

ENTWICKLUNG EINES MILLISEKUNDEN PULSHEIZSYSTEMS ZUR
MESSUNG THERMOPHYSIKALISCHER DATEN VON METALLEN

Dissertation

DIPL.-ING. PETER REITER

durchgeführt am

ÖSTERREICHISCHEN GIESSEREI-INSTITUT
Parkstraße 21, 8700 Leoben

unter der Betreuung von

ao. Univ.-Prof. Dr. Gernot Pottlacher
INSTITUT FÜR EXPERIMENTALPHYSIK
der Technischen Universität Graz

August 2001

Kurzfassung

In dieser Arbeit wird der Aufbau und Betrieb eines Pulssystems zur Messung thermophysikalischer Daten von Metallen und Legierungen in der festen Phase bis hin zum Schmelzpunkt beschrieben. Das Versuchsprinzip beruht auf der OHMSchen Aufheizung einer metallischen Probe infolge eines Strompulses bei gleichzeitiger Messung von Strom, Spannungsabfall, Temperatur und thermischer Ausdehnung. Die Aufheizdauer bis zum Schmelzen beträgt etwa 0,5 s. Die Messung der Temperatur ab 600 K erfolgt mit einem speziell dazu entwickelten Pyrometer, welches auf eine rechteckige Öffnung in der röhrenförmigen Probe gerichtet ist. Die thermische Ausdehnung wird mit einem modifizierten MICHELSON Interferometer gemessen. Aus den ermittelten Größen werden die spezifische Wärmekapazität, der spezifische elektrische Widerstand, der totale Emissionsgrad sowie die Dichte als Funktion der Temperatur errechnet. Darüber hinaus kann die Wärmeleitfähigkeit abgeschätzt werden.

Die konstruktiven und funktionellen Einzelheiten der Anlage werden beschrieben und thermophysikalische Daten von einigen ausgewählten Metallen (Cu, Mo, Ni, Ti, W) und Legierungen (Al-, Fe-, Mg- und Ti-Basis) werden präsentiert.

Abstract

In this work a description of the construction and operational characteristics of a millisecond pulse-heating system for the measurement of thermophysical properties of metals and alloys in the solid phase up to melting is given. The principle relies on resistive self-heating of a metallic specimen by passing an electrical high-current pulse, while simultaneous measurement of current, voltage drop, temperature and thermal expansion. The heating phase up to melting lasts for about 0,5 s. Temperature measurement above 600 K are carried out by a special high-speed pyrometer targeted on a small rectangular blackbody-hole in the tubular specimen. Thermal expansion is measured by a modified MICHELSON-type interferometer. From the measured properties, specific heat capacity, electrical resistivity, hemispherical total emittance and density as a function of temperature are calculated, further an estimate of thermal conductivity is given.

The technical details of the experimental apparatus are reported and thermophysical properties of some selected metals (Cu, Mo, Ni, Ti, W) and alloys (Al-, Fe-, Mg- und Ti-based) are presented.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Motivation	1
1.2	Pulsexperimente	2
2	Grundlagen	3
2.1	Grundlagen der Strahlungspyrometrie	3
2.1.1	PLANCKsches Strahlungsgesetz	3
2.1.2	Reale Strahler	5
2.1.3	Strahldichtepyrometer	6
2.2	Spezifische Wärmekapazität	10
2.2.1	Theorie	10
2.2.2	Experimentelle Ermittlung der spezifischen Wärmekapazität	11
2.3	Gesamtemissionsgrad	12
2.3.1	STEFAN-BOLTZMANNsches Gesetz	12
2.3.2	Experimentelle Ermittlung des Gesamtemissionsgrads	13
2.4	Transportgrößen	14
2.4.1	Wärmeleitfähigkeit	14
2.4.2	Elektrische Leitfähigkeit	15
2.4.3	WIEDEMANN-FRANZsches Gesetz	15
2.5	Messung der thermischen Ausdehnung	16
2.5.1	Theoretische Beschreibung	16
2.5.2	Anforderungen an die Ausdehnungsmessung	18
2.5.3	Methoden zur Messung der thermischen Ausdehnung	18
2.5.4	Doppeltes MICHELSON Interferometer mit polarisierten Strahlen	23
3	Experimenteller Aufbau	29
3.1	Übersicht	29
3.2	Dimensionierung	33
3.3	Mechanischer Teil	36
3.4	Vakuumteil	41
3.5	Elektrischer Teil	43
3.5.1	Energiequelle	43
3.5.2	Schalter	45
3.5.3	MOSFET-Treiberstufe	47
3.5.4	Sicherheitsrelais	48

3.5.5	Shunt	48
3.5.6	Strombegrenzungswiderstand	50
3.5.7	Spannungsmessung	50
3.5.8	Leitungen	51
3.6	Pyrometer	52
3.6.1	Allgemeines	52
3.6.2	Aufbau des Pyrometers	53
3.6.3	Fotodiodenverstärker	60
3.6.4	Abschätzung der Pyrometerkonstante	62
3.7	Kalibriereinrichtung für das Pyrometer	64
3.7.1	Kalibriertisch	64
3.7.2	Punktstrahler	65
3.7.3	Schwarzer Strahler	66
3.7.4	Wolframbandlampen	67
3.8	Interferometer	69
3.8.1	Stabilisierung gegen Drehbewegungen	69
3.8.2	Endgültiger Aufbau des Interferometers	70
3.8.3	Vier-Quadranten Detektor	73
3.9	Messung und Steuerung	79
3.10	Proben	82
3.10.1	Zylindrische Proben	82
3.10.2	Folienstreifen	82
3.10.3	Röhrchenförmige Proben	83
3.10.4	Komparator	83
3.11	Sonstige Hilfsmittel	85
3.11.1	Längenmessmittel	85
3.11.2	Bestimmung der Masse	85
3.11.3	Bestimmung der Dichte	85
4	Messungen	87
4.1	Kalibration der Wolframbandlampen	87
4.2	Justierung und Kalibration der Pyrometer	93
4.2.1	Justierung der Pyrometer	93
4.2.2	Kalibration der Pyrometer an den Wolframbandlampen	94
4.2.3	Kalibration der Pyrometer am Schwarzen Strahler	101
4.3	Hinweise zur Durchführung und Auswertung	105
4.3.1	Ausrichtung des Pyrometers	105
4.3.2	Evakuierung und Begasung der Versuchskammer	105
4.3.3	Justierung des Interferometers	106
4.3.4	Auswertung der Messdaten	108
4.4	Titan und Titanlegierungen	114
4.4.1	Titan	114
4.4.2	TiAl6V4	126
4.4.3	γ -Titanaluminid	133
4.5	Kupfer	141

4.6	Nickel	145
4.7	Eisenlegierungen	148
4.7.1	Hochlegierter Stahl: G-X 12 CrMoWVNbN 10-1-1	148
4.7.2	Stahl	152
4.8	Wolfram	157
4.9	Molybdän	162
4.10	Aluminiumlegierungen	166
4.10.1	AlSi7Mg	166
4.10.2	AlSi9Cu3	167
4.10.3	AlSi12	169
4.11	Magnesiumlegierungen	175
4.11.1	AS21	175
4.11.2	AE42	176
4.11.3	AM50	177
4.11.4	AZ91	179
4.11.5	Vergleich mit anderen Ergebnissen	180
4.11.6	Abschätzung der Wärmeleitfähigkeit	181
5	Fehlerbetrachtung	189
5.1	Allgemeines	189
5.2	Temperatur	189
5.2.1	Unsicherheiten bei der Kalibration der Pyrometer	189
5.2.2	Übertragung der Kalibration auf die Messung	193
5.2.3	Unsicherheiten bei der Messung der Temperatur	195
5.2.4	Summation aller Unsicherheiten der Temperaturmessung	195
5.3	Spezifische Wärmekapazität	199
5.4	Spezifischer Widerstand	201
5.5	Umwandlungsenthalpie	202
5.6	Gesamtemissionsgrad	203
5.7	Thermische Ausdehnung	204
5.8	Berücksichtigung des Streulichteinflusses	207
6	Diskussion und Ausblick	211
6.1	Diskussion	211
6.1.1	Zusammenstellung	211
6.1.2	Experimentelle Schwierigkeiten:	213
6.2	Ausblick	215
6.2.1	Verbesserungsvorschläge	215
6.2.2	Weitere Möglichkeiten	215
A	Querschnitt der Proben	217

Kapitel 1

Einleitung

1.1 Motivation

In den letzten Jahren ist die Simulation technologischer Prozesse aufgrund der rapiden Entwicklung auf dem Gebiet der elektronischen Datenverarbeitung ein sehr wichtiger Faktor für die effiziente Entwicklung neuer Produkte geworden. Auch der Einsatz neuer und immer leistungsfähigerer Materialien in wissenschaftlichen, technischen und medizinischen Anwendungen hat stark zugenommen. Im Bereich der Metalle werden ständig neue Legierungen mit speziellen Eigenschaften wie besonders geringe Dichte, große Festigkeit oder hohe Temperaturbeständigkeit zum Einsatz gebracht. So ermöglichen beispielsweise Magnesiumlegierungen Gewichtseinsparungen im Kraftfahrzeugbau, was zur Reduktion des Kraftstoffverbrauchs beiträgt, Nickel-Superlegierungen erlauben bei Turbinen höhere Betriebstemperaturen und damit einen höheren Wirkungsgrad und γ -Titanaluminidlegierungen versprechen eine enorme Reduktion der Masse von Flugzeugtriebwerken bei höchster Festigkeit und hervorragender Korrosionsbeständigkeit. Die numerische Simulation thermischer Prozesse, wie zum Beispiel Schweißen, Gießen oder Schmieden beruht auf der Lösung der FOURIERSchen Wärmeleitungsgleichung:

$$\rho_d c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \operatorname{div}(\lambda \operatorname{grad} T) + q \quad (1.1)$$

Wobei ρ_d die Dichte, c_p die spezifische Wärmekapazität bei konstantem Druck p , T die räumliche Temperaturverteilung und q die Quellendichte eventuell vorhandener Wärmequellen (zum Beispiel Umwandlungsenthalpien, OHMsche Wärme) ist. Die Wärmeleitfähigkeit λ ist im allgemeinen Fall ein Tensor zweiter Stufe. Die material-spezifischen Größen ρ_d , c_p und λ sind von der Temperatur T abhängig.

Die Auswertung von Gleichung (1.1) scheitert vielfach an der unzureichenden Kenntnis dieser thermophysikalischen Größen. Die meisten Standardmethoden zur Messung dieser Daten sind aber auf eine Temperatur von maximal 1000°C beschränkt. Bei höheren Temperaturen treten oft Probleme mit hohen Wärmeverlusten durch Wärmeleitung und -strahlung oder chemischen Reaktionen des zu untersuchenden Materials mit den umgebenden Medien auf.

1.2 Pulsexperimente

Eine mögliche Lösung der angeführten Problematik stellen Pulsheizexperimente dar, bei denen eine Probe des untersuchten Werkstoffs innerhalb kurzer Zeit aufgeheizt wird. Gleichzeitig können Temperatur beziehungsweise Temperaturgradient und die thermische Ausdehnung der Probe beobachtet werden. Ist die eingebrachte Energie bekannt, so kann die spezifische Wärmekapazität berechnet werden. Der Energieeintrag in die Probe kann dabei zum Beispiel durch Laserpulse, Elektronenstrahlheizung, OHMsche Heizung oder Wirbelstromheizung erfolgen, wobei die letzteren zwei Möglichkeiten auf leitende Materialien beschränkt sind. Die Messung der Temperatur kann mittels Thermoelementen oder kontaktlos mittels Strahlungsipyrometern erfolgen. Die Wärmeausdehnung wird meist optisch mit Hilfe einer schnellen Kamera oder interferometrisch durchgeführt.

Eine besonders effektive Methode der Aufheizung ist die OHMsche Selbstaufheizung einer metallischen Probe aufgrund eines elektrischen Strompulses, da hier die elektrische Energie praktisch vollständig in Wärme umgewandelt wird und elektrische Größen mit geringem messtechnischen Aufwand sehr genau bestimmt werden können. Ein weiterer Vorteil der elektrischen Widerstandsheizung besteht darin, dass mit vergleichsweise einfachen Mitteln hohe Energiemengen (einige kJ) zur Verfügung stehen, was den Einsatz relativ großer, schwerer (einige Gramm) Proben ermöglicht. Die Pulsdauer kann dabei zwischen wenigen Mikrosekunden [1, 2] bis zu einigen zig Sekunden [3] betragen. Sehr schnelle Experimente haben den Vorteil, dass die Probe aufgrund ihrer Massenträgheit auch im flüssigen Zustand ihre Form weitgehend beibehält und somit auch Daten von Metallen im flüssigen Zustand erhalten werden können. Mit langsameren Pulsexperimenten können dagegen nur Daten von Metallen im festen Zustand gemessen werden, dafür ist die erreichbare Messgenauigkeit höher.

In dieser Arbeit wird ein Pulsheizsystem beschrieben, dessen Pulsdauern in der Größenordnung von einigen hundert Millisekunden liegen. Die Temperatur der Probe wurde mit Hilfe eines schnellen Strahlungsipyrometers gemessen, die Wärmeausdehnung mit einem modifizierten MICHELSON Interferometer. Aufgrund der elektrischen Aufheizung bietet sich die Möglichkeit, zusätzlich den spezifischen elektrischen Widerstand des Probenmaterials zu errechnen, womit sich über das WIEDEMANN-FRANZsche Gesetz Abschätzungen über die Wärmeleitfähigkeit machen lassen.

Es wurden Messungen an Titan, Kupfer, Nickel, Wolfram und Molybdän sowie an Eisenlegierungen, Aluminiumlegierungen, Magnesiumlegierungen und Titanlegierungen durchgeführt.

Kapitel 2

Grundlagen

2.1 Grundlagen der Strahlungspyrometrie

2.1.1 PLANCKsches Strahlungsgesetz

Das Innere eines evakuierten Hohlraums, dessen für Strahlung undurchlässige Wände überall die gleiche, konstante Temperatur T haben, ist mit elektromagnetischer Strahlung erfüllt. Die spektrale Verteilung der Energiedichte $u_{\omega,S}(\omega, T)$ wird durch das PLANCKsche Strahlungsgesetz beschrieben [4]:

$$u_{\omega,S}(\omega, T) = \frac{\hbar}{\pi^2 c^3} \frac{\omega^3}{e^{\frac{\hbar\omega}{k_B T}} - 1} \quad (2.1)$$

Die Indizes ω und S zeigen dabei an, dass es sich um die *spektrale* Energiedichte (pro Kreisfrequenzintervall $\Delta\omega = 1 \text{ s}^{-1}$) in einem *Schwarzkörper* handelt. In Gleichung (2.1) ist ω die Kreisfrequenz der elektromagnetischen Strahlung, c die Lichtgeschwindigkeit, $k_B = 1.380658 \cdot 10^{-23} \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}$ die BOLTZMANNsche Konstante und $\hbar = \frac{1}{2\pi}h = 1.054572 \cdot 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}$ mit dem PLANCKschem Wirkungsquantum $h = 6.6260755 \cdot 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}$. In praktischen Anwendungen werden spektrale Größen meist nicht durch die Frequenz f , beziehungsweise Kreisfrequenz ω , sondern durch die Wellenlänge λ charakterisiert:

$$\lambda = \frac{2\pi c}{\omega} \quad (2.2)$$

Die Energiedichte in einem Frequenzintervall $d\omega$ muss gleich der Energiedichte in dem zugehörigen Wellenlängenintervall $d\lambda$ sein:

$$u_{\omega,S}(\omega, T) \cdot d\omega = -u_{\lambda,S}(\lambda, T) \cdot d\lambda, \quad (2.3)$$

Das negative Vorzeichen in Gleichung (2.3) kommt zu Stande, weil eine Zunahme der Kreisfrequenz ($d\omega > 0$), eine Abnahme der Wellenlänge ($d\lambda < 0$) bedeutet, und umgekehrt. Die Beziehung zwischen $d\omega$ und $d\lambda$ ergibt sich durch Differentiation von Gleichung (2.2):

$$d\omega = -\frac{2\pi c}{\lambda^2} \cdot d\lambda \quad (2.4)$$

Damit kann Gleichung (2.3) umgeformt werden:

$$u_{\lambda,S}(\lambda, T) = \frac{2\pi c}{\lambda^2} \cdot u_{\omega,S}(\omega, T) \quad (2.5)$$

Durch Einsetzen von Gleichung (2.1) in Gleichung (2.5) und mit $\omega = \frac{2\pi c}{\lambda}$ kann die spektrale Verteilung der Energiedichte als Funktion der Wellenlänge und der Temperatur ausgedrückt werden:

$$u_{\lambda,S}(\lambda, T) = \frac{8\pi hc}{\lambda^5} \frac{1}{e^{\frac{hc}{\lambda k_B T}} - 1} \quad (2.6)$$

Nachdem sich diese Energiedichte in einem Hohlraum in alle Raumrichtungen mit der Lichtgeschwindigkeit c isotrop ausbreitet, gilt folgender Zusammenhang zwischen spektraler Energiedichteverteilung $u(\lambda, T)$ und spektraler Strahldichte $L_{\lambda,S}(\lambda, T)$:

$$u_{\lambda,S}(\lambda, T) = \frac{4\pi L_{\lambda,S}(\lambda, T)}{c} \cdot \Omega_0 \quad (2.7)$$

Wobei die Raumwinkeleinheit $\Omega_0 = 1$ sr ist. Durch Einsetzen von Gleichung (2.6) in Gleichung (2.7) lässt sich die spektrale Strahldichte wie folgt ausdrücken:

$$L_{\lambda,S}(\lambda, T) = \frac{2c^2 h}{\Omega_0 \lambda^5} \frac{1}{e^{\frac{hc}{\lambda k_B T}} - 1} \quad (2.8)$$

Üblicherweise wird Gleichung (2.8) durch Einführung der so genannten ersten Strahlungskonstanten $c_1 = 2\pi c^2 h = 3,741775 \cdot 10^{-16} \text{ W}\cdot\text{m}^2$ sowie der zweiten Strahlungskonstanten $c_2 = \frac{ch}{k_B} = 0,01438769 \text{ m}\cdot\text{K}$ folgendermaßen geschrieben:

$$L_{\lambda,S}(\lambda, T) = \frac{c_1}{\pi \Omega_0 \lambda^5} \frac{1}{e^{\frac{c_2}{\lambda T}} - 1} \quad (2.9)$$

Wie anhand der Gleichungen (2.1) und (2.9) zu erkennen ist, sind sowohl die spektrale Energiedichte als auch die spektrale Strahldichte unabhängig von den Eigenschaften des Hohlraums, das heißt weder die geometrischen Abmessungen des Hohlraums noch die physikalischen und chemischen Eigenschaften des Wandmaterials haben einen Einfluss auf die Hohlraumstrahlung. Die spektrale Strahldichte ist nur von der Temperatur T abhängig. Gleichung (2.9) bildet somit die Grundlage der Strahlungspyrometrie. Unglücklicherweise gilt diese Beziehung nur für isotherme, geschlossene Hohlräume¹, bei denen alle Wände gleich viel Strahlung emittieren wie sie absorbieren. Dieser Zustand nennt sich Strahlungsgleichgewicht. Ein Hohlraum, der mit einer kleinen Öffnung versehen ist, so dass ein Teil dieser Strahlung nach außen treten kann, wird als Schwarzer Strahler bezeichnet. Die Qualität eines Schwarzen Strahlers ist davon abhängig, wie weit das Strahlungsgleichgewicht in seinem Inneren gestört ist. Unter anderem sind die geometrischen Proportionen sowie der spektrale Emissionsgrad $\varepsilon(\lambda, T)$ des Wandmaterials eines derartigen schwarzen Strahlers ausschlaggebend für

¹Streng betrachtet gelten die angeführten Beziehungen nur im Vakuum. Die Abweichungen zwischen den meisten Gasen und Vakuum sind jedoch hinreichend klein, so dass sie in den allermeisten Fällen vernachlässigt werden können.

dessen Qualität. Die Bezeichnung „Schwarzer Strahler“ rührt daher, dass jede Strahlung, die durch die Öffnung von außen in den Hohlraum eintritt, dort nach mehrmaliger Reflexion-Absorption vollständig absorbiert wird. Von außen betrachtet erscheint diese Öffnung im Schwarzkörper daher schwarz.

2.1.2 Reale Strahler

Der spektrale Emissionsgrad $\varepsilon(\lambda, T)$ eines beliebigen realen Strahlers ist definiert als das Verhältnis zwischen der spektralen Strahldichte $L_\lambda(\lambda, T)$ der Strahlung, die von diesem Strahler bei der Temperatur T und der Wellenlänge λ emittiert wird, zu der Strahldichte der Strahlung, die von einem Schwarzen Strahler bei der gleichen Temperatur und Wellenlänge emittiert wird:

$$\varepsilon(\lambda, T) = \frac{L_\lambda(\lambda, T)}{L_{\lambda, S}(\lambda, T)} \quad (2.10)$$

Der Schwarze Körper hat nach dieser Beziehung den spektralen Emissionsgrad $\varepsilon(\lambda, T) = 1$ für alle Wellenlängen und Temperaturen. Es gibt keinen Strahler, der mehr emittieren kann, das heißt der einen Emissionsgrad hat, der größer als eins ist. Wie in Gleichung (2.10) angedeutet, ist der spektrale Emissionsgrad $\varepsilon(\lambda, T)$ abhängig von der Temperatur und der Wellenlänge. Ist ε unabhängig von der Temperatur T und Wellenlänge λ , so wird der Strahler als Grauer Strahler bezeichnet. Des Weiteren ist die, von einer beliebigen Oberfläche emittierte Wärmestrahlung nicht, wie bei einem Schwarzen Körper, isotrop, sondern eine Winkelabhängigkeit der Strahldichte ist vorhanden.

Zur Charakterisierung der Strahlung, die von einem realen Strahler emittiert wird, wird eine Hilfsgröße, die schwarze Temperatur oder Strahlungstemperatur $T_s(\lambda)$ eingeführt. Sie ist definiert als die Temperatur, die ein Schwarzer Strahler haben müsste, um bei einer bestimmten Wellenlänge gleich zu emittieren, wie der betrachtete reale Strahler:

$$L_\lambda(\lambda, T) = L_{\lambda, S}(\lambda, T_s(\lambda)) \quad (2.11)$$

Aus den Gleichungen (2.9), (2.10) und (2.11) ergibt sich der folgende Zusammenhang zwischen wahrer Temperatur T , Strahlungstemperatur $T_s(\lambda)$, und spektralem Emissionsgrad² $\varepsilon(\lambda, T)$:

$$\frac{1}{T} = \frac{1}{T_s(\lambda)} + \frac{\lambda}{c_2} \ln \varepsilon(\lambda, T) \quad (2.12)$$

Gleichung (2.12) erlaubt die Bestimmung der wahren Temperatur eines Strahlers mit Hilfe der Strahlungstemperatur und des spektralen Emissionsgrads. Leider ist der spektrale Emissionsgrad eines Strahlers im Allgemeinen unbekannt.

²Für die Herleitung dieser Beziehung wurde in Gleichung (2.9) der Ausdruck $e^{\frac{c_2}{\lambda T}} - 1$ durch $e^{\frac{c_2}{\lambda T}}$ angenähert. Diese Approximation ist als WIENSche Näherung bekannt.

Um dennoch eine wahre Temperatur zu erhalten gibt es beispielsweise folgende Möglichkeiten [5]:

1. Es wird eine Annahme über den Emissionsgrad getroffen. Oft sind die spektralen Emissionsgrade eines Materials mit einer bestimmten Oberflächenbeschaffenheit relativ genau bekannt. Zur Untersuchung von Werkstoffen, deren Eigenschaften vorerst unbekannt sind, und wenn zudem höhere Genauigkeitsanforderungen gestellt werden, ist diese Methode ungeeignet.
2. Der Emissionsgrad wird mit einer zusätzlichen Messung bestimmt. Eine Variante wären beispielsweise polarisations-ellipsometrische Verfahren [6]. Der Nachteil ist, dass die benötigten Messgeräte um einiges aufwändiger sind als das eigentliche Pyrometer.
3. Es werden geometrische Anordnungen mit bekannten Emissionsgraden benutzt. Dazu kann zum Beispiel der reale Strahler in den Mittelpunkt einer reflektierenden Kugel platziert werden, so dass er sich im Strahlungsgleichgewicht befindet [7]. Durch eine kleine Öffnung in der Kugel kann dann die wahre Temperatur gemessen werden. Eine andere Möglichkeit ist den Strahler selbst als Schwarzkörper auszuführen. In dieser Arbeit wurden Proben verwendet, welche die Form eines Röhrchens mit einer kleinen rechteckigen Öffnung in der Mitte haben. Die spektralen Emissionsgrade einer derartigen Anordnung wurden bereits 1954 berechnet [8]. Eine neuere Arbeit [9] präsentiert experimentelle Ergebnisse und vergleicht diese mit MONTE CARLO Simulationen.³

2.1.3 Strahldichtepyrometer

Wird ein Hohlraum mit einer hinreichend kleinen Öffnung mit der Fläche A versehen, tritt aus diesem Strahlung in den Außenraum, deren spektrale Strahldichte sich aus Gleichung (2.9) ergibt. Es sei nun der spektrale Strahlungsfluss $d\Phi_\lambda$, der von einem Flächenelement dA des Hohlraumstrahlers ausgehend, eine Fläche dA' durchsetzt, betrachtet. Dazu wird das Flächenelement dA in das Zentrum eines sphärischen Koordinatensystems gesetzt, so dass die Flächennormale auf dA mit der Z -Achse zusammenfällt. Ein Flächenelement dA' , welches auf einer Kugel um dA liegt, kann dann wie folgt ausgedrückt werden:

$$dA' = r^2 \sin \vartheta d\vartheta d\varphi \quad (2.13)$$

Wobei r der Radius der Kugel, ϑ der Winkel zwischen dA' und der Z -Achse, und φ der Azimutwinkel ist. Der spektrale Strahlungsfluss, der von dA nach dA' emittiert wird, ergibt sich zu:

$$d^2\Phi_\lambda(\lambda, T) = L_\lambda(\lambda, T) dA \cos \vartheta d\Omega \quad (2.14)$$

³In den zitierten Arbeiten wird der Begriff Qualität eines Schwarzkörpers verwendet. Die Definition dieser Qualität ist mit der des Emissionsgrads (2.10) identisch, wobei der reale Hohlraumstrahler mit einem idealen Schwarzkörper verglichen wird.

$d\Omega$ ist der Raumwinkel, unter dem die Fläche dA' von dA aus betrachtet erscheint.

$$d\Omega = \frac{dA'}{r^2} = \sin \vartheta d\vartheta d\varphi \quad (2.15)$$

In dieser Arbeit wurde die Temperaturmessung durch ein Strahldichtepyrometer realisiert, welches die austretende Strahlung mit Hilfe eines optischen Systems (Doppelachromat) mit dem effektiven Durchmesser D und der Brennweite f auf eine Blende mit der Fläche F abbildet. Die Öffnung des Pyrometers erscheint von dA aus unter dem Winkel α :

$$\alpha/2 = \arcsin \left(\frac{D/2}{\sqrt{(D/2)^2 + (2f)^2}} \right) = \arcsin \left(\frac{D}{\sqrt{D^2 + 16f^2}} \right) \quad (2.16)$$

Der durch die Optik durchtretende Strahlungsfluss ergibt sich durch Integration von Gl. (2.14):

$$\Phi_\lambda(\lambda, T) = \int_A \int_{\vartheta=0}^{\alpha/2} \int_{\varphi=0}^{2\pi} L_\lambda(\lambda, T) dA \cos \vartheta \sin \vartheta d\vartheta d\varphi \quad (2.17)$$

Durch Auswertung des Integrals (2.17) und anschließendes Einsetzen von (2.16) ergibt sich der spektrale Strahlungsfluss durch die Öffnung des Pyrometers:⁴

$$\Phi_\lambda(\lambda, T) = \pi L_\lambda(\lambda, T) \frac{D^2}{D^2 + 16f^2} A \quad (2.18)$$

Dieser Strahlungsfluss wird nun von der Linse auf eine Blende mit der Fläche F abgebildet. Nach den Gesetzen der geometrischen Optik wird das Strahlenbündel durch die kleinere dieser beiden Öffnungen limitiert. In dieser Arbeit war die Blende des Pyrometers stets kleiner als die Öffnung im Schwarzkörperstrahler. Der durch die Blende tretende spektrale Strahlungsfluss wird somit zu:

$$\Phi_\lambda(\lambda, T) = \pi L_\lambda(\lambda, T) \frac{D^2}{D^2 + 16f^2} F \quad (2.19)$$

Zudem muss noch das spektrale Transmissionsverhalten des Fensters der Versuchskammer $\tau_W(\lambda)$ sowie des Doppelachromats $\tau_L(\lambda)$ berücksichtigt werden. Hinter der Blende befindet sich ein Interferenzfilter mit der spektralen Transmission⁵ $\tau_F(\lambda)$. Das spektrale Transmissionsverhalten des Pyrometers kann durch das Produkt der einzelnen Komponenten beschrieben werden:

$$\tau_{\text{ges}}(\lambda) = \tau_W(\lambda) \tau_L(\lambda) \tau_F(\lambda) \quad (2.20)$$

⁴Nachdem die Fläche A klein ist (etwa 2 mm^2), kann die Integration über A einfach durch Ersetzung von $dA \rightarrow A$ durchgeführt werden. Das gleiche gilt in weiterer Folge für dF und F .

⁵Die Annahme, dass diese Transmission nur von der Wellenlänge λ abhängig sei, ist eine Vereinfachung. Speziell bei Interferenzfiltern ist die zentrale Wellenlänge der Transmissionskurve vom Einfallswinkel abhängig, weshalb das Interferenzfilter bei vielen Pyrometern im parallelen Teil des Strahlengangs eingebaut ist.

Der integrale Strahlungsfluss $\Phi(T)$, der den Detektor hinter dem Filter erreicht, ergibt sich durch Integration über alle Wellenlängen mit Berücksichtigung des Transmissionsverhaltens des Pyrometers:

$$\Phi(T) = \int_{\lambda=0}^{\infty} \Phi_{\lambda}(\lambda, T) \tau_{\text{ges}}(\lambda) d\lambda \quad (2.21)$$

Der Detektor⁶ hat eine spektrale Empfindlichkeit $E(\lambda)$, womit das Ausgangssignal $U(T)$ des Pyrometers wie folgt lautet:

$$U(T) = \int_{\lambda=0}^{\infty} \Phi_{\lambda}(\lambda, T) \tau_{\text{ges}}(\lambda) E(\lambda) d\lambda \quad (2.22)$$

Um die Auswertung von Gleichung (2.22) zu vereinfachen, wird die Annahme getroffen, dass die Transmissionskurve des Interferenzfilters unendlich schmal sei. Damit kann $\tau_{\text{F}}(\lambda)$ mit Hilfe einer Deltafunktion $\delta(\lambda - \lambda_{\text{F}})$ ausgedrückt werden:

$$\tau_{\text{F}}(\lambda) = \tau_{\text{F},i} \delta(\lambda - \lambda_{\text{F}}) \quad (2.23)$$

Mit der mittleren Wellenlänge λ_{F} des Filters:

$$\lambda_{\text{F}} = \frac{\int_{\lambda=0}^{\infty} \tau_{\text{F}}(\lambda) d\lambda}{\int_{\lambda=0}^{\infty} \frac{1}{\lambda} \tau_{\text{F}}(\lambda) d\lambda} \quad (2.24)$$

und der Fläche unter der Transmissionskurve $\tau_{\text{F},i}$

$$\tau_{\text{F},i} = \int_{\lambda=0}^{\infty} \tau_{\text{F}}(\lambda) d\lambda \quad (2.25)$$

lautet Gleichung (2.22) nun:

$$U(T) = \int_{\lambda=0}^{\infty} \Phi_{\lambda}(\lambda, T) \tau_{\text{W}}(\lambda) \tau_{\text{L}}(\lambda) \tau_{\text{F},i} \delta(\lambda - \lambda_{\text{F}}) E(\lambda) d\lambda \quad (2.26)$$

Auf Grund der Eigenschaften der δ -Funktion ergibt das Integral (2.26):

$$U(T) = \Phi_{\lambda}(\lambda_{\text{F}}, T) \tau_{\text{W}}(\lambda_{\text{F}}) \tau_{\text{L}}(\lambda_{\text{F}}) \tau_{\text{F},i} E(\lambda_{\text{F}}) \quad (2.27)$$

beziehungsweise nach Einsetzen von Gl. (2.19) und Gl. (2.9):

$$U(T) = \frac{D^2}{D^2 + 16f^2} F \tau_{\text{W}}(\lambda_{\text{F}}) \tau_{\text{L}}(\lambda_{\text{F}}) \tau_{\text{F},i} E(\lambda_{\text{F}}) \frac{c_1}{\Omega_0 \lambda_{\text{F}}^5} \frac{1}{e^{\frac{c_2}{\lambda_{\text{F}} T}} - 1} \quad (2.28)$$

⁶Der Begriff Detektor meint hier die Einheit bestehend aus dem eigentlichen Detektor und dem nachfolgenden Verstärker.

Durch Einführung der Pyrometerkonstante k

$$k = \frac{D^2}{D^2 + 16f^2} \frac{c_1}{\Omega_0 \lambda_F^5} F \tau_W(\lambda_F) \tau_L(\lambda_F) \tau_{F,i} E(\lambda_F) \quad (2.29)$$

in welche die konstruktiven Merkmale des Pyrometers eingehen, ergibt sich die Pyrometergleichung:

$$U(T) = \frac{k}{e^{\frac{c_2}{\lambda_F T}} - 1} \quad (2.30)$$

Die Pyrometerkonstante k wird in der Praxis durch Kalibration des Pyrometers an einem Strahler bekannter Strahlungstemperatur erhalten.

Gleichung (2.30) ergab sich unter der Voraussetzung, dass die Transmissionskurve des Interferenzfilters unendlich schmal sei. In der Praxis hat jedes reale Filter einen spektralen Durchlassbereich mit endlicher Breite, zudem wäre ein Pyrometer mit einem extrem schmalbandigen Filter sehr unempfindlich. In dieser Arbeit wurden auch Temperaturmessungen ohne Interferenzfilter durchgeführt. In diesem Fall gibt es keinen einfachen analytischen Zusammenhang zwischen der Temperatur T des Strahlers, und dem Pyrometersignal $U(T)$, sondern es muss eine Kalibrierkurve mit ausreichend vielen Stützpunkten erstellt werden. Der Nachteil dieser Vorgangsweise ist, dass mit einem derartigen Strahlungs-pyrometer nur Temperaturen innerhalb des Kalibrierbereichs messbar sind. Hingegen bieten *single wavelength* Pyrometer, für die Gleichung 2.30 streng gültig ist, den Vorteil, dass auch Temperaturen außerhalb des Kalibrierbereichs, insbesondere hohe Temperaturen, der Messung zugänglich sind. Speziell sind laut ITS-90 [10, 11] alle Temperaturen oberhalb des Erstarrungspunktes von Silber bei 1234,93 K mit Hilfe eines Linearpyrometers⁷, welches an diesen Fixpunkt angeschlossen ist, zu realisieren. Die Problematik dabei ist, dass die Strahldichte sehr stark mit der Temperatur variiert⁸, was vor allem an den Strahlungsdetektor und die angeschlossene Elektronik hohe Anforderungen hinsichtlich der Dynamik stellt. Daher sind für Geräte, die nicht über diese herausragenden technischen Merkmale verfügen, Sekundärnormale in Gebrauch, die eine Kalibration bei höheren Temperaturen ermöglichen.

⁷Ein Pyrometer, dessen Ausgangssignal proportional zur spektralen Strahldichte $L_{\lambda,S}(\lambda, T)$ ist.

⁸Zum Beispiel ist die spektrale Strahldichte eines schwarzen Strahlers, der sich auf der Temperatur des schmelzenden Wolframs befindet, bei einer Wellenlänge von 650 nm um einen Faktor von etwa $1,51 \cdot 10^5$ höher, als die eines Silber-Fixpunktstrahlers.

2.2 Spezifische Wärmekapazität

2.2.1 Theorie

Die spezifische Wärmekapazität c ist definiert als:

$$c = \frac{1}{m} \frac{dQ}{dT} \quad (2.31)$$

In Gleichung (2.31) bedeutet dQ die Wärmemenge, dT die Temperaturänderung und m die Masse des betrachteten Systems. Zugeführte, dem System zu Gute kommende Wärme wird positiv gezählt, abgegebene Wärme negativ⁹. Die Definition von c in Gleichung (2.31) ist nicht eindeutig, da die Wärme Q keine Zustandsgröße ist. Erst durch Festlegung einer weiteren Größe, die das System beschreibt, lässt sich Eindeutigkeit erreichen. Dazu bieten sich der Druck p oder das Volumen V an. Somit ergeben sich die Gleichungen:

$$c_p(T) = \frac{1}{m} \left. \frac{\partial H(T)}{\partial T} \right|_{p=\text{konst.}} \quad (2.32)$$

und

$$c_V(T) = \frac{1}{m} \left. \frac{\partial U(T)}{\partial T} \right|_{V=\text{konst.}} \quad (2.33)$$

Dabei ist $U(T)$ die innere Energie, und $H(T)$ die Enthalpie. Bei Festkörpern ist es im Allgemeinen nicht möglich das Volumen konstant zu halten, weil dazu sehr hohe Drücke notwendig wären. Deshalb ist hier die Angabe der spezifischen Wärmekapazität bei konstantem Druck $c_p(T)$ üblich. Im Folgenden wird daher vorausgesetzt, dass jede Zufuhr und Abgabe von Wärme bei konstantem Druck erfolgt.

In theoretischen Arbeiten wird meist die spezifische Wärmekapazität bei konstantem Volumen $c_V(T)$ betrachtet. Aufgrund thermodynamischer Überlegungen ergibt sich der Zusammenhang zwischen $c_p(T)$ und $c_V(T)$:

$$c_p(T) - c_V(T) = T\alpha_V^2 BV \quad (2.34)$$

Wobei B der Kompressionsmodul und α_V der Volumexpansionskoeffizient (siehe Gleichung (2.70)) ist. Diese Größen sind ebenfalls von der Temperatur abhängig. Durch einfache Umformung von Gleichung (2.32) ergibt sich die Wärmemenge dH , die nötig ist, um das System um dT zu erwärmen:

$$dH(T) = mc_p(T)dT \quad (2.35)$$

⁹Diese Festlegung der Vorzeichen ist willkürlich, hat sich aber in der Physik durchgesetzt.

2.2.2 Experimentelle Ermittlung der spezifischen Wärmekapazität

Es soll nun ein System betrachtet werden, dem eine elektrische Energie dW_{el} zugeführt wird und welches Wärmeenergie dE_V auf Grund von Strahlung, Konvektion und Wärmeleitung verliert. Die Energiebilanz lautet wie folgt:

$$dW_{\text{el}} + dE_V = dH(T) \quad (2.36)$$

Wird diese Beziehung nach der Zeit abgeleitet, so ergibt sich die Leistungsbilanz:

$$P_{\text{el}} + P_V = \frac{dH(T)}{dt} = m c_p(T) \frac{dT}{dt} \quad (2.37)$$

Wobei P_{el} die zugeführte elektrische Leistung ist. Die Verlustleistung P_V sei eine Funktion der Temperatur des Systems T und der Umgebung T_U :

$$P_V = P_V(T, T_U) \quad (2.38)$$

Nun wird die Aufheizphase, ausgezeichnet durch den Index h

$$P_{\text{el}} + P_V(T, T_U) = m c_p(T) \left. \frac{dT}{dt} \right|_h \quad (2.39)$$

sowie die Abkühlphase, ausgezeichnet durch den Index c , betrachtet:

$$P_V(T, T_U) = m c_p(T) \left. \frac{dT}{dt} \right|_c \quad (2.40)$$

Durch Gleichung (2.40) lässt sich die Verlustleistung ausdrücken und in Gleichung (2.39) substituieren:

$$P_{\text{el}} + m c_p(T) \left. \frac{dT}{dt} \right|_c = m c_p(T) \left. \frac{dT}{dt} \right|_h \quad (2.41)$$

Daraus kann $c_p(T)$ ausgedrückt werden:

$$c_p(T) = \frac{P_{\text{el}}}{m \left[\left. \frac{dT}{dt} \right|_h - \left. \frac{dT}{dt} \right|_c \right]} \quad (2.42)$$

Dabei ist darauf zu achten, dass sich die Aufheizrate $\left. \frac{dT}{dt} \right|_h$ und die Abkühlrate $\left. \frac{dT}{dt} \right|_c$ auf die gleiche Temperatur beziehen.

2.3 Gesamtemissionsgrad

2.3.1 STEFAN-BOLTZMANNsches Gesetz

Das PLANCKsche Strahlungsgesetz (Gleichung (2.1)) beschreibt die spektrale Energiedichteverteilung beziehungsweise die spektrale Strahldichte (Gleichung (2.9)) eines Schwarzen Strahlers. Ist die Gesamtemission von Interesse, so muss die spektrale Strahldichte über den Halbraum und den gesamten Spektralbereich integriert werden:

$$I(T) = \int_{\lambda=0}^{\infty} \int_{\vartheta=0}^{\pi/2} \int_{\varphi=0}^{2\pi} L_{\lambda}(\lambda, T) dA \cos \vartheta \sin \vartheta d\vartheta d\varphi \quad (2.43)$$

Als Ergebnis wird das STEFAN-BOLTZMANNsche Gesetz erhalten:

$$I_S(T) = \sigma T^4 \quad (2.44)$$

Wobei $I_S(T)$ die Strahlungsintensität eines Schwarzkörpers mit der Temperatur T ist. Die STEFAN-BOLTZMANN Konstante σ ergibt sich mit:

$$\sigma = \frac{\pi^5 c_1}{15 c_2^4} = 5,699 \cdot 10^{-8} \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4} \quad (2.45)$$

Ein Schwarzer Strahler mit einer strahlenden Fläche A strahlt eine Leistung $P_S(T)$ aus:

$$P_S(T) = A \sigma T^4 \quad (2.46)$$

Analog zum spektralen Emissionsgrad wird der Gesamtemissionsgrad $\varepsilon_{\text{tot}}(T)$ als das Verhältnis der Strahlungsintensität eines realen Strahlers $I_R(T)$, zu der Intensität eines Schwarzen Strahlers $I_S(T)$ mit der gleichen Temperatur definiert.

$$\varepsilon_{\text{tot}}(T) = \frac{I_R(T)}{I_S(T)} \quad (2.47)$$

Mit Hilfe von Gleichung (2.47) kann die totale Abstrahlung eines realen Strahlers wie folgt ausgedrückt werden:

$$P_{\text{ab}}(T) = \varepsilon_{\text{tot}}(T) A \sigma T^4 \quad (2.48)$$

Befindet sich der reale Strahler in einer Umgebung, welche die einheitliche Temperatur T_U hat, so wird er einen Teil dieser Umgebungsstrahlung absorbieren.

$$P_{\text{zu}}(T_U) = \alpha_{\text{tot}}(T) A \sigma T_U^4 \quad (2.49)$$

Wobei $\alpha_{\text{tot}}(T)$ der totale Absorptionsgrad des realen Strahlers ist. Nach dem KIRCHHOFFSchen Gesetz ist der Absorptionsgrad gleich dem Emissionsgrad:

$$\alpha_{\text{tot}}(T) = \varepsilon_{\text{tot}}(T) \quad (2.50)$$

Gleichung (2.50) kann durch ein einfaches Gedankenexperiment verifiziert werden: Wäre $\alpha_{\text{tot}} > \varepsilon_{\text{tot}}$, so würde ein Strahler mit der Temperatur T , der sich in einer Umgebung mit der gleichen Temperatur befindet, mehr Strahlung absorbieren als er abgibt. Das würde zu einer Temperaturzunahme führen. Dies steht aber im Widerspruch zum 2. Hauptsatz der Thermodynamik. Umgekehrt würde mit $\alpha_{\text{tot}} < \varepsilon_{\text{tot}}$ der Strahler abkühlen, was ebenfalls im Widerspruch zum 2. Hauptsatz ist.

Wird die Leistungsbilanz zwischen abgestrahlter und aufgenommener Leistung betrachtet, so ergibt sich:

$$\begin{aligned} P_r(T, T_U) &= P_{\text{zu}}(T_U) - P_{\text{ab}}(T) \\ &= \alpha_{\text{tot}}(T) A \sigma T_U^4 - \varepsilon_{\text{tot}}(T) A \sigma T^4 \\ &= -\varepsilon_{\text{tot}}(T) A \sigma (T^4 - T_U^4) \end{aligned} \quad (2.51)$$

Entsprechend der Konvention wird die erhaltene Strahlung positiv, und die abgegebene Leistung negativ gezählt.

2.3.2 Experimentelle Ermittlung des Gesamtemissionsgrads

Die gesamten Wärmeverluste setzen sich aus den Beiträgen der Wärmeleitung, Konvektion und Wärmestrahlung zusammen. Die Verlustleistung P_V laut Gleichung (2.38) kann somit in die einzelnen Beiträge zerlegt werden:

$$P_V(T, T_U) = P_{\text{Leitung}}(T, T_U) + P_{\text{Konvektion}}(T, T_U) + P_{\text{Strahlung}}(T, T_U) \quad (2.52)$$

Wobei der Strahlungsanteil $P_{\text{Strahlung}}(T, T_U)$ durch Gleichung (2.51) bestimmt ist.

Im Vakuum kann die Wärmeabgabe nur durch Wärmeableitung und -strahlung erfolgen. Bei hohen Temperaturen und schlechtem thermischen Kontakt zwischen dem System und seiner Umgebung wird der Strahlungsanteil dominant. Wenn in den Gleichungen (2.39) und (2.40) die Verlustleistung $P_V(T, T_U)$ durch die abgestrahlte Leistung (2.51) ersetzt wird, so lauten diese Gleichungen für die Aufheizphase:

$$P_{\text{el}} - \varepsilon_{\text{tot}}(T) A \sigma (T^4 - T_U^4) = m c_p(T) \left. \frac{dT}{dt} \right|_h \quad (2.53)$$

sowie für die Abkühlphase:

$$-\varepsilon_{\text{tot}}(T) A \sigma (T^4 - T_U^4) = m c_p(T) \left. \frac{dT}{dt} \right|_c \quad (2.54)$$

Der Index h markiert die Aufheizrate, die Abkühlrate wird mit c indiziert. Aus der Lösung dieses Gleichungssystems ergibt sich die Beziehung für den Gesamtemissionsgrad:

$$\varepsilon_{\text{tot}}(T) = \frac{P_{\text{el}}}{A \sigma (T^4 - T_U^4) \left[1 - \left. \frac{\delta T}{\delta t} \right|_h \right]} \quad (2.55)$$

2.4 Transportgrößen

2.4.1 Wärmeleitfähigkeit

Nach dem 2. Hauptsatz der Thermodynamik streben alle geschlossenen Systeme dem Zustand mit der höchsten statistischen Wahrscheinlichkeit W zu. Diese Tatsache lässt sich auch mit Hilfe der Zustandsgröße Entropie S ausdrücken:

$$S = k_B \ln W \quad (2.56)$$

Der 2. Hauptsatz besagt nun, dass die Entropie eines abgeschlossenen Systems einem Maximum zustrebt. Eine direkte Folge dieser rein statistischen Überlegung ist die Wärmeleitung in Festkörpern. Ist in einem Festkörper ein Temperaturgradient vorhanden, so hat dieser einen ausgleichenden Wärmestrom zur Folge. Für den Zusammenhang zwischen der Wärmestromdichte \mathbf{w} und der räumlichen Temperaturverteilung T gilt:

$$\mathbf{w} = -\lambda \operatorname{grad} T \quad (2.57)$$

Die Größe λ wird als Wärmeleitfähigkeit bezeichnet und ist bei isotropen Festkörpern ein Skalar. Ist die Temperatur nur von einer Koordinate x abhängig, so vereinfacht sich Gleichung (2.57):

$$w = -\lambda \frac{dT}{dx} \quad (2.58)$$

Ist λ eine skalare Größe, so lautet die FOURIERSche Wärmeleitungsgleichung (1.1):

$$\rho_d c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \operatorname{div} \lambda \operatorname{grad} T + q = \lambda \Delta T + \frac{\partial \lambda}{\partial T} (\operatorname{grad} T)^2 + q \quad (2.59)$$

Wobei Δ der LAPLACE-Operator ist. Wird die Wärmeleitfähigkeit als temperaturunabhängig angenommen ($\frac{\partial \lambda}{\partial T} = 0$), so gilt in einer quellenfreien Temperaturverteilung ($q = 0$):

$$\rho_d c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \Delta T \quad (2.60)$$

Durch die Einführung der Stoffgröße Temperaturleitfähigkeit a (engl. *thermal diffusivity*) mit

$$a = \frac{\lambda}{c_p \rho_d} \quad (2.61)$$

vereinfacht sich Gleichung (2.60) weiter:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a \Delta T \quad (2.62)$$

Die Bedeutung der Temperaturleitfähigkeit liegt darin begründet, dass bei vielen Experimenten die zeitliche Entwicklung einer Temperaturverteilung beobachtet wird und mit Hilfe von Gleichung (2.62) die Temperaturleitfähigkeit a erhalten wird. Sind auch die Dichte ρ_d und spezifische Wärmekapazität c_p bekannt, so ist die Angabe von der Wärmeleitfähigkeit λ oder der Temperaturleitfähigkeit a gleichwertig.

2.4.2 Elektrische Leitfähigkeit

Eine Form des OHMSchen Gesetzes für lineare Medien lautet:

$$\mathbf{j} = -\sigma \operatorname{grad} \Phi_{\text{el}} \quad (2.63)$$

Wobei \mathbf{j} die elektrische Stromdichte und Φ_{el} das elektrostatische Potential ist. Die materialspezifische elektrische Leitfähigkeit σ ist im Allgemeinen von der Temperatur abhängig. In der Literatur wird auch oft der spezifische elektrische Widerstand ρ_{el} benützt:

$$\rho_{\text{el}} = \frac{1}{\sigma} \quad (2.64)$$

Für einen elektrischen Leiter mit konstantem Querschnitt A und einer Länge l in einem homogenen elektrischen Feld ergibt sich aus Gleichung (2.63) und (2.64) der folgende Zusammenhang zwischen elektrischem Strom I und elektrischer Spannung (Potentialdifferenz) U :

$$I = \frac{UA}{l\rho_{\text{el}}} \quad (2.65)$$

Diese Beziehung kann zur Bestimmung von ρ_{el} herangezogen werden.

Gemäß der MATHIESSEN Regel lässt sich der spezifische elektrische Widerstand von Metallen in zwei Anteile aufteilen:

$$\rho_{\text{el}} = \rho_{\text{G}} + \rho_{\text{P}}(T) \quad (2.66)$$

Der Anteil ρ_{G} wird durch Streuung der Elektronen an Fehlstellen im Kristallgitter hervorgerufen und ist daher temperaturunabhängig. ρ_{P} dagegen ist durch Streuung der Elektronen an Gitterschwingungen (Phononen) bedingt und variiert deshalb mit der Temperatur.

2.4.3 WIEDEMANN-FRANZsches Gesetz

Die Wärmeleitfähigkeit von Festkörpern kann in einen Phononenanteil und einen elektronischen Anteil zerlegt werden. Bei Metallen ist der elektronische Anteil der Wärmeleitung dominierend. Die Erfahrung, dass gute elektrische Leiter auch gute Wärmeleiter sind, manifestiert sich im WIEDEMANN-FRANZschen Gesetz:

$$\frac{\lambda}{\sigma T} = \frac{\pi^2}{3} \left(\frac{k_{\text{B}}}{e} \right)^2 = L \quad (2.67)$$

Wobei e die Elementarladung und L die LORENZ-Zahl ($L = 2,443 \cdot 10^{-8} \text{ V}^2 \cdot \text{K}^{-2}$) ist. Dieses Gesetz ist gut erfüllt, wenn der Gitteranteil des spezifischen elektrischen Widerstands klein gegenüber dem Elektronenanteil des spezifischen elektrischen Widerstands, und der Phononenanteil der Wärmeleitfähigkeit klein gegenüber dem Elektronenanteil der spezifischen Wärmeleitfähigkeit ist.

Eine Berücksichtigung der Störstellen und die entsprechende Korrektur des WIEDEMANN-FRANZschen Gesetzes ist in [12] gegeben.

2.5 Messung der thermischen Ausdehnung

2.5.1 Theoretische Beschreibung

Die thermische Ausdehnung von Festkörpern lässt sich als Folge der Anharmonizität des Wechselwirkungspotentials zwischen den Atomen deuten. Als einfaches Modell sei das Wechselwirkungspotential von zwei benachbarten Atomen im Festkörper betrachtet (Abbildung 2.1). Am absoluten Temperaturnullpunkt T_0 hat die potentielle Energie einen minimalen Wert W_0 , da sich alle Atome im Ruhezustand¹⁰ befinden. Der Abstand der beiden Atomkerne beträgt a_0 .

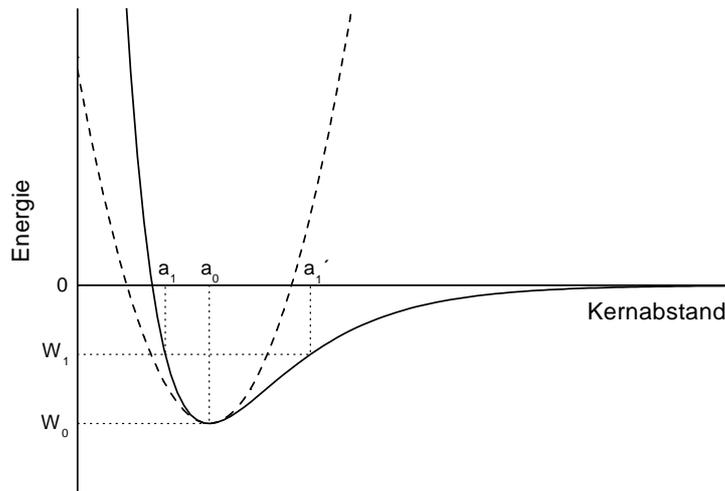


Abbildung 2.1: Wechselwirkungspotential zwischen zwei benachbarten Atomen. Gestrichelte Linie: Symmetrisches Potential, durchgezogene Linie: Unsymmetrisches Potential.

Wird nun die Temperatur auf T_1 erhöht, so werden Gitterschwingungen angeregt. In dem einfachen, eindimensionalen Modell erhöht sich die potentielle Energie auf W_1 und der Abstand der Kerne wird innerhalb des zugänglichen Bereichs oszillieren. Im Falle eines harmonischen – oder allgemeiner – symmetrischen Potentials liegen die Umkehrpunkte dieser Schwingung symmetrisch zu a_0 , der mittlere Abstand bleibt gegenüber T_0 gleich. Bei einem unsymmetrischen Potential liegen die Umkehrpunkte a_1 und a'_1 der Schwingung dagegen unsymmetrisch zu a_0 , wodurch sich der mittlere Kernabstand erhöht.

In einem realen Festkörper, in dem jedes Atom mehrere – vielfach verschiedene – Nachbaratome hat, sind die Verhältnisse naturgemäß um einiges komplizierter. Insbesondere ist die thermische Ausdehnung, abhängig von der Kristallstruktur, bei vielen Festkörpern nicht in allen Raumrichtungen gleich groß. Ebenso kann durch eine Temperaturänderung ein Phasenübergang von einer Kristallstruktur in eine andere stattfinden, der mit einer sprunghaften Änderung des Volumens verbunden ist.

¹⁰Die Nullpunktsenergie, die sich auf Grund der HEISENBERGSchen Unschärferelation ergibt, kann in erster Näherung vernachlässigt werden.

Bei polykristallinen Stoffen ist die lineare thermische Ausdehnung in alle Richtungen gleich, und der lineare thermische Ausdehnungskoeffizient $\alpha(T)$ der aus der partiellen Ableitung der Länge $l(T)$ nach der Temperatur T ergibt, ist ein Skalar:

$$\alpha(T) = \frac{1}{l(T)} \left. \frac{\partial l(T)}{\partial T} \right|_{p=p_0} \quad (2.68)$$

Wobei der Druck p_0 gleich dem Atmosphärendruck ist. Diese Definition von $\alpha(T)$ wird in thermodynamischen Betrachtungen benutzt. Wie aber zum Beispiel von [13] oder [14] aufgezeigt wurde, ist auch eine andere Definition des linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten in Gebrauch:

$$\alpha^*(T) = \frac{1}{l_0} \left. \frac{\partial l(T)}{\partial T} \right|_{p=p_0} \quad (2.69)$$

Wobei l_0 die Länge bei 293 K ist. Nachdem das Volumen $V(T)$ eines Körpers proportional zur dritten Potenz seiner linearen Dimensionen ist ($V(T) \sim l(T)^3$), kann der Volumsausdehnungskoeffizient $\alpha_V(T)$ eines Festkörpers einfach mit dem linearen Ausdehnungskoeffizienten in Beziehung gesetzt werden:

$$\alpha_V(T) = \frac{1}{V(T)} \left. \frac{\partial V(T)}{\partial T} \right|_{p=p_0} = 3\alpha(T) \quad (2.70)$$

Nach der GRÜNEISEN-Regel nimmt bei Metallen mit fcc-Struktur¹¹ zwischen 0 K und dem Schmelzpunkt das Volumen um etwa 7 % zu. Eine umfassende Theorie, die auch die Rolle von Gitterdefekten berücksichtigt, wird in [15] präsentiert.

Zur Beschreibung der thermischen Ausdehnung von Festkörpern wird oft statt dem Ausdehnungskoeffizienten $\alpha(T)$ die lineare thermische Ausdehnung verwendet, welche wie folgt definiert ist:

$$\frac{\Delta l_{T_0 \rightarrow T}}{l_0} = \frac{l(T) - l_0}{l_0} \quad (2.71)$$

Dabei ist $\Delta l_{T_0 \rightarrow T}$ die absolute Ausdehnung und l_0 die Länge bei der Bezugstemperatur $T_0 = 293$ K. Nachdem in der Literatur für die lineare thermische Ausdehnung kein einheitliches (zum Beispiel $\epsilon(T)$ [13] oder $\tilde{\alpha}(T)$ [16]), beziehungsweise vielfach gar kein Symbol [17] in Verwendung ist, wird auch in dieser Arbeit darauf verzichtet. Erfolgt die Messung der thermischen Ausdehnung bei einer Anfangstemperatur T_i , die von T_0 abweicht, so muss folgende Korrektur angebracht werden:

$$\frac{\Delta l_{T_0 \rightarrow T}}{l_0} = \frac{l(T) - l_0}{l_0} = \frac{l(T) - l(T_i) + l(T_i) - l_0}{l_0} = \frac{\Delta l_{T_i \rightarrow T} + \alpha_0(T_i - T_0)l_0}{l_0} \quad (2.72)$$

wobei α_0 den linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten bei der Temperatur T_0 bezeichnet.

¹¹fcc (face centered cubic) bezeichnet ein kubisch flächenzentriertes Gitter.

Weiters findet sich in der Literatur öfters der Begriff der mittleren thermischen Ausdehnung $\bar{\alpha}(T)$:

$$\bar{\alpha}(T) = \frac{l - l_0}{l_0(T - T_0)} \quad (2.73)$$

Nachdem die Größen α , α^* und $\bar{\alpha}$ ohne Schwierigkeiten aus der linearen thermischen Ausdehnung $\frac{\Delta l_{T_0 \rightarrow T}}{l_0}$ berechnet werden können, wird in der vorliegenden Arbeit auf die Präsentation dieser Daten verzichtet.

2.5.2 Anforderungen an die Ausdehnungsmessung

Da die Messung der linearen thermischen Ausdehnung vor allem im Bereich hoher Temperaturen erfolgen soll und der Versuch relativ schnell abläuft, sind trägheitslose, berührungsfreie, optische Messverfahren gegenüber mechanischen Methoden zu favorisieren. Außerdem sind absolute Verfahren gegenüber Relativmethoden zu bevorzugen, da im Hochtemperaturbereich praktisch keine Referenzmaterialien zur Verfügung stehen. Während der Aufheizzeit, die etwa 0,5 s beträgt, sollen mindestens 500 zeitlich aufeinander folgende Messungen der Ausdehnung erfolgen.

2.5.3 Methoden zur Messung der thermischen Ausdehnung

Röntgenbeugungsverfahren

Die Messung der Gitterkonstanten erfolgt mittels Röntgenbeugung. Die Lage der Beugungsmaxima wird von der BRAGG-Gleichung

$$2d \sin \Theta = \hat{n} \lambda \quad (2.74)$$

beschrieben, wobei d der Gitterebenenabstand, Θ der Winkel zwischen einfallendem und gebeugtem Strahl, \hat{n} die Ordnung des Beugungsmaximums und λ die Wellenlänge der Röntgenstrahlung ist [18]. Aufgrund der thermischen Expansion ändert sich nun der Abstand der Gitterebenen und damit die Lage der Beugungsmaxima, die mit Hilfe eines Films oder eines beweglichen Detektors aufgenommen werden.

Ein Vorteil dieser Methode besteht darin, dass die Probe sehr klein sein kann und auch in geometrisch unregelmäßiger Form oder sogar als Pulver vorliegen kann. Weiters ist es mit Hilfe der Röntgenbeugung möglich, die kristalline Struktur der zu untersuchenden Materialien zu bestimmen sowie Strukturänderungen im Zusammenhang mit fest-fest Phasenumwandlungen zuzuordnen. Röntgenbeugungsverfahren werden bevorzugt im Bereich niedriger Temperaturen eingesetzt.

Kapazitive Methoden

Bei diesen Methoden ist die Probe Teil eines Kondensators, dessen Kapazität sich aufgrund der thermischen Ausdehnung verändert. Die Änderung der Kapazität kann durch die Messung der Verstimmung eines Schwingkreises berechnet werden.

Der Einsatz kapazitiver Methoden ist auf elektrisch leitende Materialien beschränkt, und findet hauptsächlich bei niedrigen Temperaturen statt.¹²

Schubstangendilatometer

Die thermische Ausdehnung der Probe wird über eine Schubstange [19] auf einen Wegsensor übertragen. Um die thermische Ausdehnung der Schubstange und des Gehäuses zu berücksichtigen, muss eine Kalibrierung an einem Referenzmaterial mit bekannter thermischer Ausdehnung vorgenommen werden. Dies kann vor beziehungsweise nach der eigentlichen Messung erfolgen, wie es bei einem Einzel-Schubstangendilatometer der Fall ist.

Bei einem Doppel-Schubstangendilatometer werden die Probe und die Referenzprobe gleichzeitig im selben Ofen aufgeheizt, mit zwei Schubstangen und einem Wegsensor wird die Differenz der thermischen Ausdehnungen aufgenommen.

Der Wegsensor kann induktiv (LVDT¹³) oder optisch (Glasmaßstäbe, Interferometer) ausgeführt werden.

Der Einsatzbereich wird im Wesentlichen durch die thermische Belastbarkeit des Strukturmaterials (meist keramische Materialien) begrenzt und reicht daher bis maximal 1900 K. Für genaue Messungen muss der Temperaturgradient innerhalb der Probe gering sein, und die Temperaturverteilung über der/den Schubstange(n) beziehungsweise dem Gehäuse muss zeitlich konstant sein, was durch lange Versuchsdauern und niedrige Aufheiz/Abkühlraten erreicht wird.

Twin-Microscope Methoden

Hier wird die thermische Ausdehnung zwischen zwei markierten Stellen auf der Probe beobachtet und mit einem Maßstab verglichen. Da die thermische Ausdehnung bei üblichen Probandimensionen meist im Bereich einiger zehntel Millimeter liegt, erfolgt die Ablesung mittels eines Mikroskops (oder mit zwei Mikroskopen). Da die Länge des verwendeten Maßstabs konstant ist, wird diese Methode als Absolutmessung der thermischen Ausdehnung betrachtet.

Wenn die Aufheizung derart erfolgt, dass der Temperaturgradient innerhalb der Probe vernachlässigbar ist, kann dieses Verfahren auch bei Pulsexperimenten angewendet werden, wobei die Beobachtung der Markierungen mit einem ausreichend schnellen Bildaufnahmesystem zu erfolgen hat. Die Auswertung der Messungen wird mit Hilfe einer geeigneten Muster-Verfolgungs-Software vorgenommen. Vergleichbare Verfahren werden bereits im Bereich der Materialprüfung zur Aufnahme der Dehnung bei Zugversuchen angewandt.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden einige Versuche gemacht, bei denen mit Hilfe eines Hochgeschwindigkeits-Video Systems die thermische Expansion von Titan beobachtet wurde. Dabei musste festgestellt werden, dass mit zunehmender Temperatur die Emission von Wärmestrahlung im sichtbaren und nahem infraroten Spektralbereich eine Überbelichtung des CCD¹⁴-Bildwandlers zur Folge hatte. Dieses Problem konnte auch

¹²Prinzipiell wäre auch die Untersuchung von isolierenden Materialien denkbar, wenn diese als Dielektrikum in einem Kondensator eingesetzt werden. Dazu müsste allerdings die Dielektrizitätskonstante in Abhängigkeit von der Temperatur genau bekannt sein, was im Allgemeinen nicht der Fall ist.

¹³LVDT=Linear Variable Differential Transformer.

¹⁴CCD=Charge Coupled Device.

durch Abblenden der Kamera und durch intensive Beleuchtung nicht gelöst werden. Ein möglicher Lösungsweg ist die Beobachtung der Expansion durch ein Interferenzfilter bei gleichzeitiger Beleuchtung der Probe mit einer monochromatischen, intensiven aber inkohärenten¹⁵ Lichtquelle. Für diesen Zweck scheinen Leuchtdioden-Arrays, die auch als Stroboskop betrieben werden können, sehr gut geeignet.

Interferometrische Methoden

Seit der Einführung des Lasers als intensive, monochromatische und kohärente Lichtquelle haben interferometrische Methoden zur hochpräzisen Messung von Wegdifferenzen sehr stark an Bedeutung gewonnen.

Dabei wurden die verschiedensten Typen von Interferometern für eine Vielzahl verschiedener Anwendungen zum Einsatz gebracht [20]. So kann natürlich auch die thermische Ausdehnung von Festkörpern mit Hilfe interferometrischer Methoden visualisiert und vermessen werden. Im Wesentlichen lassen sich die interferometrischen Methoden danach unterscheiden, ob die Probe ein Bestandteil des Strahlenganges, also beispielsweise der Endspiegel eines MICHELSON Interferometers ist, oder ob die thermische Ausdehnung der Probe direkt, oder über mechanische Zwischenstücke (Klemmen, Schubstangen) an optische Bauteile übertragen wird.

Bei einem FIZEAU Interferometer befindet sich die Probe (Pos. 5 in Abbildung 2.2) zwischen zwei Platten (Pos. 4 und 6), die mit einem Lichtbündel (Pos. 2) beleuchtet werden. Die Probe kann dabei, wie in Abbildung 2.2 dargestellt, die Form eines Rohres haben. Wenn das zu untersuchende Material nicht in ausreichender Menge zur Verfügung steht, reicht es auch, drei zylindrische Proben zwischen die zwei Platten zu bringen. Die obere, durchsichtige Platte ist als Keil ausgebildet, damit sich der an der ersten Grenzfläche reflektierte Strahl (Pos. 1) nicht mit dem Ausgangsstrahl (Pos. 3) überlagert. Die Reflexion des eingehenden Strahls an der zweiten Grenzfläche der keilförmigen Platte und die Reflexion an der unteren Platte¹⁶ interferieren miteinander und bilden somit den Ausgangsstrahl. In der hier abgebildeten Variante ist der einfallende Strahl eine ebene Welle und das Interferenzmuster ist somit eine gleichmäßig helle oder dunkle Fläche. Um hinsichtlich der Richtung der thermischen „Ausdehnung“, welche im Bereich von Phasenumwandlungen auch eine Kontraktion sein kann, Eindeutigkeit zu erhalten, ist auch die Verwendung eines divergenten Strahlenbündels möglich, womit sich ein konzentrisches Interferenzstreifenmuster ergibt. Je nach Richtung der thermischen Verformung wandern diese Interferenzstreifen dann nach „außen“, wobei im Zentrum neue Streifen auftauchen, oder nach „innen“.

Das FIZEAU Interferometer befindet sich als Ganzes in einem Ofen, und alle Teile müssen in thermischem Gleichgewicht sein. Bei Verwendung von Saphir-Platten wurden mit einer derartigen Anordnung Messungen bis zu Temperaturen von 1000°C durchgeführt [21].

Bei einem einfachen MICHELSON Interferometer, wie es in Abbildung 2.3 dargestellt ist, dient eine Fläche der Probe (Pos. 4 in Abbildung 2.3) als Endspiegel. Ein Teil des Messstrahls wird an der Probe reflektiert, ein anderer Teil an dem Endspiegel (Pos. 5).

¹⁵Um die Ausbildung eines Speckle-Musters zu vermeiden.

¹⁶Diese Platte kann als Spiegel ausgeführt sein.

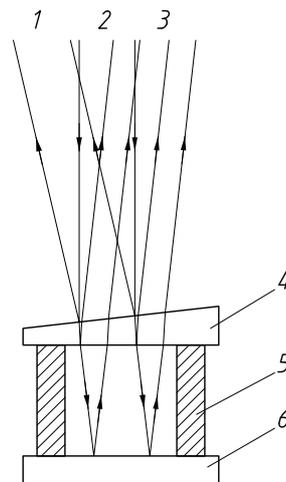


Abbildung 2.2: FIZEAU Interferometer. 1 reflektierter Strahl, 2 einfallender Strahl, 3 ausgehender Strahl, 4 obere Platte, 5 Probe, 6 untere Platte.

Nach der Überlagerung von Messstrahl und Referenzstrahl im Strahlteiler entsteht ein Interferenzstreifenmuster dessen „innerer“ Teil sich mit der thermischen Ausdehnung der Probe ändert. Der „äußere“ Teil dient als Referenz um eventuelle Änderungen in der Länge des Messstrahls, die nicht durch die thermische Ausdehnung der Probe hervorgerufen werden, zu berücksichtigen.

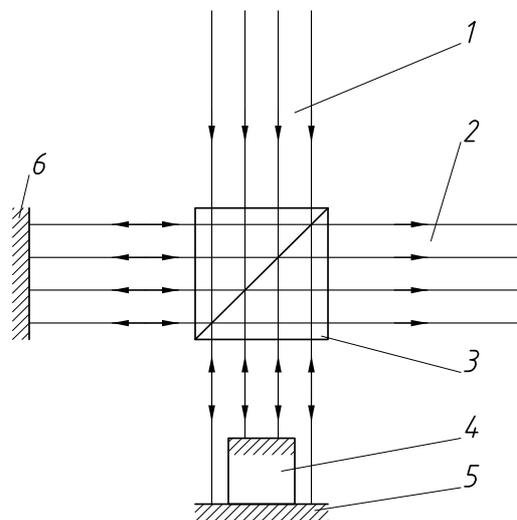


Abbildung 2.3: MICHELSON Interferometer. 1 einfallender Strahl, 2 ausgehender Strahl, 3 Strahlteiler, 4 Probe, 5 Endspiegel Messstrahl, 6 Endspiegel Referenzstrahl.

Auch bei diesem Aufbau stellt der Kontakt zwischen Probe und Endspiegel einen Nachteil dar, da dadurch einerseits der Temperaturbereich eingeschränkt wird, andererseits ist es kaum möglich, bei transienten Verfahren eine einheitliche Temperatur von Probe und Spiegel zu erreichen.

Eine Verbesserung dieser Situation lässt sich durch die Verwendung eines doppelten MICHELSON Interferometers erzielen, da hier die Probe in keinem Kontakt mit den optischen Bauteilen steht. Über einen derartigen Aufbau wird in [22] berichtet. In dieser Arbeit wird ein doppeltes MICHELSON Interferometer beschrieben, welches sich aus zwei separaten Teilen zusammensetzt. Jeweils eine Seite der Probe dient dabei in einem Teil des Interferometers als Endspiegel. Die thermische Ausdehnung der Probe ergibt sich als Summe der von beiden Interferometern registrierten Verschiebungen.

Zwei andere Arbeiten [23, 24] beschreiben ebenfalls ein Doppelinterferometer und dessen Weiterentwicklung. Dieses Interferometer arbeitet mit polarisiertem Licht und nur einem Detektor, da nur ein Messstrahl an beiden Seiten der Probe reflektiert wird. Der Referenzstrahl durchläuft den gleichen Weg und wird an einer Referenzprobe reflektiert.

Ein anderes doppeltes MICHELSON Interferometer [17] wurde zur Messung der Ausdehnung von pulsgeheizten, metallischen Proben entwickelt. Bei diesem Aufbau sind der Messstrahl und der Referenzstrahl verschieden polarisiert. Somit ist es möglich, die beiden Strahlen nach Durchlauf durch das erste Interferometer zu separieren und dem zweiten Interferometer zuzuführen. Anschließend wird die Phasenverschiebung zwischen Messstrahl und Referenzstrahl eindeutig mit einem Phasen-Quadratur Detektor gemessen.

Der Nachteil dieser Doppelinterferometer ist, dass die Probe als optische Komponente dient, und die Messflächen daher interferometrische Güte aufweisen müssen, was nur durch feinste Bearbeitung erreicht werden kann.

Ein anderes Verfahren, bei dem der Abstand der Stromklemmen bei elektrisch pulsgeheizten Metallen interferometrisch erfasst wird, ist in [25] beschrieben. Die obere, feststehende Klemme ist dabei mit einem Umlenkprisma verbunden, die untere, bewegliche Klemme mit einem Tripelprisma. Eindeutigkeit hinsichtlich der Bewegungsrichtung wird durch die Anwendung eines kommerziell erhältlichen Zwei-Moden Interferometers erreicht. Bei dieser Messung tritt eine Temperaturverteilung in Richtung der Expansion auf, die mit Hilfe eines Drehspiegels und eines Pyrometers wiederholt abgescannt wird [26]. Außerdem wird die Temperatur der Probe im Bereich der Klemmen mit Hilfe von zwei Thermoelementen erfasst. Um die thermische Ausdehnung als Funktion der Temperatur zu erhalten, muss die gemessene absolute Ausdehnung mit dem Temperaturprofil entfaltet werden. Ein Vorteil dieses Verfahrens ist, dass die Geometrie der Probe sehr einfach sein kann. Nachteile sind die Geschwindigkeitsbeschränkung welche sich durch das scannende Interferometer ergibt¹⁷ und dass der Temperaturverlauf in der Nachbarschaft der Klemmen nicht genau bekannt ist, da die Temperatur hier unterhalb des Messbereichs des Pyrometers liegt.

Ein ebenfalls sehr interessantes Verfahren, welches kaum Ansprüche an die geometrische Form der Probe und die Bearbeitung der Oberflächen stellt, ist die Speckle Interferometrie. Vor allem aufgrund der rasanten Entwicklung im Bereich der elektronischen Bilderfassung und -verarbeitung haben diese Methoden unter der Bezeichnung ESPI¹⁸ stark an Bedeutung gewonnen. Dazu wurden zahlreiche Verfahren entwickelt [27], die dem jeweiligen Einsatzzweck angepasst wurden, auf deren vollständige Aufzählung hier

¹⁷Die Rotationsfrequenz des Drehspiegels wird typisch mit 29 Hz angegeben.

¹⁸Electronic Speckle Pattern Interferometry.

aber verzichtet wird. Um diese Methoden auf Pulsexperimente anzuwenden, ist die Erfassung der sich ändernden Specklemuster mit einer schnellen CCD-Kamera notwendig, wobei auch hier wieder durch eine spektrale Filterung das Überbelichten des Sensors durch thermische Strahlung vermieden wird.

2.5.4 Doppeltes MICHELSON Interferometer mit polarisierten Strahlen

Da für die Messung der thermischen Ausdehnung in dieser Arbeit ein doppeltes MICHELSON Interferometer mit polarisierten Strahlen nach [17] verwendet wurde, soll dessen Arbeitsweise hier näher betrachtet werden. Als erstes sei noch einmal die Funktionsweise eines normalen MICHELSON Interferometers erläutert.

MICHELSON Interferometer

Ein gewöhnliches MICHELSON Interferometer ist in Abbildung 2.4 dargestellt.

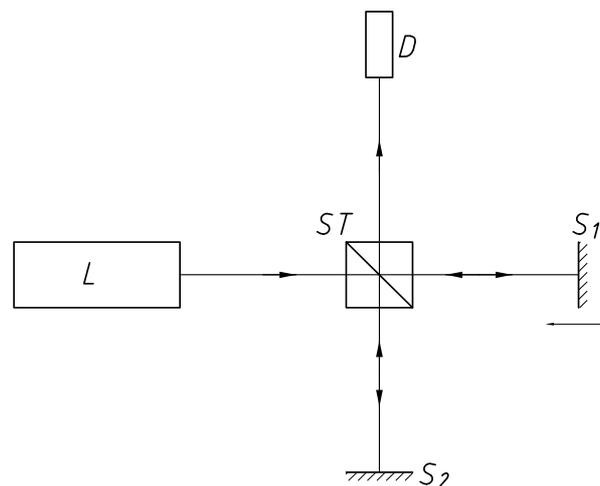


Abbildung 2.4: MICHELSON *Interferometer*. L Laser, ST Strahlteiler, S_1 , S_2 Planspiegel, D Detektor.

Ein Laserstrahl wird von einem Strahlteiler in zwei Teile zerlegt, die im Folgenden als Messstrahl und als Referenzstrahl bezeichnet werden. Beide Strahlen werden von Spiegeln reflektiert und vom Strahlteiler wieder vereinigt, wo sie miteinander interferieren. Abhängig von der Wegdifferenz zwischen Messstrahl und Referenzstrahl kann von einem Detektor eine Intensität I detektiert werden, die sich wie folgt errechnet:

$$I = \sqrt{I_M^2 + I_R^2 - 2I_M I_R \cos \Delta\varphi} \quad (2.75)$$

Wobei I_M die Intensität des Messstrahls, I_R die Intensität des Referenzstrahls und $\Delta\varphi$ die Phasenverschiebung zwischen den beiden Strahlen ist. Für $\Delta\varphi$ gilt:

$$\Delta\varphi = \frac{2\pi\Delta s}{\lambda_{\text{Laser}}} \quad (2.76)$$

mit der Laserwellenlänge λ_{Laser} und der Weglängendifferenz Δs . Wenn der Messstrahl und der Referenzstrahl gleich intensiv sind, so tritt bei einer Weglängendifferenz, die ein ganzzahliges Vielfaches der Laserwellenlänge ist, konstruktive Interferenz zwischen den beiden Strahlen auf, dazwischen destruktive Interferenz, also vollständige gegenseitige Auslöschung der beiden Strahlen. Wird der Spiegel S_1 um einen Betrag Δl verschoben, so ändert sich die Weglänge des Messstrahls um den doppelten Betrag und am Detektor wird eine Abfolge von konstruktiver und destruktiver Interferenz registriert. Anhand des Detektorsignals ist es aber nicht möglich zu unterscheiden in welche Richtung der Spiegel bewegt wird, auch eventuelle Richtungsänderungen der Bewegung im Maximum oder Minimum der Interferenz können nicht erkannt werden. Um diesbezüglich Eindeutigkeit zu erhalten sind einige Modifikationen an der Anordnung aus Abbildung 2.4 nötig. Ein weiterer Nachteil ist außerdem, dass jeweils ein Teil des Messstrahls und des Referenzstrahls vom Strahlteiler zurück in den Laser gelangt, wodurch einerseits Intensität am Detektor verloren geht, andererseits kann der Resonator des Lasers dadurch gestört werden, was zu einem „flackern“ des Lasers führt.

MICHELSON Interferometer mit polarisierten Strahlen

In der Interferometrie tritt oft das Problem auf, dass die Richtung einer Änderung der Phasenverschiebung nicht eindeutig bestimmt werden kann. Bei vielen Anwendungen ist ausreichend Information über das interferometrisch untersuchte System vorhanden, wodurch das Vorzeichen der Phasenverschiebung entsprechend festgelegt werden kann. Im Falle der thermischen Ausdehnung ist diese Voraussetzung nicht gegeben, da im Bereich von Phasenumwandlungen mit zunehmender Temperatur auch eine Kontraktion des Materials¹⁹ erfolgen kann.

Um eine vorzeichenrichtige Ermittlung der Phasenverschiebung zu ermöglichen, haben sich einige Methoden durchgesetzt, darunter beispielsweise das Phasenschiebverfahren, bei denen die Phase des Referenzstrahls gezielt um einen bestimmten Betrag, beispielsweise $\pi/2$ verändert wird. Aus mehreren Aufnahmen der Gesamtintensität bei jeweils geänderter Phasenlage des Referenzstrahls lässt sich die Phasenverschiebung einfach errechnen:

$$\Delta\varphi = \arctan \frac{I_4 - I_2}{I_1 - I_3} \quad (2.77)$$

Wobei I_1 bis I_4 die Intensitäten am Detektor bei jeweils um $\pi/2$ weitergeschobener Phasenlage des Referenzstrahls sind. Wenn die Phasenlage jeweils um einen anderen, festen Betrag weitergeschoben wird, kann die Phasenverschiebung mit Hilfe der CARRÉ Gleichung ermittelt werden:

$$\Delta\varphi = \arctan \frac{\sqrt{[3(I_2 - I_3) - (I_1 - I_4)][(I_2 - I_3) + (I_1 - I_4)]}}{[(I_2 + I_3) - (I_1 + I_4)]} \quad (2.78)$$

Eine andere Möglichkeit besteht darin, polarisiertes Licht zu verwenden, so dass der Messstrahl und der Referenzstrahl das Interferometer mit unterschiedlichen Polarisati-

¹⁹Ein Beispiel ist die $\alpha \rightarrow \beta$ -Phasenumwandlung von Titan bei 1155 K [28], bei der das hexagonale Gitter in der α -Phase in ein kubisch-flächenzentriertes Gitter in der β -Phase übergeht.

onsrichtungen verlassen und somit für einen geeigneten Detektor eindeutig unterscheidbar sind. Ein derartig modifiziertes MICHELSON Interferometer ist in Abbildung 2.5 dargestellt.

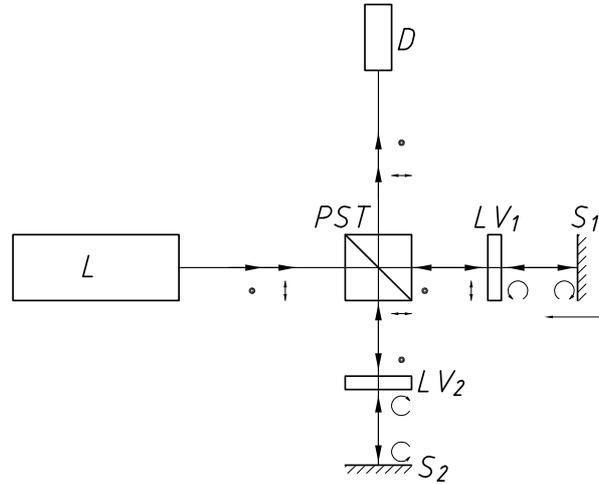


Abbildung 2.5: Michelson Interferometer mit polarisierten Strahlen. L Laser, PST polarisierender Strahlteiler, S_1 , S_2 Planspiegel, LV_1 , LV_2 $\lambda/4$ -Plättchen D Detektor, † parallel polarisierter Strahl, • senkrecht polarisierter Strahl, ○ rechtsdrehend zirkular polarisierter Strahl, ◯ linksdrehend zirkular polarisierter Strahl.

