

**Entwicklung und Kalibration eines
Submikrosekunden-Pyrometers**

Diplomarbeit

Jürgen Ruprechter

Institut für Experimentalphysik
der Technischen Universität Graz

Dezember 2000

Meinen Eltern gewidmet.

Zusammenfassung

Zur Untersuchung thermophysikalischer Eigenschaften von Metallen wird am Institut für Experimentalphysik der Technischen Universität Graz die sogenannte Drahtexplosionsmethode mit Aufheizraten von etwa 10^8 K/s verwendet. Eine Möglichkeit, die dort auftretenden und sich sehr schnell ändernden hohen Temperaturen zu messen, ist die zeitaufgelöste Messung der Strahlungsintensität der Probe. Ein Ziel der vorliegenden Arbeit war es, die bestehenden optischen Pyrometer so zu verbessern, daß eine höhere Meßgenauigkeit bei gleichzeitiger Ausweitung des Meßbereichs erreicht wird. Außerdem sollte die Leistungsfähigkeit einer Methode zur direkten Bestimmung der Strahlungstemperatur durch Kalibration an einem Sekundärnormal überprüft werden.

Abstract

Thermophysical properties of metals are investigated at the Institute for Experimental Physics at the Technical University of Graz by means of an ohmic pulse heating experiment with heating rates up to 10^8 K/s. One way to measure the high and rapidly changing temperature in this experiment is the time-resolved measurement of the surface radiation of the sample. One aim of this work was the improvement of the existing pyrometers to achieve greater accuracy and a wider range of temperature resolution. Furthermore a new way to obtain the radiation temperature through calibration at a secondary standard was demonstrated.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Zielsetzung.....	6
2	Grundlagen der Pyrometrie.....	7
2.1	Strahlungsgrößen.....	7
2.2	Der Schwarze Körper.....	8
2.3	Das Plancksche Strahlungsgesetz.....	10
2.4	Bestimmung der Temperatur eines Schwarzen Körpers.....	12
2.5	Effektive Wellenlänge.....	13
2.6	Bestimmung der Strahlungstemperatur eines realen Körpers unter Verwendung eines photoelektrischen Pyrometers.....	16
3	Das neue Pyrometer.....	17
3.1	Mechanischer Aufbau.....	17
3.2	Die Verstärkerelektronik.....	19
3.3	Der neue Verstärker.....	28
4	Kalibration.....	30
4.1	Mechanische Justierung.....	30
4.2	Kalibration des Verstärkers.....	31
5	Demonstration der Leistungsfähigkeit.....	40
6	Fehlerbetrachtung.....	46
6.1	Einfluß des Rauschens auf die Temperaturlösung.....	46
6.2	Fehlereinflüsse bei der Kalibration.....	50
7	Ausblick.....	51
8	Literaturverzeichnis.....	52

1 Einleitung und Zielsetzung

Zur Untersuchung thermophysikalischer Eigenschaften von Metallen wird am Institut für Experimentalphysik der Technischen Universität Graz die sogenannte Drahtexplosionsmethode mit Aufheizraten von etwa 10^8 K/s verwendet. Eine Möglichkeit, die dort auftretenden und sich sehr schnell ändernden hohen Temperaturen zu messen, ist die zeitaufgelöste Messung der Strahlungsintensität der Probe. Die Empfindlichkeit der bisher in Verwendung stehenden Pyrometer war durch das hohe Rauschen der Elektronik und die niedrige Sensitivität der verwendeten Photodiode gering, weswegen die Temperaturauflösung mit 1300 K beschränkt war. Außerdem mußte zur Ermittlung der Temperatur der Probe aus der Strahlungsintensität zumindest die Schmelztemperatur aufgelöst werden, da nur so eine indirekte Kalibration des Pyrometers über die Strahlungsintensität beim Schmelzübergang möglich war.

Das Ziel dieser Arbeit war ein Pyrometer zu entwickeln, welches einerseits einen größeren Temperaturbereich mit höherer Genauigkeit auflösen kann und andererseits die Bestimmung der Strahlungstemperatur der Probe unabhängig vom aufgelösten Temperaturbereich ermöglicht.

2 Grundlagen der Pyrometrie

2.1 Strahlungsgrößen

Als Temperatur- oder Wärmestrahlung bezeichnet man die von der Oberfläche eines Körpers ausgehende elektromagnetische Strahlung, deren Eigenschaften nur von der Temperatur und der chemisch-physikalischen Beschaffenheit der strahlenden Oberfläche des Körpers abhängen.

Zur Beschreibung der Charakteristik dieser Strahlung werden je nach experimenteller Gegebenheit verschiedene Größen verwendet, die zueinander in Beziehung stehen. Mit F wird die Strahlungsleistung (auch Strahlungsfluß genannt) bezeichnet, ihre SI-Einheit ist das Watt (W). Die Strahlungsleistung ist außer für stationäre Abstrahlungsbedingungen eine Funktion der Zeit. Man versteht darunter die von der Oberfläche eines Körpers in der Zeiteinheit abgegebene Strahlungsenergie dQ :

$$F = \frac{dQ}{dt} \quad (2.1)$$

Umgibt man die Strahlungsquelle mit einer beliebigen geschlossenen Oberfläche, so muß die auf ein Raumwinkelement dW entfallende Strahlungsleistung dF diesem proportional sein, da die gesamte durch diese Oberfläche abgestrahlte Strahlungsleistung aus Gründen der Energieerhaltung weder von der Form noch von der Größe dieser Oberfläche abhängen darf. Unter der Strahlstärke I versteht man jetzt die Strahlungsleistung dF pro Raumwinkelement dW , also:

$$I = \frac{dF}{dW} \quad (2.2)$$

Die Strahlstärke ist im allgemeinen eine Funktion der Abstrahlungsrichtung. Die Strahlstärke hat die SI-Einheit $W \cdot sr^{-1}$.

Betrachtet man ein strahlendes Flächenelement dA im Mittelpunkt einer Kugel mit dem Radius R , so kann die Strahlungsleistung, die von dA unter dem Winkel J gegen die Flächennormale nach dem Oberflächenelement dA' ausgesandt wird, folgendermaßen in Kugelkoordinaten ausgedrückt werden:

$$d^2F = L \cdot dA \cdot \cos J \frac{dA'}{R^2} = L \cdot dA \cdot \cos J \cdot dW \quad (2.3)$$

LStrahldichte
 dWRaumwinkelement

Die Strahldichte kennzeichnet die Strahlungseigenschaften unabhängig von der Größe des strahlenden Flächenelementes dA , hängt aber im allgemeinen noch von J und dW ab. Zerlegt man die Strahldichte L spektral, so kommt man zur spektralen Strahldichte L_l , die mit L wie folgt verknüpft ist:

$$L = \int_0^{\infty} L_l \cdot dl \quad (2.4)$$

lWellenlänge
 L_lspektrale Strahldichte

2.2 Der Schwarze Körper

Zur Beschreibung der Strahlungscharakteristik von realen Oberflächen ist zuerst eine Idealisierung notwendig, nämlich die Einführung des Konzeptes des Schwarzen Körpers. Als Schwarzen Körper bezeichnet man eine ideale Oberfläche mit folgenden Eigenschaften:

- Ein Schwarzer Körper absorbiert alle auf ihn treffende Strahlung unabhängig von deren Richtung und Wellenlänge

- Bei einer bestimmten Temperatur und Wellenlänge gibt es keine Oberfläche, die mehr thermische Strahlungsenergie emittieren kann als ein Schwarzer Körper
- Die Emission der Strahlungsenergie ist bei einem Schwarzen Körper unabhängig in jede Richtung gleich groß

Ein solcher Schwarzer Körper kann zum Beispiel recht gut durch einen evakuierten Hohlraum mit einer hinreichend kleinen Öffnung gegeben sein, wenn die absorbierenden Wände des Hohlraumes überall gleiche und konstante Temperatur haben und die Öffnung das Strahlungsgleichgewicht im Inneren nicht merklich ändert.

Die spektrale Strahldichte $L_{I,S}(I, T)$ eines Schwarzen Körpers hängt also nur von der Temperatur T und der Wellenlänge I , nicht aber von den chemisch-physikalischen Eigenschaften der Wand ab. Bezeichnet man mit $e(I)$ den spektralen Emissionsgrad, so läßt sich die spektrale Strahldichte $L_I(I, T)$ eines beliebigen Körpers mit der spektralen Strahldichte $L_{I,S}(I, T)$ eines schwarzen Körpers wie folgt in Beziehung setzen:

$$L_I(I, T) = e(I) \cdot L_{I,S}(I, T) \quad (2.5)$$

Man bezeichnet jenen Bruchteil einer auf ein Oberflächenelement einfallenden Strahldichte, der von der Oberfläche absorbiert und in Wärme umgewandelt wird, als den spektralen Absorptionsgrad $a(I)$. Der Kirchhoffsche Satz besagt jetzt

$$e(I) = a(I) \quad (2.6)$$

Nach dem Lambertschen Gesetz sind $e(I)$ und $a(I)$ für einen Schwarzen Körper unabhängig von der Strahlungsrichtung.

2.3 Das Plancksche Strahlungsgesetz

Das Aufsuchen einer universellen Funktion $L_{I,S}(I, T)$ war die fundamentale Aufgabe der Strahlungsphysik am Ende des 19. Jahrhunderts. Einen großen Beitrag dazu leistete W. Wien mit seinem Wienschen Gesetz.

$$L_{I,S}(I, T) = 2 \cdot c_1 \cdot I^{-5} \cdot e^{-\frac{c_2}{IT}} \quad (2.7)$$

c_1, c_2empirisch zu bestimmende Konstanten

Diese Gleichung lieferte zwar richtig ein Maximum für die Strahlstärke, allerdings sagte sie bei festgehaltener Wellenlänge und beliebig wachsender Temperatur eine konstante Strahldichte voraus, was an ihrer Richtigkeit für große Temperaturen starke Zweifel aufkommen ließ. Sie findet aber heute noch für gewisse Temperaturbereiche Verwendung, weil sie mathematisch einfach zu behandeln ist.

M. Planck konnte als erster im Jahr 1900 einen Zusammenhang zwischen der spektralen Strahldichte $L_{I,S}(I, T)$, der Wellenlänge I und der Temperatur T für Schwarze Körper angeben. Sein revolutionärer Ansatz war, daß er die Annahme traf, daß die von ihm benutzten modellhaften Oszillatoren in einem Festkörper Energie nicht stetig sondern nur in bestimmten endlichen „Quanten“ aus dem Strahlungsfeld aufnehmen oder an das Strahlungsfeld abgeben können. Dies führte ihn zur Planckschen Strahlungsformel:

$$L_{I,S}(I, T) = \frac{c_1}{I^5} \cdot \frac{1}{e^{\frac{c_2}{IT}} - 1} \quad (2.8)$$

c_1, c_2erste und zweite Plancksche Konstante

Der revolutionäre Charakter und die weitreichende Bedeutung von Plancks Quantenhypothese wurde erst später erkannt und hat sich als

Schlüssel zum Verständnis von vielen physikalischen Vorgängen herausgestellt. Für $lT \ll c_2$ kann das Plancksche Gesetz durch das Wiensche Gesetz angenähert werden. Eine eingehende Rechnung zeigt, daß die Werte von $L_{l,T}$ um weniger als 0,5% zu niedrig sind, wenn gilt:

$$l \cdot T \leq 2472 \text{ nm} \cdot \text{K} \quad (2.9)$$

Abbildung 2.1 zeigt einen Überblick über den Verlauf der spektralen Strahl-dichte in Abhängigkeit von der Wellenlänge für einige Temperaturen nach dem Planckschen Gesetz.

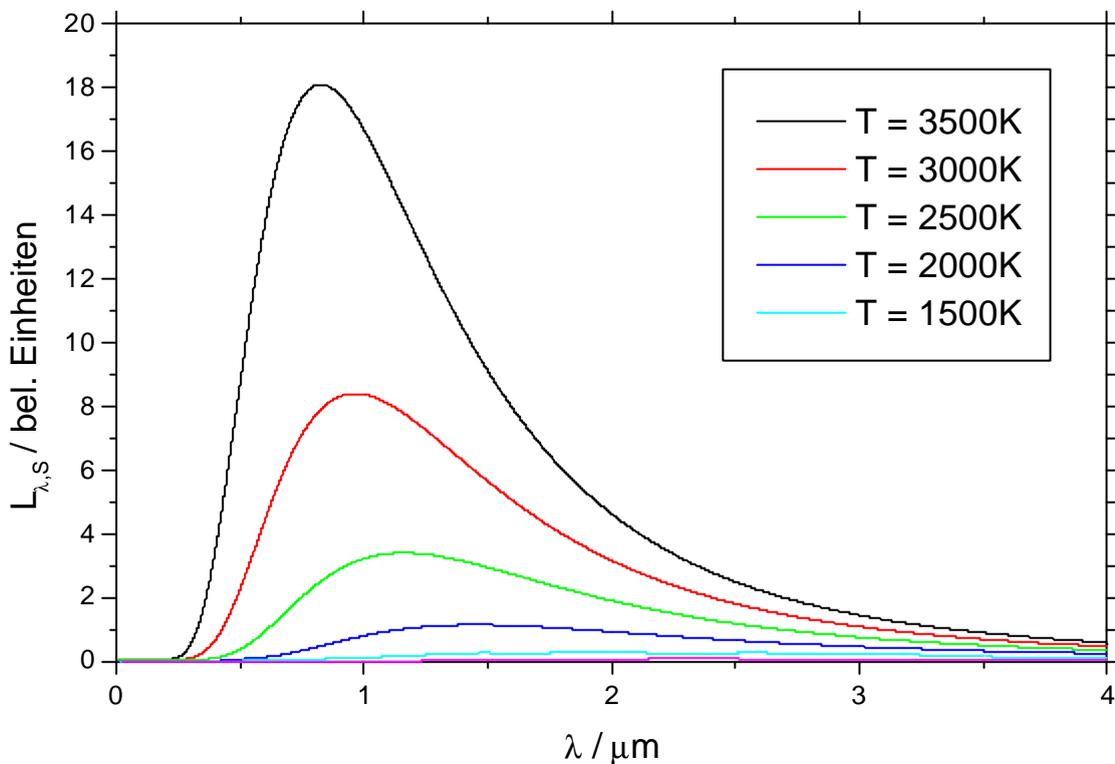


Abbildung 2.1: Verlauf der spektralen Strahl-dichte $L_{l,s}$ in Abhängigkeit von der Temperatur T und Wellenlänge l nach dem Planckschen Gesetz

Für reale Temperaturstrahler gibt es kein allgemein gültiges Gesetz, das die spektrale Strahl-dichte beschreibt. Nur aus der Kenntnis der spektralen Strahl-dichte läßt sich die wahre Temperatur nicht ableiten.

