Bestimmung des normalen spektralen Emissionskoeffizienten von flüssigen pulsgeheizten Metallen mittels eines schnellen Photopolarimeters

DISSERTATION

Dipl.-Ing. Achim Seifter

INSTITUT FÜR EXPERIMENTALPHYSIK DER TECHNISCHEN UNIVERSITÄT GRAZ Mai 2001

Meinen Eltern gewidmet.

Kurzfassung

Zur Bestimmung thermophysikalischer Daten von Metallen und Legierungen wird am Institut für Experimentalphysik an der Technischen Universität Graz seit mehr als 15 Jahren ein ohmsches Pulsheizexperiment eingesetzt. Die Temperatur der Probe ist dabei die wichtigste Messgröße, man bestimmt die Strahlungstemperatur mittels optischer Pyrometer. Um die wahre Temperatur zu erhalten muss der normale spektrale Emissionskoeffizient der Probe bekannt sein. Dazu wurde in den bestehenden Messaufbau ein Division of Amplitude Photopolarimeter integriert.

Diese Arbeit beschäftigt sich mit der Installation dieses Messgerätes und beschreibt die Funktionsweise des Polarimeters, welches im Gegensatz zu herkömmlichen Polarimetern (aufgrund der kurzen Messzeit bei diesem Pulsheizexperiment) ohne bewegliche Teile auskommen muss. Ergebnisse von Messungen an den Elementen Niob, Nickel, Tantal, Wolfram und Eisen sowie an der Legierung Inconel 718 werden präsentiert. Ebenso werden die grundsätzlichen Probleme, welche zu Fehlern in den Ergebnissen führen können diskutiert und mögliche Lösungen aufgezeigt.

Abstract

To obtain thermophysical properties of metals and alloys an ohmic pulse heatingtechnique is used at the Institute for Experimental Physics at the Technical University of Graz since more than 15 years. The temperature of the sample in this case is the most important measured property, the radiation temperature is determined by means of optical pyrometry. To obtain true temperatures normal spectral emissivity of the sample has to be known. Therefore a Division of Amplitude Photopolarimeter was integrated into the existing measurement setup.

This work deals with the installation of that instrument into the existing experiment and describes the operation of the polarimeter which has to operate without moving parts, unlike traditional polarimeters, due to the short measurement duration during this pulse heating-experiment. Results of measurements for the elements niobium, nickel, tantalum tungsten and iron as well as for the alloy Inconel 718 are presented. Furthermore fundamental problems are reviewed which may cause errors in the obtained results and possible solutions are discussed.

INHALTSVERZEICHNISS

KAPI	TEL 1 EINLEITUNG	1
1.1	GESCHICHTLICHE ENTWICKLUNG DES EXPERIMENTS IN GRAZ	1
1.2	DAS MESSPRINZIP DES LASERPOLARIMETERS	5
KAPI	TEL 2 MESSAUFBAU	7
2.1	DER MECHANISCHE AUFBAU	7
2.2	DER ELEKTRISCHE AUFBAU	7
2.3	MESSGRÖßen	10
2.3.1	DIE DATENERFASSUNG	10
2.3.2	DER STROM	11
2.3.3	DIE SPANNUNG Die Straam ungstemder attur	12
2.3.4	DIE STRAILUNGSTEMPERATUR Kurzzeitalienahmen	15
2.3.3	Das Entladegefäß	15
KAPI	TEL 3 TEMPERATURMESSUNG	21
3.1	Strahlungsgrößen	21
3.2	Schwarzkörperstrahlung	22
3.3	REALE STRAHLER	23
3.4	BESTIMMUNG DER SCHWARZKÖRPERTEMPERATUR	24
3.5	STRAHLUNGSTEMPERATUR UND WAHRE TEMPERATUR	25
3.6	BESTIMMUNG DER STRAHLUNGSTEMPERATUR MIT EINEM PHOTOELEKTRISCHEN Pyrometer	29
KAPI	TEL 4 METHODEN ZUR BESTIMMUNG DES NORMALEN	
SPEK	TRALEN EMISSIONSKOEFFIZIENTEN	31
4.1	Schwarzkörpermethode	31
4.2	Reflektometer Technik	33
4.3	Mehrwellenlängen Pyrometrie	35
KAPI	TEL 5 POLARIMETRIE	39
5.1	LICHT	39
5.2	POLARISIERTES LICHT	42
5.3	DER STOKES FORMALISMUS	45
5.4	DIE WECHSELWIRKUNG VON LICHT UND MATERIE	48
5.4.1	DIELEKTRIKA	50
5.4.2	METALLE	57
5.5	BESTIMMUNG DES NORMALEN SPEKTRALEN EMISSIONSKOEFFIZIENTEN AUS DEN	(1
	OPTISCHEN PARAMETERN BRECHUNGSINDEX UND EXTINKTIONSKOEFFIZIENT	61

KAPITEL 6 DAS POLARIMETER

6.1 6.2 6.2.1 6.2.2 6.2.3 6.2.4 6.2.5 6.3 6.3.1 6.3.2	Das Messprinzip Aufbau Polarization State Generator Der Referenzdetektor Die Lichtquelle Polarization State Detector Elektronik und Datenerfassung Kalibration Justierung der optischen Komponenten Bestimmung der Gepätematrix	63 66 67 73 75 77 80 81 82 84
6.3.3 6.3.4 6.4	DIE VERIFIKATION BEURTEILUNG DER KALIBRATION EINSTELLEN DES POLARIMETERS AUF MESSPOSITION	87 89 90
КАРГ	TEL 7 MESSERGEBNISSE	94
7.1 7.2 7.3 7.4 7.4.1 7.4.2 7.4.3 7.4.4 7.4.5 7.4.6 7.5 7.5.1 7.5.2 7.5.3 7.5.4 KAPI	DURCHFÜHRUNG DER MESSUNGEN SIGNALE EINER MESSUNG AN NIOB AUSWERTUNG THERMOPHYSIKALISCHE DATEN NIOB TANTAL NICKEL WOLFRAM INCONEL 718 EISEN MESSUNSICHERHEIT DER NORMALE SPEKTRALE EMISSIONSKOEFFIZIENT DIE STRAHLUNGSTEMPERATUR DIE WAHRE TEMPERATUR THERMOPHYSIKALISCHE DATEN	94 95 98 107 107 112 118 122 127 128 130 130 131 131 132 133
KAPI	IEL 8 EAPERIMENTELLE SCHWIERIGREITEN	155
8.1 8.2 8.3 8.3.1 8.3.2 8.4	Instabilitäten durch Ausknicken Entladungen Korreliertes Rauschen der Detektorsignale Strahlprofil Magnetohydrodynamische Instabilitäten Oberflächenrauhigkeit	133 135 137 138 140 143
KAPITEL 9 AUSBLICK		
9.1 9.2	HAGEN – RUBENS Beziehung Übertragen der Polarimetermessungen auf andere Wellenlängen	146
9.3	MITTELS PYROMETRIE PYROMETRIE	148 149

9.4	Experimente an dickeren Proben	149	
9.5	Experimente im Hochdruckgefäß	150	
9.5.1	BESTIMMUNG DER MÜLLER MATRIX MIT EINEM PRISMA IM HOCHDRUCKGEFÄB	150	
9.5.2	BESTIMMUNG DER MÜLLER MATRIX MIT EINEM SPIEGEL IM HOCHDRUCKGEFÄß	151	
9.6	UNTERSUCHUNG DER ABHÄNGIGKEIT DES EMISSIONSKOEFFIZIENTEN VON DER		
	Oberflächenrauhigkeit	152	
ANHA	ANHANG		
Least – Souares – Fits der Messergebnisse			
OUFLI ENNACHWEIS			
VOLL	QUELLEIMACHWEIS		

Kapitel 1

Einleitung

1.1 Geschichtliche Entwicklung des Experiments in Graz

Bereits seit über 20 Jahren werden am Institut für Experimentalphysik der Technischen Universität Graz Messungen thermophysikalischer Daten von Metallen durchgeführt. Das Prinzip der zugrundeliegenden Messungen hat sich dabei nicht geändert, jedoch fand in dieser Zeit ein großer Fortschritt auf dem Gebiet der Datenerfassung sowie der Datenverarbeitung statt. Die Weiterentwicklung des Messaufbaues in dieser Zeit möchte ich im folgenden kurz skizzieren.

Im Rahmen seiner Diplomarbeit [1] baute Gallob 1979 aus Teilen, die Prof. Jäger aus Kiel mitbrachte, einen schnellen Entladekreis mit einer Kurzschlussschwingungsdauer von 6,2 μ s und einer Kapazität der Kondensatorbatterien von 5,4 μ F auf. Die typische Experimentdauer betrug bei dieser Anlage etwa 3 μ s. Gestartet und beendet wurde die Entladung über eine Dreielektroden – Zündfunkenstrecke. Dabei wurde die Gesamtspannung mittels eines ohmschen Spannungsteilers und der Stromverlauf mittels einer Tauchspule gemessen. Die Messungen erfolgten derart, dasss man den Bildschirm eines schnellen Analogoszilloskopes fotografierte und die erhaltenen Fotos digitalisierte. Um eine verlässliche Zeitbasis zu haben, wurde über jedes Messsignal zusätzlich ein mit einem Zeitmarkengenerator erzeugtes Signal gelegt. Die Erfassung und Auswertung der Daten stellte bei dieser Anordnung einen sehr großen Arbeitsaufwand dar, außerdem waren bedingt durch die Zündfunkenstrecke die Signale am Beginn des Experiments mit einem sehr starken Schwingen überlagert, was die Genauigkeit dieser Messungen zusätzlich beeinträchtigte.

Im Rahmen seiner Dissertation [2] baute Gallob ein Pyrometer welches bei zwei Wellenlängen (700 bzw. 800 nm) arbeitete. Mit dieser Anordnung wurde versucht, das Problem das durch das fehlende Wissen über den Emissionskoeffizienten auftritt zu umgehen, was jedoch aufgrund des Rauschens der Signale nicht zufriedenstellend gelöst werden konnte. Zusätzlich wurde eine Expansionsmessung installiert, die darauf beruhte, dass die Drahtprobe mit einem starken Hintergrundblitz beleuchtet und die Schwächung des Lichts durch den expandierenden Draht gemessen wurde.

Um die Stabilität der Drahtprobe bis zum Verdampfen des Metalls zu erhöhen und Entladungen zu vermeiden, konstruierte Pottlacher [3] ein Hochdruck – Entladegefäß, welches von der Firma VEW in Kapfenberg gefertigt wurde. Außerdem ist es mit diesem Hochdruckgefäß, welches statische Drücke bis 500 MPa zulässt möglich, kritische Daten von Metallen zu ermitteln, wenn man das Expansionsverhalten der Proben mittels eines schnellen optischen Verschlusses (KERR – Zelle) fotografisch diagnostiziert.

Um eine größere Messgenauigkeit zu erzielen konstruierte Kaschnitz im Rahmen seiner Dissertation [4] einen neuen Entladekreis mit einer Kapazität der Kondensatoren von 540 μ F und einem variablen Anpasswiderstand zwischen 0,5 und 1,5 Ohm. Mit diesem Aufbau wurde die Dauer des Experiments auf ca. 150 μ s erhöht, was eine wesentlich genauere Erfassung der Messdaten zulässt, sowie den Fehler der Spannungsmessung durch den induktiven Anteil stark verringert. Gestartet bzw. beendet wird das Experiment bei diesem Messaufbau, der abgesehen von einigen Modifikationen, auch im Rahmen dieser Arbeit verwendet wurde, mit Ignitronschaltröhren. Diese haben gegenüber den bis dahin verwendeten Zündfunkenstrecken den Vorteil, dass sie zuverlässiger arbeiten und ein wesentlich geringeres Einschwingverhalten haben. Zur Messung des Entladestromes wird eine kalibrierte PEARSON – Sonde verwendet, diese funktioniert auf dem Prinzip einer Induktionsspule mit internem Integrationsglied und liefert ein Spannungssignal, das dem zu messenden Strom direkt proportional ist.

Kaschnitz standen zwei digitale Tektronix Speicheroszilliskope zur Verfügung (je 2 Kanäle, 100 MHz Bandbreite, 8 Bit Speichertiefe) welche mit einem PC (286er Prozessor) ausgelesen werden konnten. Zur Auswertung wurde ein Computerprogramm geschrieben, welches die Ermittlung der thermophysikalischen Größen aus den gemessenen Signalen wesentlich vereinfachte.

1990 baute Obendrauf [5] zwei Pyrometerverstärker für den langsamen Entladekreis. Eine Version war mit einem logarithmischen Verstärker ausgestattet, um einen größeren Temperaturbereich abzudecken. Diese logarithmische Verstärkerschaltung zeigte jedoch nicht den gewünschten Erfolg und kam nicht zum Einsatz. Das Pyrometer mit dem linearen Verstärker hatte eine untere Einsatztemperatur von etwa 1600 K und lieferte sehr gute Ergebnisse. Aufgrund des optischen Aufbaues war es jedoch nicht möglich, dieses Pyrometer zu kalibrieren um damit die Strahlungstemperatur zu ermitteln. Zur Bestimmung der wahren Temperatur wurde das jeweilige Schmelzplateau der Probe als Temperaturfixpunkt herangezogen und die Annahme getroffen, dass der normale spektrale Emissionskoeffizient im Verlauf der gesamten flüssigen Phase konstant ist und den Wert, den er am Schmelzübergang hat, beibehält.

Diese Annahme kann zu sehr großen Fehlern führen, welche schwer abzuschätzen sind, da über das Verhalten des Emissionskoeffizienten im flüssigen Zustand damals keine verlässlichen Aussagen möglich waren. Erst mit der Installation des Laserpolarimeters im Rahmen dieser Arbeit wurde es möglich den Emissionskoeffizienten genau zu bestimmen und über den Fehler der durch die obenerwähnte Annahme auftritt eine Aussage zu treffen.

Um eine schnellere und genauere Expansionsmessung zu ermöglichen baute Nussbaumer 1993 im Rahmen seiner Diplomarbeit [6] eine Ansteuerung, um Teile eines CCD - Chips in kurzen Zeitabständen zu Belichten und danach auszulesen. Damit ist es möglich, in zeitlichen Abständen von ca. 10 µs eine Aufnahme eines kurzen Teils des Drahtes zu machen. Man erhält pro Experiment bis zu 18 Momentanaufnahmen der stark vergrößerten Probe wodurch die Expansionsmessung im Vergleich zur Methode mit der KERR – Zelle wesentlich verkürzt wird (bei der KERR – Zellenmethode ist pro Experiment nur eine Aufnahme, jedoch des gesamten Drahtes möglich, außerdem muss der Film erst entwickelt werden). Durch die Bildverarbeitungssoftware ist bei einer guten optischen Abbildung auch eine höhere Genauigkeit der Expansionsmessung möglich.

Versuche von Maichen [7] zeigten 1993, dass die Spannungsmessung mittels optischer Verfahren (KERR – Effekt) zwar prinzipiell möglich ist, der experimentelle Aufwand im Vergleich zum konventionellen Spannungsteiler jedoch wesentlich höher und die erzielte Genauigkeit nicht größer ist.

Boboridis untersuchte 1996 die kritischen Daten von Gold [8], was den Einsatz eines neuen Hochdruck – Entladegefäßes, welches Drücke bis 800 MPa zulässt, erforderte. Boboridis schrieb im Rahmen seiner Diplomarbeit ein sehr umfangreiches Auswerteprogramm, welches die Spannungskorrektur (Ermittlung und Subtraktion des induktiven Anteils am Spannungssignal) wesentlich vereinfachte und die Datenreduktion um einiges erleichterte und verkürzte.

Zur gleichen Zeit beschäftigte ich mich in meiner Diplomarbeit [9] mit der Bestimmung thermophysikalischer Daten des Legierungssystems Eisen – Nickel. In dieser Arbeit konnte gezeigt werden, dass mit der Pulsheizmethode prinzipiell auch Legierungssysteme vermessen werden können, jedoch ist darauf zu achten, dass durch im Zustand keine starken Phasenübergänge festen Abweichungen vom thermodynamischen Gleichgewicht auftreten. Zur Überprüfung ob solche Abweichungen auftreten, sollten, sofern dies möglich ist, Vergleiche mit statischen Messverfahren herangezogen werden (Wärmestromdifferenz - Kalorimetrie). Erstmals wurden in [9] die Wärmeleitfähigkeit sowie die Temperaturleitfähigkeit mit Hilfe das WIEDEMANN -FRANZ'schen Gesetztes für Legierungen abgeschätzt, der Vergleich mit Daten aus einer Laserflash Anlage zeigte eine sehr gute Übereinstimmung. Die von Nussbaumer [6] eingeführte Methode zur Spannungsmessung mittels Spannungsschneiden wurde verbessert, indem als Material für die Messschneiden Tantal verwendet wurde.

Eine Wärmestromdifferenz - Kalorimeter (Netzsch DSC 404) konnte im Jahr 2000 angeschafft werden, um einerseits diese Vergleiche im sich überlappenden Temperaturbereich von der unteren Einsatztemperatur des Pyrometers bis zur oberen Temperaturgrenze des Kalorimeters durchzuführen, und andererseits durch Berechnung der Temperatur aus den gemessenen Enthalpiewerten den Temperaturbereich für die Bestimmung thermophysikalischer Daten bis zur Raumtemperatur auszuweiten. Mit der Inbetriebnahme dieses Kalorimeters beschäftigt sich zur Zeit Wilthan im Rahmen seiner Diplomarbeit [11].

Als Grundlage für diese Arbeit war es notwendig, ein kalibrierbares Pyrometer zur Bestimmung der Strahlungstemperatur der zu untersuchenden Metalle zur Verfügung zu haben. Mit dem Design des optischen Aufbaus sowie mit der Entwicklung der Elektronik für ein solches Pyrometer beschäftigte sich Ruprechter während seiner Diplomarbeit [12] im Jahr 2000. Dieser optische Aufbau lässt eine Kalibration des Pyrometers an einer Wolframbandlampe zu. Die Elektronik wurde von der Elektronikgruppe am Institut optimiert und in dreifacher Ausfertigung gebaut, sodass eine Verstärkerelektronik mit einer Photodiode aus Indium - Gallium – Arsenid für Messungen im nahen Infrarot (Einsatztemperatur ca. 1100 K) zur Verfügung steht, sowie zwei Schaltungen mit einer Si – Photodiode, welche bei der Standartwellenlänge von 650 nm verwendet werden, wovon eines auf hohe Verstärkung ausgelegt wurde um eine möglichst geringe Einsatztemperatur zu erzielen und das andere für hochschmelzende Metalle ausgelegt ist. Dabei muss die Verstärkung nicht so hoch sein, was sich in einem wesentlich besserem Signal zu Rausch – Verhältnis ausdrückt.

Die Datenerfassung mittels Speicheroszilloskop wurde 1997 durch zwei Transientenrecorderboards (je zwei Kanäle, 10 MHz Bandbreite, 12 Bit Speichertiefe) ersetzt. Das Digitalisierungsrauschen ist dabei um beinahe eine Größenordnung geringer, gleichzeitig stehen die erfassten Daten sofort in einem PC zur Verfügung, was die Handhabung stark erleichtert.

Eine schnelle CCD – Kamera welche die fotografische Aufzeichnung der gesamten Probe zu einem vorgewählten Zeitpunkt ermöglicht, wurde vom Institut 1999 angeschafft. Diese Kamera, welche die Untersuchung der Probenstabilität während eines Experiments ermöglicht steht unserer Arbeitsgruppe zur Verfügung.

Im Rahmen dieser Verbesserungen des Versuchsaufbaues ist es gelungen, die Spannungs- und Strommessung mit hoher Genauigkeit zu ermöglichen, den größten Einfluss auf den Fehler der thermophysikalischen Daten hatte jedoch die Temperaturmessung, da man, wie bereits erwähnt, um auf die wahre Temperatur der Probe zu kommen, eine Annahme über den Verlauf des normalen spektralen Emissionskoeffizienten treffen musste. Um diesen Fehlereinfluss zu vermeiden war es naheliegend, eine Methode zu finden, den Emissionskoeffizienten auf experimentelle weise zu erhalten. Zu diesem Zweck wurde in dieser Arbeit ein Laserpolarimeter in den Versuchsaufbau integriert, dieses Vorhaben wurde vom Fonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung (FWF) unter Projekt Nummer P12775-PHY gefördert.

1.2 Das Messprinzip des Laserpolarimeters

Bei dem Microsecond Division of Amplitude Photopolarimeter (μ - DOAP) wird Laserstrahlung mit einer Wellenlänge von 684,5 nm auf die Drahtprobe fokussiert und der Polarisationszustand des reflektierten Strahls mit Hilfe des Polarization State Detectors (PSD) bestimmt. Aufgrund der kurzen Experimentdauer (ca. 30 µs) muss dieser Detektor ohne bewegliche Teile auskommen.

Aus der Änderung des Polarisationszustandes erhält man die ellipsometrischen Parameter ψ und Δ , diese geben die relative Änderung der Amplituden bzw. die Phasenverschiebung der beiden Komponenten (parallel und senkrecht zur Einfallsebene) des polarisierten Lichts an. Die ellipsometrischen Parameter sind eindeutig mit den festkörperphysikalischen Größen Brechungsindex n und Extinktionskoeffizient k verknüpft, woraus man für undurchsichtige Materialien den Reflexionskoeffizienten R und in weiterer Folge den normalen spektralen Emissionskoeffizienten ε bei der verwendeten Wellenlänge des Lasers erhält.

Durch den normalen spektralen Emissionskoeffizienten erhält man aus der Strahlungstemperatur, welche mit einem kalibrierten Pyrometer gemessen wird, die wahre Temperatur der Drahtprobe.

Diese Arbeit beschreibt die Integration des Polarimeters in den bestehenden Versuchsaufbau und gibt eine genaue Beschreibung der Funktionsweise dieses Messgerätes. Ergebnisse von Messungen an Niob, Nickel, Tantal Wolfram und Eisen sowie an der Legierung Inconel 718 werden gezeigt.

Kapitel 2

Messaufbau

2.1 Der mechanische Aufbau

Der von Kaschnitz entworfene Messaufbau war für die Integration des Microsecond Division of Amplitude Photopolarimeter (μ - DOAP) unzureichend, weshalb vor allem der mechanische Teil des Experiments völlig neu konstruiert wurde. Als Plattform, auf der sämtliche Komponenten der Messgeräte montiert werden können, dient eine 3000 x 1200 x 150 mm große Betonplatte mit einem Gewicht von ca. 1800 kg. In der Mitte dieser Platte befindet sich ein Loch mit einem Durchmesser von 300 mm, welches zur Durchführung des Stromanschlusses dient. Im zentralen Bereich der Platte ist eine quadratische, eloxierte Aluminiumplatte mit einer Seitenlänge von 1100 mm und einer Dicke von 15 mm aufgeschraubt. Diese Platte kann einfach mit Gewinden zur Montage der einzelnen Komponenten des Polarimeters sowie des optischen Pyrometers versehen werden.

Die Messplattform mit der Betonplatte und der aufgeschraubten Aluminiumplatte ist in Abb. 2-1 zu sehen. Die Betonplatte liegt auf zwei Sockeln welche ebenfalls aus Beton gefertigt sind auf, diese stehen zur Dämpfung auf dünnen Platten aus Styropor®.

2.2 Der elektrische Aufbau

Der elektrische Aufbau wurde weitestgehend so verwendet, wie er von Kaschnitz entworfen wurde, jedoch wurden einige Verbesserungen vorgenommen welche in diesem Kapitel kurz beschrieben werden sollen.

Abb. 2-2 zeigt das Schaltbild des verwendeten Entladekreises. Die Kondensatoren haben eine Kapazität von 540 μ F und können mittels einer Hochspannungsladeeinrichtung bis 10 kV geladen werden. Die gespeicherte Energie beträgt dabei über 20 kJ, bei einer Experimentdauer von 100 μ s entspricht das einer mittleren Leistung von etwa 20 MW.



Abb. 2-1: Der Versuchsaufbau mit dem Entladegefäß 1: Entladegefäß, 2: Polarization State Generator, 3: Polarization State Detector, 4: Pyrometer, 5: schnelle CCD – Kamera

Die Entladung des Kreises wird mit dem Zündignitron IG₁ gestartet und nach einer vorher bestimmten Zeit mit dem Kurzschlussignitron IG₂ beendet. Die genaue Funktionsweise dieser Ignitronschaltröhren wird in [4] ausführlich beschrieben. Um ein Schwingen der Kondensatorentladung zu vermeiden ist der Kreis stark gedämpft, um dies zu erreichen sind zwei Widerstände in den Kreis geschaltet. Der sogenannte Crowbarwiderstand R_{CROW} dient der Vernichtung der Energie nach dem Kurzschließen der Entladung und ist in Form einer kombinierten Serien- und Parallelschaltung von Graphitstäben mit einem Gesamtwiderstand von 0,2 Ohm ausgeführt. Als Anpasswiderstand R_{ANPASS} wurde von Kaschnitz ein auswechselbarer, niederinduktiver keramischer Scheibenwiderstand mit einem wahlweisen Widerstandswert von 0,5 bzw. 1,5 Ohm verwendet. Da diese Keramikwiderstände starken Belastungen nur schwer standhalten können (siehe [10]) wurde der Anpasswiderstand durch einen mäanderförmig gebogenem Widerstandsdraht mit einem Durchmesser von 1,5 mm und einer Gesamtlänge von ca. 2 m ersetzt. Dieser Widerstand hat drei Abgriffe und kann zwischen 0,25 und 0,75 Ohm variiert werden.

Die einzelnen Kondensatorbänke sind mit Kupferbändern verbunden. Als Leitungen im Schaltteil, welches die beiden Ignitrons und die Strommesssonde beinhaltet, wurden spezielle Hochspannungskabeln (freundlicherweise von der STEWEAG zur Verfügung gestellt) verwendet. Um eine möglichst geringe Induktivität des Kreises zu erreichen, sind die Leitungen vom Schaltteil zum Entladegefäß weitestgehend koaxial aufgebaut. Sämtliche Stromführungen wurden im Rahmen dieser Arbeit neu konstruiert und ausgeführt.

Die zeitliche Steuerung des Experiments erfolgt mit einem TTL – Impuls Generator, der bis zu fünf TTL – Impulse in einem exakt einstellbaren zeitlichen Abstand zueinander erzeugt. Der erste Impuls, welcher manuell ausgelöst wird, triggert die Datenerfassung. Nach einer Zeit von etwa 200 µs wird der Zündfunken für das Ignitron erzeugt, dies erfolgt über einen 0,25 µF Kondensator welcher auf 3 kV geladen ist. Die Entladung dieses Zündkreises wird mit sogenannten Krytronschaltern gestartet, nähere Angaben dazu sind ebenfalls in [4] zu finden. Ein weiterer Impuls kann z. B. zum Triggern der schnellen CCD – Kamera, oder zum Starten des Hintergrundblitzes und der CCD – Kamera für die Expansionsmessung (siehe [6]) verwendet werden. Nach einer zuvor eingestellten Zeit, die meist zwischen 30 und 50 µs beträgt, wird mit einem weiteren Impuls, der den Zündimpuls für das Kurzschlussignitron auslöst, das Experiment beendet.



Abb. 2-2: Der elektrische Aufbau des verwendeten Entladekreises

C: 540 μ F Kondensatorbank, HSLE: Hochspannungsladeeinheit, S: Schalter, IG_{1,2}: Ignitrons, R_{CROW}: Kurzschlusswiderstand, R_{ANPASS}: Anpasswiderstand, R_K u. L_K: Widerstand und Induktivität der Leitungen, SMS: Strommesssonde, EG: Entladegefäß, SS: Spannungsschneiden, R_P u. L_P: Widerstand und Induktivität der Probe, R₁₋₄: Teilerwiderstände, PY: Pyrometer, L: Linse, IF: Interferenzfilter, LL: Lichtleiter, D: Si – Photodiode, A: Verstärker, PC: Personalcomputer zur Datenerfassung, AD: Analog / Digital Konverter, PG: Pulsgenerator

Messaufbau

2.3 Messgrößen

Um eine Störung der Messsignale durch die starken elektromagnetische Felder, welche durch die hohen Stromimpulse verursacht werden zu verhindern, werden sämtliche Messleitungen in Kupferrohren mit einem Durchmesser zwischen 12 und 22 mm und einer Wandstärke von 2 mm geführt. Die PC's zur Datenerfassung sind in einer geschirmten Messkabine (Siemens Model B 83101-A1) untergebracht, welche eine elektromagnetische Abschirmung bis zu einer Frequenz von 1,0 GHz gewährleistet.

2.3.1 Die Datenerfassung

Wie erwähnt befindet sich die gesamte Datenerfassung sowie die Elektronik des Polarimeters in einer geschirmten Messkabine, an welcher ein Funkentstörfilter (bis 10 GHz) angebracht ist. Für die Größen Strom, Spannung und Pyrometersignal werden zwei Transientenrecorderboards T1012 der Firma IMTEC verwendet. Diese laufen in einem IBM kompatiblen PC mit einem 486er Prozessor. Jede der beiden Karten, die miteinander synchronisiert sind, kann zwei Kanäle mit einer Auflösung von 12 Bit und einer maximalen Abtastrate von 10 MHz aufzeichnen. Die Software INSIGHT ermöglicht ein einfaches Ansprechen und Auslesen der Messkarten, zur weiteren Verarbeitung der Daten werden diese im ASCII – Datenformat gespeichert.

Die vier Detektorsignale des Polarimeters werden ebenfalls mit einem Transientenrecorderboard aufgezeichnet, dieses befindet sich jedoch in einem separaten Rechner, der auch die Software zur Kommunikation mit der Verstärker- und Steuerelektronik des Polarimeters enthält. Diese Messkarte (Model PCI-416) von der Firma DATEL hat vier Kanäle mit einer Auflösung von 14 Bit und einer maximalen Abtastrate von 2,5 MHz.

Mittels eines Frequenzgenerators wurde überprüft, ob die beiden Datenerfassungssysteme synchron laufen. Dabei wurde festgestellt, dass nach einer Dauer von über 400 μ s die Abweichung der beiden Systeme weniger als 0,2 μ s beträgt, was völlig zufriedenstellend ist.

Messaufbau

2.3.2 Der Strom

Der Strom wird mit einer Messspule der Firma Pearson Electronics, Inc. gemessen. Durch das eingebaute Integrationsglied ist das erhaltene Signal direkt dem zu messenden Strom proportional. Bei früheren Arbeiten (siehe z. B. [10]) war das Stromsignal beim Zündsowie beim Kurzschlusszeitpunkt mit einem starken Schwingen überlagert, dieses Schwingen rührte vom schlecht geschirmten Entladekreis zur Zündung der Ignitrons her. Durch ein Unterbringen der Strommessspule in eine Weicheisenbox, welche nur kleine Öffnungen zur Durchführung der Stromleitung hat, konnte der Einfluss dieser Einstreuung auf das Stromsignal stark verringert werden (siehe Abb. 2-3).



Abb. 2-3: Stromsignale zum Zeitpunkt des Zündens des Ignitrons blau: Strommesssonde mit Schirmung, rot: Strommesssonde ohne Schirmung

Diese Strommesssonde muss regelmäßig kalibriert werden. Bei der zuletzt von der Firma Nucletron in München, BRD durchgeführten Kalibration wurde ein Faktor von 79,6 A/V erhalten. Da die Datenerfassung nur Signale bis zu \pm 5 V detektieren kann, wurde ein Spannungsteiler mit einem Teilungsverhältnis von 1 : 31,2 gebaut. Um Reflexionen des Messsignals zu verhindern wurde der Teiler sowohl mit einem Eingangs- als auch mit einem Ausgangswiderstand von 50 Ohm konzipiert. Damit ergibt sich als Gesamtfaktor für die Strommessung folgende Größe: 2483,5 A/V.

2.3.3 Die Spannung

Zur Messung des Spannungsabfalls entlang der Drahtprobe wurde die von Nussbaumer eingeführte Methode der Spannungsschneiden weiterentwickelt. Als Spannungsschneiden dienen zwei 0,15 mm dicke und ca. 2 mm breite Blechstreifen aus Tantal. Dabei wird jeweils die Potentialdifferenz gegen Erde gemessen, die beiden Signale werden mit einem hochohmigen Teiler geteilt und voneinander subtrahiert. Die beiden Spannungsschneiden werden wie in Abb. 2-4 gezeigt am Probenhalter befestigt.



Abb. 2-4: Montage der Spannungsschneiden
1: Probendraht, 2: Spannungsschneide, 3: Probenhalter, 4: Klemmring,
5: Distanzstück aus Pertinax ®, 6: Klemmschraube, 7: Messingbügel,
8: Lötöse mit Kabel

Als Teilungsverhältnis für den Teiler, der die Potentialdifferenz der "heißen" Spannungsschneide reduziert, wurde 1 : 1029,4 ermittelt, für den Teiler, welcher das "kalte" Signal teilt, ergab sich 1 : 309,4. Damit ergibt sich für den Spannungsabfall U₀ zwischen den beiden Spannungsschneiden ohne Korrektur des induktiven Anteils:

$$U_0 = 1029, 4 \cdot U_H - 309, 4 \cdot U_K \tag{2-1}$$

mit: U_{H} gemessene heiße Spannung, U_{K} gemessene kalte Spannung

Dieser Spannungsabfall setzt sich aus folgenden Komponenten zusammen:

$$U_0 = R \cdot I + L_p \frac{dI}{dt} + I \frac{dL_p}{dt}$$
(2-2)

mit: R Widerstand der Drahtprobe zwischen den Spannungsschneiden, I Strom, L_P Induktivität der Probe, t Zeit

Genaue Details zur Korrektur des induktiven Anteils an der Gesamtspannung sind in [13] zu finden. Hier sei nur kurz erwähnt, das der dritte Term in Gl. (2-2) vernachlässigt werden kann. Die Induktivität des Entladegefäßes wird für jedes Experiment neu bestimmt, da diese Größe sehr stark vom Abstand der Probenhalter abhängt, welcher nicht bei jedem Experiment der gleiche ist. Diese Bestimmung funktioniert folgendermaßen:

Beim Start des Experiments beginnt der Strom beim Wert Null, die Spannung beginnt jedoch mit einem Sprung ΔU_0 , welcher rein Induktiv ist (zweiter Term in Gl. 2-2). Aus der Höhe dieses Spannungssprunges und der Steigung des Stromes zum Anfangszeitpunkt des Experimentes lässt sich die Induktivität des Gefäßes bestimmen, der induktive Anteil der Spannung ist mit der erhaltenen Induktivität und der ersten Ableitung des Stromverlaufes nach der Zeit für das gesamte Experiment einfach zu bestimmen. Eine Abschätzung des Fehlers, welcher sich bei einer Vernachlässigung dieser Korrektur ergeben würde findet sich in [13].

Der Abstand der beiden Spannungsschneiden wird mit einem Kathetometer ermittelt.

2.3.4 Die Strahlungstemperatur

Der physikalische Hintergrund der Temperaturmessung mit einem optischen Pyrometer sowie der optische Aufbau des verwendeten Messgerätes wird ausführlich in Kapitel 3 beschrieben, in diesem Kapitel soll kurz auf den elektrischen Aufbau des Pyrometers eingegangen werden.

Um mit einem Pyrometer die Strahlungstemperatur der Drahtproben bei einem schnellen Pulsheizexperiment bestimmen zu können, werden an die Verstärkerelektronik sowie an den Strahlungsdetektor im Wesentlichen folgende Anforderungen gestellt:

13

- Eine hohe Empfindlichkeit um eine geringe Einsatztemperatur zu gewährleisten
- Eine möglichst große Bandbreite, da das gesamte Experiment nur etwa 30 µs dauert
- Ein geringes Rauschen, um eine hohe Temperaturauflösung zu erzielen
- Linearität über den gesamten Bereich, um das Pyrometer kalibrieren zu können
- Eine hohe thermische und zeitliche Stabilität der Schaltungsparameter, da eine Kalibration ansonsten vor jeder Messserie notwendig wäre

Diese zum Teil widersprüchlichen Anforderungen wurden in der von Ruprechter [12] entwickelten Schaltung sehr gut erfüllt, die in dieser Arbeit verwendete Version ist eine von der Elektronikarbeitsgruppe am Institut gebaute Weiterentwicklung dieser Schaltung. Wie in Kapitel 1.1 erwähnt, stehen drei verschiedene Schaltungen zur Verfügung. Für die Temperaturmessung an niederschmelzenden Metallen wie Eisen oder Nickel wird eine Schaltung mit einer InGaAs – Photodiode verwendet. Da das Interferenzfilter zur Auswahl des Wellenlängenbereichs im optischen Teil des Pyrometers sitzt, ist dafür ein eigener optischer Aufbau notwendig, der bis auf das verwendete Interferenzfilter mit einer Zentrumswellenlänge λ von 1555 nm und einer Halbwertsbreite $\Delta\lambda$ von 80 nm, mit dem für diese Arbeit verwendeten Aufbau ($\lambda = 649,7$ nm, $\Delta\lambda = 37,2$ nm) völlig identisch ist.

Zwei Verstärkerelektroniken sind mit einer Silizium – Photodiode ausgestattet und arbeiten bei einer Zentrumswellenlängen von 650 nm. Eine dieser beiden Einheiten ist auf eine hohe Empfindlichkeit ausgelegt, um eine möglichst geringe Einsatztemperatur zu erreichen. Es sei hier jedoch darauf hingewiesen, dass bei einer Erniedrigung der Einsatztemperatur der zu messende Temperaturbereich des Pyrometers stark verringert wird, weshalb bei der zweiten Einheit auf die Empfindlichkeit kein Wert gelegt wurde, damit wird einerseits ein großer Temperaturbereich (von ca. 2000 K bis über 6000 K) abgedeckt und andererseits das Rauschen sehr gering.

