Verhalten des Emissionsgrades und thermophysikalische Daten von Legierungen bis in die flüssige Phase mit einer Unsicherheitsanalyse aller Messgrößen

DISSERTATION

Dipl.-Ing. Boris Wilthan

durchgeführt am

Institut für Experimentalphysik der Technischen Universität Graz Petersgasse 16, 8010 Graz



unter der Betreuung von Ao. Univ.-Prof. Dr. Gernot Pottlacher

Graz, am 28. September 2005

KURZFASSUNG

Mit einem schnellen ohmschen Pulsheizkreis werden metallische Proben in wenigen µs von Raumtemperatur bis weit in die flüssige Phase erhitzt. Dabei wird das Verhalten des normalen spektralen Emissionsgrades von Legierungen bei der Wellenlänge des Photopolarimeters von 684.5 nm in Abhängigkeit des Mischungsverhältnisses untersucht. Es werden Ergebnisse für folgende Systeme vorgestellt: Ag-Cu, Au-Ni, Cu-Ni, Ni-Ti, Fe-Ni, Mo-Re, W-Re, Ti-6Al-4V. Dabei zeigt sich, dass der Emissionsgrad der Legierungen in nicht vorhersehbarer Weise unter, zwischen oder über den Werten der Reinmetalle liegen kann.

Auch für die thermophysikalischen Daten *spezifischer elektrischer Widerstand*, *spezifische Enthalpie* und *spezifische Wärmekapazität* werden für alle Proben außer Fe-Ni bis in die flüssige Phase temperaturabhängige Resultate präsentiert.

Erstmals wird für alle Messgrößen des verwendeten Pulsheizkreises auch eine vollständige Unsicherheitsanalyse nach dem vom Internationalen Komitee für Maß und Gewicht empfohlenen Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen (GUM) durchgeführt.

ABSTRACT

A fast ohmic pulse-heating system is used to heat metallic samples from room temperature to the end of their liquid phase in a few microseconds. Experiments are conducted on several different alloy systems: Ag-Cu, Au-Ni, Cu-Ni, Ni-Ti, Fe-Ni, Mo-Re, W-Re, Ti-6Al-4V. Using a laser polarimeter at 684.5 nm and radiation pyrometers at 650 and 1570 nm, the dependence of the normal spectral emissivity of these systems on their elemental composition is studied as a function of temperature in the liquid phase. It is found that the emissivity of the alloys cannot be estimated a priori just on the basis of the emissivities of their constituent metals and the mixing ratio. Values that lie above, below, or in between the emissivities of the individual alloy constituents are observed, in a non-predictable fashion.

In addition to the emissivity measurements, in all cases except for the Fe-Ni system, the electrical resistivity, specific enthalpy, and specific heat capacity of the samples is measured up into the liquid phase, and reported as a function of temperature. For the first time, a detailed uncertainty analysis for all measurement quantities of the pulseheating system is carried out based on the ISO Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM).

Inhaltsverzeichnis

1	Einle	eitung		1
2	Puls	heizkreis	5	4
	2.1	Lade-/H	Entladekreis	4
	2.2	Datener	fassung	6
	2.3	Gemess	enen Größen	6
		2.3.1	Temperaturmessung	6
		2.3.2	Strommessung	10
		2.3.3	Spannungsmessung	11
		2.3.4	Längenmessung	13
		2.3.5	Durchmesserbestimmung	13
	2.4	Berechn	nete Größen	14
		2.4.1	Spezifische Enthalpie	14
		2.4.2	Spezifische Wärmekapazität	15
		2.4.3	Spezifischer elektrischer Widerstand	16
3	Divi	sion of A	Amplitude Photopolarimeter (DOAP)	17
	3.1	Polarisi	ertes Licht	17
	3.2	Der Sto	kes-Formalismus	19
	3.3	Müllern	natrix, Reflexion und Formalismus der Auswertung	21
	3.4	Aufbau		24
	3.5	Kalibra	tion und Messung	25
4	Cha	rakterisi	erung der Proben	27
	4.1	Probena	auswahl	27
	4.2	Zusamn	nensetzungen und Phasendiagramme	27
5	Mes	sungen		35
	5.1	Datena	uswertung	35
	5.2	Thermo	physikalische Daten	36
		5.2.1	Ag72Cu28	37
		5.2.2	Au82Ni18	38

		5.2.3	$Cu55Ni45 \dots 141$
		5.2.4	Ni55Ti45
		5.2.5	Ti-6Al-4V
		5.2.6	$Mo52Re47 \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots $
		5.2.7	W74Re26 \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots 50
		5.2.8	W95Re5 $\dots \dots \dots$
		5.2.9	W
	5.3	Normale	r spektraler Emissionsgrad bei $684.5\mathrm{nm}$
		5.3.1	Silber-Kupfer
		5.3.2	Gold-Nickel
		5.3.3	Kupfer-Nickel
		5.3.4	Nickel-Titan
		5.3.5	Eisen-Nickel
		5.3.6	Ti-6Al-4V
		5.3.7	Molybdän-Rhenium
		5.3.8	Wolfram-Rhenium
6	Unsie	cherheits	analyse nach GUM 69
7	Unsid	cherheits	analyse zum Pulsheizkreis 72
	7.1	Allgemei	ines
		7.1.1	Software
		7.1.2	Daten der Messkarten
		7.1.3	Unsicherheiten der Literaturwerte
	7.2	Unsicher	heitsbudget zur Temperaturmessung
		7.2.1	Einflussparameter
		7.2.2	Analyse zu den Messungen
	7.3	Unsicher	heitsbudget zur Strommessung
		7.3.1	Analyse zu den Messungen
	7.4	Unsicher	heitsbudget zur Spannungsmessung
		7.4.1	Kalibration der Spannungsteiler
		7.4.2	Spannungskorrektur
		7.4.3	Analyse zu den Messungen
	7.5	Unsicher	heitsbudget zur Längenmessung
	7.6	Unsicher	heitsbudget des Durchmessers
	7.7	Spezifisc	he Enthalpie
		7.7.1	Analyse zu den Messungen
	7.8	Spezifisc	her elektrischer Widerstand
		7.8.1	Analyse zu den Messungen

8	Unsid	cherheitsanalyse zum DOAP		169
	8.1	Daten der Messkarte PCI-416P2		169
	8.2	Unsicherheit der Gerätematrix		170
	8.3	Unsicherheit der Emissivität		172
9	Zusa	mmenfassung		177
	9.1	Zusammenfassung: Daten und Emissionsgrad		177
	9.2	Zusammenfassung der Unsicherheitsanalysen		178
10	Ausb	lick		179
\mathbf{A}	Zusa	mmenfassung der gemessenen Daten		Ι
	A.1	Zusammenfassung für Ag72Cu28		Ι
	A.2	Zusammenfassung für Au82Ni18		Ι
	A.3	Zusammenfassung für Cu55Ni45		II
	A.4	Zusammenfassung für Ni55Ti45		III
	A.5	Zusammenfassung für Fe-Ni		IV
	A.6	Zusammenfassung für Ti-6Al-4V		IV
	A.7	Zusammenfassung für Mo52Re47		IV
	A.8	Zusammenfassung für W74Re26		V
	A.9	Zusammenfassung für W95Re5		VI
	A.10	Zusammenfassung für Wolfram		VII
в	Date	nblätter und Kalibrationsscheine	Ţ	VIII
A	obildu	ngsverzeichnis	XZ	XIII
Ta	beller	verzeichnis	X	XIV
\mathbf{Li}	teratu	rverzeichnis	Х	XV

1 Einleitung

An¹ der Technischen Universität Graz werden seit 1979 am Institut für Experimentalphysik Untersuchungen an pulsgeheizten Metallen durchgeführt. Die Messungen konzentrierten sich zu Beginn auf die Bestimmung von thermophysikalischen Daten unterschiedlicher Reinmetalle. Darunter versteht man neben dem elektrischen Widerstand auch die spezifische Enthalpie und die spezifische Wärmekapazität. Alle Messungen beginnen bei Raumtemperatur und führen bis weit in die flüssige Phase.

So hohe Temperaturen werden erreicht, indem sich eine Kondensatorbank in einer Zeitspanne von 20 bis $60\,\mu\text{s}$ über den Probendraht entlädt, und abhängig vom ohmschen Widerstand fließt ein Strom von bis zu $10\,\text{kA}$, der die Probe erhitzt.

Die Angabe der Daten erfolgt meist in Abhängigkeit von der Temperatur. Bei so kurzen Zeitspannen kann diese Messung nur noch berührungslos erfolgen. Im Labor stehen dazu mehrere Pyrometer bei unterschiedlichen Wellenlängen zur Verfügung. Um nicht nur Aussagen über die Strahlungstemperatur machen zu können, muss auch der Emissionsgrad des Strahlers bekannt sein. Auch das Wissen über dessen Verlauf in der flüssigen Phase beeinflusst die Genauigkeit gemessener Daten.

Im Jahr 2000 konnte mit finanzieller Unterstützung des FWF ein Photopolarimeter angekauft werden, mit dem diese Untersuchungen nun an pulsgeheizten Metallen durchgeführt werden können. Inzwischen sind auch die Emissionsgrade vieler Reinmetalle gemessen und das legt nahe, die Methode auch auf Legierungen anzuwenden.

Es ist derzeit noch keine Theorie bekannt, mit der das Verhalten des Emissionsgrades bei Legierungen aus den Werten der Reinmetalle zuverlässig abgeleitet werden kann. Auch sind zu diesem Themenkreis nur sehr wenige Publikationen und Messwerte verfügbar.

In dieser Arbeit werden die Ergebnisse von Untersuchungen an 18 verschiedenen Probenmaterialien vorgestellt. Es handelt sich dabei hauptsächlich um binäre Legierungen. Für neun Metalle werden die thermophysikalischen Daten *unkorrigierter*

 $^{^1{\}rm Ich}$ habe in diesem Dokument zur besseren Lesbarkeit auf geschlechtsneutrale Formulierungen verzichtet und bitte dafür um Verständnis.

spezifischer elektrischer Widerstand, spezifische Enthalpie und spezifische Wärmekapazität vorgestellt. Die Abhängigkeit des normalen spektralen Emissionsgrades vom Mischungsverhältnis wird bei einer Wellenlänge von 684.5 nm für die flüssige Phase der untersuchten Legierungen präsentiert. In der bekannten Literatur sind sehr wenige Angaben zu finden.

Die Ergebnisse von wissenschaftlichen Untersuchungen sind dabei immer Werte inklusive der Angabe von beigeordenten Messunsicherheiten. Erst durch dieses Unsicherheitsintervall werden die Daten von unterschiedlichen Institutionen und Messverfahren vergleichbar. Diese Tatsache wurde 1977 auch vom Internationalen Komitee für Maß und Gewicht erkannt und aus Mangel an einer internationalen Übereinkunft über die Angabe der Unsicherheit im Messwesen wurde eine Empfehlung erarbeitet. Das Ergebnis dieser Bemühungen war ein empfohlener gemeinsamer Standard, der *Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen* mit der Abkürzung GUM (Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement).

Für alle mit dem Pulsheizkreis gemessenen Werte sind im Laufe der Jahre ebenfalls unterschiedliche Abschätzungen für die Unsicherheit gemacht worden. Dabei ist nicht immer ausreichend dokumentiert, auf welcher Basis diese Angaben gemacht wurden.

Ein wesentliches Ziel dieser Arbeit ist es, erstmals eine Analyse durchzuführen, die gemäß dem empfohlenen Standard alle Unsicherheitsangaben auf die Kenntnisse über die eingesetzten Messgeräte und Verfahren zurückführt. Mit dieser transparenten Vorgehensweise steigt auch das Vertrauen in die ermittelten Daten, da die angegebenen Unsicherheiten nicht mehr in einem Black-Box-Verfahren, sondern nachvollziehbar berechnet werden.

Die Abbildung auf der folgenden Seite zeigt den Inhalt der Arbeit noch einmal graphisch zusammengefasst. Die einzelnen Bereiche entsprechen dabei im weitesten Sinne den Punkten des Inhaltsverzeichnisses.



Abbildung 1.1: Übersicht der Inhalte dieser Arbeit als Mindmap.

2 Pulsheizkreis

Der verwendete Pulsheizkreis ermöglicht das Erhitzen eines Materials mit ohmschem Widerstand durch einen hohen elektrischen Strom in kurzer Zeit. Simultan werden dabei die Probentemperatur, der Strom durch die Probe und der Spannungsabfall zwischen zwei Messpunkten bestimmt. Im flüssigen Zustand wird auch der Emissionsgrad zeitaufgelöst detektiert. Da es für die Justierung von Vorteil ist, wird in einem Einzelexperiment entweder der Spannungsabfall oder die Emissivität gemessen.

Der Aufbau unserer Apparatur befindet sich auf einem 15 cm dicken Betontisch (ca. $3.0 \text{ m} \times 1.2 \text{ m}$), auf dem eine eloxierte Aluminiumplatte mit Montagebohrungen aufgeschraubt ist. Das ermöglicht eine präzise Positionierung und Fixierung des Messsystems. Dieses besteht, wie in den weiteren Abschnitten detaillierter besprochen, aus einem elektrischen Lade-/Entladekreis und mehreren Messsystemen. Dazu zählen 4 Pyrometer mit Filtern unterschiedlicher Wellenlänge zur Temperaturbestimmung, eine Strommesssonde, eine Spannungsmessung und ein Division of Amplitude Photopolarimeter (DOAP) zur Bestimmung des normalen spektralen Emissionsgrades des Drahtes. Alle Messungen erfolgen zeitaufgelöst mit einer Schrittweite von 0.1 µs mit computergestützter Messwerterfassung.

2.1 Lade-/Entladekreis

Zu Beginn eines Experiments wird die Kondensatorbank mit einer Gesamtkapazität von 500 µF über einen Hochspannungstransformator geladen. Die erforderliche Ladespannung variiert dabei von mindestens 3 kV bis zu maximal 10 kV und ist abhängig vom Widerstand, der Dicke und der Länge des Probendrahtes. Die minimale Ladespannung resultiert aus der notwendigen Zündspannung für die verwendeten Schalter, die Ignitrons¹ (Type BK508 der Firma EEV, England). Diese können bis zu 100 kA in

¹Ignitron ist die Bezeichnung für einen über eine Zündelektrode steuerbaren Quecksilberdampfgleichrichter mit Quecksilberteichelektrode. Bei Gleichstrom aus den Kondensatoren beschränkt sich die Funktion auf die eines Schalters für hohe Spannungen und Ströme.



Abbildung 2.1: Schemazeichnung des experimentellen Aufbaus.

S ... Schalter; R_{crow} ... Kurzschlusswiderstand; $IG_{1,2}$... Start- und Lösch-Ignitron; R_V ... Vorschaltwiderstand; R_L , L_L ... ohmscher und induktiver Leitungswiderstand; PP ... Strommesssonde (Peason-Probe); HG ... Hochspannungsgenerator; C ... Kondensatorbank; PSD, PSG ... Detektor und Generator für polarisierte Zustände; PY ... Pyrometer; LWL ... opt. Faser; IF ... Interferenzfilter; L ... Linse; R_{1-4} ... Widerstände der Spannungsteiler; $SS_{1,2}$... Spannungsschneiden; R_P , L_P ... ohmscher und induktiver Probenwiderstand; PG ... Pulsgenerator; A ... Verstärker; D ... Detektor (Photodiode); I, U, J ... gemessene Signale (Strom, Spannung, Temperatur)

 $500 \,\mathrm{ns}$ schalten und haben eine Durchbruchspannung von mehr als als $50 \,\mathrm{kV}$. Der Pulsgenerator wird manuell gestartet und ein Triggerimpuls startet die Messda-

tenerfassung. Nach einem Zeitversatz von 200 µs wird ein Krytron (Type KN-6, Fa. EG&G, Salem, MA, USA) angesteuert. Dieser Schalter basiert auf einer mit Nickel-63 vorionisierten Entladungsstrecke und ermöglicht das Schalten des Ignitrons 1 über einen zur galvanischen Trennung verwendeten Triggertransformator mit hoher Reproduzierbarkeit. Der Strom steigt in wenigen µs bis auf seinen Maximalwert an. Nach einer voreingestellten Zeitspanne von typischerweise 20-50 µs beendet ein weiterer Triggerimpuls für das Ignitron 2 das Experiment und die Restenergie wird in einem Lastwiderstand umgesetzt.

2.2 Datenerfassung

Bei der Messung steigt der Strom in wenigen Mikrosekunden auf mehrere tausend Ampere an (z. B. 5000 A bei Eisen, 10000 A bei Ti-6Al-4V), und um dabei induzierte Spannungen in den Messleitungen zu verhindern, werden geschirmte Kabel verwendet. Die Koaxialkabel liegen zusätzlich in Kupferrohren, die als Ausstülpung der geschirmten Messkabine zu verstehen sind. In der Kabine befinden sich die Computer zur Datenerfassung und die Elektronik des DOAP. Die Leitungen der beiden Spannungsschneiden, der Stromsonde und wahlweise von einem der Pyrometer sind mit zwei PC-Messkarten vom Typ T1012 der Firma IMTEC² verbunden. Die Spezifikationen dieser Karten sind dem Datenblatt im Anhang B zu entnehmen.

Das zugehörige Softwarepaket INSIGHT ermöglicht die Steuerung über eine grafische Benutzeroberfläche und legt die Messdaten in Form von ASCII-Dateien zur weiteren Auswertung ab.

Die Intensitätssignale des DOAP werden, um ebenfalls elektrisch entkoppelt zu sein, mit ca. 11 m langen Lichtwellenleitern zu den im Faradayraum befindlichen Photodioden geführt. Das demodulierte und verstärkte Signal wird von einer Messkarte (CIO-DAS 1602/16) aufgezeichnet.

2.3 Gemessenen Größen

2.3.1 Temperaturmessung

Eine ausführliche Beschreibung, sowohl theoretisch als auch praktisch, zum Thema *Pyrometrie* ist nachzulesen bei DeWitt [DN88]. Dieser Abschnitt beschränkt sich auf die notwendigen Zusammenhänge, die zum Verständnis des Messverfahrens notwendig sind. Auf die bei der Unsicherheitsanalyse verwendeten Parameter und Einflussfaktoren wird besonderes Augenmerk gelegt.

Für die Temperaturmessung stehen 4 Pyrometer mit unterschiedlichem Interferenzfilter zur Verfügung. Die Einsatztemperatur hängt neben der durch den Filter bestimmten Wellenlänge und der Empfindlichkeit der Photodiode auch vom Emissionsgrad der Probe ab und ist daher in Tabelle 2.1 nur als Richtwert zu verstehen. Für höhere Temperaturen kann ein Neutraldichtefilter in den Strahlengang eingebracht

 $^{^{2}}$ Intelligente Messtechnik

werden, welcher die auf den Detektor auftreffende Intensität verringert und die Einsatztemperatur zu größeren Werten verschiebt.

Tabelle 2.1:	Wellenlänge	der 4 verf	ügbaren l	Pyrometer	und	deren	Einsatztemperatur.
--------------	-------------	------------	-----------	-----------	-----	------------------------	--------------------

λ	 Zentral	wellen	länge	des	Interf	erenzfi	lters

 $\Delta \lambda$... Halbwertsbreite des Filters

Bezeichnung	λ	$\Delta\lambda$	Einsatztemperatur
	nm	nm	К
650	649.7	37.2	2100 < T < 5500
900	902.0	18.2	2000 <t< 5000<="" td=""></t<>
1500	1569.5	83.6	1100 <t< 2500<="" td=""></t<>
2100	2106.7	94.0	800 <t< 2000<="" td=""></t<>

Die Probentemperatur wird über die Messung der spektralen Strahldichte³ von der Oberfläche des Drahtes bestimmt. Dazu wird das Konzept des schwarzen Strahlers eingeführt. Die spektrale Strahldichte L_{λ} wird dabei mit dem spektralen Emissionsgrad $\epsilon(\lambda)$ zur spektralen Strahldichte des schwarzen Strahlers $L_{\lambda,s}$ in Beziehung gesetzt.

$$L_{\lambda}(\lambda, T) = \epsilon(\lambda, T) \cdot L_{\lambda,s}(\lambda, T)$$
(2.1)

 λ ... Wellenlänge T ... absolute Temperatur

Der Emissionsgrad ist hier eine Funktion der Wellenlänge und der Temperatur.

Das Planck'sche Gesetz beschreibt die Verteilung der spektralen Strahldichte eines schwarzen Strahlers, wie in Gleichung 2.2 angegeben,

$$L_{\lambda,s}(\lambda,T) = \frac{c_1}{\pi \cdot \lambda^5} \cdot \frac{1}{\exp\left(\frac{c_2}{\lambda \cdot T} - 1\right)}$$
(2.2)

mit den beiden Strahlungskonstanten $c_1 = 2 \cdot \pi \cdot h \cdot c^2 = 3.741832 \times 10^{-16} \,\mathrm{W \cdot m^2}$ und $c_2 = \frac{h \cdot c}{k_B} = 1.43879 \times 10^{-2} \,\mathrm{m \cdot K}$ (*h*... Planck'sches Wirkungsquantum, *c*... Lichtgeschwindigkeit, k_B ... Boltzmann-Konstante; Werte aus [Ber04]).

Die beim Experiment emittierte Strahlung wird über ein Linsensystem mit einer Abbildung im Verhältnis von 1:1 auf einen Spalt projiziert. Ein Lichtleiter, der das System elektrisch entkoppelt, dient als Übermittler zur Photodiode, die ein Spannungssignal $U_D(T)$ liefert; dieses ist proportional zur auftreffenden Strahldichte - siehe Gleichung

³Die Strahldichte *L* ist der Strahlungsfluss pro durchstrahlter Fläche d*A* und pro Raumwinkel d Ω in einer gegebenen Richtung (Einheitenzeichen: W·m⁻²·sr⁻¹).

(2.3). Im Strahlengang befindet sich weiters ein Filter zur Selektion der gewünschten Wellenlänge, genauer, eines schmalen Wellenlängenbereiches. Die aus diesem nicht unendlich schmal realisierbaren Interferenzfilter resultierenden Unsicherheiten werden genauer in Kapitel 7.2 (Seite 76) behandelt.

$$U_D(T) = G \cdot \int_{\lambda=0}^{\infty} L_\lambda(\lambda, T) \cdot T_F \cdot T_M \cdot S(\lambda) \cdot d\lambda$$
(2.3)

- G ... Geometriefaktor
- T_F ... Transmission des Interferenzfilters
- T_M ... Transmission des übrigen Messaufbaus mit Linsen, Lichtleiter, Fenster
- $S(\lambda)$... spektrale Empfindlichkeit der Photodiode

Durch die Auswahl eines sehr engen Wellenlängenbereiches, mit hier angenommenem idealem rechteckigem Querschnitt, kann Gleichung (2.3) vereinfacht werden zu:

$$U_D(T) = G \cdot L_\lambda(\lambda_F, T) \cdot T_F \cdot T_M \cdot S(\lambda_F) \cdot \Delta\lambda$$
(2.4)

λ_F ... mittlere Wellenlänge des Interferenzfilters

Fasst man alle Größen, die sich während der Temperaturbestimmung nicht verändern, zu einer Konstanten zusammen, erhält man nach Einsetzen von (2.4) und (2.1) in Gleichung (2.2) die Strahlungstemperatur als Funktion der zur Messung verwendeten Wellenlänge, des Emissionsgrades des betrachteten Körpers, des resultierenden Spannungssignals und einer für das Pyrometer typischen Konstanten K. Dabei ist festzuhalten, dass K bei genauer Betrachtung mit der Temperatur variiert.

$$T(\lambda) = \frac{c_2}{\lambda \cdot \ln\left(\frac{K}{U_D} + 1\right)}$$
(2.5)

K ... Pyrometerkonstante

Die Temperaturmessung teilt sich damit in zwei Schritte:

- 1. Bestimmung der Kalibrationskonstanten
- 2. Berechnung der Temperatur aus dem Pyrometersignal

Bestimmung der Kalibrationskonstanten

Bei der Kalibration unterscheiden wir wieder zwischen zwei möglichen Vorgehensweisen:

• Direkte Kalibration - Kalibration am schwarzen Körper

Die Konstante K_{dir} wird an einem schwarzen Körper bei mehreren Temperaturen T_{Kal} ermittelt. Der Emissionsgrad wird dabei mit eins angenommen. Unser schwarzer Körper wurde von der Firma Raytek (Modell Nr: RAYBB6000A21A) zugekauft und erlaubt eine Höchsttemperatur von 1500°C, ohne die Kalibration⁴ zu verlieren. Dabei müssen alle Elemente, die sich bei der Messung im Strahlengang befinden, auch in der Kalibration eingebracht werden. Das betrifft nicht nur das Fensterglas der Probenkammer, sondern auch eventuell notwendige Neutraldichtefilter. Damit erhält man eine Kurve $K_{dir}(T_{Kal})$, die einen planckförmigen Verlauf zeigt. Ein Vergleich mehrerer Fitfunktionen für diese Kurven ist nachzulesen bei [SK97]. Das Spannungssignal des Pyrometers $U_{T_{Kal}}$ wird bei der eingestellten Kalibrationstemperatur abgelesen und für die Berechnung in Gleichung 2.6 eingesetzt.

$$K_{dir}(T_{Kal}) = U_{T_{Kal}} \cdot \left(\exp\left(\frac{c_2}{\lambda \cdot T_{Kal}}\right) - 1 \right)$$
(2.6)

Bei der Kalibration des 650-nm-Pyrometers beträgt das detektierte Spannungssignal bei 1500 K, der höchstmöglichen Temperatur des schwarzen Körpers, weniger als 4% des kleinsten wählbaren Messbereiches der Messkarte. Die daraus resultierende Unsicherheit für den Kalibrationsfaktor an diesem Messpunkt beträgt 13%. Aus diesem Grund wurde von der direkten Kalibration abgesehen und einheitlich der Schmelzpunkt für die nachfolgend beschriebene indirekte Kalibration verwendet.

• Indirekte Kalibration - Kalibration am Schmelzplateau des untersuchten Metalls Diese Kalibration erfolgt zusammen mit dem Messvorgang; dabei wird jetzt das Spannungssignal am Schmelzplateau U_{T_m} bei der bekannten Schmelztemperatur in (2.7) eingesetzt. Da aber bei dieser Vorgehensweise von einer wahren Temperatur und nicht von einer Strahlungstemperatur ausgegangen wird, ist der Emissionsgrad am Schmelzpunkt ϵ_{T_m} schon implizit in der ermittelten Konstanten K_{ind} enthalten. Dies ist aber nur zu beachten, wenn die aus den beiden unterschiedlichen Verfahren erhaltenen Werte verglichen werden sollen ($K_{ind} = \epsilon(T_m) \cdot K_{dir}$).

$$K_{ind}(T_m) = U_{T_m} \cdot \left(\exp\left(\frac{c_2}{\lambda \cdot T_m}\right) - 1 \right)$$
(2.7)

⁴Der Kalibrationsschein ist im Anhang nachzulesen.

Berechnung der Temperatur nach der Messung

In beiden Fällen kann mit der zuvor erhaltenen Konstante die Temperatur der untersuchten Probe ermittelt werden. Im Falle der direkten Kalibration erhält man zuerst die Strahlungstemperatur, zusammen mit dem Emissionsgrad des Materials die wahre Temperatur.

Bei der indirekten Kalibration führt die Rechnung direkt zur wahren Temperatur. Dabei geht man aber von der Annahme aus, dass sich der Emissionsgrad, den der Draht bei der Schmelztemperatur hat, über den gesamten Auswertebereich nicht ändert. Trifft dies nicht zu, ist eine entsprechende Korrektur mit dem tatsächlichen Verlauf des Emissionsgrades anzubringen.

• Wahre Temperatur nach direkter Kalibration am Schwarzkörper:

$$T = \frac{c_2}{\lambda \cdot \ln\left(\epsilon \cdot \frac{K_{dir}}{U_T} + 1\right)} \tag{2.8}$$

• Wahre Temperatur nach indirekter Kalibration am Schmelzplateau:

$$T = \frac{c_2}{\lambda \cdot \ln\left(\frac{K_{ind}}{U_T} + 1\right)} \tag{2.9}$$

Aus Gleichung (2.10) kann bei Bedarf jederzeit die Strahlungstemperatur T_{rad} bei einer gegebenen Wellenlänge λ aus der wahren Temperatur T_{wahr} , oder auch umgekehrt, ausgedrückt und berechnet werden.

$$\epsilon \cdot \left(\exp\left(\frac{c_2}{\lambda \cdot T_{rad}}\right) - 1\right) = \exp\left(\frac{c_2}{\lambda \cdot T_{wahr}}\right) - 1$$
 (2.10)

2.3.2 Strommessung

Die Strommessung erfolgt über eine Stromsonde der Firma *Pearson Electronics Inc.* ⁵, die als Ausgangssignal eine zum Strom proportionale Spannung liefert. Ein ohmscher Spannungsteiler mit einem nominellen Teilungsverhältnis von 1:60 und ein 50- Ω -

⁵Die Messung erfolgt mit einer Spule nach dem Induktionsprinzip, ein RC-Integrationsglied ist dabei bereits eingebaut (Datenblatt siehe Anhang).

Abschlusswiderstand, der eine weitere Teilung um den Faktor zwei verursacht, ermöglichen die Detektion an einer Messkarte mit einer maximalen Eingangsspannung von 5 V. Die Daten des im Anhang beigelegten Kalibrierscheins wurden unter Miteinbeziehung aller Teiler und Verbindungsleitungen ermittelt.

2.3.3 Spannungsmessung

Bei der Spannungsmessung wird an zwei Stellen des Messobjektes eine Spannungsschneide aufgesetzt. Der jeweilige Potentialunterschied U_h und U_c zu einem gemeinsamen Nullpotential (Erdung) ist die Messgröße. Um das Eingangssignal an den Spannungsbereich der Messkarte anzupassen, werden zwei unterschiedliche ohmsche Spannungsteiler verwendet. Dabei ist zu beachten, dass der verwendete 50- Ω -Abschlusswiderstand wieder eine Teilung um den Faktor zwei verursacht.

Die Kalibrationsfaktoren werden dadurch bestimmt, dass bei unterschiedlichen vorgegebenen Eingangsspannungen die resultierende Teilspannung mit der Messkarte gemessen wird. Um eine Erwärmung der Widerstände und damit eine Verfälschung des Ergebnisses zu verhindern, wurden Eingangsspannungen von <2 V verwendet.

Der Spannungsabfall an der Probe wird durch Differenzbildung der beiden Signale errechnet und danach ist noch eine Korrektur anzubringen, die die Selbstinduktivität L_P der Probe berücksichtigt.

Wie schon in der Arbeit von Sachsenhofer [Sac00] gezeigt wird, ist von den drei Termen in Gleichung (2.11), die den Spannungsabfall am Draht verursachen, der letzte zu vernachlässigen.

$$U_P = I \cdot R_P + L_P \cdot \frac{\mathrm{d}I}{\mathrm{d}t} \left[+I \cdot \frac{\mathrm{d}L_P}{\mathrm{d}t} \right]$$
(2.11)

 U_P ... Spannungsabfall an der Probe R_P ... Widerstand der Probe t ... Zeit

Der erste Term beschreibt den Spannungsabfall durch den ohmschen Widerstand, der auch mit der in den Draht eingebrachten elektrischen Energie korreliert. Term zwei behandelt den Einfluss der Eigeninduktivität der Probe und kann noch einmal aufgespalten werden in:

$$L_P = L_1 + L_2 + L_3 \tag{2.12}$$

$$L_1 = \frac{\mu_0 \cdot \mu_{r,P} \cdot l}{8 \cdot \pi} \tag{2.13}$$

$$L_2 = \frac{\mu_0 \cdot l}{2 \cdot \pi} \cdot \ln \frac{d_2}{d_1} \tag{2.14}$$

$$L_3 = \frac{\mu_0 \cdot l}{2 \cdot \pi \left(d_3^2 - d_2^2\right)} \cdot \left(\frac{d_3^4}{d_3^2 - d_2^2} \cdot \ln \frac{d_3}{d_2} - \frac{3 \cdot d_3^2 - d_2^2}{4}\right)$$
(2.15)

 μ_0 ... Permeabilitätskonstante des Vakuums

 $\mu_{r,P}$... Permeabilitätskonstante des Probenmaterials

l ... Probenlänge zwischen den Spannungsschneiden

 $d_1 \ldots$ Durchmesser des Drahtes

$$d_2$$
 ... Innendurchmesser des Experimentiergefäßes

 d_3 ... Außendurchmesser des Experimentiergefäßes

Eine eingehende Analyse (siehe Seite 107) zeigt die Dominanz des Terms L_2 auch in Bezug auf den Beitrag zur Gesamtunsicherheit. Ausgehend von diesen Erkenntnissen werden die Terme L_1 und L_3 bei den weiteren Betrachtungen nicht mehr miteinbezogen.

Der berechnete Spannungsabfall kann also auf Grundlage von (2.11) korrigiert werden. Die Induktivität des Drahtes L_P erhält man zum Startzeitpunkt des Experiments t = 0aus Gleichung (2.16).

$$U_P(t=0) = L_P \cdot \left. \frac{\mathrm{d}I}{\mathrm{d}t} \right|_{t=0}$$
(2.16)

 U_P ... Spannungsabfall an der Probe R_P ... Widerstand der Probe

Mit dem nun bekannten L_P gilt für die korrigierte Spannung $U_{P,corr}$:

$$U_{P,corr} = U_P - L_P \cdot \frac{\mathrm{d}I}{\mathrm{d}t} = U_P - \frac{U_P(t=0)}{\frac{\mathrm{d}I}{\mathrm{d}t}\Big|_{t=0}} \cdot \frac{\mathrm{d}I}{\mathrm{d}t}$$
(2.17)

Diese Berechnungen und Auswertungen werden im Messbetrieb mit dem Programm HOTWIRE durchgeführt, das im Rahmen einer Diplomarbeit von Sachsenhofer [Sac00] geschrieben und ausführlich dokumentiert wurde.