Allerdings kann man der spektralen Strahldichte eines realen Strahlers eine Temperatur eines Schwarzen Körpers zuordnen, der bei der Beobachtungswellenlänge die gleiche spektrale Strahldichte hat wie der reale Strahler. Diese Temperatur $T_S(\lambda)$ nennt man Schwarze Temperatur. Für den Zusammenhang zwischen wahrer und Schwarzer Temperatur folgt nach Gleichung 2.5 unter Berücksichtigung des Planckschen Gesetzes folgender Zusammenhang:

$$\frac{1}{T_S(\lambda)} = \frac{1}{T} - \frac{\lambda}{c_2} \cdot \ln e(\lambda, T) - \frac{\lambda}{c_2} \cdot \ln \left(\frac{1 - e^{-\frac{c_2}{\lambda \cdot T_S(\lambda)}}}{1 - e^{-\frac{c_2}{\lambda \cdot T}}} \right) \quad (2.10)$$

$T_S(\lambda)$Schwarze Temperatur

Für den Fall, daß die Wiensche Näherung des Planckschen Strahlungsgesetzes verwendet werden kann (Bedingung aus Gleichung 2.9), verschwindet der letzte Summand auf der rechten Seite und die Gleichung hat das einfachere Aussehen:

$$\frac{1}{T_S(\lambda)} = \frac{1}{T} - \frac{\lambda}{c_2} \cdot \ln e(\lambda, T) \quad (2.11)$$

Aus dem über Schwarze Körper gesagten folgt, daß reale Oberflächen niemals mehr als ein Schwarzer Körper emittieren, also $e(\lambda, T)$ immer kleiner als eins ist. Da daher der Logarithmus in obiger Gleichung immer negativ ist, muß der Kehrwert der wahren Temperatur T also immer kleiner sein als der Kehrwert der Schwarzen Temperatur T_S . Daraus folgt, daß die wahre Temperatur T immer größer als die Schwarze Temperatur T_S ist.

2.4 Bestimmung der Temperatur eines Schwarzen Körpers

Um die Temperatur eines Schwarzen Körpers zu bestimmen, schreibt die Internationale Temperaturskala von 1990 [ITS-1990] vor, das

Verhältnis der spektralen Strahldichte $L_I(\mathbf{I}, T)$ bei der unbekanntem Temperatur T und der spektralen Strahldichte $L_I(\mathbf{I}, T_{Au})$ bei der Temperatur $T_{Au} = 1337,58$ K des erstarrenden Goldes zu bestimmen. Dieses Verhältnis kann experimentell auf verschiedene Arten erhalten werden, eine allgemeine Vorschrift dafür gibt es nicht.

Praktisch läßt sich allerdings niemals das Verhältnis der spektralen Strahldichten messen, da jede physikalische Meßeinrichtung immer nur das Integral der spektralen Strahldichte über einen bestimmten (und wenn auch noch so engen) Spektralbereich bestimmen kann. Daher wird in der Praxis immer folgendes Verhältnis gemessen, aus dem man dann die unbekanntem Temperatur T bei Kenntnis der übrigen Parameter bestimmen kann.

$$Q = \frac{\int L_{I,S}(\mathbf{I}, T) \cdot F(\mathbf{I}) \cdot d\mathbf{I}}{\int L_{I,S}(\mathbf{I}, T_{Au}) \cdot F(\mathbf{I}) \cdot d\mathbf{I}} \quad (2.12)$$

Q zu messendes Verhältnis
 $F(\mathbf{I})$ spektraler Durchlaßgrad des optischen Systems
 T_{Au} Erstarrungstemperatur von Gold

2.5 Effektive Wellenlänge

Die Ermittlung der Temperatur nach den Vorschriften der ITS-1990 nach Gleichung 2.12 ist numerisch sehr aufwendig. Die Auswertung wird aber wesentlich durch Einführung der effektiven Wellenlänge vereinfacht.

Unter der mittleren effektiven Wellenlänge für zwei Temperaturen T_1 und T_2 versteht man jene Wellenlänge \mathbf{I}_{mEff} , bei der das in Gleichung 2.12 eingeführte Verhältnis Q gleich wird dem Verhältnis Q' der spektralen Strahldichten bei \mathbf{I}_{mEff} .

$$Q' = \frac{L_{I_{mEff}, S}(I_{mEff}, T_1) \cdot F(I_{mEff})}{L_{I_{mEff}, S}(I_{mEff}, T_2) \cdot F(I_{mEff})} \quad (2.13)$$

Q' Verhältnis der spektralen Strahldichten
 I_{mEff} mittlere effektive Wellenlänge

Wäre die mittlere effektive Wellenlänge I_{mEff} bekannt, so könnte aus Gleichung 2.13 leicht die gesuchte Temperatur T_1 bestimmt werden. Ersetzt man in Gleichung 2.13 die Ausdrücke für die spektrale Strahldichte durch die Ausdrücke aus dem Wienschen Gesetz (Gleichung 2.7), so erhält man für das Verhältnis Q' folgenden Ausdruck:

$$Q' = e^{-\frac{c_2}{I_{mEff}} \left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2} \right)} \quad (2.14)$$

Logarithmiert man diese Gleichung und drückt dann Q' als Verhältnis zweier Funktionen I_1 und I_2 aus, so kann man dafür auch schreiben:

$$\int_{I_1}^{I_2} \frac{dI}{I} = \frac{c_2}{I_{mEff}} \cdot \left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2} \right) \quad (2.15)$$

Bildet man den Grenzwert für die mittlere effektive Wellenlänge I_{mEff} für $T_1 \rightarrow T_2$ in Gleichung 2.15, so erhält man die sogenannte effektive Wellenlänge I_{Eff} . Die Erfahrung zeigt, daß man den Kehrwert der effektiven Wellenlänge I_{Eff} als eine lineare Funktion des Kehrwertes der Temperatur T mit hinreichender Genauigkeit darstellen kann. Damit erhält man für die mittlere effektive Wellenlänge I_{mEff} zwischen zwei Temperaturen T_1 und T_2 :

$$\frac{1}{I_{mEff}} = \frac{1}{2} \cdot \left(\frac{1}{I_{Eff,1}} + \frac{1}{I_{Eff,2}} \right) \quad (2.16)$$

$I_{Eff,1}$ effektive Wellenlänge für die Temperatur T_1

$I_{Eff,2}$ effektive Wellenlänge für die Temperatur T_2

Damit wird jetzt auch die Herkunft der Bezeichnung mittlere effektive Wellenlänge für I_{mEff} klar. Die bei der Herleitung von Gleichung 2.16 gemachte Annahme über den Verlauf von I_{Eff} führt nur zu geringen Beeinträchtigungen der Genauigkeit des so ermittelten Wertes für I_{mEff} . Nach Nutter [1988] sind die so erhaltenen Werte für I_{mEff} auf fünf signifikante Stellen genau.

Allerdings kann aus Gleichung 2.16 direkt nicht die zur Ermittlung der gesuchten Temperatur T_1 notwendige mittlere Wellenlänge I_{mEff} berechnet werden, da ja die effektive Wellenlänge $I_{Eff,1}$ von der unbekanntem Temperatur T_1 abhängt. Diesem Problem begegnet man durch mehrere Iterationen des Verfahrens: Man beginnt mit der Schwerpunktwellenlänge des Pyrometers als Startwert für die effektive Wellenlänge $I_{Eff,1}$ und erhält so eine erste Näherung für die Temperatur T_1 , die man dann wieder dazu verwendet, einen neuen Wert für die effektive Wellenlänge zu bestimmen, die dann ein genaueres Ergebnis für die Temperatur T_1 ergibt. Die Erfahrung hat gezeigt, daß eine Iteration ausreichend ist (siehe auch Boboridis [2001]).

Ausgehend von Gleichung 2.15 kann man für die Ermittlung der effektiven Wellenlänge I_{Eff} folgenden Ausdruck finden:

$$\frac{1}{I_{Eff}} = \frac{\int_0^{\infty} \frac{1}{I} \cdot L_{I,S}(I, T) \cdot F(I) \cdot dI}{\int_0^{\infty} L_{I,S}(I, T) \cdot F(I) \cdot dI} \quad (2.17)$$

Die Auswertung von Gleichung 2.17 muß in der Regel numerisch erfolgen, da die Angabe der Funktion $F(I)$ in analytischer Form im Allgemeinen nicht möglich ist.

2.6 Bestimmung der Strahlungstemperatur eines realen Körpers unter Verwendung eines photoelektrischen Pyrometers

In der Praxis bestimmt man jetzt für das Pyrometer einen Kalibrationsfaktor k , der eine direkte Umrechnung des Ausgangssignals des Pyrometers in die beobachtete Strahlungstemperatur ermöglicht. Gleichung 2.18 zeigt die dabei verwendete Beziehung, die sich direkt aus den Formeln des letzten Kapitels ergibt.

$$V = \frac{k}{\frac{c_2}{e^{I_{eff} \cdot T} - 1}} \quad (2.18)$$

V Ausgangssignal des Pyrometers
 k Kalibrationsfaktor

Aus den Schlüssen des vorigen Kapitels ergibt sich, daß ein solcher Kalibrationsfaktor k abhängig von der Temperatur des realen Körpers sein muß. Glücklicherweise zeigt eine Modellrechnung, daß die Abweichung des Kalibrationsfaktors k für die hier verwendeten schmalbandigen Pyrometer im Bereich zwischen 1500 K und 4000 K geringer als 0,1 % ist, weswegen dieser Einfluß gegenüber den anderen Fehlereinflüssen vernachlässigt werden kann und die Bildung des arithmetischen Mittels mehrerer im Zuge der Kalibration ermittelter k -Werte eine zulässige Vorgangsweise ist.

3 Das neue Pyrometer

3.1 Mechanischer Aufbau

Beim Entwurf des mechanischen Aufbaus des Pyrometers mußten folgende Forderungen berücksichtigt werden:

- Das Pyrometer soll über einen möglichst großen Raumwinkel die von der Probe abgestrahlte Strahlung aufnehmen können, der Gesichtswinkel also möglichst groß sein. Das wird am besten dadurch erreicht, daß das Objektiv möglichst nahe an der Probe sitzt und daß die Eintrittspupille möglichst groß ist.
- Das Pyrometer soll sowohl am Entladegefäß für Normaldruck als auch am Hochdruckentladegefäß verwendet werden können. Durch diese Forderung wurde ein Mindestabstand Pyrometer – Probe durch die Stärke des Hochdruckentladegefäßes festgelegt.

Die Eintrittspupille des Pyrometers wurde so gewählt, daß die Begrenzung der Fenster der Entladegefäße nicht als wirksame Blenden wirken.

Abbildung 3.1 zeigt eine Skizze des mechanischen Aufbaus des Pyrometers. Das gesamte Pyrometer ruht mit höhenverstellbaren Füßen auf einer kleinen Plattform, durch die die Ausrichtung des Pyrometers schnell zwischen Experiment und Kalibration geändert werden kann. Mit den höhenverstellbaren Füßen kann vor jedem Experiment die senkrechte Ausrichtung auf die Probenoberfläche justiert werden.

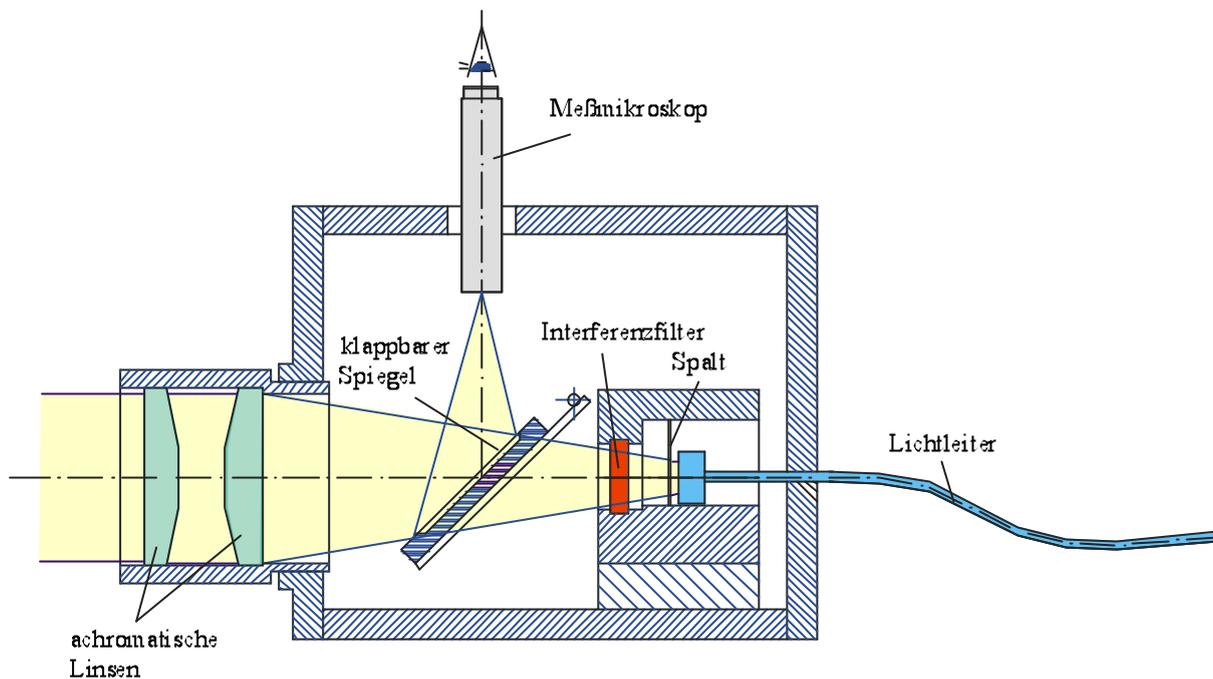


Abbildung 3.1: Mechanischer Aufbau des Pyrometers

Das optische System besteht aus zwei identen plankonvexen Achromaten (Spindler & Hoyer, Part No. 322228, Durchmesser 63 mm, Brennweite 140 mm), um Abbildungsfehler, vor allem die chromatische Aberration zu minimieren. Durch diese beiden Linsen wird der zu untersuchende Probenbereich mit der Vergrößerung 1 auf die wechselbare Gesichtsfeldblende abgebildet, deren Abmessungen die Größe des beobachteten Probenbereiches bestimmt. Um Abweichungen vom Lambertschen Gesetz durch die gekrümmte Probenoberfläche zu minimieren, wird jeweils maximal das mittlere Drittel des Drahtes beobachtet. Andererseits bestimmt die Größe der Blenden die Bestrahlungsstärke des Photodetektors und ist damit entscheidend für ein gutes Signal zu Rausch Verhältnis des Meßsignals.

Die Gesichtsfeldblenden wurden von der Firma Drumetall Qualität aus Stahl Gesellschaft m.b.H durch Elektroerosion eines rechteckigen Schlitzes aus einem 0,5 mm starken Stahlblech hergestellt. Es wurden jeweils zwei Blenden mit den Ausmaßen 9,80 mm x 0,17 mm, 9,80 mm x 0,30 mm und 9,80 mm x 0,50 mm hergestellt. Damit können Drahtstärken von 0,5 mm und stärker untersucht werden.