Hier ist der Laserstrahl linear polarisiert, die Polarisationsebene ist 45° zur Zeichenebene geneigt. Es ist auch möglich sich den Strahl aus einer s-polarisierten und einer p-polarisierten Komponente zusammengesetzt zu denken. Der Polarisationszustand des Laserstrahls kann durch folgenden JONES Vektor $\mathbf{E}_{\text{Laser}}$ charakterisiert werden:

$$\mathbf{E}_{\text{Laser}} = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 1 \\ 1 \end{pmatrix} \quad (2.79)$$

Der polarisierende Strahlteiler PST kann durch je eine JONES Matrix für den transmittierten, p-polarisierten Strahl $\mathbf{J}_{\text{trans}}$ und den reflektierten, s-polarisierten Strahl \mathbf{J}_{refl} beschrieben werden:

$$\mathbf{J}_{\text{trans}} = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{pmatrix}, \mathbf{J}_{\text{refl}} = \begin{pmatrix} 0 & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (2.80)$$

Der transmittierte Strahl (Messstrahl) $\mathbf{E}_{M,1}$ ergibt sich somit zu:

$$\mathbf{E}_{M,1} = \mathbf{J}_{\text{trans}} \mathbf{E}_{\text{Laser}} = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{pmatrix} \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 1 \\ 1 \end{pmatrix} = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (2.81)$$

Welches der JONES Vektor eines p-polarisierten Strahls ist. Danach durchläuft der Messstrahl ein $\lambda/4$ -Plättchen dessen Hauptachse unter 45° geneigt ist. Die JONES-Matrix $\mathbf{J}_{\lambda/4, 45^\circ}$ dieses Elements lautet:

$$\mathbf{J}_{\lambda/4, 45^\circ} = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 1 & i \\ i & 1 \end{pmatrix} \quad (2.82)$$

Nach dem $\lambda/4$ -Plättchen LV_1 ist der Messstrahl $\mathbf{E}_{M,2}$ rechtsdrehend zirkular polarisiert:

$$\mathbf{E}_{M,2} = \mathbf{J}_{\lambda/4, 45^\circ} \mathbf{E}_{M,1} = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 1 & i \\ i & 1 \end{pmatrix} \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} = \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 1 \\ i \end{pmatrix} \quad (2.83)$$

Die JONES Matrix $\mathbf{J}_{\text{Spiegel}}$ eines Spiegels bei normalem Einfall lautet:

$$\mathbf{J}_{\text{Spiegel}} = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & -1 \end{pmatrix} \quad (2.84)$$

Durch Reflexion am Spiegel S_1 ändert sich der Polarisationszustand von rechtsdrehend nach linksdrehend polarisiert:

$$\mathbf{E}_{M,3} = \mathbf{J}_{\text{Spiegel}} \mathbf{E}_{M,2} = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & -1 \end{pmatrix} \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 1 \\ i \end{pmatrix} = \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 1 \\ -i \end{pmatrix} \quad (2.85)$$

Für den Strahl $\mathbf{E}_{M,3}$ erscheint die Hauptachse des $\lambda/4$ -Plättchens LV_1 nun unter einem Winkel von -45° geneigt:

$$\mathbf{J}_{\lambda/4, -45^\circ} = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 1 & -i \\ -i & 1 \end{pmatrix} \quad (2.86)$$

Dadurch ändert sich der Polarisationszustand des Strahls $\mathbf{E}_{M,3}$ wie folgt:

$$\mathbf{E}_{M,4} = \mathbf{J}_{\lambda/4, -45^\circ} \mathbf{E}_{M,3} = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 1 & -i \\ -i & 1 \end{pmatrix} \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 1 \\ -i \end{pmatrix} = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 0 \\ -i \end{pmatrix} \quad (2.87)$$

$\mathbf{E}_{M,4}$ ist somit ein vertikal linear polarisierter Strahl, welcher vom Strahlteiler reflektiert wird.

Aufgrund ähnlicher Überlegungen wird der Referenzstrahl als horizontal linear polarisierter Strahl das Interferometer verlassen.

Der Detektor D muss derart beschaffen sein, dass es möglich ist, die Phasenverschiebung zwischen den orthogonal zueinander polarisierten Strahlen eindeutig zu bestimmen.

Ebenso ist es möglich die beiden ausgehenden Strahlen, die aufgrund ihres Polarisationszustands unterscheidbar sind, erneut einem gleichartigen Interferometer zuzuführen.

Doppeltes MICHELSON Interferometer mit polarisierten Strahlen

Um die Veränderung der Dicke einer Proben zu messen, können zwei Interferometer, wie sie im Vorangehenden beschrieben sind, miteinander kombiniert werden. Da die kollinearen Ausgangsstrahlen orthogonal zueinander polarisiert sind, besteht die Möglichkeit, sie wieder durch einen polarisierenden Strahlteiler voneinander zu trennen. Ein derartiges Doppelinterferometer ist in Abbildung 2.6 dargestellt.

Der polarisierende Strahlteiler PST_2 teilt den Ausgangsstrahl des ersten Interferometers wieder in Messstrahl und Referenzstrahl auf, so dass der Messstrahl erneut von der Probe reflektiert wird und dabei seine Polarisationsrichtung ändert. Der Referenzstrahl wird von PST_2 transmittiert, und dreht beim zweimaligen Durchgang durch

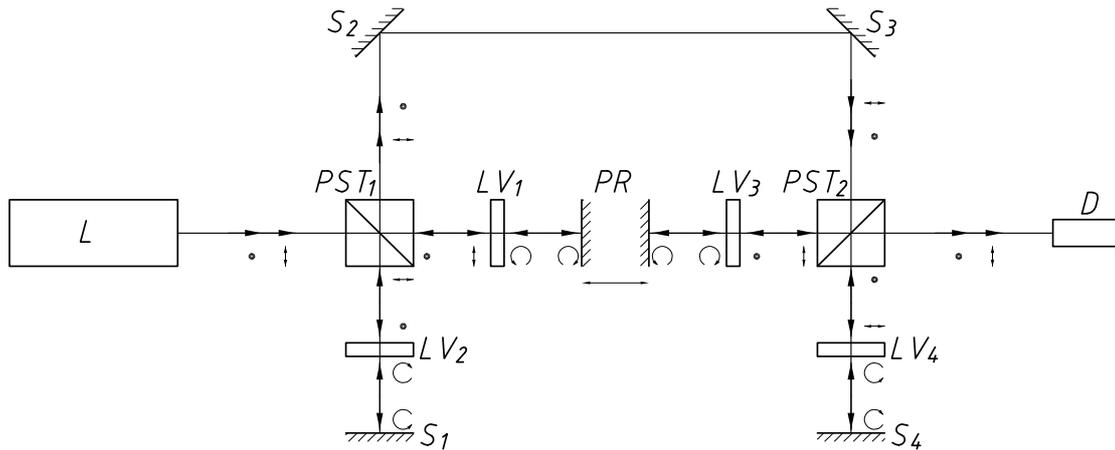


Abbildung 2.6: Doppertes MICHELSON Interferometer mit polarisierten Strahlen. L Laser, PST_1 , PST_2 polarisierende Strahlteiler, S_1 - S_4 Planspiegel, LV_1 - LV_4 $\lambda/4$ -Plättchen, D Detektor, PR Probe.

LV_4 und Reflektion an S_4 ebenfalls seine Polarisationsrichtung. Schließlich verlassen beide Strahlen wieder das Interferometer, wobei nun der Messstrahl horizontal und der Referenzstrahl vertikal polarisiert ist.

Bei diesem Aufbau kann sich die Phasenverschiebung zwischen den beiden Strahlen nur dann ändern, wenn sich die Probe ausdehnt oder zusammenzieht. Das Doppelinferferometer ist unempfindlich gegen translatorische Bewegungen der Probe.

Eine Vereinfachung des Aufbaus aus Abbildung 2.6 lässt sich erzielen, wenn die Spiegeln S_1 und S_2 um jeweils 45° gedreht und die $\lambda/4$ -Plättchen LV_2 und LV_4 entfernt werden. Ein derartig modifiziertes Arrangement ist in Abbildung 2.7 dargestellt.

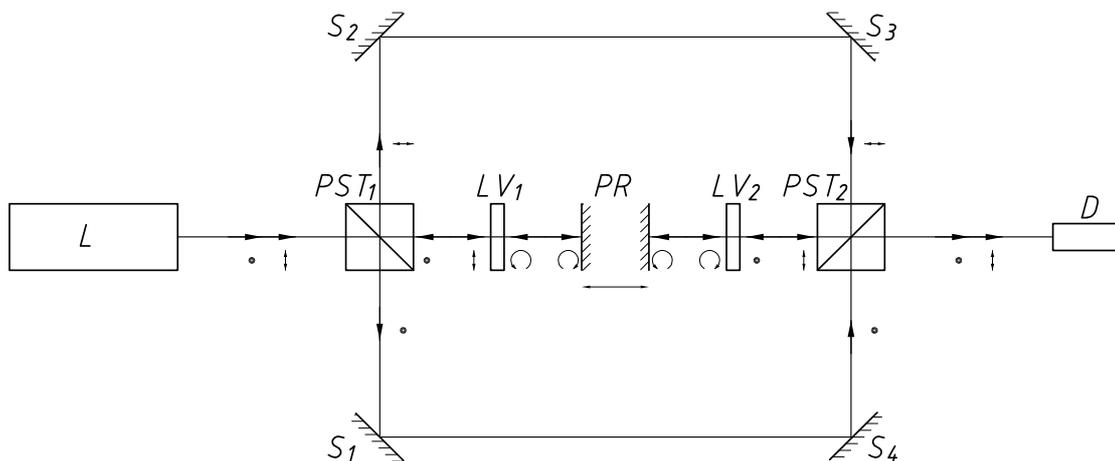


Abbildung 2.7: Doppertes MICHELSON Interferometer mit getrenntem Mess- und Referenzstrahl. L Laser, PST_1 , PST_2 polarisierende Strahlteiler, S_1 - S_4 Planspiegel, LV_1 , LV_2 $\lambda/4$ -Plättchen, D Detektor, PR Probe.

Der Vorteil dieses Aufbaus ist die Einsparung von zwei $\lambda/4$ -Plättchen und die einfachere Justierbarkeit, da Messstrahl und Referenzstrahl getrennt verlaufen. Für hoch

präzise Messungen ist dies allerdings ein Nachteil, da eventuelle Brechzahländerungen der Umgebungsluft durch Wärmeströmungen etc. sich nicht, wie im vorigen Aufbau gegenseitig aufheben. Weiters ist dieser Aufbau empfindlicher gegen thermische Ausdehnung der Grundplatte, weshalb diese für statische Messungen aus einem Werkstoff mit möglichst geringen Ausdehnungskoeffizienten gefertigt sein sollte. Bei Pulsexperimenten sind diese Einflüsse weitgehend vernachlässigbar. Allerdings ist dafür zu sorgen, dass die Weglängendifferenz zwischen Messstrahl und Referenzstrahl innerhalb der Kohärenzlänge des verwendeten Lasers liegt. Dies kann durch geeignete Faltung des Referenzstrahls realisiert werden.

Kapitel 3

Experimenteller Aufbau

3.1 Übersicht

Der Aufbau lässt sich mit einem elektrischen Teil, einem Vakuumteil und einem mechanischen Teil sowie Mess- und Steuergeräte beschreiben. Eine Übersicht über den gesamten experimentellen Aufbau (ohne Kalibriereinrichtung für die Pyrometer) ist in Abbildung 3.1 dargestellt.

Wie in Abbildung 3.2 zu erkennen ist, wurde die Versuchsanlage sehr kompakt konstruiert um eine möglichst gute Zugänglichkeit aller wichtigen Komponenten zu gewährleisten. Die Höhe des Versuchstischs beträgt 1040 mm, die Breite 640 mm und die Länge 790 mm. Eine Ansicht des Versuchstischs ist in Abbildung 3.3 dargestellt. Die einzelnen Baugruppen werden in den folgenden Kapiteln beschrieben. Des Weiteren wird noch die Kalibriereinrichtung für die Pyrometer und eine Längenmessvorrichtung zur Ermittlung der effektiven Länge der Proben erläutert.

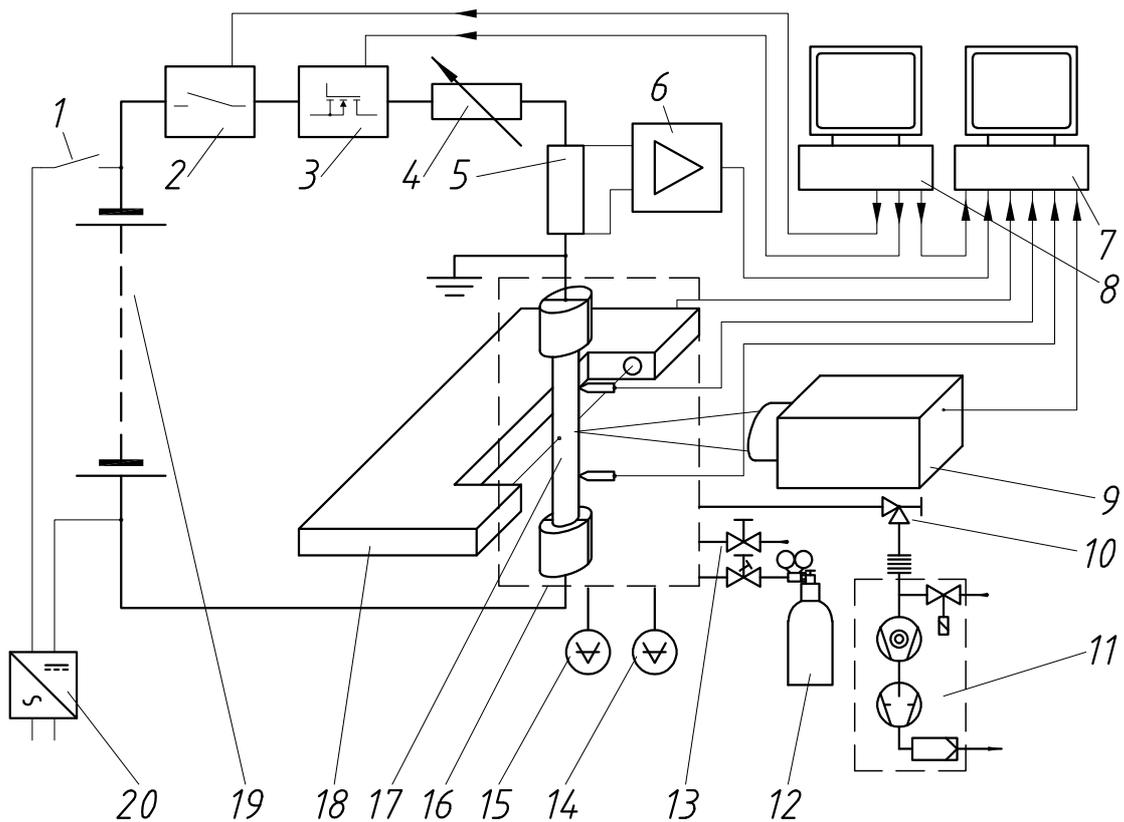


Abbildung 3.1: Blockschaltbild des Versuchsaufbaus. 1 Sicherungstrenner, 2 Sicherheitsrelais, 3 MOSFET-Schalter, 4 Strombegrenzungswiderstand, 5 Shunt, 6 Verstärker für Shunt, 7 Messrechner mit Messsignalaufbereitung und Messkarte, 8 Steuerrechner mit Steuerkarte, 9 Pyrometer, 10 Eckventil, 11 Vakuumpumpstand mit automatischem Flutventil, 12 Schutzgasflasche mit Gasdosierventil, 13 Flutventil, 14 elektronisches Druckmessgerät, 15 Mechanisches Druckmessgerät, 16 Versuchsgefäß, 17 Probe mit Spannungsmessschneiden, 18 Interferometer, 19 Akkumulatorenbatteriebank, 20 Ladegerät.

Eingangs sollen aber noch einige prinzipielle Überlegungen zur Dimensionierung der Anlage Erwähnung finden.

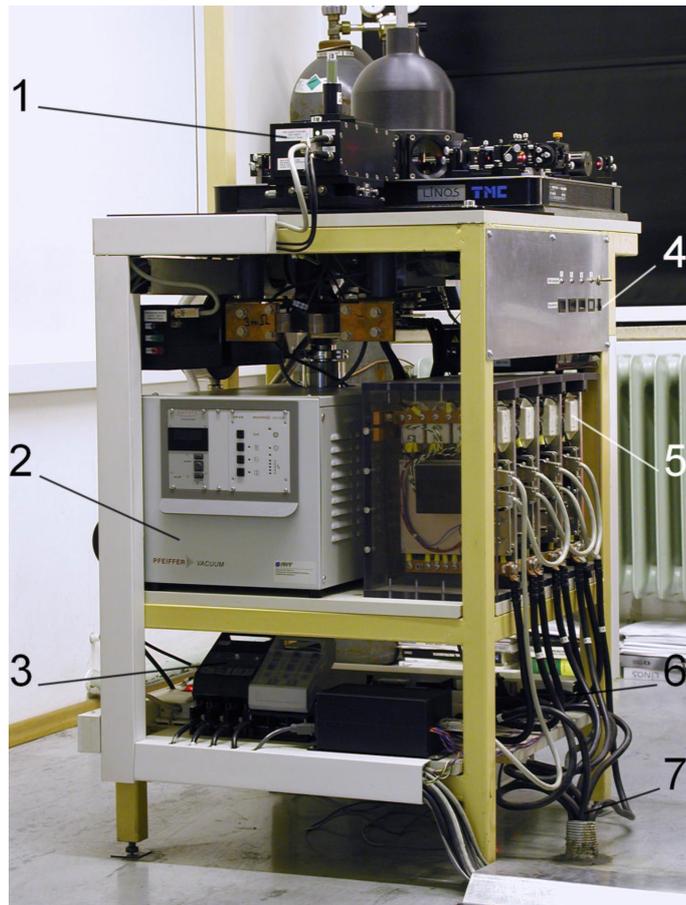


Abbildung 3.2: Gesamtansicht der Versuchsanlage. 1 Pyrometer, 2 Vakuumpumpstand, 3 Sicherungstrenner für den Ladekreis, 4 Interferometer, 5 Ladespannungsanzeigen, 6 MOSFET-Schalteinheiten, 7 Sicherheitsrelais, 8 Versorgungsleitungen zu den Akkumulatoren.

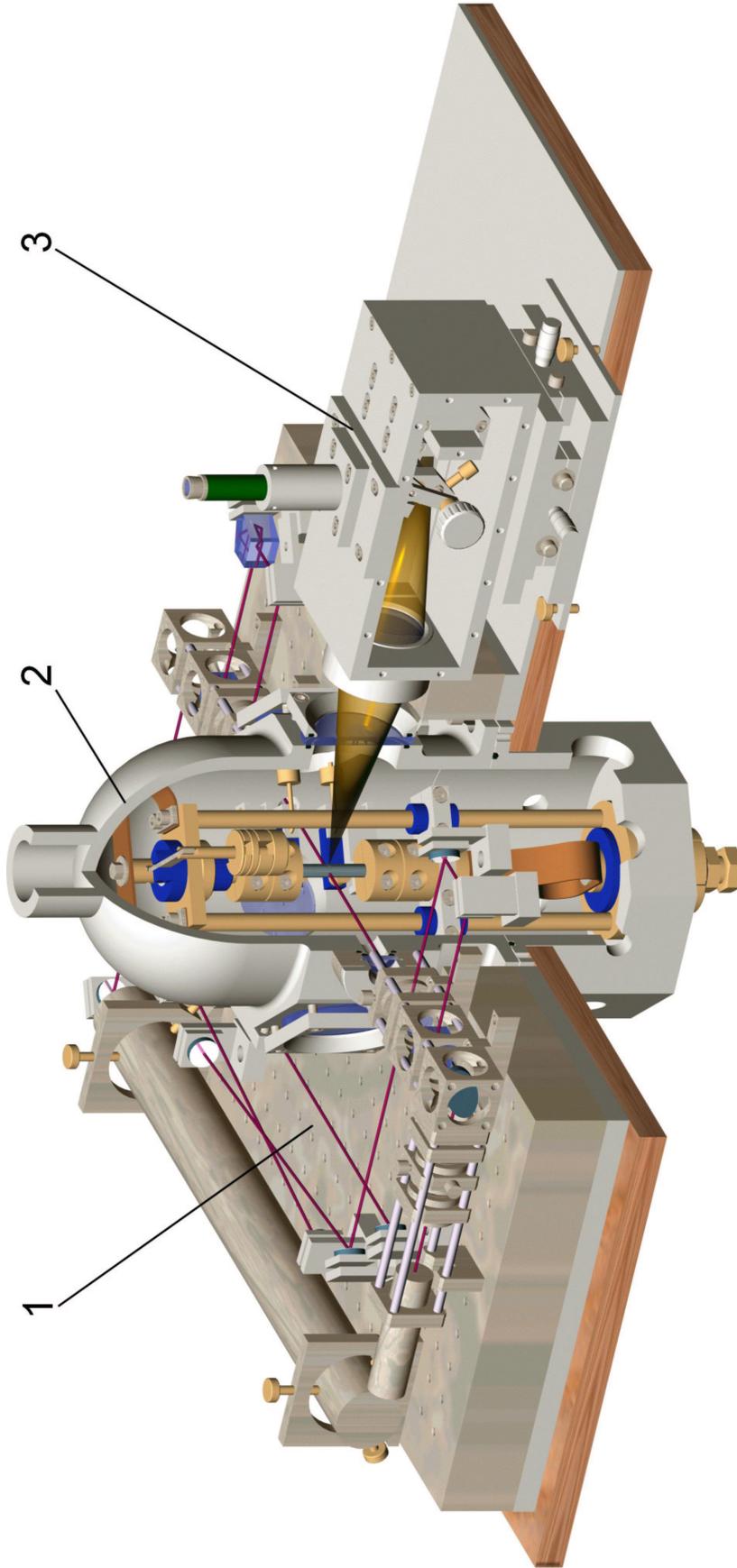


Abbildung 3.3: Ansicht des Versuchstisches. 1 Interferometer, 2 Versuchsgefäß (aufgeschnitten), 3 Pyrometer (geöffnet).

3.2 Dimensionierung

Als Einsatzbereich dieses Puls kalorimeters sind speziell Reinmetalle und Legierungen mit Schmelzpunkten von über 1500 K vorgesehen. Um die elektrische Anlage entsprechend auslegen zu können, wurden Simulationsrechnungen mit den Metallen Nickel, Titan und Molybdän durchgeführt. Nickel und Titan wurden gewählt, da sie die Basiselemente von vielen modernen Hochleistungslegierungen darstellen, wie sie zum Beispiel zur Herstellung von thermisch hoch belasteten Turbinenschaufeln verwendet werden. Molybdän ist ein typischer Vertreter sehr hoch schmelzender Metalle und zudem noch ein häufig vorkommender Legierungsbestandteil.

Die Proben sollen die Gestalt eines Röhrchens mit ca. 9 mm Außendurchmesser und einer Wandstärke von 0,5 mm haben. Die Länge zwischen den Stromklemmen soll maximal bis zu 70 mm betragen.

Um die Ausbildung eines axialen Temperaturprofils zu verhindern, muss die Aufheizung rasch genug erfolgen. Als Richtwert sei hier eine Aufheizzeit t_{heiz} von 0,5 s von Raumtemperatur bis zum Schmelzpunkt genannt. Es ergibt sich folgender Zusammenhang zwischen Aufheizrate, Probengeometrie, Materialkenngrößen und dem elektrischem Strom:

$$\frac{dT}{dt} = I^2 \frac{\rho_{\text{el}}(T)}{A^2 \rho_{\text{d}} c_p(T)} \quad (3.1)$$

Wobei I der elektrische Strom, A der Querschnitt der Probe, $\rho_{\text{d}}(T)$ die Dichte, $\rho_{\text{el}}(T)$ der spezifische Widerstand und $c_p(T)$ die spezifische Wärmekapazität ist.

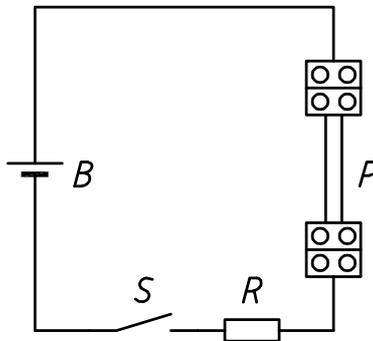


Abbildung 3.4: Ersatzschaltbild des Hauptstromkreises. B Spannungsquelle, S Schalter, R Ersatzwiderstand des Hauptstromkreises, P Probe.

Der Hauptstromkreis, welcher in Abbildung 3.4 dargestellt ist, besteht aus einer Spannungsquelle (Akkumulatoren), einem Schalter und der Probe. Die Summe aller Kreiswiderstände wird dabei durch einen Ersatzwiderstand berücksichtigt, der den Innenwiderstand der Spannungsquelle, die Leitungswiderstände, den Strombegrenzungswiderstand, den Widerstand des Shunts, der Schalter und sämtliche Kontaktwiderstände enthält. In dieser Betrachtung wird der Gesamtwiderstand R als konstant angenommen, es ist jedoch möglich, seinen Wert durch Veränderung des Strombegrenzungswiderstands zu verändern und damit die Aufheizrate zu beeinflussen. Für den elektrischen Strom I ergibt sich somit:

$$I = \frac{U}{R + \frac{\rho_{\text{el}} l}{A}} \quad (3.2)$$

wobei U die Leerlaufspannung der Spannungsquelle und l die Länge der Probe ist. Für diese Abschätzung ist es hinreichend genau, die geometrischen Abmessungen der Probe (A, l) sowie die Dichte ρ_{d} als konstant anzunehmen. Des Weiteren wird die Ausbildung eines axialen als auch eines radialen Temperaturprofils in Folge der Wärmeableitung zu den Klemmen, beziehungsweise der Wärmeabstrahlung in die Umgebung, vernachlässigt. Die spezifische Wärmekapazität $c_p(T)$ und der spezifische elektrische Widerstand $\rho_{\text{el}}(T)$ werden durch Ausgleichsfunktionen angenähert, die sich durch Interpolation der jeweiligen Größe bei Raumtemperatur [29], und knapp unterhalb der Schmelztemperatur [30–34], ergeben. Diese Ausgleichsfunktionen lauten für Nickel:

$$c_p(T) = 398,63 + 0,148522 \cdot T, \quad (3.3)$$

$$\rho_{\text{el}}(T) = -9,7183 \cdot 10^{-8} + 6,2302 \cdot 10^{-10} \cdot T - 1,2735 \cdot 10^{-13} \cdot T^2, \quad (3.4)$$

für $293 \text{ K} \leq T \leq 1730 \text{ K}$

für Titan:

$$c_p(T) = 529,37 - 4,9167 \cdot 10^{-2} \cdot T + 9,4551 \cdot 10^{-5} \cdot T^2, \quad (3.5)$$

$$\rho_{\text{el}}(T) = -4,6483 \cdot 10^{-8} + 1,7300 \cdot 10^{-9} \cdot T - 4,5423 \cdot 10^{-13} \cdot T^2, \quad (3.6)$$

für $293 \text{ K} \leq T \leq 1946 \text{ K}$

und für Molybdän:

$$c_p(T) = 254,697 - 1,2725 \cdot 10^{-2} \cdot T + 3,8452 \cdot 10^{-5} \cdot T^2, \quad (3.7)$$

$$\rho_{\text{el}}(T) = -1,9439 \cdot 10^{-8} + 2,4839 \cdot 10^{-9} \cdot T - 1,3644 \cdot 10^{-14} \cdot T^2, \quad (3.8)$$

für $293 \text{ K} \leq T \leq 2895 \text{ K}$

wobei T in K einzusetzen ist. Die Einheit der spezifischen Wärmekapazität $c_p(T)$ ist $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, die des spezifischen elektrischen Widerstands ρ_{el} ist $\Omega \cdot \text{m}$. Weitere Eingangsdaten für die Simulation sind Tabelle 3.1 zu entnehmen.

Es sei darauf hingewiesen, dass bei Titan bei etwa 1155 K eine $\alpha \rightarrow \beta$ Phasenumwandlung auftritt [35], die durch die Ausgleichsfunktionen (3.5) und (3.6) natürlich nicht berücksichtigt wird. Es ist daher mit größeren Abweichungen zwischen Simulation und Experiment zu rechnen. Wie sich jedoch herausstellt, ist Titan aufgrund seines relativ hohen elektrischen Widerstands und seiner geringen Dichte „leicht“ elektrisch zu heizen, das Pulsheizsystem bietet ausreichende Strom- und Spannungsreserven, um diese Abweichung durch entsprechende Anpassung des Strombegrenzungswiderstands zu kompensieren.

Wie in Abschnitt 3.5.1 auf Seite 43 erläutert, haben sich Bleiakкумуляtoren aus dem Nutzfahrzeugbereich als sehr gut geeignete Energiequellen herausgestellt. Da diese Batterien nur in Einheiten mit jeweils sechs Zellen¹ verfügbar sind, kann die Versorgungsspannung nur ein Vielfaches von 12 V betragen. Weil der elektrische Widerstand

¹Zellenspannung eines Bleiakкумуляtors = 2 V

Tabelle 3.1: *Eingangsdaten für die Simulation des Pulsversuchs.*

Metall	Nickel	Titan	Molybdän	
Außendurchmesser D_a	9,0	10,3	9,0	mm
Wandstärke D_i	0,5	0,8	0,5	mm
Länge l	70,0	70,0	70,0	mm
Dichte ρ_d	8,90 [29]	4,54 [29]	10,22 [29]	$\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$
Schmelztemperatur T_m	1730 [36]	1946 [37]	2895 [38]	K

der Probe mit zunehmender Temperatur zunimmt, wird nach Gleichung (3.2) der Heizstrom I kleiner. Im Fall von Molybdän ist der spezifische elektrische Widerstand in der Nähe des Schmelzpunkts etwa 13 mal größer als bei Raumtemperatur. Um zu vermeiden, dass der Heizstrom in ähnlichem Ausmaß sinkt, wurde die Versorgungsspannung U und der Gesamtwiderstand des Hauptstromkreises ausreichend hoch gewählt.

Durch numerische Integration von Gleichung (3.1) kann der Temperaturverlauf $T(t)$ errechnet werden, wobei sich durch entsprechende Wahl der Versorgungsspannung U und des Gesamtwiderstands R die Aufheizzeit von Raumtemperatur bis zum Schmelzpunkt variieren lässt. Die wichtigsten Ergebnisse dieser Simulation sind in Tabelle 3.2 angeführt.

Tabelle 3.2: *Ergebnisse der Simulation des Pulsversuchs.*

Metall	Nickel	Titan	Molybdän	
Versorgungsspannung U	24	24	24	V
Gesamtwiderstand R	6,8	13,9	5,6	$\text{m}\Omega$
Aufheizdauer t_{heiz}	0,5	0,5	0,5	s
Anfangsstrom I_{max}	3331	1486	4073	A

Wie aus Tabelle 3.2 zu entnehmen ist, sollte die Versorgungsspannung 24 V betragen und die maximale Strombelastbarkeit 4,1 kA.

3.3 Mechanischer Teil

Der mechanische Teil des Aufbaus umfasst im Wesentlichen einen geeigneten Experimentiertisch und ein Versuchsgefäß mit dem Probenhalter. Der Experimentiertisch soll Platz für die Leistungselektronik, die Vakuumanlage und das Versuchsgefäß bieten, möglichst klein sein und eine gute Zugänglichkeit der erwähnten Komponenten ermöglichen. Das Versuchsgefäß beinhaltet den Probenhalter mit der Probe. Es ist horizontal teilbar ausgeführt und aus Aluminium gefertigt, wobei der Oberteil gegossen wurde. Beide Hälften können durch acht Schrauben miteinander verbunden werden, um einen geringen Überdruck in der Versuchskammer zu ermöglichen. Im unteren Teil befinden sich eine koaxiale Stromdurchführung, Messdurchführungen und verschiedene Vakuumflansche für Pumpe, Vakuummesskopf und Gaseinlass. Dieses Unterteil ist fest im Experimentiertisch eingebaut. Im oberen, abnehmbaren Teil des Versuchsgefäßes sind acht Fenster eingebaut, die für die optische Diagnostik (Pyrometer, Interferometer, evtl. CCD Kamera) sowie für eine visuelle Beobachtung des Versuchs vorgesehen sind. Sechs dieser Fenster haben einen Durchmesser von 75 mm, eine Stärke von 6,5 mm, und eine freie Öffnung von 60 mm. Die beiden Fenster für das Interferometer haben einen Durchmesser von 25,4 mm eine Stärke von 5 mm und sind breitbandentspiegelt. Das Oberteil ist zur Vermeidung von Reflexionen schwarz eloxiert.

Der Probenhalter nimmt die Probe auf und stellt einen guten elektrischen Kontakt zur Probe her. Zudem muss eine axiale Ausdehnung der Probe infolge der Erwärmung ausgeglichen werden um ein seitliches Ausknicken zu vermeiden. Die Spannungsmessschneiden sind am Probenhalter angebracht, die Anpresskraft ist verstellbar.

Abbildung 3.6 zeigt die erste Version des Probenhalters. Die untere Klemme ist auf einer Aluminiumplatte gelagert, welche wiederum auf zwei Teflonbuchsen (Pos. 5 in Abbildung 3.5) sitzt, die sich axial bewegen können. Die Stromzuführung erfolgt über einen Kupferbalg der notwendig ist, um die Axialbewegung auszugleichen. Die beiden Klemmen sind aus Messing gefertigt und können einfach getauscht werden, um verschiedene Probendurchmesser aufzunehmen.

Die Messschneiden aus Wolfram sind über PVC-Halter auf den Klemmen montiert und werden von Stahlfedern auf die Probe gedrückt. Um eine exakte Positionierung der Messschneiden zu ermöglichen, werden in die Probe vorher zwei Kerben eingeritzt und deren Abstand exakt vermessen.

Leider sind bei dieser Anordnung die Spannungsmessschneiden axial fixiert, wodurch die Ausdehnung der Probe im Bereich zwischen Klemme und Messschneide nicht ausgeglichen werden kann. Es wurde öfters beobachtet, dass die Schneiden aus den Kerben heraussprangen, was anhand von plötzlichen Spannungsänderungen deutlich erkennbar wurde. Es war also erforderlich, den Halter für die Spannungsmessschneiden so zu verändern, dass eine Axialbewegung im Bereich von ca. 1 mm ermöglicht wurde. Des Weiteren stellte sich der Querschnitt des Kupferbalgs (etwa 10 mm²) als unzureichend heraus. Bei einem Versuch mit hohem Strom (etwa 4000 A) schmolz der Kupferbalg schließlich.

Zudem wurden Proben mit geringem Querschnitt nach mehreren Versuchen gelängt, was durch eine zu hohe mechanische Vorspannung erklärbar ist.

Aus oben genannten Gründen wurde ein verbesserter Probenhalter konstruiert. Bei

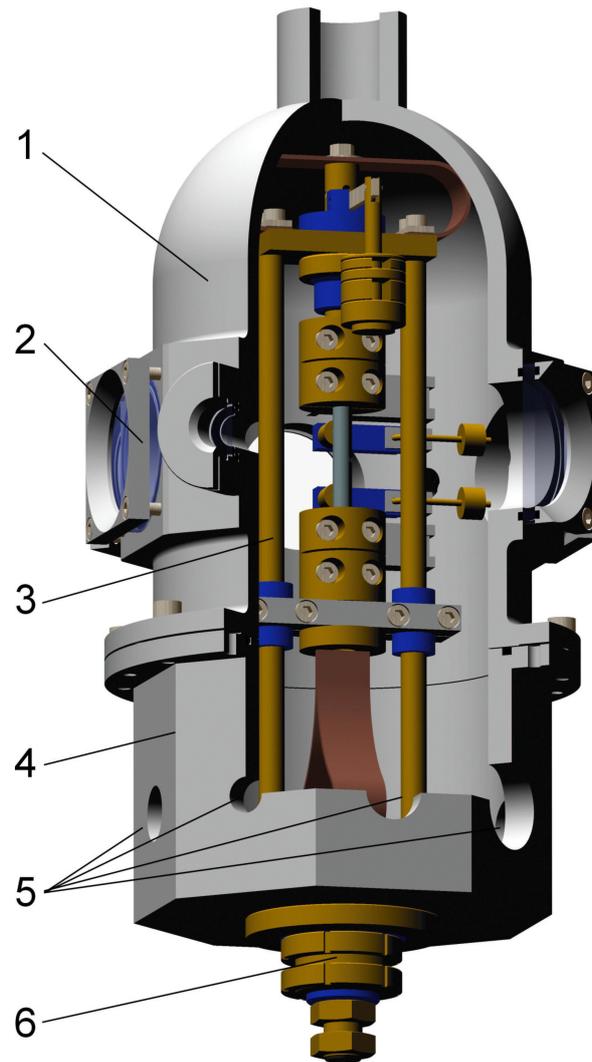


Abbildung 3.5: Versuchsgefäß. 1 Oberteil, 2 Fenster, 3 Probenhalter, 4 Unterteil, 5 Vakuumflansche, 6 Koaxialdurchführung.

diesem Probenhalter kann die untere Klemme abhängig von der Länge der Probe an verschiedenen Positionen fixiert werden. Der Ausdehnungsausgleichsmechanismus wurde an die obere Klemme verlegt. Der verbesserte Probenhalter ist in Abbildung 3.7 dargestellt.

Der Ausgleichsmechanismus ist in Abbildung 3.8 dargestellt. Die obere Klemme ist an einer Linearführung montiert. Die Stromzuführung erfolgt über ein Kupferband mit einem Querschnitt von 20 mm^2 . Ein Hebel mit einem Gewicht zieht die Klemme nach oben. Das Gewicht ist aus mehreren Messingscheiben verschiedener Stärke zusammengesetzt, und kann durch Variation dieser Scheiben verändert werden.

In Abbildung 3.9 ist der Mechanismus zur Führung des Spannungsmessschneiden dargestellt. Die Wolframschneide (Pos. 5 in Abbildung 3.9) ist über ein Messing-Zwischenstück an einem Kunststoffhebel (Pos. 3) montiert, der sich um eine horizontale Achse (Pos. 2) dreht und somit eine axiale Bewegung der Schneide ermöglicht. Damit auf die Probe keine tangentialen Kraft aufgebracht wird, ist ein justierbares Ausgleichs-

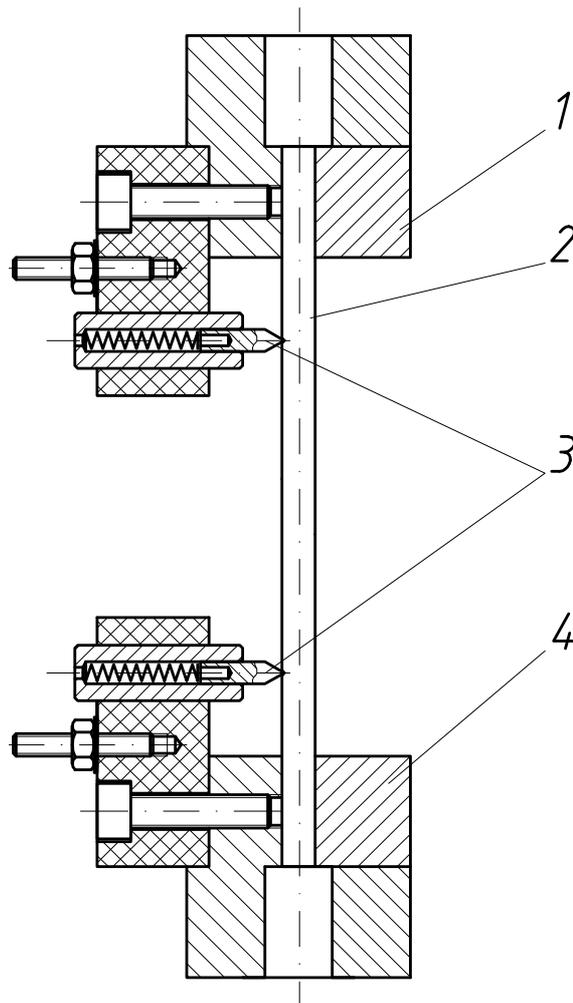


Abbildung 3.6: Probenhalter (ursprüngliche Version). 1 obere Klemme, 2 Probe, 3 Spannungsmessschneiden, 4 untere Klemme.

gewicht (Pos. 6) angebracht. Der Kunststoffhebel ist um eine weitere, vertikale Achse (Pos. 1) drehbar gelagert. Ein Spannhebel (Pos. 7) in Verbindung mit einer Spiralfeder (Pos. 8) beaufschlagt diese Achse mit einem Drehmoment, und drückt somit die Wolframschneide radial gegen die Probe. Die Vorspannung der Feder – und somit die Anpresskraft – kann mit Hilfe der Spannschraube (Pos. 10), die den Spannblock (Pos. 9) bewegt, verändert werden.

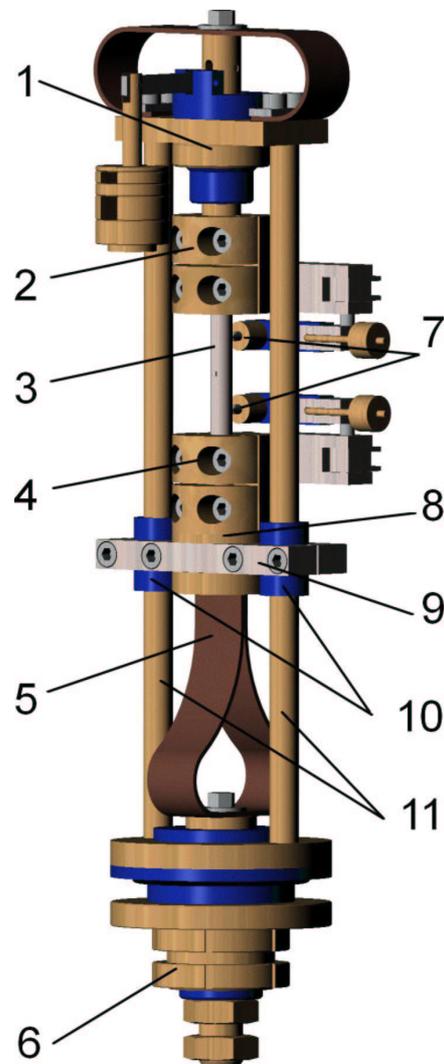


Abbildung 3.7: Probenhalter (verbesserte Version). 1 Ausdehnungsausgleichsmechanismus, 2 obere Klemme, 3 Probe, 4 untere Klemme, 5 Kupferband, 6 Koaxialdurchführung, 7 Spannungsmessschneiden, 8 Adapter für untere Klemme, 9 Haltebrücke für untere Klemme, 10 Teflonbuchsen, 11 Rückleiter.

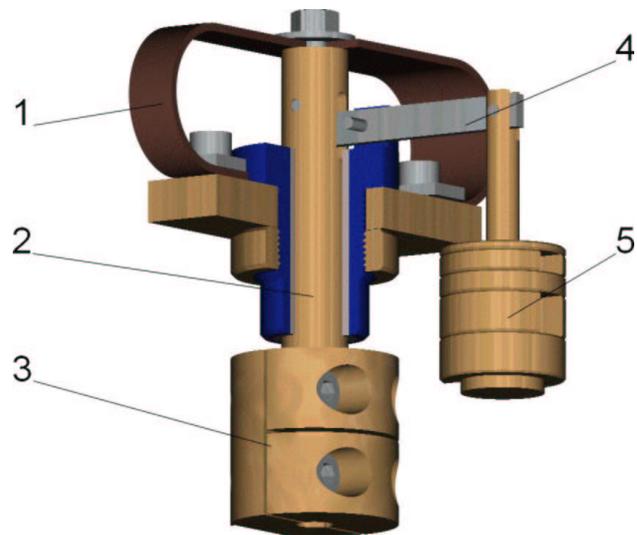


Abbildung 3.8: Ausdehnungsausgleichsmechanismus (aufgeschnitten). 1 Kupferband, 2 Linearführung, 3 obere Klemme, 4 Hebel, 5 Gewicht.

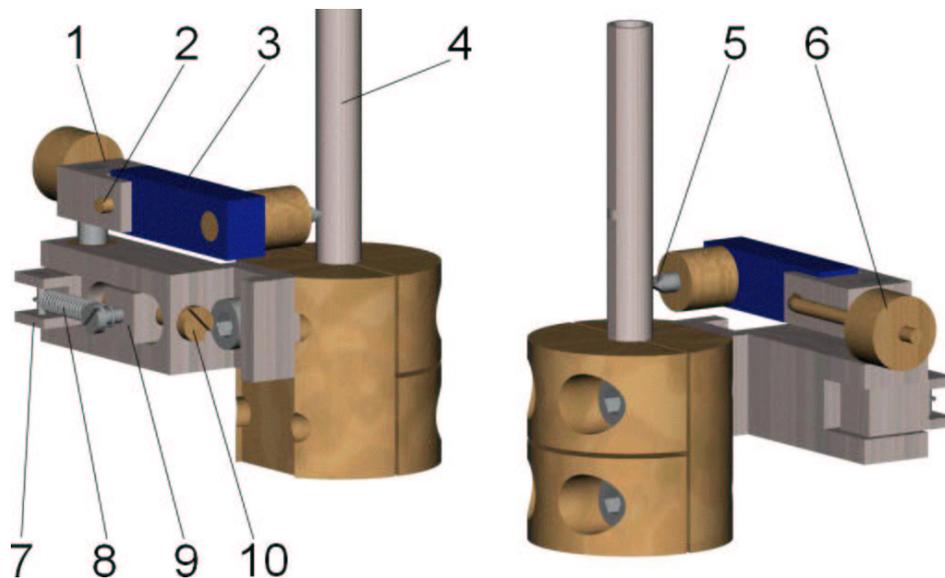


Abbildung 3.9: Spannungsmessschneide in zwei Ansichten. 1 erste Achse, 2 zweite Achse, 3 Kunststoffhebel, 4 Probe, 5 Wolframschneide, 6 Ausgleichsgewicht, 7 Spannhebel, 8 Spiralfeder, 9 Spannblock, 10 Spannschraube.

3.4 Vakuumenteil

Um beim Aufheizen der Probe eine Reaktion mit dem umgebenden Gas zu verhindern, müssen die Pulsversuche in Vakuum oder in einer Inertgasatmosphäre durchgeführt werden. Vor der Spülung mit einem Inertgas² ist es auf jeden Fall notwendig, das Versuchsgefäß zu evakuieren. Als Anforderung für die Vakuumanlage stand daher ein Enddruck von $\approx 10^{-4}$ mbar, der in etwa 15 min erreicht werden sollte. Für diesen Druck sind O-Ringe aus Neopren als Dichtungen ausreichend. Die Vakuumanlage ist in Abbildung 3.10 dargestellt.

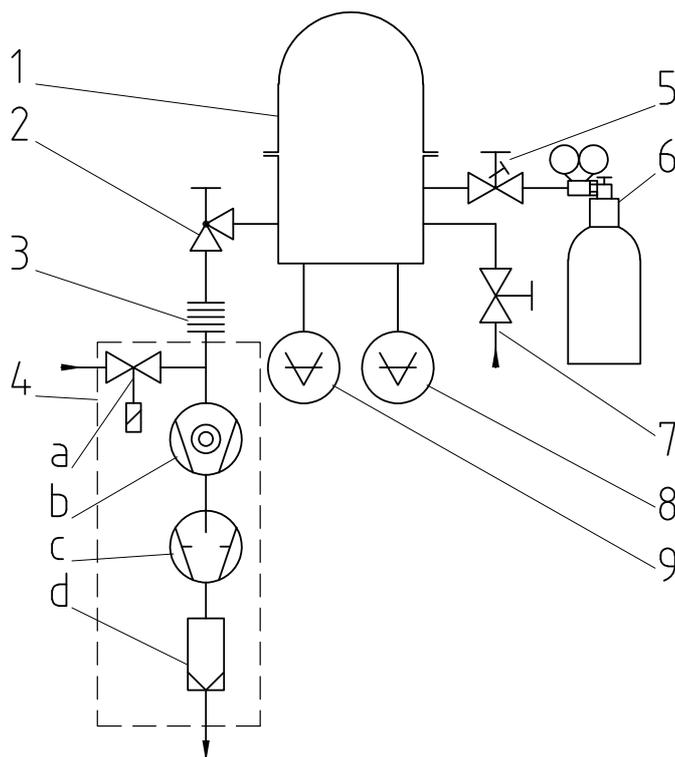


Abbildung 3.10: *Prinzipschaltbild der Vakuumanlage. 1 Versuchsgefäß, 2 Eckventil, 3 Federkörper, 4 Pumpstand (a automatisches Flutventil, b Turbomolekularpumpe, c Drehschieberpumpe, d Auspufffilter), 5 Gasdosierventil, 6 Inertgasflasche mit Druckreduzierventil, 7 handbetätigtes Flutventil, 8 kombinierter Vakuummesskopf mit elektronischem Anzeigegerät, 9 mechanisches Vakuummessgerät mit Anzeigegerät.*

Als geeignete Vakuumpumpe stellte sich eine Kombination von Turbomolekularpumpe und Drehschieberpumpe als Vorpumpe heraus. Zur Druckmessung wird ein kombinierter PIRANI-PENNING Messkopf verwendet, welcher direkt am Unterteil vom Versuchsgefäß angeflanscht ist. Der Gaseinlass erfolgt über ein Grob-Gasdosierventil. Da das elektronische Druckmessgerät für atomare Gase nicht geeignet ist, wurde ein zusätzliches mechanisches Barometer mit einem Messbereich von 0 bis 2000 mbar vorgesehen.

²Gut geeignet ist beispielsweise Argon mit einem geringen Wasserstoffanteil, welcher reduzierend wirkt, also beim Aufheizen freiwerdenden Sauerstoff bindet.

Nach dem Versuch wird der Rezipient mit einem handbetätigten Flutventil gelüftet beziehungsweise der Überdruck abgelassen.

Die Vakuumpumpen sind zusammen mit der Steuerelektronik für die Turbomolekularpumpe in einem kompakten Pumpstand integriert. Die Turbomolekularpumpe der Type PFEIFFER VACUUM TMH 065 hat ein Saugvermögen von $30 \text{ l} \cdot \text{s}^{-1}$ und ist über einen Kleinflansch KF 40 angeschlossen. Ein Splitterschutz zwischen Turbomolekularpumpe und Federungskörper verhindert das Ansaugen von Kleinteilen wie Probenfragmenten oder eventuell im Versuchsgefäß verbliebene Schrauben. Die zweistufige Drehschieberpumpe DUO 2.5 A von PFEIFFER VACUUM hat ein Saugvermögen von $0,7 \text{ l} \cdot \text{s}^{-1}$. Der Pumpstand ist über einen Federungskörper und ein Eckventil an das Versuchsgefäß angeschlossen.

3.5 Elektrischer Teil

Grundsätzlich lässt sich der elektrische Kreis in die Teile Energiequelle, Schalter und Probe einteilen, wobei diese Komponenten wiederum in Untergruppen zerlegt werden können, welche im Folgenden beschrieben werden. Zur Einleitung sei hier der prinzipielle Aufbau kurz erläutert. Als Energiequelle dient ein Batterieblock bestehend aus 8 Blei-Akkumulatorenbatterien mit einer Nennspannung von 12 V und einer Nennkapazität von 230 A·h. Je zwei dieser Batterien sind in Reihe geschaltet. Jeder dieser vier Stränge (in Abbildung 3.11 ist aus Gründen der Übersichtlichkeit nur ein Strang dargestellt) ist über ein Sicherheitsrelais (Pos. 2 in Abbildung 3.11) und ein Halbleiter-Schaltmodul (Pos. 3) an eine Sammelschiene (Pos. 4) angeschlossen. Der Anpassungswiderstand (Pos. 5) dient der Strombegrenzung und kann bei hinreichend hochohmigen Proben auch weggelassen werden.

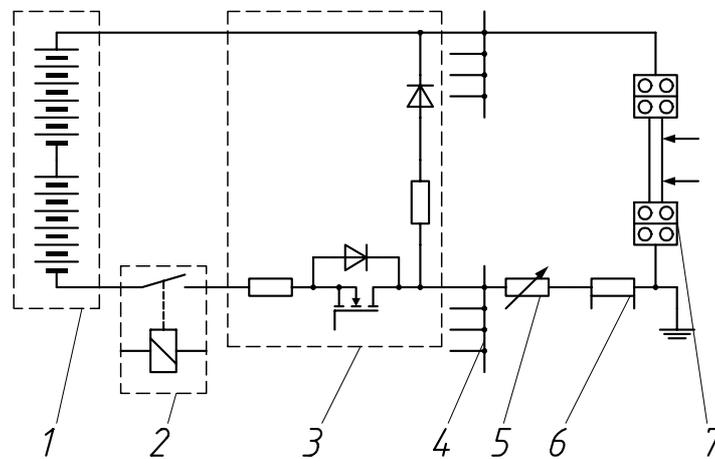


Abbildung 3.11: *Prinzipschaltbild des elektrischen Aufbaus. 1 Energieversorgung, 2 Sicherheitsrelais, 3 Halbleiter-Schaltmodul, 4 Sammelschiene, 5 Anpassungswiderstand, 6 Shunt zur Strommessung, 7 Probe mit Anschlussklemmen und Spannungsmessschneiden.*

3.5.1 Energiequelle

Prinzipiell stehen zur Bereitstellung der notwendigen elektrischen Energie folgende Möglichkeiten zur Auswahl:

- Ein Netzteil bestehend aus einem Transformator, einem Gleichrichter und einer Spannungsglättung.
- Ein Kondensator beziehungsweise eine Kondensatorenbatterie.
- Ein Akkumulator beziehungsweise eine Akkumulatorenbatterie.

Da die elektrische Leistung, die für die Aufheizung benötigt wird, in der Größenordnung von etwa 50 kW liegt, ist ein Netzteil aufgrund der hohen Anschlussleistung und der extrem ungleichmäßigen Netzbelastung kaum sinnvoll. Außerdem wäre durch die

Gleichrichtung ein Oberwellenanteil in der Spannung zu erwarten, der einen erhöhten Störpegel in den Messsignalen verursachen könnte.

Eine Kondensatorenbatterie müsste eine Ladung von etwa 2000 A·s speichern können, wenn man eine Versuchsdauer von 0,5 s zugrunde legt. Bei einer Spannung von 24 V würde das eine Kapazität von ca. 80 F bedingen, da aber die Spannung während des Versuches einigermaßen konstant bleiben soll, sollte zumindest die fünffache Kapazität zur Verfügung stehen. Das Volumen einer solchen Kondensatorbatterie würde etwa 1,5 m³ betragen³, zudem wären die Anschaffungskosten extrem hoch.

Im Gegensatz dazu ist eine Akkumulatorenbatterie billig. Die Kapazität der Akkumulatoren richtet sich nach der zu erwartenden Strombelastung, weil mit höherer Kapazität der Innenwiderstand der Zellen abnimmt und somit der maximal entnehmbare Strom größer wird. Ein möglicher Nachteil von Akkumulatoren besteht darin, dass die Spannung permanent anliegt, das heißt der elektrische Aufbau muss im Bereich zwischen den Batterien und dem Schalter mit größter Sorgfalt ausgeführt werden, da bei einem eventuellen Kurzschluss in diesem Bereich keine Abschaltmöglichkeit vorhanden ist und daher akute Brandgefahr besteht.

Als Summe dieser Betrachtungen muss der Akkumulatorenbatterie sowohl aus technischen sowie auch aus ökonomischen Überlegungen heraus, der Vorzug gegeben werden.

Weiters kommen aufgrund wirtschaftlicher Überlegungen praktisch nur Blei-Akkumulatoren in Frage, nachdem bei einer rein stationären Anwendung eine hohe Energiedichte und geringes Gewicht kaum von Bedeutung sind. Besonders gut scheinen Starter-Batterien aus dem Nutzfahrzeug-Bereich für die Anwendung in einem Pulskalorimeter geeignet, weil diese, im Gegensatz zu Stationärbatterien, wie sie zum Beispiel in Notstromanlagen Verwendung finden, für kurzzeitige hohe Belastungen ausgelegt sind. Ein weiterer Vorteil gegenüber Stationärbatterien sind die relativ niedrigen Anschaffungskosten. Starter-Akkumulatoren sind nicht als Einzelzellen sondern nur als 12 V-Einheiten verfügbar, das heißt eine bequeme Einflussnahme auf den Heizstrom über eine Veränderung der Zellenzahl und damit der Spannung in 2 V-Schritten, ist nicht möglich. Diesem Problem wird durch die Verwendung eines veränderbaren Anpassungswiderstands Rechnung getragen. Die verwendeten Starterbatterien der Firma EXIDE haben eine Kapazität von etwa 230 A·h und einen Kälteprüfstrom⁴ von 900 A, das heißt um die geforderten 3000 A liefern zu können, sind zumindest drei, oder besser vier parallele Stränge, bestehend aus jeweils zwei Batterien in Serie, nötig. Ein Vorteil dieser Anordnung besteht darin, dass praktisch beliebig viele Stränge nachträglich hinzugefügt werden können und somit der größtmögliche Strom ebenfalls gesteigert werden kann. Die Ladung der Akkumulatoren erfolgt parallel mit einem handelsüblichen Ladegerät, welches über einen Sicherungstrenner an die Batterien angeschlossen ist. An jeden Akkumulatorstrang ist ein digitales Voltmeter angeschlossen um den Ladezustand zu kontrollieren.

³Es wurde von 1800 Elektrolytkondensatoren mit jeweils 220.000 µF ausgegangen.

⁴Laut EN darf bei einer Temperatur von -18°C und einer Belastung mit diesem Kälteprüfstrom für 10 s die Spannung nicht unter 7,5 V fallen.

3.5.2 Schalter

An die Schalter müssen folgende Forderungen gestellt werden:

- niedriger Widerstand im eingeschalteten Zustand
- Möglichkeit der analogen Steuerung
- gute Verfügbarkeit der verwendeten Komponenten

Um eine analoge Steuerung realisieren zu können⁵, ist die Verwendung eines Halbleiterschalters notwendig. In die nähere Wahl kamen dabei IGBT⁶- sowie MOSFET⁷-Module. Dabei wurde der MOSFET- Version aus folgenden Gründen der Vorzug gegeben:

- kleinerer Spannungsabfall im leitenden Zustand
- kürzere Schaltzeiten möglich
- negativer Temperaturkoeffizient vereinfacht die Parallelschaltung

MOSFET-Module sind derzeit mit Dauer-Nennströmen von bis zu ca. 700 A erhältlich. Allerdings schien es - auch im Hinblick auf die relativ hohen Stückkosten dieser Exemplare - sinnvoller, die geforderte Strombelastbarkeit durch Parallelschaltung kleinerer Module zu erzielen. Als guter Kompromiss hinsichtlich des Preis-Leistungs-Verhältnisses stellten sich schließlich MOSFET-Module der Type BSM 111 AR der Firma SIEMENS heraus. Der höchstzulässige Dauer-Drain-Strom I_D dieser Module beträgt 200 A. Die maximale Sperrspannung wird mit $V_{DS} = 100$ V angegeben, der maximale Restwiderstand im durchgeschalteten Zustand $R_{DS(on)max} = 8,5$ m Ω , die höchstzulässige Dauerverlustleistung beträgt 700 W. Wie in diesem Leistungsbereich üblich, ist auch das BSM 111 AR-Modul ein selbstsperrender n-Kanal Anreicherungstyp, das heißt ohne das Anlegen einer Steuerspannung ist der Drain-Source Kanal hochohmig.

Pro Batteriestrang wurden nun jeweils vier dieser MOSFET-Module zu einer Einheit zusammengeschaltet. Um die Stromverteilung zu verbessern, wurde pro Modul ein Source-Widerstand von 12,5 m Ω in Serie geschaltet. Die Source-Widerstände wurden durch Parallelschaltung von vier 50 m Ω / 50 W Leistungswiderständen (R_S in Abbildung 3.12) realisiert.

Die Steuerwiderstände (R_T in Abbildung 3.12 auf der nächsten Seite) sind notwendig, damit die Source-Anschlüsse der MOSFET's nicht über die Steuerleitung verbunden sind und die Source-Widerstände somit unwirksam würden.

Die Freilaufdioden sollen bei einem schnellen Ausschaltvorgang das Auftreten von Spannungsspitzen am MOSFET-Modul verhindern. Es wurden für diesen Zweck so genannte FRED⁸-Module der Type DSEI 2x121 der Firma IXYS verwendet. Die Anpassungswiderstände (R_A in Abbildung 3.12) müssen verwendet werden um eine

⁵Von einer Pulsbreitenmodulation wurde aus Gründen der zu erwartenden Störungen in den Messsignalen abgesehen.

⁶Insulated Gate Bipolar Transistor.

⁷Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistor.

⁸Fast Recovery Epitaxial Diode.

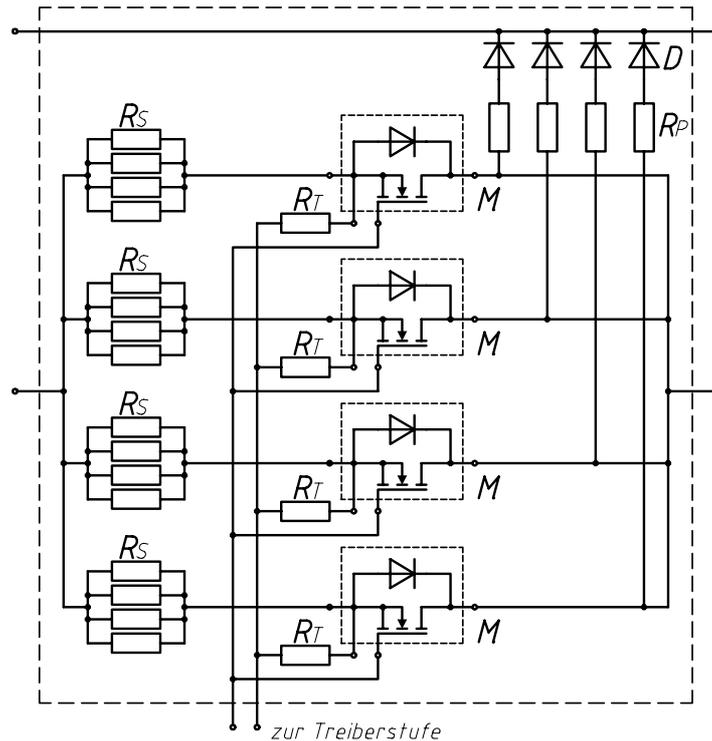


Abbildung 3.12: Aufbau einer Schaltereinheit. R_S Source-Widerstände, R_T Steuerwiderstände, R_P Ausgleichswiderstände, D Freilaufdioden, M MOSFET-Module.

gleichmäßige Stromaufteilung zwischen den Freilaufdioden zu erreichen. Es wurden $50\text{ m}\Omega$ -Widerstände (R_P in Abbildung 3.12) mit einer Nennbelastbarkeit von 50 W eingesetzt.

Da MOSFET's, falls sie zum Beispiel infolge einer Überlastung zerstört werden, niederohmig bleiben, muss ein zusätzlicher Sicherheitschalter vorgesehen werden um die Anlage von den Akkumulatoren trennen zu können.

Weil mit dem Schalter auch eine Steuerung des Heizstroms zum Zwecke einer Temperaturregelung möglich sein soll, ist es notwendig über die Verlustleistungshyperbel Bescheid zu wissen. Pro MOSFET-Modul darf eine Verlustleistung von maximal 700 W anfallen. Bei vier Modulen je Schalter-Einheit und der Verwendung von vier dieser Einheiten ergibt sich eine Gesamt-Verlustleistung von 11200 W . Der maximal zulässige Gesamtstrom dieser Anordnung beträgt 3200 A . Die Verlustleistungshyperbel ist in Abbildung 3.13 auf der nächsten Seite dargestellt.

Die gestrichelte Linie in Abbildung 3.13 ist die Arbeitsgerade des Schalters an einem Widerstand mit $7,5\text{ m}\Omega$. Bei voll durchgesteuertem Schalter fließt ein Strom von 3200 A . Es ist erkennbar, dass der Arbeitspunkt nicht in allen Betriebszuständen innerhalb des erlaubten Bereichs liegt, das heißt ein Analog-Regelbetrieb mit dieser Last ist nur mit Einschränkungen möglich.⁹

⁹Wie sich herausstellt, ist der Strom, der zum Konstanthalten der Proben temperatur benötigt wird, so klein, dass man sich weit genug im „rechten Teil“ der Arbeitsgerade bewegt, und somit innerhalb des erlaubten Bereichs bleibt.

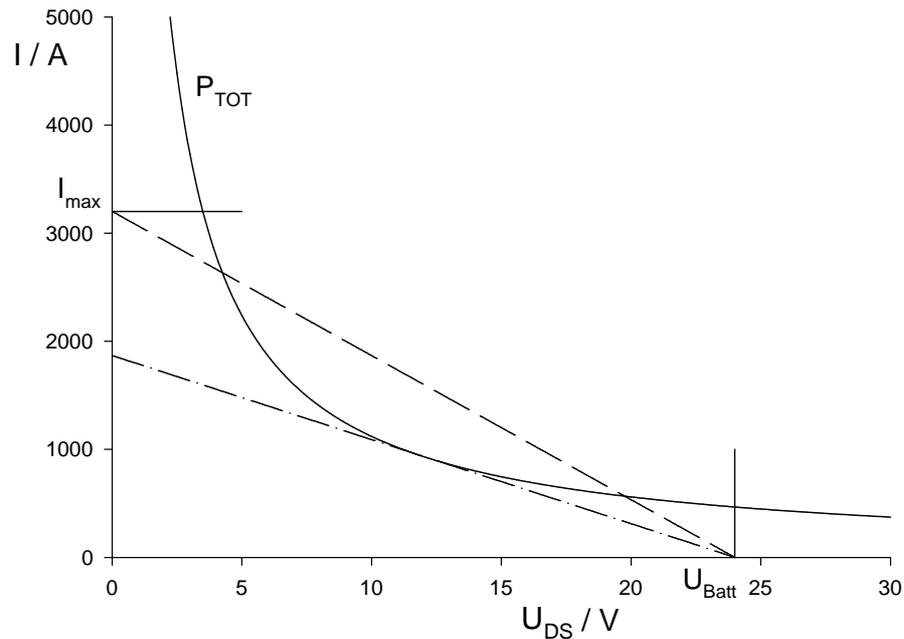


Abbildung 3.13: Verlustleistungshyperbel. U_{DS} Drain-Source-Spannung am MOSFET-Modul, I Gesamtstrom, P_{TOT} Verlustleistungshyperbel, I_{max} maximal zulässiger Gesamtstrom, U_{Batt} Versorgungsspannung.

Die Strich-punktierte Linie stellt die Arbeitskennlinie an einem Widerstand mit $12,8 \text{ m}\Omega$ dar. Ab diesem Widerstandswert ist ein Betrieb an jedem Punkt der Kennlinie möglich.¹⁰

3.5.3 MOSFET-Treiberstufe

Die Steuerung der MOSFET-Module erfolgt von einem PC aus über eine digital/analog Input/Output-Karte. Es ist wünschenswert, den verwendeten Analogausgang aus Sicherheitsgründen galvanisch vom Hauptstromkreis zu trennen. Weiters sollte die Ansteuerung der MOSFET-Module niederohmig und vor allem niederinduktiv erfolgen, um ein Schwingverhalten zu vermeiden. Aus diesem Grund wurde zu jeder Schaltereinheit eine Treiberstufe gebaut, die sich im Wesentlichen aus einem Isolationsverstärker und einem Pufferverstärker zusammensetzt. Der Schaltplan der Treiberstufe ist in Abbildung 3.14 auf der nächsten Seite dokumentiert.

Um eine bessere Übersicht zu gewährleisten, wurden die Trimpotentiometer für den Offsetabgleich des Isolationsverstärkers und die Stützkondensatoren in den jeweiligen Spannungsversorgungsleitungen nicht dargestellt.

¹⁰Die MOSFET-Module sind nur auf 10 mm starken Platten aus Aluminium montiert, und nicht auf Kühlkörpern. Bei einem Dauerbetrieb mit der maximalen Verlustleistung würden diese Platten nach $\approx 40 \text{ s}$ eine Temperatur von ca. $100 \text{ }^\circ\text{C}$ erreichen. Die höchstzulässige Chip-Temperatur beträgt $150 \text{ }^\circ\text{C}$.

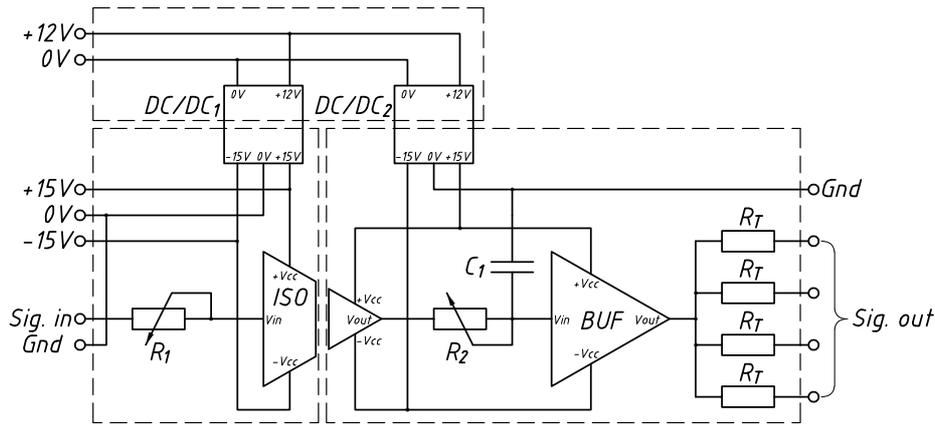


Abbildung 3.14: Schaltung der MOSFET-Treiberstufe. DC/DC_1 , DC/DC_2 Gleichspannungskonverter, ISO Isolationsverstärker BURR-BROWN ISO102, BUF Pufferverstärker ANALOG DEVICES BUF04.

3.5.4 Sicherheitsrelais

Im Falle eines Defekts an den MOSFET-Schaltern muss eine zweite Möglichkeit vorgesehen sein, um den Strom abzuschalten. Außerdem ist es sehr vorteilhaft, wenn der Hauptstromkreis spannungsfrei geschaltet werden kann, um ein gefahrloses Hantieren an der Anlage zu gewährleisten¹¹. Diese Schalter sind als Relais der Firma SIEMENS aus dem Nutzfahrzeugbereich mit 24 V-Spulen ausgeführt.

3.5.5 Shunt

Nachdem ein typischer Versuch einige hundert Millisekunden dauert und abgesehen vom Einschalt- beziehungsweise Ausschaltvorgang keine schnellen zeitlichen Stromänderungen vorkommen, wird ein Gleichstromshunt der Firma SIEMENS mit einem Spannungsabfall von 60 mV bei 1500 A verwendet. Dieser Shunt besteht aus neun MANGANIN[®]-Stäben¹² mit einem Durchmesser von je 7,4 mm und eine Länge von 34,6 mm. Die Erwärmung des Shunts kann mit Hilfe folgender Beziehung abgeschätzt werden:

$$\Delta T = \frac{I^2 \rho_{el} t}{A^2 \rho_d c_p} \quad (3.9)$$

Mit $I = 4000 \text{ A}$, $t = 1 \text{ s}$, $\rho_{el} = 0,43 \mu\Omega \cdot \text{m}$, $\rho_d = 8,4 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$, $c_p = 410 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ und den angeführten geometrischen Abmessungen ergibt sich eine Temperaturerhöhung

¹¹Die Spannung von 24 V ist für den menschlichen Körper zwar ungefährlich, es könnte jedoch zum Beispiel bei Wartungsarbeiten mit einem Werkzeug ein Kurzschluss verursacht werden, was bei den zu erwartenden Kurzschlussströmen im kA-Bereich zu einer enormen Hitzeentwicklung und damit zu einer hohen Brand- und Verletzungsgefahr führen würde.

¹²MANGANIN[®] ist eine Widerstandslegierung, bestehend aus 86 % Kupfer, 12 % Mangan und 2 % Nickel. Im Bereich der Raumtemperatur hat der Widerstand als Funktion der Temperatur einen parabolischen Verlauf, wobei das lokale Maximum des Widerstands zwischen 20°C und 40°C liegt [39]. Im Temperaturbereich zwischen -20°C und 100°C liegt die Abweichung des Widerstandswerts unter 0,5 %.

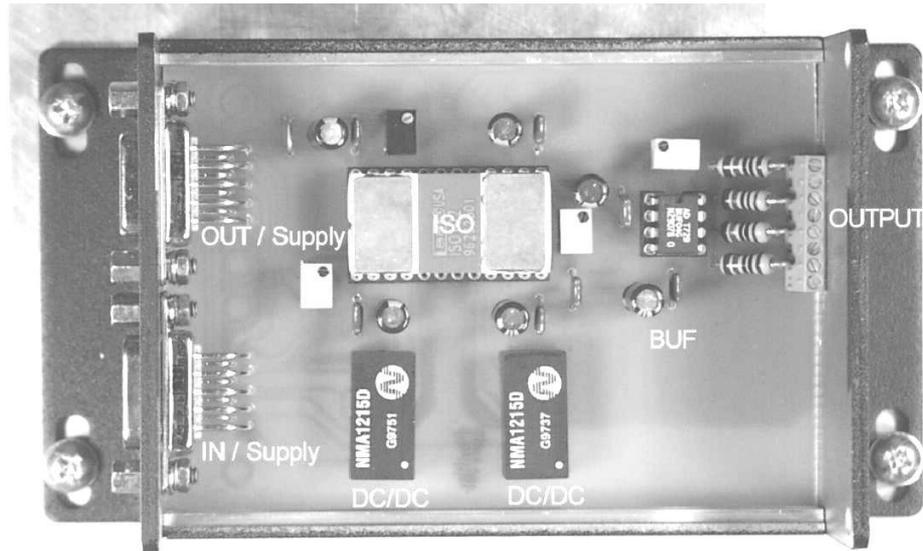


Abbildung 3.15: MOSFET-Treiberstufe. *IN/Supply* Signaleingang/Versorgung, *OUT/Supply* Signalausgang/Versorgung, *DC/DC* Gleichspannungskonverter, *ISO* Isolationsverstärker, *BUF* Pufferverstärker, *OUTPUT* Ausgang zu den MOSFET's.

$\Delta T = 13,3^{\circ}\text{C}$. Bei den meisten Versuchen wurde der Nennstrom des Shunts zwar um ein Vielfaches überschritten, aufgrund der kurzen Dauer der Experimente ist die Erwärmung des Widerstandsmaterials hinreichend klein, so dass die Betriebstemperatur immer innerhalb eines Bereichs zwischen etwa 20°C und maximal 50°C liegt. Es ist lediglich dafür zu sorgen, dass der Shunt zwischen zwei Versuchen wieder auskühlen kann.

Um das Rauschverhalten zu verbessern, ist direkt an den Shunt ein Instrumentenverstärker mit einer Verstärkung von wahlweise 10 oder 100 angebaut (siehe Abbildung 3.16). Der Fehler des Shunts wird vom Hersteller mit 0,5 % spezifiziert.

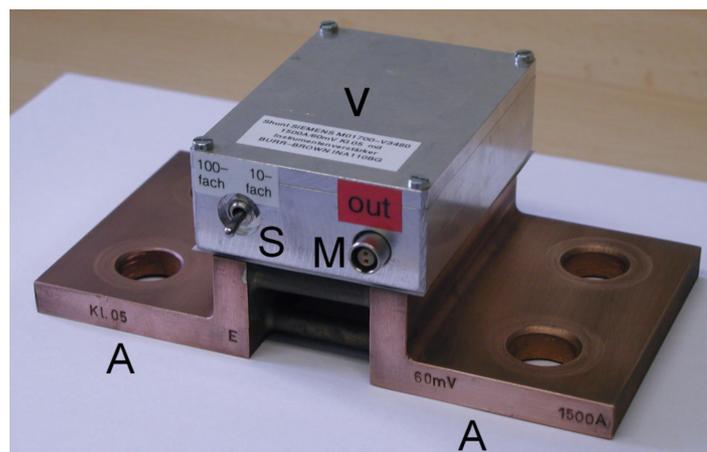


Abbildung 3.16: Shunt mit Instrumentenverstärker. *A* Anschlussflächen, *V* Instrumentenverstärker, *S* Schalter zur Wahl des Verstärkungsfaktors, *M* Anschlussbuchse für die Messleitung, die Anschlussbuchse für die Versorgung des Instrumentenverstärkers ist nicht sichtbar.

3.5.6 Strombegrenzungswiderstand

Der Strombegrenzungswiderstand dient der Einflussnahme auf den Heizstrom. Um die Aufheizrate zu variieren, sind verschiedene Widerstände notwendig. Alle Widerstände bestehen aus einem 30 mm breiten und 1,6 mm starken ALCROTHAL-Band der Firma KANTHAL, das an beiden Seiten an eine Kupferschiene geklemmt ist.

Die spezifische Wärmekapazität c_p dieses Materials beträgt bei Raumtemperatur $480 \text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, die Dichte $\rho_d = 7,28 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ und der spezifische elektrische Widerstand $\rho_{el} = 1,25 \text{ }\mu\Omega\cdot\text{m}$ [40].

Nach Gleichung (3.9) ergibt sich für einen Strompuls von $I = 4000 \text{ A}$ mit einer Dauer von $t = 1 \text{ s}$ eine Erwärmung $\Delta T = 2484 \text{ K}$. Die maximale Einsatztemperatur (an Luft) von ALCROTHAL wird mit 1100°C spezifiziert. Um die Erwärmung in diesem Rahmen zu halten, wurden bei allen Widerständen, bei denen diese hohen Strompulse zu erwarten sind, zwei Bänder parallel geschaltet. Nach Gleichung (3.9) ergibt sich dann eine Erwärmung $\Delta T = 621^\circ\text{C}$.

Verschiedene Strombegrenzungswiderstände und der Kurzschlussbügel sind in Abbildung 3.17 dargestellt.

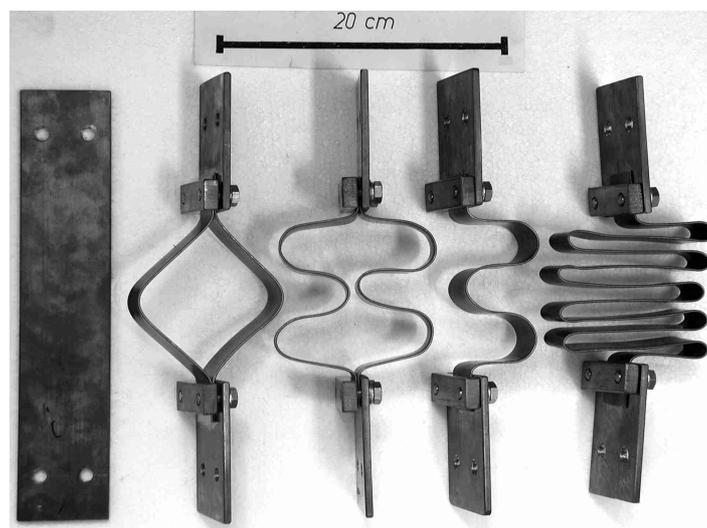


Abbildung 3.17: Strombegrenzungswiderstände. Von links nach rechts: Kurzschlussbügel, 1,8 mΩ-, 3 mΩ-, 6 mΩ- und 24 mΩ-Widerstand.

3.5.7 Spannungsmessung

Die Messung des Spannungsabfalls über dem Mittelteil der Probe erfolgt mit Hilfe von Schneiden die aus Wolfram gefertigt sind. Eine Beschreibung der mechanischen Anordnung der Schneiden findet sich unter Kap. 3.3 auf Seite 36. Mit Hilfe eines Spannungsteilers, der mit Präzisionswiderständen von jeweils $1 \text{ k}\Omega$ aufgebaut ist, wird die abgegriffene Spannung auf den erlaubten Eingangsspannungsbereich der *sample-and-hold* Stufe angepasst.

3.5.8 Leitungen

Alle Verbindungsleitungen sind in Kupfer ausgeführt. Die nötigen Querschnitte ergeben sich aufgrund der Bedingung, dass die Erwärmung bei einem Pulsversuch mit $I = 4000$ A und $t = 1$ s nicht höher als 10 K sein soll. Durch einfache Umformung von Gleichung (3.9) ergibt sich:

$$A = I \sqrt{\frac{\rho_{el} t}{\Delta T \rho_d c_p}} \quad (3.10)$$

Mit $\rho_{el} = 0,0169 \mu\Omega \cdot m$, $\rho_d = 8,960 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ und $c_p = 385 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ [41] ergibt sich ein Mindestquerschnitt $A = 88,5 \text{ mm}^2$. Der nächste höhere genormte Leiterquerschnitt ist 100 mm^2 . Alle Leiter im Hauptstromkreis sind mindestens in diesem Querschnitt ausgeführt. Die etwa 5 m langen Anschlusskabel, welche zu den Batterien führen, haben einen Querschnitt von jeweils 50 mm^2 um die Leitungsverluste gering zu halten.

3.6 Pyrometer

3.6.1 Allgemeines

In dieser Arbeit wurde die Temperatur der Probe mit Hilfe eines Strahlungs-pyrometers gemessen. Dieses hat gegenüber anderen Möglichkeiten zur Temperaturmessung, speziell Thermopaaren, folgende Vorteile:

- Das Experiment wird durch die Messung nicht beeinflusst, da dazu nur die Temperaturstrahlung herangezogen wird, welche die Probe „freiwillig“ abgibt.
- Es kann daher auch die Temperatur weit entfernter Objekte gemessen werden. Das ist von besonderer Bedeutung, wenn bestimmte Stellen aus Sicherheitsgründen (Stahlwerk) oder physikalisch/technischen Gründen (Fixsterne) nicht erreichbar sind.
- Da kein Temperaturfühler in direktem Kontakt mit der Probe steht, besteht auch kein prinzipielles oberes Temperaturlimit, welches durch die thermische Belastbarkeit eines Fühlers gegeben wäre. Oberhalb von etwa 2800 K gibt es keine anderen Verfahren zur Temperaturmessung.
- Die Abgabe der Temperaturstrahlung erfolgt unmittelbar und trägheitslos. Strahlungsthermometer können daher zur Erfassung sehr schneller Temperaturänderungen verwendet werden.

Bei der Messung von Temperaturen mit Pyrometern sind auch Nachteile zu erwarten beziehungsweise Probleme zu lösen.

- Soll die Berechnung der Temperatur eines realen Strahlers aus der Strahlungstemperatur erfolgen, so ist Gleichung (2.12) heranzuziehen. Leider ist der dabei benötigte spektrale Emissionsgrad im Allgemeinen unbekannt. Selbst bei Materialien mit bekannten Emissionsgraden können diese abhängig vom Zustand der Oberfläche (Rauigkeit, Oxidation) in weiten Bereichen streuen.
- Zwischen dem Messobjekt und dem Pyrometer liegen im Allgemeinen verschiedene Medien und Grenzschichten wie zum Beispiel Luft, Wasser oder Glas. In diesen Medien kann ein Teil der Strahlung absorbiert oder gestreut werden, an Grenzflächen können Reflexionen auftreten. Dadurch erreicht weniger Strahlung das Pyrometer, was bei der Kalibration berücksichtigt werden muss. Leider ist bei vielen Anwendungen damit zu rechnen, dass sich die Eigenschaften dieser Medien verändern. So kann sich je nach Einsatz das Reflexions- Transmissionsverhalten von Fenstern zum Beispiel durch Kondensation von Metaldämpfen verändern.
- Da ein Pyrometer Strahlung detektiert, kann es natürlich auch durch Licht, welches von außerhalb des Messobjekts kommt, gestört werden.

