



Dissertation

Stephan Krenek

Dynamische Emissionsgradmessung im Hochtemperaturbereich



ISSN 1614-9327
ISBN 978-3-95606-287-2

Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Thermodynamik
PTB-Th-8
Braunschweig, September 2016

Stephan Krenek

Dynamische Emissionsgradmessung im Hochtemperaturbereich

von der Fakultät IV – Elektrotechnik und Informatik der
Technischen Universität Berlin zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Ingenieurwissenschaften genehmigte Dissertation

Herausgeber:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt

ISNI: 0000 0001 2186 1887

Presse und Öffentlichkeitsarbeit

Bundesallee 100

38116 Braunschweig

Telefon: (05 31) 592-93 21

Telefax: (05 31) 592-92 92

www.ptb.de

Zugl.: Berlin, Technische Universität, Diss., 2016

Dynamische Emissionsgradmessung im Hochtemperaturbereich

vorgelegt von
Diplom-Physiker
STEPHAN KRENEK
geb. in Berlin

von der Fakultät IV – Elektrotechnik und Informatik
der Technischen Universität Berlin
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Ingenieurwissenschaften
– Dr.-Ing. –

genehmigte Dissertation

Promotionsausschuss

Vorsitzender: Prof. Dr.-Ing. Roland Thewes
Gutachter: Prof. Dr.-Ing. Stephan Völker
Gutachter: Ao. Univ.-Prof. Dr. techn. Gernot Pottlacher
Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. Jürgen Hartmann

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 23.02.2016

Berlin 2016

Vorwort

Diese Arbeit entstand während meiner Tätigkeit im Fachbereich für Detektorradiometrie und Strahlungsthermometrie der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt. Ich möchte mich bei Allen bedanken die zum Entstehen dieser Dissertation beigetragen haben.

Als erstes möchte ich mich bei Stephan Völker für die Betreuung meiner Arbeit an der Technischen Universität Berlin und die wertvollen Diskussionen bedanken. Gernot Pottlacher danke ich für die hilfreichen Hinweise zu meiner Dissertation. Besonders bedanken möchte ich mich bei Jürgen Hartmann für seine fortwährend Unterstützung, die Einführung in das Thema und die wertvollen Informationen und Hinweise nicht nur auf dem Gebiet der Strahlungsthermometrie. Unsere vielen Diskussionen waren essentiell für das Gelingen meiner Dissertation.

An der PTB gilt mein besonderer Dank Jörg Hollandt und Dieter Taubert für ihre engagierte und motivierende Unterstützung und die zahlreichen fachlichen Diskussionen. Die unermüdliche und vielfältige Unterstützung von Klaus Anhalt war entscheidend für meine Dissertation. Ich möchte ihm besonders dafür danken, dass er immer ein offenes Ohr für alle meine Fragen hatte. Meinen beiden Werksstudenten David Urban und Daniel Bremer danke ich für ihre Mithilfe bei der Charakterisierung des Messplatzes. David Urban möchte ich außerdem für seine Unterstützung bei der LabVIEW-Programmierung und der Durchführung der Messungen danken.

Allen Mitarbeitern der beiden Arbeitsgruppen Hochtemperaturskala und Infrarot-Strahlungsthermometrie danke ich für die freundschaftliche Arbeitsatmosphäre, ihre Hilfsbereitschaft und Unterstützung. Besonders möchte ich meine Mit-Doktoranden Lars Bünger und Mathias Kehrt hervorheben, die mit vielen wissenschaftlichen Diskussionen und der notwendigen Zerstreung zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. Bei Christian Monte und Albert Adibekyan möchte ich mich für die Emissionsgradmessungen zur Validierung meiner Arbeit und für ihren wertvollen Rat bei Fragen zum Emissionsgrad bedanken. Elzbieta Kosubek gilt mein Dank für die Messungen der Präzisionsblenden. Bei Thomas Schönebeck möchte ich mich für die

schnelle und gewissenhafte Fertigung verschiedenster Teil für den Aufbau des Messplatzes bedanken.

Unseren Partnern aus den EURAMET-Projekten ENG08 MetroFission und ENG06 Powerplant, besonders Bruno Hay (LNE), Lindsay Chapman (NPL), Konstantinos Boboridis (JRC-ITU) und Boris Wilthan (TU Graz), danke ich für den wertvollen Austausch von Wissen und Messdaten rund um thermophysikalische Materialeigenschaften.

Bei Jürgen Blumm und Thomas Denner möchte ich mich für die Kooperation mit der Firma Netzsch Gerätebau GmbH bedanken, die den Grundstein für diese Arbeit legte. Den Netzsch-Mitarbeitern André Lindemann, Andrea Kesselboth, Andreas Strobel, Andreas Hartinger, Elena Moukhina und Michael Gebhardt danke ich für die Einführung in das Laser-Flash-Verfahren und die Hilfe beim „Hacken“ der LFA 427.

Schließlich gilt mein tiefer Dank meiner ganzen Familie, die mich auf dem gesamten Weg zu meiner Dissertation unterstützt hat. Besonders meiner Frau danke ich aus tiefsten Herzen für ihre Hilfe, Geduld und Motivation ohne die diese Arbeit nicht möglich gewesen wäre.

Berlin im August 2015

Stephan Krenek

Inhaltsverzeichnis

Vorwort	3
Abkürzungs- und Symbolverzeichnis	9
1 Einleitung	13
2 Grundlagen und Stand der Technik	17
2.1 Radiometrie und Strahlungsthermometrie	17
2.1.1 Grundlagen der Radiometrie	17
2.1.2 Grundlagen der Strahlungsthermometrie	21
2.1.3 Aufbau und Funktion eines Strahlungsthermometers .	26
2.1.4 Internationale Temperaturskala (ITS-90) und deren Weitergabe in der Strahlungsthermometrie	28
2.2 Emissionsgrad	32
2.2.1 Grundlagen	32
2.2.2 Stand der Technik bei der Emissionsgradmessung . .	40
2.3 Temperaturleitfähigkeit und Flash-Verfahren	48
2.3.1 Wärmeleitungsgleichung und Grundidee des Flash- Verfahrens	48
2.3.2 Weiterentwicklung des Flash-Verfahrens	51
2.4 Grundlagen der Laserenergiemessung	55
2.5 Grundlagen der Unsicherheitsabschätzung	57
2.5.1 Grundidee und Unsicherheit einer Größe	57
2.5.2 Unsicherheitsfortpflanzung	59
3 Grundidee und Zielsetzung	65
4 Energie und Eigenschaften der Laserstrahlung	69
4.1 Laserenergiemessgeräte	69
4.1.1 Messanlagen zur Untersuchung der Laserstrahlung . .	69
4.1.2 Kalibrierung der Laserenergiemessgeräte	72
4.2 Charakterisierung des Lasers der Laser-Flash-Anlage	75

4.3	Aufbau zur in situ Messung der Laserenergie an der Probenposition	80
4.3.1	Keilfenster als Strahlteiler	80
4.3.2	Umbauten an der kommerziellen Laser-Flash-Anlage	81
4.4	Charakterisierung der Laserstrahlung bei der Emissionsgradmessung	85
4.4.1	Charakterisierung des Strahlteilverhältnisses	85
4.4.2	In situ Messung der Energie des Laserstrahls	88
4.4.3	Radiales Energieprofil der Laserstrahlung an der Probenposition	90
4.4.4	Zeitliches Profil des Laserpulses	95
4.5	Aluminiumoxid-Probenhalter mit Molybdän-Blende	99
5	Bestimmung des adiabatischen Temperaturhubes	103
5.1	Anpassung der Theorie des Flash-Verfahrens an die dynamische Emissionsgradmessung	103
5.2	Dediziertes Strahlungsthermometer: Linearpyrometer 5 – High Speed	111
5.2.1	Aufbau und Eigenschaften	111
5.2.2	Charakterisierung des LP5-HS	117
5.2.3	Temperatur-Kalibrierung	123
5.2.4	Kalibrierung des HS-Modus	131
5.3	Auswertung der gemessenen Temperaturänderung	137
5.3.1	Schritte zur Bestimmung der adiabatischen Temperaturänderung	137
5.3.2	Ergebnis und Unsicherheit der Analyse der Temperaturänderung	144
6	Strahlungsbilanz und Korrektur der Ofenstrahlung	151
6.1	Herleitung der Strahlungskorrektur	151
6.1.1	Machbarkeitsstudie: Lösung des $\Delta T(\epsilon_\lambda^!)$ -Problems	152
6.1.2	Strahlungsbilanz im Innern des Ofens	155
6.1.3	Reflektierte Stahldichte des Ofens	159
6.2	Bestimmung der Strahlungskorrektur	164
6.2.1	Messung der Temperaturverteilung des Ofens	164
6.2.2	Berechnung der Strahlungskorrektur	167
6.2.3	Transmissionsgrad des oberen Fensters	173

7	Aufbau des Messplatzes und Analyse der gesamten Messung	179
7.1	Aufbau und Steuerung des Messplatzes	179
7.1.1	Aufbau von $AD\varepsilon M$	179
7.1.2	Steuerung und Regelung des Messplatzes	183
7.2	Durchführung einer Messung	186
7.3	Analyse der gesamten Messung	188
8	Messergebnisse und Validierung der neuen Messmethode	195
8.1	Emissionsgrad von Graphit	195
8.1.1	Beschreibung der Probe	196
8.1.2	Einfluss der Laserenergie	198
8.1.3	Messergebnisse und Vergleich mit anderen Quellen	200
8.2	Emissionsgrad von sandgestrahltem Wolfram	204
8.2.1	Beschreibung der Proben	204
8.2.2	Messergebnisse und Diskussion	207
8.3	Diskussion der Unsicherheitsbeiträge	212
9	Diskussion und Zusammenfassung	223
9.1	Möglichkeiten und Grenzen der dynamischen Emissionsgradmessung	223
9.1.1	Anforderungen an die Probe	223
9.1.2	Möglichkeiten und Grenzen des Messplatzes	226
9.2	Vorteile und Perspektive der dynamischen Emissionsgradmessung	229
9.3	Zusammenfassung	232
A	Anhang	237
A.1	Bedeutung der Biot-Zahlen Y_z und Y_r innerhalb der Randbedingungen der Wärmeleitungsgleichung	237
A.2	Polynomielle Näherung für Z_n und R_i	241
A.3	Analytische Lösung der radialen Entwicklungskoeffizienten $D_i(r)$	246
A.4	Berücksichtigung von Interreflexionen	250
	Abbildungs- und Tabellenverzeichnis	257
	Publikationsliste	261
	Literaturverzeichnis	263

Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

Die üblichen mathematischen Symbole und physikalischen Konstanten sind im Folgenden nicht aufgeführt, ebenso wie Größen, die nur an einer Stelle dieser Arbeit verwendet werden.

Abkürzungen

- AD ϵ M* A Dynamic Emissivity Measurement; im Rahmen dieser Arbeit aufgebauter Messplatz zur dynamischen Emissionsgradmessung
- EMRP European Metrology Research Programme; von der Europäischen Union und der EURAMET e. V. finanziertes Programm zur Förderung der Metrologie in Europa
- HS-Modus .. High Speed Modus; Ausgang des LP5-HS mit 1000 Hz Messrate
- ITS-90 Internationale Temperaturskala von 1990; hoch reproduzierbare Temperaturskala, die oberhalb von 25 K auf der Festlegung von Fixpunkt-Temperaturen beruht
- JRC-ITU ... Joint Research Centre – Institute for Transuranium Elements; Nuklear-Forschungsinstitut der Europäischen Kommission
- LabVIEW .. Laboratory Virtual Instrumentation Engineering Workbench; grafisches Programmiersystem von National Instruments Corp.
- LP5-HS Linearpyrometer 5 – High Speed; für die dynamische Emissionsgradmessung entwickelte Version des Strahlungsthermometers LP5 mit einer Messrate von 1000 Hz
- LS-Modus .. Low Speed Modus; Ausgang des LP5-HS mit 5 Hz Messrate
- NIST National Institute of Standards and Technology; nationales Metrologieinstitut der Vereinigten Staaten von Amerika
- NPL National Physical Laboratory; nationales Metrologieinstitut des Vereinigten Königreichs
- PTB Physikalisch-Technische Bundesanstalt; nationales Metrologieinstitut Deutschlands
- PTR Physikalisch-Technische Reichsanstalt; Vorgängerbehörde der PTB
- RBCF Reduced Background Calibration Facility; Emissionsgradmessplatz der PTB unter Vakuum

Indizes

x^\uparrow	x ist eine gerichtete Größe.
x^\cap	x ist eine hemisphärische Größe.
x_λ	x ist eine spektrale Größe.
x_L	x ist eine Eigenschaft oder Einstellung des Lasers.
x_M, x^M	x ist eine Messgröße oder bezieht sich auf eine Messung.
x_S	x bezieht sich auf die Strahlung des Schwarzen Körpers.

