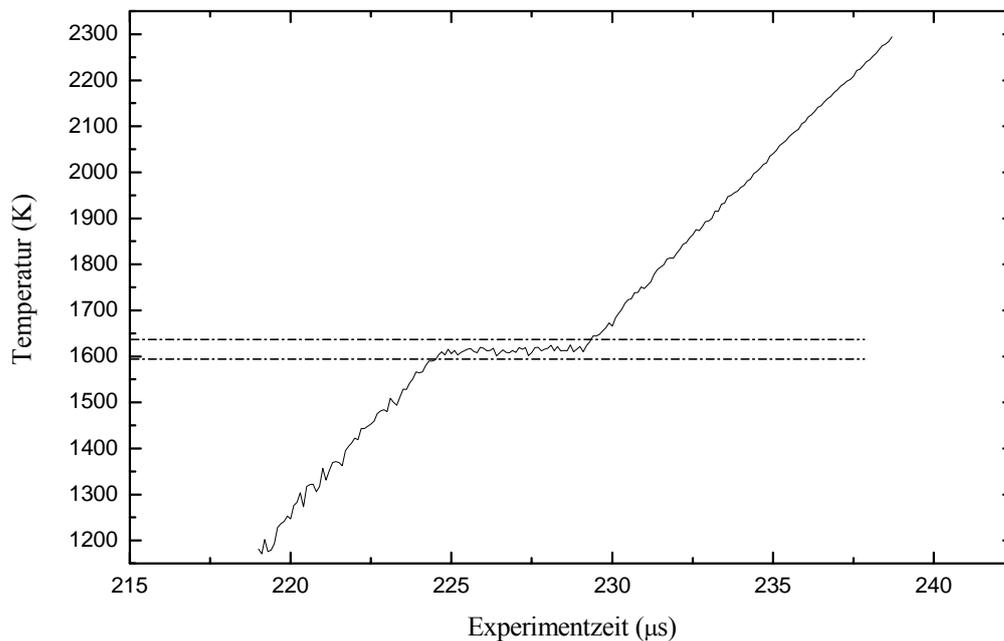


Abbildung 17: Indirekt kalibriertes Pyrometersignal in Abhängigkeit von der Zeit.

Strichpunktierte Linien: Markierungen für die Solidus- und Liquidustemperatur

Bei Nimonic 80A handelt es sich um eine Legierung, die keinen Schmelzpunkt, sondern einen Schmelzbereich hat. T_m wurde deshalb genau in der Mitte zwischen der Solidus- und der Liquidustemperatur ($T_m = 1615$ K) festgesetzt.

4.3 Die Ausdehnung - Dichteänderung

Durch die spezielle Kamera ist es möglich, Bilder in sehr kurzen definierten Abständen aufzunehmen. Zeitgleich wird die spezifische Enthalpie der Probe in Abhängigkeit von der Zeit gemessen. Da es zum Zeitpunkt dieser Arbeit nicht möglich war, die Temperatur gleichzeitig mit der Expansion zu messen, müssen diese beiden Datensätze miteinander über die spezifische Enthalpie kombiniert werden. Dazu wurden 7 Experimente mit dem Pyrometer durchgeführt und $H(T)$ bestimmt. Aus diesen wurde ein Mittelwert gebildet, mit dem die Temperaturzuordnung $T(H)$ erfolgte.

Aus dem Quotienten der beiden Profilbreiten (siehe Abbildung 15) folgt für eine bestimmte Enthalpie H :

$$\frac{d(H)}{d_0} = \frac{D(H)}{D_0} \quad (36)$$

$$H(T) \rightarrow T \quad (37)$$

$$d_d(T) = d_{d,0} \cdot \frac{d_0^2}{d(T)^2} = d_{d,0} \cdot \frac{D_0^2}{D(T)^2} \quad (38)$$

d_0 : Durchmesser des Drahtes bei Raumtemperatur; $d(H)$: Durchmesser des Drahtes bei der Enthalpie H ; D_0 : Breite des Kaltbildes in Pixel; $D(H)$: Breite des Warmbildes in Pixel bei der Enthalpie H , d_d : Dichte; $d_{d,0}$: Dichte bei Raumtemperatur.

Nimmt man nicht vor jedem Experiment ein Kaltbild auf, so gilt das obige Verhältnis in Gleichung (36) nicht mehr und das Ergebnis ist verfälscht.

Der Draht ist in der kurzen Experimentierdauer nicht in der Lage axial zu expandieren. Das erfordert natürlich eine ausreichend große Heizgeschwindigkeit. Ob diese richtig gewählt wurde, zeigt das Bild. Ist man zu langsam, dann knickt der Draht weg, ist man zu schnell, so erhält man nur wenige Bilder.

4.4 Elektrischer Widerstand

Der elektrische Widerstand R wird nach dem Ohmschen Gesetz bestimmt.

$$R = \frac{U}{I} \quad (39)$$

Da die Probe ein Draht (Zylinderform) ist, folgt weiter:

$$R = \rho \cdot \frac{l}{A} \quad (40)$$

A : Querschnitt der Probe: $A = r^2 \cdot \pi = \left(\frac{d}{2}\right)^2 \cdot \pi$; l : Länge.

Damit ergibt sich für den spezifischen elektrischen Widerstand ρ :

$$\rho = \frac{U}{I} \cdot \left(\frac{d}{2}\right)^2 \cdot \frac{\pi}{l} \quad (41)$$

4.4.1 Unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand

Während des Experiments ändert sich das Volumen der Probe. Das bedeutet, dass auch die Volumsänderung in Abhängigkeit der Temperatur berücksichtigt werden muss. Der unkorrigierte spezifische, elektrische Widerstand $\rho_0(T)$ wird ohne Berücksichtigung der Volumsänderung, also mit den Abmessungen bei Raumtemperatur, bestimmt.

$$\rho_0(t) = \frac{U(t)}{I(t)} \cdot \left(\frac{d_0}{2}\right)^2 \cdot \frac{\pi}{l} \quad (42)$$

Zeitgleich wird mit dem Pyrometer die Temperatur der Probe ermittelt.

4.4.2 Korrigierter spezifischer elektrischer Widerstand

Wird die Volumsänderung berücksichtigt, so erhält man den korrigierten spezifischen elektrischen Widerstand $\rho_{\text{kor}}(T)$ als Funktion der Temperatur.

$$\rho_{\text{kor}}(T) = \rho_0(T) \cdot \frac{d(T)^2}{d_0^2} \quad (43)$$

4.5 Wärmeleitfähigkeit

Unter dem Einfluss eines Temperaturgradienten fließt Wärme von einem Reservoir hoher Energie zu einem Reservoir mit niedriger Energie. Es ist allgemein bekannt, dass nicht alle Stoffe gleich gut Wärmeenergie leiten. Allgemein kann gesagt werden, dass die Wärmeleitfähigkeit λ bei Festkörpern in der Regel aus zwei Beiträgen besteht, zum einen aus den Gitterschwingungen, den Phononen, und zum anderen aus den freien Ladungsträgern, den Elektronen. „Die Wärmeleitfähigkeit in Metallen ist in der Regel um den Faktor 5 bis 10 größer als die nichtmetallischer Festkörper. Da sich die Faktoren, welche die Dynamik der Phononen bestimmen, in Metallen nicht wesentlich von denen in nichtleitenden Festkörpern unterscheiden, muss ein zusätzlicher Beitrag in den Metallen eine Rolle spielen.“ [Bergmann et. al., 1998, S 1252]

In gut leitenden Metallen besteht die Wärmeleitfähigkeit hauptsächlich aus dem elektronischen Anteil. Ist der spezifische elektrische Widerstand bei Raumtemperatur geringer als $\sim 0.02 \mu\Omega\text{m}$, dann bekommt der Phononenanteil der Wärmeleitfähigkeit einen signifikanten Wert, ansonsten ist dieser Beitrag üblicherweise klein. Bei Metallen oberhalb der DEBYE-Temperatur gilt das WIEDEMANN-FRANZ Gesetz (Gleichung (44)). Dieses setzt den elektronischen Anteil der Wärmeleitfähigkeit mit der elektrischen Leitfähigkeit in ein Verhältnis.

$$\frac{\lambda}{\sigma \cdot T} = \frac{\pi^2}{3} \left(\frac{k_B}{e}\right)^2 = L \quad (44)$$
$$\lambda = \frac{L \cdot T}{\rho_{\text{kor}}}$$

σ : elektrische Leitfähigkeit; L : LORENZ-Zahl ($L = 2.45 \cdot 10^{-8} \text{ V}^2/\text{K}^2$); k_B : BOLTZMANN Konstante; e : Elementarladung.

Die LORENZ-Zahl L hat einen, für alle Metalle, konstanten Wert³¹. Die Beziehung gilt für hohe Temperaturen oberhalb der DEBYE-Temperatur Θ .³² Bei tiefen Temperaturen verliert diese ihre Gültigkeit, weil verschiedene Streuprozesse zum Gleichgewicht führen und so die Wärmeleitfähigkeit nicht mehr mit der elektrischen Leitfähigkeit gekoppelt ist.

Nimonic 80A ist eine Nickel-Basis Legierung. Sie besteht zum Großteil aus Nickel und Chrom. Deshalb ist es notwendig zu hinterfragen, ab wann bzw. ob das Wiedemann Franz Gesetz hier seine Gültigkeit hat.

$$\text{Nickel: } \Theta = 450 \text{ K} \tag{45}$$

$$\text{Chrom: } \Theta = 630 \text{ K}$$

[Weißmantel et. al., 1980]

Bei der Wärmeleitfähigkeit von Legierungen in der festen Phase muss neben dem elektronischen Beitrag auch der Beitrag des Gitters berücksichtigt werden. Die beiden Beiträge hängen sehr von den einzelnen Streumechanismen mit den Legierungsatomen ab. Der elektronische Beitrag kompensiert den langsam mit der Temperatur variierenden Beitrag des Gitters, welchen man in weiterer Folge als konstant annehmen kann. Die Wärmeleitfähigkeit λ kann bei hohen Temperaturen oder in sehr konzentrierten Legierungen mit folgender nach Smith und Palmer benannten empirischen Formel approximiert werden:

$$\lambda = A \cdot \frac{L \cdot T}{\rho} + B \tag{46}$$

A, B : SMITH-PALMER Konstanten.

A und B sind materialspezifische empirische Konstanten welche den Gitterbeitrag der Wärmeleitfähigkeit im WIEDEMANN-FRANZ Gesetz bei Legierungen berücksichtigen.

Da in dieser Arbeit die durch Pulsheizen ermittelte Wärmeleitfähigkeit erst ab einer Temperatur von 1200 K angegeben wird und keine Werte für den Gitterbeitrag bekannt sind, wird nur der experimentell erfassbare elektronische Anteil berücksichtigt. In [Klemens et al., 1986] ist ein Wert für den konstanten Gitterbeitrag von Nimonic 80, eine Nickelbasislegierung die Nimonic 80A sehr ähnlich ist, mit $4.8 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ angegeben. Nach dem Schmelzen bei 1593 K wird, da kein Gitter mehr vorhanden ist, die Wärmeleitfähigkeit sehr gut über den elektronischen Beitrag aus dem WIEDEMANN-FRANZ Gesetz beschrieben.

³¹ Allerdings variieren die Literaturwerte bis zu einem gewissen Grad.

³² Die Debye Temperatur ist eine von der Art des Materials abhängige Temperatur. Sie tritt im T^3 – Gesetz von Debye auf, welches die spezifische Wärmekapazität bei niedrigen Temperaturen beschreibt. Der besondere Gang des Gesetzes kommt von der quantenmechanischen Natur der Phononen, welche nur portionierte Energiemengen $\hbar \cdot \Omega$ (Plank'sches Wirkungsquantum multipliziert mit der Schwingungsfrequenz) aufnehmen können.