Im Strahlengang zwischen den Achromaten und der Gesichtsfeldblende befindet sich ein austauschbares Interferenzfilter. Dieses Filter bestimmt den Wellenlängenbereich, in dem das Pyrometer arbeitet. Da sich nach dem Wienschen Verschiebungsgesetz das Maximum der spektralen Strahldichte für höhere Temperaturen zu kürzeren Wellenlängen hin verschiebt, beeinflusst das Interferenzfilter den untersuchbaren Temperaturbereich. Da das Strahldichtemaximum proportional zu T^5 ist, die verwendete Meßeinrichtung allerdings nur 12 bit Auflösung hat, wurden zwei Pyrometer mit identem mechanischen Aufbau gebaut, die sich in der Verstärkerelektronik und dem Interferenzfilter unterscheiden. Das erste Pyrometer verwendet als Interferenzfilter den Filter Nr. 42-7419 der Firma Ealing Electro-Optics Inc., MA mit einer Schwerpunktwellenlänge von 709,9 nm und einer Halbwertsbreite von 12,7 nm. Damit können Temperaturen im Bereich von ca. 1550 K bis 4500 K aufgelöst werden. Das zweite Pyrometer verwendet als Interferenzfilter den Filter Nr. 713 der Firma Spectrogon mit einer Schwerpunktwellenlänge von 1570 ± 10 nm und einer Halbwertsbreite von 80 ± 10 nm. Damit erstreckt sich der Meßbereich von ca. 900 K bis zu 2100 K.

Um eine exakt reproduzierbare Justierung des Pyrometers bei jedem Experiment vornehmen zu können, wurde in den Deckel ein Mikroskop so eingebaut, daß über einen umklappbaren Spiegel der Strahlengang an statt auf die Blende auf das Mikroskop geleitet werden kann. Die Bildebene des optischen Systems wird dann mit Hilfe des Mikroskopes 50-fach vergrößert dargestellt. Als Mikroskop wurde das Edscorp Direct Measuring Microscope der Firma Edmund Industrial Optics verwendet.

3.2 Die Verstärkerelektronik

Wie schon im Abschnitt 3.1 angeführt wurden zwei Versionen des Pyrometers gebaut, um einen größeren Temperaturbereich abdecken zu können. Da eine andere Schwerpunktwellenlänge beim Interferenzfilter auch eine andere Photodiode notwendig macht, wurden auch zwei verschiedene Versionen der Verstärkerelektronik gebaut, die sich aber nur

in der Dimensionierung der passiven Bauelemente, nicht aber im Schaltungsprinzip unterscheiden.

Abbildung 3.2 zeigt den Schaltplan für das Pyrometer mit Empfindlichkeit bei höheren Temperaturen, Abbildung 3.3 den Schaltplan für das Pyrometer mit der Empfindlichkeit bei niedrigeren Temperaturen.

Der Verstärker ist in einer doppelt geschirmten Box untergebracht. Direkt hinter der Gesichtsfeldblende ist ein Lichtleiter mit einer rechteckiger Öffnung der Größe 9,8 mm x 0,8 mm angebracht, der in die doppelt geschirmte Box führt. Die Ausgangssignale des Verstärkers sowie die Spannungsversorgung wird in die bzw. aus der geschirmten Meßkabine geführt. Details zur verwendeten Meßapparatur finden sich in Pottlacher [1998].

Der Photostrom aus der Photodiode ist das zu verstärkende Signal. Der erste Operationsverstärker (OP1 in Abbildung 3.2) arbeitet als Impedanzwandler, stellt also eine stromgesteuerte Spannungsquelle dar. Diese Spannung wird dann in der zweiten Stufe (OP2 in Abbildung 3.2) in einem Umkehrverstärker verstärkt. Der Verstärkungsfaktor dieser Stufe wird mit einem Potentiometer (PO1 in Abbildung 3.2) während der Kalibration so gewählt, daß das Pyrometer den erwünschten Temperaturbereich auflösen kann. Wie man dem Schaltbild leicht entnehmen kann, ist eine Verstärkung dieser Stufe zwischen 1 und 100 möglich. Die letzte Stufe dient als Leitungstreiber bzw. Endverstärker.

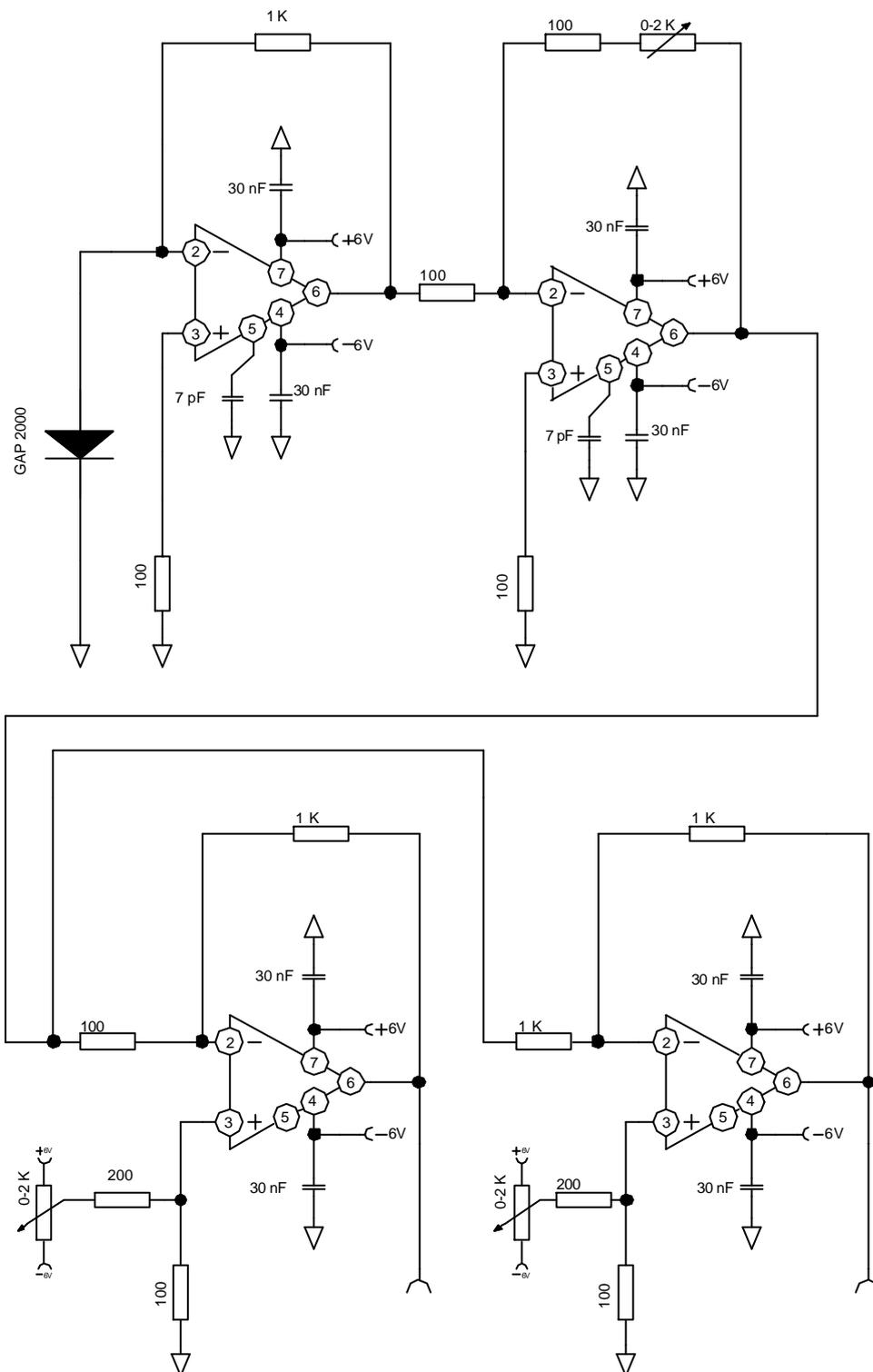


Abbildung 3.2: Schaltplan für den Pyrometerverstärker mit der Empfindlichkeit bei niederen Temperaturen

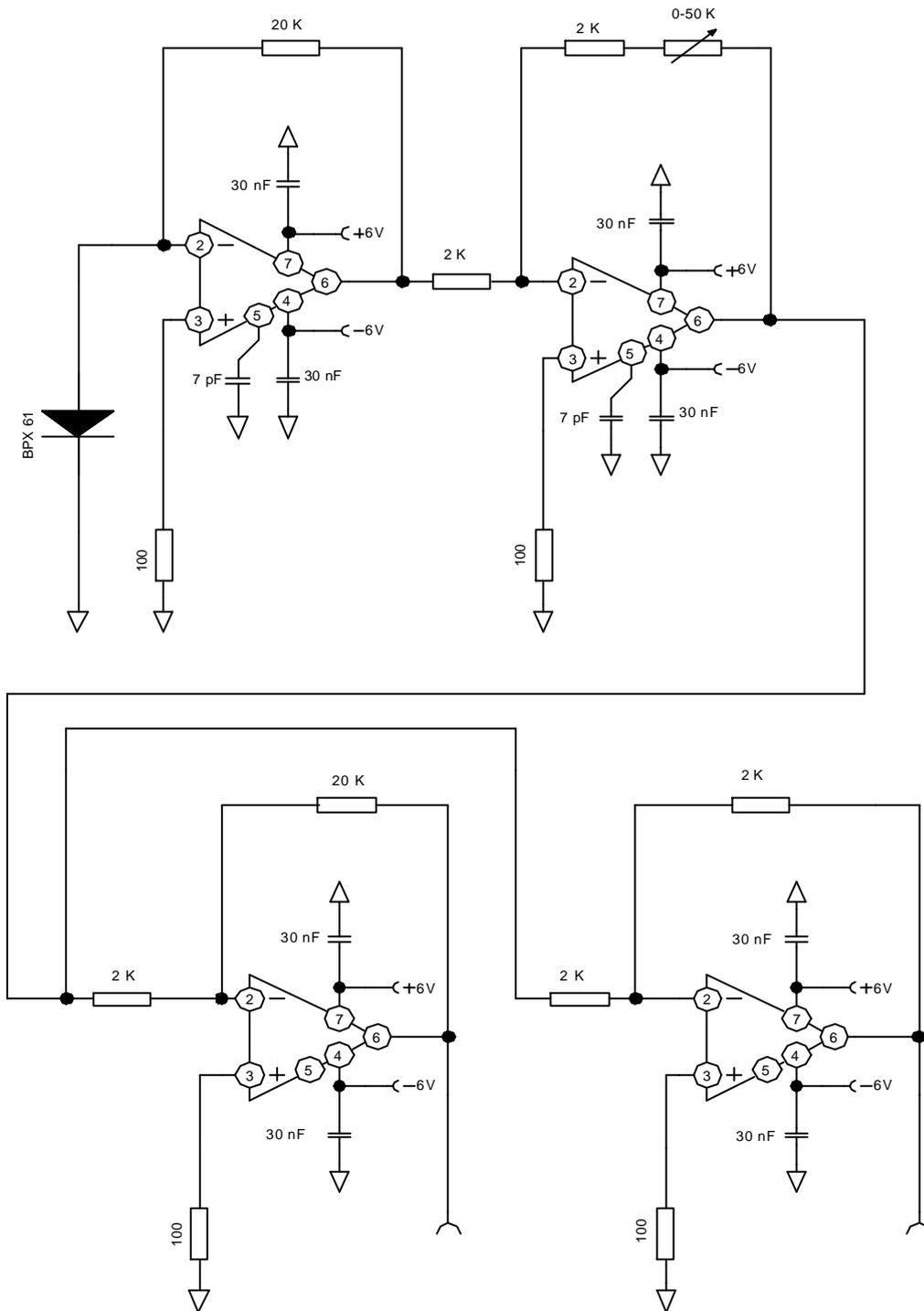


Abbildung 3.3: Schaltplan für den Pyrometerverstärker mit der Empfindlichkeit bei höheren Temperaturen

Großen Wert muß beim AD 846 auf eine gute Stromversorgung gelegt werden, da der Baustein in sehr kurzer Zeit große Änderungen in der Stromaufnahme aufweist. Daher wurde die Stromversorgung bei jedem Operationsverstärker mit einem keramischen und die gesamte Versorgung mit jeweils einem Elektrolyt-Kondensator versehen.

Als Verstärkerbaustein wurde generell der AD 846 BN von Analog Devices verwendet. Die Vorteile dieses Bausteines sind seine hohe Genauigkeit (12 bit), die schnelle Anstiegszeit (450 V/ μ s) und die sehr kurze Settletime (110 ns für 0,01% bei einem 10 V Sprung und einer Verstärkung zwischen -1 und -100). Die Offsetspannung der einzelnen Operationsverstärker wurde nicht korrigiert, da generell bei jedem Experiment die auf Grund der Umwelteinflüsse (Temperatur, Luftfeuchtigkeit etc.) anliegende Offsetspannung vom Signal abgezogen wird. Technisch ist der AD 846 ein Current-Feedback Verstärker, der allerdings wie ein traditioneller Operationsverstärker behandelt werden kann, wobei er durch seine beinahe 200 M Ω große open-loop Transimpedanz große Genauigkeitsvorteile aufweist.

Abbildung 3.4 zeigt das Prinzipschaltbild des AD 846. Die Eingangsstufe besteht aus dem Transistorenpaar Q1 und Q2, die über die zwei Dioden Q3 und Q4 verbunden sind. Die Emitter der Transistoren Q1 und Q2 sind zusammengeschalten, wobei dieses gemeinsame Niveau den invertierenden Eingang des OPs darstellt. Die Verbindung der beiden Dioden Q3 und Q4 dient als nicht-invertierender Eingang. Wird der AD846 als Umkehrverstärker beschaltet, so fließt der feedback Fehlerstrom I_{In} durch den invertierenden Eingang und wird über die Transistoren Q5, Q6, Q7 und Q8 an den Kompensationskondensator C_{Comp} weitergeleitet. Die sich über diesen Kondensator ausbildende Spannung wird durch die Ausgangsstufe aus den Transistoren Q9, Q10, Q11 und Q12 gepuffert. Im Gegensatz zu einem konventionellen Operationsverstärker bildet sich beim AD 846 durch die Rückkopplung am invertierenden Eingang nicht ein virtueller Ground. Daher erreicht der AD 846 seine hohe Genauigkeit. Außerdem ist dadurch die Bandbreite des Umkehrverstärkers hauptsächlich vom Wert des Rückkoppelwiderstands und nicht vom Verstärkungsfaktor abhängig.