Physikalische Größen

A^{30J}, A^{300J}	Anzeigewert des 30 J- bzw. 300 J-Laserenergie-Messgerätes
c	spezifische Wärmekapazität der Probe (allgemein)
c_p	spezifische Wärmekapazität der Probe bei konstantem Druck
c_r	Homogenitätsparameter des radialen Laserprofils
d	Dicke der Probe
E_L	Energie des Laserstrahls, der auf die Probe trifft
E_L^*	Energie des Laserstrahls, der auf die Probe trifft bei Raumtemperatur
$E_L^{\text{refl.}}$	Energie des reflektierten Laserstrahls
E_λ	spektrale Bestrahlungsstärke
I_0	Dunkelstrom des LP5-HS (im LS-Modus)
I_{Ph}	Photostrom des LP5-HS (im LS-Modus)
L_λ	spektrale Strahldichte eines beliebigen Strahlers
$L_{\lambda,S}$	spektrale Strahldichte des Schwarzen Körpers
$L_\lambda^{\text{refl.}}$	an der Probe reflektierter Anteil der Proben-Strahldichte
\mathcal{L}_W	vom Emissionsgrad der Probenrückseite unabhängiger Teil der reflektierten Strahldichte ($L_\lambda^{\text{refl.}} = (1 - \varepsilon_{\lambda,RS}^1) \cdot \mathcal{L}_W$)
m	Masse der Probe
Q	Wärmeenergie, die der Probe zugeführt wird
$q_r[c_r, r_L](r)$	normierte radiale Verteilung der Energiedichte des Laserpulses
$q_t(t)$	normierte zeitliche Verteilung der Leistung des Laserpulses
\vec{r}	Ortsvektor
r	Radius der Zylinder- oder Kugelkoordinaten
r_0	Radius der Probe
r_L	Radius des Laserstrahls auf der Probe

r_M	Radius des Strahlungsthermometer-Messflecks auf der Probe
t	Zeit
T	Temperatur
T_0	Temperatur der Probe im Gleichgewicht
ΔT	Temperaturänderung der Probe (Differenz zu T_0)
$\Delta T_{\text{adb.}}$	Temperaturänderung der Probe im adiabatischen Grenzfall
$\Delta T_{\text{front}}(t)$...	Temperaturänderung auf der Probenvorderseite
$\Delta T^M(t)$	gemessene Temperaturänderung auf der Probenrückseite
Δt_L	nomielle Pulsdauer des Laserpulses
T_S	Schwarze Temperatur; scheinbare Temperatur eines Körpers bei der Wellenlänge λ_0 mit $L_{\lambda,S}(T_S(\lambda_0), \lambda_0) = \varepsilon_{\lambda}^{\perp} L_{\lambda,S}(T, \lambda_0)$
T_{TE}	Ofentemperatur; genauer: Anzeigewert des Thermoelements in der Nähe der Probe
U_L	Kondensatorspannung des Lasers (etwa proportional zur Leistung des Laserpulses)
$u'(x_i)$	Unsicherheit der Eingangsgröße x_i
$u'_{\text{rel.}}(x_i)$	relative Unsicherheit der Eingangsgröße x_i
$u_y(x_i)$	Unsicherheitsbeitrag von x_i zu y
$u_{y,\text{rel.}}(x_i)$...	relativer Unsicherheitsbeitrag von x_i zu y
$u_{\text{ges.}}(y)$	Gesamtunsicherheit von y
$u_{\text{rel.}}(y)$	relative Gesamtunsicherheit von y
$U_{\text{ges.}}(y)$	erweiterte Gesamtunsicherheit von y ($k = 2$)
U_{Ph}	Transimpedanz-Spannung des LP5-HS (im HS-Modus), etwa proportional zum Photostrom
Y_r, Y_z	radiale bzw. faziale Biot-Zahl (verallgemeinert: Verlustparameter innerhalb der Lösung der Wärmeleitungsgleichung)
z	Höhe der Zylinderkoordinaten, speziell: Abstand zum Probenhalter
α	Absorptionsgrad; $\alpha_{\lambda}^{\perp}, \alpha_{\lambda}^{\circ}, \alpha^{\perp}, \alpha^{\circ}$ analog zum Emissionsgrad
α	Temperaturleitfähigkeit
ε^{\perp}	gerichteter Gesamt-Emissionsgrad
$\varepsilon_{\lambda}^{\perp}$	gerichteter spektraler Emissionsgrad
ε°	hemisphärischer Gesamt-Emissionsgrad
$\varepsilon_{\lambda}^{\circ}$	hemisphärischer spektraler Emissionsgrad

$\varepsilon_{\lambda,RS}^{\perp}$	gerichteter spektraler Emissionsgrad auf der, dem Strahlungsthermometer zugewandten, Probenrückseite
$\varepsilon_{\lambda,VS}^{\perp}$	gerichteter spektraler Emissionsgrad auf der, dem Laser zugewandten, Probenvorderseite
$\varepsilon_{\lambda,W}^{\perp}$	gerichteter spektraler Emissionsgrad der Ofenwand bei
ϑ	Polarwinkel der Kugelkoordinaten
κ	Wärmeleitfähigkeit
λ	Wellenlänge
λ_0	effektive Wellenlänge des Lasers und des Strahlungsthermometers LP5-HS ($\lambda_0 = 1064 \text{ nm}$)
ρ	Reflexionsgrad; z. B. gerichtet-hemisphärischer spektraler Reflexionsgrad ρ_{λ}^{\perp}
ϱ	Dichte der Probe
σ	Standardabweichung; σ^2 Varianz
τ	Transmissionsgrad; z. B. hemisphärisch-hemisphärischer Gesamt-Transmissionsgrad τ^{∞}
$\tau_{LP5,F}^{\perp}$	gerichtet-gerichteter Gesamt-Transmissionsgrad des oberen Fensters für die spektrale Empfindlichkeit des LP5-HS (bei ca. 1064 nm)
τ	gemessene Dauer des Laserpulses
φ	Azimutwinkel der Zylinder- oder Kugelkoordinaten
Ω	Raumwinkel (in Kugelkoordinaten: $d\Omega = \sin(\vartheta) d\varphi d\vartheta$)
Ω_0	Einheitsraumwinkel ($\Omega_0 = 1 \text{ sr}$)
Ω_p	projizierter Raumwinkel (in Kugelkoord.: $d\Omega_p = \cos(\vartheta) d\Omega$)

Ausgewählte Konstanten und mathematische Notationen

c_1	erste Strahlungskonstante $c_1 = 2 h c_0^2$
c_2	zweite Strahlungskonstante $c_2 = h c_0/k_B$
\tilde{c}_2	zweite Strahlungskonstante gemäß ITS-90 $\tilde{c}_2 = 0,014 388 \text{ m K}$
$y := f(x)$...	y ist definiert als $f(x)$, ebenfalls mögliche Schreibweise: $f(x) =: y$.
J_0, J_1	Ganzzahlige Bessel-Funktionen erster Gattung
$\delta_x(x_0)$	Dirac'sche Delta-Distribution bezüglich der Koordinate x

1 Einleitung

Die Temperatur ist eine der wichtigsten und am häufigsten gemessenen physikalischen Größen [1]. Sie hat eine hohe Relevanz bei vielen industriellen und wissenschaftlichen Anwendungen, da z. B. fast alle Stoffeigenschaften temperaturabhängig sind und viele Prozesse der Energieerzeugung, -wandlung und -speicherung maßgeblich von der Temperatur abhängen [1].

Die berührungslose Temperaturmessung mit einem Strahlungsthermometer hat eine hohe Verbreitung in Industrie und Forschung und ist besonders bei hohen Temperaturen über 1000 °C oft die Methode der Wahl [2]. Strahlungsthermometer werden bei der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) mit weltweit führender Genauigkeit an idealen „Schwarzen“ Strahlern kalibriert, die nach dem Planck'schen Strahlungsgesetz berechenbar sind [3]. Für Messungen an realen Objekten ist der Emissionsgrad, genauer der gerichtete spektrale Emissionsgrad, des Messobjektes für eine solche Temperaturmessung unabdingbar. Der Emissionsgrad gibt das Verhältnis der von diesem Objekt emittierten Strahldichte zu der vom Schwarzen Körper bei gleicher Temperatur abgestrahlten Strahldichte an. Da bei Temperaturen über 1000 °C der Strahlungsaustausch ein wesentlicher Wärmetransportmechanismus ist, ist der Emissionsgrad ein wichtiger Parameter für die Simulation und das Design von Anwendungen im Hochtemperaturbereich, wie z. B. in Kraftwerken, der Luft- und Raumfahrt oder der Metallindustrie.

Es gibt verschiedene Ansätze, die etablierten Verfahren zur Messung des Emissionsgrades auf den Hochtemperaturbereich auszudehnen und es existieren Messverfahren zur Emissionsgradmessung bis über 3000 °C für bestimmte Materialklassen und spezielle Probengeometrien (siehe Abschnitt 2.2.2). Trotz der hohen Relevanz des Emissionsgrades im Hochtemperaturbereich existiert bis jetzt jedoch keine etablierte Methode zur Messung eines breiten Materialspektrums. Für die Messung der Temperaturleitfähigkeit ist das Flash-Verfahren eine wohletablierte Methode, die über einen großen Temperaturbereich und für viele Materialien angewandt wird [4,5]. Deshalb ist es die Hauptaufgabe dieser Dissertation, eine neue, dynamische Methode

zur Emissionsgradmessung, basierend auf dem Laser-Flash-Verfahren, zu entwickeln und zu validieren.

Beim Flash-Verfahren wird im Wesentlichen eine Probe, ausgehend von ihrer Gleichgewichtstemperatur, durch einen Strahlungsblitz (engl.: „flash“) kurzzeitig um wenige Kelvin erwärmt. Dabei wird der zeitliche Verlauf der Temperaturänderung auf der Probenrückseite gemessen und ausgewertet. Bereits in der ersten Arbeit zum Flash-Verfahren von Parker et al. [6] wurde darauf hingewiesen, dass für die Messung der Wärmekapazität mit diesem Verfahren der Absorptions- bzw. Emissionsgrad der Proben bekannt sein müsste. Die Wärmekapazitätsmessung mit dem Flash-Verfahren erweist sich allerdings als schwierig, da die Bestimmung der absorbierten Energie nicht mit ausreichender Genauigkeit möglich ist [4]. Umgekehrt erlaubt die Kenntnis der mit anderen Verfahren bestimmten Wärmekapazität jedoch die Messung des Absorptions- bzw. Emissionsgrades der Proben. Dies ist die Grundidee der *dynamischen Emissionsgradmessung* (siehe Kapitel 3), die in dieser Arbeit entwickelt wurde. Da die radiometrische Messung der Temperaturänderung selbst auch vom Emissionsgrad abhängt, stellt diese neue Methode eine Kombination aus kalorimetrischer und radiometrischer Emissionsgradmessung dar (siehe Abschnitte 2.2.2 und 6.1.2).

Beim Laser-Flash-Verfahren wird die Probe durch einen Laserpuls erwärmt und nicht wie in den frühen Arbeiten durch eine Blitzlampe, davon bleibt die Wärmeleitung im Inneren der Probe, auf der die Messung der Temperaturleitfähigkeit basiert, natürlich unberührt. Allerdings ist die, für die dynamische Emissionsgradmessung notwendige, Strahlungskorrektur nur mit quasi-monochromatischer Laserstrahlung möglich.

Trotz des einfachen Ansatzes dieser Messmethode sind einige theoretische und technische Hürden auf dem Weg zu ihrer Realisierung zu überwinden. Das Prinzip des Laser-Flash-Verfahrens muss für die dynamische Emissionsgradmessung um eine Absolutmessung der auf die Probe treffenden Energie des Laserpulses und eine absolute Bestimmung des Temperaturhubes im adiabatischen Grenzfall erweitert werden.

Für die Berechnung des adiabatischen Temperaturhubes aus dem Verlauf der Temperaturänderung auf der Probenrückseite muss z. B. die Theorie zum Flash-Verfahren angepasst werden, sodass die räumliche und die zeitliche Verteilung der Laserenergie berücksichtigt werden. Außerdem wird der Einfluss der an der Probe reflektierten Strahlung der heißen Ofenwände auf die Temperaturmessung korrigiert. Erst aktuelle Fortschritte in der Konstruktion von Strahlungsthermometern ermöglichen den Bau eines Messgerätes,

das Millisekunden-Zeitauflösung mit einem Signal-Rausch-Verhältnis auf höchstem metrologischen Niveau kombiniert [7], sodass die Absolutmessung der Temperaturänderung auf der Probenrückseite mit der notwendigen Genauigkeit möglich ist.