4.6 Temperaturleitfähigkeit

Die Wärmeleitungsgleichung für ein Volumenelement ohne innere Wärmequellen lautet:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\lambda(T)}{c_p(T) \cdot d_d(T)} \cdot \Delta T \quad (47)$$

c_p : spezifische Wärmekapazität; t : Zeit.

Dabei wird der Faktor $\lambda/(c_p \cdot d_d)$ als die Temperaturleitfähigkeit a bezeichnet. Wird die Wärmeleitfähigkeit aus Abschnitt 4.5 in Gleichung (47) eingesetzt, dann erkennt man, dass die Temperaturleitfähigkeit keine Funktion der Volumenzunahme ist. [Hosaeus, 2000]

Es folgt:

$$a = \frac{\lambda(T)}{c_p(T) \cdot d_d(T)} = \frac{L \cdot T}{\rho_0 \cdot c_p(T) \cdot d_{d,0}} \quad (48)$$

$$a(T) \neq f(d_d(T)) \quad (49)$$

5. Messergebnisse und deren Diskussion

Die Messungen an Nimonic 80A wurden unter gleich bleibenden Bedingungen durchgeführt. Nach einer Einstellphase wurden auch die einzelnen Versuchsparameter der Apparatur nicht mehr verändert. In Tabelle 6 sind die einzelnen Einstellungen aufgelistet.

Tabelle 6: Versuchsparameter.

Versuchsparameter	Wert
U_L, V	5934
R_V, Ω	0.5
l, mm	35 – 40
d, mm	0.6
λ, nm	1570
$d_{d,0}, \text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$	8152

U_L : Ladespannung; R_V : Vorwiderstand; l : Probenlänge; d : Probendurchmesser; λ : Zentralwellenlänge des Pyrometers; $d_{d,0}$: Dichte bei Raumtemperatur.

Die Dichte bei Raumtemperatur wurde nach der geometrischen Methode ermittelt. Es wurden folgende thermophysikalische Daten bestimmt:

- Enthalpie H
- spezifische Wärmekapazität bei konstantem Druck c_p
- unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand ρ_0
- Volumenkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand ρ_{korr}
- Dichte d_d
- Wärmeleitfähigkeit λ
- Temperaturleitfähigkeit a

Alle diese Größen wurden in Abhängigkeit der Temperatur dargestellt, obwohl eine Darstellung über die spezifische Enthalpie eine geringere Unsicherheit aufweisen würde. Aufgrund der technischen Anwendung dieser Daten in der Industrie ist die temperaturabhängige Darstellung gewählt worden.

5.1 Die spezifische Enthalpie

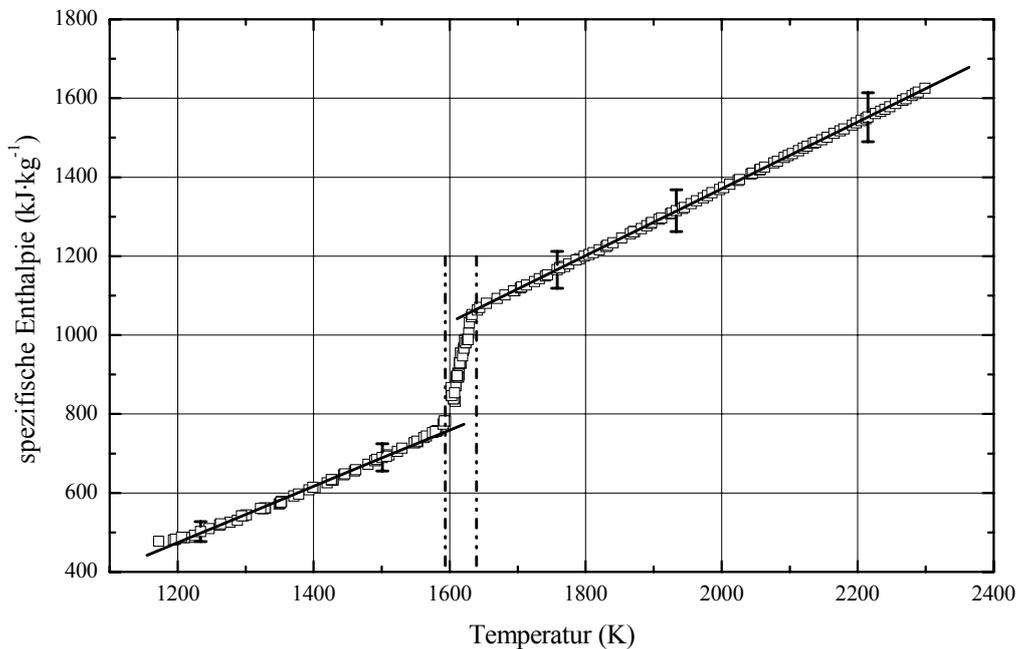


Abbildung 18: Spezifische Enthalpie H_S in Abhängigkeit von der Temperatur.

Quadrate: Gemittelte Werte aus 7 Messungen; Linien: Lineare Ausgleichsgeraden; Senkrechte Linien: Kennzeichnen den Schmelzanfang und das Schmelzende bei.

In Abbildung 18 ist die spezifische Enthalpie in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt. Im Gegensatz zu einem Reinstein hat Nimonic 80A keinen Schmelzpunkt T_S , sondern einen Schmelzbereich ($T_{\text{Solidus}} < T < T_{\text{Liquidus}}$), weil es eine Legierung ist. Die Enthalpie, welche für das Schmelzen aufgewendet wird beträgt $\Delta H_S = 309 \text{ kJ}\cdot\text{kg}^{-1}$. Der Verlauf der spezifischen Enthalpie ($H_S(T)$ in $\text{kJ}\cdot\text{kg}^{-1}$) in der festen Phase wird durch einen linearen Fit (50) beschrieben. In der flüssigen Phase kann die spezifische Enthalpie ebenfalls mit einem linearen Fit (51) beschrieben werden.

$$H_S(T) = -382.0 + 0.7137 \cdot T \quad (1200 \text{ K} < T < 1593 \text{ K}) \quad (50)$$

$$H_S(T) = -322.6 + 0.8466 \cdot T \quad (1638 \text{ K} < T < 2300 \text{ K}) \quad (51)$$

Betrachtet man jeweils die Steigungen der beiden Fits (50) und (51), dann erhält man nach Formel (28) die spezifische Wärmekapazität c_p vor und nach dem Schmelzen mit 714 und 847 $\text{kJ}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$.

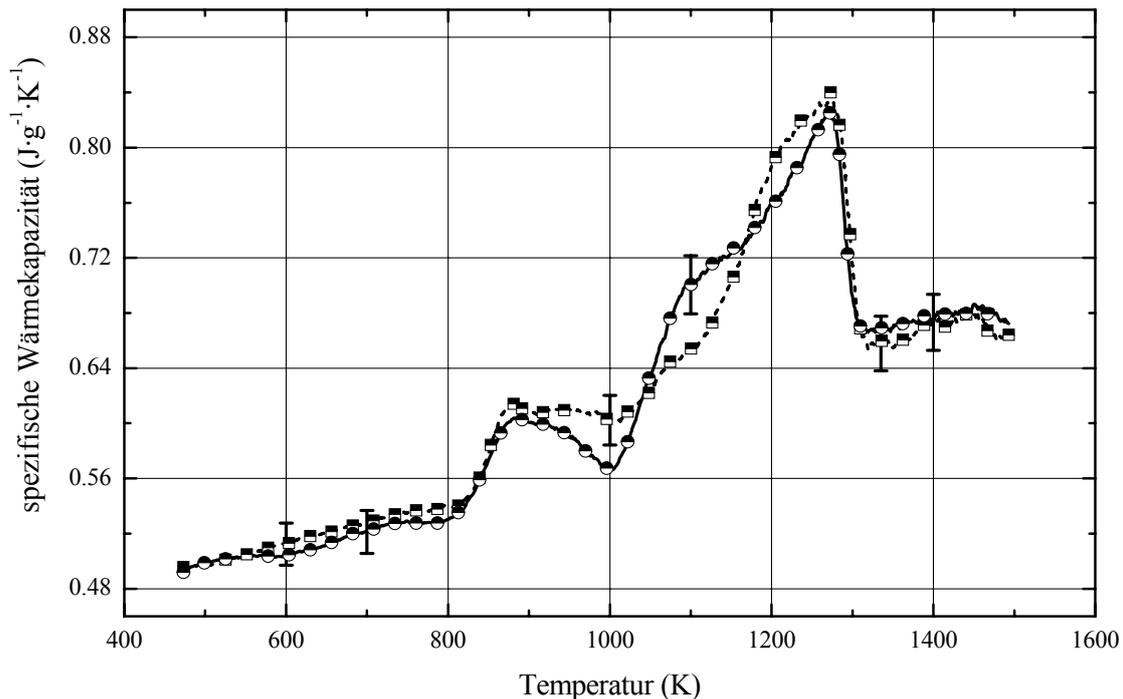


Abbildung 19: Spezifische Wärmekapazität c_p aus DSC-Messungen.

Strichlierte Kurve: Mittelwert der 2. Aufheizvorgänge; Durchgezogene Kurve: Mittelwert der 1. Aufheizvorgänge; Die Quadrate und Kreise markieren die in Tabelle (7) angegebenen Zahlenwerte.

In Abbildung 19 ist der mit der DSC gemessene Verlauf der spezifischen Wärmekapazität c_p in einem Temperaturbereich von $473 \text{ K} < T < 1500 \text{ K}$ dargestellt. Es wurden vier Proben jeweils zwei Mal mit einer konstanten Heizrate aufgeheizt und abgekühlt. In Tabelle 7 sind die in Abbildung 19 markierten Punkte angeführt.

Bei 891 K und 1272 K sind Peaks im Verlauf der spezifischen Wärmekapazität zu erkennen. Diese werden durch die Auflösung von γ' -Phase Ausscheidungen und Karbiden hervorgerufen. Die γ' -Phase (z.B. Ni_3Al) ist fcc (face centered cubic³³). Die Größe dieser Ausscheidungen ist maßgeblich für die Festigkeit des Werkstoffs verantwortlich und kann durch eine gezielte Wärmebehandlung definiert eingestellt werden.

Die Karbide (z.B. Cr_{23}C_6 oder Cr_7C_3) scheiden sich schon aus der Schmelze oder bei sehr hohen Temperaturen nach der Kristallisation aus. Sie erhöhen den Widerstand gegen Korngrenzgleiten. Die Grundmatrix von Nimonic 80A ist fcc und hat bis zur Liquidustemperatur keine Umwandlung.

Die Proben wurden von Böhler Edelstahl einer definierten Wärmebehandlung unterworfen um die gewünschten Materialeigenschaften zu erreichen. Durch den ersten DSC-Messungszyklus wurden die einzelnen Phasenanteile im Material verändert. Das ist der Grund warum die beiden Kurven nicht gleich sind. Der Peak bei 891 K kennzeichnet den Bereich bei dem sich die Karbide umwandeln welche zum Teil bei 1000 K zerfallen. Bei 1272 K zerfallen restlichen Karbide und die γ' -Phase. Die einzelnen Peaks und lokalen Minima sind Überlagerungen dieser Prozesse die gleichzeitig ablaufen.

³³ Kubisch – flächenzentriert

Tabelle 7: Spezifische Wärmekapazität beim 1. und 2. Aufheizen der Probe.