Nähere Details zur Elektronik der eingesetzten Pyrometer sind in [12] zu finden.

Messaufbau

2.3.5 Kurzzeitaufnahmen

Zur fotografischen Aufnahme der Drahtproben während einem beliebigen, zuvor festgelegten Zeitpunkt stand eine schnelle CCD – Kamera (DiCAM-PRO der Firma PCO Computer Optics GmbH, 93309 Kelheim, BRD) zur Verfügung. Diese Kamera ist zur Bildverstärkung mit einer Multi Channel Plate ausgestattet was Kurzzeitaufnahmen mit einer minimalen Belichtungszeit von 3 ns erlaubt. Die Anordnung der Kamera ist in Abb. 2-1 zu sehen. Eine Anordnung der Kamera in Richtung der Hauptachse des Experiments ist nicht möglich, obwohl dabei auf den Spiegel verzichtet werden könnte, da bei dieser Anordnung die Gefahr bestehen würde, dass der Laserstrahl, nachdem die Probe verdampft ist, direkt auf die Multi Channel Plate trifft, was diese wahrscheinlich beschädigen würde. Durch diese Kamera war es möglich, die Stabilität des Probendrahtes bei verschiedenen Versuchsparametern zu überprüfen und diese zu optimieren, außerdem konnten damit elektrische Entladungen an den Drahtklemmen bei sehr hohen Temperaturen gesehen und Strategien zur Vermeidung dieser Entladungen gefunden werden (siehe Kapitel 8.2).

Das Eigenleuchten der heißen Drahtproben reichte auch bei einer Belichtungszeit von nur 3 ns aus, um ausreichend belichtete Bilder zu erhalten, weshalb auf eine aufwendige Beleuchtung des Drahtes mit einer Blitzlampe, wie es bei der Expansionsmessung mit dem schnellen CCD – Kamerakopf notwendig ist, verzichtet werden konnte. Eine solche Beleuchtung wäre in diesem Fall auch nicht möglich gewesen, da das Blitzlicht einen nicht konstanten Hintergrund für das Polarimetersignal erzeugt und auch einen kleinen Beitrag zum Signal des Polarimeters liefern würde. In Vorversuchen wurde versucht, diesen Hintergrund zu korrigieren, was jedoch nicht vollständig gelingt und vor allem die Polarimetermessungen stark verfälscht.

2.4 Das Entladegefäß

Im Verlaufe dieser Arbeit wurden mehrere Entladegefäße konstruiert und von der Institutswerkstätte gefertigt, wobei hier nur auf das letzte Modell, welches bei den meisten in dieser Arbeit präsentierten Messungen zum Einsatz kam, eingegangen werden soll. An das Entladegefäß werden in diesem speziellen Fall folgende Anforderungen gestellt:

- Das Entladegefäß muss den entstehenden Metalldampf auffangen, damit dieser nicht nach außen dringen und z. B. die Linsen des Polarimeters beschlagen kann
- Das Gefäß muss bis zu Drücken von 2 bar dicht sein, da eine Gasatmosphäre zur Verhinderung von Entladungen bei einigen Materialien notwendig ist
- Die Wände des Gefäßes müssen den Entladestrom über den Umfang möglichst gleichmäßig verteilt leiten, um eine elektrodynamische Kraftwirkung auf den Draht zu verhindern
- Die Stromdurchführungen müssen so konzipiert sein, dass der gesamte Strom wirklich durch den Draht fließt und keine Entladungen entstehen oder Kurzschlussströme am Draht vorbeifließen
- Die Messkabel zur Ermittlung des Spannungsabfalls müssen nach außen geführt werden
- Das Gefäß sollte einfach zu reinigen sein
- Das Fenster zur Messung der Strahlungsintensität der Drahtoberfläche muss einfach und schnell auswechselbar sein
- Die beiden Fenster, welche zur polarimetrischen Untersuchung der Materialeigenschaften notwendig sind, müssen spannungsfrei eingesetzt werden können, um die Entstehung von Doppelbrechung durch mechanische Spannungen im Glas zu vermeiden
- Der Probendraht muss reproduzierbar an eine definierte Position eingesetzt werden können
- Eine Vorrichtung zum Spannen des Probendrahtes muss vorhanden sein
- Das Entladegefäß muss senkrecht und in einer exakt reproduzierbaren Position montiert werden können
- Das Gefäß muss eine Vorrichtung zum Spülen mit Gas haben
- Das Gefäß sollte innen möglichst gering reflektierend sein, um zu vermeiden, dass Reflexionen des Lasers und der Oberflächenstrahlung des Drahtes ins Pyrometer bzw. Polarimeter gelangen

Abb. 2-5 zeigt eine Gesamtansicht des Entladegefäßes, sowie der Halterung zur Montage des Gefäßes am Experimentiertisch. Die meisten Teile sind aus Aluminium gefertigt (in





Abb. 2-5: Das Entladegefäß

1: Gehäuse aus Aluminium, 2: Drahtklemmung, 3: Spannvorrichtung, 4: Aludeckel, 5: Drahtprobe, 6: Glasfenster für Pyrometer, 7: BK7 – Fenster für Polarimeter, 8: Isolierung für Stromdurchführung, 9: Halterung, 10: Aluminiumplatte, 11: Betontisch, 12: Stromzuführung, 13: Stromabführung, 14: Schlauch zum Spülen mit Schutzgas, 15: Messdraht zur Spannungsmessung, 16: Erdpotential für Spannungsmessung, 17: o-Ring, 18: Messingscheibe, 19: flexibler Vakuumschlauch zur elektromagnetischen Abschirmung

Da diese Eloxalschicht sehr gut elektrisch isoliert, ist sie an jenen Stellen wo elektrischer Kontakt erforderlich ist entfernt. Zur Isolation reicht diese Schicht jedoch nicht aus, weshalb im unteren Bereich des Gefäßes, wo der Strompfad durchgeführt wird, die Stromzuleitung aus Messing (gelb schraffiert), durch Trovidurteile (grau) vom Aluminiumgehäuse getrennt ist.

Zur Abdichtung sind sämtliche Durchführungen mit O – Ringen versehen, damit ist gewährleistet, dass Drücke bis zu 3 bar problemlos über längere Zeit im Entladegefäß aufrechterhalten werden können. Dies ist notwendig, da die Schutzgasatmosphäre schon vor dem Justieren des Polarimeters eingebracht werden muss weil durch die Druckkräfte die Fenster leicht kippen werden, was ein Dejustieren des Strahlenganges zur Folge hat.

Als Fenster werden Scheiben aus BK7 verwendet, dieses Glas wird bei der Fertigung einer speziellen Temperaturbehandlung unterzogen, sodass Spannungen die beim Abkühlen entstehen und das Fenster doppelbrechend machen, nicht auftreten. Dies ist notwendig, da eine doppelbrechende Scheibe den Polarisationszustand des Laserlichts in einer nicht vorhersehbaren Weise verändern würde und eine Aussage über die Festkörpereigenschaften des Probendrahtes nicht mehr möglich wäre. Die Fenster müssen deshalb auch so montiert werden, dass keine mechanischen Spannungen auftreten, was den gleichen Effekt zur Folge hätte.

Die Montage der Fenster ist in Abb. 2-6 zu sehen. Die beiden O – Ringe erfüllen dabei nicht nur den Zweck einer Dichtung, sondern ermöglichen auch das oben erwähnte spannungsfreie Montieren der Glasfenster. Die Ausnehmung für die Fenster sind quadratisch ausgefräst, damit hat man die Möglichkeit als Fenster quadratische Stücke, die man durch Brechen einer großen Scheibe erhält, zu verwenden. Dadurch verringert sich der Preis für die Fenster im Vergleich zu runden Scheiben, wie sie üblicherweise verwendet werden, um zirka zwei Drittel. Da die Fenster durch den entstehenden heißen Metalldampf beschichtet werden und somit nur einmal verwendet werden können, spielt dieser Faktor eine wesentliche Rolle.



Abb. 2-6: Montage der Fenster 1: Gefäßwand, 2: Spannrahmen, 3: o-Ring, 4: Fenster aus BK7, 5: Spannschraube

Zum Spülen mit Gas befinden sich zwei Schlauchanschlüsse im Gefäß. Der obere Schlauch dient der Zuleitung und ist direkt mit der Gasflasche verbunden. Im unteren Schlauch, der in ein Wasserbad geleitet wird, befindet sich ein Kugelhahn zum Absperren des Systems. Der Druck wird direkt mit dem Druckreduzierungsventil an der Gasflasche eingestellt. Dieses Gassystem bietet neben dem eigentlichen Zweck, der Bereitstellung einer Löschgasatmosphäre, auch die Möglichkeit, das Entladegefäß nach dem Experiment mit Gas zu spülen und den feinen Metallstaub aus dem Gefäß zu blasen und im Wasserbad zu binden, was die Staubbelastung sämtlicher optischen Systeme wesentlich verringert.

Das gesamte Gefäß wird nach jedem Experiment vom Labortisch entfernt und gereinigt. Es besteht aus zwei Teilen, dem eigentlichen Gehäuse mit den Fenstern und den Stromanschlüssen und einer Einheit, bestehend aus dem Deckel und den Klemmvorrichtungen für den Probendraht. Nachdem die Fenster neu eingesetzt sind wird das Gehäuse auf die Halterung (Teil 9 in Abb. 2-5) gesteckt und so gedreht, das der vom Polarization State Generator (PSG) kommende Laserstrahl am Eintrittsfenster in sich selbst reflektiert wird. Der Draht wird im anderen Teil des Gefäßes eingesetzt und die Spannungsschneiden, welche ebenfalls bei jedem Experiment erneuert werden müssen, kontaktiert. Danach wird dieser Teil mit dem Gehäuse verschraubt und die BNC – Stecker zur Spannungsmessung verbunden. Der Kontakt für den Entladestrom erfolgt bei der Stromzuführung (Teil 12 in Abb. 2-5) mit einem Bananenstecker, der Teil 13, über den die Stromabfuhr erfolgt, ist mit Einschnitten versehen und wird mit einem Schlauchbinder auf die koaxial ausgeführte Stromleitung geklemmt.

Die Durchführung der Kabel zur Messung des Spannungsabfalls ist ebenfalls mit O – Ringen abgedichtet, welche mit einer Messingscheibe (Teil 18) auf den Deckel gedrückt werden um ihre Dichtwirkung zu entfalten.

Kapitel 3

Temperaturmessung

Bedingt durch die hohen Temperaturen welche bei Pulsheizexperimenten erreicht werden, sowie der überaus kurzen Experimentdauer von nur einigen μ - Sekunden ist die Bestimmung der Probentemperatur ausschließlich mit optischen, kontaktlosen Methoden möglich. In diesem Kapitel soll kurz auf die grundlegenden Konzepte der optischen Pyrometrie eingegangen werden, eine nähere Beschreibung der Probleme und Grenzen der kontaktlosen Temperaturbestimmung ist z. B. in [12] [14] und [15] zu finden.

3.1 Strahlungsgrößen

Die von einer Oberfläche mit der thermodynamischen Temperatur T ausgesandte elektromagnetische Strahlung wird als Temperaturstrahlung bezeichnet und hängt nur von der Temperatur sowie der chemisch – physikalischen Beschaffenheit der strahlenden Oberfläche ab.

Der Strahlungsfluss \u03c6 (Einheit im SI – System: Watt) gibt die von der Oberfläche abgestrahlte Leistung an.

$$\phi = \frac{dQ}{dt} \tag{3-1}$$

mit: Q abgestrahlte Energie, t Zeit

Betrachtet man den von einem Flächenelement dA im Zentrum einer Kugel mit dem Radius R unter dem Winkel ϑ zur Flächennormalen auf ein Flächenelement dA' auf der Oberfläche dieser Kugel ausgesandten Strahlungsfluss so erhält man:

$$d^{2}\phi = L \cdot dA \cdot \cos \vartheta \cdot \frac{dA'}{R^{2}} = L \cdot dA \cdot \cos \vartheta \cdot d\Omega$$
(3-2)

mit: L Strahldichte, dΩ Raumwinkelelement

Die Strahldichte L gibt dabei die Strahlungseigenschaften unabhängig von der Größe der strahlenden Fläche an, sie hängt jedoch von der Abstrahlungsrichtung ab. Die Einheit der Strahlstärke ist Watt pro Quadratmeter (W/m²). Die spektrale Strahldichte L_{λ} gibt die Strahldichte bei einer Wellenlänge λ an, sie hängt mit der Strahldichte L folgendermaßen zusammen:

$$L = \int_{0}^{\infty} L_{\lambda} \cdot d\lambda .$$
 (3-3)

3.2 Schwarzkörperstrahlung

Als Schwarzen Körper oder Schwarzen Strahler bezeichnet man eine idealisierte Oberfläche, welche die gesamte auf sie auftreffende Strahlung unabhängig von der Wellenlänge und von der Einstrahlungsrichtung absorbiert. Ebenso ist die von einem Schwarzen Körper emittierte Strahlung von der Abstrahlungsrichtung unabhängig. Außerdem stellt die von einem Schwarzen Strahler emittierte Strahlung ein Maximum dar, das von keiner realen Oberfläche bei gleicher Temperatur und Wellenlänge erreicht werden kann.

Man stellt sich einen Schwarzen Strahler als evakuierten Hohlraum vor, dessen Wände überall die gleiche Temperatur haben. Dieser Hohlraum habe eine sehr kleine Öffnung, sodass die aus dieser Öffnung austretende Strahlung das thermische Gleichgewicht im Inneren des Hohlraumes nicht stört.

Die spektrale Strahldichte eines Schwarzen Strahlers $L_{\lambda,S}$ in Abhängigkeit von der Temperatur und der Wellenlänge wird durch die PLANCKsche Strahlungsformel angegeben.

$$L_{\lambda,S}(\lambda,T) = \frac{c_1}{\lambda^5} \cdot \left(e^{\frac{c_2}{\lambda T}} - 1\right)^{-1}$$
(3-4)

mit: c₁, c₂ erste und zweite PLANCKsche Konstante

Der revolutionäre Ansatz, welcher PLANCK zu dieser Formel geführt hat, ist die Annahme, dass die Energie nicht stetig sondern nur in endlichen "Quanten" abgestrahlt wird. Mit dieser Formel konnte PLANCK das WIENsche Gesetz, welches bei großen Wellenlängen und kleinen Temperaturen eine gute Näherung für das Abstrahlverhalten eines Schwarzen Körpers darstellt, und das RAYLEIGH – JEANSsche Gesetz, welches einen Schwarzen Körper bei kleinen Wellenlängen und hohen Temperaturen näherungsweise beschreibt, durch den exakten Ausdruck ersetzen.

Die beiden PLANCKschen Konstanten c_1 und c_2 lassen sich mittels folgender Beziehungen aus Naturkonstanten darstellen.

$$c_1 = 2 \cdot h \cdot c_0^2$$

$$c_2 = \frac{h \cdot c_0}{k}$$
(3-5)

mit: h PLANCKsches Wirkungsquantum, c₀ Lichtgeschwindigkeit im Vakuum, k BOLTZMANN Konstante

3.3 Reale Strahler

Bei einer gegebenen Temperatur strahlt ein Schwarzer Körper ein Maximum an Strahldichte ab, jeder reale Strahler hat bei gleicher Temperatur eine Strahldichte die kleiner ist als jene des Schwarzen Körpers. Das Verhältnis der Strahldichte L eines realen Strahlers zu jener eines Schwarzen Strahlers L_S wird Emissionskoeffizient genannt. Man unterscheidet dabei, je nachdem welcher Raumwinkel- und Frequenzbereich interessiert, folgende Emissionskoeffizienten:

Der spektrale richtungsabhängige Emissionskoeffizient

$$\varepsilon(\lambda;\Theta,\phi;T) = \frac{L_{\lambda}(\lambda,\Theta,\phi,T)}{L_{\lambda,S}(\lambda,T)}$$
(3-6)

mit: λ Wellenlänge, Θ und ϕ Winkel zu einer ausgezeichneten Ebene im Raum senkrecht und parallel zur Flächennormalen, T Temperatur

gibt das Verhältnis der Strahldichten bei einer bestimmten Wellenlänge für eine bestimmte Richtung im Raum an.

Der spektrale hemisphärische Emissionskoeffizient

$$\varepsilon(\lambda;2\pi;T) = \frac{\int_{0}^{2\pi} \int_{0}^{\pi/2} L_{\lambda}(\lambda,\Theta,\phi,T) \cdot \cos\Theta \cdot \sin\Theta \cdot d\Theta \cdot d\phi}{\int_{0}^{2\pi} \int_{0}^{\pi/2} L_{\lambda,S}(\lambda,T) \cdot \cos\Theta \cdot \sin\Theta \cdot d\Theta \cdot d\phi}$$
(3-7)

gibt das Verhältnis der Strahldichten, integriert über den gesamten Halbraum, bei einer Wellenlänge λ an.

Der totale hemisphärische Emissionskoeffizient

$$\varepsilon(T,2\pi) = \frac{\int_{0}^{2\pi} \int_{0}^{\pi/2} \int_{0}^{\infty} L_{\lambda}(\lambda,\Theta,\phi,T) \cdot \cos\Theta \cdot \sin\Theta \cdot d\Theta \cdot d\phi \cdot d\lambda}{\int_{0}^{2\pi} \int_{0}^{\pi/2} \int_{0}^{\infty} L_{\lambda,S}(\lambda,T) \cdot \cos\Theta \cdot \sin\Theta \cdot d\Theta \cdot d\phi \cdot d\lambda}$$
(3-8)

ist das Verhältnis der Strahldichte eines realen Strahlers integriert über den gesamten Halbraum und über den gesamten Wellenlängenbereich, zur Strahldichte eines Schwarzen Körpers im selben Raum- und Spektralbereich.

Eine besondere Rolle in der Pyrometrie spielt der **normale spektrale Emissionskoeffizient** $\varepsilon(\lambda, \bot, T)$, dies ist der spektrale richtungsabhängige Emissionskoeffizient für die Richtung senkrecht zur Oberfläche. Im weiteren Verlauf dieser Arbeit wird für den normalen spektralen Emissionskoeffizient das Symbol $\varepsilon_{\lambda, \bot}$ verwendet.

Aus dem in Kapitel 3.2 Gesagten ergibt sich für den Emissionskoeffizienten folgende Grenzbedingung:

$$0 \le \varepsilon \le 1 \tag{3-9}$$

3.4 Bestimmung der Schwarzkörpertemperatur

Zur Bestimmung der Temperatur eines Schwarzkörpers schreibt die Internationale Temperaturskala von 1990 (ITS-1990) vor, das Verhältnis der spektralen Strahldichte $L_{\lambda}(\lambda, T)$ bei der zu messenden Temperatur T, und der spektralen Strahldichte $L_{\lambda}(\lambda, T_{Au})$ bei der Erstarrungstemperatur T_{Au} des Goldes zu bestimmen [16]. Da man die spektrale Strahldichte nicht bei einer bestimmten Wellenlänge, sondern nur in einem Wellenlängenintervall $\Delta\lambda$, messen kann, ist es praktisch nur möglich, folgendes Verhältnis Q experimentell zu bestimmen:

$$Q = \frac{\int L_{\lambda,S}(\lambda, \perp, T) \cdot F(\lambda) \cdot d\lambda}{\int L_{\lambda,S}(\lambda, \perp, T_{Au}) \cdot F(\lambda) \cdot d\lambda}$$
(3-10)

mit: $F(\lambda)$ spektraler Durchlassgrad des optischen Systems

Bei Kenntnis der übrigen Parameter kann man aus dem Verhältnis Q die Temperatur T des Schwarzkörperstrahlers bestimmen. Es sei jedoch darauf hingewiesen, das die Ermittlung der Temperatur nach den Vorschriften der ITS-1990 aus dem Verhältnis Q numerisch sehr aufwendig ist. Durch die Einführung der mittleren effektiven Wellenlänge $\lambda_{m, eff}$ wird diese Auswertung wesentlich vereinfacht.

Unter der mittleren effektiven Wellenlänge für zwei Temperaturen T₁ und T₂ versteht man dabei jene Wellenlänge, bei welcher das Verhältnis Q aus Gleichung (3-10) gleich wird dem Verhältnis Q' der spektralen Strahldichten bei $\lambda_{m, eff}$.

$$Q' = \frac{L_{\lambda_{m,eff},S}(\lambda_{m,eff}, \bot, T_1) \cdot F(\lambda_{m,eff})}{L_{\lambda_{m,eff},S}(\lambda_{m,eff}, \bot, T_2) \cdot F(\lambda_{m,eff})}$$
(3-11)

Da die mittlere effektive Wellenlänge von der zu messenden Temperatur T selbst abhängt kann man die Temperatur T₁ nicht direkt aus Gleichung (3-11) bestimmen. Die genaue Vorgangsweise zur Bestimmung der Temperatur aus dem Verhältnis Q durch Einführen der effektiven Wellenlänge λ_{eff} ist ausführlich in der Literatur beschrieben, siehe dazu z. B. [12], [14] und [17].

3.5 Strahlungstemperatur und wahre Temperatur

Verhält sich das Objekt, dessen Temperatur zu bestimmen ist, nicht wie ein Schwarzer Körper, was im Allgemeinen der Fall sein wird, so kann man die wahre Temperatur dieses Objektes mit einem Pyrometer nicht bestimmen. Man kann lediglich eine Pseudotemperatur T_{rad} messen, die mit der wahren Temperatur mittels des Emissionskoeffizienten ε verknüpft ist. Diese Pseudotemperatur T_{rad} nennt man Strahlungstemperatur (der Index kommt dabei vom englischen Wort *radiance*), sie ist folgendermaßen definiert:

$$L_{\lambda,S}(\lambda, T_{rad}) = \varepsilon(\lambda, \bot, T) \cdot L_{\lambda,S}(\lambda, T), \qquad (3-12)$$

d. h. die Strahlungstemperatur ist jene Temperatur, die ein Schwarzer Körper haben muss, um die gleiche Strahldichte L wie der Körper mit der wahren Temperatur T und dem Emissionskoeffizienten $\varepsilon_{\lambda, \perp}$ auszusenden.

Aus dem PLANCKschen Strahlungsgesetz (Gleichung 3-4) ergibt sich folgender Zusammenhang zwischen der Strahlungstemperatur T_{rad} und der wahren Temperatur T:

$$T = \frac{c_2}{\lambda} \left\{ \ln \left[\varepsilon \left(e^{\frac{c_2}{\lambda T_{rad}}} - 1 \right) + 1 \right] \right\}^{-1}$$
(3-13)

Aus den Gleichung (3-9 und 3-13) ist ersichtlich, dass die Strahlungstemperatur niemals größer als die wahre Temperatur eines realen Körpers sein kann.

Ist die Bestimmung des Emissionskoeffizienten nicht möglich, so muss über dessen Verlauf eine Annahme getroffen werden. Ordnet man der Intensität am Schmelzübergang die Schmelztemperatur aus der Literatur zu und vergleicht diese Strahlungsintensität mit der gemessenen Intensität zu einem beliebigen Zeitpunkt t, so ergibt sich für den Verlauf der wahren Temperatur:

$$T(t) = \frac{c_2}{\lambda \ln \left[1 + \frac{\varepsilon(\lambda, T)}{\varepsilon_m(\lambda, T_m)} \frac{I_m(T_m)}{I(t)} \left(e^{\frac{c_2}{\lambda T_m}} - 1\right)\right]}$$
(3-14)

der Index m bezeichnet die entsprechenden Größen am Schmelzübergang

Sämtlich in Gleichung 3-17 vorkommenden Größen, welche von der Geometrie oder der Durchlässigkeit des optischen Systems abhängen, kürzen sich bei dieser Verhältnisbildung raus, und man kann ohne das Pyrometer zu kalibrieren die Temperatur der Probe ermitteln. Die Annahme über den Emissionskoeffizienten wird meist so getroffen, dass das Verhältnis $\varepsilon/\varepsilon_m$ im gesamten Temperaturbereich 1 gesetzt wird, d. h. man nimmt an, dass der Emissionskoeffizienten während des gesamten Experiments den Wert, den er am Schmelzübergang annimmt beibehält. Der durch diese Annahme auftretende Fehler ist prinzipiell nicht abzuschätzen, erst mit der Messung des Emissionskoeffizienten kann über den daraus resultierenden Fehler eine Aussage getroffen werden, dies wird in Kapitel 7.4 ausführlich diskutiert.

Das PLANCKsche Strahlungsgesetz kann mit einem Fehler von weniger als 0,5 % durch das WIENsche Strahlungsgesetz (Gleichung 3-15) ersetzt werden, falls Bedingung (3-16) erfüllt ist.

$$L_{\lambda,S}(\lambda,T) = 2 \cdot c_1 \cdot \lambda^{-5} \cdot e^{-\frac{c_2}{\lambda T}}$$
(3-15)

$$\lambda \cdot T \le 2472\,\mu m \cdot K \tag{3-16}$$

Durch die Möglichkeit, heutzutage sämtliche Gleichungen unter Zuhilfenahme von elektronischen Rechenmaschinen schnell und einfach handhaben zu können, ist die näherungsweise Beschreibung eines Schwarzen Körpers mittels des WIENschen Gesetzes nicht mehr notwendig. Das WIENsche Gesetz lässt sich jedoch durch ein sogenanntes Normogramm (Abb. 3-1) auf eine schöne Weise grafisch darstellen [18].



Abb. 3-1: Normogramm zur grafischen Darstellung des Zusammenhanges zwischen wahrer Temperatur T und Strahlungstemperatur T_{rad} bei einer Wellenlänge von 650 nm

Aus Abb. 3-1 ist zu ersehen, dass der relative Fehler der wahren Temperatur von der Temperatur selbst abhängt. Bei einem Emissionskoeffizienten von 0,35 und einem Fehler von $\pm 0,05$ ergibt sich bei diesem relativ großen Fehler der Emissivität bei einer Strahlungstemperatur von 600 K ein Fehler der wahren Temperatur von nur 0,3 %. Bei

einer Strahlungstemperatur von 1000 K beträgt der daraus resultierende Fehler der wahren Temperatur bereits 0,75 %, und steigt bei einer Strahlungstemperatur von 5000 K auf beinahe 5 % an. Daraus kann man ersehen, dass speziell bei hohen Temperaturen, wie sie bei der Bestimmung von thermophysikalischen Daten flüssiger hochschmelzender Materialien erreicht werden, die Bestimmung des Emissionskoeffizienten eine wesentliche Verbesserung in der Genauigkeit der Temperaturbestimmung darstellt.

3.6 Bestimmung der Strahlungstemperatur mit einem photoelektrischen Pyrometer

Das bei den Messungen für diese Arbeit verwendete Pyrometer besteht im Wesentlichen aus zwei Komponenten. Der optische Teil ist in Abb. 3-2 zu sehen, auf die Verstärkerelektronik wird hier nicht näher eingegangen, Details dazu sind in [12] zu finden.



Abb. 3-2: Optischer Aufbau des Pyrometers 1 achromatische Linsen, 2 klappbarer Spiegel, 3 Messmikroskop, 4 Interferenzfilter, 5 Blende, 6 Lichtleiter

Das Messmikroskop ist so positioniert, dass man bei heruntergeklapptem Spiegel genau dann ein scharfes Bild des Drahtes im Zentrum des Fadenkreuzes sieht, wenn auch die Abbildung der Probenoberfläche auf die Blende fokussiert ist, d. h. man kann mittels des Messmikroskops das Pyrometer justieren. Die Blende hat einen Spalt mit einer Länge von 10 mm und einer Breite von 0,15 mm, was sich ideal für die Messung an drahtförmigen Proben eignet, da man damit wesentlich mehr Intensität als mit einer lochförmigen Blende erhält. Das Spannungssignal S am Ausgang des Pyrometerverstärkers setzt sich dabei folgendermaßen zusammen:

$$S(T) = V \cdot G \int_{0}^{\infty} \sigma(\lambda) \cdot \tau(\lambda) \cdot \varepsilon_{\lambda,\perp}(\lambda,T) \cdot L_{\lambda}(\lambda,T) \cdot d\lambda$$
(3-17)

mit: G Geometriefaktor, V Empfindlichkeit der elektronischen Schaltung in Volt/Watt, σ spektrale Empfindlichkeit des Detektors, τ Durchlässigkeit des optischen Systems

Eine absolute Bestimmung der Strahldichte aus dem Pyrometersignal S ist nur bei genauer Kenntnis der spektralen Verläufe sämtlicher in Gleichung 3-17 vorkommenden Größen möglich. Um die dabei auftretenden Schwierigkeiten zu umgehen, kalibriert man das Pyrometer an einer Oberfläche deren Strahlungstemperatur bei der entsprechenden Wellenlänge genau bekannt ist. Bei einer solchen Kalibration erhält man einen Faktor K, der die direkte Bestimmung der Strahlungstemperatur aus dem Pyrometersignal mittels Gleichung 3-18 erlaubt.

$$T_{rad} = c_2 \cdot \left[\lambda \cdot \ln\left(\frac{K}{S} + 1\right) \right]^{-1}$$
(3-18)

Details zur Ermittlung des Kalibrationsfaktors K und Probleme welche dabei auftreten können sind in [17] zu finden. Die Ermittlung der wahren Temperatur aus der Strahlungstemperatur erfolgt mit Gleichung 3-13.
Kapitel 4

Methoden zur Bestimmung des normalen spektralen Emissionskoeffizienten

In diesem Kapitel sollen drei Methoden zur Bestimmung des normalen spektralen Emissionskoeffizienten beschrieben werden. Diese Methoden sind insofern interessant, weil sie zur Temperaturbestimmung in der Subsekunden Thermophysik Anwendung finden. Auf andere Methoden (z. B. Laser Absorption Radiation Thermometry [19]), welche zum Teil genauere Ergebnisse liefern können wird nicht eingegangen, da sie aufgrund experimenteller Schwierigkeiten nicht für dynamische Untersuchungen mit entsprechend kurzen Messzeiten herangezogen werden können. Die in dieser Arbeit angewandte Technik wird ausführlich in den nächsten Kapitel beschrieben.

4.1 Schwarzkörpermethode

Gouffee [21] und Sparrow [22] haben den Emissionskoeffizient für verschiedene Hohlraumgeometrien berechnet. Sie konnten zeigen, dass der Emissionskoeffizient einer zylindrischen Bohrung mit der Tiefe ℓ und dem Durchmesser d, deren Wände das Reflexionsvermögen ρ besitzen, durch folgende Beziehung näherungsweise beschrieben werden kann:

$$\varepsilon \approx 1 - \frac{\rho}{\left(1 - \rho\right) \cdot \left[1 + 4\left(\frac{\ell}{d}\right)^2\right]}.$$
(4-1)

Für eine zylindrische Bohrung mit dem Verhältnis von Tiefe zu Durchmesser von 10:1 und einem Reflexionsvermögen von 0,5 ergibt sich damit ein Emissionskoeffizient von 0,9975.

Wird eine solche Bohrung an der Probe angebracht und mit einem Pyrometer die von dieser Bohrung emittierte Strahlung, so lässt sich die wahre Temperatur der Probe daraus direkt bestimmen. Den normalen spektralen Emissionskoeffizienten erhält man aus dem Vergleich der von dieser Bohrung emittierten spektralen Strahldichte, mit der Strahldichte von einer Stelle an der Oberfläche, welche die gleiche Temperatur wie die Bohrung besitzt. Dabei treten jedoch einige Schwierigkeiten auf, welche hier kurz besprochen werden sollen.

Um eine Bohrung mit der entsprechenden Geometrie an einer Probe anbringen zu können, muss diese Probe einen gewissen Durchmesser (zumindest 3 mm) aufweisen, da die Bohrung selbst einen ausreichend großen Durchmesser haben muss um genügend Strahlungsleistung zu emittieren. Ein großer Durchmesser der Probe erfordert jedoch eine große Energie, um die Probe in ausreichend kurzer Zeit zum Schmelzen zu bringen. Außerdem ist bei großen Probendurchmesser darauf zu achten, dass eine homogene Heizung über den gesamten Probenquerschnitt durch den Skineffekt nicht beeinträchtigt wird.

Weiters muss darauf geachtet werden, dass der Querschnitt der Probe über die gesamte Länge konstant ist, da die Probe durch diese Bohrung im Querschnitt geschwächt wird was eine ein Überhitzung der Probe an dieser Stelle zur Folge hätte. Um dies zu verhindern, muss die Probe überall dort, wo sich keine Schwarzkörperöffnung befindet um den entsprechenden Querschnitt der Bohrung verringert werden. Diese Kompensation des Querschnittes ist nur dann möglich, wenn die Schwarzkörperöffnung einen rechteckigen Querschnitt hat, dies bereitet jedoch Probleme bei der Herstellung der Probe, da eine rechteckige Öffnung in der Probe mittels Drahterodieren erzeugt werden muss. Eine genaue Beschreibung der Probengeometrie ist in [23] zu finden.

Erwärmt man eine solche Probe auf Temperaturen die höher als der Schmelzpunkt des Probenmaterials sind, so wird sich die Schwarzkörperöffnungh durch die Oberflächenspannung schließen, d. h. auch mit sehr hohen Aufheizraten scheint es nicht möglich, Messungen mit dieser Methode bis in den flüssigen Bereich durchzuführen.

Daraus ergibt sich, dass sich die Schwarzkörpermethode ideal zur Bestimmung der wahren Temperatur bei Millisekunden (ms) Experimenten eignet. Als ms Experimente bezeichnet man Pulsheizexperimente mit einer Aufheizrate bis zu etwa 10000 K/s, daraus ergibt sich eine Messdauer von etwas weniger als einer Sekunde bis zum Erreichen des Schmelzpunktes. Bei diesen relativ langen Zeiten ist die Probe im flüssigen Zustand nicht mehr stabil, die Geometrie wird durch die Schwerkraft zerstört. Deshalb bricht man diese Experimente schon vor dem Schmelzen bzw. während des Schmelzvorganges ab. Durch die wesentlich höhere Messdauer ist es möglich, Thermophysikalische Daten fester Metalle mit einer wesentlich höheren Genauigkeit als mit Mikrosekunden (μ s) Experimenten zu ermitteln. Details zu ms Messkreisen sind in [23] und [24] zu finden.

Weiters ist es möglich, Proben für ms Experimente mehrmals zu verwenden, da sie bei der Messung üblicherweise nicht zerstört werden.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde versucht, den Emissionskoeffizienten bis zum Schmelzpunktes bzw. bis kurz nach dem Erreichen des flüssigen Zustandes an dünnen Röhrchen welche mit einem schmalen Einschnitt versehen sind, zu bestimmen, indem man die von diesem Einschnitt emittierte Schwarzkörperstrahlung mit der Strahlung der Probenoberfläche vergleicht. Da durch die begrenzte zur Verfügung stehende Energie nur sehr dünne Röhrchen (Durchmesser 3 mm, Wandstärke 0,1 mm) verwenden werden konnten, wurden diese bereits vor dem Schmelzen durch die hohen elektrodynamischen Kräfte zerstört.

Die Schwarzkörpermethode zur Ermittlung der wahren Temperatur der festen Probe findet am National Institut of Standarts and Technology (NIST), in Gathersburg, Maryland, USA Anwendung [23].

4.2 **Reflektometer Technik**

Da die Herstellung der Proben für die in Kapitel 4.1 beschriebene Methode nicht für jedes Probenmaterial möglich ist, wurde nach einer Methode gesucht, welche allgemeiner anwendbar ist. Am CNR Istituto di Metrologia "G. Colonetti" (IMGC), wurde etwa 1995 mit der Entwicklung der Reflektometermethode begonnen [25], welche an streifenförmigen Proben anwendbar ist.

Abb. 4-1 zeigt eine prinzipielle Skizze des Versuchsaufbaus. Bei dieser Methode wird ein Laserstrahl auf die Probenoberfläche fokussiert, und die gesamte reflektierte Intensität mittels einer Ulbrichtkugel gemessen. Da diese Technik eine absolute Bestimmung des spektralen richtungsabhängigen – hemisphärischen Reflexionsvermögens nicht zulässt, muss die Versuchsanordnung an einer Referenzprobe kalibriert werden. Diese geschieht, indem man den Laser so verschiebt, dass er durch die zweite Öffnung in der Ulbrichtkugel und auf die Referenz aus Bariumsulfat trifft. Da das spektrale normale – hemisphärische Reflexionsvermögen dieser Substanz bekannt ist, kann man den

Geometriefaktor der Kugel (Größe der Öffnungen, des Detektors und des Schatters) bei dieser Kalibration eliminieren und dem erhaltenen Detektorsignal direkt ein Reflexionsvermögen zuordnen. Details zur Kalibration sind in [26] zu finden.



Abb. 4-1: Reflektometertechnik zur Bestimmung des normalen spektralen Emissionskoeffizienten
1 streifenförmige Probe, 2 Ulbrichtkugel, 3 Si – Photodetektor,
4 optisches Pyrometer, 5 BaSO₄ Referenz, 6 Eintrittsöffnung für Laser in Messposition, 7 Eintrittsöffnung für Laser in Kalibrationsposition

Aus dem KIRCHHOFF'schen Gesetz:

$$\varepsilon = 1 - R \tag{4-2}$$

mit: R Reflexionsvermögen

ergibt sich der normale spektrale Emissionskoeffizient als die zum spektralen normalen – hemisphärischen Reflexionsvermögen komplementäre Größe.