Zur praktischen Realisierung der dynamischen Emissionsgradmessung wird im Rahmen dieser Arbeit ein Messplatz, basierend auf einer kommerziellen Laser-Flash-Anlage, aufgebaut und dessen Komponenten vollständig charakterisiert und kalibriert. Neben der Kalibrierung des dedizierten Strahlungsthermometers umfasst dies unter anderem die Konstruktion und aufwendige Charakterisierung eines präzisen Strahlteilersystems zur in situ Messung der Laserenergie.

Abschließend werden Messungen zur Validierung der neuen Methode durchgeführt, dabei wird nicht nur die Übereinstimmung zu anderen Messungen überprüft, sondern auch die Konsistenz verschiedener Messprinzipien miteinander. Damit wurde, eine bereits 1961 von Parker et al. [6] angedachte Erweiterung des Flash-Verfahrens, erstmalig erfolgreich realisiert. Die im Rahmen dieser Arbeit gemachten Erfahrungen mit der dynamischen Emissionsgradmessung und die Analyse der Unsicherheitsbeiträge erlaubt einen Ausblick auf die Zukunft dieser neuen Messmethode.

Die vorliegende Arbeit gliedert sich in neun Kapitel. Im folgenden Kapitel 2 (S. 17) sind die physikalischen und technischen Grundlagen und der Stand der Technik, als Basis der nachfolgenden Kapitel, zusammengefasst. In Kapitel 3 (S. 65) werden die Grundidee der Messmethode und die wichtigsten Teilaufgaben dieser Arbeit erläutert. Die Konstruktion und Charakterisierung des Strahlteilersystem zur Messung der Laserenergie werden in Kapitel 4 (S. 69) zusammen mit den Messungen zur räumliche und zeitliche Verteilung der Laserenergie vorgestellt. Kapitel 5 (S. 103) ist der Bestimmung des adiabatischen Temperaturhubes gewidmet, was neben der Erweiterung der Theorie und deren Implementierung vor allem die Kalibrierung des dedizierten Strahlungsthermometers umfasst. Die Strahlungsbilanz und die aus ihr resultierenden Messprinzipien werden in Kapitel 6 (S. 151) gemeinsam mit der wichtigen Korrektur der Hintergrundstrahlung erläutert. In Kapitel 7 (S. 179) werden die vorherigen Themen (Laserenergie, Temperaturhub und Strahlungskorrektur) zur Analyse der gesamten Messung zusammenführt, außerdem wird der Aufbau des Messplatzes („ $AD\epsilon M$ “) vorgestellt. Die Validierungsmessungen an Graphit und Wolfram und die Analyse der Unsicherheitsbeiträge sind in Kapitel 8 (S. 195) zu finden. Abschließend werden in Kapitel 9 (S. 223) die Möglichkeiten und Grenzen der

neuen Messmethode und ihre mögliche Weiterentwicklung diskutiert. Die Zusammenfassung dieser Arbeit beendet das Kapitel.

2 Grundlagen und Stand der Technik

2.1 Radiometrie und Strahlungsthermometrie

In diesem Abschnitt werden sowohl die Grundlagen zur radiometrischen Temperaturbestimmung bei der Emissionsgradmessung (siehe Kapitel 5) als auch die Zusammenhänge zur notwendigen Korrektur der Ofenstrahlung in Kapitel 6 bereitgestellt.

Die grundlegenden Größen der Radiometrie und ihre Beziehungen untereinander werden in Abschnitt 2.1.1 kurz zusammengefasst. Die durch das Planck'sche Strahlungsgesetz beschriebene Temperaturstrahlung des Schwarzen Körpers bildet die Grundlagen der Strahlungsthermometrie (siehe Abschnitt 2.1.2). Der prinzipielle Aufbau und die Funktion eines Strahlungsthermometers wird in Abschnitt 2.1.3 erläutert. Schließlich wird in Abschnitt 2.1.4 die Internationale Temperaturskala (ITS-90) und deren Weitergabe in der Strahlungsthermometrie vorgestellt.

2.1.1 Grundlagen der Radiometrie

Die Grundlagen der Radiometrie sind in zahlreichen Lehrbüchern zu finden, zum Beispiel von Baehr und Stephan [8], Siegel und Howell [9], im Kapitel von Kaase und Serick [10] oder mit photometrischem Schwerpunkt im Kompendium von Gall [11]. Daher werden hier nur die für diese Arbeit wichtigsten Definitionen und Zusammenhänge kurz erläutert, insbesondere um die verwendete Nomenklatur zu verdeutlichen, die sich an Ref. [10, 11] orientiert. Die Grundlagen der Stoffkennzahlen (z. B. Emissions- und Absorptionsgrad) werden in Abschnitt 2.2.1 behandelt.

Definitionen und Radiometrisches Grundgesetz Generell werden in dieser Arbeit nur radiometrischen Größen und keine photometrischen verwendet,

sodass auf eine Unterscheidung verzichtet wird. Ausgehend von der *Strahlungsleistung* Φ können die *Bestrahlungsstärke* E , die *Strahldichte* L und weitere Grundgrößen wie folgt definiert werden (siehe [11: Kap. A 5])

$$E = \frac{d\Phi}{dA_2} , \quad L = \frac{d^2\Phi}{dA_{1p} d\Omega_1} . \quad (2.1)$$

Dabei ist die Strahlungsleistung Φ die pro Zeiteinheit durch die elektromagnetische Strahlung transportierte Energie, A die Fläche und Ω der Raumwinkel. Für den infinitesimalen Raumwinkel $d\Omega$ gilt in Kugelkoordinaten

$$d\Omega = \sin(\vartheta) d\varphi d\vartheta , \quad (2.2)$$

mit dem Polarwinkel ϑ und dem Azimutwinkel φ . Die Größen mit dem Index 1 beziehen sich auf die Quelle der Strahlung und die mit dem Index 2 auf den Empfänger. Die projizierte Fläche A_p und der projizierte Raumwinkel Ω_p sind differenziell über den Winkel zur Flächennormalen, dem Polarwinkel ϑ , definiert

$$dA_p = \cos(\vartheta) dA , \quad d\Omega_p = \cos(\vartheta) d\Omega . \quad (2.3)$$

Aus den beiden grundlegenden physikalischen Prinzipien der Energieerhaltung und der geradlinigen Ausbreitung ungestörter elektromagnetischer Wellen folgt für den Energieaustausch zwischen zwei Flächen ($A_1 \rightarrow A_2$) das *radiometrische Grundgesetz*

$$\Phi_1 = \int_{\Omega_1} \int_{A_1} L_1(\varphi_1, \vartheta_1) \cos(\vartheta_1) dA_1 d\Omega_1 . \quad (2.4)$$

Beachtet man den Zusammenhang der Raumwinkelelemente mit den „gegenüberliegenden“ Flächenelement im Abstand r

$$\begin{aligned} d\Omega_1 &= \frac{dA_2 \cos(\vartheta_2)}{r^2} \Omega_0 , \\ d\Omega_2 &= \frac{dA_1 \cos(\vartheta_1)}{r^2} \Omega_0 , \end{aligned} \quad (2.5)$$

ergibt sich eine der alternativen Schreibweisen des radiometrische Grundgesetzes

$$\Phi_1 = \int_{A_1} \int_{A_2} L_1(\vartheta_1) \frac{\cos(\vartheta_1) \cos(\vartheta_2) dA_1 dA_2}{r^2} \Omega_0 . \quad (2.6)$$

Dabei ist Ω_0 der Einheitsraumwinkel, für den gilt $\Omega_0 = 1 \text{ sr}$. Aus den Gleichungen (2.3), (2.5) und (2.6) lassen sich die anderen Schreibweisen leicht ableiten. Insbesondere folgt für eine kleine Empfängerfläche A_2 , auf der sich die Strahldichte nicht ändert, das sogenannte *Raumwinkelprojektionsgesetz*

$$E = \int_{\Omega_{2p}} L(\varphi_1, \vartheta_1) d\Omega_{2p} . \quad (2.7)$$

Mit Hilfe dieser Grundlagen kann in Kapitel 6 die Strahlungsbilanz für die radiometrische Temperaturmessung bei der Emissionsgradmessung aufgestellt werden.

Spektrale Größen, wie die spektrale Strahldichte L_λ oder die spektrale Bestrahlungsstärke E_λ , werden als verallgemeinerte Dichten über ein Wellenlängenintervall $d\lambda$ definiert

$$L_\lambda = \frac{dL}{d\lambda} , \quad E_\lambda = \frac{dE}{d\lambda} . \quad (2.8)$$

Sie geben demnach die Energie pro Wellenlängenintervall an, dadurch ergibt sich beim Übergang zur Darstellung über einem Frequenzintervall $d\nu$, am Beispiel der spektralen Strahldichte

$$L_\lambda(\lambda) d\lambda = L_\nu(\nu) d\nu, \quad (2.9)$$

$$L_\lambda = L_\nu \left(\frac{c_0}{\lambda} \right) \frac{c_0}{\lambda^2} , \quad (2.10)$$

mit der Lichtgeschwindigkeit $c_0 = \lambda \nu$. Somit kann zum Beispiel das Frequenzmaximum der spektralen Strahldichte des Schwarzen Körpers (siehe Abschnitt 2.1.2) nicht einfach aus dem Wellenlängenmaximum berechnet werden, sondern es gilt $\lambda_{\text{max.}} \cdot \nu_{\text{max.}} \approx 0,57 c_0$ [12].

Bei den in Abschnitt 2.2.1 behandelten Stoffkennzahlen sind die spektralen Größen, wie zum Beispiel der spektrale Emissionsgrad ε_λ^l , jedoch nicht in diesem Sinne als Dichten zu verstehen, da sie lediglich die Größe der jeweiligen Eigenschaft im entsprechenden Wellenlängenintervall angeben.

Lambert-Strahler Bereits 1760 beschrieb Lambert in seiner „Photometria“ [13,14], dass für einen ideal diffusen Strahler die Strahlstärke $I = d\Phi/d\Omega_1$ mit dem Sinus des „Emanationswinkels“¹ abnimmt [13,14: § 81]. Das sogenannte

¹ Der Emanationswinkel oder Ausstrahlungswinkel (lat.: emanatio = Ausfluss) ist der Winkel des Strahlenbündels zur Oberfläche.

Lambert'sche Kosinusgesetz besagt daher, dass für die Strahlstärke einer Quelle als Funktion des Winkels zu ihrer Normalen ϑ_1 gilt:

$$I(\vartheta_1) = I(\vartheta_1 = 0) \cdot \cos(\vartheta_1) . \quad (2.11)$$

Für die Strahldichte L ergibt sich für solch einen ideal diffusen Strahler, der als *Lambert-Strahler* bezeichnet wird,

$$L(\varphi_1, \vartheta_1) = L_0 = \text{konst.} \quad (2.12)$$

Die Winkelunabhängigkeit der Strahldichte wird als Vereinfachung für viele Berechnungen zum Strahlungsaustausch vorausgesetzt. Daraus folgt für die Bestrahlungsstärke einer kleinen Fläche, die von einer Lambert'schen Quelle bestrahlt wird,

$$E^{\text{Lambert}} = \int_{\Omega_{2p}} L(\varphi_1, \vartheta_1) d\Omega_{2p} = L_0 \Omega_{2p} . \quad (2.13)$$

Bei einem Sekundärstrahler spricht man von einem Lambert-Strahler, wenn die reflektierte Strahldichte L_ρ winkelunabhängig ist, das heißt, die einfallende Strahlung wird ausschließlich diffus reflektiert. Dies ist in guter Näherung bei der Betrachtung von mattem Papier zu beobachten, welches unabhängig vom Betrachtungswinkel als gleich hell wahrgenommen wird. Daraus ergibt sich für die in alle Raumrichtungen des Halbraums gleichmäßig reflektierte Strahldichte (siehe z. B. [11: Gl. (B28)])

$$L_{\rho^{\perp}}^{\text{Lambert}} = \frac{\rho^{\perp} E}{\pi \Omega_0} , \quad (2.14)$$

wobei ρ^{\perp} der gerichtet-hemisphärische Reflexionsgrad ist² (Details siehe Abschnitt 2.2.1) und E die Bestrahlungsstärke des umgebenden Halbraums. Ein wichtiges Beispiel für einen Lambert-Strahler ist der im folgenden Abschnitt 2.1.2 beschriebene „Schwarze Körper“. Als idealer Temperaturstrahler und Strahlungsabsorber ist seine nur von der Wellenlänge λ und Temperatur T abhängige Strahldichte $L_{\lambda, S}$ vom Betrachtungswinkel unabhängig.