2.3.4 Längenmessung

Für die Berechnung der spezifischen Enthalpie und des spezifischen elektrischen Widerstands ist die Kenntnis des Volumens des Drahtes notwendig. Dabei wird der aktiv an der Messung beteiligte Bereich, jener zwischen den Spannungsschneiden, berücksichtigt. Nach dem Einspannen des Drahtes in den Probenhalter wird der Abstand l zwischen den Schneiden mit einem Messkathetometer gemessen. Die Skalenteilung beträgt bei diesem Messgerät $\frac{2}{100}$ mm.

2.3.5 Durchmesserbestimmung

Der Durchmesser des Drahtes geht in die zu berechnende Fläche quadratisch ein und ist damit einer der sensibelsten Parameter. Um dabei die notwendige Genauigkeit zu erreichen, wurde die lange Zeit verwendete Mikrometerschraube mit einer Auflösung von 10 µm durch ein Lasermikrometer der Firma Keyence, siehe Abbildung 2.2, ersetzt. Der



Abbildung 2.2: Zur Durchmesserbestimmung verwendetes Lasermikrometer. Abbildung mit freundlicher Genehmigung der Fa. Keyence Corporation (www.keyence.de).

Feinstmesskopf des LS-7010 ermöglicht die Durchmesserbestimmung mit einer erweiterten Unsicherheit⁶ von bis zu $\pm 0.5 \,\mu\text{m}$.

⁶Datenblatt siehe Anhang B

2.4 Berechnete Größen

2.4.1 Spezifische Enthalpie

Die Enthalpie ist ein Maß für die Energie eines Systems. Sie wird in der Regel durch den Buchstaben H symbolisiert. Sie setzt sich additiv aus zwei Termen zusammen, der inneren Energie U und der Volumenarbeit.

$$H = U + p \cdot V \tag{2.18}$$

U ... innere Energie p ... Druck V ... Volumen

Differentiell ausgedrückt erhält man:

$$dH = dU + p \cdot dV + V \cdot dp \tag{2.19}$$

Da alle Experimente bei annähernd konstantem Druck ablaufen, gilt für ein abgeschlossenes System, das eine Drahtexplosion in unserer Zeitskala in guter Näherung darstellt, der erste Hauptsatz der Thermodynamik:

$$\mathrm{d}U = \partial Q + \partial W \tag{2.20}$$

$$Q$$
 ... Wärme W ... Arbeit

Zusammengefasst erhält man damit für die Enthalpie die Formel:

$$dH = \partial Q|_{p=const.} \tag{2.21}$$

Die Wärmezufuhr ist bei dem Experiment durch die Umsetzung der elektrischen Energie realisiert und kann über den fließenden Strom und den Spannungsabfall in der Probe berechnet werden. Bei einer Integration über die Zeit erhält man die gesuchte Größe inklusive einer Konstanten, die für Raumtemperatur und Normaldruck mit null definiert wird.

Die spezifische Enthalpie wird noch auf die Masse und Länge der Probe bezogen und damit erhält man:

$$H_s = \frac{1}{m} \cdot \int_0^t U_{P,corr} \cdot I \cdot \mathrm{d}t \tag{2.22}$$

 $H_s \quad \dots \quad \text{spezifische Enthalpie}$

m ... Probenmasse

 $U_{P,corr}$... korrigerter Spannungsabfall zwischen den Spannungsschneiden

 $I \ldots$ Strom

Die Eingangsgrößen zur Berechnung der Masse sind die Probendicke d, der gemessene Abstand der Spannungsschneiden l und Literaturwerte für die Dichte D bei Raumtemperatur (298 K).

$$m = D \cdot \frac{d^2 \cdot \pi}{4} \cdot l \tag{2.23}$$

2.4.2 Spezifische Wärmekapazität

Die Wärmekapazität C beschreibt das Vermögen eines Stoffes, Energie in Form von Wärme speichern zu können. Dabei betrachtet man jene Wärmemenge Q, die erforderlich ist, um eine Temperaturänderung von T Kelvin des Körpers zu erreichen.

$$C = \frac{\partial Q}{\partial T} \tag{2.24}$$

Dabei ist es nicht unerheblich, unter welchen äußeren Bedingungen dies geschieht. Bezieht man C auf die Masse des Körpers und geht, wie in unserem Fall realisiert, von konstantem Druck aus, schreibt man für die spezifische Wärmekapazität c_p . Dieser Energieänderung, geteilt durch die Temperaturänderung, entspricht aber genau die Steigung der Kurve der spezifischen Enthalpie. Die Daten $H_s(T)$ werden, getrennt für die feste und flüssige Phase, durch lineare Fits beschrieben und deren Steigung wird als c_p angegeben. Für die flüssige Phase ist dieses lineare Verhalten in Übereinstimmung mit der Theorie, aber in der festen Phase treten mitunter sehr starke Abweichungen auf. Diese Tatsache ist bekannt, jedoch zeigen die gemessenen Daten auch vor dem Schmelzen einen linearen Bereich in der Enthalpie, dem die Größe c_p zugeordnet wird.

2.4.3 Spezifischer elektrischer Widerstand

Der spezifische elektrische Widerstand ist eine Größe, die beschreibt, wie groß der fließende elektrische Strom I ist, wenn zwischen zwei Punkten eine elektrische Spannung $U_{P,corr}$ besteht. Dieser Zusammenhang wird durch das ohmsche Gesetz beschrieben.

$$R = \frac{U_{P,corr}}{I} \tag{2.25}$$

Der spezifische Widerstand bezieht wieder die Geometrie des Körpers mit ein; für einen Draht bedeutet das:

$$\rho_0 = R \cdot \frac{A}{l} = \frac{U_{P,corr}}{I} \cdot \frac{d_0 \cdot \pi}{4 \cdot l}$$
(2.26)

- $\rho_0 \ldots$ spezifische Widerstand
- A ... Drahtquerschnitt
- l ... Abstand zwischen den Spannungsschneiden
- d_0 ... Probendurchmesser bei Raumtemperatur (RT)

In dieser Form wird noch nicht berücksichtigt, dass sich der Draht beim Erhitzen nur radialsymmetrisch ausdehnt, wie experimentell durch Aufnahmen mit einer schnellen CCD-Kamera gezeigt werden kann. Die Masse des Drahtes bleibt konstant, und da sich das Volumen V vergrößert, ändert sich die Dichte mit zunehmender Temperatur. Die Volumenzunahme wird aus der Änderung des Drahtdurchmessers berechnet, die entweder aus separaten Messungen oder aus Literaturdaten gewonnen werden kann. Für den um die Dichteänderung korrigierten spezifischen elektrischen Widerstand $\rho_{0,corr}$ gilt somit:

$$\rho_{corr}(t) = \rho_0(RT) \cdot \frac{V(t)}{V_0} = \rho_0(RT) \cdot \frac{d(t)^2}{d_0}$$
(2.27)

Die Korrektur erfolgt auf der Zeitbasis, wenn die Durchmesseränderung im Experiment mitgemessen wird, oder auf der Basis der Temperatur bei entsprechenden Literaturwerten.

3 Division of Amplitude Photopolarimeter (DOAP)

Die Ellipsometrie als zerstörungsfreies optisches Meßverfahren beruht auf der Messung der Änderung des Polarisationszustandes einer an der Probe reflektierten elektromagnetischen Welle, vorrangig im sichtbaren Spektralbereich.

Für ein tieferes Verständnis der allgemeinen theoretischen Grundlagen zum Themengebiet Ellipsometrie sei auf die Arbeit von Azzam und Bashara [AB96] verwiesen. Die hier angeführten Auszüge erheben keinerlei Anspruch auf Vollständigkeit und sollen nur die für die Auswertung und Unsicherheitsanalyse notwendigen Gleichungen zusammenfassen. Für die in unserem Labor verwendete Apparatur sind Detailinformationen in der Dissertation von Seifter [Sei01] und der Diplomarbeit von Sachsenhofer [Sac00] nachzulesen.

3.1 Polarisiertes Licht

Elektromagnetische Wellen sind transversal, d. h., der elektrische und der magnetische Feldvektor stehen immer senkrecht zur Ausbreitungsrichtung. Licht, in dem das elektrische Feld immer nur in einer Richtung steht, heißt linear polarisiert. Die Polarisationsrichtung ist dabei durch den elektrischen Vektor¹ festgelegt, den man sich aus drei zueinander orthogonalen, unabhängigen, harmonischen Schwingungen entlang den drei Raumrichtungen zusammengesetzt vorstellen kann.

$$\mathbf{E} = E_x \cdot \mathbf{e}_x + E_y \cdot \mathbf{e}_y + E_z \cdot \mathbf{e}_z$$
$$E_i = E_{0,i} \cdot \cos(\omega \cdot t + \delta_i) \qquad i = x, y, z \qquad (3.1)$$

¹Vektoren und Matrizen werden fett geschrieben.

- \mathbf{E} ... elektrischer Feldvektor
- $\mathbf{e}_i \quad \dots \quad \text{Einheitsvektoren der drei Raumrichtungen x, y, z}$
- E_0 ... Anfangsamplitude
- δ ... Phasenwinkel
- ω ... Winkelgeschwindigkeit

Schwingt die elektrische Feldstärke aber so, dass die Spitze des Feldvektors auf einer Ellipse um die Ausbreitungsrichtung läuft, so spricht man von elliptisch polarisiertem Licht. Dabei kann eine elliptisch polarisierte Welle immer in zwei zueinander senkrecht schwingende, linear polarisierte Wellen mit einer Phasendifferenz von 0 bis $\frac{\pi}{2}$ zerlegt werden. Eine einfache formale Beschreibung des elliptischen Polarisationszustandes ist durch die in Abbildung 3.1 gezeigte Polarisationsellipse möglich.



Abbildung 3.1: Polarisationsellipse, zur formalen Beschreibung von elliptisch polarisiertem Licht. a,b... Länge der Halbachsen einer Ellipse; θ ... Azimuth; ϵ ... Elliptizitätswinkel

Der Winkel θ beschreibt die Neigung der Hauptachse der Ellipse zu einem fixen Bezugssystem. Aus den Werten für die große und kleine Halbachse folgt die Elliptizität e, deren Vorzeichen zwischen rechts (+) und links (-) gerichteter Polarisation entscheidet.

$$e = \pm \frac{b}{a} = \pm \tan \epsilon \tag{3.2}$$

Auch die Amplitude A, als Maß für die Größe der Ellipse, ist durch die Halbachsen festgelegt. Der zur vollständigen Beschreibung fehlende absolute Phasenwinkel δ steht in funktionalem Zusammenhang mit den elektrischen Feldvektoren normal zur Ausbreitungsrichtung.

$$A = \sqrt{a^2 + b^2} \tag{3.3}$$

$$\tan \delta = \frac{E_{0,y}}{E_{0,x}} \tag{3.4}$$

3.2 Der Stokes-Formalismus

Bei Pulsheizexperimenten ist die Zeitdauer eines Experiments zu kurz, um mit herkömmlichen, rotierenden Analysatoren die Polarisationsrichtung des von der Probe reflektierten Lichtes feststellen zu können. Mit mechanisch bewegten Teilen ist die notwendige kurze Messzeit nicht zu realisieren.

Eine alternative Beschreibung, mit gemessenen Intensitäten als Eingangsgrößen, ist dafür ein gangbarer Weg. Georg Stokes hat 1852 einen Formalismus entwickelt, der dies ermöglicht. Mit den vier sogenannten Stokes-Parametern S_0 bis S_3 kann neben vollkommen polarisiertem Licht auch unpolarisierte und teilweise polarisierte Strahlung mathematisch beschrieben werden.

$$\mathbf{S} = \begin{pmatrix} S_0 \\ S_1 \\ S_2 \\ S_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} I_{tot} \\ I_0 - I_{90} \\ I_{+45} - I_{-45} \\ I_{rcp} - I_{lcp} \end{pmatrix}$$
(3.5)

 I_{tot} ... Gesamtintensität

 $I_0 - I_{90}$... Differenz der Intensitäten der linear polarisierten Anteile bei 0° und 90° $I_{+45} - I_{-45}$... Differenz der Intensitäten der linear polarisierten Anteile bei $+45^{\circ}$ und -45° $I_{rcp} - I_{lcp}$... Differenz der Intensitäten der rechts und links zirkular polarisierten Anteile

Bei unpolarisiertem Licht ist keine Polarisationsrichtung bevorzugt und daher reduziert sich der Stokesvektor auf die einfache Form $\mathbf{S}_{un} = \{S_0, 0, 0, 0\}$. Wählt man die Parameter der in Abbildung 3.1 gezeigten Polarisationsellipse zur Beschreibung des Polarisationszustandes, erhält man für total polarisiertes Licht mit dem Stokesvektor \mathbf{S}_{tot} , wie in [AB96] auch hergeleitet ist, die Gleichung (3.6).

$$\mathbf{S}_{tot} = \begin{pmatrix} S_0 \\ S_0 \cdot \cos 2\theta \cdot \cos 2\epsilon \\ S_0 \cdot \sin 2\theta \cdot \cos 2\epsilon \\ S_0 \cdot \sin 2\epsilon \end{pmatrix}$$
(3.6)

Aus Gleichung (3.6) kann (3.7) nachgerechnet werden, wenn man bedenkt, dass S_0 die Gesamtintensität der Welle beschreibt ($S_0 = \langle A^2(t) \rangle$).

$$S_0^2 \ge S_1^2 + S_2^2 + S_3^2 \tag{3.7}$$

Dabei gilt das Gleichheitszeichen für den total polarisierten Fall und bei teilweise oder unpolarisierten Zuständen erfüllen die Stokesparameter die angegebene Ungleichung. Ein mathematischer Schluss legt nahe, dass der allgemeine Fall einer teilweise polarisierten Welle somit durch zwei Anteile zusammengesetzt werden kann, einen unpolarisierten und einen total polarisierten.

$$\mathbf{S} = \mathbf{S}_{un} + \mathbf{S}_{tot} \tag{3.8}$$

Sehr oft ist aber weniger die Gesamtintensität als vielmehr der Polarisationszustand von Interesse. Dann normiert man den Stokesvektor mit der ersten Komponente S_0 auf $S_0 = 1$ und erhält für total polarisiertes Licht aus (3.7) den Zusammenhang:

$$\sqrt{S_1^2 + S_2^2 + S_3^2} = 1 \tag{3.9}$$

Für die praktische Anwendung wird abschließend noch eine neue Größe definiert, der Polarisationsgrad *P*. Dieser nimmt Werte zwischen null für unpolarisierte und eins für total polarisierte Zustände an.

$$P = \frac{\sqrt{S_1^2 + S_2^2 + S_3^2}}{S_0} \tag{3.10}$$

3.3 Müllermatrix, Reflexion und Formalismus der Auswertung

Im allgemeinsten Fall muss das Verhalten von teilweise polarisiertem Licht einer quasimonochromaten Lichtquelle beim Durchlaufen eines optischen Systems, das den Polarisationsgrad verringert, beschrieben werden. Der auf der Müllermatrix basierende Formalismus baut auf der Eigenschaft der Stokesvektoren auf, polarisiertes Licht vollständig beschreiben zu können. Diese 4×4 -Matrix entspricht dabei einer Modellierung des durchlaufenen optischen Systems und der Zusammenhang mit den Stokesvektoren des ein- und ausfallenden Lichts ist eine einfache Multiplikation der Vektoren mit der Müllermatrix \mathbf{M} .

$$\mathbf{S}_{\mathbf{out}} = \mathbf{M} \cdot \mathbf{S}_{\mathbf{in}} \tag{3.11}$$

Nicht nur ein optisches System, auch Wechselwirkungen zwischen zwei Medien können mit Müllermatrizen behandelt werden. Für die Reflexion an der Grenzfläche zweier Medien ist die normierte Müllermatrix, ausgedrückt durch die ellipsometrischen Parameter Ψ und Δ in [KN94], durch Gleichung (3.12) gegeben.

$$\mathbf{M}_{\text{Reflexion}} = \begin{pmatrix} 1 & -\cos 2\Psi & 0 & 0 \\ -\cos 2\Psi & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \sin 2\Psi \cos \Delta & \sin 2\Psi \sin \Delta \\ 0 & 0 & -\sin 2\Psi \sin \Delta & \sin 2\Psi \cos \Delta \end{pmatrix}$$
(3.12)

Beim Experiment kann die Polarisationsrichtung des einfallenden Strahls frei gewählt werden. Mathematisch vorteilhaft ist die Wahl eines mit $+45^{\circ}$ linear polarisierten Lasers, der mit einem Stokesvektor $S_{lp+45^{\circ}}$ beschrieben werden kann.

$$S_{lp+45^{\circ}} = \begin{pmatrix} 1\\0\\1\\0 \end{pmatrix} \tag{3.13}$$

Berechnet man mit Gleichung (3.11) den Stokesvektor des reflektierten Strahls, können daraus die elliptischen Parameter Ψ und Δ durch die einzelnen Komponenten des reflektierten Stokesvektors beschrieben werden.

$$\begin{aligned} \mathbf{S}_{out} &= \mathbf{M}_{\mathbf{Reflexion}} \cdot \mathbf{S}_{in} \\ &= const. \cdot \begin{pmatrix} 1 & -\cos 2\Psi & 0 & 0 \\ -\cos 2\Psi & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \sin 2\Psi \cos \Delta & \sin 2\Psi \sin \Delta \\ 0 & 0 & -\sin 2\Psi \sin \Delta & \sin 2\Psi \cos \Delta \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 1 \\ 0 \end{pmatrix} \\ \begin{pmatrix} S_{0,out} \\ S_{1,out} \\ S_{2,out} \\ S_{2,out} \\ S_{3,out} \end{pmatrix} &= const. \cdot \begin{pmatrix} 1 \\ -\cos 2\Psi \\ \sin 2\Psi \cdot \cos \Delta \\ -\sin 2\Psi \cdot \sin \Delta \end{pmatrix} \end{aligned}$$
(3.14)

Der konstante Faktor, in dem die Werte von komplexen Fresnelkoeffizienten zusammengefasst sind, fällt durch die Quotientenbildung von jeweils 2 Stokesparametern aus der Gleichung. Damit erhält man für die elliptischen Parameter:

$$\tan \Delta = \frac{-S_{3,out}}{S_{2,out}} \tag{3.15}$$

$$\tan 2\Psi = \frac{\sqrt{S_{2,out}^2 + S_{3,out}^2}}{-S_{1,out}}$$
(3.16)

Auf dem Weg zu einer Arbeitsgleichung für die Messungen mit dem Ellipsometer fehlt noch die Betrachtung der Reflexion am Medium, dem Probendraht. Es werden die für die Auswertung notwendigen Resultate unter nachfolgendem Verweis auf eine ausführlichere mathematische Abhandlungen in Kapitel vier von [AB96] und eine Zusammenfassung in [Sac00] präsentiert.

Ausgehend von den Fresnel'schen Gleichungen für die Reflexion an einem Dielektrikum, muss das Modell bei der Betrachtung von Metallen dadurch erweitert werden, dass der Brechungsindex als komplexe Größe geschrieben wird. Daraus abgeleitete komplexe Reflexionskoeffizienten (r_p, r_s) definieren die schon bekannten ellipsometrischen Parameter Ψ und Δ , deren Wert aus den Messsignalen mit den Gleichungen (3.15) und (3.16) berechnet werden kann.

$$\hat{\rho} := \frac{r_p}{r_s} = \tan \Psi \cdot e^{i \cdot \Delta} \tag{3.17}$$

Die Verknüpfung der optischen Parameter mit den ellipsometrischen Parametern ist in der so genannten Grundgleichung der Ellipsometrie (3.18) zusammengefasst. Damit ist es möglich, den komplexen Brechungsindex η_2 des reflektierten Mediums zu berechnen. Das erste Medium ist dabei transparent und damit dessen Brechungsindex reell. Der Einfallswinkel Θ des Lichts muss aus dem experimentellen Aufbau ermittelt werden und ist hier als bekannt vorausgesetzt.

$$\eta_2 = n_2 - i \cdot k_2 = n_1 \cdot \tan \Theta \cdot \sqrt{1 - \frac{4 \cdot \hat{\rho} \cdot \sin^2 \Theta}{(1 + \hat{\rho})^2}}$$
(3.18)

Aus den Fresnel'schen Gleichung ist bei senkrechtem Einfall des Lichts auch ein einfacher Zusammenhang der optischen Konstanten mit dem reflektierten Anteil (R) des Lichts herzuleiten.

$$R_{\perp} = \frac{(n_2 - n_1)^2 + k_2^2}{(n_2 + n_1)^2 + k_2^2}$$
(3.19)

Aus Gründen der Energieerhaltung muss der reflektierte (R) und der absorbierte (A)Anteil eins ergeben. Der transmittierte Anteil ist dabei für undurchsichtige Medien nicht zu berücksichtigen.

Für den normalen Emissionsgrad ϵ_n erhält man damit den frequenzabhängigen Zusammenhang für die Auswertung:

$$\epsilon_{n,\lambda} = 1 - R_{\perp} = 1 - \frac{(n_2 - n_1)^2 + k_2^2}{(n_2 + n_1)^2 + k_2^2} = \frac{4 \cdot n_1 \cdot n_2}{(n_1 + n_2)^2 + k_2^2}$$
(3.20)

Da das für die weitere Unsicherheitsanalyse verwendete Softwarepaket keine komplexen Zahlen verarbeiten kann, wurde Gleichung (3.18) in Real- und Imaginärteil gespalten und in Gleichung (3.20) eingesetzt. Der in der Berechnung verwendete formale Zusammenhang hat als Eingangsgrößen nur mehr die ellipsometrischen Parameter, welche mit den Gleichungen (3.15) und (3.16) aus den gemessenen Intensitäten berechnet werden.

$$\epsilon_{n,\lambda} = 1 - \frac{1 - 2 \cdot n_2 + n_2^2 + k_2^2}{1 + 2 \cdot n_2 + n_2^2 + k_2^2}$$

$$n_2 = n_1 \cdot \sqrt{\frac{1}{2} \cdot (a + \sqrt{a^2 + b^2})}$$

$$k_2 = n_1^2 \cdot \frac{b}{2 \cdot n_2}$$

$$a = \frac{(\cos^2 2\Psi - \sin^2 \Psi \cdot \sin^2 \Delta) \cdot \sin^2 \Theta \tan^2 \Theta}{(1 + \cos \Delta \cdot \sin 2\Psi)^2} + \sin^2 \Theta$$

$$b = \frac{2 \cdot \sin 2\Psi \cdot \cos 2\Psi \cdot \sin \Delta \cdot \sin^2 \Theta \cdot \tan^2 \Theta}{(1 + \cos \Delta \cdot \sin 2\Psi)^2}$$
(3.21)

3.4 Aufbau



Abbildung 3.2: Skizze des Division of Amplitude Photopolarimeters. PSD ... Polarization State Detector; PSG ... Polarization State Generator; PK ... Probenkammer Die Abbildung ist übernommen aus [Sei01]

Der Messaufbau besteht aus 4 wesentlichen Elementen, die im Folgenden kurz erläutert werden.

• Lichtquelle - Laser

Als Lichtquelle wird sowohl für die Kalibration als auch für die Messung ein linear

polarisierter Diodenlaser mit einer nominellen Wellenlänge von 684.5 nm eingesetzt. Alle von der Wellenlänge abhängigen optischen Parameter wie auch der Emissionsgrad können damit nur für diese eine Wellenlänge bestimmt werden.

• PSG - Polarization State Generator

Für die Kalibration müssen definierte Polarisationszustände vorgegeben werden, um die Gerätematrix des Ellipsometers zu ermitteln. Die dazu notwendigen linearen Zustände erzeugt ein im Strahlengang des PSG eingebauter hochwertiger Linearpolarisator, der mit Schrittmotoren rotiert werden kann. Für die ebenfalls erforderlichen zirkularen Zustände wird zusätzlich ein $\frac{\lambda}{4}$ -Plättchen vor die Austrittsöffnung geschraubt. Auch dieser Retarder ist mit einem Schrittmotor drehbar ausgeführt.

Während der Messung verbleibt der PSG ohne weitere Aufgabe im Strahlengang, da nur so die ermittelte Gerätematrix nicht verändert wird.

• Probenkammer

In die Ein- und Austrittsöffnung des Gefäßes werden BK7-Fenster eingesetzt, die ob einer speziellen Temperaturbehandlung keine Spannungen aufweisen. Damit wird gewährleistet, dass der Polarisationszustand des einfallenden und reflektierten Laserlichts nicht verändert wird. Nach jedem Experiment sind diese Scheiben zu tauschen.

• PSD - Polarization State Detector

Nach einer Eintrittsblende und einem Interferenzfilter wird das von der Probe reflektierte Licht über einen Strahlteiler auf zwei Glan-Thompson-Prismen geleitet. Die vier austretenden linear polarisierten Strahlen werden auf Lichtleiter fokussiert, die in eine geschirmte Messkabine führen. Dort detektieren 4 Photodioden die Intensität der eingekoppelten Strahlung. Aus diesen vier Signalen erfolgt die Berechnung der gesuchten normalen spektralen Emissivität.

3.5 Kalibration und Messung

Im Unterschied zur Theorie ist es im Experiment nicht möglich, alle Komponenten im optischen Pfad mit idealen Müllermatrizen zu beschreiben. Aus diesem Grund fasst man die Eigenschaften aller durchstrahlten Elemente zu einer Matrix zusammen, bezeichnet diese als Gerätematrix **G** und errechnete deren Werte nach Durchlaufen einer Kalibrationsroutine. Eine Beschreibung dafür ist nachzulesen bei [AMEG88], [AL89] und [Kri92]. Dabei werden die ersten drei Spalten aus einem Kalibrationsdurchgang mit 18 linear polarisierten Zuständen und die verbleibende vierte Spalte aus je 18 Messungen mit rechts und links zirkular polarisiertem Laserstrahl errechnet. Der Laser wird immer unter einem Winkel von $\theta = 70.1^{\circ}$ eingestrahlt.

Setzt man die gemessenen Intensitäten $I_0 - I_3$ und den Stokesvektor für linear polarisiertes Licht in Gleichung (3.11) ein, so erhält man:

$$\begin{pmatrix} I_0(\theta) \\ I_1(\theta) \\ I_2(\theta) \\ I_3(\theta) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} a_{00} & a_{01} & a_{02} & a_{03} \\ a_{10} & a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{20} & a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{30} & a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} 1 \\ \cos 2\theta \\ \sin 2\theta \\ 0 \end{pmatrix}$$
(3.22)

Da bei allen linearen Zuständen die Komponente S_3 des Stokesvektors Null ist, muss für die Matrixelemente der vierten Spalte zirkulares Licht eingestrahlt werden.

$$\begin{pmatrix} I_0 \\ I_1 \\ I_2 \\ I_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} a_{00} & a_{01} & a_{02} & a_{03} \\ a_{10} & a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{20} & a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{30} & a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \\ \pm 1 \end{pmatrix}$$
(3.23)

Aus dem überbestimmten Gleichungssystem werden mittels Least-Square-Algorithmus die Parameter mit der geringsten Abweichung in einem Datenfile als Gerätematrix abgelegt.

Bei der Messung wählt man den umgekehrten Weg und geht von der jetzt bekannten Gerätematrix aus, die für die Auswertung invertiert werden muss. Multipliziert man sie mit den gemessenen Intensitäten I, so erhält man den Stokesvektor des von der Probe reflektierten Lasers.

$$\mathbf{S}_{\mathbf{out}} = \mathbf{G}^{-1} \cdot \mathbf{I} \tag{3.24}$$

4 Charakterisierung der Proben

4.1 Probenauswahl

Die Probenauswahl erfolgte nach zwei Gesichtspunkten, einem wirtschaftlichen und einem wissenschaftlichen. Zuerst muss festgehalten werden, dass viele Metalle nicht über den gesamten Konzentrationsbereich mischbar sind und das technische Interesse z. B. für Lote meist bei Legierungen am Eutektischen Punkt¹ liegt. Daher wurden aus Gründen der Verfügbarkeit, mit Ausnahme des Eisen-Nickel-Systems, handelsübliche Legierungen gewählt. Die Legierungen des Eisen-Nickel-Systems (ohne Fe64Ni36) wurden eigens im Österreichischen Gießerei-Institut (ÖGI) hergestellt und auf ihre genaue Zusammensetzung nasschemisch untersucht.

Da der Emissionsgrad am Schmelzen über einen weiten Bereich streut, wurden Zusammensetzungen ausgesucht, deren Legierungspartner einen möglichst kleinen oder möglichst großen Unterschied im Emissionsgrad aufweisen. Abbildung 4.1 zeigt die gewählten Kombinationen in einer Übersicht.

Der Cu-Ni-Draht wurde von der Fa. Alfa Aesar (www.alfa.com) bezogen, die beiden W-Re-Legierungen stellte die Fa. Plansee (www.plansee.com) zur Verfügung. Alle übrigen zugekauften Drähte lieferte die Fa. Goodfellow (www.goodfellow.com).

4.2 Zusammensetzungen und Phasendiagramme

Die im Folgenden verwendeten Bezeichnungen und die genaue Zusammensetzung der einzelnen Proben ist in Tabelle 4.1 zusammengefasst. Darüber hinaus sind auch die Schmelztemperatur bzw. die Liquidus- und Solidustemperatur und die Dichte bei Raum-

¹Der Eutektische Punkt bezeichnet eine Temperatur, bei der eine homogene Mischphase direkt von der festen in die flüssige Phase übergeht, ohne dass es zu einem Zweiphasenbereich kommt. Diese Temperatur ist bei Metalllegierungen abhängig von deren Zusammensetzung.



Abbildung 4.1: Normaler spektraler Emissionsgrad am Schmelzpunkt von verschiedenen Elementen.

Die farbigen Linien verbinden die Komponenten der gemessenen binären Legierungen. Die eingetragenen Daten wurden folgenden Publikationen entnommen: Ag, Cu, Rh, Mo, V, Zr, Ti ... [Cag04]; Ir ... [MBC99]; Nb ... [CM92]; Fe ... [KMC98a]; Pd ... [MCK99]; Ni ... [KMC98b]; Ta, W ... aus Schmelztemperatur und Strahlungstemperatur am Schmelzen aus [BBMP96] bei 653 nm mit Gleichung (2.10) berechnet; Hf ... [CMM94].

temperatur angegeben.

Weitere charakteristische Merkmale der Legierungen werden jeweils in einer kurzen Beschreibung angeführt.

- Ag72Cu28: Das Phasendiagramm von Silber-Kupfer (Abbildung 4.2) zeigt bei dieser Zusammensetzung einen Eutektischen Punkt mit einem über 185 K erniedrigten Schmelzpunkt gegenüber den Reinmetallen. Diese Temperatur liegt unter der Einsatztemperatur unserer Pyrometer und somit können die gemessenen Größen nur am Schmelzpunkt in Abhängigkeit von der Temperatur angegeben werden. Der Schmelzpunkt konnte sowohl im Spannungssignal als auch im Pyrometersignal (ohne Filter und Spaltblende) detektiert werden. Drahtdurchmesser gem. Hersteller: 0.50 mm
- Au82Ni18: Die beiden Reinmetalle Gold und Nickel unterscheiden sich sehr deutlich im Emissionsgrad. Während für Gold von Cagran [Cag04] am Schmelzpunkt ein Wert

Tabelle 4.1: Übersicht über die untersuchten Reinmetalle und Legierungen.

$T_m, T_{sol} - T_{liq}$	 Schmelzpunkt oder Solidus-/Liquidus-Temperatur
D	 Dichte bei Raumtemperatur (20°C)

- GF ... Goodfellow Cambridge Limited
- (GF) ... Daten der Elemente von GF

PD ... aus den Phasendiagrammen (siehe Abbildung 4.2 bis 4.8)

Bezeichnung	Zusammensetzung	$T_m, T_{sol} - T_{liq}$	D	Quelle
	(mass%)	(K)	$(\mathrm{kg/m^3})$	T, D
Ag72Cu28	72% Ag, 28% Cu	1052	10018	PD, (GF)
Au82Ni18	82% Au, 18% Ni	1228	15950	PD, GF
Cu55Ni45	55% Cu, 45% Ni	1498 - 1573	8900	GF, GF
Ni55Ti45	55% Ni, 45% Ti	1583	6500	GF, GF
Ni	99.9% Ni	1726	8900	GF, GF
Fe20Ni80	18.6% Fe	1715	k.A.	PD, -
Fe30Ni70	28.2% Fe	1710	k.A.	PD, -
Fe40Ni60	41.7% Fe	1710	k.A.	PD, -
Fe50Ni50	48.5% Fe	1715	k.A.	PD, -
Fe64Ni36	64.0% Fe	1720	k.A.	PD, -
Fe80Ni20	79.9% Fe	1750	k.A.	PD, -
Fe90Ni10	89.0% Fe	1770	k.A.	PD, -
Fe	99.5% Fe	1808	7870	GF, GF
Ti-6Al-4V	90% Ti, 6% Al, 4% V,	1873 - 1923	4420	GF, GF
Mo52Re47	52% Mo, $47%$ Re	2798 - 2823	13500	PD, (GF)
W74Re26	74% W, $26%$ Re	3373	19700	GF, GF
W95Re5	95% W, 5% Re	3570 - 3650	19400	PD, GF
W	99.9+%	3683	19300	GF, GF

von $\epsilon = 0.208$ bei 684.5 nm gemessen wurde, gibt Kaschnitz [KMC98b] für Nickel am Schmelzpunkt bei $\lambda = 684$ nm einen Wert von $\epsilon = 0.3745$ und geben Lange und Schenck [LS68] bei $\lambda = 650$ nm den Emissionsgrad mit 0.3561 (umgerechnet auf $\lambda = 684.5$ nm ergibt sich für $\epsilon = 0.345$) an. Diese Eigenschaft war ausschlaggebend für die Wahl dieser Kombination. Abbildung 4.3 zeigt das zugehörige Phasendiagramm. Die dort abgelesene Zusammensetzung in at% ist Au58Ni42 at%. Drahtdurchmesser gem. Hersteller: 0.50 mm

Cu55Ni45: Die Reinmetalle dieser Legierung (für das Phasendiagramm siehe Abbildung 4.4) weisen den größten Unterschied im Emissionsgrad aller gemessenen Drähte auf, siehe auch Abbildung 4.1. Das System ist über den gesamten Konzentrationsbereich vollständig mischbar.