1. Aufheizen				2. Aufheizen			
T (K)	c_p (J/g·K)	T (K)	c_p (J/g·K)	T (K)	c_p (J/g·K)	T (K)	c_p (J/g·K)
473	0.49200	1022	0.58667	473	0.49575	1022	0.60850
499	0.49871	1048	0.63267	525	0.50117	1048	0.62215
525	0.50158	1075	0.67629	551	0.50500	1075	0.64465
578	0.50375	1101	0.70067	578	0.50971	1101	0.65412
604	0.50469	1127	0.71567	604	0.51313	1127	0.67300
630	0.50825	1153	0.72725	630	0.51827	1153	0.70625
656	0.51354	1179	0.74190	656	0.52148	1179	0.75471
682	0.52000	1205	0.76108	682	0.52575	1205	0.79294
708	0.52319	1231	0.78542	708	0.52935	1236	0.81950
735	0.52737	1258	0.81298	735	0.53390	1273	0.84000
761	0.52767	1272	0.82525	761	0.53683	1284	0.81650
787	0.52775	1284	0.79502	787	0.53779	1297	0.73725
813	0.53525	1294	0.72300	813	0.54050	1310	0.66877
839	0.55894	1310	0.67065	839	0.56065	1336	0.65981
865	0.59304	1336	0.66923	853	0.58425	1362	0.66069
891	0.60263	1362	0.67225	881	0.61425	1388	0.67127
918	0.59925	1388	0.67794	891	0.61075	1415	0.67015
944	0.59313	1415	0.67927	918	0.60815	1441	0.67898
970	0.58000	1441	0.67967	944	0.60963	1467	0.66712
996	0.56744	1467	0.67956	996	0.60319	1493	0.66425

Durch Integration der spezifischen Wärmekapazität erhält man die die spezifische Enthalpie in Abhängigkeit von der Temperatur, wobei die spezifische Wärmekapazität im Temperaturintervall von Raumtemperatur bis zum ersten Messpunkt bei 473 K als konstant angenommen wird.

Durch die geringe Abweichung der beiden Aufheizzyklen wurden die Enthalpiefkurven der beiden zusammengefasst und gemittelt. Der aus den 8 Messungen gebildete Mittelwert wird durch einen Polynomfit 2. Grades (52) beschrieben. Dieser ($H_s(T)$ in $\text{J}\cdot\text{g}^{-1}$) ist in Abbildung 20 abgebildet.

$$H_s(T) = -86.886 + 29.296 \times 10^{-2} \cdot T + 16.863 \times 10^{-5} \cdot T^2 \quad (473 \text{ K} < T < 1500 \text{ K}) \quad (52)$$

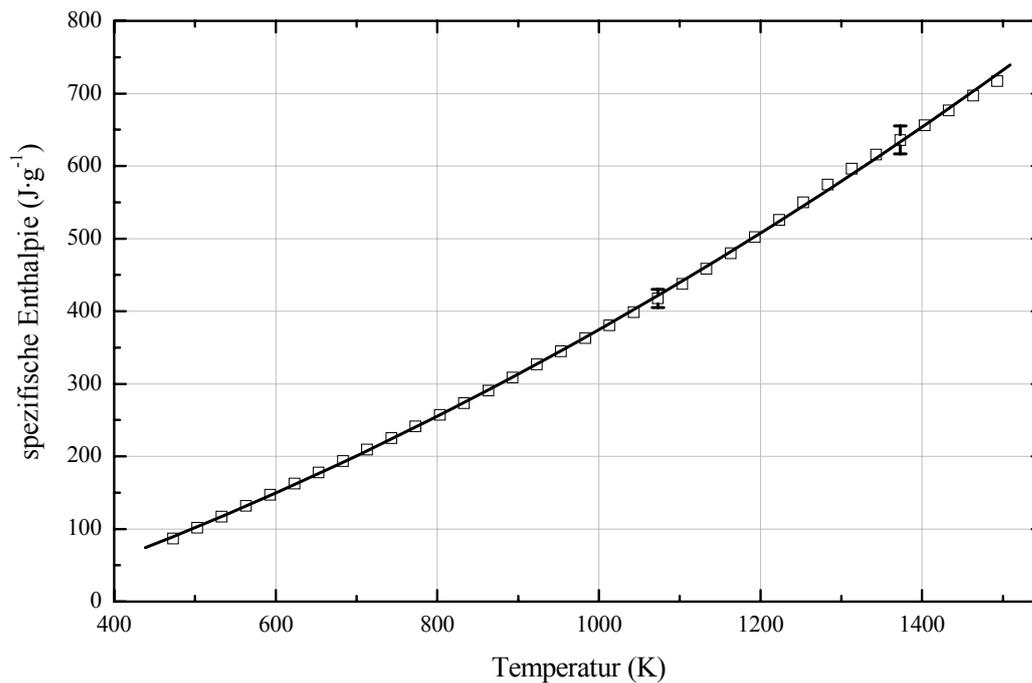


Abbildung 20: Spezifische Enthalpie H_s in Abhängigkeit von der Temperatur aus DSC – Messungen.

Quadrate: Mittelwert aus 8 DSC – Messungen; Linie: Polynomfit 2. Grades; Für niedrige Temperaturen ($473 \text{ K} < T < 1000 \text{ K}$) sind die Unsicherheiten nicht abgebildet, da diese bei niedrigeren Temperaturen in dieser Darstellung nicht sichtbar sind.

In Abbildung 21 sind die Ergebnisse aus DSC und Pulsheizmessungen zusammen in einer Grafik dargestellt. Die spezifische Enthalpie aus DSC-Messungen ist etwas größer als die vom Pulsheizen. Die Ursache liegt darin, dass die Phasenübergänge, welche in Abbildung 19 sichtbar sind, beim Pulsheizen nicht aufgelöst werden. Dadurch zeigt die spezifische Enthalpie vom Pulsheizen einen geringeren Wert als jene von DSC-Messungen. Die beiden Werte sind jedoch innerhalb der angegebenen Unsicherheiten.

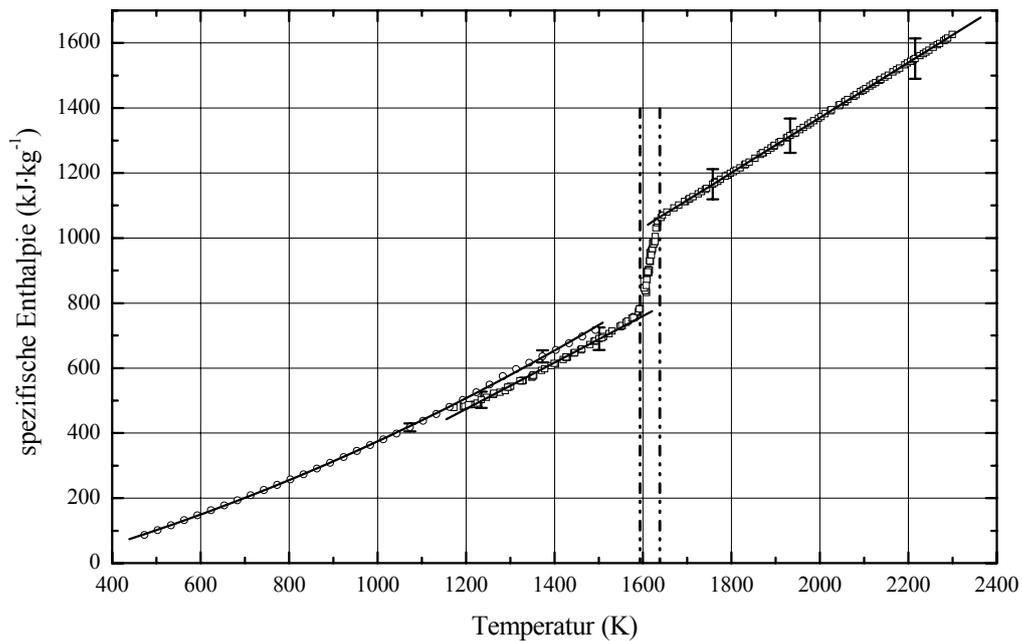


Abbildung 21: Spezifische Enthalpie H_S in Abhängigkeit von der Temperatur aus DSC- und Pulsheiz-Messungen.

Kreise: Gemittelte Werte aus 8 DSC Messungen; Für niedrige Temperaturen ($473 \text{ K} < T < 1000 \text{ K}$) sind die Unsicherheiten hier nicht darstellbar; Linie: Quadratischer Fit der gemittelten DSC Daten; Quadrate: Gemittelte Werte aus 7 Messungen vom Pulsheizen; Linien: Ausgleichsgeraden der gemittelten Werte; Die senkrechten Linien kennzeichnen den Schmelzbeginn und das Schmelzende.

5.2 Volumenexpansion und Dichte

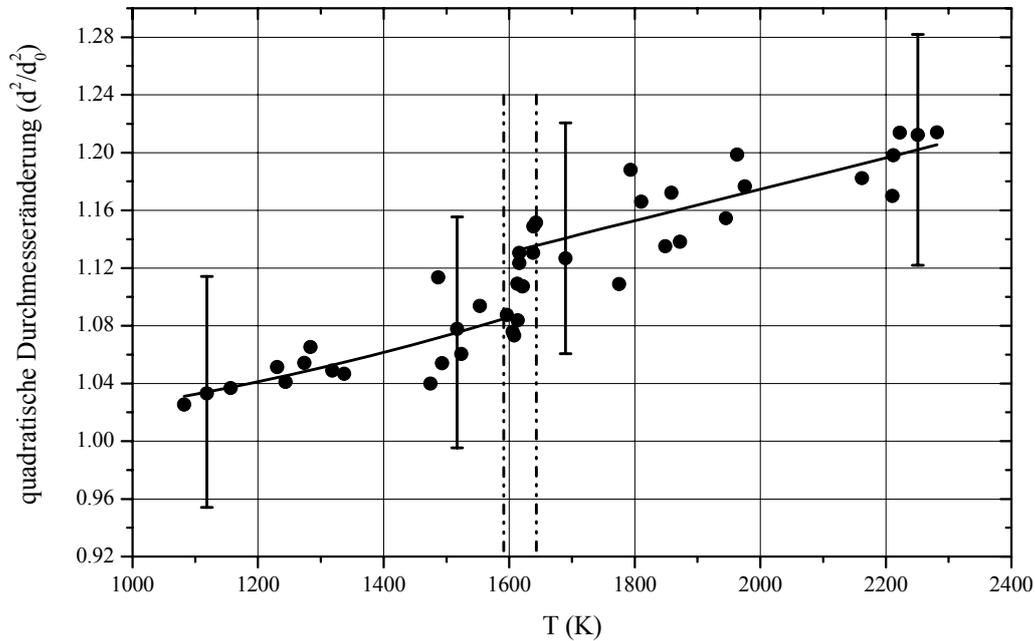


Abbildung 22: Die quadratische Durchmesseränderung d^2/d_0^2 in Abhängigkeit von der Temperatur.

Punkte: Aus 18 Messungen berechnet; Linien: Polynomfit 2. Grades und ein linearer Fit; Die senkrechten Linien kennzeichnen den Schmelzbeginn und das Schmelzende.

Für die in Abbildung 22 angegebenen Messpunkte kann in der festen Phase ein quadratischer Fit (53) angegeben werden, für den als Randbedingung der Wert $d^2/d_0^2(293 \text{ K}) = 1$ bei Raumtemperatur fixiert wurde.

In der flüssigen Phase wird das Quadrat der Durchmesseränderung durch einen linearen Fit (54) beschrieben.

$$\frac{d^2}{d_0^2}(T) = 10.05 \times 10^{-1} - 3.10 \times 10^{-5} \cdot T + 5.10 \times 10^{-8} \cdot T^2 \quad (1100 \text{ K} < T < 1593 \text{ K}) \quad (53)$$

$$\frac{d^2}{d_0^2}(T) = 95.62 \times 10^{-2} + 10.92 \times 10^{-5} \cdot T \quad (1638 \text{ K} < T < 2300 \text{ K}) \quad (54)$$

Damit kann nach Gleichung (38) unmittelbar der Verlauf der Dichte von Nimonic 80A in Abhängigkeit von der Temperatur (siehe Abbildung 23) angegeben werden.