Aus den vorangegangenen Überlegungen heraus und im Hinblick auf die Anwendung des Hochgeschwindigkeitspyrometers müssen an das Gerät folgende Forderungen gestellt werden:

1. Ausreichende Geschwindigkeit: Um den schnellen Temperaturänderungen der pulsgeheizten Proben folgen zu können, muss sowohl der Detektor, als auch die angeschlossene Elektronik zur Aufbereitung des Detektorsignals ausreichend schnell sein. Gleichzeitig soll im Hinblick auf eine möglichst geringe Messunsicherheit das Ausgangssignal einen niedrigen Rauschanteil enthalten.
2. Hohe Empfindlichkeit: Der erfassbare Temperaturbereich des Pyrometers soll bei möglichst tiefen Temperaturen beginnen.
3. Genaue Justierbarkeit: Nachdem die Temperatur der Proben an einer kleinen rechteckigen Öffnung gemessen werden soll, muss auch der Messfleck des Pyrometers entsprechend klein beziehungsweise noch kleiner als diese Öffnung sein. Natürlich muss es möglich sein, das Pyrometer hinreichend genau auszurichten.
4. Langzeitstabilität: Da aus Gründen der Einfachheit der Einbau eines Vergleichsstrahlers nicht vorgesehen ist, muss gewährleistet sein, dass sich die Pyrometerkonstante zwischen zwei Kalibrationen nur wenig ändert.

Aus diesen Forderungen lassen sich einige konstruktive Details des Pyrometers ableiten:

- zu 1: Als Detektor kommen praktisch nur Fotodioden oder Fotomultiplier in Frage. Um ein günstiges Rauschverhalten zu erhalten, wurde der Verstärker in das Gehäuse des Pyrometers integriert. Hinsichtlich des Verstärkungsfaktors muss ein Kompromiss zwischen Bandbreite und Rauschverhalten gefunden werden.
- zu 2: Da die Größe des Messflecks beschränkt ist, wurde durch ein großes Öffnungsverhältnis versucht, die Empfindlichkeit zu erhöhen. Beim Infrarotpyrometer für niedrige Temperaturen wurde auf Kosten der Linearität auf ein Interferenzfilter verzichtet.
- zu 3: Ein Klappspiegel und ein Mikroskop ermöglichen eine exakte Justierung des Pyrometers, welches auf einem zwei-Achsen Verschiebetisch montiert ist. Die Höhen- und Winkelverstellung erfolgt über drei Feingewindeschrauben.
- zu 4: Optische Komponenten sind im Allgemeinen hinreichend langzeitstabil. Als Detektor wurden schließlich Silizium- und InGaAs Fotodioden gewählt. Der Verstärker wurde mit Präzisions-Operationsverstärkern aufgebaut. Von einer Thermostatisierung der Fotodioden, wie dies bei Präzisionsgeräten üblich ist, wurde abgesehen. Es ist daher auf möglichst konstante Betriebstemperaturen zu achten. Bei der Kalibration darf das Pyrometer pro Messpunkt jeweils nur für kurze Zeit bestrahlt werden, um eine Erwärmung des Detektors zu vermeiden.

3.6.2 Aufbau des Pyrometers

Das Pyrometer besteht aus einem Doppelachromaten, einer Blende (Pinhole), dem Interferenzfilter (optional) und der Fotodiode (Silizium oder InGaAs). Zur Justierung ist ein Klappspiegel und ein Mikroskop vorgesehen. Der Fotodiodenverstärker ist in das Gehäuse integriert. Ein Schnitt durch das Pyrometer ist in Abbildung 3.18 dargestellt.

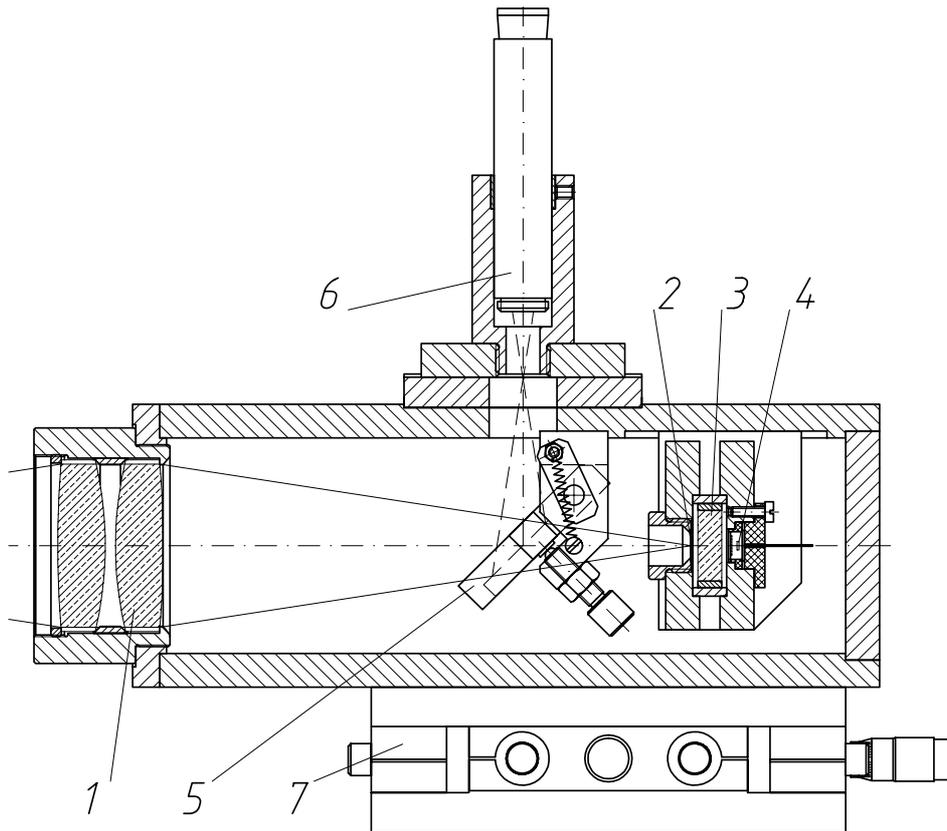


Abbildung 3.18: Hochgeschwindigkeitspyrometer (schematisch). 1 Doppelachromat, 2 Pinhole (Blende), 3 Interferenzfilter, 4 Fotodiode, 5 Klappspiegel in Justierposition, 6 Mikroskop, 7 Verschiebetisch.

Das einfallende Licht wird vom Doppelachromaten auf das Pinhole fokussiert, welches die Größe des Messflecks festlegt. Jeder der zwei Achromaten hat eine Brennweite von 160 mm und einen Durchmesser von 50,8 mm. Die Bildweite beträgt 160 mm. Die Fokussierung erfolgt durch Verschiebung des Pyrometers in Messrichtung mit Hilfe des Verschiebetischs. Hinter dem Pinhole sind das Interferenzfilter und die Fotodiode angeordnet. Es wurden Interferenzfilter mit Zentralwellenlängen von 650, 900 und 1500 nm eingesetzt. Optional konnte zugunsten einer höheren Empfindlichkeit das Pyrometer auch „offen“, also ohne Filter, betrieben werden, wobei allerdings eine Nichtlinearität in Kauf genommen werden muss.

Das Pinhole, das Interferenzfilter und die Fotodiode sind in einem Detektorblock untergebracht, der in Abbildung 3.19 dargestellt ist. Es wurde darauf geachtet, dass die einzelnen Komponenten gut zugänglich und leicht austauschbar sind, um die Wellenlänge oder die Größe des Messflecks einfach ändern zu können.

Zur Justierung des Pyrometers ist der Klappspiegel in der in Abbildung 3.18 dargestellten Position, im Messbetrieb wird er nach oben aus dem Strahlengang herausgeklappt. Der Klappspiegelmechanismus ist in Abbildung 3.20 dargestellt. In der Justierposition wird der Strahlengang nach oben reflektiert (gestrichelte Linie in Abbildung 3.18), und einem Mikroskop mit 50-facher Vergrößerung zugeführt. Um diese Position des Spiegels exakt zu justieren, ist der Anschlag als Feingewindeschraube aus-

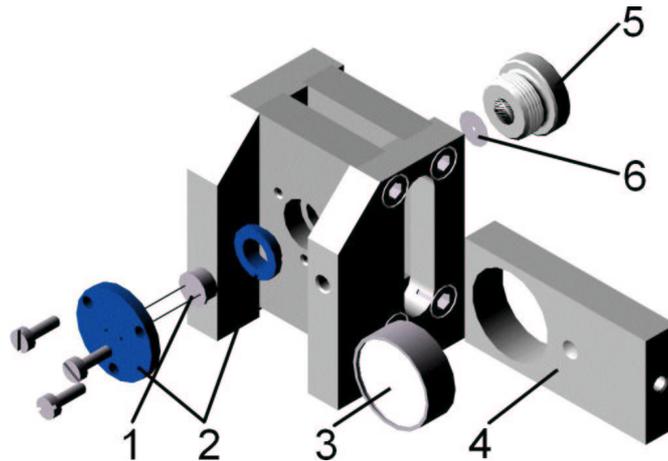


Abbildung 3.19: Detektorblock. 1 Fotodiode, 2 Kunststoff-Isolation, 3 Interferenzfilter, 4 Schieber zur Aufnahme des Interferenzfilters, 5 Fassung des Pinholes, 6 Pinhole (Öffnung vergrößert dargestellt).

geführt. Das Mikroskop ist auf eine Führung bestehend aus zwei Aluminiumplatten montiert, die eine Ausrichtung ermöglichen. Dieser Vorgang ist unter Abschnitt 4.2.1 auf Seite 93 beschrieben.

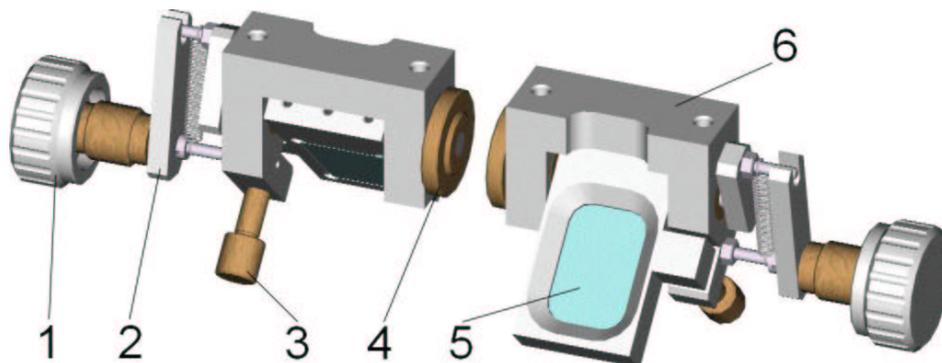


Abbildung 3.20: Klappspiegelmechanismus. 1 Betätigungsknopf, 2 Betätigungshebel, 3 Anschlagschraube, 4 verstellbares Lager, 5 Spiegel, 6 Aufnahmebügel.

Das Gehäuse des Pyrometers besteht aus Aluminiumplatten mit einer Stärke von 10 mm. Alle Aluminiumteile sind schwarz eloxiert, um störende Reflexionen zu vermeiden und den Streulichtanteil zu reduzieren.

Der Verschiebetisch hat einen Verstellbereich von jeweils 12 mm in Messrichtung und normal dazu. Er ist auf einer 5 mm Aluminiumplatte montiert, welche auf drei Feingewindeschrauben steht um eine Höhen- und Winkeljustierung zu ermöglichen.

Im Folgenden werden die spezifischen Daten der Einzelkomponenten beschrieben.

Doppelachromat: Der Doppelachromat ist aus zwei einzelnen Achromaten mit einer Brennweite von jeweils 160 mm und einem Durchmesser von 50,8 mm zusammengesetzt. Der freie Durchmesser beträgt 48 mm. Die Oberflächen sind breitbandentspiegelt. Der Transmissionsbereich wird vom Hersteller (ORIEL) mit 400

bis 2000 nm spezifiziert. Die stärker gekrümmten Flächen sind in Richtung des parallelen Strahlenverlaufs, also zueinander, ausgerichtet.

Blende: Die Blende, wegen ihres geringen Durchmessers auch Pinhole genannt, legt die Größe des Messflecks fest. Sie hat einen Durchmesser von 0,2 mm und besteht aus rostfreiem Blech mit einer Stärke von 0,025 mm. Das Pinhole ist in einem Drehteil aus Aluminium gefasst, welches mit einem Gewinde in den Detektorblock eingeschraubt ist.

Interferenzfilter: Es wurden Interferenzfilter der Firma ANDOVER CORPORATION mit Zentralwellenlängen von 650, 900 und 1500 nm verwendet. Alle Filter haben einen Durchmesser von 25 mm inklusive Fassung. Die Nenndaten der Filter sind in Tabelle 3.3 aufgelistet.

Tabelle 3.3: Daten der Interferenzfilter (Auszug aus dem mitgelieferten Datenblatt).

Nenndaten						Messwerte		
λ_0 nm	FWHM nm	# cav -	τ_{\min} %	n^* -	d_{\max} mm	λ_0 nm	FWHM nm	τ_0 %
650±2	20±4	3	50	2,05	7,0	649,0	19,7	54,7
900±2	20±4	3	45	2,05	7,0	901,9	17,1	59,1
1500±3	20±5	3	30	2,05	8,5	1501,8	24,7	43,5

λ_0	Zentralwellenlänge
FWHM	Halbwertsbreite
# cav	Anzahl der Resonatoren
τ_{\min}	minimale Transmission bei λ_0
n^*	effektive Brechzahl des Filters
d_{\max}	maximale Dicke des Filters
τ_0	Transmission bei λ_0

Die spektralen Transmissionskurven der Interferenzfilter sind in den Abbildungen 3.21 bis 3.23 dargestellt. Alle Filter sind mit den spiegelnden Flächen in Richtung des einfallenden Strahlenbündels orientiert, um die Erwärmung möglichst gering zu halten.

Fotodioden: Für die Wellenlängen 650 und 900 nm kam eine Silizium PIN¹³-Fotodiode zum Einsatz, bei 1500 nm und für den offenen Betrieb wurde eine InGaAs¹⁴ PIN-Fotodiode verwendet. Die wichtigsten Daten sind in Tabelle 3.4 angeführt.

Das spektrale Ansprechverhalten $R(\lambda)$ (engl. *responsivity*) der Fotodioden ist in den Abbildungen 3.24 und 3.25 dargestellt. Da sich die Bandstruktur von Halbleitern mit der Temperatur ändert, kann sich auch das spektrale Ansprechverhalten

¹³PIN bezeichnet den Aufbau der Fotodiode mit einer intrinsischen Schicht zwischen der n-leitenden und der p-leitenden Schicht. Durch diese Maßnahme ergibt sich eine spektrale Verbreiterung des Ansprechverhaltens.

¹⁴Indium-Gallium-Arsenid

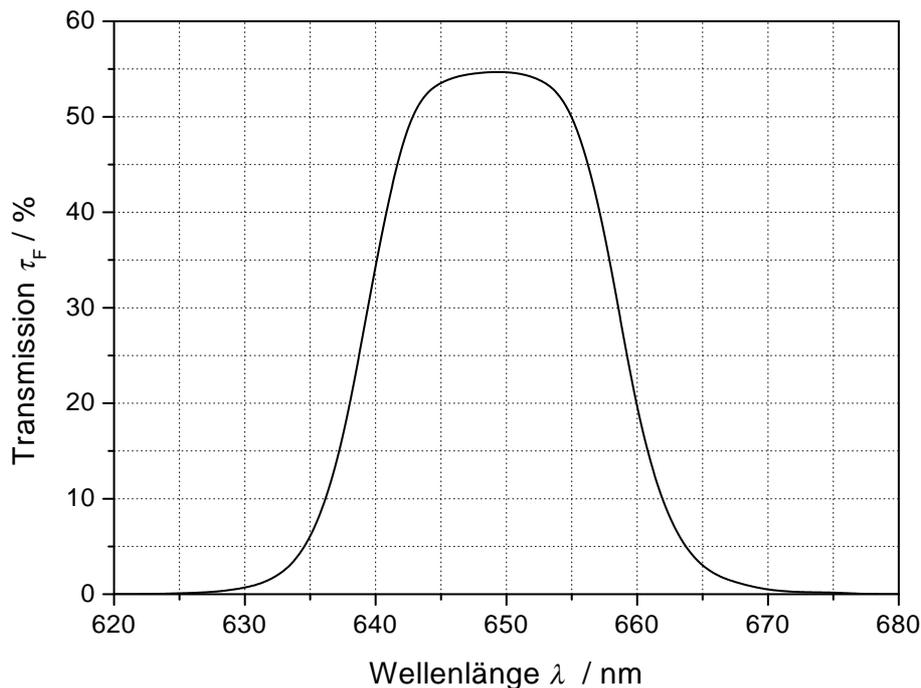


Abbildung 3.21: Transmissionskurve des 650 nm Interferenzfilters (laut mitgeliefertem Datenblatt).

ändern. Insbesondere beim Betrieb ohne Interferenzfilter kann dies signifikante Auswirkungen auf das Ausgangssignal haben. Es ist daher für möglichst konstante Betriebstemperaturen zu sorgen.

Klappspiegel: Der Klappspiegel ist ein rechteckiger Oberflächenspiegel mit Aluminiumbeschichtung. Die Größe beträgt 21×30 mm. Der Spiegel ist 5 mm dick und die Oberflächengenauigkeit wird mit $\lambda/4$ spezifiziert. Die mechanische Konstruktion des Klappspiegelmechanismus ist in Abbildung 3.20 dargestellt.

Mikroskop: Das Mikroskop stammt von EDWARD SCIENTIFIC und hat einen Vergrößerungsfaktor von 50. In der Zwischenebene ist ein Glasmaßstab eingebaut, der 2,5 mm lang ist und eine 0,02 mm Teilung aufweist. Die Mitte dieses Glasmaßstabs dient als Markierung des Messflecks (siehe Abbildung 4.7 auf Seite 105).

Tabelle 3.4: Daten der Fotodioden (laut Datenblatt).

Type	UV-100BQ	C30642G	
Hersteller	EG&G	EG&G	
Halbleitermaterial	Si	InGaAs	
Empfindliche Fläche	3,1	5,1	mm ²
Innenwiderstand	>100	25	MΩ
Kapazität	150	300	pF
Stromrauschen	15	30	$10^{-15} \text{ A} \cdot \text{Hz}^{1/2}$

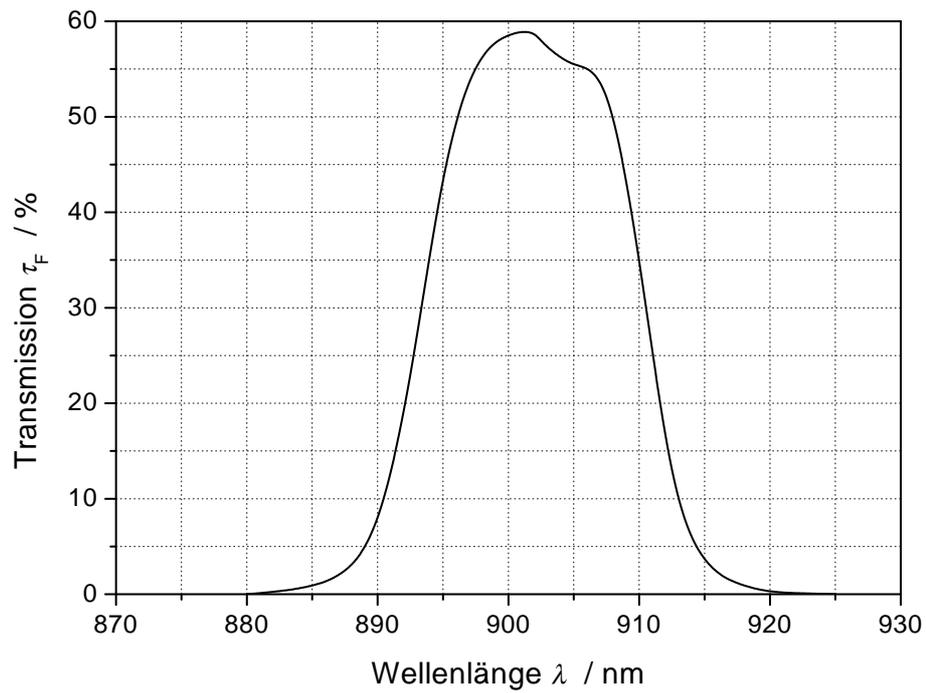


Abbildung 3.22: Transmissionskurve des 900 nm Interferenzfilters (laut mitgeliefertem Datenblatt).

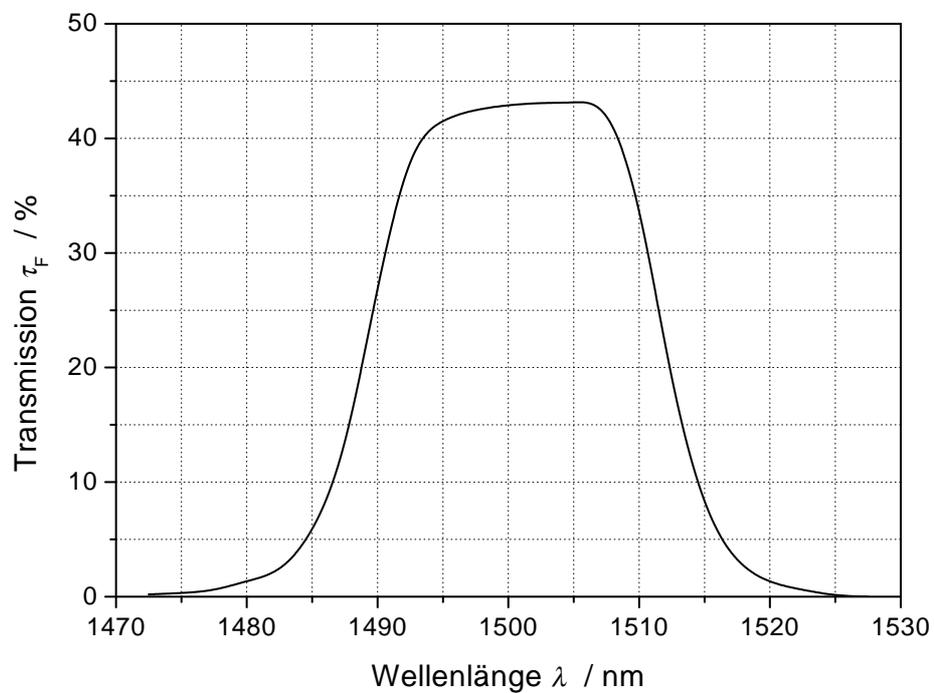


Abbildung 3.23: Transmissionskurve des 1500 nm Interferenzfilters (laut mitgeliefertem Datenblatt).

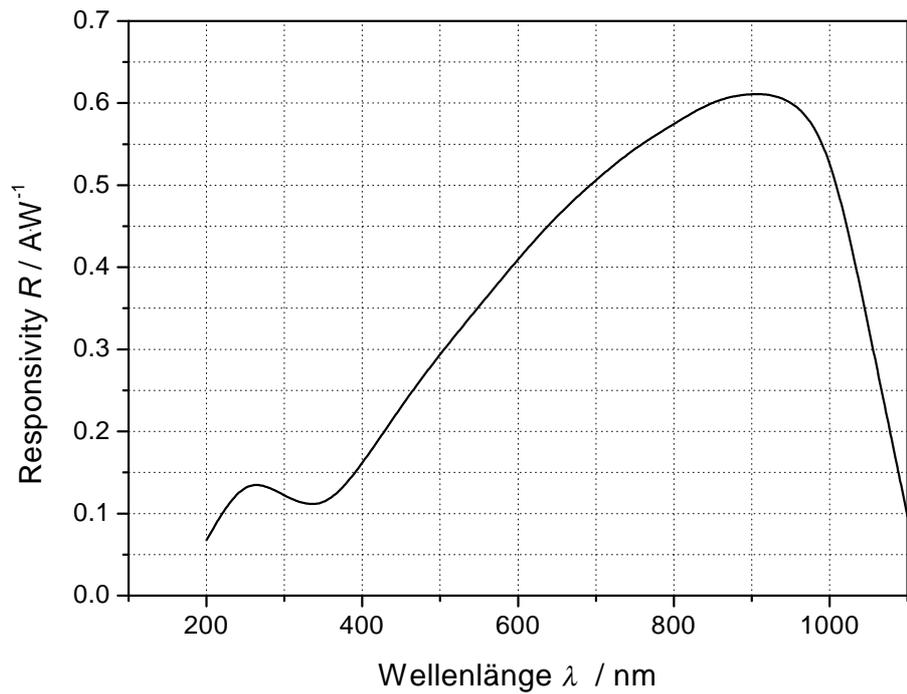


Abbildung 3.24: Spektrales Ansprechverhalten der Silizium-PIN-Fotodiode (laut Datenblatt).

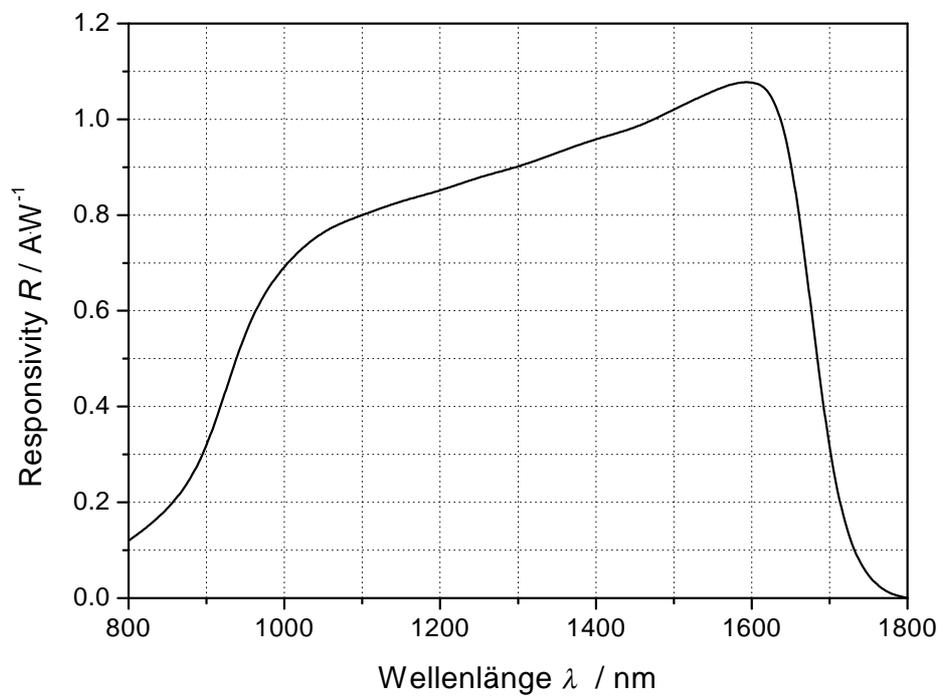


Abbildung 3.25: Spektrales Ansprechverhalten der InGaAs-PIN-Fotodiode (laut Datenblatt).

3.6.3 Fotodiodenverstärker

Die Fotodiode liefert einen Fotostrom $I_\Phi(T)$, der proportional zum auftreffenden Strahlungsfluss $\Phi_{\lambda,F}(\lambda, T)$ ist. Der Proportionalitätsfaktor ist das spektrale Ansprechverhalten $R(\lambda)$. Es gilt:

$$I_\Phi(T) = \int_{\lambda=0}^{\infty} \Phi_{\lambda,F}(\lambda, T) R(\lambda) d\lambda \quad (3.11)$$

Dieser Fotostrom liegt im Allgemeinen im nA-Bereich. Um diesen Strom in eine leicht messbare, elektrische Spannung zu wandeln, wird ein Fotodiodenverstärker benötigt. Dieser besteht im Wesentlichen aus einem Operationsverstärker und einem hochohmigen Widerstand. In Abbildung 3.26 ist ein einfacher Strom-Spannungswandler dargestellt.

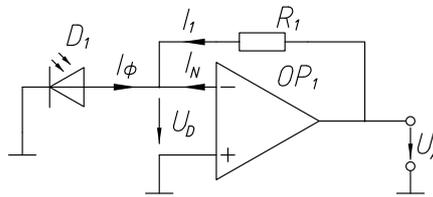


Abbildung 3.26: Strom-Spannungswandler. OP_1 Operationsverstärker, D_1 Fotodiode, R_1 hochohmiger Widerstand

Um die Ausgangsspannung U_A dieser Schaltung zu erhalten wird angenommen, dass der Operationsverstärker ideal sei. Ein idealer Operationsverstärker hat eine unendlich hohe Verstärkung und unendlich hohe Eingangswiderstände. Es gilt nach dem 1. KIRCHHOFFSchen Gesetz:

$$I_\Phi + I_N + I_1 = 0 \quad (3.12)$$

sowie nach dem 2. KIRCHHOFFSchen Gesetz:

$$U_A - U_D - I_1 R_1 = 0 \quad (3.13)$$

Nachdem der Eingangswiderstand des Operationsverstärkers unendlich hoch ist, muss der Eingangsstrom I_N verschwinden. Wenn die Ausgangsspannung U_A endlich sein soll, so muss die Differenzspannung U_D am Eingang ebenfalls verschwinden, nachdem die Verstärkung unendlich groß ist. Es ergibt sich also der einfache Zusammenhang:

$$U_A = -I_\Phi R_1 \quad (3.14)$$

Bei einem realen Operationsverstärker ist es nicht möglich, den Wert von R_1 beliebig groß zu machen. Daher muss die Spannung U_A mit Hilfe von weiteren Verstärkerstufen erhöht werden. Die endgültige Schaltung des Fotodiodenverstärkers enthält zwei weitere invertierende Verstärkerstufen mit jeweils zehnfacher Verstärkung und ist in Abbildung 3.27 dargestellt.

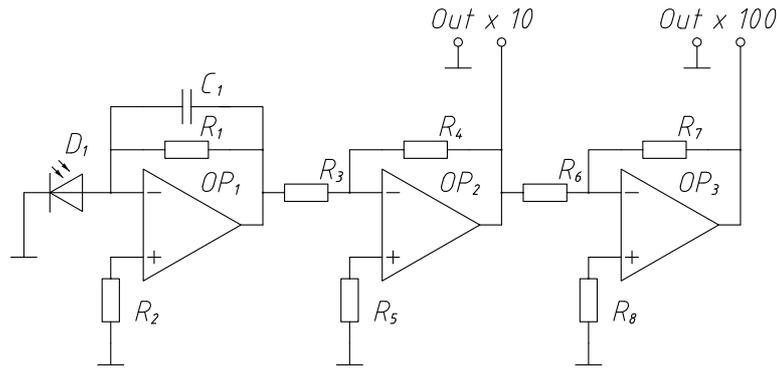


Abbildung 3.27: Fotodiodenverstärker. OP_1 Operationsverstärker OP07E, $OP_{2,3}$ Operationsverstärker OP27E, D_1 Fotodiode, R_1 hochohmiger Widerstand, $R_{2,5,8}$ Metallschichtwiderstände, $R_{3,4,6,7}$ Präzisionswiderstände, C_1 Kompensationkondensator (Werte siehe Tabelle 3.5).

Um den Messbereich des Pyrometers zu erweitern besitzt der Verstärker zwei Ausgänge, die im Folgenden als 10-fach Ausgang und 100-fach Ausgang¹⁵ bezeichnet werden. Der Begriff Pyrometersignal bezieht sich immer auf den 100-fach Ausgang. Falls dieser übersteuert ist, so ist das Pyrometersignal aus der Spannung am 10-fach Ausgang zu berechnen, indem diese mit dem Verstärkungsfaktor der dritten Verstärkerstufe ($= -10$) multipliziert wird.

Tabelle 3.5: Bestückung der Schaltung laut Abbildung 3.27.

D_1	Si	InGaAs	
R_1	1,0	20,0	$M\Omega$
$R_{2,5,8}$	100	100	Ω
$R_{3,6}$	1,000	1,000	$k\Omega$
$R_{4,7}$	10,00	10,00	$k\Omega$
C_1	120	10	pF

Der Kondensator C_1 dient zur Stabilisierung und wurde gleich wie der Widerstand R_1 experimentell optimiert. Gleichzeitig gibt die Parallelschaltung $R_1 \parallel C_1$ die Grenzfrequenz des Verstärkers vor:

$$f_G = \frac{1}{2\pi R_1 C_1} \quad (3.15)$$

¹⁵Die Begriffe 10-fach und 100-fach beziehen sich auf U_A laut Gleichung (3.14).

Wird das System Fotodiode-Verstärker als eine Einheit betrachtet so ergibt sich dafür die spektrale Empfindlichkeit $E(\lambda)$:

$$E(\lambda) = R(\lambda) \frac{R_1 R_4 R_7}{R_3 R_6} \quad (3.16)$$

3.6.4 Abschätzung der Pyrometerkonstante

Die Pyrometerkonstante k wird in Gleichung (2.29) eingeführt. Außer den geometrischen Abmessungen und dem Transmissionsverhalten der optischen Bauteile geht auch die spektrale Empfindlichkeit $E(\lambda)$ des Detektors ein. Dabei wird der Detektor als Einheit betrachtet, welche einen auf die empfindliche Fläche auftreffenden spektralen Strahlungsfluss $\Phi_{\lambda,F}(\lambda)$ in eine elektrische Spannung U_Φ wandelt:

$$U_\Phi = \int_{\lambda=0}^{\infty} \Phi_{\lambda,F}(\lambda) E(\lambda) d\lambda \quad (3.17)$$

Für eine Kombination aus Fotodiode und Verstärker ergibt sich eine spektrale Empfindlichkeit gemäß Gleichung (3.16). Durch Einsetzen dieser Beziehung in (2.29) ergibt sich die Pyrometerkonstante für das hier beschriebene Pyrometer:

$$k = \frac{D^2}{D^2 + 16f^2} \frac{c_1}{\Omega_0 \lambda_F^5} F \tau_W(\lambda_F) \tau_L(\lambda_F) \tau_{F,i} R(\lambda_F) \frac{R_1 R_4 R_7}{R_3 R_6} \quad (3.18)$$

Die Auswertung dieser Beziehung für die verschiedenen möglichen Konfigurationen des Pyrometers ist in Tabelle 3.6 dargestellt.

Der spektrale Transmissionsgrad des Fensters $\tau_W(\lambda_F)$ wurde aus den Spezifikationen des Herstellers (Firma EDWARD SCIENTIFIC) übernommen. Der spektrale Transmissionsgrad des Objektivs $\tau_L(\lambda_F)$ musste abgeschätzt werden. Da die Werte der Widerstände R_1 , R_3 , R_4 , R_6 und R_7 direkt in die Pyrometerkonstante eingehen, ist dafür zu sorgen, dass diese möglichst konstant bleiben.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei Pyrometer gebaut, die sich durch die Fotodioden (Silizium beziehungsweise InGaAs) und die Verstärker unterscheiden. Das Pyrometer mit der Nummer 1 ist mit der beschriebenen InGaAs Fotodiode ausgerüstet, Nummer 2 enthält die Silizium Fotodiode.

Tabelle 3.6: Theoretische Berechnung der Pyrometerkonstanten.

λ_N	650,0	900,0	1500,0	nm
Diode	Si	Si	InGaAs	
d_{Pinhole}	0,2	0,2	0,2	mm
λ_F	648,8	901,8	1500,5	nm
D	48,0	48,0	48,0	mm
f	160,0	160,0	160,0	mm
F	3,1416	3,1416	3,1416	$10^{-8} \cdot \text{mm}^2$
$\tau_W(\lambda_F)$	0,90	0,88	0,88	-
$\tau_L(\lambda_F)$	0,90	0,90	0,90	-
$\tau_{F,i}$	1,115	1,172	1,027	10^{-8}
$R(\lambda_F)$	0,462	0,613	1,027	$\text{A} \cdot \text{W}^{-1}$
R_1	1,00	1,00	20,0	$\text{M}\Omega$
R_4, R_7	10,000	10,000	10,000	$\text{k}\Omega$
R_3, R_6	1,000	1,000	1,000	$\text{k}\Omega$
k_{theor}	238466,3	627730,1	144420,9	V

λ_N Nennwert der mittleren Wellenlänge
 d_{Pinhole} Durchmesser des Pinholes
 D freier Durchmesser des Objektivs
 F Fläche des Pinholes
 k_{theor} errechneter Wert der Pyrometerkonstante

3.7 Kalibriereinrichtung für das Pyrometer

3.7.1 Kalibriertisch

Um mit Hilfe eines Pyrometers Temperaturen exakt messen zu können, ist es notwendig, dieses zu kalibrieren, also die Pyrometerkonstante laut Gleichung (2.30) experimentell zu ermitteln. Üblicherweise wird dazu ein Vergleichsstrahler mit bekannter Temperatur verwendet.

Dem Konzept der Hohlraumstrahlung folgend, ist ein Hohlraum bekannter Temperatur mit einer kleinen Öffnung, durch die Strahlung nach außen treten kann, dafür besonders gut geeignet. Da der spektrale Emissionsgrad eines idealen Schwarzkörpers per Definition gleich eins ist, entspricht seine Strahlungstemperatur bei allen Wellenlängen seiner wahren Temperatur. Die Nachteile eines Schwarzkörpers sind sein eher träges zeitliches Temperaturverhalten und der meist nach oben hin beschränkte Temperaturbereich¹⁶.

Eine Alternative zu Schwarzkörpern sind Wolframbandlampen. Diese bestehen aus einem Wolframband in einem Glaskolben, welches von einem elektrischen Strom durchflossen wird. Nach [42] ist der spektrale normale Emissionsgrad dieser Anordnung eine Funktion von der Temperatur des Bandes und der Wellenlänge. Es ist jedoch möglich, den Zusammenhang zwischen Lampenstrom und Strahlungstemperatur durch Vergleich mit einem Schwarzkörper zu kalibrieren und die Wolframbandlampe als Sekundärnormal zu verwenden. Der Vorteil von Wolframbandlampen ist die einfachere Handhabung im Vergleich zu Schwarzkörpern.

Zur Justierung der Optik des Pyrometers wurde ein Punktstrahler verwendet.

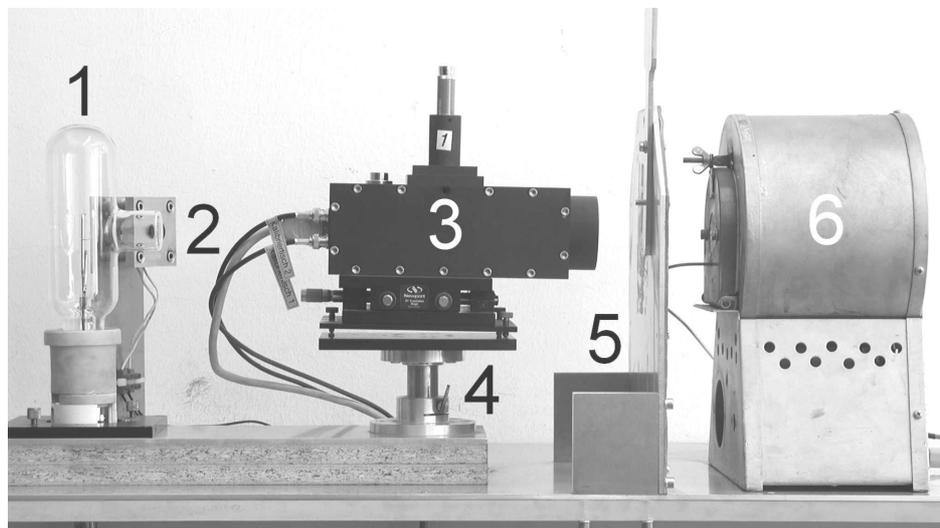


Abbildung 3.28: Ansicht des Kalibriertisches. 1 Wolframbandlampe mit justierbarem Sockel, 2 Punktstrahler, 3 Pyrometer, 4 drehbare und höhenverstellbare Aufnahme für das Pyrometer, 5 Hitzeschild, 6 Schwarzkörperstrahler.

¹⁶In Standardlabors sind Graphitstrahler im Temperaturbereich bis über 3000 K in Gebrauch. Diese sind als Gebrauchsnormale jedoch kaum in Verwendung.

Auf dem Kalibriertisch ist der Schwarzkörperstrahler, eine Fassung für die Wolframbandlampen, der Punktstrahler sowie eine höhenverstellbare und drehbare Aufnahme für das Pyrometer montiert. Das Pyrometer kann während der Kalibration durch einfaches Drehen auf die einzelnen Kalibrierquellen ausgerichtet werden. Der Kalibriertisch ist in Abbildung 3.28 dargestellt. Ein Blockschaltbild der Kalibriereinrichtung ist in Abbildung 3.29 zu sehen.

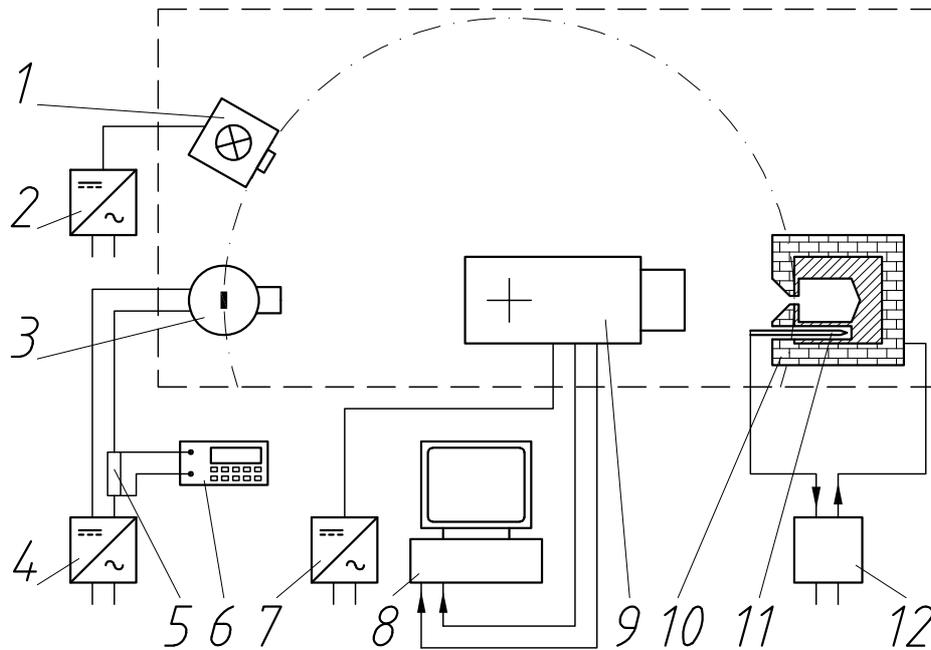


Abbildung 3.29: Blockschaltbild der Kalibriereinrichtung. 1 Punktstrahler, 2 Netzteil für den Punktstrahler, 3 Wolframbandlampe, 4 Netzteil für die Wolframbandlampe, 5 Shunt zur Messung des Lampenstroms, 6 Präzisionsmultimeter, 7 Netzteil für das Pyrometer, 8 Messrechner, 9 Pyrometer, 10 Schwarzkörperstrahler, 11 Thermoelement, 12 Temperaturregler.

Die Kalibration des Pyrometers muss mit einem Fenster im Strahlengang erfolgen, welches dem Fenster im Versuchsgefäß gleicht!

3.7.2 Punktstrahler

Dieser besteht aus dem gleichen Pinhole, wie es auch im Pyrometer Verwendung findet, und einer Halogen-Glühlampe, die das Pinhole diffus von hinten beleuchtet. Das Pyrometer kann nun so ausgerichtet werden, dass der Punktstrahler exakt auf die Blende im Pyrometer abgebildet wird. Dies wird dadurch detektiert, dass das Pyrometersignal im Falle optimaler Ausrichtung maximal wird. Wird der Spiegel nun in Justierposition geklappt, so muss das Bild des Punktstrahlers scharf auf die Mitte des Glasmaßstabs abgebildet werden. Ist das nicht der Fall, so muss das Mikroskop entsprechend verschoben werden.

Der Punktstrahler wird von einem Netzteil mit einer Ausgangsspannung von maximal 15 V versorgt. Die Halogen-Glühlampe hat eine Leistungsaufnahme von 20 W bei

einer Nennspannung von 12 V. Das Pinhole hat einen Durchmesser von 0,2 mm und besteht aus rostfreiem Blech mit einer Stärke von 0,025 mm.

3.7.3 Schwarzer Strahler

Obwohl die Handhabung von Wolframbandlampen wesentlich einfacher ist als die von Hohlraumstrahlern, wurde trotzdem ein solcher benötigt, weil:

- die Wolframbandlampen nur für die Wellenlängen 650 und 900 nm und Strahlungstemperaturen zwischen etwa 1000 und 2500 K kalibriert sind.
- zur Kalibration eines Pyrometers mit einem breiten Spektralbereich zumindest ein Grauer Strahler herangezogen werden muss.

Speziell zur Untersuchung niedrigschmelzender Legierungen mit dem „offenen“ Pyrometer wurde ein geeignetes Gebrauchsnormale benötigt. Um einen Anschluss an die Vakuum-Wolframbandlampe zu ermöglichen, sollte der Temperaturbereich dieses Hohlraumstrahlers bis etwa 1300 K reichen.

Der Schwarzkörperstrahler besteht aus einem Hohlraumeinsatz, der in einen Rohrofen aufgeheizt wird. Die Temperatur des Schwarzkörpers wird mit einem kalibrierten Typ-K¹⁷ Thermoelement gemessen, welches auch gleichzeitig zur Temperaturregelung verwendet wird. Die Regelung erfolgt mit Hilfe eines selbstoptimierenden Temperaturreglers vom Typ 2604 der Firma EUROTHERM. Der Hohlraumstrahler ist in Abbildung 3.30 dargestellt. Die Zwischenräume zwischen Rohrofen und Schwarzkörpereinsatz wurden mit Distanzstücken aus Aluminiumoxid-Keramik ausgefüllt.

Anfängliche Versuche mit einem aus Kupfer gefertigten Hohlraum schlugen fehl, da das Kupfer bei diesen Temperaturen sehr stark oxidierte und die gebildete Oxidschicht nach dem Abkühlen absplitterte.

Graphit erwies sich ebenfalls als unbrauchbar, da ein nicht vernachlässigbarer Abbrand (stellenweise einige Millimeter) stattfand. Der Rohrofen, in dem der Hohlraum erhitzt wurde, war nicht gasdicht. Eine Abdichtung war nicht möglich und von der Verwendung eines Schutzgases wurde abgesehen.

Als gut geeignet stellte sich ein hitzebeständiger Stahl mit der Bezeichnung H525 der Firma BÖHLER heraus. Die genauen Abmessungen des Hohlraumeinsatzes sind aus Abbildung 3.31 zu entnehmen. Aus fertigungstechnischen Gründen ist der Hohlraumeinsatz zweigeteilt. Die Verbindung der beiden Teile erfolgt durch 11 Schrauben aus rostfreiem Stahl (A4).

Um das Pyrometer vor Erwärmung zu schützen, ist es vor dem Rohrofen mit einem Hitzeschild (Pos. 5 in Abbildung 3.28) aus Aluminiumblech abgeschirmt. Im Hitzeschild befindet sich eine Öffnung, die nur während der Kalibration von einem manuell betätigten Verschluss für einige Sekunden freigegeben wird.

¹⁷Ein Thermoelement mit der Materialpaarung Nickel-Chromnickel wird nach ÖVE EN 60584-1 als Typ-K bezeichnet.

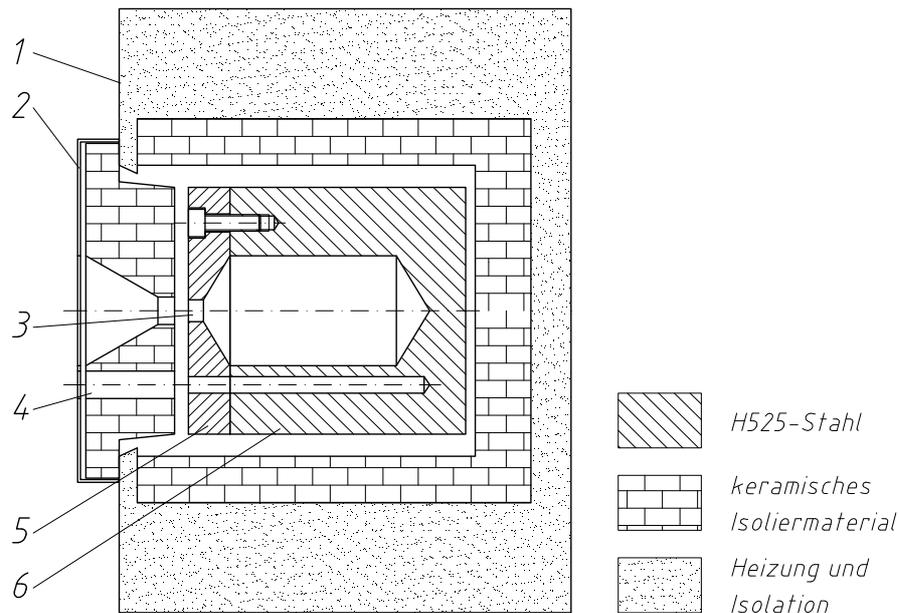


Abbildung 3.30: Hohlraumstrahler. 1 Rohrofen, 2 Deckel des Rohrofens, 3 Strahlungsaustrittsöffnung, 4 Bohrung für das Thermoelement, 5 Deckel des Hohlraumeinsatzes, 6 Hohlraumeinsatz.

3.7.4 Wolframbandlampen

Wolframbandlampen sind die verbreitetsten Gebrauchsnormale zur Kalibration von schmalbandigen Pyrometern im Hochtemperaturbereich. In dieser Arbeit wurden zwei Wolframbandlampen der Typen 21/V (Seriennummer P253C) und 21/G (Seriennummer P252C) von der Firma POLARON verwendet, wovon eine (21/V) evakuiert und die andere (21/G) mit Gas (Argon) gefüllt ist. Die Vakuumlampe wird für den Bereich zwischen etwa 1000 und 1700 K¹⁸ eingesetzt. Darüber würde zu viel Metall vom Wolframband abdampfen und den Glaskolben beschlagen. Deshalb wird bei höheren Temperaturen eine gasgefüllte Lampe verwendet. Dabei müssen allerdings Fluktuationen der Strahldichte als Folge der Konvektionsströmung in der Lampe in Kauf genommen werden.

Bei beiden Lampen hat das Wolframband eine Breite von 1,3 mm, eine Dicke von 0,07 mm und eine Länge von 50 mm bei der Vakuumlampe sowie eine Länge von 34 mm bei der Gaslampe (Herstellerangaben). Die Stelle des Bandes, an der die Kalibration zu erfolgen hat, ist durch einen extern angebrachten Zeiger markiert.

Die Lampen werden mit Gleichstrom beheizt. Die Stromzuführung erfolgt über einen Schraubsockel der Größe E40. Der Pluspol liegt dabei an der Gewindehülse¹⁹.

Zur Stromversorgung dient ein stabilisiertes Netzgerät der Type 6552A von HEWLETT PACKARD²⁰.

¹⁸Dabei handelt es sich um Strahlungstemperaturen.

¹⁹Der Hersteller schreibt eine umgekehrte Stromrichtung vor. Da die Kalibration der Lampen jedoch mit dem Pluspol an der Gewindehülse erfolgte, wurde dies übernommen.

²⁰Mittlerweile in AGILENT TECHNOLOGIES umbenannt.

3.8 Interferometer

3.8.1 Stabilisierung gegen Drehbewegungen

Alle grundsätzlichen Überlegungen, die schließlich zur Wahl eines doppelten MICHELSON Interferometers zur Messung der thermischen Ausdehnung führten, sowie seine Funktionsweise sind unter 2.5 angeführt. Hier wird auf die technische Ausführung sowie einige praktische Modifikationen eingegangen. Der in Abbildung 2.7 dargestellte Aufbau hat noch einige Nachteile die seine praktische Anwendbarkeit einschränken. Dazu gehört, dass eine geringe Verdrehung der Probe während des Versuchs zu einer totalen Dejustierung des Interferometers führen würde, wie es in Abbildung 3.32 übertrieben dargestellt ist.

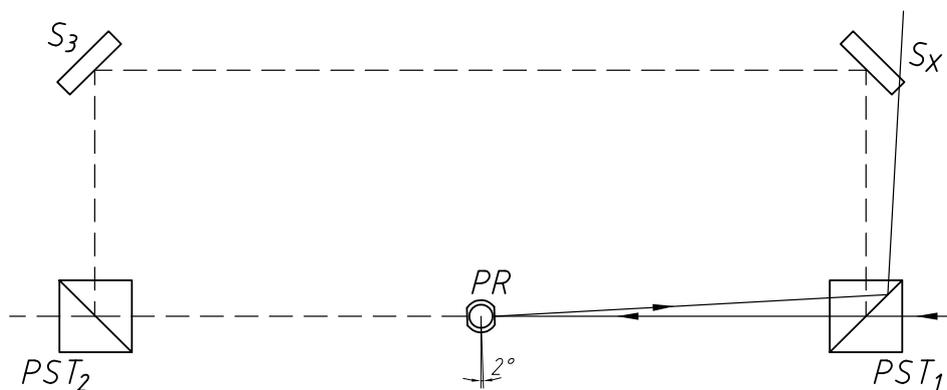


Abbildung 3.32: Folge einer Verdrehung der Probe um 2° . Aus Gründen der besseren Übersichtlichkeit wurde nur der Verlauf des Messstrahls eingezeichnet. Gestrichelte Linie: ungestörter Strahlengang.

Eine Verbesserung dieses Verhaltens lässt sich erreichen, indem der Messstrahl mit Hilfe einer Linse auf die Oberfläche der Probe fokussiert wird. Eine Verdrehung der Probe führt dann lediglich zu einem Parallelversatz des Strahls. (siehe Abbildung 3.33)

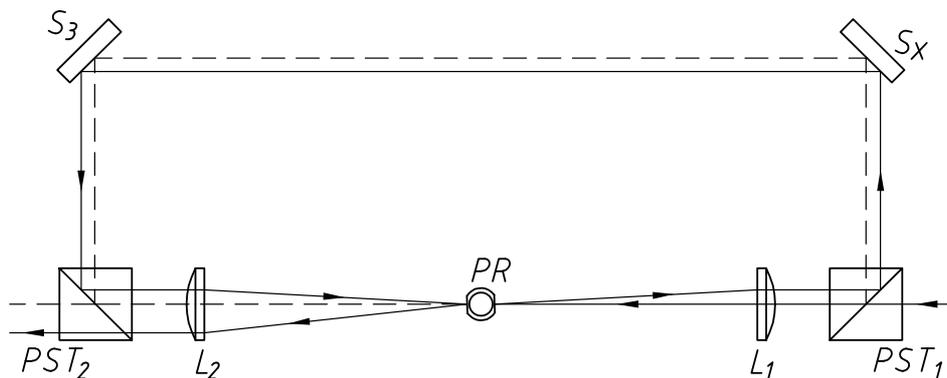


Abbildung 3.33: Verbesserung des Interferometers durch Einsatz von Plankonvexlinsen im Messstrahl.

Jedoch entstehen auf beiden Seiten der Probe Parallelabweichungen des Messstrahls,

die sich summieren. Um zu erreichen, dass sich diese Abweichungen gegenseitig aufheben, muss dafür gesorgt werden, dass die Anzahl der Reflexionen im Verlauf des Messstrahls zwischen den beiden Messflächen ungerade ist. Dies kann erreicht werden, indem der Spiegel S_X laut Abbildung 3.33 durch ein Pentaprisma ersetzt wird. Die Wirkungsweise dieses Bauteils ist aus Abbildung 3.34 ersichtlich.

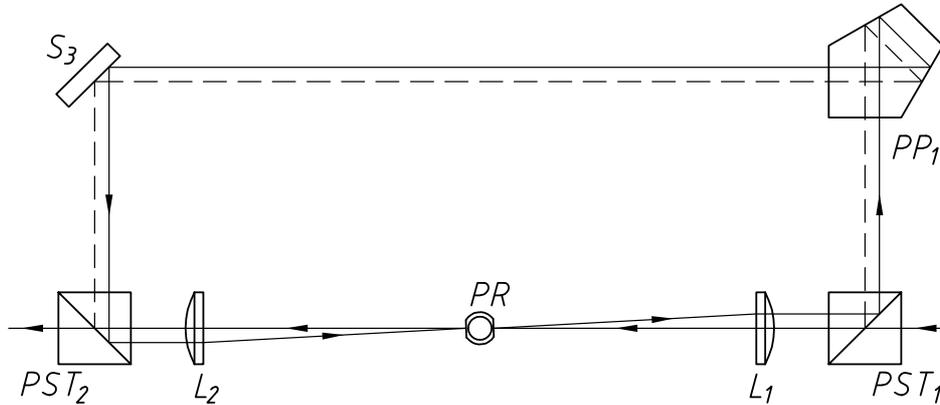


Abbildung 3.34: Wirkungsweise des Pentaprismas hinsichtlich einer Verdrehung der Probe.

3.8.2 Endgültiger Aufbau des Interferometers

Gegenüber dem schematischen Aufbau aus Abbildung 2.7 muss des Weiteren die Führung des Referenzstrahls geändert werden, um einerseits Platz für das Pyrometer zu schaffen und andererseits die Länge der beiden Strahlen anzupassen, da die Kohärenzlänge des verwendeten Helium-Neon Lasers nur einige Zentimeter beträgt. Außerdem wurde ein Spiegel im Verlauf des Referenzstrahls ebenfalls durch ein Pentaprisma ersetzt, um die Anzahl der Reflexionen im Verlauf dieses Strahls ebenfalls ungerade zu machen. Der endgültige interferometrische Aufbau ist in Abbildung 3.35 dargestellt. Abbildung 3.36 zeigt das Interferometer in Betrieb.

Die wichtigsten Daten der verwendeten Komponenten sind im Folgenden aufgelistet:

Laser: Ein Helium-Neon Laser mit einer Wellenlänge $\lambda_{\text{Laser}} = 632,8 \text{ nm}$ und einer Leistung von 10 mW im TEM_{00} Mode wurde verwendet. Die emittierte Strahlung ist linear polarisiert. Der Laser ist so montiert, dass die Polarisations Ebene des Strahls 45° gegen die Ebene des Interferometers geneigt ist.

Polarisierende Strahlteiler: Sie haben eine Kantenlänge von 20 mm und einen spektralen Durchlassbereich von 550 bis 700 nm. Bei der Wellenlänge $\lambda_0 = 633 \text{ nm}$ wird das Lösungsverhältnis mit 1000 : 1 spezifiziert. Die Strahlteiler sind so montiert, dass sie um alle Achsen gedreht werden können. Vier Flächen sind breitbandentspiegelt, zwei schwarz lackiert.

$\lambda/4$ -Plättchen: Sie bestehen aus Glimmer, haben einen freien Durchmesser von 20 mm und sind für den gesamten sichtbaren Spektralbereich (400 - 700 nm) geeignet und breitbandentspiegelt. Die $\lambda/4$ -Plättchen sind in Drehfassungen eingebaut.

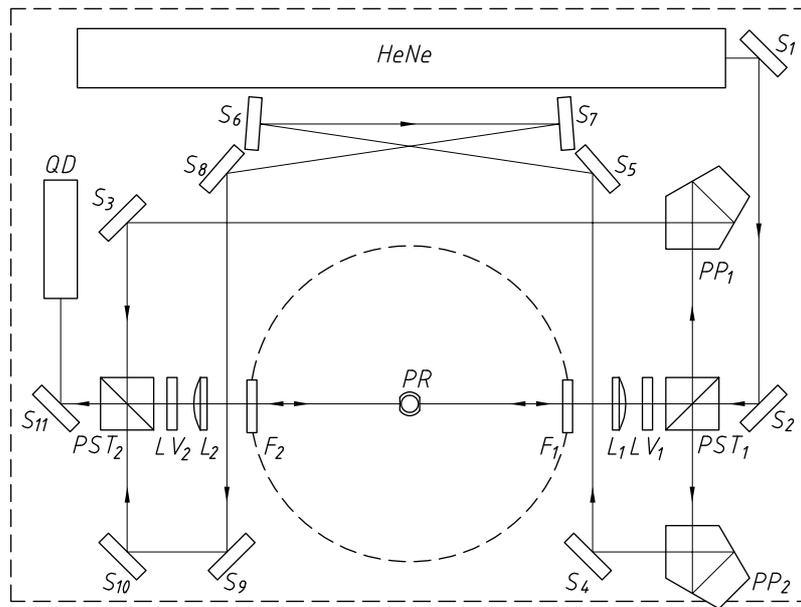


Abbildung 3.35: Schematische Darstellung des Interferometers. HeNe Helium-Neon Laser, PST_1 , PST_2 polarisierende Strahlteiler, S_1 - S_{11} Planspiegel, LV_1 , LV_2 $\lambda/4$ -Plättchen, QD Vier-Quadranten Detektor, L_1 , L_2 Plankonvexlinsen, PP Pentaprismen, PR Probe, F_1 , F_2 Fenster des Versuchsgefäßes, die gestrichelte Linie stellt die Grundplatte des Interferometers dar.

Plankonvexlinsen: Die Linsen bestehen aus BK7-Glas und sind breitbandentspiegelt. Eine Übersicht ihrer Daten ist in Tabelle 3.7 aufgelistet, die Bedeutung der einzelnen Größen ist Abbildung 3.37 zu entnehmen. Die Linsen sind in Zentrieraufnahmeplatten eingesetzt, welche auf einem Schienensystem verschiebbar sind, um den Laserstrahl exakt auf die Oberfläche der Probe zu fokussieren. Die ebenen Seiten der Linsen zeigen jeweils zur Probe.

Tabelle 3.7: Auflistung der Linsendaten.

$f_{633 \text{ nm}}$	152,02 mm
d_m	3,00 mm
d_r	2,20 mm
e'	1,98 mm
D	22,40 mm

Fenster: Die Fenster für das Interferometer haben einen Durchmesser von 25,4 mm, eine Dicke von 5 mm und sind breitbandentspiegelt. Die Planität wird mit $\lambda/4$ spezifiziert.

Pentaprismen: Die Pentaprismen haben eine Öffnung von 20×20 mm und sind breitbandentspiegelt. Die rückwärtigen Flächen sind geschwärzt, Grund- und Deckfläche sind matt. Die Pentaprismen sind auf verstellbaren Spiegelhaltern montiert.

Planspiegel: S_1 und S_3 - S_{10} haben einen Durchmesser von 22,2 mm und eine Dicke von 4 mm. S_2 und S_{11} sind oval mit den Abmessungen $22,4 \times 31,5$ mm und haben

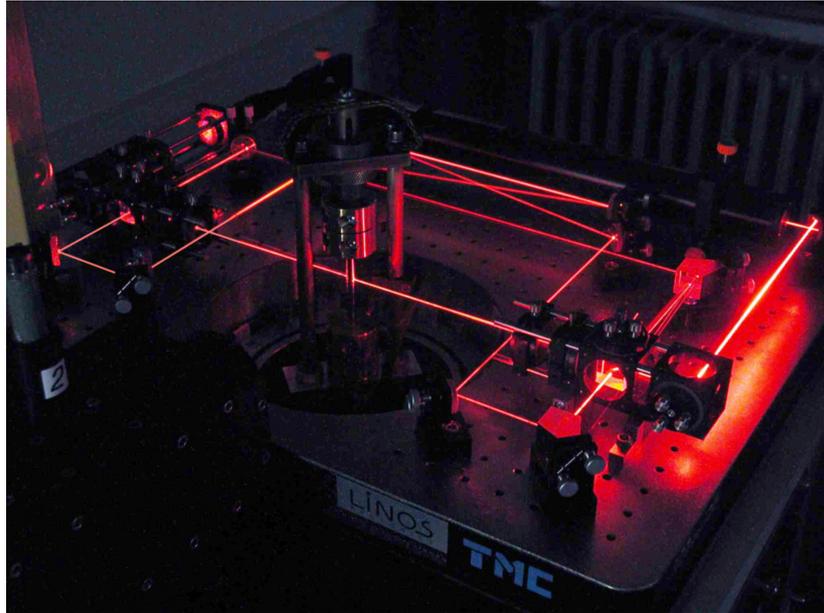


Abbildung 3.36: Bild des Interferometers in Betrieb. Das Oberteil der Versuchskammer wurde für diese Aufnahme abgenommen. Die Laserstrahlen wurden mit Hilfe von Rauch sichtbar gemacht.

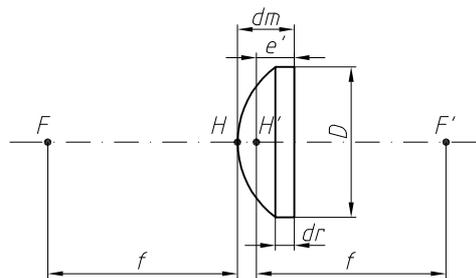


Abbildung 3.37: Plankonvexlinse: Geometrische Abmessungen. F , F' Brennpunkte, H , H' Hauptpunkte, f Brennweite, d_r Dicke des Randes, d_m maximale Dicke, e' Abstand von H' zur ebenen Fläche, D Durchmesser

eine Dicke von 3,5 mm. Die reflektierende Aluminiumschicht ist mit einer SiO_2 Schutzschicht überzogen. Die Planität wird mit $\lambda/10$ spezifiziert. Alle Spiegel sind auf verstellbaren Spiegelhaltern montiert.

Grundplatte: Der gesamte interferometrische Aufbau ist auf einem so genannten „Breadboard“ montiert. Dieses besteht im Wesentlichen aus zwei rostfreien Edelstahlplatten mit einer Dicke von je 3 mm, die durch eine Honigwabenstruktur aus Stahlblech miteinander verbunden sind. Die Dicke der Grundplatte beträgt 50 mm, die äußeren Abmessungen 450×600 mm. Um für das Versuchsgefäß Platz zu schaffen, ist ein Durchbruch mit einem Durchmesser von 230 mm vorhanden. Auf der oberen Seite ermöglicht ein Raster von M6 Gewinden im Abstand von 25 mm die Montage der optischen Bauteile. Um das Interferometer von Vibrationen zu entkoppeln, liegt die Grundplatte auf einer Moosgummiplatte mit einer

Stärke von 15 mm, welche ihrerseits auf dem Versuchstisch liegt.

Vier-Quadranten Detektor: Der Vier-Quadranten Detektor ist aus einigen Einzelkomponenten aufgebaut und wird im Absatz 3.8.3 beschrieben.

3.8.3 Vier-Quadranten Detektor

Um die Phasenverschiebung zwischen Messstrahl und Referenzstrahl zu bestimmen, wird ein Vier-Quadranten Detektor verwendet, dessen Anordnung in Abbildung 3.38 dargestellt ist.

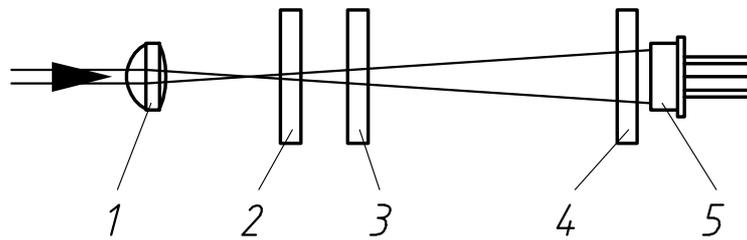


Abbildung 3.38: Schematische Darstellung des Vier-Quadranten Detektors. 1 Aufweioptik, 2 Interferenzfilter, 3 $\lambda/4$ -Plättchen, 4 Vier-Quadranten Analysator, 5 Vier-Quadranten Photodiode.

Um die beiden Strahlen aufzuweiten, wird eine Linse mit sehr kurzer Brennweite ($f = 10$ mm) verwendet. Der Ausgangsstrahl des Interferometers setzt sich aus dem horizontal polarisierten Messstrahl mit der elektrischen Feldstärkenamplitude E_M und der Phasenlage φ_M und dem vertikal polarisierten Referenzstrahl mit der Amplitude E_R und der Phasenlage φ_R zusammen. Zur Beschreibung der Funktion des Vier-Quadranten Detektors wird der JONES-Formalismus verwendet [45]. Dabei wird ein vollständig polarisierter Lichtstrahl als Vektor mit zwei komplexen Komponenten, welche der horizontalen beziehungsweise vertikalen Feldstärkenamplitude entsprechen, dargestellt. Polarisationsverändernde optische Bauteile sind durch Tensoren 2. Stufe beschrieben, die als 2×2 Matrizen angeschrieben werden. Der JONES Vektor \mathbf{E}_{Aus} des Ausgangsstrahls lautet:

$$\mathbf{E}_{\text{Aus}} = \begin{pmatrix} E_M e^{i\varphi_M} \\ E_R e^{i\varphi_R} \end{pmatrix} \quad (3.19)$$

Da die Polarisationsrichtungen der beiden Strahlen orthogonal zueinander stehen, ist keine Interferenz möglich. Die Intensität des Ausgangsstrahls ist unabhängig von der Phasenverschiebung zwischen den Strahlen. Das erste Element des Vier-Quadranten Detektors ist ein $\lambda/4$ -Plättchen, dessen Hauptachse unter 45° gegen die Grundplatte gedreht ist:

$$\begin{aligned}
\mathbf{E}_{\text{Aus},2} &= \mathbf{J}_{\lambda/4, 45^\circ} \mathbf{E}_{\text{Aus}} = \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 1 & i \\ i & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_M e^{i\varphi_M} \\ E_R e^{i\varphi_R} \end{pmatrix} \\
&= \begin{pmatrix} E_M e^{i\varphi_M} + iE_R e^{i\varphi_R} \\ iE_M e^{i\varphi_M} + E_R e^{i\varphi_R} \end{pmatrix} \\
&= \begin{pmatrix} E_M e^{i\varphi_M} + E_R e^{i(\varphi_R+\pi/2)} \\ E_M e^{i(\varphi_M+\pi/2)} + E_R e^{i\varphi_R} \end{pmatrix}
\end{aligned} \tag{3.20}$$

Danach ist der Vier-Quadranten Analysator angeordnet. Er besteht aus vier Polarisatoren, deren Achsen bei 0° , 45° , 90° und 135° ($= -45^\circ$) angeordnet sind. Die Anordnung des Vier-Quadranten Analysators ist in Abbildung 3.39 dargestellt.

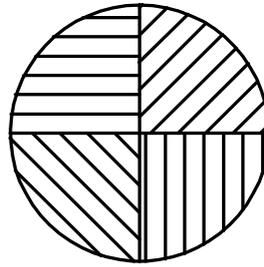


Abbildung 3.39: Anordnung der Polarisatoren des Vier-Quadranten Analysators.

Die JONES Matrizen der vier Sektoren lauten:

$$\begin{aligned}
\mathbf{J}_{0^\circ} &= \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{pmatrix}, & \mathbf{J}_{45^\circ} &= \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 1 & 1 \\ 1 & 1 \end{pmatrix}, \\
\mathbf{J}_{90^\circ} &= \begin{pmatrix} 0 & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix}, & \mathbf{J}_{-45^\circ} &= \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 1 & -1 \\ -1 & 1 \end{pmatrix}
\end{aligned} \tag{3.21}$$

Damit ergeben sich die JONES Vektoren der durch den Vier-Quadranten Detektor hindurchtretenden Strahlteile:

$$\begin{aligned}
\mathbf{E}_1 = \mathbf{J}_{0^\circ} \mathbf{E}_{\text{Aus},2} &= \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_M e^{i\varphi_M} + E_R e^{i(\varphi_R+\pi/2)} \\ E_M e^{i(\varphi_M+\pi/2)} + E_R e^{i\varphi_R} \end{pmatrix} \\
&= \begin{pmatrix} E_M e^{i\varphi_M} + E_R e^{i(\varphi_R+\pi/2)} \\ 0 \end{pmatrix}
\end{aligned} \tag{3.22a}$$

$$\begin{aligned}
\mathbf{E}_2 = \mathbf{J}_{45^\circ} \mathbf{E}_{\text{Aus},2} &= \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 1 & 1 \\ 1 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_M e^{i\varphi_M} + E_R e^{i(\varphi_R+\pi/2)} \\ E_M e^{i(\varphi_M+\pi/2)} + E_R e^{i\varphi_R} \end{pmatrix} \\
&= \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} E_M e^{i(\varphi_M+\pi/4)} + E_R e^{i(\varphi_R+\pi/4)} \\ E_M e^{i(\varphi_M+\pi/4)} + E_R e^{i(\varphi_R+\pi/4)} \end{pmatrix}
\end{aligned} \tag{3.22b}$$

$$\begin{aligned} \mathbf{E}_3 = \mathbf{J}_{90^\circ} \mathbf{E}_{\text{Aus},2} &= \begin{pmatrix} 0 & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_M e^{i\varphi_M} + E_R e^{i(\varphi_R + \pi/2)} \\ E_M e^{i(\varphi_M + \pi/2)} + E_R e^{i\varphi_R} \end{pmatrix} \\ &= \begin{pmatrix} 0 \\ E_M e^{i(\varphi_M + \pi/2)} + E_R e^{i\varphi_R} \end{pmatrix} \quad (3.22c) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \mathbf{E}_4 = \mathbf{J}_{-45^\circ} \mathbf{E}_{\text{Aus},2} &= \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 1 & -1 \\ -1 & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_M e^{i\varphi_M} + E_R e^{i(\varphi_R + \pi/2)} \\ E_M e^{i(\varphi_M + \pi/2)} + E_R e^{i\varphi_R} \end{pmatrix} \\ &= \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} -E_M e^{i(\varphi_M - \pi/4)} + E_R e^{i(\varphi_R - \pi/4)} \\ E_M e^{i(\varphi_M - \pi/4)} - E_R e^{i(\varphi_R - \pi/4)} \end{pmatrix} \quad (3.22d) \end{aligned}$$

Um aus den Jones Vektoren dieser vier Strahlteile die Intensitäten zu erhalten, sind sie jeweils mit den zugehörigen transponiert komplexen Zeilenvektoren zu überschieben:

$$I_1 = \mathbf{E}_1^\dagger \mathbf{E}_1 \quad (3.23a)$$

$$I_2 = \mathbf{E}_2^\dagger \mathbf{E}_2 \quad (3.23b)$$

$$I_3 = \mathbf{E}_3^\dagger \mathbf{E}_3 \quad (3.23c)$$

$$I_4 = \mathbf{E}_4^\dagger \mathbf{E}_4 \quad (3.23d)$$

Für \mathbf{E}_1^\dagger bis \mathbf{E}_4^\dagger gilt:

$$\mathbf{E}_1^\dagger = (E_M e^{-i\varphi_M} + E_R e^{-i(\varphi_R + \pi/2)}, 0) \quad (3.24a)$$

$$\mathbf{E}_2^\dagger = \frac{1}{\sqrt{2}} (E_M e^{-i(\varphi_M + \pi/4)} + E_R e^{-i(\varphi_R + \pi/4)}, E_M e^{-i(\varphi_M + \pi/4)} + E_R e^{-i(\varphi_R + \pi/4)}) \quad (3.24b)$$

$$\mathbf{E}_3^\dagger = (0, E_M e^{-i(\varphi_M + \pi/2)} + E_R e^{-i\varphi_R}) \quad (3.24c)$$

$$\mathbf{E}_4^\dagger = \frac{1}{\sqrt{2}} (-E_M e^{-i(\varphi_M - \pi/4)} + E_R e^{-i(\varphi_R - \pi/4)}, E_M e^{-i(\varphi_M - \pi/4)} - E_R e^{-i(\varphi_R - \pi/4)}) \quad (3.24d)$$

Nach einiger Zwischenrechnung ergeben sich aus den Gleichungen (3.23) die Intensitäten I_1 bis I_4 :

$$I_1 = E_M^2 + E_R^2 + 2E_M E_R \sin \Delta\varphi \quad (3.25a)$$

$$I_2 = E_M^2 + E_R^2 + 2E_M E_R \cos \Delta\varphi \quad (3.25b)$$

$$I_3 = E_M^2 + E_R^2 - 2E_M E_R \sin \Delta\varphi \quad (3.25c)$$

$$I_4 = E_M^2 + E_R^2 - 2E_M E_R \cos \Delta\varphi \quad (3.25d)$$

mit der Phasenverschiebung $\Delta\varphi$:

$$\Delta\varphi = \varphi_M - \varphi_R \quad (3.26)$$

Aus den Gleichungen (3.25) folgt, dass maximale Auslöschung beziehungsweise maximale konstruktive Interferenz nur möglich ist, wenn $E_M = E_R$, das heißt wenn Messstrahl und Referenzstrahl gleich stark sind. Weiters sei hier angemerkt, dass ein eventuell vorhandener, zufällig polarisierter Lichtanteil ebenfalls den Kontrast verschlechtert.

Die Ausgangsspannungen der Vier-Quadranten Fotodiode sind proportional zur Intensität des einfallendes Lichts.

$$U \sim I \quad (3.27)$$

Der Proportionalitätsfaktor k sei für alle vier Fotodioden der gleiche, dann gilt für die Ausgangsspannungen U_1 bis U_4 :

$$U_1 = k [E_M^2 + E_R^2 + 2E_M E_R \sin \Delta\varphi] \quad (3.28a)$$

$$U_2 = k [E_M^2 + E_R^2 + 2E_M E_R \cos \Delta\varphi] \quad (3.28b)$$

$$U_3 = k [E_M^2 + E_R^2 - 2E_M E_R \sin \Delta\varphi] \quad (3.28c)$$

$$U_4 = k [E_M^2 + E_R^2 - 2E_M E_R \cos \Delta\varphi] \quad (3.28d)$$

Um aus diesen vier Spannungen wieder die Phasenverschiebung φ zu erhalten, wird die Differenz zwischen den Ausgangsspannungen der jeweils diagonal gegenüberliegenden Fotodioden gebildet:

$$U_1 - U_3 = 4k E_M E_R \sin \Delta\varphi \quad (3.29a)$$

$$U_2 - U_4 = 4k E_M E_R \cos \Delta\varphi \quad (3.29b)$$

Die Division von Gleichung (3.29a) durch Gleichung (3.29b) ergibt:

$$\frac{U_1 - U_3}{U_2 - U_4} = \frac{4k E_M E_R \sin \Delta\varphi}{4k E_M E_R \cos \Delta\varphi} = \frac{\sin \Delta\varphi}{\cos \Delta\varphi} = \tan \Delta\varphi \quad (3.30)$$

Eine Umkehrung von Gleichung (3.30) zu Berechnung von $\Delta\varphi$ ist nicht eindeutig. Die Arkustangensfunktion liefert für $\Delta\varphi$ immer nur Werte zwischen $-\pi/2$ und $+\pi/2$. Um mehr Information über $\Delta\varphi$ zu erhalten, muss eine Fallunterscheidung gemacht werden:

$$(U_1 - U_3 \geq 0) \cap (U_2 - U_4 > 0) \Leftrightarrow \text{1. Quadrant} \Rightarrow \Delta\varphi = \arctan \frac{U_1 - U_3}{U_2 - U_4} \quad (3.31a)$$

$$(U_1 - U_3 \geq 0) \cap (U_2 - U_4 < 0) \Leftrightarrow \text{2. Quadrant} \Rightarrow \Delta\varphi = \arctan \frac{U_1 - U_3}{U_2 - U_4} + \pi \quad (3.31b)$$

$$(U_1 - U_3 < 0) \cap (U_2 - U_4 < 0) \Leftrightarrow \text{3. Quadrant} \Rightarrow \Delta\varphi = \arctan \frac{U_1 - U_3}{U_2 - U_4} - \pi \quad (3.31c)$$

$$(U_1 - U_3 < 0) \cap (U_2 - U_4 > 0) \Leftrightarrow \text{4. Quadrant} \Rightarrow \Delta\varphi = \arctan \frac{U_1 - U_3}{U_2 - U_4} \quad (3.31d)$$

$$(U_1 - U_3 > 0) \cap (U_2 - U_4 = 0) \Rightarrow \Delta\varphi = \frac{\pi}{2} \quad (3.31e)$$

$$(U_1 - U_3 < 0) \cap (U_2 - U_4 = 0) \Rightarrow \Delta\varphi = -\frac{\pi}{2} \quad (3.31f)$$

Damit ergeben sich für die Phasenverschiebung $\Delta\varphi$ Werte, die zwischen $-\pi$ und π liegen. In der praktischen Umsetzung ist es meist nicht nötig, die Fallunterscheidung laut der in den Gleichungen (3.31) beschriebenen Form im Auswertalgorithmus zu implementieren, da die meisten Compiler eine $\text{atan2}(x, y)$ -Funktion enthalten, die mit zwei Argumenten einen Winkel im Bereich zwischen $-\pi$ und π ausgibt. Da sich die Phasenverschiebung der beiden Strahlen im Laufe eines Experiments aber um ein Vielfaches von 2π ändert, wird $\Delta\varphi(t)$ nach der Berechnung aus (3.31) beziehungsweise mit der atan2 -Funktion eine sägezahnförmige Funktion der Zeit sein. Um aus dieser unstetigen Funktion eine glatte Kurve zu erhalten, können so genannte Phasen-Entfaltungsalgorithmen (engl. *phase unwrapping*) angewendet werden.

Im Folgenden sind Daten der einzelnen Komponenten des Vier-Quadranten Detektors angeführt.

$\lambda/4$ -Plättchen: Das verwendete $\lambda/4$ -Plättchen ist zu denen, die im Interferometer eingebaut wurden, identisch.

Interferenzfilter: Das Interferenzfilter dient zur Reduktion der thermischen Strahlung, die auf den Detektor fällt. Das Transmissionsmaximum liegt bei 633 nm, die Halbwertsbreite beträgt 12,5 nm. Das Interferenzfilter ist in eine Fassung mit 25,5 mm Durchmesser eingebaut. Die spiegelnde Fläche ist zum einfallenden Strahl hin orientiert.

Aufweiteoptik: Als Aufweiteoptik dient eine Bikonvexlinse aus BK7-Glas mit einer Brennweite von 10 mm. Die Linse ist gefasst, der freie Durchmesser beträgt 5 mm. Die Fläche mit der stärkeren Krümmung ist zum einfallenden Strahl orientiert.

Vier-Quadranten Analysator: Der Vier-Quadranten Analysator besteht aus vier Stücken Polarisationsfolie, die unter einem Mikroskop auf die Vier-Quadranten Fotodiode geklebt wurden. Alle vier Segmente wurden aus dem selben Stück Folie herausgeschnitten.

Vier-Quadranten Fotodiode: Die Vier-Quadranten Fotodiode ist zusammen mit einem Verstärker in einem Gehäuse untergebracht und wird von einem Netzteil elektrisch versorgt. Die einzelnen Quadranten haben eine Fläche von jeweils $1,6 \text{ mm}^2$. Die Anstiegszeit wird vom Hersteller (Firma LINOS PHOTONICS) mit $3,3 \mu\text{s}$ spezifiziert.