Drahtdurchmesser gem. Hersteller: 0.50 mm

Ni55Ti45: Diese auch unter dem Markennamen NITINOL bekannte Legierung ist der älteste und bekannteste Vertreter der Formgedächtnis-Legierungen. Das Phasendiagramm in Abbildung 4.5 zeigt den Eutektischen Punkt dieser Zusammensetzung. Die intermetallische Phase ist bei der gewählten Zusammensetzung kongruent schmelzend (1310°C).

Drahtdurchmesser gem. Hersteller: $0.80\,\mathrm{mm}$

Fe-Ni: Das Eisen-Nickel-System ist über den gesamten Konzentrationsbereich mischbar, wie Abbildung 4.6 belegt. Sowohl Eisen als auch Nickel sind Basis vieler technisch eingesetzter Legierungen. Die Solidus- und Liquiduslinie sind in der Grafik über den gesamten Konzentrationsbereich so eng beisammen, dass sie nicht getrennt aufgelöst werden können.
Drekt derschurgenen 0.50 mm.

Drahtdurchmesser: $0.50\,\mathrm{mm}$

Ti-6Al-4V: Diese ternäre Leichtmetalllegierung zeigt ein in der Materialphysik als Superplastizität bekanntes Verhalten. Die dafür ideale Umformungstemperatur liegt im Bereich von 1150 K.

Drahtdurchmesser gem. Hersteller: 1.00 mm

Mo52Re47: Mit einer Liquidustemperatur über 2800K (siehe auch Abbildung 4.7) ist diese Zusammensetzung, gemeinsam mit W-Re, Vertreter für hochschmelzende Legierungen. Die vollständige Löslichkeit beschränkt sich auf Mo-reiche Zusammensetzungen.

Drahtdurchmesser gem. Hersteller: 0.50 mm

W-Re: Die für hochtemperaturbeständige Thermopaare verwendete Legierung ist nur begrenzt mischbar, wie Abbildung 4.8 zu entnehmen ist. Drahtdurchmesser gem. Hersteller: 0.50 mm



Abbildung 4.2: Phasendiagramm der binären Legierung Ag-Cu. Die Markierung zeigt die Zusammensetzung der Probe. Abbildung aus [Int96].



Abbildung 4.3: Phasendiagramm der binären Legierung Au-Ni. Die Markierung zeigt die Zusammensetzung der Probe. Abbildung aus [Int96].


Abbildung 4.4: Phasendiagramm der binären Legierung Cu-Ni. Die Markierung zeigt die Zusammensetzung der Probe. Abbildung aus [Int96].



Abbildung 4.5: Phasendiagramm der binären Legierung Ni-Ti. Die Markierung zeigt die Zusammensetzung der Probe. Abbildung aus [Int96].



Abbildung 4.6: Phasendiagramm der binären Legierung Fe-Ni. Die Markierungen zeigen die Zusammensetzung der Proben. Abbildung aus [Int96].



Abbildung 4.7: Phasendiagramm der binären Legierung Mo-Re. Die Markierung zeigt die Zusammensetzung der Probe. Abbildung aus [Int96].





5 Messungen

Die Ergebnisse des experimentellen Abschnitts sind in zwei große Teile gegliedert. Zuerst werden thermophysikalische Daten, die über die gemessenen elektrischen Signale *Strom* und *Spannungsabfall* ermittelt worden sind, vorgestellt. Der zweite Abschnitt behandelt das Verhalten der normalen spektralen Emissivität der flüssigen Metalle in Abhängigkeit von der Legierungszusammensetzung.

Ublicherweise wählt man für die temperaturabhängige Darstellung bei den thermophysikalischen Daten die wahre Temperatur und für Emissivitätsdaten die Strahlungstemperatur. Bei den Messungen wurden aber auf Grund der großen Unterschiede im Schmelzpunkt der Proben mehrere Pyrometer eingesetzt. Eine direkte Kalibration für das Pyrometer bei 650 nm ist jedoch nur mit großer Unsicherheit (siehe auch Kapitel 2.3.1) möglich und die zur Umrechnung auf die Wahre Temperatur notwendigen ϵ -Daten sind auch ausschließlich bei der DOAP-Wellenlänge von 684.5 nm gemessen worden. Eine Berechnung der wahren Temperatur ist für Messungen mit dem 1570-nm-Pyrometer bei direkter Kalibration nicht möglich.

Daher wurde das jeweils verwendete Pyrometer am Schmelzpunkt bzw. in der Mitte zwischen Solidus- und Liquiduspunkt kalibriert und alle Größen werden einheitlich in Abhängigkeit von der damit gemessenen wahren Temperatur dargestellt. Eine Berechnung der Strahlungstemperatur bei der Wellenlänge des verwendeten Pyrometers ist für alle Materialien mit Gleichung 2.10 jederzeit möglich, wenn die Emissivität aus der Literatur für die verwendete Wellenlänge bekannt ist.

Tabelle 5 gibt einen Überblick darüber, welche Messungen an den unterschiedlichen Probendrähten durchgeführt wurden.

5.1 Datenauswertung

Während der Messung werden die Daten für die gemessenen Größen *Strom, Spannungsabfall* und *Pyrometersignal* in Abhängigkeit von der Zeit in einer ASCII-Datei abgespeichert. Ein zweites File enthält die Werte der Intensitätssignale der DOAP-Messung. Auch die Gerätematrix wird nach jeder Kalibration als Textfile gesichert. Tabelle 5.1: Übersicht über die gemessenen Eigenschaften der Proben. Daten ... spez. el. Widerstand, spez. Enthalpie, Umwandlungsenthalpie, spez. Wärmekapazität Emissionsgrad ... normaler spektraler Emissionsgrad bei 684.5 nm

(+) Angehen nur em Schmelgnunkt möglich

(+) Angaben nur am	Schmelzpunkt möglich
--------------------	----------------------

Bezeichnung	Daten	Emissionsgrad
Ag72Cu28	(+)	(+)
Au82Ni18	+	+
Cu55Ni45	+	+
Ni55Ti45	+	+
Ni	-	+
Fe20Ni80	-	+
Fe30Ni70	-	+
Fe40Ni60	-	+
Fe50Ni50	-	+
Fe64Ni36	-	+
Fe80Ni20	-	+
Fe90Ni10	-	+
Fe	-	+
Ti-V4-Al6	+	+
Mo52Re47	+	+
W74Re26	+	+
W95Re5	+	+
W	+	-

Im Programm HOTWIRE werden die Daten eingelesen und ausgewertet. Sowohl die notwendige Spannungskorrektur als auch die indirekte Kalibration des Pyrometers am Schmelzpunkt des untersuchten Materials können hier durchgeführt werden. Das Programm ist in Matlab geschrieben und ausführlich in [Sac00] dokumentiert.

5.2 Thermophysikalische Daten

Der Begriff thermophysikalische Daten wird hier als Sammelbegriff für den *unkorrigierten spezifischen elektrischen Widerstand*, die *spezifische Enthalpie*, die *Umwandlungswärme beim Schmelzen* und die *spezifische Wärmekapazität* verstanden. Von allen angeführten Metallen, mit Ausnahme von Eisen, Nickel und den Fe-Ni-Legierungen, wurden diese Daten gemessen. Für das Eisen-Nickel-System existieren bereits Messwerte aus früheren Arbeiten [SPJ⁺98] unserer Arbeitsgruppe.

Bei allen Widerstandsangaben handelt es sich um unkorrigierte Daten, d.h., die Dichteänderung des Drahtes wurde nicht berücksichtigt, auch wenn nicht immer die vollständige korrekte Bezeichnung *unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand* verwendet wird.

Es werden zu den graphischen Ergebnissen nach Möglichkeit auch Fitfunktionen für die entsprechenden Temperaturbereiche angegeben. Die unterbrochenen vertikalen Linien markieren in den Abbildungen den Schmelzpunkt bzw. den Solidus- und Liquidus-Punkt der Legierung.

5.2.1 Ag72Cu28

Die verwendete Silber-Kupfer-Legierung hatte mit 1052 K den niedrigsten Schmelzpunkt aller untersuchten Metalle. Wie schon in der Materialbeschreibung angemerkt, konnte aus diesem Grund das Schmelzplateau nur detektiert werden, wenn sowohl die Spaltblende als auch das Interferenzfilter aus dem Strahlengang des 2100-nm-Pyrometers entfernt wurden. Damit sind aber die notwendigen Voraussetzungen dafür, dem Strahlungssignal eine wahre Temperatur zuordnen zu können, nicht mehr gegeben. Daher werden temperaturabhängige Werte nur direkt am Schmelzpunkt angegeben. Die rein elektrisch gemessenen Größen *Widerstand* und *Enthalpie* bleiben aber davon unbeeinflusst. Die präsentierten Daten sind ein Mittelwert aus 5 unabhängigen Messungen.



Abbildung 5.1: Spez. el. Widerstand als Funktion der spez. Enthalpie von Ag72Cu28.

Die Werte der eingetragenen Unsicherheitsbalken sind den Ergebnissen der nachfol-

genden Analyse entnommen (Kapitel 7.8). Deren Wert beträgt für die Proben dieser Zusammensetzung, wie in Abbildung 7.108 auf Seite 142 nachzulesen ist, in der festen Phase $\pm 7\%$ und in der flüssigen Phase $\pm 3\%$.

 $\begin{array}{ll} \text{fest:} & \rho(H_S) = 2.13 \cdot 10^{-2} + 2.32 \cdot 10^{-4} \cdot H_S & 0 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} < H_S < 230 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \\ \text{flüssig:} & \rho(H_S) = 9.23 \cdot 10^{-2} + 1.99 \cdot 10^{-4} \cdot H_S & 396 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} < H_S < 800 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \\ \end{array}$

Tabelle 5.2: Umwandlungsenthalpie und spez. el. Widerstand von Ag72Cu28. $T_s...$ Solidustemperatur; $T_l...$ Liquidustemperatur $\rho...$ spez. el. Widerstand; $H_S...$ spez. Enthalpie

Größe	T_s	T_l
	(K)	(K)
$\rho \ (\mu \Omega \cdot m)$	0.531	0.665
$\Delta \rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	0.1	.34
$H_S \ (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	230	396
$\Delta H_S \; (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	16	56

Der Widerstand weicht zu Beginn der flüssigen Phase noch von dem aus der Literatur für andere Metalle bekannten linearen Verlauf ab und ist erst nach weiteren 80 kJ·kg⁻¹ durch einen linearen Fit zu beschreiben. Für die Bestimmung der Umwandlungswärme wurde aber an der Vorgehensweise festgehalten, die Fits bis zur Solidus- bzw. Liquiduslinie zu extrapolieren und aus der Differenz der so erhaltenen Werte die Umwandlungsenthalpie zu berechnen.

5.2.2 Au82Ni18

Die Streuung der Einzelmessungen war bei diesen Proben, wie sonst auch, deutlich geringer als die kombinierte erweiterte Unsicherheit eines Experiments. Die eingetragenen Datenpunkte sind Mittelwerte aus 6 Messungen.

Die angegebenen Polynome beschreiben den Verlauf des spez. el. Widerstands als Funktion der spez. Enthalpie in der festen und flüssigen Phase.

 $\begin{array}{ll} \text{fest:} & \rho(H_S) = 0.274 + 5.43 \cdot 10^{-4} \cdot H_S + 1.13 \cdot 10^{-6} \cdot H_S^2 & 0 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} < H_S < 212 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \\ \text{flüssig:} & \rho(H_S) = 0.453 + 9.50 \cdot 10^{-4} \cdot H_S - 7.96 \cdot 10^{-7} \cdot H_S^2 & 280 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} < H_S < 500 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \\ \end{array}$

Vor dem Schmelzen kann die temperaturabhängige Enthalpie nur mit einem quadratischen Polynom beschrieben werden. Damit ist aber die Zuordnung einer Steigung zur spezifischen Wärmekapazität nicht möglich und daher in Tabelle 5.3 auch nicht angegeben. Es kann aber an jedem Punkt der Kurve die Steigung, und damit c_p , durch Ableiten berechnet werden.

Nach dem Eutektischen Punkt steigt die Enthalpie wieder linear.



Abbildung 5.2: Spez. el. Widerstand als Funktion der spez. Enthalpie von Au82Ni18.

fest: $H_S(T) = 93 - 0.115 \cdot T + 1.728 \cdot 10^{-4} \cdot T^2$ flüssig: $H_S(T) = -84 + 0.2963 \cdot T$ 1228 K < T < 1228 K

Aus Abbildung 5.3 ist am Schmelzpunkt eine Widerstandsänderung um $0.22 \,\mu\Omega \cdot m$ abzulesen. Das entspricht einer Erhöhung um 50% und ist die größte Steigerung, verglichen mit den übrigen angeführten Legierungen.

Für ca. 200 K vor und ca. 700 K nach dem Schmelzen sind die Widerstandswerte bei jeder Temperatur mit den angegebenen Gleichungen auszurechnen.

 $\begin{array}{ll} \text{fest:} & \rho(T) = 0.416 - 2.695 \cdot 10^{-4} \cdot T + 2.349 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 & 800 \, \mathrm{K} < T < 1228 \, \mathrm{K} \\ \text{flüssig:} & \rho(T) = 0.322 + 3.823 \cdot 10^{-4} \cdot T - 8.992 \cdot 10^{-8} \cdot T^2 & 1228 \, \mathrm{K} < T < 1900 \, \mathrm{K} \\ \end{array}$



Abbildung 5.3: Spez. el. Widerstand als Funktion der Temperatur von Au82Ni18.

Tabelle 5.3: Umwandlungsenthalpie, spez. el. Widerstand und spez. Wärmekapazität von Au82Ni18.

 $T_s\dots$ Solidus
temperatur; $T_l\dots$ Liquidus
temperatur

 $\rho.\ldots$ spez. el. Widerstand; $H_S\ldots$ spez. Enthalpie

 $c_p \dots$ spez. Wärmekapazität bis T_s und ab T_l

Größe	T_s	T_l
	(K)	(K)
$\rho (\mu \Omega \cdot m)$	0.441	0.656
$\Delta \rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	0.215	
$H_S (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	212	280
$\Delta H_S \; (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	6	8
$c_p \left(\mathbf{J} \cdot \mathbf{kg}^{-1} \cdot \mathbf{K}^{-1} \right)$	k. A.	296

5.2.3 Cu55Ni45

Es wurden die Daten von 12 Einzelexperimenten gemittelt. In Abbildung 5.4 sind nur die aus den elektrischen Messwerten ermittelte Größen *Widerstand* und *Enthalpie* aufgetragen. Damit erstreckt sich der Bereich für den Widerstand von Raumtemperatur bis 800 K in die flüssige Phase.



Abbildung 5.4: Spez. el. Widerstand als Funktion der spez. Enthalpie von Cu55Ni45.

Für beide Phasen sind die quadratischen Fitfunktionen angegeben.

$$\begin{array}{ll} \text{fest:} & \rho(H_S) = 0.501 - 1.19 \cdot 10^{-4} \cdot H_S + 2.82 \cdot 10^{-7} \cdot H_S^2 & 0 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} < H_S < 613 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \\ \text{flüssig:} & \rho(H_S) = 0.650 + 3.46 \cdot 10^{-5} \cdot H_S - 1.92 \cdot 10^{-8} \cdot H_S^2 & 891 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} < H_S < 1900 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \\ \end{array}$$

Die Darstellung der spez. Enthalpie als Funktion der Temperatur (Abbildung 5.5) ermöglicht es, aus der Steigung der eingezeichneten linearen Ausgleichsgeraden die spez. Wärmekapazität abzulesen. Da aber die Kurvenform für viele Materialien gleich ist und sich nur die Parameter der Funktionen verändern, werden für die meisten Proben nur mehr die Fitfunktionen angegeben.

Die Steigungen dieser linearen Geradengleichungen entsprechen den in Tabelle 5.4 angegebenen Zahlenwerten für die spezifische Wärmekapazität dieser Legierung.

fest:	$H_S(T) = -267 + 0.588 \cdot T$	$1100 \mathrm{K} < T < 1498 \mathrm{K}$
flüssig:	$H_S(T) = -133 + 0.651 \cdot T$	$1573{ m K} < T < 2400{ m K}$



Abbildung 5.5: Spez. Enthalpie als Funktion der Temperatur von Cu55Ni45.

Die Grafik 5.6, Widerstand vs. Temperatur, könnte aus den bereits angegebenen Daten zusammengesetzt werden. Da aber in vielen praktischen Anwendungen gerade diese Abhängigkeit von großem Interesse ist, wird sie gesondert angeführt.

Der in den letzten 350 K der festen Phase linear ansteigende el. Widerstand vergrößert sich von der Solidustemperatur bis zur Liquidustemperatur sprunghaft um 25% und anschließend ist weiter ein beinahe lineares Verhalten zu beobachten.

fest:	$\rho(T) = 0.386 + 9.66 \cdot 10^{-5} \cdot T$	$1200 { m K} < T < 1498 { m K}$
flüssig:	$\rho(T) = 0.630 + 4.09 \cdot 10^{-5} \cdot T - 1.18 \cdot 10^{-8} \cdot T^2$	$1573{ m K} < T < 2400{ m K}$

Tabelle 5.4: Umwandlungsenthalpie, spez.
el. Widerstand und spez. Wärmekapazität von ${\rm Cu55Ni45}.$

 $T_s...$ Solidustemperatur; $T_l...$ Liquidustemperatur $\rho...$ spez. el. Widerstand; $H_S...$ spez. Enthalpie

 $c_p \dots$ spez. Wärmekapazität

Größe	T_s	T_l
	(K)	(K)
$\rho (\mu \Omega \cdot m)$	0.531	0.665
$\Delta \rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	0.134	
$H_S (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	613	891
$\Delta H_S \; (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	27	78
$c_p \left(\mathbf{J} \cdot \mathbf{kg}^{-1} \cdot \mathbf{K}^{-1} \right)$	588	651



Abbildung 5.6: Spez. el. Widerstand als Funktion der Temperatur von Cu55Ni45.

5.2.4 Ni55Ti45

Mit einem Unterschied von 10 Gewichtsprozent hat diese Legierung im Vergleich zu Cu55Ni45 nur einen um 3at% höheren Nickelanteil, wie aus den Phasendiagrammen 4.4 und 4.5 abzulesen ist. Sehr ähnlich ist auch der in Abbildung 5.7 dargestellte Verlauf des Widerstands mit der Enthalpie. Sowohl das Minimum zwischen dem Wert bei Raumtemperatur und dem Schmelzpunkt als auch das leicht fallende Verhalten in der flüssigen Phase ist bei beiden Materialien gleich. Einzig der Wert des Widerstands ist bei Ni55Ti45 über den gesamten Verlauf um einen Faktor 2 bis 2.5 höher als bei Cu55Ni45. Die Kurven wurden aus 5 unabhängigen Messungen gemittelt.

Durch die in Abbildung 5.7 ersichtliche Form der Kurve kann in der festen Phase weder eine lineare noch quadratische Fitfunktion mit der notwendigen Genauigkeit angegeben werden.

flüssig:
$$\rho(H_S) = 1.952 - 3.15 \cdot 10^{-4} \cdot H_S + 6.52 \cdot 10^{-8} \cdot H_S^2 - 915 \,\text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} < H_S < 1900 \,\text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1}$$

Mit zwei linearen Funktionen ist die Enthalpie-Temperatur-Abhängigkeit für diese Proben festgelegt.



Abbildung 5.7: Spez. el. Widerstand als Funktion der spez. Enthalpie von Ni55Ti45.

fest:	$H_S(T) = -213 + 0.580 \cdot T$	$1150{ m K} < T < 1583{ m K}$
flüssig:	$H_S(T) = -515 + 0.924 \cdot T$	$1583{ m K} < T < 2000{ m K}$

In Abbildung 5.8 ist darauf hinzuweisen, dass der gemessene Verlauf schon 150 K vor dem Schmelzpunkt von dem zuvor linearen Verlauf abweicht und sukzessive ansteigt. Nach dem Schmelzen ist dieses Temperaturintervall bis zur konstanten Abnahme des unkorrigierten Widerstands deutlich kürzer.

fest:	$\rho(T) = 0.966 + 1.87 \cdot 10^{-4} \cdot T$	$1000 { m K} < T < 1583 { m K}$
flüssig:	$\rho(T) = 1.969 - 1.62 \cdot 10^{-4} \cdot T$	$1583{ m K} < T < 2000{ m K}$

Tabelle 5.5: Umwandlungsenthalpie, spez. el. Widerstand und spez. Wärmekapazität von Ni55Ti45.

 $T_s\ldots$ Solidustemperatur; $T_l\ldots$ Liquidustemperatur
 $\rho\ldots$ spez. el. Widerstand; $H_S\ldots$ spez. Enthalpi
e $c_p\ldots$ spez. Wärmekapazität bis T_s und ab
 T_l

Größe	T_s	T_l
	(K)	(K)
$\rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	1.262	1.713
$\Delta \rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	0.4	51
$H_S (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	705	947
$\Delta H_S (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	24	42
$c_p (J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1})$	580	924



Abbildung 5.8: Spez. el. Widerstand als Funktion der Temperatur von Ni55Ti45.

5.2.5 Ti-6Al-4V

Die Temperaturmessung bei den Versuchen an der ternären Legierung Ti-6Al-4V konnte noch mit dem Pyrometer bei 650 nm durchgeführt werden. Der Schmelzübergang ist dabei deutlich zu erkennen, jedoch erlauben die wenigen Datenpunkte in der festen Phase keine Abschätzung der spezifischen Wärmekapazität. Zusätzliche Messungen mit einer DSC¹ ermöglichen aber eine weitere Charakterisierung in der festen Phase, wie in [BCD+05] nachzulesen ist.

Die aus den elektrischen Daten berechneten Größen beginnen bei Raumtemperatur. Abbildung 5.9 zeigt nach dem Anstieg des Widerstands einen deutlichen Abfall, der auf einen Phasenübergang $\alpha + \beta \rightarrow \beta$ bei ca. 700 kJ·kg⁻¹ zurückzuführen ist. Bei dieser Enthalpie erreicht die Probe auch den Temperaturwert, der bei der Superplastizität von Ti-6Al-4V für eine ideale Verformung in der Literatur angegeben wird. Aus dem nahezu konstanten Bereich vor dem Schmelzübergang und dem linearen Abfall während des Schmelzens kann der Wert für die Enthalpie und den spez. el. Widerstand am Solidus bestimmt werden.

In der festen Phase wird nur ein linearer Fit für den Bereich vor dem Solidus angegeben. Die Werte für die flüssige Phase können mit der zweiten Gleichung berechnet werden.

¹DSC steht für *Differential Scanning Calorimetry*.



Abbildung 5.9: Spez. el. Widerstand als Funktion der spez. Enthalpie von Ti-6Al-4V.

fest:	$\rho(H_S) = 1.682 + 1.700 \cdot 10^{-5} \cdot H_S$	$825{\rm kJ\cdot kg^{-1}}$ < ${\rm H}_S$ < $1217{\rm kJ\cdot kg^{-1}}$
flüssig:	$\rho(H_S) = 1.791 - 9.540 \cdot 10^{-5} \cdot H_S$	$1557kJ\cdot kg^{-1} < H_S < 2350kJ\cdot kg^{-1}$

Durch das schlechte Signal-Rausch-Verhältnis zu Beginn der Temperaturmessung ist keine Angabe über Enthalpie vs. Temperatur in der festen Phase möglich. Nach dem Aufschmelzen zeigen die Messwerte einen linear ansteigenden Verlauf.

flüssig:
$$H_S(T) = -608 + 1.126 \cdot T$$
 1923 K < T < 2600 K

Der elektrische Widerstand von Ti-6Al-4V ist am Liquidus kleiner als am Solidus, wie in Abbildung 5.10 zu sehen ist. Bei allen übrigen Proben ist beim Schmelzen ein Sprung zu höheren Widerstandswerten zu beobachten.

Wieder ist auf Grund der Einschränkungen bei der Temperaturmessung nur ein Fit für die flüssige Phase angegeben.

flüssig:
$$\rho(T) = 1.85 - 1.07 \cdot 10^{-4} \cdot T$$
 1923 K < T < 2600 K

Der Wert für den Widerstand und die Enthalpie am Schmelzbeginn ist Abbildung 5.9 entnommen.



Abbildung 5.10: Spez. el. Widerstand als Funktion der Temperatur von Ti-6Al-4V.

5.2.6 Mo52Re47

Das Verhalten des in Abbildung 5.11 dargestellten Widerstandsverlaufes von Mo52Re47 unterscheidet sich deutlich von den bisher vorgestellten Ergebnissen. In diesem Fall findet der größte Teil der Widerstandsänderung bereits in der festen Phase statt und nicht erst zwischen Solidus und Liquidus. Dort steigt der Widerstand nur mehr um 12%, während er bis dahin, im Vergleich zum Wert bei Raumtemperatur, um 440% angestiegen ist.

Tabelle 5.6: Umwandlungsenthalpie, spez.
el. Widerstand und spez. Wärmekapazität von Ti- $6\mathrm{Al}\text{-}4\mathrm{V}.$

 $T_s...$ Solidustemperatur; $T_l...$ Liquidustemperatur $\rho...$ spez. el. Widerstand; $H_s...$ spez. Enthalpie

 $c_p \dots$ spez. Wärmekapazität bis T_s und ab T_l

Größe	T_s	T_l
	(K)	(K)
$\rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	1.703	1.644
$\Delta \rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	0.059	
$H_S (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	1217	1557
$\Delta H_S (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	34	40
$c_p \left(\mathbf{J} \cdot \mathbf{kg}^{-1} \cdot \mathbf{K}^{-1} \right)$	k. A.	1126



Die Kurven wurden aus 5 unabhängigen Messungen gemittelt.

Abbildung 5.11: Spez. el. Widerstand als Funktion der spez. Enthalpie von Mo52Re47.

Der mit zwei Geradengleichungen beschriebene Enthalpie-Temperatur-Verlauf steigt nach dem Schmelzen stärker an als zuvor. Die zugehörigen c_p -Werte sind in Tabelle 5.7 eingetragen.

fest:	$H_S(T) = -246 + 0.316 \cdot T$	$1700 \mathrm{K} < T < 2798 \mathrm{K}$
flüssig:	$H_S(T) = -129 + 0.370 \cdot T$	$2823{ m K} < T < 3550{ m K}$

Auch in Abhängigkeit von der Temperatur hat der Widerstand vor und nach dem Schmelzen jeweils eine konstante Steigung.

fest:	$\rho(T) = 0.191 + 2.41 \cdot 10^{-4} \cdot T$	$2050 \mathrm{K} < T < 2798 \mathrm{K}$
flüssig:	$\rho(T) = 1.066 - 3.34 \cdot 10^{-5} \cdot T$	$2823{ m K} < T < 3550{ m K}$



Abbildung 5.12: Spez. el. Widerstand als Funktion der Temperatur von Mo52Re47.

Tabelle 5.7: Umwandlungsenthalpie, spez.
el. Widerstand und spez. Wärmekapazität von ${\rm Mo52Re47.}$

 $T_s\ldots$ Solidustemperatur; $T_l\ldots$ Liquidustemperatur $\rho\ldots$ spez.
el. Widerstand; $H_S\ldots$ spez. Enthalpi
e $c_p\ldots$ spez. Wärmekapazität bis T_s und a
b T_l

Größe	T_s	T_l
	(K)	(K)
$\rho (\mu \Omega \cdot m)$	0.865	0.972
$\Delta \rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	0.1	.07
$H_S (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	637	915
$\Delta H_S \; (\mathrm{kJ} \cdot \mathrm{kg}^{-1})$	27	78
$c_p (J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1})$	316	370

5.2.7 W74Re26

Bei den aus elektrischen Signalen berechneten Größen sind noch alle Messwerte im Rahmen der Messunsicherheit als ident zu beurteilen. Damit ist für die aus 9 Einzelmessungen bestimmte Widerstandskurve wieder ein Mittelwert angegeben.



Abbildung 5.13: Spez. el. Widerstand als Funktion der spez. Enthalpie von W74Re26.

Durch einen quadratischen Fit können die Werte für die feste Phase beschrieben werden, nach dem Schmelzübergang sinkt der unkorrigierte Widerstand gemäß dem angegebenen linearen Verlauf.

$$\begin{array}{ll} \text{fest:} & \rho(H_S) = 0.282 + 2.14 \cdot 10^{-3} \cdot H_S - 1.27 \cdot 10^{-6} \cdot H_S^2 & 0 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} < H_S < 558 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \\ \text{flüssig:} & \rho(H_S) = 1.45 - 3.84 \cdot 10^{-4} \cdot H_S & 771 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} < H_S < 1050 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \\ \end{array}$$

In Abbildung 5.14 ist für 7 Kurven ein Abfallen der Enthalpie mit steigender Temperatur deutlich erkennbar. Für die feste Phase wurde wieder ein Mittelwert der 9 Messungen berechnet. Ab dem Schmelzpunkt wird der Mittelwert aus 2 Messkurven empfohlen, deren Fit auch zur Berechnung der spezifischen Wärmekapazität herangezogen wird. Es sind mehrere Gründe ausschlaggebend dafür, dass bis auf 2 Messungen alle anderen bei der Auswertung in der flüssigen Phase verworfen wurden. Mit steigender Konzentration an Rhenium zeigen die Messkurven immer dieselben Abweichungen in der flüssigen Phase, jedoch bei immer niedrigeren Temperaturen. Bei W95Re5 knicken einzelne Wertereihen kurz vor dem Ende des Temperatursignals weg. Bei W74Re26 geschieht dies dann schon 300-500K nach dem Schmelzpunkt.

Die Erfahrung und die Ergebnisse der übrigen Legierungen zeigen aber, dass die Enthalpie in der flüssigen Phase in einem linearen Zusammenhang mit der Temperatur steht. In diesem Fall zeigen auch die Temperatursignale der verworfenen Messungen ein nicht lineares Anstiegsverhalten, das für unser Pyrometer nicht erwartet werden kann.

Eine mögliche Ursache für den Abfall sind Oberflächenentladungen auf der Probe und dadurch verfälschte Intensitätssignale des Pyrometers. Auch die deutlich größere Streuung in der Wiederholbarkeit der elektrischen Signale, insbesondere der Spannungssignale, könnte durch solche Entladungen verursacht worden sein.



Abbildung 5.14: Spez. Enthalpie als Funktion der Temperatur von W74Re26.

Die Enthalpie kann als Funktion der Temperatur mit einem quadratischen und einem linearen Fit über den gesamten Messbereich beschrieben werden.

fest:	$H_S(T) = 348 - 0.1621 \cdot T + 6.65 \cdot 10^{-5} \cdot T^2$	$1800 { m K} < T < 3373 { m K}$
flüssig:	$H_S(T) = -183 + 0.2829 \cdot T$	$3373{ m K} < T < 4400{ m K}$

Der spezifische elektrische Widerstand zeigt in Abbildung 5.15 einen Knick in der festen Phase bei 2485 K. Die linearen Bereiche vorher und nachher sind mit den angegebenen Gleichungen beschrieben. In der flüssigen Phase steigt der Widerstand an, bevor er 100 K nach dem Schmelzpunkt wieder nach einer quadratischen Funktion abfällt.



Abbildung 5.15: Spez. el. Widerstand als Funktion der Temperatur von W74Re26.

fest:	$\rho(T) = 0.452 + 1.720 \cdot 10^{-4} \cdot T$	$1850 { m K} < T < 2485 { m K}$
	$\rho(T) = 0.312 + 2.282 \cdot 10^{-4} \cdot T$	$2485{ m K} < T < 3373{ m K}$
flüssig:	$\rho(T) = 1.965 - 3.704 \cdot 10^{-4} \cdot T + 3.863 \cdot 10^{-8} \cdot T^2$	$3373{ m K} < T < 4400{ m K}$

Tabelle 5.8: Umwandlungsenthalpie, spez.
el. Widerstand und spez. Wärmekapazität von W95 Re
5.

 $T_s\ldots$ Solidustemperatur; $T_l\ldots$ Liquidustemperatur $\rho\ldots$ spez. el. Widerstand; $H_S\ldots$ spez. Enthalpie

 $c_p\ldots$ spez. Wärmekapazität bis T_s und ab T_l

<u> </u>		
Größe	T_s	T_l
	(K)	(K)
$\rho (\mu \Omega \cdot m)$	1.082	1.155
$\Delta \rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	0.0)73
$H_S (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	558	771
$\Delta H_S \; (\mathrm{kJ} \cdot \mathrm{kg}^{-1})$	21	13
$c_p \left(\mathbf{J} \cdot \mathbf{kg}^{-1} \cdot \mathbf{K}^{-1} \right)$	k. A.	283

5.2.8 W95Re5



Die nachfolgenden Ergebnisse dieser Legierung sind Mittelwerte aus 8 Einzelmessungen.

Abbildung 5.16: Spez. el. Widerstand als Funktion der spez. Enthalpie von W95Re5.