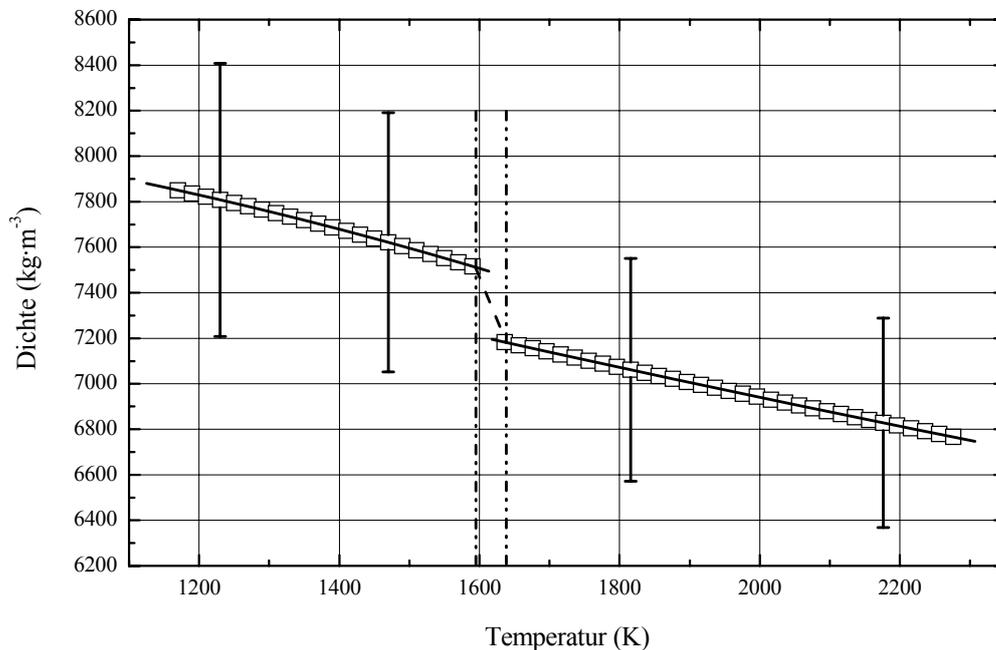


Abbildung 23: Dichteverlauf in Abhängigkeit von der Temperatur.

Quadrate: Die aus der Durchmesseränderung berechnete Dichteänderung; Linien: Jeweils ein quadratischer Fit zur Beschreibung der Dichteänderung; Die senkrechten Linien kennzeichnen den Schmelzbeginn und das Schmelzende.

Der Verlauf der Dichte ($d_d(T)$ in $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$) kann in der festen Phase (55) und in der flüssigen Phase (56) durch jeweils einen Polynomfit 2. Grades angegeben werden.

$$d_d(T) = 8251.0 - 10.1 \times 10^{-3} \cdot T - 284.5 \times 10^{-6} \cdot T^2 \quad (1100 \text{ K} < T < 1593 \text{ K}) \quad (55)$$

$$d_d(T) = 8475.5 - 889.7 \times 10^{-3} \cdot T + 6.1 \times 10^{-5} \cdot T^2 \quad (1638 \text{ K} < T < 2300 \text{ K}) \quad (56)$$

Der Volumensprung beim Schmelzen ($1593 \text{ K} < T < 1638 \text{ K}$) hat eine Dichteänderung von $\Delta d_d = 331.1 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ zur Folge. Die Dichte von Nimonic 80A bei Raumtemperatur wurde nach der geometrischen Methode gemessen und beträgt $8152 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$.

Die Polynomfits der relativen Durchmesserzunahme wurden mit der Nebenbedingung $d^2/d_0^2(293 \text{ K})=1$ durchgeführt. Das würde eine Extrapolation der Dichtedaten bis zur Raumtemperatur ermöglichen. Es wird hier aber davon abgesehen, da aufgrund der auftretenden Phasenübergänge in der festen Phase diese Werte mit einer Dilatometermessung viel genauer angegeben werden können. Es wäre prinzipiell auch möglich die Bilder bei niedrigen Temperaturen (Hier ist das Pyrometer noch nicht empfindlich!) über die spezifische Enthalpie mit der Temperatur von DSC-Messungen zu verknüpfen, was aber aus dem oben genannten Grund auch nicht zielführend wäre. Um diese Umwandlung aufzulösen bräuchte man weitaus mehr Bilder. Der „interessante“ Bereich für dieses Verfahren ist kurz vor dem Schmelzen und hauptsächlich die flüssige Phase.

5.3 Der spezifische elektrische Widerstand

Der unkorrigierte spezifische elektrische Widerstand ρ_0 wird hier als Funktion der Temperatur und als Funktion der spezifischen Enthalpie angegeben, da über die spezifische Enthalpie den Widerstandswerten bei niedrigen Enthalpiewerten die Temperatur über DSC-Messungen zugeordnet werden kann.

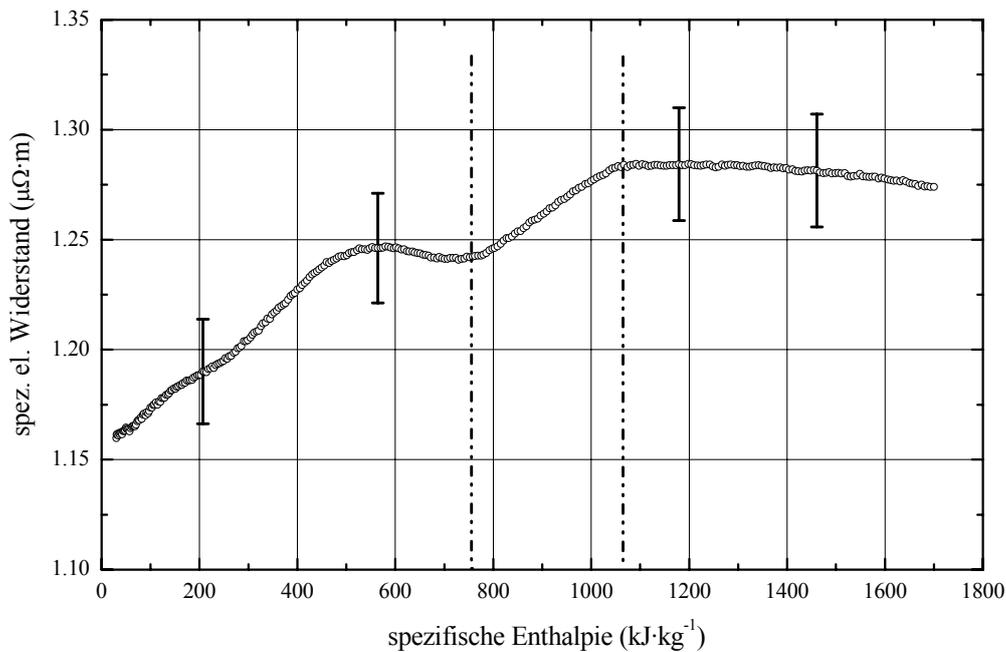


Abbildung 24: Unkorrigierter spezifischer Widerstand in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie.

Kreise: Mittelwert aus 7 Messungen; Die senkrechten Linien kennzeichnen den Schmelzbeginn und das Schmelzende.

In Abbildung 25 ist der unkorrigierte spezifische elektrische Widerstand ρ_0 als Funktion der Temperatur abgebildet. Dieser ($\rho_0(T)$ in $\mu\Omega\cdot\text{m}$) wird in der festen Phase durch einen Polynomfit 3. Grades (57) und in der flüssigen Phase durch einen Polynomfit 2. Grades (58) beschrieben.

$$\rho_0(T) = -1.53 + 5.86 \times 10^{-3} \cdot T - 4.10 \times 10^{-6} \cdot T^2 + 9.50 \times 10^{-10} \cdot T^3 \quad (1200 \text{ K} < T < 1593 \text{ K}) \quad (57)$$

$$\rho_0(T) = 12.06 \times 10^{-1} + 8.80 \times 10^{-5} \cdot T - 2.50 \times 10^{-8} \cdot T^2 \quad (1638 \text{ K} < T < 2300 \text{ K}) \quad (58)$$

Der unkorrigierte spezifische Widerstand verändert sich beim Schmelzen um $0.04 \mu\Omega\cdot\text{m}$ von $1.24 \mu\Omega\cdot\text{m}$ bei $T_{\text{Solidus}} = 1593 \text{ K}$ auf $1.28 \mu\Omega\cdot\text{m}$ bei $T_{\text{Liquidus}} = 1638 \text{ K}$.

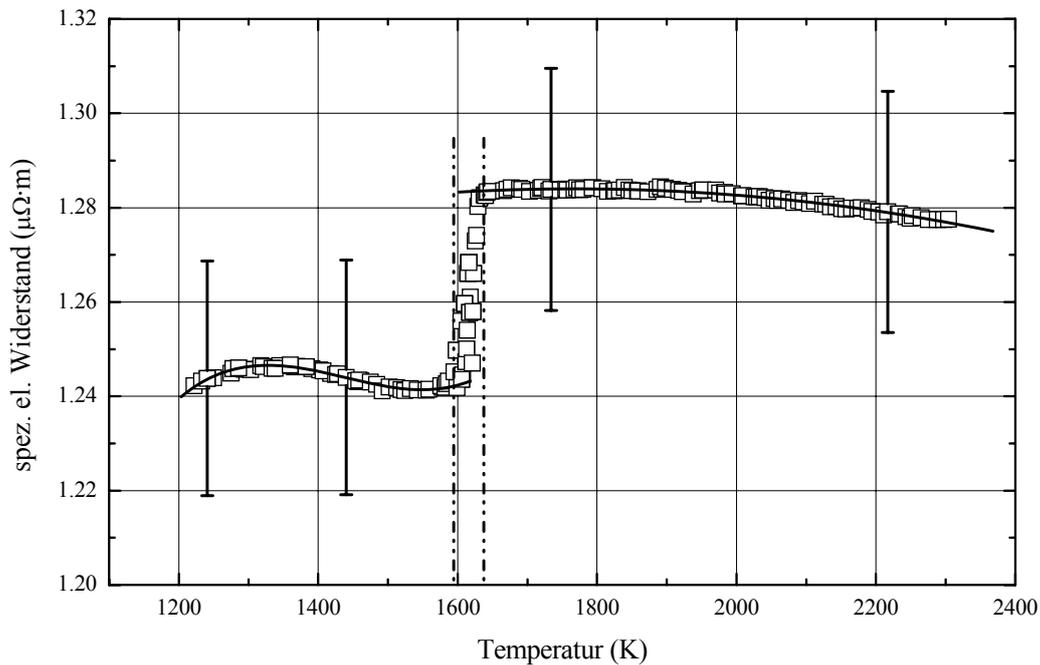


Abbildung 25: Unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur.

Quadrate: Mittelwert aus 7 Messungen; Linien: Jeweils ein Polynomfit zur Beschreibung der gemittelten Daten; Die senkrechten Linien kennzeichnen den Schmelzbeginn und das Schmelzende.

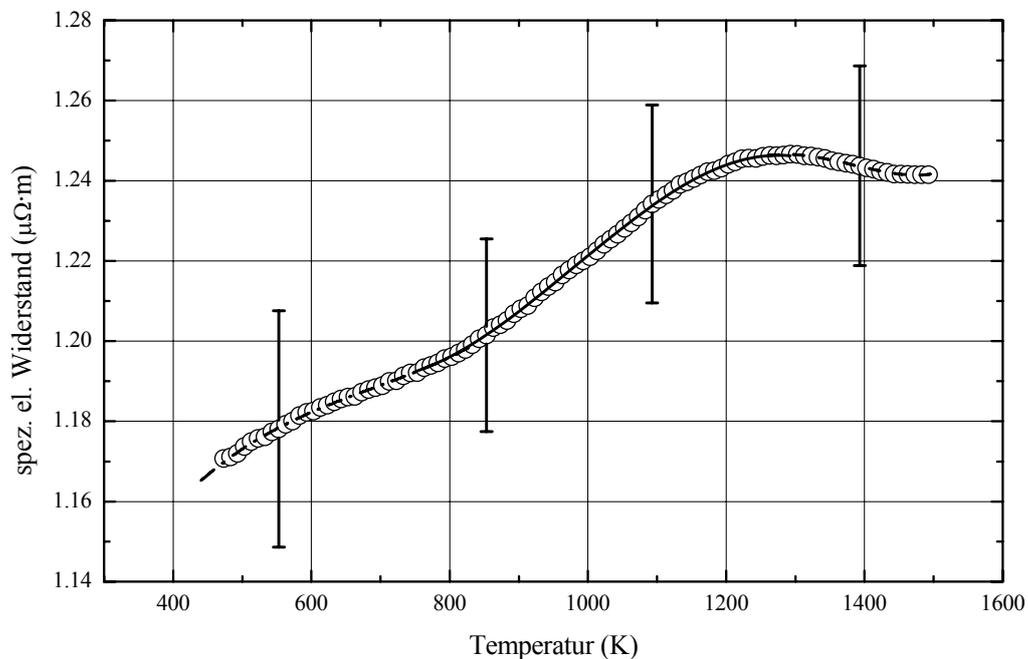


Abbildung 26: Unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur.