Bei dieser Methode ist darauf zu achten, dass die Ulbrichtkugel der Probe nicht zu nahe kommt, da das Kugelmaterial einerseits durch die hohen Temperaturen beschädigt werden kann und andererseits die Kugelinnenseite durch Metalldämpfe beschichtet wird. Als optimal hat sich ein Abstand von etwa 2 mm herausgestellt. Ist die Probe jedoch zu weit entfernt, so hat die Eintrittsöffnung der Kugel eine Blendenwirkung und es kann nicht der gesamte Halbraum über dem Probenstreifen erfasst werden. Weiters muss berücksichtigt werden, dass bei einer sehr glatten Oberfläche ein Großteil des Laserstrahls wieder durch die Eintrittsöffnung zurückreflektiert wird und dadurch der Messung verloren geht. Um dies zu verhindern wird die Anordnung leicht gekippt, sodass der Laserstrahl nicht senkrecht, sondern unter einem kleinen Winkel auf die Probenoberfläche trifft.

Wie die Schwarzkörpermethode ist auch die Reflektometertechnik eine Methode, welche in ms – Experimenten bis zum Erreichen der Schmelztemperatur Anwendung findet. Mit der in Turin verwendeten Messanlage ist es möglich, den Heizstrom mit einer Echtzeitregelung zu steuern, d. h. das Pyrometersignal dient als Steuersignal für die Stromregelung. Es ist dadurch möglich, den Strom mittels MOSFET Schaltern so zu regeln, dass die Probe eine gewisse Zeit (bis zu einigen Sekunden) auf einer vor dem Experiment festgelegten Temperatur gehalten wird. Darüber hinaus kann man damit die Probe bis zum Erreichen der Schmelztemperatur heizen und den Strom während des Schmelzvorganges abbrechen, was interessante Aussagen über das Schmelzverhalten von Metallen zulässt.

Mit dieser Methode konnte gezeigt werden, dass der normale spektrale Emissionskoeffizient in der festen Phase sehr stark von der Oberfläche der Probe abhängt. Erst nachdem die Probe zwei- bis dreimal bis zum Schmelzpunkt erhitzt wurde, stellt sich ein reproduzierbarer Emissionskoeffizient für die feste Phase ein. Das ist dadurch zu erklären, dass sich die Probe beim Erreichen des Schmelzpunktes glättet und Oxidschichten abdampfen. Damit die Probe während des relativ langen Experimentes nicht mit der Umgebung reagiert, müssen die Messungen in ms – Anlagen entweder unter Vakuum (ungefähr 10⁻³ Pa) oder in einer Argon - Schutzatmosphäre durchgeführt werden.

Ergebnisse, welche mit der Anlage am IMGC an Streifen aus Niob gemessen wurden, werden in Kapitel 8.4 gezeigt und mit Ergebnissen dieser Arbeit verglichen.

4.3 Mehrwellenlängen Pyrometrie

In der Literatur sind mehrere Methoden zur Bestimmung der wahren Temperatur aus den Strahlungstemperaturen bei zwei oder mehreren Wellenlängen beschrieben [15], [14], [27], [28] und [29]. Die Extrapolation der Strahlungstemperatur auf eine Wellenlänge von Null nm soll im folgenden kurz skizziert werden.

Der Zusammenhang zwischen wahrer Temperatur T und Strahlungstemperatur T_{rad} (Gleichung 3-13) lässt sich auch in folgender Form ausdrücken:

$$\frac{1}{T_{rad}} = \frac{1}{T} - \frac{\lambda}{c_2} \cdot \ln \varepsilon - \frac{\lambda}{c_2} \cdot \left[\frac{1 - e^{\frac{c_2}{\lambda T_{rad}}}}{1 - e^{\frac{c_2}{\lambda T}}} \right].$$
(4-3)

Daraus kann man erkennen, dass die Strahlungstemperatur bei der Wellenlänge von 0 nm identisch mit der wahren Temperatur des zu messenden Körpers ist. Da man bei der Wellenlänge von 0 nm die Strahlungstemperatur nicht, und bei kleinen Wellenlängen nur sehr schwer messen kann muss man den Wert für $\lambda = 0$ extrapolieren.



Abb. 4-2: Die Strahldichte als Funktion der Wellenlänge bei verschiedenen Temperaturen nach dem PLANCK'schen Strahlungsgesetz Das Diagramm in der rechten oberen Ecke zeigt den Ausschnitt im roten

Kreis vergrößert.

Abb. 4-2 zeigt den Verlauf der Strahldichte als Funktion der Wellenlänge für verschiedene Temperaturen. Aus dem vergrößerten Bereich im rechten oberen Eck kann man erkennen, dass die Strahldichte bei kleinen Wellenlängen sehr rasch abfällt. Um ein entsprechend großes und somit messbares Signal zu erhalten, müsste man die Halbwertsbreite des Interferenzfilters entsprechend groß machen, was wiederum einen großen Fehler der Strahlungstemperatur verursacht. Das bedeutet, dass man die Strahlungstemperaturen bzw. Strahldichten bei relativ großen Wellenlängen bestimmen, und von diesen Messwerten auf die Strahldichte bei $\lambda = 0$ extrapolieren muss. Bei dieser Extrapolation muss man eine Annahme über den spektralen Verlauf des Emissionskoeffizienten machen, was jedoch wiederum zu großen Fehlern führt, da dies ein mathematisch instabiles Problem darstellt, das heißt, eine kleine Änderung der Fit – Parameter hat eine große Änderung der daraus resultierenden wahren Temperatur zur Folge.



Abb. 4-3: Die inverse Strahlungstemperatur als Funktion der Wellenlänge für eine wahre Temperatur von 2000 K für Wolfram. Die Messwerte sind aus [30] entnommen. schwarz: Messwerte, rot: linearer Fit, grün: quadratischer Fit, blau: kubischer Fit, roter Kreis: reziproke wahre Temperatur

Abb. 4-3 zeigt eine solche Extrapolation für Messwerte an Wolfram. Je nachdem, welcher Grad für das Polynom zur Extrapolation gewählt wird, wird eine Schwankung der wahren Temperatur von mehr als 5 % erhalten, dabei ist jedoch noch zu beachten, dass der Fehlereinfluss, welcher sich aus der Ungenauigkeit der Strahlungstemperatur ergibt, hier nicht berücksichtigt wurde.

Daraus kann man erkennen, dass sich mit dieser experimentell sehr aufwendigen Methode im Vergleich zur Einwellenlängen – Pyrometrie keine Genauigkeitssteigerung erzielen lässt [28], [29].



Abb. 4-4: Der Verlauf des normalern spektralen Emissionskoeffizienten für Wolfram bei verschiedenen Temperaturen nach [30]

Der Verlauf des normalen spektralen Emissionskoeffizienten von Wolfram als Funktion der Wellenlänge ist in Abb. 4-4 zu sehen. Man kann sehen, dass sich bei einer Wellenlänge von etwa 400 nm der Verlauf stark verändert, d. h. dass der Emissionskoeffizient wieder zu sinken beginnt. Führt man Messungen bei Wellenlängen von über 500 nm durch und extrapoliert auf Null nm so ist leicht zu ersehen, dass das erzielte Ergebnis nicht zufriedenstellend sein wird.

Andere Verfahren der Mehrwellenlängenpyrometrie müssen, um aus den Messsignalen die wahre Temperatur zu erhalten, immer eine Annahme über den Verlauf des Emissionskoeffizienten treffen, da sich bei n Gleichungen eine Anzahl von n + 1 unbekannten Größen ergibt, was bedeutet, dass selbst durch die Bestimmung der Strahlungstemperatur bei sehr vielen Wellenlängen, die Genauigkeit sämtlicher dieser Methoden nicht gesteigert werden kann.

Kapitel 5

Polarimetrie

5.1 Licht

Als Licht bezeichnet man eine elektromagnetische Welle in jenem Spektralbereich, der vom menschlichen Auge wahrgenommen werden kann (Wellenlänge λ von ca. 400 nm bis etwa 750 nm, bzw. Frequenzen von 4 x 10¹⁴ bis 7,5 x 10¹⁴ s⁻¹). Im Jahre 1808 konnte der französische Physiker E. L. Malus zeigen, dass Licht eine "Seitlichkeit" besitzt, also durch eine transversale Welle beschrieben werden kann. Dies war mit den üblichen Vorstellungen schwer vereinbar, da ein gasförmiges Medium wie Luft keine Schubkräfte aufnehmen kann; der Schubmodul verschwindet. Um sich diese Schwingungen mechanisch vorstellen zu können, bedarf es eines starren Mediums in dem sich transversales Licht ausbreiten kann. Berücksichtigt man die hohe Ausbreitungsgeschwindigkeit des Lichts, so müsste dieses Trägermedium, der Äther, eine Festigkeit haben, die höher als jene von Stahl ist. Dies war auch der Grund, dass sich die Wissenschafter zu dieser Zeit gegen die Vorstellung, Licht habe einen "seitlichen Charakter", lange wehrten.

Newton vertrat die Korpuskulartheorie des Lichts, was aber viele Erscheinungen wie etwa die Brechung des Lichts nicht beschreiben konnte. Erst durch die Beschreibung des Lichts als elektromagnetische Wellen durch die MAXWELL'schen Gleichungen (Gleichungen 5-1 bis 5-7, ca. 1860) konnte dieser Widerstand gebrochen werden, viele experimentelle Beobachtungen wie Reflexion, Brechung, Beugung, Interferenz und Polarisationserscheinungen konnten damit erklärt werden.

Durch die Postulation von sogenannten Lichtquanten im Jahre 1905 durch Max Planck kamen wieder neue Erscheinungen ins Spiel, welche durch die MAXWELL'schen Gleichungen nicht erklärt werden konnten. In der modernen Physik wird dem Licht ein Dualismus zugeschrieben, der besagt, dass Licht sowohl Wellen- als auch Teilcheneigenschaften besitzen kann. Erscheinungen welche durch die Teilcheneigenschaften des Lichts erklärt werden können sind Gegenstand der quantenmechanischen Betrachtung, in der in diese Arbeit angewandten Polarimetrie reichen jedoch die Welleneigenschaften zur Beschreibung sämtlicher Phänomene.

Die Welleneigenschaften von Licht lassen sich mit den MAXWELL'schen Gleichungen vollständig beschreiben.

$$\operatorname{rot} \vec{H} - \frac{\partial \vec{D}}{dt} = \vec{j} \tag{5-1}$$

$$\operatorname{rot}\vec{E} + \frac{\partial\vec{B}}{\partial t} = 0 \tag{5-2}$$

$$div\,\vec{D} = \rho \tag{5-3}$$

$$div\,\vec{B} = 0\tag{5-4}$$

mit: H magnetische Feldstärke, E elektrische Feldstärke, B magnetische Flussdichte, D dielektrische Verschiebung, ρ Raumladungsdichte, j Stromdichte

Die Materie im elektromagnetischen Feld wird außerdem noch durch die sogenannten Materialgleichungen beschrieben.

$$\vec{j} = \vec{j}^{(e)} + \sigma \vec{E} \tag{5-5}$$

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \varepsilon \vec{E} \tag{5-6}$$

$$\vec{B} = \mu_0 \ \mu \ \vec{H} \tag{5-7}$$

mit: $j^{(e)}$ eingeprägte Stromdichte, σ spezifische Leitfähigkeit, ϵ_0 Dielektrizitätskonstante des Vakuums, ϵ statische Dielektrizitätskonstante, μ_0 Induktionskonstante, μ statische Permeabilität

In weiterer Folge ist darauf zu achten, dass sowohl für den Emissionskoeffizienten als auch für die Dielektrizitätskonstante das Symbol ε verwendet wird. Da sich für beide Größen dieses Symbol durchgesetzt hat und die Gefahr einer Verwechslung nicht zu groß ist, wird dieses Symbol doppelt verwendet.

Die Gleichungen 5-1 bis 5-7 stellen das grundlegende Postulat der Elektrodynamik dar. Sie beschreiben die Kraftwirkung sowohl des elektrischen als auch des magnetischen Feldes, und verknüpfen diese beiden Felder zu einer Gesamtheit, dem sogenannten elektromagnetischen Feld. Ausgehend von diesen Gleichungen, welche untereinander nicht unabhängig sind; sie entkoppeln nur für den statischen Fall und bilden dann die Gleichungen der Elektrostatik; kann man nicht nur grundlegende Zusammenhänge wie z. B. die Kontinuitätsgleichung der Elektrodynamik beschreiben, sondern auch komplizierte Naturerscheinungen wie etwa die Wechselwirkung von Licht mit Materie erklären. Eine genaue Interpretation und auch eine Herleitung dieser Gleichungen aus grundlegenden Erscheinungen wie etwa der Kraftwirkung zweier Ladungen (beschrieben durch das COULOMB'sche Gesetz) ist in [31] zu finden.

Die Ausbreitung des Lichts in einem dielektrischem linearem Medium wird durch die Wellengleichung für das elektrische Feld beschrieben.

$$\nabla^2 E(x, y, z, t) = \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 E(x, y, z, t)}{\partial t^2}$$
(5-8)

mit:x, y, z: Richtungen im Raum, c Ausbreitungsgeschwindigkeit der Welle, t Zeit

Löst man diese Gleichung für den eindimensionalen Fall (Ausbreitung in z – Richtung, Auslenkung in der x – z – Ebene, siehe Abb. 5-1) und der Annahme einer harmonischen Welle so erhält man folgende Gleichung zur Beschreibung des elektrischen Feldes als Funktion des Ortes z und der Zeit t:

$$E_x(z,t) = E_{0x} \cos\left[\omega\left(t - \frac{z}{c}\right) + \phi_x\right]$$
(5-9)

mit: E_x x - Komponente der elektrischen Feldstärke, E_{0x} Amplitude der x – Komponente der elektrischen Feldstärke, ω Kreisfrequenz der harmonischen Schwingung, ϕ_x Anfangsphase

Für zeitlich abhängige Felder ist mit dem elektrischen Feld E untrennbar ein magnetisches Feld H verknüpft, dieses Feld steht senkrecht zum elektrischen Feld und bildet mit dem POINTING'schen Vektor \vec{S} eine orthogonale Basis. Die mathematische Beziehung zwischen diesen drei Größen wird durch folgende Zusammenhänge ausgedrückt:

$$H_{y} = \sqrt{\frac{\varepsilon_{0}\varepsilon}{\mu_{0}\mu}}E_{x}$$
(5-10)

$$\vec{S} = \vec{E} \times \vec{H} \tag{5-11}$$

Der POYNTING'sche Vektor ist parallel zur Ausbreitungsrichtung \vec{S} und gibt die vom elektromagnetischen Feld transportierte Leistung pro Flächeneinheit in die Ausbreitungsrichtung der Lichtwelle an. Aus den Gleichungen 5-10 und 5-11 kann man sehen, dass zur Beschreibung der Ausbreitung des Lichts, die Angabe eines der beiden miteinander verknüpften Felder ausreicht, da sich das entsprechende andere Feld daraus eindeutig ergibt. Zur Beschreibung der Polarisationseigenschaften von Licht hat es sich durchgesetzt, als Schwingungsebene des Lichts jene Ebene aufzufassen, in welcher das elektrische Feld des Lichtwellenzuges liegt.



Abb. 5-1: Wellenzug linear polarisierten Lichts mit: λ Wellenlänge

Abb. 5-1 zeigt die Darstellung eines Wellenzuges von linear polarisiertem Licht, dessen Polarisationsebene in der x - z – Ebene liegt, die Ausbreitungsrichtung ist die z – Achse.

5.2 Polarisiertes Licht

Natürliches Licht, wie z. B. Sonnenlicht oder von einer heißen Oberfläche abgestrahltes Licht besteht aus einzelnen Wellenzügen, deren Polarisationsrichtungen im Raum statistisch verteilt sind. Jeder dieser Wellenzüge geht von einer oszillierenden elektrischen Ladung aus. Da die Anzahl dieser Wellenzüge im allgemeinen sehr groß ist, hat das Licht keine Vorzugsrichtung, es ist unpolarisiert. Erst durch Wechselwirkung dieses unpolarisierten Lichts mit Materie werden gewisse Schwingungsebenen bevorzugt und man erhält vollständig oder teilweise polarisiertes Licht.

Abb. 5-2 zeigt verschiedene Formen von polarisiertem Licht, die durch Überlagerung zweier linear polarisierter Lichtwellenzüge, deren Polarisationsebenen zueinander senkrecht stehen, zustandekommen. Der resultierende Polarisationszustand ergibt sich aus dem Verhältnis der Amplituden sowie der relativen Phasenlage der beiden Wellenzüge.



d) $E_{0x} > E_{0y}, \delta \neq 0$ (elliptisch polarisiert)

Rechts neben den Wellenzügen ist die sogenannte Polarisationsellipse zu sehen, dass ist jene Kurve, welche die Spitze des resultierenden Vektors des elektrischen Feldes beschreibt, wenn man den Wellenzug von vorne beobachtet.

Die Polarisationsellipse (Abb. 5-3) wird dabei durch folgende Parameter charakterisiert:

Das Azimut ψ: das ist der Winkel der Hauptachse zur x – Achse des Bezugssystems





Abb. 5-3: Die Polarisationsellipse mit: a Länge der großen Halbachse, b Länge der kleinen Halbachse

Zwischen den Größen $E_{0x}, E_{0y}, \delta, a, b, \psi$ und \in besteht dabei folgender Zusammenhang (siehe [32]):

$$a^2 + b^2 = E_{0x}^2 + E_{0y}^2 \tag{5-12}$$

$$\tan \in =\frac{\pm b}{a} \tag{5-13}$$

$$\tan \alpha = \frac{E_{0y}}{E_{0x}} \tag{5-14}$$

$$\tan 2\psi = (\tan 2\alpha)\cos\delta \tag{5-15}$$

$$\sin 2 \in = (\sin 2\alpha) \sin \delta \tag{5-16}$$

Je nachdem welchen Umlaufsinn die Polarisationsellipse hat, spricht man von rechts bzw. links polarisiertem Licht. Die Bezeichnung ist in der Literatur nicht eindeutig, in den meisten Büchern sowie in dieser Arbeit spricht man von rechts polarisiertem Licht, wenn man den Lichtwellenzug von vorne (in Richtung negativer z – Achse) betrachtet, und die Spitze des elektrischen Vektors dabei im Uhrzeigersinn umläuft, das ist für folgende Bereiche der Parameters \in bzw. δ der Fall:



Abb. 5-4: Verschiedene Polarisationsellipsen als Funktion der Phasendifferenz δ Bei den Polarisationszuständen in der oberen Reihe spricht man von

rechts polarisiertem Licht, in der unteren Reihe von links polarisiertem Licht

Der Sonderfall zirkular polarisierten Lichts ergibt sich bei einer Gleichheit der beiden Amplituden ($E_x = E_y$) und einer Phasendifferenz von $\pi/2$ (rechts) oder $3\pi/2$ (links). Beträgt der Phasenunterschied 0 oder n. π (mit n aus den natürlichen Zahlen) so entartet die Polarisationsellipse zu einer Geraden.

Arbeitet man mit polarisiertem Licht, so wird man sehen, dass die Beschreibung des Polarisationszustandes mittels der oben besprochenen Parameter einige Schwierigkeiten beinhaltet, da die Parameter ψ und \in einer direkten Messung nicht zugänglich sind, außerdem lässt sich damit nur vollständig polarisiertes Licht beschreiben.

5.3 Der Stokes Formalismus

Um die Polarisationsellipse vollständig zu beschreiben sind drei voneinander unabhängige Größen notwendig, das können entweder die beiden Amplituden E_x und E_y sowie die Phasendifferenz δ sein, oder die Haupt- und Nebenachse (a und b) zusammen mit dem Azimut ψ . Für praktische Anwendungen ist es einfacher, die von G. G. Stokes 1852 eingeführten Parameter, welche die Dimension einer Intensität besitzen, zur Beschreibung zu verwenden.

$$S_0 = I_{ges} \tag{5-18}$$

$$S_1 = I_0 - I_{90} \tag{5-19}$$

$$S_2 = I_{+45} - I_{-45} \tag{5-20}$$

$$S_3 = I_{RZP} - I_{LZP} \tag{5-21}$$

mit: S₀ – S₃ Stokes Parameter, I_{ges} Gesamtintensität, I₀ - I₉₀ Differenz zwischen den Intensitäten der horizontal und vertikal linear polarisierten Komponenten, I₊₄₅ – I₋₄₅ Differenz zwischen den Intensitäten der +45° und -45° linear polarisierten Komponenten, I_{RZP} – I_{LZP} Differenz zwischen den Intensitäten der rechts und links zirkular polarisierten Komponenten

Nur drei dieser Parameter sind voneinander Unabhängig, sie sind durch die Beziehung:

$$S_0^2 \le S_1^2 + S_2^2 + S_3^2 \tag{5-22}$$

miteinander verknüpft. Für vollständig polarisiertes Licht gilt in Beziehung 5-22 das Gleichheitszeichen, für teilweise polarisiertes Licht gilt das Ungleichheitszeichen. Mit Gleichung 5-22 lässt sich auch der Polarisationsgrad P auf einfache Weise ausdrücken:

$$P = \frac{S_1^2 + S_2^2 + S_3^2}{S_0^2} \tag{5-23}$$

Die Stokes – Parameter können auch als Funktion der im vorherigen Kapitel eingeführten Parameter dargestellt werden:

$$S_0 = E_x^2 + E_y^2 (5-24)$$

$$S_1 = E_x^2 - E_y^2 \tag{5-25}$$

$$S_2 = 2E_x E_y \cos \delta \tag{5-26}$$

$$S_3 = 2E_x E_y \sin \delta \tag{5-27}$$

bzw.

$$S_1 = S_0 \cos 2 \in \cos 2\psi \tag{5-28}$$

$$S_2 = S_0 \cos 2 \in \sin 2\psi \tag{5-29}$$

KAPITEL 5

Polarimetrie

$$S_3 = S_0 \sin 2 \in \tag{5-30}$$

Wie die Gleichungen 5-28 bis 5-30 zeigen, eignet sich diese Darstellung ideal für eine geometrische Interpretation der Stokes – Parameter. Normiert man die Intensität auf 1 und fasst die drei Komponenten S_1 , S_2 und S_3 als Koordinaten in einem rechtwinkeligen Koordinatensystem auf, so liegt jeder mögliche Polarisationszustand auf der Oberfläche einer Einheitskugel. Diese Darstellung geht auf H. Poincaré zurück, der die nach ihm benannte Poincaré – Kugel 1892 erstmals verwendete [33].



Abb. 5-5: Die Poincaré – Kugel

Durch die Darstellung des Polarisationszustandes auf der Oberfläche der Poincaré – Kugel kann man sofort aus den 3 Stokes – Parametern die Form der Polarisationsellipse erkennen. Sämtliche auf der nördlichen Hemisphäre liegenden Polarisationszustände sind rechts polarisiert, der Nordpol repräsentiert den rechts zirkular polarisierten Zustand, mit den Punkten auf der südlichen Halbkugel verhält es sich genau umgekehrt. Sämtliche Polarisationszustände am Äquator sind linear polarisiert, sie unterscheiden sich durch das Azimut, wobei der Zustand bei (1, 1, 0, 0) horizontal linear polarisiertes Licht repräsentiert. Der Azimut nimmt dabei mit steigendem Längengrad um den doppelten

Winkel zu, der Punkt (1, 0, 1, 0) repräsentiert senkrecht linear polarisiertes Licht. Je weiter ein Polarisationszustand vom Äquator entfernt ist (d. h. je größer der Breitengrad), desto größer ist die Elliptizität.

Die vier Stokes – Parameter können als die Komponenten eines Vektors, des sogenannten Stokes – Vektors

$$\vec{S} = (S_0, S_1, S_2, S_3) \text{ oder } \vec{S} = \begin{pmatrix} S_0 \\ S_1 \\ S_2 \\ S_3 \end{pmatrix}$$
 (5-31)

aufgefasst werden. Tritt polarisiertes Licht mit Materie in Wechselwirkung, so ändert sich im Allgemeinen der Polarisationszustand, diese Änderung kann durch eine 4×4 – Matrix, mathematisch beschrieben werden. Diese 4×4 – Matrix wird Müller – Matrix genannt. Gleichung 5-32 beschreibt diese Wechselwirkung, z. B. den Durchgang von Licht durch ein optisches Element.

$$\begin{pmatrix} S_{0}' \\ S_{1}' \\ S_{2}' \\ S_{3}' \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} M_{00} & M_{01} & M_{02} & M_{03} \\ M_{10} & M_{11} & M_{12} & M_{13} \\ M_{20} & M_{21} & M_{22} & M_{23} \\ M_{30} & M_{31} & M_{32} & M_{33} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} S_{0} \\ S_{1} \\ S_{2} \\ S_{3} \end{pmatrix}$$
(5-32)

mit: S Stokesparameter vor der Wechselwirkung, M Müller – Matrixelemente des optischen Elements, S' Stokesparameter nach der Wechselwirkung

Die Anwendung der Müller – Matrix zur Beschreibung von optischen Elementen wird in Kapitel 6.2.1 ausführlicher beschrieben.

5.4 Die Wechselwirkung von Licht und Materie

Tritt Licht von einem Medium 1 in ein anderes Medium 2 über, so müssen an der Grenzfläche der beiden Medien gewisse Stetigkeitsbedingungen für das elektrische und das magnetische Feld erfüllt sein. Diese Bedingungen lassen sich durch das sogenannte "Dosenargument" und der Kirchhoff'schen Maschenregel an einer geschlossenen Kurve

C, welche die Trennlinie der beiden Medien beinhaltet, aus den Maxwell'schen Gleichungen in einfacher Weise herleiten.



Abb. 5-6: Grenzfläche zwischen zwei Medien mit: \vec{n} Normalvektor, \vec{t} Tangentialvektor, A_{1,2} obere und untere Fläche der Dose, F_{Mantel} Mantelfläche der Dose, h Höhe der Dose, bzw. der geschlossenen Kurve, ds₁₋₄ infinitesimales Wegstück, \vec{J} Flächenstromdichte, η Flächenladungsdichte

Abb. 5-6 zeigt so eine Grenzfläche zwischen den beiden Medien 1 und 2 mit den Brechungsindizes n_1 bzw. n_2 , den statischen Dielektrizitätskonstanten ε_1 bzw. ε_2 und den spezifischen Leitfähigkeiten σ_1 bzw. σ_2 . Schreibt man die Maxwell'schen Gleichungen in Integralform an (siehe [31]) und wendet diese auf die Dose an so erhält man:

$$\oint_{Dose} \vec{D} \, \vec{n} \, dF = Q_{Dose}$$

$$\oint_{C} \vec{H} \, d\vec{s} - \int_{A_c} \frac{\partial}{\partial t} \vec{D} \, d\vec{F} = I_{A_c}$$
(5-34)

mit: Q Gesamtladung im inneren der Dose, A_C von der Kurve C eingeschlossene Fläche, I_{AC} gesamter Strom durch diese Fläche

Lässt man in Gleichung 5-33 die Höhe h der Dose gegen Null gehen und die Fläche A der Ober- bzw. Unterseite gegen dA, so verschwinden die Raumladungsdichten und man erhält:

$$(\vec{D}_1 - \vec{D}_2)\vec{n} = \eta$$
 (5-35)

Bildet man auch für die geschlossenen Kurve C den Grenzwert $h \rightarrow 0$ so verschwindet der Beitrag des zweiten Integrals auf der linken Seite von Gleichung 5-34 und man bekommt den Ausdruck:

$$\left(\vec{H}_1 - \vec{H}_2\right)\vec{t} = \vec{J}\left(\vec{t} \times \vec{n}\right)$$
(5-36)

Formt man diese Ausdrücke weiter um und nimmt die beiden Medien als linear an, so lassen sich folgende Stetigkeitsbedingungen zusammenfassen:

$$\left(\vec{D}_1 - \vec{D}_2\right)\vec{n} = \eta \tag{5-37}$$

$$\vec{n} \times \left(\vec{E}_1 - \vec{E}_2\right) = 0 \tag{5-38}$$

$$\left(\vec{B}_{1} - \vec{B}_{2}\right)\vec{n} = 0 \tag{5-39}$$

$$\vec{n} \times \left(\vec{H}_1 - \vec{H}_2\right) = \vec{J} \tag{5-40}$$

5.4.1 Dielektrika

Trifft Licht auf die Grenzfläche zweier Dielektrika, so wird ein Teil des Lichtstrahls reflektiert und der andere Teil tritt in das Medium ein; dies ist in Abb. 5-7 dargestellt.

Ein grundlegendes Gesetz, welches aus den Stetigkeitsbedingungen direkt folgt ist das Brechungsgesetz, welches den Winkel des gebrochenen bzw. des reflektierten Lichtstrahls als Funktion des Einfallswinkel und der Ausbreitungsgeschwindigkeit des Lichts in den beiden Medien angibt.

$$\frac{\sin \Theta_i}{\sin \Theta_t} = \frac{c_1}{c_2}, \text{ bzw } \frac{\sin \Theta_i}{\sin \Theta_t} = \frac{n_2}{n_1} \text{ und}$$

$$\Theta_i = \Theta_r$$
(5-41)
(5-42)

mit: $c_{1,\,2}\,$ Ausbreitungsgeschwindigkeit des Lichts in Medium 1 bzw. 2

In den Gleichungen 5-41 bis 5-47 sowie in weiterer Folge in dieser Arbeit wird für den einfallenden Strahl der Index i (engl.: incident), für den reflektierten Strahl der Index r (engl.: reflected) und für den gebrochenen Strahl der Index t (engl.: transmitted) verwendet. Diese Gleichungen gelten nicht nur für Dielektrika sondern auch für elektrische Leiter (Metalle). Da der Brechungsindex n für elektrische Leiter komplex ist, ist die physikalische Interpretation von Gleichung 5-41 etwas komplizierter. Dieser Fall wird in Kapitel 5.4.2 genauer behandelt.

Für die Ausbreitungsgeschwindigkeit gelten in linearen homogenen Dielektrika folgende Zusammenhänge:

$$c_0 = \sqrt{\frac{1}{\varepsilon_0 \mu_0}} \tag{5-43}$$

$$n = \sqrt{\varepsilon \mu} \tag{5-44}$$

$$c = \frac{c_0}{n} = \sqrt{\frac{1}{\varepsilon_0 \varepsilon \mu_0 \mu}}$$
(5-45)

mit: c0 Vakuumlichtgeschwindigkeit

Die Lichtwellenzüge der drei Strahlen (einfallend, reflektiert und gebrochen) teilt man jeweils in zwei Wellenzüge auf, einer liegt in der Einfallsebene (das ist jene Ebene die der einfallende Lichtstrahl mit der Flächennormalen bildet), er wird mit dem Index p (parallel zur Einfallsebene) bezeichnet, der andere liegt normal (Index n) zur Einfallsebene. Da die spezifische elektrische Leitfähigkeit σ für Dielektrika verschwindet erhält man für diesen Fall einfache Lösungen, diese werden hier kurz gezeigt, da man daraus auf die physikalischen Vorgänge der Wechselwirkung von Licht mit elektrischen Leitern folgern kann [34].



Abb. 5-7: Licht an der Grenzfläche zweier Dielektrika mit: Θ_i Winkel zwischen einfallender Welle und der Flächennormalen, Θ_r Winkel zwischen reflektierter Welle und der Flächennormalen, Θ_t Winkel zwischen gebrochener Welle und der Flächennormalen, $A_{n, p}$ Amplituden der einfallenden normalen bzw. parallelen Welle, $R_{n, p}$ Amplituden der entsprechenden reflektierten Wellen, $T_{n, p}$ Amplituden der entsprechenden gebrochenen Wellen

Für die Herleitung der Fresnel'schen Formeln ist es einfacher Gleichung 5-9 in komplexer Schreibweise darzustellen, für den einfallenden Lichtstrahl gilt:

$$E_{p}^{i} = A_{p}e^{-i\omega\left(t-\frac{r\bar{s}_{i}}{c_{1}}\right)} = A_{p}e^{-i\omega\left(t-\frac{x\sin\Theta_{i}+z\cos\Theta_{i}}{c_{1}}\right)}$$
(5-46)
$$H_{p}^{i} = \sqrt{\frac{\varepsilon_{0}\varepsilon}{\mu_{0}\mu}}A_{n}e^{-i\omega\left(t-\frac{r\bar{s}_{i}}{c_{1}}\right)}$$
(5-47)

mit: A_p komplexe Amplitude, \vec{r} Ortsvektor, \vec{s}_i Einheitsvektor in Richtung des einfallenden Lichtstrahls

Die Amplituden werden ebenfalls komplex angeschrieben, da sie die Information über die Phase der Welle enthalten, dies ist notwendig, da so aus den Fresnel'schen Formeln (Gleichungen 5-62 bis 5-65) auch eine Aussage über eine Phasenänderung gemacht werden kann.

KAPITEL 5

Wird die elektrische Feldstärke der drei Wellen in Komponenten in Richtung des Achsensystems x, y, z zerlegt, so ergeben sich folgende Gleichungen für den einfallenden Strahl:

$$E_x^i = -A_p \cos \Theta_i e^{-i\omega \left(t - \frac{r\bar{s}_i}{c_1}\right)}$$
(5-48)

$$E_{y}^{i} = A_{n}e^{-i\omega\left(t - \frac{\vec{rs}_{i}}{c_{1}}\right)}$$
(5-49)

$$E_z^i = A_p \sin \Theta_i e^{-i\omega \left(t - \frac{\overline{rs}_i}{c_1}\right)}$$
(5-50)

und für den gebrochenen Strahl:

$$E_x^t = -T_p \cos \Theta_t e^{-i\omega \left(t - \frac{\bar{rs}_t}{c_1}\right)}$$
(5-51)

$$E_{y}^{t} = -T_{n}e^{-i\omega\left(t - \frac{\overline{rs}_{t}}{c_{1}}\right)}$$
(5-52)

$$E_{z}^{t} = T_{p} \sin \Theta_{t} e^{-i\omega \left(t - \frac{\overline{rs}_{t}}{c_{1}}\right)}$$
(5-53)

sowie für den reflektierten Strahl:

$$E_x^r = -R_p \cos \Theta_r e^{-i\omega \left(t - \frac{r\bar{s}_r}{c_1}\right)}$$
(5-54)

$$E_{y}^{r} = R_{n}e^{-i\omega\left(t - \frac{\vec{rs}_{r}}{c_{1}}\right)}$$
(5-55)

$$E_z^r = R_p \sin \Theta_r e^{-i\omega \left(t - \frac{\vec{rs}_r}{c_1}\right)}$$
(5-56)

In analoger Weise wird mit den magnetischen Feldern H vorgegangen (wobei die relative Permeabilität gleich eins gesetzt wird, was für die meisten Dielektrika sehr gut erfüllt ist), diese werden dann in die Stetigkeitsbedingungen eingesetzt, woraus sich folgendes System von Gleichungen ergibt:

$$E_{x}^{i} + E_{x}^{r} = E_{x}^{t}, \qquad E_{y}^{i} + E_{y}^{r} = E_{y}^{t},$$
$$H_{x}^{i} + H_{x}^{r} = H_{x}^{t} \quad \text{und} \quad H_{y}^{i} + H_{y}^{r} = H_{y}^{t}$$
(5-57)

Werden nun die Gleichungen 5-48 bis 5-56 in dieses System für alle Komponenten eingesetzt und die Ausdrücke entsprechend Vereinfacht, so ergeben sich die vier Gleichungen:

$$\cos\Theta_i \left(A_p - R_p \right) = \cos\Theta_i T_p \tag{5-58}$$

$$A_n + R_n = T_n \tag{5-59}$$

$$\sqrt{\varepsilon_1} \cos \Theta_i (A_n - R_n) = \sqrt{\varepsilon_2} \cos \Theta_i T_i$$
(5-60)

$$\sqrt{\varepsilon_1} \left(A_p + R_p \right) = \sqrt{\varepsilon_2} T_p \tag{5-61}$$

Diese vier Gleichungen zerfallen in zwei Gruppen, eine Gruppe enthält nur Komponenten parallel zur Einfallsebene, die andere Gruppe enthält Komponenten normal dazu. Das bedeutet, dass die beiden Wellenzüge (normal und senkrecht zur Einfallsebene) voneinander unabhängig sind. Löst man obige Gleichungen nach den Amplituden der reflektierten bzw. der gebrochenen Welle als Funktion der Amplitude der einfallenden Welle auf (da $\mu = 1$ gesetzt wird vereinfacht sich Gleichung 5-44 zu: $n = \sqrt{\varepsilon}$) führt das zu den sogenannten Fresnel'schen Gleichungen. Sie sind nach A. Fresnel benannt, der diese Gleichungen 1823 hergeleitet hat.

$$T_p = \frac{2n_1 \cos\Theta_i}{n_2 \cos\Theta_i + n_1 \cos\Theta_i} A_p$$
(5-62)

$$T_n = \frac{2n_1 \cos \Theta_i}{n_1 \cos \Theta_i + n_2 \cos \Theta_i} A_n$$
(5-63)

$$R_p = \frac{n_2 \cos\Theta_i - n_1 \cos\Theta_t}{n_2 \cos\Theta_i + n_1 \cos\Theta_t} A_p$$
(5-64)

$$R_n = \frac{n_1 \cos \Theta_i - n_2 \cos \Theta_t}{n_1 \cos \Theta_i + n_2 \cos \Theta_t} A_n$$
(5-65)

Polarimetrie

Da die Verhältnisse $\frac{T_p}{A_p}, \frac{T_n}{A_n}, \frac{R_p}{A_p}$ und $\frac{R_n}{A_n}$ in den obigen Gleichungen rein reell sind, kann

man sehen, dass bei der Brechung von Licht an einem Dielektrikum keine Phasenverschiebung auftritt. Bei der Reflexion der Welle parallel zur Einfallsebene tritt entweder ein Phasensprung von 180° auf, oder die Phase bleibt gleich. Welche der beiden Möglichkeiten eintritt hängt vom Einfallswinkel und den Brechungsindizes der beiden Medien ab. Ist der Einfallswinkel Θ_i kleiner als der Brewsterwinkel α_B (siehe Gleichung 5-69) so bleibt die Phase erhalten, für $\Theta_i > \alpha_B$ tritt der Phasensprung auf. Ein Phasensprung von 180° tritt für die Welle normal zur Einfallsebene für jeden Einfallswinkel auf. Das in diesem Absatz gesagte gilt für den Übergang von einem optisch dünneren in ein optisch dickeres Medium ($n_1 < n_2$), für den umgekehrten Fall ändert sich das Verhalten grundlegend, da ab einem Winkel α_t Totalreflexion auftritt, d. h. die gesamte Intensität wird reflektiert, das Licht kann nicht vom Medium 1 ins Medium 2 gebrochen werden.