Der Widerstandswert bei Raumtemperatur ist im Vergleich zur Legierung mit 26% Rhenium bereits signifikant geringer. Der weitere Kurvenverlauf ist aber bis auf eine geringfügig schwächere Krümmung im Festen unverändert, wie Abbildung 5.16, verglichen mit derselben Darstellung für W74Re26, deutlich zeigt.

 $\begin{array}{ll} \text{fest:} & \rho(H_S) = 0.115 + 2.29 \cdot 10^{-3} \cdot H_S - 1.04 \cdot 10^{-6} \cdot H_S^2 & 0 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} < H_S < 577 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \\ \text{flüssig:} & \rho(H_S) = 1.59 - 6.43 \cdot 10^{-4} \cdot H_S + 1.78 \cdot 10^{-7} \cdot H_S^2 & 874 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} < H_S < 1300 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \\ \end{array}$

Die bereits bei W74R26 vorgestellten Abweichungen vom linearen Verlauf der H(T)-Kurve in der flüssigen Phase waren bei diesem Material ab einer Temperatur von ca. 4300 K zu beobachten. Da sich dieser Abfall aber hier noch im Bereich der angegebenen Unsicherheit befindet, wurde die Auswertung davon nicht beeinflusst.

fest:	$H_S(T) = -253 + 0.2327 \cdot T$	$2500 \mathrm{K} < T < 3570 \mathrm{K}$
flüssig:	$H_S(T) = -158 + 0.2826 \cdot T$	$3650{ m K} < T < 4800{ m K}$

Für die Widerstandsänderung beim Schmelzen ist kein Zusammenhang mit der Legierungszusammensetzung bei den untersuchten Wolfram-Rhenium-Proben zu erkennen. Der Wert am Liquidus sinkt allerdings mit steigendem Rheniumgehalt. Die beste Beschreibung der Widerstandswerte vs. Temperatur ist mit den nachfolgenden Gleichungen

gegeben.



Abbildung 5.17: Spez. el. Widerstand als Funktion der Temperatur von W95Re5.

fest:	$\rho(T) = -0.404 + 5.825 \cdot 10^{-4} \cdot T - 4.587 \cdot 10^{-8} \cdot T^2$	$2500 \mathrm{K} < T < 3570 \mathrm{K}$
flüssig:	$\rho(T) = 2.035 - 3.642 \cdot 10^{-4} \cdot T + 3.468 \cdot 10^{-8} \cdot T^2$	$3650 \mathrm{K} < T < 4800 \mathrm{K}$

Tabelle 5.9: Umwandlungsenthalpie, spez.
el. Widerstand und spez. Wärmekapazität von W95 Re
5.

 $T_s\ldots$ Solidus
temperatur; $T_l\ldots$ Liquidus
temperatur

 ρ ... spez. el. Widerstand; H_S ... spez. Enthalpie

 $c_p \dots$ spez. Wärmekapazität bis T_s und ab T_l

Größe	T_s	T_l
	(K)	(K)
$\rho (\mu \Omega \cdot m)$	1.091	1.168
$\Delta \rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	0.0)77
$H_S (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	578	873
$\Delta H_S \; (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	29	95
$c_p \left(\mathbf{J} \cdot \mathbf{kg}^{-1} \cdot \mathbf{K}^{-1} \right)$	233	283

5.2.9 W

Thermophysikalische Daten von Wolfram sind bereits bei der Tagung "7th International Workshop on Subsecond Thermophysics 2004" vorgestellt worden [WCP05]. Die geringfügigen Unterschiede zu den hier angegebenen Ergebnissen sind damit zu erklären, dass diese Messungen mit einem Draht aus einer neuen Lieferung und damit aus einer anderen Charge gemacht wurde. Der Schmelzpunkt wurde den Herstellerangaben entnommen, ist aber mit der abgeschätzten Unsicherheit von 10 K im Rahmen der Messunsicherheit identisch mit früheren Annahmen.

Die Widerstands-Enthalpie-Kurve zeigt im Gegensatz zu den beiden Wolframlegierungen in einem weiten Bereich der festen Phase ein lineares Verhalten. Der Widerstand ist hier bei dem Enthalpiewert von null, der bei Raumtemperatur erreicht wird, nur mehr ein Siebentel verglichen mit dem Wert von W74Re26.



Abbildung 5.18: Spez. el. Widerstand als Funktion der spez. Enthalpie von Wolfram.

 $\begin{array}{ll} \text{fest:} & \rho(H_S) = 0.040 + 2.12 \cdot 10^{-3} \cdot H_S - 7.30 \cdot 10^{-7} \cdot H_S^2 & 0 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} < H_S < 609 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \\ \text{flüssig:} & \rho(H_S) = 1.378 - 2.660 \cdot 10^{-4} \cdot H_S & 930 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} < H_S < 1250 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \\ \end{array}$

Aufgrund des Anstiegs der Enthalpie mit der Temperatur, der vor dem Solidus am besten mit einer quadratischen Funktion beschrieben werden kann, ist die Angabe eines Wertes für die spezifische Wärmekapazität auch bei Wolfram nicht möglich. In der flüssigen Phase kann die Steigung des linearen Fits wieder als konstantes c_p bis 5400 K angegeben werden.

fest: $H_S(T) = -83.3 + 0.011 \cdot T + 3.576 \cdot 10^{-5} \cdot T^2$ 2400 K < T < 3683 K flüssig: $H_S(T) = -98 + 0.279 \cdot T$ 3683 K < T < 5400 K



Abbildung 5.19: Spez. el. Widerstand als Funktion der Temperatur von Wolfram.

Im Widerstands-Temperatur-Diagramm 5.19 ist ein markanter Unterschied zu den Legierungen zu erkennen, der sprunghafte Anstieg des Widerstands bei der Schmelztemperatur des Reinmetalls. Mit den beiden angegebenen Gleichungen sind auch die Widerstandswerte aus Tabelle 5.10 zu berechnen.

fest:	$\rho(T) = -0.059 + 3.166 \cdot 10^{-4} \cdot T$	$2400 \mathrm{K} < T < 3683 \mathrm{K}$
flüssig:	$\rho(T) = 1.833 - 2.573 \cdot 10^{-4} \cdot T + 2.169 \cdot 10^{-8} \cdot T^2$	$3683{ m K} < T < 5300{ m K}$

Tabelle 5.10: Umwandlungsenthalpie, spez. el. Widerstand und spez. Wärmekapazität von Wolfram.

 $T_s...$ Solidustemperatur; $T_l...$ Liquidustemperatur $\rho...$ spez. el. Widerstand; $H_s...$ spez. Enthalpie $c_p...$ spez. Wärmekapazität bis T_s und ab T_l

Größe	T_s	T_l
	(K)	(K)
$\rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	1.107	1.180
$\Delta \rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	0.0)73
$H_S (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	609	930
$\Delta H_S (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	32	21
$c_p \left(\mathbf{J} \cdot \mathbf{kg}^{-1} \cdot \mathbf{K}^{-1} \right)$	k. A.	279

5.3 Normaler spektraler Emissionsgrad bei 684.5 nm

Im Rahmen dieser Arbeit wurde der normale spektrale Emissionsgrad von 17 verschiedenen Materialien gemessen. Darunter sind zwei Reinmetalle und eine ternäre Legierung; bei den übrigen vierzehn Proben handelt es sich um binäre Legierungen.

Die ermittelten Daten sind erst ab dem Schmelzpunkt (T_m) bzw. Liquiduspunkt (T_{liq}) ausgewertet, da in der festen Phase der Emissionsgrad stark von der Oberflächenbehandlung abhängt und durch den Einsatz von Schleifpapier in weiten Bereichen variiert werden kann. Die Daten sind in Abhängigkeit von der wahren Temperatur dargestellt, für deren Auswertung ein konstanter Verlauf des Emissionsgrades mit dem Wert am Schmelzen angenommen wurde. Der konstante Wert von ϵ ist immer für die Wellenlänge des verwendeten Pyrometers angenommen, die gemessenen Emissionsgrade sind aber nur für $\lambda = 684.5$ nm gültig. Deshalb könnte die Temperaturmessung mit den hier vorgestellten Daten nur für die Messungen mit dem 650-nm-Pyrometer korrigiert werden.

Für jedes Material ist die Emissivität auch als Polynom angegeben.

Bei der Darstellung der Emissivität am Schmelzen in Abhängigkeit von der Zusammensetzung sind die Messpunkte mit Linien verbunden, um die Übersichtlichkeit zu verbessern.

Bei Literaturwerten für Reinmetalle sind bevorzugt Daten angegeben, die mit dem identen Versuchsaufbau in unserem Labor gemessen wurden.

Die Unsicherheiten resultieren aus den Überlegungen in Kapitel 8, sind aber, bis auf eine Ausnahme, in den Abbildungen nicht eingetragen.

5.3.1 Silber-Kupfer

Bei der Silber-Kupfer-Legierung kann aus dem schon erläuterten Grund, dass der Schmelzpunkt der Legierung unter der Einsatztemperatur der Pyrometer liegt, nur ein Wert am Schmelzen angegeben werden. Mit den elektrischen Signalen ist diese eindeutige Zuordnung möglich.

Am Eutektischen Punkt von Ag72Cu28 ($T_m = 1052 \text{ K}$) wurde bei der Laserwellenlänge des Ellipsometers für die Emissivität ein Wert von $\epsilon_{684.5 \text{ nm}}(T_m) = 0.074$ gemessen. Im weiteren zeitlichen Verlauf zeigte sich eine steigende Tendenz.

In einer Arbeit von Hayashi [HMFN02] wird hingegen für eine Legierung mit gleicher Zusammensetzung bei Temperaturen von 1273 K bis 1423 K von einem Absinken der Emissivität von 0.061 auf 0.055 berichtet. Der zum Schmelzpunkt extrapolierte Literaturwert beträgt $\epsilon_{684.5 nm}(T_m) = 0.070$. Für diese Angaben wurden zwischen den angegebenen Werten bei 650 nm und 700 nm auf 684.5 nm linear interpoliert.

Die Literaturdaten für reines Kupfer sind interpoliert aus [KHHM90]. Der lineare Fit für den Verlauf in der flüssigen Phase ist bei Kapitel 5.3.3 angegeben.



Abbildung 5.20: Normaler spektraler Emissionsgrad des binären Systems Silber-Kupfer am Schmelzen ($T_m = 1052 \,\mathrm{K}$) in Abhängigkeit vom Mischungsverhältnis. Wert für Silber aus [Cag04]; Wert für Kupfer aus [KHHM90]

5.3.2 Gold-Nickel

Die Emissivitätsdaten für Gold sind in [KHHM90] bei einer Wellenlänge von 632.8 nm mit $\epsilon_{632.8 nm} = 0.3$ und für 1064 nm mit $\epsilon_{1064 nm} = 0.12$ angegeben. Für die Grafik wurde zwischen diesen Werten linear interpoliert und der konstante Wert bei 684.5 nm eingesetzt ($\epsilon_{684.5 nm-interpoliert} = 0.278$).

Am Schmelzpunkt weichen die Angaben aber deutlich vom Wert $\epsilon_{684.5\,nm} = 0.208$ in [Cag04] ab. Die Angaben für Au82Ni18 sind ein Mittelwert aus 12 unabhängigen Messungen. Bei Nickel wurden 6 Messungen ausgewertet.

Ni:	$\epsilon(T) = 0.345 + 1.1 \cdot 10^{-5} \cdot T$	$1726\mathrm{K}{<}\ T{<}2300\mathrm{K}{}$
Au82Ni18:	$\epsilon(T) = 0.415 - 6.6 \cdot 10^{-5} \cdot T$	$1228{\rm K}{<}~T{<}2000{\rm K}{}$
Interpoliert a	aus Literaturdaten für Gold aus [KHHM90].	
Au:	$\epsilon = const. = 0.278$	$1337{\rm K}{<}~T{<}1900{\rm K}{}$



Abbildung 5.21: Normaler spektraler Emissionsgrad des binären Systems Gold-Nickel am Schmelzen in Abhängigkeit vom Mischungsverhältnis. Wert für Gold aus [KHHM90]



Abbildung 5.22: Verlauf des normalen spektralen Emissionsgrades des binären Systems Gold-Nickel im Flüssigen in Abhängigkeit von der wahren Temperatur. schwarz ... Nickel; rot ... Au82Ni18; blau ... Gold ([KHHM90]) Die Kreise markieren den Schmelzpunkt/Liquidus des Materials.

5.3.3 Kupfer-Nickel

Der aus 6 Messungen gebildete Mittelwert für Cu55Ni45 liegt zwischen den Emissivitäten der Reinmetalle Kupfer und Nickel. Der Nickelanteil in der Legierung beträgt 45%, die Emissivität liegt aber signifikant näher bei Nickel als beim Mittelwert der beiden Reinkomponenten. Mit steigender Temperatur ist bei allen drei Materialien eine leicht steigende Tendenz für ϵ festzustellen.

Für die Darstellung des Emissionsgrades in Abbildung 5.23 wurden die Literaturdaten für Kupfer um 200 K bis zum Schmelzpunkt extrapoliert.



Abbildung 5.23: Normaler spektraler Emissionsgrad des binären Systems Kupfer-Nickel am Schmelzen in Abhängigkeit vom Mischungsverhältnis. Wert von Kupfer aus [KHHM90]

Der lineare Fit für Nickel ist bereits auf Seite 58 beim System Au-Ni angegeben worden.

Cu55Ni45:	$\epsilon(T) = 0.291 + 4.9 \cdot 10^{-6} \cdot T$	$1573\mathrm{K}{<}\ T{<}2000\mathrm{K}{}$
Literaturdat	en für Kupfer interpoliert aus [KHHM90].	
Cu:	$\epsilon(T) = 0.052 + 4.7 \cdot 10^{-5} \cdot T$	$1085{ m K}$

5.3.4 Nickel-Titan

Die 9 gemittelten Messungen für die Ni-Ti-Legierung weisen eine ungewöhnlich große Streuung zwischen den Einzelmessungen auf. In sechs Messungen zeigt außerdem eine



Abbildung 5.24: Verlauf des normalen spektralen Emissionsgrades des binären Systems Kupfer - Nickel im Flüssigen in Abhängigkeit von der wahren Temperatur. schwarz ... Nickel; rot ... Cu55Ni45; blau ... Kupfer ([KHHM90]) Die Kreise markieren den Schmelzpunkt/Liquidus des Materials.

zeitaufgelöste Auswertung, dass der Emissionsgrad vom Schmelzen weg konstant absinkt und sich langsam einem tieferen Niveau ($\epsilon \approx 0.40$) nähert. Das Pyrometer ist dabei aber schon lange übersteuert.

Ni55Ti45:	$\epsilon(T) = 0.750 - 1.1 \cdot 10^{-4} \cdot T$	$1583{\rm K}{<}T{<}2350{\rm K}{}$
Berechnet au	ıs Literaturdaten für Titan aus [Cag04].	
Ti:	$\epsilon(T) = 0.399 - 1.0 \cdot 10^{-6} \cdot T$	$1945 \mathrm{K} < T < 4100 \mathrm{K}$



Abbildung 5.25: Normaler spektraler Emissionsgrad des binären Systems Nickel-Titan am Schmelzen in Abhängigkeit vom Mischungsverhältnis. Wert von Titan aus [Cag04]



Abbildung 5.26: Verlauf des normalen spektralen Emissionsgrades des binären Systems Nickel-Titan im Flüssigen in Abhängigkeit von der wahren Temperatur. schwarz ... Nickel; rot ... Ni55Ti45; blau ... Titan ([Cag04]) Die Kreise markieren den Schmelzpunkt/Liquidus des Materials.

5.3.5 Eisen-Nickel

Im Eisen-Nickel-System zeigen alle untersuchten Legierungen mit Ausnahme von Fe90Ni10 einen steigende Emissionsgrad mit zunehmender Temperatur. Die Werte der Legierungen liegen aber signifikant unter denen von reinem Eisen und Nickel. Bei Fe30Ni70 wurde am Liquiduspunkt mit $\epsilon_{684.5 nm}(T_m) = 0.24$ für dieses System der kleinste Wert für den Emissionsgrad gemessen.

Um die Qualität der Messung beurteilen zu können, ist ausnahmsweise die Unsicherheit mit $\Delta \epsilon = 0.03$ bei den gemessenen Datenpunkten eingezeichnet.

Eine weiterführende Diskussion zu diesen Ergebnissen ist in [WCPK05] nachzulesen.



Abbildung 5.27: Normaler spektraler Emissionsgrad des binären Systems Eisen-Nickel am Schmelzen in Abhängigkeit vom Mischungsverhältnis. leere Kreise ...Literaturdaten aus [RB81]

Ni:	$\epsilon(T) = 0.345 + 1.1 \cdot 10^{-5} \cdot T$	$1726\mathrm{K}{<}\ T{<}2300\mathrm{K}{}$
Fe20Ni80:	$\epsilon(T) = 0.156 + 7.7 \cdot 10^{-5} \cdot T$	$1715\mathrm{K}{<}\ T{<}2300\mathrm{K}{}$
Fe30Ni70:	$\epsilon(T) = 0.143 + 5.4 \cdot 10^{-5} \cdot T$	$1710 { m K} < T < 2300 { m K}$
Fe40Ni60:	$\epsilon(T) = 0.227 + 3.1 \cdot 10^{-5} \cdot T$	$1710 { m K} < T < 2300 { m K}$
Fe50Ni50:	$\epsilon(T) = 0.212 + 4.9 \cdot 10^{-5} \cdot T$	$1715\mathrm{K}{<}\ T{<}2300\mathrm{K}{}$
Fe64Ni36:	$\epsilon(T) = 0.156 + 8.0 \cdot 10^{-5} \cdot T$	$1727\mathrm{K}{<}\ T{<}2300\mathrm{K}{}$
Fe80Ni20:	$\epsilon(T) = 0.253 + 3.6 \cdot 10^{-5} \cdot T$	$1755\mathrm{K}{<}\ T{<}2300\mathrm{K}{}$
Fe90Ni10:	$\epsilon(T) = 0.359 - 8.6 \cdot 10^{-6} \cdot T$	$1777\mathrm{K}{<}\ T{<}2300\mathrm{K}{}$
Fe:	$\epsilon(T) = 0.307 + 3.0 \cdot 10^{-5} \cdot T$	$1811 \mathrm{K} < T < 2300 \mathrm{K}$

Die Abhängigkeit vom Mischungsverhältnis ist am Schmelzen in Abbildung 5.28 dargestellt. Dieses System wurde zuvor bereits von Ratanapupech [RB81] untersucht und ist als einzige bekannte Referenz auch eingetragen.



Abbildung 5.28: Verlauf des normalen spektralen Emissionsgrades des binären Systems Eisen-Nickel im Flüssigen in Abhängigkeit von der wahren Temperatur. Die Kreise markieren den Schmelzpunkt/Liquidus des Materials.

5.3.6 Ti-6Al-4V

Von der ternären Legierung Ti-6Al-4V wurden 5 Proben untersucht. In Abbildung 5.29 sind zusätzlich Literaturdaten von Titan und Vanadium aus [Cag04] eingetragen. Für den Emissionsgrad von flüssigem Aluminium sind von Krishnan [KJN⁺91] gemessene Werte bekannt. In einem Temperaturbereich von 1200 K bis 1900 K ist dort für eine Wellenlänge von 632.8 nm ein Anstieg des Emissionsgrades von 0.05 auf 0.085 publiziert. Bei der Legierung liegt der Wert für den Emissionsgrad am Liquidus bei $\epsilon_{684.5}(T_{liq}) =$ 0.41. Damit ist er trotz des hohen Anteils an Titan größer als jener für reines Titan, obwohl auch beim zulegierten Vanadium am Schmelzpunkt nur ein ϵ von $\epsilon_{684.5}(T_{liq}) =$ 0.35 gemessen wurde.

Das Polynom für Titan ist bereits bei der Legierung Ni-Ti (Kapitel 5.3.4, Seite 60) angegeben.



Abbildung 5.29: Verlauf des normalen spektralen Emissionsgrades von Ti-6Al-4V im Flüssigen in Abhängigkeit von der wahren Temperatur. schwarz ... Titan ([Cag04]); rot ... Ti-6Al-4V; grün ... Vanadium ([Cag04]) Die Kreise markieren den Schmelzpunkt/Liquidus des Materials.

Ti-6Al-4V:	$\epsilon(T) = 0.416 - 2.8 \cdot 10^{-6} \cdot T$	$1923 \mathrm{K} < T < 2600 \mathrm{K}$
Berechnet a	ıs Literaturdaten für Vanadium aus [Cag04].	
V:	$\epsilon(T) = 0.358 - 1.9 \cdot 10^{-6} \cdot T$	$2201\mathrm{K}{<}\ T{<}3900\mathrm{K}{}$

5.3.7 Molybdän-Rhenium

Der Mittelwert aus 5 unabhängigen Messungen für Mo52Re47 ist am Liquiduspunkt in Abbildung 5.30 in Abhängigkeit von der Legierungszusammensetzung abgebildet. Der Emissionsgrad der Legierung liegt dabei signifikant höher als jener der Reinmetalle.

Mo52Re47:	$\epsilon(T) = 0.454 - 2.6 \cdot 10^{-5} \cdot T$	$2823{\rm K}{<}T{<}3550{\rm K}{}$
Berechnet aus Literaturdaten für Molybdän aus [Cag04].		
Mo:	$\epsilon(T) = 0.310 + 7.7 \cdot 10^{-6} \cdot T$	$2896{\rm K}{<}T{<}5700{\rm K}{}$
Berechnet aus Literaturdaten für Rhenium aus [Cag04].		
Re:	$\epsilon(T) = 0.307 - 5.5 \cdot 10^{-6} \cdot T$	$3459{\rm K}{<}\ T{<}5370{\rm K}{}$

In Abbildung 5.31 fällt auf, dass die Werte für die Mo-Re-Legierung keinen großen Überlappungsbereich mit reinem Rhenium haben. Im Experiment war der Draht bei höheren Temperaturen nicht länger stabil und somit konnten über 3600 K keine Daten



Abbildung 5.30: Normaler spektraler Emissionsgrad des binären Systems Molybdän-Rhenium am Schmelzen in Abhängigkeit vom Mischungsverhältnis. Wert von Mo und Re aus [Cag04]

mehr aufgezeichnet werden. Aus dem Fit ergibt sich am Liquiduspunkt für Mo52Re47 $\epsilon_{684.5}(T_{liq}) = 0.38.$

5.3.8 Wolfram-Rhenium

Die in den Abbildungen eingetragenen Werte für die Reinmetalle Wolfram und Rhenium sind Literaturdaten aus [Sei01] und [Cag04]. Die Polynome für den Emissionsgrad sind dort in Abhängigkeit der Strahlungstemperatur angegeben und wurden mit der Wellenlänge des verwendeten Pyrometers auf wahre Temperatur umgerechnet. Die Messungen für die beiden Legierungen sind Mittelwerte aus 9 Messungen bei W74Re26 und aus 7 Messungen für W95Re5.

W74Re26:	$\epsilon(T) = 0.351 + 3.6 \cdot 10^{-6} \cdot T$	$3373\mathrm{K}{<}\ T{<}4500\mathrm{K}{}$
W95Re5:	$\epsilon(T) = 0.372 + 3.7 \cdot 10^{-6} \cdot T$	$3650{ m K}$
Berechnet au	ıs Literaturdaten für Wolfram aus [Sei01].	
W:	$\epsilon(T) = 0.432 - 8.1 \cdot 10^{-6} \cdot T$	$3683{ m K}< T < 5500{ m K}$
Berechnet aus Literaturdaten für Rhenium aus [Cag04].		
Re:	$\epsilon(T) = 0.309 - 5.8 \cdot 10^{-6} \cdot T$	$3458\mathrm{K}{<}\ T{<}4500\mathrm{K}{}$



Abbildung 5.31: Verlauf des normalen spektralen Emissionsgrades des binären Systems Molybdän - Rhenium im Flüssigen in Abhängigkeit von der wahren Temperatur. schwarz ... Molybdän ([Cag04]); rot ... Mo52Re47; grün ... Re ([Cag04]) Die Kreise markieren den Schmelzpunkt/Liquidus des Materials.

Abbildung 5.33 zeigt den Verlauf des Emissionsgrades in der flüssigen Phase. Während der Emissionsgrad der Reinmetalle mit zunehmender Temperatur absinkt, steigt er bei den legierten Drähten leicht an. Der aus dem Fit für den Schmelzpunkt bzw. die Liquidustemperatur extrapolierte Wert beträgt für W74Re26 $\epsilon_{684.5}(T_{liq}) = 0.37$ und für W95Re5 $\epsilon_{684.5}(T_{liq}) = 0.39$.


Abbildung 5.32: Normaler spektraler Emissionsgrad des binären Systems Wolfram-Rhenium am Schmelzen. Wert von W aus [Sei01]; Wert von Re aus [Cag04]



Abbildung 5.33: Verlauf des normalen spektralen Emissionsgrades des binären Systems Wolfram - Rhenium im Flüssigen in Abhängigkeit von der wahren Temperatur. schwarz ... Wolfram ([Sei01]); rot ... W95Re5; blau ... W74Re26; grün ... Re ([Cag04]) Die Kreise markieren den Schmelzpunkt/Liquidus des Materials.

6 Unsicherheitsanalyse nach GUM

Der Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, kurz GUM [DIN95], ist ein international anerkannter Leitfaden zur Analyse und Berechnung von Unsicherheiten. Der GUM stellt ein klar vorgegebenes Auswerteverfahren bereit, nach dem mit den genauen Kenntnissen über die Eingangsgrößen das Messergebnis und die beigeordnete Messunsicherheit berechnet werden können. Grundlage für diese Berechnungen ist das Modell der Auswertung, eine klare mathematische Darstellung über die Zusammenhänge der einzelnen Eingangsgrößen.

Das Modell der Auswertung beschreibt den genauen Weg, wie aus der Anzeige der für die Messung relevanten Größen und den Kenntnissen über diese der beste Schätzwert dieser Messung zu errechnen ist. Diese Kenntnisse sind meist durch Bereiche gegeben, in denen ein Wert aber nicht immer die gleiche Chance auf Realisierung hat. Die mathematische Formulierung dafür sind Wahrscheinlichkeitsverteilungen, die in der Messtechnik oft als Rechteckverteilungen auftreten. Der beste Schätzwert x einer solchen Verteilung ist deren Erwartungswert E[X]. Die Standardabweichung ergibt sich aus der positiven Quadratwurzel der Varianz und ist ein Maß für die Streuung der Werte einer Zufallsgröße.

$$x = \mathbf{E}[X] \tag{6.1}$$

$$u(x) = \sqrt{\operatorname{Var}[X]} \tag{6.2}$$

Die dem Schätzwert x beigeordnete Standardmessunsicherheit wird mit u(x) bezeichnet.

Die am häufigsten auftretenden Verteilungen sind in Tabelle 6.1 zusammengefasst. Bei den in dieser Arbeit beschriebenen Messungen sind allen Größen rechteckförmige Unsicherheitsintervalle zuzuordnen, die aus den zugehörigen Kalibrationsscheinen oder Datenblättern im Anhang B entnommen werden können.

Das zu Grunde liegende Modell $(y = f(x_1, x_2, ..., x_N))$, das auch aus mehreren Gleichungen bestehen kann, verknüpft die Ergebnisgrößen y mit den Eingangsgrößen x_N und Tabelle 6.1: Parameter von häufig benötigten Verteilungen.

- x ... Bester Schätzwert
- u(x) ... Standard messunsicherheit
- $k_{0.95}$... Erweiterunsfaktor für eine Überdeckungswahrscheinlichkeit von 95%
- σ ... Standardabweichung
 - $\mu \quad \dots \quad Mittelwert$

Bezeichnung	Parameter	x	u(x)	$k_{0.95}$
Rechteckverteilung $2\Delta a$ $a x a_+$ σ	Halbweite $\Delta a = \frac{a_{+} - a_{-}}{2}$	$\Delta a = \frac{a_{+} - a_{-}}{2}$	$\frac{\Delta a}{\sqrt{3}}$	1.65
Trapezverteilung $2 \Delta a_1 - \Delta a_2 $ $2(\Delta a_1 + \Delta a_2)$ σ	Halbweite $\Delta a = \Delta a_1 + \Delta a_2$ Formfaktor $\beta = \frac{ \Delta a_1 - \Delta a_2 }{\Delta a_1 + \Delta a_2}$	$x = x_1 \pm x_2$	$\frac{\Delta a}{\sqrt{6}} \cdot \sqrt{1+\beta^2}$	$1.91 \cdot \sqrt{1-\beta^2}$
Normalverteilung 2σ σ μ	σ, μ	μ	σ	2

führt die Verteilungen der Eingangsgrößen in eine Verteilung der Ergebnisgrößen über. Dabei ist grundsätzlich zu beachten, ob die Eingangsgrößen voneinander unabhängig oder voneinander abhängig, das heißt korreliert sind.

Im unkorrelierten Fall erhält man durch Kombinieren der Standardunsicherheiten der x_N die Standardunsicherheit $u_c(y)$ zum Schätzwert y.

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i}\right) u^2(x_i)$$
(6.3)

Dieses $u_c(y)$ kennzeichnet die Streuung der Werte, die der errechneten Größe Y mit dem vorhandenen Wissen über alle Eingangsgrößen und Randbedingungen zugeordnet werden kann. Der Unsicherheitsbeitrag der Eingangsgrößen ist im GUM definiert als das Produkt

$$u_i(y) = c_i \cdot u(x_i) \tag{6.4}$$

mit den Empfindlichkeitskoeffizienten¹ c_i , die beschreiben, wie der Ausgangsschätzwert

¹auch Sensitivitätskoeffizienten genannt

y bei einer Veränderung der Eingangsschätzwerte $x_1, x_2, ..., x_N$ variiert.

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i} \tag{6.5}$$

Für den Vergleich von Messwerten ist es üblich, einen Bereich anzugeben, in dem sich ein hoher Anteil der Werte befindet. Dazu wird die erweiterte Messunsicherheit U eingeführt, die als das Produkt der kombinierten Standardmessunsicherheit $u_c(y)$ mit dem Erweiterungsfaktor k definiert ist.

$$U = k \cdot u_c(y) \tag{6.6}$$

Der Faktor wird so gewählt, dass der mit einer Überdeckungswahrscheinlickeit P bezifferte Anteil enthalten ist. Fließen in die Unsicherheitsanalyse mehrere Faktoren ein, sodass eine glockenförmige Verteilung der Werte der Messgröße ausreichend gut realisiert ist, besitzt der Erweiterungsfaktor den Wert k = 2. Das entspricht einer Überdeckungswahrscheinlichkeit von P = 95%. Dominieren die Unsicherheitsbeiträge von nur ein oder zwei Einflüssen, kann eine Faltung der Verteilungen auf analytischem Weg zu einem anderen Wert für k führen (siehe dazu auch Tabelle 6.1).

7 Unsicherheitsanalyse zum Pulsheizkreis

7.1 Allgemeines

Für jedes Probenmaterial wurde eine Messung wahllos herausgegriffen, um dafür eine Unsicherheitsanalyse durchzuführen. Die Bezeichnung der Messung aus dem Laborbuch und die zugehörigen Parameter für die Messkarte sowie das eingesetzte Pyrometer sind in Tabelle 7.1 eingetragen. Verwendet wurden außerdem die von der Messsoftware abgespeicherten Rohdaten im ASCII-Format und bei der Korrektur der Spannung zusätzlich einige Werte, die bei der Auswertung in einem Logfile abgelegt werden.

Bei allen Abbildungen, die nicht als Funktion der Temperatur dargestellt sind, ist jenes Intervall, wo eine Temperatur zugeordnet werden kann, mit zwei vertikalen gestrichelten Linien markiert. Im Bereich links davon ist das Pyrometer noch nicht empfindlich genug, rechts davon ist die Diode bereits übersteuert.

Tabelle 7.1: Einstellungen der Messkarten für eine typische Datenmessung de	r unterschied-
lichen Probenmaterialien.	
Kanal Reihenfolge der Belegung: Spannung U_h , Spannung U_c ,	
Stromsignal U_I , Pyrometersignal U_T	

Material	Filename	Pyrometer	ter Kanal 1-4	
Ag72Cu28	ac1504c	ohne	$\pm 1, \pm 1, \pm 5, \pm 0.1$ V	
Au82Ni18	an2101d	$1570\mathrm{nm}$	$\pm 2, \pm 1, \pm 2, \pm 5$ V	
Cu55Ni45	c55277c	$1570\mathrm{nm}$	$\pm 2, \pm 1, \pm 2, \pm 5$ V	
Ni55Ti45	nit0911e	$1570\mathrm{nm}$	$\pm 2, \pm 1, \pm 2, \pm 5$ V	
Ti-6Al-4V	tiv2510a	$650\mathrm{nm}$	$\pm 2, \pm 2, \pm 5, \pm 0.1$ V	
Mo52Re47	mr1301a	$650\mathrm{nm}$	$\pm 2, \pm 2, \pm 2, \pm 1$ V	
W74Re26	wr26217f	$650\mathrm{nm}$	$\pm 2, \pm 2, \pm 2, \pm 1$ V	
W95Re5	w5r1607c	$650\mathrm{nm}$	$\pm 2, \pm 2, \pm 2, \pm 1$ V	
W	w2804c	$650\mathrm{nm}$	$\pm 5, \pm 2, \pm 2, \pm 1$ V	

Ausgehend vom Modell der Auswertung werden die jeweils zugehörigen Einflussparameter beschrieben und danach die Ergebnisse in grafischer Form für alle Materialen angegeben. Die angegebenen Abweichungen der Eingangsgrößen sind immer als mögliche Abweichungen zu verstehen. Auf die detaillierte Auflistung aller Ableitungen, welche für die Berechnung der Sensitivitätskoeffizienten notwendig waren, wird verzichtet.