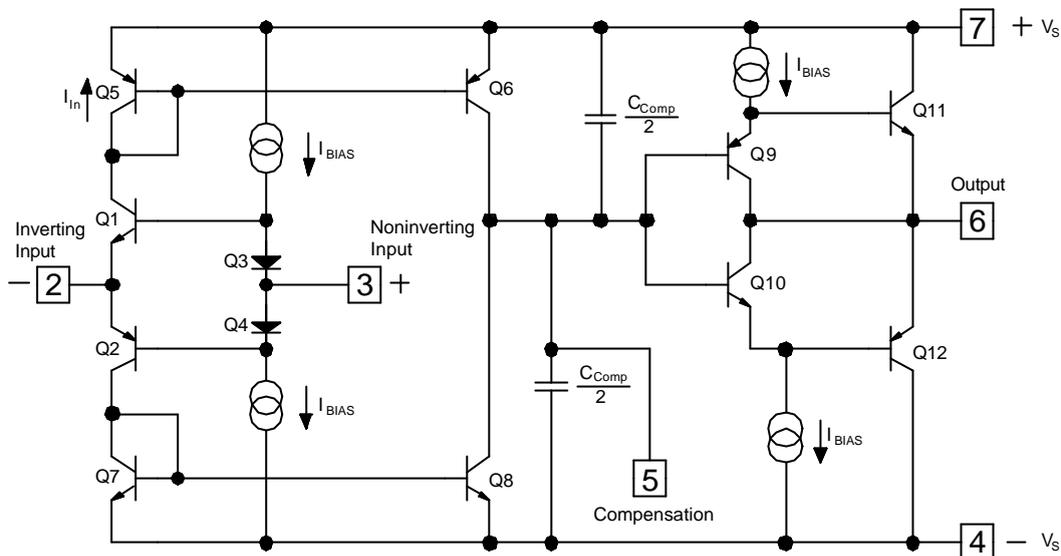


Abbildung 3.4: Vereinfachte Darstellung des internen Aufbaus des AD846

Die folgende, dem Datenblatt zum AD 846 entnommene Gleichung 3.1 gibt den Zusammenhang für die Verstärkung G des AD 846 wieder.

$$G = \frac{-R_F}{R_S} \left(1 + C_{Comp} \left[R_F + \left(1 + \frac{R_F}{R_S} \right) \cdot R_{In} \right] \right) \quad (3.1)$$

R_{In} Eingangswiderstand am invertierenden Eingang (50 Ω)

R_FRückkoppelwiderstand

R_S Eingangswiderstand

C_{Comp} Kompensationskondensator (7 pF)

Bei Werten des Rückkoppelwiderstands R_F zwischen 10 k Ω und 100 k Ω und einer Last am Ausgang von mindestens 500 Ω kann Gleichung 3.2 verwendet werden, um die Verstärkung und die Bandbreite

des Verstärkers aufeinander abzustimmen. Bei darunter liegenden Werten von R_F wurde Abbildung 3.5 verwendet, um die Bandbreite des Verstärkers abzuschätzen.

$$BW = \frac{23}{R_F + 0,05 \cdot (1 + G)} \quad (3.2)$$

BW.....3 db Bandbreite

R_F.....Zahlenwert des Feedback-Widerstandes, in kW

G.....Verstärkungsfaktor

Damit der Verstärker stabil arbeitet, muß zwischen nicht-invertierenden Eingang und Masse abhängig vom Wert des Rückkoppelwiderstands ein Widerstand geschaltet werden, um einen stabilen Arbeitspunkt des AD 846 zu erreichen. Den Wert dieses Widerstands kann man aus Tabelle 3.1 entnehmen. Beim Verstärker für die niederen Temperaturen mußte zusätzlich noch in den Stufen 3 und 4 die Offsetspannung korrigiert werden, damit der Bereich des meßbaren Signals nicht zu klein wird.

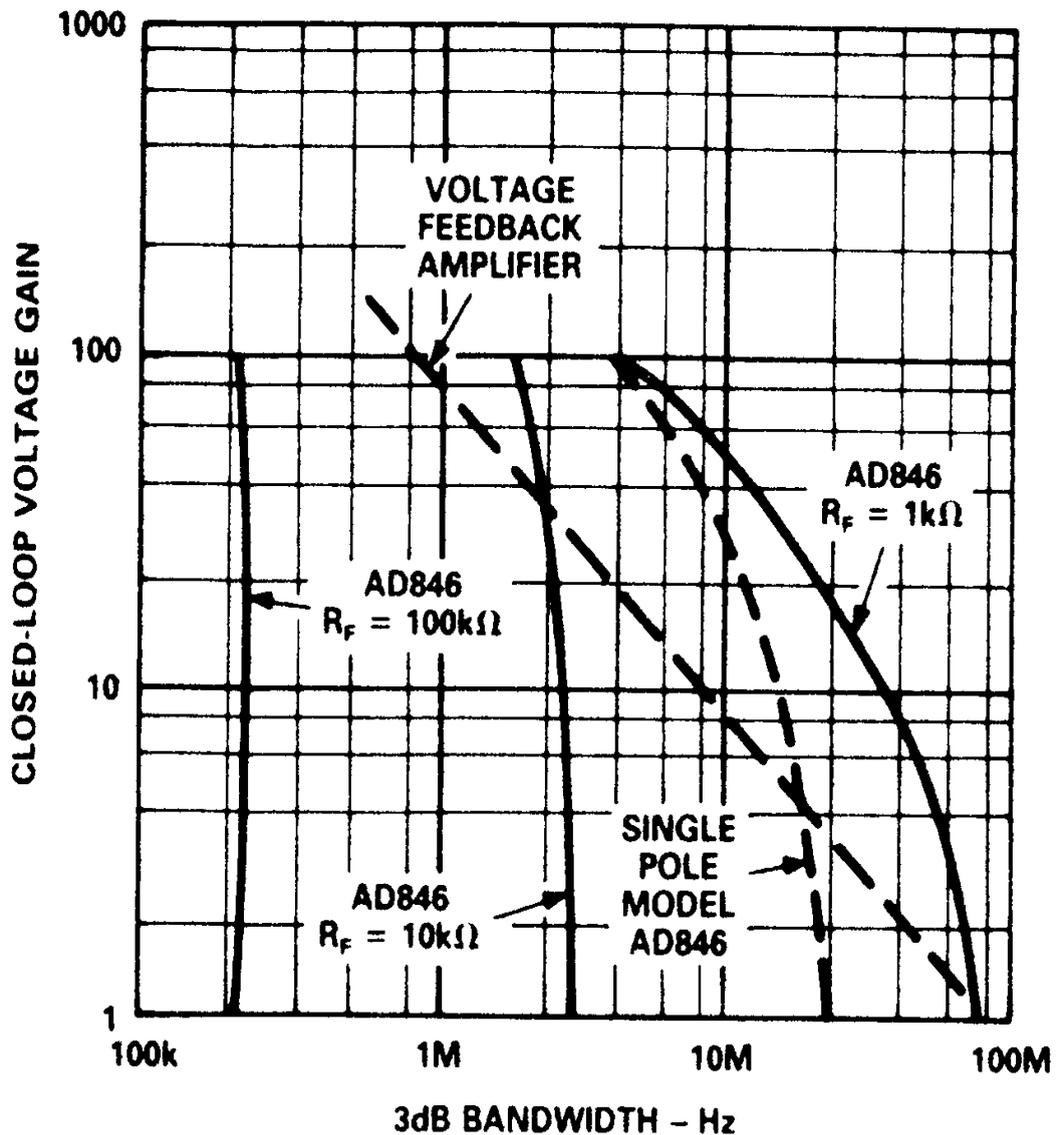


Abbildung 3.5: Verstärkungsfaktor in Abhängigkeit der Bandbreite für verschiedene Werte von R_f . Die strichlierte Linie zeigt zum Vergleich die Charakteristik eines konventionellen Operationsverstärkers mit 80 MHz Bandbreite bei einem Verstärkungsfaktor von 1 nach dem Datenblatt von Analog Devices

Tabelle 3.1: für den Widerstand R_p empfohlene Werte in Abhängigkeit der Versorgungsspannung und des Verstärkungsfaktors

Versorgungsspannung / V	Verstärkungsfaktor	Empfohlener Wert für den Widerstand R_p / Ω
6 - 15	1-10	100
6 - 15	10-20	47
6 - 15	20-200	0
5	1-10	47
5	10-200	0

Der interne Kompensationskondensator C_{Comp} von 7 pF kann durch externe Beschaltung am Pin 5 des AD 846 vergrößert werden, um eine stabilere Operation des AD 846 zu erreichen. Allerdings muß darauf Bedacht genommen werden, daß durch die externe Kapazität die Bandbreite des Verstärkers proportional reduziert wird.

Beide Verstärker bieten zwei Ausgänge, deren Verstärkungsfaktor sich um den konstanten Faktor 10 unterscheidet. Das dient dazu, bei einem einzigen Experiment einen größeren Temperaturbereich bei annähernd gleichbleibender Genauigkeit (verminderter Digitalisierungsfehler) erfassen zu können. Dazu ist die letzte Verstärkerstufe doppelt ausgelegt.

Die Versorgungsspannung wurde mit 6 Volt gewählt, weil dadurch der vom digitalen Meßwerterfassungssystem abgedeckte Bereich von ± 5 Volt optimal ausgenutzt wird, da der Verstärker seine interne Sättigung bei einem Ausgangssignal von ca. 85% der Versorgungsspannung erreicht.

Um die Bandbreite des Verstärkers zu testen, wurde über eine Leuchtdiode ein durch einen Funktionsgenerator erzeugtes Rechtecksignal an der Photodiode angelegt. Die Ausgangssignale der beiden Kanäle wurden am Oszilloskop dargestellt und die Anstiegszeiten verglichen. Bis zu den mit der Leuchtdiode und dem zur Verfügung stehenden Frequenzgenerator erreichbaren Frequenzen von ca. 500 kHz ergaben sich zufriedenstellende Ergebnisse.

Das Ausgangssignal des Verstärkers wird in der Meßkabine von einem digitalen Meßwerterfassungssystem mit einer Auflösung von 12 bit aufgezeichnet. Eine genauere Beschreibung der Meßanordnung findet sich in Pottlacher [1998]

3.3 Der neue Verstärker

In jüngster Zeit wurde die im Pyrometer verwendete Verstärkerelektronik durch Herrn DI Neureiter von der Elektronikabteilung des Instituts verbessert. Im Wesentlichen wurde der Aufbau der Platine durch SMD-Bausteine ergänzt, was es ermöglichte, die Bandbreite des Verstärkers zu erhöhen, ohne daß das Rauschen wesentlich größer wurde. Eine größere Bandbreite ermöglicht zum Beispiel die Beobachtung von Phasenumwandlungen während des Aufheizens, was bei der Untersuchung von Legierungen von Bedeutung ist. Außerdem wurde die letzte Verstärkerstufe durch einen Leitungstreiber ergänzt, um das Signal verlustfrei in die Meßkabine zu bringen. Als Leitungstreiber fand dabei der Baustein AD811 von Analog Devices Verwendung. Abbildung 3.6 zeigt das Schaltbild des neuen Pyrometerverstärkers.

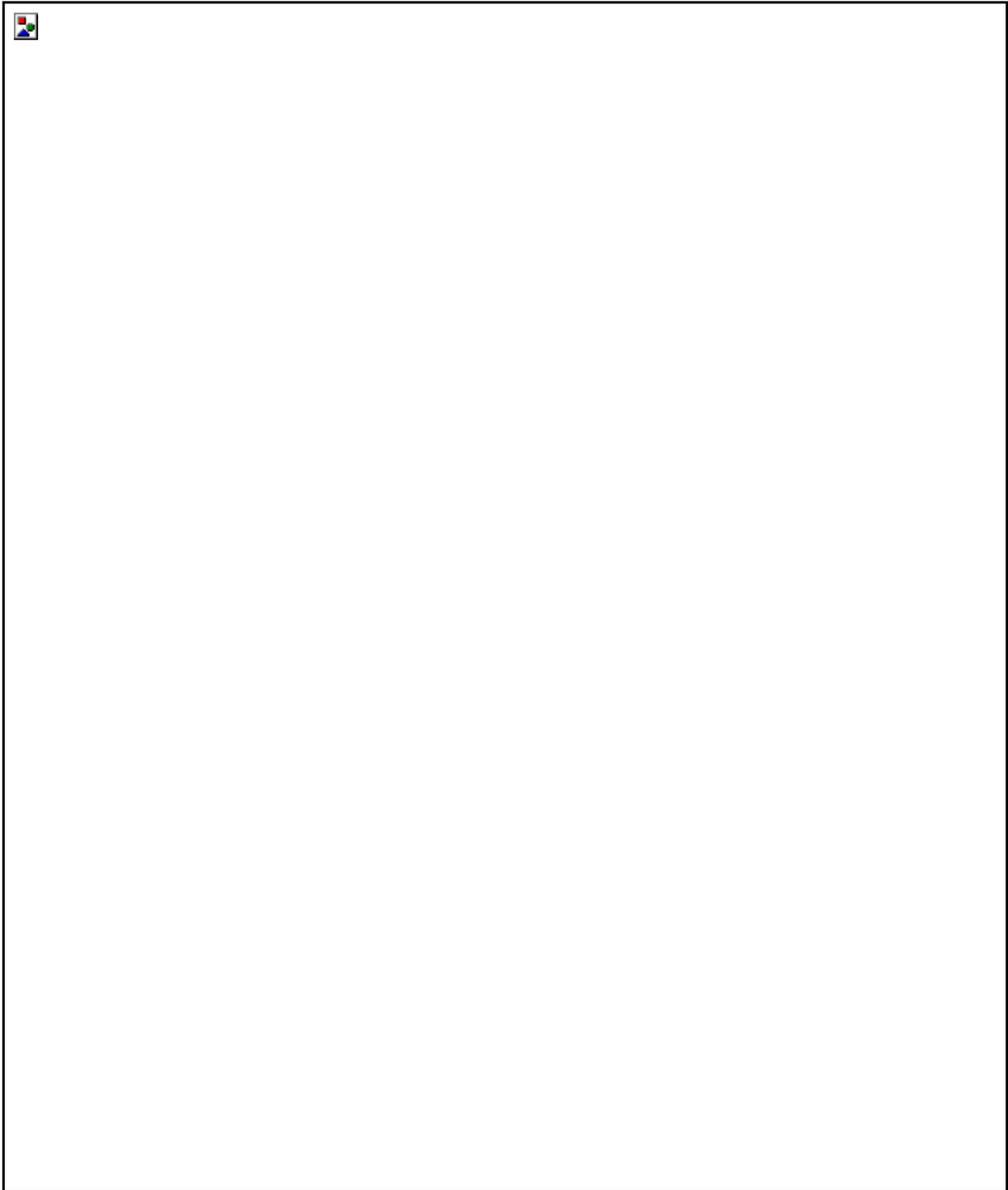


Abbildung 3.6: Schaltbild des neuen Pyrometerverstärkers. An unteren Ende ist links die Schutzschaltung gegen falsches Polen der Stromversorgung und rechts die Versorgung der einzelnen Operationsverstärker angeführt.