Für den Winkel der Totalreflexion α_t ergibt sich:

$$\alpha_t = \sin^{-1} \left(\frac{n_2}{n_1} \right) \tag{5-66}$$

Aus den Fresnel'schen Gleichungen lassen sich noch weitere grundlegende Aussagen über das Reflexionsverhalten dielektrischer Stoffe einfach ableiten. Als Reflexionsvermögen R wird das Verhältnis der Energie des reflektierten Strahls zur Energie des einfallenden Strahls und als Transmissionsvermögen T das Verhältnis der Energie des gebrochenen Strahls zur jener des einfallenden Strahls bezeichnet. Da die Energie einer Welle dem Quadrat der Amplitude proportional ist erhält man somit für das Reflexionsvermögen bzw. das Transmissionsvermögen des parallelen (Index p) und normalen (Index n) Wellenzugs:

$$\Re_{p} = \frac{R_{p}^{2}}{A_{p}^{2}}, \qquad \qquad \Re_{n} = \frac{R_{n}^{2}}{A_{n}^{2}} \qquad (5-67)$$
$$T_{p} = \frac{n_{2}}{n_{1}} \frac{\cos\Theta_{t}}{\cos\Theta_{i}} \frac{T_{p}^{2}}{A_{p}^{2}} \qquad \qquad T_{n} = \frac{n_{2}}{n_{1}} \frac{\cos\Theta_{t}}{\cos\Theta_{i}} \frac{T_{n}^{2}}{A_{n}^{2}} \qquad (5-68)$$

Die Gleichungen für das Transmissionsvermögen unterscheiden sich insofern von jenen des Reflexionsvermögens, da das Verhältnis der Brechungsindizes nicht wegfällt und die Strahlquerschnitte der Lichtbündel verschieden sind.

In Abb. 5-8 ist das Reflexionsverhalten bei einer Wellenlänge von 684,5 nm an einem Medium mit dem Brechungsindex 1,513 als Funktion des Einfallswinkels Θ_i dargestellt. Die Werte wurden für λ und n wurden insofern so gewählt, da das für diese Arbeit verwendete Polarimeter bei der erwähnten Wellenlänge arbeitet, der Brechungsindex von 1,513 ist jener von BK7 (bei $\lambda = 684,5$ nm).



Abb. 5-8: Reflexionsverhalten des dielektrischen Materials BK7 (n = 1,513 für λ = 684,5 nm)

Der Bereich im roten Kreis ist in Abb. 5-8 nochmals vergrößert dargestellt. Bei einem Winkel von 56,5° verschwindet das Reflexionsvermögen R_p , das gesamte reflektierte Licht ist normal zur Einfallsebene linear polarisiert. Bei dem Winkel von 56,5° handelt es sich um den Brewsterwinkel α_B . Bei diesem Winkel stehen der reflektierte und der gebrochene Strahl senkrecht zueinander. Für den Brewsterwinkel gilt:

$$\alpha_B = \tan^{-1} \left(\frac{n_2}{n_1} \right) \tag{5-69}$$

Aus den Fresnel'schen Gleichungen folgt, dass für jeden Einfallswinkel die Gleichungen:

$$R_p + T_p = 1$$
 und $R_n + T_n = 1$ (5-70)

erfüllt sind, dies ist auch in Übereinstimmung mit dem Energiesatz.

5.4.2 Metalle

Metalle unterscheiden sich insofern von Dielektrika, da ihre Leitfähigkeit σ nicht verschwindet. Da Leitfähigkeit immer mit der Bildung von Joul'scher Wärme verbunden ist, wird bei der Wellenausbreitung in einem Leiter Energie irreversibel in Wärme umgewandelt, die Welle ist gedämpft. Bei Metallen ist die Leitfähigkeit so hoch, dass die Energiedichte des elektrischen Feldes schon bei einer Eindringtiefe welche wesentlich geringer als die Wellenlänge ist, auf den e-ten Bruchteil abfällt, sie sind im sichtbaren Spektralbereich praktisch undurchsichtig. Dies ist mit einem hohen Reflexionsvermögen verbunden, weshalb Metalle in der Optik eine große Rolle spielen.

Die Wellengleichung hat für Metalle im Vergleich zu Dielektrika (5-8) einen Term mehr und sieht folgendermaßen aus:

$$\nabla^{2} E(x, y, z, t) = \varepsilon_{0} \varepsilon \mu_{0} \mu \frac{\partial^{2} E(x, y, z, t)}{\partial t^{2}} + \mu_{0} \mu \sigma \frac{\partial E}{\partial t}$$
(5-71)

Der zweite Term auf der rechten Seite zeigt, dass die Welle gedämpft ist. Nimmt man an, dass die Welle monochromatisch (mit der Kreisfrequenz ω) und harmonisch ist $(E = E_0 e^{i\omega t})$, so lässt sich die erste Ableitung nach der Zeit schreiben als $\partial/\partial t \equiv -i\omega$ und Gleichung 5-71 vereinfacht sich zu:

$$\nabla^2 E + \hat{k}^2 E = 0 \tag{5-72}$$

mit: \hat{k} komplexer Wellenzahl

Die komplexe Wellenzahl lässt sich darstellen als:

$$\hat{k} = \frac{\omega}{c} \left(\varepsilon - i \frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0} \right)^{\frac{1}{2}}$$
(5-73)

Das heißt, die Wellengleichung in elektrischen Leitern kann gleich behandelt werden wie jene für Dielektrika, wenn die Dielektrizitätskonstante ε durch die komplexe Dielektrizitätskonstante $\hat{\varepsilon}$ ersetzt wird

KAPITEL 5

Polarimetrie

$$\hat{\varepsilon} = \varepsilon - i \frac{\sigma}{\varepsilon_0 \omega} \tag{5-74}$$

Ähnlich wie die komplexe Dielektrizitätskonstante wird auch eine komplexe Phasengeschwindigkeit \hat{c} und ein komplexer Brechungsindex \hat{n} eingeführt

$$\hat{c} = \frac{c_0}{\sqrt{\mu\hat{\varepsilon}}} = \frac{c_0}{\hat{n}}, \qquad \hat{n} = \sqrt{\mu\hat{\varepsilon}}$$
(5-75)

Der komplexe Brechungsindex wird dabei in einen Realteil n und einen Imaginärteil k aufgespaltet und in folgender Form geschrieben:

$$\hat{n} = n - ik \tag{5-76}$$

Damit ergibt sich als Lösung für die Wellengleichung in Metallen folgender Ausdruck für das elektrische Feld (bei Ausbreitung in z – Richtung):

$$E = E_0 e^{-\frac{\omega}{c_0}kz} e^{-i\omega\left(t-\frac{nz}{c_0}\right)}$$
(5-77)

Aus dieser Gleichung ist ersichtlich, dass die Dämpfung der Größe k proportional ist, k wird als Extinktionskoeffizient bezeichnet. Mit der Annahme $\mu \approx 1$ wird aus dem Vergleich von 5-75 und 5-76 und Auflösung nach Real- und Imaginärteil der Zusammenhang zwischen den optischen Materialgrößen n und k und den Stoffparametern ϵ und σ erhalten:

$$n^{2} = \frac{1}{2} \left[\varepsilon + \left(\varepsilon^{2} + \frac{\sigma^{2}}{\omega^{2} \varepsilon_{0}^{2}} \right)^{\frac{1}{2}} \right]$$
(5-78)

$$k^{2} = \frac{1}{2} \left[-\varepsilon + \left(\varepsilon^{2} + \frac{\sigma^{2}}{\omega^{2} \varepsilon_{0}^{2}}\right)^{\frac{1}{2}} \right]$$
(5-79)

Unter Verwendung der hier eingeführten komplexen Parameter $\hat{\varepsilon}$ und \hat{n} anstelle der reellen Konstanten ε und n kann die Wellenausbreitung in Metallen, sowie die Reflexion und Brechung an der Grenzfläche zwischen einem Dielektrikum und einem Metall, analog

zu den oben hergeleiteten Gleichungen für Dielektrika beschrieben werden. Als erstes wird das Snellius'sche Brechungsgesetz für Metalle betrachtet (siehe dazu Abb. 5-7)

$$\sin\Theta_t = \frac{\sin\Theta_i}{\hat{n}} \tag{5-80}$$

Der Brechungsindex ist nun komplex, was bedeutet, dass auch der Winkel Θ_t komplex ist. Die physikalische Interpretation dieser Tatsache ist nicht trivial und soll an dieser Stelle nicht durchgeführt werden, es sei nur darauf hingewiesen, dass für das gebrochene Licht im Metall gilt, dass die Flächen konstanter Phase nicht mit den Flächen konstanter Amplitude zusammenfallen, es handelt sich um eine inhomogene Welle. Wie bereits erwähnt wurde, wird Licht im Inneren eines Metalls sehr stark absorbiert. Bei der Bestimmung der optischen Eigenschaften von Metallen spielt daher das gebrochene Licht kaum eine Rolle, die Materialeigenschaften können vollständig aus den Parametern des reflektierten Lichtstrahls bestimmt werden. Dies wird im folgenden gezeigt.

Aus den Fresnel'schen Gleichungen (5-62 und 5-65) werden die Reflexionskoeffizienten r_p und r_n gebildet

$$r_p = \frac{R_p}{A_p} = \frac{\hat{n}_2 \cos\Theta_i - n_1 \cos\Theta_i}{\hat{n}_2 \cos\Theta_i + n_1 \cos\Theta_i}$$
(5-81)

$$r_n = \frac{R_n}{A_n} = \frac{n_1 \cos \Theta_i - \hat{n}_2 \cos \Theta_t}{n_1 \cos \Theta_i + \hat{n}_2 \cos \Theta_t}$$
(5-82)

Die Reflexionskoeffizienten sind nun komplex, und bei der Reflexion an einer Metalloberfläche tritt neben der Änderung der Amplituden auch ein Phasensprung ϕ auf. Die Reflexionskoeffizienten werden deshalb in folgender Form angeschrieben:

$$r_p = \frac{R_p}{A_p} = \rho_p e^{i\phi_p} \text{ und } r_n = \frac{R_n}{A_n} = \rho_n e^{i\phi_n}$$
(5-83)

mit: $\rho_{p,\ n}$ Betrag des komplexen Reflexionskoeffizienten, $\phi_{p,\ n}$ Phasenänderung

Beide Gleichungen können wiederum zusammengefasst werden, die dabei verwendeten Parameter Δ und ψ werden die ellipsometrischen Parameter genannt, sie beschreiben die Änderung des Polarisationszustandes bei einer Reflexion vollständig.

Polarimetrie

$$\tan \psi = \frac{\rho_n}{\rho_p} \quad \text{und} \qquad \Delta = \phi_p - \phi_n \tag{5-84}$$

$$\widetilde{\rho} = \tan \psi e^{i\Delta} = \frac{r_p}{r_n}$$
(5-85)

Mit einem Polarimeter werden diese Änderung des Polarisationszustandes gemessen, weshalb der Zusammenhang zwischen den ellipsometrischen Parametern Δ und ψ und den optischen Parametern n und k des Metalls von Interesse sind. Dazu wird Gleichungen 5-81 und 5-82 in 5-85 eingesetzt.

$$\widetilde{\rho} = \frac{(\widehat{n}_2 \cos \Theta_i - n_1 \cos \Theta_i)(n_1 \cos \Theta_i + \widehat{n}_2 \cos \Theta_i)}{(\widehat{n}_2 \cos \Theta_i + n_1 \cos \Theta_i)(n_1 \cos \Theta_i - \widehat{n}_2 \cos \Theta_i)}$$
(5-86)

Die Auflösung dieser Gleichung nach Real- und Imaginärteil hat physikalisch nur dann einen Sinn, wenn das Medium 1 als verlustfrei angenommen wird (hier durch den reellen Brechungindex n_1 ersichtlich), da ansonsten von keinem Einfallswinkel Θ_i gesprochen werden kann, da die elektromagnetische Welle in einem leitenden Medium inhomogen ist. Wird der Brechungswinkel Θ_t durch den Einfallswinkel Θ_i (Gleichung 5-80) ausgefrückt, so ergibt sich:

$$\widetilde{\rho} = \frac{n_1 \sin^2 \Theta_i - \cos \Theta_i \sqrt{(n_2 - ik_2)^2 - n_1^2 \sin^2 \Theta_i}}{n_1 \sin^2 \Theta_i + \cos \Theta_i \sqrt{(n_2 - ik_2)^2 - n_1^2 \sin^2 \Theta_i}}$$
(5-87)

oder in anderer Form

$$n_2 - ik_2 = n_1 \tan \Theta_i \sqrt{1 - \frac{4\widetilde{\rho} \sin^2 \Theta_i}{\left(1 + \widetilde{\rho}\right)^2}}$$
(5-88)

Diese Gleichung wird die fundamentale Gleichung der Ellipsometrie genannt. Wie aus den Messsignalen des μ s – Division – of – Amplitude – Photopolarimeters die optischen Konstanten des zu untersuchenden Materials erhalten werden wird in Kapitel 6 ausführlich erläutert.

5.5 Bestimmung des normalen spektralen Emissionskoeffizienten aus den optischen Parametern Brechungsindex und Extinktionskoeffizient

Ein auf eine Oberfläche treffender Wellenzug wird zu einem gewissen Teil reflektiert, und zu einem gewissen Teil absorbiert, der restliche Teil wird durchgelassen. Da die gesamte Energie des Lichtwellenzuges erhalten bleibt, muss gelten:

$$R + A + T = 1$$
 (5-89)

mit : A Absorptionsvermögen

Für undurchsichtige Medien verschwindet das Transmissionsvermögen, obige Gleichung reduziert sich zu:

$$R + A = 1$$
 (5-90)

Für Schwarzkörperstrahler, welche sich im thermischen Gleichgewicht mit ihrer Umgebung befinden, gilt, dass das Absorptionsvermögen ebenso wie das Emissionsvermögen für alle Wellenlängen und sämtliche Raumrichtungen den Wert Eins besitzt. Reale Körper besitzen, wie in Kapitel 3.3 erläutert, ein Emissionsvermögen welches kleiner als 1 ist. Aus Gleichgewichtsüberlegungen zeigt sich, dass die Gleichheit des Emissionsvermögens mit dem Absorptionsvermögen auch für reale Körper gelten muss, dies wird durch das Kirchhoff^{*}sche Gesetz ausgedrückt

$$\varepsilon(\Theta, \phi) = A(\Theta, \phi) \tag{5-91}$$

wobei die Winkel Θ und ϕ die Richtung im Raum angeben. Das bedeutet, dass der normale spektrale Emissionskoeffizient $\varepsilon_{\lambda,\perp}$ aus dem normalen spektralen Reflexionsvermögen $R_{\lambda,\perp}$ bestimmen werden kann.

$$\varepsilon = 1 - \Re \tag{5-92}$$

Für normalen Einfall wird zwischen den beiden Richtungen normal bzw. parallel zur Einfallsebene nicht unterschieden und für das Reflexionsvermögen ergibt sich mit Gleichung 5-67 und 5-64:

Polarimetrie

$$\mathfrak{R}_{\perp} = \left| \frac{\hat{n}_2 - n_1}{\hat{n}_2 + n_1} \right|^2 = \frac{(n_1 - n_2)^2 + k^2}{(n_1 + n_2)^2 + k^2}$$
(5-93)

Schließlich wird für den normalen spektralen Emissionskoeffizienten $\varepsilon_{\lambda, \perp}$ als Funktion der optischen Parameter folgender Ausdruck erhalten:

$$\varepsilon_{\perp} = 1 - \Re_n = 1 - \frac{(n_1 - n_2)^2 + k^2}{(n_1 + n_2)^2 + k^2} = \frac{4n_1n_2}{(n_1 + n_2)^2 + k^2}$$
(5-94)

womit $\varepsilon_{\lambda, \perp}$ eindeutig bestimmt ist.

Kapitel 6

Das Polarimeter

Ein Polarimeter zur Bestimmung der optischen Konstanten bei einem Pulsheizexperiment muss ohne bewegliche Teile auskommen, was bei den herkömmlichen Polarimetern meist nicht der Fall ist. Dabei wird der reflektierte Strahl üblicherweise mit einem Linearpolarisator und einem Retarder (z. B. ein $\lambda/4$ – Plättchen) analysiert, d. h. diese beiden drehbar gelagerten optischen Elemente werden in eine solche Position gebracht, dass die Intensität des Strahls Null wird. Aus der Winkelstellung der beiden Elemente kann der Polarisationszustand bestimmt werden [35].

Bei dem von der Firma Containerless Research, Inc., Evanston, Illinois, U.S.A., entwickelten und gebauten μ s – Division of Amplitude Photopolarimeter (μ – DOAP)wird der reflektierte Strahl mittels eines Strahlteilers und zweier Prismen in vier Teilstrahlen zerlegt, deren Intensität man bestimmt. Der Strahlteiler und die Prismen sind dabei so angeordnet, dass aus den vier Intensitäten der Polarisationszustand bestimmt werden kann. Die Zerlegung (division) des Strahls in vier Teilstrahlen gibt dem Instrument auch seinen Namen.

Ein Polarimeter dieser Bauart kann beliebig schnell betrieben werden, als Limitierung dabei tritt nur die verwendete Elektronik auf, da mit einer Erhöhung der Bandbreite auch das Rauschen ansteigt.

6.1 Das Messprinzip

Der Polarization State Detector (PSD) stellt das Kernstück des Polarimeters dar. In diesem Detektor wird der reflektierte Strahl mittels eines speziell beschichteten Strahlteilers in zwei Teilstrahlen zerlegt, welche wiederum mittels zweier Glan – Thompson Linearpolarisatoren in zwei zueinander senkrecht linear polarisierte Komponenten aufgespaltet werden. Diese vier Teilstrahlen werden auf Photodetektoren fokussiert und mittels Lock – In Technik verstärkt. Zwischen dem Stokesvektor S des zu analysierenden Laserstrahls und den vier Intensitäten I, welche ebenfalls als Vektor aufgefasst werden können, besteht bei geeigneter Wahl der Beschichtung des Strahlteilers folgender Zusammenhang:

$$\vec{I} = (I_0, I_1, I_2, I_3) = \vec{A}\vec{S}$$
(6-1)

mit: A Gerätematrix

Aus den gemessenen Intensitäten und aus der inversen Gerätematrix kann der Stokesvektor des reflektierten Laserstrahls eindeutig bestimmt werden:

$$\vec{S} = \vec{A}^{-1}\vec{I} \tag{6-2}$$

Die Voraussetzung dafür ist, dass die Gerätematrix invertiert werden kann, d. h. dass sie nicht singulär ein darf.

Sind die optischen Parameter sämtlicher verwendeter Komponenten sowie die Durchlässigkeit der Lichtleiter bekannt, welche das Licht vom Detektor zur Elektronikbox transportieren sowie die Empfindlichkeit der Detektoren und der Verstärker, dann kann die Gerätematrix daraus bestimmt werden [36]. Dies ist jedoch schwierig und setzt eine genaue Vermessung sämtlicher Komponenten unter den selben geometrischen Bedingungen wie in der verwendeten Anordnung voraus. Ähnlich wie in der Pyrometrie wird auch beim μ - DOAP dieses Problem durch eine Kalibration umgangen.

Um die Gerätematrix A zu erhalten, muss der Detektor mit vier bekannten, voneinander linear unabhängige Polarisationszustände beaufschlagt und die jeweiligen Intensitäten gemessen werden. Dadurch lässt sich die 4×4 Gerätematrix eindeutig bestimmen. Da die optischen Komponenten des Polarization State Generators (PSG), (dass ist jener Teil des Photoploarimeters der die gewünschten Polarisationszustände erzeugt), nicht perfekt sein können, sowie durch das Rauschen der Detektoren. des Verstärkers und das Digitalisierungsrauschen der Datenerfassung, wird die erhaltene Gerätematrix fehlerbehaftet sein. Ein besseres Ergebnis wird erzielt, wenn mehr als vier Polarisationszustände zur Kalibration verwendet werden und die Gerätematrix mit den Methoden der Statistik aus den erhaltenen Intensitäten bestimmt wird.

KAPITEL 6

Die ellipsometrischen Parameter der reflektierenden Oberfläche werden aus folgender Überlegung erhalten. Die Reflexion an einer Oberfläche kann durch die Müllermatrix:

$$M_{\text{Refl}} = \frac{\rho_p^2 + \rho_n^2}{2} \begin{pmatrix} 1 & -\cos 2\psi & 0 & 0 \\ -\cos 2\psi & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \sin 2\psi \cos \Delta & \sin 2\psi \sin \Delta \\ 0 & 0 & -\sin 2\psi \sin \Delta & \sin 2\psi \cos \Delta \end{pmatrix}$$
(6-3)

beschrieben werden. Das heißt, der Stokesvektor S' des reflektierten Strahls auch aus der Gleichung

$$\bar{S}' = M_{\text{Re}\,fl}\bar{S} \tag{6-4}$$

erhalten werden kann. Wird als der Polarisationszustand des Laserstrahls vor der Reflexion + 45° linear polarisiertes Licht S = (1, 0, 1, 0) gewählt, so ergeben sich daraus folgende Stokesparameter des reflektierten Strahls:

$$\begin{pmatrix} S_0' \\ S_1' \\ S_2' \\ S_3' \end{pmatrix} = \frac{\rho_p^2 + \rho_n^2}{2} \begin{pmatrix} 1 \\ -\cos 2\psi \\ \sin 2\psi \cos \Delta \\ -\sin 2\psi \cos \Delta \end{pmatrix}$$
(6-5)

Wird Gleichung 6-5 nach den ellipsometrischen Parametern derart aufgelöst, dass diese als das Verhältnis zweier gemessener Stokesparameter dargestellt werden können, wird der Faktor $\frac{1}{2}(\rho_p^2 + \rho_n^2)$ eliminiert und für die ellipsometrischen Parameter ergibt sich folgender Zusammenhang:

$$\tan\Delta = -\frac{S_3'}{S_2'} \tag{6-6}$$

$$\tan 2\psi = -\frac{\sqrt{S_2^{/2} + S_3^{/2}}}{S_1^{/}} \tag{6-7}$$

Die optischen Konstanten n und k der reflektierenden Oberfläche werden aus den ellipsometrischen Parametern mithilfe der Gleichungen 5-85 und 5-88 erhalten, woraus

mit Gleichung 5-94 der normale spektrale Emissionskoeffizient bei der verwendeten Laserwellenlänge bestimmt werden kann.

6.2 Aufbau

Das μ s – Division of Amplitude Photopolarimeter (μ - DOAP) besteht aus sechs Komponenten, dem Polarization State Generator (PSG), der Lichtquelle, dem Referenzdetektor, dem Polarization State Detector (PSD), der Verstärkerelektronik und einem Personal Computer zur Datenerfassung bzw. zur Steuerung der Kalibration.

Abb. 6-1 zeigt die optischen Komponenten des Polarimeters sowie das Entladegefäß in der Messposition, in den folgenden Kapiteln wird auf den Aufbau der einzelnen Einheiten näher eingegangen. Als Bezeichnung für die einzelnen Teile wurden die Originalbezeichnungen beibehalten, da eine sinnvolle Übersetzung zum Teil schwer zu finden ist.



Abb. 6-1: Das µs – Division of Amplitude Photopolarimeter

Bei dieser Anordnung sei noch darauf hingewiesen, dass die Einfallsebene nicht wie üblich vertikal im Raum steht, sondern horizontal, sie wird durch die beiden Achsen des PSG und des PSD aufgespannt. Dadurch muss berücksichtigt werden, dass auch die Normal- und die Parallelkomponente des polarisierten Lichts um 90° verdreht sind, was ein gewisses Umdenken erfordert, da bei üblicher Wahl des Koordinatensystems nicht die z – Achse in der Einfallsebene liegt, sondern die x - y – Ebene mit der Einfallsebene
zusammenfällt. Um diese Schwierigkeiten zu vermeiden werden in dieser Arbeit nicht die Bezeichnungen horizontal und vertikal linear polarisiert verwendet, sondern normal und parallel zur Einfallsebene linear polarisiert. In den folgenden Betrachtungen befindet sich das Koordinatensystem so im Raum, dass wie bei allen vorherigen Betrachtungen die Grenzfläche Metall – Luft in der x - y – Ebene liegt und der einfallende Strahl zusammen mit der z – Achse die Einfallsebene aufspannt.

6.2.1 Polarization State Generator

Die Hauptbestandteile des PSG sind der drehbare montierte Linearpolarisator und das ebenfalls drehbare $\lambda/4$ – Plättchen. Ein $\lambda/4$ – Plättchen ist ein optisches Element in dem die Ausbreitungsgeschwindigkeit von der Schwingungsebene des Lichts abhängt. Wird die Dicke dieses Elements genau so gewählt, dass zwischen der Schwingungsebene in der x – Achse und der Schwingungsebene in der y – Achse eine Phasendifferenz von $\pi/2$ entsteht, erhält man ein $\lambda/4$ – Plättchen. Als schnelle Achse des Plättchens wird jene Achse bezeichnet, welche die kleinere Ausbreitungsgeschwindigkeit besitzt, es wird im Vergleich zur langsamen Achse eine Phasenverschiebung von + $\pi/2$ erzeugt.

Mit diesen beiden optischen Bauteilen kann jeder beliebige Polarisationszustand erzeugt werden.



Abb. 6-2: Optischer Aufbau des Polarization State Generator mit: S Stokes Vektor des ursprünglichen Zustandes, S' Stokes Vektor des resultierenden Zustandes, p_{s, 1} Abschwächung des Linearpolarisators für die schnelle bzw. langsame Komponente, $\alpha_{LP, \lambda/4}$ Winkel des Linearpolarisators bzw. des $\lambda/4$ – Plättchens zur x - Achse

Die Müller - Matrix M_{LP} für einen idealen Linearpolarisator, der für die x – Komponente durchlässig ist und die y – Komponente auslöscht ($p_x = 1, p_y = 0$), lautet:

Für ein $\lambda/4$ – Plättchen mit der x – Achse als schnelle Achse und der y – Achse als langsame Achse sieht die Müller - Matrix M_{$\lambda/4$} folgendermaßen aus:

$$M_{\lambda/4} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & -1 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \end{pmatrix}$$
(6-9)

KAPITEL 6

Sind diese Komponenten um den Winkel α zur x – Achse gedreht, so muss auch die Müller – Matrix M_{α}:

$$M_{\alpha} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \cos 2\alpha & \sin 2\alpha & 0 \\ 0 & -\sin 2\alpha & \cos 2\alpha & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$
(6-10)

für die Drehung eines optischen Elements angewandt werden. Diese Matrix gibt die resultierende Matrix eines Elements an, dass um den Winkel α gedreht ist, dabei ist darauf zu achten, dass bei der Drehung das ursprüngliche Koordinatensystem nicht verlassen wird, weshalb der resultierende Stokesvektor wieder um den Winkel α in die Gegenrichtung gedreht werden muss.

$$M(\alpha) = M_{-\alpha} \cdot M \cdot M_{\alpha} \tag{6-11}$$

mit: $M(\alpha)$ Müller – Matrix des um den Winkel α gedrehten Elements, M Müller – Matrix des Elements ohne Drehung

. .

Auf die Herleitung dieser Müller – Matrizen aus grundlegenden Überlegungen wurde hier verzichtet, eine genaue Diskussion ist in [32] zu finden.

Nun soll gezeigt werden, wie sich der Polarisationszustand des Laserstrahls bei feststehendem $\lambda/4$ – Plättchen (schnelle Achse parallel zur x – Achse) und einer Drehung des Linearpolarisators im Uhrzeigersinn verändert.

Steht der Linearpolarisator parallel zur schnellen Achse des Plättchens so gibt es keine Komponente in der y – Achse, das Licht bleibt horizontal linear polarisiert. Dreht man den Linearpolarisator um den Winkel α_{LP} im Uhrzeigersinn so erhält man folgende Polarisationsellipse:



Abb. 6-3: Polarisationsellipse bei $-\pi/4 < \alpha_{LP} < 0$ und $\alpha_{\lambda/4} = 0$

Die beiden Komponenten $E_{0x} = E_0 \cos \alpha_{LP}$ und $E_{0y} = E_0 \sin \alpha_{LP}$ haben eine Phasendifferenz $\delta = \phi_x - \phi_y = \pi/2$, das heißt der Polarisationszustand ist elliptisch rechts polarisiertes mit einer Elliptizität von $\epsilon = \alpha_{LP}$ und einem Azimut von Null. Beträgt der Winkel α_{LP} genau $\pi/4$ so sind die beiden Komponenten E_{0x} und E_{0y} gleich groß, der Laserstrahl ist zirkular rechts polarisiert. Im Allgemeinen wird bei feststehendem $\lambda/4 -$ Plättchen eine Polarisationsellipse deren Azimut Null ist und deren Elliptizität $\epsilon = -\alpha_{LP}$ beträgt erhalten. Um ein gewisses Azimut ψ zu erhalten, werden beide Komponenten um den Winkel ψ gegen den Uhrzeigersinn gedreht.

Um einen beliebigen Polarisationszustand mit dem Azimut ψ und der Elliptizität \in zu erzeugen müssen die beiden Komponenten des PSG folgende Bedingungen erfüllen:

$$\alpha_{\lambda/4} = \psi \tag{6-12}$$

$$\alpha_{LP} = \psi - \varepsilon \tag{6-13}$$

oder als Funktion der gewünschten Stokesparameter $S = (1, S_1, S_2, S_3)$:

$$\alpha_{\lambda/4} = \frac{1}{2} \tan^{-1} \left(\frac{S_2}{S_1} \right)$$
 (6-14)

$$\alpha_{LP} = \alpha_{\lambda/4} - \frac{1}{2} \tan^{-1} \left(\frac{S_3}{\sqrt{S_1^2 + S_2^2}} \right)$$
(6-15)

Als Linearpolarisator wird ein Glan – Thompson Prisma verwendet, das $\lambda/4$ – Plättchen ist ein Mika Kristall (KH₂Al₃(SiO₄)₃, optisch dreiachsig) der so geschnitten ist, dass die optische Achse parallel zur Vorder- bzw. Hinterseite liegt und die Bedingung:

$$d(|n_o - n_e|) = (4m+1)\frac{\lambda_0}{4}$$
(6-16)

mit: n_o Brechungsindex des ordentlichen Strahls, n_e Brechungsindex des außerordentlichen Strahls, d Dicke des Plättchens, m ganze Zahl, λ_0 Vakuumwellenlänge

erfüllt ist.

Die Ansteuerung der Schrittmotoren zur genauen Einstellung der Winkel α_{LP} und $\alpha_{\lambda/4}$ erfolgt mit einem "Zwei Achsen Schrittmotor Steuerung mit RS – 232 Interface" der Firma Oriel Instruments, Model Nr.: 20010. Diese Steuerung wird über den Personal Computer angesprochen, womit der Vorgang der Kalibration vollständig automatisiert ist.





mit: 1 Linearpolarisator, 2 $\lambda/4$ – Plättchen, 3 Stellmotor für 1, 4 Stecker für Motorsteuerung, 5 Stellmotor für 2, 6 Linse , 7 Referenzdetektor, 8 Stellschraube zum Kippen, 9 Stellschraube zum seitlichen Verschieben, 10 Schraube zum verdrehen um Mittelachse, 11 Kipppunkt, 12 Schraube zur Höhenverstellung, 13 Lasereinkopplung 14 Libelle, 15 optische Schiene

Der Aufbau des PSG ist in Abb. 6-4 zu sehen. Der PSG ist dabei so konstruiert, dass man das gesamte Modul sowohl in der Höhe als auch seitlich verschrieben kann, außerdem besteht die Möglichkeit, das Modul um die optische Achse zu drehen sowie zu Kippen, um den Laserstrahl senkrecht im Raum auszurichten. Zur Überprüfung der horizontalen Ausrichtung befinden sich zwei Libellen am PSG. Um den Laserstrahl auf die Probe fokussieren zu können, ist der gesamte PSG auf einer optischen Schiene montiert.

Ursprünglich wurde das Laserlicht, wie in Abb. 6-4 zu sehen ist, mit einer Lichtfaser in den PSG eingekoppelt, dabei traten aber Probleme auf weshalb der Laserstrahl nun über zwei Spiegel eingekoppelt wird, was einerseits mehr Intensität bringt und andererseits das Strahlprofil des Lasers nicht so stark deformiert. Diese Problematik wird in Kapitel 8.3.1 genauer behandelt.

Das $\lambda/4$ – Plättchen kann abgenommen werden, da es nur bei der Kalibration verwendet wird, hingegen wird die Linse zum Fokussieren des Laserstrahls während der Kalibration nicht gebraucht, da eine solche Linse ebenfalls im Referenzdetektor integriert ist.

6.2.2 Der Referenzdetektor

Bei der Messung des normalen spektralen Emissionskoeffizienten genügt es, die ellipsometrischen Parameter Δ und ψ zu bestimmen, die Messung der Intensität des reflektierten Laserstrahls ist nicht notwendig. Bei der Kalibration wird jedoch der Zusammenhang zwischen verschiedenen Polarisationszuständen des Laserstrahls der dabei direkt in den Detektor gelangt und den vier gemessenen Intensitäten bestimmt, um daraus eine Aussage über die Gerätematrix machen zu können. Dabei werden Intensitäten untereinander verglichen, was nur dann möglich ist, wenn die Laserleistung über die gesamte Dauer der Kalibration konstant ist und außerdem die Intensität des Strahls nicht vom Polarisationszustand abhängt. Keine Abhängigkeit der Intensität des Laserstrahls vom generierten Polarisationszustand ist nur dann gegeben, wenn der Laserstrahl unmittelbar vor dem PSG entweder völlig unpolarisiert ist (S = (1, 0, 0, 0)), oder rechts bzw. links zirkular polarisiert ist (S = $(1, 0, 0, \pm 1)$). Da aber beides (zeitlich konstante Leistung und völlig unpolarisiertes bzw. zirkular polarisiertes Licht) nur mit sehr großem Aufwand möglich wäre, wird die Intensität des Lasers nach dem PSG gemessen und die vier Detektorsignale durch dieses Signal dividiert. Wichtig dabei ist jedoch, dass der Polarisationszustand des Laserstrahls bei dieser Intensitätsmessung keinesfalls verändert werden darf.



Abb. 6-5: Die Strahlteiler im Referenzdetektor mit: D_{1, 2} Photodetektoren, a, b, c, d Eintritts- bzw. Austrittspunkte des Laserstrahls aus den BK7 – Prismen

Dies wird mit zwei Strahlteilern aus BK7 bewerkstelligt. Die Anordnung dieser Glasquader ist in Abb. 6-5 zu sehen. Der Strahl trifft, nachdem der Polarisationzustand im PSG generiert wurde, auf den ersten Strahlteiler unter einem Winkel von 45° auf (Punkt a). Als Reflexivität für die Komponente normal zur Einfallsebene (das ist in Abb. 6-5 die x – Komponente) ergibt sich 0,095 und für die parallele Komponente 0,009. Der an der Vorderseite des Strahlteilers reflektierte Strahl trifft auf eine Silizium – Photodiode zur Bestimmung der Intensität.

Der gebrochene Strahl trifft auf die planparallele Rückseite des Strahlteilers (Punkt b) unter dem Winkel von 27,9° und wird so gebrochen, dass er parallel zum einfallenden Strahl den Glasquader verlässt. Die Reflexivität beträgt für die normal Komponente wieder 0,095 und für die parallele Komponente 0,009. Nach dem ersten Strahlteiler beträgt die Abschwächung für die transmittierte n – Komponente:

$$(1-0,095)*(1-0,095) = 0,819$$

und für die p – Komponente:

$$(1-0,009)^*(1-0,009) = 0,982.$$

Der transmittierte Strahl erfährt dabei weder für die n - noch für die p - Komponente eine Phasenverschiebung.