Kreise: Mittelwert des spezifischen elektrischen Widerstands aus 7 Messungen vom Pulsheizen bei denen die Temperatur mittels DSC Messungen zugeordnet worden ist; Durchgezogene und strich – punktierte Linie: Jeweils ein Polynomfit 3. Grades; Strichlierte Linie: Polynomfit 4. Grades zur Beschreibung der Daten.

Wird der unkorrigierte spezifische elektrische Widerstand in Abhängigkeit der Enthalpie vom Pulsheizen mit der Enthalpie von den DSC – Messungen verknüpft, so ergibt sich der unkorrigierte spezifische elektrische Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur (Abbildung 26) in einem Temperaturintervall von $473 \text{ K} < T < 1487 \text{ K}$. Dieser ($\rho_0(T)$ in $\mu\Omega\cdot\text{m}$) wird durch 2 Polynome 3. Grades (59, 60) und ein Polynom 4. Grades (61) beschrieben.

$$\rho_0(T) = 98.89 \times 10^{-2} + 74.31 \times 10^{-5} \cdot T - 9.89 \times 10^{-7} \cdot T^2 + 4.79 \times 10^{-10} \cdot T^3 \quad (473 \text{ K} < T < 789 \text{ K}) \quad (59)$$

$$\rho_0(T) = 15.959 \times 10^{-1} - 1.440 \times 10^{-3} \cdot T + 16.150 \times 10^{-7} \cdot T^2 - 5.494 \times 10^{-10} \cdot T^3 \quad (789 \text{ K} < T < 1270 \text{ K}) \quad (60)$$

$$\rho_0(T) = 6.877 \times 10^{-1} - 0.126 \times 10^{-2} \cdot T + 45.594 \times 10^{-7} \cdot T^2 - 37.545 \times 10^{-10} \cdot T^3 + 95.941 \times 10^{-14} \cdot T^4 \quad (1270 \text{ K} < T < 1487 \text{ K}) \quad (61)$$

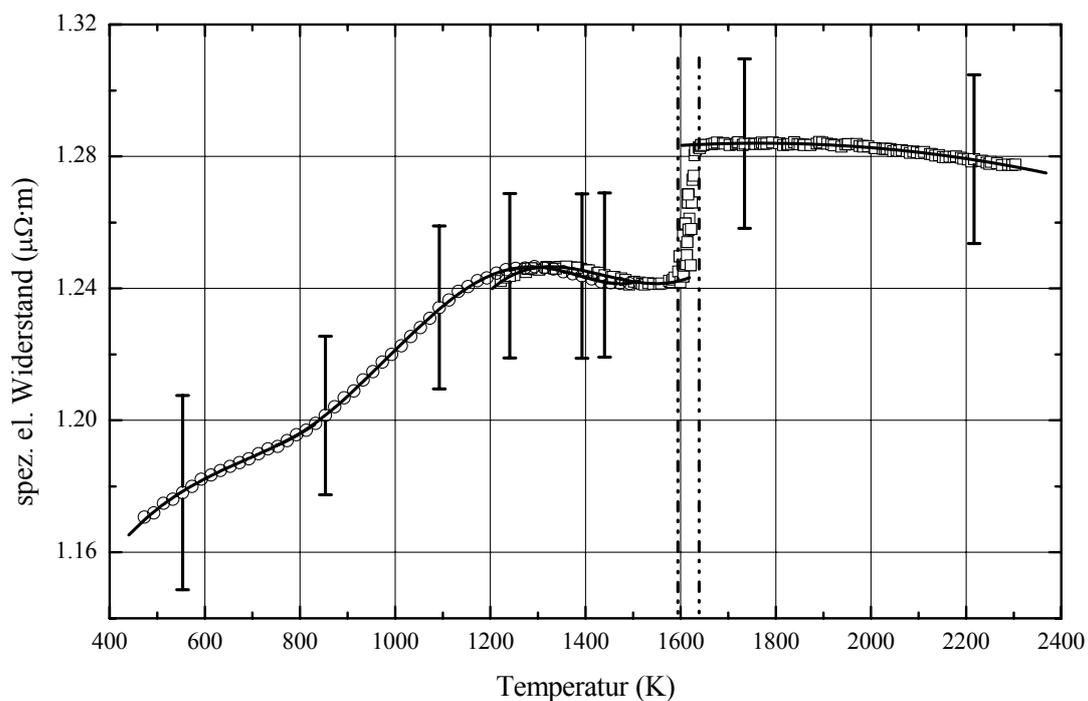


Abbildung 27: Unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur.

Quadrate: Mittelwert aus 7 Messungen vom Pulsheizen. Linien: Jeweils ein Polynomfit zur Beschreibung der gemittelten Daten. Kreise: Mittelwert des spezifischen elektrischen Widerstands aus 7 Messungen vom Pulsheizen bei denen die Temperatur mittels DSC Messungen zugeordnet worden ist; Linien: 3 Polynomfits zur Beschreibung der gemittelten Daten; Die senkrechten Linien kennzeichnen den Schmelzbeginn und das Schmelzende.

In Abbildung 27 ist der unkorrigierte spezifische elektrische Widerstand über ein Temperaturintervall von $473 \text{ K} < T < 2300 \text{ K}$ abgebildet. Diese Daten repräsentieren den spezifischen elektrischen Widerstand in Abhängigkeit der Temperatur ohne Berücksichtigung der Querschnittszunahme. Dieser wurde auf die Abmessungen bei Raumtemperatur bezogen.

Wird die Querschnittszunahme berücksichtigt, so erhält man nach Gleichung (43) den korrigierten spezifischen elektrischen Widerstand ρ_{korr} .

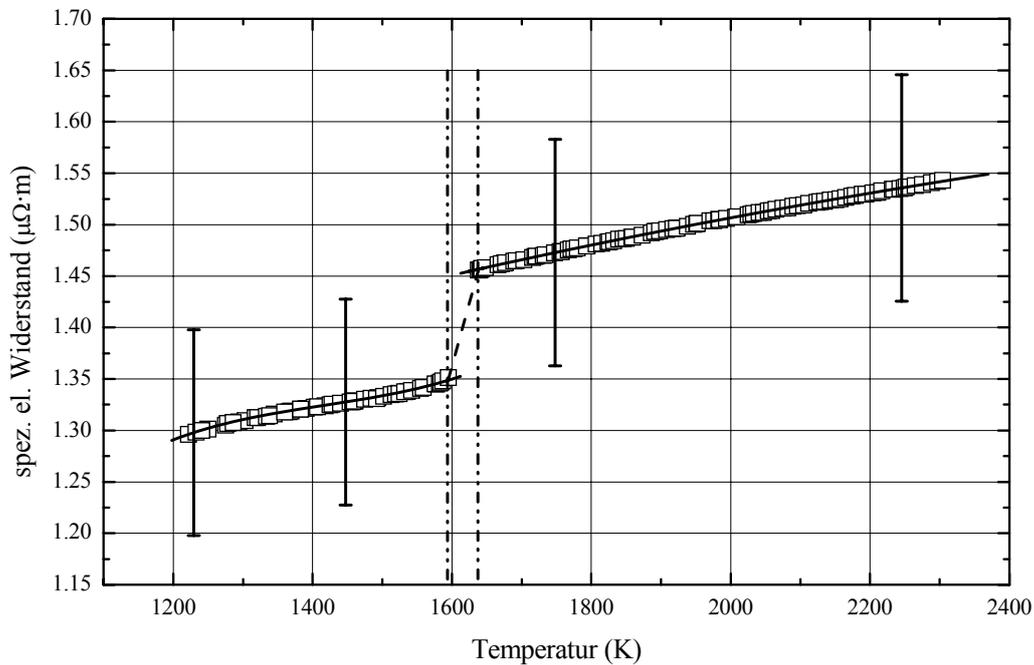


Abbildung 28: Korrigierter spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur.

Quadrate: Mittelwert aus 7 Messungen vom Pulsheizen; Linien: Jeweils ein Polynomfit zur Beschreibung der gemittelten Daten; Die senkrechten Linien kennzeichnen den Schmelzbeginn und das Schmelzende.

Der korrigierte spezifische elektrische Widerstand verändert sich bei $T_{\text{Solidus}} = 1593 \text{ K}$ von $1.35 \mu\Omega\cdot\text{m}$ um $0.11 \mu\Omega\cdot\text{m}$ auf $1.46 \mu\Omega\cdot\text{m}$ bei $T_{\text{Liquidus}} = 1638 \text{ K}$. Der korrigierte spezifische elektrische Widerstand ($\rho_{\text{korr}}(T)$ in $\mu\Omega\cdot\text{m}$) kann in der festen Phase durch einen Polynomfit 3. Grades (62) und in der flüssigen Phase durch einen Polynomfit 2. Grades (63) beschrieben werden.

$$\rho_{\text{korr}}(T) = -1.942 + 6.710 \times 10^{-3} \cdot T - 4.663 \times 10^{-6} \cdot T^2 + 1.097 \times 10^{-9} \cdot T^3 \quad (1200 \text{ K} < T < 1593 \text{ K}) \quad (62)$$

$$\rho_{\text{korr}}(T) = 11.25 \times 10^{-1} + 2.55 \times 10^{-4} \cdot T - 3.20 \times 10^{-8} \cdot T^2 \quad (1638 \text{ K} < T < 2300 \text{ K}) \quad (63)$$

Für einen besseren Vergleich zwischen unkorrigiertem und korrigiertem spezifischem Widerstand werden in der Abbildung 29 beide zusammen abgebildet. Allerdings ist der korrigierte spezifische elektrische Widerstand erst ab einer Temperatur von 1200 K abgebildet, da vorher nur extrapolierte Durchmesserdaten aus Gleichung (55) zur Verfügung stehen würden.

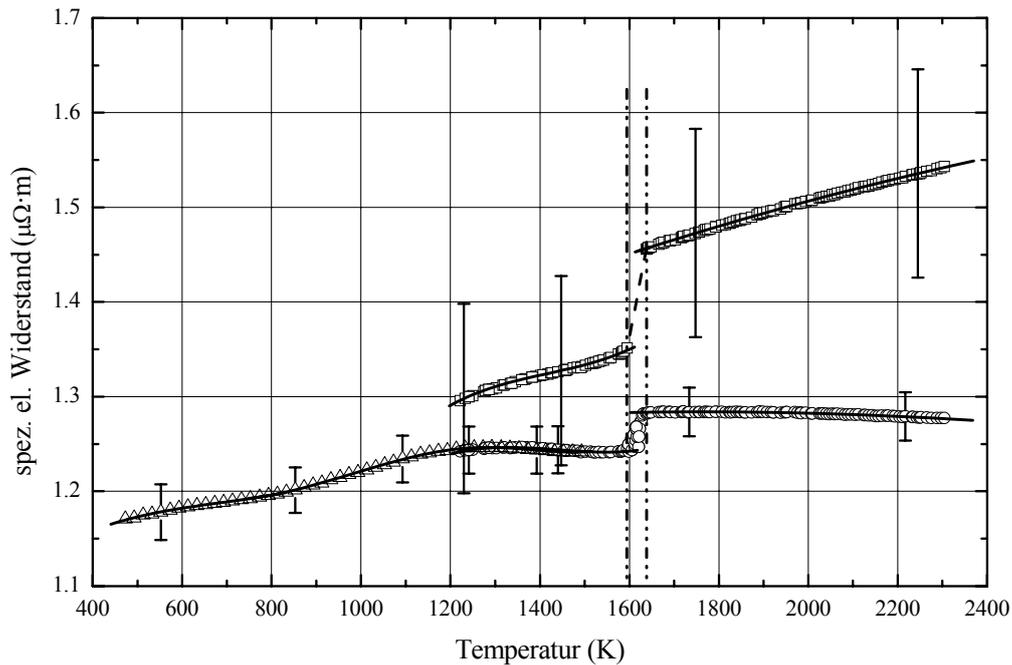


Abbildung 29: Korrigierter und unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur.