4 Kalibration

4.1 Mechanische Justierung

In einem ersten Schritt muß der mechanische Aufbau des Pyrometers so justiert werden, daß die Field-Stop Blende sich genau in der Brennweite des Objektivs befindet. Außerdem muß sichergestellt werden, daß man durch das Mikroskop genau jene Probenstelle beobachtet, die dann auch auf die Field-Stop Blende abgebildet wird.

Zuerst sei hier die Vorgangsweise für die Kalibration des bei 700 nm operierenden Pyrometers beschrieben, da für die Kalibration des bei 1550 nm arbeitenden Instrumentes eine Verfeinerung der Vorgangsweise notwendig ist, da für das menschliche Auge die Strahlung bei 1550 nm unsichtbar ist.

Der erste Schritt ist die Justierung der Entfernung Field-Stop Blende Plankonvexlinse $L2$ (siehe Abbildung 3.1). Dazu wird bei geöffnetem Pyrometerdeckel die Field-Stop Blende und der Interferenzfilter in Position gebracht. Im Objektiv befindet sich jetzt nur die Linse $L2$. Die Field-Stop Blende wird mit Hilfe des Lichtleiters von hinten mit einer Lampe beleuchtet. Vor dem Objektiv positioniert man einen Spiegel, der das Lichtbündel in sich reflektiert und am Ort der Field-Stop Blende ein Bild derselben entstehen läßt. Die Field-Stop Blende befindet sich dann im Brennpunkt der Linse $L2$, wenn das Bild der Blende scharf ist und die Größe des Bildes sich bei Bewegungen des Spiegels nicht mehr ändert. Daraufhin wird das Objektiv mit Hilfe der Feststellschraube $S1$ fixiert und die zweite Linse eingebaut.

Danach muß das Mikroskop so justiert werden, daß die Entfernung Plankonvexlinse $L2$ – Gegenstandsebene des Mikroskops genau der Brennweite entspricht und der mit dem Mikroskop beobachtete Probenbereich genau jener Bereich ist, der dann auf die Field-Stop Blende abgebildet wird. Dazu bedient man sich der Umkehrbarkeit des Lichtweges in einem optischen System. Es wird also die Field-Stop Blende weiterhin

von hinten beleuchtet. Vor dem Pyrometer wird ein Schirm angebracht, auf dem ein Rechteck in der Größe der Field-Stop Blende mit einer Markierung in der Mitte des Rechteckes gezeichnet wird. Dieser Schirm wird so positioniert, daß darauf das Bild der Field-Stop Blende innerhalb des Rechteckes scharf zu sehen ist. Danach wird der Spiegel S in den Strahlengang gekippt, wodurch das Bild der Field-Stop Blende verschwindet. Die vertikale Position des Mikroskops wird nun so eingestellt, daß der Schirm scharf zu sehen ist. Danach wird mit Hilfe der beweglichen Mikroskophalterung das Mikroskop auf die Mitte des Rechtecks am Schirm gerichtet. Damit ist sichergestellt, daß das Pyrometer auf die Stelle „blickt“, die im Mikroskop beim Justieren vor dem Experiment sichtbar wird.

Das Pyrometer hat eine gute mechanische Stabilität, eine Kontrolle dieser Justierung nach 6 Monaten ergab keinerlei meßbare Veränderung.

Für das Pyrometer, das bei 1550 nm operiert, ist eine direkte Justierung einer 1:1 Abbildung nicht möglich. Deshalb wird die Justierung zuerst wie oben beschrieben nur mit dem Interferenzfilter für 700 nm durchgeführt. Zur Feineinstellung der Justierung wird das Pyrometer auf einen Draht gerichtet, der mit Hilfe einer Stromquelle im Experimentiergefäß in einer Stickstoffatmosphäre zum Glühen gebracht wird. Dann wird die Position des Mikroskops im Pyrometer so lange verändert, bis das Pyrometer bei Ausrichtung auf die Drahtmitte auch das maximale Ausgangssignal liefert, weil dann die Abbildung des Drahtes auf die Gesichtsfeldblende auch scharf erfolgt.

4.2 Kalibration des Verstärkers

Bei der Kalibration des Verstärkers geht es darum, den in Kapitel 2 beschriebenen „ k -Wert“ zu finden, mit dem aus der gemessenen spektralen Strahldichte die Schwarze Temperatur errechnet werden kann.

Dazu wird als Referenzstrahler eine Wolframbandlampe verwendet. Wolframbandlampen sind in der Pyrometrie als

Sekundärstandard zur Realisation von Temperaturfixpunkten weit verbreitet, weil sie einfach zu handhaben sind und eine gute Reproduzierbarkeit zulassen. Abbildung 4.1 zeigt eine schematische Darstellung einer Wolframbandlampe vom verwendeten Typ Wi17.

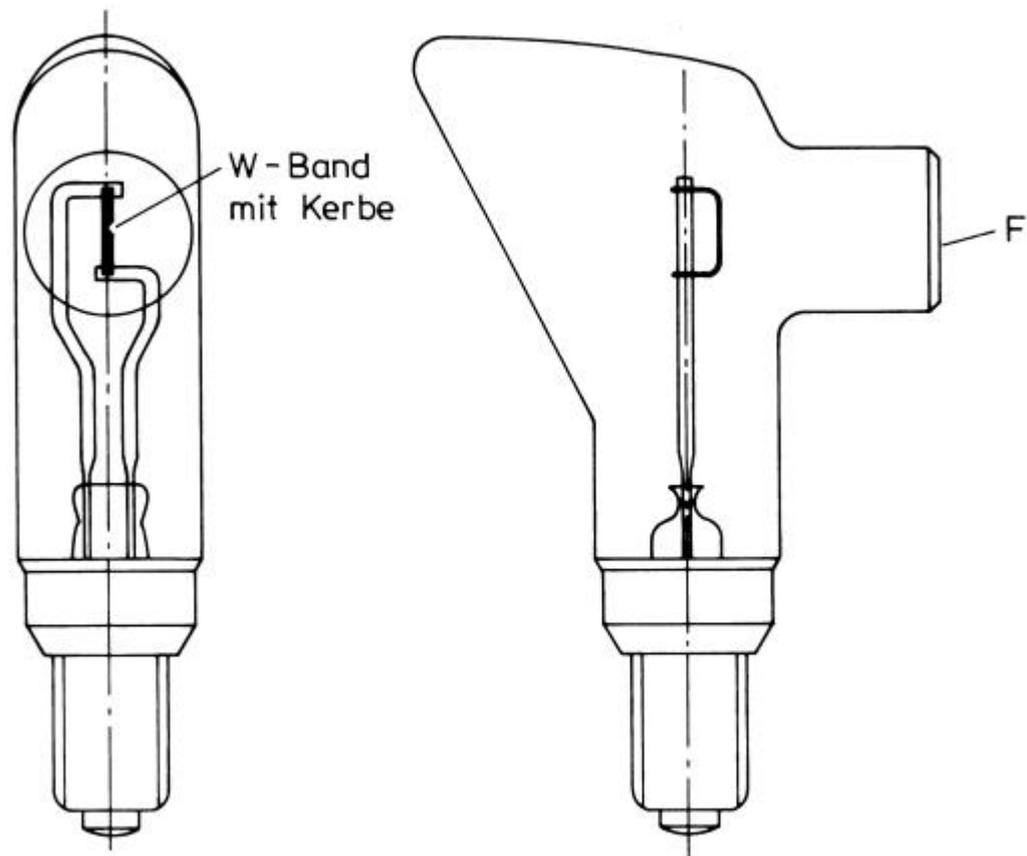


Abbildung 4.1: Wolframbandlampe Wi17 (Strahldichtenormal). Um Reflexionen zu minimieren, ist die Rückwand abgeschrägt. Das Fenster *F* besteht aus Quarzglas

Bei einer Wolframbandlampe wird innerhalb eines mit einem Fenster versehenen Glaskolbens ein Wolframband durch elektrischen Gleichstrom zum Glühen gebracht. In Abhängigkeit vom Lampenstrom und der Lampenspannung werden bei der Kalibration die der spektralen Strahldichte zugeordneten Schwarzen Temperaturen ermittelt. Das Band

ist in der Regel mit einer Kerbe versehen, um den Ort der Temperaturbeobachtung genau angeben zu können.

Es gibt zwei verschiedene Ausführungsformen von Wolframbandlampen, solche mit evakuierten Lampenkolben und solche mit gasgefülltem Lampenkolben. Die evakuierten Wolframbandlampen werden nur bis etwa 1600 K verwendet.

Eine Wolframbandlampe bedarf einiger Sorgfalt im Umgang. So sollte das Ein- bzw. Ausschalten einer solchen Lampe nie bei den elektrischen Bezugswerten erfolgen. Vielmehr wird empfohlen, die Lampe von Null Volt bzw. Null Ampere auf die Bezugswerte langsam (> 30 s) einzustellen. Da an den Übergangswiderständen zwischen Fassung und Lampensockel Spannungsabfälle entstehen können, ist es ratsam, immer auf die angegebene Stromstärke einzustellen. Die Lampe soll bei den Bezugswerten so lange betrieben werden, bis keine einsinnige Änderung der elektrischen Größen mehr erfolgt, da man dann davon ausgehen kann, daß sich dann in der Lampe konstante thermische Betriebsbedingungen eingestellt haben. Von Zeit zu Zeit empfiehlt sich eine Überprüfung des Verhältnisses Lampenspannung zu Lampenstrom, da eine Änderung dieses Verhältnisses ein Hinweis auf Veränderungen der Meßwerte durch den Gebrauch der Lampe darstellen kann. Generell ist eine Überprüfung und Neukalibration der elektrischen und pyrometrischen Daten dieser Normallampe nach 50 Brennstunden oder zwei Jahren notwendig.

Tabelle 4.1: Zusammenhang zwischen Lampenspannung, Lampenstrom und der Schwarzen Temperatur bei 650 nm für die Wolframbandlampe Osram WI 17/G

Lampenspannung U / V	Lampenstrom I / A	Schwarze Temperatur T bei 650 nm / K
$0,8479 \pm 0,0010$	$4,743 \pm 0,002$	$1100 \pm 6,2$
$1,1508 \pm 0,0008$	$5,292 \pm 0,002$	$1300 \pm 6,1$
$2,4674 \pm 0,0075$	$7,385 \pm 0,011$	$1700 \pm 6,3$
$3,4568 \pm 0,0083$	$8,723 \pm 0,011$	$1900 \pm 7,4$
$8,3716 \pm 0,0180$	$13,876 \pm 0,015$	$2500 \pm 7,3$

In dieser Arbeit wurde die gasgefüllte Wolframbandlampe Osram WI 17/G mit dem Sockelstempel 4383 verwendet. Abbildung 4.2 zeigt die Lampe während einer Kalibration des Pyrometers. Diese Lampe wurde am 17. Mai 1999 von Osram kalibriert und die Schwarzen Temperaturen bei 650 nm in Abhängigkeit von der Lampenspannung und dem Lampenstrom ermittelt. Tabelle 4.1 zeigt die von Osram im Prüfschein angegebenen Werte.

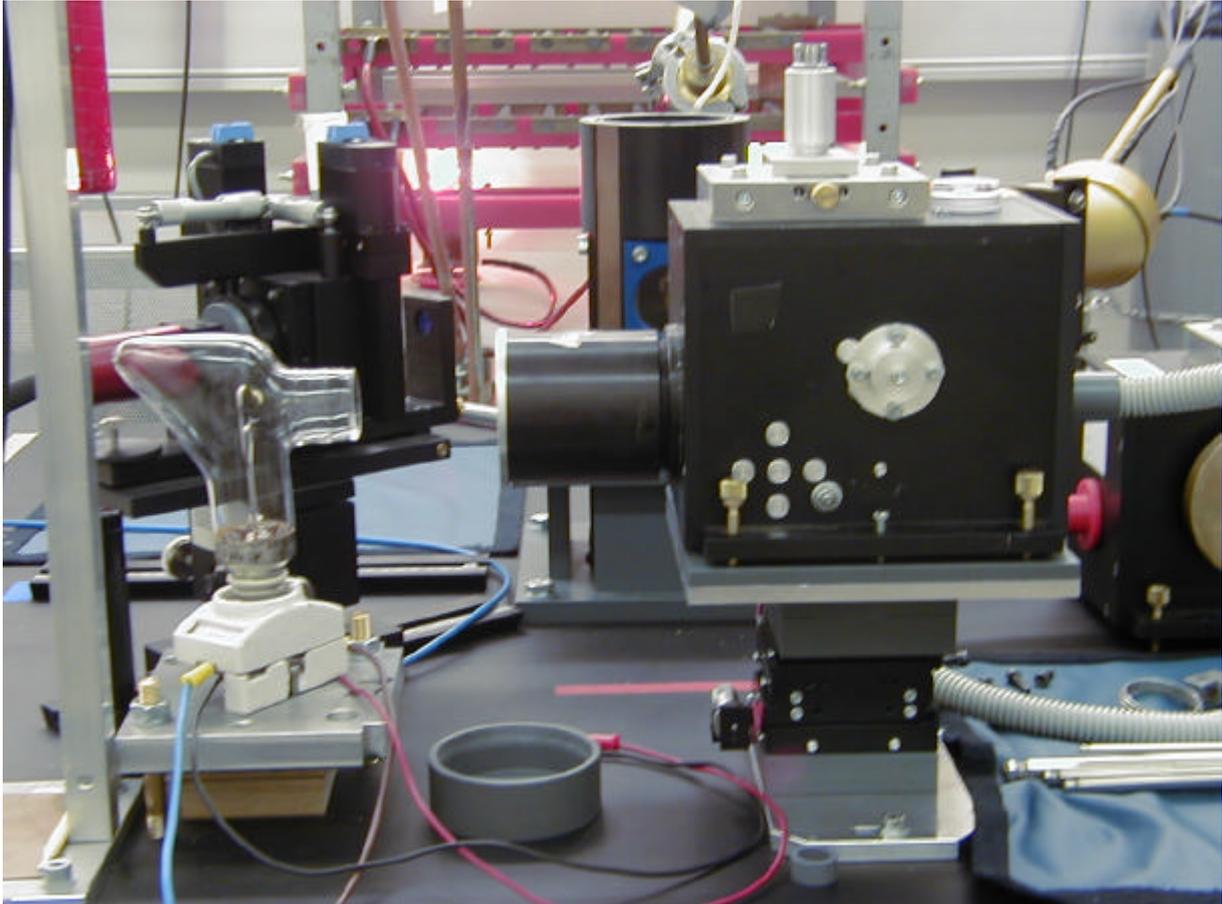


Abbildung 4.2: Foto des Aufbaus während der Kalibration des Pyrometers

De Vos [1954] hat genaue Messungen des Emissionskoeffizienten von Wolfram publiziert. Darin gibt er das in Abbildung 4.3 gezeigte Diagramm an, in dem in Abhängigkeit von der Wellenlänge der Verlauf der Emissionskoeffizienten für verschiedene (wahre) Temperaturen angegeben ist. Zuerst wurde aus der von Osram angegebenen Schwarzen Temperatur bei 650 nm nach Gleichung 2.10 die wahre Temperatur des Wolframbandes ermittelt. Dazu wurde der Verlauf von ε bei 650 nm linear angenähert und dann Gleichung 2.10 numerisch gelöst. Damit konnten dann die Schwarzen Temperaturen bei den Schwerpunktwellenlängen der verwendeten Interferenzfilter bestimmt werden. Tabelle 4.2 zeigt die erhaltenen Werte. Die Fehler wurden mit Hilfe der Punktmethode ermittelt.