² Aufgrund der Geometrie handelt es sich eigentlich um den hemisphärisch-gerichteten Reflexionsgrad ρ° . Da beim Lambert-Strahler davon ausgegangen wird, dass ρ° unabhängig vom Einfallswinkel ist, gilt hier: $\rho^{\perp} = \rho^{\circ}$. (siehe Gl. (2.47) auf S. 37)

2.1.2 Grundlagen der Strahlungsthermometrie

Die Strahlungsthermometrie, also die Temperaturmessung über die elektromagnetische Strahlung, basiert auf dem Planck'schen Strahlungsgesetz, das die spektrale Strahldichte des sogenannten Schwarzen Körpers beschreibt.

Schwarzer Körper Bereits 1859 hatte Kirchhoff erkannt, dass aus Gründen der Energieerhaltung ein idealer Strahler auch ein idealer Absorber sein muss, deshalb wird er auch als *Schwarzer Körper* bezeichnet [15]. Die Gleichheit von Emissionsgrad und Absorptionsgrad wird in Abschnitt 2.2.1 näher diskutiert. Kirchhoff schlussfolgerte weiterhin, dass die vom Schwarzen Körper emittierte elektromagnetische Strahlung nur eine Funktion der Temperatur und der Wellenlänge sein muss. Die Suche nach einer theoretischen Beschreibung dieser Strahlung war Ende des 19. Jahrhunderts eine der wesentlichen Herausforderungen der theoretischen Physik [16].

Das Spektrum der elektromagnetischen Strahlung eines Schwarzen Körpers bei bekannter Temperatur stellte lange Zeit die einzige berechenbare Strahlungsquelle dar. Seit den 1980er Jahren sind Synchrotrons als Strahlungsquellen verfügbar, deren Spektrum sich nach der Schwinger-Gleichung [17] ebenfalls berechnen lässt, sodass sie als zweites primäres Strahlungsnormale eingesetzt werden können [18, 19]. Wegen des hohen Aufwands beim Betrieb einer Synchrotronquelle dient auch heutzutage die berechenbare Strahlung des Schwarzen Körpers als das meistgebrauchte Primärnormal bei der Realisierung radiometrischer Größen [3, 16].

Die praktische Realisierung eines Schwarzen Körpers basiert auf der Idee Kirchhoffs, der in seinem Gedankenexperiment einen isothermen Hohlraum mit einer kleinen Öffnung beschreibt [15]. Elektromagnetische Strahlung, die in die Öffnung hineinfällt, wird an den Wänden des Hohlraums teilweise absorbiert. Der reflektierte Strahlungsanteil trifft abermals auf eine Wand, bis die Strahlung vollständig absorbiert ist. Die Öffnung dieses *Hohlraumstrahlers* ist somit ein perfekter Absorber und emittiert daher auch nur die Strahlung des Schwarzen Körpers, diese hängt ausschließlich von der Temperatur seiner Wände ab. Diese Idee wurde erstmals an der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt (PTR)³ durch Wien und Lummer umgesetzt [20].

Als Schwarzer Körper werden heute röhrenförmige Öfen mit einer Austrittsblende eingesetzt. Der effektive Emissionsgrad dieser Strahler hängt von ihrer Geometrie, dem Emissionsgrad ihrer Wände und deren Isothermie

³ Die 1887 gegründete Physikalisch-Technische Reichsanstalt (PTR) ist die Vorgängereinstitution der seit 1950 bestehenden Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB).

ab [21]. So lassen sich bis ca. 1000 °C Hohlraumstrahler mit Wärmerohren realisieren, die zur Homogenisierung der Temperatur beitragen und so effektive Emissionsgrade von $\varepsilon_{\lambda}^{\text{eff.}} = 0,999\,60(17)$ erreichen [3]. Bei höheren Temperaturen bis über 3000 °C dient der Heizer aus pyrolytischem Graphit selbst als Hohlraum [22, 23], sodass die Temperaturinhomogenität der Wände zunimmt. Dies führt zu einem temperatur- und wellenlängenabhängigen effektiven Emissionsgrad, der z. B. bezogen auf eine Bodentemperatur von 2000 °C im sichtbaren Spektralbereich Werte um $\varepsilon_{\lambda}^{\text{eff.}} \approx 1,001$ erreicht⁴ [24].

Historie des Planck’schen Strahlungsgesetzes Die Präzisionsmessungen an der PTR durch Lummer und Pringsheim [25] und später durch Rubens und Kurlbaum [26] widerlegten 1900 das vier Jahre zuvor von Wien [27] empirisch aufgestellte Gesetz zur Beschreibung des temperaturabhängigen Spektrums der Strahlung des Schwarzen Körpers. Die Abweichung der Messungen von Wiens Theorie wurde bei großen Wellenlängen und hohen Temperaturen besonders deutlich. 1900 gelang es Planck zunächst das Wien’sche Gesetz empirisch zu modifizieren [28] und später auch die theoretische Herleitung dieses fundamentalen Naturgesetzes zu formulieren [29, 30]. Eine Zusammenfassung der historischen Zusammenhänge findet man z. B. in Ref. [24, 31].

Mit seinem Strahlungsgesetz läutet Planck, ohne es beabsichtigt zu haben, den Beginn der Quantenmechanik ein. Sowohl die 1905 durch Einstein postulierte Quantelung der elektromagnetischen Strahlung⁵ als auch die mittlere Besetzungszahl der Photonen nach der Bose-Einstein-Statistik sind bereits Bestandteile des Planck’schen Strahlungsgesetzes [32].

Gesetze zur Strahlung des Schwarzen Körpers Nach Planck lautet die spektrale Strahldichte des Schwarzen Körpers $L_{\lambda, \text{S}}$ in Abhängigkeit der Wellenlänge λ und seiner Temperatur T in einem Medium mit dem Brechungsindex n

$$L_{\lambda, \text{S}}(\lambda, T) = \frac{c_1}{n^2 \lambda^5} \frac{1}{\exp\left[\frac{c_2}{n\lambda T}\right] - 1}, \quad (2.15)$$

⁴ Da die Zylinderwände des Hohlraumstrahlers zum Teil heißer sind als sein Boden, kann der effektive Emissionsgrad bezogen auf die Temperatur des Bodens größer als Eins sein.

⁵ Planck ging nur von diskreten Energieniveaus der Oszillatoren im Hohlraum des Schwarzen Körpers aus, nicht von einer prinzipiellen Quantelung der Strahlung.

dabei sind $c_1 = 2 h c_0^2 / \Omega_0$ und $c_2 = h c_0 / k_B$ die erste und zweite Strahlungskonstante. Aus den Naturkonstanten Vakuum-Lichtgeschwindigkeit c_0 , Planck'sches Wirkungsquantum h und Boltzmann-Konstante k_B ergeben sich mit dem Einheitsraumwinkel $\Omega_0 = 1 \text{ sr}$ die Zahlenwerte zu $c_1 = 1,191\,042\,869(53) \cdot 10^{-16} \text{ W m}^2 \text{ sr}^{-1}$ und $c_2 = 0,014\,387\,770(13) \text{ m} \cdot \text{K}$ [33]. In Rahmen dieser Arbeit wird mit $n = 1$ gerechnet, da die sich ergebenden Abweichungen vernachlässigbar sind.

Aus dem Planck'schen Strahlungsgesetz ergeben sich auch die historisch bereits vorher bekannten Gesetze zur Strahlung des Schwarzen Körpers. Mit dem Planck'schen Gesetz als Ausgangspunkt sind nun auch die Zusammenhänge zwischen den auftretenden Konstanten erkennbar, die zuvor nicht bestimmt werden konnten.

- *Wien'schen Näherung* Für $\lambda T \ll c_2$ folgt das Wien'sche Strahlungsgesetz [27] als Grenzfall, daher wird auch von der „Wien'schen Näherung“ gesprochen, mit

$$L_{\lambda, \text{S}}(\lambda, T) \stackrel{\text{Wien}}{\approx} \frac{c_1}{\lambda^5} \exp\left[-\frac{c_2}{\lambda T}\right]. \quad (2.16)$$

In der Praxis ist die Abweichung der so berechneten spektralen Strahldichte oft zu vernachlässigen. Der relative Fehler der in Wien'scher Näherung berechneten Strahldichte beträgt, für die in dieser Arbeit auftretenden Werte $\lambda_0 = 1064 \text{ nm}$ und $T < 2000 \text{ }^\circ\text{C}$, weniger als 0,26 %.

- *Rayleigh-Jeans-Gesetz* Im entgegengesetzten Grenzfall für $\lambda T \gg c_2$ ergibt sich das Strahlungsgesetz nach Rayleigh [34] und Jeans [35], dass aus der klassischen Elektrodynamik und Thermodynamik folgt

$$L_{\lambda, \text{S}}(\lambda, T) \stackrel{\lambda T \gg c_2}{\approx} \frac{c_1}{c_2} \frac{T}{\lambda^4}. \quad (2.17)$$

Ähnlich kleine Fehler wie bei der Wien'schen Näherung werden allerdings erst für Wellenlängen im Millimeterbereich und Temperaturen über $3000 \text{ }^\circ\text{C}$ erreicht.

- *Wien'sches Verschiebungsgesetz* Schon 1893 leitet Wien [36] in einem Gedankenexperiment aus der klassischen Thermodynamik ab, dass die spektrale Strahldichte des Schwarzen Körpers $L_{\lambda, \text{S}}$ ein Maximum bei λ_{max} haben muss und $T \cdot \lambda_{\text{max}}$ konstant ist. Aus dem Planck'schen Strahlungsgesetz ergibt sich über $\frac{\partial}{\partial \lambda} L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_{\text{max}}, T) = 0$ auch der exakte Wert dieser Konstanten

$$T \cdot \lambda_{\max} = \frac{c_2}{\beta} \approx 2,897\,772\,1(26) \cdot 10^{-3} \text{ m K [33] ,} \quad (2.18)$$

mit β aus: $\beta = 5(1 - e^{-\beta})$.

- *Stefan-Boltzmann-Gesetz* Aus experimentellen Arbeiten zur spezifischen Ausstrahlung des Schwarzen Körpers M_S erkannte Stefan 1879 den Zusammenhang $M_S \propto T^4$ [37]. 1884 leitete Boltzmann diese Proportionalität aus der klassischen Thermodynamik und Elektrodynamik her [38], aus denen sich allerdings nicht der Proportionalitätsfaktor selbst ergibt. Durch die Integration über alle Wellenlängen und den Halbraum (\triangleleft) lässt sich aus dem Planck'schen Strahlungsgesetz nun auch der, als Stefan-Boltzmann-Konstante σ bezeichnete, Proportionalitätsfaktor ableiten

$$\begin{aligned} M_S(T) &= \int\limits_{0 \triangleleft}^{\infty} L_{\lambda, S}(\lambda, T) \, d\Omega_{1p} \, d\lambda , \\ &= \frac{\pi^4}{15} \frac{c_1}{c_2^4} T^4 = \sigma T^4 , \end{aligned} \quad (2.19)$$

mit $\sigma = 5,670\,373(21) \cdot 10^{-8} \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-4}$ [33] .

Abbildung 2.1 zeigt die spektrale Strahldichte des Schwarzen Körpers bei verschiedenen Temperaturen zusammen mit der Lage der Maxima nach dem Wien'schen Verschiebungsgesetz.

Aus der Wien'schen Näherung lassen sich die folgenden beiden Zusammenhänge ableiten, die in der Strahlungsthermometrie oft zur Anwendung kommen. Wegen der einfacheren mathematischen Struktur wird die geringe Abweichung zum Planck'schen Strahlungsgesetz dabei in Kauf genommen. Insbesondere bei der Abschätzung von Unsicherheitsbeiträgen ist diese Abweichung vernachlässigbar.