Kreise: Mittelwert des unkorrigierten spezifischen elektrischen Widerstands aus 7 Messungen vom Pulsheizen;
 Linien: Jeweils ein Polynomfit zur Beschreibung des unkorrigierten spezifischen elektrischen Widerstands;
 Dreiecke: Mittelwert des spezifischen elektrischen Widerstands aus 7 Messungen vom Pulsheizen bei denen die Temperatur mittels DSC Messungen zugeordnet worden ist; Linien: 3 Polynomfits zur Beschreibung der Daten;
 Quadrate: Der aus dem Mittelwert des unkorrigierten spezifischen elektrischen Widerstands mittels der Durchmesseränderung berechnete, korrigierte spezifische elektrische Widerstand; Linien: Jeweils ein Polynomfit zur Beschreibung der Daten des korrigierten spezifischen elektrischen Widerstands; Die senkrechten Linien kennzeichnen den Schmelzbeginn und das Schmelzende.

5.4 Die Wärmeleitfähigkeit

Die Wärmeleitfähigkeit λ wurde mit Hilfe des WIEDEMANN-FRANZ Gesetz nach Gleichung (44) berechnet. Ein großer Unsicherheitsfaktor ist die LORENZ-Zahl L . Diese wird in der Literatur sehr unterschiedlich angegeben. In dieser Arbeit wurde mit dem bei Gleichung (44) angegebenen Wert aus [Weißmantel et al., 1980] gerechnet. Wenn jedoch ein materialspezifischer Wert für L bekannt ist, dann ist dieser für die Berechnung zu nehmen.

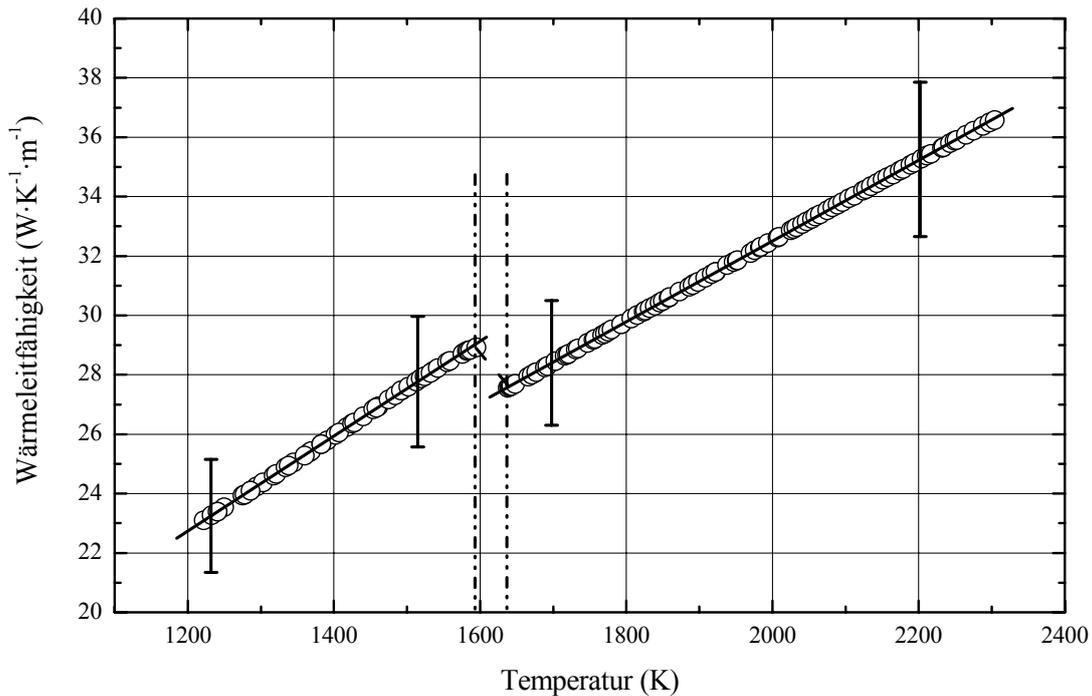


Abbildung 30: Wärmeleitfähigkeit λ in Abhängigkeit der Temperatur.

Kreise: Aus dem Mittelwert des korrigierten spezifischen Widerstand mit der WIEDEMANN-FRANZ Beziehung mit einer LORENZ-Zahl von $L = 2.45 \times 10^{-8} \text{ V}^2/\text{K}^2$ berechnete Werte; Linien: Die mit den Daten berechneten Ausgleichsgeraden; Die senkrechten Linien kennzeichnen den Schmelzbeginn und das Schmelzende.

Die Wärmeleitfähigkeit verändert sich bei $T_{\text{Solidus}} = 1593 \text{ K}$ von $\lambda = 29.01 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ um $\Delta\lambda = 1.42 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ auf $\lambda = 27.59 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ bei $T_{\text{Liquidus}} = 1638 \text{ K}$.

Die Wärmeleitfähigkeit ($\lambda(T)$ in $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) kann in der festen (64) und in der flüssigen (65) Phase durch jeweils eine Ausgleichsgerade beschrieben werden.

$$\lambda(T) = 3.71 + 15.88 \times 10^{-3} \cdot T \quad (1200 \text{ K} < T < 1593 \text{ K}) \quad (64)$$

$$\lambda(T) = 5.33 + 13.59 \times 10^{-3} \cdot T \quad (1638 \text{ K} < T < 2300 \text{ K}) \quad (65)$$

In den Formeln (64) und (65) ist nur der elektronische Beitrag der Wärmeleitfähigkeit aus dem WIEDEMANN-FRANZ Gesetz berücksichtigt. Nach [Klemens et al., 1986] ist bei

Legierungen in der festen Phase ein konstanter Phononenanteil bei der Wärmeleitfähigkeit zu berücksichtigen.

Dort wird ein Wert für den Phononenanteil der Wärmeleitfähigkeit von Nimonic 80³⁴ angegeben. Der Phononenanteil der Wärmeleitfähigkeit wird für Nimonic 80 mit dem Wert $\lambda_g = 4.8 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ angegeben.

Wird dieser Betrag zu dem hier berechneten Werten der Wärmeleitfähigkeit im Festen addiert, so verändert sich die Wärmeleitfähigkeit nun bei $T_{\text{Solidus}} = 1593 \text{ K}$ von $\lambda = 33.81 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ um $\Delta\lambda = 6.22 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ auf $\lambda = 27.59 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ bei $T_{\text{Liquidus}} = 1638 \text{ K}$.

In Abbildung 31 ist der elektronische Beitrag der Wärmeleitfähigkeit aus dem WIEDEMANN-FRANZ Gesetz und die Summe aus dem eben genannten, plus dem von [Klemens et al., 1986] angegebenen Phononenanteil der Wärmeleitfähigkeit für Nimonic 80 eingezeichnet. Weiters sind zum Vergleich Literaturdaten (bis 1273 K) aus [Betteridge et al., 1974] für Nimonic 80A abgebildet. In [Betteridge et al., 1974] wurden diese mit Hilfe einer empirischen Formel, welche der SMITH-PALMER Formel in [Klemens et al., 1986] sehr ähnlich ist, über den spezifischen elektrischen Widerstand berechnet. Es ist zu erkennen, dass der Beitrag aus dem WIEDEMANN-FRANZ Gesetz plus dem Phononenanteil von Nimonic 80 sehr gut mit den Daten von [Betteridge et al., 1986] übereinstimmt.

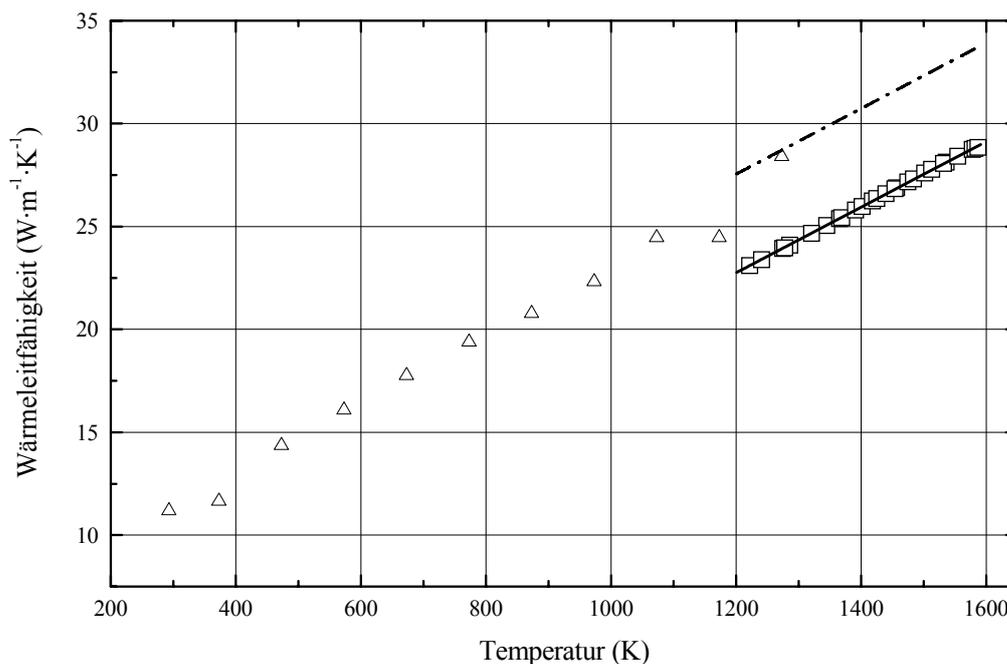


Abbildung 31: Vergleich der gemessenen Wärmeleitfähigkeit mit Literaturwerten in Abhängigkeit der Temperatur.

Dreiecke: Literaturwerte aus [Betteridge et al., 1974]; Quadrate: Aus den gemessenen Daten mit der WIEDEMANN-FRANZ Beziehung berechnete Werte; Linie: Ausgleichsgerade der berechneten Werte; Strichpunktierte Linie: Um den in [Klemens et al., 1986], für den Phononenanteil von Nimonic 80 angegebenen Wert hinaufgeschobene Ausgleichsgerade der berechneten Werte aus der WIEDEMANN-FRANZ Beziehung.

³⁴ Diese Legierung ist Nimonic 80A in der Zusammensetzung sehr ähnlich.
Nimonic 80: 76.4%Ni-23.1%Cr-0.5%Fe

5.5 Die Temperaturleitfähigkeit

Die Temperaturleitfähigkeit wurde über Gleichung (48) berechnet. Dabei flossen die Daten aus DSC und Pulsheizmessungen zusammen. Die spezifische Wärmekapazität wurde für niedrigere Temperaturen direkt mit der DSC gemessen (Abbildung 19) und für hohe Temperaturen aus der Steigung der jeweiligen linearen Ausgleichsgeraden (Abbildung 18) entnommen.