Abschätzung der benötigten Abtastrate

Um eine richtige Auswertung der Interferometersignale zu gewährleisten ist es nötig, diese mit einer ausreichend hohen Rate abzutasten. Laut der GRÜNEISEN Regel ist bei fcc-Metallen eine Volumsausdehnung von etwa 7 % zwischen 0 K und dem Schmelzpunkt zu erwarten. Dem entspricht eine lineare Ausdehnung um etwa 2 % zwischen Raumtemperatur und dem Schmelzpunkt. Haben nun die beiden Messflächen auf der Probe einen Abstand von 10 mm, so ergibt sich eine absolute lineare Ausdehnung um $\Delta l = 0,2 \text{ mm}$. Die Anzahl der Interferenzstreifen n ergibt sich aus folgender Beziehung

$$n = \frac{2\Delta l}{\lambda_{\text{Laser}}} \quad (3.32)$$

zu $n = 632$. Nachdem der Versuch etwa 0,5 s dauern soll, ergibt sich eine Frequenz von 1264 Hz für die Interferometersignale. Um den aus Gleichung (3.31) erhaltenen Phasenverlauf, der im Allgemeinen die Form einer Sägezahnkurve hat, eindeutig entfalten zu können, sind innerhalb eines Interferenzstreifens mindestens drei Messpunkte notwendig. Damit ergibt sich eine Abtastfrequenz von 3792 Hz. Es ist jedoch während der Phasenumwandlung mit einer sprunghaften Ausdehnung oder Kontraktion zu rechnen, weshalb die tatsächliche Abtastfrequenz um einen Faktor 5 größer (20 kHz) gewählt wurde.

3.9 Messung und Steuerung

Die Aufnahme der Messwerte sowie die Steuerung bzw. Regelung des Versuchsablaufs erfolgt über PC's, die mit Mess- und Steuerkarten ausgerüstet sind. Um eine Beeinflussung der Programmabläufe für Messung und Regelung zu verhindern, wird jeweils ein PC für Steuerung und Messung verwendet.

Die Mess- und Steuerkarte sind hardwaremäßig im PC-Gehäuse untergebracht und mittels 16-bit ISA Slots mit dem PC verbunden.

Die Messkarte beinhaltet acht differentielle analoge Eingänge, welche mit einem Multiplexer nacheinander abgetastet werden. Um eine gleichzeitige Abtastung aller Eingangsspannungen zu gewährleisten, ist daher eine *sample-and-hold* Stufe nötig, die zu einem spezifizierten Zeitpunkt (Messung) den Zustand aller Signale „einfriert“ und bis zur nächsten Messung der Messkarte zur Verfügung stellt. Auf dem *sample-and-hold* Baustein sind außerdem acht Instrumentenverstärker integriert, mit denen Verstärkungen zwischen 1 und 800 erreicht werden können. Alle Eingänge der *sample-and-hold* Stufe sind als Differenzeingänge ausgeführt. Die wichtigsten Daten des Mess- und Steuersystems sind aus Tabelle 3.8 zu ersehen. Im Zuge dieser Arbeit wurde die 100 kHz Messkarte gegen eine 200 kHz Karte getauscht. Die Abtastung aller Messwerte erfolgte mit einer Abtastfrequenz von 20 kHz.

Ein Digital-Ausgang der Steuerkarte ist an den Trigger-Eingang der Messkarte angeschlossen.

Um das Signalrauschen zu vermindern, wurde vor der *sample-and-hold* Stufe ein *anti-aliasing* Filter eingebaut. Dieser besteht pro Kanal aus je zwei Tiefpassfiltern erster Ordnung. Für die vier Interferometersignale war kein Filter notwendig, beim Spannungssignal ist das Filter mit einem Spannungsteiler kombiniert. Ein Schaltbild des *anti-aliasing* Filters ist in Abbildung 3.40 dargestellt.

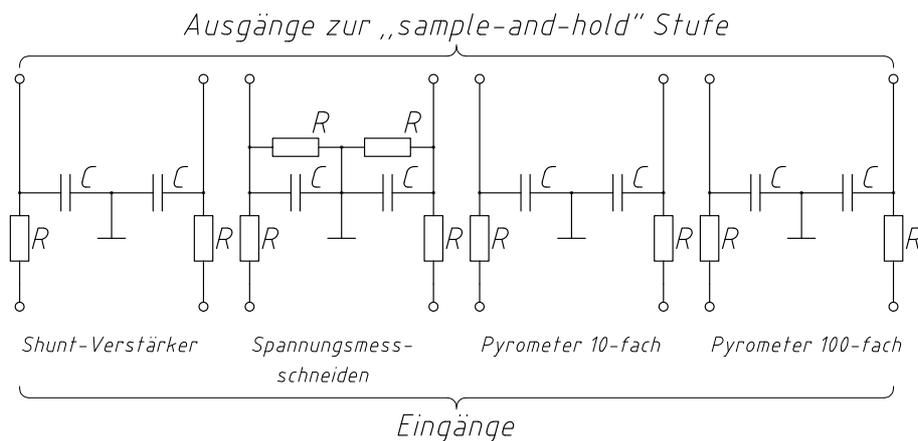


Abbildung 3.40: *anti-aliasing* Filter. C keramische Kondensatoren, R Präzisionswiderstände.

Alle Widerstände haben einen Wert $R = 1 \text{ k}\Omega$, die Kondensatoren $C = 100 \text{ nF}$.

Die *sample-and-hold* Stufe ist zusammen mit den *anti-aliasing* Filtern in einem Metallgehäuse untergebracht (siehe Abbildung 3.41). Die Messleitungen für Strom und

Spannung sind als abgeschirmte *twisted pair*-Leitungen ausgeführt, die restlichen Messleitungen (Pyrometer, Vier-Quadranten Detektor) und die Leitung für das Triggersignal als Koaxialleitungen mit einem Wellenwiderstand von 50Ω . Die *twisted pair*-Leitungen sind beidseitig mit zweipoligen Steckern der Firma LEMO, Serie 0B versehen, die Koaxialleitungen sind mit BNC-Steckern ausgestattet. Die Messdatenaufbereitungseinheit ist über eine vielpolige abgeschirmte Leitung (Type SH6850 von NATIONAL INSTRUMENTS) mit der Messkarte verbunden.



Abbildung 3.41: Messdatenaufbereitungseinheit. 1 anti-aliasing Filter, 2 sample-and-hold Stufe, im unteren Bereich sind die Anschlussbuchsen für die Messleitungen (v.l.n.r.: Strom, Spannung, Pyrometer, Vier-Quadranten Detektor) und die Triggerleitung (ganz rechts) zu erkennen.

Tabelle 3.8: Einige Daten des Mess- und Steuersystems.

PC für Messung und Steuerung: (2 Stück)	
Hersteller:	GATEWAY
Type:	GP6-350
Prozessor:	INTEL Pentium II, 350 MHz
RAM:	64 MB
Festplattenspeicher:	6 GB
Betriebssystem:	MICROSOFT Windows 98
Software:	
Hersteller:	NATIONAL INSTRUMENTS
Bezeichnung/Version:	LabWindows/CVI 5.0
Messkarte: (alt)	
Hersteller:	NATIONAL INSTRUMENTS
Type:	AT-AI-16XE-10
Ein-/Ausgänge:	8 differentielle analoge Eingänge, ein digitaler Triggereingang, ein analoger Triggereingang
Auflösung:	16 bit
maximale Abtastrate:	100 kHz
Messbereiche:	7 Bereiche von $\pm 0,1$ V bis $\pm 10,0$ V, programmierbar
Messkarte: (neu)	
Hersteller:	NATIONAL INSTRUMENTS
Type:	PCI-6034E
Ein-/Ausgänge:	8 differentielle analoge Eingänge, ein digitaler Triggereingang
Auflösung:	16 bit
maximale Abtastrate:	200 kHz
Messbereiche:	4 Bereiche von $\pm 0,05$ V bis $\pm 10,0$ V, programmierbar
Steuerkarte:	
Hersteller:	NATIONAL INSTRUMENTS
Type:	AT-MIO-16E-2
Ein-/Ausgänge:	8 differentielle analoge Eingänge, 2 analoge Ausgänge, 8 digitale Ein-/Ausgänge, programmierbar, ein digitaler Triggereingang, ein analoger Triggereingang
Auflösung:	12 bit (Ein-/Ausgang)
maximale Abtastrate:	500 kHz (Eingänge)
maximale „Refreshrate“:	> 600 kHz (1 Ausgang benützt) > 300 kHz (2 Ausgänge benützt)
Messbereiche:	8 Bereiche von ± 50 mV bis $\pm 10,0$ V, programmierbar
Ausgangsspannungsbereich:	± 10 V
Sample-and-Hold Einheit:	
Hersteller:	NATIONAL INSTRUMENTS
Type:	SC-2040
Ein-/Ausgänge:	8 differentielle Eingänge
Verstärkung:	1, 10, 100, 200, 300, 500, 600, 700, 800, mittels DIP-Schalter am Board wählbar

3.10 Proben

Zur Messung thermophysikalischer Daten von Metallen mittels eines Puls kalorimeters sind, je nach Bedarf, verschiedene Probengeometrien geeignet. Um eine konstante Leistungsdichte zu erreichen haben alle Proben eine über die gesamte Länge konstante Querschnittsfläche.

3.10.1 Zylindrische Proben

Diese relativ einfache Probengeometrie eignet sich zur Messung elektrischer Größen, und somit zur Bestimmung des spezifischen elektrischen Widerstands ρ_{el} als Funktion der spezifischen Enthalpie h . An zylindrischen Methoden kann nur die Strahlungstemperatur $T_s(\lambda)$ gemessen werden, aus der sich unter Zuhilfenahme von Gleichung (2.12) und der Annahme eines spektralen Emissionsgrads $\varepsilon(\lambda, T)$ die wahre Temperatur T berechnen lässt. Die erhaltene Temperatur T darf allerdings nur als Richtwert betrachtet werden.

Durch Interpolation von $\rho_{\text{el}}(h)$ bei $h = 0$ ist auch eine genaue Bestimmung des spezifischen elektrischen Widerstands ρ_{el} beziehungsweise der spezifischen elektrischen Leitfähigkeit σ bei Raumtemperatur möglich. Vor allem bei magnetischen Werkstoffen ist diese Möglichkeit von Bedeutung, da hier die Leitfähigkeit nicht mittels Wirbelstrommethoden gemessen werden kann.

In dieser Arbeit wurden zylindrische Proben hauptsächlich für Vorversuche verwendet, um bei Materialien mit unbekanntem Eigenschaften geeignete Versuchsparameter zu ermitteln. Anhand der erhaltenen Erkenntnisse konnten dann röhrenförmige Proben mit passendem Querschnitt gefertigt werden, sowie der Entladekreis mit einem entsprechenden Strombegrenzungswiderstand beschaltet werden. Zudem wurden bei den Vorversuchen Erfahrungen über das Abdampfen des untersuchten Materials gewonnen, um die folgenden Versuchsserien dann je nach Bedarf im Vakuum oder unter Schutzgas durchzuführen.

Die zylindrischen Proben hatten meist einen Durchmesser von 4 mm und eine Länge von 75 mm. In der Mitte waren im Abstand von etwa 35 mm zwei Kerben eingearbeitet, welche die Position der Spannungsmessschneiden markierten. Die Kerben wurden mittels eines Flachmeißels eingeschlagen²² und deren Abstand mit einer speziellen Messvorrichtung gemessen.

3.10.2 Folienstreifen

Die Folienstreifen dienen dazu, das Pyrometer *in situ* zu testen. Mittels eines Metalls, dessen Strahlungstemperatur am Schmelzpunkt genau bekannt ist, kann ein Schnelltest durchgeführt werden. Es wurden Folienstreifen mit verschiedenen geometrischen Abmessungen verwendet.

²²Bei harten, spröden Werkstoffen muss dabei mit höchster Vorsicht vorgegangen werden, um ein Zersplittern der Probe zu vermeiden.

3.10.3 Röhrenförmige Proben

Die Röhrengometrie wurde für alle Messungen verwendet, bei denen unter anderem auch eine wahre Temperatur gemessen werden sollte. Es wurden Röhren mit Außendurchmesser zwischen 5,0 und 10,3 mm und Längen im Bereich zwischen 50 und 75 mm verwendet. Die Wandstärken lagen zwischen 0,5 und 1,15 mm.

Zur Approximation eines Schwarzkörpers wurde in der Mitte der Probe eine rechteckige Öffnung eingearbeitet.²³ Nach [9] ist der spektrale Emissionsgrad maximal, wenn diese Öffnung einen Winkelversatz von etwa 10 bis 15° gegenüber der Beobachtungsrichtung hat.

Um die Verringerung des Querschnitts an der Stelle der Öffnung zu kompensieren musste im restlichen Bereich der Probe ein wenig Material abgetragen werden. Eine detaillierte Betrachtung dieser Maßnahme findet sich unter Kapitel A. Eine Probe, wie sie für die Messungen an γ -Titanaluminid verwendet wurde, ist in Abbildung 3.42 dargestellt.

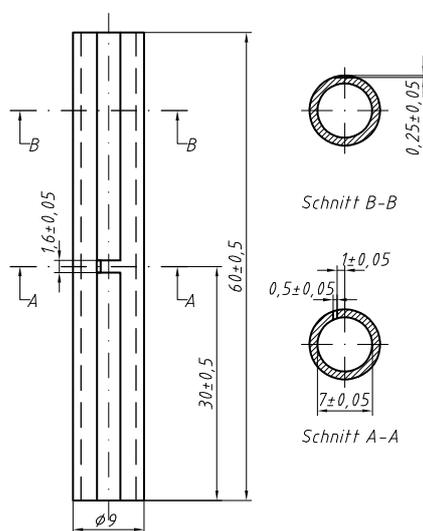


Abbildung 3.42: Konstruktionszeichnung der Proben.

Die Proben für die Ausdehnungsmessungen waren zusätzlich an zwei gegenüberliegende Flächen abgefräst und feinst poliert.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden auch Proben verwendet, die anstatt der rechteckigen Öffnung über die gesamte Länge geschlitzt wurden. Der Vorteil dieser Geometrie ist, dass die Fertigung relativ einfach ist. Leider wurde festgestellt, dass die geschlitzten Proben durch die hohen Stromkräfte komprimiert wurden, so dass sich die Öffnung während der Messung fast vollständig verschloss.

3.10.4 Komparator

Der Abstand der Kerben definiert die Messlänge l_{eff} und damit die effektive Masse m_{eff} der Probe. Es ist daher notwendig, diesen Abstand so genau wie möglich zu messen.

²³Dieser Bearbeitungsschritt ist nur mittels Funkenerosion möglich. Alle anderen Fertigungsschritte können spanend durchgeführt werden.

Dazu wurde ein spezieller Komparator gebaut, der in Abbildung 3.43 dargestellt ist.

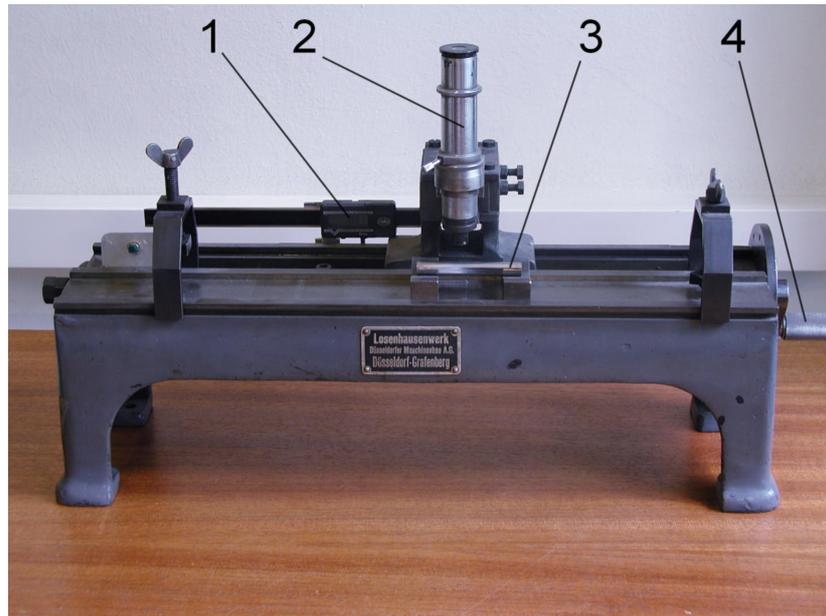


Abbildung 3.43: Komparator zum Messen des Abstands der Kerben. 1 Digitaler Messschieber, 2 Mikroskop, 3 Probe, 4 Handkurbel für Antriebsspindel.

Ein Mikroskop mit etwa 25 facher Vergrößerung und eingebautem Fadenkreuz ist auf einem Schlitten montiert, der mittels einer Gewindespindel bewegt werden kann. Die Kerben auf der Probe können mit dem Mikroskop anvisiert werden. Durch Verfahren des Schlittens wird der Abstand der Kerben vermessen. Die Wegmessung erfolgt dabei mittels eines speziell adaptierten digitalen Messschiebers mit einer Auflösung von 0,01 mm.

3.11 Sonstige Hilfsmittel

3.11.1 Längenmessmittel

Die Gesamtlängen der Proben wurden mit einem digitalen Messschieber der Marke HELIOS mit einer Auflösung von 0,01 mm und einer Genauigkeit von 0,02 mm durchgeführt. Die Messung von Längen im Bereich von 1 bis 25 mm erfolgte mit einer Bügelmessschraube der Marke HELIOS mit einer Auflösung von 0,01 mm und einer Genauigkeit von 0,01 mm.

3.11.2 Bestimmung der Masse

Zur Wägung der Proben wurde eine Waage mit digitaler Anzeige der Firma SARTORIUS, Type AC 200 S mit einer Auflösung von 0,1 mg benützt. Die Waage ist kalibriert und trägt die Kalibriernummer 7092 DKD-K-10502 99-12.

3.11.3 Bestimmung der Dichte

Zur Bestimmung der Dichte diente eine archimedische Waage der Firma SARTORIUS, Type AC 210 S mit Dichtezusatz YDK 01. Die archimedische Waage erreicht laut Kalibrierschein Nr. 70901 DKD-K-10502 99-12 eine Genauigkeit von 0,1 %.

Kapitel 4

Messungen

4.1 Kalibration der Wolframbandlampen

Die Kalibration der Wolframbandlampen erfolgte am Institut für Kernenergetik und Energiesysteme (IKE) in Stuttgart nach Richtlinien des DKD¹.

Beide Lampen wurden bei 651 nm und 902 nm kalibriert. Der Pluspol der Stromversorgung lag dabei an der Gewindehülse. Das verwendete Linearpyrometer LP2-80-16 erfasste einen Raumwinkel von 0,002 sr, der Durchmesser des Messflecks betrug 0,8 mm. Das Wolframband wurde senkrecht an einem Lot ausgerichtet. Die Flächennormale des Bands war gegenüber der Messrichtung um 6° nach rechts (von oben betrachtet) verdreht, um Mehrfachreflexionen zwischen Band und der Optik des Pyrometers zu vermeiden. Diese Richtung wurde markiert, indem ein Laserstrahl an Stelle des Pyrometers platziert wurde, so dass der Strahl zwischen dem Wolframband und dem Zeiger durchzielte. Dort wo der Laserstrahl auf die Rückseite des Glaskolbens traf, wurde mit weißer Farbe ein Punkt aufgebracht.

Der Messfleck des Pyrometers befand sich während der Kalibration in der Mitte des Bands an der durch den Zeiger indizierten Stelle. Die Messergebnisse der Kalibration sind in Tabelle 4.1 und 4.2 angeführt.

Nach dem die in dieser Arbeit verwendeten Pyrometer einen wesentlich höheren Raumwinkel erfassen (etwa 0,07 sr), wurde im Zuge der Kalibration auch die Abhängigkeit der emittierten Strahldichte vom horizontalen Winkel bestimmt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4.3 aufgelistet und in den Abbildungen 4.1 und 4.2 dargestellt. Zum Vergleich sind die Öffnungswinkel des Kalibriernormals und des Hochgeschwindigkeitspyrometers eingezeichnet.

¹Deutscher Kalibrierdienst.

Tabelle 4.1: Kalibration der evakuierten Wolframbandlampe 21/V (P253C). (Quelle: Kalbrierschein Nr. 038 DKD-K-13501 99-06).

I_L A	$T_{S,651}$ K	$\Delta T_{S,651}$ K	$T_{S,902}$ K	$\Delta T_{S,902}$ K
3,50000	1052,96	1,70	1030,30	2,80
3,99999	1162,07	1,20	1133,32	2,60
4,50000	1248,71	1,10	1215,05	2,60
5,00026	1322,27	1,20	1284,04	2,70
5,50000	1388,12	1,30	1345,61	2,60
6,00000	1448,75	1,30	1402,07	2,70
6,50000	1505,49	1,40	1454,82	2,70
7,00000	1559,59	1,50	1504,82	2,70
7,49987	1611,48	1,60	1552,44	2,70
8,00000	1661,74	1,80	1598,71	2,90
8,49996	1710,54	2,00	1643,52	2,90
8,99998	1758,11	2,10	1687,13	2,90
9,49996	1804,60	2,20	1729,58	3,10

I_L	Lampenstrom
$T_{S,651}$	Strahlungstemperatur bei 651 nm
$\Delta T_{S,651}$	erweiterte Messunsicherheit von $T_{S,651}$
$T_{S,902}$	Strahlungstemperatur bei 902 nm
$\Delta T_{S,902}$	erweiterte Messunsicherheit von $T_{S,902}$

Tabelle 4.2: Kalibration der gasgefüllten Wolframbandlampe 21/G (P252C). (Quelle: Kalbrierschein Nr. 039 DKD-K-13501 99-06).

I_L A	$T_{S,651}$ K	$\Delta T_{S,651}$ K	$T_{S,902}$ K	$\Delta T_{S,902}$ K
10,49997	1750,22	2,80	1679,81	3,70
11,00009	1805,92	2,90	1730,79	3,90
12,00003	1910,58	3,10	1826,20	3,90
12,99999	2008,65	3,30	1915,08	4,10
14,00001	2101,39	3,50	1998,86	4,20
15,00000	2190,48	3,70	2078,71	4,40
15,99999	2275,92	3,90	2155,33	4,60
17,00000	2358,71	4,20	2228,83	4,60
18,00003	2438,39	4,40	2299,93	4,70
19,00007	2515,64	4,60	2368,17	4,90
20,00002	2589,97	4,70	2433,92	5,10

I_L	Lampenstrom
$T_{S,651}$	Strahlungstemperatur bei 651 nm
$\Delta T_{S,651}$	erweiterte Messunsicherheit von $T_{S,651}$
$T_{S,902}$	Strahlungstemperatur bei 902 nm
$\Delta T_{S,902}$	erweiterte Messunsicherheit von $T_{S,902}$

Tabelle 4.3: Winkelabhängigkeit des Fotostroms und der Strahlungstemperatur. (Quelle: Anlage zu den Kalbrierscheinen Nr. 038 und 039 DKD-K-13501 99-06).

α °	21/V (P253C)		21/G (P252C)	
	$I_{\text{Ph},651}$ A	$T_{\text{S},651}$ K	$I_{\text{Ph},651}$ A	$T_{\text{S},651}$ K
-14	$1,2032 \cdot 10^{-10}$	1804,16	$3,845 \cdot 10^{-11}$	1468,61
-12	$1,2020 \cdot 10^{-10}$	1804,01	$3,879 \cdot 10^{-11}$	1469,47
-10	$1,2033 \cdot 10^{-10}$	1804,17	$3,884 \cdot 10^{-11}$	1469,59
-8	$1,2028 \cdot 10^{-10}$	1804,11	$3,894 \cdot 10^{-11}$	1469,84
-6	$1,2028 \cdot 10^{-10}$	1804,11	$3,901 \cdot 10^{-11}$	1470,02
-4	$1,2028 \cdot 10^{-10}$	1804,11	$3,902 \cdot 10^{-11}$	1470,05
-2	$1,2034 \cdot 10^{-10}$	1804,18	$3,896 \cdot 10^{-11}$	1469,89
0	$1,2041 \cdot 10^{-10}$	1804,27	$3,894 \cdot 10^{-11}$	1469,84
2	$1,2045 \cdot 10^{-10}$	1804,32	$3,895 \cdot 10^{-11}$	1469,87
4	$1,2084 \cdot 10^{-10}$	1804,80	$3,898 \cdot 10^{-11}$	1469,95
6	$1,2079 \cdot 10^{-10}$	1804,73	$3,894 \cdot 10^{-11}$	1469,84
8	$1,2039 \cdot 10^{-10}$	1804,25	$3,898 \cdot 10^{-11}$	1469,95
10	$1,2019 \cdot 10^{-10}$	1804,00	$3,893 \cdot 10^{-11}$	1469,82
12	$1,2028 \cdot 10^{-10}$	1804,11	$3,892 \cdot 10^{-11}$	1469,79
14	$1,2039 \cdot 10^{-10}$	1804,25	$3,891 \cdot 10^{-11}$	1469,77

α Winkel
 $I_{\text{Ph},651}$ Fotostrom bei 651 nm
 $T_{\text{S},651}$ Strahlungstemperatur bei 651 nm

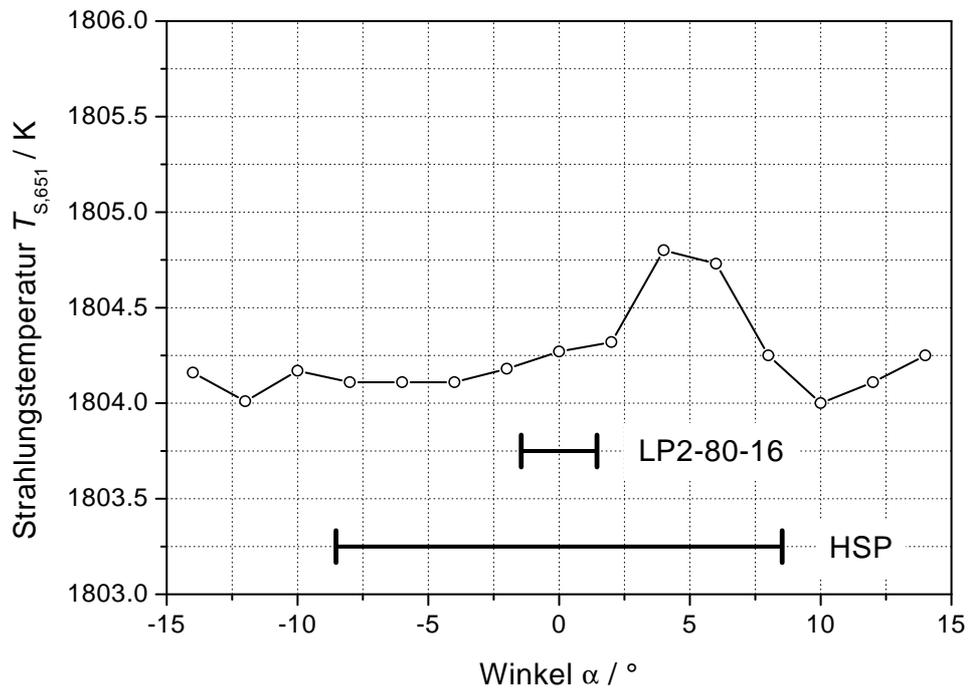


Abbildung 4.1: Winkelabhängigkeit der Strahlungstemperatur $T_{S,651}$ bei der evakuierten Wolframbandlampe 21/V (P253C). Die beiden Balken markieren den vom Kalibrationsnormal LP2-80-16 beziehungsweise Hochgeschwindigkeitspyrometer (HSP) erfassten Winkelbereich.

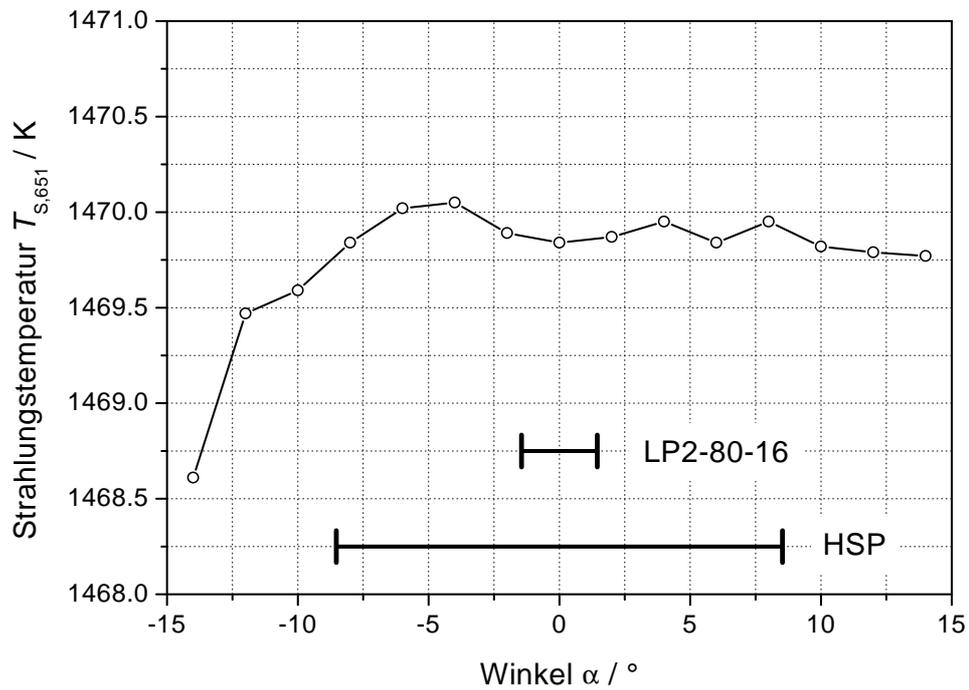


Abbildung 4.2: Winkelabhängigkeit der Strahlungstemperatur $T_{S,651}$ bei der gasgefüllten Wolframbandlampe 21/G (P252C). Die beiden Balken markieren den vom Kalibrationsnormal LP2-80-16 beziehungsweise Hochgeschwindigkeitspyrometer (HSP) erfassten Winkelbereich.

4.2 Justierung und Kalibration der Pyrometer

4.2.1 Justierung der Pyrometer

Bevor die Pyrometer kalibriert werden, ist es notwendig die Optik zu justieren. Dieser Vorgang erfordert die folgenden Schritte:

- Einstellung der Anschlagschraube des Klappspiegels (Pos. 3 in Abbildung 3.20 auf Seite 55), so dass dieser unter 45° im Strahlengang steht.
- Auffinden des Messflecks mit Hilfe des Punktstrahlers.
- Justierung des Mikroskops, so dass die Blende des Punktstrahlers in der Mitte des eingebauten Maßstabs scharf abgebildet wird.
- Kontrolle der Justierung.

Einstellung des Klappspiegels

Zur Einstellung des Klappspiegels wurde das Pyrometer mit entnommenen Objektiv auf einen optischen Tisch gestellt. Das Mikroskop samt Halteplatten war ebenfalls demontiert. Anstelle der Halteplatten wurde ein Planspiegel auf das Pyrometergehäuse gelegt. Ein Laserstrahl wurde parallel zum optischen Tisch justiert und vom Klappspiegel sowie dem zusätzlichen Planspiegel reflektiert (Abbildung 4.3). Wenn der Klappspiegel richtig eingestellt ist, muss der Laserstrahl das Pyrometer parallel zum optischen Tisch verlassen.

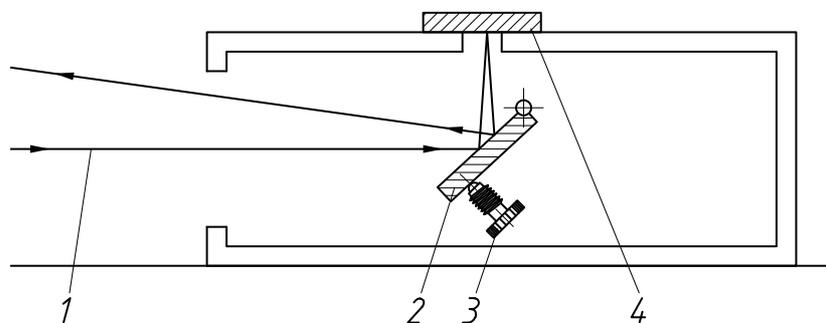


Abbildung 4.3: *Einstellung des Klappspiegels (hier um 1° dejustiert dargestellt). 1 einfallender Laserstrahl parallel zum optischen Tisch, 2 Klappspiegel, 3 Anschlagschraube, 4 Planspiegel.*

Nach der Justierung des Klappspiegels wurde das Objektiv eingeschraubt, und das Mikroskop mit den Halteplatten montiert.

Auffinden des Messflecks

Um die Lage des Messflecks zu ermitteln wurde der Punktstrahler verwendet. Die Halogenlampe des Punktstrahlers wurde vorerst mit einer Spannung von 12 V betrieben. Mit Hilfe des Messdatenerfassungssystems konnte das Pyrometersignal aufgenommen

und in Echtzeit als Liniendiagramm dargestellt werden. Nun wurde das Pyrometer so lange in drei Koordinatenrichtungen verschoben, bis das absolute Maximum des Pyrometersignals gefunden war. Dazu war es nötig, die Spannung an der Halogenlampe zu verringern, um ein Übersteuern des Pyrometerverstärkers zu vermeiden.

Justierung des Mikroskops

Nachdem die Lage des Messflecks gefunden war, wurde der Klappspiegel in die Justierstellung geklappt und das Mikroskop durch Verschieben der Halteplatten so eingestellt, dass die Mitte des Messflecks bei der 1,2 mm-Markierung des eingebauten Maßstabs abgebildet wurde (siehe Abbildung 4.7 auf Seite 105). Die Fokussierung erfolgte durch Verschiebung des Mikroskops im Halter.

Kontrolle der Justierung

Da sich das Pyrometer bei der Justierung des Mikroskops verstellen kann, musste die Einstellung durch erneutes Auffinden des Messflecks überprüft werden. Gegebenenfalls wurde das Mikroskop erneut eingestellt.

4.2.2 Kalibration der Pyrometer an den Wolframbandlampen

Die Kalibration der Pyrometer erfolgte, je nach Bestückung an einer Wolframbandlampe oder einem Schwarzen Strahler. Da sich die Eigenschaften einiger Komponenten der Pyrometer mit der Zeit ändern können, müssen die Pyrometer in regelmäßigen zeitlichen Abständen nachkalibriert werden.

Vor der Kalibration des Pyrometers an der Wolframbandlampe musste diese mit Hilfe eines Justierlasers, der sich an der Stelle des Pyrometers befand, ausgerichtet werden. Mit Hilfe des waagrechten Laserstrahls erfolgte die vertikale Ausrichtung des Wolframbands, indem der Strahl in sich selbst reflektiert wurde, sowie die horizontale Ausrichtung anhand des weißen Farbpunkts, der von der Kalibration der Lampe stammt. Der Laser wurde so justiert, dass der Strahl zwischen der Spitze des Zeigers und dem Wolframband auf den Glaskolben fiel. Durch Verdrehen der Wolframbandlampe wurde der Laserstrahl mit dem Farbpunkt zur Deckung gebracht.

Die Kalibrierung des Pyrometers muss immer mit einem Fenster im Strahlengang erfolgen, welches dem Fenster in der Versuchskammer gleicht.²

Der Strom durch die Wolframbandlampe darf nur langsam verändert werden. (ca. 1 A/10 min)

Die Kalibration des Pyrometers erfolgte stets „aufwärts“, also mit zwischen zwei Messpunkten ansteigendem Strom. Der Klappspiegel war nur während der Messung für etwa 10 s in Messposition, danach wurde er wieder in Justierposition geklappt, um ein Erwärmen des Interferenzfilters und vor allem der Fotodiode zu vermeiden.

Zur Messung der Ausgangsspannungen des Pyrometers diente das Messdatenerfassungssystem, welches die Signale innerhalb von 10 s 10000 mal einlas. Die erhaltenen

²Um zu gewährleisten, dass sich diese Fenster bezüglich ihres Transmissionsverhaltens tatsächlich gleichen, wurden aus einer Charge die Exemplare selektiert, für welche das der Fall ist. Die zugehörigen Messungen sind unter 5.2.1 auf Seite 189 angeführt.

Werte wurden anschließend einer statistischen Auswertung unterworfen, um einen Mittelwert sowie eine Standardabweichung zu erhalten.

Die Ermittlung der Offsetspannungen geschah nach dem gleichen Schema, jeweils unmittelbar auf die Messung folgend. (Spiegel in Justierposition)

Das Pyrometersignal U ergibt sich aus der Differenz zwischen Signalspannung U_{Sig} und Offsetspannung U_{Off} :

$$U = U_{\text{Sig}} - U_{\text{Off}} \quad (4.1)$$

Mit dem verwendeten Netzgerät war es niemals exakt möglich, die Ströme einzustellen, bei denen die Lampen kalibriert wurden. Zudem weicht die tatsächliche Wellenlänge des 650 nm Interferenzfilters (649 nm) von der Wellenlänge, bei der kalibriert wurde (651 nm), ab. Deshalb wurden die Kalibrierdaten der Lampen durch die Ausgleichspolynome $P_{651}(I_L)$ für $\lambda_{651} = 651$ nm und $P_{902}(I_L)$ für $\lambda_{902} = 902$ nm angenähert:

$$T_{\text{S},651} = P_{651}(I_L) \quad (4.2a)$$

$$T_{\text{S},902} = P_{902}(I_L) \quad (4.2b)$$

Die Abhängigkeit der Strahlungstemperatur von der Wellenlänge wurde als linear angenommen. Damit lässt sich eine Gleichung zur Berechnung der Strahlungstemperatur $T_{\text{S}}(I_L, \lambda)$ bei beliebiger Wellenlänge und beliebigem Lampenstrom angeben:

$$T_{\text{S}}(I_L, \lambda) = \frac{1}{\lambda_{902} - \lambda_{651}} [(P_{902}(I_L) - P_{651}(I_L)) \lambda + \lambda_{651} P_{902}(I_L) - \lambda_{902} P_{651}(I_L)] \quad (4.3)$$

Es stellt sich allerdings als besser heraus, einen Strom I_L einzustellen, der möglichst nahe an einem Kalibrierpunkt der Lampe liegt und die Strahlungstemperatur bei diesem Punkt laut Tabelle 4.1 und 4.2 mit Hilfe von Gleichung (4.3) zu korrigieren:

$$T_{\text{S},\text{korr}} = T_{\text{S},\text{K}} + (I_L - I_{\text{K}}) \frac{\partial T_{\text{S}}(I_{\text{K}}, \lambda)}{\partial I_{\text{K}}} + (\lambda - \lambda_{\text{K}}) \frac{\partial T_{\text{S}}(I_{\text{K}}, \lambda)}{\partial \lambda} \quad (4.4)$$

Der Kalibrierpunkt wird durch das Wertetripel I_{K} , $T_{\text{S},\text{K}}$ und λ_{K} beschrieben. Die Polynome für die evakuierte Wolframbandlampe lauten:

$$P_{651}(I_L) = -46,91 + 446,292 \cdot I_L - 43,5645 \cdot I_L^2 + 1,80432 \cdot I_L^3 \quad (4.5)$$

$$P_{902}(I_L) = -17,90 + 426,885 \cdot I_L - 42,0273 \cdot I_L^2 + 1,73601 \cdot I_L^3 \quad (4.6)$$

für $3,5 \leq I \leq 9,5$ A

Sowie für die gasgefüllte Wolframbandlampe:

$$P_{651}(I_L) = 128,14 + 209,275 \cdot I_L - 6,2085 \cdot I_L^2 + 0,09504 \cdot I_L^3 \quad (4.7)$$

$$P_{902}(I_L) = 156,01 + 199,912 \cdot I_L - 6,2181 \cdot I_L^2 + 0,09593 \cdot I_L^3 \quad (4.8)$$

für $10,5 \leq I \leq 20,0$ A

Kalibration des 900 nm Pyrometers

Das Pyrometer Nummer 2 wurde mit dem 900 nm Interferenzfilter und der Si-Fotodiode bestückt. Mit einem Temperaturbereich von etwa 1200 bis 2300 K ist es gut zur Untersuchung von Eisen- Nickel- oder Titanlegierungen geeignet. Die Daten einer Kalibration an beiden Wolframbandlampen sind in den Tabellen 4.4 und 4.5 aufgelistet.

Das größere Signalrauschen bei der Kalibration an der gasgefüllten Wolframbandlampe ist eine Folge der Konvektionsströmungen im Inneren des Glaskolbens, die zu einer Fluktuation der Strahldichte führt.

Die Pyrometerkonstante k als Funktion der Strahlungstemperatur $T_{S,902}$ ist in Abbildung 4.4 dargestellt. Es ist zu erkennen, dass k im Rahmen der Messgenauigkeit unabhängig von $T_{S,902}$ ist.

Da vor allem bei neuen Bauteilen eine zeitliche Veränderung der Eigenschaften zu erwarten ist, musste die Kalibrierung öfters wiederholt werden. Die zeitliche Veränderung der Pyrometerkonstante ist in Abbildung 4.5 dargestellt.

Tabelle 4.4: Kalibration des Pyrometers Nr. 2 mit 900 nm Interferenzfilter und Silizium Fotodiode an der evakuierten Wolframbandlampe 21/V (P253C).

I_L A	$T_{S,902}$ K	U_{Off} V	ΔU_{Off} V	U_{Sig} V	ΔU_{Sig} V	k V
3,9994	1033,21	-0,0734	0,0031	0,0029	0,0033	98984
4,4994	1214,96	-0,0740	0,0031	0,1254	0,0033	100335
4,9998	1283,98	-0,0740	0,0033	0,3294	0,0033	100227
5,4993	1345,52	-0,0740	0,0031	0,6367	0,0032	100032
6,0003	1402,10	-0,0736	0,0031	1,0717	0,0032	99916
6,5004	1454,86	-0,0740	0,0032	1,6570	0,0033	99960
7,0017	1504,98	-0,0734	0,0033	2,4222	0,0031	100031
7,5017	1552,60	-0,0730	0,0031	3,3899	0,0033	100277
8,0024	1598,92	-0,0731	0,0032	4,5891	0,0034	100254
8,5021	1643,72	-0,0734	0,0031	6,0463	0,0034	100269
9,0024	1687,36	-0,0732	0,0033	7,7885	0,0033	100216
9,5029	1730,24	-0,0732	0,0035	9,8404	0,0035	99975

I_L	Lampenstrom
$T_{S,902}$	Strahlungstemperatur bei 902 nm
U_{Off}	Offsetspannung des Pyrometers
ΔU_{Off}	Standardabweichung der Offsetspannung
U_{Sig}	Signalspannung des Pyrometers
ΔU_{Sig}	Standardabweichung der Signalspannung
k	Pyrometerkonstante

Kalibration des 650 nm Pyrometers

In das Pyrometer Nummer 2 wurde zur Messung höherer Temperaturen ein Interferenzfilter mit einer nominellen Wellenlänge von 650 nm eingebaut. Um den Tempera-

Tabelle 4.5: Kalibration des Pyrometers Nr. 2 mit 900 nm Interferenzfilter und Silizium Fotodiode an der gasgefüllten Wolframbandlampe 21/G (P252C).

I_L A	$T_{S,902}$ K	U_{Off} V	ΔU_{Off} V	U_{Sig} V	ΔU_{Sig} V	k V
10,5025	1680,06	-0,0739	0,0029	7,4310	0,0314	99678
11,0027	1731,05	-0,0745	0,0033	9,8100	0,0616	99255
12,0033	1826,49	-0,0695	0,0105	16,0435	0,0765	99962
13,0040	1915,42	-0,0698	0,0098	24,1024	0,0721	99967
13,9977	1998,66	-0,0687	0,0117	34,0991	0,1130	99881
15,0000	2078,70	-0,0677	0,0098	46,4991	0,1482	100098
15,9979	2155,16	-0,0669	0,0107	61,0537	0,1457	100055
16,9994	2228,77	-0,0673	0,0108	77,9903	0,1478	100055
18,0004	2299,93	-0,0673	0,0108	97,3993	0,1682	100098

I_L	Lampenstrom
$T_{S,902}$	Strahlungstemperatur bei 902 nm
U_{Off}	Offsetspannung des Pyrometers
ΔU_{Off}	Standardabweichung der Offsetspannung
U_{Sig}	Signalspannung des Pyrometers
ΔU_{Sig}	Standardabweichung der Signalspannung
k	Pyrometerkonstante

turbereich weiter nach oben auszuweiten, musste die Optik abgeblendet werden, indem eine Blende mit einer Öffnung von 9 mm von vorne in das Objektiv eingesetzt wurde.

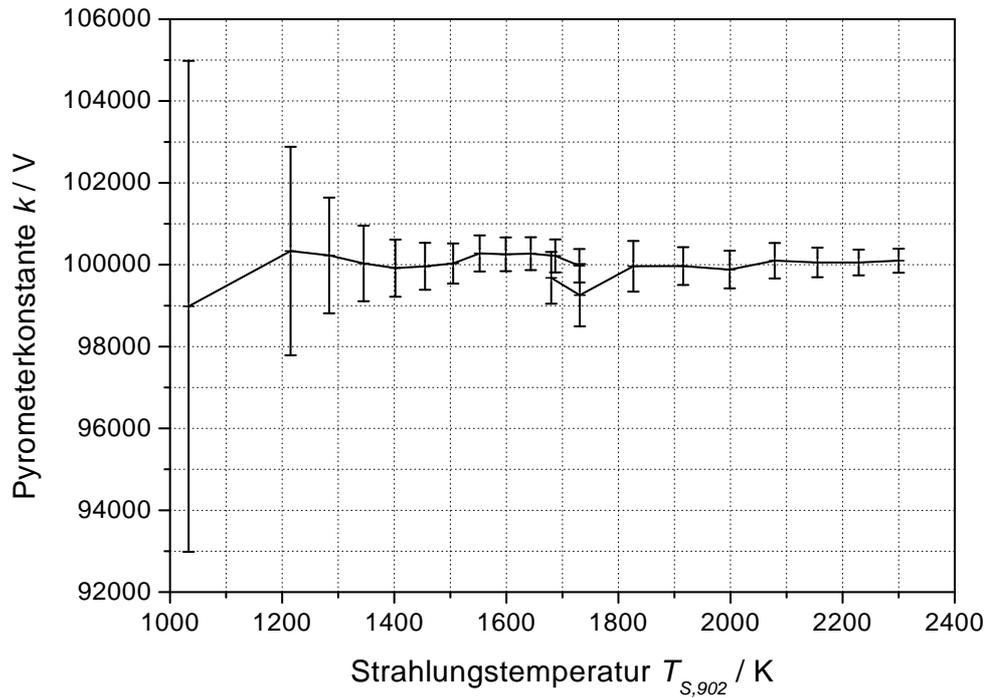


Abbildung 4.4: Abhängigkeit der Pyrometerkonstante von der Strahlungstemperatur: Pyrometer Nr. 2 mit 900 nm Interferenzfilter und Silizium Fotodiode.

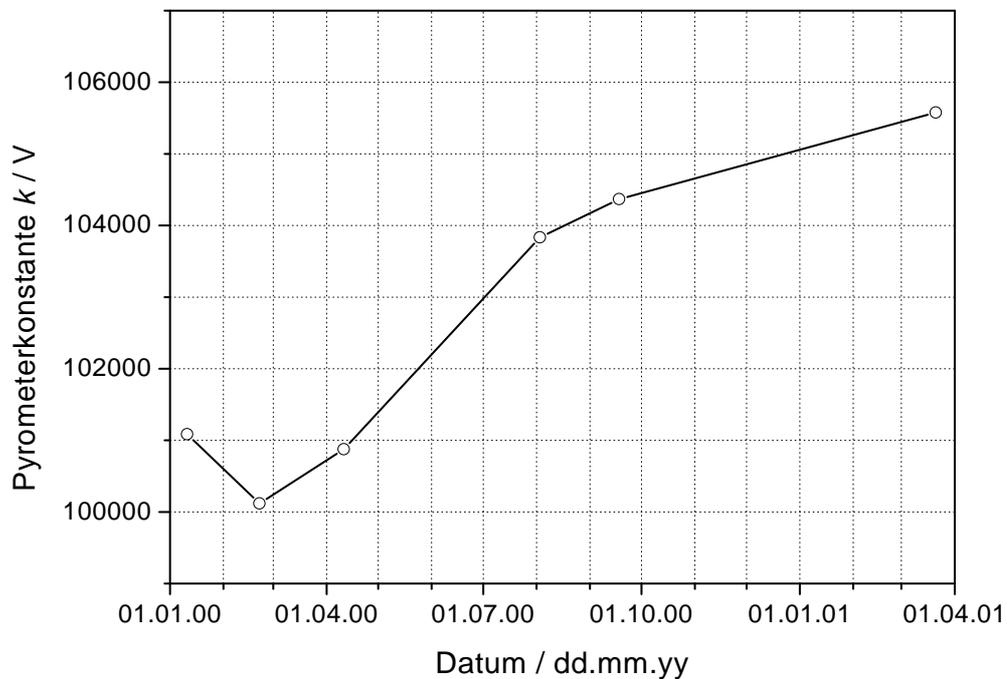


Abbildung 4.5: Langzeitstabilität des Pyrometers Nr. 2 mit 900 nm Interferenzfilter und Silizium Fotodiode: Zeitliche Änderung der Pyrometerkonstante.

Tabelle 4.6: Kalibration des Pyrometers Nr. 2 mit 650 nm Interferenzfilter und Silizium Fotodiode an der gasgefüllten Wolframbandlampe 21/G (P252C).

I_L A	$T_{S,649}$ K	U_{Off} V	ΔU_{Off} V	U_{Sig} V	ΔU_{Sig} V	k V
10,4991	1750,55	-0,0771	0,0008	1,3088	0,0107	433934
12,0001	1911,08	-0,0766	0,0008	3,9432	0,0254	434742
13,0007	2009,26	-0,0765	0,0009	6,9943	0,0395	434025
14,0020	2102,18	-0,0552	0,0059	11,4831	0,0446	435069
15,0008	2191,21	-0,0559	0,0060	17,6432	0,0725	434929
16,0023	2276,82	-0,0559	0,0057	25,8970	0,0820	436066
17,0037	2359,77	-0,0556	0,0065	36,4944	0,1423	436237
18,0046	2439,55	-0,0555	0,0063	49,6938	0,1634	436794
18,9989	2516,41	-0,0547	0,0067	65,6634	0,1472	437235
19,9994	2590,83	-0,0550	0,0061	84,7156	0,2303	437957

I_L	Lampenstrom
$T_{S,649}$	Strahlungstemperatur bei 649 nm
U_{Off}	Offsetspannung des Pyrometers
ΔU_{Off}	Standardabweichung der Offsetspannung
U_{Sig}	Signalspannung des Pyrometers
ΔU_{Sig}	Standardabweichung der Signalspannung
k	Pyrometerkonstante

Tabelle 4.7: Kalibration des Pyrometers Nr. 2 mit 650 nm Interferenzfilter, 9 mm-Blende und Silizium Fotodiode an der gasgefüllten Wolframbandlampe 21/G (P252C).

I_L A	$T_{S,649}$ K	U_{Off} V	ΔU_{Off} V	U_{Sig} V	ΔU_{Sig} V	k V
10,5010	1750,76	-0,0753	0,0008	0,0372	0,0015	35174
11,0010	1806,46	-0,0746	0,0008	0,0925	0,0012	35374
12,0018	1911,26	-0,0748	0,0009	0,2519	0,0021	35304
13,0021	2009,40	-0,0746	0,0009	0,5009	0,0040	35303
14,0039	2102,35	-0,0746	0,0009	0,8640	0,0056	35361
15,0026	2191,37	-0,0741	0,0010	1,3683	0,0054	35421
16,0032	2276,90	-0,0743	0,0010	2,0369	0,0066	35462
16,9982	2359,32	-0,0745	0,0009	2,8858	0,0096	35395
17,9986	2439,08	-0,0744	0,0008	3,9502	0,0118	35398
19,0000	2516,49	-0,0746	0,0009	5,2502	0,0147	35416
20,0002	2590,89	-0,0737	0,0009	6,7908	0,0137	35458

I_L	Lampenstrom
$T_{S,649}$	Strahlungstemperatur bei 649 nm
U_{Off}	Offsetspannung des Pyrometers
ΔU_{Off}	Standardabweichung der Offsetspannung
U_{Sig}	Signalspannung des Pyrometers
ΔU_{Sig}	Standardabweichung der Signalspannung
k	Pyrometerkonstante

4.2.3 Kalibration der Pyrometer am Schwarzen Strahler

Nachdem die Wolframbandlampen nur für Temperaturen oberhalb von 1000 K, und bei den Wellenlängen 650 nm und 900 nm kalibriert sind, muss die Kalibration des Pyrometers mit 1500 nm Interferenzfilter beziehungsweise ohne Filter an dem Schwarzen Strahler erfolgen. Aufgrund der relativ großen Öffnung des Schwarzkörpers (\varnothing 8 mm), ist die Ausrichtung des Pyrometers weitgehend unkritisch. Es wurde innerhalb eines weiten Bereichs der Fokussierung (etwa 10 mm) und der horizontalen und vertikalen Verschiebung (etwa 6 mm) keine Abhängigkeit des Pyrometersignals von der Justierung festgestellt.

Die Klappe im Hitzeschild wurde jeweils nur während der Messung geöffnet, und danach sofort wieder geschlossen um eine Erwärmung des Pyrometers zu vermeiden.³

Die Temperatur des Schwarzen Strahlers konnte nur sehr langsam verändert werden. Vor einer Messung musste mindestens eine Stunde lang gewartet werden, bis die Temperatur den gewünschten Wert erreichte und das Einschwingen des Reglers abgeklungen war.

Anschluss des Schwarzen Strahlers an die Wolframbandlampe

Zur Kontrolle der Qualität des Schwarzen Strahlers wurde dieser mit Hilfe des Pyrometers Nr. 2 bei 900 nm an die Wolframbandlampe 21/V angeschlossen. Die Messungen erfolgten bei 1073, 1173 und 1273 K. Mit Hilfe der vorher ermittelten Pyrometerkonstante wurde die Strahlungstemperatur des Schwarzkörpers berechnet und mit der korrigierten⁴ Anzeige des Temperaturreglers verglichen.

Tabelle 4.8: Vergleich des Schwarzen Strahlers mit der evakuierten Wolframbandlampe 21/V (P253C) mit Hilfe des Pyrometers Nr. 2 bei 900 nm.

$T_{S,900}$ K	T_{Thermo} K
1075,15	1074,84
1075,65	1074,62
1174,75	1173,91
1174,45	1173,79
1273,50	1273,01
1273,95	1273,41

$T_{S,900}$ Strahlungstemperatur laut Pyrometer
 T_{Thermo} Temperatur laut Thermoelement

³Speziell beim Betrieb ohne Interferenzfilter führt die Verschiebung der Bandstruktur im InGaAs-Halbleitermaterial infolge einer Temperaturänderung zu einer Verschiebung der Empfindlichkeitskurve und damit zu einer signifikanten Änderung der Pyrometerkonstante.

⁴Die Anzeige des Temperaturreglers wurde gemäß dem Kalbrierschein des Thermoelements korrigiert.

Nachdem die Differenz der beiden gemessenen Temperaturen innerhalb der Unsicherheit des Pyrometers beziehungsweise des Thermoelements liegt, kann der Schwarzkörper näherungsweise als ideal betrachtet werden.⁵

Kalibration des 1500 nm Pyrometers

Für die Kalibration des 1500 nm Pyrometers wurde 3 Messpunkte herangezogen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4.9 angeführt. Die Messpunkte wurden mit ansteigender Temperatur und einem zeitlichen Abstand von etwa 180 min aufgenommen.

Tabelle 4.9: Kalibration des Pyrometers Nr. 1 mit 1500 nm Interferenzfilter, und InGaAs Fotodiode am Schwarzen Strahler.

T K	U_{Off} V	ΔU_{Off} V	U_{Sig} V	ΔU_{Sig} V	k V
875,18	-1,6519	0,0189	2,6228	0,0192	242315
1076,15	-1,6219	0,0208	31,1744	0,0231	240750
1226,69	-1,5940	0,0222	95,6911	0,0264	239463

T	Temperatur des schwarzen Körpers
U_{Off}	Offsetspannung des Pyrometers
ΔU_{Off}	Standardabweichung der Offsetspannung
U_{Sig}	Signalspannung des Pyrometers
ΔU_{Sig}	Standardabweichung der Signalspannung
k	Pyrometerkonstante

Kalibration des Pyrometers ohne Interferenzfilter

Die Empfindlichkeit des 1500 nm Pyrometers ist für Untersuchungen an Leichtmetall-Legierungen (Al- und Mg-basierte Legierungen) nicht ausreichend. Aus diesem Grund wurde das Interferenzfilter entfernt und eine Kalibration ohne Filter durchgeführt. Da sich bei einem breitbandigen Pyrometer der Zusammenhang zwischen der Temperatur T und dem Ausgangssignal des Pyrometers $U(T)$ nicht mehr gemäß Gleichung (2.30) ausdrücken lässt, ist eine wesentlich höhere Anzahl von Messpunkten nötig. Die Temperatur des Schwarzen Strahlers wurde in Schritten von 50 K erhöht und anschließend - mit einem Versatz von 25 K - wieder verringert. Zwischen zwei Messpunkten liegt jeweils ein zeitlicher Abstand von 60 min. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4.10 angeführt.

Nachdem es zwischen dem Pyrometersignal U und der Temperatur keinen analytischen Zusammenhang gibt, musste eine geeignete Ausgleichsfunktion gefunden werden. Als gut brauchbar hat sich ein Ansatz der Form

$$T = P_3(\ln U) \quad (4.9)$$

herausgestellt, wobei $P_3(\ln U)$ ein Polynom 3. Grades ist. Das Polynom $P_3(\ln U)$ lautet:

⁵Im Rahmen der erreichbaren Messgenauigkeiten.

Tabelle 4.10: Kalibration des Pyrometers Nr. 1 ohne Interferenzfilter, mit InGaAs Fotodiode am Schwarzen Strahler.

Nr.	T K	U_{Off} V	ΔU_{Off} V	U_{Sig} V	ΔU_{Sig} V
1	572,38	-1,6941	0,0126	-1,3448	0,0148
2	623,95	-1,6942	0,0143	-0,3799	0,0151
3	674,32	-1,6894	0,0140	2,3879	0,0149
4	723,75	-1,6877	0,0143	8,8582	0,0146
5	773,96	-1,6688	0,0170	22,8300	0,0187
6	824,78	-1,6686	0,0200	50,6768	0,0201
7	850,05	-1,6498	0,0185	72,7170	0,0207
8	800,66	-1,6474	0,0192	35,4890	0,0200
9	750,95	-1,6426	0,0171	15,3444	0,0195
10	700,41	-1,6643	0,0134	5,2479	0,0140
11	649,11	-1,6755	0,0144	0,7106	0,0141
12	599,25	-1,6783	0,0130	-0,9472	0,0139

T	Temperatur des schwarzen Körpers
U_{Off}	Offsetspannung des Pyrometers
ΔU_{Off}	Standardabweichung der Offsetspannung
U_{Sig}	Signalspannung des Pyrometers
ΔU_{Sig}	Standardabweichung der Signalspannung

$$T = 612,18 + 40,240 \ln U + 2,4124 \ln^2 U + 0,24725 \ln^3 U \quad (4.10)$$

Die für die einzelnen Messpunkte erhaltenen gefitteten Temperaturen T_{fit} und deren Abweichungen ΔT von den gemessenen Temperaturen sind in Tabelle 4.11 aufgelistet.

Wird die Abweichung ΔT in Abhängigkeit von T dargestellt, und die einzelnen Messpunkte in der Reihenfolge verbunden, in der sie aufgenommen wurden, so ergibt sich der in Abbildung 4.6 dargestellte Zusammenhang.

Bei allen Messpunkten (Nr. 1 bis 6), die mit ansteigender Temperatur aufgenommen wurden, liegt der gefittete Temperaturwert (entspricht der mit dem Pyrometer gemessenen Temperatur) unterhalb der mit dem Thermoelement gemessenen Temperatur, bei den anderen Punkten (Nr. 7 bis 12) darüber.

Daraus kann abgeleitet werden, dass die Temperatur des Schwarzen Strahlers während der Aufheizphase im Inneren niedriger ist, als weiter außen. Beim Abkühlen ist die Temperatur im Inneren etwas höher als außen.

Tabelle 4.11: Ermittlung der Ausgleichsfunktion $P_3(\ln U)$.

Nr.	T K	U V	T_{fit} K	ΔT K
1	572,38	0,3493	572,24	-0,14
2	623,95	1,3143	623,37	-0,58
3	674,32	4,0773	674,20	-0,12
4	723,75	10,5459	723,60	-0,15
5	773,96	24,4988	773,68	-0,28
6	824,78	52,3454	824,57	-0,20
7	850,05	74,3668	850,16	0,11
8	800,66	37,1364	800,84	0,18
9	750,95	16,9870	751,14	0,19
10	700,41	6,9122	700,79	0,38
11	649,11	2,3861	649,17	0,06
12	599,25	0,7311	599,81	0,57

T Temperatur des schwarzen Körpers
 U Pyrometersignal
 U_{fit} Gefittete Temperatur
 ΔT Abweichung des Fits

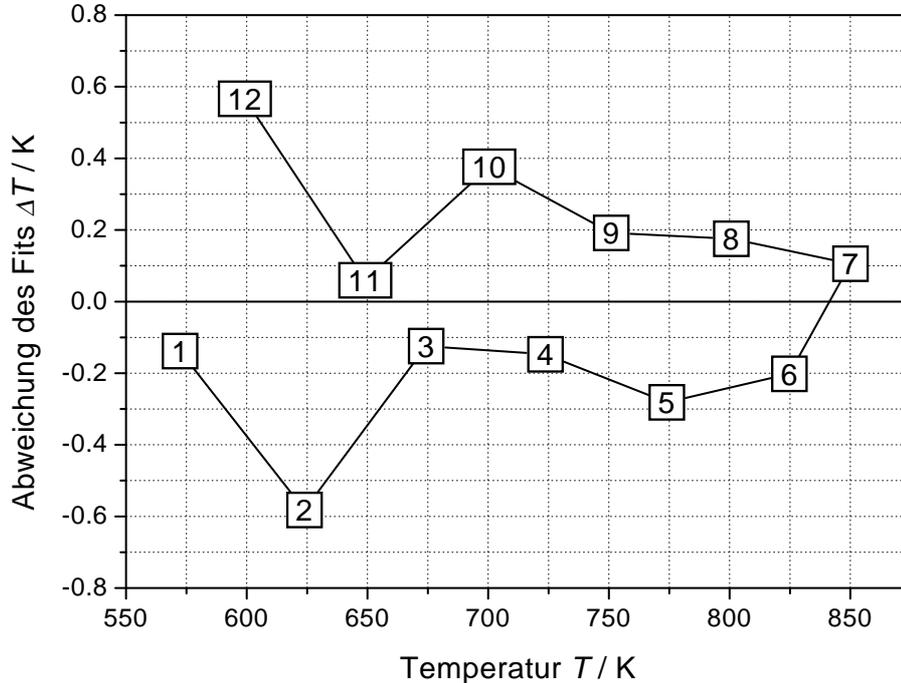


Abbildung 4.6: Pyrometer Nr. 1 ohne Filter: Abweichung ΔT der gefitteten Temperaturen von den gemessenen Temperaturen T . Die Messpunkte sind in der Reihenfolge der Aufnahme durchnummeriert und miteinander verbunden.

4.3 Hinweise zur Durchführung und Auswertung der Versuche

Die experimentelle Vorgangsweise sowie die Auswertung der Messdaten ist bei allen nachfolgenden Messungen - sofern nicht anders angegeben - die Gleiche, und soll hier kurz beschrieben werden.

4.3.1 Ausrichtung des Pyrometers

Der Messfleck des Pyrometers hat einen Durchmesser von 0,2 mm, die rechteckigen Öffnungen in den röhrenförmigen Proben hatten eine Größe von $0,5 \times 1,6$ mm. Da die Wärmeausdehnung der Probe an der oberen Klemme ausgeglichen wird, bewegt sich die Öffnung während des Pulsversuchs nach oben. Die Ausrichtung des Pyrometers erfolgt so, dass der Messfleck zu Beginn des Pulsversuchs im oberen Bereich dieser rechteckigen Öffnung liegt. Da das optische System bestehend aus Pyrometerobjektiv, Klappspiegel und Mikroskop ein auf dem Kopf stehendes Bild liefert, muss die Ausrichtung des Messflecks wie in Abbildung 4.7 erläutert erfolgen.

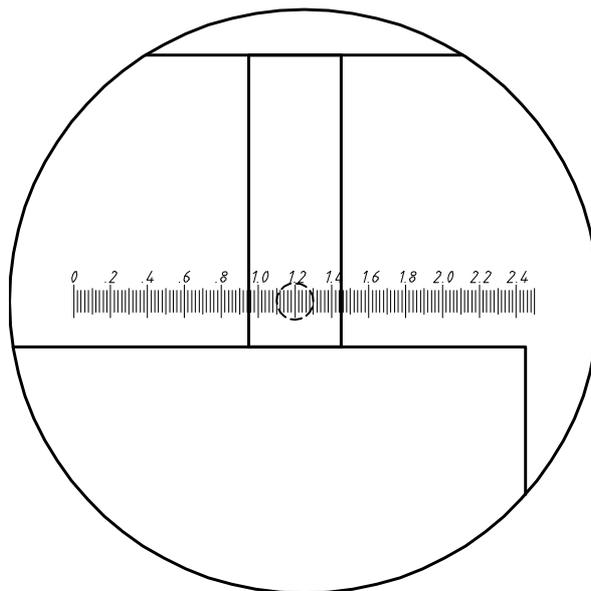


Abbildung 4.7: Ausrichtung des Pyrometers auf die Probe: Blick durch das Mikroskop (schematisch). Der äußere Kreis stellt das Blickfeld dar, der gestrichelte Kreis markiert die Größe des Messflecks. Der Maßstab ist in mm skaliert.

4.3.2 Evakuierung und Begasung der Versuchskammer

Je nach Werkstoff und Messung wurden die Versuche in Vakuum oder unter Schutzgas durchgeführt. Wenn die Versuche unter Inertgas durchgeführt wurden, musste der Verbindungsschlauch zwischen der Armatur der Gasflasche und dem Gasdosierventil für einige Sekunden gespült werden. Dies geschah, indem das Druckreduzierventil auf etwa

1 bar gestellt und das Gasdosierventil geöffnet wurde. Vor dem Evakuieren der Kammer wurden das Flutventil und das Gasdosierventil geschlossen sowie das Eckventil geöffnet. Für den Einsatz mit Schutzgas musste das Oberteil der Versuchskammer mit dem Unterteil verschraubt werden. Nach dem Einschalten der Vakuumpumpe wurde in etwa 10 bis 15 min ein Druck unterhalb von $1 \cdot 10^{-4}$ mbar erreicht (ablesbar am elektronischen Druckmessgerät). Bei den Versuchen, die in Vakuum durchgeführt wurden, war die Vakuumpumpe ständig in Betrieb.

Andernfalls wurde das Eckventil geschlossen und die Vakuumpumpe abgeschaltet. Mit Hilfe des Gasdosierventils wurde das Inertgas in die Vakuumkammer eingelassen, bis der Druck in der Kammer etwa 1,5 bar betrug (mechanisches Druckmessgerät⁶). Da die meisten Materialien während des Versuchs ausgasen, wurde das Schutzgas nach einem Experiment durch das Flutventil abgelassen und das Versuchsgefäß erneut evakuiert und begast. Erst nach mehreren Versuchen mit der gleichen Probe war diese Vorgangsweise nicht mehr erforderlich.

4.3.3 Justierung des Interferometers

Die Justierung des Interferometers lässt sich in die Grundeinstellung und die Schnelleinstellung einteilen. Die Grundeinstellung umfasst die Justierung aller Komponenten, die später nicht mehr verstellt wurden, die Schnelleinstellung musste bei jedem Einsatz einer neuen Probe, vielfach auch vor jedem einzelnen Versuch, wiederholt beziehungsweise kontrolliert werden.

Grundeinstellung

Bei der Grundeinstellung wurde nach dem Prinzip vorgegangen, die einzelnen optischen Komponenten des Interferometers nacheinander einzufügen und zu justieren.

Begonnen wurde mit dem Laser (HeNe laut Abbildung 3.35 auf Seite 71) und den Spiegeln S_1 , S_2 und S_{11} . Der Laser wurde so ausgerichtet, dass der Laserstrahl auf einer Höhe von 4 cm über dem optischen Tisch, parallel zu diesem, austritt. Als Hilfsmittel bei der Justierung diente eine 0,6 mm Blende. Anschließend wurden die Spiegel S_1 , S_2 und S_{11} , justiert, so dass der Laserstrahl mit der optischen Achse des Systems zusammenfiel. Der Einbau der beiden Strahlteiler PST_1 und PST_2 erfolgte normal zum Laserstrahl. Danach wurden die Spiegel S_4 bis S_{10} sowie das Pentaprisma PP_2 montiert und justiert. Dabei war darauf zu achten, dass der Messstrahl und der Referenzstrahl das Interferometer kollinear verlassen. In diesem Stadium kann noch keine Interferenz beobachtet werden, da die beiden Strahlwege unterschiedlich lang sind. Nach dem Einbau der beiden $\lambda/4$ -Plättchen LV_1 und LV_2 unter einem Winkel von 45° wurde der Messstrahl am Strahlteiler PST_2 reflektiert.⁷ Als nächstes erfolgte die Montage und Justierung des Spiegels S_3 und des Pentaprismas PP_1 , wobei darauf zu achten war,

⁶Das elektronische Druckmessgerät ist für atomare Gase (He, Ne, Ar, Kr) nicht geeignet. Beim Begasen der Versuchskammer mit Argon kommt es daher zu sinnlosen Anzeigewerten. Es wurde öfters selbst nach dem Öffnen der Versuchskammer ein Druck unterhalb von 1 mbar angezeigt.

⁷Die Hauptachsen der $\lambda/4$ -Plättchen sind markiert. Die 45° -Winkel wurden anhand der Winkelskalen auf den Drehfassungen realisiert.

dass der Messstrahl die Strecke zwischen den beiden Strahlteilern kollinear zu sich selbst durchläuft. Wenn nun die Aufweiteoptik, das $\lambda/4$ -Plättchen für den Vier-Quadranten Detektor unter einem Winkel von 45° sowie ein Polarisationsfilter mit beliebiger Ausrichtung am Ausgang des Interferometers eingesetzt wurde, konnte ein System von parallelen Interferenzstreifen beobachtet werden.

Anschließend wurden noch die beiden Linsen L_1 und L_2 eingesetzt, wobei sich die exakte Position aus den Brennweiten laut Tabelle 3.7 auf Seite 71 und der Messlänge der verwendeten Proben ergab.⁸ Mit Hilfe der Zentrieraufnahmeplatten konnte die vertikale und laterale Position der Linsen so verändert werden, dass sich der Messstrahl exakt auf der optischen Achse befand. Nach dem Einbau der Linsen wurde am Ausgang des Interferometers ein System aus gekrümmten oder zirkularen Interferenzstreifen beobachtet⁹ (siehe Abbildung 4.8).

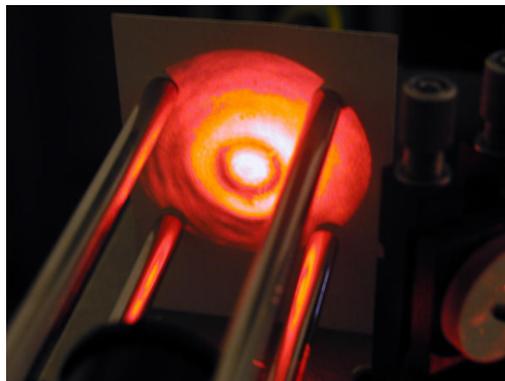


Abbildung 4.8: System zirkularer Interferenzstreifen, am Ort des Vier-Quadranten Detektors auf einen Schirm projiziert.

Abschließend wurde das Interferenzfilter zwischen Aufweiteoptik und $\lambda/4$ -Plättchen eingebaut. Der Einbau der Vier-Quadranten Fotodiode erfolgt erst im Zuge der Schnelleinstellung.

Schnelleinstellung

Die Schnelleinstellung umfasst die grobe Kontrolle der Grundeinstellung, den Einbau der Probe, das Aufsetzen des Oberteils der Versuchskammer sowie die Justierung des Vier-Quadranten Detektors.

Zur Kontrolle der Grundeinstellung wurde mit Hilfe der Blende der Verlauf des Messstrahls zwischen den beiden Linsen L_1 und L_2 überprüft. Gegebenenfalls konnte der Messstrahl mit Hilfe der Zentrieraufnahmeplatten, des Spiegels S_3 und des Pentaprismas PP_1 nachjustiert werden.

Der Einbau der Probe erfolgte so, dass der Messstrahl in sich selbst reflektiert wurde. Eventuelle Abweichungen der Probenachse von der Vertikalen¹⁰ und kleine Fertigungs-

⁸Wie sich herausstellte ist ein Abstand von $f - 2$ mm von der Mitte der Versuchskammer gut geeignet. Die Position der Linsen wurde nicht mehr verändert.

⁹Das Interferenzstreifenmuster wurde auf einen Schirm projiziert der sich an Stelle der Vier-Quadranten Fotodiode befand.

¹⁰Der Probenhalter war nicht justierbar.

toleranzen der Probe¹¹ konnten mit den beiden Zentrieraufnahmeplatten, dem Spiegel S_3 und dem Pentaprisma ausgeglichen werden.

Nach dem Einbau der Probe fiel der aufgeweitete Messstrahl auf den Schirm am Ausgang des Pyrometers. Bei Bedarf wurde die Zentrieraufnahmeplatte, welche die Aufweiteoptik aufnimmt, nachjustiert, so dass sich das Zentrum des aufgeweiteten Messstrahls auf der optischen Achse befand. Dabei war der Referenzstrahl unterbrochen, um störende Interferenzmuster zu vermeiden. Danach wurde der Referenzstrahl wieder freigegeben, worauf auf dem Schirm ein System aus Interferenzstreifen beobachtet wurde. Mit Hilfe der Spiegel S_4 und S_{10} wurde der Referenzstrahl so verkippt, dass ein System von konzentrischen, zirkularen Interferenzstreifen auf dem Schirm zu beobachten war. Das Zentrum der Interferenzstreifen fiel dabei mit der optischen Achse zusammen.

Damit war das Interferometer justiert, es konnte das Oberteil der Versuchskammer aufgesetzt und der Rezipient evakuiert werden. Nach dem Evakuieren beziehungsweise Fluten des Versuchsgefäßes wurde die Justierung des Interferometers überprüft und gegebenenfalls korrigiert.

Vor dem Versuch wurde das Polarisationsfilter entfernt und die Vier-Quadranten Fotodiode mit dem aufgeklebten Vier-Quadranten Detektor eingesetzt. Es wurde beobachtet, dass ein Sektor der Vier-Quadranten Fotodiode dunkel erscheint. Bei leichtem Druck mit der Fingerspitze auf Spiegel S_{10} drehte sich der verdunkelte Sektor im Uhrzeigersinn weiter, beim anschließenden Loslassen gegen den Uhrzeigersinn zurück.

4.3.4 Auswertung der Messdaten

Die Erfassung der Messdaten erfolgte mit dem in Abschnitt 3.9 auf Seite 79 beschriebenen Datenerfassungssystem. Die Samplingfrequenz betrug 2 kHz bei den Versuchen ohne Interferometer und 20 kHz bei den Versuchen mit Interferometer. Um Speicherplatz zu sparen, wurde bei den Versuchen mit Interferometer die Interferometersignale sofort ausgewertet und nach einer digitalen Mittelung aller Messsignale über jeweils zehn Messpunkte nur die Phase gespeichert.

Berechnung des spezifischen elektrischen Widerstands

Der spezifische elektrische Widerstand wurde durch Umformung von Gleichung (2.65)

$$\rho_{\text{el}}(T) = \frac{U(t)A}{I(t)l_{\text{eff}}} \quad (4.11)$$

berechnet, wobei A der Querschnitt und l_{eff} die effektive Länge der Probe ist. Der Querschnitt A der Proben wurde aus der Gesamtmasse m_{ges} , der Gesamtlänge l_{ges} und der Dichte ρ_{d} ermittelt:¹²

¹¹Da die Schleif- und Polierarbeiten händisch erfolgten, waren die beiden Messflächen nicht immer parallel. Es wurden Abweichungen in der Parallelität von bis zu 1° gemessen. Proben mit größeren Fertigungstoleranzen waren unbrauchbar.

¹²Eine Berechnung aus Innendurchmesser, Außendurchmesser und abgetragener Fläche A_4 nach Gleichung (A.12) ist relativ ungenau, da der Innendurchmesser mit den zur Verfügung stehenden Mit-

$$A = \frac{m_{\text{ges}}}{l_{\text{ges}}\rho_{\text{d}}} \quad (4.12)$$

Die Gleichung, mit deren Hilfe ρ_{el} berechnet wurde, lautet schließlich:

$$\rho_{\text{el}}(T) = \frac{U(t)m_{\text{ges}}}{I(t)\rho_{\text{d}}l_{\text{ges}}l_{\text{eff}}} \quad (4.13)$$

Werden sowohl für die Dichte als auch für die geometrischen Abmessungen die Werte bei Raumtemperatur eingesetzt, so ist das erhaltene Ergebnis systematisch falsch, da die thermische Ausdehnung nicht berücksichtigt wird.

Wird die thermischen Ausdehnung mit einbezogen, ergibt sich folgende Korrektur:

$$\rho_{\text{el,korr}}(T) = \rho_{\text{el}}(T) \left(1 + \frac{\Delta l_{T_0 \rightarrow T}}{l_0} \right) \quad (4.14)$$

Wobei $\rho_{\text{el,korr}}(T)$ der korrigierte spezifische elektrische Widerstand und $\rho_{\text{el}}(T)$ der unkorrigierte Wert laut Gleichung (4.13) ist.

Spezifische Wärmekapazität

Die spezifische Wärmekapazität wurde nach Gleichung (2.42) berechnet, wobei die elektrische Leistung P_{el}

$$P_{\text{el}} = UI \quad (4.15)$$

das Produkt von elektrischem Strom I und elektrischer Spannung U ist und für die Masse m die effektive Masse m_{eff} eingesetzt wurde. Die effektive Masse bezeichnet den Teil der Probe, in den die elektrische Leistung P_{el} deponiert wird. Sie ist der Anteil der Probe, welcher sich zwischen den Spannungsmessschneiden befindet:

$$m_{\text{eff}} = m_{\text{ges}} \frac{l_{\text{eff}}}{l_{\text{ges}}} \quad (4.16)$$

wobei m_{ges} die Gesamtmasse der Probe, und l_{ges} die Gesamtlänge der Probe ist. Werden Gleichung (4.15) und (4.16) in Gleichung (2.42) eingesetzt, so ergibt sich:

$$c_p(T) = \frac{UI l_{\text{ges}}}{m_{\text{ges}} l_{\text{eff}} \left[\left. \frac{dT}{dt} \right|_h - \left. \frac{dT}{dt} \right|_c \right]} \quad (4.17)$$

Da die Messsignale im Allgemeinen verrauscht sind, mussten zur Ermittlung der Aufheizrate $\left. \frac{dT}{dt} \right|_h$ und der Abkühlrate $\left. \frac{dT}{dt} \right|_c$ die Aufheiz- beziehungsweise Abkühlkurve durch geeignete Fitfunktionen angenähert werden. Dazu haben sich für die Aufheizkurve Polynome dritten oder vierten Grades und für die Abkühlkurve Exponentialfunktionen der Form

$$T(t) = a + be^{-ct} \quad (4.18)$$

bewährt¹³, wobei a , b und c die Fitparameter sind.

teln nicht genauer als $\pm 0,05$ mm messbar ist, und die Probe als Folge der Bearbeitung oval deformiert sein kann.

Gesamtemissionsgrad

Nachdem sich die Bestimmung des Gesamtemissionsgrades nach Gleichung (2.55) als relativ ungenau erwies, wurde dazu folgende Gleichung herangezogen:

$$\varepsilon_{\text{tot}}(T) = - \frac{c_P(T)m_{\text{eff}}}{\sigma A(T^4 - T_{\text{U}}^4)} \frac{dT}{dt} \Big|_c \quad (4.19)$$

Wobei A die emittierende Fläche

$$A = d_a \pi l_{\text{eff}} \quad (4.20)$$

und d_a der Außendurchmesser der Probe ist.¹⁴ Durch Einsetzen in Gleichung (4.19) ergibt sich:

$$\varepsilon_{\text{tot}}(T) = - \frac{c_P(T)m_{\text{ges}}}{\sigma d_a \pi l_{\text{ges}}(T^4 - T_{\text{U}}^4)} \frac{dT}{dt} \Big|_c \quad (4.21)$$

Für die spezifische Wärmekapazität $c_p(T)$ wurde dabei ein Mittelwert aus mehreren Messungen eingesetzt. Bei der Näherung der Abkühlkurve muss in Betracht gezogen werden, dass Gleichung (4.19) unter der Voraussetzung erhalten wurde, dass die Wärmeabgabe nur durch Strahlung erfolgt. Deshalb wurden die zugehörigen Experimente in Vakuum durchgeführt. Es wurde nur der erste Teil der Abkühlkurve für die Auswertung herangezogen, da sich allmählich ein Temperaturprofil entlang der Probe einstellte und der Wärmeleitungsanteil somit nicht mehr vernachlässigt werden konnte (siehe Abschnitt 4.4.3 auf Seite 135).

Umwandlungsenthalpie

Für die Berechnung von Umwandlungsenthalpien an der Stelle von Phasenumwandlungen wird die spezifische Enthalpie $h(T)$ als Funktion der Temperatur benötigt. Sie wurde durch numerische Integration der Gleichung

$$h(t) = \int_0^t \frac{U(t)I(t)}{m_{\text{eff}}} - \sigma \varepsilon_{\text{tot}} A (T(t)^4 - T_{\text{U}}^4) dt \quad (4.22)$$

erhalten, wobei der totale Emissionsgrad mit $\varepsilon_{\text{tot}} = 0,3$ angenommen wurde. Bei der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten $\alpha \rightarrow \beta$ Phasenumwandlung an Titan ist die Strahlungskorrektur klein, so dass die Unsicherheit, welche durch die Annahme von ε_{tot} entsteht, gering ist.

¹³Bei Abkühlvorgängen, die auf Wärmeleitung beruhen, ist Gleichung (4.18) eine exakte Lösung der zugehörigen Differentialgleichung. Erfolgt die Wärmeabgabe aufgrund von Wärmestrahlung, so sind die Lösungen der zugehörigen homogenen Differentialgleichung Funktionen der Form $T = ct^{-1/3}$ mit einer Konstante c . Im Rahmen dieser Arbeit wurde allerdings festgestellt, dass der Exponentialansatz aufgrund der höheren Anzahl von Parametern eine bessere Approximation der Abkühlkurve zulässt.

¹⁴Es wird dabei die Annahme getroffen, dass die Wärmeabstrahlung nur nach außen erfolgt. Sofern im Inneren der Probe Strahlungsgleichgewicht herrscht, ist diese Voraussetzung auch erfüllt. Eine Diskussion des systematischen Fehlers, der durch diese Vereinfachung hervorgerufen wird, ist unter 5.6 auf Seite 203 gegeben.