- In der Praxis ist häufig der Zusammenhang zwischen einer Temperaturänderung und der damit verbundenen Strahldichteänderung von Interesse. Aus der Ableitung $\frac{d}{dT} L_{\lambda, S}^{\text{Wien}}$ und dem Übergang $dL \rightarrow \Delta L$ und $dT \rightarrow \Delta T$ folgt

$$\frac{\Delta L}{L} \stackrel{\text{Wien}}{\approx} \frac{c_2}{\lambda_0} \frac{\Delta T}{T^2} = \frac{c_2}{\lambda_0 T} \cdot \frac{\Delta T}{T} . \quad (2.20)$$

Daraus folgt zum Beispiel, dass die Unsicherheit der radiometrisch bestimmten Temperatur quadratisch mit der Temperatur zunimmt,

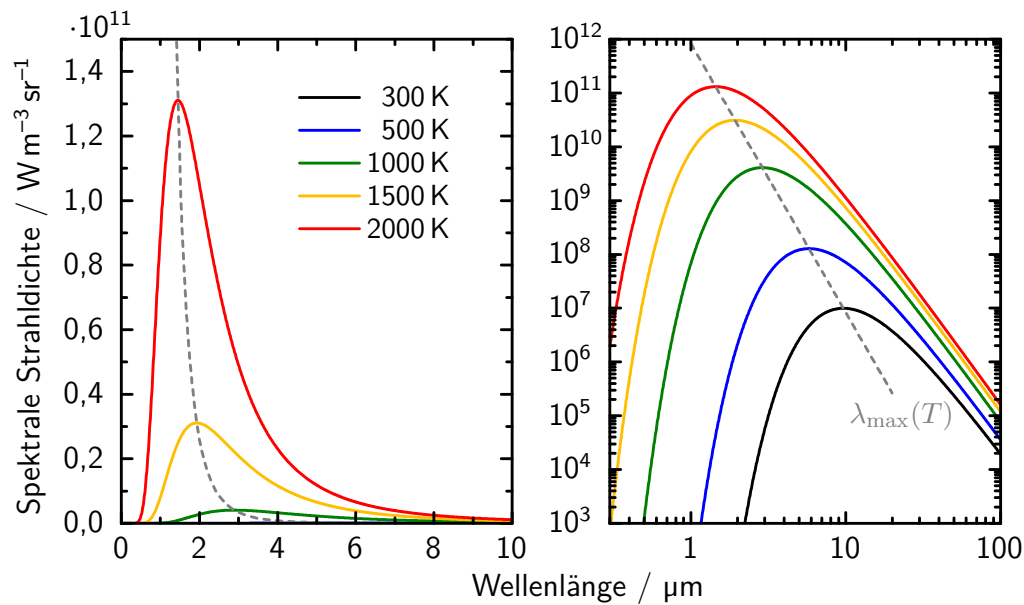


Abb. 2.1: Spektrale Strahldichte des Schwarzen Körpers

Die spektrale Strahldichte der Strahlung des Schwarzen Körpers wird durch das Planck'sche Strahlungsgesetz beschrieben (siehe Gleichung (2.15)). Die lineare Darstellung (*links*) verdeutlicht die starke Zunahme der spektralen Strahldichte mit der Temperatur (vgl. Stefan-Boltzmann-Gesetz). Die *rechte*, doppelt-logarithmische Darstellung zeigt den Verlauf über viele Größenordnungen. Das Wien'sches Verschiebungsgesetz beschreibt die Lage der Maxima $\lambda_{\text{max}}(T)$ (---).

wenn die relative Unsicherheit der Strahldichtemessung konstant bleibt (siehe Abbildung 5.6 in Abschnitt 5.2.3).

- Die *Schwarze Temperatur* $T_S(\lambda)$ bezeichnet die virtuelle Temperatur eines realen, nicht-schwarzen Körpers, die gleich der Temperatur des Schwarzen Körpers ist, die bei der Beobachtungswellenlänge λ die gleiche spektrale Strahldichte erzeugen würde [39: S. 136]. Das heißt, für einen realen Körper mit der Temperatur T und dem gerichteten spektralen Emissionsgrad $\varepsilon_{\lambda}^l(\lambda, T) < 1$ (siehe Abschnitt 2.2.1) gilt

$$L_{\lambda, s}(\lambda, T_S) = \varepsilon_{\lambda}^l(\lambda, T) \cdot L_{\lambda, s}(\lambda, T) . \quad (2.21)$$

Für die wellenlängenabhängige Schwarze Temperatur ergibt sich mit der Wien'schen Näherung

$$\frac{1}{T_S(\lambda)} \stackrel{\text{Wien}}{\approx} \frac{1}{T} - \frac{\lambda}{c_2} \ln[\varepsilon_{\lambda}^l(\lambda, T)] . \quad (2.22)$$

Somit wird auch deutlich, dass ein realer Körper mit $\varepsilon_{\lambda}^{\perp}(\lambda, T) < 1$ bei radiometrischen Temperaturmessungen ohne Berücksichtigung des Emissionsgrades immer kälter erscheint als er ist, das heißt, es gilt stets $T_S < T$.

2.1.3 Aufbau und Funktion eines Strahlungsthermometers

Einen Überblick über verschiedene Typen von Strahlungsthermometern findet man in den Referenzen [39–42]. An dieser Stelle soll nur auf den in dieser Arbeit verwendeten Typ eingegangen werden (siehe Abschnitt 5.2.1), wie er im Bereich höherer Temperaturen (ab ca. 500 °C) üblich ist. Dabei handelt es sich um abbildende Messgeräte, die mit geringer spektraler Bandbreite die spektrale Strahlendichte detektieren.

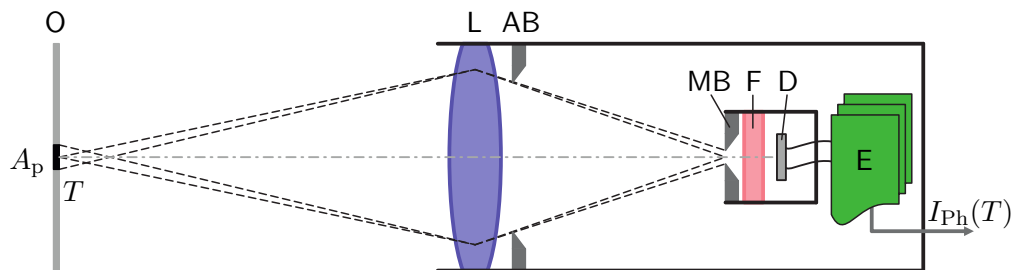


Abb. 2.2: Prinzipskizze eines Strahlungsthermometers Es wird die Temperatur T der Fläche A_p gemessen und der zur Strahlendichte proportionale Photostrom $I_{ph}(T)$ zusammen mit einem Anzeigewert für die Temperatur ausgegeben. Die wichtigsten Komponenten eines Strahlungsthermometers sind:

- O Messobjekt,
- L Linse (bzw. abbildende Optik),
- AB Aperturblende,
- MB Messfeldblende,
- F Spektralfilter,
- D Detektor (meist Photodiode),
- E Elektronik zur Photostrom-Erfassung und Auswertung.

Abbildung 5.2 auf Seite 114 zeigt die Skizze des verwendeten Strahlungsthermometers.

Abbildung 2.2 zeigt den prinzipiellen Aufbau solch eines Strahlungsthermometers. Es besteht aus einer Linse, die gemeinsam mit der Aperturblende das gemessene Raumwinkelelement $\Delta\Omega$ definiert. Die Messfeldblende dient zur Festlegung des detektierten Elements der strahlenden Fläche ΔA_p .⁶ Der

⁶ Mit A_p ist die projizierte Fläche gemeint, die sich aus der bildseitigen Abbildung der Messfeldblende A und dem Winkel zur Normalen ϑ ergibt $A_p = A \cos \vartheta$.

auf den Detektor treffende Anteil der Strahlungsleistung $\Delta\Phi$ führt schließlich zum Messsignal, sodass durch diesen Aufbau die Strahldichte

$$L = \frac{d^2\Phi}{d\Omega_1 dA_{1p}} \approx \frac{\Delta\Phi}{\Delta\Omega_1 \Delta A_{1p}} \quad (2.23)$$

der Quelle gemessen wird.

Die effektive spektrale Empfindlichkeit des Systems $s_\lambda(\lambda)$ wird hauptsächlich durch die Transmission des Spektralfilters und die spektrale Empfindlichkeit des Detektors festgelegt. Als Detektor kommen, je nach Anwendungsbereich, verschiedene Photodiodentypen oder pyroelektrische Empfänger zum Einsatz. Für Photodioden mit einer hohen Linearität ergibt sich der Photostrom I_{Ph} schließlich aus

$$I_{\text{Ph}}(T) \propto \int_0^\infty L_\lambda(\lambda, T) s_\lambda(\lambda) d\lambda, \quad (2.24)$$

dabei ist $L_\lambda = \varepsilon_\lambda^\perp L_{\lambda, \text{S}}$ die spektrale Strahldichte des Messobjekts. Der genaue Zusammenhang zwischen Photostrom und Temperatur $I_{\text{Ph}}(T)$ hängt unter anderem noch von der Transmission der Optik ab. Er kann mit absolutradiometrischen Verfahren bestimmt werden [43–45]. Meist wird er jedoch über die Messung an einem Hohlraumstrahler mit bekannter Temperatur bestimmt, wie im Folgenden beschrieben.

Für ein ausreichend schmales Bandpassfilter mit der Bandbreite $\Delta\lambda$ und der Zentralwellenlänge λ_0 ($\Delta\lambda \ll \lambda_0$) lässt sich über eine Taylor-Reihenentwicklung des Planck'schen Strahlungsgesetzes zeigen [46], dass

$$I_{\text{Ph}}(T) \approx \frac{c_{T(I)}}{\exp\left(\frac{c_2}{a_{T(I)}T + b_{T(I)}}\right) - 1}. \quad (2.25)$$

Diese Gleichung wurde erstmals von Jung und Verch [47] bei der Kalibrierung von Strahlungsthermometern verwendet und wird in der englischsprachigen Literatur als Sakuma-Hattori-Gleichung [48] bezeichnet. Sie stellt zwar den einfachsten Fall in der Reihenentwicklung des Planck'schen Strahlungsgesetzes dar [46], liefert aber gerade bei der Interpolation zwischen Kalibrierpunkten eine hohe Übereinstimmung mit den Messwerten (siehe Abschnitt 5.2.3). Diese Übereinstimmung ist umso besser, je schmalbandiger die Transmission des Filters im Strahlungsthermometer ist, da dann die Änderung der effektiven Wellenlänge am geringsten ausfällt.

In der Praxis wird meist die inverse Form der Jung-Verch-Gleichung (2.25) benötigt, bei Berücksichtigung des gerichteten spektralen Emissionsgrades $\varepsilon_{\lambda}^l(\lambda_0)$ und des Dunkelstroms der Photodiode I_0 lautet diese

$$T_S(I_{\text{Ph}}) = \frac{1}{a_{T(I)}} \left(\frac{\tilde{c}_2}{\ln(c_{T(I)}/\tilde{I} + 1)} - b_{T(I)} \right), \quad (2.26)$$

mit: $\tilde{I} = \frac{I_{\text{Ph}}}{\varepsilon_{\lambda}^l(\lambda_0)} - I_0$.

Dabei ist \tilde{c}_2 die zweite Strahlungskonstante nach der ITS-90, die in Ref. [49, 50] auf den Wert $\tilde{c}_2 = 0,014\,388$ mK festgelegt wurde. Die Parameter $a_{T(I)}$, $b_{T(I)}$, $c_{T(I)}$ fungieren als freie Ausgleichsparameter bei der Interpolation. Somit können im Anschluss beliebige Temperaturen im Bereich der Interpolation mit hoher Genauigkeit gemessen werden (siehe auch Abschnitt 5.2.3).

2.1.4 Internationale Temperaturskala (ITS-90) und deren Weitergabe in der Strahlungsthermometrie

Die Internationale Temperaturskala von 1990 (ITS-90) ist eine hoch reproduzierbare Temperaturskala, die im Verhältnis zu primären Temperaturmessverfahren einfacher zu realisieren ist und der Vergleichbarkeit von Temperaturmessungen dient. Sie beruht oberhalb von ca. 24,5 K auf der Festlegung der Zahlenwerte von 13 Fixpunkten (Tripel-, Schmelz- und Erstarrungspunkte von Reinstmaterialien) und beschreibt die zugehörigen Interpolations- und Extrapolationsmethoden zur Temperaturmessung [49, 50]. Ref. [51] bietet eine Übersicht zur ITS-90 und zu primären Temperaturmessverfahren.

Im Fall der Strahlungsthermometrie oberhalb des Silber-Fixpunktes ist die ITS-90-Temperatur einer Messung $T_{90}(\text{Mess.})$ über das Strahldichteverhältnis nach Planck zu einer Fixpunkttemperatur $T_{90}(\text{Fix.})$ definiert⁷ [49]

$$\frac{L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, T_{90}(\text{Mess.}))}{L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, T_{90}(\text{Fix.}))} = \frac{\exp\left(\frac{c_2}{\lambda_0 T_{90}(\text{Fix.})}\right) - 1}{\exp\left(\frac{c_2}{\lambda_0 T_{90}(\text{Mess.})}\right) - 1}. \quad (2.27)$$

Diese Gleichung kann praktisch jedoch nicht so einfach angewendet werden. Erstens ist der Betrieb eines Fixpunktstrahlers aufwendig, sodass Sekundärnormale verwendet werden müssen. Zweitens ist die spektrale Verschiebung der effektiven Wellenlänge zwischen $T_{90}(\text{Fix.})$ und $T_{90}(\text{Mess.})$ bei der Band-

⁷ Die drei Erstarrungstemperaturen von Silber (1234,93 K), Gold (1337,33 K) und Kupfer (1357,77 K) können äquivalent verwendet werden.

breite der üblicherweise verwendeten Interferenzfilter nicht zu vernachlässigen. Deshalb wird das mehrstufige Kalibrierschema zur Weitergabe der ITS-90-Temperatur im Folgenden kurz beschrieben.