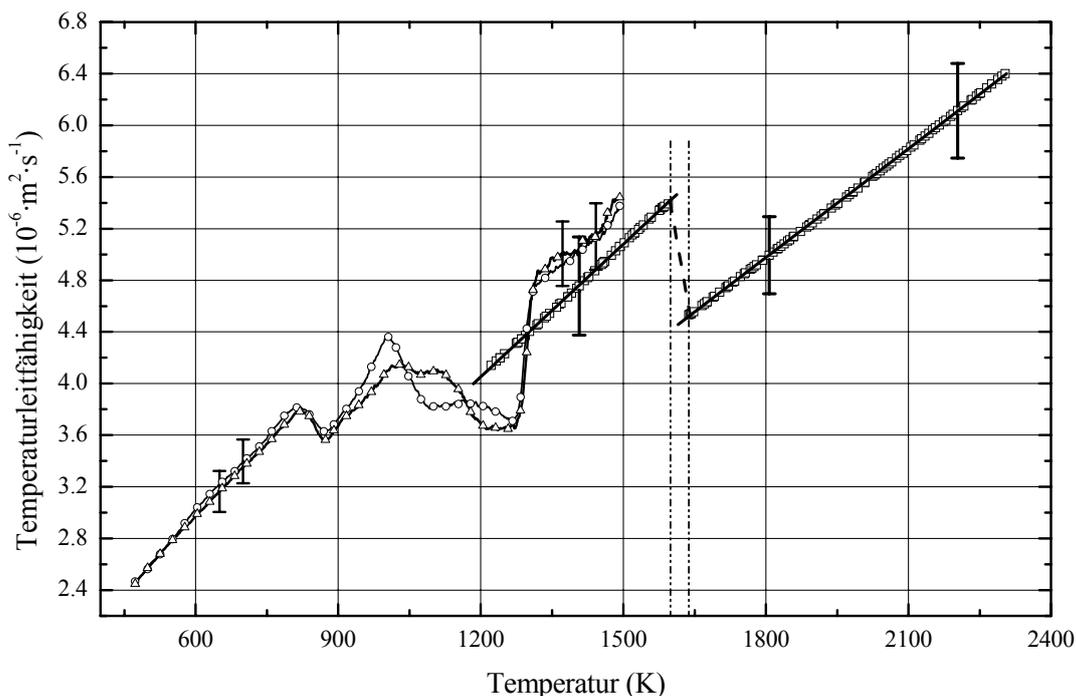


Abbildung 32: Temperaturleitfähigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur.

Kreise: Mittels DSC und Pulsheizdaten berechnet (1. Aufheizen) → Tabelle 8; Dreiecke: Mittels DSC und Pulsheizdaten berechnet (2. Aufheizen) → Tabelle 8; Quadrate: Aus Pulsheizdaten berechnet; Linien: Lineare Ausgleichsgeraden zur Beschreibung der Daten vom Pulsheizen; Die senkrechten Linien kennzeichnen den Schmelzbeginn und das Schmelzende.

Die Temperaturleitfähigkeit verändert sich bei $T_{\text{Solidus}} = 1593 \text{ K}$ von $a = 5.4 \times 10^{-6} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ um $\Delta a = 0.9 \times 10^{-6} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ auf $a = 4.5 \times 10^{-6} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ bei $T_{\text{Liquidus}} = 1638 \text{ K}$.

Die in Abbildung 32 dargestellten Werte der Temperaturleitfähigkeit ($a(T)$ in $(10^{-6} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1})$) können in der festen (66) und in der flüssigen (67) Phase mit jeweils einen linearen Fit beschrieben werden.

$$a(T) = -0.06 + 3.43 \times 10^{-3} \cdot T \quad (1200 \text{ K} < T < 1593 \text{ K}) \quad (66)$$

$$a(T) = -0.84 \times 10^{-1} + 28.10 \times 10^{-4} \cdot T \quad (1638 \text{ K} < T < 2300 \text{ K}) \quad (67)$$

In Abbildung 32 sind zwischen 800 und 1300 K Peaks zu erkennen. Diese sieht man, weil die spezifische Wärmekapazität aus den DSC-Messungen (siehe Abbildung 19) direkt in die Gleichung für die Temperaturleitfähigkeit eingeht. Es ist zum Zeitpunkt dieser Arbeit noch nicht möglich gewesen für die Temperaturleitfähigkeit in diesem Temperaturintervall

Vergleichsmessungen mit einer statischen Methode durchzuführen, um den Verlauf der Temperaturleitfähigkeit im Bereich dieser Umwandlungen zu überprüfen.

In Tabelle 8 sind die in Abbildung 32 markierten Werte für die Temperaturleitfähigkeit angegeben.

Tabelle 8: Zahlenwerte der in Abbildung 32 markierten Punkte der Temperaturleitfähigkeit a .

1. Aufheizen				2. Aufheizen			
T (K)	a ($10^{-6} \cdot \text{m}^2/\text{s}$)	T (K)	a ($10^{-6} \cdot \text{m}^2/\text{s}$)	T (K)	a ($10^{-6} \cdot \text{m}^2/\text{s}$)	T (K)	a ($10^{-6} \cdot \text{m}^2/\text{s}$)
473	2.46798	1006	4.36181	473	2.44932	996	4.06699
499	2.56354	1022	4.27818	499	2.56978	1029	4.14556
525	2.67780	1048	4.05726	525	2.67996	1048	4.12585
551	2.79550	1074	3.87851	551	2.78581	1075	4.06884
578	2.91874	1101	3.82254	578	2.88460	1101	4.09462
604	3.04004	1127	3.82196	604	2.99003	1127	4.06430
630	3.14465	1153	3.84095	630	3.08386	1153	3.95516
656	3.23722	1179	3.84456	656	3.18792	1179	3.77932
682	3.31941	1205	3.82537	682	3.28311	1205	3.67164
708	3.42025	1231	3.78288	708	3.38049	1231	3.65785
735	3.51344	1267	3.71135	735	3.47041	1258	3.64753
761	3.63109	1284	3.89364	761	3.56917	1284	3.79118
787	3.74995	1297	4.42578	787	3.67996	1297	4.24119
813	3.81364	1310	4.71010	820	3.78296	1310	4.72338
839	3.76003	1336	4.81659	839	3.74855	1336	4.88538
870	3.63023	1388	4.94806	874	3.56294	1362	4.97831
891	3.68461	1415	5.03592	891	3.63565	1415	5.10441
918	3.80454	1441	5.13048	918	3.74884	1441	5.13572
944	3.94003	1467	5.22513	943	3.83339	1467	5.32261
970	4.12861	1493	5.37620	970	3.93549	1493	5.44095

6. Unsicherheitsanalyse

In [Wilthan, 2005] ist eine sehr umfassende Analyse der Messunsicherheit vom gesamten Aufbau, jedoch ohne die Unsicherheit von den aus den Kameramessungen abgeleiteten Größen, angeben. Die Analyse von [Wilthan, 2005] erfolgt nach der GUM³⁵-Norm [DIN, 1995] und wird auch in dieser Arbeit für die Unsicherheitsbetrachtung verwendet. Es wurden die Unsicherheiten, nach [Wilthan, 2005], für eine Einzelmessung berechnet. Die Tatsache, dass in der Arbeit nur Mittelwerte angegeben werden, wurde nicht berücksichtigt und kann zu geringeren Unsicherheiten für die Mittelwerte führen.

Die Unsicherheit der quadratischen Durchmesseränderung wurde nach [Matus, 2005] berechnet. Alle Unsicherheiten von Größen, welche eine Funktion der Durchmesseränderung sind, wurden in weiterer Folge auch nach GUM, im speziellen mit dem Programm GUM Workbench, bestimmt. Die angegebenen Unsicherheiten sind immer mit einem Erweiterungsfaktor von $k = 2$ angegeben.

6.1 Enthalpie

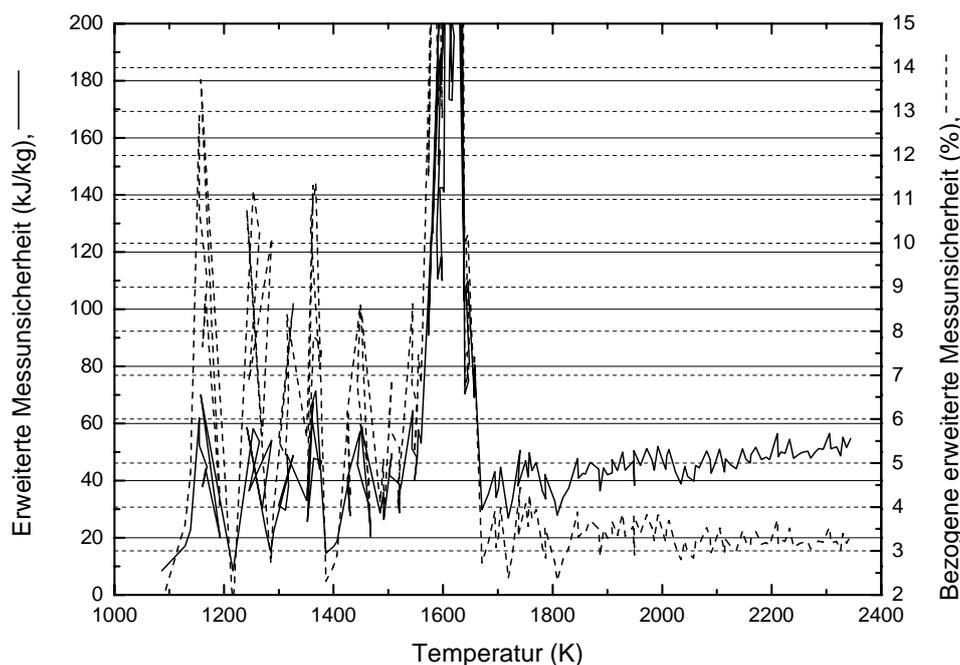


Abbildung 33: Unsicherheit der spezifischen Enthalpie in Abhängigkeit von der Temperatur beim Pulsheizen mit einem Erweiterungsfaktor $k = 2$.

In Abbildung 33 sind die erweiterte und die bezogene erweiterte Unsicherheit der spezifischen Enthalpie in Abhängigkeit von der Temperatur beim Pulsheizen dargestellt. Da das Pyrometer bei niedrigeren Temperaturen ein schlechteres Signal-Rausch-Verhältnis hat, ist hier auch die Unsicherheit der Temperatur größer und spiegelt sich in der Unsicherheit von

³⁵ Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement – Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen.

$H(T)$ wieder. Werte für die bezogene erweiterte Unsicherheit, welche sich aus der Enthalpie ergeben oder von DSC-Messungen stammen, sind in Tabelle 9 angegeben.

Tabelle 9: Bezogene erweiterte Unsicherheiten für die gemessenen Daten.

Gemessene Werte	Unsicherheit (k = 2) / %
$c_p(T)$ in der festen Phase beim Pulsheizen	± 6
$c_p(T)$ in der flüssigen Phase beim Pulsheizen	± 4
ΔH_s	± 21
$c_p(T)$ aus DSC - Messungen	± 3
$H_s(T)$ aus DSC - Messungen	± 3

Die Unsicherheiten der spezifischen Wärmekapazität aus DSC-Messungen wurden in [Wilthan, 2002] bestimmt.

6.2 Dichte

Die Unsicherheit der Durchmesseränderung wurde aus der Standardabweichung der Messdaten, über eine Unsicherheitsanalyse für Ausgleichsrechnung nach [Matus, 2005], berechnet. Es ergibt sich für die quadratische Durchmesseränderung eine bezogene erweiterte Unsicherheit von max. 7.7% in der festen bzw. max. 6.6% in der flüssigen Phase mit einem Erweiterungsfaktor von $k = 2$.

Werte für die bezogene erweiterte Unsicherheit der Dichte sind in Tabelle 10 angegeben.

Tabelle 10: Bezogene erweiterte Unsicherheiten für die gemessenen Daten.