Tabelle 4.2: Errechnete Werte für die Schwarzen Temperaturen bei 710 nm und 1570 nm für die Schwarze Temperatur bei 650 nm

Schwarze Temperatur bei 650 nm / K	Schwarze Temperatur bei 710 nm / K	Schwarze Temperatur bei 1570 nm / K
1100 ± 6,2	1095,6 ± 6,2	997,6 ± 5,1
1300 ± 6,1	1293,8 ± 6,0	1158,4 ± 4,8
1700 ± 6,3	1689,2 ± 6,3	1462,9 ± 4,7
1900 ± 7,4	1886,3 ± 7,4	1607,1 ± 5,2
2500 ± 7,3	2476,2 ± 7,2	2010,2 ± 4,7

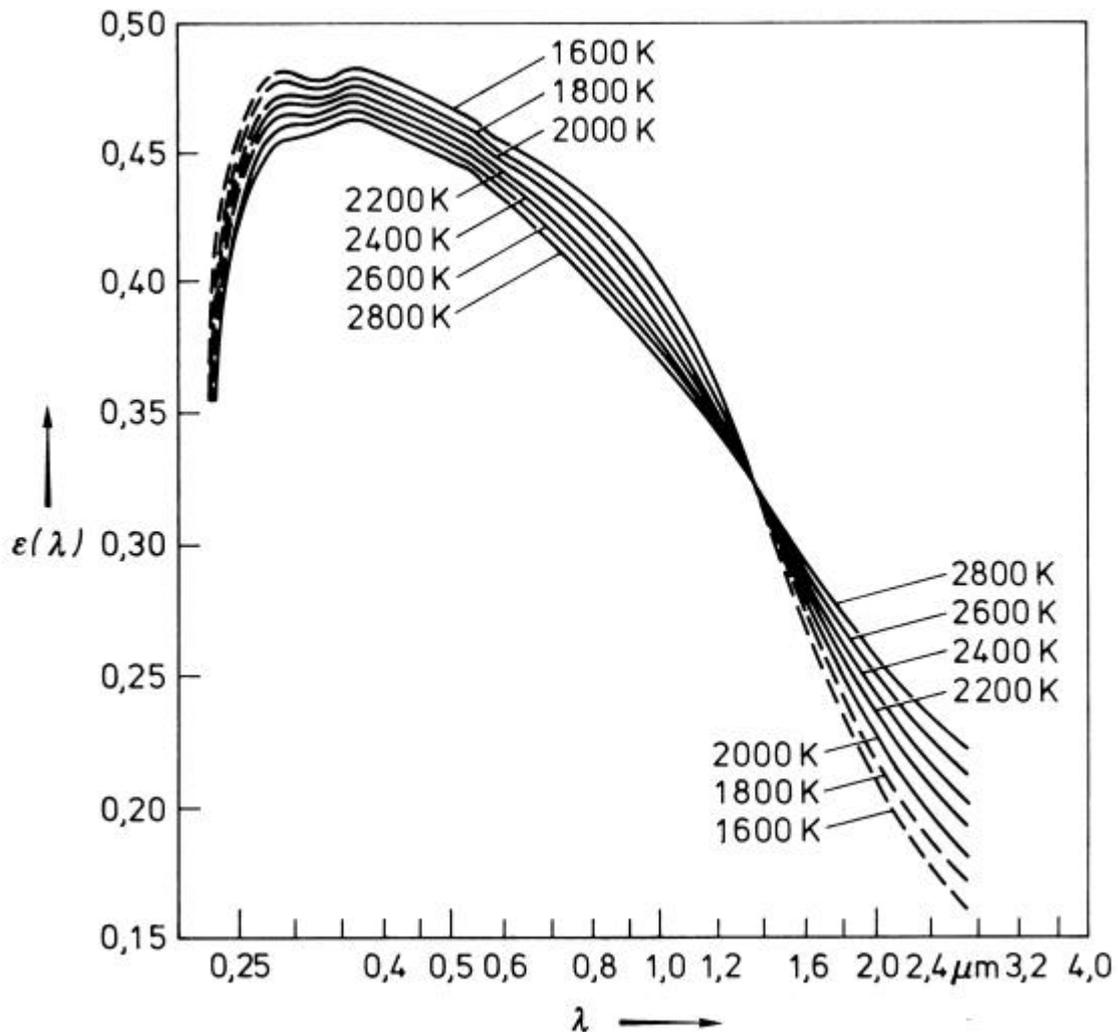


Abbildung 4.3: Spektraler Emissionsgrad $\epsilon(\lambda)$ von Wolfram nach De Vos [1954]

Dann beginnt der eigentliche Prozeß der Kalibration. Dazu wurde der in Abbildung 4.4 gezeigte Aufbau verwendet. Mit Hilfe des Voltmeters $V1$ wurde der Spannungsabfall über dem Shunt R gemessen. In einem Vorexperiment wurde der genaue Wert des Shunts bestimmt sowie dessen Stabilität bei höheren Strömen überprüft. Zur Messung des Spannungsabfalls am Lampensockel wurde das Voltmeter $V2$ verwendet. Die Messung des Spannungsabfalls wurde wie schon erwähnt nur zur Kontrolle des Erreichens einer stabilen Temperaturverteilung in der Wolframbandlampe vorgenommen. Das Einstellen der elektrischen Werte

über den Spannungsabfall am Lampensockel ist nicht empfehlenswert, da dabei immer auch der Spannungsabfall an den Übergangswiderständen Lampensockel-Lampe mitgemessen wird. Die Glasscheibe S im Strahlengang entspricht der Position des Fensters des Probengefäßes im wirklichen Experiment. Es wurde festgestellt, daß schon die Verwendung eines 5 mm dicken Glasfensters anstatt eines 6 mm dicken Fensters eine Neukalibration notwendig macht, da die beobachtete Intensität dabei um ca. 2 Prozent abweicht. Der Intensitätsunterschied zwischen freiem Strahlengang und Glasscheibe beträgt ca. 15 Prozent.

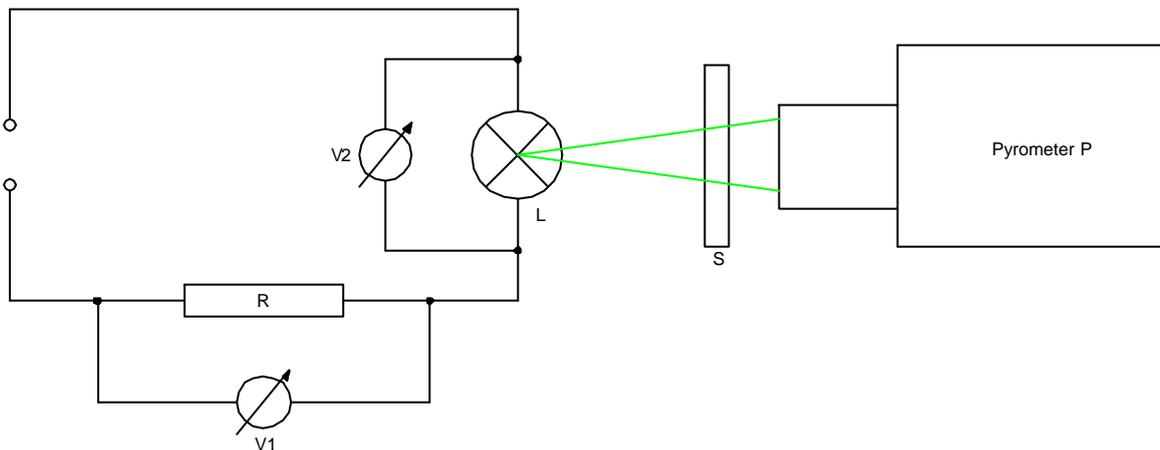


Abbildung 4.4: Schema des experimentellen Aufbaus zur Kalibration des Pyrometers

Da ein exaktes Einstellen der am Prüfschein von Osram angegebenen elektrischen Werte mit der verwendeten Stromversorgung nicht möglich war, wurden bei jeder Temperatur jeweils drei Messungen knapp unter dem einzustellenden Strom, möglichst nahe beim gesuchten Wert und knapp darüber vorgenommen. Bei jeder dieser Messungen wurde das Ausgangssignal des Pyrometers im Dunkelzustand (verdecktes Objektiv) und das eigentliche Meßsignal mit der auch beim Experiment verwendeten computergestützten Datenerfassung aufgenommen. Für die

Auswertung der Kalibration wurden zuerst die Meßsignale über alle 1024 gemessenen Werte gemittelt und dann das gemittelte Dunkelsignal abgezogen. Aus den Mittelwerten bei jeder StromEinstellung wurde dann mit linearer Regression der Wert für das Ausgangssignal des Pyrometers genau bei der jeweiligen Schwarzen Temperatur errechnet.

5 Demonstration der Leistungsfähigkeit

Um die Leistungsfähigkeit der entwickelten Pyrometer zu testen, wurden die Strahlungstemperaturen von Niob, Molybdän und Wolfram untersucht und mit den Ergebnissen, die am NIST erhalten wurden, verglichen. Die Abweichungen liegen immer unter 2%.

Abbildung 5.1 zeigt das kombinierte Temperatursignal aus dem empfindlichen und dem unempfindlichen Kanal für ein einzelnes Experiment. Die ursprünglichen Spannungssignale direkt aus der Meßwerterfassung sind in Abbildung 5.2 und 5.3 dargestellt.

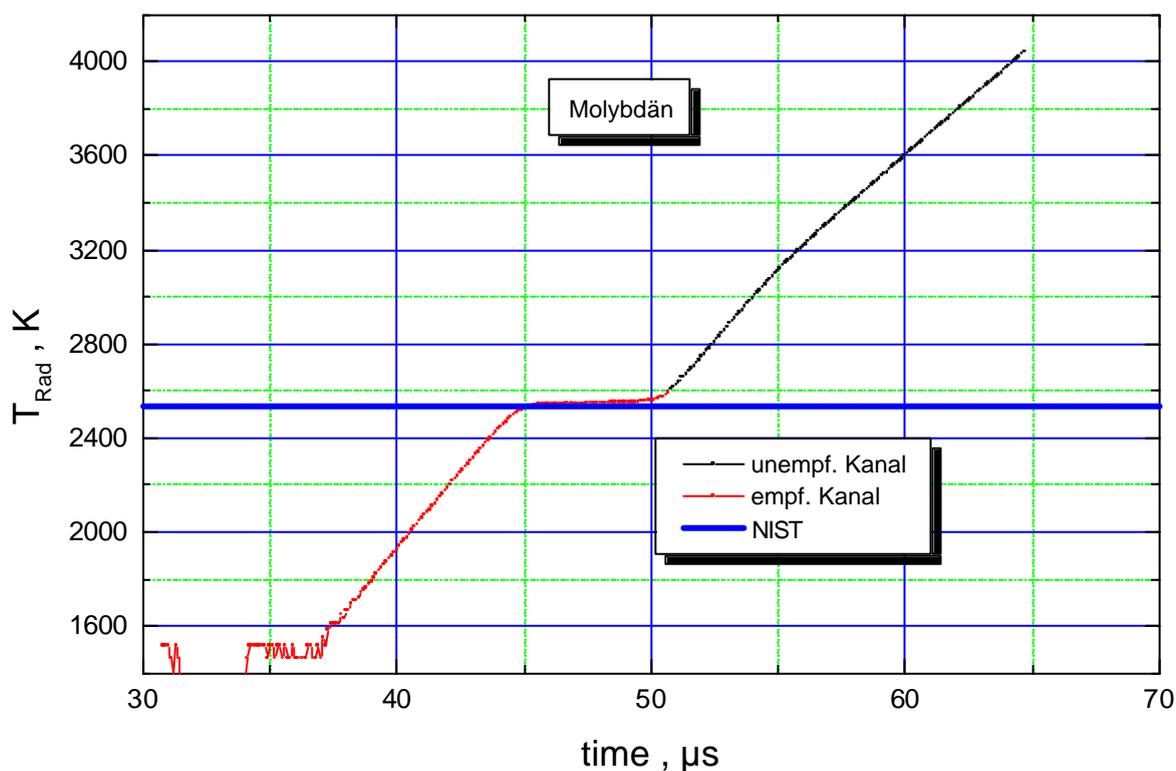


Abbildung 5.1: Strahlungstemperatur von Molybdän in Abhängigkeit von der Zeit; das Signal ist aus den beiden Pyrometerkanälen zusammengesetzt.