Thermische Ausdehnung

Bei der Herleitung der Interferometersignale (Gleichungen (3.28)) wurde vorausgesetzt, dass alle vier Sektoren des Vier-Quadranten Analysators gleich stark ausgeleuchtet sind. In der Praxis war dieser Idealfall nur am Anfang eines Experiments gut erfüllt. In Abbildung 4.9 ist der typische Verlauf der Fotodiodensignale am Anfang des Versuchs dargestellt. Die Anharmonizität der Signale ist eine Folge der starken Stromänderung im Einschaltaugenblick ($t = 0$). Im Laufe des Versuchs wurde öfters beobachtet, dass sich die Amplituden der Fotodiodensignale stark änderten, wodurch die Linearität des Vier-Quadranten Detektors stark eingeschränkt war. Im Extremfall war eine eindeutige Phasenfaltung unmöglich.

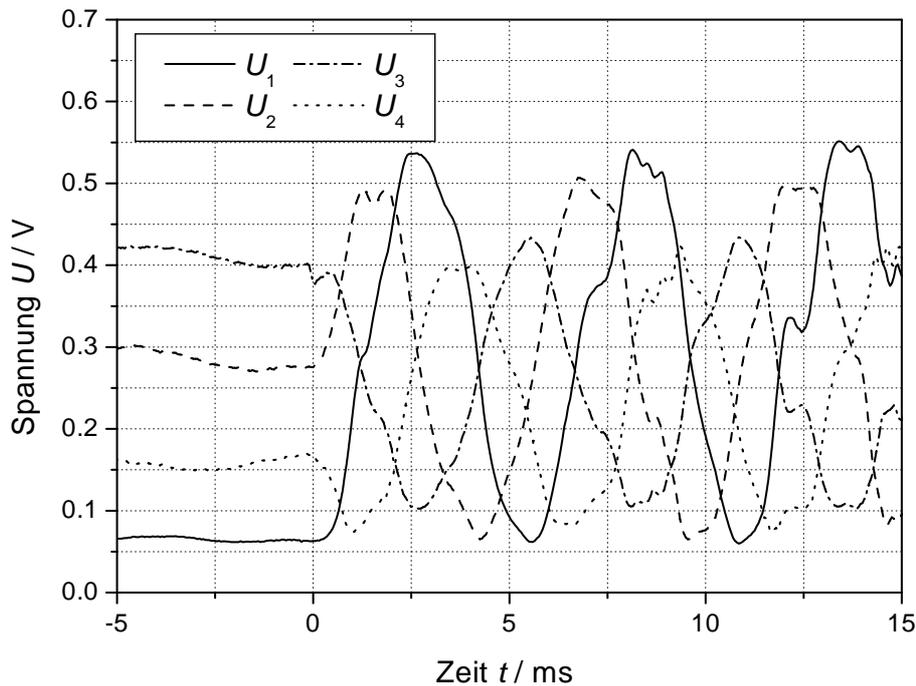


Abbildung 4.9: Zeitlicher Verlauf der Fotodiodensignale des Vier-Quadranten Detektors. Der Zeitpunkt $t = 0$ markiert den Beginn des Versuchs.

Eine Verbesserung dieser Situation wurde durch eine digitale Neuskalierung der Fotodiodensignale erzielt. Dabei wurden die Signale so skaliert, dass die Amplituden immer zwischen $+1$ und -1 lagen. Der Verlauf der Fotodiodensignale nach der digitalen Skalierung ist in Abbildung 4.10 dargestellt.

Anschließend wurde die Phase mit Hilfe der $\text{atan2}(x, y)$ -Funktion berechnet und die Phasenfaltung durchgeführt. Die Phasenverläufe vor beziehungsweise nach der Entfaltung sind in den Abbildungen 4.11 und 4.12 dargestellt.

Die Berechnung der Längenänderung $\Delta l_{T_i \rightarrow T}$ aufgrund der thermischen Ausdehnung zwischen der Anfangstemperatur T_i und der Temperatur T erfolgte nach:

$$\Delta l_{T_i \rightarrow T} = \frac{\lambda_{\text{Laser}}}{2} \frac{\varphi(T) - \varphi(T_i)}{2\pi} \quad (4.23)$$

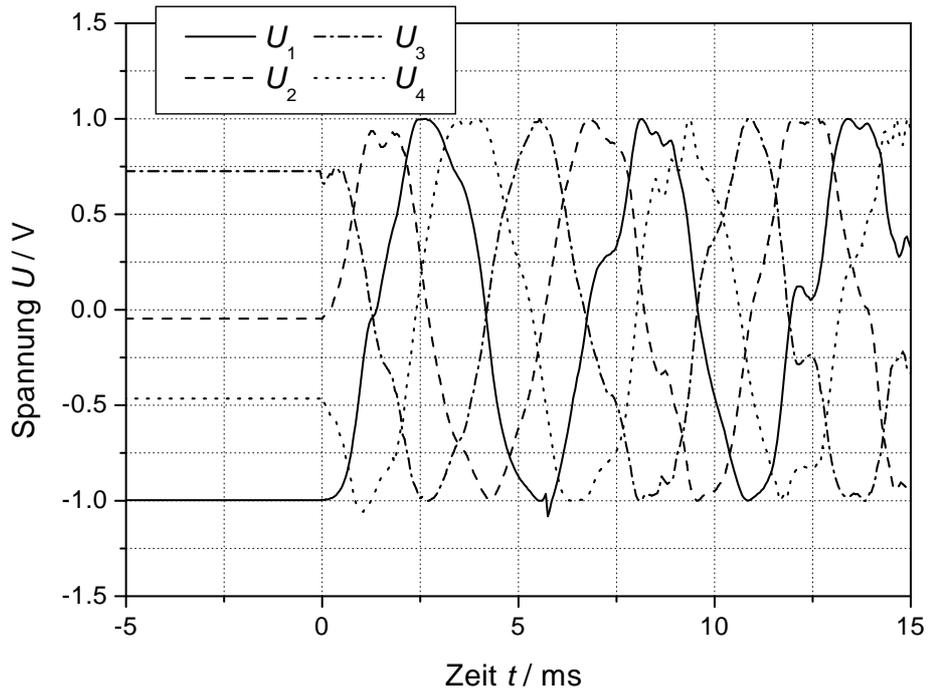


Abbildung 4.10: Fotodiodensignale des Vier-Quadranten Detektors nach der digitalen Filterung.

Wobei $\varphi(T_i)$ die Anfangsphase und $\varphi(T)$ die Phase bei der Temperatur T ist. Zur Vereinfachung wird die Anfangsphase nach der Entfaltung vom Phasenverlauf abgezogen, so dass bei der Auswertung $\varphi(T_i) = 0$ gesetzt werden kann. Nachdem die Anfangstemperatur im Allgemeinen nicht gleich 293 K ist, wird zur Berechnung der linearen thermischen Ausdehnung eine Korrektur nach Gleichung (2.72) eingeführt, welche diese Abweichung berücksichtigt. Die Messung der Anfangstemperatur T_i erfolgte mit einem Typ-K Thermoelement, der Ausdehnungskoeffizient α_0 bei der Temperatur T_0 muss bekannt sein, oder aus statischen Messungen ermittelt werden. Die Länge im kalten Zustand l_0 wurde mit einer Bügelmessschraube gemessen.

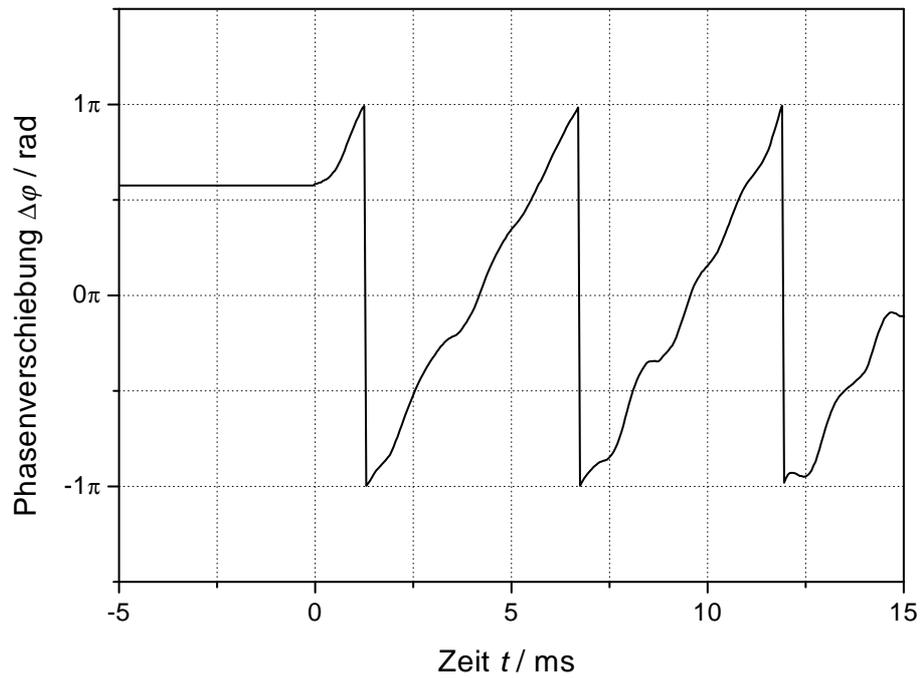
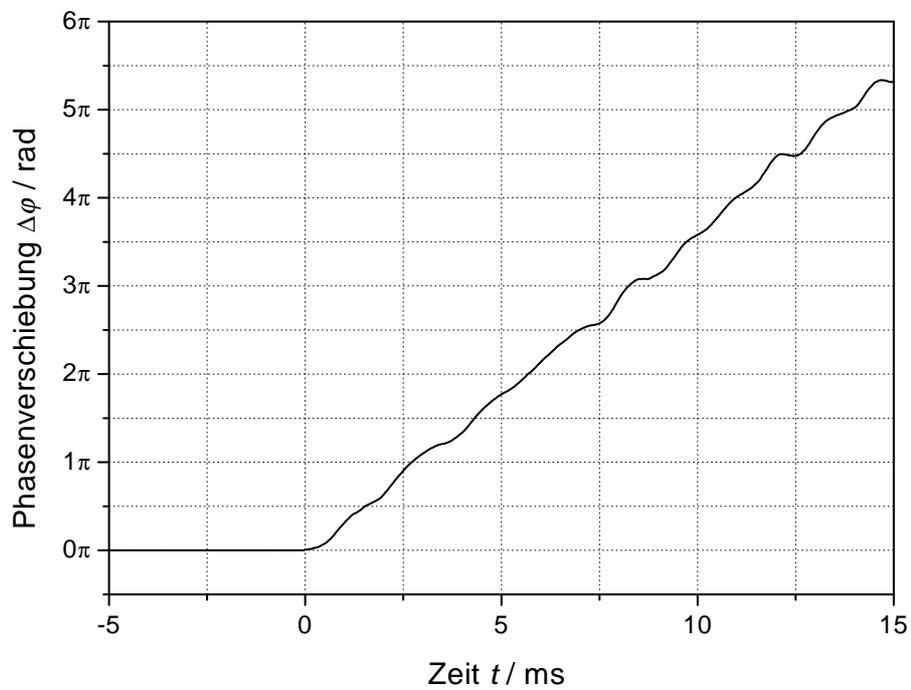


Abbildung 4.11: Phasenverlauf vor der Entfaltung.

Abbildung 4.12: Entfalteter Phasenverlauf nach dem Abzug der Anfangsphase $\varphi(T_i)$.

4.4 Titan und Titanlegierungen

4.4.1 Titan

An Titan wurde der spezifische elektrische Widerstand ρ_{el} und die spezifische Wärmekapazität c_p oberhalb der $\alpha \rightarrow \beta$ Phasenumwandlung gemessen. Des Weiteren fand eine Bestimmung der Umwandlungstemperatur sowie der Umwandlungsenthalpie statt. Es wurden auch Ausdehnungsmessungen an Titan vorgenommen.

Proben

Die Vorversuche erfolgten an zylindrischen Proben mit einem Durchmesser von 2 mm und einer Gesamtlänge von etwa 100 mm. Für die eigentlichen Versuche kamen röhrenförmige Proben zum Einsatz. Sie wurden aus Rohren mit einem Außendurchmesser von 10,3 mm und einer Wandstärke von 0,8 mm, bezogen von der Firma GOODFELLOW, gefertigt. Die Reinheit des Materials wird vom Hersteller mit mindestens 99,6 % spezifiziert, eine typische Analyse ist in Tabelle 4.12 angeführt.

Tabelle 4.12: Titan: Chemische Analyse der untersuchten Titan-Proben (Herstellangaben).

Element	Al	Ca	Cr	Cu	Fe	Mn	Ni
Anteil / ppm	300	20	50	5	1500	100	50

Element	Si	Sn	C	H	N	O
Anteil / ppm	300	200	300	60	150	2000

Es wurden Messungen an drei röhrenförmigen Proben, deren Daten aus Tabelle 4.13 ersichtlich sind, durchgeführt. Die Emissionsgrade der Proben ε wurden gemäß [9] ermittelt.

Tabelle 4.13: Daten der Titan-Proben.

Probe Nr.	m_{ges} g	l_{ges} mm	l_{eff} mm	ε -	ρ_d $g \cdot cm^{-3}$
1	7,4388	75,11	34,69	0,98	4,51
2	7,4659	74,99	34,92	0,98	4,51
3	7,4564	75,01	35,18	0,98	4,51

m_{ges} Gesamtmasse
 l_{ges} Gesamtlänge
 l_{eff} effektive Länge
 ε Emissionsgrad
 ρ_d Dichte laut [29]

Vorversuche

Die Vorversuche dienten zur Abschätzung der Dimensionen der endgültigen Proben sowie zum Kennenlernen der Eigenschaften des Materials und des Pulsheizsystems. Dabei wurden einige wichtige Erkenntnisse gemacht, die schließlich zu einigen Verbesserungen am Versuchsaufbau führten:

- Aufgrund des geringen Durchmessers der Proben (2 mm) neigten die Spannungsmessschneiden dazu, aus den Kerben zu springen. Anhand des Spannungssignals ist eindeutig unterscheidbar, welche Schneide abhob:

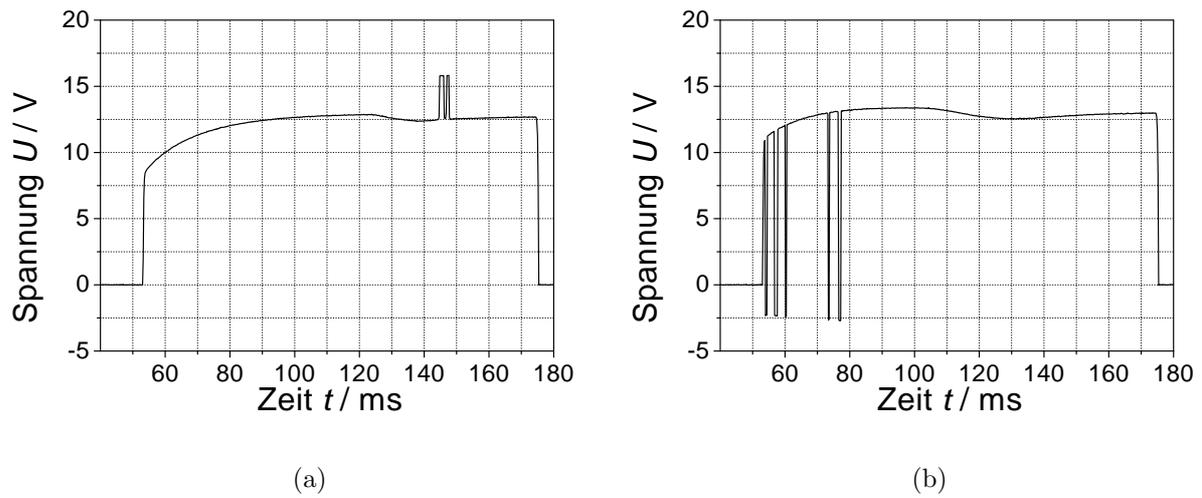


Abbildung 4.13: Spannungssignal beim Abheben der (a) oberen Messschneide, (b) unteren Messschneide.

Durch entsprechende Erhöhung des Anpressdrucks der Messschneiden konnte dieses Verhalten zwar vermieden werden, jedoch führte der hohe Anpressdruck zu einer Verformung der Proben bei hohen Temperaturen.

- Die mechanische Vorspannung, die durch den Kupferbalg auf die Proben ausgeübt wurde, war zu hoch und führte zu einer Längung der Proben. Dieses Verhalten wurde durch einen scheinbar steigenden spezifischen Widerstand zwischen zwei Versuchen festgestellt.

In Abbildung 4.14 auf der nächsten Seite ist der (scheinbare) spezifische elektrische Widerstand ρ_{el} in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie h dargestellt. Bei der Aufnahme der untersten Kurve betrug die effektive Länge der Probe $l_{eff} = 49,93$ mm, nach vier Versuchen wurde eine Längung um 5,29 mm festgestellt.

- Das Stromrauschen lag im Bereich von ± 20 A. Da die Spitzenströme bei diesen Proben etwa 900 A betragen, ist dieser Wert inakzeptabel hoch.

In Folge dieser Erfahrungen wurde der Probenhalter umgebaut, die Spannungsmessschneiden verbessert und der Ausdehnungsausgleichsmechanismus geändert. Der Kupferbalg wurde erst später durch ein Kupferband ersetzt.

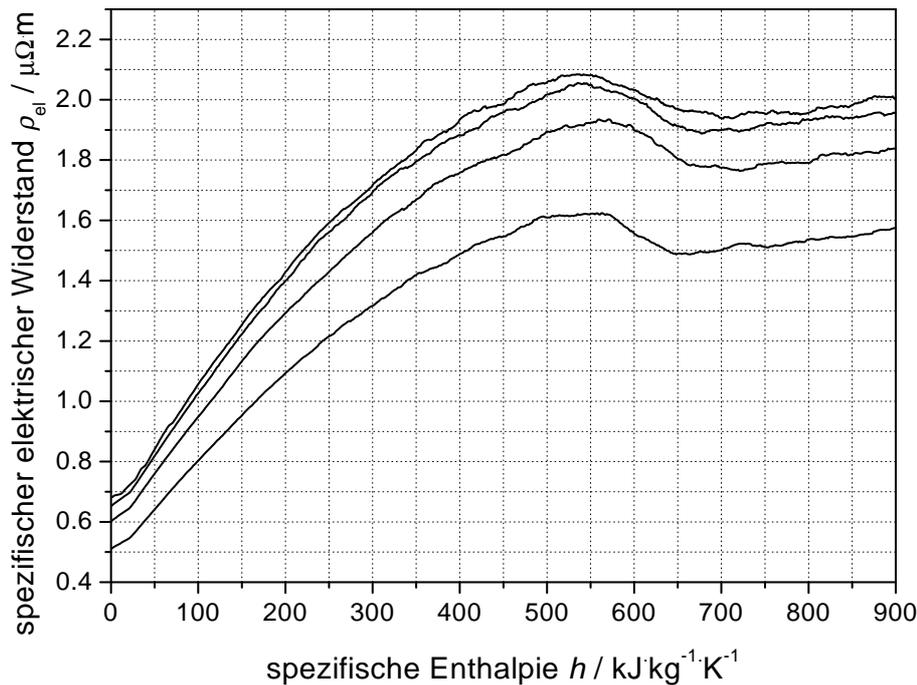


Abbildung 4.14: Scheinbare Zunahme des spezifischen elektrischen Widerstands ρ_{ei} in Folge der Längung der Probe durch zu hohe mechanische Vorspannung. Die unterste Kurve wurde als erste aufgenommen, die darüberliegenden Kurven in Folge.

Um das Stromrauschen zu verringern, wurde an den Shunt ein Instrumentenverstärker angebaut und die Schirmung der Messleitungen verbessert.

Mit dem 24 m Ω Strombegrenzungswiderstand wurde ein Maximalstrom von 600 A gemessen, die Versuchsdauer bis zum Schmelzen betrug etwa 320 ms. Bei der Wahl der endgültigen Probengeometrie wurden diese Daten verwendet.

Versuche an röhrenförmigen Proben

Alle Versuche an röhrenförmigen Proben wurden mit dem 3 m Ω Strombegrenzungswiderstand durchgeführt. Die Versuchsdauer betrug bis zu 460 ms. Die Aufheizraten lagen im Mittel bei 3750 K·s⁻¹.

Ein typischer Satz von Rohdaten ist in Abbildung 4.15 dargestellt. Dabei ist der $\alpha \rightarrow \beta$ Phasenübergang bei etwa 250 ms gut zu erkennen. Bei etwa 410 ms erreichte das 100-fach Pyrometersignal die Messbereichsgrenze des Datenerfassungssystems bei 10 V. Ab diesem Punkt erfolgte die Berechnung der Temperatur aus dem 10-fach Pyrometersignal. Weiters ist anhand des 10-fach Pyrometersignals der Beginn der Abkühlphase zu erkennen.

Spezifischer Widerstand

Der unkorrigierte spezifische elektrische Widerstand von Titan (Mittelung über 12 Messungen an drei Proben) im Bereich zwischen 1050 und 1900 K ist in Abbildung 4.16

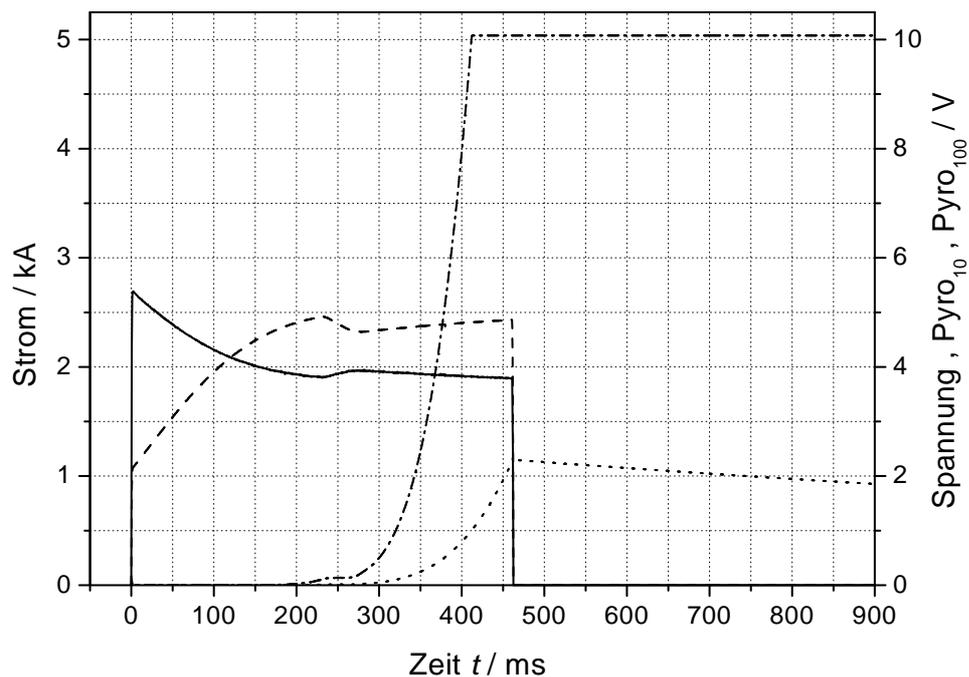


Abbildung 4.15: Titan: Rohdaten als Funktion der Zeit. Durchgezogene Linie: Strom, gestrichelte Linie: Spannung, punktierte Linie: 10-fach Pyrometersignal, strich-punktierte Linie: 100-fach Pyrometersignal.

dargestellt. Die Abweichungen der einzelnen Messungen an der selben Probe vom Probenmittelwert sowie die Abweichungen der Probenmittelwerte vom Mittelwert über alle Messungen und Proben sind in Abbildung 4.17 dargestellt. Der spezifische elektrische Widerstand im Bereich von 1250 bis 1900 K kann durch folgendes Polynom beschrieben werden:

$$\rho_{\text{el}} = 1,1867 \cdot 10^{-6} + 2,9246 \cdot 10^{-10} \cdot T - 3,2269 \cdot 10^{-14} \cdot T^2 \quad (4.24)$$

für $1250 \text{ K} \leq T \leq 1900 \text{ K}$

Wobei die Temperatur T in K einzusetzen ist und ρ_{el} in Ωm erhalten wird.

Spezifische Wärmekapazität

Die spezifische Wärmekapazität von Titan (Mittelung über 12 Messungen an drei Proben) im Bereich zwischen 1400 und 1900 K ist in Abbildung 4.18 dargestellt. Die Abweichungen der einzelnen Messungen an der selben Probe vom Probenmittelwert sowie die Abweichungen der Probenmittelwerte vom Mittelwert über alle Messungen und Proben sind in Abbildung 4.19 dargestellt. Die spezifische Wärmekapazität im Bereich von 1400 bis 1900 K kann durch folgendes Polynom beschrieben werden:

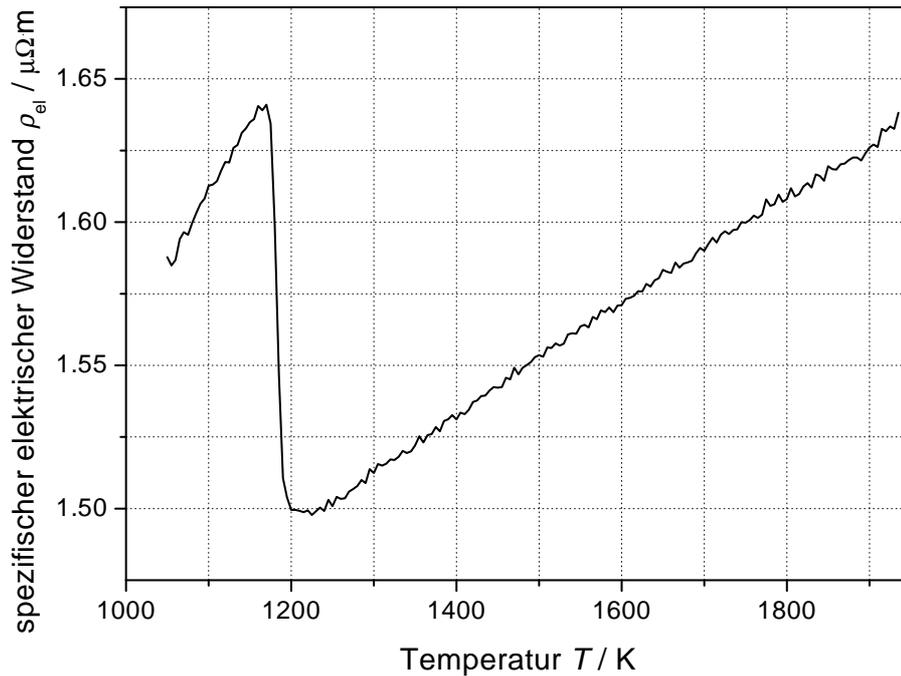


Abbildung 4.16: Titan: Unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur. Mittelung über 12 Messungen an drei Proben.

$$c_p = -762,61 + 2,7197 \cdot T - 1,8054 \cdot 10^{-3} \cdot T^2 + 4,2192 \cdot 10^{-7} \cdot T^3 \quad (4.25)$$

für $1400 \text{ K} \leq T \leq 1900 \text{ K}$

Wobei die Temperatur T in K einzusetzen ist und c_p in $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ erhalten wird.

$\alpha \rightarrow \beta$ Phasenumwandlung

Die $\alpha \rightarrow \beta$ Phasenumwandlung ist während des Aufheizens im Temperatursignal als Plateau erkennbar, da während der Umwandlung die zugeführte elektrische Energie als latente Wärme aufgenommen wird und daher nicht zur Temperaturerhöhung beiträgt. Bei genauer Betrachtung zeigt sich jedoch, dass das Temperaturplateau nicht waagrecht ist (siehe Abbildung 4.20). Weiters wurde festgestellt, dass die Umwandlungstemperatur von der Heizrate abhängig ist.

Beim Abkühlen dagegen ist das Temperaturplateau waagrecht, die Umwandlung tritt immer bei der gleichen Temperatur auf. In Abbildung 4.21 ist ein Temperaturplateau dargestellt, welches beim Abkühlen aufgenommen wurde. Eine statistische Auswertung lieferte eine Umwandlungstemperatur $T_{\alpha \rightarrow \beta} = 1152 \text{ K}$.

Laut Gleichung (4.22) wurde die spezifische Enthalpie $h(t)$ berechnet¹⁵, und durch

¹⁵Für den Gesamtemissionsgrad ε_{tot} wurde 0,3 eingesetzt. Der Strahlungskorrekturterm hat aber nur geringen Einfluss auf das Ergebnis, da der Mittelteil der Probe bei der Temperatur der Phasenumwandlung nur etwa 34 W abstrahlt, im Vergleich zur elektrischen Leistung von etwa 9400 W

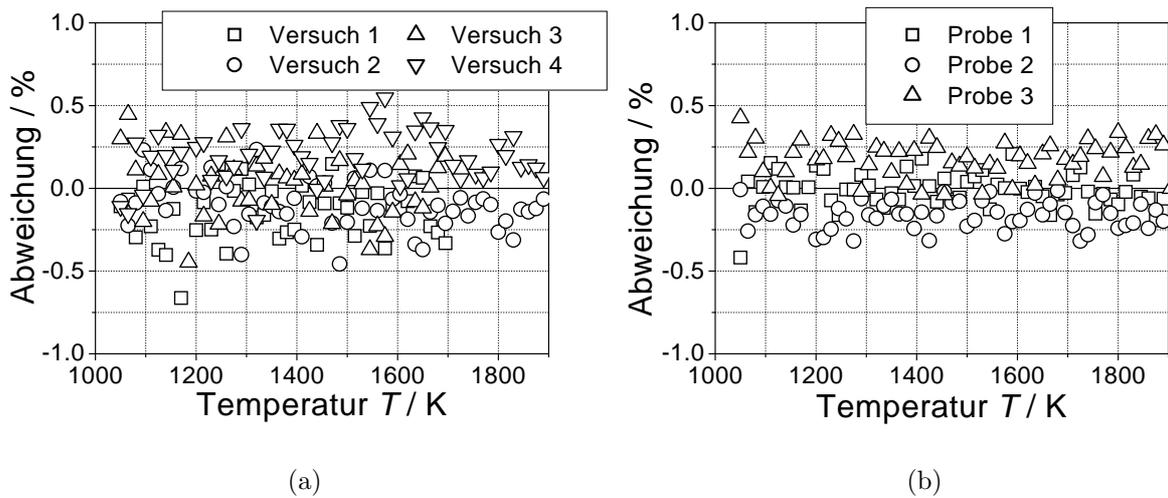


Abbildung 4.17: Titan: Relative Abweichung des spezifischen elektrischen Widerstands in Abhängigkeit von der Temperatur: (a) einzelne Messungen mit der selben Probe (Probe Nr. 1) vom Probenmittelwert, (b) verschiedene Proben vom Mittelwert über alle Messungen und Proben.

eine passende Ausgleichsfunktion oberhalb $h(T)_2$ und unterhalb $h(T)_1$ der Phasenumwandlung angenähert (siehe Abbildung 4.26). Mit Hilfe dieser Ausgleichsfunktionen konnte die Umwandlungsenthalpie $h_{\alpha \rightarrow \beta}$ berechnet werden:

$$h_{\alpha \rightarrow \beta} = h(T_{\alpha \rightarrow \beta})_2 - h(T_{\alpha \rightarrow \beta})_1 \quad (4.26)$$

Die Ergebnisse sind in Tabelle 4.15 angeführt.

Thermische Ausdehnung

Es wurde auch versucht, die thermische Ausdehnung von Titan zu messen. Die Proben dazu waren gleich beschaffen wie die bereits beschriebenen Röhren, allerdings waren keine Kerben für Spannungsmessschneiden vorhanden. Zusätzlich wurden bei diesen Proben noch zwei gegenüber liegende Flächen abgefräst, geschliffen und poliert. Die Bearbeitung dieser Oberflächen war mit den vorhandenen Geräten zur Präparation von metallographischen Proben nicht mit der erforderlichen Qualität möglich. Es wurden trotzdem einige Versuche gemacht. Da aber am Ort des Vier-Quadranten Detektors anstatt eines Systems aus Interferenzstreifen ein Specklemuster entstand, waren die Interferometersignale nicht auswertbar, das heißt die Phasenfaltung war fehlerhaft. Bei einem einzigen Experiment war das entfaltete Phasensignal bis auf ein paar Phasensprünge, die von Hand korrigiert wurden, brauchbar. Das Ergebnis dieses Experiments ist in Abbildung 4.23 dargestellt. Dabei ist die Kontraktion der Probe während der $\alpha \rightarrow \beta$ Phasenumwandlung gut zu erkennen¹⁶. Nach diesem Versuch waren die ehe-

¹⁶Die Phasenumwandlung findet hier bei einer etwas niedrigeren Temperatur statt, als bei den vorangegangenen Versuchen, was mit der niedrigeren Aufheizrate von etwa $2900 \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$ erklärt werden kann.

Tabelle 4.14: Titan: Spezifische Wärmekapazität und unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur.

T K	c_p $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	ρ_{el} $\mu\Omega\cdot\text{m}$
1250		1,502
1300		1,512
1350		1,523
1400	664,1	1,533
1450	671,3	1,543
1500	678,7	1,553
1550	686,6	1,563
1600	695,2	1,572
1650	705,0	1,581
1700	716,1	1,591
1750	729,0	1,600
1800	743,9	1,609
1850	761,2	1,617
1900	781,2	1,626

T Temperatur
 c_p spezifische Wärmekapazität
 ρ_{el} spezifischer elektrischer Widerstand

mals polierten Oberflächen der Probe rau und daher für weitere interferometrische Messungen unbrauchbar.

Vergleich mit anderen Ergebnissen

In Abbildung 4.24 ist ein Vergleich der in dieser Arbeit gemessenen spezifischen Wärmekapazität von Titan mit anderen Forschungsgruppen gegeben. CEZAIIRLIYAN [34] benutzte ein System, welchen dem hier beschriebenen sehr ähnlich ist. Die Ergebnisse von BEREZIN [46] wurden mittels eines *Drop*-Kalorimeters erhalten. KOHLHAAS [47] verwendete ein adiabatisches Kalorimeter. Zur Umrechnung der Ergebnisse aus [48] wurde

Tabelle 4.15: Umwandlungsenthalpien $h_{\alpha\rightarrow\beta}$.

Probe Nr.	$h_{\alpha\rightarrow\beta}$ $\text{kJ}\cdot\text{kg}^{-1}$
-	
1	90,834
2	91,505
3	87,398
Mittel	89,913

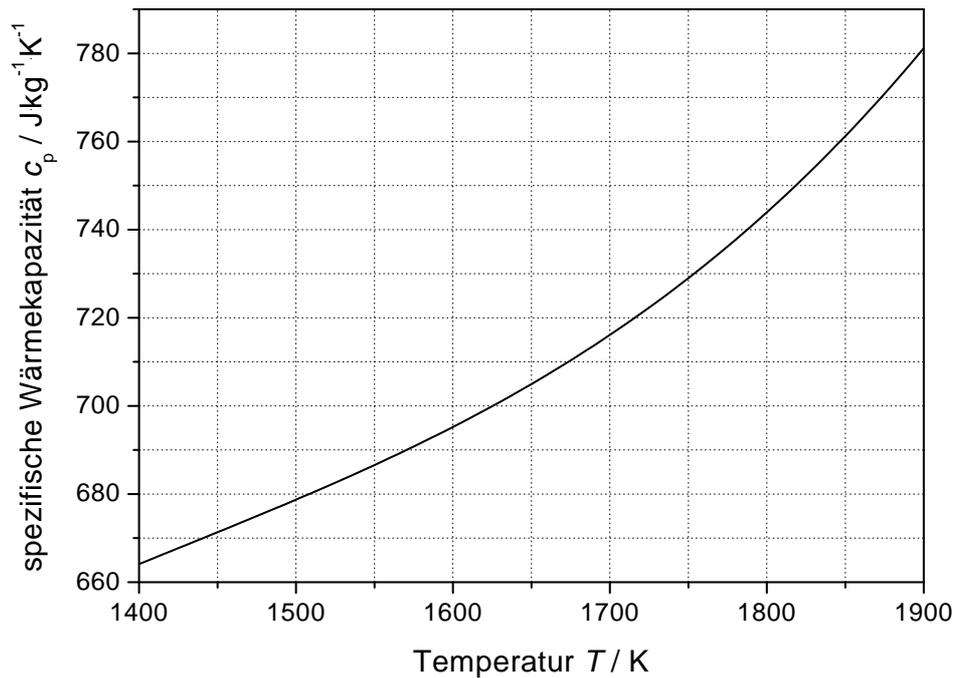


Abbildung 4.18: Titan: Spezifische Wärmekapazität in Abhängigkeit von der Temperatur. Mittelung über 12 Messungen an drei Proben.

die Atommasse von Titan $47,867 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ laut [49] verwendet.

Ein Vergleich des spezifischen elektrischen Widerstands mit den Ergebnissen von [34] ist in Abbildung 4.25 gegeben.

In [35] wird die Umwandlungsenthalpie von Titan mit $87,116 \text{ kJ}\cdot\text{kg}^{-1}$ angegeben, was in guter Übereinstimmung mit dem hier ermittelten Wert ist. In dieser Arbeit wurden für die Umwandlungstemperatur 1166 K erhalten, allerdings ergab sich dieser Wert aus der Aufheizkurve.

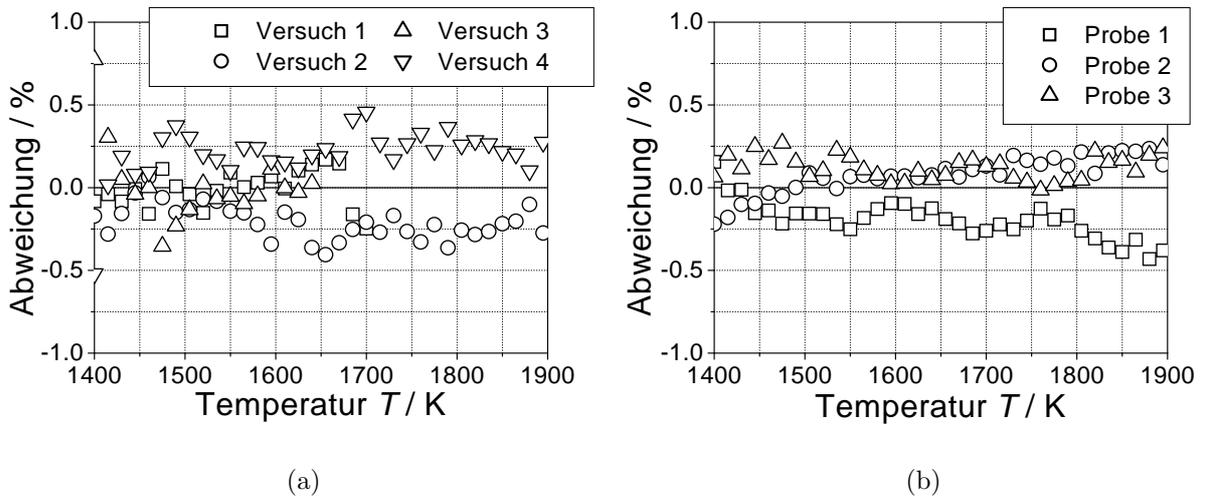


Abbildung 4.19: Titan: Relative Abweichung der spezifischen Wärmekapazität in Abhängigkeit von der Temperatur: (a) einzelne Messungen mit der selben Probe (Probe Nr. 1) vom Probenmittelwert, (b) verschiedene Proben vom Mittelwert über alle Messungen und Proben.

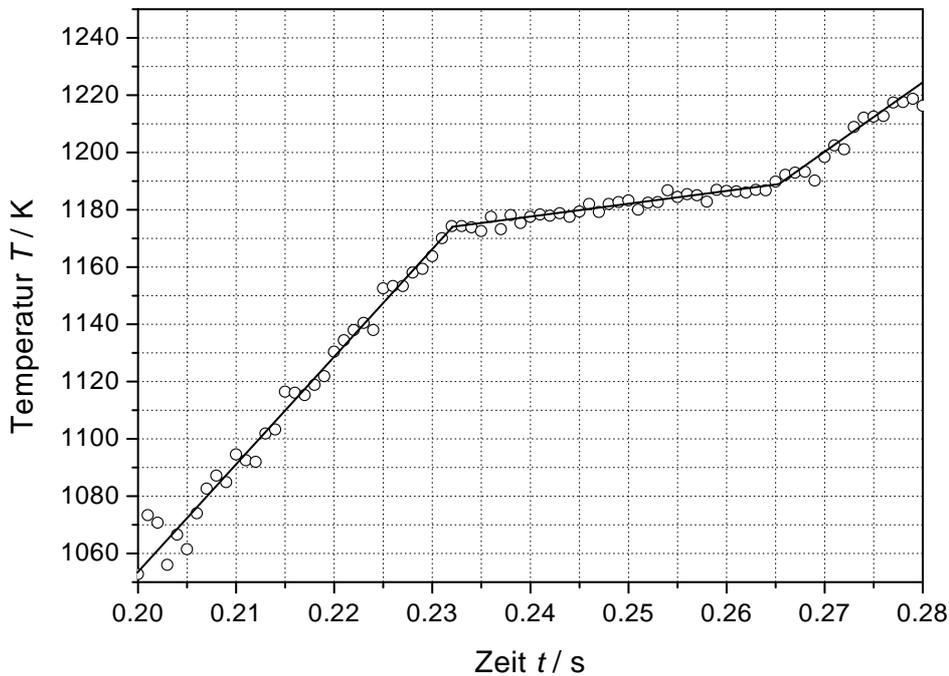


Abbildung 4.20: Titan: Temperaturplateau an der Stelle der $\alpha \rightarrow \beta$ Phasenumwandlung während des Aufheizens aufgenommen.

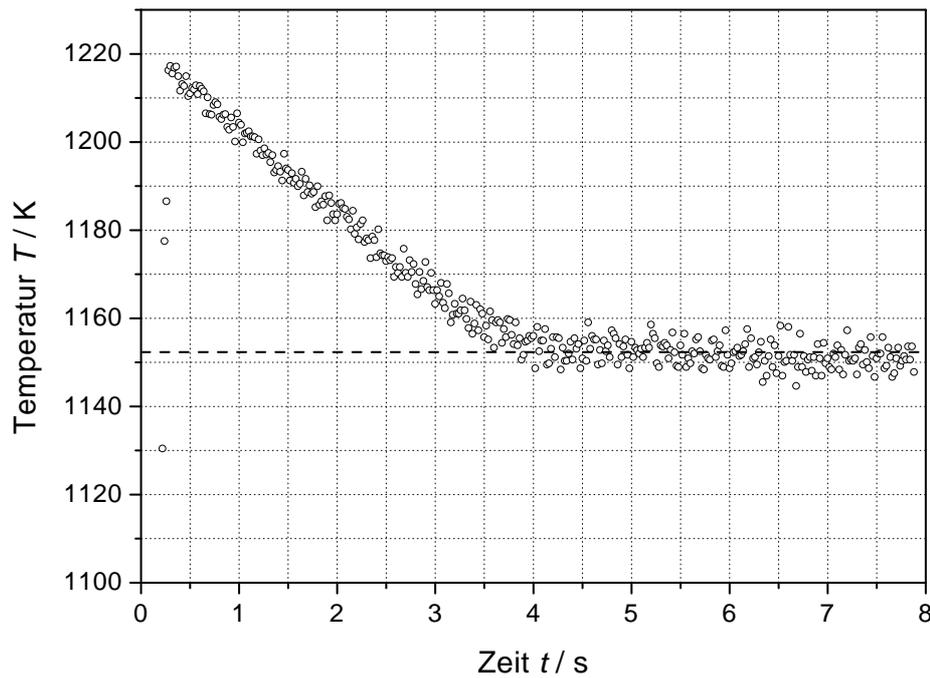


Abbildung 4.21: Titan: Temperaturplateau an der Stelle der $\alpha \rightarrow \beta$ Phasenumwandlung während des Abkühlens aufgenommen. Die gestrichelte Linie markiert die gemittelte Umwandlungstemperatur $T_{\alpha \rightarrow \beta}$.

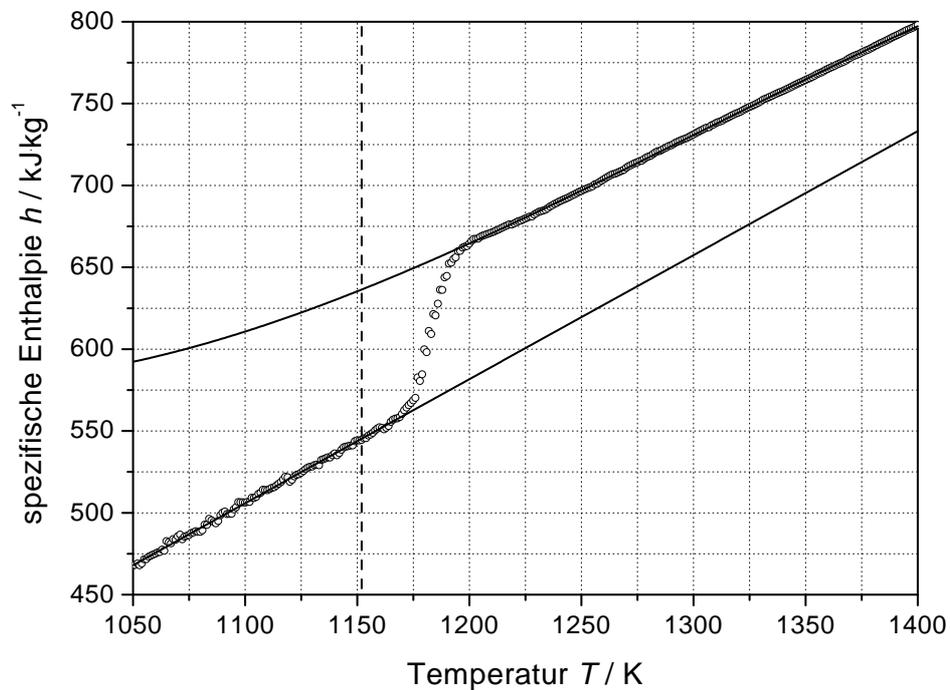


Abbildung 4.22: Titan: Extrapolation der spezifischen Enthalpie unterhalb und oberhalb der Phasenumwandlung. Die gestrichelte Linie markiert die Umwandlungstemperatur.

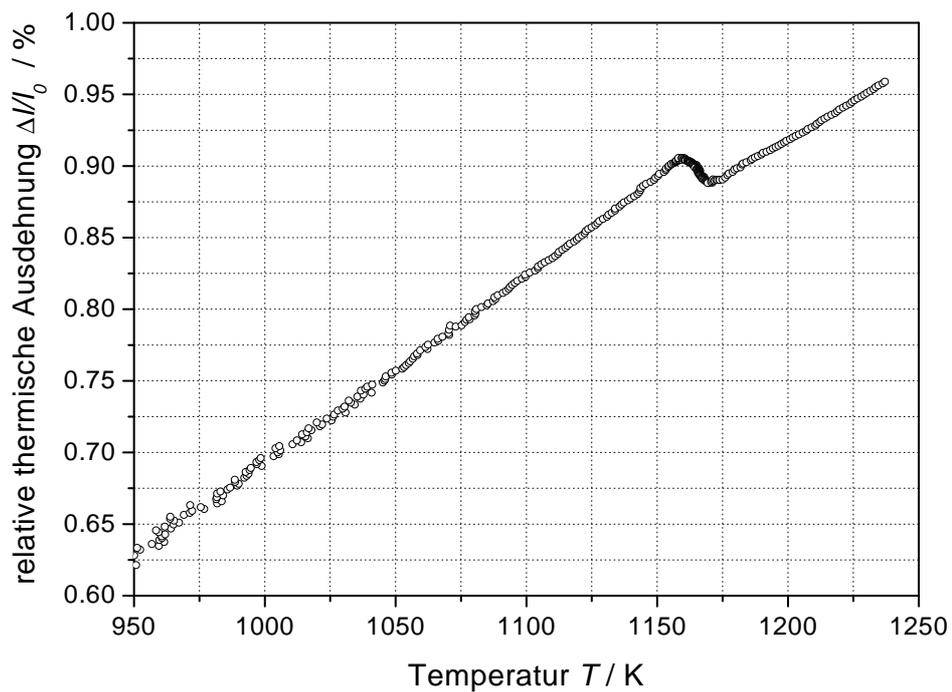


Abbildung 4.23: Titan: Thermische Ausdehnung als Funktion der Temperatur.

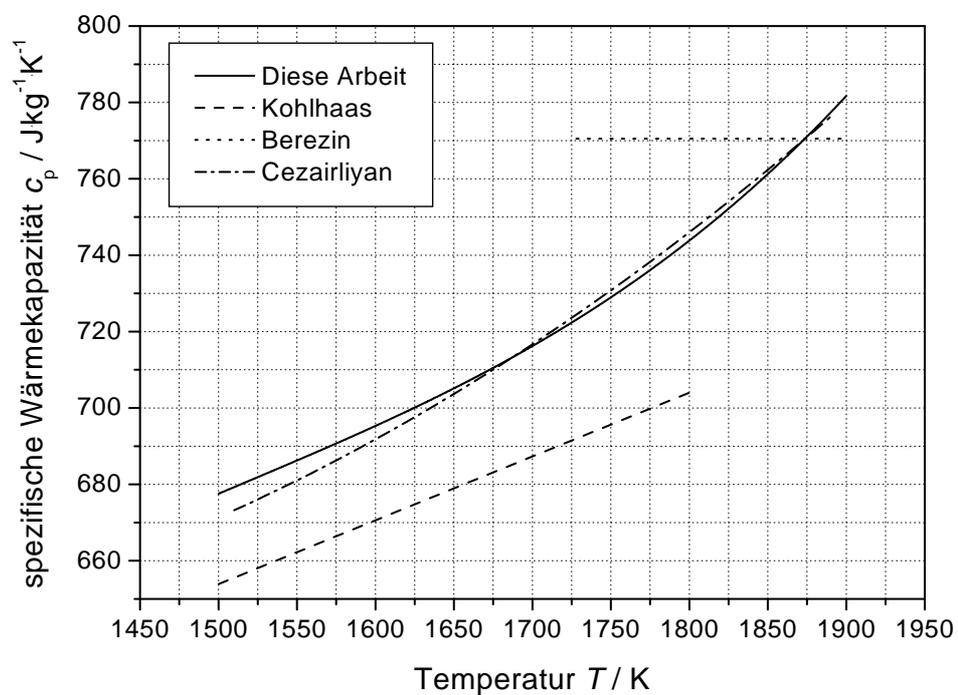


Abbildung 4.24: Titan: Vergleich der spezifischen Wärmekapazität mit den Ergebnissen anderer Gruppen.

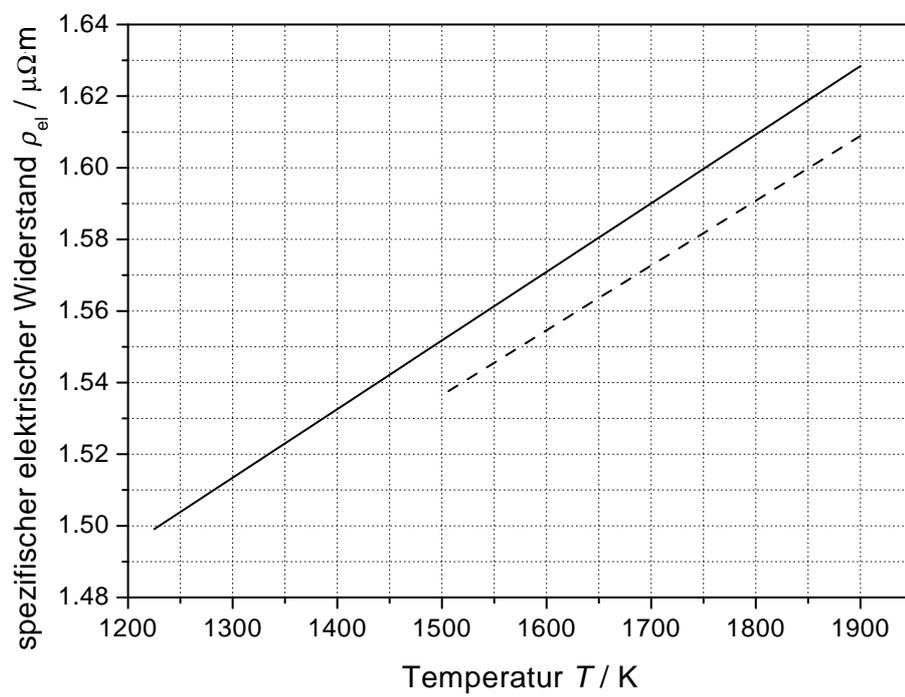


Abbildung 4.25: Titan: Vergleich des spezifischen elektrischen Widerstands. Durchgezogene Linie: Diese Arbeit, gestrichelte Linie: CEZAIIRLIYAN [34].

4.4.2 TiAl6V4

An TiAl6V4 wurden der spezifische elektrische Widerstand ρ_{el} und die spezifische Wärmekapazität c_p gemessen. Außerdem wurde anhand des spezifischen elektrischen Widerstands eine Änderung des Gefüges in Folge der Pulsversuche festgestellt.

Proben

Für die Vorversuche wurden zylindrische Proben aus Draht mit einem Durchmesser von 1,6 mm und einer Gesamtlänge von etwa 100 mm verwendet. Für die eigentlichen Versuche kamen röhrenförmige Proben zum Einsatz. Sie wurden aus Rundmaterial mit einem Durchmesser von 10 mm, bezogen von der Firma GOODFELLOW, gefertigt. Die Ergebnisse einer chemische Analyse sind in Tabelle 4.16 angeführt.

Tabelle 4.16: *TiAl6V4: Chemische Analyse der untersuchten Proben (Analyse durchgeführt am ÖGI, Abteilung Chemie). Anteile Ti, Al und V in % alle anderen Elemente in ppm.*

Element	Ti	Al	V	Fe	C	Cr	Cu	Ni	Mn	Ca
Draht	Haupt	6,2	4,1	2200	130	150	18	91	19	4
Röhrchen	Haupt	6,4	4,3	1900	130	49	30	43	4	3

Es wurden Messungen an drei röhrenförmigen Proben, deren Daten aus Tabelle 4.17 ersichtlich sind, durchgeführt.

Tabelle 4.17: *Daten der TiAl6V4-Proben.*

Probe Nr.	m_{ges} g	l_{ges} mm	l_{eff} mm	ε -	ρ_d $g \cdot cm^{-3}$
1	8,1434	75,05	34,09	0,98	4,42
2	7,9646	75,03	34,67	0,98	4,42
3	7,8745	75,05	35,03	0,98	4,42

m_{ges} Gesamtmasse
 l_{ges} Gesamtlänge
 l_{eff} effektive Länge
 ε Emissionsgrad
 ρ_d Dichte (Herstellerangabe)

Vorversuche

Die Vorversuche mit TiAl6V4 gehörten zusammen mit Titan und Nickel zu den ersten Messungen, die mit dem neuen Pulsheizsystem durchgeführt wurden. Zu diesem Zeitpunkt war nur die Messung der elektrischen Größen Strom und Spannungsabfall

möglich. Als Ergebnis konnte daher nur die Abhängigkeit des spezifischen elektrischen Widerstands von der spezifischen Enthalpie berechnet werden.

Dabei wurde entdeckt, dass bei dieser Legierung eine Phasenumwandlung auftritt, die sich durch eine Abnahme des spezifischen elektrischen Widerstands bemerkbar macht. Der Zusammenhang zwischen spezifischem elektrischen Widerstand und spezifischer Enthalpie ist in Abbildung 4.26 dargestellt. Es ist zu erkennen, dass der spezifische Widerstand im Bereich zwischen Raumtemperatur und der Phasenumwandlung beim ersten Versuch mit einer Probe höher ist, als beim zweiten Versuch mit der selben Probe.¹⁷ Der Grund für diese Abweichung liegt in einer Änderung der Mikrostruktur des Materials in Folge des Pulsversuchs beziehungsweise der raschen Abkühlung nach dem Versuch.

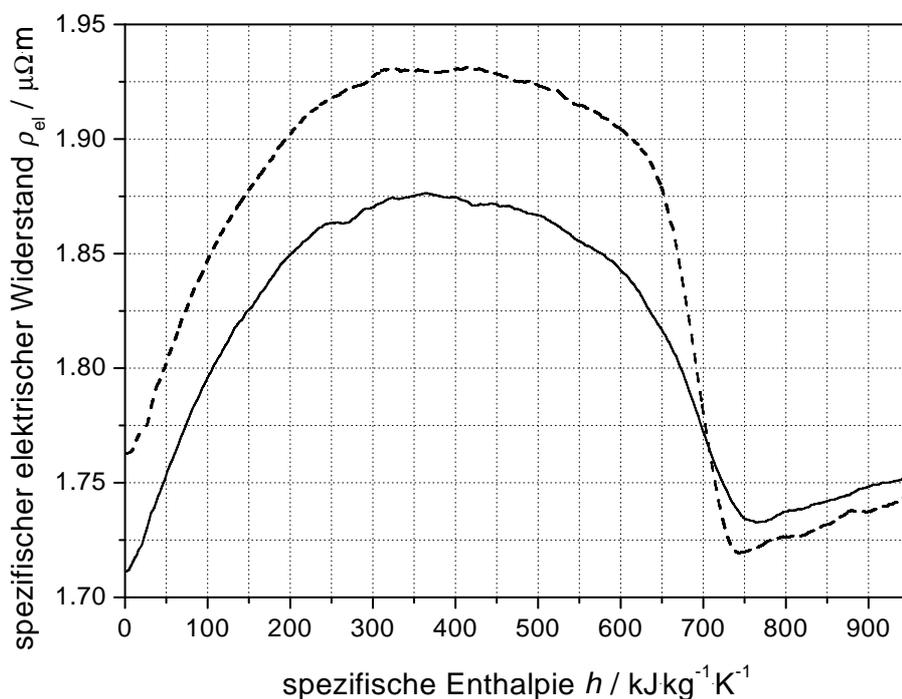
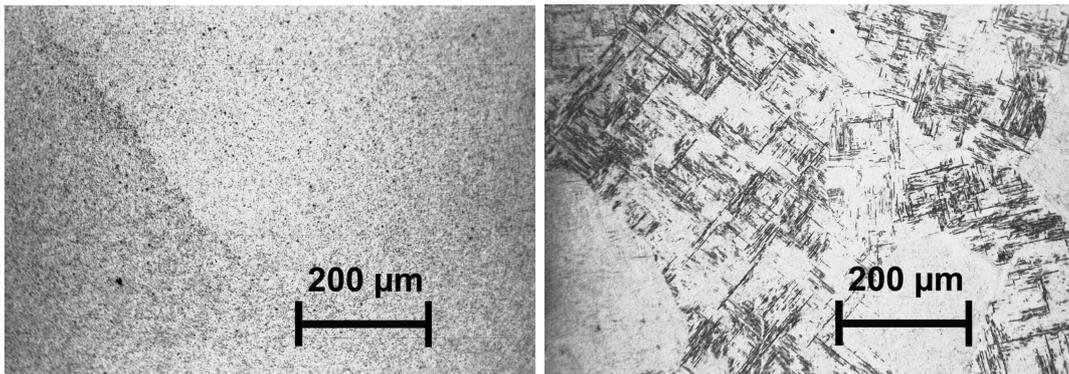


Abbildung 4.26: *TiAl6V4*: Spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie. Gestrichelte Linie: erster Versuch, durchgezogene Linie: zweiter Versuch.

Versuche an röhrenförmigen Proben

Alle Versuche an röhrenförmigen Proben wurden mit dem 3 m Ω Strombegrenzungswiderstand durchgeführt. Die Versuchsdauer betrug bis zu 470 ms. Die Aufheizraten lagen im Mittel bei 3000 K \cdot s $^{-1}$.

¹⁷Der Widerstand nach der Umwandlung ist scheinbar beim zweiten Versuch geringfügig höher. Der Grund dafür liegt in der zu hohen mechanischen Vorspannung der Probe, die, wie schon bei Titan beobachtet, zu einer Längung der Probe führte.



(a)

(b)

Abbildung 4.27: *TiAl6V4*: Mikrostruktur des Materials (a) vor und (b) nach dem Puls-experiment (Präparation des Schiffs und Aufnahme der Fotos durchgeführt am ÖGI, Abteilung Metallographie).

Spezifischer Widerstand

Der unkorrigierte spezifische elektrische Widerstand von *TiAl6V4* (Mittelung über 15 Messungen an drei Proben) im Bereich zwischen 1000 und 1900 K ist in Abbildung 4.28 dargestellt. Die Abweichungen der einzelnen Messungen an der selben Probe vom Probenmittelwert liegen unter 0,4 %, die Abweichungen der Probenmittelwerte vom Mittelwert über alle Messungen bei 0,3 %. Der spezifische elektrische Widerstand im Bereich von 1350 bis 1900 K kann durch folgende Gerade beschrieben werden:

$$\rho_{\text{el}} = 1,6086 \cdot 10^{-6} + 7,7165 \cdot 10^{-11} \cdot T \quad (4.27)$$

für $1350 \text{ K} \leq T \leq 1900 \text{ K}$

Wobei die Temperatur T in K einzusetzen ist und ρ_{el} in Ωm erhalten wird.

Spezifische Wärmekapazität

Die spezifische Wärmekapazität von *TiAl6V4* (Mittelung über 15 Messungen an drei Proben) im Bereich zwischen 1350 und 1900 K ist in Abbildung 4.18 dargestellt. Die Abweichungen der einzelnen Messungen an der selben Probe vom Probenmittelwert sowie die Abweichungen der Probenmittelwerte vom Mittelwert über alle Messungen und Proben sind in Abbildung 4.30 dargestellt. Die spezifische Wärmekapazität im Bereich von 1350 bis 1900 K kann durch folgendes Polynom beschrieben werden:

$$c_p = -761,42 + 3,0440 \cdot T - 2,1391 \cdot 10^{-3} \cdot T^2 + 5,1689 \cdot 10^{-7} \cdot T^3 \quad (4.28)$$

für $1350 \text{ K} \leq T \leq 1900 \text{ K}$

Wobei die Temperatur T in K einzusetzen ist und c_p in $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ erhalten wird.

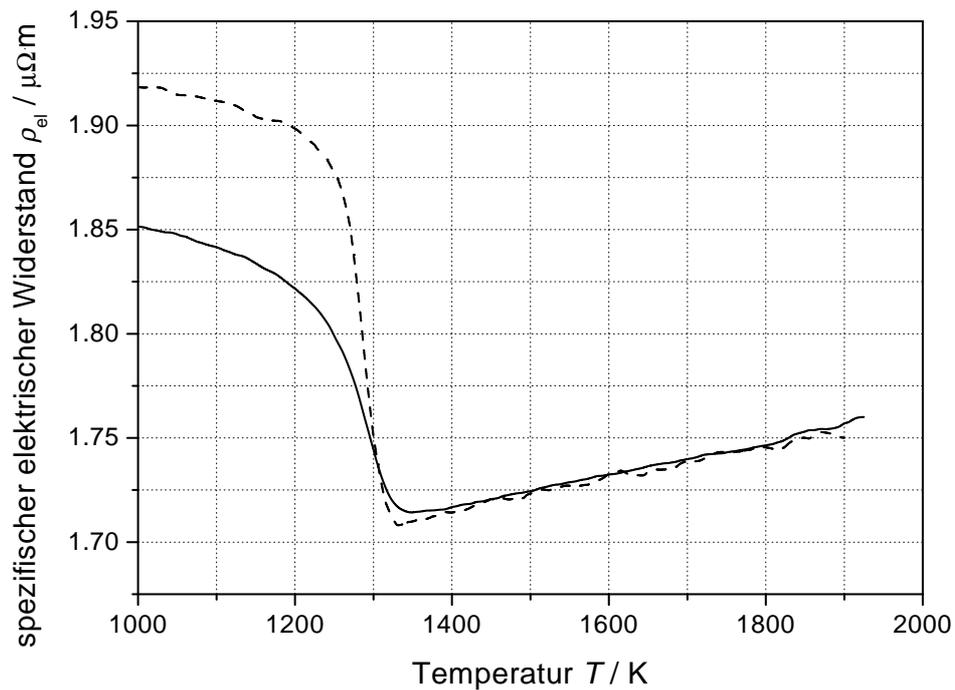


Abbildung 4.28: *TiAl6V4*: Unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur. Gestrichelte Linie: Mittelung über zwei Erstversuche, durchgezogene Linie: Mittelung über 13 Folgeversuche an drei Proben.

Vergleich mit anderen Ergebnissen

In Abbildung 4.31 ist ein Vergleich der in dieser Arbeit gemessenen spezifischen Wärmekapazität von *TiAl6V4* mit den Ergebnissen von CEZAIIRLIYAN [50] gegeben.

Ein Vergleich des spezifischen elektrischen Widerstands mit den Ergebnissen von [50] ist in Abbildung 4.32 gegeben.

Tabelle 4.18: TiAl6V4: Spezifische Wärmekapazität und unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur.

T K	c_p $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	$\rho_{\text{el},1}$ $\mu\Omega\cdot\text{m}$	$\rho_{\text{el},2}$ $\mu\Omega\cdot\text{m}$
1000		1,919	1,851
1050		1,915	1,849
1100		1,911	1,841
1150		1,905	1,834
1200		1,898	1,821
1250		1,881	1,800
1300		1,745	1,743
1350	721,6	1,712	1,715
1400	726,0	1,718	1,716
1450	730,6	1,720	1,719
1500	736,0	1,720	1,725
1550	742,4	1,728	1,728
1600	750,4	1,732	1,732
1650	760,2	1,734	1,736
1700	771,5	1,741	1,740
1750	785,1	1,744	1,744
1800	802,1	1,748	1,747
1850	820,1	1,747	1,753
1900	849,7	1,750	1,757

T Temperatur
 c_p spezifische Wärmekapazität
 $\rho_{\text{el},1}$ spezifischer elektrischer Widerstand, Erstversuche
 $\rho_{\text{el},2}$ spezifischer elektrischer Widerstand, Folgeversuche

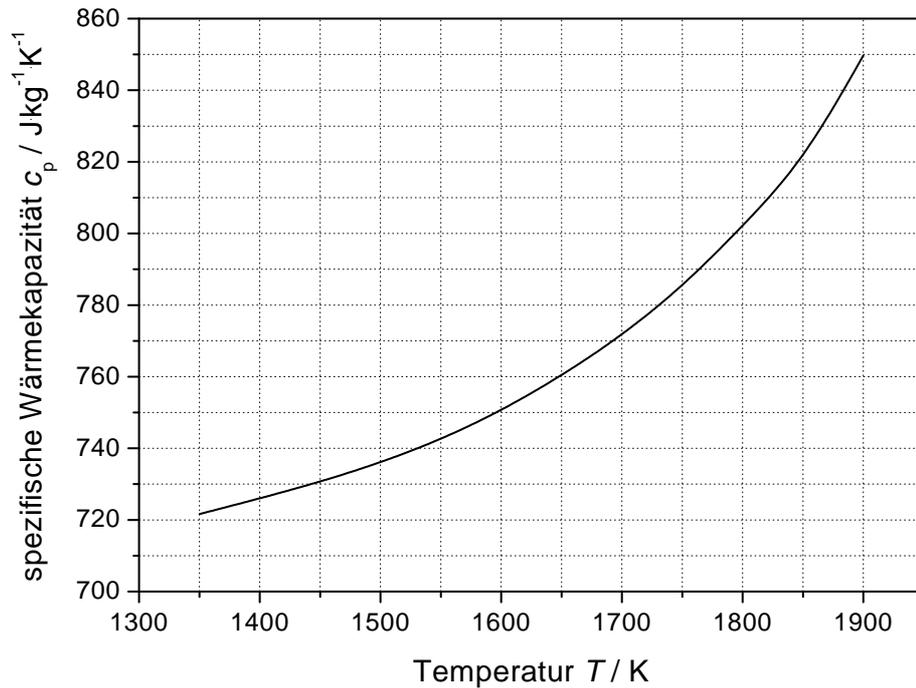


Abbildung 4.29: TiAl6V4: Spezifische Wärmekapazität in Abhängigkeit von der Temperatur. Mittelung über 15 Messungen an drei Proben.

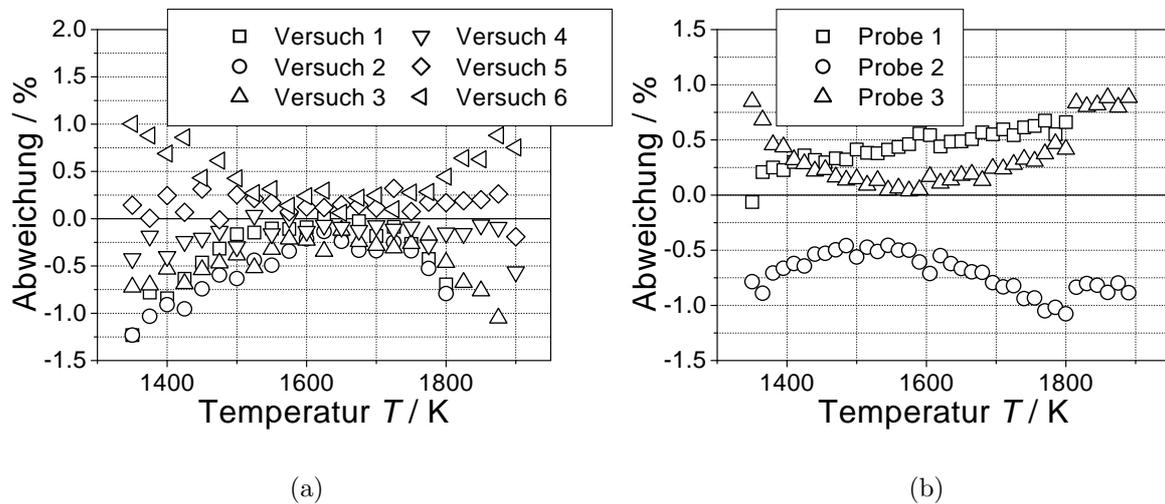


Abbildung 4.30: TiAl6V4: Relative Abweichung der spezifischen Wärmekapazität in Abhängigkeit von der Temperatur: (a) einzelne Messungen mit der selben Probe (Probe Nr. 3) vom Probenmittelwert, (b) verschiedene Proben vom Mittelwert über alle Messungen und Proben.

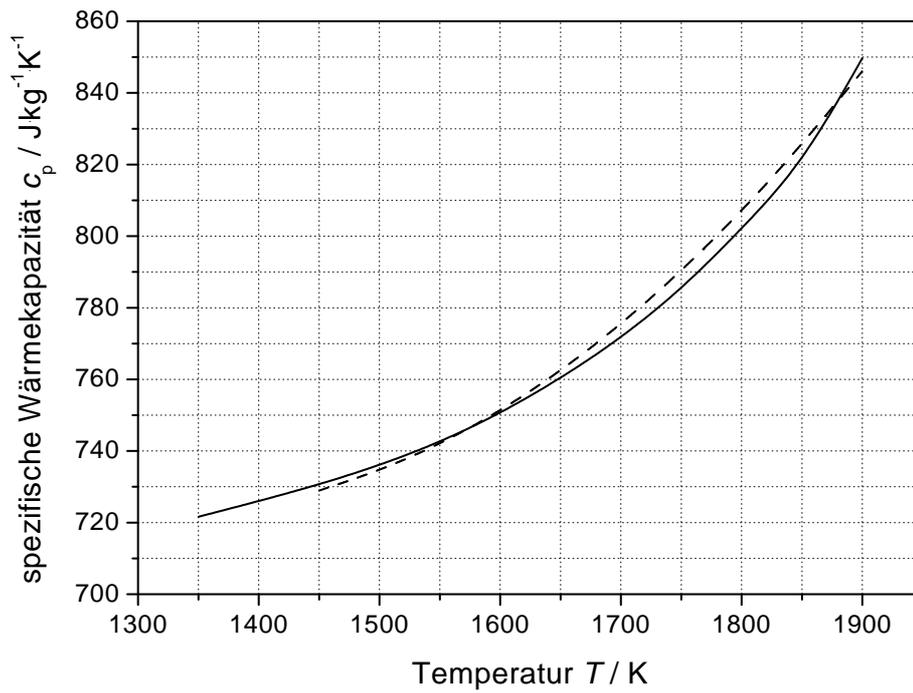


Abbildung 4.31: *TiAl6V4*: Vergleich der spezifischen Wärmekapazität. Durchgezogene Linie: Diese Arbeit, gestrichelte Linie: CEZAIIRLIYAN [50].

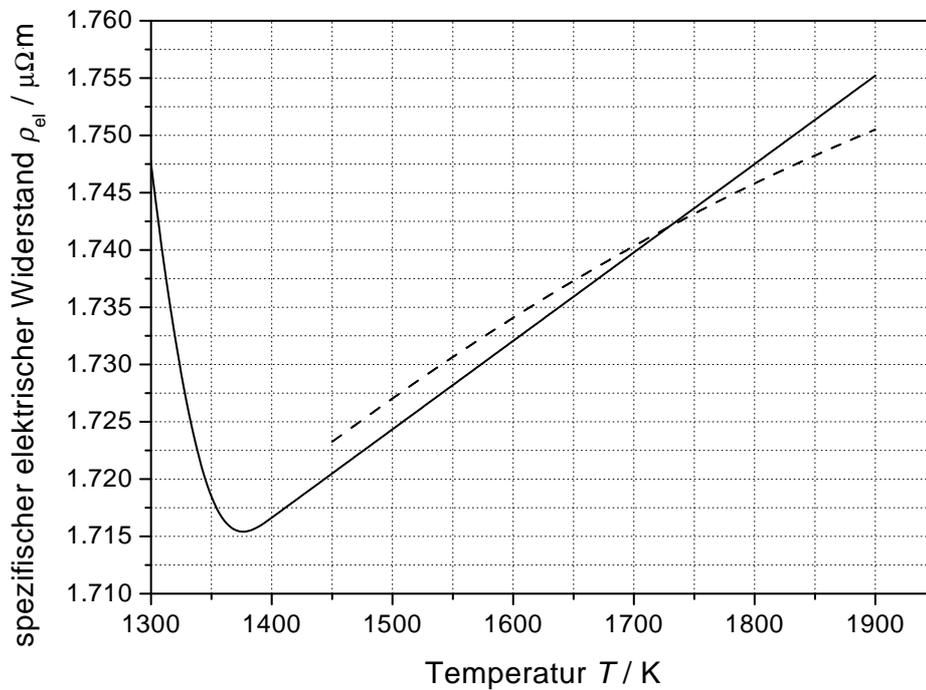


Abbildung 4.32: *TiAl6V4*: Vergleich des spezifischen elektrischen Widerstands. Durchgezogene Linie: Diese Arbeit, gestrichelte Linie: CEZAIIRLIYAN [50].

4.4.3 γ -Titanaluminid

An der intermetallischen Verbindung γ -Titanaluminid wurden der spezifische elektrische Widerstand ρ_{el} , die spezifische Wärmekapazität c_p , sowie der totale Emissionsgrad ε_{tot} gemessen.

Proben

Für die Vorversuche wurden zylindrische Proben mit einem Durchmesser von 6,0 mm und einer Gesamtlänge von 50 mm verwendet. Für die eigentlichen Versuche kamen röhrenförmige Proben zum Einsatz. Sie wurden aus Rundmaterial mit einem Durchmesser von 10 mm, zur Verfügung gestellt von der Firma PLANSEE, gefertigt. Die Ergebnisse einer chemische Analyse sind in Tabelle 4.19 angeführt.

Tabelle 4.19: γ -Titanaluminid: Chemische Analyse der untersuchten γ -Titanaluminid-Proben (Analyse durchgeführt am ÖGI, Abteilung Chemie). Anteile Ti, Al und Cr in % alle anderen Elemente in ppm.

Element	Ti	Al	Cr	Fe	Ni	Cu	C
Anteil	63,0	33,0	3,3	400	200	100	200

Es wurden Messungen an vier röhrenförmigen Proben, deren Daten aus Tabelle 4.20 ersichtlich sind, durchgeführt.

Tabelle 4.20: Daten der γ -Titanaluminid-Proben.

Probe Nr.	m_{ges} g	l_{ges} mm	l_{eff} mm	ε -	ρ_d $g \cdot cm^{-3}$
1	5,9773	60,20	30,14	0,98	4,035
2	5,9421	60,24	30,55	0,98	4,035
3	5,9678	60,32	30,47	0,98	4,035
4	5,9002	60,30	30,41	0,98	4,035

m_{ges} Gesamtmasse
 l_{ges} Gesamtlänge
 l_{eff} effektive Länge
 ε Emissionsgrad
 ρ_d Dichte (gemessen)

Vorversuche

Die Vorversuche mit γ -Titanaluminid dienten zur Auswahl der besten Probengeometrie für die Messungen an den röhrenförmigen Proben. Es wurde festgestellt, dass dieses Material bei Raumtemperatur sehr hart und spröde ist und bei der Herstellung der Kerben für die Spannungsmessschneiden daher sehr behutsam vorzugehen ist, um ein Zersplittern der Probe zu vermeiden.

Versuche an röhrenförmigen Proben

Alle Versuche an röhrenförmigen Proben wurden mit dem $3\text{ m}\Omega$ Strombegrenzungswiderstand durchgeführt. Die Versuchsdauer betrug bis zu 450 ms . Die Aufheizraten lagen im Mittel bei $2500\text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$. Probe Nr. 1 war fehlerhaft gefertigt und wurde dazu verwendet, um die geeigneten Einstellungen des Messsystems herauszufinden. Dabei wurde festgestellt, dass bei höheren Temperaturen (ca. 1600 K) Material abdampft, was zu einem Beschlagen der Fenster der Versuchskammer führte und somit einen Fehler in der Temperaturmessung hervorrief. Alle weiteren Messungen fanden daher unter Schutzgas (Argon) mit einem Druck von $1,5\text{ bar}$ statt.

Spezifischer Widerstand

Der unkorrigierte spezifische elektrische Widerstand von γ -Titanaluminid (Mittelung über 12 Messungen an drei Proben) im Bereich zwischen 1000 und 1650 K ist in Abbildung 4.33 dargestellt. Die Abweichungen der einzelnen Messungen an der selben Probe vom Probenmittelwert liegen unter $0,9\%$, die Abweichungen der Probenmittelwerte vom Mittelwert über alle Messungen bei $0,4\%$.

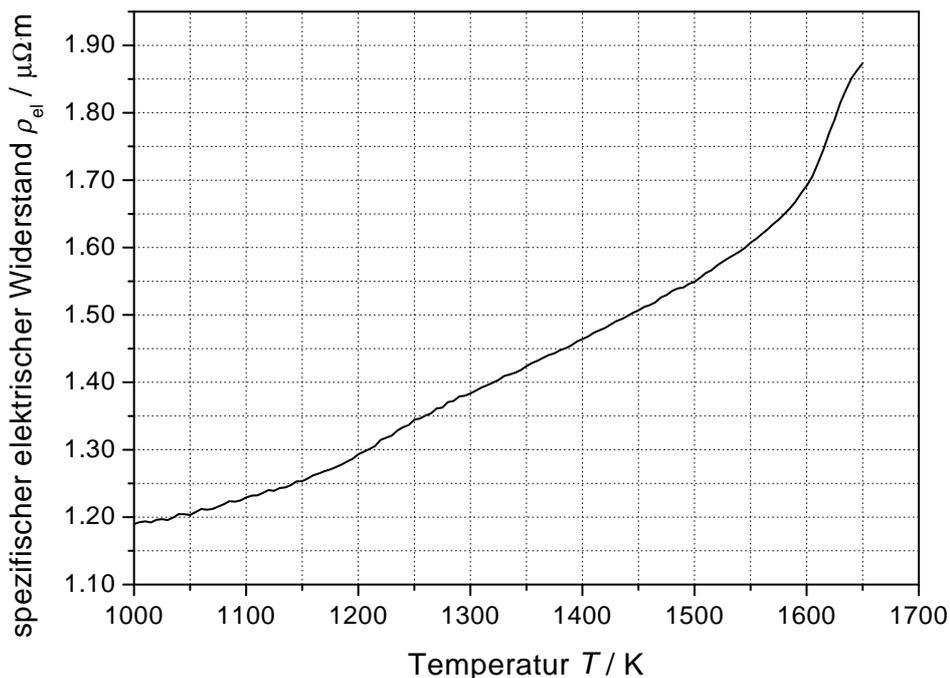


Abbildung 4.33: γ -Titanaluminid: Unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur. Mittelung über 12 Versuche an drei Proben.

Spezifische Wärmekapazität

Es wurde festgestellt, dass die Wärmekapazität zwischen dem jeweils ersten Versuch mit einer Probe und den Folgeversuchen variiert. Die spezifische Wärmekapazität von

γ -Titanaluminid (Mittelung über 12 Messungen an drei Proben) im Bereich zwischen 1100 und 1600 K ist in Abbildung 4.34 dargestellt. Die Abweichungen der einzelnen Messungen an der selben Probe vom Probenmittelwert, sowie die Abweichungen der Probenmittelwerte vom Mittelwert über alle Messungen und Proben sind in Abbildung 4.35 dargestellt.

Tabelle 4.21: γ -Titanaluminid: Spezifische Wärmekapazität, unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand und Gesamtemissionsgrad in Abhängigkeit von der Temperatur.

T K	$c_{p,1}$ $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	$c_{p,2}$ $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	ρ_{el} $\mu\Omega\cdot\text{m}$	ε_{tot} -
1000			1,190	
1050			1,203	
1100	841,6	853,4	1,229	
1150	874,1	882,1	1,253	0,368
1200	906,9	909,8	1,293	0,367
1250	939,0	937,6	1,344	0,366
1300	966,1	961,2	1,384	0,368
1350	991,8	986,6	1,424	0,376
1400	1023,5	1020,7	1,464	0,393
1450	1066,2	1072,0	1,507	
1500	1130,9	1155,5	1,549	
1550	1239,3	1309,4	1,607	
1600	1453,3	1679,3	1,691	
1650			1,873	

T	Temperatur
$c_{p,1}$	spezifische Wärmekapazität, Erstversuche
$c_{p,2}$	spezifische Wärmekapazität, Folgeversuche
ρ_{el}	spezifischer elektrischer Widerstand
ε_{tot}	Gesamtemissionsgrad

Gesamtemissionsgrad

Es wurden insgesamt 64 Abkühlversuche an 4 verschiedenen Proben durchgeführt. Hierzu sei folgendes erwähnt:

- Ein Vergleich der Abkühlraten aus verschiedenen Versuchen zeigt, dass nach einer Abkühlung von etwa 50 K der Einfluss der Wärmeleitung spürbar wird (siehe Abbildung 4.36). Daher ist es nicht möglich, mit einer einzigen Abkühlkurve einen größeren Temperaturbereich zu erfassen. Im Falle von γ -Titanaluminid hat sich ein Temperaturintervall von etwa 50 K für die Auswertung als brauchbar herausgestellt. Bei Materialien mit besserer Wärmeleitfähigkeit kann dieses Intervall jedoch deutlich kleiner sein.