7.1.1 Software

Die Analysen wurden parallel mit zwei Programmen durchgeführt. Es konnte das Programm *GUM Workbench*¹ der Firma Metrodata² zugekauft werden, das die Analyse der Messunsicherheit nach den im GUM gegebenen Richtlinien sicherstellt, zumindest was den mathematischen Ablauf betrifft. Diese Software wurde durch die zuständigen Stellen der *Physikalisch-Technische Bundesanstalt* (PTB - www.ptb.de) zertifiziert und als GUM-konform anerkannt.

In dieser vorgegebenen Oberfläche ist die Analyse aber immer nur für einen Messpunkt möglich. Bei zeitaufgelösten Ergebnisdaten wie in unserem Fall wäre eine Berechnung für alle Messpunkte damit nicht zu bewältigen. Aus diesem Grund wurden alle Funktionen und Rechenvorgänge auch im Programmpaket *ORIGIN*³, unter Verwendung der Skriptsprache Labtalk, nachgebildet. Die Ergebnisse wurden bei jeweils mindestens 10 Einzelpunkten miteinander verglichen, wobei alle Resultate bis auf die letzte verfügbare Nachkommastelle verifiziert werden konnten.

Damit wurde realisiert, dass für jeden Messpunkt eine Unsicherheitsanalyse durchgeführt und in grafischer Form dargestellt werden kann.

Im weiteren Verlauf werden Ergebnisse beider Programmpakete präsentiert, je nachdem, ob nur einzelne Messpunkte oder aber zeitaufgelöste Daten zu analysiert waren.

7.1.2 Daten der Messkarten

Für die Datenerfassung sind zwei baugleiche Messkarten mit der Bezeichnung T1012 mit jeweils zwei voneinander unabhängigen Kanälen in einem PC eingebaut und werden gemeinsam über eine Software getriggert und ausgelesen. Die Kanäle sind typischerweise in folgender Reihenfolge belegt: Spannungssignal U_h , Spannungssignal U_c , Signal der Stromsonde, Temperatursignal.

Dabei kann der Bereichsendwert in mehreren Stufen für jeden Kanal separat gewählt werden, um eine optimale Anpassung an das Messsignal zu erreichen. Der Unsicherheits-

¹ in der Version 1.3.6 142 Win32

 $^{^2}$ www.metrodata.de

 $^{^{3}\}mathrm{In}\ \mathrm{der}\ \mathrm{Version}\ 7.0552\ \mathrm{SR4}$ - www.originlab.com



Abbildung 7.1: Übersicht der in die Unsicherheitsanalyse einbezogenen Einflüsse als Mindmap.

beitrag setzt sich aus zwei Teilen zusammen:

1. Beitrag der Analog-Digital-Wandlung

Für die Spannungsmessung ist im Datenblatt eine Spannungsmessgenauigkeit mit einer maximalen Abweichung von $\pm 0.4\%$ vom Bereichsendwert angegeben. Wie bei allen Bereichsangabe entspricht die Verteilung einer Rechteckform und ist gemäß Tabelle 6.1 bei der Bestimmung der entsprechenden Standardmessunsicherheit berücksicht.

2. Beitrag durch die begrenzte digitale Auflösung

Bei der im Datenblatt angegebenen Auflösung von 12 Bit ist zu berücksichtigen, dass dabei 1 Bit für das Vorzeichen und nur 11 Bit für den Wert reserviert sind. Diese Tatsache wird zwar bei der Angabe der Empfindlichkeit berücksichtigt, ist aber ansonsten verwirrend und kann bei oberflächlicher Betrachtung zu Fehleinschätzungen führen.

Eine Zusammenfassung der in dieser Analyse verwendeten Zahlenwerte für die Messkarten gibt Tabelle 7.2.

Messbereich	Δ		
Unsicherheit	durch die DA-Wandlung (S	Spannungsmessung	
$\pm 100 \mathrm{mV}$	$\pm 0.4\mathrm{mV}$		
$\pm 200\mathrm{mV}$	$\pm 0.8\mathrm{mV}$		
$\pm 500 \mathrm{mV}$	$\pm 2\mathrm{mV}$		
$\pm 1\mathrm{V}$	$\pm 4\mathrm{mV}$		
$\pm 2\mathrm{V}$	$\pm 8\mathrm{mV}$		
$\pm 5\mathrm{V}$	$\pm 20\mathrm{mV}$		
Unsicherheit	durch die digitale Auflösur	ıg	
$\pm 100 \mathrm{mV}$	$\pm 0.0244\mathrm{mV}$		
$\pm 200 \mathrm{mV}$	$\pm 0.0488\mathrm{mV}$		
$\pm 500 \mathrm{mV}$	$\pm 0.1221\mathrm{mV}$		

Tabelle 7.2: Messbereiche und Unsicherheiten der Messkarte zur Bestimmung der Spannungen U_h und U_c , des Stromes und der Temperatur.

7.1.3 Unsicherheiten der Literaturwerte

 $\pm 0.2441\,\mathrm{mV}$

 $\pm 0.4883 \,\mathrm{mV}$

 $\pm 1.2207 \,\mathrm{mV}$

 $\pm 1 \,\mathrm{V}$

 $\pm 2\,\mathrm{V}$

 $\pm 5\,\mathrm{V}$

Bei der Kalibration des Pyrometers wurde die in Kapitel 2.3.1 beschriebene indirekte Methode verwendet. Dabei muss die Temperatur des Schmelzpunktes bzw. müssen die Solidus- und Liquidustemperatur aus anderen Experimenten oder der Literatur bekannt sein. Da sehr oft eine entsprechende Angabe zur Zuverlässigkeit des Wertes fehlt, wird bei allen gemessenen Materialien ein Bereich von ± 10 K angenommen. Darin ist auch die Unsicherheit durch Ablesen der Temperaturen aus Phasendiagrammen enthalten.

Bei der zur Berechnung benötigten Planck'schen Konstante c_2 wird die letzte Stelle als unsicher angenommen ($\Delta c = \pm 10^{-7}$).

Auch für die zur Bestimmung der spezifischen Enthalpie notwendigen Dichte muss in den meisten Fällen eine Abschätzung getroffen werden. Dabei wird ein Toleranzbereich von $\Delta D = \pm 100 \,\mathrm{kg} \cdot \mathrm{m}^{-3}$ festgesetzt.

7.2 Unsicherheitsbudget zur Temperaturmessung

Für die Temperaturmessung wurden die Auswertefunktionen (2.6) bis (2.9) bereits auf Seite 9 vorgestellt. Unter Berücksichtigung aller Unsicherheitsbeiträge wurden diese Gleichungen für die hier vorgestellten Berechnungen entsprechend erweitert und teils aus Gründen der Übersichtlichkeit und teils aus mathematischer Notwendigkeit in mehrere Gleichungen aufgeteilt, die im Folgenden angeführt sind.

$$T = T_{Ind} + \Delta T_{\lambda-eff,Ind} + \Delta T_{Skin,Ind} + \Delta T_{Ausr,Ind}$$
(7.1)

$$T_{Ind} = \frac{c_2}{\lambda \cdot \ln\left(\frac{K_{In}}{U_{T,In}} + 1\right)}$$

$$K_{In} = K_{Ind} \cdot \Delta K_{Ind}$$

$$K_{Ind} = U_{T_m,In} \cdot \left(exp\left(\frac{c_2}{\lambda \cdot T_{m,In}}\right)\right)$$

$$T_{m,In} = T_{m,Ind} + \Delta T_{m,Ind}$$

$$U_{T_m,In} = U_{T_m,Ind} + \Delta U_{T_m,Ind} + \delta U_{T_m,Ind}$$

$$U_{T,In} = U_{T,Ind} + \Delta U_{T,Ind} + \delta U_{T,Ind}$$

IndexIn	 Kennzeichnung einer Zwischenlösung
IndexInd	 Angezeigter Wert
$\Delta T_{\lambda-eff,Ind}$	 Abweichung durch die effektive Wellenlänge (siehe auch Kapitel $7.2.1$)
$\Delta T_{Skin,Ind}$	 Abweichung durch den Skineffekt
$\Delta T_{Ausr,Ind}$	 Abweichung durch die Ausrichtung des Pyrometers
ΔK_{Ind}	 Abweichung durch die Temperaturabhängigkeit des Kalibrationsfaktors
$\Delta T_{m,Ind}$	 Abweichung durch die Unsicherheit des Schmelzpunktes
$U_{T_{(m)},Ind}$	 Angezeigter Messwert der Messkarte (am Schmelzpunkt - SP)
$\Delta U_{T_{(m)},Ind}$	 Abweichung durch die Messkarte (am SP)
$\delta U_{T_{(m)},Ind}$	 Abweichung durch die begrenzte Auflösung der Messkarte (am SP)

7.2.1 Einflussparameter

Folgende Einflussparameter wurden bei der Analyse berücksichtigt:

• Effektive Wellenlänge

Das Konzept der effektiven Wellenlänge berücksichtigt, dass das Interferenzfilter im Pyrometer eine endliche Bandbreite aufweist. Aus dieser Transmissionskurve folgt, dass das Maximum der Strahldichte nicht mit der Zentrumswellenlänge des Filters übereinstimmen muss. Diese Verschiebung führt zu einer möglichen Abweichung, die von Cagran [Cag04] für unser Pyrometer bei 650 nm mit 0.648% und für eine Wellenlänge von 1570 nm mit 0.024% (mit einem Erweiterungsfaktor von k=2) ermittelt wurde.

• Skineffekt

In der gleichen Arbeit wurde neben dem Einfluss der effektiven Wellenlänge auch noch die Verfälschung der Oberflächentemperatur durch den Skineffekt behandelt. Der berechnete Temperaturunterschied zwischen Rand und Mitte des Drahtes ist materialabhängig und variiert von 7 K bei Rhenium bis zu 25 K für Kupfer. Bei dieser Analyse wird für den Einfluss des Skineffekts einheitlich eine mittlere mögliche Temperaturabweichung der Probenoberfläche vom Rest des Drahtes mit 15 K festgesetzt.

• Ausrichtung des Pyrometers

Das Pyrometer wird bei der Messung mit Hilfe eines Mikroskops mit integrierter Skala auf den typischerweise 0.5 mm dicken Draht justiert. Bei einer Messreihe zur Ermittlung des Einflusses einer kleinen seitlichen Verschiebung konnte keine Abweichung der Signalspannung beobachtet werden, die mehr als 3K entspricht. Dieser Wert geht auch in diese Berechnung ein.

• Temperaturabhängigkeit der Kalibrationskonstanten

Die Temperaturabhängigkeit der Kalibrationskonstanten kann bei der Messung am schwarzen Körper bestimmt werden. Für Temperaturen über der Höchsttemperatur des schwarzen Strahlers wird die planckförmige Fitkurve extrapoliert, die das Spannungssignal des Pyrometers in Abhängigkeit von der Temperatur beschreibt. Bei einer Kalibration des Pyrometers mit 1570 nm übersteigt die Änderung der Konstanten in einem Temperaturintervall von 1500 K nicht die 8%-Grenze. Da aber der Bereich der flüssigen Phase bei fast allen Proben weniger als 1500 K beträgt, ist dieser Wert eine obere Abschätzung.

Es bleibt aber zu bedenken, dass diese Abhängigkeit vom Pyrometer und auch vom verwendeten Neutraldichtefilter abhängt. Diese möglichen Einflüsse wurden nicht im Detail berücksichtigt.

Da bei allen Messungen der Unsicherheitsbeitrag durch die Messkarte bei der Bestimmung der Kalibrationskonstanten unter dem Wert des Einflusses der Temperaturabhängigkeit lag, wurde für diese Unsicherheit einheitlich ein Bereich von $\pm 8\%$ festgesetzt.

• Messkarte

Für den Beitrag der Messkarte ist der gewählte Anzeigebereich ausschlaggebend. Dieser ist in Tabelle 7.1 als Kanal 4 (U_T) für alle Materialien aufgelistet. In Tabelle 7.2 ist der entsprechende Toleranzbereich der Messkarte angeführt.

• Unsicherheit der Literaturwerte für die Schmelztemperatur Diese Beiträge sind bereits in 7.1.3 erläutert ($\Delta T = \pm 10$ K).

7.2.2 Analyse zu den Messungen

In diesem Abschnitt folgen die grafischen Ergebnisse der obigen Überlegungen für die in Tabelle 7.1 aufgelisteten Metalle. Alle in den Legenden bezeichnete Kurven, die nicht in der Grafik ersichtlich sind, fallen mit den Linien nahe der Nulllinie zusammen und sind in dieser Skalierung nicht aufzulösen.

Die jeweils erste Grafik zeigt die erweiterte und bezogene erweiterte Messunsicherheit der Temperatur in Abhängigkeit von der Zeit. Bei zu niedrigen Probentemperaturen ist das Pyrometer noch nicht sensitiv und zeigt nur Rauschen, das nicht dargestellt ist. Das erklärt auch, warum die Zeitskala der Abbildungen zu unterschiedlichen Zeiten beginnt, obwohl der Triggerimpuls zum Starten immer bei 200 µs ausgelöst wird. Bei sehr niedrigen Signalwerten ist das Rauschen, wie beispielsweise in Abbildung 7.14, deutlich zu erkennen. Bei der Darstellung als Funktion der Temperatur erhält man dadurch ebenfalls keine glatten Kurven mehr, wie in Abbildung 7.16 ersichtlich ist.

Die zweite Abbildung gibt Aufschluss darüber, wie hoch der prozentuelle Beitrag ist, den eine Einflussgröße zu einem bestimmten Zeitpunkt zur Gesamtunsicherheit liefert. Im Idealfall sind alle Beiträge gleich groß. Ist dies nicht der Fall, kann die Messung verbessert werden, indem die Genauigkeit bei der Messung jener Größe erhöht wird, die den größten Beitrag liefert.

In der dritten und vierten Abbildung sind die schon bekannten Werte in Abhängigkeit von der Temperatur aufgetragen. Bei allen Materialien ist dabei die Kalibrationskonstante K eine Haupteinflussgröße für die Unsicherheit der Temperaturmessung.



Abbildung 7.2: Au82Ni18: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Temperatur in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.3: Au82Ni18: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.4: Au82Ni18: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Temperatur in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.5: Au82Ni18: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.6: Cu55Ni45: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Temperatur in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.7: Cu55Ni45: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.8: Cu55Ni45: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Temperatur in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.9: Cu55Ni45: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.10: Ni55Ti45: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Temperatur in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.11: Ni55Ti45: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.12: Ni55Ti45: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Temperatur in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.13: Ni55Ti45: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.14: Ti-6Al-4V: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Temperatur in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.15: Ti-6Al-4V: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.16: Ti-6Al-4V: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Temperatur in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.17: Ti-6Al-4V: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.18: Mo52Re47: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Temperatur in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.19: Mo52Re47: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.20: Mo52Re47: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Temperatur in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.21: Mo52Re47: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.22: W74Re26: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Temperatur in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.23: W74Re26: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.24: W74Re26: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Temperatur in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.25: W74Re26: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.26: W95Re5: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Temperatur in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.27: W95Re5: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.28: W95Re5: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Temperatur in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.29: W95Re5: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.30: Wolfram: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Temperatur in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.31: Wolfram: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.32: Wolfram: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Temperatur in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.33: Wolfram: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei Darstellung als Funktion der Temperatur.

7.3 Unsicherheitsbudget zur Strommessung

Die für die Strommessung verwendete Sonde wurde zusammen mit dem Spannungsteiler und allen Kabeln, inklusive dem 50- Ω -Abschlusswiderstand, von der Herstellerfirma Pearson Electronics kalibriert. Der Kalibrierschein ist im Anhang nachzulesen.

Der Spannungsteiler hat ein nominelles Teilungsverhältnis von 60:1; zusammen mit der Teilung durch den Abschlusswiderstand ergibt sich ein Faktor von 120. Bei der Kalibration wurde eine Abweichung des zum Strom proportionalen Spannungssignals von $0.025 \text{ V} \cdot \text{A}^{-1}$ um -1.4% mit einer Unsicherheit von 0.1% festgestellt. Der damit korrigierte Kalibrationsfaktor KF ist somit $KF = 0.02465 \text{ V} \cdot \text{A}^{-1}$ mit einer erweitereten Unsicherheit von 0.1% Dies führt zu folgendem Auswertemodell:

$$I_{In} = \frac{N}{KF_{Ind}} \cdot U_{I,In} \tag{7.2}$$

$$U_{I,In} = U_{I,Ind} + \Delta U_{I,Ind} + \delta U_{I,Ind}$$
(7.3)

N ... Nominalwert des Spannungsteilers, N = 120 KF_{Ind} ... Kalibrationsfaktor, $KF = 0.02465 \text{ V} \cdot \text{A}^{-1} \pm 0.1\%$ $\Delta U_{I,Ind}$... Abweichung durch die Spannungsmessung in der Messkarte $\delta U_{I,Ind}$... Abweichung durch die begrenzte Auflösung der Messkarte

7.3.1 Analyse zu den Messungen

Die Haupteinflussgröße bei der Strommessung ist in jedem Fall die Unsicherheit der Spannungsmessung in der Messkarte (rote Kurve). Die bezogene Unsicherheit wird mit steigendem Signal immer geringer, da ja für die Karte ein konstanter Unsicherheitsbereich angegeben wird, der von der Wahl des Messbereiches abhängt. Bei allen Materialien mit einer Bereichswahl von ± 2 V auf der Messkarte sind bei den Experimenten in der Mitte des Intervalls, in dem eine Temperatur zugeordnet werden kann, Ströme zwischen 7400 A bei Cu55Ni45 und 8600 A bei Mo52Re47 geflossen. Die zugehörigen Unsicherheiten sind alle unter 1% und den folgenden Abbildungen 7.36 bis 7.51 zu entnehmen.

Der Einfluss der unterschiedlichen Beiträge zur Gesamtunsicherheit ist wieder in der zweiten Abbildung für jedes Material aufgetragen. Der Anteil, der durch die digitale Auflösung bedingt wird, ist grün und liegt immer nahe der Nulllinie.



Abbildung 7.34: Ag72Cu28: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Stromes in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.35: Ag72Cu28: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Stromes bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.36: Au82Ni18: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Stromes in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.37: Au82Ni18: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Stromes bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.38: Cu55Ni45: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Stromes in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.39: Cu55Ni45: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Stromes bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.40: Ni55Ti45: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Stromes in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.41: Ni55Ti45: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Stromes bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.42: Ti-6Al-4V: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Stromes in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.43: Ti-6Al-4V: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Stromes bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.44: Mo52Re47: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Stromes in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.45: Mo52Re47: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Stromes bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.46: W74Re26: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Stromes in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.47: W74Re26: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Stromes bei Darstellung als Funktion der Zeit.


Abbildung 7.48: W95Re5: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Stromes in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.49: W95Re5: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Stromes bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.50: Wolfram: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Stromes in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.51: Wolfram: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Stromes bei Darstellung als Funktion der Zeit.

7.4 Unsicherheitsbudget zur Spannungsmessung

Mit der ersten Messkarte werden auf Kanal eins und zwei die beiden Potentialunterschiede zwischen der jeweiligen Spannungsschneide und dem gemeinsamen Nullpotential, der Erdung, gemessen. Dabei ist eine unabhängige Wahl der Messbereiche möglich und notwendig. Zwei unterschiedlich ausgelegte Spannungsteiler reduzieren das Messsignal auf einen für die Karte erlaubten Eingangspegel.

7.4.1 Kalibration der Spannungsteiler

An die ohmschen Spannungsteiler wird eine Eingangsspannung von 0.5 V bis maximal 2 V angelegt und an einem der Widerstände die resultierende geteilte Spannung mit der Messkarte bestimmt, siehe auch Abbildung 7.52. Nach dem ohmschen Gesetz bilden die sieben gleichverteilten Messwerte die Stützpunkte einer linearen Geraden.





 $R_1 - R_N \dots$ ohmsche Widerstände; $V_{IN} \dots$ Messung der Eingangsspannung mit einem Digitalvoltmeter (Datenblatt siehe Anhang); $V_{OUT} \dots$ Messung der geteilten Spannung mit der Messkarte

Mit einer Ausgleichsrechnung⁴ erhält man für die Steigung der Geraden, die dem Teilungsfaktor der Anordnung entspricht, die Werte N_{U_h} und N_{U_c} . Man beachte, dass der Abschlusswiderstand am Ende der Signalleitung, gleich wie bei der Strommessung, eine Teilung um den Faktor zwei verursacht. Diese ist aber durch die direkte Messung mit der Messkarte bei den angeführten Werten bereits enthalten.

> $N_{U_h} = 1036.8 \pm 1.7$ $N_{U_c} = 309.2 \pm 0.2$

⁴Nach einem Arbeitsdokument von Dr. Kessel zur GUM-konformen Berechnung von Ausgleichsgeraden [Kes04a]

Die Differenz der beiden Messwerte ergibt den unkorrigierten Spannungssabfall zwischen den Spannungsschneiden mit folgender Modellgleichung:

$$U_{uncorr} = N_{U_h} \cdot (U_{h,Ind} + \Delta U_{h,Ind} + \delta U_{h,Ind}) - N_{U_c} \cdot (U_{c,Ind} + \Delta U_{c,Ind} + \delta U_{c,Ind})$$
(7.4)

 N_{U_h}, N_{U_c} ... Durch Kalibration ermittelte Werte der Spannungsteiler $U_{h,Ind}, U_{c,Ind}$... Wert der Anzeigen der Messkarte ΔU ... Abweichung durch die Spannungsmessung in der Messkarte δU ... Abweichung durch die begrenzte Auflösung der Messkarte

7.4.2 Spannungskorrektur

Die Spannungskorrektur ist notwendig, weil bei so großen Stromgradienten die Eigeninduktivität der Probe nicht vernachlässigbar ist. Wie schon in Kapitel 2.3.3 angemerkt, ist nur der Term L_2 aus Gleichung (2.12) zu berücksichtigen. Eine Unsicherheitsanalyse zeigt die Einflüsse im Detail.

In den Modellfunktionen, Gleichung (2.13) bis (2.15), sind die Durchmesser zwei und drei mit dem Index In zu versehen und folgende Gleichungen zu ergänzen:

$$d_{2,In} = d_{2,Ind} + \Delta d_{2,Ind} + \delta d_{2,Ind} - \delta d_{2,Ind0}$$
(7.5)

$$d_{3,In} = d_{3,Ind} + \Delta d_{3,Ind} + \delta d_{3,Ind} - \delta d_{3,Ind0}$$
(7.6)

$d_{N,Ind}$	 Angezeigte Messwerte für die Durchmesser
$\Delta d_{N,Ind}$	 Abweichung der Skala der Schieblehre von der Norm
$\delta d_{N,Ind}$	 Abweichung durch die begrenzte Auflösung der Skala am Messpunkt
$\delta d_{N,Ind0}$	 Abweichung durch die begrenzte Auflösung der Skala in Nullstellung

Für die Vermessung der Probenkammer wurde eine Schieblehre verwendet. Der Drahtdurchmesser wurde mittels Lasermikrometer mit einer erweiterten Messunsicherheit von 2 µm ermittelt. Nähere Angaben zur Durchmesserbestimmung erfolgen in Kapitel 7.6. Nach der Implementierung aller gegebenen Gleichungen im Programmpaket GUM-Workbench erhält man das Messunsicherheits-Budget. Die Berechnung wurde normiert auf die Drahtlänge l = 1 durchgeführt.

Tabelle 7.3: Messunsicherheits-Budget zu den Beiträgen zur Induktivität.
 Beachte, dass alle Unsicherheiten als Bereich (= Rechteckverteilung) angegeben und gemäß Tabelle 6.1 in Standardmessunsicherheiten umgerechnet wurden.

Größe	Wert	StdMess-	Freiheits-	Sensitivitäts-	Unsicher-	Index
		unsicherheit	grad	koeffizient	heitsbeitrag	
L_1	$50.01400 \cdot 10^{-9}$	$1.44 \cdot 10^{-12}$	unendlich			
L_2	$1.140756 \cdot 10^{-6}$	$811 \cdot 10^{-12}$	unendlich			
L_3	$13.2872 \cdot 10^{-9}$	$68.7 \cdot 10^{-12}$	unendlich			
μ_0	$1.256637 \cdot 10^{-6}$					
μ_r	1.00028	$28.9 \cdot 10^{-6}$	unendlich	50.10^{-9}	$1.4 \cdot 10^{-12}$	0.0%
l_{In}	1.0					
π	3.141592653					
$d_{1,Ind}$	0.500	$2.89 \cdot 10^{-3}$	unendlich	$-400 \cdot 10^{-9}$	$-1.2 \cdot 10^{-9}$	96.2%
$d_{2,Ind}$	150.0					
$\Delta d_{2,Ind}$	0.0	0.0577	unendlich	$810 \cdot 10^{-12}$	$46 \cdot 10^{-12}$	1.0%
$\delta d_{2,Ind}$	0.0	0.0577	unendlich	$810 \cdot 10^{-12}$	$46 \cdot 10^{-12}$	1.0%
$\delta d_{2,Ind0}$	0.0	0.0577	unendlich	$-810 \cdot 10^{-12}$	$-46 \cdot 10^{-12}$	1.0%
$d_{3,Ind}$	180.0					
$\Delta d_{3,Ind}$	0.0	0.0577	unendlich	$440 \cdot 10^{-12}$	$25 \cdot 10^{-12}$	0.3%
$\delta d_{3,Ind}$	0.0	0.0577	unendlich	$440 \cdot 10^{-12}$	$25 \cdot 10^{-12}$	0.3%
$\delta d_{3,Ind0}$	0.0	0.0577	unendlich	$-440 \cdot 10^{-12}$	$-25 \cdot 10^{-12}$	0.3%
L_S	$1.204058 \cdot 10^{-6}$	$471 \cdot 10^{-12}$	unendlich			

Die relative erweiterte Messunsicherheit beträgt gemäß den Daten in Tabelle 7.3, bei einem Erweiterungsfaktor von zwei, 0.078%.

Ausgehend von dieser Analyse ist leicht zu erkennen, dass nur der Term L_2 einen wesentlichen Beitrag zum Endergebnis liefert. Die Werte von L_1 und L_3 sind jeweils um den Faktor hundert kleiner. Auch die Unsicherheit betreffend ist nur der Drahtdurchmesser d_1 zu berücksichtigen und der geht wiederum nur in L_2 ein.

Nach der Einzelauswertung mehrerer Messungen mit GUM-Workbench wurde ersichtlich, dass die Unsicherheit der Größen $\frac{dI}{dt}\Big|_{t=0}$ und $U_P(t = 0)$ in Gleichung (2.17) weit unter 10% liegen, für die Änderung des Stromes mit der Zeit sogar bei $10^{-8} \text{ A} \cdot \text{s}^{-1}$. Um die weiteren Berechnungen zu vereinfachen, wurde $\frac{dI}{dt}$ als fehlerfrei angenommen und für die beiden anderen Größen großzügig eine Grenze mit 10% abgeschätzt.

Das Auswerteprogramm HOTWIRE speichert in einem Logfile die Werte von $\frac{dI}{dt}\Big|_{t=0}$ und L_P . Damit kann ohne eine nochmalige Berechnung einer Fitfunktion der benötigte Wert des Spannungssprunges durch die Induktivität des Drahtes mit Gleichung (2.16) berechnet werden.

Setzt man diesen Wert zusammen mit den oben abgeschätzten Unsicherheiten in der Modellgleichung (2.17) ein, erhält man den korrigierten Spannungsabfall an der Probe Die beiden Größen $U_P(t = 0)$ und $\frac{dI}{dt}$ sind dabei aber nicht unabhängig voneinander. Der für die Ablesung von $U_P(t = 0)$ benötigte Zeitpunkt t = 0 wird aus dem Fit der Stromkurve bestimmt. Durch den geringen Einfluss dieser Tatsache auf den Wert der korrigierten Spannung im Besonderen und der Spannungskorrektur zur Gesamtunsicherheit der Widerstands- und Enthalpiemessung im Allgemeinen wurde eine Berechnung der Korrelationskoeffizienten in diesem Fall unterlassen.

7.4.3 Analyse zu den Messungen

Bei der Spannungsmessung wird die Unsicherheit durch die Korrektur des induktiven Spannungssprunges nicht wesentlich beeinflusst. Die beiden Anteile der Korrektur, er unsicheren Wert für die Höhe des Spannungssprunges zu Beginn der Messung und der Beitrag des Stromanstieges $\Delta \frac{dI}{dt}$, sind dabei berücksichtigt. In allen Fällen stammt der größte Anteil in der Bilanz vom Kanal zur Messung von U_h .



Abbildung 7.53: Ag72Cu28: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Spannung in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.54: Ag72Cu28: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Spannung bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.55: Au82Ni18: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Spannung in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.56: Au82Ni18: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Spannung bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.57: Cu55Ni45: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Spannung in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.58: Cu55Ni45: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Spannung bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.59: Ni55Ti45: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Spannung in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.60: Ni55Ti45: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Spannung bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.61: Ti-6Al-4V: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Spannung in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.62: Ti-6Al-4V: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Spannung bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.63: Mo52Re47: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Spannung in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.64: Mo52Re47: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Spannung bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.65: W74Re26: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Spannung in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.66: W74Re26: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Spannung bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.67: W95Re5: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Spannung in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.68: W95Re5: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Spannung bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.69: Wolfram: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Spannung in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.70: Wolfram: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Spannung bei Darstellung als Funktion der Zeit.

7.5 Unsicherheitsbudget zur Längenmessung

Das Kathetometer für die Längenmessung hat eine Skalenteilung von 0.02 mm. Der Hauptbeitrag zur Unsicherheit entsteht aber aus der Ablesung am Ort der beiden Spannungsschneiden. Durch die Krümmung und Form der Schneide ist der Berührpunkt mit dem Draht nicht immer exakt zu erkennen und aus diesem Grund wird für die Ablesung ein Unsicherheitsintervall von 0.05 mm abgeschätzt.

Da die Länge als allein stehende Messung nicht relevant ist, sondern nur als Beitrag bei anderen Größen berücksichtigt werden muss, ist hier keine gesonderte Analyse angegeben.

7.6 Unsicherheitsbudget des Durchmessers

Für diese Berechnungen wurde die bisher verwendete Mikrometerschraube mit einer Auflösung von 0.01 mm mit dem in 2.3.5 erwähnten Lasermikrometer ersetzt. Gemäß den Angaben im Datenblatt misst das Gerät den Durchmesser mit einer erweiterten Unsicherheit von 0.5 µm. Da aber nur punktuelle Messungen am Messdraht durchgeführt werden und durch den Ziehvorgang oft ein leicht elliptischer Querschnitt der Drähte zu beobachten ist, wird das Intervall auf 2 µm festgesetzt.

Damit ist sichergestellt, dass auch materialbedingte Unebenheiten der Oberflächen nicht gesondert berücksichtigt werden müssen, sondern bereits in dem vergrößerten Unsicherheitsintervall enthalten sind. An jeder Probe werden über die Länge gleich verteilt mindestens 5 Messwerte bestimmt und der daraus berechnete arithmetische Mittelwert wird bei der Auswertung für den Durchmesser eingesetzt.

7.7 Spezifische Enthalpie

Die Unsicherheit der spezifische Enthalpie in Abhängigkeit von der Zeit wird aus den bereits errechneten Daten für den Spannungsabfall und den Strom durch die Probe bestimmt. Dazu ersetzt man das Integral in Gleichung (2.22) durch eine Summation über sehr kleine Zeitintervalle. Die Messdaten werden in einem Abstand von $\Delta t = 0.1 \,\mu s$ gespeichert⁵.

Die multiplikativ verknüpften Werte der jeweiligen Strom- und Spannungsmessung werden vom Beginn des Stromanstieges an, dem Startpunkt t = 0, bis maximal zum Zeitpunkt der Triggerung des Ignitons 2, wodurch das Experiment beendet wird, summiert.

 $^{^5 \}mathrm{Achtung}:$ Hier bezeichnet Δ ein Zeit
intervall und keinen Unsicherheitsbereich.

$$H_{S}(t) = \frac{H_{In}(t)}{m_{In}}$$

$$H_{In} = \sum_{t=0}^{t_{Ignitron 2}} U_{corr}(t) \cdot I_{In}(t) \cdot \Delta t$$

$$m_{In} = D \cdot \frac{\pi}{4} \cdot (\Delta d_{Ind} + \delta d_{Ind} - \delta d_{Ind}) \cdot l$$
(7.7)

- $H_S(t)$... spezifische Enthalpie in Abhängigkeit von der Zeit
 - H_{In} ... Enthalpie in Abhängigkeit von der Zeit
 - m_{In} ... Masse des aktiven Drahtstückes bei Raumtemperatur
 - D ... Dichte des Probenmaterials bei Raumtemperatur
 - d, l ... Durchmesser und Länge des Drahtes mit zugehörigen Unsicherheiten

Das Quadrat der Standardmessunsicherheit der spezifischen Enthalpie errechnet sich damit einfach aus der Summe der Quadrate der Unsicherheit der zuvor bestimmten einzelnen Produkte.

Für die Darstellung in Abhängigkeit von der Temperatur ist noch ein weiterer Einfluss zu berücksichtigen, die Unsicherheit der Temperaturmessung. Das gewählte Verfahren zur Abschätzung dieses Beitrages ist mit stark vergrößerten Unsicherheitsangaben in Abbildung 7.71 schematisch dargestellt.

