

Thomas Hüpf

Density Determination of Liquid Metals

DISSERTATION

zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der technischen Wissenschaften

Doktoratsstudium der technischen Wissenschaften
Technische Physik



Technische Universität Graz

Betreuer:
A.o. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Gernot Pottlacher
Institut für Experimentalphysik

Graz, August 2010

Deutsche Fassung:

Beschluss der Curricula-Kommission für Bachelor-, Master- und Diplomstudien vom 10.11.2008
Genehmigung des Senates am 1.12.2008

EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen/Hilfsmittel nicht benutzt, und die den benutzten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommene Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

Graz, am

23.7.2010

Thomas Kienzl
(Unterschrift)

Englische Fassung:

STATUTORY DECLARATION

I declare that I have authored this thesis independently, that I have not used other than the declared sources / resources, and that I have explicitly marked all material which has been quoted either literally or by content from the used sources.

2010.7.23

date

Thomas Kienzl
(signature)

Abstract (English)

Fast pulse-heating is an established experimental method. It was used during this work to obtain thermophysical properties of electrically conducting samples as a function of temperature. Especially the liquid state of metals can be investigated using this technique. Measurement results were published in international peer-reviewed journals. Twelve publications were edited to form a cumulative PhD thesis. They are depicted as printed or as they were submitted.

The listed papers describe the scientific process which includes the following steps: A *target-oriented material-selection* was done in coordination with the project partners at DLR in Cologne as preparation for their experiments onboard the international space station ISS. *Manufacturing of the samples* is a fundamental task, because wire-shaped specimens are preferred for investigations with the pulse-heating apparatus. *Measurements* are actually the most pleasant task for the experimenter. They are followed by the *evaluation of results*. The final steps include the *preparation for publication* and participation at conferences.

Thermal expansion is one of the obtained quantities. It can be converted into density as a function of temperature. Density is more present in the scientific community and more data are available in the literature. Knowledge about thermal expansion is necessary to get the specific electrical resistivity since it includes the geometry of the sample. Explanatory text was added to describe the details of the expansion measurements. This part of the thesis includes investigations that did not conclude in favorable results (e.g. because of contradictions which could not be resolved). However, the additional information is even more attractive to the natural scientist, because it does not present the reader with a fait accompli as publications might do.

Abstract (Deutsch)

Schnelles Pulsheizen ist eine etablierte experimentelle Methode. Sie wurde in dieser Arbeit dazu benutzt, thermophysikalische Daten von elektrisch leitenden Proben als Funktion der Temperatur zu erhalten. Insbesondere die flüssige Phase kann mit dieser Technik untersucht werden. Die Messergebnisse wurden in internationalen, referierten Zeitschriften publiziert. Eine Auswahl von zwölf Publikationen bildet diese kumulative Dissertation. Die Beiträge sind so dargestellt, wie sie gedruckt oder eingereicht wurden.

Die angeführten Papiere dokumentieren den wissenschaftlichen Prozess, der aus folgenden Schritten besteht: In Absprache mit Partnern an der DLR in Köln wurde eine *zielgerichtete Materialauswahl* getroffen als Vorbereitung für deren Experimente an Bord der internationalen Raumstation ISS. Eine wesentliche Aufgabe ist die *Probenherstellung*, da als Proben zur Untersuchung in der Pulsheizapparatur runde Drähte bevorzugt werden. *Messungen* an sich sind für den Experimentator die erbaulichste Arbeit. Danach folgt die *Auswertung der Ergebnisse*. Die letzten Schritte sind die *Aufbereitung zur Publikation* und die Teilnahme an Konferenzen.

Eine der erhaltenen Größen ist die thermische Expansion. Sie kann in Dichte als Funktion der Temperatur umgerechnet werden. Die Dichte ist in der wissenschaftlichen Gemeinschaft präsenter und es gibt dazu auch mehr verfügbare Daten in der Literatur. Kenntnis über die Expansion ist notwendig um den spezifischen elektrischen Widerstand zu erhalten, der ja die Geometrie der Probe berücksichtigt. Den Publikationen wurde ergänzender Text vorangestellt, der genauer auf die Expansionsmessung eingeht. Dieser Teil der Arbeit enthält diejenigen Versuche, die zu keinem befriedigenden Ergebnis geführt haben (beispielsweise aufgrund von Widersprüchen, die nicht aufgelöst werden konnten). Dennoch ist gerade dieser Teil von besonderem Interesse für den Naturwissenschaftler, da der Leser nicht vor vollendete Tatsachen gestellt wird, wie das durch die Publikationen möglicherweise der Fall ist.

Preface

A major part of the work I have done during my PhD is best represented by the publications. They are depicted as published or as they were submitted for publication. Each paper is annotated concerning the content and the teamwork of authors.

I have added explanatory text to guide the reader through the scientific process. On the one hand it specifies the context for the publications and on the other hand it describes the investigations which did not result in a favorable conclusion. Additionally, this text should be a letter of reference to my successors at the lab.

Contents

| | |
|--|-----------|
| 1 Principles of fast pulse-heating | 6 |
| 1.1 Obtained results | 7 |
| 2 Creation of a compilation | 7 |
| 3 Expansion measurement | 8 |
| 4 Dedicated investigations | 11 |
| 4.1 Probe laser | 14 |
| 4.2 Lens effect | 16 |
| 4.3 Detector properties | 17 |
| 4.4 Self-radiation | 25 |
| 4.5 Double wire experiments | 28 |
| 4.6 Elevation of melting point | 33 |
| 4.7 Change of resistance | 34 |
| 4.8 Literature comparison | 35 |
| 5 Future steps | 36 |
| 6 Summary | 38 |
| 7 Publications | 40 |
| 7.1 A review of expansion measurements for subsecond ohmic pulse-heating experiments | 41 |
| 7.2 Thermophysical properties of rhodium obtained by fast pulse-heating | 58 |
| 7.3 Selected thermophysical properties of Hf-3%Zr from 2200 K to 3500 K obtained by a fast pulse-heating technique | 65 |
| 7.4 Electrical resistivity of high melting metals up into the liquid phase (V, Nb, Ta, Mo, W) | 81 |
| 7.5 Electrical resistivity of high temperature metallic melts - Hf-3%Zr, Re, Fe, Co, and Ni | 86 |
| 7.6 Electrical resistivity of high melting metals (W, Mo, Re, Ta, Nb, Ir, and Hf) up into the liquid phase | 95 |
| 7.7 Specific | 107 |
| 7.8 Thermophysical properties of Ni80Cr20 | 109 |
| 7.9 Thermophysical properties of five binary copper-nickel alloys | 115 |
| 7.10 Two ways of looking at the intermediate position of binary alloys | 125 |
| 7.11 Thermophysical properties of 22 pure metals in the solid and liquid state - The pulse-heating data collection | 127 |
| 7.12 Thermal expansion in pulse-heating - a status report | 133 |