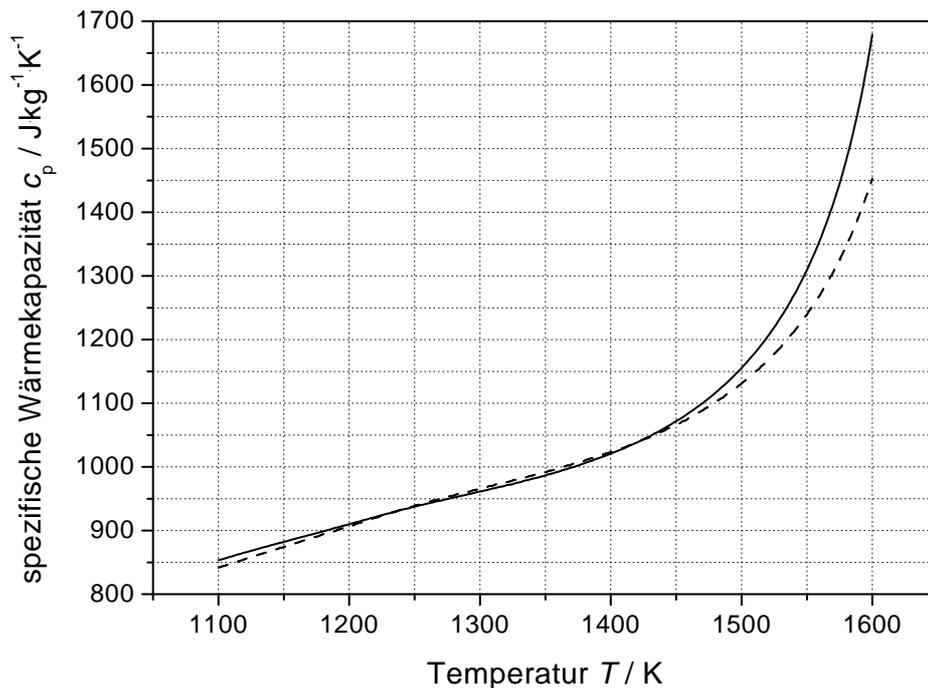


Abbildung 4.34: γ -Titanaluminid: Spezifische Wärmekapazität in Abhängigkeit von der Temperatur. Gestrichelte Linie: Mittelung über Erstversuche an drei Proben, durchgezogene Linie: Mittelung über 12 Folgemessungen an drei Proben.

- Ein Vergleich der Abkühlkurven im Vakuum und unter Schutzgas (siehe Abbildung 4.37) zeigt, dass bei ca 1350 K die Kühlrate mit Schutzgas um etwa 25 % höher liegt, was durch das Zustandekommen von Konvektionsströmungen erklärbar ist. Alle Versuche zur Ermittlung des Gesamtemissionsgrads wurden daher unter Vakuum ($p < 10^{-4}$ mbar) durchgeführt.
- Trotzdem verändert sich im Laufe von mehreren Versuchen bei hohen Temperaturen die Oberfläche der Probe, was zu einer Zunahme des Gesamtemissionsgrads um bis zu 100 % führen kann. Daher wurden die Messungen im unteren Temperaturbereich zuerst durchgeführt und die Maximaltemperatur stufenweise erhöht.
- Bei Temperaturen ab etwa 1450 K wird der Beginn eines Aufschmelzvorgangs oder einer Phasenumwandlung beobachtet. Dieser Vorgang scheint sich auch während der Abkühlphase fortzusetzen, weshalb der erste Teil der Abkühlkurve sehr steil ist (siehe Abbildung 4.38), was rechnerisch zu einem Gesamtemissionsgrad führt, der größer als eins ist. Dieses Phänomen kann durch die Annahme erklärt werden, dass auch in der Abkühlphase noch Energie vom Material aufgenommen wird. Es ist deshalb notwendig, das erste Stück der Abkühlkurve von der Auswertung auszuschließen.

Insgesamt konnten von zwei Proben 25 Versuche ausgewertet werden.

Da die Abkühlkurve nur im ersten Bereich vorwiegend durch die Wärmeabstrahlung bestimmt wird, mussten einigen Versuche zusammengefasst werden, um den Gesamt-

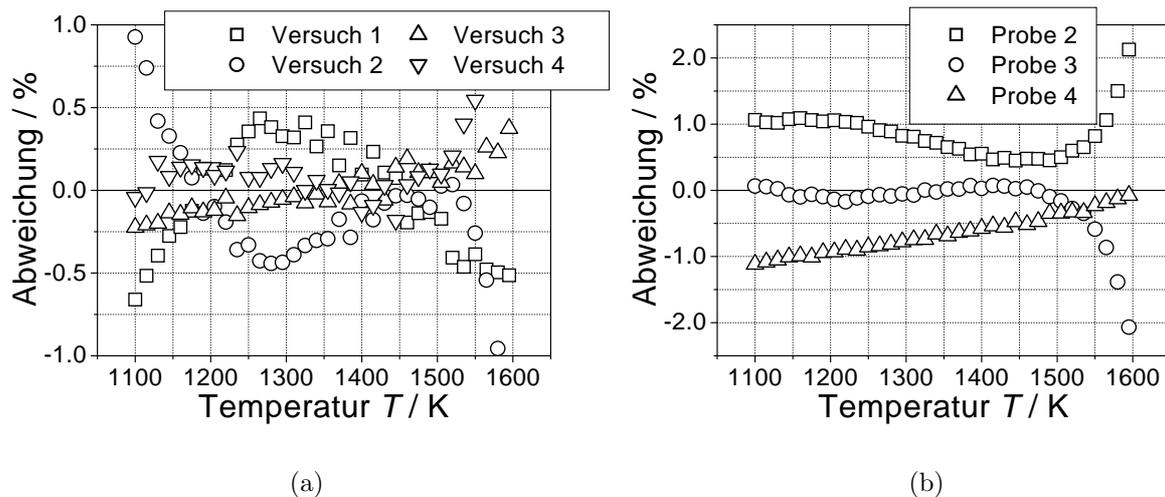


Abbildung 4.35: γ -Titanaluminid: Relative Abweichung der spezifischen Wärmekapazität in Abhängigkeit von der Temperatur: (a) einzelne Messungen mit der selben Probe (Probe Nr. 2) vom Probenmittelwert, (b) verschiedene Proben vom Mittelwert über alle Messungen und Proben.

emissionsgrad als lückenlose Funktion der Temperatur zu erhalten. Die ersten Versuche wurden mit niedrigen Aufheizzeiten durchgeführt, welche dann schrittweise verlängert wurden. Die Abkühlkurven wurden jeweils in einem Bereich von etwa 25 K gefittet, wobei eine Exponentialfunktion herangezogen wurde. Diese Abkühlkurven wurden nach der Zeit abgeleitet, und anschließend die Abkühlraten als Funktion der Temperatur in ein gemeinsames Diagramm (Abbildung 4.39) eingetragen. Mit Hilfe einer Ausgleichsfunktion ergab sich die Abkühlrate als Funktion der Temperatur über einen Temperaturbereich von 1250 bis 1525 K. Nun konnte mit Hilfe von Gleichung (4.21) und der spezifischen Wärmekapazität $c_p(T)$, welche schon von vorherigen Versuchen bekannt war, der Gesamtemissionsgrad $\varepsilon_{\text{tot}}(T)$ berechnet werden.

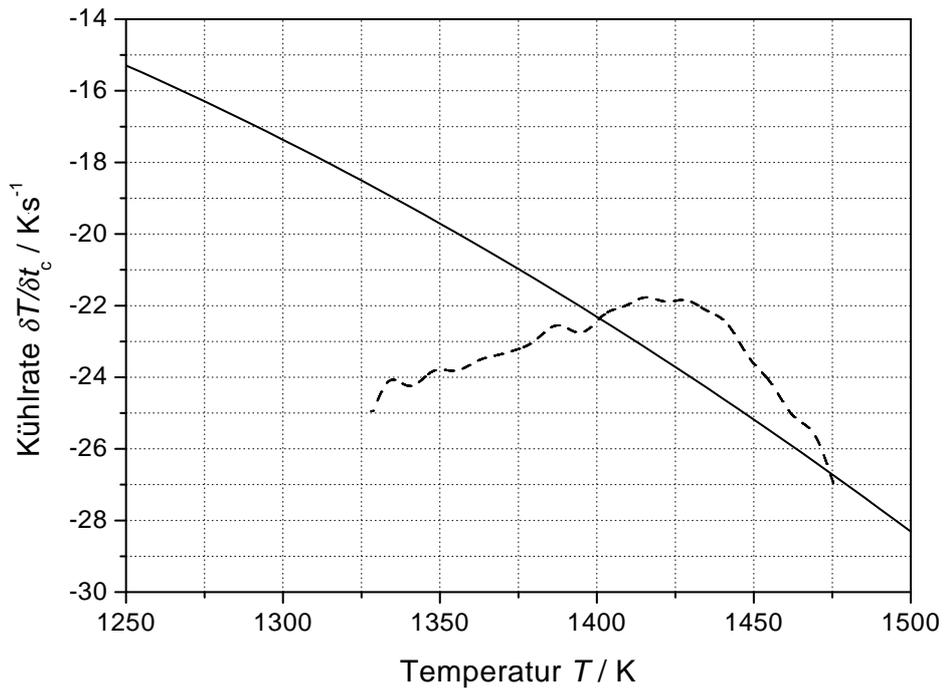


Abbildung 4.36: γ -Titanaluminid: Vergleich verschiedener Abkühlfunktionen. Durchgezogene Linie: Fit über Einzelmessungen mit Intervallen von jeweils 50 K, gestrichelte Linie: Einzelmessung über etwa 150 K.

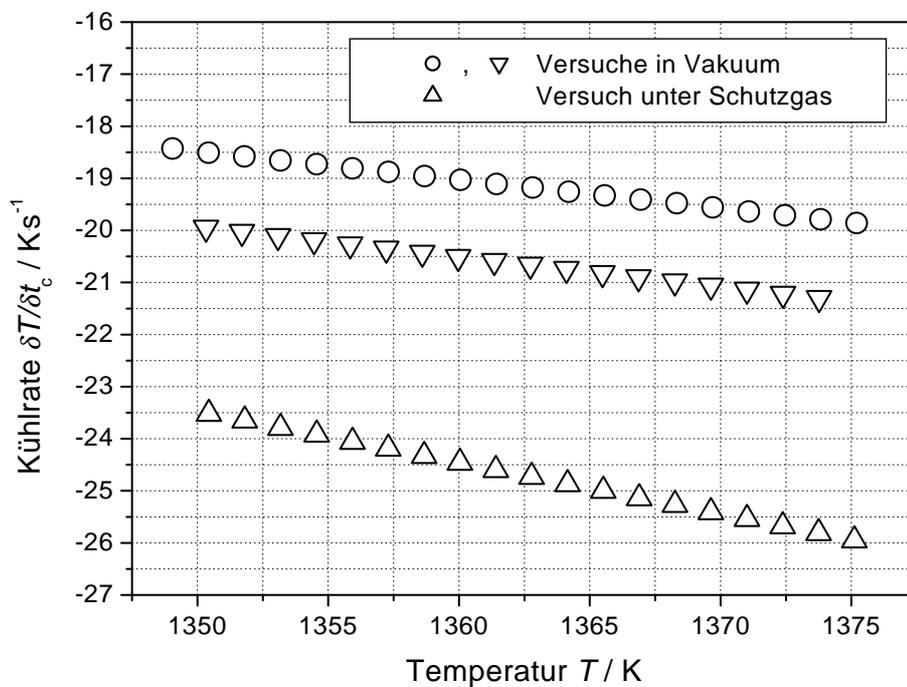


Abbildung 4.37: Vergleich der Kühlraten im Vakuum und unter Schutzgas.

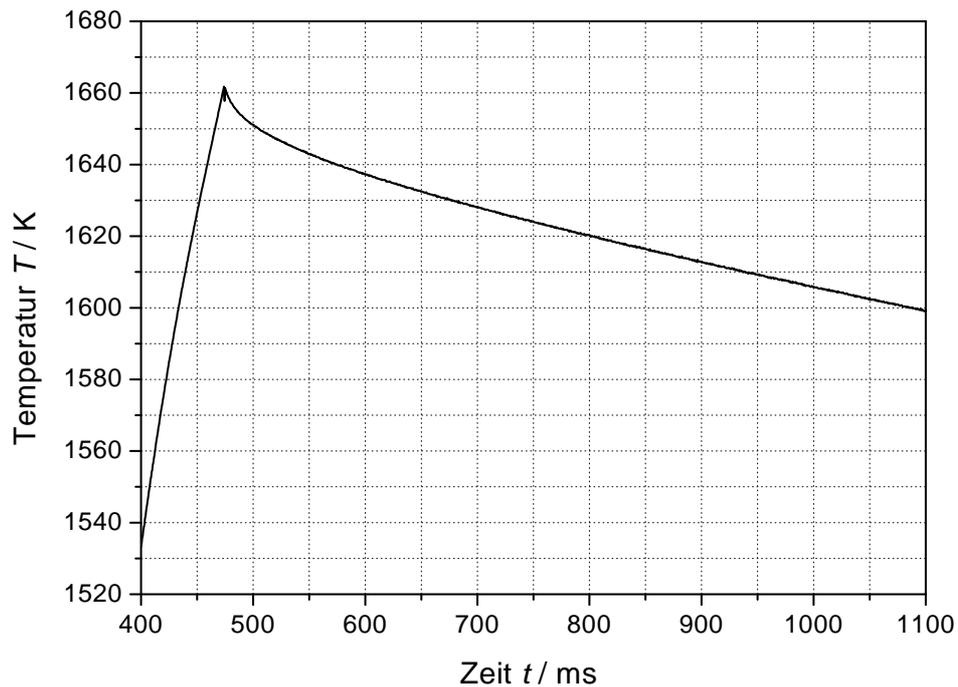


Abbildung 4.38: Abkühlkurve: Es ist deutlich zu erkennen, dass der erste Bereich der Abkühlkurve steiler ist als der Rest.

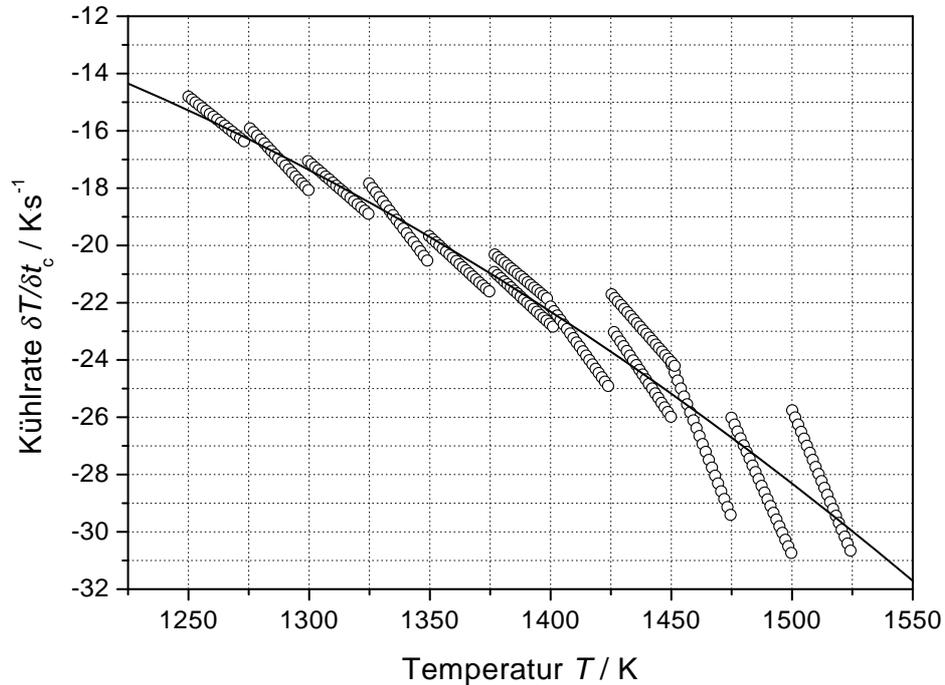


Abbildung 4.39: Abkühlraten von verschiedenen Versuchen, und Mittelung der Abkühlraten. Kreise: verschiedene Einzelversuche, durchgezogene Linie: Mittelung über alle Versuche.

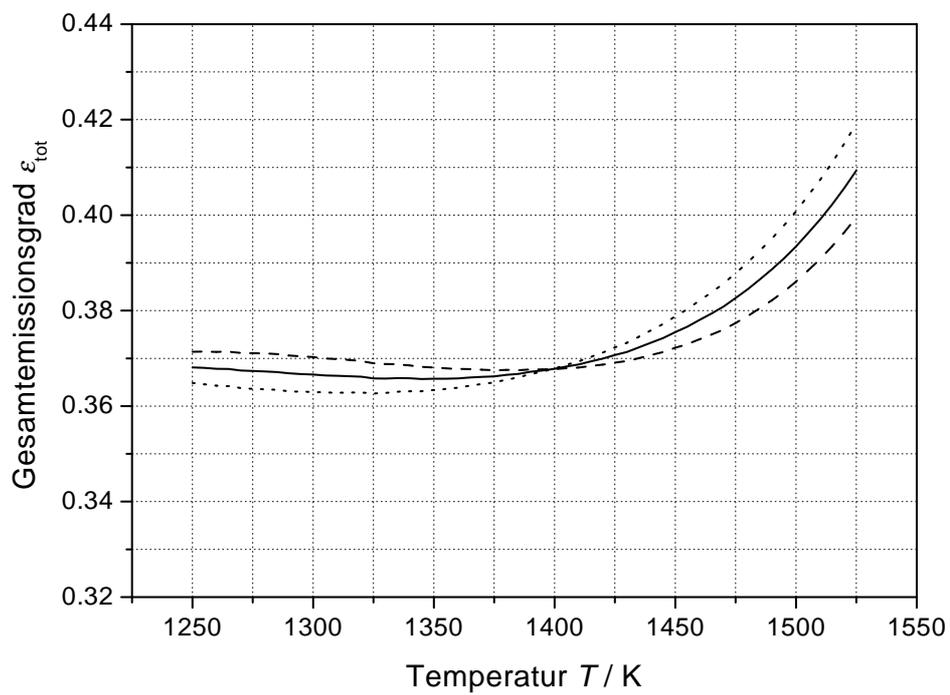


Abbildung 4.40: Gesamtemissionsgrad ϵ_{tot} als Funktion von der Temperatur T . Gestrichelte Linie: Ergebnis von Probe Nr. 3, gepunktete Linie: Ergebnis von Probe Nr. 4, durchgezogene Linie: Mittelwert.

4.5 Kupfer

An Kupfer wurde versucht den spezifischen elektrischen Widerstand ρ_{el} sowie die spezifische Wärmekapazität c_p zu messen. Aufgrund falsch gewählter Probendimensionen und unzureichender Aufheizrate trat jedoch ein Temperaturprofil entlang der Proben auf. Damit war eine wesentliche Voraussetzung für die exakte Bestimmung der gewünschten Daten nicht erfüllt und es konnte keine Auswertung vorgenommen werden. Anhand der durchgeführten Messungen war es jedoch möglich, den Einfluss der Aufheizrate zu demonstrieren. Außerdem wurde der Schmelzpunkt von Kupfer bestimmt.

Proben

Es wurden Versuche an sechs röhrenförmigen Proben durchgeführt. Das Material wurde vom NPL¹⁸ im Zuge eines Ringversuchs zur Verfügung gestellt. Die Reinheit des Materials wird mit 99,99 % spezifiziert, eine chemische Analyse ist in Tabelle 4.22 angeführt. Die Proben wurden aus Rundmaterial mit einem Durchmesser von 5 mm gefertigt, die Daten sind in Tabelle 4.23 aufgelistet.

Tabelle 4.22: Kupfer: Chemische Analyse der untersuchten Proben.

Element	Bi	Ag	O	Pb	S
Anteil / ppm	0,8	14	0,9	1,3	7

Tabelle 4.23: Daten der Kupfer-Proben.

Probe Nr.	m_{ges} g	l_{ges} mm	l_{eff} mm	ε -	ρ_d $g \cdot cm^{-3}$
1	3,3062	49,66	32,33	0,96	8,96
2	3,4621	50,34	31,30	0,96	8,96
3	3,3853	49,60	31,95	0,96	8,96
4	3,4149	49,82	31,98	0,96	8,96
5	3,3821	49,07	20,25	0,96	8,96
6	3,3972	49,55	19,89	0,96	8,96

m_{ges}	Gesamtmasse
l_{ges}	Gesamtlänge
l_{eff}	effektive Länge
ε	Emissionsgrad
ρ_d	Dichte laut [29]

¹⁸National Physical Laboratory, UK

Versuche

Probe Nr. 1 wurde mit einem Strombegrenzungswiderstand von $3\text{ m}\Omega$ aufgeheizt. Der Maximalstrom betrug dabei $3,3\text{ kA}$, die Aufheizrate im Mittel etwa $2500\text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$. Nachdem der Verdacht bestand, dass sich im Bereich zwischen den Spannungsmessschneiden ein axiales Temperaturprofil ausbildete, wurde der Strombegrenzungswiderstand auf $1,8\text{ m}\Omega$ verringert, wodurch sich der Anfangsstrom auf $4,2\text{ kA}$ (31 prozentige Überlastung der MOSFET-Schalter!) und die Heizrate auf $3700\text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$ erhöhte.

In Abbildung 4.41 ist der spezifische elektrische Widerstand als Funktion der spezifischen Enthalpie für diese beiden Heizraten dargestellt. Der steile Anstieg des Widerstands am Ende der Messung markiert den Beginn des Aufschmelzens. Es ist deutlich zu erkennen, dass die dazu benötigte Energie bei der niedrigeren Heizrate um etwa $20\text{ kJ}\cdot\text{kg}^{-1}$ höher ist, was durch höhere Energieverluste aufgrund von Wärmeleitung erklärbar ist. Weiters ist der spezifische elektrische Widerstand am Schmelzbeginn bei der langsameren Heizrate niedriger, was ein Hinweis auf das Vorhandensein eines axialen Temperaturgradienten ist.

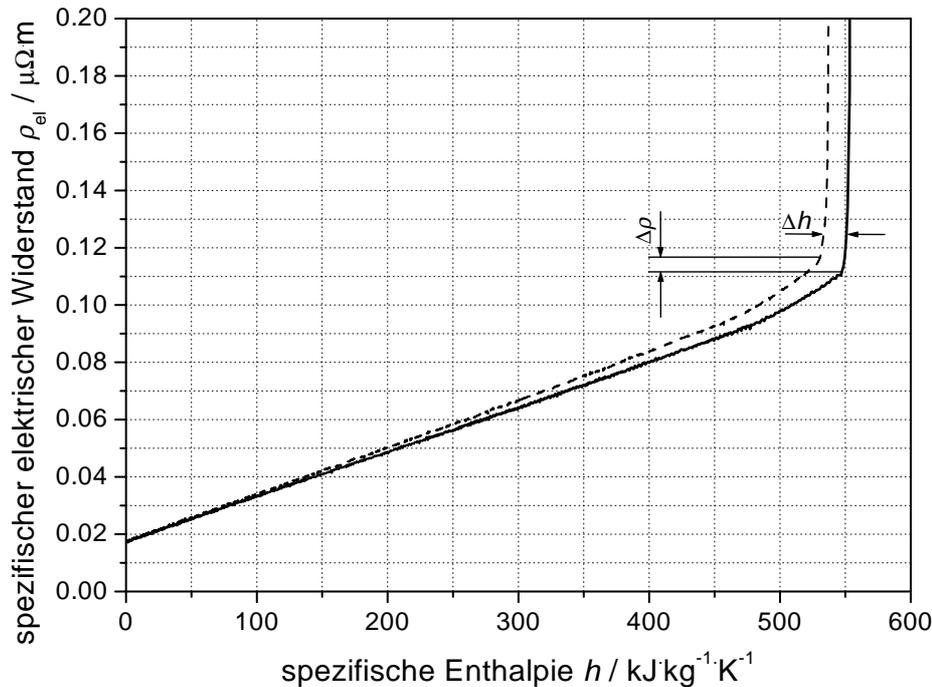


Abbildung 4.41: Kupfer: Spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie. Durchgezogene Linie: Aufheizrate $2500\text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$, gestrichelte Linie: Aufheizrate $3700\text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$.

Nachdem durch Variation der Heizrate signifikant abweichende Ergebnisse erhalten werden, wird davon ausgegangen, dass auch bei dem schnelleren Versuch ein nicht vernachlässigbarer Energieverlust durch Wärmeleitung sowie die Ausbildung eines Temperaturprofils stattfand. Eine weitere Erhöhung der Heizrate ist mit einem größeren Heizstrom oder durch Verringerung des Probenquerschnitts möglich. Allerdings wurde von

einer Erhöhung des Stroms in Hinblick auf die maximale Belastbarkeit der MOSFET-Schalter Abstand genommen, die Fertigung von Proben mit dünnerer Wandstärke¹⁹ war mit den verfügbaren Mitteln nicht möglich.

Bestimmung des Schmelzpunkts von Kupfer

Alle sechs Proben wurden bis zum Schmelzpunkt aufgeheizt. Ein typischer zeitlicher Temperaturverlauf in der Nähe des Schmelzpunkts ist in Abbildung 4.42 dargestellt.

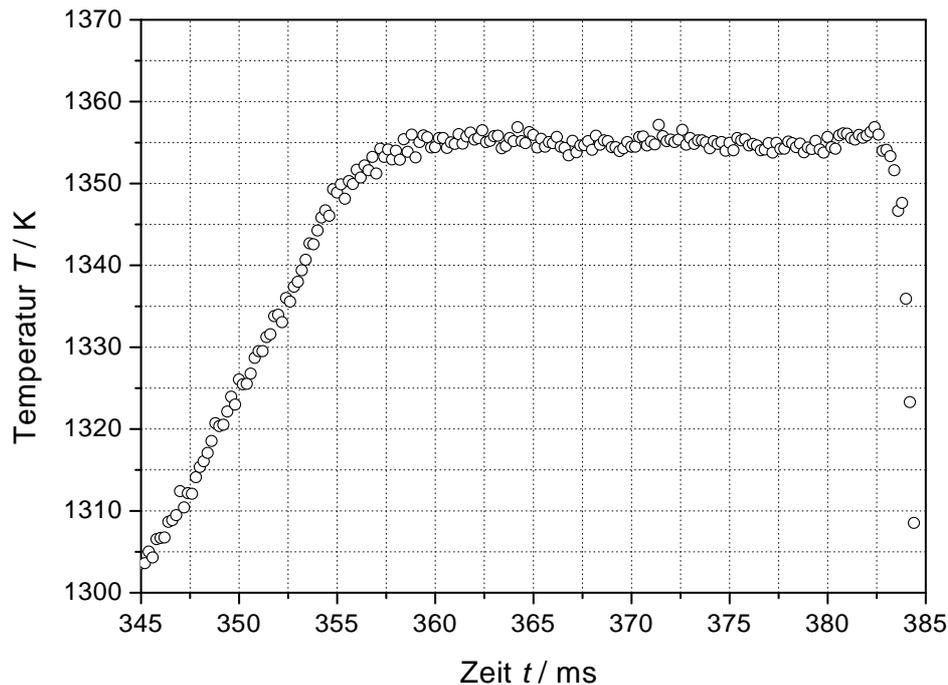


Abbildung 4.42: Kupfer: Temperatur in Abhängigkeit von der Zeit im Bereich des Schmelzpunkts.

Die Schmelztemperatur T_m ergab sich durch Mittelung über alle Messpunkte innerhalb eines Schmelzplateaus. Nachdem der Schmelzpunkt von Probe Nr. 2 stark von den anderen abweicht, wurde diese Messung nicht in die Mittelung über alle Proben miteinbezogen. Der Grund für diese Abweichung war vermutlich eine fehlerhafte Justierung des Pyrometers.

Vergleich mit anderen Ergebnissen

Die Schmelztemperatur beziehungsweise Erstarrungstemperatur von Kupfer ist ein Fixpunkt der internationalen Temperaturskala von 1990 (ITS-90) [10, 11] und wird dort mit 1357,77 K spezifiziert. In einer älteren Arbeit [51] wird der Erstarrungspunkt von Kupfer mit $1357,6 \pm 0,1$ K angegeben²⁰. Der in dieser Arbeit ermittelte Schmelzpunkt

¹⁹Die verwendeten Proben hatten eine Wandstärke von 0,5 mm

²⁰Von IPTS-68 auf ITS-90 korrigiert.

Tabelle 4.24: Kupfer: Schmelzpunkte der einzelnen Proben und gemittelter Schmelzpunkt.

Probe Nr.	T_m	ΔT_m	N
-	K	K	-
1	1359,8	0,8	68
2	1328,6	1,4	108
3	1352,4	1,0	122
4	1355,0	0,8	131
5	1352,9	2,0	146
6	1352,3	1,7	103
Mittel	1354,0	2,8	570

T_m Temperatur am Schmelzpunkt
 ΔT_m Standardabweichung von T_m
 N Anzahl der Messpunkte

von Kupfer liegt um etwa 3,7 K unter diesen Daten. Diese Abweichung liegt im Rahmen der Messunsicherheit.

4.6 Nickel

Es wurde die Strahlungstemperatur von Nickel am Schmelzpunkt bei einer Wellenlänge von 902 nm bestimmt um damit die Möglichkeit für einen Schnelltest des Pyrometers zu schaffen. Diese Messungen fanden an Folienstreifen statt.

Proben

Die Proben hatten die Form von Folienstreifen mit einer Länge von 50 mm, einer Breite von 5 mm und einer Stärke von 0,125 mm. Es wurden auch Messungen an breiteren Streifen durchgeführt, dabei hat sich allerdings erwiesen, dass diese im Bereich des Schmelzpunkts mechanisch nicht ausreichend stabil waren, was eine Dejustierung des Pyrometers und damit einen Fehler in der Temperaturmessung zur Folge hatte.

Die Folienstreifen bestanden aus Nickel, dessen Reinheit vom Hersteller (GOOD-FELLOW) mit mindestens 99,99 % spezifiziert ist. Eine typische Analyse ist in Tabelle 4.25 angeführt. Die Folie wurde in 50×50 mm Stücken geliefert, welche mit einem scharfen Messer in Streifen zerteilt wurden. Um eine definierte Oberfläche zu erhalten und eine eventuell vorhandene Oxidschicht zu entfernen, wurden die Oberflächen der Folienstreifen mit einem Schleifilz aufgeraut.

Tabelle 4.25: Nickel: Chemische Analyse der untersuchten Nickelfolie (Herstellerangaben).

Element	Ag	Al	Ca	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn	Si	Sn
Anteil / ppm	1	1	1	< 1	3	15	< 1	< 1	2	< 1

Versuche

Die ersten Versuche wurden mit dem $24 \text{ m}\Omega$ Strombegrenzungswiderstand und der vollen Batteriespannung von 24 V durchgeführt. Aufgrund des geringen Probenquerschnitts waren mit dieser Einstellung die Aufheizraten sehr hoch (etwa $20000 \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$). Wegen der hohen Stromkräfte bei Strömen von etwa 800 A traten speziell im Bereich des Schmelzpunkts Instabilitäten der Probe auf. Deshalb wurde ein Strang der Akkumulatorenatterie auf eine Leerlaufspannung von 12 V umgebaut. Bei den anderen drei Strängen wurden die Steuerspannungsleitungen der Sicherheitsrelais abgesteckt und diese Stränge somit vom Hauptstromkreis elektrisch getrennt. Mit diesen Maßnahmen wurde der Maximalstrom auf etwa 300 A verringert.

Strahlungstemperatur am Schmelzpunkt

Ein typisches Schmelzplateau ist in Abbildung 4.43 dargestellt.

Insgesamt wurden vier Schmelzplateaus an vier verschiedenen Proben aufgenommen. Die Strahlungstemperatur am Schmelzpunkt wurde jeweils durch Mittelung über alle Temperaturmessungen innerhalb des Schmelzplateaus berechnet. Die Mittelwerte

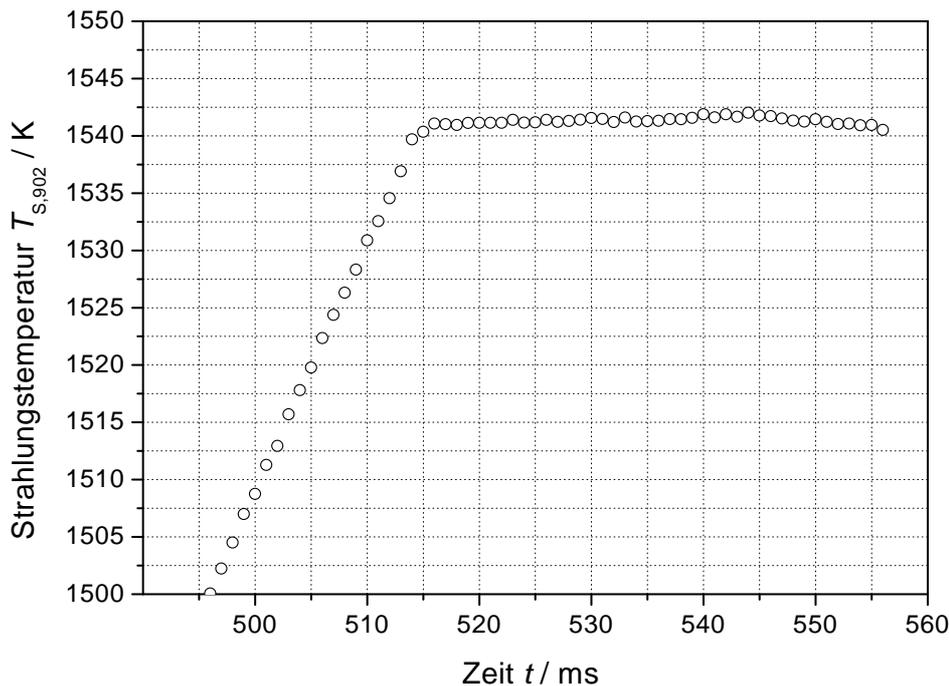


Abbildung 4.43: Nickel: Strahlungstemperatur bei 902 nm in Abhängigkeit von der Zeit im Bereich des Schmelzpunkts.

der Strahlungstemperaturen am Schmelzpunkt sowie der Mittelwert der Strahlungstemperatur über alle vier Proben sind in Tabelle 4.26 angeführt.

Spektraler Emissionsgrad am Schmelzpunkt

Da der Schmelzpunkt von Nickel relativ genau bekannt ist [36], kann aus der Strahlungstemperatur am Schmelzpunkt mit Hilfe von Gleichung (2.12) der spektrale Emissionsgrad²¹ berechnet werden. Mit der Schmelztemperatur $T_m = 1728$ K ergibt sich der spektrale Emissionsgrad von Nickel am Schmelzpunkt: $\varepsilon(902, T_m) = 0,329$

Vergleich mit anderen Ergebnissen

Aufgrund der guten Reproduzierbarkeit der Strahlungstemperatur von Nickel am Schmelzpunkt wird in [52] vorgeschlagen, diesen als Sekundärreferenz zu verwenden. Die in dieser Arbeit ermittelte Strahlungstemperatur beträgt 1539 ± 6 K bei 902 nm was in guter Übereinstimmung mit dem hier präsentierten Wert ist.

²¹Auf den Zusatz normal wird hier bewusst verzichtet, da der vom Pyrometer erfasste Winkelbereich relativ groß ist.

Tabelle 4.26: Nickel: Strahlungstemperatur bei $\lambda = 902 \text{ nm}$ am Schmelzpunkt. Mittelung über alle Temperaturmesswerte eines Schmelzplateaus und Mittelung über alle vier Proben.

Probe Nr.	$T_{S,902,m}$	$\Delta T_{S,902,m}$	N
-	K	K	-
1	1545,2	0,4	41
2	1541,4	0,4	76
3	1541,3	0,3	41
4	1541,8	0,2	44
Mittel	1542,3	1,5	202

$T_{S,902,m}$ Strahlungstemperatur bei 902 nm am Schmelzpunkt

ΔT_m Standardabweichung von $T_{S,902,m}$

N Anzahl der Messpunkte

4.7 Eisenlegierungen

In dieser Arbeit wurden zwei Eisenlegierungen untersucht.

4.7.1 Hochlegierter Stahl: G-X 12 CrMoWVNbN 10-1-1

An dem hochlegierten Stahl G-X 12 CrMoWVNbN 10-1-1²² wurden der spezifische elektrische Widerstand und die spezifische Wärmekapazität gemessen.

Proben

Die Vorversuche fanden an zylindrischen Proben mit einem Durchmesser von 4 mm statt. Für die Hauptversuche wurden röhrenförmige Proben mit einem Außendurchmesser von 7 mm und einem Innendurchmesser von 5,5 mm verwendet. Dieses Material wurde von der Firma VOEST zur Verfügung gestellt. Eine chemische Analyse des Werkstoffs ist in Tabelle 4.27 gegeben. Die Daten der einzelnen Proben sind Tabelle 4.28 zu entnehmen.

Tabelle 4.27: *G-X 12 CrMoWVNbN 10-1-1: Chemische Analyse der untersuchten Proben (Analyse durchgeführt am ÖGI, Abteilung Chemie). Hauptanteil: Fe.*

Element	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	W	V	Nb
Anteil / %	0,12	0,32	0,87	0,02	0,005	9,3	0,63	0,98	1,00	0,21	0,14

Tabelle 4.28: *Daten der G-X 12 CrMoWVNbN 10-1-1-Proben.*

Probe Nr.	m_{ges} g	l_{ges} mm	l_{eff} mm	ε -	ρ_{d} $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$
1	8,7879	79,66	40,00	0,97	7,783
2	8,8353	79,98	40,00	0,97	7,756
3	8,8482	79,54	39,66	0,98	7,754

m_{ges} Gesamtmasse
 l_{ges} Gesamtlänge
 l_{eff} effektive Länge
 ε Emissionsgrad
 ρ_{d} Dichte (gemessen)

²²Die Bezeichnung G-X 12 CrMoWVNbN 10-1-1 beschreibt nach ÖNORM EN 10027-1 einen gegossenen (G), hochlegierten (X) Stahl. Die erste Zahl ist der mit dem Faktor Hundert multiplizierte prozentuale Kohlenstoffgehalt. Anschließend sind verschiedene Legierungsbestandteile angeführt. Die folgenden Zahlen beziehen sich auf die prozentualen Anteile der Legierungselemente. Im konkreten Fall handelt es sich um einen Stahl mit einem Gehalt von 0,12 % Kohlenstoff, 10 % Chrom und jeweils 1 % Molybdän und Wolfram. Alle anderen angeführten Elemente sind in Anteilen enthalten, die kleiner als 1 % sind. Dieser Schlüssel ist nur auf hochlegierte Stähle anwendbar, bei denen wenigstens ein Legierungselement zu mindestens 5 % enthalten ist.

Versuche

Insgesamt wurden 16 Versuche an drei Proben durchgeführt. Der Strombegrenzungswiderstand betrug $3 \text{ m}\Omega$, der erreichte Maximalstrom 2200 A und die mittlere Aufheizrate $3400 \text{ K} \cdot \text{s}^{-1}$. Das jeweils erste Experiment einer Versuchsreihe an einer Probe wurde in Vakuum durchgeführt, alle weiteren in Schutzgas.²³

Spezifischer elektrischer Widerstand

Der unkorrigierte spezifische elektrische Widerstand von G-X 12 CrMoWVNbN 10-1-1 als Funktion der Temperatur ist in Abbildung 4.44 dargestellt. Die Abweichung des spezifischen elektrischen Widerstands der einzelnen Proben vom Mittelwert über alle drei Proben ist in Abbildung 4.45 dargestellt.

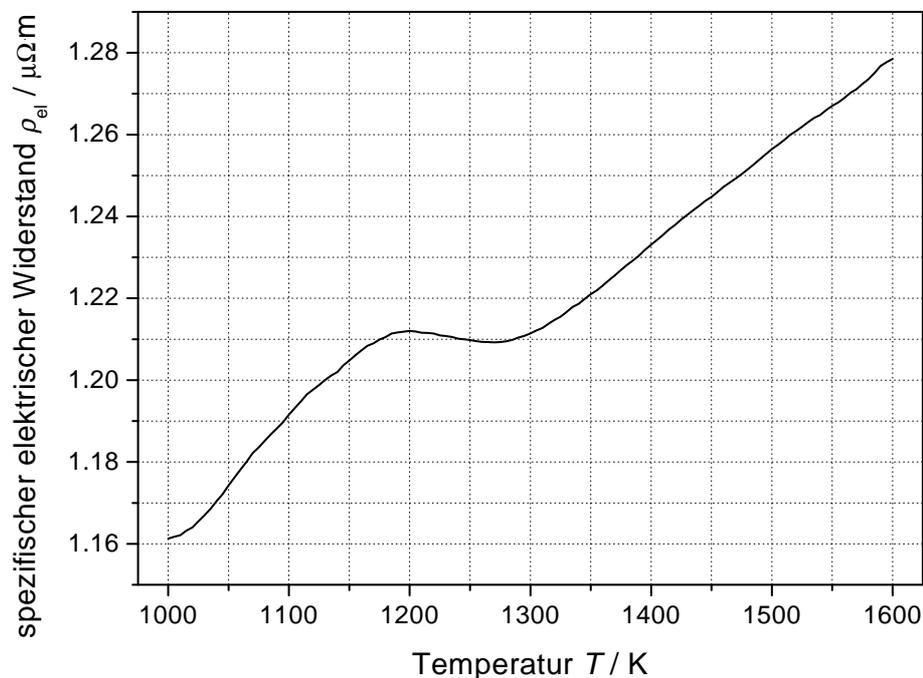


Abbildung 4.44: G-X 12 CrMoWVNbN 10-1-1: Unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur. Mittelung über 16 Messungen an drei Proben.

Spezifische Wärmekapazität

Die spezifische Wärmekapazität von G-X 12 CrMoWVNbN 10-1-1 als Funktion der Temperatur ist in Abbildung 4.46 dargestellt. Die Abweichung der spezifischen Wärmekapazität der einzelnen Proben vom Mittelwert über alle drei Proben ist in Abbildung 4.47 dargestellt.

²³Mit dieser Vorgangsweise wurde gewährleistet, dass eventuell vorhandene Verunreinigungen abdampfen, da diese bei höheren Temperaturen sonst mit dem untersuchten Material reagieren.

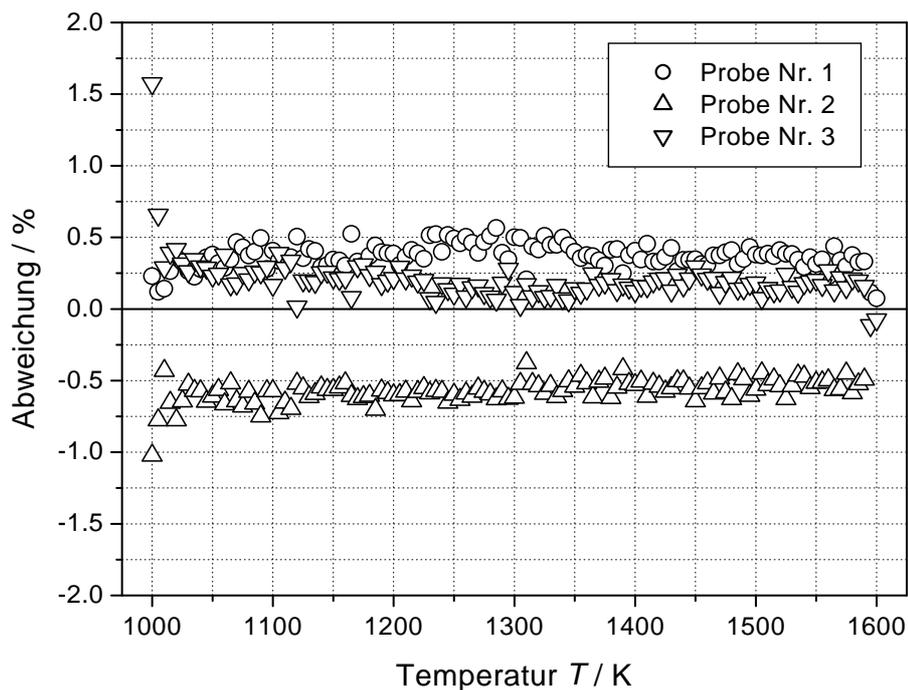


Abbildung 4.45: G-X 12 CrMoWVNbN 10-1-1: Abweichung des spezifischen elektrischen Widerstands der einzelnen Proben vom Mittelwert über alle Proben als Funktion von der Temperatur.

Tabelle 4.29: G-X 12 CrMoWVNbN 10-1-1: Spezifische Wärmekapazität und unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur.

T K	c_p $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	ρ_{el} $\mu\Omega\cdot\text{m}$
1000		1,161
1050		1,174
1100	754,3	1,192
1150	706,6	1,205
1200	677,1	1,212
1250	658,2	1,210
1300	647,8	1,211
1350	644,7	1,221
1400	647,4	1,233
1450	654,7	1,245
1500	666,6	1,256
1550	683,1	1,267
1600	705,2	1,278

T Temperatur
 c_p spezifische Wärmekapazität
 ρ_{el} spezifischer elektrischer Widerstand

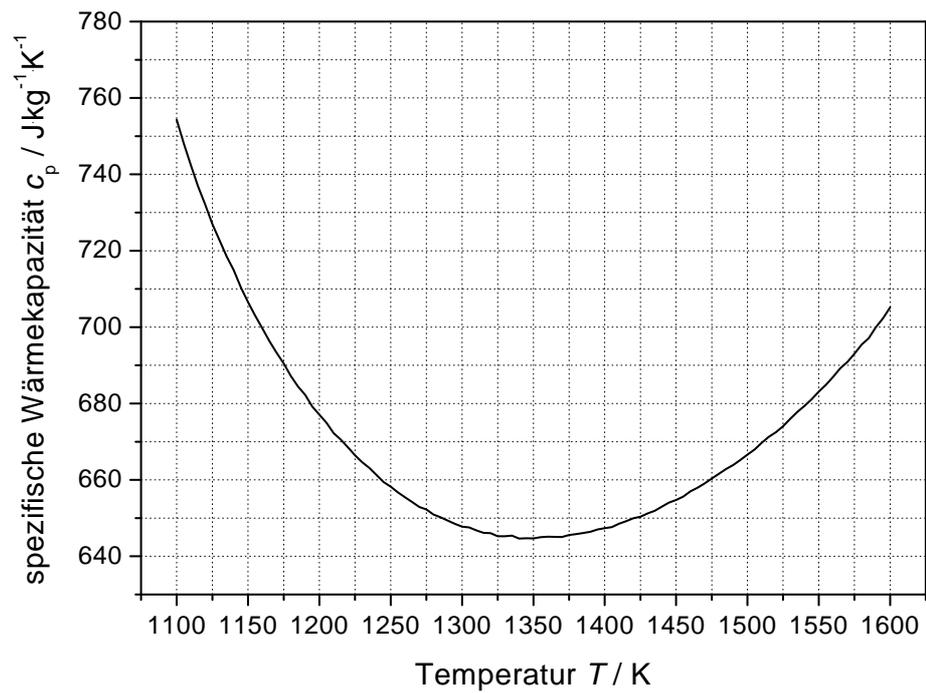


Abbildung 4.46: G-X 12 CrMoWVNbN 10-1-1: Spezifische Wärmekapazität in Abhängigkeit von der Temperatur. Mittelung über 16 Messungen an drei Proben.

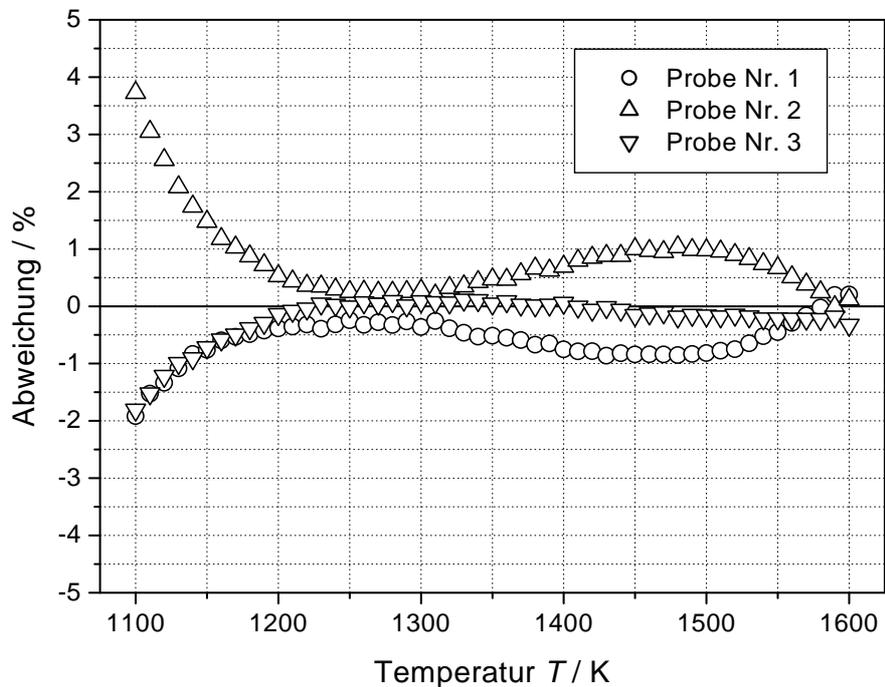


Abbildung 4.47: G-X 12 CrMoWVNbN 10-1-1: Abweichung der spezifischen Wärmekapazität der einzelnen Proben vom Mittelwert über alle Proben als Funktion von der Temperatur.

4.7.2 Stahl

Bei dem untersuchten Stahl traten schon bei relativ niedrigen Temperaturen Umwandlungen und Anschmelzvorgänge auf. Um dieses Verhalten besser zu erfassen wurden die Experimente mit zwei Pyrometern durchgeführt, womit ein Temperaturbereich von 700 bis 1550 K erfasst wurde.

Proben

Die Vorversuche fanden an zylindrischen Proben mit einem Durchmesser von 4 mm statt. Für die Hauptversuche wurden röhrenförmige Proben mit einem Außendurchmesser von 9 mm und einem Innendurchmesser von 6,7 mm verwendet. Dieses Material wurde von der Firma ESW zur Verfügung gestellt. Eine chemische Analyse des Werkstoffs ist in Tabelle 4.30 gegeben. Die Daten der einzelnen Proben sind Tabelle 4.31 zu entnehmen.

Tabelle 4.30: *Stahl: Chemische Analyse der untersuchten Stahlsorte (Analyse durchgeführt am ÖGI, Abteilung Chemie). Hauptanteil: Fe.*

Element	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo
Anteil / %	1,32	0,47	0,65	0,022	0,014	1,00	0,19	0,33

Tabelle 4.31: *Daten der Stahl-Proben.*

Probe Nr.	m_{ges} g	l_{ges} mm	l_{eff} mm	ε -	ρ_{d} $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$
1	16,1867	75,09	34,79	0,98	7,78
2	16,3173	74,96	34,95	0,98	7,78
3	16,3520	75,09	35,05	0,98	7,78
4	16,1610	74,89	34,91	0,98	7,78
5	16,5012	75,06	34,87	0,98	7,78

m_{ges} Gesamtmasse
 l_{ges} Gesamtlänge
 l_{eff} effektive Länge
 ε Emissionsgrad
 ρ_{d} Dichte (gemessen)

Versuche

Es wurden 40 Versuche an fünf Proben durchgeführt. Alle Messungen fanden unter Vakuum statt. Es wurde festgestellt, dass sich die spezifische Wärmekapazität dieser Legierung zwischen zwei Versuchen an der gleichen Probe stark ändert. Der spezifische elektrische Widerstand dagegen erwies sich als gut reproduzierbar.

Durch die schnelle Abkühlung nach dem Pulsversuch änderten sich auch die mechanischen Eigenschaften des Materials. Der ursprünglich weiche, gut bearbeitbare Werkstoff wurde in Folge der Wärmebehandlung durch die Pulsexperimente sehr hart. Weiters wurde beobachtet, dass eine Komponente des Materials schon bei etwa 1600 K aufschmolz und die Schwarzkörperöffnung verschloss.

Nach Experimenten, die zu hohen Temperaturen führten, wurde auch visuell beobachtet, dass sich beim Folgeversuch eine anormale Temperaturverteilung einstellte (in der Mitte kälter als in der Nähe der Klemmen). Dieses Verhalten kann durch eine Erhöhung des elektrischen Widerstands in Folge der rascheren Abkühlung in der Nähe der Klemmen erklärt werden. Nach einigen Versuchen mit moderaten Temperaturen wurde dieses Verhalten nicht mehr beobachtet.

Spezifischer elektrischer Widerstand

Der unkorrigierte spezifische elektrische Widerstand von ESW-Stahl als Funktion der Temperatur ist in Abbildung 4.48 dargestellt. Die Abweichung des spezifischen elektrischen Widerstands von zwei verschiedenen Messungen an der selben Probe vom Mittelwert ist in Abbildung 4.49 dargestellt.

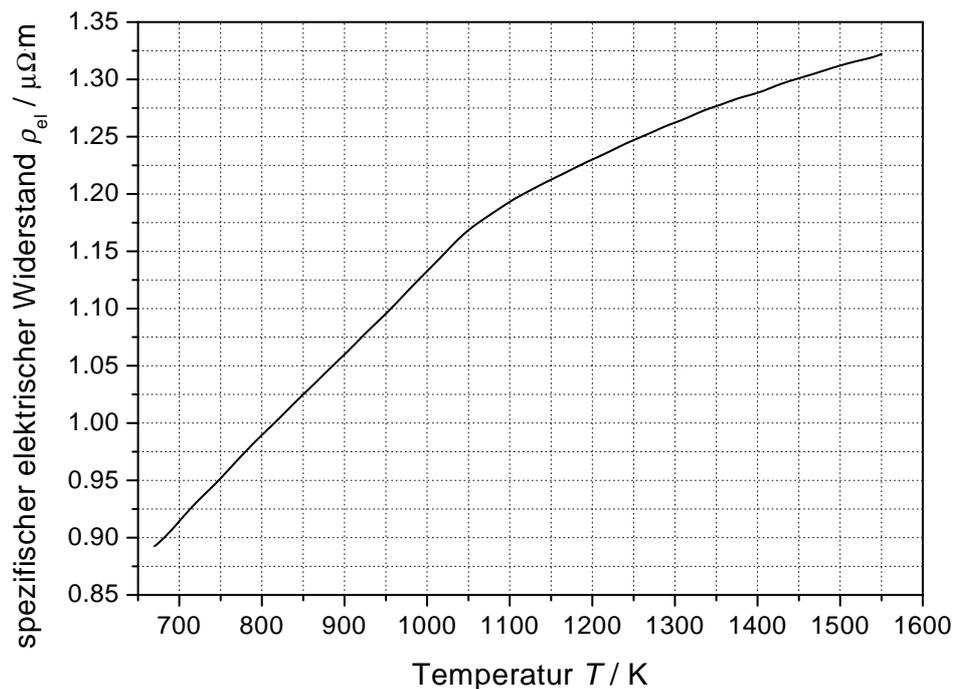


Abbildung 4.48: Stahl: Unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur.

Spezifische Wärmekapazität

Die spezifische Wärmekapazität von Stahl als Funktion der Temperatur ist in Abbildung 4.50 dargestellt. Nachdem die Ergebnisse von Einzelmessungen vielfach stark

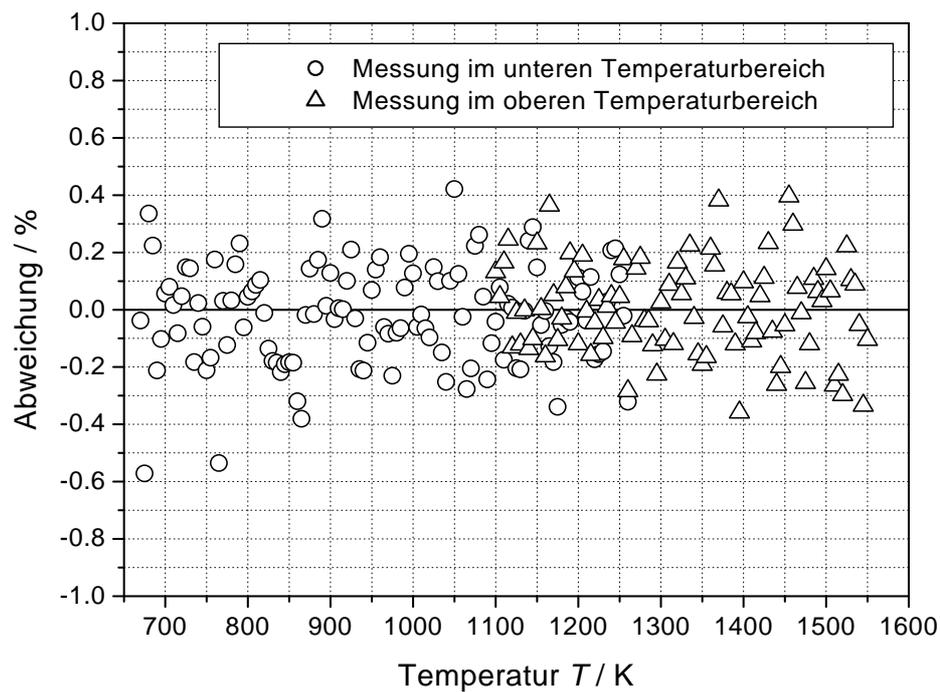


Abbildung 4.49: *Stahl*: Abweichung des spezifischen elektrischen Widerstands vom Mittelwert von zwei Messungen an einer Probe in verschiedenen Temperaturbereichen.

(bis zu 10 %) voneinander abweichen, wurden nur repräsentative Messungen (kein anormaler Temperaturgradient während der Messung, keine Erstversuche), zur Mittelung herangezogen. Die Abweichung der spezifischen Wärmekapazität der einzelnen Proben vom Mittelwert über alle fünf Proben ist in Abbildung 4.51 dargestellt.

Tabelle 4.32: *Stahl: Spezifische Wärmekapazität und unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur.*

T K	c_p $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	ρ_{el} $\mu\Omega\cdot\text{m}$
700	612,1	0,914
750	612,8	0,952
800	608,6	0,990
850	611,7	1,025
900	635,0	1,060
950	668,8	1,095
1000	706,8	1,133
1050	729,1	1,168
1100	762,7	1,193
1150	700,9	1,212
1200	682,8	1,230
1250	690,3	1,247
1300	686,3	1,262
1350	683,6	1,277
1400	694,3	1,288
1450	706,9	1,301
1500	713,9	1,312
1550	734,2	1,322

T Temperatur
 c_p spezifische Wärmekapazität
 ρ_{el} spezifischer elektrischer Widerstand

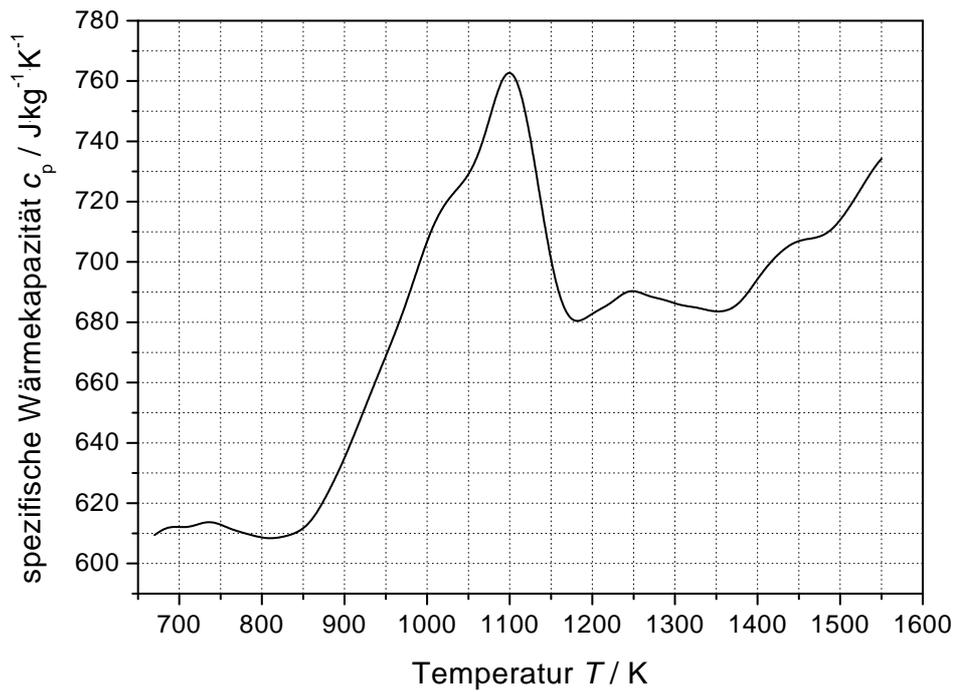


Abbildung 4.50: Stahl: Spezifische Wärmekapazität in Abhängigkeit von der Temperatur.

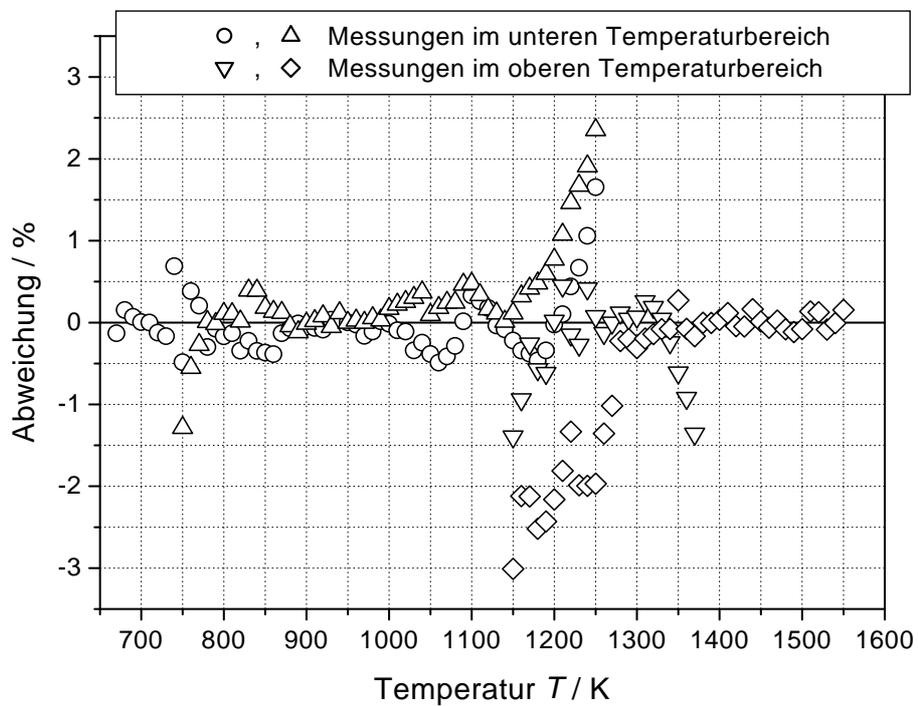


Abbildung 4.51: Stahl: Abweichung der spezifischen Wärmekapazität einzelner Messungen vom Mittelwert.

4.8 Wolfram

An Wolfram (SRM 737²⁴) wurde die thermische Ausdehnung als Funktion der Temperatur im Bereich zwischen 1000 und 3500 K gemessen. Diese Versuche dienten zusammen mit den Ausdehnungsmessungen an Molybdän als Test des Interferometers.

Proben

Die röhrenförmigen Proben hatten einen Außendurchmesser von 6,4 mm, einen Innendurchmesser von 5,3 mm und eine Länge von 76 mm. Symmetrisch zur Schwarzkörperöffnung wurden zwei parallele Flächen abgefräst, geschliffen und feinst poliert (keine Unebenheiten sichtbar). Der Abstand dieser beiden Flächen stellt die Messlänge dar.

Tabelle 4.33: *Daten der Wolfram-Proben.*

Probe Nr.	l_{mess}	ε
-	mm	-
1	6,09	0,96
2	6,09	0,96
3	6,10	0,96

l_{mess} Messlänge
 ε Emissionsgrad

Um die Abweichung der Anfangstemperatur T_i von 293 K zu berücksichtigen, wurde für den linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten $\alpha(293 \text{ K}) = 4,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [29] in Gleichung (2.72) eingesetzt.

Versuche

Es wurden insgesamt 18 Versuche an den drei Proben durchgeführt. Aufgrund des großen Temperaturunterschieds kamen zwei verschiedene Pyrometer²⁵ zum Einsatz. Im Temperaturbereich von 1000 bis 2300 K wurden 12 Versuche an allen drei Proben gemacht. Dabei kam das Pyrometer Nr. 2 mit 900 nm Interferenzfilter zum Einsatz. Im Temperaturbereich von 1500 bis 3500 K erfolgten sechs Messungen an zwei Proben, da eine Probe versehentlich beschädigt wurde. Für die Temperaturmessungen wurde Pyrometer Nr. 2 mit 650 nm Interferenzfilter und 9 mm Blende am Objektiv verwendet.

Alle Versuche fanden unter Vakuum statt, der Strombegrenzungswiderstand betrug 3 m Ω , der Maximalstrom 2900 A, die mittlere Aufheizrate 5800 K·s⁻¹.

²⁴Standard Reference Material.

²⁵Das Pyrometer Nr. 2 mit zwei unterschiedlichen Einstellungen.

Thermische Ausdehnung

Die lineare thermische Ausdehnung von Wolfram im Bereich zwischen 1000 und 3500 K ist in Abbildung 4.52 dargestellt. $\frac{\Delta l_{T_0 \rightarrow T}}{l_0}$ (in Prozent) wird durch folgendes Polynom angenähert:

$$\frac{\Delta l_{T_0 \rightarrow T}}{l_0} = -0,2430 + 6,6026 \cdot 10^{-4} \cdot T - 1,0671 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 + 3,355 \cdot 10^{-11} \cdot T^3 \quad (4.29)$$

für $1000 \text{ K} \leq T \leq 3500 \text{ K}$, $\frac{\Delta l_{T_0 \rightarrow T}}{l_0}$ in %

Tabelle 4.34: Wolfram (SRM 737): Lineare thermische Ausdehnung zwischen 1000 und 3500 K in Abhängigkeit von der Temperatur.

T K	$\Delta l/l_0$ %	T K	$\Delta l/l_0$ %	T K	$\Delta l/l_0$ %
1000	0,344	2000	0,919	3000	1,683
1100	0,399	2100	0,984	3100	1,778
1200	0,454	2200	1,050	3200	1,876
1300	0,509	2300	1,119	3300	1,979
1400	0,564	2400	1,191	3400	2,087
1500	0,621	2500	1,265	3500	2,199
1600	0,678	2600	1,342		
1700	0,736	2700	1,422		
1800	0,795	2800	1,506		
1900	0,856	2900	1,593		

T Temperatur
 $\Delta l/l_0$ lineare thermische Ausdehnung

Die Abweichungen der gemessenen linearen Ausdehnung einzelner Proben von diesem Fitpolynom sind in Abbildung 4.53 dargestellt, die Abweichungen verschiedener Messungen an der selben Probe vom Probenmittelwert sind in Abbildung 4.54 dargestellt.

Vergleich mit anderen Ergebnissen

Ein Vergleich der hier präsentierten Ergebnisse für die lineare thermische Ausdehnung von Wolfram ist in Abbildung 4.55 gegeben.

Die Messungen von MILLER [53] erfolgten wie in dieser Arbeit mit einem Interferometer an elektrisch pulsgeheizten Proben aus SRM 737. PETUKHOV [54] verwendete einen Komparator (vergleichbar mit den beschriebenen Twin-Microscope Methoden) um die thermische Ausdehnung von elektrisch geheizten Stäben aus Wolfram mit einer Reinheit von 99,96 % zu messen. SUH *et al.* präsentieren die Ergebnisse von Dilatometermessungen und Röntgenbeugungsmessungen [55] an Wolfram mit einer Reinheit

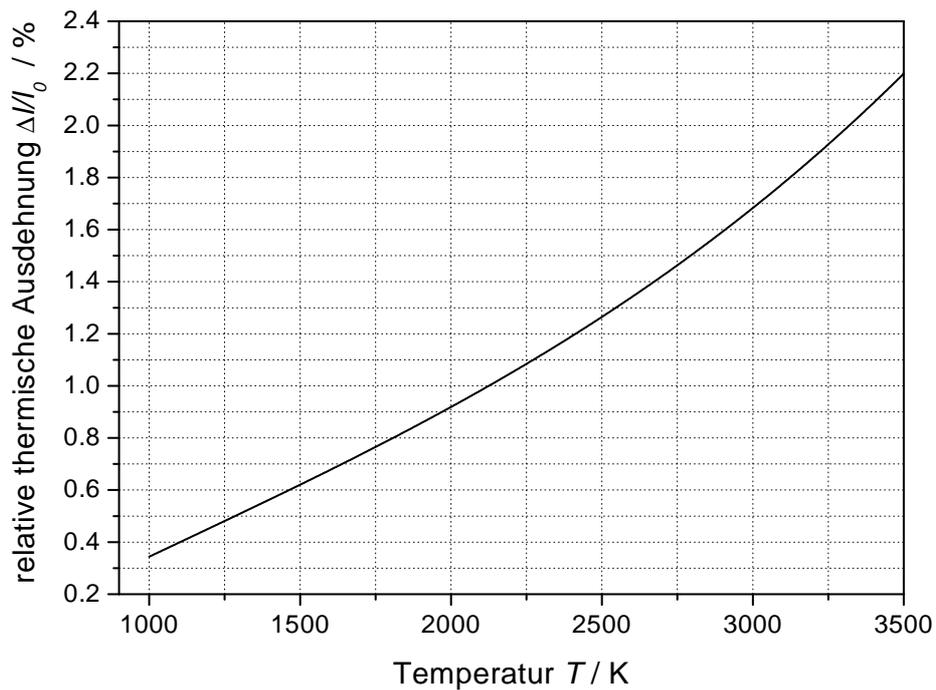


Abbildung 4.52: Wolfram (SRM 737): Lineare thermische Ausdehnung als Funktion der Temperatur: Mittelwert über alle Messungen.

von 99,9 % wobei die Ergebnisse der Röntgenbeugungsmessungen aus einer älteren Arbeit [56] übernommen wurden. WHITE [14] vergleicht die Ergebnisse zahlreicher Autoren, und gibt einen empfohlenen Mittelwert für die thermische Ausdehnung von Wolfram zwischen 10 und 3400 K an. KIRBY [57] verwendete eine Twin-Microscope Methode und vergleicht die Ausdehnung von drei Proben mit unterschiedlicher Reinheit von verschiedenen Herstellern. In Abbildung 4.55 ist aus Gründen der Übersichtlichkeit ein Mittelwert dieser Messungen dargestellt²⁶. Wang [15] stellt eine umfassende Theorie vor, welche die Rolle von Defekten in der Kristallstruktur berücksichtigt.

²⁶Die Abweichung der unterschiedlichen Proben lag im Bereich von $\pm 0,5$ %.

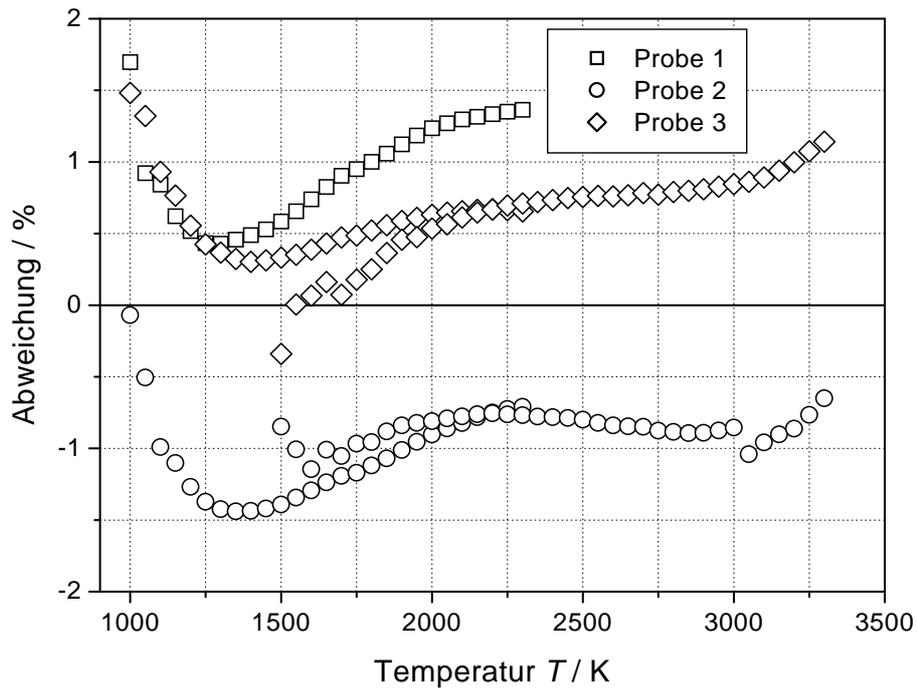


Abbildung 4.53: Wolfram: Relative Abweichung der linearen thermischen Ausdehnung: Verschiedene Proben vom Fitpolynom aus Gleichung (4.29).

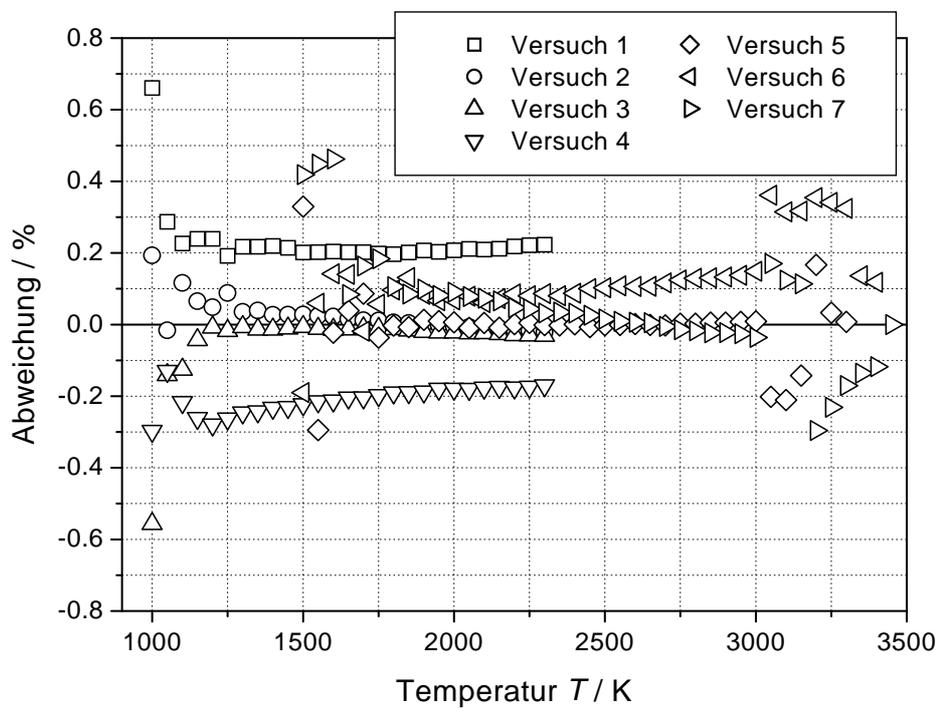


Abbildung 4.54: Wolfram: Relative Abweichung der linearen thermischen Ausdehnung: Einzelne Messungen mit der selben Probe vom Probenmittelwert.

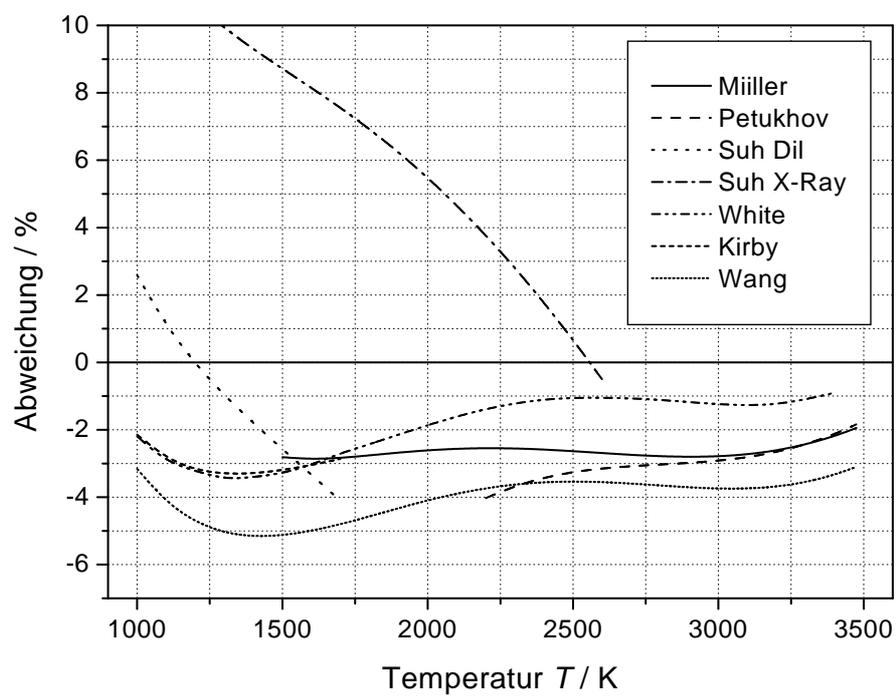


Abbildung 4.55: Wolfram: Abweichung der Ergebnisse anderer Gruppen für die lineare thermische Ausdehnung von den in dieser Arbeit präsentierten Daten.

4.9 Molybdän

An Molybdän (SRM 781²⁷) wurde die thermische Ausdehnung als Funktion der Temperatur im Bereich zwischen 1000 und 2300 K gemessen.

Probe

Die Messungen wurden an einer röhrenförmigen Probe mit einem Außendurchmesser von 6,35 mm, einem Innendurchmesser von 5,1 mm und einer Länge von 76 mm durchgeführt. Symmetrisch zur Schwarzkörperöffnung wurden zwei parallele Flächen abgefräst, geschliffen und feinst poliert (keine Unebenheiten sichtbar). Der Abstand dieser beiden Flächen stellt die Messlänge dar.

Tabelle 4.35: Daten der Molybdän-Probe.

Probe Nr.	l_{mess}	ε
-	mm	-
1	5,92	0,96

l_{mess} Messlänge
 ε Emissionsgrad

Um die Abweichung der Anfangstemperatur T_i von 293 K zu berücksichtigen, wurde für den linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten $\alpha(293 \text{ K}) = 4,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [29] in Gleichung (2.72) eingesetzt.

Versuche

Es wurden 9 Versuche durchgeführt. Die Temperaturmessungen erfolgte mit Pyrometer Nr. 2 mit 900 nm Interferenzfilter.

Alle Versuche fanden unter Vakuum statt, der Strombegrenzungswiderstand betrug 3 m Ω , der Maximalstrom 2900 A, die mittlere Aufheizrate 4900 K·s⁻¹.

Thermische Ausdehnung

Die lineare thermische Ausdehnung von Molybdän im Bereich zwischen 1000 und 2300 K ist in Abbildung 4.56 dargestellt. $\frac{\Delta l_{T_0 \rightarrow T}}{l_0}$ (in Prozent) wird durch folgendes Polynom angenähert:

$$\frac{\Delta l_{T_0 \rightarrow T}}{l_0} = -0,2300 + 7,0393 \cdot 10^{-4} \cdot T - 1,1386 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 + 5,5453 \cdot 10^{-11} \cdot T^3 \quad (4.30)$$

$$\text{für } 1000 \text{ K} \leq T \leq 2300 \text{ K, } \frac{\Delta l_{T_0 \rightarrow T}}{l_0} \text{ in \%}$$

Tabelle 4.36: Molybdän (SRM 781): Lineare thermische Ausdehnung zwischen 1000 und 2300 K in Abhängigkeit von der Temperatur.

T K	$\Delta l/l_0$ %	T K	$\Delta l/l_0$ %	T K	$\Delta l/l_0$ %
1000	0,416	1500	0,757	2000	1,166
1050	0,448	1550	0,794	2050	1,212
1100	0,480	1600	0,832	2100	1,260
1150	0,513	1650	0,871	2150	1,308
1200	0,547	1700	0,910	2200	1,358
1250	0,580	1750	0,950	2250	1,409
1300	0,615	1800	0,992	2300	1,461
1350	0,649	1850	1,034		
1400	0,685	1900	1,077		
1450	0,720	1950	1,121		

T Temperatur
 $\Delta l/l_0$ lineare thermische Ausdehnung

Die Abweichungen verschiedener Messungen an dieser Probe vom Fitpolynom (4.30) sind in Abbildung 4.57 dargestellt.

Vergleich mit anderen Ergebnissen

Ein Vergleich der hier präsentierten Ergebnisse für die lineare thermische Ausdehnung von Molybdän ist in Abbildung 4.58 gegeben.

Die Messungen von MILLER [58] erfolgten wie in dieser Arbeit mit einem Interferometer an elektrisch pulsgeheizten Proben aus SRM 781. PETUKHOV [59] verwendete einen Komparator (vergleichbar mit den beschriebenen Twin-Microscope Methoden) um die thermische Ausdehnung von elektrisch geheizten Stäben aus Molybdän mit einer Reinheit von 99,65 % zu messen. SUH *et al.* präsentieren die Ergebnisse von Dilatometermessungen und Röntgenbeugungsmessungen [55] an Molybdän mit einer Reinheit von 99,9 % wobei die Ergebnisse der Röntgenbeugungsmessungen aus einer älteren Arbeit [56] übernommen wurden. FOKIN [16] vergleicht die Ergebnisse zahlreicher Autoren, und gibt einen empfohlenen Mittelwert für die thermische Ausdehnung von Molybdän zwischen 0 und 2896 K an. Wang [15] stellt eine umfassende Theorie vor, welche die Rolle von Defekten in der Kristallstruktur berücksichtigt.

²⁷Standard Reference Material.

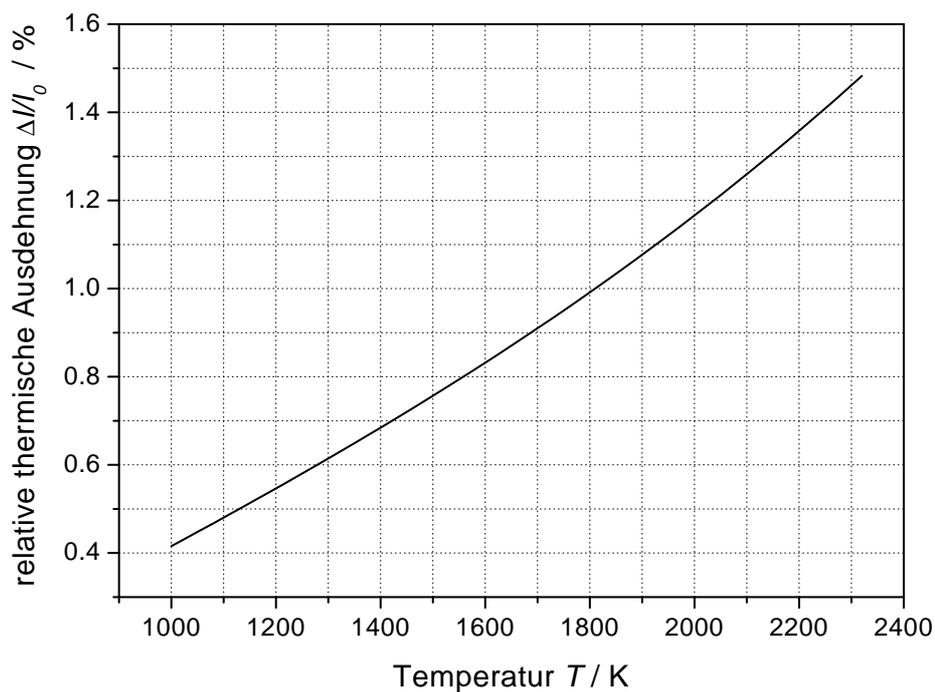


Abbildung 4.56: Molybdän (SRM 781): Lineare thermische Ausdehnung als Funktion der Temperatur: Mittelwert über alle Messungen.