Der Messwert der Temperatur (~1500 K) zum Zeitpunkt $t = 220.5 \,\mu$ s hat eine Unsicherheit, die für die jeweilige Berechnung aus den Abbildungen in Kapitel 7.2.2 entnommen werden muss. Diese wird, wie abgebildet, mit dem Temperaturverlauf in Abhängigkeit von der Zeit auf eine Unsicherheit der Zeit umgewälzt und beträgt in diesem Beispiel $\pm 0.5 \,\mu$ s. Wenn diese Unsicherheiten der Zeit nicht symmetrisch sind, wird der größere Wert der beiden für die weiteren Berechnungen abgelegt.

Die untere Hälfte der Abbildung zeigt den umgekehrten Weg mit der Kurve der Enthalpie in Abhängigkeit von der Zeit. Auch hier wird der größere der beiden Werte gewählt und geht als Unsicherheit der Temperatur in die Analyse für die spezifische Enthalpie ein.

Für diese Abschätzung wurde, wenn notwendig, zwischen aufeinander folgenden Datenpunkten der Messkurve linear interpoliert.



Abbildung 7.71: Skizze zur Bestimmung des Beitrags der Unsicherheit der Temperatur zur Unsicherheit der spez. Enthalpie.

7.7.1 Analyse zu den Messungen

In den zeitaufgelösten Darstellungen sinkt die bezogene Messunsicherheit von einem hohen Prozentsatz zu Beginn der Messung sehr rasch ab. Im markierten Bereich, in dem ein Temperatursignal zugeordnet werden kann, hat sich bei allen Materialien bereits ein konstanter Wert eingestellt. Für Ti-6Al-4V beträgt dieser 4%, ansonsten immer unter 2.2%. Verursacht werden diese Werte zu Beginn durch die Beiträge der Messkarten bei der Strom und Spannungsmessung. Im weiteren Verlauf steigt aber der Beitrag des Drahtdurchmessers und der Materialdichte stark an. Dabei ist zu bedenken, dass für die Abweichung der Dichte ein einheitlicher Betrag angenommen wurde, der bei sehr kleinen Dichten wie bei Ni55Ti45 zu einem großen Beitrag in der Analyse führt. Ansonsten dominiert bei allen Proben der Beitrag der Durchmesserbestimmung. In Ka-

pitel 7.8.1 wird deshalb darauf noch gesondert eingegangen.

Bei den temperaturabhängigen Grafiken steigt am Schmelzpunkt die Unsicherheit deutlich an, was aber anhand der Abbildung 7.71 leicht zu verstehen ist. Am Schmelzplateau resultiert aus einer geringen Unsicherheit in der Temperatur eine viel größere in der Zeit und damit in der Enthalpie. Auch das starke Rauschen entsteht so aus kleinen Unterschieden in der Steigung der Kurven. Erstmals ist dieser plötzliche Anstieg am Schmelzpunkt von Ni55Ti45 in Abbildungen 7.84 deutlich zu erkennen. In allen folgenden temperaturabhängigen Darstellungen zeigen die Kurven ein ähnliches Verhalten. In diesem Bereich zwischen Solidus- und Liquiduspunkt wird keine Aussage über die Unsicherheit getroffen.

Der Unsicherheitsbeitrag der Temperaturmessung geht als wichtiger Anteil in die Analyse von H(T) ein, wie die Darstellung der einzelnen Koeffizienten in den folgenden Abbildungen zeigt.



Abbildung 7.72: Ag72Cu28: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Enthalpie in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.73: Ag72Cu28: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.74: Au82Ni18: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Enthalpie in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.75: Au82Ni18: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.76: Au82Ni18: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Enthalpie in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.77: Au82Ni18: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.78: Cu55Ni45: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Enthalpie in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.79: Cu55Ni45: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.80: Cu55Ni45: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Enthalpie in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.81: Cu55Ni45: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.82: Ni55Ti45: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Enthalpie in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.83: Ni55Ti45: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.84: Ni55Ti45: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Enthalpie in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.85: Ni55Ti45: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.86: Ti-6Al-4V: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Enthalpie in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.87: Ti-6Al-4V: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.88: Ti-6Al-4V: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Enthalpie in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.89: Ti-6Al-4V: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.90: Mo52Re47: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Enthalpie in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.91: Mo52Re47: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.92: Mo52Re47: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Enthalpie in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.93: Mo52Re47: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.94: W74Re26: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Enthalpie in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.95: W74Re26: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.96: W74Re26: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Enthalpie in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.97: W74Re26: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.98: W95Re5: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Enthalpie in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.99: W95Re5: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.100: W95Re5: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Enthalpie in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.101: W95Re5: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.102: Wolfram: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Enthalpie in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.103: Wolfram: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.104: Wolfram: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit der Enthalpie in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.105: Wolfram: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei Darstellung als Funktion der Temperatur.
7.8 Spezifischer elektrischer Widerstand

Die Modellgleichung (2.26) für diese Auswertung ist bereits in Kapitel 2.4.3 angegeben. Da die Änderung des Durchmessers mit der Temperatur auf Grund einer notwendigen Reparatur derzeit nicht bestimmt werden kann, wurden in dieser Analyse nur Werte für den unkorrigierten Widerstand angegeben.

Ein möglicher Einfluss, der auch bei der Temperaturmessung berücksichtigt werden muss, ist der Skineffekt. Dieser führt zu einer Verkleinerung des wirksamen Leiterquerschnitts im Draht und damit zu einer möglichen Abweichung vom wahren Wert des spezifischen elektrischen Widerstands. Dieser Einfluss, der auch vom Probenmaterial abhängig ist, wurde eingehend von Lohöfer [Loh93] untersucht und er zeigt, dass für die in diesem Aufbau verwendete Geometrie der Beitrag zur Unsicherheit in den ersten 10^{-7} s exponentiell gegen null geht. Damit ist dieser Beitrag bei einer typischen Experimentdauer von $30-60\,\mu$ s schon von Beginn an vernachlässigbar und er wird aus diesem Grund auch nicht weiter mit einbezogen.

Bei der Darstellung in Abhängigkeit von der Temperatur und der Enthalpie wurden die jeweils zu berücksichtigenden Beiträge, wie bereits zuvor bei der Enthalpie, durch die in Abbildung 7.71 skizzierte Abschätzung ermittelt.

7.8.1 Analyse zu den Messungen

Die Messunsicherheit für den spezifischen elektrischen Widerstand ist im Folgenden in Abhängigkeit von der Zeit, von der spezifischen Enthalpie und von der Temperatur dargestellt. Die zugehörigen Abbildungen mit der Angabe der Beitragskoeffizienten geben grundlegenden Aufschluss darüber, aus welchen Anteilen sich die Gesamtunsicherheit zusammensetzt. Die zeitabhängige Darstellung lässt einen Vergleich mit den übrigen schon angeführten Messgrößen zu.

In der temperaturabhängigen Darstellung steigt die Unsicherheit im Schmelzintervall wieder stark an. Die Gründe dafür sind bereits im Kapitel 7.7.1 erläutert.



Abbildung 7.106: Ag72Cu28: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.107: Ag72Cu28: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.108: Ag72Cu28: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie.



Abbildung 7.109: Ag72Cu28: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der spezifischen Enthalpie.



Abbildung 7.110: Au82Ni18: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.111: Au82Ni18: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.112: Au82Ni18: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.113: Au82Ni18: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.114: Au82Ni18: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie.



Abbildung 7.115: Au82Ni18: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der spezifischen Enthalpie.



Abbildung 7.116: Cu55Ni45: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.117: Cu55Ni45: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.118: Cu55Ni45: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.119: Cu55Ni45: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.120: Cu55Ni45: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie.



Abbildung 7.121: Cu55Ni45: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der spezifischen Enthalpie.



Abbildung 7.122: Ni55Ti45: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.123: Ni55Ti45: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.124: Ni55Ti45: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.125: Ni55Ti45: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.126: Ni55Ti45: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie.



Abbildung 7.127: Ni55Ti45: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der spezifischen Enthalpie.



Abbildung 7.128: Ti-6Al-4V: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.129: Ti-6Al-4V: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.130: Ti-6Al-4V: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.131: Ti-6Al-4V: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.132: Ti-6Al-4V: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie.



Abbildung 7.133: Ti-6Al-4V: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der spezifischen Enthalpie.



Abbildung 7.134: Mo52Re47: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.135: Mo52Re47: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.136: Mo52Re47: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.137: Mo52Re47: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.138: Mo52Re47: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie.



Abbildung 7.139: Mo52Re47: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der spezifischen Enthalpie.



Abbildung 7.140: W74Re26: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.141: W74Re26: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.142: W74Re26: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.143: W74Re26: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.144: W74Re26: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie.



Abbildung 7.145: W74Re26: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der spezifischen Enthalpie.



Abbildung 7.146: W95Re5: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.147: W95Re5: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.148: W95Re5: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.149: W95Re5: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.150: W95Re5: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie.



Abbildung 7.151: W95Re5: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der spezifischen Enthalpie.



Abbildung 7.152: Wolfram: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der Zeit.



Abbildung 7.153: Wolfram: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der Zeit.



Abbildung 7.154: Wolfram: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der Temperatur.



Abbildung 7.155: Wolfram: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der Temperatur.



Abbildung 7.156: Wolfram: Erweiterte und bezogene erweiterte Unsicherheit des Widerstands in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie.



Abbildung 7.157: Wolfram: Beitragskoeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei Darstellung als Funktion der spezifischen Enthalpie.

Einfluss des Durchmessers

Eine zuverlässige Messung des Drahtdurchmessers ist ausschlaggebend für die erreichbare Messunsicherheit der Größen *Widerstand* und *Enthalpie*. Ein Vergleich in Abbildung 7.158 macht diesen Einfluss am Beispiel von W26Re24 deutlich. Bis auf die Unsicherheit des Durchmessers bleiben alle Einflussgrößen unverändert. Bei einer erweiterten Unsicherheit von $d = 2 \,\mu\text{m}$ ergibt sich für den Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur eine kombinierte bezogene erweiterte Messunsicherheit von $\sim 2.5\%$ über den gesamten Temperaturbereich. Bei entsprechend weniger sicheren Durchmesserdaten steigt diese bis auf 7% an.



Abbildung 7.158: Änderung der Unsicherheit des spezifischen Widerstands in Abhängigkeit von der Temperatur mit unterschiedlichen Kenntnissen über den Drahtdurchmesser. grün ... $d \pm 2 \,\mu\text{m}$; blau ... $d \pm 5 \,\mu\text{m}$; rot ... $d \pm 10 \,\mu\text{m}$

Noch drastischer fällt die Änderung beim Widerstand in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie aus (Abbildung 7.159). Dabei fließt der Einfluss des Durchmessers natürlich doppelt ein, einmal in der Auswertung für die Enthalpie und dann bei der Abschätzung des Beitrages der Enthalpie für die Widerstandskurve.



Abbildung 7.159: Änderung der Unsicherheit des spezifischen Widerstands in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie mit unterschiedlichen Kenntnissen über den Drahtdurchmesser. grün ... $d \pm 2 \,\mu$ m; blau ... $d \pm 5 \,\mu$ m; rot ... $d \pm 10 \,\mu$ m

8 Unsicherheitsanalyse zum DOAP

Wie in Kapitel 3 bereits beschrieben, setzt sich die Messung des normalen spektralen Emissionsgrades aus zwei Teilen zusammen.

1. Kalibration

Mit der Berechnung der Gerätematrix, die alle optischen Komponenten im Strahlengang beschreibt, wird eine Beziehung zwischen den eingestrahlten bekannten Polarisationszuständen und den gemessenen Intensitäten hergestellt. Es muss jedem Matrixelement eine Unsicherheit zugeordnet werden.

2. Messung

Die jetzt bekannte Gerätematrix ermöglicht es, von gemessenen Intensitäten wieder auf die Stokesvektoren des reflektierten Lichtes zu schließen. Aus der Unsicherheit der Gerätematrix und der jeder gemessenen Intensität folgt das Unsicherheitsbudget für den errechneten Emissionsgrad.

Bei all diesen Messvorgängen spielt die eingesetzte Messkarte bei der Ermittlung der Unsicherheit eine dominante Rolle.

8.1 Daten der Messkarte PCI-416P2

Die mit den Photodioden detektierten Signale werden durch Lock-in-Technik verstärkt und mittels BNC-Kabel in die Messkarte PCI-416P2 geführt. Die A/D-Wandler der vier unabhängigen Kanäle haben eine angegebene digitale Auflösung von 14 Bit bei einer Abtastrate von 2.5 MHz im Simultanbetrieb mehrerer Kanäle.

Es werden im Datenblatt der Karte keine Angaben über die Unsicherheitsbereiche der Messergebnisse gemacht. Auf Anfrage beim Hersteller war nur zu erfahren, dass diese überhaupt erst bei aktuelleren Modellen analysiert werden.

Im Datenblatt des auf der Messkarte verbauten A/D-Wandlers sind folgende verwertbare Daten angegeben:

- Unsicherheit des Nullpunkts (bei 25°C): 0.3% FSR¹ max.
- Unsicherheit des Verstärkers (bei 25°C): 1.5% FSR max. inklusive Unsicherheitsbeitrag durch die interne Referenzquelle
 0.75% FSR - ohne Berücksichtigung der internen Spannungsreferenz.

Der gewählte Messbereich beträgt bei allen Messungen 0-5 V. Da nicht bekannt ist, wie der Wandler auf der Karte betrieben wird, wurde für eine Abschätzung der Unsicherheit der kleinere Wert als Unsicherheit des Verstärkers gewählt.

Die Beiträge werden als unabhängig betrachtet und quadratisch addiert. Damit erhält man als unterste Schranke für die Unsicherheit durch die A/D-Wandlung die erweiterte Messunsicherheit ΔU .

$$\Delta U = \sqrt{(0.003 \cdot 5 \, V)^2 + (0.0075 \cdot 5 \, V)^2} = 0.04 \, V$$

Die begrenzte digitale Auflösung und der Einfluss der elektronischen Weiterverarbeitung der Signale sind dabei aber noch nicht berücksichtigt und können auch wegen fehlender Angaben nicht quantifiziert werden. Für die weiteren Berechnungen wird daher eine erweiterte Messunsicherheit der Karte von mindestens 0.05 V abgeschätzt.

8.2 Unsicherheit der Gerätematrix

Im Folgenden wird gezeigt, dass durch die Kalibration jedem Element der Gerätematrix genau jene Unsicherheit zuzuordnen ist, die auch für ein gemessenes Intensitätssignal durch die Messkarte vorgegeben ist. Dafür ist es notwendig, dass die einzelnen Matrixelemente voneinander unabhängig sind.

Jede Zeile der Matrix wird durch eine unabhängige Messung bestimmt. Zwar laufen diese im DOAP zeitgleich ab, aber jede Intensitätsmessung ist von den übrigen getrennt zu betrachten. Damit ist zwischen den einzelnen Zeilen keine Korrelation zu berücksichtigen. Um die Unabhängigkeit der Spalten zu zeigen, muss auf die Auswertung des Kalibrationsvorganges eingegangen werden.

Gleichung (3.22) und (3.23) beschreiben den formalen Zusammenhang zwischen dem Stokesvektor des eingestrahlten Lichts und den gemessenen Intensitäten. In der Auswertung stehen die Fitparameter des Least-Square-Algorithmus, das sind gleichzeitig die gesuchten Elemente der Gerätematrix, in linearem Zusammenhang zueinander.

¹Full Scale Range - Bereichsendwert

$$y = a_1 \cdot 1 + a_2 \cdot \cos 2x + a_3 \cdot \sin 2x$$

$$\Rightarrow y_i = \mathbf{a}^T \cdot \mathbf{f}(x_j)$$
(8.1)

Das zu lösende System beim Least-Square-Verfahren ist damit:

$$\mathbf{M} \cdot \mathbf{a} = \overline{\mathbf{f}(x) \cdot y} \tag{8.2}$$

mit der Matrix $\mathbf{M}:$

$$\mathbf{M} = \mathbf{f}(x) \cdot \mathbf{f}^{T}(x) = \begin{pmatrix} \overline{\mathbf{f}_{1}(x) \cdot \mathbf{f}_{1}(x)} & \overline{\mathbf{f}_{1}(x) \cdot \mathbf{f}_{2}(x)} & \overline{\mathbf{f}_{1}(x) \cdot \mathbf{f}_{3}(x)} \\ 21 & 22 & 23 \\ 31 & 32 & 33 \end{pmatrix}$$

Es ist somit zu zeigen, dass alle Elemente außer denen der Diagonale bei entsprechender Wahl der Funktionen und Stützpunkte verschwinden. Dann verbleiben für die gesuchten Parameter die Gleichungen

$$m_{11} \cdot a_1 = \overline{\mathbf{f}_1(x) \cdot y} = \overline{y}$$
 (8.3)

$$m_{22} \cdot a_2 = \overline{\mathbf{f}_2(x) \cdot y} = \overline{y \cdot \cos 2x} \tag{8.4}$$

$$m_{33} \cdot a_3 = \mathbf{f}_2(x) \cdot y = \overline{y \cdot \sin 2x} \tag{8.5}$$

mit den Matrixelementen für den Stokesvektor $\begin{pmatrix} 1\\\cos 2x\\\sin 2x\\0 \end{pmatrix}$ für linear polarisiertes Licht

und n Stützstellen für die Winkelfunktionen:

$$m_{11} = \overline{\mathbf{f}_1(x) \cdot \mathbf{f}_1(x)} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{j=1}^n 1 = 1$$

$$a_1 = \overline{y}$$

$$a_2 = 2 \cdot \overline{y \cdot \cos 2x}$$

$$a_2 = 2 \cdot \overline{y \cdot \sin 2x}$$
(8.6)

Die Skizze (Abbildung 8.1) macht leicht verständlich, dass alle übrigen Elemente außerhalb der Diagonalen null sind. Bei jedem Stützpunkt der Kalibration, in Abständen von 10°, gibt es im Verlauf der Funktion mit der Zeit einen entsprechenden negativen Wert, so dass die Summe stets null ergibt.



Abbildung 8.1: Skizze einer Kosinusfunktion. Für jeden Wert bei einem Stützpunkt existiert ein entsprechender negativer Wert - die Summe ergibt stets null.

Als Beispiel wird auch der Wert für $\overline{\mathbf{f}_2(x) \cdot \mathbf{f}_3(x)}$ berechnet:

$$m_{23} = \overline{\mathbf{f}_2(x) \cdot \mathbf{f}_3(x)} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{j=1}^n \cos kx \cdot \sin kx$$

$$\equiv \overline{\cos kx} \cdot \sin kx = \frac{1}{4 \cdot j} \cdot \left(e^{i \cdot k \cdot x} + e^{-i \cdot k \cdot x}\right) \cdot \left(e^{i \cdot k \cdot x} - e^{-i \cdot k \cdot x}\right)$$

$$= \frac{1}{4 \cdot j} \cdot \left(e^{i \cdot k \cdot x} + 1 - 1 - e^{-i \cdot k \cdot x}\right) = 0$$
(8.7)

Damit ist gezeigt, dass alle Elemente der Gerätematrix voneinander unabhängig sind, und durch den linearen Zusammenhang zwischen gemessenen Signalen und den Matrixelementen ist jedem Element von \mathbf{M} die abgeschätzte Unsicherheit der Messkarte von 0.05 V zuzuordnen.

8.3 Unsicherheit der Emissivität

Nach der Kalibration muss sowohl für die Berechnung der Emissivität als auch für deren Unsicherheit die inverse Gerätematrix ermittelt werden, um Gleichung (3.24) verwenden zu können. Bei der Auswertung der Messung ist dies im Programm HOTWIRE implementiert. Durch eine Invertierung der Matrix im Programm Origin erhält man dieselben Koeffizienten für die invertierte Gerätematrix.

$$\mathbf{G} = \begin{pmatrix} 0.959 & 0.158 & -0.727 & 0.567 \\ 0.617 & 0.148 & 0.489 & -0.303 \\ 0.232 & -0.205 & -0.100 & -0.066 \\ 0.434 & -0.345 & 0.093 & 0.035 \end{pmatrix} \pm \begin{pmatrix} 0.05 & 0.05 & 0.05 & 0.05 \\ 0.05 & 0.05 & 0.05 & 0.05 \\ 0.05 & 0.05 & 0.05 & 0.05 \\ 0.05 & 0.05 & 0.05 & 0.05 \end{pmatrix}$$

Die Unsicherheitsanalyse für die Emissivität teilt sich in 2 Abschnitte. Zuerst wurden für die gemessenen Intensitätswerte bei einem Messpunkt die Standardmessunsicherheiten bestimmt und aus diesen wurde anschließend in GUM-Workbench mit der Arbeitsgleichung (3.21) der Emissionsgrad errechnet.

Für die Unsicherheit eines Intensitätswertes erhält man durch Linearisierung:

=

$$\mathbf{I} = \mathbf{\widehat{I}} + \Delta \mathbf{I}$$

$$= (\mathbf{\widehat{G}} + \Delta \mathbf{G}) \cdot (\mathbf{\widehat{S}} + \Delta \mathbf{S})$$

$$= \mathbf{\widehat{G}} \cdot \mathbf{\widehat{S}} + \Delta \mathbf{G} \cdot \mathbf{\widehat{S}} + \mathbf{\widehat{G}} \cdot \Delta \mathbf{S}$$

$$\mathbf{\widehat{I}} = \Delta \mathbf{G} \cdot \mathbf{\widehat{S}} + \mathbf{\widehat{G}} \cdot \Delta \mathbf{S} + \underbrace{\Delta \mathbf{G} \cdot \Delta \mathbf{S}}_{\rightarrow 0}$$

$$\Rightarrow \Delta \mathbf{S} = \mathbf{\widehat{M}}^{-1} \cdot \left(\Delta \mathbf{I} - \Delta \mathbf{G} \cdot \mathbf{\widehat{S}} \right)$$
(8.8)

Daraus folgt aus [Kes04b] für die Standardmessunsicherheit der einzelnen Signale S_i die folgende Gleichung, wobei g die Elemente der Gerätematrix bezeichnet und die der invertierten mit einem Überstrich gekennzeichnet sind.

$$u^{2}(S_{i}) = \sum_{k=0}^{3} \overline{g}_{i,k}^{2} \cdot \left(u^{2}(I_{k}) + \sum_{l=1}^{4} u^{2} \cdot m_{k,l} \cdot S_{l}^{2} \right)$$
(8.9)

Mit diesem Formalismus wurde in Origin aus den gemessen Signalen die Unsicherheit der Stokesvektoren berechnet und auch die zugehörige Korrelationsmatrix bestimmt. Die einzelnen Korrelationskoeffizienten unterscheiden sich aber erst ab der zweiten Nachkommastelle von null. Das zeigt, dass die ermittelten Stokesvektoren untereinander nicht korreliert sind. Das war auch zu erwarten, da ja sowohl die Matrixelemente als auch die gemessenen Intensitäten voneinander unabhängig sind.

Alle weiteren auftretenden Korrelationen werden durch das verwendete Programm GUM-Workbench automatisch bei der Berechnung berücksichtigt.

Als Beispiel wird eine Analyse für einen Messpunkt der Messung F300502a für Fe30Ni70 angeführt, die Analysen für die übrigen Proben zeigen ähnliche Resultate.

Die erweiterte Messunsicherheit beträgt bei dieser Legierung und einem Erweiterungsfaktor von zwei für den normalen spektralen Emissionsgrad der flüssigen Phase $\pm 160\%$.

Wenn dieses Ergebnis in vollem Umfang das Experiment beschreibt, dann müssen alle gemessenen Ergebnisse verworfen werden und das Konzept der Messung ist nicht brauchbar.

Die Erfahrung im Messbetrieb zeigt aber, dass die Daten mit schon bekannten Litera-

Tabelle 8.1: Messunsicherheits-Budget	bei	der	Berechnung	der	Unsicherheit	des	normalen
spektralen Emissionsgrade	s.		_				

Größe	Wert	StdMess-	Unsicher-	Index
		unsicherheit	heitsbeitrag	
S_0	0.7567	0.0690	0.0	0.0%
S_1	-0.199	0.162	-0.17	68.0%
S_2	-0.369	0.307	0.095	22.5%
S_3	-0.602	0.442	0.062	9.4%
π	3.1416			
n_{Luft}	1.0003			
ϵ	0.246	0.200		

Die Unsicherheiten der Stokesvektoren wurden zuvor separat berechnet.

turdaten vergleichbar sind und das Messprinzip nicht angezweifelt werden muss. Auch die Streuung aus wiederholten Messungen führt zu deutlich niedrigeren Abschätzungen. Die Ursache für diese großen Werte in der Unsicherheitsanalyse liegt offenbar in den fehlenden Kenntnissen über die vom Hersteller schlecht charakterisierte Messkarte, auf denen alle Teile der Analyse aufbauen.

Die einzige Möglichkeit, für die Messungen einen Toleranzbereich angeben zu können, wird darin gesehen, aus der Streuung vieler Messungen den Unsicherheitsbereich einzuschätzen. Diese Beurteilung ist aber nur für den Experimentator möglich, der viele Messungen mit dieser Apparatur ausgewertet hat und damit bei der Untersuchung einer Probe auch das Wissen über die Streuung bei früheren Messungen einfließen lassen kann.

Als Beispiel wird für drei in dieser Arbeit untersuchte Materialien die Streuung der Einzelmessungen dargestellt.

Bei der Nickel-Titan-Legierung war die Streuung der Einzelmessungen so groß wie noch bei keinem anderen untersuchten Material zuvor. Die erweiterte Messunsicherheit wird daher für Ni55Ti45 mit 0.07 angegeben. Das entspricht einer bezogenen erweiterten Messunsicherheit am Schmelzpunkt von $\pm 12\%$.

Für alle anderen Proben wird für die erweiterte Messunsicherheit ein typischer Wert von 0.03 angegeben. Die bezogenen Werte sind vom Wert der Emissivität abhängig und können nicht generell festgesetzt werden.

Man kann aber generell sagen, dass bei Legierungen im Gegensatz zu vielen gemessenen Reinmetallen eine signifikant größere Streuung aufgetreten ist. Bei Legierungen ist dies durch Inhomogenitäten oder Ausscheidungen an der Oberfläche zu erklären - noch dazu, wo die Fläche, von der das Licht von der Probe reflektiert wird, nur einen Durchmesser



Abbildung 8.2: Abschätzung der Unsicherheit aus der Streuung der Einzelkurven bei wiederholter Messung von Ni55Ti45. orange ... Mittelwert der Messungen; rot ... linearer Fitschwarz ... aus Streuung abgeschätzter Toleranzbereich ($\Delta \epsilon = 0.07$)

von bis zu 23 µm hat, wie in [Sac00] auf Seite 102 aus geometrischen Überlegungen zum Versuchsaufbau folgt.








Abbildung 8.4: Abschätzung der Unsicherheit aus der Streuung der Einzelkurven bei wiederholter Messung von W74Re26. orange ... Mittelwert der Messungen; rot ... linearer Fit schwarz ... aus Streuung abgeschätzter Toleranzbereich ($\Delta \epsilon = 0.03$)

9 Zusammenfassung

9.1 Zusammenfassung: Daten und Emissionsgrad

Für die gemessenen Materialien sind die ermittelten Werte und Polynome in Tabellen im Anhang A angegeben.

Die Untersuchungen des Emissionsgrades von Legierungen in Abhängigkeit vom Mischungsverhältnis haben drei verschiedene Verhaltensweisen gezeigt.

- Der Emissionsgrad der Legierungen liegt unter dem Wert der Reinmetalle. Dieses Verhalten wurde bei den Systemen Silber-Kupfer und Eisen-Nickel beobachtet.
- Der Emissionsgrad der Legierungen liegt zwischen den Werten der Reinmetalle. Vertreter dieses Typs sind Gold-Nickel, Kupfer-Nickel und Wolfram-Rhenium.
- Der Emissionsgrad der Legierungen liegt über dem Wert der Reinmetalle.
 Für Nickel-Titan und Molybdän-Rhenium trifft diese Beobachtung zu.

Für das Eisen-Nickel-System wurden die Daten mit Literaturwerten verglichen. Im Rahmen der Messgenauigkeit zeigen diese Untersuchungen idente Ergebnisse. Auch bei Silber-Kupfer deckt sich der Wert am Schmelzen mit dem bekannten Literaturwert. Bei steigender Temperatur wurde allerdings, im Gegensatz zum publizierten Verhalten, ein Steigen des Emissionsgrades gemessen.

Die Ergebnisse zeigen, dass die Annahme einer linearen Verbindung zwischen den Werten des Emissionsgrades der Reinmetalle zu beachtlichen Abweichungen vom gemessenen Wert führen kann. Darauf aufbauende Korrekturen für z. B. optische Temperaturmessungen sind also nur bei manchen Materialien sinnvoll und zulässig.

Eine Vorhersage über das Verhalten des Emissionsgrades bei einer Änderung der Materialzusammensetzung kann derzeit noch nicht getroffen werden.

9.2 Zusammenfassung der Unsicherheitsanalysen

Die durchgeführte Unsicherheitsanlyse hat gezeigt, dass der Durchmesser des Probendrahtes ein wesentlicher Einflussfaktor bei der Berechnung der spezifischen Enthalpie und des spezifischen elektrischen Widerstands ist. Auf Grund dieser Erkenntnisse wurde das beschriebene Lasermikrometer angeschafft.

Abhängig von den verwendeten Messbereichen der Computermesskarte verändern sich die bezogenen kombinierten erweiterten Messunsicherheiten, sodass keine generelle Aussage über deren Wert getroffen werden kann. Für die untersuchten Materialien war aber dieser Bereich für den unkorrigierten spez. el. Widerstand als Funktion der Temperatur in der flüssigen Phase nie größer als die bisher angegebene Grenze von $\pm 3\%$. Abbildung 9.1 zeigt eine Übersicht für die feste und flüssige Phase; die Daten wurden den Abbildungen in Kapitel 7.8 entnommen.



Abbildung 9.1: Übersicht zur Unsicherheit des spez. el. Widerstands in Abhängigkeit von der Temperatur für die feste und flüssige Phase. Für Ag72Cu28 können wegen des niedrigen Schmelzpunktes keine temperaturabhängigen Werte angegeben werden.

Bei der Analyse des Emissionsgrades konnte auf Grund mangelnder Angaben für die verwendete Messkarte kein aussagekräftiger Wert ermittelt werden. Mit einer Abschätzung der Streuung bei wiederholten Messungen wurde ermittelt, dass bei Legierungen der Wert von ± 0.04 selten überschritten wird. Typischerweise kann für die erweiterte Unsicherheit ein Wert von ± 0.03 (mit k=2) angegeben werden.

10 Ausblick

• Emissionsgrad

Mit dieser Arbeit wurde begonnen, systematisch die Änderung des Emissionsgrades von Legierungen bei unterschiedlichen Mischungsverhältnissen zu untersuchen. Als Basis zur theoretischen Beschreibung dieses Zusammenhangs müssen diese Anstrengungen fortgeführt und auf andere Systeme ausgedehnt werden.

• Unsicherheitsanalyse

Mit dem vorgestellten Versuchsaufbau kann auch die Änderung des Drahtdurchmessers mit der Zeit erfasst werden. Die dabei eingesetzte schnelle CCD-Kamera war aber für einige Zeit nicht einsatzfähig und wird derzeit gerade wieder in die Messungen integriert. Damit sind sowohl die Angabe des korrigierten spezifischen elektrischen Widerstands als auch die Berechnung der Temperaturund Wärmeleitfähigkeit mit den gemessenen Daten möglich. Um Aussagen über die Unsicherheit dieser Größen treffen zu können, sind weitere umfassende Unsicherheitsanalysen notwendig.

Um die Ergebnisse der Analysen für die Ermittlung des Emissionsgrades anwenden zu können, wäre weiters eine genau charakterisierte Messkarte notwendig. Es besteht dabei sowohl die Möglichkeit, ein neueres Modell mit vorgegebenen Spezifikationen anzuschaffen, als auch die derzeit verwendete zu kalibrieren.