Um die Änderung des Polarisationszustandes durch die unterschiedliche Abschwächung der beiden Komponenten zu kompensieren wird ein zweiter Strahlteiler verwendet, welcher ebenfalls unter 45° im Strahlengang steht, jedoch genau 90° um die Achse des Laserstrahls verdreht. Das gewährleistet, dass die x – Komponente des einfallenden Strahls nun die parallel – Komponente bei der Reflexion darstellt. Da die Abschwächungen gleich sind wie beim Durchgang durch den erste Quader (jedoch für die beiden Komponenten des einfallenden Strahls vertauscht) ergibt sich sowohl für die x – als auch für die y – Komponente eine Durchlässigkeit von:

(1-0,095)(1-0,095)(1-0,009)(1-0,009) = 0,804

Da das Reflexionsvermögen einer dielektrischen Oberfläche für die p- und n-Komponente nicht gleich ist (siehe Abb. 5-8), ist es nicht möglich, aus dem Signal des ersten Detektors D₁ auf die Intensität des Laserstrahls zu schließen, deshalb wird auch die Intensität des an der Vorderseite des zweiten Strahlteilers (Punkt c) reflektierten Strahls gemessen (Detektor D_2). Die Summe der beiden Signale ist jedoch nur dann der Intensität des Laserstrahls proportional, wenn das Minimum bzw. Maximum der Signale der beiden Detektoren identisch ist, da sonst eine der beiden Komponenten stärker zum Signal beitragen würde. Dies wird durch eine Justierung der Widerstände in der Verstärkerelektronik der beiden Detektoren bei der Kalibration des Referenzdetektors gewährleistet.

Jeder der beiden Strahlteiler hat eine Dicke von 3/8", deshalb wird der Strahl um jeweils 3,2 mm versetzt. Um eine Parallelversetzung des Strahls nur in einer Richtung zu erhalten, ist die gesamte Anordnung der beiden Prismen im Vergleich zu Abb. 6-5 um 45° um die Achse des Laserstrahls gedreht, als resultierende Versetzung ergibt sich 4,5 mm nach oben.

Der Referenzdetektor ist in Abb. 6-4 zu sehen, er ist jedoch auf einem eigenen Reiter montiert, welcher sowohl seitlich als auch in der Höhe verstellt werden kann. Außerdem kann man den Referenzdetektor um die zwei Achsen senkrecht zum Laserstrahl drehen. Dies ist erforderlich, da die oben beschriebene Anordnung sehr empfindlich auf kleine Winkelfehler reagiert, was bedeutet dass auf die Justierung dieses Detektors bei der Kalibration besonderes Augenmerk gelegt werden muss um zufriedenstellende Ergebnisse zu erzielen.

6.2.3 Die Lichtquelle

Als Lichtquelle dient ein Diodenlaser Model PPMT(LD1216), der Firma Power Technology, Inc., Arkansas, U.S.A. Dieser Laser arbeitet bei einer Wellenlänge von 684,5 nm und wird im Konstantstrommodus betrieben. Die Versorgungsspannung beträgt 12 Volt, zur Modulation wird ein externes TTL – Signal verwendet. Die maximale Modulationsfrequenz beträgt 20 MHz, in unserem Fall wird der Laser mit 8 MHz betrieben. Die Laserausgangsleistung beträgt maximal 60 mW.

Bei der ursprünglichen Anordnung befand sich der Laser in der geschirmten Messkabine, das Licht wurde mittels eines Lichtleiters (12 m lang, 35 µm Faserdurchmesser, Numerische Apertur 0,22, Multimode) zum PSG transportiert. Dabei ging jedoch sehr viel Intensität verloren und das Strahlprofil wurde völlig deformiert (siehe Kapitel 8.3.1). Um diese Probleme zu beseitigen wurde ein zweites Lasermodul, welches bei der gleichen Wellenlänge arbeitet gekauft, dieses ist mit anamorphen Prismen zur Erzeugung eines gaussförmigen Strahlprofils ausgestattet.



Abb. 6-6: Prinzip der anamorphen Prismen zur Strahlkorrektur

Das Prinzip der Strahlkorrektur mit anamorphen Prismen ist in Abb. 6-6 dargestellt. Trifft ein Lichtstrahl auf eine planparallele Platte so verlässt er diese - mit einem leichten Versatz – parallel zum einfallenden Strahl, ist die Rückseite der Platte jedoch nicht parallel zur Vorderseite so wird der Strahl nach dem Prisma um einen Winkel β geknickt und in der Breite verändert sein. Bei entsprechender Stellung eines zweiten anamorphen Prismas ist es möglich, dass der Strahl um den gleichen Winkel β geknickt wird und die Anordnung parallel zum einfallenden Strahl verlässt. Das Verhältnis b/a der Strahlbreiten hängt sowohl vom Brechungsindex n und Öffnungswinkel α der Prismen als auch von deren Position zum Strahl ab. Die Breite des Strahl senkrecht zur Zeichenebene bleibt dabei unverändert, d. h. es ist damit möglich, ein elliptisches in ein rundes Strahlprofil umzuwandeln. Der unterschiedliche Divergenzwinkel eines von einer Halbleiterdiode emittierten Laserstrahls wird durch eine zusätzliche Zylinderlinse bei der Kollimation des Lasers ausgeglichen.

Dieser Laser befindet sich in einer Box zur elektromagnetischen Abschirmung unmittelbar vor dem PSG. In dieser Box befindet sich auch die Schaltung, welche aus dem bereitgestellten Sinussignal ein TTL – Signal zur Modulation des Lasers generiert. Diese Anordnung ist in Abb. 6-7 zu sehen. Da der PSG bei der Justierung auf den Probendraht seitlich verschoben werden muss, wird der Laserstrahl über zwei Spiegel in den PSG eingekoppelt. Um elektromagnetische Einstreuungen in die Box zu verhindern, wird der Laserstrahl durch ein dünnes Kupferrohr aus der Box geführt. Die Kabel zur Spannungsversorgung des Lasers und der Elektronik, sowie das Kabel mit dem Modulationssignal werden ebenfalls in einem Kupferrohr von der Messkabine zur Box geführt.



Abb. 6-7: Der Diodenlaser und die Spiegel zur Einkopplung des Laserstrahls in den PSG

mit: 1 Diodenlaser mit Temperaturstabilisierung und Stromregelung, 2 Tisch zum horizontalen justieren des Laserstrahls, 3 Aluminiumbox, 4 Kupferrohr zur Belüftung, 5 Kupferrohr als Laserausgang, 6 Spiegelhalter mit Laserspiegeln, 7 PSG, 8 Stellschrauben zum Justieren des Lasers, 9 Stellschrauben zum Justieren der Spiegel, 10 Libelle

Die Laserausgangsleistung bei der alten Anordnung betrug nach dem Lichtleiter 11 mW, bei der neuen Anordnung beträgt die Strahlleistung nach den anamorphen Prismen 25 mW. Diese Werte wurden mit einem Leistungsmessgerät (Newport Laser Power Meter, Model 820) mit einer Genauigkeit von \pm 5 % bestimmt.

Die Wellenlänge des Lasermoduls kann indirekt über die Temperatur des Moduls in engen Grenzen variiert werden. Zur Stabilisierung der Temperatur ist sowohl eine Heizung als auch eine Peltierkühlung eingebaut, zur Erhöhung der Lebensdauer ist es empfehlenswert, den Laser nicht über 30° C zu betreiben.

6.2.4 Polarization State Detector

Der Polarization State Detector stellt das eigentliche Kernstück des Polarimeters dar, er misst den Polarisationszustand des reflektierten Laserstrahls, nach einem von Azzam entwickelten Prinzip [36]. Der reflektierte Strahl wird mittels eines Strahlteilers in zwei Teilstrahlen zerlegt und von diesen Teilstrahlen werden die Intensitäten zweier zueinander senkrechter Komponenten bestimmt.

Der mechanische Aufbau des PSD ist in Abb. 6-8 zu sehen. Der PSD ist so konstruiert, dass sowohl beim Kippen um die horizontale als auch um die vertikale Achse

KAPITEL 6

der Drehpunkt mit dem Zentrum der Eintrittsblende zusammenfällt, da beim Justieren ansonsten iterativ vorgegangen werden müsste.



Abb. 6-8: Der Polarization State Detector mit: 1 Führung zum Kippen, 2 Schrauben zum seitlichen Verschieben, 3 Schrauben zum Drehen des PSD um die optische Achse, 4 Schrauben zum seitlichen Kippen, 5 Schraube zur Höhenverstellung, 6 Lichtleiteranschluss, 7 BNC – Buchse für Videosignal, 8 Stecker für Spannungsversorgung der CCD – Kamera, 9 Schraube zum horizontalen Kippen, 10 Libelle, 11 Hebel zum Verstellen der Eintrittspupille, 12 optische Schiene

Der optische Aufbau des PSD ist in Abb. 6-9 zu sehen. Der von der Probe reflektierte Strahl wird mit einem Linsenpaar auf eine Blende (\emptyset 1 mm) fokussiert, danach wird er mit einer weiteren Linse kollimiert. Mittels des Strahlteilers (Teil 6 in Abb. 6-9) wird der Strahl in zwei Teilstrahlen zerlegt, diese beiden Teilstrahlen werden jeweils mit einem Glan – Thompson Linearpolarisator [37] in zwei zueinander senkrechte linear polarisierte Komponenten aufgespaltet. Die vier so erhaltenen Teilstrahlen werden mit einer Linse auf jeweils einen Lichtleiter fokussiert, mit denen das Licht in die Messkabine transportiert wird, wo die Intensitäten mittels Photodioden gemessen werden.

Der Strahlteiler ist ein Plättchen aus Zinksulfid, welches mit einer dünnen Schicht Magnesiumfluorid beschichtet ist. Die Dicke dieser Schicht, sowie der Winkel unter dem der Strahlteiler im Strahlengang steht wurden so gewählt, dass zwischen dem reflektierten und dem transmittierten Strahl eine Phasenverschiebung Δ von ungefähr $\pi/2$ hervorgerufen wird, der Fehler beim Invertieren der Gerätematrix (siehe Kapitel 6.3) wird in diesem Fall minimal [38] und [39]. Als Phasenverschiebung wird hier eine Änderung der Phasendifferenz der n – und der p – Komponente des reflektierten und des transmittierten Strahls verstanden.

Damit nur das reflektierte Laserlicht und möglichst wenig Temperaturstrahlung von der Oberfläche des heißen Probendrahtes in den Detektor gelangt, befindet sich zwischen den beiden vorderen Linsen ein Interferenzfilter mit einer sehr geringen Halbwertsbreite ($\Delta \lambda = 2,7$ nm).



Abb. 6-9: Der optische Aufbau des Polarization State Detectors

Mit: 1 Linse (f = 145 mm), 2 Interferenzfilter, 3 Eintrittsblende, 4 Linse (f = 20 mm), 5 Lochblende, 6 semipermeabler Spiegel, 7 Glan – Thompson Polarisator, 8 Lichtleiter mit Stecker, 9 CCD – Kamera, 10 Strahlteiler

Beim Justieren des PSD muss darauf geachtet werden, dass der reflektierte Laserstrahl sowohl durch das Zentrum der Eintrittsblende geht, als auch die Lochblende (Teil 5 in Abb. 6-9) zentral trifft. Ist letzteres nicht der Fall so wird ein Teil des Strahls abgeschnitten und es sind nicht die gleichen Bedingungen wie bei der Kalibration gegeben, was einen großen Fehler zur Folge hat. Um zu gewährleisten, dass der Strahl tatsächlich zentrisch durch die Blende im Inneren des Detektors trifft ist der PSD mit einer CCD – Kamera ausgestattet, welche über einen halbdurchlässigen Spiegel die direkte Beobachtung der Blende erlaubt.

Die Steckverbindungen für die vier Lichtleiter befinden sich ebenso wie die BNC – Buchse für das Videosignal und der Stecker für die Spannungsversorgung der CCD – Kamera auf der Rückseite des PSD.

6.2.5 Elektronik und Datenerfassung

Während des Experiments wird die Drahtprobe auf eine Temperatur von bis zu 6000 K erhitzt, dabei gelangt trotz des schmalbandigen Interferenzfilters Hintergrundstrahlung in den Detektor. Um diese vom eigentlichen Signal zu trennen verwendet man Lock – In Technik zur Verstärkung der erhaltenen Signale. Dafür wird der Laser mit einer Frequenz von 8 MHz, welche von einem Oszillator der als Referenz agiert bereitgestellt wird, moduliert. Wie in Kapitel 6.2.2 erwähnt, ist der verwendete Laser mit einem externen TTL – Signal modulierbar. Während der "on" – Phase wird der Laser im Konstantstrommodus betrieben.

Die vier Intensitäten werden mit Lichtleitern (12 m lang, 1000 µm Faserdurchmesser, Numerische Apertur 0,22, Multimode) in die geschirmte Messkabine geführt, wo sie in der Elektronikbox mittels Silizium – Photodetektoren in elektrische Signale umgewandelt werden. Die Eingangsverstärker sind für eine hohe Verstärkung, hohe Geschwindigkeit und niederes Rauschen ausgelegt. In der Rückkoppelschleife der Eingangsverstärker befindet sich ein Tiefpass mit einer Zeitkonstanten von 0,1 ms. Dies dient zur Unterdrückung der Hintergrundstrahlung, während das 8 MHz Signal des Lasers nicht gestört wird. Die Ausgangssignale der vier Eingangsverstärker sind an der Rückseite der Elektronikbox an BNC – Steckern direkt abgreifbar.

Der Mixer stellt das Kernstück des Lock – In Detektors dar, er ist ein analoger Multiplizierer welcher als Eingangssignal einerseits das Ausgangssignal der Vorverstärker sowie das Refernzsignal des Oszillators hat. Ein Phasenschieber dient zur Kompensierung der unterschiedlichen Laufzeiten der Signale.

Das Polarimeter

Am Mixerausgang befindet sich sowohl das demodulierte Signal; als auch die 8 MHz des Oszillators. Um letzteres zu unterdrücken befindet sich am Ausgang des Mixers ein Tiefpass, dessen Bandbreite mit einem Schalter auf der Elektronikbox – Vorderseite entweder auf 2,5 MHz oder auf 1 MHz gestellt werden kann.

Die demodulierten Signale können an BNC – Buchsen an der Rückseite der Elektronikbox abgegriffen werden. Der Rechner zur Datenerfassung ist mit zwei Einschubkarten zur Datenerfassung ausgestattet. Die schnellere Karte mit vier Kanälen hat eine maximale Sampling – Rate von 2,5 MHz und eine Auflösung von 14 Bit (Datel PCI – 416). Diese Karte dient zur Erfassung der vier Kanäle des Polarimeters. Eine weitere Messkarte mit 16 Bit Auflösung und einer Sampling – Rate von 200 kHz dient zur Erfassung des Signals des Referenzdetektors und zur Ansteuerung der Schrittmotorsteuerung des Polarization State Generators während der Kalibration.

6.3 Kalibration

Die direkte Bestimmung der Gerätematrix aus den optischen Parametern der einzelnen Komponenten des PSD ist nicht zielführend. Eine experimentelle Bestimmung der Gerätematrix, die Kalibration, liefert eine wesentlich genauere Matrix. Prinzipiell braucht die Gerätematrix nur einmal ermittelt zu werden, es hat sich jedoch gezeigt, dass es sinnvoll ist, wenn mit dem Polarimeter längere Zeit nicht gearbeitet wird, dieses wieder neu zu kalibrieren. Ein Vergleich mehrerer Gerätematrizen, welche in längeren zeitlichen Abständen ermittelt wurden, hat gezeigt, dass sich diese, wenn auch nur geringfügig, unterscheiden. Eine Veränderung der Gerätematrix kann auf folgende Faktoren zurückgeführt werden:

- Die Filtercharakteristik eines Interferenzfilters ist von der Luftfeuchtigkeit der Umgebung abhängig und kann sich deshalb geringfügig verändern
- Die optischen Eigenschaften des beschichteten Strahlteilers im PSD können ebenfalls eine Abhängigkeit von der Luftfeuchtigkeit bzw. der Umgebungstemperatur aufweisen
- Die Elektronik muss zeitlich nicht unbedingt stabil sein, sie kann einen "Drift" haben, der nicht für sämtliche Kanäle gleich ist, und sich somit nicht kompensiert
 - 81

Empfindlich reagiert das Polarimeter auch auf Veränderungen in der Führung der Lichtleiter, da das Transmissionsvermögen der Lichtleiter schon bei kleinen Änderungen der Biegeradien für unterschiedlich polarisierte Komponenten leichte Abweichungen zeigen kann. Das Transmissionsvermögen der vier Lichtleiter kann sich mit der Zeit ändern, vor allem wenn einer oder mehrere Lichtleiter entweder leicht beschädigt sind, oder an der Vorder – bzw. Rückseite verschmutzt sind. Es ist also besonders darauf zu achten, dass die Lichtleiter nicht berührt und falls dies notwendig ist die Schraubverbindungen zum PSD mit äußerster Sorgfalt geöffnet und geschlossen werden.

6.3.1 Justierung der optischen Komponenten



Abb. 6-10: Anordnung der optischen Komponenten bei der Kalibration

Mit: 1 Stellschrauben zum Justieren des Lasers, 2 Libelle, 3 Libellen am PSG, 4 Referenzdetektor, 5 Libelle am PSD, 6 Strahlabschwächer, a Arbeitsdistanz des PSG bzw. des Referenzdetektors, b Arbeitsdistanz des PSD

Zuerst wird der Polarization State Generator in eine Position direkt gegenüber dem Polarization State Detector gebracht, sodass der Laser direkt in den PSD strahlt. Der Referenzdetektor wird vor dem PSG aufgestellt, und zwar in einem Abstand von der Vorderseite des PSD, welcher der Summe beider Arbeitsabstände des PSD und des PSG entspricht. Nur bei sorgfältig Justierung sämtlicher Komponenten ist es möglich, ein gutes Ergebnis bei der Kalibration zu erzielen. Dabei muss darauf geachtet werden, dass der Laser selbst waagrecht steht. Dazu bringt man die Stellschrauben zum Justieren des Lasers (siehe Abb. 6-10) in eine Position, dass die Luftblase der Libelle genau im Zentrum steht. Als nächstes wird das PSG Modul ebenfalls in eine horizontale Position gebracht. Dazu wird die Neigung nach vorne mit der Stellschraube und die seitliche Neigung mit den Innensechskantgewindestiften so eingestellt, dass die horizontale Position an beiden Libellen zu sehen ist.

Anschließend wird mit den beiden Spiegeln den Laserstrahl so umgelenkt, dass er zentrisch durch die hintere sowie die vordere Öffnung des PSG strahlt, dazu werden kleine Plastikdeckel, welche in die Eintritts – sowie Austrittsöffnung des PSG gesteckt werden, verwendet. Diese Plastikdeckel haben im Zentrum eine Bohrung mit einem Durchmesser von 0,5 mm, das erleichtert das Einstellen des Laserstrahls auf das Zentrum der Öffnungen.

Am empfindlichsten auf kleine Winkelfehler reagiert der Referenzdetektor, weshalb auch hier besondere Sorgfalt geboten ist. Unter Zuhilfenahme von kleinen Plastikdeckeln kann auch dabei eine zufriedenstellende Justierung erreicht werden, wobei darauf zu achten ist, dass der Referenzdetektor nach dem Justieren nicht mehr berührt wird, da er sehr empfindlich auf Stöße reagiert.

Zuletzt wird der Polarization State Detector justiert, zuerst ist darauf zu achten, dass der Laserstrahl ins Zentrum der Eintrittspupille trifft. Danach wird sowohl die horizontale als auch die vertikale Neigung des PSD so verstellt, dass der Laserstrahl durch die Lochblende im Inneren des PSD trifft. Da die CCD – Kamera sehr lichtempfindlich ist, muss dabei die Intensität des Laserstrahls mit dem Abschwächer stark reduziert werden. Bei sorgfältiger Justierung sämtlicher Komponenten sollte die Luftblase in der Libelle am PSD genau im Zentrum stehen.

Die von einer Laserdiode emittierte Strahlung ist sehr stark linear polarisiert, was bedeutet, dass bei der Erzeugung linear polarisierten Laserlichts im PSG die Intensität vom Quadrat des Kosinuses des Winkels zwischen den Polarisationsebenen des vom PSG generierten Polarisationszustandes und der vom Laser emittierten Strahlung abhängt. Deshalb wird mit einem $\lambda/4$ – Plättchen das linear polarisierte Licht des Lasers zuerst in zirkular polarisiertes Licht umgewandelt.

Nachdem alle optischen Komponenten justiert sind werden sämtliche elektrische Verbindungen zwischen dem Computer und der Steuereinheit für die Stellmotoren, sowie der Steuereinheit und dem PSG hergestellt. Die Verbindung zwischen Referenzdetektor und Computer sollte schon vor dem Justieren hergestellt sein. Danach wird in der Software des Polarimeters der Modus "Calibrate" gewählt und die optischen Elemente des PSG in die Kalibrationsposition gefahren.

Das Signal des Referenzdetektors darf, bevor mit der Kalibration begonnen wird, 2 Volt nicht übersteigen, da ansonsten während des Kalibrationsvorganges eine Übersteuerung der einzelnen Kanäle auftreten kann. Eine Offset – Korrektur macht man indem man den Laser blockiert und den Raum verdunkelt (dies ist während der gesamten Kalibration von Vorteil, da der Referenzdetektor keine spektrale Selektion des detektierten Lichts vornimmt, das heißt er ist gegen Streulicht empfindlich) und im Live – Modus der Software den Schalter "Subtract Background" wählt.

Der Kalibrationsprozess gliedert sich in zwei Teile, zunächst werden 37 linear polarisierte Zustände generiert, dazu wird das $\lambda/4$ – Plättchen abgenommen. Danach wird es wieder auf den PSG gegeben um jeweils 19 links und 19 rechts zirkular polarisierte Zustände zu erzeugen. Die Datenerfassung sowie die Ermittlung der Kalibrationsmatrix wird dabei von der Software gesteuert.

6.3.2 Bestimmung der Gerätematrix

Zur Bestimmung der Gerätematrix werden prinzipiell zwei Methoden unterschieden. Die einfachere Methode ist die "four – point calibration method" [40], bei der vier voneinander linear unabhängige Polarisationszustände zur Kalibration herangezogen werden. Daraus kann die Gerätematrix eindeutig bestimmt werden, aufgrund von Messungenauigkeiten und kleinen Fehlern der optischen Elemente ist die dabei erhaltene Matrix aber fehlerbehaftet.

Um diese Fehlereinfluss zu beheben hat Azzam die "equator – pole calibration method" [41] entwickelt, dabei werden mehrere linear polarisierte Zustände sowie mehrere zirkular polarisierte Zustände verwendet und die Gerätematrix mit den Methoden der Statistik aus dem überbestimmten Gleichungssystem ermittelt. Die oben erwähnten zufälligen Fehler können dabei wesentlich verringert werden. Diese Methode wird auch

beim verwendeten Polarimeter angewandt; wie die Gerätematrix aus den gemessenen Intensitäten bestimmt wird, wird in Kapitel 6.3.2 besprochen.

Zuerst werden linear polarisierte Zustände zur Ermittlung der Matrix verwendet. Dazu ist es notwendig, das $\lambda/4$ – Plättchen vom PSG zu entfernen. Der Linearpolarisator wird in 10° Schritten rotiert. Da der Polarisationszustand beim Winkel α_{LP} gleich dem Zustand bei α_{LP} + 180° ist, werden die Intensitäten bei diesen Paaren gemittelt, man erhält folgenden Satz von Intensitäten:

$$I_{i}(\alpha_{LP}) = \frac{I_{i}(\alpha_{LP}) + I_{i}(\alpha_{LP} + 180)}{2}$$
(6-17)

wobei der Index von 0 bis 3 geht und der Winkel von 0° bis 180°. Die Intensitäten I_i sind die mit dem Signal des Referenzdetektors bereits normierten Signale.

Mit diesen Intensitätsvektoren werden die ersten drei Spalten der Gerätematrix bestimmt

$$\begin{pmatrix} I_0(\alpha_{LP}) \\ I_1(\alpha_{LP}) \\ I_2(\alpha_{LP}) \\ I_3(\alpha_{LP}) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} a_{00} & a_{01} & a_{02} & a_{03} \\ a_{10} & a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{20} & a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{30} & a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 \\ \cos 2\alpha_{LP} \\ \sin 2\alpha_{LP} \\ 0 \end{pmatrix}$$
(6-18)

mit: aii Elemente der Gerätematrix

oder zeilenweise geschrieben:

$$I_{i}(\alpha_{LP}) = a_{i0} + a_{i1}\cos 2\alpha_{LP} + a_{i2}\sin 2\alpha_{LP}$$
(6-19)

Gleichung 6-19 stellt vier Gleichungssysteme mit jeweils drei Unbekannten dar. Diese Systeme sind überbestimmt, da drei unabhängige Polarisationszustände zur Bestimmung der Unbekannten genügen würden. Als unabhängig wird bei Polarisationszuständen verstanden, dass sie in der Darstellung durch Stokesvektoren in der Poincaré – Kugel nicht in einer Ebene liegen dürfen. Die Überbestimmtheit der Systeme führt jedoch zu einer höheren Genauigkeit bei der Bestimmung der Komponenten der Gerätematrix.

8

Gleichung 6-19 kann auch als Fourier – Reihe mit den Fourier – Koeffizienten a_{ij} gesehen werden, weshalb diese Bestimmung der Matrixkomponenten in der Literatur oft auch als Fourier – Analyse bezeichnet wird (siehe z. B. [42]).

Die vierte Komponente des Stokesvektors für linear polarisiertes Licht immer null ist, kann die vierte Spalte der Gerätematrix aus diesem System nicht bestimmt werden. Um zu den Komponenten der vierten Spalte zu kommen, muss man zirkular polarisiertes Licht zur Kalibration verwenden. Dazu setzt man das $\lambda/4$ – Plättchen wieder in den PSG ein und verdreht dieses relativ zum Linearpolarisator um ± 45°. Der Linearpolarisator wird nun gemeinsam mit dem $\lambda/4$ – Plättchen in Schritten zu 20° weitergedreht, man erhält also 19 Zustände mit rechts polarisiertem Licht (für $\alpha_{\lambda/4} = \alpha_{LP} - 45^\circ$) und 19 links polarisierte Zustände (für $\alpha_{\lambda/4} = \alpha_{LP} + 45^\circ$). Die Intensitäten sollten für jeden der rechts bzw. links polarisierten Zustände gleich sein, für die weitere Rechnung wird deshalb der Mittelwert aus diesen Zuständen berechnet.

$$I_{i,RZP} = \frac{1}{19} \sum I_{i,RZP} (\alpha_{\lambda/4})$$
(6-20)
$$I_{i,LZP} = \frac{1}{19} \sum I_{i,LZP} (\alpha_{\lambda/4})$$
(6-21)

$$\begin{pmatrix} I_{0} \\ I_{1} \\ I_{2} \\ I_{3} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} a_{00} & a_{01} & a_{02} & a_{03} \\ a_{10} & a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{20} & a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{30} & a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \\ \pm 1 \end{pmatrix}$$
(6-22)

Werden diese Gleichungen nach den Intensitäten $I_{i, RZP}$ und $I_{i, LZP}$ aufgelöst, bekommt man zunächst:

$$I_{i,RZP} = a_{i0} + a_{i3} \tag{6-23}$$

$$I_{i,LZP} = a_{i0} - a_{i3} \tag{6-24}$$

woraus sich die Komponenten der vierten Spalte der Gerätematrix einfach ergeben.

$$a_{i3} = \frac{I_{i,RZP} - I_{i,LZP}}{2}$$
(6-25)

Die so erhaltene Gerätematrix wird im ASCII – Format gespeichert und für die Auswertung der darauffolgenden Messungen automatisch verwendet.



Abb. 6-11: Oberfläche des Programms zur Steuerung des Polarimeters im Kalibrationsmodus

Abb. 6-11 zeigt die Oberfläche des Programms zur Steuerung des Polarimeters im Kalibrationsmodus. Die Verläufe der vier (mit dem Referenzdetektorsignal normierten) Intensitäten als Funktion des Winkels α_{LP} des Linearpolarisators (Punkte) und die Least – Squares – Fits dazu (Linien) sind zu sehen. Die Intensitäten, welche für die zirkular polarisierten Zustände ermittelt wurden, sind hier nicht zu sehen. Im rechten Bereich des Bildes sind die Ergebnisse dargestellt. Die Bedeutung der einzelnen dargestellten Größen wird in Kapitel 6.3.4 besprochen.

6.3.3 Die Verifikation

Bei der Verifikation der Kalibration geht es darum, einen ersten Eindruck über die Qualität der Kalibration zu erhalten. Dazu werden verschiedene Polarisationszustände generiert und die mit der Gerätematrix theoretisch ermittelten Werte mit den gemessenen verglichen. Um nicht die gleichen Polarisationszustände wie bei der Kalibration zu verwenden, wird der Linearpolarisator auf den Winkel $\alpha_{LP} = 0$ gestellt und das $\lambda/4 -$ Plättchen wird in Schritten von 10° gedreht. Die dabei gemessenen Intensitäten und daraus errechneten Stokesparameter werden mit den tatsächlichen Stokesparametern (siehe Gleichung 6-14 und 6-15) verglichen und die mittlere Abweichung berechnet.

$$\Delta S_i = \frac{1}{37} \sum \left| S_{i,tats\ddot{a}chlich} - S_i \right|$$
(6-26)

mit: $S_{i,\ tatsächlich}$ Stokesparameter welche sich aus der Position des $\lambda/4-Pl$ ättchens ergeben, S_i gemessene Stokesparameter

Der gesamte Fehler der ermittelten Stokesparameter ist definiert als:

$$\Delta S_{tot} = \sqrt{S_1^2 + S_2^2 + S_3^2} \tag{6-27}$$

Diese ΔS Werte werden neben der grafischen Darstellung der gemessenen und der tatsächlichen Stokesparameter ebenfalls bei der Verifikation angegeben (siehe Abb. 6-12).



Abb. 6-12: Oberfläche des Programms zur Steuerung des Polarimeters im Verifikationsmodus

6.3.4 Beurteilung der Kalibration

Neben der Gerätematrix werden bei der Kalibration noch andere Größen, welche eine Aussage über die Qualität der Kalibration bzw. der Justierung der optischen Komponenten des Polarimeters zulassen, ermittelt. Zunächst werden die Mittelwerte der vier Intensitäten bei der Messung der zirkular polarisierten Zustände angegeben, dies sind die Werte die in den Rubriken "RC Means" (für rechts zirkular polarisiertes Licht) und "LC Means" (für links zirkular polarisiertes Licht) zu finden sind (mit Gleichung 6-20 und 6-21 berechnet). Die Standartabweichungen der jeweiligen Intensität sind unter RC_{σ} % und LC_{σ} % zu finden, diese sollten möglichst gering sein.

Aus den Gleichungen 6-23 und 6-24 ist ersichtlich, dass die erste Spalte der Gerätematrix auch aus den Intensitäten bei zirkular polarisiertem Licht berechnet werden kann:

$$a_{i0} = \frac{I_{RZP} + I_{LZP}}{2}$$
(6-28)

Die prozentuelle Abweichung der ersten Spalte, ermittelt mit Gleichung 6-19 zu jenen Werten welche mit Gleichung 6-28 ermittelt wurden ist in der Rubrik "Consistency" angegeben, diese Werte sollten ebenfalls möglichst gering sein.

Tab. 6-1 gibt Grenzwerte für die einzelnen bei der Kalibration ermittelten Parameter an. Diese Werte stellen nur eine grobe Abschätzung dar, es ergibt sich nämlich bei manchen Kalibrationen, dass einer der Werte in dieser Tabelle leicht überschritten ist, sämtliche anderen Werte jedoch wesentlich geringer als die hier angegebenen Grenzwerte sind. Eine genaue Aussage darüber, wann eine Kalibration als gut oder eben als weniger gut zu beurteilen ist, kann nicht gemacht werden, es bleibt dem jeweiligen Experimentator überlassen, wie sorgfältig er bei der Justierung der optischen Komponenten vorgeht. Als Vergleich sind die Parameter bei einer guten Kalibration angegeben.

	Größe	Grenzwert	gute Kalibration
RC	5%, LC _σ %	1,5	1,137
Consistency		2	0,840
5	S _i Error	0,015	0,005
RN	MS Error	0,020	0,009

Tab. 6-1: Grenzwerte für die Kalibration

 RC_{σ} %, LC_{σ} %: Standartabweichung der rechts – bzw. links zirkular polarisierten Zustände, S_i Error: mittlere Abweichung der Stokeskomponenten vom theoretischen Wert bei der Verifikation, RMS Error: Gesamtfehler der Stokesparameter bei der Verifikation

Eine genaue Diskussion über die physikalische Bedeutung der einzelnen Komponenten der Gerätematrix sowie über Bedingungen, welche die Komponenten erfüllen müssen, ist in [43] zu finden.

6.4 Einstellen des Polarimeters auf Messposition

Nach der Kalibration wird der Polarization State Detector wieder in die Messposition (siehe Abb. 2-1) gebracht, dabei muss gewährleistet sein, dass der Polarization State Detector unter einem Winkel von genau 140° zum PSG steht. Dabei ist folgendermaßen vorzugehen:

Im "Triggered" – Modus der Polarimetersoftware (das ist jener Modus bei dem die Erfassung der Daten während eines Experiments erfolgt) wird die Position des Linearpolarisators auf "Measurement" gesetzt, der Polarisationszustand wird auf +45° linear polarisiert gestellt. Während des Einstellens des Linearpolarisators muss auch das $\lambda/4$ – Plättchen am PSG montiert sein, unmittelbar danach kann es entfernt werden. Danach können auch die Kabelverbindungen zwischen PSG und Motorsteuerung sowie zwischen Motorsteuerung und Computer entfernt werden, ebenfalls zu entfernen ist der Referenzdetektor. Zur Fokussierung des Laserstrahls auf die Probenoberfläche wird die Sammellinse (Teil 6 in Abb. 6-4) wieder auf den PSG montiert.

Der PSG wird danach in die Messposition gebracht, der Abstand zwischen der Vorderseite des PSG (Sammellinse) und Probe muss dabei genau der Brennweite (f = 170 mm) dieser Sammellinse entsprechen. Der PSG wird dabei mit den Stellschrauben wieder so justiert, dass er waagrecht steht (Kontrolle mit den beiden Libellen). Die beiden Spiegel werden so positioniert, dass der Laserstrahl zentrisch sowohl durch die hintere als auch durch die vordere Öffnung des PSG trifft.

Zur Einstellung des Winkels von 140° zwischen dem PSG und dem PSD findet ein Prismas aus BK7, welches zwei ebene polierte Flächen besitzt die einen Winkel von genau 110° einschließen, (siehe Abb. 6-13) Verwendung. Die hinteren Flächen des Prismas sind matt, damit beim Einstellen des Winkels keine störenden Reflexionen von diesen Flächen zu beobachten sind. Dieses Prisma ist auf einem Tisch montiert, der um eine Achse senkrecht zur Zeichenebene drehbar ist, außerdem kann dieser Tisch um zwei Achsen, welche senkrecht zueinander stehen und in der Zeichenebene liegen leicht gekippt werden. Der Laserstrahl, welcher vom PSG kommt wird seitlich so verschoben, dass er die kürzere der beiden polierten Flächen des Prismas trifft, danach wird das Prisma mit den beiden Stellschrauben zum Kippen des Tisches so positioniert, dass der Laserstrahl sowohl von der kürzeren als auch von der längeren (dazu muss der Tisch auf dem das Prisma steht um 70° gegen den Uhrzeigersinn gedreht werden) der beiden polierten Flächen in sich selbst zurückreflektiert wird.



Abb. 6-13: Das Glasprisma zum Einstellen des Reflexionswinkels von 70°

Das Prisma wird anschließend so verdreht, dass der Laserstrahl von der kürzeren Seite in sich selbst zurückreflektiert wird, anschließend wird der PSG seitlich verschoben, dass der Laserstrahl auf die längere Seite trifft, das Prisma darf danach nicht mehr berührt werden, da es exakt in dieser Position stehen bleiben muss. Nun wird der PSD justiert, dabei ist gleich wie bei der Kalibration (siehe Kapitel 6.3.1) vorzugehen. Zur Überprüfung dieser Einstellung wird die Polarimetersoftware im "Free Run" – Modus betrieben, und mit dem Abschwächer die Intensität des Strahls so geregelt, dass weder die Warnung "Laser Level too High" noch "Laser Level too Low" angezeigt wird. Da BK7 bei einer Wellenlänge von 684,5 nm einen Brechungsindex von 1,513 besitzt [44] und einen Extinktionskoeffizienten k von null, sollten für die Stokesparameter S_{0,1,2,3} sowie für die

ellipsometrischen Parameter Δ und ψ die in Tab. 6-2 aufgelisteten Werte gemessen werden.

Tab. 6-2: Die Stokesparameter sowie die ellipsometrischen Parameter für BK7 bei einer Wellenlänge von 684,5 nm und einem Einfallswinkel von 70° bei $S_0 = (1, 0, 1, 0)$ $S_{1, 2, 3}$: Stokeskomparameter, Δ und ψ : ellipsometrische Parameter, n: Brechungsindex, k: Extinktionskoeffizient, degP: Polarisationsgrad

Größe	Wert
S_1	-0,7588
S_2	0,6513
S_3	0
Δ	0
Ψ	20,31
n	1,5135
k	0
3	0,958
degP	1

Abb. 6-14 zeigt einen Screenshot bei der Reflexion des Laserstrahls an der Oberfläche des Prismas aus BK7. Die ermittelten Werte stimmen dabei mit den theoretischen Werten aus Tab. 6-2 sehr gut überein.