Kalibrierschema zur Weitergabe der ITS-90 Die Kalibrierung gemäß der ITS-90 ist im Rahmen des Qualitätsmanagements der PTB in Arbeitsanweisungen geregelt [52] und z. B. im Artikel von Hollandt et al. [3] beschrieben.

In einem ersten Schritt wird die primäre Realisierung der ITS-90, durch das Erstarrungsplateau eines Gold-Fixpunktstrahlers [53], auf Wolframbandlampen als Sekundärnormale übertragen. Dies geschieht über einen Strahldichtevergleich der beiden Quellen, wobei ein Doppel-Monochromator und ein für den Wellenlängenbereich geeigneter Detektor verwendet werden [3, 54]. Da dieses System sehr schmalbandig arbeitet, spielt die Verschiebung der effektiven Wellenlänge nur eine untergeordnete Rolle.

Die kalibrierte Wolframbandlampe mit ihren genau festgelegten Betriebsparametern (z. B. Strom und Temperatur des Sockels) dient als Arbeitsnormal zur Kalibrierung von Strahlungsthermometern. Dazu wird ein weiterer Strahldichtevergleich zwischen der Bandlampe und einem Hochtemperatur-Hohlraumstrahler aus pyrolytischem Graphit (HTBB)⁸ vorgenommen. Der HTBB wird bei Temperaturen von ca. 1000 °C bis ca. 3000 °C betrieben und ermöglicht so die Kalibrierung des Strahlungsthermometers bei mehreren bekannten Temperaturen. Durch den hohen Emissionsgrad des Hohlraumstrahlers (siehe Abschnitt 2.1.2) ist nur eine kleine Korrektur für Strahlungsthermometer mit unterschiedlichen Schwerpunktswellenlängen notwendig. So können die Anzeigewerte des Strahlungsthermometers bei mehren Punkten überprüft werden oder, wie in Abschnitt 2.1.3 beschrieben, eine Kurvenanpassung für $I_{Ph}(T_{90})$ durchgeführt werden. Somit ergibt sich vereinfacht die folgende Kalibrierkette

$$T_{90}(\text{Au}) := 1337,33 \text{ K} ,$$

$$T_{90}(\text{Au}) \Rightarrow \frac{L_{\lambda, S}[\lambda_0, T_{90}(\text{Lampe})]}{L_{\lambda, S}[\lambda_0, T_{90}(\text{Au})]} \Rightarrow T_{90}(\text{Lampe}) \approx 1800 \text{ K} ,$$

$$T_{90}(\text{Lampe}) \Rightarrow \frac{L_{\lambda, S}[\lambda_0, T_{90}(\text{HTBB})]}{L_{\lambda, S}[\lambda_0, T_{90}(\text{Lampe})]} \Rightarrow T_{90}(\text{HTBB}) \approx 1000 \dots 3300 \text{ K} ,$$

⁸ Durch die PTB modifizierter Ofen vom Type BB3200pg des All-Russischen Instituts für optische und physikalische Messungen (VNIIOFI) [22, 23].

$$T_{90}(\text{HTBB}) \Rightarrow \frac{L_{\lambda, \text{S}}[\lambda_x, T_{90}(\text{HTBB})]}{L_{\lambda, \text{S}}[\lambda_0, T_{90}(\text{HTBB})]} \Rightarrow I_{\text{Ph}}(T_{90}) .$$

Anmerkung zu $T \stackrel{?}{=} T_{90}$ Im Folgenden soll kurz auf den Unterschied zwischen der thermodynamischen Temperatur T und der Temperatur nach der ITS-90 T_{90} eingegangen werden. Dies ist bei der dynamischen Emissionsgradmessung von Interesse, da sich die kalorimetrische Grundidee ($\varepsilon_{\lambda}^{\text{l}} = m c_p \Delta T_{\text{adb.}} / E_{\text{L}}$) auf die thermodynamische Temperatur bezieht. Die radiometrische Temperaturmessung zur Bestimmung von $\Delta T_{\text{adb.}}$ ist jedoch auf die ITS-90 zurückgeführt.

Allgemeiner wird die thermodynamische Temperatur als die physikalische Größe verstanden, wie sie in den Gesetzen der Thermodynamik oder anderen Naturgesetzen vorkommt. Ihr unterer Fixpunkt ist der Absolute Nullpunkt, der durch den Zweiten Hauptsatz der Thermodynamik als Grenzwert definiert ist. Durch die Festlegung des Zahlenwertes des Wassertripelpunktes auf $T(\text{TPW}) := 273,16 \text{ K}$ [55, 56], wurde das Intervall von 1 K und damit die Skala festgelegt.

Die ITS-90 ist hingegen eine praxisbezogene Temperaturskala, die, wie oben beschrieben, im Wesentlichen auf der Festlegung von Fixpunkttemperaturen basiert [49, 51]. Die Fixpunktwerte wurden so festgelegt, dass die zu dieser Zeit bestmögliche Approximation der thermodynamischen Temperaturskala erreicht wurde [49, 57]. Somit ist eine minimale Abweichung der thermodynamischen von der ITS-90-Temperatur prinzipiell nicht ausschließbar.

Das „Consultative Committee for Thermometry (CCT)“⁹ des „International Committee for Weights and Measures (CIPM)“¹⁰ ist unter anderem für die Weiterentwicklung der ITS-90 im Rahmen des Internationalen Einheitensystems (SI) zuständig. Die weltweiten Untersuchungen zur Abweichung $T - T_{90}$ werden vom CCT zusammengetragen und bewertet. Die aktuelle Abschätzung des Wertes von $T - T_{90}$ wurde letztmalig 2011 veröffentlicht [57]. Für einen Gold-Fixpunkt, wie er von der PTB bei der Weitergabe der ITS-90 verwendet wird, liegt die aktuell beste Schätzung bei

$$T - T_{90}(\text{Au}) = (40 \pm 20) \text{ mK} \quad (k = 1) \quad [57]. \quad (2.28)$$

⁹ Informationen zum CCT: <http://www.bipm.org/en/committees/cc/cct/>.

¹⁰ Informationen zum CIPM: <http://www.bipm.org/en/committees/cipm/>.

Für die radiometrische Temperaturmessung kann die Fortpflanzung dieser Abweichung über Gleichung (2.20) abgeschätzt werden [58]

$$T - T_{90} = (T - T_{90}(\text{Au})) \left(\frac{T}{T_{90}(\text{Au})} \right)^2, \quad (2.29)$$

$$\approx 115 \text{ mK} \quad \text{für: } T = 2000^\circ\text{C}. \quad (2.30)$$

Die einfache Unsicherheit eines hochwertigen Strahlungsthermometers, das nach der ITS-90 bei 650 nm kalibriert wurde und als TransfERNormal dient, liegt üblicherweise bereits bei

$$u_T(\text{Kalibrierung}) \approx 600 \text{ mK} \quad \text{für: } T = 2000^\circ\text{C} \quad (2.31)$$

(siehe Abschnitt 5.2.3.2 und [52, 59]). Somit ist die erweiterte ($k = 2$) Unsicherheit des Strahlungsthermometers etwa um den Faktor 10 größer als die wahrscheinliche Abweichung der beiden Temperaturskalen. Es kann also mit ausreichender Genauigkeit davon ausgegangen werden, dass die mit dem Strahlungsthermometer gemessene Temperatur die thermodynamische Temperatur T ist. Deshalb wird im Rahmen dieser Arbeit auch nicht weiter zwischen dieser und der ITS-90-Temperatur T_{90} unterschieden und im Folgenden nur noch von der Temperatur T gesprochen.

2.2 Emissionsgrad

Da das Ziel dieser Arbeit die Emissionsgradmessung bei hohen Temperaturen ist, hat diese radiometrische Material- bzw. Probeneigenschaft hier eine besondere Bedeutung. Im ersten Abschnitt 2.2.1 werden die physikalischen Grundlagen des Emissionsgrades diskutiert. Dies umfasst die Definition der radiometrischen Probeneigenschaften und deren Beziehung untereinander. Im Abschnitt 2.2.2 wird ein Überblick über den Stand der Technik bei der Emissionsgradmessung gegeben, wobei ein besonderes Augenmerk auf Methoden gelegt wird, die für Messungen über 1000°C geeignet sind.

2.2.1 Grundlagen

Die physikalischen Grundlagen zur Definition des Emissionsgrades und anderer Probeneigenschaften sind eng mit denen der Radiometrie und der Strahlung des Schwarzen Körpers verknüpft. Daher finden sich die folgenden Zusammenhänge auch in den bereits in Abschnitt 2.1.1 erwähnten Quellen [8–11], außerdem gibt das Kapitel von Palmer [60] eine Zusammenfassung zur Messung der im Folgenden behandelten Probeneigenschaften.

Definition: Emissionsgrad Der Emissionsgrad kann verallgemeinert als der Grad der Abweichung eines realen Strahlers von der Strahlung des idealisierten Schwarzen Strahlers (siehe Abschnitt 2.1.2) definiert werden. Da der Schwarze Körper der ideale Absorber und Emitter ist, sind die im Folgenden definierten Größen stets größer als 0 und kleiner als 1.

- *Gerichteter spektraler Emissionsgrad* ε_λ^l Der gerichtete spektrale Emissionsgrad beschreibt als Probeneigenschaft die Richtungs- und Wellenlängenverteilung der bei der Temperatur T emittierten Strahlung mit der spektralen Strahldichte $L_\lambda(\varphi, \vartheta, \lambda, T)$ im Vergleich zur spektralen Strahldichte des Schwarzen Körpers $L_{\lambda,S}(\lambda, T)$ ¹¹

$$\varepsilon_\lambda^l(\varphi, \vartheta, \lambda, T) := \frac{L_\lambda(\varphi, \vartheta, \lambda, T)}{L_{\lambda,S}(\lambda, T)}. \quad (2.32)$$

Nur in Ausnahmefällen hängt der spektrale Emissionsgrad vom Azimutwinkel φ ab, sodass normalerweise nur die Abhängigkeit vom Po-

¹¹ Der Schwarze Körper ist ein Lambert-Strahler (siehe Abschnitt 2.1.1), sodass die Winkelabhängigkeit in $L_{\lambda,S}$ entfällt.

larwinkel ϑ betrachtet wird ($\varepsilon_\lambda^l(\varphi, \vartheta, \lambda, T) = \varepsilon_\lambda^l(\vartheta, \lambda, T)$). Da viele Beobachtungen senkrecht zur betrachteten Fläche durchgeführt werden, hat der *normale spektrale Emissionsgrad* $\varepsilon_{\lambda, \perp}^l(\lambda, T) := \varepsilon_\lambda^l(\vartheta = 0, \lambda, T)$ für die Praxis eine besondere Bedeutung.

- *Hemisphärischer spektraler Emissionsgrad* $\varepsilon_\lambda^\ominus$ Der hemisphärische spektrale Emissionsgrad gibt das spektrale Verhältnis der in den gesamten Halbraum (\ominus) emittierten Strahlung im Vergleich zum Schwarzen Strahler wieder

$$\varepsilon_\lambda^\ominus(\lambda, T) := \frac{\int_{\ominus} L_\lambda(\varphi, \vartheta, \lambda, T) d\Omega_{1p}}{\int_{\ominus} L_{\lambda, S}(\lambda, T) d\Omega_{1p}}, \quad (2.33)$$

$$= \frac{1}{\pi} \int_{\vartheta=0}^{\pi/2} \int_{\varphi=0}^{2\pi} \varepsilon_\lambda^l(\varphi, \vartheta, \lambda, T) \cos(\vartheta) \sin(\vartheta) d\varphi d\vartheta. \quad (2.34)$$

Der hemisphärische spektrale Emissionsgrad ist somit nicht einfach eine räumliche Mittelung des gerichteten spektralen Emissionsgrades, da letzterer mit dem projizierten Raumwinkel gewichtet wird.

- *Gerichteter Gesamt-Emissionsgrad* ε^l Der Vergleich der Strahldichte mit der des Schwarzen Körpers führt zum gerichteten Gesamt-Emissionsgrad, der somit die Richtungsverteilung der im gesamten Spektrum emittierten Strahlung angibt

$$\varepsilon^l(\varphi, \vartheta, T) := \frac{L(\varphi, \vartheta, T)}{L_S(T)} = \frac{\pi}{\sigma T^4} \int_0^\infty L_\lambda(\varphi, \vartheta, \lambda, T) d\lambda, \quad (2.35)$$

$$= \frac{\pi}{\sigma T^4} \int_0^\infty \varepsilon_\lambda^l(\varphi, \vartheta, \lambda, T) L_{\lambda, S}(\lambda, T) d\lambda, \quad (2.36)$$

dabei ist σ die Stefan-Boltzmann-Konstante (siehe Gleichung (2.19)). Der gerichtete Gesamt-Emissionsgrad ist somit das mit der Planck-Funktion spektral gewichtete Mittel des gerichteten spektralen Emissionsgrades.