A Zusammenfassung der gemessenen Daten

A.1 Zusammenfassung für Ag72Cu28

Widerstand - Enthalpie:

 $\begin{array}{ll} \text{fest:} & \rho(H_S) = 2.13 \cdot 10^{-2} + 2.32 \cdot 10^{-4} \cdot H_S & 0 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} < H_S < 230 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \\ \text{flüssig:} & \rho(H_S) = 9.23 \cdot 10^{-2} + 1.99 \cdot 10^{-4} \cdot H_S & 396 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} < H_S < 800 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \\ \end{array}$

Größe	T_s	T_l	
	(K)	(K)	
$\rho \ (\mu \Omega \cdot m)$	0.531 ± 0.037	0.665 ± 0.020	
$\Delta \rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	0.134 ± 0.049		
$H_S \ (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	230 ± 5	396 ± 8	
$\Delta H_S \; (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	166 ± 11		
$\epsilon_{684.5\mathrm{nm}}$		0.07 ± 0.03	

A.2 Zusammenfassung für Au82Ni18

Widerstand - Enthalpie:

fest:	$\rho(H_S) = 0.274 + 5.43 \cdot 10^{-4} \cdot H_S + 1.13 \cdot 10^{-6} \cdot H_S^2$	$0{\rm kJ}{\cdot}{\rm kg}^{-1} < H_S < 212{\rm kJ}{\cdot}{\rm kg}^{-1}$
flüssig:	$\rho(H_S) = 0.453 + 9.50 \cdot 10^{-4} \cdot H_S - 7.96 \cdot 10^{-7} \cdot H_S^2$	$280{\rm kJ\cdot kg^{-1}} < H_S < 500{\rm kJ\cdot kg^{-1}}$

Enthalpie	- Temperatur:	
fest:	$H_S(T) = 93 - 0.115 \cdot T + 1.728 \cdot 10^{-4} \cdot T^2$	$800 \mathrm{K} < T < 1228 \mathrm{K}$
flüssig:	$H_S(T) = -84 + 0.2963 \cdot T$	$1228{ m K} < T < 1900{ m K}$

Emissionsgrad - wahre Temperatur:

flüssig: $\epsilon(T) = 0.415 - 6.6 \cdot 10^{-5} \cdot T$

Größe	T_s	T_l	
	(K)	(K)	
$\rho \ (\mu \Omega \cdot m)$	0.441 ± 0.013	0.656 ± 0.015	
$\Delta \rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	0.215 ± 0.023		
$H_S (\rm kJ\cdot kg^{-1})$	212 ± 9	280 ± 11	
$\Delta H_S \; (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	68 ± 16		
$c_p (\mathbf{J} \cdot \mathbf{kg}^{-1} \cdot \mathbf{K}^{-1})$	k. A.	296	
$\epsilon_{684.5\mathrm{nm}}$		0.33 ± 0.03	

A.3 Zusammenfassung für Cu55Ni45

Widerstand - Enthalpie:

fest:	$\rho(H_S) = 0.501 - 1.19 \cdot 10^{-4} \cdot H_S + 2.82 \cdot 10^{-7} \cdot H_S^2$	$0 \mathrm{kJ \cdot kg^{-1}} < H_S < 613 \mathrm{kJ \cdot kg^{-1}}$
flüssig:	$\rho(H_S) = 0.650 + 3.46 \cdot 10^{-5} \cdot H_S - 1.92 \cdot 10^{-8} \cdot H_S^2$	$891 \mathrm{kJ \cdot kg^{-1}} < H_S < 1900 \mathrm{kJ \cdot kg^{-1}}$

Enthalpie -	Temperatur:
-------------	-------------

fest:	$H_S(T) = -267 + 0.588 \cdot T$	$1100 \mathrm{K} < T < 1498 \mathrm{K}$
flüssig:	$H_S(T) = -133 + 0.651 \cdot T$	$1573{ m K} < T < 2400{ m K}$

Widerstand	d - Temperatur:	
fest:	$\rho(T) = 0.386 + 9.66 \cdot 10^{-5} \cdot T$	$1200 \mathrm{K} < T < 1498 \mathrm{K}$
flüssig:	$\rho(T) = 0.630 + 4.09 \cdot 10^{-5} \cdot T - 1.18 \cdot 10^{-8} \cdot T^2$	$1573{ m K} < T < 2400{ m K}$

Emissions	grad - wahre Temperatur:	
flüssig:	$\epsilon(T) = 0.291 + 4.9 \cdot 10^{-6} \cdot T$	$1573 \mathrm{K} < T < 2000 \mathrm{K}$

Größe	T_s	T_l	
	(K)	(K)	
$\rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	0.531 ± 0.016	0.665 ± 0.020	
$\Delta \rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	0.134 ± 0.030		
$H_S \ (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	613 ± 17	891 ± 25	
$\Delta H_S \; (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	278 ± 35		
$c_p \left(\mathbf{J} \cdot \mathbf{kg}^{-1} \cdot \mathbf{K}^{-1} \right)$	588	651	
$\epsilon_{684.5\mathrm{nm}}$		0.30 ± 0.03	

Zusammenfassung für Ni55Ti45 **A.4**

Widerstand - Enthalpie:

 $\rho(H_S) = 1.952 - 3.15 \cdot 10^{-4} \cdot H_S + 6.52 \cdot 10^{-8} \cdot H_S^2 - 915 \, \mathrm{kJ \cdot kg^{-1}} < H_S < 1900 \, \mathrm{kJ \cdot kg^{-1}} < 1000 \, \mathrm{kJ \cdot kg^{-1}} <$ flüssig:

Enthalpie	- Temperatur:	
fest:	$H_S(T) = -213 + 0.580 \cdot T$	$1150{ m K} < T < 1583{ m K}$
flüssig:	$H_S(T) = -515 + 0.924 \cdot T$	$1583{ m K} < T < 2000{ m K}$
Widersta	nd - Temperatur:	
fest:	$\rho(T) = 0.966 + 1.87 \cdot 10^{-4} \cdot T$	$1000 { m K} < T < 1583 { m K}$
flüssig:	$\rho(T) = 1.969 - 1.62 \cdot 10^{-4} \cdot T$	$1583{ m K} < T < 2000{ m K}$

Emigraionarrad			Tomoroanature
Emissionsgrad	-	wanne	remperatur:

flüssig: $\epsilon(T) = 0.750 - 1.1 \cdot 10^{-4} \cdot T$ $1583 \,\mathrm{K} < T < 2350 \,\mathrm{K}$

Größe	T_s	T_l
	(K)	(K)
$\rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	1.26 ± 0.03	1.71 ± 0.03
$\Delta \rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	0.450 ± 0.049	
$H_S (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	705 ± 28	947 ± 37
$\Delta H_S \; (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	242:	± 54
$c_p (\mathbf{J} \cdot \mathbf{kg}^{-1} \cdot \mathbf{K}^{-1})$	580	924
$\epsilon_{684.5\mathrm{nm}}$		0.58 ± 0.07

A.5 Zusammenfassung für Fe-Ni

Die Polynome für die Emissionsgrade der Eisen-Nickel-Legierungen sind bereits zusammengefasst nachzulesen in Kapitel 5.3.5, Seite 63.

A.6 Zusammenfassung für Ti-6Al-4V

Widerstan	nd - Enthalpie:	
fest:	$\rho(H_S) = 1.682 + 1.700 \cdot 10^{-5} \cdot H_S$	$825kJ\cdot kg^{-1} < H_S < 1217kJ\cdot kg^{-1}$
flüssig:	$\rho(H_S) = 1.791 - 9.540 \cdot 10^{-5} \cdot H_S$	$1557kJ{\cdot}kg^{-1}{<}H_S{<}2350kJ{\cdot}kg^{-1}$
Enthalpie	- Temperatur:	
flüssig:	$H_S(T) = -608 + 1.126 \cdot T$	$1923 \mathrm{K} < T < 2600 \mathrm{K}$
Widerstan	nd - Temperatur:	
flüssig:	$\rho(T) = 1.85 - 1.07 \cdot 10^{-4} \cdot T$	1923K < T < 2600K

Emissionsgrad - wahre Temperatur:

flüssig: $\epsilon(T) = 0.416 - 2.8 \cdot 10^{-6} \cdot T$ 1923 K< T < 2600 K

Größe	T_s	T_l
	(K)	(K)
$\rho \ (\mu \Omega \cdot m)$	1.70 ± 0.04	1.64 ± 0.04
$\Delta \rho ~(\mu \Omega \cdot m)$	0.060 ± 0.065	
$H_S (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	1217 ± 73	1557 ± 93
$\Delta H_S \; (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	340 =	E 140
$c_p (J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1})$	k. A.	1126
$\epsilon_{684.5\mathrm{nm}}$		0.41 ± 0.03

A.7 Zusammenfassung für Mo52Re47

Widerstand - Enthalpie:

fest:	$\rho(H_S) = 0.195 + 1.52 \cdot 10^{-3} \cdot H_S - 7.69 \cdot 10^{-7} \cdot H_S^2$	$0{\rm kJ\cdot kg^{-1}} < H_S < 637{\rm kJ\cdot kg^{-1}}$
flüssig:	$\rho(H_S) = 1.125 - 2.32 \cdot 10^{-4} \cdot H_S + 7.10 \cdot 10^{-8} \cdot H_S^2$	$915{\rm kJ\cdot kg^{-1}} < H_S < 1900{\rm kJ\cdot kg^{-1}}$

Enthalpie	- Temperatur:	
fest:	$H_S(T) = -246 + 0.316 \cdot T$	$1700 { m K} < T < 2798 { m K}$
flüssig:	$H_S(T) = -129 + 0.370 \cdot T$	$2823 \mathrm{K} < T < 3550 \mathrm{K}$
Widerstan	nd - Temperatur:	
fest:	$\rho(T) = 0.191 + 2.41 \cdot 10^{-4} \cdot T$	$2050{ m K} < T < 2798{ m K}$
flüssig:	$\rho(T) = 1.066 - 3.34 \cdot 10^{-5} \cdot T$	$2823{ m K} < T < 3550{ m K}$

Emissionsgrad - wahre Temperatur:

flüssig: $\epsilon(T) = 0.454 - 2.6 \cdot 10^{-5} \cdot T$

 $2823 \,\mathrm{K} < T < 3550 \,\mathrm{K}$

Größe	T_s	T_l
	(K)	(K)
$\rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	0.87 ± 0.03	0.97 ± 0.02
$\Delta \rho ~(\mu \Omega \cdot m)$	0.100 ± 0.042	
$H_S \ (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	637 ± 29	915 ± 27
$\Delta H_S \; (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	278	± 46
$c_p (J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1})$	316	370
$\epsilon_{684.5\mathrm{nm}}$		0.38 ± 0.03

A.8 Zusammenfassung für W74Re26

Widerstand fest: flüssig:	d - Enthalpie: $\begin{split} \rho(H_S) &= 0.282 + 2.14 \cdot 10^{-3} \cdot H_S - 1.27 \cdot 10^{-6} \cdot H_S^2 \\ \rho(H_S) &= 1.45 - 3.84 \cdot 10^{-4} \cdot H_S \end{split}$	$0{\rm kJ\cdot kg^{-1}} < H_S < 558{\rm kJ\cdot kg^{-1}}$ 771 kJ·kg ⁻¹ < $H_S < 1050{\rm kJ\cdot kg^{-1}}$
Enthalpie -	Temperatur:	
fest:	$H_S(T) = 348 - 0.1621 \cdot T + 6.65 \cdot 10^{-5} \cdot T^2$	$1800{ m K} < T < 3373{ m K}$
flüssig:	$H_S(T) = -183 + 0.2829 \cdot T$	$3373 \mathrm{K} < T < 4400 \mathrm{K}$
Widerstand	l - Temperatur:	
fest:	$\rho(T) = 0.452 + 1.720 \cdot 10^{-4} \cdot T$	$1850{ m K} < T < 2485{ m K}$
	$\rho(T) = 0.312 + 2.282 \cdot 10^{-4} \cdot T$	$2485{ m K} < T < 3373{ m K}$
flüssig:	$\rho(T) = 1.965 - 3.704 \cdot 10^{-4} \cdot T + 3.863 \cdot 10^{-8} \cdot T$	T^2 3373 K < T < 4400 K

Emissionsgrad - wahre Temperatur:

flüssig: $\epsilon(T) = 0.351 + 3.6 \cdot 10^{-6} \cdot T$

Größe	T_s	T_l
	(K)	(K)
$\rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	1.08 ± 0.03	1.16 ± 0.03
$\Delta \rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	0.08 ± 0.05	
$H_S (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	558 ± 22	771 ± 19
$\Delta H_S \; (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	213 ± 34	
$c_p (\mathbf{J} \cdot \mathbf{kg}^{-1} \cdot \mathbf{K}^{-1})$	k. A.	283
$\epsilon_{684.5\mathrm{nm}}$		0.36 ± 0.03

A.9 Zusammenfassung für W95Re5

Widerstand - Enthalpie:

 $\begin{array}{ll} \text{fest:} & \rho(H_S) = 0.115 + 2.29 \cdot 10^{-3} \cdot H_S - 1.04 \cdot 10^{-6} \cdot H_S^2 & 0 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} < H_S < 577 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \\ \text{flüssig:} & \rho(H_S) = 1.59 - 6.43 \cdot 10^{-4} \cdot H_S + 1.78 \cdot 10^{-7} \cdot H_S^2 & 874 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} < H_S < 1300 \, \text{kJ} \cdot \text{kg}^{-1} \\ \end{array}$

Enthalpie - Temperatur:

fest:	$H_S(T) = -253 + 0.2327 \cdot T$	$2500{ m K} < T < 3570{ m K}$
flüssig:	$H_S(T) = -158 + 0.2826 \cdot T$	$3650{ m K} < T < 4800{ m K}$

Widerstand - Temperatur:

fest:	$\rho(T) = -0.404 + 5.825 \cdot 10^{-4} \cdot T - 4.587 \cdot 10^{-8} \cdot T^2$	$2500 \mathrm{K} < T < 3570 \mathrm{K}$
flüssig:	$\rho(T) = 2.035 - 3.642 \cdot 10^{-4} \cdot T + 3.468 \cdot 10^{-8} \cdot T^2$	$3650{ m K} < T < 4800{ m K}$

Emissionsgrad - wahre Temperatur:

flüssig: $\epsilon(T) = 0.372 + 3.7 \cdot 10^{-6} \cdot T$

 $3650 \,\mathrm{K} < T < 4500 \,\mathrm{K}$

Größe	T_s	T_l
	(K)	(K)
$\rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	1.09 ± 0.03	1.17 ± 0.03
$\Delta \rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	0.08 ± 0.05	
$H_S (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	578 ± 20	873 ± 26
$\Delta H_S \; (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	295 :	± 38
$c_p (\mathbf{J} \cdot \mathbf{kg}^{-1} \cdot \mathbf{K}^{-1})$	233	283
$\epsilon_{684.5\mathrm{nm}}$		0.39 ± 0.03

A.10 Zusammenfassung für Wolfram

Widerstand	d - Enthalpie:	
fest:	$\rho(H_S) = 0.040 + 2.12 \cdot 10^{-3} \cdot H_S - 7.30 \cdot 10^{-7} \cdot H_S^2$	$0{\rm kJ}{\cdot}{\rm kg}^{-1} < H_S < 609{\rm kJ}{\cdot}{\rm kg}^{-1}$
flüssig:	$\rho(H_S) = 1.378 - 2.660 \cdot 10^{-4} \cdot H_S$	$930 \mathrm{kJ \cdot kg^{-1}} < H_S < 1250 \mathrm{kJ \cdot kg^{-1}}$

Enthalpie	- Temperatur:	
fest:	$H_S(T) = -83.3 + 0.011 \cdot T + 3.576 \cdot 10^{-5} \cdot T^2$	$2400{ m K} < T < 3683{ m K}$
flüssig:	$H_S(T) = -98 + 0.279 \cdot T$	$3683 \mathrm{K} < T < 5400 \mathrm{K}$

Widerstand - Temperatur:

fest:	$\rho(T) = -0.059 + 3.166 \cdot 10^{-4} \cdot T$	$2400 \mathrm{K} < T < 3683 \mathrm{K}$
flüssig:	$\rho(T) = 1.833 - 2.573 \cdot 10^{-4} \cdot T + 2.169 \cdot 10^{-8} \cdot T^2$	$3683{ m K} < T < 5300{ m K}$

Größe	T_s	T_l	
	(K)	(K)	
$\rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	1.11 ± 0.05	1.18 ± 0.03	
$\Delta \rho \; (\mu \Omega \cdot m)$	0.07 ± 0.07		
$H_S (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	609 ± 18	930 ± 23	
$\Delta H_S \; (\mathrm{kJ}\cdot\mathrm{kg}^{-1})$	321 ± 34		
$c_p (J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1})$	k. A.	279	

B Datenblätter und Kalibrationsscheine

- Datenblatt der Strommesssonde
- Kalibrationsschein der Stromsonde
- Datenblatt der Messkarte T1012
- Datenblätter des Lasermikrometers LS-7010
- Kalibrationsschein zum Lasermikrometer LS-7010
- Konstruktionszeichung: Probenhalter für Lasermikrometer
- Kalibrationsschein für den schwarzen Strahler
- Datenblatt des Digitalvoltmetes zur Kalibration der Spannungsteiler

PEARSON ELECTRONICS, INC.

Standard Current Monitors

STANDARD CURRENT MONITORS

Accuracy + 1%, - 0% initial pulse response for all models, with a high impedance load such as 1 megohm in parallel with 20 pF. A 50 ohm termination will reduce the output to half. Those labelled * are double shielded and are recommended for high voltage or high noise environments. The entries labelled ** may need a small dc bias current through the secondary for maximum current-time rating. *UG568/U connector

Figure C Thickness: 2³/₄" Connector: SO-239

				TIME DOMAI	N PARAMETERS	ERS		FREQUENCY DOMAIN PARAMETERS			TERS
Model Number	Figure	Output (volts/amp)	Hole Dia. (inches)	Peak Curr. (amps)	Droop (%/microsec.)	Rise Time (nanosec.)	IT Max. (amp-sec.)	RMS Curr. (amps)	Approx. Low (Hz)	High (MHz)	i/i (peak amps/ Hz)
3025*	С	0.025	3.5	20,000	0.004	100	3.0	325	7	4	20.0

CURRENT MONITOR CERTIFICATE OF CALIBRATION

Purchase Order: Customer: Contact:	n/a Technische Universitaet Graz Petersgasse 16 Graz, Austria Claus Cagran	Certificate: Model: Serial Number:	6395 3025 72850
Calibration Date: Due Date:	02/19/02 02/19/03	Temperature: Humidity:	72°F 53%
TEST DATA	Ű.		
Amplitude Error:		-1.4	%
Droop Rate:		0.0025	% / µsecond
Polarity:		as marked	
Useable Rise-time:		0.07	usecond
Tolerance condition	upon receipt:	IN	•
Comments: Calibra	ted with customer supplied cable and vo	ltage divider.	

Pearson Electronics certifies that the above Current Monitor meets or exceeds all published specifications, except as noted above, and has been calibrated using standards and instruments whose accuracies are traceable to the National Institute of Standards and Technology. The policies and procedures at this facility comply with MIL-STD-45662A. The assigned accuracy capability for the amplitude error test standards is 0.1%. For models which use silicon-steel cores, the initial permeability of the magnetic material is substantially lower than its value in the normal operating range of the current monitor. Since relatively low currents are used for testing, the droop measurement on these models is considered acceptable if it is less than a factor of two over the specified value.

Calibration Test Procedure: Pearson documents 754-004, 754-005, 757-006, and 754-010 Calibration Equipment used:

Model type	ID number	Cal date	Due date
TEK FG504 function generator	B043793	07-11-01	07-11-02
HP 54615B oscilloscope	US35420258	05-11-01	05-11-02
Biddle 601243 resistor	35491	09-25-01	09-25-02
Biddle 601230 resistor	34983	09-25-01	09-25-02
Biddle 601235 resistor	35785	09-25-01	09-25-02
Certified by Christopher	A. Water		
Christopher A. Waters,	Quality Assurance		Form 740-022
			© 2002 Pearson Electronics. Inc.

Pearson Electronics, Inc. • 1860 Embarcadero Road • Palo Alto, CA 94303 Telephone 650-494-6444 • FAX 650-494-6716 • www.pearsonelectronics.com

Anzahl der Meßkanäle	2 analoge Kanäle				
Y-Verstärker					
Frequenzbereich	alle Meßbereiche	alle Meßbereiche 0 10 MHz (3dB)			
Empfindlichkeit	0,0488_mV/Digit 2,44 mV/Digit				
6 Meßbereiche	von <u>+</u> 100mV bis <u>+</u> 5 V				
Eingangsimpedanz	1 MOhm/18 pF				
Eingangskopplung	DC oder GND				
Maximalspannung an den	20 V				
Eingängen					
SNR	63 dB bei 10MHz Abtastrate				
Auflösung	bei maximaler Abtastfrequer	nz 12 bit, sonst höher durch Averaging			
Spannungsmeßgenauigkeit	±0,2% typ. , ±0,4%/max.				
(DC) vom Bereichsendwert					
Zeitbasis	Kanäle haben eine gemeinsa	ame Zeitbasis			
Abtastfrequenz T1012	2-Kanal-Betrieb	10 MHzDC (Rasterung < 1 %)			
		oder externer Takt (DC10MHz)			
	Mehrkartenbetrieb	Masterclock, interner Takt, externer Takt			
externer Takteingang (SMB)	TTL-Pegel				
Trigger	digitale Triggerlogik				
-	Standard-Triggermodi: Flanke, Window, Impuls, Slew, Periode, Autorun				
Triggerpegel	2 Triggerpegel pro Kanal, di	gital einstellbar in 256 Stufen			
Triggerquelle	Kanal1, Kanal2, Extern, Pat	ttern, Triggerbus			
Pre-Trigger	-99% +99%				
externer Triggereingang	TTL-Pegel				
(SMB)	00 14 7811-				
Ereigniszähler	20-bit-Zahler				
Betriebsarten	SINGLE, RUN, AutoSave, F	IF-O-Mode			
Spainbartisfa T1012 (stan	2 Kapal Potrich	129 Samplas 22KSamplas pro Kanal			
speichertiere 11012 (stan-	2-Nallal-Dellieb	120 Samples - S2RSamples pro Ranai			
Automatischer Kanalabaleich	Offset-Merstärkungsabgleich	h über internen 14 hit D/A-Wandler			
Leistungsbedarf	$+ 51/(1.25A^2 + 12)/(800mA)$				
Abmessungen ohne Karten 340mm v 105mm v 20mm (Länge Höhe Breite)					
halter	IBM AT kompatibel				
Optionen:					
Speichererweiterung T1012	auf 256kSamples 1Msamples 2MSamples 4MSamples 8MSamples				
species of the second s	16MSamples	the first first and the first			
Speichersegmentierung	Erfassung von mehreren auf	feinanderfolgenden Triggerereignissen.			
	Segmentgrößen: 128, 256, 5	512, 1k, 2k, 4k, 8k, 16k, 32k und 64k Samples			
Timestamping	Registrierung der Absolutze	eitpunkte von Triggerereignissen. In Kombination mit			
	Speichersegmentierung: Datenerfassung mit Pretrigger innerhalb der Segmente.				



3.5

Kabellänge: 140

LS-7001

126

38

3,5

25



Technische Daten

Messkopf

Tun	Modelle mit breitem Meschereich Modelle für Feinstmessung				
тур		em wessbereich		einstmessung	
Monitorkamera	Vorhanden	Nicht vorhanden	Vorhanden	Nicht vorhanden	
Modell	LS-7030M	LS-7030	LS-7010M	LS-7010	
Messbereich	0,3 bis	30 mm	0,04 bis	s 6 mm	
Kleinstes erkennbares Objekt	0,3	mm	0,04	mm	
Sender/Empfänger-Abstand	160 ±4	40 mm	60	mm	
Lichtquelle	Grüne GaN-LED				
CCD-Abtastbereich	ca. 33 mm ca. 7 mm			mm	
Messgenauigkeit	±2 μm ¹ . ±0,5 μm ³ .			μm ^{3.}	
Wiederholgenauigkeit	±0,15	5 μm².	±0,06 μm ^{₄.}		
Anzahl der Abtastungen ^{5.}		2.400 Abta	2.400 Abtastungen/s		
Gehäuseschutzart 6.	IP64				
Umgebungstemperatur	0 bis +50°C, kein Frost				
Relative Luftfeuchtigkeit	35 bis 85 %, keine Kondensation				
Gewicht	Sender: ca. 420 g, Empfänger: ca. 570 g, TB-Basis: ca. 430 g	Sender: ca. 420 g, Empfänger: ca. 470 g, TB-Basis: ca. 430 g	Sender: ca. 140 g, Empfänger: ca. 380 g, TB-Basis: ca. 220 g	Sender: ca. 140 g, Empfänger: ca. 340 g, TB-Basis: ca. 220 g	

Fehler bei Messung einer beweglichen Stange von 10 mm Durchmesser im Messbereich von 10 x 20 mm.
 Wert von ± 28 bei Messung des Außendurchmessers einer Stange von 10 mm Durchmesser in der Mitte des Messbereiches bei Einstellung der Anzahl der Durchschnittsmessungen auf 512.
 Fehler bei Messung einer beweglichen Stange von 1,0 mm Durchmesser im Messbereich von 2 x 4 mm.
 Wert von ± 28 bei Messung des Außendurchmessers einer Stange von 1,0 mm Durchmesser in der Mitte des Messbereiches bei Einstellung der Anzahl der Durchschnittsmessungen auf 512.
 Loud Abtastungen/s bei Verwendung der Funktion für gegenseitige Interferenzverhütung.

6. Der Anschlussbereich ist ausgeschlossen.

Steuergerät

Тур			Hochleistungsmodell	Standardmodell			
Mode	ell i		LS-7501	LS-7001			
Anzał	nl der ansc	hließbaren Messköpfe	2 (Alle Typen)	2 (nur LS-7030/LS-7010)			
	Messungs	sanzeige	5,5-Zoll-TFT-LCD-Display, Hintergrundbeleuchtete-CCFL (Durchschnittliche Lebensdauer: 40.000 Stunden)	Hauptanzeige: rote 7-Segment-LED (Zeichenhöhe: 20,3 mm) Nebenanzeige: rote 7-Segment-LED (Zeichenhöhe: 9,9 mm) x 3			
음 Minimale Auflösung			0,01 bis 100 μm ((7 Stufen wählbar)			
izei	Anzeigeb	ereich	±99,99999 bis ±9999,9 mm (Verbunden mit minimal	er Anzeigeeinheits-Einstellung, mm/Zoll umschaltbar)			
A	Messposi	tionsmonitor	Monitorbild (bei Anschluss eines Messkopfes mit Monitorfunktion.)	7-Stufen-Anzeige mit roter LED			
	Anzeige d	er Toleranzprüfungsausgabe	5-Stufen-LCD-Anzeige	Grüne LED (GO), Rote LED x 2 (HI, LO)			
	Alarmaus	gabe	NPN-Uffener-ł	Kollektor (N.C.)			
lock	5-Stufen- Komparat Taktimpu	Komparatorausgabe or-Bereit-Ausgabe sausgabe	NPN-Uffener-Ko	illektor für OUT1			
lemmenb	Synchron Rückstell Nullauton	eingabe ungseingabe natikeingabe	Spannungsfreie I	Eingabe für OUT1			
×	Programmwahleingabe		Spannungsfreie Eir	ngabe x 4 Eingänge			
Eingabe für statistische Verarbeitung		ür statistische Verarbeitung	Spannungsfreie Eingabe für OUT1				
	Analogau	sgabe	±10 V x 2	Ausgänge			
	SUB- Modus ^{1.}	5-Stufen-Komparatorausgabe Komparator-Bereit-Ausgabe Taktimpulsausgabe	NPN-Uffener-Kollektor für OUT2				
æ	Ausę	Ausgabe für statistische Verarbeitung	NPN-Uffener-Kollektor x 2 Ausgänge				
Ë		Funktionsausgabe	Wählbar zwischen Fokus, Bereichsprüfung und	Differential, NPN-Uffener-Kollektor x 2 Ausgänge			
ISS	PCD	BCD-Ausgabe	Messdatenausgabe (Vorzeichen + 7 Stellen), OUT1/OUT2 wählbar. NPN-Uffener-Kollektor				
-line	Modus ^{1.}	BCD-Wahlausgabe	NPN-Uffener-Kollektor				
Ans		BCD-Wahleingabe	Spannungsf	Spannungsfreie Eingabe			
	Synchron	eingabe					
[Rückstell	ungseingabe	Spannungsfreie I	Eingabe für OUT2			
	Nullauton	natikeingabe					
	Eingabe f	ür statistische Verarbeitung	Spannungsfreie Eingabe für OUT2				
RS-2	32C-Schni	tstelle	Messdatenausgabe und Steuerungs-E/A, Dru	ıcker (Baudzahl bis zu 115.200 bps wählbar.)			
Vide	oausgabe		Entspricht dem NTSC-System (RCA-Cinchbuchse)				
Hauptfunktionen		n	Simultanmessung, Bereichsbestimmung, Berechnungsausgabe, Mittelbildung, Eichung, 16 Programme, Messmodi, Nullautomatik, Ausdruck, Beseitigung anormaler Werte, Messung von transparenten Objekten, Messpunktanzeige, Gruppenvergleich, Archiv nicht akzeptabler Werte, Trendanzeige, Statistische Verarbeitung, Gegenseitige Interferenzverhütung	Simultanmessung, Bereichsbestimmung, Berechnung, Mittelbildung, Eichung, 16 Programme, Messmodi, Nullautomatik, Ausdruck, Beseitigung anormaler Werte, Messung von transparenten Objekten, Gegenseitige Interferenzverhütung			
Vor	datan 2.	Versorgungsspannung	24 V Gleichs	strom ±10 %			
Kenn	uaten *	Leistungsaufnahme	1,2 A max.	0,7 A max.			
Ilma	ohunas	Gehäuseschutzart	IP64 (nur Bed	ienoberfläche)			
hest	indinkeit	Umgebungstemperatur	0 bis +40°C	C, kein Frost			
50011	anargnon	Relative Luftfeuchtigkeit	35 bis 85 %, kei	ne Kondensation			
Gewi	icht		ca. 1.010 g	ca. 820 g			

1. Entweder SUB-Modus oder BCD-Modus kann gewählt werden. 2. Netzstromversorgung kann verwendet werden, wenn der LS-S11 (Netzstromversorgungsständer) angeschlossen wird.

Die Bemessung des NPN-Uffener-Kollektor im Klemmenblock ist: 100 mA max. (40 V max.), Restspannung von 0,5 V max. Die Bemessung des NPN-Uffener-Kollektor im Anschluss-E/A ist: 30 mA max. (30 V max.), Restspannung von 0,5 V max. Die Bemessung des Spannungsfreie Eingabe ist: ON Spannung von 1 V max., OFF Stromstärke von 0,6 mA max.



ATTN: Mr. Olive**r Jenke** From : Iavai'

Calibration Certification

Model

Product: Digital Micrometer LS-7010

Ser.No. 1150016

Destination: Technische Universitat Graz

Issued: June 8, 2005

We certify that the product listed above satisfies the published specifications. The product has been fully inspected and calibrated according to Keyence qualified manual and standards, which is traceable to National standards shown below.

Primary standard	Manufactured by	Model	Ser.No.(Ref.No.)
Pin Gauge*1	EISEN	0.04 mm dia.	Z-00249
Pin Gauge≭1	EISEN	0.125 mm dia.	Z-00250
Pin Gauge*1	EISEN	1.0 mm dia.	Z-00251
Pin Gauge≭1	EISEN	3.0 mm dia.	Z-00252
Pin Gauge*1	EISEN	5.9 mm dia.	Z-00253

*1 Authorized approval : JQA Japan Quality Assurance Association

KEYENCE CORPORATION Headquarter 1-3-14, Higashi-Nakajima, Higashi-Yodogawa-Ku, Osaka 533-8555, Japan PHONE: 81-6-6379-1111 FAX: 81-6-6379-2222

Inspection date: June 7, 2005 Room condition: <u>20.2°C 47%RH</u>

This product has been strictly inspected and accepted in the following areas under thorough quality control. Inspections are performed indoors at a normal temperature and humidity after the circuit has stablized.

Ser.No. 1150016

Measurement value

At the center of measurement area

Nominal size	Error	Acceptable error	Result	
0.04 mm dia0.43 µm		±1.00 μm	Good	
0.125 mm dia.	+0.17 µm	±1.00 μm	Good	
1.00 mm dia.	-0.01 µm	±1.00 μm	Good	
3.00 mm dia.	-0.42 µm	±1.00 μm	Good	
5.90 mm dia.	+0.39 µm	±1.00 μm	Good	

Error when measuring pin gauge of 1.0 mm in dia. within the area around the center of measurement area

Area	+ Error	- Error	Acceptable error	Result
2 X 4 mm	+0.00 µm	-0.03 µm	±0.5 µm	Good
4 X 6 mm	+0.00 µm	-0.29 µm	±1.5 μm	Good

Note: The measured value may vary when measuring the target of different material.

2/2







CERTIFICATE OF CALIBRATION

RAYTEK CORPORATION

CERTIFICATE No.

1201 SHAFFER ROAD, BUILDING 2 SANTA CRUZ, CALIFORNIA 95061-1820 USA R0037

PAGE 1 OF 1

RECEIVED CONDITION: NEW DATE OF CALIBRATION: APRIL 29, 2002 RAYBB6000A21A MODEL NO: SERIAL NUMBER: 027775

MIKRON

CAL PROCEDURE AND REV: AG011 REV:B

DESCRIPTION:

BLACK BODY SOURCE

PS021

DATA

The standards used are traceable to the National Institute of Standards and Technology (NIST) and in accordance with ANSI/NCSL Z540-1-1994

MODEL OF EQUIPMENT USED	DISTANCE FROM SOURCE	ACTUAL TEMPERATURE	RAYTEK OUTPUT OR DISPLAY	OUTPUT CORRECTION	UNCERTAINTY
M190Q-TS	1 METER	419.3 °C	420 °C	-0.7 °C	1.1
M190Q-TS	1 METER	661.9 °C	660 °C	+1.9 °C	1.2
M190Q-TS	1 METER	962.6 °C	961 °C	+1.6 °C	1.4
M190Q-TS	1 METER	1084.9 °C	1084 °C	+0.9 °C	1.5
M190V-TS	15 INCHES	1399.6°C	1400 °C	-0.4 °C	1.7
M190V-TS	15 INCHES	1600.2 °C	1600 °C	+0.2°C	1.9

ENVIRONMENTAL CONDITIONS

0

AMBIENT TEMP .: 23 °C Results of calibration indicates above instrument is within tolerance for full 48 % RH temperature range unless otherwise noted. HUMIDITY: EQUIPMENT USED MODEL PARAMETER ID NO \$\$203 MIKRON M190Q-TS TEMPERATURE

TEMPERATURE

	NIST or LAB	TEST					
NUMBERS:							
PARAMETER	ID#	TEST NUMBER	RECALL DATE				
Radiance temperature sensor	PS021	844/266378-02	2/13/07				
Radiance temperature source	PS012	844/256275-95	3/15/03				
Radiance temperature source	PS014	844/254073-94	11/19/02				
Volts/Current/Resistance	PS017	4885	05/08/02				
Temperature-indicator	PS005	038-02	2/4/03				
Temperature-PRT	PS003	038-02	2/4/03				
Temperature-PRT	PS006	038-02	2/4/03				
Temperature T/C	SS265	59069	05/16/02				
Temperature-indicator	PS019	762708-3965172	10/9/02				
Temperature-PRT	PS026	27C66F	4/24/02				
Temperature-indicator	PS027	1000024790	3/7/03				
Temperature-indicator	PS028	1000024790	3/7/03				
Volts/Current/Resistance	PS008	37643	5/14/02				

M190V-TS

Calibration standards accuracy ratios are equal to or greater than 1:1 unless otherwise noted. The above calibration data applies only to the instrument described above.