Abb. 6-14: Oberfläche des Programms zur Steuerung des Polarimeters im Live – Modus bei der Einstellung des PSD auf den Winkel von 140°

Kapitel 7

Messergebnisse

7.1 Durchführung der Messungen

Vor jeder Messung sollte das Polarimeter nachjustiert werden, wie dabei vorzugehen ist, wird hier kurz beschrieben. Zunächst ist darauf zu achten, dass das Entladegefäß, welches nach jedem Experiment zum Wechseln der Fenster sowie zum Reinigen vom Experimentiertisch entfernt werden muss, so eingesetzt wird, dass das Eintrittsfenster senkrecht zum einfallenden Laserstrahl steht. Das kann auf einfache Weise dadurch erreicht werden, indem man das Gefäß so verdreht, dass der Laserstrahl in sich selbst zurückreflektiert wird.

Nun wird der Polarization State Generator (PSG) seitlich so verschoben, dass der reflektierte Strahl an der vorderen Seite des Polarization State Detectors (PSD) möglichst hell erscheint, danach wird die Höhe des PSD so eingestellt, dass der reflektierte Laserstrahl, welcher durch die Reflexion an der Zylinderoberfläche seitlich aufgefächert wird, in der Ebene des Zentrums der Eintrittsblende des PSD liegt. Beim Justieren des PSD wird gleich wie bei der Kalibration vorgegangen (siehe Kapitel 6.3.1). Um ein maximales Signal zu erhalten, wird der PSD seitlich verschoben, bis die Anzeige der Signale im Live-Modus der Polarimetersoftware ein Maximum anzeigt. Da sich bei diesem seitlichen Verschieben die Position des reflektierten Strahls leicht verändern kann, muss der PSG nachjustiert werden. Da durch den Umbau auf die neue Lichtquelle genügend Intensität des Lasers zur Verfügung steht, wird die Intensität mit der Eintrittsblende des PSD so abgeschwächt, dass das größte der vier Polarimetersignale maximal 2 Volt beträgt, da sonst in der flüssigen Phase ein Übersteuern der Kanäle auftreten kann. Da bei einer kleinen Eintrittsblende der erfasste Winkelbereich des reflektierten Strahls kleiner wird, kann der Fehler welcher sich daraus ergibt, dass Licht detektiert wird welches nicht unter dem Winkel von 70° auf die Probe trifft (siehe [13]), verringert werden.

Eine Kontrolle, ob das Polarimeter ausreichend exakt justiert wurde, ist der Polarisationsgrad welcher im Live – Modus angezeigt wird. Er soll vom theoretischen Wert Eins um nicht mehr als 5 % abweichen.

7.2 Signale einer Messung an Niob

Eine genaue Diskussion der bei einer Messung erhaltenen Signale und der daraus berechneten Größen wird nur für eines der untersuchten Materialien durchgeführt, nämlich Niob. Niob wurde als erstes zu untersuchendes Element gewählt, da es sich für Pulsheizexperimente als sehr geeignet erwiesen hat. Es bietet den Vorteil eine hohe Schmelztemperatur zu haben, sowie keine Probleme mit Entladungen (wie etwa Wolfram) oder Instabilitäten (wie Eisen) zu machen. Im Gegensatz zu weicheren Materialien wie Silber oder Kupfer gibt es bei Niob kaum Probleme bei der Messung der Spannung mittels Spannungsschneiden. Ausschlaggebend Niob als erstes Material zu untersuchen, war jedoch, dass Boboridis zeitgleich mit dem Entstehen dieser Arbeit im Rahmen seiner Dissertation [17] am National Institute of Standarts and Technology (NIST) in Gaithersburg, Maryland, USA, ebenfalls Niob untersuchte, und so direkte Vergleiche ermöglicht wurden.

Anhand des Experiments mit der Nummer Nb0109-2 (diese Abkürzung steht für Niob, 1. September, 2. Experiment) werden sämtliche aus den vier gemessenen Intensitäten ableitbaren physikalische Größen und Parameter gezeigt.



Abb. 7-1: Die Detektorsignale des Experiments Nb0109-2 an Niob in Abhängigkeit von der Zeit

Abb. 7-1 zeigt die vier Detektorsignale. Durch den Zündvorgang werden die Detektorsignale stark gestört, da das Pyrometer aber erst bei höheren Temperaturen einsetzt (etwa 20 µs nach dem Start des Experiments, siehe Abb. 7-2) hat diese Störung keinen Einfluss auf die Signale. Beim Beginn des Schmelzvorganges nach 21,5 µs steigen die Detektorsignale stark an, es wird vermutet das dies darauf zurückzuführen ist, dass sich die Oberfläche der Drahtprobe durch die Oberflächenspannung des flüssigen Metalls glättet und das Reflexionsvermögen der Probe dadurch stark ansteigt (siehe Abb. 7-8).

Außerdem ist in Abb. 7-1 zu erkennen, dass das Rauschen der Signale im flüssigen Zustand um beinahe eine Größenordnung stärker ist als im festen Zustand. Da dieses Rauschen auf allen vier Kanälen einen identischen Verlauf zeigt, kann daraus geschlossen werden, dass es weder von den Detektoren noch von der Verstärkerelektronik herrührt. Die Ursache dieses Rauschens, welches einen störenden Einfluss auf die gemessenen Emissivitätswerte hat, wird in den Kapiteln 8.3.1 und 8.3.2 ausführlicher behandelt.

Nach 35 µs brechen die Detektorsignale zusammen. Dies rührt daher, dass das Ende der stabilen flüssigen Phase erreicht ist und bei der Phasenexplosion der Hintergrund durch die Temperaturstrahlung des Drahtes so hoch ist, dass die Kanäle übersteuern.



Abb. 7-2: Pyrometersignal des Experiments Nb0109-2 in Abhängigkeit von der Zeit

Das Pyrometersignal in Abhängigkeit von der Zeit ist in Abb. 7-2 zu sehen, das Ende der stabilen flüssigen Phase ist auch an diesem Signal zu erkennen, da das Pyrometersignal bei etwa 33 µs stark ansteigt. Dies ist ein deutliches Indiz für den Übergang der Probe von der flüssigen in die Plasmaphase. Der Siedepunkt von Niob beträgt 5015 K [45], das Durchzünden erfolgte bei diesem Experiment jedoch schon bei einer wahren Temperatur von etwa 4800 K (siehe Abb. 7-9). Um den Siedepunkt eines Metalls bei Pulsheizexperimenten zu erreichen, müssen diese unter einem hohen Druck durchgeführt werden [8], ansonsten geht die Stabilität schon vor dem Erreichen der Gleichgewichtssiedetemperatur verloren.



Abb. 7-3: Strom und Spannung des Experiments Nb0109-2 als Funktion der Zeit.

Der zeitliche Verlauf des Stromes sowie des "heißen" und des "kalten" Spannungssignals als Funktion der Zeit ist in Abb. 7-3 zu sehen. Das "Durchzünden" der Probe, also den Übergang vom flüssigen in den Plasmazustand ist am starken Abfall der Spannungssignale nach etwa 35 µs deutlich zu sehen. Ebenfalls zu sehen ist, dass der Strom zu diesem Zeitpunkt zu steigen beginnt, dies ist aber nicht so ausgeprägt, da der Strom außer vom Widerstand der Probe hauptsächlich vom Anpasswiderstand des Entladekreises beeinflusst wird. Der Abfall des Stroms nach etwa 36 µs rührt daher, dass zu diesem Zeitpunkt das Kurzschlussignitron gezündet und der Strom somit abgeschalten wird.

7.3 Auswertung

Sachsenhofer hat im Rahmen seiner Diplomarbeit [13] ein Auswerteprogramm, basierend auf dem Softwarepaket MATLAB, geschrieben, welches als Eingangsdaten die vier Signale und die Gerätematrix des Polarimeters sowie die vier Messsignale des Pulsheizexperiments (zwei Spannungssignale, das Stromsignal und das Signal des Pyrometers) benötigt. Zusätzlich benötigt dieses Programm noch die spezifischen Parameter des Experiments wie den K - Faktor des Pyrometers, die Dichte und den Schmelzpunkt des untersuchten Metalls sowie den Abstand der beiden Spannungsschneiden.

KAPITEL 7

Dieses Programm ermöglicht auf einfache Art die Korrektur des induktiven Anteils des Spannungssignals (Gleichung 2-2) sowie die Berechnung folgender Größen:

- Stokesparameter
- Polarisationsgrad
- ellipsometrische Parameter
- Brechungsindex
- Extinktionskoeffizient
- normaler spektraler Emissionskoeffizient
- Strahlungstemperatur
- wahre Temperatur
- Temperatur unter der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten
- spezifische Enthalpie
- spezifischer elektrischer Widerstand (ohne Korrektur der Volumszunahme)

Die Berechnung der thermophysikalischen Größen spezifische Enthalpie, spezifische Wärmekapazität bei konstantem Druck, Schmelzenthalpie, spezifischer elektrischer Widerstand, Wärmeleitfähigkeit sowie Temperaturleitfähigkeit ist ausführlich in [9] beschrieben.

Die Zusammenhänge zur Ermittlung sämtlicher oben angeführter Größen sind bereits in den Kapiteln 3 und 5 dieser Arbeit behandelt worden.

Abb. 7-4 zeigt den Verlauf des Polarisationsgrads als Funktion der Zeit. Aus dieser Abbildung ist zu sehen, dass während des Experiments keine Störung aufgetreten ist, der Polarisationsgrad schwankt mit einem Fehler von $\pm 0,1$ um den theoretischen Wert 1, erst am Ende der flüssigen Phase steigt der Polarisationsgrad rasch an, was bedeutet, dass die Polarimeterdaten nur bis zu diesem Zeitpunkt aussagekräftig sind.



Abb. 7-4: Der Polarisationsgrad als Funktion der Zeit für das Experiment Nb0109-2



Abb. 7-5: Der zeitliche Verlauf der ellipsometrischen Parameter Δ (rot) und ψ (blau) für das Experiment Nb0109-2

Der Verlauf der ellipsometrischen Parameter ist in Abb. 7-5 zu sehen. Eine direkte physikalische Aussage über den Verlauf des Experiments ist aus diesen Größen schwer zu machen, es ist jedoch zu sehen, dass das Rauschen der Parameter im festen Zustand höher als ist jenes im flüssigen Zustand, was eigentlich im Widerspruch zum oben gesagten

(siehe Abb. 7-1) steht. Dies ergibt sich dadurch, dass die Signale während der festen Phase relativ klein sind und das Signal – Rausch – Verhältnis in dieser Phase schlechter als im flüssigen Zustand ist.



Abb. 7-6: Der Brechungsindex (rot) und der Extinktionskoeffizient (blau) als Funktion der Zeit für das Experiment Nb0109-2

Physikalisch interessanter ist der Verlauf der festkörperphysikalischen Größen Brechungsindex und Extinktionskoeffizient. Da die Abschwächung einer elektromagnetischen Welle in einem Festkörper mit der Entstehung Joul'scher Wärme zu erklären ist, ist es auch verständlich, dass der Extinktionskoeffizient bei hohen Temperaturen in Metallen größer als bei Raumtemperatur ist. Dies kann an Metallen mit dem μ - DOAP auch beobachtet werden.

Für den normalen spektralen Emissionskoeffizienten bei einer Wellenlänge von 684,5 nm ergibt sich schließlich der in Abb. 7-7 dargestellte Verlauf. Der normale spektrale Emissionskoeffizient hat im festen Zustand einen Wert von etwa 0,62 und ist bis zum Schmelzbeginn konstant. Während des Schmelzvorgangs fällt der Emissionskoeffizient aufgrund der Glättung der Oberfläche auf den Wert 0,34 ab und behält diesen Wert in der gesamten stabilen flüssigen Phase bei. Dieser Wert ergibt sich am Schmelzübergang auch aus der Strahlungstemperatur bei der entsprechenden Wellenlänge [46].



Abb. 7-7: Der normale spektrale Emissionskoeffizient bei einer Wellenlänge von 684,5 nm als Funktion der Zeit für das Experiment Nb0109-2

Das Reflexionsvermögen ergibt sich aus dem normalen spektralen Emissionskoeffizienten mit dem Kirchhoff'schen Gesetz (Gleichung 5-92), der Verlauf des Reflexionsvermögens ist in Abb. 7-8 dargestellt.



Abb. 7-8: Das Reflexionsvermögen für $\lambda = 684,5$ nm für das Experiment Nb0109-2
Messergebnisse

In dieser Abbildung ist der sprunghafte Anstieg des Reflexionsvermögens durch die Glättung der Oberfläche beim Schmelzübergang deutlich zu erkennen, eine genauere Diskussion des Einflusses der Oberflächenrauhigkeit auf die Messung des normalen spektralen Emissionskoeffizienten ist in Kapitel 8.4 zu finden.

Für die weitere Diskussion der Ergebnisse interessiert in dieser Arbeit nur mehr der Verlauf des normalen spektralen Emissionskoeffizienten, da dieser in die Temperaturauswertung direkt eingeht. Eine Abschätzung des Fehlers der dadurch entsteht, dass die Temperaturstrahlung bei einer Wellenlänge von 650 nm, der normale spektrale Emissionskoeffizient jedoch bei 684,5 nm gemessen wird, wird hier kurz durchgeführt. Aus den Werten der Strahlungstemperatur am Schmelzübergang bei verschiedenen Wellenlängen kann man den normalen spektralen Emissionskoeffizienten bei diesen Wellenlängen berechnen, als Daten wurden dabei die Messwerte von [46] herangezogen. Werden diese Werte für eine Wellenlänge von 684,5 nm interpoliert, so ergibt sich für den Emissionskoeffizienten der Wert 0,3353, dieser ist um 0,003 geringer als der Wert bei 650 nm. Ermittelt man mit diesem Wert die wahre Temperatur bei einer Strahlungstemperatur von 4000 K, so ergibt sich ein Unterschied von 7 K, was einen prozentuellen Fehler von 0,8 % darstellt. Da die Messunsicherheit des Emissionskoeffizienten etwa 3 % beträgt und der Fehler in der Bestimmung der Strahlungstemperatur etwa ± 20 K am Ende der flüssigen Phase ist, kann dieser Einfluss vernachlässigt werden.

Für die Strahlungstemperatur sowie die wahre Temperatur, ermittelt mit Gleichung 3-13 und unter der Annahme eines konstanten Emissionsvermögens im gesamten Temperaturbereich (Gleichung 3-14) ergibt sich der in Abb. 7-9 dargestellte Verlauf.

103



Abb. 7-9: Der Verlauf der Strahlungstemperatur (schwarz) sowie der wahren Temperatur (rot) und der Temperatur, welche mit der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten im gesamten Temperaturbereich ermittelt wurde (grün)

Das verwendete Pyrometer liefert erst ab einer Strahlungstemperatur von 1800 K Signale, welche zur Berechnung der Temperatur herangezogen werden können, unter dieser Temperatur, der sogenannten Einsatztemperatur des Pyrometers ist das Rauschen im Verhältnis zum gemessenen Signal so stark, dass eine Ermittlung der Temperatur nicht sinnvoll ist, d. h., dass die Temperaturmessung erst ab einem Zeitpunkt von ca. 18 us nach dem Beginn des Experiments verwertbare Daten liefert. Wie bereits in der Einleitung erwähnt, verfügt die Arbeitsgruppe "Subsekunden Thermophysik" am Institut für Experimentalphysik seit kurzem über ein Wärmestromdifferenz - Kalorimeter (DSC). Mit diesem Messgerät ist es möglich, Werte der spezifischen Wärmekapazität bei konstantem Druck von Metallen im Temperaturbereich von 500 K bis etwa 1700 K zu bestimmen. Werden die gemessenen Wärmekapazitäten auf Raumtemperatur extrapoliert und über die Temperatur aufintegriert, so kann daraus mit einer sehr großen Genauigkeit der Verlauf der spezifischen Enthalpie der untersuchten Probe bestimmt werden. Da die Messung der spezifischen Enthalpie mit der hier verwendeten Pulsheizmethode ebenfalls ab Raumtemperatur Daten liefert, ist es in Zukunft möglich, durch Vergleich der mit den beiden Methoden bestimmten Enthalpiewerte die Temperaturabhängigkeit der in Pulsheizexperimenten ermittelten Größen ab Raumtemperatur anzugeben.

Messergebnisse

Der Unterschied zwischen der wahren Temperatur und der Strahlungstemperatur beträgt am Schmelzübergang 320 K und vergrößert sich bis zum Ende der flüssigen Phase auf 882 K. Die Temperatur, welche unter der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten im gesamten Temperaturbereich ermittelt wurde, unterscheidet sich von der wahren Temperatur nur durch geringe Abweichungen, welche durch das Rauschen des Emissionsverlaufs hervorgerufen werden. Aufgrund der Tatsache, dass der Emissionskoeffizient von Niob im flüssigen Zustand innerhalb der Messgenauigkeit des Polarimeters konstant bleibt, entspricht dieses Verhalten den Erwartungen. Da der Emissionskoeffizient im flüssigen Zustand sehr gut reproduzierbar ist, wird zur Auswertung der Ergebnisse nicht der Emissionsverlauf eines einzelnen Experimentes herangezogen, sondern der gemittelte Wert mehrerer (im Regelfall ungefähr 10) Experimente. Dadurch ist gewährleistet, dass das Rauschen im Temperatursignal, verursacht durch das Emissivitätsrauschen, keinen störenden Einfluss mehr ausübt.

Ein großer Unterschied zwischen den beiden Temperaturverläufen ergibt sich jedoch im festen Zustand, was ebenfalls leicht verständlich ist, da das Emissionsvermögen der Probe am Schmelzübergang beinahe auf die Hälfte des ursprünglichen Wertes abfällt (Abb. 7-7). Der Emissionskoeffizient ist im festen Zustand außerordentlich schlecht reproduzierbar, was dadurch zu erklären ist, dass die Gleichungen der Ellipsometrie unter der Annahme einer glatten Oberfläche der Probe hergeleitet wurden. Um dieser Idealvorstellung möglichst nahe zu kommen, werden die Proben vor dem Experiment mit feinem Sandpapier bearbeitet (4000er Körnung). In Kapitel 8.4 werden die Probleme, welche in der ellipsometrischen Bestimmung der festkörperphysikalischen Größen n und k von rauen Oberflächen auftreten genauer besprochen, hier sei nur vorweggenommen, dass die gemessenen normalen spektralen Emissionskoeffizienten im festen Zustand etwas zu hoch sein dürften. Dass der Emissionskoeffizient in der festen Phase hauptsächlich von der Oberfläche der Probe dominiert wird, ist auch daran zu erkennen, dass sich bei sämtlichen Experimenten der Emissionskoeffizient im festen Zustand ebenso wie die Beschaffenheit der Oberfläche bis zum Einsetzen des Schmelzens nicht ändert.

In dieser Arbeit wird im weiteren Verlauf der Emissionskoeffizient im festen Zustand als konstant angenommen und ein Wert zugeordnet, welcher zwischen dem gemessenem Wert und jenem Wert liegt, der sich aus dem Brechungsindex n und dem Extinktionskoeffizienten k bei Raumtemperatur laut [47] bei der Wellenlänge 684,5 nm ergibt (in Ermangelung an Messdaten bei genau dieser Wellenlänge werden die Werte für

KAPITEL 7

diese Wellenlänge interpoliert). Für Niob ergibt sich aus den festkörperphysikalischen Größen n und k der Wert 0,49, als mittlerer Messwert hat sich 0,56 ergeben, d. h. für die Auswertung der thermophysikalischen Daten im festen Zustand wird ein konstanter Emissionskoeffizient von 0,52 angenommen.



Abb. 7-10: Der normale spektrale Emissionskoeffizient als Funktion der Strahlungstemperatur für Niob

(Mittelwert aus 8 Einzelmessungen), blaue Linie: der Emissionskoeffizient welcher für die Berechnung der Temperatur im festen Zustand angenommen wird, blauer Punkt: Emissionskoeffizient am Schmelzübergang aus [49], grüne Linien: lineare Fits für ein Einzelexperiment von Boboridis [17] bei einer Wellenlänge von 677 nm

Aus Abb. 7-10 ist zu erkennen, dass der Abfall des Emissionskoeffizienten bereits vor dem Erreichen der Schmelztemperatur ($T_{m, rad} = 2422$ K, [46]) erfolgt, was dadurch zu erklären, dass eine dünne Schicht der Probenoberfläche schon vor dem Erreichen des Schmelzpunktes flüssig wird, was sich auch mit den Beobachtungen von Basak [48] deckt. Die grünen Linien geben Ergebnisse von Boboridis [17] bei einer Wellenlänge von 677 nm wieder, der Emissionskoeffizient ist im flüssigen Zustand ebenfalls konstant. Die Abweichung liegt im flüssigen Zustand innerhalb der Messunsicherheit des Polarimeters, im festen Zustand ergibt sich die Abweichung aus der unterschiedlichen Vorbehandlung der Probenoberfläche (siehe Kapitel 8.4).

Da die Zeitbasis von Experiment zu Experiment variiert, erfolgt die Mittelung des Emissionskoeffizienten der einzelnen Messungen immer in der Darstellung $\epsilon(T_{rad})$, auch

die Mittelung der thermophysikalischen Größen Enthalpie und Widerstand erfolgt zuerst in Abhängigkeit von der Strahlungstemperatur, die Umrechnung auf die wahre Temperatur erfolgt danach für die Mittelwerte.

7.4 Thermophysikalische Daten

7.4.1 Niob

Für den Verlauf des normalen spektralen Emissionskoeffizienten bei einer Wellenlänge von 684,5 nm ergibt sich der in Abb. 7-10 dargestellte Zusammenhang.

Als Mittelwert der spezifischen Enthalpie in Abhängigkeit von der Strahlungstemperatur für Niob ergibt sich aus 7 Messungen der in Abb. 7-11 dargestellte Verlauf, die Abhängigkeit des spezifischen elektrischen Widerstandes ohne Korrektur der Volumenzunahme von der Strahlungstemperatur ist in Abb. 7-12 zu sehen.



Abb. 7-11: Die spezifische Enthalpie als Funktion der Strahlungstemperatur für Niob Mittelwert aus 7 Messungen

Da die Messungen sehr rasch erfolgten ist das Schmelzplateau nicht stark ausgeprägt, die Ecken sind abgerundet, dies wird durch die Bildung des Mittelwertes aus sieben Einzelmessungen noch etwas verstärkt. Bei den hier durchgeführten Untersuchungen kann über den Schmelzvorgang selbst keine Aussage getroffen werden, weshalb auch dieses Verschmieren des Schmelzüberganges keinen störenden Einfluss hat. Um die Enthalpie bzw. den spezifischen elektrischen Widerstand am Schmelzanfang und am Schmelzende zu erhalten, muss der gerade Verlauf dieser Größen im festen bzw. flüssigen Zustand bis zur Schmelztemperatur extrapoliert werden.



Abb. 7-12: Der spezifische elektrische Widerstand ohne Korrektur der Volumenzunahme als Funktion der Strahlungstemperatur für Niob Mittelwert aus 8 Messungen

Die spezifische Enthalpie als Funktion der wahren Temperatur ist in Abb. 7-13 dargestellt. Die rote Kurve stellt dabei den Verlauf dar, der sich aus der Ermittlung der wahren Temperatur mittels Gleichung 3-13 und den gemessenen normalen spektralen Emissionskoeffizienten ergibt, die schwarze Kurve ergibt sich mit der mittels Gleichung 3-14 berechneten Temperatur.

Für sämtliche Abbildungen in diesem Kapitel werden die Farben Rot und Schwarz für die beiden Methoden zur Temperaturbestimmung gleich wie in Abb. 7-13 verwendet, weshalb im Folgenden nicht mehr darauf eingegangen wird.

Da sich der normale spektrale Emissionskoeffizient im flüssigen Zustand für Niob nicht ändert, decken sich die beiden Kurven ab dem Erreichen des Schmelzplateaus. Im festen Zustand jedoch ergibt sich eine große Abweichung der beiden Verläufe. Dies ist

KAPITEL 7

dadurch bedingt, dass sich der Emissionskoeffizient beim Erreichen der Schmelztemperatur stark verändert, bei der Ermittlung der Temperatur unter der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten diese Änderung aber nicht berücksichtigt wird.



Abb. 7-13: Die spezifische Enthalpie von Niob als Funktion der Temperatur

Da sowohl die μ s – Pulsheiztechnik zur Ermittlung thermophysikalischer Daten von Metallen für den flüssigen Zustand ausgelegt ist (im festen Zustand gibt es genauere Methoden wie z. B. die Wärmestromdifferenzkalorimetrie oder ms – Pulsheizexperimente), als auch das verwendete Photopolarimeter verlässliche Daten nur für den flüssigen Zustand liefert, ist diese Abweichung nicht weiter störend. Für hochschmelzende Metalle wurden jedoch Daten mittels μ s – Pulsheiztechnik und unter der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten für den festen Zustand bestimmt, es ergibt sich daher aus dem oben gesagten, dass die Ergebnisse zum Teil stark fehlerbehaftet sind. Die Größe dieses Fehlers hängt hauptsächlich von der Glätte der Oberfläche der verwendeten Proben ab.

Für den Verlauf des spezifischen elektrischen Widerstands (ohne Korrektur der Volumenzunahme) (Abb. 7-14) gilt das für den Enthalpieverlauf gesagte analog.

Die rote Kurve gibt die wahre Temperatur ermittelt mit den gemessenen Emissionskoeffizienten an, die schwarze Kurve wurde unter der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten ermittelt. Die blauen Punkte geben die Werte am Schmelzübergang laut [50] an.



Abb. 7-14: Der spezifische elektrische Widerstand ohne Korrektur der Volumenzunahme als Funktion der Temperatur für Niob Die rote Kurve gibt die wahre Temperatur ermittelt mit den gemessenen Emissionskoeffizienten an, die schwarze Kurve wurde unter der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten ermittelt. Die blauen Punkte geben die Werte am Schmelzübergang laut [50] an.

Die Wärmeleitfähigkeit λ kann mittels des WIEDEMANN – FRANZ'schen Gesetzes aus dem Verlauf des spezifischen elektrischen Widerstands ermittelt werden. Dieses Gesetz beruht darauf, dass sowohl die elektrische Leitfähigkeit als auch der Wärmetransport in Metallen auf dem selben Mechanismus beruht. Details zum WIEDEMANN – FRANZ'schen Gesetz sind in [9] zu finden. Dieser Zusammenhang liefert vor allem im flüssigen Zustand gute Ergebnisse, da der Gitterbeitrag zur Wärmeleitfähigkeit verschwindet [10].

Der unterschiedliche Verlauf durch die verschieden Bestimmung der Temperatur im festen Zustand ist bei der Wärmeleitfähigkeit besonders auffallend (Abb. 7-15), das Gleiche gilt auch für den Verlauf der Temperaturleitfähigkeit (Abb. 7-16). Die Werte für die relative Volumenzunahme in Abhängigkeit von der Temperatur, welche zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit benötigt werden, sind aus [50] entnommen.



Abb. 7-15: Die Wärmeleitfähigkeit von Niob als Funktion der Temperatur Die rote Kurve gibt die wahre Temperatur ermittelt mit den gemessenen Emissionskoeffizienten an, die schwarze Kurve wurde unter der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten ermittelt

Da sowohl die Wärmeleitfähigkeit λ als auch die Dichte d von der Volumenzunahme abhängen, geht die Volumenzunahme bei der Ermittlung der Temperaturleitfähigkeit nicht ein. Der Unterschied zwischen den beiden Verläufen der Temperaturleitfähigkeiten ist im Vergleich zur Wärmeleitfähigkeit stärker, da sich auch eine unterschiedliche Wärmekapazität durch die beiden Methoden zur Temperaturbestimmung ergibt.



Abb. 7-16: Die Temperaturleitfähigkeit von Niob als Funktion der Temperatur Die rote Kurve gibt die wahre Temperatur ermittelt mit den gemessenen Emissionskoeffizienten an, die schwarze Kurve wurde unter der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten ermittelt

Eine Fehlerbetrachtung sämtlicher gemessenen und ermittelten Größen ist in Kapitel 7.5 zu finden, eine Zusammenstellung der Ergebnisse in Form von Polynomialfits ist im Anhang gegeben.

7.4.2 Tantal

Der normale spektrale Emissiosnkoeffizient für Tantal in Abhängigkeit von der Strahlungstemperatur ist in Abb. 7-17 dargestellt. Für den festen Zustand wird ein konstanter Wert von 0,47 angenommen, dieser liegt zwischen dem Mittelwert der gemessenen Verläufe und dem Wert für eine glatte Oberfläche bei Raumtemperatur von 0,44 aus [47]. Der Wert am Schmelzübergang (0,365) ist in sehr guter Übereinstimmung mit dem Wert aus der Strahlungstemperatur bei 684,5 nm von [51] (0,37). Im flüssigen Bereich sinkt der Emissionskoeffizient stark ab und erreicht bei einer Strahlungstemperatur von 4000 K den Wert von 0,3.



Abb. 7-17: Der normale spektrale Emissionskoeffizient als Funktion der Strahlungstemperatur für Tantal (Mittelwert aus 6 Einzelmessungen), blaue Linie: der Emissionskoeffizient welcher für die Berechnung der Temperatur im festen Zustand angenommen wird, blauer Punkt: Emissionskoeffizient am Schmelzübergang aus [51]

Die festkörperphysikalischen Größen Brechungsindex und Extinktionskoeffizient sind in Abb. 7-18 als Funktion der Strahlungstemperatur dargestellt. Die Schwankungen dieser beiden Größen um den gefitteten geraden Verlauf ist wesentlich größer als beim Emissionskoeffizienten. Wie sämtliche anderen physikalischen Größen verändern auch diese beiden Größen ihren Wert sprunghaft am Schmelzübergang. Die Übereinstimmung des Brechungsindex und des Extinktionskoeffizienten bei Raumtemperatur mit den Werten aus [47] ist nicht sehr groß, die Daten variieren von Messung zu Messung sehr stark, d. h. für die feste Phase sind die Ergebnisse für n und k bei den in dieser Arbeit verwendeten Aufheizraten und Oberflächenvorbehandlungen der Proben nicht sehr zuverlässig.

Der Verlauf der spezifischen Enthalpie als Funktion der Temperatur ist in Abb. 7-19 dargestellt. Da im Gegensatz zu Niob der Emissionskoeffizient im flüssigen Zustand nicht konstant ist, tritt für hohe Temperaturen ebenfalls eine Abweichung zwischen den beiden Verläufen (unterschiedliche Ermittlung der Temperatur) auf. Bei einer wahren Temperatur von 6290 K ergibt sich mit der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten ein Temperaturunterschied von 520 K, das sind 8,2 %. Da die Temperaturen am Schmelzübergang (3258 K) keine Abweichung haben tritt auf diese Temperatur bezogen eine Abweichung von mehr als 20 % auf, dieser Unterschied ergibt sich auch für die spezifische Wärmekapazität im flüssigen Zustand.



Abb. 7-18: Der Brechungsindex (rot) und der Extinktionskoeffizient (blau) als Funktion der Strahlungstemperatur für Tantal (Mittelwert aus 6 Einzelmessungen), strichlierte Linien: Fits für den flüssigen Bereich



Abb. 7-19: Die spezifische Enthalpie von Tantal als Funktion der Temperatur

Die rote Kurve gibt die wahre Temperatur ermittelt mit den gemessenen Emissionskoeffizienten an, die schwarze Kurve wurde unter der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten ermittelt. Die blauen Punkte geben die Werte am Schmelzübergang laut [52] an.

Die Abweichung der beiden Verläufe im festen Zustand ist für sämtliche der untersuchten Materialien gleich und durch den gleichen Effekt zu erklären, weshalb im Folgenden nicht mehr darauf eingegangen wird.

Da der spezifische elektrische Widerstand (Abb. 7-20) von Tantal im flüssigen Zustand nur eine geringe Abhängigkeit von der Temperatur hat, ist der Unterschied zwischen den beiden Kurven nicht sehr auffällig, die starke Abweichung der beiden Temperaturverläufe ist jedoch auch hier deutlich zu sehen.



Abb. 7-20: Der spezifische elektrische Widerstand ohne Korrektur der Volumenzunahme von Tantal als Funktion der Temperatur Die rote Kurve gibt die wahre Temperatur ermittelt mit den gemessenen Emissionskoeffizienten an, die schwarze Kurve wurde unter der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten ermittelt. Die blauen Punkte geben die Werte am Schmelzübergang laut [52] an.

Für die Werte der Wärmeleitfähigkeit tritt in der flüssigen Phase kein Unterschied zwischen den beiden Methoden zur Temperaturbestimmung auf, da die unterschiedliche Temperatur bei der Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit durch die Verschiebung der Widerstandwerte kompensiert wird. Der Verlauf der Volumenzunahme zur Berechnung der Wärmeleitfähigkeit wurde [52] entnommen.



Abb. 7-21: Die Wärmeleitfähigkeit von Tantal als Funktion der Temperatur Die rote Kurve gibt die wahre Temperatur ermittelt mit den gemessenen Emissionskoeffizienten an, die schwarze Kurve wurde unter der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten ermittelt

Einen interessanten Verlauf zeigt die Temperaturleitfähigkeit, da sich der Sprung der Werte am Schmelzübergang bei der Ermittlung der wahren Temperatur mit den gemessenen Emissivitäten genau umkehrt. Dies konnte nur für Tantal beobachtet werden, da einerseits der Sprung des elektrischen Widerstands am Schmelzübergang nicht sehr groß ist und sich außerdem für den festen Zustand eine unterschiedliche Wärmekapazität ergibt, die diesen Effekt noch verstärkt. Das heißt, dass die Temperaturleitfähigkeit im festen Zustand geringer ist als bei der Ermittlung unter der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten, im festen Zustand jedoch um etwa 15 % höher.



Abb. 7-22: Die Temperaturleitfähigkeit von Tantal als Funktion der Temperatur

Die rote Kurve gibt die wahre Temperatur ermittelt mit den gemessenen Emissionskoeffizienten an, die schwarze Kurve wurde unter der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten ermittelt

7.4.3 Nickel

Die untere Einsatztemperatur des verwendeten Pyrometers beträgt ungefähr 1650 K, das ist um weniger als 100 °C unter der Schmelztemperatur von Nickel, d. h. für die feste Phase können keine Temperaturabhängigkeiten angegeben werden. Die Abhängigkeit des normalen spektralen Emissionskoeffizienten von der Strahlungstemperatur für Nickel ist in Abb. 7-23 dargestellt. Der Wert am Schmelzübergang aus [53] (0,372) ist auch für Nickel in guter Übereinstimmung mit dem gemessenen Wert von 0,37. Im flüssigen Zustand steigt der Emissionskoeffizient von 0,37 am Schmelzübergang auf 0,394 (+ 6,4 %) bei einer Strahlungstemperatur von 2600 K an. Für den festen Zustand wird zur Berechnung der Temperatur ein Wert von 0,365 angenommen, er unterscheidet sich vom Emissionskoeffizienten am Schmelzübergang nur um 1,4 %.

Der Verlauf des Brechungsindex sowie des Extinktionskoeffizienten als Funktion der Strahlungstemperatur ist in Abb. 7-24 dargestellt.



Abb. 7-23: Der normale spektrale Emissionskoeffizient als Funktion der Strahlungstemperatur für Nickel

(Mittelwert aus 6 Einzelmessungen), blaue Linie: der Emissionskoeffizient welcher für die Berechnung der Temperatur im festen Zustand angenommen wird, blauer Punkt: Emissionskoeffizient am Schmelzübergang aus [53]



Abb. 7-24: Der Brechungsindex (rot) und der Extinktionskoeffizient (blau) als Funktion der Strahlungstemperatur für Nickel (Mittelwert aus 6 Einzelmessungen), gestrichelte Linien: Fit für den flüssigen Bereich

Messergebnisse

Abb. 7-25 zeigt den Verlauf der spezifischen Enthalpie von Nickel als Funktion der Temperatur. Da die beiden Kurven (Temperatur ermittelt mit $\epsilon_{\lambda,\perp}$ = konstant, bzw. mit den gemessenen Emissivitätswerten) im gesamten Verlauf nur geringe Abweichungen zeigen, ist in den Diagrammen für Nickel meist nur das Ergebnis für den mit den gemessenen Emissionskoeffizienten ermittelten Temperaturverlauf dargestellt. Erst am Ende der flüssigen Phase treten kleine Abweichungen auf, die in den Abbildungen dargestellt sind. Bei einer wahren Temperatur von 2980 K beträgt die Differenz 25 °C, bzw. 0,85 %.



Abb. 7-25: Die spezifische Enthalpie von Nickel als Funktion der Temperatur

Die rote Kurve gibt die wahre Temperatur ermittelt mit den gemessenen Emissionskoeffizienten an, die schwarze Kurve wurde unter der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten ermittelt. Die blauen Punkte geben die Werte am Schmelzübergang laut [54] an.

Der spezifische elektrische Widerstand ohne Korrektur der Volumenzunahme als Funktion der Temperatur ist in Abb. 7-26 zu sehen. Mit zunehmender Temperatur steigt der unkorrigierte Widerstand leicht an. Eine parallele zwischen den Verläufen des normalen spektralen Emissionskoeffizienten und des unkorrigierten elektrischen Widerstands kann beobachtet werden, d. h. das bei einem Anstieg des Widerstands im flüssigen Zustand auch der Emissionskoeffizient ansteigt (siehe Nickel), für eine Abnahme des Widerstands im flüssigen Zustand gilt für den Emissionskoeffizienten das gleiche (Tantal). Eine genauere Erläuterung dieses Zusammenhangs ist in Kapitel 9.1 zu finden.