- *Hemisphärischer Gesamt-Emissionsgrad* ε^\ominus Schließlich gibt der hemisphärische Gesamt-Emissionsgrad das Verhältnis der spezifischen Ausstrahlung $M(T)$ zu der des Schwarzen Körpers $M_S(T)$ an

$$\varepsilon^\circ(T) := \frac{M(T)}{M_S(T)} = \frac{1}{\sigma T^4} \int_0^\infty \int_{\Omega} L_\lambda(\varphi, \vartheta, \lambda, T) d\Omega_{1p} d\lambda, \quad (2.37)$$

$$= \frac{1}{\sigma T^4} \int_0^\infty \int_0^{\frac{\pi}{2}} \int_0^{2\pi} \varepsilon_\lambda^\circ(\varphi, \vartheta, \lambda, T) L_{\lambda,S}(\lambda, T) \cos(\vartheta) \sin(\vartheta) d\varphi d\vartheta d\lambda. \quad (2.38)$$

Somit ist der hemisphärische Gesamt-Emissionsgrad ein Maß für die gesamte abgestrahlte Energie eines thermischen Strahlers im Vergleich zum idealen Schwarzen Körper.

In dieser Arbeit wird der Einfachheit halber häufig nur vom „Emissionsgrad“ gesprochen, damit ist stets der gerichtete spektrale Emissionsgrad gemeint. Aus dem gleichen Grund wird die Winkelabhängigkeit des gerichteten spektralen Emissionsgrad häufig nicht explizit angegeben, in diesem Fall ist der Emissionsgrad in Richtung der jeweiligen Beobachtungsachse gemeint, wobei es sich meist um den normalen spektralen Emissionsgrad handelt.

Außerdem ist der Emissionsgrad immer als effektive Probeneigenschaft zu verstehen, die zum Beispiel eine Erhöhung des Effektivwertes durch eine Strukturierung der Oberfläche mit einschließt. Es wird also *nicht*, wie in der Literatur zum Teil üblich [9, 60], unterschieden zwischen „emissivity“, der Eigenschaft des reinen Materials, und „emittance“, der effektiven Eigenschaft einer realen Probe.¹² Somit kann die „emissivity“ durch die Messung einer polierten, reinen Probe nur angenähert werden. In diesem Sinne wird in dieser Arbeit der Begriff Emissionsgrad mit dem englischen „emittance“ gleichgesetzt. In diesem Sinne sind auch die im nächsten Absatz behandelten Größen (Absorptions-, Reflexions- und Transmissionsgrad) stets effektive Probeneigenschaften und keine reinen Materialeigenschaften, da sie z. B. von der Oberflächenstruktur oder der Dicke der Probe abhängen.

Die Spezialfälle eines Grauen Strahlers ($\varepsilon_\lambda^\circ = \varepsilon_\lambda^\circ(\varphi, \vartheta, T)$) und eines Lambert-Strahlers ($\varepsilon_\lambda^\circ = \varepsilon_\lambda^\circ(\lambda, T)$) werden im übernächsten Absatz im Zusammenhang mit dem Kirchhoff'schen Strahlungsgesetz erläutert.

Absorptions-, Reflexions- und Transmissionsgrad Für den Absorptionsgrad α ¹³ werden analog zum Emissionsgrad 4 Größen definiert [8, 9],

¹² Anschaulich vereinfacht gilt: „emittance“ = „emissivity“ + Oberfläche.

¹³ Das Symbol „ α “ wird in dieser Arbeit sowohl für den Absorptionsgrad als auch für die Temperaturleitfähigkeit (siehe Abschnitt 2.3) verwendet. Die aktuelle Bedeutung geht dabei aus dem jeweiligen Kontext hervor.

- der *gerichtete spektrale Absorptionsgrad* $\alpha_\lambda^!$,
- der *hemisphärische spektrale Absorptionsgrad* α_λ^\ominus ,
- der *gerichtete Gesamt-Absorptionsgrad* $\alpha^!$ und
- der *hemisphärische Gesamt-Absorptionsgrad* α^\ominus .

Dabei ist die Bezugsgröße die *spektrale Bestrahlungsdichte* $K_{\lambda,0}$, die über die einfallende Strahlungsleistung Φ_0 definiert ist

$$K_{\lambda,0}(\varphi, \vartheta, \lambda) := \frac{d^3\Phi_0}{\cos(\vartheta_2) dA_2 d\Omega_2 d\lambda} = \frac{dE_\lambda}{d\Omega_{2p}} . \quad (2.39)$$

Die auf die Probe treffende spektrale Bestrahlungsdichte $K_{\lambda,0}$ nimmt hierbei die Rolle ein, welche die Strahldichte des Schwarzen Körpers $L_{\lambda,s}$ bei der Definition der unterschiedlichen Emissionsgrade inne hatte, sodass zum Beispiel gilt

$$\alpha_\lambda^!(\varphi, \vartheta, \lambda, T) := \frac{d^3\Phi_{\text{abs}}}{d^3\Phi_0} = \frac{K_{\lambda,\text{abs}}}{K_{\lambda,0}} , \quad (2.40)$$

⋮

$$\alpha^\ominus(T) := \frac{d\Phi_{\text{abs}}}{d\Phi_0} , \quad (2.41)$$

$$= \frac{1}{E_0} \int_0^\infty \int_\ominus \alpha_\lambda^!(\varphi, \vartheta, \lambda, T) K_{\lambda,0}(\varphi, \vartheta, \lambda) \cos(\vartheta) d\Omega d\lambda , \quad (2.42)$$

mit dem auf das Flächenelement dA treffenden Strahlungsfluss $d\Phi_0$ und seinem absorbierten Anteil $d\Phi_{\text{abs}}$ bzw. dem absorbierten Anteil der spektrale Bestrahlungsdichte $K_{\lambda,\text{abs}}$.

Für den Reflexionsgrad ρ und den Transmissionsgrad τ ¹⁴ existiert ebenfalls die Unterscheidung nach den spektralen Größen ρ_λ und τ_λ und den spektral integrierten Größen des Gesamt-Reflexions- und Transmissionsgrades ρ und τ . Bei der Integration der spektralen Größen muss wiederum die Gewichtung mit dem spektralen Verlauf der einfallenden Strahlung $K_{\lambda,0}$ oder $E_{\lambda,0}$ beachtet werden. Aus der Betrachtung der Winkelabhängigkeit der einfallenden und ausfallenden Strahlung, als gerichtetes Strahlenbündel oder als Integral über den Halbraum ergeben sich jeweils 4 Kombinationen, die analog zu

¹⁴ Das Symbol „ τ “ wird doppelt verwendet, für den Transmissionsgrad und die Dauer des Laserpulses (siehe Abschnitte 4.4.4 und 5.1), die Bedeutung ergibt sich aus dem jeweiligen Kontext.

Emissions- und Absorptionsgrad definiert sind [9]. Dabei wird die folgenden Nomenklatur verwendet, wobei $x \in \{\rho_\lambda, \rho, \tau_\lambda, \tau\}$

- *gerichtet-gerichteter Reflexions- und Transmissionsgrad* x^{\parallel} ,
- *gerichtet-hemisphärischer Reflexions- und Transmissionsgrad* x^{\perp} ,
- *hemisphärisch-gerichteter Reflexions- und Transmissionsgrad* x° ,
- *hemisphärisch-hemisphärischer Reflexions- und Transmissionsgrad* x^{∞} .

Teilweise werden in der Literatur auch noch „konische“ Größen betrachtet, die sich aus der Integration über einen Teil des Halbraums ergeben, was zu 9 Raumrichtungskombinationen und insgesamt 18 verschiedenen Reflexions- und Transmissionsgraden führt [60, 61].

Dabei muss beachtet werden, dass alle integralen Größen keine reinen Probeneigenschaften sind, sondern von der spektralen oder räumlichen Verteilung der einfallenden Strahlung abhängen, was an 2 Beispielen erläutert werden soll. So ändert sich zum Beispiel der Gesamt-Transmissionsgrad eines Fensters in Abhängigkeit der spektralen Verteilung der einfallenden Strahlung (siehe Abschnitt 6.2.3). Ebenso gilt im allgemeinen Fall $\rho_\lambda^{\perp} \neq \rho_\lambda^{\circ}$, da der hemisphärisch-gerichtete Reflexionsgrad von der räumlichen Verteilung der einfallenden Strahlung abhängt. Somit gilt $\rho_\lambda^{\perp} = \rho_\lambda^{\circ}$ nur für eine homogene Bestrahlungsstärke oder falls ρ_λ^{\parallel} unabhängig vom Ein- und Ausfallswinkel ist [9: S. 73].

Für die Reflexion ergeben sich die zwei Grenzfälle einer vollkommen „spekularen“ oder „diffusen“ Oberfläche. Für diese gilt [9]:

- *Spekulare Oberfläche* Im Fall einer spekularen Oberfläche, wie zum Beispiel der eines Spiegels, gilt für den gerichtet-gerichteten spektralen Reflexionsgrad

$$\rho_\lambda^{\parallel}(\varphi, \vartheta, \varphi_r, \vartheta_r, \lambda, T)_{\text{spekular}} = \begin{cases} \rho_\lambda^{\parallel}(\varphi, \vartheta, \lambda, T) & \text{für } \vartheta_r = \vartheta, \\ & \varphi_r = \varphi + \pi, \\ 0 & \text{sonst} \end{cases} \quad (2.43)$$

$$= \rho_\lambda^{\perp}(\varphi, \vartheta, \lambda, T)_{\text{spekular}}, \quad (2.44)$$

mit den Einfallswinkeln φ und ϑ und den Winkeln der reflektierten Strahlung φ_r und ϑ_r . Daraus ergibt sich der aus der Strahlenoptik bekannte Grundsatz, dass der Einfallswinkel gleich dem Ausfallswinkel ist ($\vartheta_r = \vartheta$).

- *Diffuse Oberfläche* Eine vollkommen diffuse Oberfläche reflektiert die einfallende Strahlung gleichmäßig in alle Raumrichtungen, es gilt also

$$\rho_{\lambda}^{\parallel}(\varphi, \vartheta, \varphi_r, \vartheta_r, \lambda, T)_{\text{diffus}} = \rho_{\lambda}^{\parallel}(\varphi, \vartheta, \lambda, T) \quad (\text{für alle } \varphi_r, \vartheta_r) , \quad (2.45)$$

$$= \frac{1}{\pi} \rho_{\lambda}^{\perp}(\varphi, \vartheta, \lambda, T)_{\text{diffus}} . \quad (2.46)$$

Für einen sekundären Lambert-Strahler (siehe Abschnitt 2.1.1), der ebenfalls vollkommen diffus reflektiert, wird zusätzlich davon ausgegangen, dass ρ^{\parallel} unabhängig von den Einfallswinkeln φ und ϑ ist, sodass

$$\rho_{\lambda}^{\parallel}(\lambda, T)_{\text{Lambert}} = \frac{1}{\pi} \rho_{\lambda}^{\perp}(\lambda, T)_{\text{Lambert}} = \frac{1}{\pi} \rho_{\lambda}^{\circ}(\lambda, T)_{\text{Lambert}} . \quad (2.47)$$

Beziehungen zwischen den Probeneigenschaften Wie Abbildung 2.3 veranschaulicht, folgt aus der Erhaltung der Strahlungsenergie eines einfallenden Strahls die grundlegende Beziehung [62]

$$1 = \alpha_{\lambda}^{\downarrow}(\varphi, \vartheta, \lambda, T) + \rho_{\lambda}^{\perp}(\varphi, \vartheta, \lambda, T) + \tau_{\lambda}^{\perp}(\varphi, \vartheta, \lambda, T) . \quad (2.48)$$

Für eine *opake Oberfläche*, die keine elektromagnetische Strahlung passieren lässt ($\tau_{\lambda} = 0$), gilt folglich

$$\alpha_{\lambda}^{\downarrow}(\varphi, \vartheta, \lambda, T) = 1 - \rho_{\lambda}^{\perp}(\varphi, \vartheta, \lambda, T) . \quad (2.49)$$

In seiner Arbeit zum Schwarzen Körper (siehe Ref. [15] und Abschnitt 2.1.2) hat Kirchhoff aus den thermodynamischen Grundgesetzen abgeleitet, dass für einen opaken Körper im thermodynamischen Gleichgewicht gilt

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\lambda}^{\downarrow}(\varphi, \vartheta, \lambda, T) &= \alpha_{\lambda}^{\downarrow}(\varphi, \vartheta, \lambda, T) . \\ &= 1 - \rho_{\lambda}^{\perp}(\varphi, \vartheta, \lambda, T) \quad (\text{falls } \tau_{\lambda} = 0) . \end{aligned} \quad (2.50)$$

Dieses sogenannte *Kirchhoff'sche Strahlungsgesetz* bildet die Grundlage verschiedener Verfahren zur Emissionsgradmessung (siehe Abschnitt 2.2.2) und zur Berechnung des Strahlungsaustausches zwischen Oberflächen. Außerhalb des thermodynamischen Gleichgewichts können Abweichungen von dieser grundlegenden Beziehung auftreten, die durch eine „Umverteilung“ der Strahlungsenergie zustande kommen. Zum Beispiel wird bei der Photolumineszenz die Energie bei einer Wellenlänge absorbiert und bei einer größeren Wellenlänge wieder emittiert.