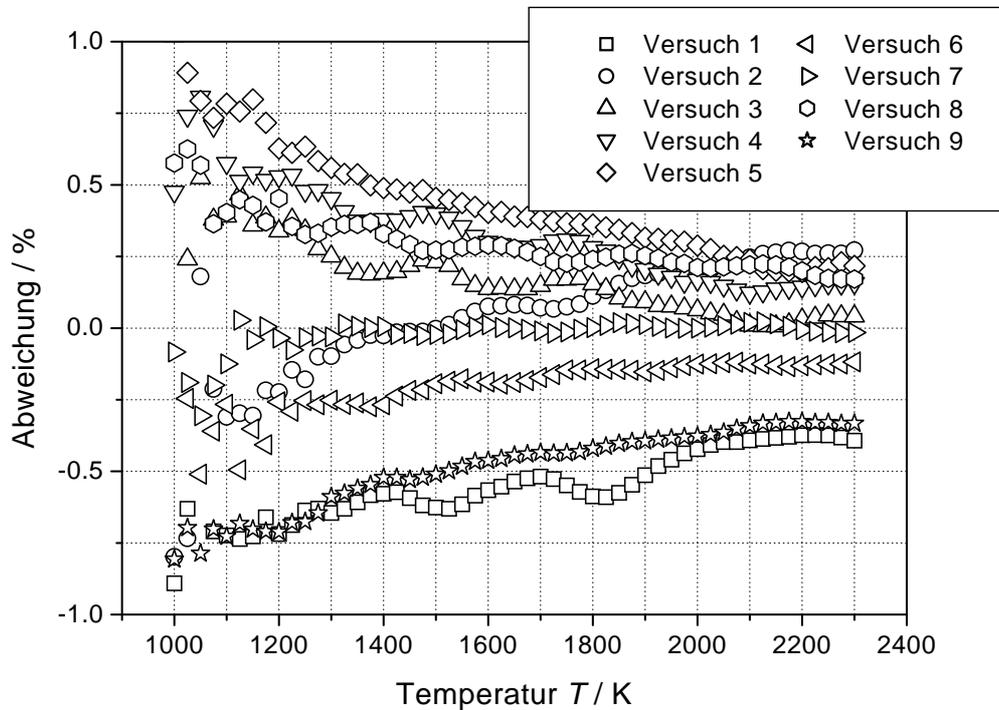


Abbildung 4.57: Molybdän: Relative Abweichung der linearen thermischen Ausdehnung: Einzelne Messungen mit der selben Probe vom Probenmittelwert.

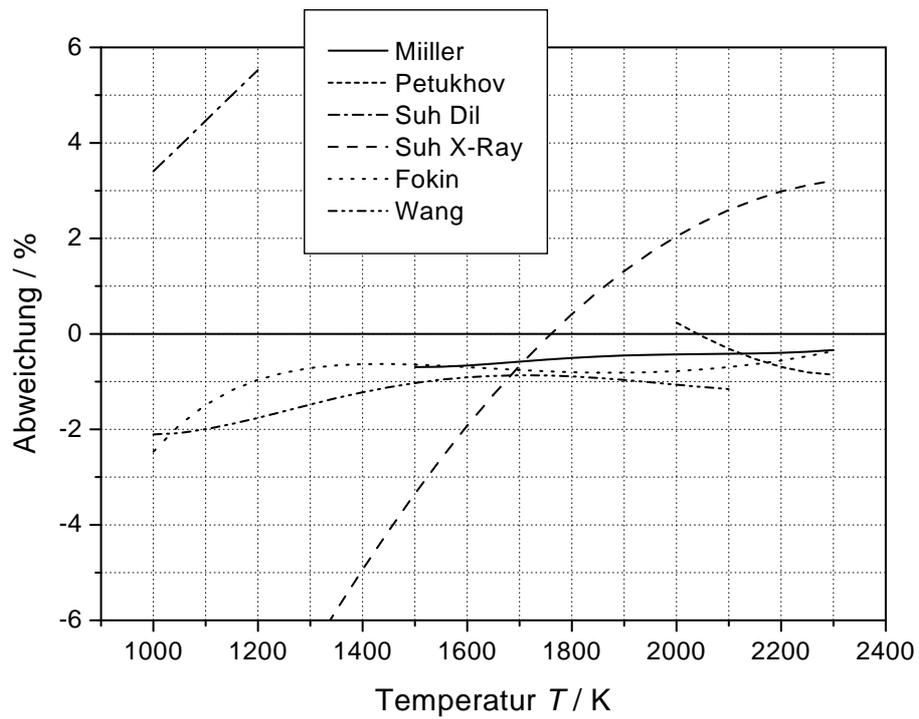


Abbildung 4.58: Molybdän: Abweichung der Ergebnisse anderer Gruppen für die lineare thermische Ausdehnung von den in dieser Arbeit präsentierten Daten.

4.10 Aluminiumlegierungen

Im Rahmen dieser Arbeit wurden die Aluminiumlegierungen AlSi7Mg, AlSi9Cu3 und AlSi12 untersucht. Die Ergebnisse umfassen die spezifische Wärmekapazität, den spezifischen elektrischen Widerstand (korrigiert) sowie die lineare thermische Ausdehnung.

Proben

Die Proben wurden aus Primärlegierungs-Gussmasseln (Barren) entnommen.

An jeder Legierung wurden Vorversuche an fünf zylindrischen Proben mit einem Durchmesser von 4 mm und einer Länge von 75 mm durchgeführt.

Die Hauptversuche fanden an röhrenförmigen Proben mit einem Außendurchmesser von 9 mm und einem Innendurchmesser von 7,8 mm sowie einer Länge von 75 mm statt. Davon wurden zur Ermittlung des spezifischen elektrischen Widerstands und der spezifischen Wärmekapazität von jedem Material fünf Proben herangezogen. Weitere fünf Proben je Legierung dienten zur Bestimmung der thermischen Ausdehnung. Diese Proben waren an zwei Seiten abgefräst und poliert. Bei der Messung der thermischen Ausdehnung kamen keine Spannungsmessschneiden zum Einsatz.

Insgesamt wurden etwa 150 Versuche an 45 Proben durchgeführt.

Versuche

Bei allen Messungen kam das Pyrometer Nr. 1 ohne Interferenzfilter zum Einsatz. Aufgrund des hohen Dampfdrucks von Aluminium in der Nähe des Schmelzpunkts fanden alle Versuche in Schutzgas statt.

Es wurde der 3 m Ω Strombegrenzungswiderstand verwendet, der Maximalstrom lag bei 3100 A, die mittlere Aufheizrate betrug etwa 1100 K·s⁻¹.

Bei allen Aluminiumlegierungen wurde festgestellt, dass die thermophysikalischen Daten, die sich beim ersten Versuch an einer Probe ergaben, in einem weiten Bereich variierten (etwa 10 %). Erst nach mehreren Versuchen an der selben Proben stellten sich reproduzierbare und mit anderen Proben übereinstimmende Werte ein. Trotzdem ist die Streuung der thermophysikalischen Daten zwischen zwei Proben des gleichen Materials erheblich größer als bei Reinmetallen, konkrete Werte sind in der Beschreibung der jeweiligen Legierung gegeben.

4.10.1 AlSi7Mg

Spezifische Wärmekapazität

Bei dieser Legierung trat ab etwa 770 K ein partielles Aufschmelzen des Materials auf, was sich als starker Anstieg der spezifischen Wärmekapazität im Bereich dieser Temperatur bemerkbar macht. Es wurde festgestellt, dass der Verlauf der spezifischen Wärmekapazität mit der Aufheizrate variiert. Der in Abbildung 4.59 dargestellte Verlauf der spezifischen Wärmekapazität ist ein Mittelwert über alle Proben und Versuche. Unterhalb von 770 K lag die Abweichung der spezifischen Wärmekapazität einzelner Proben vom Mittelwert unterhalb von 3 %, darüber traten Abweichungen von 6 %

auf. Die spezifische Wärmekapazität von AlSi7Mg zwischen 570 und 750 K wird durch folgende Funktion beschrieben:

$$c_p = 683,1 + 0,5558 \cdot T \quad (4.31)$$

für $570 \text{ K} \leq T \leq 750 \text{ K}$

Spezifischer elektrischer Widerstand

Das Aufschmelzen ist auch im Verlauf des spezifischen elektrischen Widerstands (siehe Abbildung 4.60) als leichter Knick wahrnehmbar. Die Abweichung des spezifischen elektrischen Widerstands einzelner Proben vom Mittelwert lag unterhalb von 2,5 %. Für den spezifischen elektrischen Widerstand von AlSi7Mg im Bereich von 570 bis 770 K ergab sich folgende Funktion:²⁸

$$\rho_{\text{el}} = 1,707 \cdot 10^{-10} \cdot T \quad (4.32)$$

für $570 \text{ K} \leq T \leq 770 \text{ K}$

Lineare thermische Ausdehnung

Die lineare thermische Ausdehnung von AlSi7Mg ist in Abbildung 4.61 dargestellt. Die Abweichung der linearen thermischen Ausdehnung der einzelnen Proben vom Mittelwert lag unterhalb von 0,5 %. Die lineare thermische Ausdehnung von AlSi7Mg wird durch folgendes Polynom wiedergegeben:

$$\frac{\Delta l_{T_0 \rightarrow T}}{l_0} = -0,663 + 1,833 \cdot 10^{-3} \cdot T + 8,066 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 \quad (4.33)$$

für $570 \text{ K} \leq T \leq 830 \text{ K}$

4.10.2 AlSi9Cu3

Spezifische Wärmekapazität

Auch bei dieser Legierung trat ab etwa 770 K ein partielles Aufschmelzen des Materials auf. Unterhalb von 770 K war die Abweichung der spezifischen Wärmekapazität einzelner Proben vom Mittelwert geringer als 2,5 %, darüber traten Abweichungen bis zu 15 % auf. Die spezifische Wärmekapazität von AlSi7Mg zwischen 570 und 750 K wird durch folgende Funktion beschrieben:

$$c_p = 723,3 + 0,4906 \cdot T \quad (4.34)$$

für $570 \text{ K} \leq T \leq 750 \text{ K}$

²⁸Die Tatsache, dass Gleichung (4.32) keinen konstanten Term enthält, lässt auf einen sehr geringen Gitterbeitrag zum spezifischen elektrischen Widerstand schließen.

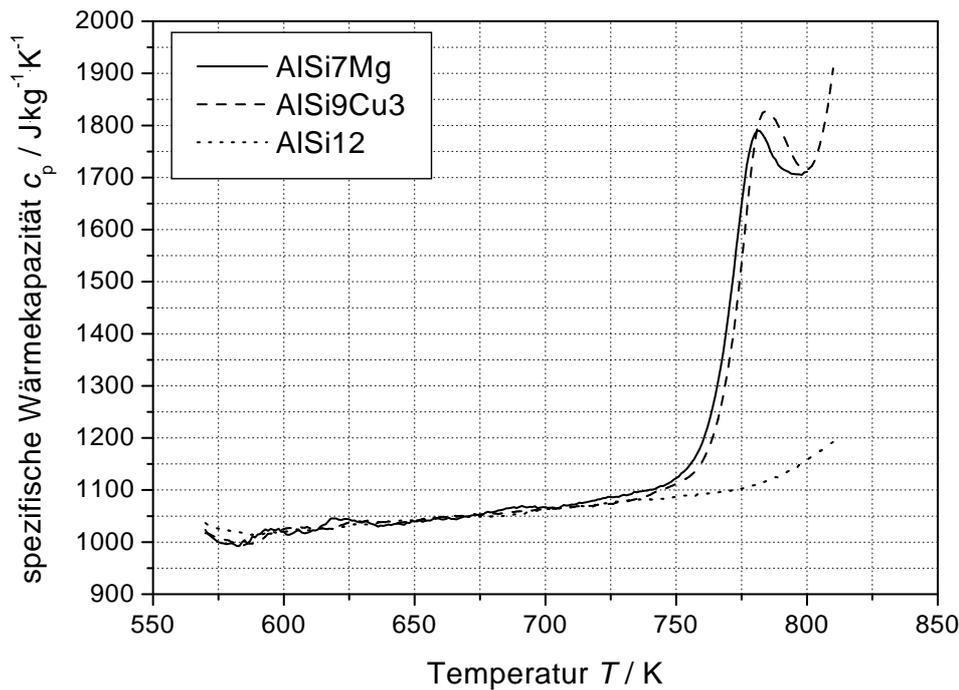


Abbildung 4.59: Aluminiumlegierungen: Spezifische Wärmekapazität in Abhängigkeit von der Temperatur.

Spezifischer elektrischer Widerstand

Die Abweichung des spezifischen elektrischen Widerstands einzelner Proben vom Mittelwert lag unterhalb von 3 %. Für den spezifischen elektrischen Widerstand von AlSi7Mg im Bereich von 570 bis 770 K ergab sich folgende Funktion:

$$\rho_{\text{el}} = 1,665 \cdot 10^{-10} \cdot T \quad (4.35)$$

für $570 \text{ K} \leq T \leq 770 \text{ K}$

Lineare thermische Ausdehnung

Die lineare thermische Ausdehnung von AlSi9Cu3 ist in Abbildung 4.61 dargestellt. Das Aufschmelzen bei etwa 770 K ist auch als leichter Knick in der thermischen Ausdehnung erkennbar. Die Abweichung der linearen thermischen Ausdehnung der einzelnen Proben vom Mittelwert waren sehr groß und lagen bei bis zu 10 %. Die lineare thermische Ausdehnung von AlSi9Cu3 wird durch folgende Funktion wiedergegeben:

$$\frac{\Delta l_{T_0 \rightarrow T}}{l_0} = -0,996 + 2,980 \cdot 10^{-3} \cdot T \quad (4.36)$$

für $570 \text{ K} \leq T \leq 800 \text{ K}$

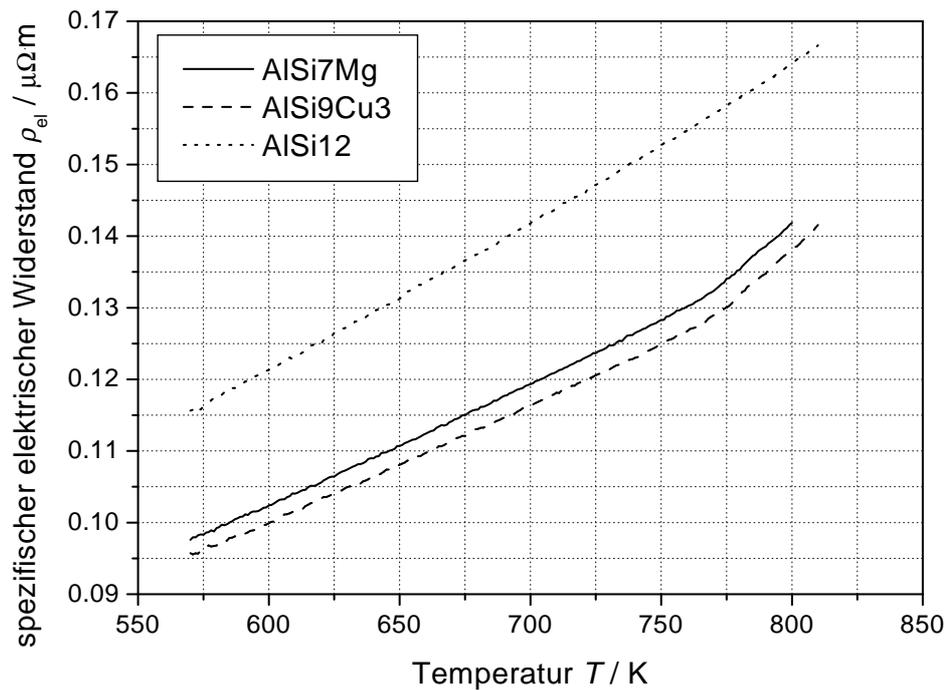


Abbildung 4.60: Aluminiumlegierungen: Spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur.

4.10.3 AlSi12

Spezifische Wärmekapazität

Diese eutektische Legierung hat ein relativ kleines Schmelzintervall und damit einen scharf definierten Schmelzpunkt. Die Abweichung der spezifischen Wärmekapazität einzelner Proben vom Mittelwert lag unterhalb von 3 %. Die spezifische Wärmekapazität von AlSi12 zwischen 570 und 780 K wird durch folgende Funktion beschrieben:

$$c_p = 745,3 + 0,4554 \cdot T \quad (4.37)$$

für $570 \text{ K} \leq T \leq 780 \text{ K}$

Spezifischer elektrischer Widerstand

Die Abweichung des spezifischen elektrischen Widerstands einzelner Proben vom Mittelwert lag unterhalb von 2 %. Für den spezifischen elektrischen Widerstand von AlSi12 im Bereich von 570 bis 810 K ergab sich folgende Funktion:

$$\rho_{\text{el}} = 3,50 \cdot 10^{-8} + 9,1857 \cdot 10^{-11} \cdot T + 8,6816 \cdot 10^{-14} T^2 \quad (4.38)$$

für $570 \text{ K} \leq T \leq 810 \text{ K}$

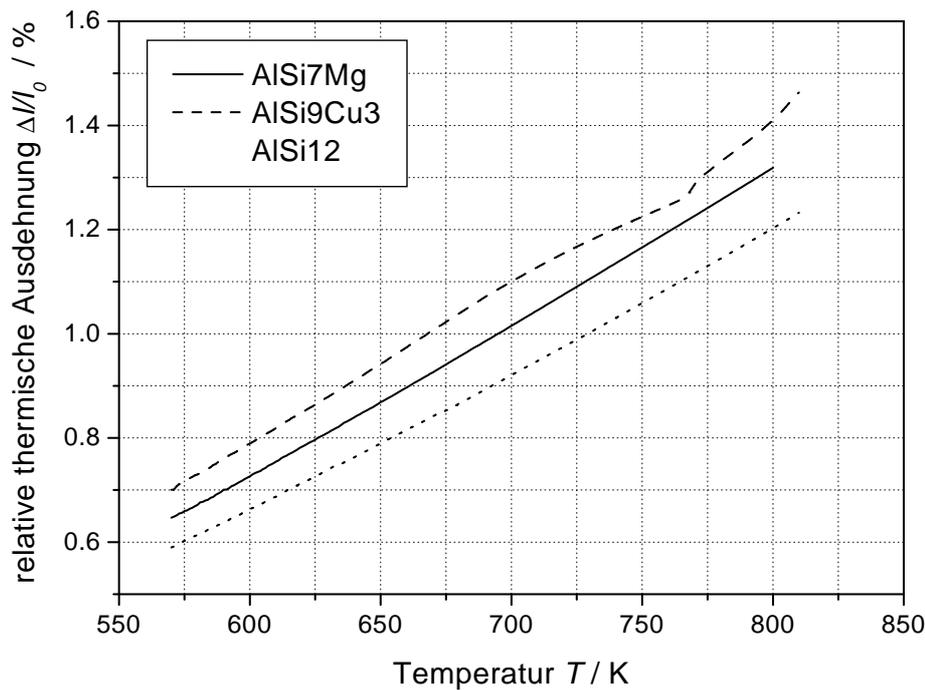


Abbildung 4.61: Aluminiumlegierungen: Lineare thermische Ausdehnung in Abhängigkeit von der Temperatur.

Lineare thermische Ausdehnung

Die lineare thermische Ausdehnung von AlSi12 ist in Abbildung 4.61 dargestellt. Die Abweichung der linearen thermischen Ausdehnung der einzelnen Proben vom Mittelwert lag unterhalb von 1 %. Die lineare thermische Ausdehnung von AlSi12 wird durch folgende Funktion wiedergegeben:

$$\frac{\Delta l_{T_0 \rightarrow T}}{l_0} = -0,333 + 8,783 \cdot 10^{-4} \cdot T + 1,304 \cdot 10^{-6} \cdot T^2 \quad (4.39)$$

für $570 \text{ K} \leq T \leq 800 \text{ K}$

Schmelzpunkt

Die eutektische Legierung AlSi12 hat ähnlich wie Reinmetalle einen relativ scharf definierten Schmelzpunkt. Daher konnten bei AlSi12 auch Schmelzplateaus beobachtet werden, welche eine Bestimmung der Schmelztemperatur (Soliduspunkt) ermöglichen. Aus Abbildung 4.62 wurde der Schmelzbeginn dieser Legierung mit 848,5 K ermittelt. Wie bei den meisten Legierungen ist auch bei AlSi12 das Schmelzplateau nicht vollkommen flach, sondern leicht geneigt.

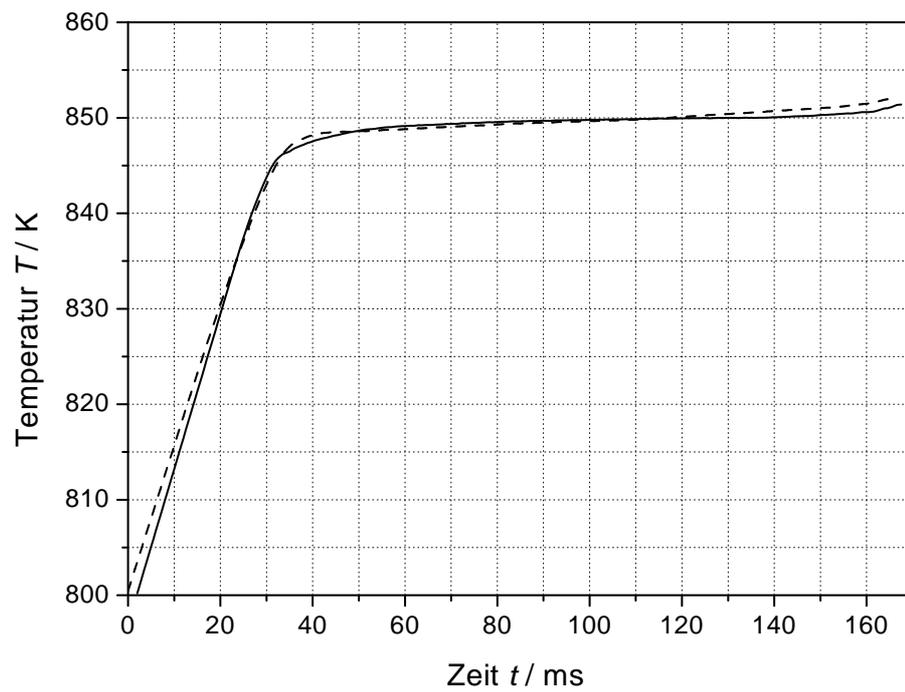


Abbildung 4.62: AlSi12: Schmelzplateau: Temperatur in Abhängigkeit von der Zeit in der Nähe des Schmelzpunkts. Durchgezogene Linie: Probe Nr. 8, gestrichelte Linie: Probe Nr. 9.

Tabelle 4.37: AlSi7Mg: Spezifische Wärmekapazität, spezifischer elektrischer Widerstand (korrigiert) und thermische Ausdehnung in Abhängigkeit von der Temperatur.

T K	c_p $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	ρ_{el} $\mu\Omega\cdot\text{m}$	$\Delta l/l_0$ %
570	1023,6	0,0976	0,647
580	998,0	0,0992	0,672
590	1014,5	0,1008	0,701
600	1019,6	0,1024	0,726
610	1019,5	0,1040	0,755
620	1045,3	0,1056	0,784
630	1038,9	0,1074	0,810
640	1033,9	0,1090	0,840
650	1039,9	0,1107	0,869
660	1044,0	0,1124	0,897
670	1049,2	0,1142	0,926
680	1057,5	0,1158	0,956
690	1067,4	0,1177	0,986
700	1067,1	0,1193	1,015
710	1072,1	0,1211	1,045
720	1081,9	0,1228	1,075
730	1090,9	0,1247	1,105
740	1100,9	0,1265	1,136
750	1122,7	0,1283	1,166
760	1191,2	0,1302	1,196
770	1437,6	0,1323	1,226
780	1783,4	0,1353	1,257
790	1718,9	0,1386	1,288
800	1710,8	0,1419	1,319

T Temperatur
 c_p spezifische Wärmekapazität
 ρ_{el} spezifischer elektrischer Widerstand
 $\Delta l/l_0$ lineare thermische Ausdehnung

Tabelle 4.38: *AlSi9Cu3*: Spezifische Wärmekapazität, spezifischer elektrischer Widerstand (korrigiert) und thermische Ausdehnung in Abhängigkeit von der Temperatur.

T K	c_p $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	ρ_{el} $\mu\Omega\cdot\text{m}$	$\Delta l/l_0$ %
570	1017,2	0,0957	0,701
580	1000,3	0,0968	0,730
590	1002,0	0,0984	0,760
600	1025,0	0,0999	0,789
610	1026,3	0,1016	0,819
620	1029,5	0,1034	0,849
630	1037,8	0,1049	0,879
640	1040,4	0,1065	0,911
650	1040,0	0,1081	0,942
660	1048,6	0,1097	0,974
670	1050,4	0,1113	1,007
680	1054,8	0,1131	1,039
690	1059,0	0,1147	1,071
700	1062,7	0,1162	1,100
710	1068,1	0,1182	1,128
720	1071,8	0,1196	1,155
730	1077,6	0,1213	1,179
740	1090,8	0,1230	1,202
750	1112,1	0,1250	1,225
760	1154,8	0,1267	1,247
770	1338,4	0,1289	1,286
780	1765,2	0,1317	1,331
790	1790,5	0,1348	1,368
800	1715,1	0,1381	1,410
810	1909,8	0,1416	1,464

T Temperatur
 c_p spezifische Wärmekapazität
 ρ_{el} spezifischer elektrischer Widerstand
 $\Delta l/l_0$ lineare thermische Ausdehnung

Tabelle 4.39: AlSi12: Spezifische Wärmekapazität, spezifischer elektrischer Widerstand (korrigiert) und thermische Ausdehnung in Abhängigkeit von der Temperatur.

T K	c_p $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	ρ_{el} $\mu\Omega\cdot\text{m}$	$\Delta l/l_0$ %
570	1036,7	0,1156	0,590
580	1021,4	0,1171	0,614
590	1015,8	0,1194	0,638
600	1020,2	0,1213	0,663
610	1022,4	0,1231	0,687
620	1025,5	0,1250	0,714
630	1033,8	0,1274	0,740
640	1039,8	0,1294	0,763
650	1041,2	0,1312	0,790
660	1047,9	0,1335	0,816
670	1048,5	0,1355	0,842
680	1049,2	0,1375	0,866
690	1054,5	0,1397	0,893
700	1062,6	0,1418	0,921
710	1066,9	0,1439	0,948
720	1072,6	0,1460	0,975
730	1079,4	0,1481	1,003
740	1081,9	0,1505	1,031
750	1086,9	0,1527	1,059
760	1092,3	0,1547	1,087
770	1098,4	0,1570	1,116
780	1109,4	0,1593	1,145
790	1129,5	0,1616	1,173
800	1157,2	0,1642	1,203
810	1192,3	0,1667	1,233

T Temperatur
 c_p spezifische Wärmekapazität
 ρ_{el} spezifischer elektrischer Widerstand
 $\Delta l/l_0$ lineare thermische Ausdehnung

4.11 Magnesiumlegierungen

Im Rahmen dieser Arbeit wurden die Magnesiumlegierungen AS21, AE42, AM50 und AZ91 untersucht²⁹. Die Ergebnisse umfassen die spezifische Wärmekapazität, den spezifischen elektrischen Widerstand (korrigiert) sowie die lineare thermische Ausdehnung.

Proben

Die Proben wurden aus Primärlegierungs-Gussmasseln (Barren) entnommen.

An jeder Legierung wurden Vorversuche an fünf zylindrischen Proben mit einem Durchmesser von 6 mm und einer Länge von 75 mm durchgeführt.

Die Hauptversuche fanden an röhrenförmigen Proben mit einem Außendurchmesser von 9 mm und einem Innendurchmesser von 6,7 mm sowie einer Länge von 75 mm statt. Davon wurden zur Ermittlung des spezifischen elektrischen Widerstands und der spezifischen Wärmekapazität von jedem Material fünf Proben herangezogen. Weitere fünf Proben je Legierung dienen zur Bestimmung der thermischen Ausdehnung. Diese Proben waren an zwei Seiten abgefräst und poliert. Bei der Messung der thermischen Ausdehnung kamen keine Spannungsmessschneiden zum Einsatz.

Insgesamt wurden etwa 200 Versuche an 60 Proben durchgeführt.

Versuche

Bei allen Messungen kam das Pyrometer Nr. 1 ohne Interferenzfilter zum Einsatz. Aufgrund des hohen Dampfdrucks von Magnesium in der Nähe des Schmelzpunkts fanden alle Versuche in Schutzgas statt.

Es wurde der 3 m Ω Strombegrenzungswiderstand verwendet, der Maximalstrom lag bei 3800 A, die mittlere Aufheizrate betrug etwa 1300 K \cdot s⁻¹.

Bei allen Magnesiumlegierungen wurde festgestellt, dass die thermophysikalischen Daten, die sich beim ersten Versuch an einer Probe ergaben, in einem weiten Bereich variierten (etwa 10 %). Erst nach mehreren Versuchen an der selben Probe stellten sich reproduzierbare und mit anderen Proben übereinstimmende Werte ein. Konkrete Werte der Abweichungen sind in der Beschreibung der jeweiligen Legierung gegeben.

4.11.1 AS21

Spezifische Wärmekapazität

In Abbildung 4.63 ist der Verlauf der spezifischen Wärmekapazität in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt. Die Abweichung der spezifischen Wärmekapazität einzelner Proben vom Mittelwert lag unterhalb von 2 %. Die spezifische Wärmekapazität von AS21 zwischen 600 und 850 K wird durch folgende Funktion beschrieben:

²⁹Diese Materialbezeichnungen sind nicht genormt, aber in der Technik für Magnesiumlegierungen üblich. Der erste Buchstabe und die erste Zahl sowie der zweite Buchstabe und die zweite Zahl beziehen sich auf den prozentualen Anteil des spezifizierten Legierungsbestandteils. Dabei steht A für Aluminium, S für Silizium, E für seltene Erden, M für Mangan und Z für Zink.

$$c_p = -2140,4 + 15,1642 \cdot T - 0,02316 \cdot T^2 + 1,1851 \cdot 10^{-5} \cdot T^3 \quad (4.40)$$

für $600 \text{ K} \leq T \leq 850 \text{ K}$

Spezifischer elektrischer Widerstand

Der spezifische elektrische Widerstand von AS21 als Funktion der Temperatur ist in Abbildung 4.64 dargestellt. Die Abweichung des spezifischen elektrischen Widerstands einzelner Proben vom Mittelwert lag unterhalb von 1,5 %. Für den spezifischen elektrischen Widerstand von AS21 im Bereich von 550 bis 850 K ergab sich folgende Funktion:

$$\rho_{\text{el}} = 3,237 \cdot 10^{-8} + 1,7892 \cdot 10^{-10} \cdot T - 7,2472 \cdot 10^{-15} \cdot T^2 \quad (4.41)$$

für $550 \text{ K} \leq T \leq 850 \text{ K}$

Lineare thermische Ausdehnung

Die lineare thermische Ausdehnung von AS21 ist in Abbildung 4.65 dargestellt. Die Abweichung der linearen thermischen Ausdehnung der einzelnen Proben vom Mittelwert lag unterhalb von 1,5 %. Die lineare thermische Ausdehnung von AS21 wird durch folgendes Polynom wiedergegeben:

$$\frac{\Delta l_{T_0 \rightarrow T}}{l_0} = -0,475 + 1,4141 \cdot 10^{-3} \cdot T + 1,3749 \cdot 10^{-6} \cdot T^2 \quad (4.42)$$

für $550 \text{ K} \leq T \leq 850 \text{ K}$

4.11.2 AE42

Spezifische Wärmekapazität

In Abbildung 4.63 ist der Verlauf der spezifischen Wärmekapazität in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt. Die Abweichung der spezifischen Wärmekapazität einzelner Proben vom Mittelwert lag unterhalb von 2 %. Die spezifische Wärmekapazität von AE42 zwischen 570 und 840 K wird durch folgende Funktion beschrieben:

$$c_p = -2140,4 + 15,1642 \cdot T - 0,02316 \cdot T^2 + 1,1851 \cdot 10^{-5} \cdot T^3 \quad (4.43)$$

für $600 \text{ K} \leq T \leq 840 \text{ K}$

Spezifischer elektrischer Widerstand

Der spezifische elektrische Widerstand von AS21 als Funktion der Temperatur ist in Abbildung 4.64 dargestellt. Die Abweichung des spezifischen elektrischen Widerstands einzelner Proben vom Mittelwert lag unterhalb von 1,5 %. Für den spezifischen elektrischen Widerstand von AE42 im Bereich von 550 bis 840 K ergab sich folgende Funktion:

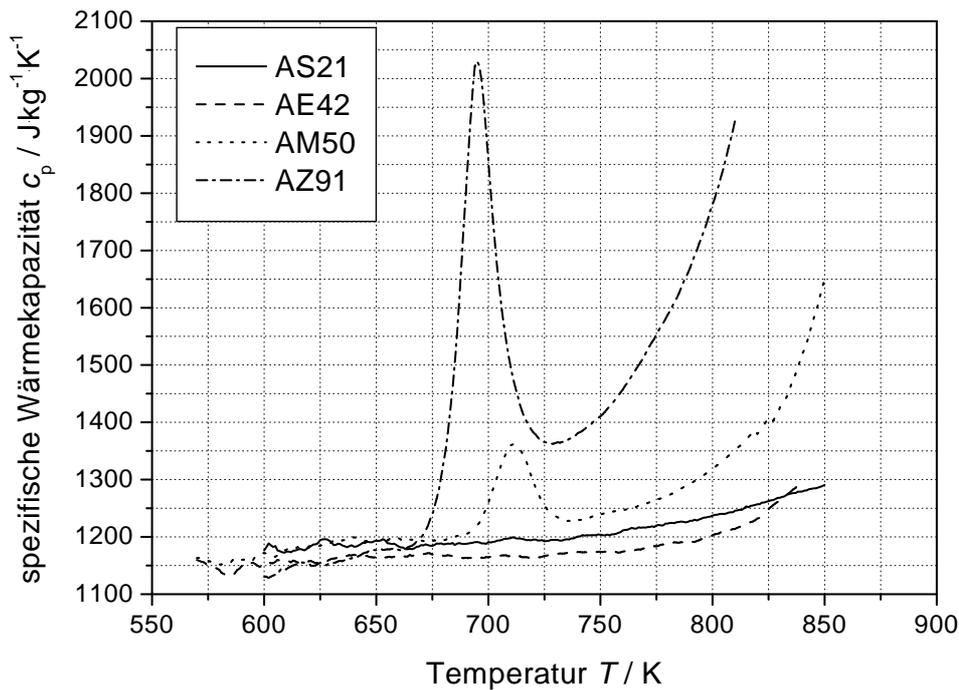


Abbildung 4.63: Magnesiumlegierungen: Spezifische Wärmekapazität in Abhängigkeit von der Temperatur.

$$\rho_{\text{el}} = 4,026 \cdot 10^{-8} + 1,6275 \cdot 10^{-10} \cdot T \quad (4.44)$$

für $550 \text{ K} \leq T \leq 840 \text{ K}$

Lineare thermische Ausdehnung

Die lineare thermische Ausdehnung von AE42 ist in Abbildung 4.65 dargestellt. Die Abweichung der linearen thermischen Ausdehnung der einzelnen Proben vom Mittelwert lag unterhalb von 0,8 %. Die lineare thermische Ausdehnung von AE42 wird durch folgendes Polynom wiedergegeben:

$$\frac{\Delta l_{T_0 \rightarrow T}}{l_0} = -0,404 + 1,1673 \cdot 10^{-3} \cdot T + 1,6354 \cdot 10^{-6} \cdot T^2 \quad (4.45)$$

für $550 \text{ K} \leq T \leq 850 \text{ K}$

4.11.3 AM50

Spezifische Wärmekapazität

Bei dieser Legierung trat ab etwa 690 K ein teilweises Aufschmelzen des Materials auf. In Abbildung 4.63 ist der Verlauf der spezifischen Wärmekapazität in Abhängigkeit von

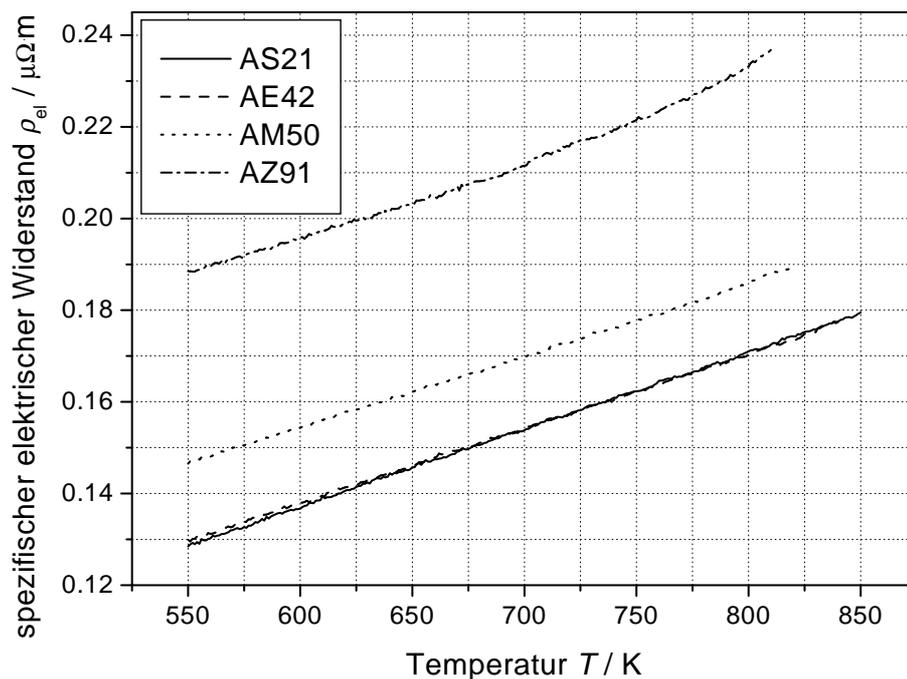


Abbildung 4.64: Magnesiumlegierungen: Spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur.

der Temperatur dargestellt. Die Abweichung der spezifischen Wärmekapazität einzelner Proben vom Mittelwert lag unterhalb von 2 %. Die Fläche des *Peaks* zwischen 690 und 730 K entspricht der Umwandlungsenthalpie, welche mit dem Aufschmelzen verbunden ist.

Spezifischer elektrischer Widerstand

Der spezifische elektrische Widerstand von AM50 als Funktion der Temperatur ist in Abbildung 4.64 dargestellt. Die Abweichung des spezifischen elektrischen Widerstands einzelner Proben vom Mittelwert lag unterhalb von 0,75 %. Für den spezifischen elektrischen Widerstand von AM50 im Bereich von 550 bis 820 K ergab sich folgende Funktion:

$$\rho_{el} = 6,043 \cdot 10^{-8} + 1,5662 \cdot 10^{-10} \cdot T \quad (4.46)$$

für $550 \text{ K} \leq T \leq 820 \text{ K}$

Lineare thermische Ausdehnung

Die lineare thermische Ausdehnung von AM50 ist in Abbildung 4.65 dargestellt. Die Abweichung der linearen thermischen Ausdehnung der einzelnen Proben vom Mittelwert lag unterhalb von 0,6 %. Die lineare thermische Ausdehnung von AM50 wird durch folgendes Polynom wiedergegeben:

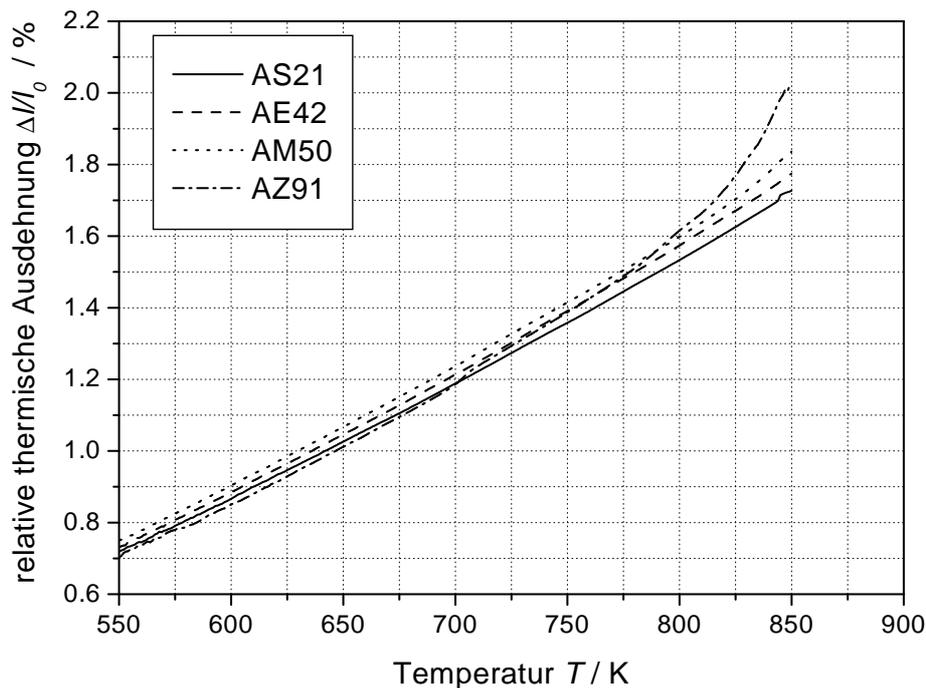


Abbildung 4.65: Magnesiumlegierungen: Lineare thermische Ausdehnung in Abhängigkeit von der Temperatur.

$$\frac{\Delta l_{T_0 \rightarrow T}}{l_0} = -0,487 + 1,4483 \cdot 10^{-3} \cdot T + 1,4504 \cdot 10^{-6} \cdot T^2 \quad (4.47)$$

für $550 \text{ K} \leq T \leq 820 \text{ K}$

4.11.4 AZ91

Spezifische Wärmekapazität

Auch bei AZ91 trat ein teilweises Aufschmelzen bei etwa 670 K auf, welches sich durch einen *Peak* im Verlauf der spezifischen Wärmekapazität in Abbildung 4.63 ausdrückt. Es wurde festgestellt, dass die Fläche des *Peaks* zwischen verschiedenen Versuchen an der selben Probe stark variiert (über 50 %). Die in Tabelle 4.43 angeführten Werte für c_p im Bereich zwischen 670 und 720 K sind daher Mittelwerte zwischen den am häufigsten aufgetretenen Messwerten, stark abweichende Ergebnisse wurden nicht berücksichtigt. Die Abweichung der spezifischen Wärmekapazität einzelner Proben vom Mittelwert lag außerhalb der Umwandlung unterhalb von 5 %.

Spezifischer elektrischer Widerstand

Der spezifische elektrische Widerstand von AZ91 als Funktion der Temperatur ist in Abbildung 4.64 dargestellt. Die Abweichung des spezifischen elektrischen Widerstands

einzelner Proben vom Mittelwert lag unterhalb von 1 %. Für den spezifischen elektrischen Widerstand von AZ91 im Bereich von 550 bis 850 K ergab sich folgende Funktion:

$$\rho_{\text{el}} = -8,36 \cdot 10^{-8} + 1,1037 \cdot 10^{-8} \cdot T - 1,6006 \cdot 10^{-10} \cdot T^2 + 8,9530 \cdot 10^{-12} \cdot T^3 \quad (4.48)$$

für $550 \text{ K} \leq T \leq 850 \text{ K}$

Lineare thermische Ausdehnung

Die lineare thermische Ausdehnung von AZ91 ist in Abbildung 4.65 dargestellt. Die Abweichung der linearen thermischen Ausdehnung der einzelnen Proben vom Mittelwert lag unterhalb von 1,5 %. Da der Aufschmelzvorgang auch in der thermischen Ausdehnung wahrnehmbar ist, wurde auf die Angabe eines Ausgleichspolynoms verzichtet.

4.11.5 Vergleich mit anderen Ergebnissen

Am ÖGI³⁰ wurden bereits einige Messungen an diesen Legierungen mit Hilfe statischer beziehungsweise quasistatischer Methoden durchgeführt [60–62]. Die vorliegenden Ergebnisse stellen eine Erweiterung der publizierten thermophysikalischen Daten zu höheren Temperaturen dar. Leider wurde in den zitierten Arbeit nicht AM50, sondern AM60 untersucht.

Spezifische Wärmekapazität

Die Vergleichswerte der spezifischen Wärmekapazität in [62] wurden mit einem Differenz-Wärmestrom-Kalorimeter (DSC³¹) bestimmt. In Abbildung 4.66 sind die im Rahmen dieser Arbeit gemessenen Werte mit den DSC-Messungen verglichen. Die Übereinstimmung liegt im Rahmen der Messunsicherheiten. [62] berichtet außerdem von einem stärkeren Anstieg der spezifischen Wärmekapazität von AZ91 ab 350°C (620 K), der durch die hier präsentierten Ergebnisse bestätigt wird.

Lineare thermische Ausdehnung

Die Vergleichsdaten wurden mit einem Schubstangendilatometer gemessen [61]. Ein Vergleich der Ergebnisse ist in Abbildung 4.67 gegeben. Mangels anderer Vergleichsdaten ist in Abbildung 4.67(c) zum Vergleich die thermische Ausdehnung von AM60 dargestellt. Die Werte stimmen im Rahmen der Messunsicherheiten überein, tendenziell sind die mit dem Interferometer gemessenen Ausdehnungen höher als die in [61] angeführten Daten.

³⁰Österreichisches Gießerei-Institut.

³¹Differential Scanning Calorimeter.

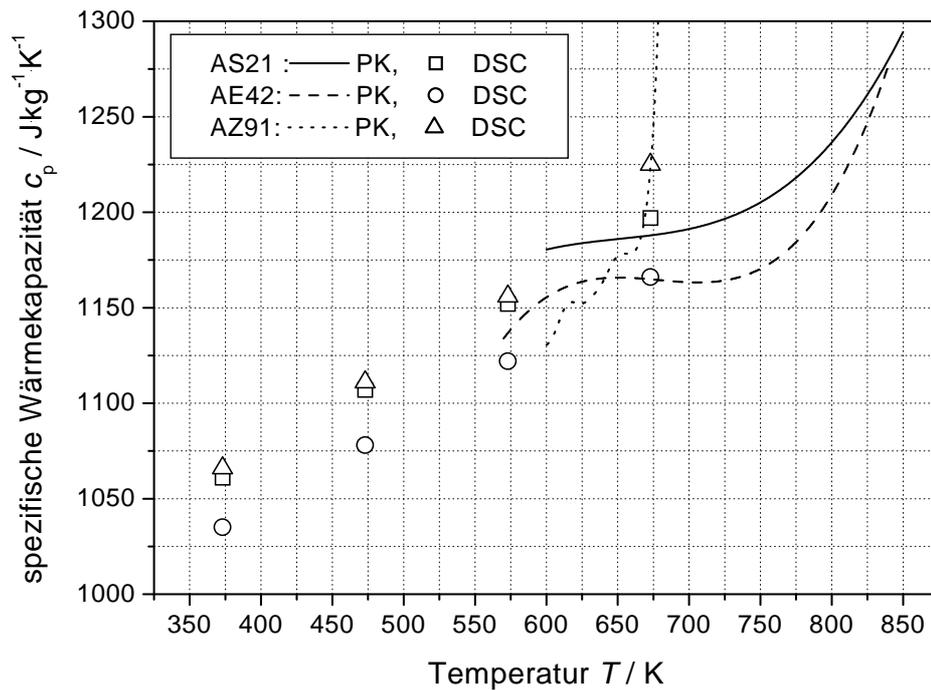
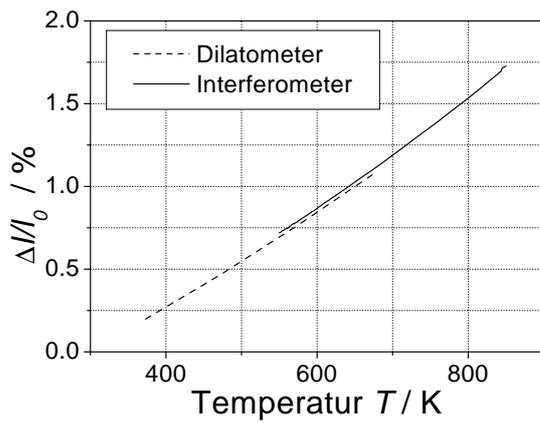


Abbildung 4.66: Magnesiumlegierungen: Vergleich der spezifischen Wärmekapazität. PK: In dieser Arbeit gemessene Werte, DSC: In [62] angegebene Werte.

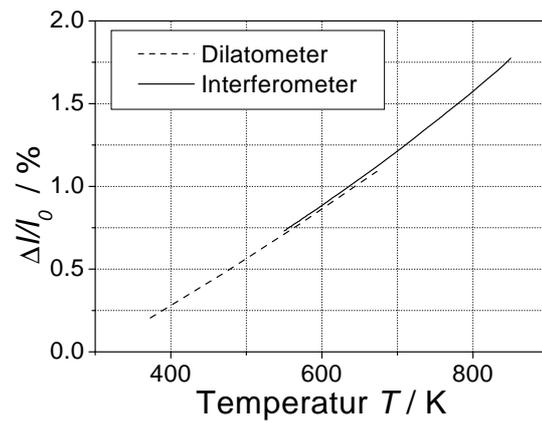
4.11.6 Abschätzung der Wärmeleitfähigkeit

Mit Hilfe des WIEDEMANN-FRANZschen Gesetzes (2.67) wurde die Wärmeleitfähigkeit der untersuchten Magnesiumlegierungen abgeschätzt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4.44 angeführt.

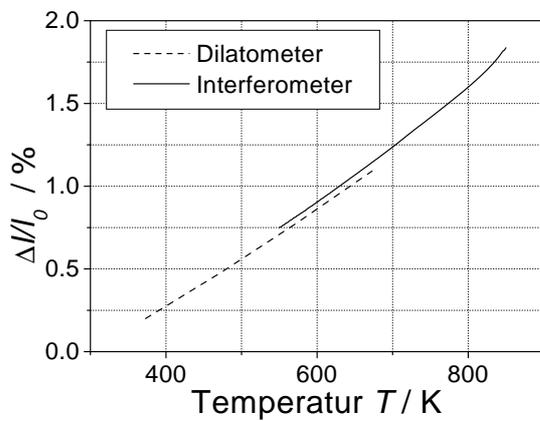
In [52] wurde die Wärmeleitfähigkeit von Magnesiumlegierungen durch ein vergleichendes Verfahren mit stationärem axialem Wärmefluss ermittelt. Ein Vergleich zwischen den gemessenen Werten und den aus (2.67) abgeschätzten Daten ist in Abbildung 4.68 dargestellt. Offensichtlich ist das WIEDEMANN-FRANZsche Gesetz für die untersuchten Magnesiumlegierungen sehr gut erfüllt.



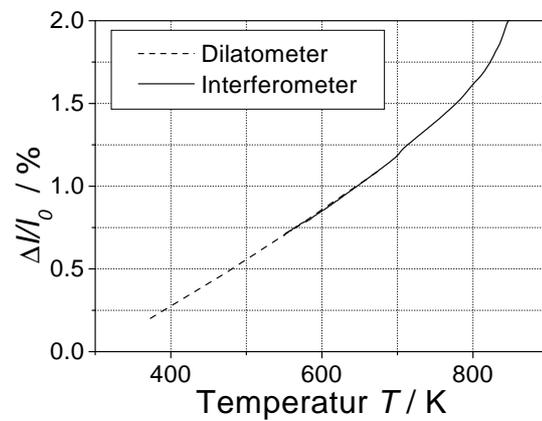
(a) AS21



(b) AE42



(c) AM50-AM60



(d) AZ91

Abbildung 4.67: Magnesiumlegierungen. Vergleich der linearen thermischen Ausdehnung.

Tabelle 4.40: AS21: Spezifische Wärmekapazität, spezifischer elektrischer Widerstand (korrigiert) und thermische Ausdehnung in Abhängigkeit von der Temperatur.

T K	c_p $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	ρ_{el} $\mu\Omega\cdot\text{m}$	$\Delta l/l_0$ %
550		0,1284	0,719
560		0,1302	0,745
570		0,1320	0,778
580		0,1338	0,807
590		0,1357	0,837
600	1176,4	0,1367	0,867
610	1174,4	0,1394	0,900
620	1183,8	0,1406	0,932
630	1190,8	0,1424	0,962
640	1183,1	0,1444	0,994
650	1193,9	0,1458	1,026
660	1183,2	0,1475	1,058
670	1185,8	0,1492	1,089
680	1187,1	0,1506	1,122
690	1187,9	0,1527	1,155
700	1191,1	0,1538	1,188
710	1197,9	0,1562	1,222
720	1195,2	0,1573	1,256
730	1194,9	0,1592	1,291
740	1200,7	0,1609	1,325
750	1203,7	0,1623	1,358
760	1211,4	0,1646	1,392
770	1216,3	0,1655	1,428
780	1223,3	0,1674	1,463
790	1228,2	0,1688	1,498
800	1237,0	0,1710	1,533
810	1245,8	0,1725	1,570
820	1257,1	0,1743	1,607
830	1268,0	0,1758	1,645
840	1279,2	0,1775	1,683
850	1290,8	0,1795	1,727

T Temperatur
 c_p spezifische Wärmekapazität
 ρ_{el} spezifischer elektrischer Widerstand
 $\Delta l/l_0$ lineare thermische Ausdehnung

Tabelle 4.41: AE42: Spezifische Wärmekapazität, spezifischer elektrischer Widerstand (korrigiert) und thermische Ausdehnung in Abhängigkeit von der Temperatur.

T K	c_p $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	ρ_{el} $\mu\Omega\cdot\text{m}$	$\Delta l/l_0$ %
550		0,1299	0,731
560		0,1312	0,760
570	1159,9	0,1328	0,789
580	1142,5	0,1345	0,824
590	1149,3	0,1365	0,853
600	1149,2	0,1380	0,885
610	1158,9	0,1395	0,918
620	1157,6	0,1413	0,949
630	1161,7	0,1430	0,981
640	1169,1	0,1445	1,013
650	1164,6	0,1462	1,046
660	1164,2	0,1478	1,079
670	1169,7	0,1494	1,111
680	1167,0	0,1511	1,145
690	1163,5	0,1527	1,179
700	1164,6	0,1538	1,214
710	1166,8	0,1558	1,248
720	1164,4	0,1573	1,284
730	1168,9	0,1591	1,320
740	1173,7	0,1605	1,356
750	1174,0	0,1622	1,391
760	1174,3	0,1641	1,427
770	1181,1	0,1654	1,464
780	1186,7	0,1670	1,500
790	1191,1	0,1685	1,537
800	1202,8	0,1705	1,574
810	1213,9	0,1721	1,614
820	1232,1	0,1735	1,652
830	1262,6	0,1752	1,690
840	1295,8	0,1774	1,731
850			1,775

T Temperatur
 c_p spezifische Wärmekapazität
 ρ_{el} spezifischer elektrischer Widerstand
 $\Delta l/l_0$ lineare thermische Ausdehnung

Tabelle 4.42: AM50: Spezifische Wärmekapazität, spezifischer elektrischer Widerstand (korrigiert) und thermische Ausdehnung in Abhängigkeit von der Temperatur.

T K	c_p $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	ρ_{el} $\mu\Omega\cdot\text{m}$	$\Delta l/l_0$ %
550		0,1465	0,750
560		0,1481	0,779
570	1163,3	0,1500	0,810
580	1152,0	0,1513	0,840
590	1159,9	0,1530	0,872
600	1171,7	0,1543	0,904
610	1177,7	0,1561	0,936
620	1181,6	0,1579	0,968
630	1191,1	0,1591	1,002
640	1199,2	0,1604	1,035
650	1193,4	0,1622	1,067
660	1197,8	0,1638	1,101
670	1193,8	0,1653	1,134
680	1194,7	0,1668	1,168
690	1205,0	0,1683	1,202
700	1260,4	0,1700	1,237
710	1360,1	0,1712	1,273
720	1296,8	0,1728	1,309
730	1235,9	0,1749	1,345
740	1229,8	0,1760	1,380
750	1239,0	0,1780	1,415
760	1247,5	0,1792	1,451
770	1257,5	0,1810	1,487
780	1270,4	0,1822	1,523
790	1293,9	0,1845	1,560
800	1318,2	0,1858	1,599
810	1351,4	0,1880	1,639
820	1379,5	0,1894	1,681
830	1426,1		1,727
840	1519,9		1,780
850	1650,2		1,837

T Temperatur
 c_p spezifische Wärmekapazität
 ρ_{el} spezifischer elektrischer Widerstand
 $\Delta l/l_0$ lineare thermische Ausdehnung

Tabelle 4.43: AZ91: Spezifische Wärmekapazität, spezifischer elektrischer Widerstand (korrigiert) und thermische Ausdehnung in Abhängigkeit von der Temperatur.

T K	c_p $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	ρ_{el} $\mu\Omega\cdot\text{m}$	$\Delta l/l_0$ %
550		0,1885	0,701
560		0,1896	0,736
570		0,1912	0,762
580		0,1929	0,787
590		0,1940	0,821
600	1130,2	0,1959	0,851
610	1143,5	0,1974	0,881
620	1152,9	0,1987	0,912
630	1154,1	0,2005	0,946
640	1165,6	0,2015	0,978
650	1176,7	0,2031	1,011
660	1177,6	0,2048	1,044
670	1199,4	0,2071	1,078
680	1329,6	0,2081	1,112
690	1800,5	0,2093	1,147
700	1856,5	0,2115	1,186
710	1496,0	0,2143	1,237
720	1382,6	0,2157	1,275
730	1363,9	0,2177	1,312
740	1381,8	0,2195	1,350
750	1410,3	0,2215	1,388
760	1457,2	0,2233	1,427
770	1519,4	0,2258	1,468
780	1588,0	0,2281	1,510
790	1670,5	0,2302	1,561
800	1780,5	0,2331	1,616
810	1926,7	0,2368	1,665
820			1,730
830			1,814
840			1,917
850			2,030

T Temperatur
 c_p spezifische Wärmekapazität
 ρ_{el} spezifischer elektrischer Widerstand
 $\Delta l/l_0$ lineare thermische Ausdehnung

Tabelle 4.44: Magnesiumlegierungen: Abschätzung der Wärmeleitfähigkeit mit Hilfe des WIEDEMANN-FRANZschen Gesetzes in Abhängigkeit von der Temperatur.

	AS21	AE42	AM50	AZ91
T	λ	λ	λ	λ
K	$\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	$\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	$\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	$\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
550	104,6	103,4	91,7	71,3
560	105,0	104,3	92,4	72,2
570	105,5	104,9	92,8	72,8
580	105,9	105,4	93,7	73,5
590	106,2	105,6	94,2	74,3
600	107,2	106,2	95,0	74,8
610	106,9	106,8	95,5	75,5
620	107,7	107,2	96,0	76,2
630	108,1	107,6	96,7	76,8
640	108,3	108,2	97,4	77,6
650	108,9	108,6	97,9	78,2
660	109,3	109,1	98,5	78,7
670	109,7	109,6	99,0	79,0
680	110,3	110,0	99,6	79,8
690	110,4	110,4	100,2	80,5
700	111,2	111,2	100,6	80,8
710	111,0	111,3	101,3	80,9
720	111,8	111,8	101,8	81,5
730	112,0	112,1	102,0	81,9
740	112,3	112,7	102,7	82,4
750	112,9	112,9	102,9	82,7
760	112,8	113,1	103,6	83,1
770	113,7	113,7	103,9	83,3
780	113,9	114,1	104,6	83,6
790	114,3	114,6	104,6	83,8
800	114,3	114,6	105,2	83,9
810	114,7	115,0	105,3	83,6
820	114,9	115,5	105,7	
830	115,4	115,7		
840	115,6	115,7		
850	115,7			

T Temperatur
 λ Wärmeleitfähigkeit

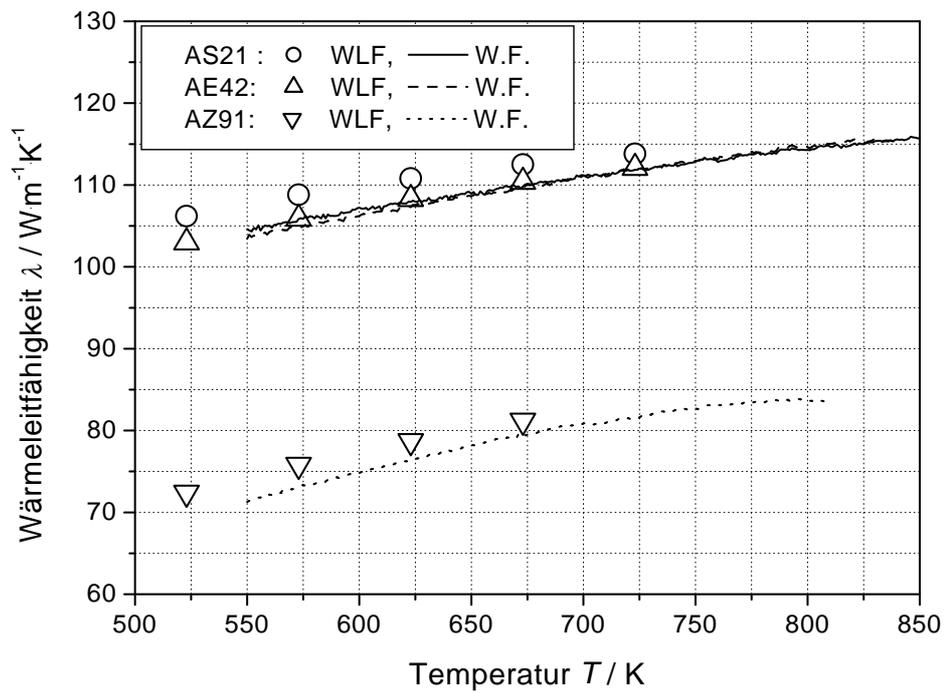


Abbildung 4.68: Magnesiumlegierungen: Vergleich der Wärmeleitfähigkeit nach [60] (WLF) mit den aus dem spezifischen elektrischen Widerstand abgeschätzten Werten (W.F.).

Kapitel 5

Fehlerbetrachtung

5.1 Allgemeines

Die Betrachtung der Unsicherheiten erfolgt gemäß den Empfehlungen von [48]. Alle angeführten Unsicherheiten sind als Standardabweichungen, die sich auf eine Normalverteilung beziehen, zu verstehen.

Die Resultate werden jeweils mit einer erweiterten Unsicherheit (Erweiterungsfaktor = 2) angeführt.

5.2 Temperatur

Die Unsicherheit der Temperaturmessung lässt sich grob in drei Beiträge zerlegen, die in chronologischer Folge auftreten:

- Unsicherheiten bei der Kalibration der Pyrometer
- Übertragung der Kalibration auf die Messung
- Unsicherheiten bei der Messung

Im Folgenden werden diese Beiträge in einzelne Einflüsse zerlegt, deren Größenordnung abgeschätzt und die Gesamtunsicherheit der Temperaturmessung angegeben.

5.2.1 Unsicherheiten bei der Kalibration der Pyrometer

Bei der Kalibration der Pyrometer treten verschiedene Fehlereinflüsse auf, die hauptsächlich mit der Ausrichtung der Komponenten und dem Transmissionsgrad der Fenster sowie der Unsicherheit des Gebrauchsnormals zusammenhängen.

Selektion der Fenster: Das Transmissionsverhalten der Fenster geht in die Pyrometerkonstante k und damit direkt in die Genauigkeit der Temperaturmessung ein. Um den Einfluss der Fenster auf die Messunsicherheit zu bestimmen, beziehungsweise diese zu verringern, wurden alle Fenster einer Lieferung von 16 Stück

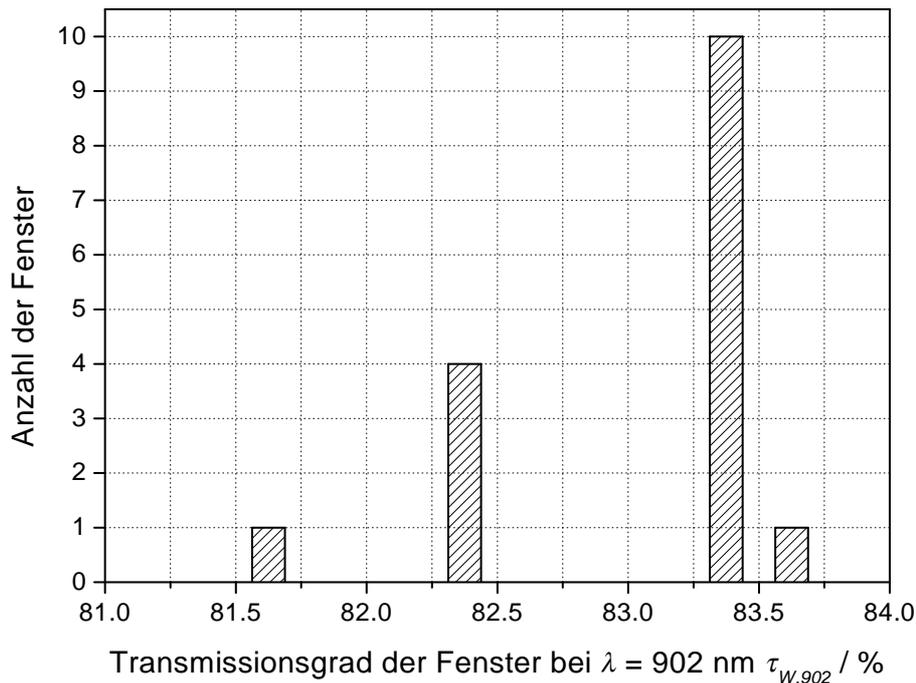


Abbildung 5.1: Einteilung der Fenster nach dem Transmissionsverhalten.

miteinander verglichen. Dazu wurde die Wolframbandlampe 21/V mit einem konstanten Strom betrieben und die Fenster im Fensterhalter ausgewechselt.

Aus dem Histogramm in Abbildung 5.1 ist die Häufigkeit des Auftretens eines bestimmten Transmissionsgrads τ_W bei $\lambda = 902$ nm ersichtlich. Von den 16 Fenstern fielen 11 Stück in die Klassen zwischen 83,25 und 83,75 %. Die übrigen drei Fenster wiesen einen geringeren Transmissionsgrad auf und durften daher nicht für Messungen verwendet werden.

Fokussierung des Pyrometers: Während der Kalibration war das Pyrometer auf das Wolframband fokussiert, das heißt dieses wurde scharf auf das Pinhole abgebildet. Der Einfluss der Defokussierung auf das Pyrometersignal und somit auf die Pyrometerkonstante ist in Abbildung 5.2 dargestellt.

Diese Messung wurde an der Wolframbandlampe 21/V und dem Pyrometer Nr. 2 mit 900 nm Interferenzfilter durchgeführt.

Bei der Kalibration eines Pyrometers am Schwarzen Strahler ist die Fokussierung weitgehend unkritisch.

Seitliche Verschiebung des Pyrometers Um den Einfluss etwaiger Inhomogenitäten des Wolframbands, wie zum Beispiel in [63] aufgezeigt, zu berücksichtigen, wurde der Messfleck des Pyrometers bei konstantem Lampenstrom über dessen gesamte Breite verschoben. Die Strahlungstemperatur $T_{S,902}$ der Wolframbandlampe 21/V als Funktion von der Position am Band ist in Abbildung 5.3 dargestellt.

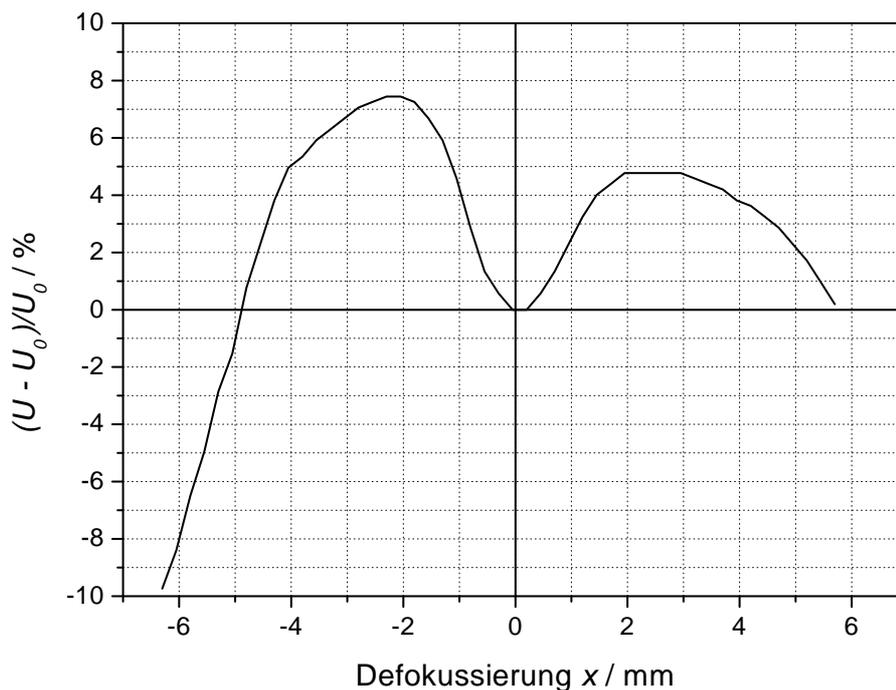


Abbildung 5.2: Einfluss der Defokussierung x auf das Pyrometersignal. Die Skalierung auf der Abszisse bezieht sich auf den Abstand von der fokussierten Position $x = 0$. U Pyrometersignal, U_0 Pyrometersignal bei $x = 0$.

Die Variation der Strahlungstemperatur bei seitlicher Verschiebung des Pyrometers liegt innerhalb der Breite des Wolframbands unterhalb von 0,5 K.

Bei der Kalibration eines Pyrometers am Schwarzen Strahler wurde in einem Bereich von 6 mm keine Abhängigkeit der Strahldichte von der seitlichen Verschiebung registriert.

Unsicherheit bei der Kalibration der Wolframbandlampen: Die erweiterten Messunsicherheiten (Erweiterungsfaktor: 2) bei der Kalibration der Wolframbandlampen sind in Tabelle 4.1 und 4.2 angeführt.

Messung des Lampenstroms: Die Messung des Lampenstroms erfolgte mit einem Shunt und einem Präzisionsmultimeter. Die Unsicherheit des Shunts wird vom Hersteller mit 0,01 % spezifiziert, die des Präzisionsmultimeters mit 0,1 %. Die sich aus der Unsicherheit des Lampenstroms ergebende Unsicherheit der Strahlungstemperatur wurde mit Hilfe der Polynome (4.5) bis (4.8) abgeschätzt.

Temperaturdrift der Wolframbandlampen: Die Wolframbandlampe unterliegt verschiedenen Alterungseinflüssen, die sich hauptsächlich durch Abdampfen von Material am Wolframband sowie durch Gefügeänderungen des Wolframbands ergeben. Der Hersteller spezifiziert die daraus resultierende Temperaturdrift (Abnahme) mit 0,5 bis 0,7 K/100 h für beide verwendeten Lampentypen.

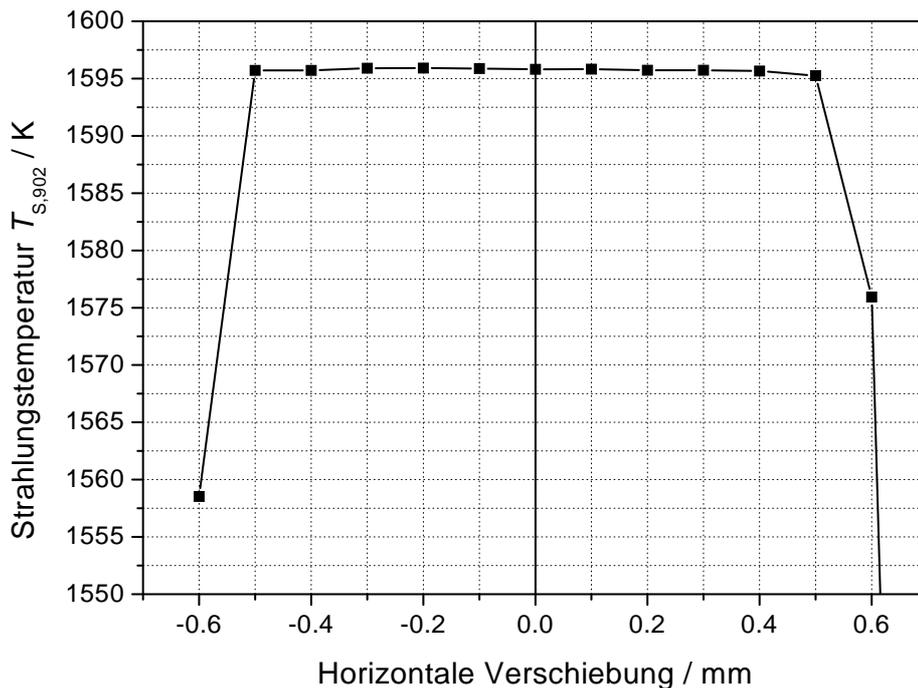


Abbildung 5.3: Strahlungstemperatur $T_{S,902}$ in Abhängigkeit von der horizontalen Position am Wolframband. Der Abszissenwert Null bezeichnet die Mitte des Bands.

Temperaturgradienten innerhalb des Schwarzen Strahlers: Die Wärmeleitfähigkeit des hitzebeständigen Stahls, aus dem der Schwarzkörpereinsatz besteht ist endlich. Daher treten innerhalb des Schwarzen Strahlers Temperaturgradienten auf, die dazu führen, dass die Strahlungstemperatur nicht mit der Temperatur übereinstimmt, die mit dem Thermoelement gemessen wurde. Eine Abschätzung über die Größenordnung dieser Temperaturdifferenz kann mit Hilfe von Abbildung 4.6 vorgenommen werden. Es wird davon ausgegangen, dass die Abweichung der gemessenen Temperatur von der Strahlungstemperatur unterhalb von 0,8 K liegt.

Kalibration des Thermoelements: Die Kalibration des Thermoelements erfolgte beim BEV¹ (Kalibrierschein Nr. T 981338). Die erweiterte Messunsicherheit wird mit ± 20 mV spezifiziert, woraus sich eine Temperaturunsicherheit von 0,25 K (einfache Standardabweichung) ergibt.

Messung der Thermospannung: Die Messung der Thermospannung wurde mit dem Temperaturregler EURO THERM 2604 realisiert. Aus der Thermospannung wurde intern die Temperatur berechnet und zur Anzeige gebracht. Die Korrektur der angezeigten Temperatur erfolgte laut Kalibrierschein. Die Genauigkeit der Temperaturmessung wird vom Hersteller mit $\pm 0,5^\circ\text{C}$ spezifiziert.

Andere Einflüsse: Zusätzlich zu den angeführten Einflüssen wurde noch die Posi-

¹Bundesamt für Eich- und Vermessungswesen.

tion des Fensters im Strahlengang und der Winkel, unter dem das Fenster im Strahlengang steht, untersucht. Im Rahmen der Messgenauigkeit wurde dabei kein Zusammenhang des Pyrometersignals mit diesen Größen festgestellt.

5.2.2 Übertragung der Kalibration auf die Messung

Langzeitstabilität der Pyrometer Wie in Abbildung 4.5 kann sich die Pyrometerkonstante in Folge der Alterung der einzelnen Bauteile der Pyrometer innerhalb einiger Wochen im Prozentbereich ändern. Um diesen Einfluss auf die Unsicherheit der Temperaturmessung gering zu halten, sollten die Pyrometer regelmäßig nachkalibriert werden.² Die Drift der Pyrometerkonstante zwischen zwei Kalibrationen wird mit 1,5 % angenommen.

Streulichteinfluss: Die Geometrie der Probe stimmt nicht mit der Geometrie des Kalibriernormals überein. Zudem ist das Pyrometer auch für Licht, welches von Regionen außerhalb des Messflecks emittiert wird, empfindlich. Der daraus resultierende Beitrag des Streulichts verursacht einen systematischen Fehler, dessen Korrektur unter Abschnitt 5.8 auf Seite 207 beschrieben ist.

Effektive Wellenlänge: Bei der Herleitung der Pyrometerkonstante wurde angenommen, dass die Transmissionskurve des Interferenzfilters unendlich schmal sei. Unter dieser Voraussetzung ergab sich die Pyrometergleichung (2.30) mit der Pyrometerkonstanten k , die von der Temperatur unabhängig ist. Tatsächlich ist die Breite der Transmissionskurve des Interferenzfilters nicht unendlich schmal, weshalb das Maximum der transmittierten spektralen Strahldichte nicht mit dem Transmissionsmaximum des Interferenzfilters übereinstimmt. Bei der Berechnung der mittleren Wellenlänge λ_F nach Gleichung (2.24) muss die spektrale Transmission des Interferenzfilters daher mit der spektralen Strahldichte gewichtet werden:

$$\lambda_{\text{eff}}(T) = \frac{\int_{\lambda=0}^{\infty} \frac{c_1}{\pi \Omega_0 \lambda^5} \frac{1}{e^{\frac{c_2}{\lambda T}} - 1} \tau_F(\lambda) d\lambda}{\int_{\lambda=0}^{\infty} \frac{1}{\lambda} \frac{c_1}{\pi \Omega_0 \lambda^5} \frac{1}{e^{\frac{c_2}{\lambda T}} - 1} \tau_F(\lambda) d\lambda} = \frac{\int_{\lambda=0}^{\infty} \frac{1}{\lambda^5} \frac{1}{e^{\frac{c_2}{\lambda T}} - 1} \tau_F(\lambda) d\lambda}{\int_{\lambda=0}^{\infty} \frac{1}{\lambda^6} \frac{1}{e^{\frac{c_2}{\lambda T}} - 1} \tau_F(\lambda) d\lambda} \quad (5.1)$$

Die erhaltene effektive Wellenlänge $\lambda_{\text{eff}}(T)$ ist von der Temperatur abhängig. Das Ergebnis einer numerischen Auswertung von (5.1) für das 900 nm Interferenzfilter ist in Abbildung 5.4 dargestellt. Das Maximum der Strahldichte im betrachteten Temperaturbereich liegt oberhalb der mittleren Wellenlänge des Interferenzfilters. Daher ist die effektive Wellenlänge größer als die mittlere Wellenlänge. Da die Variation der effektiven Wellenlänge sehr gering ist, wurde zur Auswertung der Pyrometersignale ein konstanter Wert, die mittlere effektive Wellenlänge λ_{effm} herangezogen. In analoger Weise wurden auch die mittleren effektiven Wellenlängen

²Wobei darauf zu achten ist, dass die Betriebsdauern der Wolframhalogenlampen möglichst gering sind, um die Drift der Lampen klein zu halten.

des 650 nm Interferenzfilters und des 1500 nm Interferenzfilters ermittelt. Die mittleren effektiven Wellenlängen, die maximalen Abweichungen von den effektiven Wellenlängen sowie die zugehörige Temperaturbereiche sind in Tabelle 5.1 angeführt.

Tabelle 5.1: *Mittlere effektive Wellenlängen der Interferenzfilter.*

λ_N	650	900	1500	nm
λ_{effm}	649,5	902,0	1500,9	nm
$\Delta\lambda_{\text{effm}}$	0,3	0,2	0,2	nm
$T_u \div T_o$	1500 \div 3500	1000 \div 2400	600 \div 1200	K

λ_N Nennwert der mittleren Wellenlänge
 λ_{effm} mittlere effektive Wellenlänge
 $\Delta\lambda_{\text{effm}}$ maximale Abweichung von λ_{effm} von der effektiven Wellenlänge $\lambda_{\text{eff}}(T)$
 T_u untere Grenze des Temperaturbereichs
 T_o obere Grenze des Temperaturbereichs

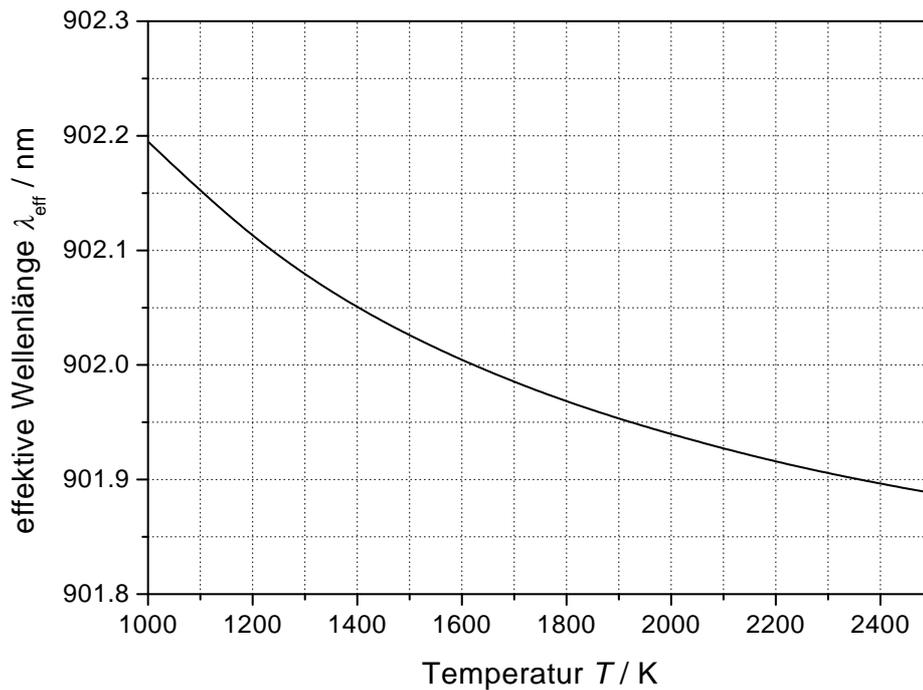


Abbildung 5.4: *Effektive Wellenlänge des Pyrometers mit 900 nm Interferenzfilter in Abhängigkeit von der Temperatur.*

Nichtlinearität: Abgesehen von der Variation der effektiven Wellenlänge führen auch andere Beiträge zu einer Nichtlinearität des Pyrometers. Dazu gehören zum Beispiel die Einflüsse der Fotodiode und des Fotodiodenverstärkers. Die Nichtlinearität der Fotodioden wird vom Hersteller kleiner als 1 % über einen Bereich von

sieben Dekaden spezifiziert. Der Beitrag des Verstärkers ist deutlich kleiner und daher vernachlässigbar.

5.2.3 Unsicherheiten bei der Messung der Temperatur

Ausrichtung des Pyrometers: Ähnlich wie bei der Kalibration des Pyrometers spielt auch bei der Messung die Ausrichtung des Pyrometers eine Rolle. Speziell die horizontale Ausrichtung des Messflecks mit einem Durchmesser von 0,2 mm auf die Schwarzkörperöffnung mit einer Breite von 0,5 mm ist relativ kritisch.