Gemessene Werte	Unsicherheit (k = 2) / %
$d_d(293 \text{ K})$	± 0.1
$d_d(T)$ in der festen Phase beim Pulsheizen	max. ± 7.7
$d_d(T)$ in der flüssigen Phase beim Pulsheizen	max. ± 6.9

6.3 Widerstand

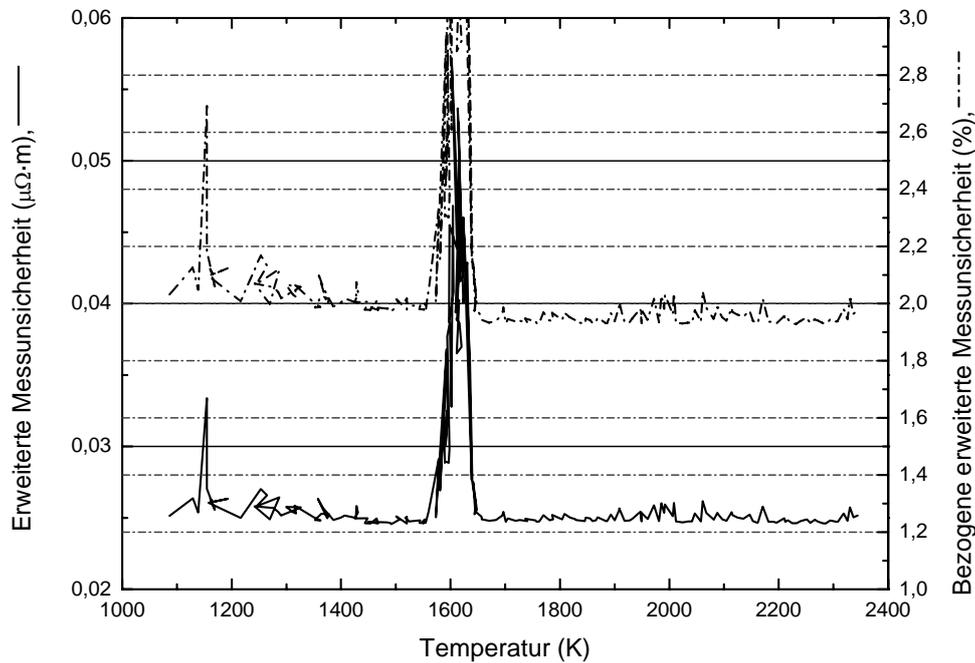


Abbildung 34: Unsicherheit des unkorrigierten spezifischen elektrischen Widerstands in Abhängigkeit von der Temperatur beim Pulsheizen mit einem Erweiterungsfaktor $k=2$.

In Abbildung 34 sind die erweiterte und die bezogene erweiterte Unsicherheit des unkorrigierten spezifischen elektrischen Widerstands in Abhängigkeit von der Temperatur beim Pulsheizen dargestellt. Da die Temperaturzuordnung über das Pyrometer erst ab 1200 K möglich ist, wurde bei niederen Enthalpiewerten die Temperatur über DSC-Messungen zugeordnet. Die zugehörigen Unsicherheiten sind in Tabelle 11 angegeben. Die Unsicherheit für den korrigierten spezifischen elektrischen Widerstand und die Unsicherheit des unkorrigierten spezifischen elektrischen Widerstands in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie sind ebenfalls in der Tabelle 11 angegeben.

Tabelle 11: Bezogene erweiterte Unsicherheiten für die gemessenen Daten.

Gemessene Werte	Unsicherheit ($k = 2$) / %
$\rho_d(473 \text{ K}) - \rho_d(950 \text{ K})$ - (Temperatur über DSC)	± 2.5
$\rho_b(950 \text{ K}) - \rho_d(1450 \text{ K})$ - (Temperatur über DSC)	± 2.0
$\rho_d(H_s)$	± 2.0
$\rho_{korr}(T)$ in der festen Phase	max. ± 7.9
$\rho_{korr}(T)$ in der flüssigen Phase	max. ± 7.4

6.4 Wärmeleitfähigkeit

Die erweiterte Messunsicherheit der Wärmeleitfähigkeit mit einem Erweiterungsfaktor von $k = 2$ ist in Tabelle 12 angegeben. Für die Literaturdaten aus [Betteridge, 1974] sind keine Unsicherheiten angegeben. Die LORENZ-Zahl wurde in der Unsicherheitsanalyse als Konstante betrachtet.

Tabelle 12: Bezogene erweiterte Unsicherheiten für die gemessenen Daten.

Gemessene Werte	Unsicherheit ($k = 2$) / %
$\lambda(T)$ in der festen Phase	max. ± 8.2
$\lambda(T)$ in der flüssigen Phase	max. ± 7.4

6.5 Temperaturleitfähigkeit

Die erweiterte Messunsicherheit der Temperaturleitfähigkeit mit einem Erweiterungsfaktor von $k = 2$ ist in Tabelle 13 angegeben.

Tabelle 13: Bezogene erweiterte Unsicherheiten für die gemessenen Daten.

Gemessene Werte	Unsicherheit ($k = 2$) / %
$a(T)$ in der festen Phase beim Pulsheizen	± 8
$a(T)$ in der flüssigen Phase beim Pulsheizen	± 6
$a(T)$ mittels $c_p(T)$ aus DSC – Messungen	± 5

7. Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurden die thermophysikalischen Daten der Nickelbasis Legierung Nimonic 80A mittels ohmscher Pulsheizung und DSC-Messungen bestimmt. Der Schwerpunkt lag bei der Dichtebestimmung mit einem schnellen Kamerasystem, welche es ermöglicht die Dichteänderung während des Pulsheizvorganges zu messen, den spezifischen elektrischen Widerstand bezüglich der Dichteänderung zu korrigieren und damit die Wärmeleitfähigkeit zu berechnen. Alle thermophysikalische Daten, welche aus den Messergebnissen berechnet wurden, sind in Kapitel 5 angegeben. Das Kamerasystem ist sehr detailliert in Kapitel 3.5 beschrieben.

8. Literaturverzeichnis

- Bergmann L. und Schaefer C., 1998: *Lehrbuch der Experimentalphysik*, Band I, 11. Auflage, Walter de Gruyter, New York
- Bergmann L. und Schaefer C., 1952: *Grundaufgaben des physikalischen Praktikums*, 5. Auflage, Teubner, Leipzig
- Bergmann L., Schaefer C. und Kliefoth W., 1957: *Grundaufgaben des physikalischen Praktikums*, 6. Auflage, Teubner, Stuttgart
- Betteridge W., Heslop J., 1974: *The Nimonic Alloys and Other Nickel-Base High-Temperature Alloys*, 10 S. 157, Edward Arnold, London
- Cagran C., 2004: *Untersuchung des Emissionsverhaltens flüssiger Metalle mittels Photopolarimetrie und Mehrwellenlängenpyrometrie*, Dissertation, Technische Universität Graz, Graz
- DIN, Deutsches Institut für Normung e 1995.: *Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen*, 1. Beuth Verlag GmbH – Original: Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, ISO (Genf, Schweiz, 1993)
- Goodwin A. R. H., Marsh K. N., Wakeham W. A., 2003: Measurement of the Thermodynamic Properties of Single Phases, Experimental Thermodynamics, Volume VI, Chapter 10: “Extreme Conditions”, Elsevier, Amsterdam, Paris
- Hemminger W. F., Cammenga H. K., 1989: *Methoden der thermischen Analyse*, Springer-Verlag, Berlin
- Hosaeus B., 2000: *Bestimmung der thermophysikalischen Daten von Inconel 718 im festen und flüssigen Zustand mittels statischer und dynamischer Methoden*, Diplomarbeit, Technische Universität Graz, Graz
- Klemens P. G., Williams R. K., 1986: *International Metals Reviews*, 31, No. 5, 9, S. 197
- Matus, M., 2005: *Koeffizienten und Ausgleichsrechnung: Die Unsicherheit nach GUM*, Teil 1: Ausgleichsgeraden, Technisches Messen, Ausgabe 72, Seite 584, Oldenburg Verlag, München
- Meister T., 2000: *Aufbau und Regelung eines elektrostatischen Levitators*, Dissertation, Ruhr Universität Bochum, Bochum
- PCO Computer Optics: *HSFC-PRO*, Bedienungsanleitung, Prospekt der PCO AG, Donaupark 11, D- 93309 Kelheim, http://www.pco.de/pco/php/support/manuals_1-en_01040303.html
- Profos P. und Pfeifer T., 1994: *Handbuch der industriellen Messtechnik*, 6. korr. Auflage, Oldenburg Verlag, München

- Sachsenhofer F., 2000: *Data evaluation for pulse heating experiments combined with emissivity measurements using a division-of-amplitude photopolarimeter*, Diplomarbeit, Technische Universität Graz, Graz
- Seifter A., 1996: *Bestimmung der thermophysikalischen Daten von Eisen – Nickel – Legierungen im flüssigen Zustand mittels ohmscher Pulsaufheizung*, Diplomarbeit, Technische Universität Graz, Graz
- Seifter A., 2001: *Bestimmung des normalen spektralen Emissionskoeffizienten von flüssigen pulsgeheizten Metallen mittels eines schnellen Photopolarimeters*, Dissertation, Technische Universität Graz, Graz
- Weißmantel Ch., Hamman C., 1980: *Grundlagen der Festkörperphysik*, Springer-Verlag, Berlin
- Wilthan B., 2002: *Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität von Stoffen mittels dynamischer Differenzkalorimetrie*, Diplomarbeit, Technische Universität Graz, Graz
- Wilthan B., 2005: *Verhalten des Emissionsgrades und thermophysikalische Daten von Legierungen bis in die flüssige Phase mit einer Unsicherheitsanalyse aller Messgrößen*, Dissertation, Technische Universität Graz, Graz

Dank

Diese Diplomarbeit wurde am Institut für Experimentalphysik der Technischen Universität Graz unter der Leitung von Herrn a.o. Univ. Prof. Dr. Gernot Pottlacher durchgeführt. Ihm möchte ich für die hervorragende Betreuung und für die Bereitstellung der Apparatur danken. Darüber hinaus bedanke ich mich bei ihm für die kleine „Fischerei – Einführung“ und die ausgezeichnete geräucherte Bachforelle.

Mein besonderer Dank gilt Dr. Boris Wilthan, welcher mir die Apparatur und die Tipps und Tricks für das Pulsheizen näher brachte.

Bedanken möchte ich mich auch bei Dr. Wolfgang Schützenhöfer und DI Robert Tanzer von Böhler Edelstahl GmbH, welche als Projektpartner das Probenmaterial zur Verfügung gestellt haben und so manche Frage von mir beantwortet haben.

Auch bei Dr. Claus Cagran, DI Thomas Hüpf, Harald Reschab und Peter Kerschenbaumer möchte ich für jedes hilfreiche, informative und aufmunternde Gespräch bedanken.

Das besonders angenehme Arbeitsklima ist ihnen allen zu verdanken.

Weiters bedanke ich mich generell bei allen Mitgliedern des Instituts für Experimentalphysik, unter der Leitung von Herrn Univ. Prof. Dr. Wolfgang Ernst, für die angenehme und freundschaftliche Atmosphäre.

Meinen Eltern und Geschwistern möchte ich zutiefst danken, weil ohne ihre Unterstützung und ihren Rückhalt nichts möglich gewesen wäre.

Meiner lieben Agnes gebührt besonderer Dank, weil sie für meine Probleme immer ein offenes Ohr hatte und mich ermutigte.

An dieser Stelle bedanke ich mich auch bei meinen Exwohnungs- und Physikerkollegen Alexander Meierhofer und Thomas Macher. Ohne sie wäre das Studium niemals so lustig gewesen und die Physik so klar geworden.

Ich möchte mich auch bei allen anderen Freunden, die mich in den letzten Jahren begleitet haben, für ihre Freundschaft und Unterstützung bedanken.

Diese Arbeit wurde finanziell vom FFG unterstützt (Projekt: 810999)

Karl Preis