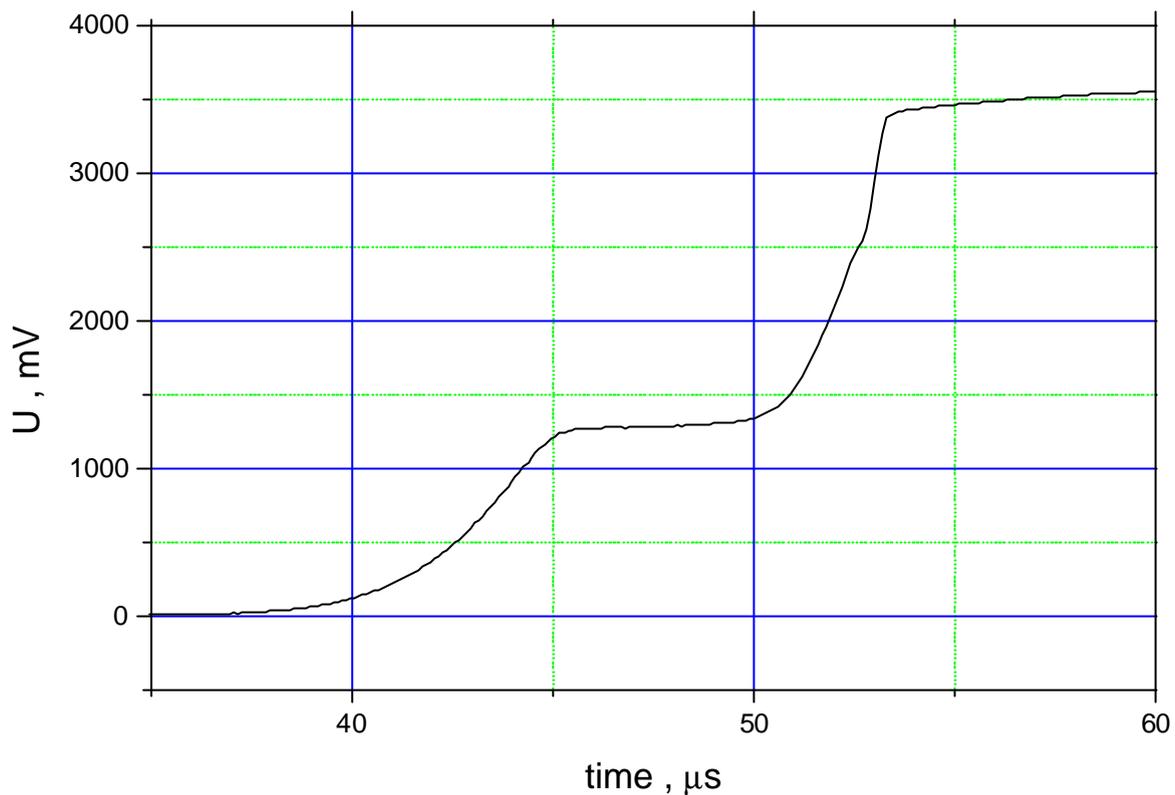


Abbildung 5.2: Spannung am empfindlichen Kanal beim Experiment mit Molybdän in Abhängigkeit von der Zeit. Ab ca. 2800 K befindet ist der Verstärker gesättigt, weswegen das Ausgangssignal nicht mehr verwendet werden kann.

Kurz vor dem Erreichen des maximalen Ausgangssignals eines Kanals ist deutlich ein Knick zu erkennen. Dieser Knick ist auf eine Sättigung der zweiten Stufe des verwendeten Operationsverstärkers zurückzuführen. Für die Auswertung darf dieser Knick selbstverständlich nicht berücksichtigt werden.

Im unempfindlichen Kanal ist deutlich der Offset der Spannung zu sehen, der es wie beschrieben notwendig macht, daß zur Ermittlung der Strahlungstemperatur mit der Spannungsdifferenz zum Signal vor dem Beginn des Experiments gerechnet wird.

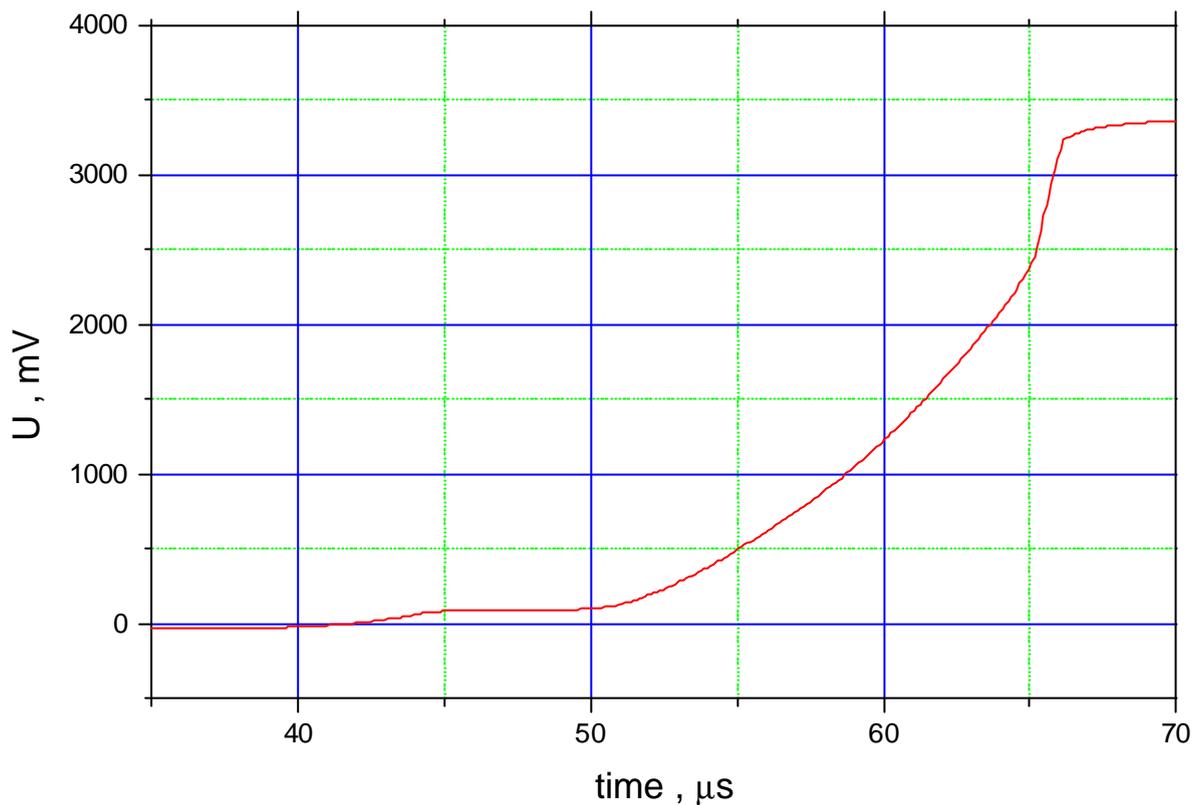


Abbildung 5.3: Spannung am unempfindlichen Kanal beim Experiment mit Molybdän in Abhängigkeit von der Zeit bis zum Erreichen der maximalen Ausgangsspannung am Verstärker. Kurz vor dem Erreichen von 2500 K ist der Verstärker schon gesättigt.

Abbildung 5.4 zeigt den Verlauf der Strahlungstemperatur für Niob. Zur Demonstration der unterschiedlichen Genauigkeit der beiden Kanäle, die hauptsächlich auf das starke Digitalisierungsrauschen bei kleinen Signalen zurückzuführen ist, sind die errechneten Temperatursignale für beide Kanäle vollständig im Diagramm angeführt.

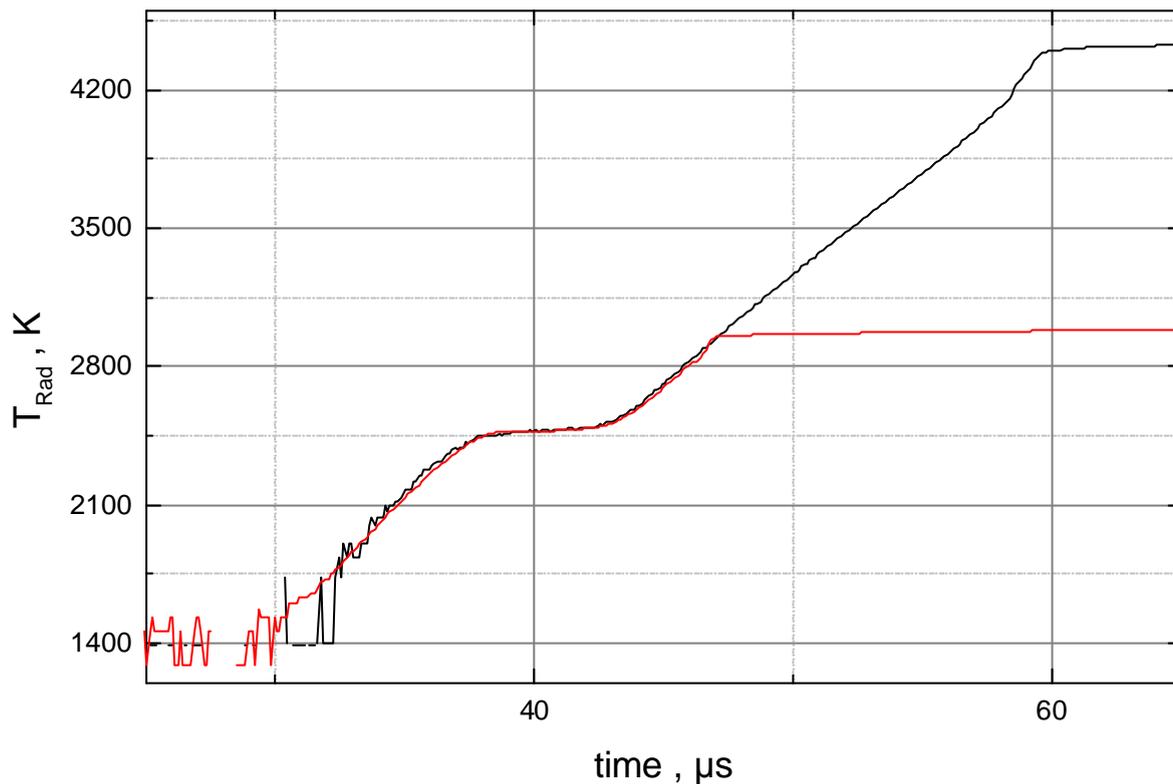


Abbildung 5.4: Strahlungstemperatur von Niob in Abhängigkeit von der Zeit; das Diagramm zeigt beide Pyrometerkanäle bis nach dem Erreichen der Sättigung der Verstärker

Ein weiteres Experiment wurde mit Wolfram durchgeführt. Das Hauptaugenmerk bei diesem Experimenten lag auf der Demonstration der Temporauflösung des Pyrometers. Abbildung 5.5 zeigt das Ergebnis einer Messung der Strahlungstemperatur von Wolfram. Dieses Experiment wurde mit dem Pyrometerverstärker durchgeführt, der von Herrn DI Neureiter gefertigt wurde.

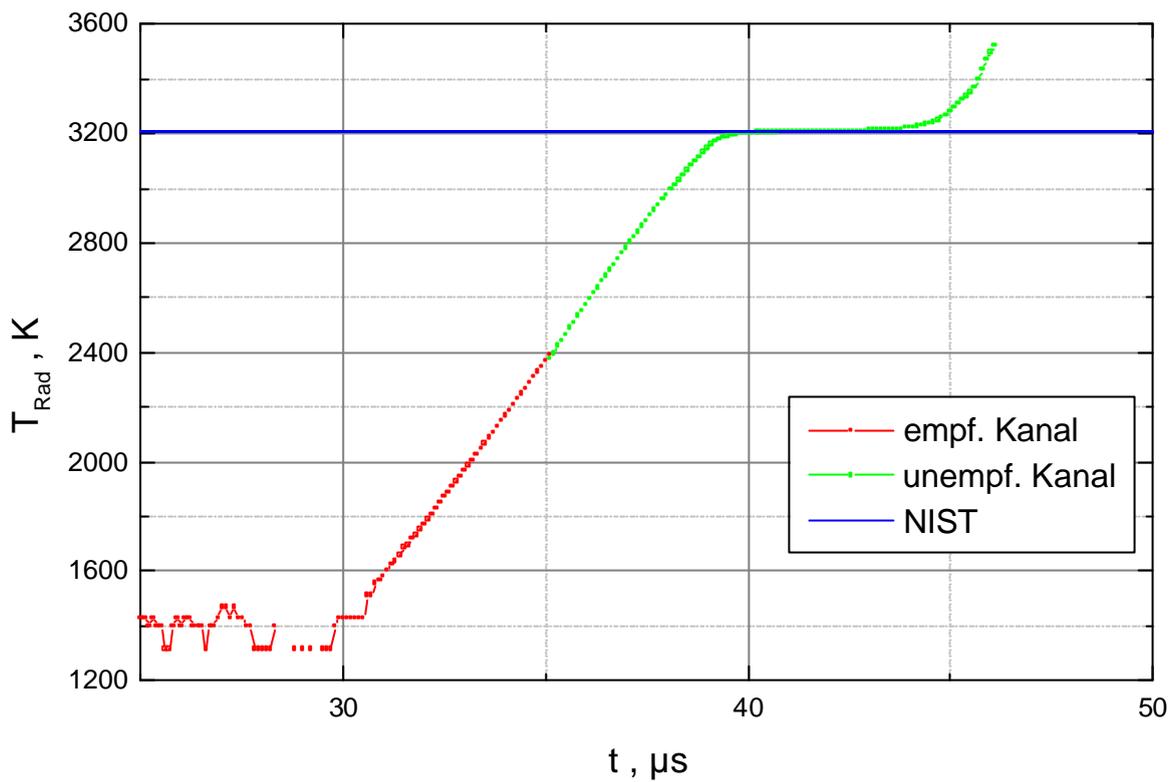


Abbildung 5.5: Strahlungstemperatur von Wolfram in Abhängigkeit von der Zeit; das Diagramm zeigt beide Pyrometerkanäle

Um die gute Reproduzierbarkeit der erhaltenen Werte auch mit der letzten Version des Pyrometerverstärkers zu demonstrieren, zeigt Abbildung 5.6 den Verlauf der Strahlungstemperatur von Tantal in Abhängigkeit von der Zeit für drei Einzelexperimente.

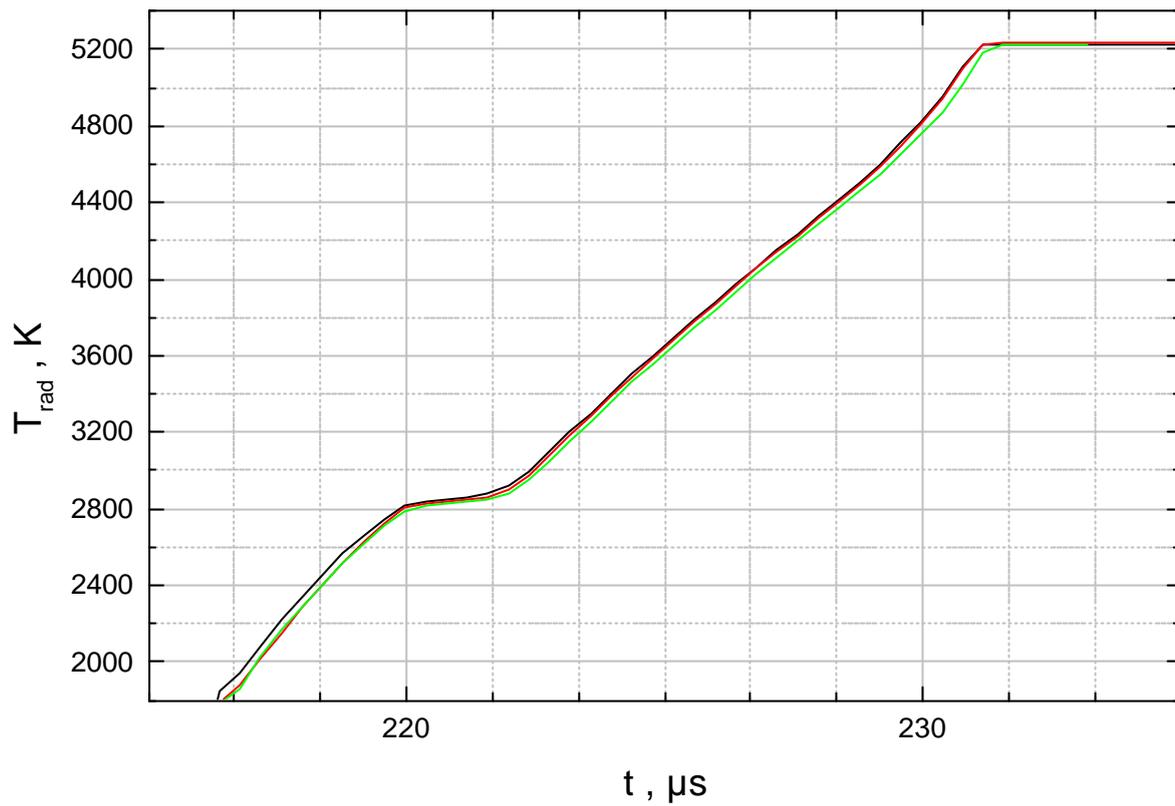


Abbildung 5.6: Strahlungstemperatur von Tantal in Abhängigkeit von der Zeit für drei verschiedene Einzelerperimente; ab ca. 4800 K ist der Verstärker in Sättigung und das Ergebnis daher nicht mehr brauchbar

6 Fehlerbetrachtung

Die in der optischen Pyrometrie erreichbaren Meßgenauigkeiten werden im allgemeinen überschätzt. Das liegt an der Vielzahl der möglichen Fehlereinflüsse, die von Problemen durch ein schlechtes Signal - Rausch Verhältnis bis hin zu Schwierigkeiten bei der Kalibration auftreten.