Transmission des Fensters: Durch die Selektion der Fenster ist gewährleistet, dass das zur Messung verwendete Fenster den gleichen Transmissionsgrad aufweist wie das Fenster, mit dem die Kalibration des Pyrometers erfolgte. Allerdings kann sich die Transmission eines Fensters durch Kondensation von Metaldämpfen während einer Versuchsreihe ändern.

Qualität der Schwarzkörper: Die Schwarzkörperqualität der röhrenförmigen Proben wurde nach [9] abgeschätzt. In der zitierten Arbeit wurden die Einflüsse des normalen spektralen Emissionsgrads und der *specularity*³ auf die Qualität der Schwarzen Strahler untersucht. Der spektrale Emissionsgrad der meisten Metalle liegt im Bereich zwischen 0,2 und 0,5. Der Anteil der spiegelnd reflektierten Strahlung kann nur abgeschätzt werden. In den meisten Fällen wurden die Röhren durch Bohren und anschließendes Reiben gefertigt. Die dabei entstandenen Oberflächen sind glatt und spiegelnd. Die *specularity* wurde daher mit 80 % angenommen. Mit Hilfe dieser Annahmen ergibt sich eine Schwarzkörperqualität $\varepsilon = 0,98 \pm 0,02$ für die Proben mit einem Außendurchmesser von 9 mm und größer.

5.2.4 Summation aller Unsicherheiten der Temperaturmessung

Die Gesamtunsicherheit der Temperaturmessung ergibt sich durch Summation der (unabhängigen) Einzelbeiträge. Diese Einzelbeiträge ergeben sich jeweils durch Multiplikation der Unsicherheit der Einflussgröße mit dem Einflussfaktor. Die Betrachtung der Unsicherheit der Temperatur wurde jeweils für das Pyrometer Nr. 2 mit 900 nm Filter bei etwa 1687,13 K (Kalibrierpunkt), für das Pyrometer Nr. 2 mit 650 nm Filter im abgeblendetem Zustand bei 2589,97 K sowie für das Pyrometer Nr. 1 ohne Interferenzfilter bei 700,41 K durchgeführt. Da der gewählte Messpunkt jeweils in der Mitte des Messbereichs des jeweiligen Geräts liegt, ist die erhaltene Unsicherheit repräsentativ für den gesamten Messbereich des Pyrometers.

³Strahlung, die an einer Oberfläche reflektiert wurde, kann in einen spiegelnd reflektierten Anteil ρ_s und einen diffus reflektierten Anteil ρ_d zerlegt werden. Das Verhältnis ρ_s/ρ des gespiegelten Anteils zur insgesamt reflektierten Strahlung $\rho = \rho_s + \rho_d$ wird als *specularity* bezeichnet.

Tabelle 5.2: *Unsicherheit der Temperaturmessung: Pyrometer Nr. 2 mit 900 nm Interferenzfilter. Aufstellung aller Fehlereinflüsse.*

Einflussgröße	Bestwert		Unsicherheit		Einflussfaktor	Beitrag	
Kalibration							
Transmission der Fenster	0,835		0,003		214 K	0,53 K	
Fokussierung	1,000		0,005		179 K	0,89 K	
Seitliche Verschiebung	1687,13	K	0,50	K	1	0,50 K	
Kalib. d. Wolframbandl.	1687,13	K	1,50	K	1	1,50 K	
Lampenstrom	9,000	A	0,009		86,1 K·A ⁻¹	0,77 K	
Drift der Wolframbandl.	1687,13	K	0,50	K	1	0,50 K	
Übertragung							
Pyrometerkonstante	102000	V	1000	V	1,75 mK·V ⁻¹	1,75 K	
Streulichtanteil	0,075		0,002		115 K	0,23 K	
Effektive Wellenlänge	902,0	nm	0,2	nm	1,87 K·nm ⁻¹	0,37 K	
Nichtlinearität	1,000		0,005		179 K	0,89 K	
Messung							
Ausrichtung des Pyrom.	1687,13	K	1,00	K	1	1,00 K	
Transmission der Fenster	0,835		0,003		214 K	0,53 K	
Emissionsgrad	0,980		0,010		182 K	1,82 K	
Gesamtunsicherheit						3,62 K	
Erweiterte Gesamtunsicherheit						7,24 K	

Tabelle 5.3: *Unsicherheit der Temperaturmessung: Pyrometer Nr. 2 mit 650 nm Interferenzfilter auf 9 mm abgeblendet. Aufstellung aller Fehlereinflüsse.*

Einflussgröße	Bestwert	Unsicherheit	Einflussfaktor	Beitrag
Kalibration				
Transmission der Fenster	0,835	0,003	363 K	0,91 K
Fokussierung	1,000	0,005	303 K	1,51 K
Seitliche Verschiebung	2589,97 K	0,50 K	1	0,50 K
Kalib. d. Wolframbandl.	2589,97 K	2,40 K	1	2,40 K
Lampenstrom	20,000 A	0,020	74,3 K·A ⁻¹	1,49 K
Drift der Wolframbandl.	2589,97 K	0,50 K	1	0,50 K
Übertragung				
Pyrometerkonstante	35400 V	354 V	0,00856 K·V ⁻¹	3,03 K
Streulichtanteil	0,075	0,002	195 K	0,39 K
Effektive Wellenlänge	649,5 nm	0,3 nm	3,99 K·nm ⁻¹	1,20 K
Nichtlinearität	1,000	0,005	303 K	1,51 K
Messung				
Ausrichtung des Pyrom.	2589,97 K	2,00 K	1	2,00 K
Transmission der Fenster	0,835	0,003	363 K	0,91 K
Emissionsgrad	0,980	0,010	309 K	3,09 K
Gesamtunsicherheit				6,25 K
Erweiterte Gesamtunsicherheit				12,50 K

Tabelle 5.4: *Unsicherheit der Temperaturmessung: Pyrometer Nr. 1 ohne Interferenzfilter. Aufstellung aller Fehlereinflüsse.*

Einflussgröße	Bestwert		Unsicherheit		Einflussfaktor		Beitrag	
Kalibration								
Transmission der Fenster	0,835		0,003		52,23 K		0,13 K	
Fokussierung	1,000		0,010		52,23 K		0,52 K	
Seitliche Verschiebung	700,41	K	0,30	K	1		0,30 K	
Temperaturgradient des S.k.	700,41	K	0,80	K	1		0,80 K	
Kalibration des Thermoel.	700,41	K	0,25	K	1		0,25 K	
Messung der Thermospannung	700,41	K	0,50	K	1		0,50 K	
Übertragung								
Konstanz	1,00		0,01		52,23 K		0,52 K	
Streulichtanteil	0,240		0,060		27,50 K		1,65 K	
Nichtlinearität	1,000		0,005		52,23 K		0,26 K	
Messung								
Ausrichtung des Pyrometers	700,41	K	1,00	K	1		1,00 K	
Transmission der Fenster	0,835		0,003		52,23 K		0,13 K	
Emissionsgrad	0,980		0,010		52,23 K		0,52 K	
Gesamtunsicherheit							2,38 K	
Erweiterte Gesamtunsicherheit							4,76 K	

5.3 Spezifische Wärmekapazität

Die spezifische Wärmekapazität c_p errechnet sich aus Gleichung (4.17). Die Spannung U wurde nicht direkt, sondern mit einem Spannungsteiler, bestehend aus den Widerständen R_1 und R_2 gemessen. Ebenso ist die Messung des Stroms nicht direkt möglich, es kam ein Shunt mit dem Widerstand R_{Shunt} und ein Instrumentenverstärker mit der Verstärkung v zum Einsatz. In Abbildung 5.5 ist die Bedeutung der eingeführten Größen erklärt.

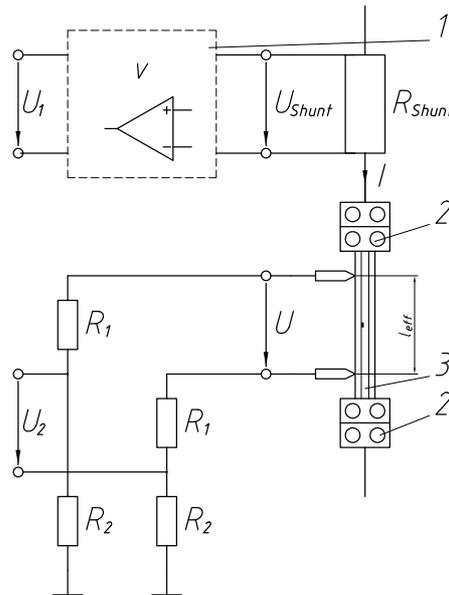


Abbildung 5.5: zur Erläuterung der Größen R_1 , R_2 , R_{Shunt} , U_{Shunt} , U_1 und U_2 . 1 Instrumentenverstärker, 2 Klemmen, 3 Probe.

Unter Berücksichtigung aller Größen, deren Unsicherheiten bei der Ermittlung der spezifischen Wärmekapazität einen Einfluss haben, ergibt sich folgender Ausdruck für c_p :

$$c_P(T) = \frac{U_1(t)U_2(t)(R_1 + R_2)I_{\text{ges}}}{vR_{\text{Shunt}}R_2m_{\text{ges}}l_{\text{eff}} \left[\left(\frac{\delta T}{\delta t} \right)_h - \left(\frac{\delta T}{\delta t} \right)_c \right]} \quad (5.2)$$

Die Unsicherheiten der einzelnen Komponenten kamen wie folgt zu Stande:

Spannungsmessung: Die Spannungen U_1 und U_2 wurden mit dem Messdatenerfassungssystem gemessen. Die Unsicherheit der *sample-and-hold* Stufe wird vom Hersteller mit 0,07 % spezifiziert. Die absolute Unsicherheit der Messkarte wird mit 1,2 mV angegeben.

Shunt: Die Unsicherheit des Shunts wird mit 0,5 % spezifiziert. Bei einem Nennwert von $40,0 \mu\Omega$ beträgt die absolute Unsicherheit $0,2 \mu\Omega$.

Instrumentenverstärker: Der Instrumentenverstärker wurde mit einem Verstärkungsfaktor $v = 10$ betrieben. Der Hersteller gibt den maximalen Fehler der Verstärkung mit 0,05 % an.

Spannungsteiler: Der Spannungsteiler ist aus Präzisionswiderständen mit einer Genauigkeit von 0,1 % aufgebaut. Das Teilungsverhältnis $(R_1 + R_2)/R_2$ beträgt 2 und ist mit einer Unsicherheit von 0,2 % behaftet.

Gesamtlänge: Die Gesamtlänge wurde mit einem digitalen Messschieber bestimmt. Die absolute Messunsicherheit beträgt 0,02 mm.

Effektive Länge: Die effektive Länge (=Abstand der Kerben für die Spannungsmessschneiden) wurde mit einem Komparator gemessen. Die Auflösung des Komparators beträgt 0,01 mm. Die Unsicherheit der effektiven Länge beträgt 0,05 mm.

Gesamtmasse: Die Wägung der Probe erfolgte mit der unter 3.11.2 beschriebenen Waage. Laut Kalibrierschein errechnet sich die Unsicherheit der Wägung aus $\Delta m = 0,13 \text{ mg} + 3,07 \cdot 10^{-6}m$, wobei die Masse m in mg einzusetzen ist, und die Unsicherheit in mg erhalten wird. Für die verwendeten Proben mit Gesamtmassen bis zu 16 g ergibt sich eine absolute Unsicherheit der Gesamtmasse von 0,2 mg. Allerdings kann sich die Masse der Probe durch Abdampfen von Material während eines Versuchs verringern. Daher wird die Unsicherheit der Gesamtmasse mit 1 mg angenommen.⁴

Aufheizrate: Dieser wesentliche Einfluss auf die Unsicherheit der spezifischen Wärmekapazität wurde anhand der Unbestimmtheit der Fitfunktion für die Aufheizrate abgeschätzt. Dazu wird im Wesentlichen die Unsicherheit der Temperaturmessung und das Rauschen des Temperatursignals herangezogen.

Abkühlrate: Da die Abkühlrate in Gleichung (5.2) aufgrund ihrer Kleinheit im Vergleich zur Aufheizrate den Charakter eines Korrekturterms hat, wurde die Unsicherheit der Abkühlrate bei der Unsicherheit der Aufheizrate miteinbezogen.

Inhomogenität des Probenmaterials: Bei mehreren Messungen an technischen Legierungen wurde festgestellt, dass die Abweichungen zwischen einzelnen Proben größer als die Messunsicherheit waren. Diese Tatsache kann durch eine inhomogene Verteilung der Legierungsbestandteile innerhalb des Materials sowie durch Luft- oder Schlackeneinschlüsse erklärt werden. Eine Berücksichtigung dieses Sachverhalts ist nur mit einer hinreichend großen Anzahl von Proben des gleichen Materials und einer statistischen Auswertung der Ergebnisse möglich. Wenn innerhalb einer Versuchsreihe eine Probe stark von den anderen abwich, wurde diese Probe bei der Mittelung nicht berücksichtigt.

Temperatur: In Gleichung (5.2) geht die Temperatur zwar nur über die Aufheizrate beziehungsweise Abkühlrate ein, jedoch ist die spezifische Wärmekapazität $c_p(T)$ von der Temperatur abhängig. Die Empfindlichkeit von $c_p(T)$ auf die Unsicherheit der Temperatur ist durch die erste Ableitung von $c_p(T)$ nach T gegeben.

⁴Bei einer γ -Titanaluminid Probe wurde einmal ein Masseverlust von 2,3 mg gemessen. Im Normalfall wird ein derart hoher Masseverlust nicht unbemerkt bleiben, da die Fenster der Versuchskammer in diesem Fall deutlich sichtbar bedampft waren.

Alle Beiträge zur Unsicherheit der spezifischen Wärmekapazität von Titan bei 1700 K sind in Tabelle 5.5 angeführt.

Tabelle 5.5: *Unsicherheit der spezifischen Wärmekapazität: Titan bei 1700 K.*

Einflussgröße	Bestwert		Unsicherheit		Einflussfaktor ^a	Beitrag	
Spannung U_1	0,7612	V	0,0017	V	946	1,61	$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
Spannung U_2	2,4050	V	0,0029	V	299	0,87	$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
Shunt	40,0	$\mu\Omega$	0,2	$\mu\Omega$	18,0	3,60	$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
Spannungsteiler	2,000		0,004		360	1,44	$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
Verstärkung	10,000		0,005		72,0	0,36	$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
Gesamtlänge	75,11	mm	0,02	mm	9,59	0,19	$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
Effektive Länge	34,69	mm	0,05	mm	20,8	1,04	$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
Masse	7,4388	g	0,0010	g	96,8	0,10	$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
Aufheizrate	3709	$\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$	44	$\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$	0,194	8,54	$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
Temperatur	1700,0	K	3,6	K	1,64	5,90	$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
Gesamtunsicherheit						11,29	$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
Erweiterte Gesamtunsicherheit						22,58	$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$

^a Die zugehörigen Einheiten sind aus Platzgründen nicht angeführt.

5.4 Spezifischer Widerstand

Die vollständige Gleichung zur Berechnung des spezifischen elektrischen Widerstands lautet:

$$\rho_{\text{el}}(T) = \frac{U_2(t)(R_1 + R_2)R_{\text{Shunt}}vm_{\text{ges}}}{U_1(t)R_2l_{\text{ges}}l_{\text{eff}}\rho_{\text{d}}} \quad (5.3)$$

Die meisten Einflussgrößen wurden bereits unter 5.3 diskutiert. Ein zusätzlicher Unsicherheitsfaktor in Gleichung (5.3) ist die Dichte ρ_{d} . Die Dichte wurde mit einer archimedischen Waage ermittelt. Die Unsicherheit betrug 0,1 %. Bei Reinmetallen wurden die in der Literatur [29] angeführten Werte für die Dichte eingesetzt.

Alle Beiträge zur Unsicherheit des spezifischen elektrischen Widerstands von Titan bei 1700 K sind in Tabelle 5.6 angeführt.

Tabelle 5.6: *Unsicherheit des spezifischen elektrischen Widerstands: Titan bei 1700 K.*

Einflussgröße	Bestwert		Unsicherheit		Einflussfaktor ^a	Beitrag	
Spannung U_1	0,7612	V	0,0017	V	2090	3,6	n Ω ·m
Spannung U_2	2,4050	V	0,0029	V	662	1,9	n Ω ·m
Shunt	40,0	$\mu\Omega$	0,2	$\mu\Omega$	39,8	8,0	n Ω ·m
Spannungsteiler	2,000		0,004		796	3,2	n Ω ·m
Verstärkung	10,000		0,005		159	0,8	n Ω ·m
Gesamtlänge	75,11	mm	0,02	mm	21,2	0,4	n Ω ·m
Effektive Länge	34,69	mm	0,05	mm	45,9	2,3	n Ω ·m
Masse	7,4388	g	0,0010	g	214	0,2	n Ω ·m
Dichte	4,510	g·cm ⁻³	0,0050	g·cm ⁻³	353	1,8	n Ω ·m
Temperatur	1700,0	K	3,6	K	0,190	0,7	n Ω ·m
Gesamtunsicherheit						10,0	n Ω ·m
Erweiterte Gesamtunsicherheit						20,0	n Ω ·m

^a Die zugehörigen Einheiten sind aus Platzgründen nicht angeführt.

5.5 Umwandlungsenthalpie

Die Enthalpie ergibt sich aus Gleichung (4.22). Zur Abschätzung der Unsicherheit der Enthalpie wurden für den Strom und die Spannung mittlere Werte angenommen, so dass die relativen Unsicherheiten dieser Größen direkt eingehen.

Nachdem die Bestimmung der Umwandlungsenthalpie wie unter 4.4.1 beschrieben erfolgte, hat auch die Temperatur einen Einfluss auf die Umwandlungsenthalpie. Die zugehörige Empfindlichkeit ergibt sich durch Ableitung der Differenz zwischen den beiden Fitfunktionen laut Abbildung 4.22 nach der Temperatur.

Tabelle 5.7: *Unsicherheit der Umwandlungsenthalpie: Titan bei 1152 K.*

Einflussgröße	Bestwert		Unsicherheit		Einflussfaktor ^a	Beitrag	
Spannung U_1	0,7578	V	0,0017	V	118746	205	J·kg ⁻¹
Spannung U_2	2,4601	V	0,0029	V	36581	106	J·kg ⁻¹
Shunt	40,0	$\mu\Omega$	0,2	$\mu\Omega$	2250	450	J·kg ⁻¹
Spannungsteiler	2,000		0,004		44996	180	J·kg ⁻¹
Verstärkung	10,000		0,005		8999	45	J·kg ⁻¹
Gesamtlänge	75,11	mm	0,02	mm	1198	24	J·kg ⁻¹
Effektive Länge	34,69	mm	0,05	mm	2594	129	J·kg ⁻¹
Masse	7,4388	g	0,0010	g	12098	12	J·kg ⁻¹
Temperatur	1152,0	K	3,0	K	141,1	423	J·kg ⁻¹
Gesamtunsicherheit						698	J·kg ⁻¹
Erweiterte Gesamtunsicherheit						1396	J·kg ⁻¹

^a Die zugehörigen Einheiten sind aus Platzgründen nicht angeführt.

5.6 Gesamtemissionsgrad

Der Gesamtemissionsgrad wurde aus Gleichung (4.21) berechnet. Abgesehen von den bisher beschriebenen Einflüssen gehen in diese Beziehung noch folgende Größen ein:

Außendurchmesser der Probe: Der Außendurchmesser wurde mit einer Bügelmessschraube mit einer Unsicherheit von 0,01 mm bestimmt. Es ist allerdings zu berücksichtigen, dass der Querschnitt der Probe nicht kreisförmig ist, und die strahlende Fläche daher etwas kleiner ist, als bei der Herleitung von (4.21) angenommen. Für die γ -Titanaluminid-Proben wurde dieser Sachverhalt durch einen reduzierten effektiven Außendurchmesser von 8,98 mm (statt 9,00 mm) berücksichtigt.

Abkühlrate: Die Unsicherheit der Abkühlrate stellt für den totalen Emissionsgrad den mit Abstand dominierenden Fehlereinfluss dar. Bei den Messungen wurde beobachtet, dass die Abkühlraten bei der selben Probe bei zwei aufeinander folgenden Messungen um bis zu 10 % variierten.

Tabelle 5.8: *Unsicherheit des Emissionsgrads: γ -Titanaluminid bei 1300 K.*

Einflussgröße	Bestwert	Unsicherheit	Einfl.fakt. ^a	Beitrag
Gesamtlänge	60,32 mm	0,02 mm	0,610	0,012 %
Masse	5,9678 g	0,0010 g	6,17	0,006 %
Durchmesser	8,98 mm	0,01 mm	4,10	0,041 %
spez. Wärmekap.	966,1 J·kg ⁻¹ ·K ⁻¹	15,1 J·kg ⁻¹ ·K ⁻¹	0,0381	0,575 %
Kühlrate	17,4 K·s ⁻¹	0,9 K·s ⁻¹	2,12	1,909 %
Temperatur	1300,0 K	3,1 K	0,113	0,351 %
Gesamtunsicherheit				2,025 %
Erweiterte Gesamtunsicherheit				4,050 %

^a Die zugehörigen Einheiten sind aus Platzgründen nicht angeführt.

Wie schon auf Seite 136 erwähnt, fanden über 1450 K Phasenübergänge statt, die bis in die Abkühlphase dauerten. Da Gleichung (2.36) keine Quellterme berücksichtigt, kommt hier ein systematischer Fehler zustande. Eine Korrektur ist leider nicht möglich, da ohne zusätzliche Messungen nicht abgeschätzt werden kann, wie viel Energie für derartige Prozesse aufgewendet wird.

Weiters wurde angenommen, dass die röhrenförmige Probe nur nach außen abstrahlt, es muss jedoch davon ausgegangen werden, dass ein Teil der Energie auch im Inneren des Röhrchens zu den Klemmen hin abgestrahlt wird. Eine Abschätzung dieses Einflusses lässt eine Größenordnung dieses systematischen Fehlers von bis zu ≈ 10 % erwarten, was bedeutet, dass der erhaltene Gesamtemissionsgrad systematisch zu hoch ist.

Ein Vergleich der Ergebnisse von [30] und [6] für den Gesamtemissionsgrad von Molybdän untermauert diese Annahme, da [30] bei seiner Arbeit ebenfalls röhrenförmige Proben verwendete, [6] dagegen an Folien experimentierte.

5.7 Thermische Ausdehnung

Die vollständige Beziehung zur Ermittlung der thermischen Ausdehnung lautet:

$$\frac{\Delta l_{T_0 \rightarrow T}}{l_0} = \frac{\lambda_{\text{Laser}} \Delta \varphi_{T_i \rightarrow T}}{4\pi l_0} + \alpha_0 (T_i - T_0) \quad (5.4)$$

Die Unsicherheit der linearen thermischen Ausdehnung ist somit durch folgende Größen gegeben:

Wellenlänge des Helium-Neon Lasers: Die Halbwertsbreite der dopplerverbreiterten Neon-Emissionslinie bei 632,8 nm beträgt $\Delta f = 1500$ MHz. Mit der Beziehung

$$\Delta \lambda = \frac{1}{c} \lambda^2 \Delta f \quad (5.5)$$

wobei c die Lichtgeschwindigkeit ist, ergibt sich die Unsicherheit der Wellenlänge $\Delta \lambda = 0,002$ nm. Das entspricht einer relativen Unsicherheit von 0,0003 %! Es ist somit zulässig, die Wellenlänge des Lasers als fehlerfrei zu betrachten.

Phasenverschiebung: Die Unsicherheit der Phasenverschiebung $\Delta \varphi_{T_i \rightarrow T}$ lässt sich in mehrere Anteile aufteilen.

Da bei dem verwendeten Interferometer der Messstrahl und der Referenzstrahl teilweise getrennt verlaufen, führen Dichtefluktuationen der Umgebungsluft, Vibrationen sowie die thermische Ausdehnung der Grundplatte ebenfalls zu Phasendifferenzen. Aus Leermessungen⁵ wurde dieser Einfluss mit etwa 0,25 Interferenzstreifen⁶ abgeschätzt. Diese Beiträge werden in der Zusammenfassung in Tabelle 5.9 als Äußere Einflüsse bezeichnet.

Wie in Abbildung 4.12 zu erkennen, führen Störungen der Interferometersignale und Abweichungen von der exakten Justierung zu einer Nichtlinearität des Phasenverlaufs. Dieser Beitrag hat eine Größe von bis zu 0,25 Interferenzstreifen.

Messlänge: Die Messlänge (=Abstand der polierten Flächen) wurde mit einer Bügelmessschraube mit einer Genauigkeit von 0,01 mm bestimmt.

Ausdehnungskoeffizient: Der Ausdehnungskoeffizient bei Raumtemperatur α_0 wurde der Literatur [29] entnommen. Die Unsicherheit beträgt 2 %.

Anfangstemperatur: Die Anfangstemperatur T_i wurde an der unteren Stromklemme mit einem Typ-K Thermoelement mit einer Genauigkeit von 1 K gemessen.

Brechzahl der Schutzgasfüllung: Der Unterschied der Laserwellenlänge in Vakuum beziehungsweise in Schutzgas ist vernachlässigbar. Allerdings ist bei einem Pulsversuch eine Erwärmung des Inertgases und damit eine lokale Brechzahländerung zu erwarten. Die kleinere Brechzahl des erhitzten Schutzgases führt zu einer

⁵Messungen der Phasenlage ohne die Probe aufzuheizen.

⁶Zur anschaulicheren Beschreibung wird hier die Anzahl der Interferenzstreifen anstatt des Phasenwinkels angegeben. Ein Interferenzstreifen entspricht einer Phasendifferenz von 2π .

zusätzlichen Verkürzung des optischen Wegs⁷. Bei zwei aufeinander folgenden Experimenten an der selben Probe mit Schutzgas beziehungsweise im Vakuum zeigte sich jedoch, dass dieser Einfluss nicht nachweisbar ist.⁸

Verdrehung der Probe: Der interferometrische Aufbau ist zwar in dem Sinn unempfindlich gegen eine Verdrehung der Probe, dass dabei die Justierung erhalten bleibt. Eine Verdrehung der Probe führt jedoch zu einer Veränderung des optischen Weges. Eine Abschätzung dieses Einflusses ist in [17] gegeben. Die scheinbare Änderung Δl der Messlänge l_0 aufgrund der Verdrehung wird demnach durch folgende Gleichung beschrieben:⁹

$$\Delta l = l_0 \frac{\Delta\vartheta^2}{2} - d \Delta\vartheta \quad (5.6)$$

Dabei ist $\Delta\vartheta$ die Verdrehung der Probe und d der horizontale Versatz des Messstrahls auf beiden Seiten der Probe. (siehe Abbildung 5.6)

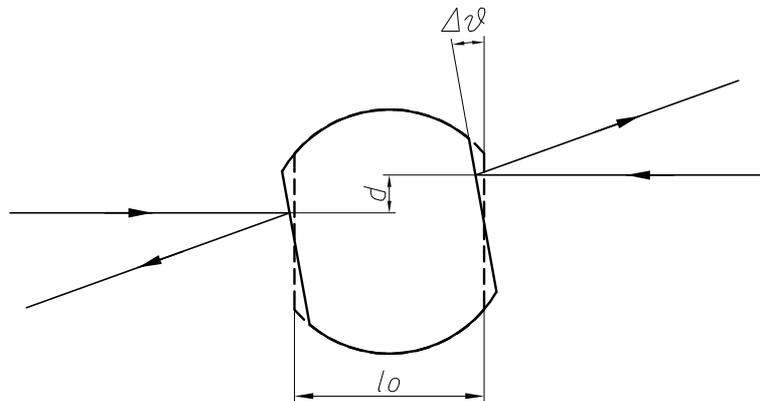


Abbildung 5.6: Messung der thermischen Ausdehnung: Verdrehung der Probe.

Die Verdrehung der Probe während des Versuchs ist kleiner als $0,2^\circ$ ($0,0035$ rad), der horizontale Strahlversatz d ist kleiner als 1 mm.

Parallelabweichungen der Probe: Die Probe bewegt sich aufgrund der axialen thermischen Ausdehnung während des Versuchs nach oben. In der Mitte beträgt diese Bewegung etwa 0,6 mm zwischen Raumtemperatur und Schmelzpunkt. Wenn die beiden Messflächen in axialer Richtung nicht parallel sind, kommt dadurch eine scheinbare Ausdehnung zu Stande. Der Abstand der Messflächen variierte über eine Länge von 50 mm um bis zu 0,01 mm. Die maximale Größe dieses Beitrags liegt somit bei etwa 0,38 Interferenzstreifen.

⁷Zusätzlich zur thermischen Expansion der Probe.

⁸Eine elegantere Möglichkeit zur Abschätzung dieses Einflusses wäre, den Messstrahl so zu justieren, dass er knapp neben der Probe vorbeiläuft. Die Phasenverschiebung die so gemessen wird, hängt dann ausschließlich von der Erwärmung des Inertgases und der Fenster der Versuchskammer ab. Leider ist es mit dem beschriebenen Aufbau nicht möglich den Messstrahl so weit zu verstellen.

⁹Die Herleitung dieser Gleichung erfolgt aufgrund elementarer trigonometrischer Überlegungen und anschließende Reihenentwicklung der trigonometrischen Funktionen.

Kompression aufgrund von Stromkräften: Die großen elektrischen Ströme durch die Probe führen zu relativ hohen magnetischen Kräften, welche die Probe komprimieren. Die Stromkräfte sind proportional zum Quadrat des Stroms, die Kontraktion ist außerdem umgekehrt proportional zum Elastizitätsmodul des Materials. Eine rechnerische Abschätzung scheitert an der mangelnden Kenntnis des Elastizitätsmoduls im Hochtemperaturbereich. Allerdings müsste beim Ein- und Ausschalten des Heizstroms die Probe plötzlich komprimiert werden beziehungsweise sich sprunghaft ausdehnen. Ein derartiges Verhalten wurde nicht beobachtet.

Temperaturmessung: Die Einfluss der Unsicherheit der Temperaturmessung wird mit Hilfe des Expansionskoeffizienten (=Ableitung der relativen thermischen Ausdehnung nach der Temperatur) berücksichtigt.

Tabelle 5.9: *Unsicherheit der linearen thermischen Ausdehnung: Wolfram bei 2600 K.*

Einflussgröße	Bestwert		Unsicherheit		Einfl.fakt. ^a	Beitrag
Äußere Einflüsse	0,00		0,25		0,00520	0,0013 %
Nichtlinearität	0,00		0,25		0,00520	0,0013 %
Messlänge	6,09	mm	0,01	mm	0,220	0,0022 %
Ausdehnungskoeffizient	$4,50 \cdot 10^{-6}$	K^{-1}	$0,09 \cdot 10^{-6}$	K^{-1}	620	0,0056 %
Anfangstemperatur	299,2	K	1,0	K	$4,50 \cdot 10^{-4}$	0,0005 %
Verdrehung ^b	0,0	°	0,2	°		
Versatz ^b	0,0	mm	0,5	mm		0,0293 %
Parallelabweichung	0,00	mm	0,01	mm	0,164	0,0016 %
Temperatur	2600	K	6,25	K	$5,47 \cdot 10^{-4}$	0,0034 %
Gesamtunsicherheit						0,0302 %
Erweiterte Gesamtunsicherheit						0,0604 %

^a Die zugehörigen Einheiten sind aus Platzgründen nicht angeführt.

^b Verdrehung und Versatz liefern einen gemeinsamen Beitrag der sich aus Gleichung (5.6) ergibt. Die Angabe eines Einflussfaktors ist nicht möglich.

5.8 Berücksichtigung des Streulichteinflusses

Aufgrund von Linsenfehlern der Pyrometeroptik und störender Reflexionen an Elementen im Pyrometer und an den Beobachtungsfenstern trägt auch Strahlung, die von Flächen abseits des Messflecks emittiert wird, zum Pyrometersignal bei.

Die Breite des Wolframbands, an dem das Pyrometer kalibriert wurde, beträgt 1,3 mm. Die Breite der Schwarzkörperöffnung in der Probe beträgt 0,5 mm, der Durchmesser des Messflecks der durch das Pinhole festgelegt wird beträgt 0,2 mm.

Eine pyrometrische Temperaturmessung kann nun als Vergleich der Strahlungstemperatur des Kalibriernormals mit der der Probe angesehen werden. Als Vergleichsnormale dient dabei das Pyrometer. Leider trägt, sowohl bei der Kalibrierung als auch bei der Messung, Strahlung die von Flächen außerhalb des Messflecks emittiert wird zum Pyrometersignal bei. Da der Vergleichsstrahler und die Probe im Allgemeinen eine unterschiedliche Geometrie aufweisen, ist der Beitrag des Streulichts zum Pyrometersignal bei der Kalibration und bei der Messung nicht gleich groß.

Zur Korrektur dieses Einflusses wurde folgende Vorgangsweise gewählt: [30] An einer röhrenförmigen Probe wurde ein Versuch durchgeführt, und das Pyrometersignal (im folgenden als S_1 bezeichnet) in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie dargestellt. (durchgezogene Linie in Abbildung 5.7)

Anschließend wurde die Probe halbiert, und somit der Teil entfernt, der gegenüber der rechteckigen Schwarzkörperöffnung liegt. Mittels zweier weiterer Experimente, bei denen das Pyrometer einmal auf die Oberfläche der Probe (S_2) und einmal auf die rechteckige Öffnung ausgerichtet (S_3) war, erfolgte die Bestimmung des spektralen Emissionsgrades beziehungsweise der Streulichtkomponente. Auch bei diesen beiden Versuchen wurde das Pyrometersignal in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie dargestellt. (gestrichelte Linie und gepunktete Linie in Abbildung 5.7)

Der Quotient aus S_2 und S_1 ergab den spektralen Emissionsgrad $\varepsilon(\lambda, T)$, der Quotient aus S_3 und S_2 den Streulichtanteil K . Mit Hilfe des ersten Versuchs mit der ganzen Probe wurde ein Zusammenhang zwischen Temperatur und spezifischer Enthalpie hergestellt, wodurch sich der spektrale Emissionsgrad und der Streulichtanteil in Abhängigkeit von der Temperatur darstellen lassen.

Bei der Kalibration des Pyrometers setzt sich der Strahlungsfluss Φ_k , welcher detektiert wird, aus zwei Anteilen Φ_i und Φ_a zusammen. Φ_i ist der Anteil, welcher von Regionen innerhalb des Messflecks emittiert wird, Φ_a der Anteil, welcher von Regionen außerhalb des Messflecks emittiert wird und den Detektor erreicht.

$$\Phi_k = \Phi_i + \Phi_a \quad (5.7)$$

Zwischen Φ_i und Φ_a besteht folgender Zusammenhang:

$$K = \frac{\Phi_i}{\Phi_k} \approx \frac{\Phi_i}{\Phi_a} \quad (5.8)$$

Damit ergibt sich für Φ_k folgender Zusammenhang:

$$\Phi_k = (1 + K)\Phi_i \quad (5.9)$$

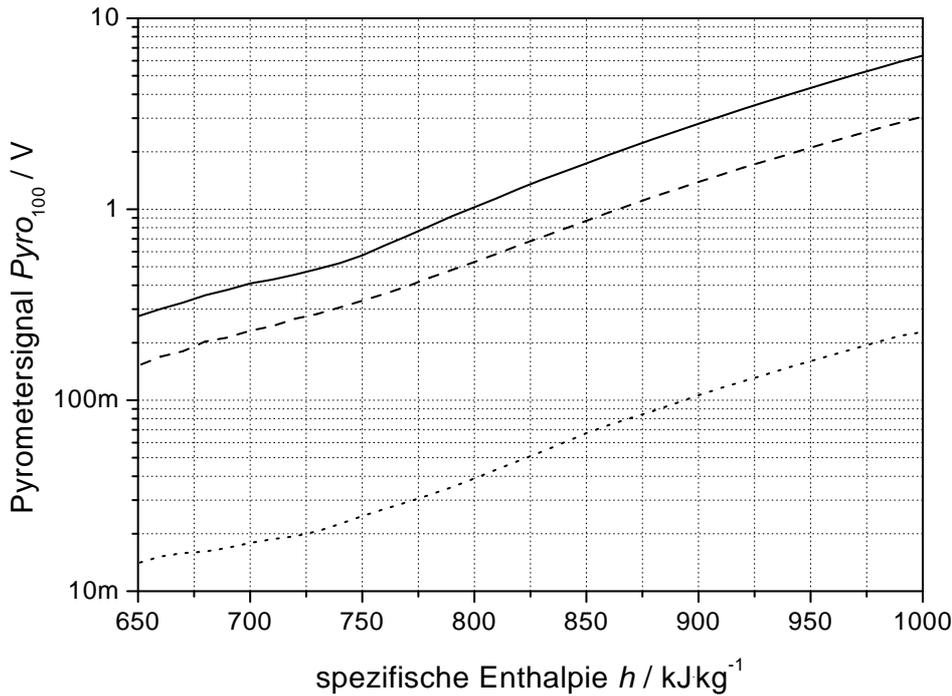


Abbildung 5.7: Streulichteinfluss: Pyrometersignal in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie. Durchgezogene Linie: Pyrometer auf Öffnung in der ganzen Probe ausgerichtet (S_1), gestrichelte Linie: Pyrometer neben die Öffnung in der halbierten Probe ausgerichtet (S_2), gepunktete Linie: Pyrometer auf die Öffnung in der halbierten Probe ausgerichtet (S_3).

Der Detektor konvertiert den empfangenen Strahlungsfluss in eine dazu proportionale elektrische Größe, die mit der Temperatur des Kalibriernormals in Zusammenhang gebracht wird. Der Zusammenhang zwischen der Temperatur und dem gesamten Strahlungsfluss lautet allgemein:

$$T = T(\Phi_k) \quad (5.10)$$

Bei der Messung an einer röhrenförmigen Probe mit einer Öffnung setzt sich der empfangene Strahlungsfluss Φ_m wie folgt zusammen:

$$\Phi_m = \Phi_i + \Phi_a \varepsilon_{\lambda, T} \quad (5.11)$$

Da sich die Kalibration des Pyrometers aber auf Φ_k bezieht, muss dies durch entsprechende Umformungen ausgedrückt werden:

$$\Phi_k = \Phi_m \frac{1 + K}{1 + \varepsilon_{\lambda, T} K} = \Phi_m S \quad (5.12)$$

Der Faktor S ist dabei der Streulichtkorrekturfaktor. Da die Ausgangsspannungen der Pyrometer proportional zu den empfangenen Strahlungsflüssen sind, wurden die Pyrometersignale analog zu (5.12) korrigiert.

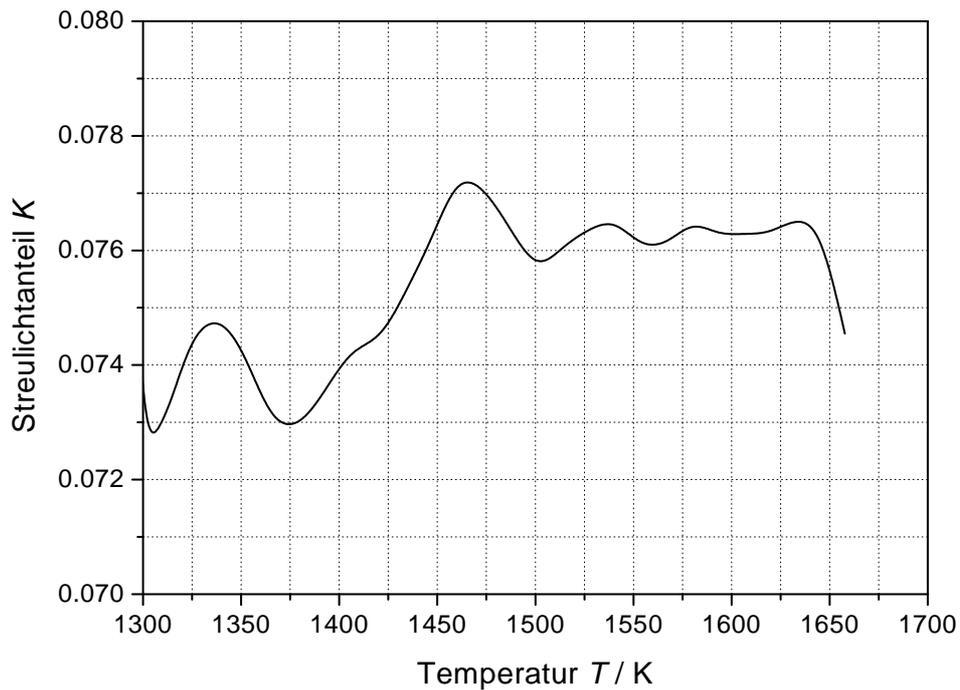


Abbildung 5.8: Streulichteinfluss: Verhältnis der Strahlung, die von Regionen außerhalb des Messflecks detektiert wird, zur gesamten detektierten Strahlung. Pyrometer Nr. 2 mit 900 nm Interferenzfilter

Die in Abbildung 5.7 bis 5.9 dargestellten Messungen wurden an TiAl6V4-Proben mit dem Pyrometer Nr. 2 bei 900 nm durchgeführt. Zur Vereinfachung wurde der Streulichtanteil $K = 0,075 \pm 0,002$ als konstant angenommen. K ist nur von der Geometrie der Probe und von den Eigenschaften des Pyrometers abhängig. Der spektrale Emissionsgrad ist materialabhängig und muss bei jedem Material gesondert abgeschätzt oder gemessen werden.

Für das Pyrometer Nr. 1 ohne Interferenzfilter ergab sich bei analoger Vorgangsweise ein Streulichtanteil $K = 0,24 \pm 0,06$. Dieser relativ hohe Wert ist durch die nicht vernachlässigbare chromatische Abberation des Pyrometerobjektivs bei langen Wellenlängen erklärbar.

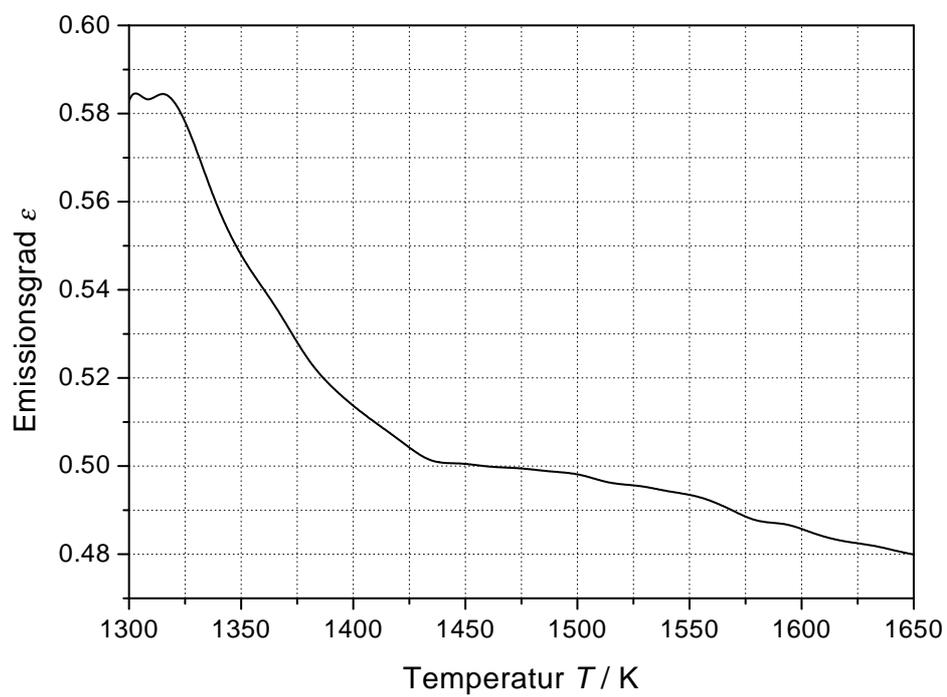


Abbildung 5.9: Streulichteinfluss: Normaler spektraler Emissionsgrad bei $\lambda = 902 \text{ nm}$ als Funktion der Temperatur.

Kapitel 6

Diskussion und Ausblick

6.1 Diskussion

In dieser Arbeit wird der Aufbau und die Funktionsweise eines Millisekunden Pulsheizsystems beschrieben. Zudem werden Messungen thermophysikalischen Daten einiger Reinmetalle und Legierungen präsentiert. Hier sind noch einmal alle durchgeführten Messungen zusammengestellt. Weiters werden die dabei aufgetretenen experimentellen Schwierigkeiten sowie die Vor- und Nachteile dieses Verfahrens diskutiert.

6.1.1 Zusammenstellung

Mit Hilfe des hier beschriebenen Pulsheizsystems ist die Bestimmung verschiedener thermophysikalischer Daten möglich. Dazu gehören:

- Spezifische Wärmekapazität
- Spezifischer elektrischer Widerstand
- Totaler Emissionsgrad
- Lineare thermische Ausdehnung
- Umwandlungsenthalpien
- Umwandlungstemperaturen
- Schmelztemperaturen

Des Weiteren ist mit Hilfe des WIEDEMANN-FRANZschen Gesetzes eine Abschätzung der Wärmeleitfähigkeit möglich. In Tabelle 6.1 ist ein Überblick über alle untersuchten Materialien und gemessenen Daten gegeben. Eine Übersicht über die zugehörigen erweiterten Unsicherheiten ist in Tabelle 6.2 zu finden.

Tabelle 6.1: Übersicht über alle gemessenen Daten und alle untersuchten Materialien.

Werkstoff	Spezifische Wärmekapazität	Spezifischer Widerstand	Totaler Emissionsgrad	Thermische Ausdehnung	Umwandlungsenthalpien	Schmelztemperaturen	Wärmeleitfähigkeit
AlSi7Mg	x	x	x				
AlSi9Cu3	x	x	x				
AlSi12	x	x	x			x	
AS21	x	x	x				x
AE42	x	x	x				x
AM50	x	x	x				x
AZ91	x	x	x				x
Titan	x	x	x	x	x		
TiAl6V4	x	x					
γ TiAl	x	x	x				
hochleg. Stahl	x	x					
Stahl	x	x					
Kupfer						x	
Nickel						x	
Wolfram			x				
Molybdän			x				

Tabelle 6.2: Erweiterte Unsicherheiten der verschiedenen Größen.
Erweiterungsfaktor = 2.

Größe	Unsicherheit
Temperatur 700 K	4,8 K
Temperatur 1700 K	7,2 K
Temperatur 2600 K	12,5 K
Spezifische Wärmekapazität	3,2 %
Spezifischer Widerstand	1,2 %
Gesamtemissionsgrad	11,0 %
Thermische Ausdehnung	4,5 %
Umwandlungsenthalpie	1,5 %

6.1.2 Experimentelle Schwierigkeiten:

Prinzipiell hat sich das Millisekunden Pulsheizsystem sehr gut bewährt. Es traten jedoch auch einige experimentelle Probleme auf, die im Folgenden kurz erläutert werden.

Abheben der Spannungsmessschneiden: Aufgrund der thermischen Ausdehnung der Probe passierte es öfters, dass die Spannungsmessschneiden aus den Kerben sprangen. Eine detaillierte Beschreibung dieses Sachverhalts findet sich unter 4.4.1 auf Seite 115. Dieses Verhalten konnte durch eine Neukonstruktion des Führungsmechanismus für die Messschneiden signifikant verbessert werden, bei dünnen Proben ist es trotzdem wichtig, die Vorspannung der Federn richtig einzustellen um ein Abheben der Schneiden zu vermeiden. Bei den relativ massiven röhrenförmigen Proben traten Probleme mit abhebenden Spannungsmessschneiden nur selten auf. Trotzdem ist es auch hier wichtig, die Anpresskraft richtig zu wählen, da eine zu hohe Vorspannung der Federn zu einer Deformation der Probe in der Nähe des Schmelzpunkts führen kann.

Längung der Proben: Vor allem bei dünnen Proben besteht die Gefahr eines seitlichen Ausknickens der Probe, wenn sich diese nicht frei ausdehnen kann. Deshalb wird die Probe mit einer geringen axialen Zugspannung beaufschlagt, um die thermische Ausdehnung während des Pulsversuchs auszugleichen. Andererseits darf die Vorspannung nicht zu hoch sein, da die Proben sonst gelängt würden (siehe 4.4.1). Mit dem verbesserten Längenausgleichmechanismus konnte dieses Problem vollständig beseitigt werden.

Abdampfen von Probenmaterial: Viele Metalle haben im festen Zustand einen relativ hohen Dampfdruck. Speziell bei Aluminium- und Magnesiumlegierungen aber auch bei der intermetallischen Verbindung γ -Titanaluminid wurde ein starkes Abdampfen von Material, welches an den Fenstern der Versuchskammer kondensiert, beobachtet. Bei Experimenten, welche zum Schmelzen der Probe führten wurde öfters ein starker Lichtbogen zwischen den zwei Probenfragmenten gebildet. Dabei verdampften große Mengen des Probenmaterials, die anschließend auf allen Flächen innerhalb der Versuchskammer kondensierten. Eine Abhilfe ergab sich durch Ausführung der Pulsexperimente in Schutzgas. Trotzdem sollte der Zustand der Fenster ständig beobachtet werden.

Einfluss der Heizrate: Bei vielen untersuchten Materialien wurden Phasenumwandlungen im festen Zustand beobachtet. Es stellte sich heraus, dass die thermophysikalischen Daten dieser Werkstoffe im Bereich der Umwandlungen sehr stark mit der Heizrate variierten. Bei der Angabe von derartigen Daten sollte daher unbedingt auch die Heizrate spezifiziert werden um eine bessere Vergleichbarkeit mit anderen Ergebnissen zu erreichen.

Vorgeschichte des Materials: Die Eigenschaften eines metallischen Werkstoffs sind einerseits von seiner chemischen Zusammensetzung, andererseits von der thermischen und mechanischen Behandlung des Materials gegeben. Während sich die chemische Zusammensetzung eines untersuchten Metalls aufgrund eines Pulsheizexperiments praktisch nicht ändert, wird die thermische Vorgeschichte des

Materials durch das Aufheizen auf hohe Temperaturen „gelöscht“ und bei der anschließenden raschen Abkühlung „neu geschrieben“. Der Einfluss eines Puls-experiments auf das Gefüge eines Materials wurde anhand von TiAl6V4 (siehe Abschnitt 4.4.2 auf Seite 126) nachgewiesen.

Veränderung der Oberfläche: Nicht nur das Gefüge eines Werkstoffs auch die Beschaffenheit der Oberfläche kann sich in Folge von Pulsversuche verändern. Dies bereitet einerseits Probleme bei der Bestimmung des Gesamtemissionsgrads, da dieser stark von der Oberflächenstruktur abhängt. Andererseits erfolgt die Messung der thermischen Ausdehnung mit dem beschriebenen Interferometer an polierten Oberflächen. Meistens ging die Qualität dieser Messflächen erst nach dem Experiment verloren.

Schmelzpunkt: Bei dem Versuch die Schmelztemperatur von verschiedenen Werkstoffen zu messen wurde festgestellt, dass die röhrenförmigen Proben schon vor dem Erreichen des Schmelzpunkts stark an Festigkeit verlieren und aufgrund der hohen Stromkräfte kollabierten, was die Temperaturmessung stark verfälschte.

Teilweises Aufschmelzen: Viele Legierungen haben keinen scharf definierten Schmelzpunkt, vielmehr ein Schmelzintervall innerhalb dessen ein Teil des Material geschmolzen und der andere Teil fest ist. Bei Stahl führte das so weit, dass die rechteckige Öffnung für die Temperaturmessung zunehmend kleiner wurde, bis sie schließlich gänzlich zugeschmolzen war.

Speckle-Effekt: Im Idealfall sind die Unebenheiten der Messflächen wesentlich kleiner als die Wellenlänge des Lasers. Praktisch ist eine derartig hohe Qualität der Oberflächen sehr schwer zu realisieren. Außerdem kann sich die Oberfläche aufgrund des Pulsversuchs verändern (siehe oben). Meistens musste daher eine schlechte Qualität der Messflächen in Kauf genommen werden, wodurch am Detektor ein Specklemuster zu Stande kam. Wenn die einzelnen Speckles größer sind als die empfindliche Fläche der Vier-Quadranten Fotodiode, ist es möglich eine Ausdehnungsmessung durchzuführen. Dabei können aber geringe Bewegungen der Probe zu einer Verschiebung des Specklemusters und damit beispielsweise zu einem „rückwärtszählen“ des Vier-Quadranten Detektors führen.

Gesamtemissionsgrad: Die Messung eines Gesamtemissionsgrads von Werkstoffen mit einem hohen Dampfdruck ist problematisch, da die Versuche einerseits in Schutzgas durchgeführt werden müssen um ein Beschlagen der Fenster zu vermeiden, andererseits ist der Beitrag der Konvektion in der Abkühlphase nicht vernachlässigbar. Zudem ist die Ermittlung des Gesamtemissionsgrads an röhrenförmigen Proben mit einem systematischen Fehler behaftet. (siehe 5.6 auf Seite 203)

6.2 Ausblick

6.2.1 Verbesserungsvorschläge

Wie bereits erwähnt, sind die ermittelten Daten in der Nähe von Phasenumwandlungen stark von der Heizrate abhängig. Um dieses Verhalten besser studieren zu können, wäre es wünschenswert, eine Temperaturregelung zu realisieren.¹ Damit wäre es möglich die Probe gemäß einem vorgegebenen zeitlichen Temperaturverlauf abzukühlen. Ebenso könnte damit ein langsames, kontrolliertes Abkühlen realisiert werden.

Mit einer Temperaturregelung ließe sich auch eine genauere Ermittlung des Gesamtemissionsgrads verwirklichen, indem die Probe für eine kurze Zeit auf konstanter Temperatur gehalten wird. Die zugeführte elektrische Leistung ist dann gleich der abgegebenen (in erster Näherung abgestrahlten) Leistung.

Die Unsicherheit der Ausdehnungsmessung ist relativ groß, außerdem sind die Ergebnisse für die thermische Expansion von Wolfram und Molybdän höher als bei den meisten anderen Forschungsgruppen. Nachdem der bei weitem größte Einfluss auf die Unsicherheit der thermischen Ausdehnung durch den horizontalen Strahlversatz sowie durch die Verdrehung der Probe gebildet wird, sollten diese Einflüsse verringert werden. Dazu müsste der Probenhalter verbessert werden. Außerdem könnte die Qualität der Proben durch maschinelle Endbearbeitung (schleifen, polieren) gesteigert werden.

Die hohen Anforderungen, die an die Bearbeitung der Messflächen gestellt werden schränken den Anwendungsbereich des Interferometers stark ein. Es sollte daher unbedingt eine Möglichkeit gefunden werden, die Ausdehnungsmessungen an rauen Flächen durchzuführen. Ein denkbarer Ansatz wäre die Verwendung aufgeweiteter Strahlenbündel sowie eine Raumfilterung der Strahlen vor dem Detektor.

Der Messbereich der Pyrometer könnte durch eine Verbesserung des Rauschverhaltens des Photodiodenverstärkers nach unten erweitert werden. Gleichzeitig würde ein niedrigeres Pyrometerrauschens eine kleinere Unsicherheit der Heizrate und damit der spezifischen Enthalpie bewirken. Ein möglicher Ansatz wäre die Verwendung einer Photodiode mit intergriertem Verstärker.

6.2.2 Weitere Möglichkeiten

Bei der Simulation thermischer Prozesse sind nicht nur thermophysikalische Daten von Festkörpern, sondern auch von Flüssigkeiten von großem Interesse. Es wäre daher wünschenswert ein (sehr genaues) Millisekunden Pulsheizsystem auch zur Messung thermophysikalischer Daten von flüssigen Metallen einzusetzen. Da die Massenträgheit nicht ausreicht, um die Probe für einige Millisekunden in Form zu halten, müssen andere Ansätze gefunden werden. Die Durchführung von Pulsexperimenten im schwe-relosen Raum [64, 65] ist zwar prinzipiell möglich, aber zur standardmäßigen Untersuchung technischer Legierungen wohl unwirtschaftlich. Eine andere Möglichkeit wäre die zur Verfügungstellung einer Stützstruktur, welche die Probe in Form hält. Dazu wäre eventuell ein metallischer Überzug aus einem ähnlich Material denkbar (zum Beispiel Beschichtung einer TiAl6V4 Probe mit Reintitan).

¹Wurde in bei der Konstruktion der Leistungselektronik berücksichtigt, aber nie realisiert.

Kapitel A

Berechnung des Querschnitts der Proben mit Schwarzkörperöffnung

Im Bereich der rechteckigen Öffnung ist der Querschnitt der Probe verringert. Um dies auszugleichen, ist es notwendig den Querschnitt der Probe im übrigen Bereich zu reduzieren, indem etwas Material abgetragen wird. Abbildung A.1 (a) stellt den Querschnitt der Probe im Bereich der Messöffnung dar, in Abbildung A.1 (b) ist der Querschnitt im übrigen Bereich dargestellt.

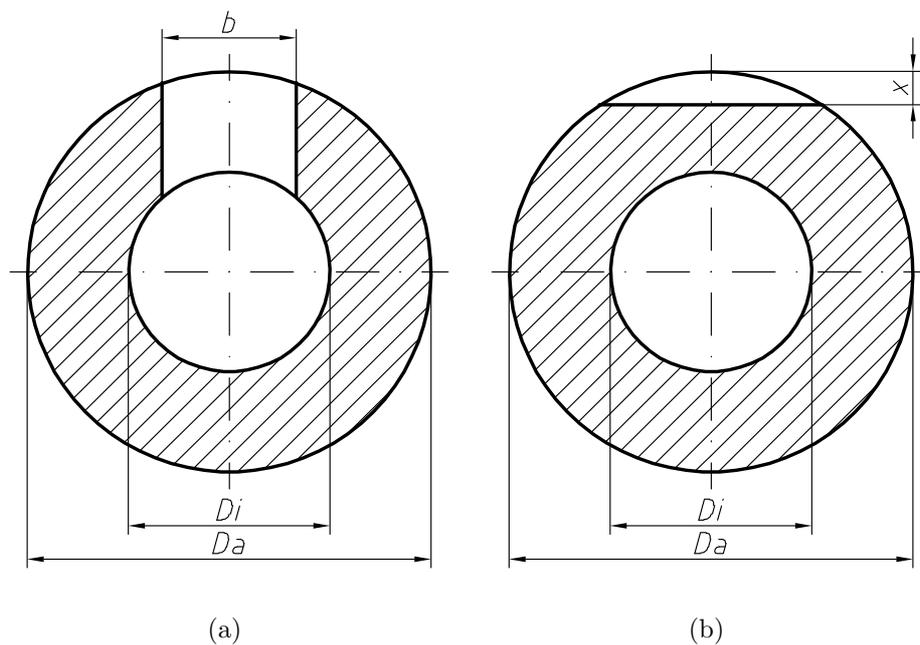


Abbildung A.1: Querschnitt der Probe: (a) im Bereich der Messöffnung, (b) im übrigen Bereich.

Zuerst werden einige Hilfsgrößen definiert, deren Bedeutung aus Abbildung A.2 zu entnehmen ist.

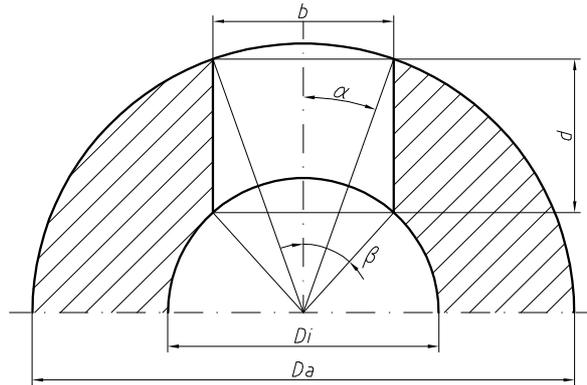


Abbildung A.2: Zur Erklärung der eingeführten Hilfsgrößen α , β und d .

Die Winkel α und β , sowie deren Sinus und Cosinus ergeben sich aus elementaren trigonometrischen Überlegungen:

$$\sin \alpha = \frac{b/2}{D_a/2} = \frac{b}{D_a} \quad \cos \alpha = \sqrt{1 - \sin^2 \alpha} = \frac{\sqrt{D_a^2 - b^2}}{D_a} \quad (\text{A.1})$$

$$\sin \beta = \frac{b/2}{D_i/2} = \frac{b}{D_i} \quad \cos \beta = \sqrt{1 - \sin^2 \beta} = \frac{\sqrt{D_i^2 - b^2}}{D_i} \quad (\text{A.2})$$

Ebenso die Hilfsgröße d :

$$d = \frac{D_a}{2} \cos \alpha - \frac{D_i}{2} \cos \beta \quad (\text{A.3})$$

Durch Einsetzen von Gleichung (A.1) und (A.2) in Gleichung (A.3) ergibt sich:

$$\frac{1}{2} (\sqrt{D_a^2 - b^2} - \sqrt{D_i^2 - b^2}) \quad (\text{A.4})$$

Nun lässt sich die Fläche A_4 berechnen, um welche der Querschnitt im Bereich der Schwarzkörperöffnung reduziert ist. Sie setzt sich aus den Flächen A_1 , A_2 und A_3 (laut Abbildung A.3) folgendermaßen zusammen:

$$A_4 = A_1 + A_3 - A_2 \quad (\text{A.5})$$

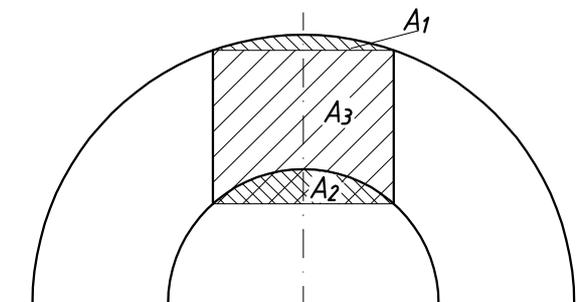


Abbildung A.3: Berechnung des Querschnitts im Bereich der Schwarzkörperöffnung.

Die Flächen A_1 und A_2 ergeben sich durch Subtraktion eines gleichschenkligen Dreiecks von einem Kreissektor.

$$A_1 = \frac{D_a^2}{4}\alpha - \frac{D_a^2}{4}\sin\alpha\cos\alpha = \frac{1}{4}(D_a^2\alpha - b\sqrt{D_a^2 - b^2}) \quad (\text{A.6})$$

$$A_2 = \frac{D_i^2}{4}\beta - \frac{D_i^2}{4}\sin\beta\cos\beta = \frac{1}{4}(D_i^2\beta - b\sqrt{D_i^2 - b^2}) \quad (\text{A.7})$$

Die Fläche A_3 ist ein Rechteck:

$$A_3 = bd = \frac{b}{2}(\sqrt{D_a^2 - b^2} - \sqrt{D_i^2 - b^2}) \quad (\text{A.8})$$

Durch Einsetzen von Gleichung (A.6), (A.7) und (A.8) in Gleichung (A.5) ergibt sich:

$$A_4 = \frac{1}{4}\left[(D_a^2\alpha - D_i^2\beta) + (\sqrt{D_a^2 - b^2} - \sqrt{D_i^2 - b^2})\right] \quad (\text{A.9})$$

Ist nun $b \ll D_a$, beziehungsweise $b \ll D_i$, so können folgende Näherungen eingeführt werden:

$$\alpha \approx \sin\alpha = \frac{b}{D_a} \quad \sqrt{D_a^2 - b^2} \approx D_a \quad (\text{A.10})$$

$$\beta \approx \sin\beta = \frac{b}{D_i} \quad \sqrt{D_i^2 - b^2} \approx D_i \quad (\text{A.11})$$

Womit sich Gleichung (A.9) vereinfacht:

$$A_4 \approx \frac{b}{2}(D_a - D_i) \quad (\text{A.12})$$

Exakt diese Fläche muss im übrigen Bereich der Probe abgetragen werden. Analog zu A_1 und A_2 ergibt sich:

$$A_4 = \frac{D_a^2}{4}\gamma - \frac{D_a^2}{4}\sin\gamma\cos\gamma = \frac{D_a^2}{4}(\gamma - \sin\gamma\cos\gamma) \quad (\text{A.13})$$

Durch Gleichsetzen mit Gleichung (A.12) ergibt sich:

$$\gamma - \sin\gamma\cos\gamma \approx 2\frac{b}{D_a}\left(1 - \frac{D_i}{D_a}\right) \quad (\text{A.14})$$

Eine exakte Lösung von Gleichung (A.14) ist nicht möglich, der Ausdruck $\gamma - \sin\gamma\cos\gamma$ kann jedoch in einer Reihe entwickelt werden¹:

$$\begin{aligned} \gamma - \sin\gamma\cos\gamma &= \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^{n+1} \frac{2^{2n}\gamma^{2n+1}}{(2n+1)!} \\ &= \frac{2}{3}\gamma^3 - \frac{2}{15}\gamma^5 + \frac{4}{315}\gamma^7 \mp \dots \end{aligned} \quad (\text{A.15})$$

¹Dazu wird $\sin\gamma = \frac{e^{i\gamma} - e^{-i\gamma}}{2i}$ und $\cos\gamma = \frac{e^{i\gamma} + e^{-i\gamma}}{2}$ gesetzt. Man erhält weiter für $\sin\gamma\cos\gamma = \frac{e^{2i\gamma} - e^{-2i\gamma}}{4i}$. Führt man nun die Reihenentwicklung der Exponentialfunktion $e^x = \sum_{n=0}^{\infty} \frac{x^n}{n!}$ ein, ergibt sich die in Gleichung (A.15) angeführte Reihenentwicklung.

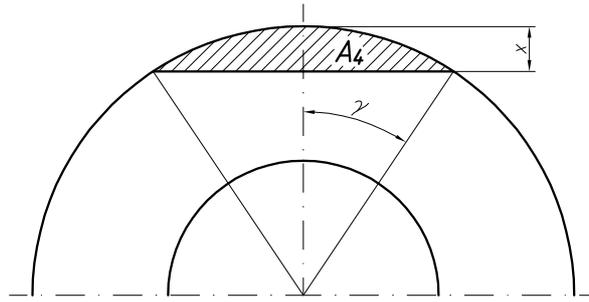


Abbildung A.4: Abzutragende Fläche.

Wird diese Reihe nach dem ersten Glied abgebrochen², so kann Gleichung (A.14) nach γ aufgelöst werden:

$$\gamma \approx \sqrt[3]{\frac{3b}{D_a} \left(1 - \frac{D_i}{D_a}\right)} \quad (\text{A.16})$$

Die Größe x kann aufgrund von elementaren trigonometrischen Überlegungen durch γ und D_a ausgedrückt werden:

$$x = \frac{D_a}{2} - \frac{D_a}{2} \cos \gamma = \frac{D_a}{2} (1 - \cos \gamma) \quad (\text{A.17})$$

Gleichung (A.16) in Gleichung (A.17) eingesetzt, ergibt:

$$x = \frac{D_a}{2} \left[1 - \cos \sqrt[3]{\frac{3b}{D_a} \left(1 - \frac{D_i}{D_a}\right)} \right] \quad (\text{A.18})$$

²Was gerechtfertigt ist, sofern das Verhältnis D_i/D_a möglichst nahe eins ist, sowie die Breite des Fensters klein ist, im Vergleich zum Außendurchmesser der Probe.

Literaturverzeichnis

- [1] Ared Cezairliyan. Design and operational characteristics of a high-speed (millisecond) system for the measurement of thermophysical properties at high temperatures. *Journal of Research of the National Bureau of Standards-C. Engineering and Instrumentation*, 75C(1):7–18, 1971.
- [2] R. Gallob, G. Pottlacher, and H. Jäger. A submicrosecond pulse heating system for the investigation of thermophysical properties of metals at high temperatures. *International Journal of Thermophysics*, 7(1):139–147, 1986.
- [3] E. Hanitzsch. Messung der spezifischen Wärmekapazität elektrischer Leiter nach der Pulsmethode. *Thermochimica Acta*, 40:121–135, 1980.
- [4] Torsten Fließbach. *Statistische Physik*, volume 4 of *Lehrbuch zur theoretischen Physik*. Spektrum, Akademischer Verlag, Heidelberg, Berlin, Oxford, 2 edition, 1995.
- [5] David P. DeWitt and Gene D. Nutter. *Theory and Practice of Radiation Thermometry*. Wiley, New York, 1988.
- [6] T. Matsumoto and A. Ono. A measurement technique for hemispherical total emissivity using feedback-controlled pulse current heating. *High Temperatures - High Pressures*, 32(1):67–172, 2000.
- [7] F. Righini, J. Spišiak, and G. C. Bussolino. Normal spectral emissivity of niobium (at 900 nm) by a pulse-heating reflectometric technique. *International Journal of Thermophysics*, 20(4):1095–1106, 1999.
- [8] J. C. De Vos. Evaluation of the quality of a blackbody. *Physica*, XX:669–689, 1954.
- [9] A. Ono, R. M. Trusty, and D. P. DeWitt. Experimental and theoretical study on the quality of reference blackbodies formed by lateral holes on a metallic tube. *Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry*, 5(2):541–550, 1982.
- [10] H. Preston-Thomas. The international temperature scale of 1990 (ITS-90). *Metrologia*, 27:3–10, 1990.

- [11] H. Preston-Thomas. The international temperature scale of 1990 (ITS-90). *Metrologia*, 27:107, 1990.
- [12] P. G. Klemens and R. K. Williams. Thermal conductivity of metals and alloys. *International Metals Review*, 31(5):197–215, 1986.
- [13] Rosemary A. MacDonald, Ramesh C. Shukla, and David K. Kahaner. Thermodynamic properties of bcc metals. *High Temperatures - High Pressures*, 17:665–670, 1985.
- [14] Guy K. White and Ronald B. Roberts. Thermal expansion of reference materials: Tungsten and α -Al₂O₃. *High Temperatures - High Pressures*, 15:321–328, 1983.
- [15] Kai Wang and Robert R. Reeber. The role of defects on thermophysical properties: Thermal expansion of V, Nb, Ta, Mo and W. *Materials Science and Engineering*, R23:101–137, 1998.
- [16] L. R. Fokin and V. Ya. Chekhovskoi. Thermal expansion of molybdenum in the temperature range 0 K – T_{mt} . *Translated from Teplofizika Vysokikh Temperatur*, 29(1):94–100, 1991.
- [17] A. P. Müller and A. Cezairliyan. Transient interferometric technique for measuring thermal expansion at high temperatures: Thermal expansion of tantalum in the range 1500–3200 K. *International Journal of Thermophysics*, 3(3):259–288, 1982.
- [18] Weißmantel, Christian and Hamann, Claus. *Grundlagen der Festkörperphysik*. Wiley-VCH, Berlin, 4 edition, 1995.
- [19] Robert F. Speyer. *Thermal Analysis of Materials*, volume 5 of *Materials Engineering*. Marcel Dekker Inc., New York, Basel, Hong Kong, 1994.
- [20] W. H. Steel. *Interferometry*. Cambridge Monographs on Physics. Cambridge University Press, Cambridge, 1967.
- [21] Stephen D. Preston. Thermal expansion measurements on boron carbide and europium sesquioxide by laser interferometry. *High Temperatures - High Pressures*, 12:441–446, 1980.
- [22] E. G. Wolff and S. A. Eselun. Double michelson interferometer for contactless thermal expansion measurements. *Proceedings of the Society of Photo Optical Instrumentation Engineers SPIE*, 192:204–208, 1979.
- [23] G. Roblin and Y. Souche. Interféromètre a polarisation destiné a la dilatométrie différentielle. *Nouvelle Revue d'Optique*, 5(5):287–293, 1974.
- [24] Y. Souche, R. Vergne, H. Ruby, J. C. Cotillard, J. L. Porteseil, G. Roblin, and G. Nomarski. A high-sensitivity polarization interferometry dilatometer. *Thermal Expansion 8. Proceedings of the Eighth International Symposium*, pages 259–267, 1984.

- [25] Francesco Righini, Ronald B. Roberts, Alfonso Rosso, and Pier Carlo Cresto. Thermal expansion by a pulse-heating method: Theory and experimental apparatus. *High Temperatures - High Pressures*, 18:561–571, 1986.
- [26] Francesco Righini, Alfonso Rosso, and Alberto Cibrario. Scanning pyrometry with microsecond time resolution. *High Temperatures - High Pressures*, 17:153–160, 1985.
- [27] Robert Jones and Catherine Wykes. *Holographic and Speckle Interferometry. A discussion of the Theory, Practice and Application of the Techniques*. Cambridge University Press, Cambridge, London, New York, New Rochelle, Melbourne, Sydney, 1983.
- [28] Ralph Hultgren, Pramod D. Desai, Donald T. Hawkins, Molly Gleiser, Keneth K. Kelly, and Donald D. Wagman. *Selected Values of the Thermodynamic Properties of the Elements*. American Society for Metals, Metals Park, Ohio 44073, 1973.
- [29] David R. Linde. *Handbook of Chemistry and Physics*. CRC Press, Boca Raton, New York, London, Tokyo, 77 edition, 1996–1997.
- [30] A. Cezairliyan, M. S. Morse, H. A. Berman, and C. W. Beckett. High-speed (sub-second) measurement of heat capacity, electrical resistivity, and thermal radiation properties of molybdenum in the range 1900 to 2800 K. *Journal of Research of the National Bureau of Standards-A. Physics and Chemistry*, 74A(1):65–92, 1970.
- [31] A. Cezairliyan. Electrical resistivity of molybdenum in the temperature range 1500 to 2650 K. *International Journal of Thermophysics*, 1(4):417–427, 1980.
- [32] A. Cezairliyan. Measurement of the heat capacity of molybdenum (standard reference material) in the range 1500–2800 K. *International Journal of Thermophysics*, 4(2):159–171, 1983.
- [33] A. Cezairliyan and A. P. Miiller. Heat capacity and electrical resistivity of nickel in the range 1300–1700 K measured with a pulse heating technique. *International Journal of Thermophysics*, 4(4):389–396, 1983.
- [34] Ared Cezairliyan and Archie P. Miiller. Heat capacity and electric resistivity of titanium in the range 1500 to 1900 K by a pulse heating method. *High Temperatures - High Pressures*, 9:319–324, 1977.
- [35] A. Cezairliyan and A. P. Miiller. Thermodynamic study of the $\alpha \rightarrow \beta$ phase transformation in titanium by a pulse heating method. *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, 83(2):127–132, 1978.
- [36] A. Cezairliyan and A. P. Miiller. Melting temperature of nickel by a pulse heating technique. *International Journal of Thermophysics*, 5(3):315–320, 1984.

- [37] A. Cezairliyan and A. P. Miiller. Melting point, normal spectral emittance (at the melting point), and electrical resistivity (above 1900 K) of titanium by a pulse heating method. *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, 82(2):119–122, 1977.
- [38] A. Cezairliyan. Measurement of melting point and electrical resistivity (above 2840 K) of molybdenum by a pulse heating method. *Revue Internationale des Hautes Températures et des Réfractaires*, 7(4):382–388, 1970.
- [39] Produktinformation, Fa. Isabellenhütte.
<http://www.isabellenhuette.de/pdf/widere/manganin.pdf>.
- [40] KANTHAL. *Kanthal Handbuch. Heizleiterlegierungen für Industrieöfen*. Kanthal AB, Hallstahammar, Schweden, 1988.
- [41] Goodfellow Cambridge Limited. Catalogue, 2000/2001.
- [42] J. C. DeVos. A new determination of the emissivity of tungsten ribbon. *Physica*, XX:690–714, 1954.
- [43] F. Henning. *Temperaturmessung*. Springer Verlag, Heidelberg, Berlin, New York, 3 edition, 1977.
- [44] Dr. G. Neuer. personal communication, 1999.
- [45] Edward Collett. *Polarized Light: Fundamentals and Applications*, volume 36 of *Optical Engineering*. Marcel Dekker Inc., New York, Basel, Hong Kong, 1992.
- [46] B. Ya. Berezin, S. A. Kats, M. M. Kenisarin, and V. Ya. Chekhovskoi. Heat and melting temperature of titanium. *Translated from Teplofizika Vysokikh Temperatur*, 12(3):524–529, 1974.
- [47] Rudolf Kohlhaas, Martin Braun, and Otmar Vollmer. Di Atomwärme von Titan, Vanadin und Chrom im Bereich hoher Temperaturen. *Z. Naturforsch.*, 20a:1077–1079, 1965.
- [48] European co-operation for Accreditation. EA-4/02, Expression of the uncertainty of measurements in calibration.
<http://www.european-accreditation.org/pdf/EA-4-02ny.pdf>, 1999.
- [49] Atomic weights of the elements. *Pure and Applied Chemistry*, 71:1593–1607, 1999.
- [50] A. Cezairliyan, J. L. McClure, and R. Taylor. Thermophysical measurements on 90ti-6al-4v alloy above 1450 K using a transient (subsecond) technique. *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, 81A(2,3):251–256, 1977.
- [51] F. Righini, A. Rosso, and G. Ruffino. New determination of the freezing point of copper. *High Temperatures - High Pressures*, 4:471–475, 1972.

- [52] E. Kaschnitz, J. L. McClure, and A. Cezairliyan. Radiance temperatures (in the wavelength range 530 to 1500 nm) of nickel at its melting point by a pulse-heating technique. *International Journal of Thermophysics*, 19(6):1637–1646, 1998.
- [53] A. P. Müller and A. Cezairliyan. Thermal expansion of tungsten in the range 1500–3600 K by a transient interferometric technique. *International Journal of Thermophysics*, 11(4):619–628, 1990.
- [54] V. A. Petukhov and V. Ya. Chekhovskoi. Investigation of the thermal expansion of molybdenum and tungsten at high temperatures. *High Temperatures - High Pressures*, 4:671–677, 1972.
- [55] In-Kook Suh, H. Ohta, and Y. Waseda. High-temperature thermal expansion of six metallic elements measured by dilatation method and x-ray diffraction. *Journal of Materials Science*, 23:757–760, 1988.
- [56] Y. Waseda, K. Hirata, and M. Ohtani. High-temperature thermal expansion of platinum, tantalum, molybdenum, and tungsten measured by x-ray diffraction. *High Temperatures - High Pressures*, 7:221–226, 1975.
- [57] R. K. Kirby. Thermal expansion of tungsten from 293 to 1800 K. *High Temperatures - High Pressures*, 4:459–462, 1972.
- [58] A. P. Müller and A. Cezairliyan. Thermal expansion of molybdenum in the range 1500–2800 K by a transient interferometric technique. *International Journal of Thermophysics*, 6(6):695–704, 1985.
- [59] V. A. Petukhov, V. Ya. Chekhovskoi, and V. M. Zaichenko. Thermal expansion of molybdenum. *Translated from Teplofizika Vysokikh Temperatur*, 14(4):724–728, 1976.
- [60] E. Kaschnitz and W. Funk. Thermophysikalische Daten von Magnesiumlegierungen - Teil 1: Wärmeleitfähigkeit. *Gießerei-Praxis*, 7/8:179–181, 1997.
- [61] E. Kaschnitz and W. Funk. Thermophysikalische Daten von Magnesiumlegierungen - Teil 2: Thermische Längenänderung und Dichte. *Gießerei-Praxis*, 9/10:199–200, 1997.
- [62] E. Kaschnitz and W. Funk. Thermophysikalische Daten von Magnesiumlegierungen - Teil 3: Spezifische Wärmekapazität. *Gießerei-Praxis*, 11/12:260–261, 1997.
- [63] L. Coslovi, F. Righini, and A. Rosso. The high speed pyrometer at IMG. *Alta Frequenza*, XLIV(10):592–596, 1975.
- [64] A. Cezairliyan and A. P. Müller. A dynamic technique for thermophysical measurements at high temperatures in a microgravity environment. *International Journal of Thermophysics*, 11(4):485–494, 1990.

- [65] A. P. Miiller and A. Cezairliyan. A dynamic technique for thermophysical measurements at high temperatures in a microgravity environment. *International Journal of Thermophysics*, 11(4):495–506, 1990.

Danksagung

Diese Arbeit wurde am Österreichischen Gießerei-Institut (ÖGI), Leoben durchgeführt. Ich möchte mich hiermit bei allen Mitarbeitern des ÖGI für die freundliche Aufnahme an diesem Institut bedanken. Eine besondere Erwähnung soll hier mein Projektbetreuer Dipl.-Ing. Dr. Erhard Kaschnitz finden, der sich stets für meine Probleme interessierte und mir oft sehr weiterhalf. Weiters möchte ich mich bei Herrn Ing. Walter Funk dafür bedanken, dass er immer zur Stelle war, wenn ich mich mit irgendwelchen alltäglichen Dingen (mindestens eine Hand zu wenig) herumärgern musste. Gleichzeitig möchte ich mich bei ihm entschuldigen, dass er in Summe mindestens eine Woche lang das Werkzeug suchen musste, welches ich mir im Laufe von drei Jahren von ihm geliehen habe. Mein Dank gebührt auch Herrn Kurt Pucher dessen Fähigkeiten an Dreh- und Fräsmaschine ganz wesentlich zum Entstehen der Versuchsanlage und so mancher Probe beigetragen haben. Auch Herrn Gerald Ruess von der Abteilung Metallographie sei für die Probenpräparation (schleifen und polieren) sowie für die Aufnahme und Bearbeitung zahlreicher Digitalfotos herzlich gedankt. Nicht zuletzt war er es, der entscheidend zur Entstehung von Abbildung 3.36 auf Seite 72 beigetragen hat, und sich als Rauchmaschine zur Verfügung stellte. Mein Dank gilt auch den Mitarbeitern der Chemie für die Erstellung von diversen Analysen sowie für die Versorgung mit Kaffee und Methanol³.

Die wissenschaftliche Betreuung dieser Arbeit wurde von Herrn ao. Univ.-Prof. Dr. Gernot Pottlacher vom Institut für Experimentalphysik der Technischen Universität Graz übernommen. Hiermit möchte ich ihm dafür meinen herzlichen Dank aussprechen. Ebenso bedanke ich mich bei allen Mitarbeitern des Instituts für Experimentalphysik wo ich mich stets sehr wohl fühlte.

Eine besondere Erwähnung soll hier Herr Dipl.-Ing. Martin Hipp finden, den ich immer dann mit Fragen zum Thema „C-programmieren für Dummies“ quälen durfte, wenn der Computer mal wieder nicht das tat, was ich von ihm wollte⁴.

Ein besonderes „Danke schön“ gilt auch Herrn Dipl.-Ing. Dr. Konstantinos Boboridis dessen Gastfreundschaft ich eine Woche lang genießen durfte. Außerdem hatte ich dabei die Gelegenheit das Millisekunden Pulskalorimeter am NIST, Gaithersburg, MD, USA kennen zu lernen.

³Zur Reinigung optischer Bauteile, wozu sonst?

⁴Also sehr oft ...

Mein Dank gilt auch meiner Familie und meinen Freunden die mir in den letzten drei Jahren Halt gaben und meine Launen ertrugen, was vor allem in den letzten Wochen nicht immer ganz einfach gewesen sein dürfte.

Einen besonderen Dank möchte ich auch Monika aussprechen, die sich wiederholt durch diese Arbeit durchgekämpft hat, und dabei jedes Mal neue Fehler zu Tage förderte, auch wenn dabei so mancher *Flansch* beinahe zur *Flasche* degradiert wurde.

Auch *Ihnen*, werter Leser gebührt meine volle Anerkennung für die Ausdauer sich bis hier her durchzulesen, oder haben Sie etwa von hinten begonnen?

PETER REITER

Leoben, 28. August 2001, irgendwann früh morgens.

Diese Arbeit wurde vom Fonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung (FWF) unter der Projekt Nummer P12804-PHY gefördert.