MILA

CALIBRATED BY:

APPROVED BY: LOUIS E. MICIELI

MACBURN

The above calibration was performed in accordance with the Raytek quality assurance program, This report shall not be reproduced except in full, without written approval from Raytek.

Revision AO 3/18/02

ICTIONS	ct Source	ee manual for	eld installable	ION	FRONT PANEL ZERO	017	YES		CIN.	DN .		1.40 M		NO					YES	BARE CONTRACT	the state in		-	P		VEG	153			NO			nual for fuse		
NG INSTRU	nge ④ Connec	oltage range. (S	n Model 1788 fi	ER INFORMAT	(Note 1)		MOMENTARY			1200V			SMO VOOT	2H-7 01	「「「「「「		1.1.4	2A, 250V	DC OR RMS (Note 4)	1000	14		24, 250V	(Note 4)	California California		a say here	SEOV	PEAK			ore 11	al blow. See ma	ERVICING.	S
D OPERATI	on (3) Select Rai	nel to applicable v	hour charge with	NGES, AND OTH	INPUT		1	Canot	1 CINIDA				OWL	75pF	N. C. S. S.	NOON DIDDEN	0.02 A DOUDEN	0.2V BURDEN		0.25V BURDEN	0.6V BURDEN	and the second s	NICH BURNEN	0.25V BURDEN	0.6V BURDEN	20mV F.S.	200mV F.S.		ZV AT	5V MAX	OPEN CIRCUIT	tout resistance (N	n. n. n. 3. is 2A, 3AG norm	RD BEFORE S	VSTRUMENT CLEVELAND, OHIO 4 10400 - TELEX 98:546
M CONDENSED © Select Function	switch on rear par	operation after 14 pack. (Note 1)	FUNCTIONS, RAI	ACCURACY 18°C - 28°C (Note 1)	0.04% Rdg + 2D	0.04% Rdg + 1D		0.03% Rdg + 1D	Contraction of the second s	0.035% Rdg + 1D	O Start and a so	100Hz - 10kHz	0.7% Rda + 15D	45Hz - 20kHz	UCTOPO ACO	17 1 SOU 8 7.0		0.2% Rdg + 1D				0.8% Rdg + 15D	45Hz - 10kHz	The state of the second	0.05% Rdg + 3D	0.05% Rdg + 2D	0.04% Rdg + 1D			0.1% Rdg + 1D V full scale 5k0 ou	detailed informatio dicated by flashing (square, crest factor installed internally)	INECT LINE CO	KEITHLEY IN 28775 AURORA ROAD - TELEPHONE (216) 245 EURODA		
L 177 DM	AIE: Set Power On	VER: Line: Set line	ttery: 6 hour batterv	UMMARY OF	RANGE (Note 2)	20mV -	200mV	2V 1	20V	200V	1200V	200mV	2V	20V	10001	Anno	Aunos	2mA	20mA	200mA	2000mA	200µA	Ama	200mA	2000mA	20	200	2k	20k	200k	ZUUUK	20M 20M	ce manual for berrange is in frue root mean current fuse (i	DISCON	
MODE	0 OFER	O POI	Bat	S	FUNCTION				1				1~1/10	(Note 3)					DCA	ALC: NOT ALC: NOT			ACA	(Note 3)		N. W. N.			(SMHO) U		-	ANALOG	Note 1: 5 Note 2: 0 Note 3: 1 Note 4: 0	1	

Abbildungsverzeichnis

1.1	Gliederung als Mindmap	3
2.1 2.2	Schemazeichnung des experimentellen Aufbaus	5 13
3.1 3.2	Polarisationsellipse	18 24
4.1	Emissionsgrad von Reinmetallen am Schmelzpunkt	28
4.2	Phasendiagramm Ag-Cu	31
4.3	Phasendiagramm Au-Ni	31
4.4	Phasendiagramm Cu-Ni	32
4.5	Phasendiagramm Ni-Ti	32
4.6	Phasendiagramm Fe-Ni	33
4.7	Phasendiagramm Mo-Re	33
4.8	Phasendiagramm W-Re	34
5.1	Spez. el. Widerstand vs. Enthalpie von Ag72Cu28	37
5.2	Spez. el. Widerstand vs. Enthalpie von Au82Ni18	39
5.3	Spez. el. Widerstand vs. Temperatur von Au82Ni18	40
5.4	Spez. el. Widerstand vs. Enthalpie von Cu55Ni45	41
5.5	Spez. Enthalpie vs. Temperatur von Cu55Ni45	42
5.6	Spez. el. Widerstand vs. Temperatur von Cu55Ni45	43
5.7	Spez. el. Widerstand vs. Enthalpie von Ni55Ti45	44
5.8	Spez. el. Widerstand vs. Temperatur von Ni55Ti45	45
5.9	Spez. el. Widerstand vs. Enthalpie von Ti-6Al-4V	46
5.10	Spez. el. Widerstand vs. Temperatur von Ti-6Al-4V	47
5.11	Spez. el. Widerstand vs. Enthalpie von Mo52Re47	48
5.12	Spez. el. Widerstand vs. Temperatur von Mo52Re47	49
5.13	Spez. el. Widerstand vs. Enthalpie von W74Re26	50
5.14	Spez. Enthalpie vs. Temperatur von W74Re26	51
5.15	Spez. el. Widerstand vs. Temperatur von W74Re26	52
5.16	Spez. el. Widerstand vs. Enthalpie von W95Re5	53

5.17	Spez. el. Widerstand vs. Temperatur von W95Re5	54
5.18	Spez. el. Widerstand vs. Enthalpie von Wolfram	55
5.19	Spez. el. Widerstand vs. Temperatur von Wolfram	56
5.20	Emissionsgrad von Ag-Cu am Schmelzen	58
5.21	Emissionsgrad von Au-Ni am Schmelzen	59
5.22	Emissionsgrad von Au-Ni vs. Temperatur.	59
5.23	Emissionsgrad von Cu-Ni am Schmelzen	60
5.24	Emissionsgrad von Cu-Ni vs. Temperatur.	61
5.25	Emissionsgrad von Ni-Ti am Schmelzen.	62
5.26	Emissionsgrad von Ni-Ti vs. Temperatur	62
5.27	Emissionsgrad von Fe-Ni am Schmelzen.	63
5.28	Emissionsgrad von Fe-Ni vs. Temperatur	64
5.29	Emissionsgrad von Ti-6Al-4V vs. Temperatur	65
5.30	Emissionsgrad von Mo-Re am Schmelzen.	66
5.31	Emissionsgrad von Mo-Re vs. Temperatur	67
5.32	Emissionsgrad von W-Re am Schmelzen	68
5.33	Emissionsgrad von W-Re vs. Temperatur.	68
7.1	Einflüsse zur Unsicherheitsanalyse als Mindmap	74
7.2	Unsicherheit der Temperatur als $f(t)$ bei Au 82Ni 18	80
7.3	Koeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei $f(t)$ für Au 82Ni 18 .	80
7.4	Unsicherheit der Temperatur als $f(T)$ bei Au82Ni18	81
7.5	Koeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei $\mathbf{f}(T)$ für Au 82Ni 18 .	81
7.6	Unsicherheit der Temperatur als $f(t)$ bei Cu55Ni45	82
7.7	Koeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei $f(t)$ für Cu55Ni45 .	82
7.8	Unsicherheit der Temperatur als $f(T)$ bei Cu55Ni45	83
7.9	Koeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei $\mathbf{f}(T)$ für Cu55Ni45 .	83
7.10	Unsicherheit der Temperatur als $f(t)$ bei Ni55Ti45	84
7.11	Koeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei $\mathbf{f}(t)$ für Ni55Ti45	84
7.12	Unsicherheit der Temperatur als $f(T)$ bei Ni55Ti45	85
7.13	Koeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei $f(T)$ für Ni55Ti45 .	85
7.14	Unsicherheit der Temperatur als $f(t)$ bei Ti-6Al-4V	86
7.15	Koeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei $f(t)$ für Ti-6Al-4V .	86
7.16	Unsicherheit der Temperatur als $f(T)$ bei Ti-6Al-4V	87
7.17	Koeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei $f(T)$ für Ti-6Al-4V .	87
7.18	Unsicherheit der Temperatur als $f(t)$ bei Mo52Re47	88
7.19	Koeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei $f(t)$ für Mo52Re47.	88
7.20	Unsicherheit der Temperatur als $f(T)$ bei Mo52Re47	89
7.21	Koeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei $f(T)$ für Mo52Re47	89
7.22	Unsicherheit der Temperatur als $f(t)$ bei W74Re26	90

7.23	Koeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei $\mathbf{f}(t)$ für W74Re26	•	90
7.24	Unsicherheit der Temperatur als f ($T)$ bei W74Re26 \hdots	•	91
7.25	Koeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei $\mathbf{f}(T)$ für W74Re26	•	91
7.26	Unsicherheit der Temperatur als f(t) bei W95Re 5 \hdots	•	92
7.27	Koeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei $\mathbf{f}(t)$ für W95Re5 $% (t)$.	•	92
7.28	Unsicherheit der Temperatur als f (T) bei W95Re5 $\ \ldots\ \ldots\ \ldots$		93
7.29	Koeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei $\mathbf{f}(T)$ für W95Re5 .		93
7.30	Unsicherheit der Temperatur als $f(t)$ bei Wolfram	•	94
7.31	Koeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei $\mathbf{f}(t)$ für Wolfram		94
7.32	Unsicherheit der Temperatur als $f(T)$ bei Wolfram	•	95
7.33	Koeffizienten zur Unsicherheit der Temperatur bei $\mathbf{f}(T)$ für Wolfram .		95
7.34	Unsicherheit des Stromes als f (t) bei Ag72Cu28	•	97
7.35	Koeffizienten zur Unsicherheit des Stromes bei $\mathbf{f}(t)$ für Ag 72Cu28 $\ .$.	•	97
7.36	Unsicherheit des Stromes als f (t) bei Au82Ni18 $\ldots \ldots \ldots \ldots$	•	98
7.37	Koeffizienten zur Unsicherheit des Stromes bei $\mathbf{f}(t)$ für Au 82Ni 18 $~$	•	98
7.38	Unsicherheit des Stromes als $f(t)$ bei Cu55Ni45	•	99
7.39	Koeffizienten zur Unsicherheit des Stromes bei $\mathbf{f}(t)$ für Cu55Ni45 $~$.	•	99
7.40	Unsicherheit des Stromes als $f(t)$ bei Ni55Ti45	•	100
7.41	Koeffizienten zur Unsicherheit des Stromes bei $f(t)$ für Ni55Ti45	•	100
7.42	Unsicherheit des Stromes als f (t) bei Ti-6Al-4V \ldots	•	101
7.43	Koeffizienten zur Unsicherheit des Stromes bei $\mathbf{f}(t)$ für Ti-6Al-4V $~$	•	101
7.44	Unsicherheit des Stromes als f (t) bei Mo52Re47	•	102
7.45	Koeffizienten zur Unsicherheit des Stromes bei $\mathbf{f}(t)$ für Mo52Re 47 $\ .$.	•	102
7.46	Unsicherheit des Stromes als $f(t)$ bei W74Re26	•	103
7.47	Koeffizienten zur Unsicherheit des Stromes bei $\mathbf{f}(t)$ für W74Re26	•	103
7.48	Unsicherheit des Stromes als $f(t)$ bei W95Re5	•	104
7.49	Koeffizienten zur Unsicherheit des Stromes bei $\mathbf{f}(t)$ für W95Re5 $~$	•	104
7.50	Unsicherheit des Stromes als $f(t)$ bei Wolfram $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots$		105
7.51	Koeffizienten zur Unsicherheit des Stromes bei $\mathbf{f}(t)$ für Wolfram $\ .$.		105
7.52	Ersatzschaltbild der Spannungsteiler $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots$	•	106
7.53	Unsicherheit der Spannung als f(t) bei Ag 72Cu28 \hdots		110
7.54	Koeffizienten zur Unsicherheit der Spannung bei $\mathbf{f}(t)$ für Ag72Cu28 $% \mathbf{f}(t)$	•	110
7.55	Unsicherheit der Spannung als f (t) bei Au 82Ni 18	•	111
7.56	Koeffizienten zur Unsicherheit der Spannung bei $f(t)$ für Au 82Ni 18 .	•	111
7.57	Unsicherheit der Spannung als f (t) bei Cu55Ni45	•	112
7.58	Koeffizienten zur Unsicherheit der Spannung bei $\mathbf{f}(t)$ für Cu55Ni45 $~$.	•	112
7.59	Unsicherheit der Spannung als f (t) bei Ni55Ti45	•	113
7.60	Koeffizienten zur Unsicherheit der Spannung bei $\mathbf{f}(t)$ für Ni55Ti45	•	113
7.61	Unsicherheit der Spannung als f(t) bei Ti-6 Al-4 V $\ .$	•	114

7.62	Koeffizienten zur Unsicherheit der Spannung bei $\mathbf{f}(t)$ für Ti-6Al-4V $~$. 114
7.63	Unsicherheit der Spannung als f(t) bei Mo 52Re47 \hdots
7.64	Koeffizienten zur Unsicherheit der Spannung bei $\mathbf{f}(t)$ für Mo52Re 47 $$. . 115
7.65	Unsicherheit der Spannung als f (t) bei W74Re26
7.66	Koeffizienten zur Unsicherheit der Spannung bei $\mathbf{f}(t)$ für W74Re26 116
7.67	Unsicherheit der Spannung als f(t) bei W95Re 5 \ldots . \ldots . \ldots . 117
7.68	Koeffizienten zur Unsicherheit der Spannung bei $\mathbf{f}(t)$ für W95Re 5 $\ .$. 117
7.69	Unsicherheit der Spannung als $f(t)$ bei Wolfram
7.70	Koeffizienten zur Unsicherheit der Spannung bei $\mathbf{f}(t)$ für Wolfram $\ .$. 118
7.71	Beitrag der Unsicherheit der Temperatur
7.72	Unsicherheit der Enthalpie als f(t) bei Ag 72Cu28 $\ldots \ldots \ldots \ldots 123$
7.73	Koeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei $\mathbf{f}(t)$ für Ag 72Cu28 $~$. . 123
7.74	Unsicherheit der Enthalpie als f (t) bei Au 82Ni 18
7.75	Koeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei $\mathbf{f}(t)$ für Au 82Ni 18 124
7.76	Unsicherheit der Enthalpie als f (T) bei Au 82Ni 18 125
7.77	Koeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei $\mathbf{f}(T)$ für Au 82Ni 18 $\ .$. 125
7.78	Unsicherheit der Enthalpie als f(t) bei Cu55Ni45 $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots 126$
7.79	Koeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei $\mathbf{f}(t)$ für Cu55Ni45 126
7.80	Unsicherheit der Enthalpie als f (T) bei Cu55Ni45
7.81	Koeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei $\mathbf{f}(T)$ für Cu55Ni45 $\ .$. 127
7.82	Unsicherheit der Enthalpie als $f(t)$ bei Ni55Ti45
7.83	Koeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei $\mathbf{f}(t)$ für Ni55Ti45 128
7.84	Unsicherheit der Enthalpie als f (T) bei Ni55Ti45
7.85	Koeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei ${\rm f}({\it T})$ für Ni55Ti45 $~$ 129
7.86	Unsicherheit der Enthalpie als f (t) bei Ti-6Al-4V $\dots \dots \dots$
7.87	Koeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei $\mathbf{f}(t)$ für Ti-6Al-4V $~$. 130
7.88	Unsicherheit der Enthalpie als f(T) bei Ti-6Al-4V $\dots \dots \dots$
7.89	Koeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei $\mathbf{f}(T)$ für Ti-6Al-4V. 131
7.90	Unsicherheit der Enthalpie als f(t) bei Mo 52 Re 47 $\ \ldots\ \ldots\ \ldots\ \ldots\ 132$
7.91	Koeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei $\mathbf{f}(t)$ für Mo52Re 47 $~$. 132
7.92	Unsicherheit der Enthalpie als f (T) bei Mo52Re47
7.93	Koeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei $\mathbf{f}(T)$ für Mo52Re47 . . 133
7.94	Unsicherheit der Enthalpie als $f(t)$ bei W74Re26
7.95	Koeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei $\mathbf{f}(t)$ für W74Re26 134
7.96	Unsicherheit der Enthalpie als f (T) bei W74Re26
7.97	Koeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei $\mathbf{f}(T)$ für W74Re26 $~$. 135
7.98	Unsicherheit der Enthalpie als f (t) bei W95Re5
7.99	Koeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei $\mathbf{f}(t)$ für W95Re 5 $~$ 136
7.100	Unsicherheit der Enthalpie als f ($T)$ bei W95Re 5 $.$

7.101Koeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei f(T) für W95Re5 . . . 137 7.102 7.103Koeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei f(t) für Wolfram ... 138 7.104 7.105Koeffizienten zur Unsicherheit der Enthalpie bei f(T) für Wolfram . . . 139 7.106 7.107 Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei f(t) für Ag72Cu28. 141 7.1087.109 Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei $f(H_S)$ für Ag72Cu28 142 7.1107.111 Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei f(t) für Au82Ni18 . 143 7.112Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei f(T) für Au82Ni18 7.113 1447.114 Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei $f(H_S)$ für Au82Ni18 145 7.1157.116 7.117 Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei f(t) für Cu55Ni45 . 146 7.118 7.119 Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei f(T) für Cu55Ni45 1477.120 Unsicherheit des Widerstands als $f(H_S)$ bei Cu55Ni45 148 7.121 Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei $f(H_S)$ für Cu55Ni45 148 7.1227.123 Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei f(t) für Ni55Ti45 . 149 7.124 Unsicherheit des Widerstands als f(T) bei Ni55Ti45 150 7.125Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei f(T) für Ni55Ti45 . 150 7.1267.127 Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei $f(H_S)$ für Ni55Ti45 151 7.128 7.129Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei f(t) für Ti-6Al-4V . 152 7.130 Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei f(T) für Ti-6Al-4V 153 7.1317.132Unsicherheit des Widerstands als $f(H_S)$ bei Ti-6Al-4V $\ldots \ldots \ldots 154$ 7.133 Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei $f(H_S)$ für Ti-6Al-4V 154 7.134 Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei f(t) für Mo52Re47. 155 7.135 7.136 7.137 Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei f(T) für Mo52Re47 156 7.138 7.139Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei $f(H_S)$ für Mo52Re47 157

7.140	Unsicherheit des Widerstands als f(t) bei W74Re26 \ldots	158
7.141	Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei $\mathbf{f}(t)$ für W74Re26 .	158
7.142	Unsicherheit des Widerstands als $f(T)$ bei W74Re26	159
7.143	Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei $\mathbf{f}(T)$ für W74Re26 .	159
7.144	Unsicherheit des Widerstands als $f(H_S)$ bei W74Re26	160
7.145	Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei $f(H_S)$ für W74Re26	160
7.146	Unsicherheit des Widerstands als f(t) bei W95Re 5	161
7.147	Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei $\mathbf{f}(t)$ für W95Re5	161
7.148	Unsicherheit des Widerstands als f ($T)$ bei W95Re5 \hdots	162
7.149	Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei $\mathbf{f}(T)$ für W95Re5 $% (T)$	162
7.150	Unsicherheit des Widerstands als $f(H_S)$ bei W95Re5	163
7.151	Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei $\mathbf{f}(H_S)$ für W95Re5 .	163
7.152	Unsicherheit des Widerstands als $f(t)$ bei Wolfram	164
7.153	Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei $\mathbf{f}(t)$ für Wolfram	164
7.154	Unsicherheit des Widerstands als f(T) bei Wolfram	165
7.155	Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei $\mathbf{f}(T)$ für Wolfram	165
7.156	Unsicherheit des Widerstands als $f(H_S)$ bei Wolfram $\ldots \ldots \ldots \ldots$	166
7.157	Koeffizienten zur Unsicherheit des Widerstands bei $\mathbf{f}(H_S)$ für Wolfram .	166
7.158	Einfluss des Durchmessers auf die Unsicherheit des Widerstands	167
7.159	Einfluss des Durchmessers auf die Unsicherheit des Widerstands $\ .\ .$.	168
8.1	Skizze einer Kosinusfunktion	172
8.2	Streuung der Einzelmessungen bei Ni55Ti45.	175
8.3	Streuung der Einzelmessungen bei Fe30Ni70.	176
8.4	Streuung der Einzelmessungen bei W74Re26.	176
9.1	Übersicht zur Unsicherheit des Widerstands vs. Temperatur \ldots	178

Tabellenverzeichnis

2.1	Verfügbare Pyrometer	7
4.1	Probenübersicht	29
5.1	Gemessene Daten	36
5.2	Ag72Cu28: Umwandlungsenthalpie, spez. el. Widerstand	38
5.3	Au82Ni18: Umwandlungsenthalpie, spez. el. Widerstand und spez.	
	Wärmekapazität	40
5.4	Cu55Ni45: Umwandlungsenthalpie, spez. el. Widerstand und spez.	
	Wärmekapazität	42
5.5	Ni55Ti45: Umwandlungsenthalpie, spez. el. Widerstand und spez.	
	Wärmekapazität	44
5.6	Ti-6Al-4V: Umwandlungsenthalpie, spez. el. Widerstand und spez.	
	Wärmekapazität	47
5.7	Mo52Re47: Umwandlungsenthalpie, spez. el. Widerstand und spez.	
	Wärmekapazität	49
5.8	W74Re26: Umwandlungsenthalpie, spez. el. Widerstand und spez.	
	Wärmekapazität	52
5.9	W95Re5: Umwandlungsenthalpie, spez. el. Widerstand und spez.	
	Wärmekapazität	54
5.10	W: Umwandlungsenthalpie, spez. el. Widerstand und spez. Wärmeka-	
	pazität	56
6.1	Parameter häufig vorkommender Verteilungen	70
7.1	Messkarteneinstellung für eine typische Datenmessung	72
7.2	Messbereiche und Unsicherheiten der Messkarte T 1012 $\ \ldots\ \ldots\ \ldots$	75
7.3	Messunsicherheits-Budget: Induktivität	108
8.1	Messunsicherheits-Budget: Emissivität	174

Literaturverzeichnis

- [AB96] AZZAM, R.M.A.; BASHARA, N.M.: Ellipsometry and polarized light. 3.
 Elsevier Science B.V., 1996. ISBN 0–444–87016–4 17, 20, 22
- [AL89] AZZAM, R.M.A.; LOPEZ, A.G.: Accurate calibration of the four-detector photopolarimeter with imperfect polarizing optical elements. In: J. Opt. Soc. Am. 6 (1989), Nr. 10, S. 1513–1521 25
- [AMEG88] AZZAM, R.M.A. ; MASETTI, E. ; ELMINYAWI, I.M. ; GROSZ, F.G.: Construction, calibration, and testing of a four-detector photopolarimeter. In: *Rev. Sci. Instrum.* 59 (1988), Nr. 1, S. 84–88 25
- [BBMP96] BEDFORD, R.E.; BONNIER, G.; MAAS, H.; PAVESE, F.: Recommended values of temperature on the International Temperature Scale of 1990 for a selected set of secondary reference points. In: *Metrologia* 33 (1996), S. 133–154 28
- [BCD+05] BOIVINEAU, M. ; CAGRAN, C. ; DOYTIER, D. ; EYRAUD, V. ; NADAL, M.-H. ; WILTHAN, B. ; POTTLACHER, G.: Thermophysical properties of the solid and liquid Ti-6Al-4V (TA6V) alloy. In: International Journal of Thermophysics (2005). – in press 45
- [Ber04] BERNHARD, F.: Technische Temperaturmessung. 1. Springer-Verlag, 2004.
 ISBN 3-540-62672-7 7
- [Cag04] CAGRAN, C.: Untersuchung des Emissionsverhaltens flüssiger Metalle mittels Photopolarimetrie und Mehrwellenlängenpyrometrie, Institut für Experimentalphysik, TU-Graz, Dissertation, 2004 28, 58, 61, 62, 64, 65, 66, 67, 68, 77
- [CM92] CEZAIRLIYAN, A. ; MIILLER, A.P.: Radiancd Temperatures (in the Wavelength Range 522 to 906 nm) of Niobium at Its Melting Point by a Pulse-Heating Technique. In: International Journal of Thermophysics 13 (1992), Nr. 1, S. 39–55 28

- [CMM94] CEZAIRLIYAN, A. ; MCCLURE, J.L. ; MIILLER, A.P.: Radiancd Temperatures (in the Wavelength Range 523 to 1500 nm) of Group IVB Transition Metals Titanium, Zirconium, and Hafnium at Their Melting Points by a Pulse-Heating Technique. In: International Journal of Thermophysics. 15 (1994), Nr. 5, S. 993–1009 28
- [DIN95] DIN, Deutsches Institut f
 ür Normung e.: Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen. 1. Beuth Verlag GmbH, 1995. – Original: Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, ISO (Geneva, Switzerland, 1993. 69
- [DN88] DEWITT, P.P.; NUTTER, G.D.: Theory and Practice of Radiation Thermometry. JOHN WILEY & SONS, Inc., 1988 (A Wiley-Intersience Publication) 6
- [HMFN02] HAYASHI, M. ; MURATA, M. ; FUKUYAMA, H. ; NAGATA, K.: Normal spectral emissivities of liquid Ag-Cu alloys in the visible and infrared regions. In: Metallurgical and Materials Transactions B 33 (2002), Nr. B, S. 47–54 57
- [Int96] INTERNATIONAL, ASM: Binary alloy phase diagrams (Elektronische Ressource). 2 (1996). – plus updates, version 1.0. 31, 32, 33, 34
- [Kes04a] KESSEL, W. Arbeitsdokument Ausgleichsgerade. 2004 106
- [Kes04b] KESSEL, W. Standardmessunsicherheit und Korrelationskoeffizienten zur Analyse des DOAP. 2004 173
- [KHHM90] KRISHNAN, S. ; HANSEN, G.P. ; HAUGE, R.H. ; MARGRAVE, J.L.: Spectral emissivities and optical properties of electromagnetically levitated liquid metals as function of temperature and wavelength. In: *High Temperature Science* 29 (1990), S. 17–52 58, 59, 60, 61
- [KJN⁺91] KRISHNAN, S. ; J.K.R, Weber ; NORDINE, P.C. ; HAUGE, R.H. ; MARGRA-VE, J.L.: Spectral emissivities and optical properties of liquid silicon, aluminium, titanium, and niobium at 632.8 nm. In: *High Temperature Science* 30 (1991), S. 137–153–64
- [KMC98a] KASCHNITZ, E. ; MCCLURE, J.L. ; CEZAIRLIYAN, A.: Radiancd Temperatures (in the Wavelength Range 530 to 1500 nm) of Iron and Cobalt at Their Melting Points by a Pulse-Heating Technique. In: *High Temp. - High Press.* 29 (1998), S. 103–111 28

- [KMC98b] KASCHNITZ, E. ; MCCLURE, J.L. ; CEZAIRLIYAN, A.: Radiancd Temperatures (in the Wavelength Range 530 to 1500 nm) of Nickel at Its Melting Point by a Pulse-Heating Technique. In: *International Journal of Thermophysics.* 19 (1998), Nr. 6, S. 1637–1646 28, 30
- [KN94] KRISHNAN, S. ; NORDINE, P.C.: Mueller-matrix ellipsometry using the division-of-amplitude photopolarimeter: a study of depolarization effects. In: Applied Optics. 33 (1994), Nr. 19, S. 4184–4192 21
- [Kri92] KRISHNAN, S.: Calibration, properties, and applications of the division-ofamplitude photopolarimeter at 632.8 and 1523 nm. In: J. Opt. Soc. Am. 9 (1992), Nr. 9, S. 1615–1622 25
- [Loh93] LOHÖFER, G.: Nonuniform Electric Fields in Pulse Heated Wires. In: International Journal of Thermophysics 14 (1993), S. 471 – 483 140
- [LS68] LANGE, K.; SCHENCK, H.: In: Arch. Eisenhüttenwesen 8 (1968), S. 611 30
- [MBC99] MCCLURE, J.L. ; BOBORIDIS, K. ; CEZAIRLIYAN, A.: Radiancd Temperatures (in the Wavelength Range 521 to 1500 nm) of Rhenium and Iridium at Their Melting Points by a Pulse-Heating Technique. In: International Journal of Thermophysics 20 (1999), Nr. 4, S. 1137–1148 28
- [MCK99] MCCLURE, J.L.; CEZAIRLIYAN, A.; KASCHNITZ, E.: Radiancd Temperatures (in the Wavelength Range 527 to 1500 nm) of Palladium and Platinum at Their Melting Points by a Pulse-Heating Technique. In: International Journal of Thermophysics. 20 (1999), Nr. 4, S. 1149–1161 28
- [RB81] RATANAPUPECH, P. ; BAUTISTA, R.: Normal spectral emissivities of liquid iron, liquid nickel, and liquid iron-nickel alloys. In: *High Temperature Science* 14 (1981), S. 269–283–63, 64
- [Sac00] SACHSENHOFER, F.: Data evaluation for pulse heating experiments combined with emissivity measurements using a divison-of-amplitude photopolarimeter., Institut für Experimentalphysik, TU-Graz, Diplomarbeit, 2000 11, 12, 17, 22, 36, 175
- [Sei01] SEIFTER, A.: Bestimmung des normalen spektralen Emissionskoeffizienten von flüssigen pulsgeheizten Metallen mittels eines schnellen Photopolarimeter., Institut für Experimentalphysik, TU-Graz, Dissertation, 2001 17, 24, 66, 68
- [SK97] SAKUMA, F.; KOBAYASHI, M.; MARCARINO, P. (Hrsg.). Interpolation equations of scales of radiation thermometers. 1997 9

XXVII

- [SPJ⁺98] SEIFTER, A.; POTTLACHER, G.; JÄGER, H.; GROBOTH, G.; KASCHNITZ,
 E.: Measurements of thermophysical properties of solid and liquid Fe-Ni alloys. In: *Ber. Bunsenges. Phys. Chem.* 102 (1998), Nr. 9, S. 1266–1271 36
- [WCP05] WILTHAN, B. ; CAGRAN, C. ; POTTLACHER, P.: Combined DSC and Pulse-Heating Measurements of Electrical Resistivity and Enthalpy of Tungsten, Niobium and Titanium. In: International Journal of Thermophysics 26 (2005), S. 1017 – 1029 55
- [WCPK05] WILTHAN, B. ; CAGRAN, C. ; POTTLACHER, G. ; KASCHNITZ, E.: Normal spectral emissivity at 684.5 nm of the liquid binary system iron-nickel. In: *Monatshefte für Chemie* (2005). – Sonderausgabe - in press 63

DANKSAGUNG

Mein besonderer Dank gilt Ao. Univ.-Prof. Dr. Gernot Pottlacher, der mich in den letzten drei Jahren unterstützt und betreut hat. Mit vielen konstruktiven Diskussionen und seiner kritischen Durchsicht hat er mir diese Arbeit ermöglicht. Auch der bei allen Mitarbeitern geschätzte Laborfisch ist dabei nicht zu kurz gekommen.

Auch an Reg.-Dir.a. D. Dr. Kessel möchte ich einen ganz innigen Dank richten. Ohne ihn wäre die Unsicherheitsanalyse für die Messgrößen des Pulsheizkreises bis heute ein offenes Projekt.

Dafür, dass meine Formulierungen lesbar geworden sind und die neue Rechtschreibung zu ihrem Recht gekommen ist, ein Danke an OStR Mag. Beermann für seine gründliche Durchsicht des Dokuments.

Für die Bereitstellung von Probenmaterial möchte ich mich bei Dr. Knabl (Firma PLANSEE AG), Dipl.-Ing. Mayrhofer (Gebauer & Griller Metallwerk GesmbH) und Dr. Kaschnitz (ÖGI-Leoben) herzlich bedanken.

Ohne die Hilfe der Mitarbeiter am Institut wären viele Aufgaben nicht zu bewältigen gewesen. Für diese Unterstützung ein Dankeschön an alle Kolleginnen und Kollegen im Sekretariat, in der Elektronikgruppe und in der Institutswerkstatt.

Danke auch an die Freunde bzw. Kollegen im Labor und an jene, auf die man auch zählen kann, wenn sie nicht mehr im Labor arbeiten. Allen voran möchte ich Dr. Cagran nennen, der mich in die Alchemie der Emissionsmessungen eingeführt hat und viele Stunden lang meine unzähligen Fragen erdulden musste.

Es ist mir ein Anliegen, auch allen zu danken, die mich in meinem privaten Umfeld immer wieder motiviert und unterstützt haben - meiner Familie, die mir unermüdlich in allen Lebenslagen zur Seite steht, allen aus der WG (und damit meine ich DIE WG ☉) sowie allen, die sich in den letzten Jahren Zeit für mich genommen haben - sei es für ein Spiel, sei es für einen Plauderabend oder sei es auch für den Ausdruck dieser Arbeit. Im Speziellen ein herzliches Dankeschön an meinen Freund HTI, der als Wohnungskollege jeden Schritt hautnah ertragen hat, und an dich, liebe Martha, für deine Geduld und Unterstützung besonders in den letzten Monaten des Zusammenschreibens.

Diese Arbeit wurde finanziell vom FWF unterstützt (Projekt: P15055). Graz, 28. September 2005 Boris Wilthan