Abb. 7-26: Der spezifische elektrische Widerstand von Nickel ohne Korrektur der Volumenzunahme als Funktion der Temperatur Die rote Kurve gibt die wahre Temperatur ermittelt mit den gemessenen Emissionskoeffizienten an, die blauen Punkte geben die Werte am Schmelzübergang laut [54] an



Abb. 7-27: Die Wärmeleitfähigkeit von Nickel als Funktion der Temperatur

Die rote Kurve gibt die wahre Temperatur ermittelt mit den gemessenen Emissionskoeffizienten an

Die Wärmeleitfähigkeit von Nickel als Funktion der Temperatur im flüssigen Zustand ist in Abb. 7-27 zu sehen, der Verlauf der Temperaturleitfähigkeit als Funktion der Temperatur ist in Abb. 7-28 dargestellt. Die Werte für die Volumenzunahme zur Berechnung der Wärmeleitfähigkeit stammen von [54]. Da sich im flüssigen Zustand auch die spezifischen Wärmekapazitäten geringfügig unterscheiden (2,1 %) ergibt sich für die Werte der Temperaturleitfähigkeit im flüssigen Zustand ein Unterschied von ungefähr 2,8 %.



Abb. 7-28: Die Temperaturleitfähigkeit von Nickel als Funktion der Temperatur

Die rote Kurve gibt die wahre Temperatur ermittelt mit den gemessenen Emissionskoeffizienten an, die schwarze Kurve wurde unter der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten ermittelt

7.4.4 Wolfram

Wie bei Tantal sinkt auch für Wolfram der normale spektrale Emissionskoeffizient im flüssigen Zustand mit zunehmender Temperatur (siehe Abb. 7-29). Der Wert am Schmelzübergang beträgt 0,405 was in guter Übereinstimmung mit dem Wert von [55] (0,402) ist (blauer Punkt). Im festen Zustand zeigen die Messungen eine Abnahme des Emissionskoeffizienten mit steigender Temperatur, für die Berechnung der wahren Temperatur wird jedoch ein konstanter Wert von 0,48 angenommen, dieser liegt etwas höher als der Wert für eine polierte Wolframoberfläche bei Raumtemperatur (0,45 aus [47]).



Abb. 7-29: Der normale spektrale Emissionskoeffizient als Funktion der Strahlungstemperatur für Wolfram

(Mittelwert aus 8 Einzelmessungen), blaue Linie: der Emissionskoeffizient welcher für die Berechnung der Temperatur im festen Zustand angenommen wird, blauer Punkt: Emissionskoeffizient am Schmelzübergang aus [55]



Abb. 7-30: Der Brechungsindex (rot) und der Extinktionskoeffizient (blau) als Funktion der Strahlungstemperatur für Wolfram (Mittelwert aus 8 Einzelmessungen), gestrichelte Linien: Fit für den flüssigen Bereich

KAPITEL 7

Der Brechungsindex sowie der Extinktionskoeffizient als Funktion der Strahlungstemperatur ist in Abb. 7-30 dargestellt.



Abb. 7-31: Die spezifische Enthalpie von Wolfram als Funktion der Temperatur

Die rote Kurve gibt die wahre Temperatur ermittelt mit den gemessenen Emissionskoeffizienten an, die schwarze Kurve wurde unter der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten ermittelt. Die blauen Punkte geben die Werte am Schmelzübergang laut [56] an

Abb. 7-31 zeigt die spezifische Enthalpie für Wolfram in Abhängigkeit von der Temperatur. Bei 5700 K beträgt der Unterschied der wahren Temperatur zur Temperatur welche mit der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten ermittelt wurde 108 K, dies ist eine Abweichung von 1,9 %. Wird die Abweichung auf die Schmelztemperatur (3693 K) bezogen, so ergibt sich am Ende des flüssigen Bereichs eine Abweichung von 5,4 %, dies ist auch die Abweichung die sich für die spezifische Wärmekapazität im flüssigen Zustand ergibt. Der Verlauf des unkorrigierten spezifischen elektrischen Widerstands ist in Abb. 7-32 zu sehen. Bei einer Temperatur von etwa 5600 K ist ein leichter Knick zu beobachten, dies ist die Phasenexplosion, bei der die Drahtprobe explosionsartig in den Plasmazustand übergeht.



Abb. 7-32: Der spezifische elektrische Widerstand von Wolfram ohne Korrektur der Volumenzunahme als Funktion der Temperatur Die rote Kurve gibt die wahre Temperatur ermittelt mit den gemessenen Emissionskoeffizienten an, die schwarze Kurve wurde unter der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten ermittelt. Die blauen Punkte geben die Werte am Schmelzübergang laut [56] an

Der Verlauf der Wärmeleitfähigkeit von Wolfram ist in Abb. 7-33 zu sehen, die Temperaturleitfähigkeit als Funktion der Temperatur ist in Abb. 7-34 dargestellt. Wie bei Tantal ist auch für Wolfram die Temperaturleitfähigkeit im Vergleich zu jenem Verlauf der sich durch die Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten ergibt im festen Zustand etwas geringer, im flüssigen Zustand jedoch höher. Da die Änderung des Emissionskoeffizienten in der flüssigen Phase jedoch nicht so stark als bei Tantal ist, tritt eine Umkehrung des Sprunges am Schmelzübergang hier nicht auf.



Abb. 7-33: Die Wärmeleitfähigkeit von Wolfram als Funktion der Temperatur

Die rote Kurve gibt die wahre Temperatur ermittelt mit den gemessenen Emissionskoeffizienten an, die schwarze Kurve wurde unter der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten ermittelt



Abb. 7-34: Die Temperatureitfähigkeit von Wolfram als Funktion der Temperatur

Die rote Kurve gibt die wahre Temperatur ermittelt mit den gemessenen Emissionskoeffizienten an, die schwarze Kurve wurde unter der Annahme eines konstanten Emissionskoeffizienten ermittelt

Messergebnisse

7.4.5 Inconel 718

Inconel 718 ist eine Nickel - Basislegierung mit etwa 12 Legierungselementen. Die Solidustemperatur dieser Legierung beträgt 1528 K, die Liquidustemperatur 1610 K [10]. Da diese Temperaturen unter der Einsatztemperatur des verwendeten Pyrometers liegen, wird hier nur der zeitliche Verlauf des normalen spektralen Emissionskoeffizienten angegeben. Wird die Kondensatorbank bei jedem Experiment auf die gleiche Spannung geladen und sind die verwendeten Drahtproben gleich lang, so ist der zeitliche Verlauf des Experiments gut reproduzierbar (Zeit bis zum Erreichen des Schmelzplateaus \pm 0,5 µs), d. h. es können auch die zeitlichen Verläufe gemittelt werden.

Abb. 7-35 zeigt den aus drei Einzelmessungen gemittelten zeitlichen Verlauf des Emissionskoeffizienten für Inconel 718, da bei diesen Messungen die Strahlungsintensität mit einem Pyrometer dessen Zentrumswellenlänge 1555 nm beträgt (Halbwertsbreite 84 nm), gemessen wurde, kann man dem zeitlichen Verlauf näherungsweise Temperaturen zuordnen. Der Abfall des Emissionskoeffizienten nach 20 µs ist wahrscheinlich durch die Glättung der Oberfläche beim Schmelzen gegeben. Am Ende der flüssigen Phase nach etwa 32 µs beträgt die Temperatur der Probe ungefähr 2800 K.

Von allen in dieser Arbeit gemessenen Materialien ist die Änderung des Emissionskoeffizienten im flüssigen Zustand bei Inconel 718 am größten, weshalb es interessant wäre, die Empfindlichkeit des Pyrometers zu erhöhen, um auch dieses Material vollständig vermessen zu können.



Abb. 7-35: Der normale spektrale Emissionskoeffizient von Inconel 718 als Funktion der Zeit

7.4.6 Eisen

Der zeitliche Verlauf der vier Detektorsignale als Funktion der Zeit ist in Abb. 7-36 dargestellt. Im Gegensatz zu den anderen Materialien steigen die Signale beim Erreichen der Schmelztemperatur (nach ca. 18 µs) nicht an. Dieser Abfall der Signale spiegelt jedoch keine physikalische Veränderung der Oberfläche wieder, sondern ist darauf zurückzuführen, dass die Probe beim Erreichen der Schmelztemperatur die Stabilität verliert. Der aus diesen Signalen ermittelte Verlauf des Emissionskoeffizienten ist in Abb. 7-37 dargestellt.

Es wird vermutet, dass der Zusammenbruch der Signale durch Oszillationen der Probenoberfläche verursacht wird, welche zur Folge haben, dass die Justierung des Polarimeters verloren geht. Da die gemessenen Strom – und Spannungssignale sowie das Pyrometersignal den üblichen Verlauf zeigen ist anzunehmen, dass diese Oszillationen eine sehr geringe Auslenkung besitzen, welche jedoch zum Dejustiern des Polarimeters ausreichen.

Die Ursache dieser Schwingung der Oberfläche wird in Kapitel 8.3.2 genauer behandelt.



Abb. 7-36: Der zeitliche Verlauf der Detektorsignale des Photopolarimeters für eine typische Messung an Eisen



Abb. 7-37: Der normale spektrale Emissionskoeffizient als Funktion der Zeit eines Einzelexperiments an Eisen

7.5 Messunsicherheit

7.5.1 Der normale spektrale Emissionskoeffizient

Eine exakte Bestimmung der Messungenauigkeit des normalen spektralen Emissionskoeffizienten mit den Methoden der Fehlerrechnung ist sehr aufwendig und beinhaltet zwei Schritte, deren Durchführung den Rahmen dieser Arbeit sprengen würde, es sind dies:

- die Fehlerabschätzung der einzelnen Elemente der Gerätematrix A bzw. die Unsicherheit der Elemente der invertierten Gerätematrix und
- die Fortpflanzung des Fehlers bei der Berechnung der Stokeskomponenten (mittels Gleichung 6-2) des reflektierten Laserstrahls aus den gemessenen Detektorsignalen.

Die Berechnung des zweiten Schritts kann mit einer Monte – Carlo Simulation durchgeführt werden, es wäre wünschenswert, eine genaue Fehleranalyse des μ s – DOAP im Rahmen einer Diplomarbeit durchführen zu lassen.

Das Rauschen des Verlaufs des Emissionskoeffizienten einer Einzelmessung beträgt etwa $\pm 0,02$ (absoluter Wert), die Reproduzierbarkeit der Messungen liegt im flüssigen Bereich darunter. Wird der Emissionskoeffizient aus mehreren Einzelmessungen gemittelt und der Verlauf durch einen linearen Zusammenhang approximiert so kann angenommen werden, dass der zufällige Fehler den absoluten Wert von $\pm 0,01$ nicht übersteigt, dass ist bei einem Wert des Emissionskoeffizienten von 0,4 ein Fehler von 2,5 %. Die Übereinstimmung der gemessenen Werte mit dem Emissionskoeffizienten, der sich aus der Messung der Strahlungstemperatur am Schmelzübergang ergibt ist für alle im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Materialien geringer als 2 %, der systematische Fehler wird ebenfalls so hoch angenommen.

Für die Gesamtunsicherheit des normalen spektralen Emissionskoeffizienten im flüssigen zustand wird daher ein Wert von 4 % angenommen.

Die Fehlerabschätzung für den festen Zustand ist insofern schwieriger, da der Einfluss der Oberflächenrauhigkeit auf die Ergebnisse der ellipsometrischen Messungen ebenfalls nur mit einer Computersimulation abschätzbar ist. Die Modellierung einer Oberfläche die den tatsächlichen Oberflächen nahe kommt stellt dabei das Hauptproblem dar, da bei einer Variation dieser Oberflächenparameter die erzielten Ergebnisse starke Abweichungen zeigen. Die in dieser Arbeit getroffene Annahme, dass der gemessene Emissionskoeffizient etwas zu hoch ist und der tatsächliche Wert zwischen diesen Ergebnissen und dem Wert für eine polierte Oberfläche liegt dürfte aber eine gute Näherung darstellen. Die Abweichung dieser beiden Schranken variiert von Material zu Material, beträgt aber typischerweise 12 bis 18 %, die maximale Unsicherheit des Emissionskoeffizienten sollte bei der erwähnten Annahme 10 % nicht übersteigen.

Die Abweichung der verwendeten Werte für den festen Zustand und dem Wert am Schmelzübergang hängt hauptsächlich von der Vorbehandlung der Probenoberfläche ab und variiert von 1,4 % bei Nickel bis über 45 % bei Niob. Daraus ist ersichtlich, dass selbst diese grobe Abschätzung des Emissionskoeffizienten im festen Zustand eine wesentliche Verbesserung der Temperaturmessung ermöglicht.

7.5.2 Die Strahlungstemperatur

Für die Unsicherheit der Strahlungstemperatur gibt Ruprechter [12] am Schmelzübergang \pm 10 K an, diese Unsicherheit resultiert hauptsächlich aus der Temperaturunsicherheit der für die Kalibration des Pyrometers verwendeten Wolfram – Bandlampe, bis zum Ende der stabilen flüssigen Phase erhöht sich die Unsicherheit der Strahlungstemperatur auf etwa 25 K.

7.5.3 Die wahre Temperatur

Werte für die Schmelztemperatur sind für sämtliche der untersuchten Metalle aus der Literatur sehr genau bekannt, da auch die gemessenen Emissionskoeffizienten mit den Werten am Schmelzübergang gut übereinstimmen ist die Unsicherheit der wahren Temperatur am Schmelzübergang nicht größer als 15 K. Die Unsicherheit im flüssigen Zustand setzt sich aus der Unsicherheit des Emissionskoeffizienten (\pm 25 K bei T_{rad} = 3000 K) und der Unsicherheit der Strahlungstemperatur (ebenfalls \pm 25 K) zusammen und beträgt bei einer wahren Temperatur von 4500 K etwa \pm 40 K bzw. \pm 1 %.

7.5.4 Thermophysikalische Daten

Die Unsicherheit der einzelnen thermophysikalischen Daten wurde von Cagran abgeschätzt [58], die Ergebnisse dieser Abschätzung werden hier ohne nähere Erläuterung angegeben.

G0	Unsicherheit	
Größe	fest	flüssig
Н	± 3 %	
c _p	±2 %	±1%
ρ _o	± 3 %	
λ	± 5 %	±7%
a	±6%	± 5 %

Kapitel 8

Experimentelle Schwierigkeiten

Die im vorherigen Kapitel präsentierten Daten beziehen sich pro untersuchtem Material auf ungefähr 8 bis 10 Messungen des normalen spektralen Emissionskoeffizienten, ebenso viele Messungen sind zur Bestimmung der thermophysikalischen Daten notwendig. Mit dem Polarimeter wurden im Rahmen dieser Arbeit jedoch über 250 Einzelexperimente durchgeführt. Zum Teil war das notwendig um mit dem Messgerät vertraut zu werden, sowie verschiedene Einstellungen zu probieren, zum Teil ergab sich dieser hohe experimentelle Aufwand aus der Tatsache, dass nicht jedes Experiment auch brauchbare Resultate liefert. Die wichtigsten und bekannten Ursachen dafür, dass ein Experiment keine aussagekräftigen Daten liefert werden in diesem Kapitel erläutert.

8.1 Instabilitäten durch Ausknicken

Die kurze Experimentdauer von etwa 40 µs wurde gewählt, um die Geometrie der Probe auch im flüssigen Zustand aufrechtzuerhalten, dafür wären aber auch Zeiten bis zu einigen 100 µs möglich. Wird die Dauer des Experiments jedoch zu groß gewählt, so expandiert der Draht nicht nur radial sondern auch axial. Da die Masse der Klemmen zum Fixieren der Probe relativ groß ist, ist es nicht möglich diese axiale Expansion der Probe durch bewegliche Probenhalter auszugleichen (wie es etwa bei ms –Experimenten geschieht). Die Folge davon ist, dass der Draht bei einer zu geringen Aufheizrate durch diese Expansion seitlich ausknickt.

Kaschnitz [4] gibt ein Kriterium für die Zeit bis zum Erreichen des Schmelzplateaus an:

$$t_s = 3\frac{\ell}{v_s} \tag{8-1}$$

mit: t_S Zeit bis zum erreichen des Schmelzplateaus, ℓ Länge der Probe, v_S Schallgeschwindigkeit in der Probe (bei Raumtemperatur)

Für eine typische Probenlänge von 50 mm und eine Schallgeschwindigkeit von 5000 m/s ergibt sich für t_s eine Zeit von 30 μ s. Liegt die Zeit bis zum Erreichen der Schmelztemperatur darüber, so besteht die Gefahr des Ausknickens der Probe. Diese Abschätzung deckt sich mit der Erfahrung sehr gut. Da die Probe im flüssigen Zustand keine Druck – und Schubkräfte aufnehmen kann, ist die Gefahr des Ausknickens nur im festen Zustand gegeben. Kann die Aufheizgeschwindigkeit des Experiments variiert werden (z. B. durch Wegschalten eines bestimmten Teils der Kondensatorbatterie nach dem Erreichen der Schmelztemperatur) so wäre es möglich, im flüssigen Zustand mehr Datenpunkte zu erhalten.



Abb. 8-1: Aufnahme einer zu langsam geheizten Kupferprobe mit der schnellen CCD – Kamera Die Temperatur der Kupferprobe beträgt zum Zeitpunkt der Aufnahme ungefähr 1500 K

In Abb. 8-1 ist eine Aufnahme mit der schnellen CCD – Kamera einer zu langsam geheizten Kupferprobe zu sehen. Die Probe knickt dabei nicht an einer, sondern an mehreren Stellen aus, da die Auslenkung dabei nicht so groß ist, was energetisch günstiger ist. Dieses Experiment wurde nicht in dem in Kapitel 2.4 beschriebenen Entladegefäß durchgeführt, da das Eigenleuchten der Kupferprobe nicht zur Belichtung der Kamera ausreicht. Es wurde ein rechteckiges Gefäß mit zwei Fenstern die gegenüberliegend

angeordnet sind (der Rand beider Fenster ist in der Aufnahme zu erkennen) verwendet, damit ist es möglich, die Probe mit einem Hintergrundblitz zu beleuchten. Ebenfalls in Abb. 8-1 zu sehen ist eine der beiden Spannungsmessschneiden mit dem V – förmigen Einschnitt, um ein besseres Haften der Schneide an der Probe zu gewährleisten.

8.2 Entladungen

Der ideale Verlauf eines Pulsheizexperiments sieht folgendermaßen aus: Zunächst erwärmt sich die feste Probe bis zum Erreichen der Schmelztemperatur, danach stellt sich ein Plateau im Temperaturverlauf ein bis die gesamte Probe geschmolzen ist. In der flüssigen Phase bleibt die Geometrie der Probe erhalten, die Temperatur steigt bis zum Siedepunkt an, wo ein zweiter Haltepunkt, das Siedeplateau, auftritt, aufgrund des geringen Widerstands der Probe im Plasmazustand ist eine weiter Energieeinkopplung nicht mehr möglich.

Wird das Experiment unter hohen Drücken (der statische Umgebungsdruck muss dabei höher als der Druck am kritischen Zustand der Probe sein) durchgeführt, so kann dieser ideale Verlauf tatsächlich erreicht werden [8], ist der statische Umgebungsdruck jedoch geringer als der kritische Druck, so tritt beim Erreichen der Siedetemperatur eine Phasenexplosion auf, das Volumen der flüssigen Probe steigt sprungartig auf das wesentlich größere Volumen der Probe im Plasmazustand an.

Wie bereits in Kapitel 7.4.4 für Wolfram gezeigt wurde, erfolgt das Durchzünden der Probe bereits bei Temperaturen, die einige 100°C unter der Siedetemperatur liegen. Solche Entladungen treten vermehrt an zwei Stellen auf, an den Probenklemmen und an den Spannungsschneiden.

Treten während eines Experiments solche Entladungen auf, so können die gemessenen Daten nur bedingt zur Auswertung herangezogen werden, d. h. nur bis zum Durchzünden des Stroms. Um dies zu verhindern wurden folgende zwei Methoden angewandt:

- An die Stelle wo der Draht in den Probenhalter eingespannt ist wurde eine Kunststoffknetmasse (Plastilin) gegeben und
- die Experimente wurden (zum Teil) unter einer Stickstoffatmosphäre mit einem Überdruck von 2 bar durchgeführt



Abb. 8-2: Aufnahmen mit der schnellen CCD – Kamera zweier Experimente an Molybdän

a.) Probenhalter ohne Plastilin (mo3101-2), b.) Probenhalter mit Plastilin (mo3101-3)

Abb. 8-2 zeigt die Aufnahmen zweier identischer (gleiche Versuchsparameter) Experimente an Molybdän. Beim Experiment mo3101-2 (linkes Bild) wurden die Probenklemmen nicht mit Knetmasse abgedeckt, es kommt an den Klemmen zu starken Entladungen, beim Experiment mo3101-3 wurde Plastilin verwendet, die Entladungen konnten dadurch vollständig unterdrückt werden. Die Strahlungstemperatur zum Zeitpunkt der Aufnahme beträgt bei beiden Bildern etwa 3100 K.

Eine Entladung entlang des gesamten Drahts ist in Abb. 8-3 zu sehen (linkes Bild). Um diese Entladungen zu unterdrücken hat es sich als am wirkungsvollsten erwiesen, eine Stickstoffatmosphäre mit einem Überdruck von ungefähr 2 bar anzulegen, diese Atmosphäre kann eine Entladung nicht vollständig verhindern, jedoch treten die Entladungen erst bei Temperaturen welche weniger als 500 °C unter dem Siedepunkt liegen auf. Die Aufnahme eines Wolframdrahtes bei einer Temperatur von etwa 5000 K ist ebenfalls in Abb. 8-3 zu sehen (rechtes Bild), bei diesem Experiment wurde sowohl Knetmasse zur Verhinderung der Entladungen an den Probenhaltern verwendet, als auch eine Stickstoffatmosphäre angelegt. Es wurde ebenfalls versucht, die Entladungen durch eine Argonatmosphäre zu unterdrücken, da Argon das Zünden von Entladungen in gewissen Druckbereichen jedoch verstärkt, waren diese Versuche nicht zielführend.



Abb. 8-3: Aufnahmen mit der schnellen CCD-Kamera zweier Experimente an Wolfram a.) ohne N_2 – Schutzgasatmosphäre, b.) mit N_2 – Schutzgasatmosphäre

8.3 Korreliertes Rauschen der Detektorsignale

Der Verlauf der vier Detektorsignale sowie des normalen spektralen Emissionskoeffizienten eines Experiments an Niob ist in Abb. 8-4 zu sehen. Aus dieser Abbildung ist zu erkennen, dass sämtliche der vier Detektorsignale mit einem Rauschen überlagert sind, welches auf jedem Kanal einen ähnlichen Verlauf hat, daraus kann der Schluss gezogen werde, dass dieses Rauschen nicht von der Elektronik bzw. den Detektoren des Polarimeters verursacht wird, sondern seine Ursache im Verlauf des Experiments hat.

Außerdem ist in dieser Abbildung zu sehen, dass das Rauschen des Emissionskoeffizienten ebenfalls einen ähnlichen Verlauf hat, d. h. diese Schwankungen kompensieren sich bei der Berechnung der Ergebnisse nicht.



Abb. 8-4: Die vier Detektorsignale sowie der normale spektrale Emissionskoeffizient eines Experiments an Niob (nb0504-1) als Funktion der Zeit

Als Ursache für dieses Rauschen wurde zunächst das Profil des Laserstrahls angenommen, da es sich gezeigt hat, dass diese Vermutung nicht richtig war, wird der Grund in einem schnellen Schwingen der Oberfläche durch magnetohydrodynamische Instabilitäten vermutet. Diese beiden Themen werden in den Kapiteln 8.3.1 und 8.3.2 behandelt.

8.3.1 Strahlprofil

Das Strahlprofil des Lasers ist in Abb. 8-5 zu sehen, das linke Bild zeigt das Profil in der ursprünglichen Konfiguration des Polarimeters, d. h. der Laser befindet sich in der Messkabine, die Strahlung wird mittels eines Multimode – Lichtleiters zum Experiment gebracht (Einkopplung in den PSG siehe Abb. 6-4), das rechte Bild zeigt das Strahlprofil des neuen Lasermoduls mit Strahlkorrektur mittels anamorpher Prismen.

Das Strahlprofil des Lasers wird bei der ursprünglichen Anordnung durch die Verwendung eines Multimode – Lichtleiters völlig deformiert, dies könnte durch die Verwendung eines Singlemode – Lichtleiters verhindert werden, jedoch beträgt dabei der Intensitätsverlust mehr als das Doppelte.


Abb. 8-5: Das Strahlprofil des Lasers a.) Anordnung mit Laser in Messkabine und Lichtleiter, das weiße Rechteck gibt den Teil des Strahls an, der von der Probenoberfläche in den Detektor reflektiert wird, b.) Laser mit Strahlkorrektur und Einkopplung mittels Spiegel

Abb. 8-6 gibt die geometrischen Verhältnisse bei der Reflexion des Laserstrahls an der zylindrischen Probenoberfläche wieder. Der Öffnungswinkel jenes Bereichs des reflektierten Strahls der in den Detektor gelangt beträgt etwa 6°, die Reflexionsbedingung $\alpha_i = \alpha_r$ ist jedoch nur für einen rechteckigen Bereich des Laserstrahls erfüllt der weniger als 10 % des Strahldurchmessers breit ist (siehe weißes Rechteck in Abb. 8-5 a). Durch die thermische Expansion der Probe (in Abb. 8-6 durch die gestrichelte Linie angedeutet) verschiebt sich dieser Bereich innerhalb des Strahlprofils, was ursprünglich für die Ursache dieses Rauschens gehalten wurde.

Zieht man die Geschwindigkeit der thermischen Expansion in Betracht, d. h. die Geschwindigkeit mit der sich die Probenoberfläche nach außen bewegt und vergleicht dies mit den zeitlichen Abständen der "Peaks" in dem korrelierten Rauschen der Signale (etwa 2 bis 3 μ s, siehe Abb. 8-4), so ist zu sehen, dass die charakteristischen Zeiten beider Effekte nicht in der gleichen Größenordnung liegen, außerdem ist die gesamte Intensität innerhalb des weißen Rechtecks in Abb. 8-5 bei einer seitlichen Verschiebung desselben annähernd konstant.



Abb. 8-6: Reflexion des Laserstrahls an der gekrümmten Probenoberfläche

8.3.2 Magnetohydrodynamische Instabilitäten

Erst nachdem der Einbau des neuen Lasermoduls in das Polarimeter keine Verbesserung dieses korrelierten Rauschens brachte, wurde weiter nach der Ursache dafür gesucht. Es wird vermutet, dass es sich dabei um eine Schwingung der Oberfläche durch magnetohydrodynamische Instabilitäten handelt. Diese Instabilitäten haben eine Schichtbildung der Probe zur Folge, welche nur mit einer Röntgenkameras beobachtet werden kann. Das Vorhandensein dieser Instabilitäten konnte von Jäger [59] für pulsgeheizte Drahtproben eindeutig gezeigt werden. Als charakteristische Zeit t_C zum Ausbilden solcher Schichtungen gibt Seydel [60] folgende Beziehung an:

$$t_C = \frac{2\pi r^2}{I} \sqrt{\frac{d}{\mu_0}}$$
(8-2)

mit: r Probenradius, I Strom, d Dichte, μ_0 Permeabilität des Vakuums

Daraus ergibt sich für ein typisches Experiment an Molybdän eine charakteristische Zeit von ca. 1,5 µs, dies liegt in der Größenordnung der Periodendauer des korrelierten Rauschens der Detektorsignale, weshalb es als Ursache angenommen wird. Da für diese Arbeit keine Röntgenkamera zur Untersuchung der Instabilitäten zur Verfügung stand,

KAPITEL 8

kann diese Annahme nicht zweifelsfrei bestätigt werden, dass es sich aber um eine Oszillation der Oberfläche handelt wird in Abb. 8-7 gezeigt.



Abb. 8-7: Detektorsignal I_1 (rot) sowie Signal eines von der Probenoberfläche reflektierten Lasers (blau) bei einem Experiment an Kupfer

Das Signal des Detektors D_1 des Polarimeters, sowie das Signal eines an der Probenoberfläche reflektierten Strahls eines He – Ne Lasers, welches mit dem Pyrometer aufgenommen wurde, ist in Abb. 8-7 zu sehen. Beide Signale zeigen drei "Peaks" bei etwa 40,5 µs, 42 µs und 44 µs. Als Probenmaterial für dieses Experiment wurde Kupfer gewählt, da das durch die Temperaturstrahlung verursachte Hintergrundsignal bei der Aufnahme des Signals des reflektierten He – Ne Lasers mittels des Pyrometers möglichst gering sein sollte.

Theoretisch sollten sich durch die Oszillation der Oberfläche der Drahtprobe aufgrund der daraus resultierenden Dejustierung des Polarimeters zwar die Signale der einzelnen Detektoren ändern, da der Stokesvektor des reflektierten Strahls jedoch auf die Intensität Eins normiert wird, wird dadurch keine Auswirkung auf das Resultat des Emissionskoeffizienten erwartet. Dass sich bei einer Dejustierung des Polarimeters die Intensitäten der einzelnen Detektoren unterschiedlich ändern, wird in Abb. 8-8 gezeigt. Die blauen Kreise stellen dabei das Ende der Lichtleiter dar, auf welche die vier Teilstrahlen (schwarze Kreise) fokussiert werden. Verändert sich aufgrund der Bewegung der Probenoberfläche die Justierung des Polarimeters, so verschiebt sich die Position sämtlicher vier Teilstrahlen ebenfalls (rote Kreise). Da der PSD beim Zusammenbau durch den Hersteller nur annähernd perfekt justiert werden kann, ändern sich die vier Intensitäten bei einer Dejustierung des Polarimeters nicht im gleichen Verhältnis, weshalb eine Auswirkung auf den Verlauf des Emissionskoeffizienten festzustellen ist.



Abb. 8-8: Veränderung der Intensitäten bei einer leichten Dejustierung des Polarimeters Mit L_{1, 2, 3, 4} Eintrittsöffnung der vier Lichtleiter

Zur Vermeidung bzw. Reduzierung dieses korrelierten Rauschens ergeben sich aus diesen Überlegungen drei Möglichkeiten, dies sind:

- das Verwenden von Proben mit einem größeren Durchmesser (Boboridis, der in seiner Arbeit [17] Drähte mit einem Durchmesser von 1,6 mm verwendete konnte dieses korrelierte Rauschen nicht beobachten) und
- ein Nachjustieren des PSD um den in Abb. 8-8 gezeigten Effekt zu verringern
- die Durchführung der Experimente in einem Hochdruckgefäß (siehe Kapitel 9.5)

Eine Veränderung der Aufheizrate nach dem Erreichen der Schmelztemperatur, d. h. die Verringerung des Stroms in der flüssigen Phase kann dieses korrelierte Rauschen wahrscheinlich nicht verringern, da sich durch die elektromagnetische Kraftwirkung schon in der festen Probe elastische Spannungen aufbauen, die sich bis zum Erreichen des flüssigen Zustands nicht abbauen können und so die Geometrie der flüssigen Probe stören. Diese Überlegung ergibt sich daraus, dass dieses korrelierte Rauschen bei Eisen zu so starken Störungen führt, dass die Ergebnisse nicht verwertbar sind. Da Eisen ein ferromagnetischer Werkstoff ist, ist die Wirkung des elektromagnetischen Feldes und somit die Ausbildung von magnetohydrodynamischen Instabilitäten im flüssigen Zustand bei diesem Material besonders stark, obwohl die ferromagnetische Eigenschaft des Eisen bei der CURIE – Temperatur von 1043 K [61] verschwindet.

8.4 Oberflächenrauhigkeit

Da die Ergebnisse der Emissivitätsmessungen in der festen Phase sehr stark von der Vorbehandlung der Probenoberfläche abhängen [63], wurden verschiedene Vorbehandlungen versucht. Die elektronenmikroskopischen Aufnahmen der Oberfläche eines unbehandelten sowie eines elektropolierten Niobdrahtes ist in Abb. 8-9 dargestellt. Die unbehandelte Oberfläche weist sehr große ebene Gebiete auf, die von kleinen Kratern durchsetzt sind. Diese Oberfläche eignet sich zum Justieren des Polarimeters nicht schlecht, jedoch besteht die Gefahr, dass die Probe von einer Oberflächenschicht bedeckt ist, welche die Messung bis in den flüssigen Bereich stören kann, d. h. es ist generell zu empfehlen, die Oberfläche unmittelbar vor dem Experiment zu behandeln. Eine 1000 fache Vergrößerung einer elektropolierten Nioboberfläche zeigt das rechte Bild von Abb. 8-9, durch den Materialabtrag der beim Elektropolieren vorwiegend an den Korngrenzen erfolgt, entsteht dabei eine Oberfläche die sehr rau ist, die Riefen vom Ziehen des Drahtes bzw. von einer Vorbehandlung mit Sandpapier werden verstärkt. Da elektropolierte Oberflächen diffus reflektieren, ist es nicht möglich das Polarimeters an elektropolierten Proben zufriedenstellend zu justieren.



Abb. 8-9: Elektronenmikroskopische Aufnahmen der Probenoberfläche [62] a.) unbehandelte Oberfläche einer Niobprobe in 500 facher Vergrößerung, b.) elektropolierte Oberfläche einer Niobprobe in 1000 facher Vergrößerung



Abb. 8-10: Elektronenmikroskopische Aufnahmen der Probenoberfläche [62] a.) mit 4000er Sandpapier bearbeitete Nioboberfläche in 1000 facher Vergrößerung, b.) die Oberfläche einer erstarrten Schmelzperle in 2400 facher Vergrößerung

Die Oberfläche einer mit 4000er Sandpapier behandelten Oberfläche ist in Abb. 8-10 zu sehen. Die mit 4000er Papier behandelte Oberfläche zeigte das Beste erreichte Resultat, jedoch auch bei dieser Behandlung ist es nicht möglich, im festen Zustand reproduzierbare Ergebnisse zu erzielen. Die Güte einer Oberfläche die durch den Einfluss der Oberflächenspannung geglättet wurde ist rechts in Abb. 8-10 zu sehen (2400 fache Vergrößerung).

Qualitativ kann der Einfluss der Oberflächenvorbehandlung in Abb. 8-11 gesehen werden. Dieses Diagramm zeigt die "Geschichte" einer Niobprobe in einem ms – Experiment. In dieser Abbildung ist der Verlauf des normalen spektralen Emissionskoeffizienten von Niob bei einer Wellenlänge von 900 nm gezeigt, die Daten wurden mit der Reflektometertechnik in Turin bestimmt [64]. Die blaue Kurve zeigt die erste Messung einer unbehandelten Niobprobe. Da die Oberflächenrauhigkeit bei der Reflektometermethode keinen störenden Einfluss hat, gibt der Wert von 0,65 bei Raumtemperatur die wahren Verhältnisse wieder. Bei diesem ersten Experiment wird eine Temperatur von etwa 50 °C unter dem Schmelzpunkt erreicht, bis dahin bleibt der Emissionskoeffizient annähernd konstant, fällt danach aber zufolge des Schmelzens einer dünnen Oberflächenschicht rasch auf einen Wert von etwa 0,39 ab und behält diesen beim Abkühlen auf Raumtemperatur annähernd bei. Beim zweiten Experiment (grüner Verlauf) verhält es sich sehr ähnlich, der Emissionskoeffizient hat nach diesem Versuch einen Wert von ungefähr 0,34.

Erst beim dritten Experiment (rote Kurve) wird die Schmelztemperatur zum erstenmal erreicht und der Emissionskoeffizient sinkt auf den Wert am Schmelzübergang ab, diesen Wert behält er auch beim Erstarren bis zur Raumtemperatur weitestgehend bei. Die Oberfläche der Niobprobe nach diesem dritten Experiment ist mit jener der Schmelzperle in Abb. 8-10 zu vergleichen. Ein ähnlicher Verlauf des Emissionskoeffizienten wurde von Boboridis mit einem ms – DOAP am National Institute of Standarts and Technology in Gathersburg, MD, USA, gemessen [17].



Abb. 8-11: Verlauf des normalen spektralen Emissionskoeffizienten von Niob bei einer Wellenlänge von 900 nm, ermittelt mit der Reflektometertechnik am Istituto di Metrologia "G. Colonnetti" in Turin Blaue Kurve: erste Messung an einer unbehandelten Probe, grüne Kurve: zweite Messung, rote Kurve: dritte Messung, die Schmelztemperatur wurde dabei zum erstenmal erreicht

Die Oberflächenbehandlung durch "Pre – Heating" also des Erwärmens der Probe mehrmals bis knapp unter die Schmelztemperatur stellt die einzige Methode dar, die es ermöglicht reproduzierbare Emissivitätswerte im festen Zustand zu erhalten, dies ist jedoch mit einer μ s – Pulsheizanlage nicht möglich, da bei Aufheizraten von ca. 10⁸ K.s⁻¹ ein exaktes Abschalten des Stromes beim Erreichen einer Grenztemperatur nicht möglich ist.