6.1 Einfluß des Rauschens auf die Temperaturauflösung

Zufällige Änderungen des Ausgangssignals des Pyrometers, sogenanntes Rauschen, bilden eine grundlegende Grenze sowohl für die untere Grenze der auflösbaren Temperatur als auch für die Genauigkeit der Temperaturbestimmung. Dieses Rauschen hat im Wesentlichen zwei Ursachen, zufällige Variationen in der Emissionsrate der Photonen aus der erhitzten Oberfläche der beobachteten Quelle und das im Pyrometer, im Detektor und in der Elektronik erzeugte Eigenrauschen.

Zuerst wollen wir den Einfluß des Rauschens des Detektors auf die Temperaturauflösung untersuchen. Für das Entstehen von Rauschen im Detektor gibt es viele physikalische Ursachen, in diesem Abschnitt ist aber nur die Größe des gesamten Rauschens von Relevanz, die durch die spektrale Detektierbarkeit $D(\lambda)$ charakterisiert wird. Für $D(\lambda)$ gilt für den Fall, daß das Signal - Rausch Verhältnis eins ergibt:

$$D(I) = \frac{1}{dF_N} \quad (6.1)$$

$D(I)$spektrale Detektierbarkeit
 dF_Nnoise-equivalent-power (NEP)

Der Wert für $\delta\Phi_N$ wird in der Regel vom Hersteller der Photodiode angegeben und kann als der auf den Detektor auftreffende Strahlungsfluß verstanden werden, bei dem das Ausgangssignal des Detektors ein Signal zu Rausch Verhältnis von eins aufweist. Für die meisten verwendeten

Detektoren ist die spektrale Detektierbarkeit $D(\lambda)$ umgekehrt proportional zur Quadratwurzel der elektrischen Bandbreite. Die Angabe durch den Hersteller erfolgt in der Regel für eine Bandbreite von 1 Hz. Tabelle 6.1 zeigt die Werte für die beiden verwendeten Photodioden.

Die zur Reduktion des Detektorrauschens gerne verwendete Technik, den Strahlungsfluß zu choppen, kann bei diesem Experiment leider nicht eingesetzt werden, da sich die Strahlungsgrößen viel zu schnell dafür ändern.

Unter Verwendung des Wienschen Gesetzes (Gleichung 2.7) kann folgender Ausdruck für die Änderung der Temperatur der Probe angegeben werden, die genau eine Änderung des auf den Detektor auftreffenden Strahlungsflusses in der Größe der Noise-Equivalent-Power (NEP) ergibt. Eine solche Änderung der Proben temperatur ist mit dem verwendeten Instrument auf Grund des Rauschens im Detektor nicht mehr auflösbar.

$$DT_D = dF_N \cdot \frac{I^6 \cdot T^2 \cdot e^{\frac{c_2}{IT}}}{c_1 \cdot c_2 \cdot F(I) \cdot e(I) \cdot DI} \quad (6.2)$$

DT_D max. Tempaturauflösung durch Detektorrauschen

Der Detektor in diesem Zusammenhang kann als die Photodiode zusammen mit dem Verstärker angesehen werden. Die Größe $\delta\Phi_N$ muß dann natürlich als Noise-Equivalent-Power für das Gesamtsystem angesehen werden.

Der Einfluß des Strahlungsrauschens kann nach Lovejoy [1962] wie folgt beschrieben werden. Man bezeichnet die Anzahl der auf den Detektor treffenden Photonen in der Beobachtungszeit t mit n . Der Beobachtungszeit t entspricht eine Bandbreite Δf der Verstärkerelektronik, für die gilt:

$$t = \frac{1}{2 \cdot \mathbf{Df}} \quad (6.3)$$

Tabelle 6.1: Elektrische Kennwerte für die beiden verwendeten Photodioden

	Photodiode GAP 2000	Photodiode BPX 61
aktive Fläche / mm ²	4	7
Dunkelstrom / nA	200	2
Bandbreite / MHz	5,3	> 10
NEP / pW / $\sqrt{\text{Hz}}$	0,14 @ 1550nm	410 @ 850nm
Linearitätsbereich / dB	8	8
Responsivität / A/W	0,95 @ 1550nm	0,62 @ 850nm

Die Anzahl der Photonen n pro Zeiteinheit kann man auch durch den Strahlungsfluß geteilt durch die Photonenenergie angeben, was zu folgendem Ausdruck führt:

$$\frac{n}{t} = \frac{\mathbf{F}}{E} = \frac{\mathbf{F(I)} \cdot L_l \cdot \mathbf{DI}}{\frac{h \cdot c}{\lambda}} \quad (6.4)$$

Ersetzt man jetzt in Gleichung 6.4 die Beobachtungszeit t durch den Ausdruck aus Gleichung 6.3 und L_λ entsprechend dem Wienschen Gesetz (Gleichung 2.7), so erhält man durch Ableitung nach der Temperatur T für kleine Änderungen Δn und ΔT folgenden Zusammenhang:

$$Dn = \frac{F(l) \cdot c_1 \cdot c_2 \cdot e(l) \cdot Dl \cdot DT}{2 \cdot Df \cdot h \cdot c \cdot T^2 \cdot l^5 \cdot e^{\frac{c_2}{lT}}} \quad (6.5)$$

Nach der klassischen Statistik ist die minimale Anzahl detektierbarer Vorgänge gegeben durch

$$Dn = \sqrt{2 \cdot n} \quad (6.6)$$

Die Wurzel von 2 darin kommt daher, daß die Fluktuation der Photonen und des quantenelektrischen Effekts unabhängig voneinander sind.

Ersetzt man jetzt in Gleichung 6.6 die Ausdrücke für n und Δn durch die aus den Gleichungen 6.4 und 6.5 unter abermaliger Verwendung des Wienschen Gesetzes, so erhält man für die Begrenzung ΔT_R der Temporurauflösung auf Grund der Fluktuationen in der einfallenden Strahlung folgenden Ausdruck:

$$DT_R = \sqrt{\frac{h \cdot c \cdot Df}{F(l) \cdot Dl \cdot e(l) \cdot c_1}} \cdot \frac{2 \cdot l^3 \cdot T^2 \cdot e^{\frac{c_2}{lT}}}{c_2} \quad (6.7)$$

DT_R.....max. Temporurauflösung durch Strahlungsrauschen

Da die physikalischen Prozesse, die das Strahlungsrauschen und das Detektorrauschen verursachen, unabhängig voneinander sind, kann das gesamte Rauschen ΔT wie folgt ausgedrückt werden:

$$DT = \sqrt{DT_R^2 + DT_D^2} \quad (6.8)$$

Aus diesen Zusammenhängen folgt, daß die Temporurauflösung eines Pyrometers mit fallender Temporatur rapide abnimmt. Andererseits ist es aus Gründen der Genauigkeit, die in Kapitel 2 angeführt wurden, ratsam, das Pyrometer bei möglichst kurzer

Wellenlänge, also am unteren Ende seiner Temporauflösung zu betreiben. Ein Gewinn an Genauigkeit durch Wahl einer kürzeren Wellenlänge wird also automatisch durch eine schlechtere Temporauflösung erkauft. Beim Pyrometerdesign wählt man daher die Temporauflösung so, daß sie etwas besser als die Genauigkeit der Temperaturbestimmung ist.

6.2 Fehlereinflüsse bei der Kalibration

Schon bei der Kalibration der verwendeten Vergleichsquellen können erhebliche Fehler auftreten. So gibt auch Osram die Genauigkeit der Kalibration der verwendeten Wolframbandlampe mit nur ± 7 K an. Das ist ein wesentliche Anteil an der Summe der Fehlereinflüsse.

Neben dem im vergangenen Kapitel beschriebenen Fehlereinflüssen des Detektorrauschen und des Strahlungsrauschen hat die mangelhafte Kenntnis der spektralen Durchlässigkeit des Gesamtsystems den größten Fehlereinfluß auf die Temperaturermittlung. Mangels geeigneter Meßvorrichtungen kann die spektrale Durchlässigkeit des gesamten Pyrometers bis zum Photodetektor nicht ermittelt werden. Vielmehr sind nur die (im wesentlichen bestimmende) Filtercharakteristik und die spektrale Empfindlichkeit der Photodiode bekannt. Wie eine Modellrechnung von Sachsenhofer [2000] zeigt, ist der maximale zu erwartende systematische Fehler für die gewählte Methode im Temperaturbereich zwischen 900 K und 4500 K beim Pyrometer bei 710 nm kleiner 0,2 K, bei 1570 nm kleiner als 2 K.

7 Ausblick

Die in dieser Arbeit präsentierte Methode zur Messung von Strahlungstemperaturen mit einem kalibrierten Pyrometer funktioniert zuverlässig und genau. Da in der Praxis aber hauptsächlich die wahre Temperatur eines Körpers interessiert, ist die Kenntnis des Emissionskoeffizienten ε in Abhängigkeit von der Temperatur erforderlich. Dazu wird in unserem Labor am Aufbau eines Division-Of-Amplitude Photopolarimeter gearbeitet. Erste Versuche damit zeigen vielversprechende Resultate.

Da ein wesentlicher Einfluß auf die Genauigkeit der Temperaturbestimmung bei niederen Temperaturen von der Rauschmut der verwendeten Elektronik ausgeht, sind hier in Zukunft weitere Verbesserungen vorzunehmen, die den jüngsten technologischen Fortschritten in diesem Bereich Rechnung tragen. Damit sollte es dann auch möglich sein, viele technisch interessante niederschmelzende Legierungen zu untersuchen.

Selbstverständlich wäre auch die Verbesserung der Genauigkeit des verwendeten Sekundärnormals von Interesse, weil damit direkt die Genauigkeit der Temperaturmessung erheblich gesteigert würde.

8 Literaturverzeichnis

Boboridis K., 2001, Dissertation, Technische Universität Graz

De Vos J.C., 1954, „*A New Determination of the Emissivity of Tungsten Ribbon*“, *Physica* XX (1954), 690

Henning F., 1977, „*Temperaturmessung*“, Springer Verlag (New York)

ITS-1990, Preston-Thomas H., 1990, *The International Temperature Scale of 1990 (ITS-1990)*, *Metrologica* 27, 3-10

Kostkowski H.J. und Lee R.D., 1962, „*Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry*“, Vol. 2 C.M. Hertzfeld, ed. (New York)

Lovejoy D.R., 1962, „*Recent Advances in Optical Pyrometry, Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry*“, Vol. 3, Part 1, p.505, (New York)

NIST, 1999, *private communication*

Nutter G.D. und De Witt D.P., 1988, „*Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry*“, John Wiley & Sons (New York)

Pottlacher G., 1998, „*Beiträge zur experimentellen Untersuchung thermophysikalischer Daten flüssiger Metalle und Legierungen*“, Habilitationsschrift 1998, Technische Universität Graz

Sachsenhofer F., 2000, „*Data evaluation for pulse heating experiments combined with emissivity measurements using a division-of-amplitude photopolarimeter*“, Diplomarbeit, Technische Universität Graz

Seifter A., 2001, Dissertation, Technische Universität Graz

Diese Arbeit wurde unter der Leitung von Herrn Prof. Dr. Gernot Pottlacher am Institut für Experimentalphysik der Technischen Universität Graz durchgeführt. Ihm sei sehr herzlich gedankt für sein Entgegenkommen, die immerwährende Gesprächsbereitschaft, die freundschaftliche Atmosphäre, die Bereitstellung der apparativen Mittel, die kritische Durchsicht der Arbeit sowie die vielen von ihm organisierten gemütlichen Stunden.

Ganz besonders möchte ich Herrn DI Achim Seiffter für die kompetente und weitreichende Unterstützung bei der Durchführung der Experimente danken. Er war für mich bei dieser Arbeit neben den Herren DI Konstantinos Boboridis und DI Franz Sachsenhofer ein wichtiger Diskussionspartner. Aber auch die restlichen Mitarbeiter des Labors – namentlich die Herren DI Claus Cagran sowie Herwig Hoseaus – haben mitgeholfen, daß diese Arbeit in einer freundschaftlichen Atmosphäre mit viel Spaß entstehen konnte.

Die Idee für diese Arbeit stammt von Herrn DI Dr. Erhard Kaschnitz, dem ich für seine dauernde Diskussionsbereitschaft und Unterstützung herzlich danke.

Herrn Ing. Anton Weidl sowie der Drumetall Qualität aus Stahl Metallwarengesellschaft m.b.H. sei für die kostenlose Unterstützung bei der Herstellung der Gesichtsfeldblenden gedankt. Ohne die dort vorhandenen Einrichtungen zur Elektroerosion wäre die Herstellung der Gesichtsfeldblenden in dieser Präzision nur sehr schwer möglich gewesen.

Herrn DI Christian Neureiter bin ich für die vielen Diskussionen über Details der elektronischen Schaltungen sehr dankbar. Mit seinem großen Erfahrungsschatz hat er durch wertvolle Hinweise wesentlich geholfen und aufbauend auf diese Arbeit den Verstärker weiterentwickelt.

Nicht unerwähnt möchte ich Herrn Univ.Prof. Dr. Helmut Jäger lassen, der mich am Beginn dieser Diplomarbeit unterstützt und betreut hat.