Kapitel 9

Ausblick

Aus den Resultaten dieser Arbeit ergeben sich weitere Anregungen für Untersuchungen bzw. Verbesserungen die in der Arbeitsgruppe für Subsekunden Thermophysik am Institut für Experimentalphysik der TU – Graz durchzuführen wären, diese Ideen werden in diesem Kapitel diskutiert.

9.1 HAGEN – RUBENS Beziehung

Im Jahre 1903 haben Hagen und Rubens eine grundlegende Arbeit über den Zusammenhang des Emissionskoeffizienten und dem spezifischen elektrischen Widerstand veröffentlicht [65], deren Ergebnisse insofern von Interessen sind, da ein Zusammenhang zwischen diesen beiden Größen auch im Rahmen dieser Arbeit festgestellt werden konnte.



Abb. 9-1: Zusammenhang zwischen dem spezifischen elektrischen Widerstand ohne Korrektur der Volumenzunahme und dem normalen spektralen Emissionskoeffizient bei 684,5 nm für die Materialien Niob, Tantal, Nickel und Wolfram

Die Herleitung der Beziehung $\varepsilon = f(\rho)$ von Hagen und Rubens wird im folgenden kurz wiedergegeben. Der Zusammenhang zwischen den optischen Größen Brechungsindex n und Extinktionskoeffizient k und den atomaren Materialeigenschaften Dielektrizitätskonstante ε und der statischen elektrischen Leitfähigkeit σ wird durch die Gleichungen 9-1 und 9-2 beschrieben (siehe Kapitel 5.4.2).

$$n = \sqrt{\frac{1}{2} \left(\sqrt{\varepsilon^2 + \left(\frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0}\right)^2} + \varepsilon \right)}$$
(9-1)
$$k = \sqrt{\frac{1}{2} \left(\sqrt{\varepsilon^2 + \left(\frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0}\right)^2} - \varepsilon \right)}$$
(9-2)

mit: ω Kreisfrequenz der elektromagnetischen Welle, ϵ_0 Dielektrizitätskonstante des Vakuums

Da bei Metallen die elektrische Leitfähigkeit sehr groß ist $(\frac{\sigma}{\omega \varepsilon_0} >> \varepsilon)$ vereinfachen sich diese Ausdrücke zu:

$$n \approx k = \sqrt{\frac{\sigma}{2\,\omega\,\varepsilon_0}} \tag{9-3}$$

Wird dies in die Fresnel'schen Gleichungen 5-64 bzw. 5-65 für senkrechten Einfall eingesetzt ($n_1 \approx 1$, für Luft), so ergibt sich für das Reflexionsvermögen \Re der Zusammenhang:

$$\Re = \frac{\frac{\sigma}{\omega\varepsilon_0} + 1 - 2\sqrt{\frac{\sigma}{2\omega\varepsilon_0}}}{\frac{\sigma}{\omega\varepsilon_0} + 1 + 2\sqrt{\frac{\sigma}{2\omega\varepsilon_0}}}$$
(9-4)

Ist der Ausdruck $\frac{\omega \varepsilon_0}{\sigma}$ sehr klein so kann die 1 vernachlässigt und Gleichung 9-4 nach Potenzen von $\sqrt{\frac{2\omega \varepsilon_0}{\sigma}}$ entwickelt werden, dies führt zum Ausdruck:

Ausblick

$$\Re = 1 - 2\sqrt{\frac{2\,\omega\,\varepsilon_0}{\sigma}} + \dots \qquad (9-5)$$

woraus mit dem Kirchhoff'schen Gesetz (Gleichung 5-91) der normale spektrale Emissionskoeffizient $\varepsilon_{\perp, \lambda}$ folgt

$$\varepsilon_{\perp,\lambda} = 2\sqrt{\frac{2\,\omega\,\varepsilon_0}{\sigma}} \tag{9-6}$$

Zur Herleitung dieser Beziehung müssen zwei Annahmen getroffen werden (dass der Ausdruck $\frac{\omega \varepsilon_0}{\sigma}$ sehr klein und die Leitfähigkeit σ rein reell ist), dies ist aber nur für kleine Frequenzen bzw. große Wellenlängen gültig. Rubens und Hagen konnten für Kupfer bei einer Wellenlänge von 12 µm eine Übereinstimmung mit Messungen von ca. 15 % feststellen. Die Berechnung des Emissionskoeffizienten mit den in dieser Arbeit gemessenen Widerstandswerten führt zu keiner Übereinstimmung mit den mittels µ - DOAP ermittelten Werten, es ist jedoch wie Abb. 9-1 zeigt, ein deutlicher Trend zu erkennen. Um ein empirisches Gesetz für den Verlauf des normalen spektralen Emissionskoeffizienten von Metallen im flüssigen Zustand zu finden, müssten mehrere Metalle untersucht und einer systematischen Auswertung unterzogen werden.

9.2 Übertragen der Polarimetermessungen auf andere Wellenlängen mittels Pyrometrie

Wird die Strahlungstemperatur nicht nur im spektralen Bereich in der Nähe des Lasers des μ - DOAP bestimmt, sondern auch im Infraroten, so kann aus der wahren Temperatur welche mittels der Strahlungstemperatur bei 650 nm und dem gemessenen Emissionskoeffizienten bestimmt wird, der Verlauf des Emissionskoeffizienten bei der Wellenlänge des Infrarotpyrometers bestimmt werden. Damit wäre es möglich, die Gültigkeit der HAGEN – RUBENS Beziehung zunächst im langwelligen Spektralbereich zu überprüfen und sowohl die Temperaturabhängigkeit als auch die spektrale Abhängigkeit des Emissionskoeffizienten von Metallen zu ermitteln.

9.3 Pyrometrie

Um die in Kapitel 9.2 erwähnten Messungen durchzuführen, muss die Genauigkeit der pyrometrischen Temperaturbestimmung zunächst deutlich verbessert werden, dazu sind folgende Schritte notwendig:

- Kalibration der Pyrometer mittels eines Schwarzkörperstrahlers anstelle der bis jetzt verwendeten Wolfram – Bandlampen
- Berechnung der Strahlungstemperatur unter Berücksichtigung des Konzepts der effektiven Wellenlänge (siehe [17])
- Berücksichtigung des "Size of Source" Effekts des Pyrometers (siehe [14])
- Erhöhung der Bandbreite und der Empfindlichkeit der Pyrometerverstärker
- Versuchen, eine Photodiode zu finden, welche den Ansprüchen der Pyrometrie (hohe Bandbreite, hohe Empfindlichkeit, geringes Rauschen und Linearität) besser als die bisher verwendeten Dioden genügt
- Überprüfung der Linearität der Pyrometer im gesamten Temperaturbereich
- Verbesserung der Optik der Pyrometer

9.4 Experimente an dickeren Proben

Um die Schwingungen der Probenoberfläche zu verringern und die Dauer des Experiments zu erhöhen, sollten Experimente an dickeren Proben durchgeführt werden. Davor ist zu überprüfen, welche Ströme dabei zu erwarten sind und ob diese Ströme mit dem zur Verfügung stehenden Messaufbau gehandhabt werden können (Ignitrons, Vorwiderstand, Stromsonde). Die Verwendung dickerer Proben bietet folgende Vorteile:

- das korrelierte Rauschen ist wesentlich geringer (siehe [17])
- die Experimentdauer kann wesentlich erhöht werden
- die Intensität des reflektierten Laserstrahls erhöht sich ca. um den Faktor 3

9.5 Experimente im Hochdruckgefäß

Da Pulsheizexperimente unter hohen statischen Drücken wesentlich stabiler verlaufen, wäre es sinnvoll, zur Vermeidung der in Kapitel 8.3.2 erwähnten Instabilitäten die Bestimmung des Emissionskoeffizienten im Hochdruckgefäß durchzuführen.

Vorversuche haben ergeben, dass die bis dato verwendeten Saphirfenster bei Drücken von etwa 1000 bar doppelbrechend werden. Diese vom Druck abhängige Spannungsdoppelbrechung zeigt eine leichte Hysterese ist aber sehr gut reproduzierbar. D. h., wenn es möglich ist, die Müller – Matrix der Saphirfenster unter Druck zu bestimmen, können die Messungen mit dem Polarimeter auch unter hohen Drücken durchgeführt werden. Zur Bestimmung der Müller – Matrix der Saphirfenster unter hohen Drücken könnten die beiden folgenden Methoden Anwendung finden:

9.5.1 Bestimmung der Müller Matrix mit einem Prisma im Hochdruckgefäß

Wird das Prisma, welches zur Einstellung des Winkels von 140° zwischen dem PSG und dem PSD verwendet wird in das Hochdruckgefäß gebracht und die Stokesvektoren S' bei verschiedenen Anfangspolarisationszuständen S bestimmt, so können die Müller – Matrizen der beiden Fenster F_a und F_b prinzipiell mit dem Gleichungssystem 9-7 bestimmt werden.



Abb. 9-2: Bestimmung der Müller – Matrix der Saphirfenster unter hohen Drücken mittels eines Prismas F₁, F₂: Saphirfenster, P: BK7 Prisma

$$\begin{pmatrix} S'_{0} \\ S'_{1} \\ S'_{2} \\ S'_{3} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \overline{f_{11}^{a} \quad f_{12}^{a} \quad f_{13}^{a} \quad f_{14}^{a}} \\ f_{21}^{a} \quad f_{22}^{a} \quad f_{23}^{a} \quad f_{24}^{a} \\ f_{31}^{a} \quad f_{32}^{a} \quad f_{33}^{a} \quad f_{34}^{a} \\ f_{41}^{a} \quad f_{42}^{a} \quad f_{43}^{a} \quad f_{44}^{a} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} a \quad b \quad 0 \quad 0 \\ b \quad a \quad 0 \quad 0 \\ 0 \quad 0 \quad c \quad 0 \\ 0 \quad 0 \quad c \quad 0 \\ 0 \quad 0 \quad c \quad c \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \overline{f_{11}^{b} \quad f_{12}^{b} \quad f_{13}^{b} \quad f_{14}^{b} \\ f_{21}^{b} \quad f_{22}^{b} \quad f_{23}^{b} \quad f_{24}^{b} \\ f_{31}^{b} \quad f_{32}^{b} \quad f_{33}^{b} \quad f_{34}^{b} \\ f_{31}^{b} \quad f_{32}^{b} \quad f_{33}^{b} \quad f_{34}^{b} \\ f_{41}^{b} \quad f_{42}^{b} \quad f_{43}^{b} \quad f_{44}^{b} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} S_{0} \\ S_{1} \\ S_{2} \\ S_{3} \end{pmatrix}$$
(9-7)

mit: f_{jk}^{a}, f_{jk}^{b} Elemente der Müller – Matrix des Fensters F_a bzw. F_b, a, b, c Elemente der Müllermatrix für Reflexion, S₁₋₄ Stokeskomponenten des einfallenden Laserstrahls, S'₁₋₄ Stokeskomponenten des detektierten Laserstrahls

Der Zusammenhang zwischen dem Stokesvektor des einfallenden Laserstrahls und jenem des reflektierten Strahls wird durch das Gleichungssystem 9-7 beschrieben. Ist der Brechungsindex von Wasser (das Hochdruckgefäß wird mit destilliertem Wasser gefüllt, da das Verwenden von Gas als druckübertragendes Medium aufgrund des hohen Energieinhalts bei Drücken von über 5000 bar zu gefährlich ist) bekannt, so können die Elemente a, b und c der Müller – Matrix für Reflexion leicht bestimmt werden (siehe z. B. [32]). Für die Elemente der Müller – Matrizen der beiden Fenster können Einschränkungen gemacht werden, da die Fenster wie Retarder, deren Achsensystem beliebig im Raum liegen, betrachtet werden können. Um herauszufinden ob es sinnvoll ist, diese Einschränkungen schon vor der Bestimmung der Elemente zu machen, oder vom Standpunkt der Fehlerrechnung ein besseres Ergebnis erzielt wird wenn man keine diesbezüglichen Einschränkungen trifft, und ob das Gleichungssystem 9-7 überhaupt verwertbare Lösungen liefert müsste zuvor in einer eingehenden mathematischen Untersuchung des Gleichungssystems geklärt werden.

9.5.2 Bestimmung der Müller Matrix mit einem Spiegel im Hochdruckgefäß

Eine mathematisch etwas einfachere aber dafür experimentell aufwendigere Methode zur Bestimmung der Müller – Matrix der Saphirfenster stellt die in Abb. 9-3 skizzierte Methode dar. Dazu wird ein Spiegel, dessen Müllermatrix bekannt ist, in das Hochdruckgefäß gegeben, welcher den Laserstrahl durch das gleiche Fenster wieder aus dem Gefäß reflektiert. Der reflektierte Strahl wird mit einem Strahlteiler umgelenkt und im Polarization State Detector analysiert. Für diese Methode müssen die Müller – Matrizen des Spiegels sowie des Strahlteilers in beiden Durchgangsrichtungen bekannt sein, weiters ist darauf zu achten, dass durch die Reflexion am Spiegel auch das Bezugssystem gespiegelt werden muss. Die Müller – Matrix des Fensters beim Durchgang des Lasers von Innen nach Außen besteht aus den gleichen Elementen wie jene für den umgekehrten Durchgang, jedoch sind diese aufgrund der Spiegelung des Koordinatensystems anders angeordnet.



Abb. 9-3: Bestimmung der Müller – Matrix der Saphirfenster mittels eines Spiegels im Hochdruckgefäß S: Spiegel, F: Saphirfenster, ST: Strahlteiler

Auch diese Methode gehört, bevor sie angewandt wird, zunächst einer genauen mathematischen und physikalischen Analyse in Bezug auf den resultierenden Gesamtfehler der bestimmten Matrizen unterzogen.

Ergibt sich aus diesen Analysen eine Sinnhaftigkeit einer der beiden Methoden, so kann der Einfluss der Fenster auf den Polarisationszustand des durchgehenden Laserlichts dadurch verringert werden, dass man anstelle der vorhandenen Saphirfenster solche kauft, deren optische Achse parallel zur Vorder- und Hinterseite der Fenster liegt, was die Spannungsdoppelbrechung wahrscheinlich wesentlich reduziert (im Idealfall sogar eliminiert) und somit den Fehlereinfluss durch die Korrektur mittels Müller – Matrizen verringert.

9.6 Untersuchung der Abhängigkeit des Emissionskoeffizienten von der Oberflächenrauhigkeit

Eine Untersuchung der Abhängigkeit des normalen spektralen Emissionskoeffizienten von der Rauhigkeit der Probenoberfläche wäre mit dem vorhandenen Polarimeter möglich, wenn der Entladekreis zum Heizen der Drahtproben so modifiziert wird, dass der experimentelle Aufbau als ms – Experiment verwendet werden kann. Dazu muss die

Kondensatorbatterie durch eine Parallel – und Serienschaltung von stoßentladbaren Batterien und die Ignitronschaltröhren durch MOSFET Halbleiterschaltelementen ersetzt werden.

Die Depolarisationseffekte durch Oberflächenrauhigkeit können mit dem Polarimeter durch ermitteln der Müller – Matrix der Probenoberfläche bei Raumtemperatur bestimmt werden. Da sowohl durch Polarimetermessungen als auch durch Messungen mit der Reflektometertechnik die Vermutung nahe liegt, dass sich die Oberflächenrauhigkeit bis zu Temperaturen, die ungefähr 50°C unter der Schmelztemperatur liegen, nicht ändert, wird der Einfluss der Rauhigkeit ebenfalls in der gesamten festen Phase konstant bleiben und kann somit korrigiert werden. Welchen Einfluss die Oberflächenrauhigkeit auf die ellipsometrische Bestimmung des Brechungsindex hat, ist in [63] beschrieben.

Die Bestimmung der Müller – Matrix mit dem DOAP wird in [66] und [67] ausführlich behandelt.

Anhang

Least – Sqares – Fits der Messergebnisse

1. Niob

$\epsilon_{\perp, 684,5 \text{ nm}} = 0,52$	$T_{rad} < 2400 \ K$
$\epsilon_{\perp, 684,5 \text{ nm}} = 0,345$	2450 K $<$ T _{rad} $<$ 3700 K
H (kJ.kg ⁻¹) = $-291,75 + 0,4386 \times T$	1500 K < T < 2720 K
H (kJ.kg ⁻¹) = $-271,93 + 0,5369 \times T$	2760 K < T < 3200 K
$\rho_0 (\mu \Omega.m) = 0,20 + 2,71.10^{-4} \times T$	1500 K < T < 2720 K
$\rho_0 (\mu \Omega.m) = 0.98 + 4.50.10^{-6} \times T$	2760 K < T < 3200 K
λ (W.K.m ⁻¹) = 49,2 + 6,73.10 ⁻³ × T	1500 K < T < 2720 K
λ (W.K.m ⁻¹) = 19,3 + 1,51.10 ⁻² × T	2760 K < T < 3200 K
a $(10^{-2} \text{ cm}^2.\text{s}^{-1}) = 11,7 + 2,13.10^{-3} \times \text{T}$	1500 K < T < 2720 K
a $(10^{-2} \text{ cm}^2.\text{s}^{-1}) = 0,3 + 5,57.10^{-3} \times \text{T}$	2760 K < T < 3200 K

 Tab.
 A-1: Werte der thermophysikalischen Größen von Niob am Schmelzübergang

 ϵ : normaler spektraler Emissionskoeffizient, H: spezifische Wärmekapazität, ρ_0 : spezifischer elektrischer Widerstand ohne Korrektur der Volumenzunahme, λ Wärmeleitfähigkeit, a: Temperaturleitfähigkeit, T_s: Solidus – Temperatur, T₁: Liquidus – Temperatur

Größe	Ts	T ₁
ε	0,348	
$H (kJ.kg^{-1})$	940	1200
ρ (μΩ.m)	0,92	0,99
λ (W.K.m ⁻¹)	66,5	61,4
a $(10^{-2} \text{ cm}^2.\text{s}^{-1})$	17,4	15,5

2. Tantal

$\epsilon_{\perp, 684,5 \text{ nm}} = 0,47$	$T_{rad} < 2800 \ K$
$\epsilon_{\perp, 684,5 \text{ nm}} = 0,545 - 6,16.10^{-5} \times \text{T}$	2850 K $<$ T _{rad} $<$ 4300 K
H (kJ.kg ⁻¹) = $-281,7 + 0,2616 \times T$	2000 K < T < 3220 K
H (kJ.kg ⁻¹) = $30,64 + 0,2125 \times T$	3280 K < T < 6000 K
$\rho_0 (\mu \Omega.m) = 0.23 + 2.79.10^{-4} \times T$	2000 K < T < 3220 K
$\rho_0 (\mu \Omega.m) = 1,31 - 4,7.10^{-5} \times T + 3,70.10^{-9} \times T^2$	3280 K < T < 6000 K
λ (W.K.m ⁻¹) = 53,8 + 3,29.10 ⁻³ × T	2000 K < T < 3220 K
λ (W.K.m ⁻¹) = 16,5 + 1,36.10 ⁻² × T	3280 K < T < 6000 K
a $(10^{-2} \text{ cm}^2.\text{s}^{-1}) = 11,4 + 1,13.10^{-3} \times \text{T}$	2000 K < T < 3220 K
a $(10^{-2} \text{ cm}^2.\text{s}^{-1}) = -1,3 + 6,28.10^{-3} \times \text{T}$	3280 K < T < 6000 K

Tab. A-2: Werte der thermophysikalischen Größen vonTantal am Schmelzübergang

 ϵ : normaler spektraler Emissionskoeffizient, H: spezifische Wärmekapazität, ρ_0 : spezifischer elektrischer Widerstand ohne Korrektur der Volumenzunahme, λ Wärmeleitfähigkeit, a: Temperaturleitfähigkeit, T_s: Solidus – Temperatur, T₁: Liquidus – Temperatur

Größe	Ts	T ₁
ε	0,37	
$H (kJ.kg^{-1})$	565	697
ρ (μΩ.m)	1,13	1,19
λ (W.K.m ⁻¹)	64,4	60,8
a $(10^{-2} \text{ cm}^2.\text{s}^{-1})$	14,9	19,2

3. Nickel

$\epsilon_{\perp, 684,5 \text{ nm}} = 0,365$	T_{rad} < 1580 K
$\epsilon_{\perp, 684,5 \text{ nm}} = 0.33 + 2.45.10^{-5} \times \text{T}$	1610 K < T_{rad} < 2700 K
H (kJ.kg ⁻¹) = -174,7 + 0,7203 × T	1760 K < T < 2700 K
$\rho_0 (\mu \Omega.m) = 0.77 + 1.88.10^{-5} \times T$	1760 K < T < 2700 K
λ (W.K.m ⁻¹) = 16,8 + 1,78.10 ⁻² × T	1760 K < T < 2700 K
a $(10^{-2} \text{ cm}^2.\text{s}^{-1}) = 0,65 + 4,41.10^{-3} \times \text{T}$	1760 K < T < 2700 K

Tab. A-3: Werte der thermophysikalischen Größen von Nickel am Schmelzübergang

Größe	T ₁
ε	0,37
H (kJ.kg ⁻¹)	1088
ρ (μΩ.m)	0,79
λ (W.K.m ⁻¹)	48,3
a $(10^{-2} \text{ cm}^2.\text{s}^{-1})$	8,6

4. Wolfram

$\epsilon_{\perp, 684,5 \text{ nm}} = 0,48$	T_{rad} < 3150 K
$\epsilon_{\perp, 684,5 \text{ nm}} = 0,44 - 1,19.10^{-5} \times \text{T}$	2850 K $<$ T _{rad} $<$ 4400 K
H (kJ.kg ⁻¹) = -200,3 + 0,2229 × T	2000 K < T < 3650 K
H (kJ.kg ⁻¹) = 70,2 + 0,231 × T	3730 K < T < 6000 K
$\rho_0 (\mu \Omega.m) = -0.08 + 3.32.10^{-4} \times T$	2000 K < T < 3650 K
$\rho_0 (\mu \Omega.m) = 1,64 - 1,74.10^{-4} \times T + 1,278.10^{-8} \times T^2$	3730 K < T < 6000 K
λ (W.K.m ⁻¹) = 95,6 - 7,24.10 ⁻³ × T	2000 K < T < 3650 K
λ (W.K.m ⁻¹) = 2,5 + 1,73.10 ⁻² × T	3730 K < T < 6000 K
a $(10^{-2} \text{ cm}^2.\text{s}^{-1}) = 21, 1 - 7, 63.10^{-4} \times \text{T}$	2000 K < T < 3650 K
a $(10^{-2} \text{ cm}^2.\text{s}^{-1}) = -5,36 + 5,96.10^{-3} \times \text{T}$	3730 K < T < 6000 K

Tab. A-4: Werte der thermophysikalischen Größen vonWolfram am Schmelzübergang

ε: normaler spektraler Emissionskoeffizient, H: spezifische Wärmekapazität, ρ₀: spezifischer elektrischer Widerstand ohne Korrektur der Volumenzunahme, λ Wärmeleitfähigkeit, a: Temperaturleitfähigkeit, T_s: Solidus – Temperatur, T₁: Liquidus – Temperatur

Größe	Ts	T ₁
ε	0,40	
$H (kJ.kg^{-1})$	647	900
ρ (μΩ.m)	1,12	1,18
λ (W.K.m ⁻¹)	70,0	65,5
a $(10^{-2} \text{ cm}^2.\text{s}^{-1})$	18,6	16,8

Quellennachweis

- [1] Gallob R., 1979, Bestimmung thermophysikalischer Daten von flüssigem Nickel und Kupfer mit Hilfe der Drahtexplosionsmethode, Diplomarbeit, TU – Graz
- [2] Gallob R., 1982, Bestimmung thermophysikalischer Daten von flüssigem Niob bis in den Überhitzungsbereich, Dissertation, TU – Graz
- [3] Pottlacher G., 1987, Bestimmung thermophysikalischer Daten von Metallen bis in den Überhitzungsbereich der flüssigen Phase, Dissertation, TU - Graz
- [4] Kaschnitz E., 1992, Bestimmung thermophysikalischer Daten verschiedener Metalle bei ohmscher Pulsheizung im Mikrosekundenbereich, Dissertation, TU – Graz
- [5] Obendrauf W., 1991, Strahlungsmessung an stossaufgeheizten Drahtproben, Diplomarbeit, TU – Graz
- [6] Nussbaumer G., 1993, Weiterentwicklung der zeitaufgelösten Expansions- und Spannungsmessung bei Mikrosekunden – Pulsheizexperimenten, Bestimmung thermophysikalischer Daten von Kupfer und Gold, Diplomarbeit, TU – Graz
- [7] Maichen W., 1993, Die Verwendung optischer Meßmethoden zur Spannungsmessung bei Ohmschen Pulsheizexperimenten, Diplomarbeit, TU – Graz
- [8] Boboridis K., 1996, Bestimmung der kritischen Daten von Gold, Diplomarbeit, TU – Graz
- [9] Seifter A., 1996, Bestimmung thermophysikalischer Daten von Eisen Nickel Legierungen im flüssigen Zustand mittels ohmscher Pulsheizung, Diplomarbeit, TU - Graz
- [10] Hosaeus H., 2000, Bestimmung thermophysikalischer Daten von Inconel 718 im festen und flüssigen Zustand mittels statischer und dynamischer Methoden, Diplomarbeit, TU – Graz
- [11] Wilthan B., 2001, Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität von Metallen mittels eines Wärmestromdifferenz - Kalorimeters, Diplomarbeit, TU – Graz
- [12] Ruprechter J., 2000, Entwicklung und Kalibration eines Submikrosekunden Pyrometers, Diplomarbeit, TU – Graz
- [13] Sachsenhofer F., 2000, Data evaluation for pulse heating experiments combined with emissivity measurements using a division-of-amplitude photopolarimeter, Diplomarbeit, TU – Graz

- [14] DeWitt D. P., Nutter G. D., 1988, *Theory and Practice of Radiation Thermometry*, John Wiley & Sons, New York
- [15] Henning F., 1977, *Temperaturmessung*, Springer Verlag, Berlin
- [16] Preston Thomas H., 1990, The International Temperature Scale of 1990 (ITS-1990), Metrologia 27, 3 – 10
- [17] Boboridis K., 2001, Application of single-wavelengthradiation therrmometry and high-speed laser polarimetry to thermophysical property measurements on pulseheated materials, Dissertation, TU – Graz
- [18] Guthmann K., 1936, Meßerfahrungen mit einem neuen Farbpyrometer, Stahl und Eisen, 17, 481 – 489
- [19] Edwards G. J., and Levick A. P. 1999, *Recent Developments in Laser Absorption Radiation Thermometry at the NPL*, Tempmeko Proceedings © Nmi
- [20] Lohrengel J., Todtenhaupt R., 1996, Wärmeleitfähigkeit, Gesamtemissionsgrade und spektrale Emissionsgrade der Beschichtung Nextel-Velvet-Coating 811-21 (RAL 900 15 tiefschwarz matt), PTB-Mitteilungen, Berlin, 4, p. 259-265
- [21] Gouffee C. 1945, Rev. Opt., 24
- [22] Sparrow E. M., Albers I. U., Eckert E. R. G., 1962, Heat Transfer, 84 c, 73
- [23] Cezairliyan A., 1971, Design and Operational Characteristics of a High Speed (Millisecond) System for the Measurement of Thermophysical Properties at High Temperatures, Journal of Research of the NBS, Vol. 75c, No. 1
- [24] Righini F., Bussolino G. C., Spišiak J., 2000, Pulse calorimetry at high temperatures, Thermochemica Acta, 347, p. 93-102
- [25] Righini F., Bussolini G. C., Rosso A., 1997, A Pulse Technique for Measurement of the Normal Spectral Emissivity of Electrical Conductors, Proceedings of TEMPMEKO 96, ed. P. Marcino, Levrotto & Bella, Torino, pp. 489-492.
- [26] Righini F., Spišiak J., Bussolini G., 1999, Normal Spectral Emissivity of Niobium (at 900 nm) by a Pulse – Heating Reflectometric Technique, Int. Journal of Thermophysics, 20, No. 4
- [27] Ruffino G., 1975, Increasing precision in two-colour pyrometry, Temperature Measurement, 26, p 262 – 273
- [28] Neuer G:, Fiessler L., Groll M., and Schreiber E., *Critical analysis of the different* methods of multiwavelength pyrometry
- [29] Nordine P. C., 1986, The Accuracy of Multicolor Optical Pyrometry, High Temperature Science, 21, p 97 – 109

- [30] DeVos J. C., 1954, A New Determination of the Emissivity of Tungsten Ribbon, Physica XX, p. 690
- [31] Papoušek W., 1995, *Elektrodynamik*, Vorlesungsskriptum, TU Graz
- [32] Collet E., 1993, *Polarized Light*, Marcel Dekker, Inc., New York
- [33] Poincaré H., 1892, *Théorie Mathèmatique de la Lumière*, Vol. 2, Georges Carré, Paris
- [34] Born M., Wolf E., 1999, *Principles of Optics*, 7th Edition, Cambridge University Press
- [35] Azzam R. M. A., Bashara N. M., 1986, *Ellipsometry and Polarized Light*, North-Holland, New York
- [36] Azzam R. M. A., 1982, Division of amplitude photopolarimeter (DOAP) for the simultaneous measurement of all four Stokes parameters of light, Optica Acta, Vol. 29, p 685-689
- [37] Kliger D. S., Lewis J. W., Randall C. E., 1990, Polarized Light in Optics and Spectroscopy, Academic Press, New York
- [38] Brudzewski K., 1991, *Static Stokes ellipsometer: general analysis and optimisation*, Journal of Modern Optics, Vol. 38, p 889-896
- [39] Azzam R. M. A., 1985, Beam-splitters for the division-of-amplitude photopolarimeters, Optical Acta, Vol. 32, No. 11, p 1407-1412
- [40] Azzam R. M. A., Masetti E. Elminyawi M., El-Saba A. M., 1988, Construction, calibration and testing of a four-detector photopolarimeter, Rev. Sci. Instrum., 59, p 84-88
- [41] Azzam R. M. A., Lopez A. G., 1989, Accurate calibration of the four-detecotr photopolarimeter with imperfect polarizing elements, J. Opt. Soc. Am., A6, p 1513-1521
- [42] Krishnan S., 1992, Calibration, properties and application of the division-ofamplitude photopolarimeter at 632.8 and 1523 nm, J. Opt. Soc. Am., A9, p 1615-1622
- [43] Azzam R. M. A., 1990, Instrument matrix of the four-detector photopolarimeter: physical meaning of its rows and columns and constraints on its elements, J. Opt. Soc. Am., Vol. 7, p 87-91
- [44] Melles Griot, 2001, *The Practical Application of Light*, Katalog optischer Komponenten, (www.mellesgriot.com)
- [45] Goodfellow, 2001, *Catalogue*, (www.goodfellow.com)

- [46] A. Cezairliyan, and A. P. Miller, 1992, *Radiance Temperatures (in the Wavelength Range 522-906 nm) of Niobium at Its Melting Point by a Pulse Heating Technique*, Int. J. Thermophys., Vol. 13, 39
- [47] Palik E. D., 1990, Handbook of Optical Constants of Solids, Academic Press, Inc.
- [48] Basak D., Boettinger W. J., Josell D., Coriell S. R., McClure J. L., Krishnan S., and Cezairliyan A., 1999, Effect of Heating Rate and Grain size on the Melting Behavior of the Alloy Nb-47 mass% Ti in Pulse-Heating Experiments, Acta mater. Vol. 47, No. 11, p 3147-3158
- [49] Cezairliyan A., 1973, Radiance Temperature of Niobium at its Melting Point, Journal of Research of the NBS, Vol. 77A, No. 3, p 333-339
- [50] Gallob R., Jäger H., and Pottlacher G., 1985, Recent results on thermophysical data of liquid niobium and tantalum, High Temperature – High Pressure, Vol. 17, p 207-213
- [51] Cezairliyan A., McClure J., Coslovi L., Righini F., Rosso A., 1976, Radiance temperature of tantalum at its melting point, High Temperature – High Pressure, Vol. 8, p 103-111
- [52] Jäger H., Neff W., and Pottlacher G., 1992, *Improved Thermophysical Measurements on Solid and Liquid Tantalum*, Int. J. Thermophys., Vol. 13, No. 1, p 83-93
- [53] McClure J., 2000, A Summary of Results for the Radiance Temperatures at the Melting Point in the Wavelength Range 500 to 1500 nm on Metals Measured at the Subsecond Thermophysics Laboratory at NIST, private Mitteilung
- [54] Obendrauf W., Kaschnitz E., Pottlacher G., and Jäger H., 1993, Measurements of Thermophysical Properties of Nickel with a New High Sensitive Pyrometer, Int. J. Thermophys., Vol. 14, No. 3, p 417-426
- [55] Cezairliyan A. and Miller A. P., 1982, Radiance temperature (at 653 nm) of Tungsten at Its Melting Point, Int. J. Thermophys., Vol. 3, No. 1, p 89-99
- [56] Kaschnitz E., Pottlacher G., and Windholz L., 1990, High Press. Res., Vol. 4, p 458
- [57] Cezairliyan A. and McClure J., 1975, *Radiance Temperature (at 653 nm) of Iron at Its Melting Point*, Journal of Research of the NBS, Vol. 79A, No. 4, p 541-544
- [58] Cagran C., 2000, Thermal Conductivity and ThermalDiffusivity of Liquid Copper, Diplomarbeit, TU – Graz

- [59] Jäger H., 1970, *Die physikalischen Vorgänge bei elektrischen Drahtexplosionen*, Habilitationsschrift, Christian-Albrechts-Universität Kiel, BRD
- [60] Seydel U. Fucke W., und Wadle H., 1980, Die Bestimmung thermophysikalischer Daten flüssiger hochschmelzender Metalle mit schnellen Pulsaufheizexperimenten, Verlag Dr. Peter Mannhold, Düsseldorf
- [61] Weißmantel Ch., Hamann C., 1980, Grundlagen der Festkörperphysik, Springer Verlag, Berlin
- [62] Gollob P., 2000, *Elektronenmikroskopische Aufnahmen von Probenoberflächen*, private Mitteilung
- [63] Fenstermaker C. A., and McCrackin F. L., 1969, Errors arising from surface roughness in ellipsometric measurements of the refractive index of a surface, Surface Science, Vol. 16, p 85-96
- [64] Righini F., 2000, Verlauf des normalen spektralen Emissionskoeffizienten bei einer Wellenlänge von 900 nm, private Mitteilung
- [65] Hagen E., and Rubens H., 1903, Über die Beziehung des Reflexions- und Emissionsvermögens der Metalle zu ihrem elektrischen Leitvermögen ,Ann. d. Physik, Vol. 4, 11, p 873-901
- [66] Krishnan S., and Nordine P. C., 1994, Mueller-matrix ellipsometry using the division-of-amplitude photopolarimeter: a study of depolarization effects, Appl. Optics, Vol. 33, p 4184-4192
- [67] Krishnan S., 1995, Mueller-matrix ellipsometry on electroformed rough surfaces, J. of modern Optics, Vol. 42, p 1695-1706

Diese Arbeit wurde unter der Leitung von Herrn a. o. Univ.-Prof. Dr. Gernot Pottlacher durchgeführt, ihm sei nicht nur für die freundschaftliche und wissenschaftlich kompetente Hilfestellung gedankt, sondern auch für die Organisation von Drittmitteln, ohne denen die Anschaffung des Polarimeters nicht möglich gewesen wäre.

Zu Beginn dieser Arbeit wurde ich von Herrn em. Univ.-Prof. Dr. Helmut Jäger betreut, der mir jederzeit mit seiner großen Erfahrung auf dem Gebiet der Subsekunden Pulsheiztechnik zur Seite stand, dafür möchte ich mich herzlichst bedanken.

In der Zeit der Durchführung dieser Arbeit waren folgende Diplomanten im Labor für Subsekunden Thermophysik mit der Durchführung ihrer Diplomarbeit beschäftigt: Dipl.-Ing. Oliver Traun, Jürgen Ruprechter, Dipl.-Ing. Claus Cagran, Dipl.-Ing. Franz Sachsenhofer, Dipl.-Ing. Herwig Hosaeus und Boris Wilthan. Ihnen allen sei recht herzlich gedankt, nicht nur dafür, dass in dieses Labor Spaß und Kurzweile eingekehrt ist, sonder auch für die gemeinsame Erörterung und Lösung vieler kleiner und größerer experimenteller Schwierigkeiten.

Dipl.-Ing. Konstantinos Boboridis, der zeitgleich mit der Entstehung dieser Arbeit am National Institute of Standarts and Technology in Gathersburg, MD, USA ebenfalls Messungen mit einem ähnlichen Polarimeter durchgeführt hat, sei für die ständige und überaus kompetente Diskussionsbereitschaft im gesamten Verlauf dieser Arbeit gedankt.

Gedankt sei auch allen Mitarbeitern des Institutes, besonders Herrn Dipl.-Ing. Christian Neureiter von der Elektronikabteilung, den Herrn von der Institutswerkstätte und natürlich den beiden Damen vom Sekretariat, Sandra Breitenberger und Bettina Bedenik.

Herrn Dr. Peter Gollob vom Institut für Elektronenmikroskopie der Technischen Universität Graz, sei für die elektronenmikroskopische Aufnahme verschiedener Probenoberflächen recht herzlich gedankt.

Beim Fonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung möchte ich mich für die Bereitstellung der finanziellen Mittel, welche die Durchführung dieser Arbeit ermöglichten, nochmals herzlichst bedanken.