Außerdem ist eine Erweiterung des Kirchhoff'schen Strahlungsgesetzes auf die integralen Größen nur unter bestimmten Einschränkungen mög-

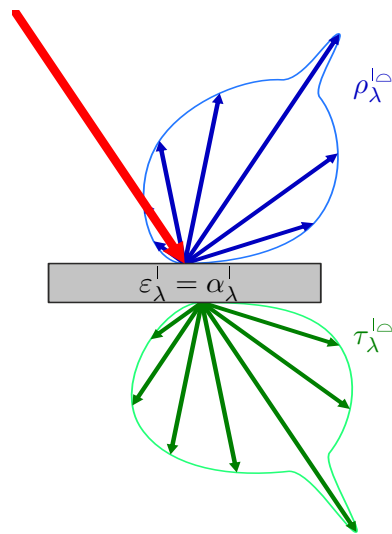


Abb. 2.3: Skizze zur Beziehung zwischen Emission, Absorption, Reflexion und Transmission Die einfallende Strahlung (—) wird an der Oberfläche teilweise diffus reflektiert (—), beim Durchdringen des Körpers wird ein weiterer Teil absorbiert und der restliche Anteil der Strahlungsenergie verlässt den Körper als teilweise diffuse Transmission (—). Aus der Energieerhaltung folgt somit $1 = \alpha_\lambda^l + \rho_\lambda^{lo} + \tau_\lambda^{lo}$ und nach dem Kirchhoff'schen Strahlungsgesetz gilt außerdem $\epsilon_\lambda^l = \alpha_\lambda^l$.

lich (Details siehe Ref. [8: Kap. 5.3.2] und [9: Tab. 3-2]). Entweder müssen Forderungen an die räumliche und spektrale Verteilung der einfallenden Strahlung gestellt werden oder an die Oberfläche des Körpers. In der Praxis ist die (näherungsweise) Erfüllung der Oberflächeneigenschaften von größerer Relevanz, dabei existieren die folgenden Spezialfälle:

- *Graue Oberfläche* Bei einem Grauen Strahler ist der gerichtete spektrale Emissionsgrad unabhängig von der Wellenlänge, d. h. $\epsilon_\lambda^l(\varphi, \vartheta, \lambda, T) = \epsilon^l(\varphi, \vartheta, T)$, sodass

$$\epsilon^l(\varphi, \vartheta, T) = \alpha^l(\varphi, \vartheta, T) . \quad (2.51)$$

- *Diffuse Oberfläche* Bei einem vollkommen diffusen Strahler (Lambert-Strahler) ist der gerichtete spektrale Emissionsgrad unabhängig vom Winkel, d. h. $\epsilon_\lambda^l(\varphi, \vartheta, \lambda, T) = \epsilon_\lambda^l(\lambda, T) = \epsilon_\lambda^\circ(\lambda, T)$, sodass

$$\epsilon_\lambda^\circ(\lambda, T) = \alpha_\lambda^\circ(\lambda, T) . \quad (2.52)$$

- *Grauer Lambert-Strahler* Für die Kombination der beiden obigen Fälle hängt der gerichtete spektrale Emissionsgrad nur noch von der Temperatur ab ($\varepsilon_{\lambda}^{\perp}(\varphi, \vartheta, \lambda, T) = \varepsilon_{\lambda}^{\perp}(T) = \varepsilon^{\perp}(T)$) und es gilt

$$\varepsilon^{\perp}(T) = \alpha^{\perp}(T) . \quad (2.53)$$

Folglich stimmen mit dieser Einschränkung auch alle vier Emissions- und Absorptionsgrade miteinander überein.

Die Näherung eines Lambert-Strahlers ist für reale Körper mit matter Oberfläche oft ausreichend genau, die Forderung einer zu vernachlässigenden Wellenlängenabhängigkeit des Emissionsgrades ist hingegen nur selten erfüllt [8]. Die starke Wellenlängenabhängigkeit der spektralen Größen wird zum Teil auch technisch ausgenutzt, zum Beispiel bei den Absorbern für Parabolrinnen-Solkraftwerke. Diese haben für das Sonnenspektrum einen hohen hemisphärischen Gesamt-Absorptionsgrad von $\alpha^{\perp}(L_{\lambda}(\text{Sonne})) \approx 96\%$ und im Gegensatz dazu einen geringen hemisphärischen Gesamt-Emissionsgrad bei ihrer Arbeitstemperatur von $\varepsilon^{\perp}(L_{\lambda, S}(350^{\circ}\text{C})) \approx 10\%$ [63], wodurch die Effizienz der Absorber erhöht wird.

Folgerungen für die Emissionsgradmessung Der Wert des Emissionsgrades wird hauptsächlich zur Korrektur einer radiometrischen Temperaturmessung oder zur Berechnung und Simulation des Strahlungsaustausches benötigt. Den größtmöglichen Informationsgehalt besitzt naturgemäß die Winkel-, Wellenlängen- und Temperaturabhängigkeit des gerichteten spektralen Emissionsgrades. Je nach Anwendung genügt häufig auch die Information des normalen spektralen Emissionsgrades $\varepsilon_{\lambda, \perp}^{\perp}(\lambda, T)$, da radiometrische Temperaturmessungen meist senkrecht zur Oberfläche durchgeführt werden und für Simulationen die Näherung eines Lambert-Strahlers oft ausreichend ist (siehe oben). Außerdem existieren für die Winkelverteilung des gerichteten spektralen Emissionsgrades von Dielektrika und Metallen Vorhersagen aus der klassischen Elektrodynamik [9: Kap. 4-6]. Diese können für eine Kurvenanpassung verwendet werden, um die Winkelverteilung aus den Messungen bei einigen diskreten Winkeln zu berechnen [64].

Da der gerichtet-gerichtete spektrale Reflexionsgrad ρ_{λ}^{\perp} den diffus reflektierten Anteil der einfallenden Strahlung nicht beinhaltet, kann dieser auch nicht zur allgemeinen Berechnung des Emissionsgrades verwendet werden

$$\varepsilon_{\lambda}^{\perp}(\varphi, \vartheta, \lambda, T) \neq 1 - \rho_{\lambda}^{\perp}(\varphi, \vartheta, \lambda, T) . \quad (2.54)$$

Somit ist die verhältnismäßig einfache Messung von $\rho_\lambda^{\text{||}}$ [60: Kap. 25.11] nicht ausreichend zur Bestimmung des gerichteten spektralen Emissionsgrades. Nur für den Spezialfall einer spekulär reflektierenden Oberfläche gilt $\varepsilon_\lambda^{\text{||}} = 1 - \rho_\lambda^{\text{||}}$, wie zum Beispiel die Messung eines Goldspiegels demonstriert [64].

2.2.2 Stand der Technik bei der Emissionsgradmessung

In diesem Abschnitt wird auf den Stand der Technik bei der Emissionsgradmessung eingegangen, dabei werden vor allem die prinzipiellen Möglichkeiten und Grenzen der wichtigsten Methoden erläutert. Eine Übersicht findet man in den Referenzen [42, 65–68]. Im Folgenden liegt das Augenmerk auf der Emissionsgradmessung bei Temperaturen von über 1000 °C, sodass kein Anspruch auf Vollständigkeit besteht. Die folgende Diskussion der Messmethoden orientiert sich an der schematischen Übersicht in Abbildung 2.4.

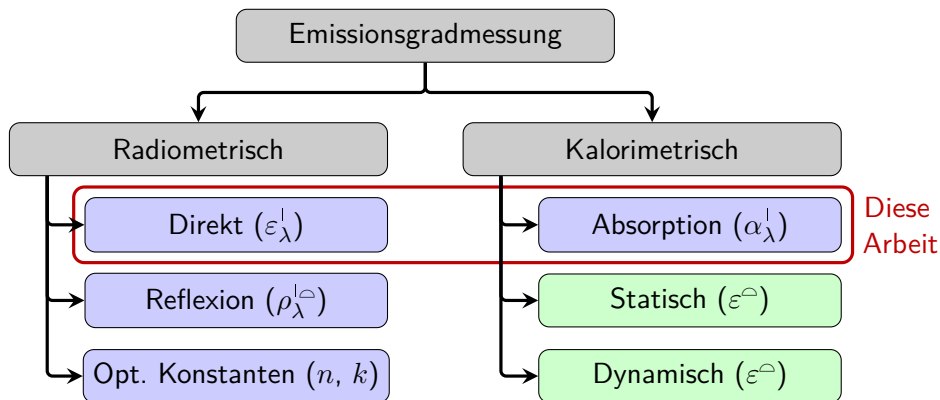


Abb. 2.4: Methoden zur Emissionsgradmessung Bei den radiometrischen Methoden wird die thermische Eigenstrahlung der Probe oder die an ihr reflektierte elektromagnetische Strahlung gemessen. Die kalorimetrischen Methoden beruhen hingegen auf der Änderung der Probentemperatur aufgrund des Austauschs von Strahlungsenergie. Die *blau* hinterlegten Methoden ermöglichen die Messung des gerichteten spektralen Emissionsgrades, die *grün* hinterlegten die des hemisphärischen Gesamt-Emissionsgrades.

Direkte radiometrische Messung Die direkte Messung des spektralen gerichteten Emissionsgrades $\varepsilon_\lambda^{\text{||}}$, gemäß seiner Definition nach Gleichung (2.32), durch den Strahldichtevergleich von Probe und Schwarzem Körper stellt eine weit verbreitete Methode zur Emissionsgradmessung dar. Zwei Beispiele für diese Methode sind der an Luft messende Aufbau der PTB [69, 70] und der

PTB-Messplatz mit reduzierter Hintergrundstrahlung unter Vakuum [64, 71]. Neben den Strahldichten der Probe und des Hohlraumstrahlers müssen bei der direkten Methode unter anderem noch die Temperaturstrahlung des Detektors und der Umgebung berücksichtigt werden [72]. Diese Methode ermöglicht sehr geringe absolute Unsicherheiten, die, je nach Probe und Wellenlänge, bei $u_{\text{ges.}}(\varepsilon_{\lambda}^1) = 0,003 \dots 0,01$ liegen [70]. Eine Übersicht über die verschiedenen technischen Aspekte der Realisierung dieser Methode, wie z. B. Probenheizung, Messinstrumente usw. bietet der Artikel von Honner et al. [68].

Derzeit sind bei den PTB-Messplätzen Probertemperaturen bis ca. 600 °C realisierbar [71]. Auch wenn andere Messplätze, die nach einem ähnlichen Prinzip arbeiten, höhere Temperaturen erlauben [73–75], wird mit steigender Temperatur die Bestimmung der Oberflächentemperatur der Probe zunehmend unsicherer. Zum einen aus messtechnischen Gründen,¹⁵ zum anderen wird die Extrapolation der Oberflächentemperatur aus der Temperaturmessung im Innern der Probe zunehmend schwieriger, da der Wärmetransport durch Strahlung, der bei hohen Temperaturen an Bedeutung gewinnt, selbst wieder vom Emissionsgrad abhängt.

Messung der Oberflächentemperatur für die direkte Methode Für die direkte Emissionsgradmessung bei Temperaturen über 1000 °C müssen alternative Methoden zur Messung der Oberflächentemperatur verwendet werden, die eine radiometrische Temperaturmessung ohne vorherige Kenntnis des Emissionsgrades ermöglichen. Wie das nachstehende Beispiel zeigt, sind dabei die Anforderungen an die Bestimmung der „wahren“ Temperatur recht hoch, weshalb die im Folgenden kurz vorgestellten Methoden auch nicht sehr weit verbreitet sind. Unsicherheiten bei der üblichen Messung der Schwarzen Temperatur (siehe Gleichung (2.22)) von $u_{\text{rel.}}(T_S) = 0,1\%$ und bei der Ermittlung der wahren Temperatur von $u_{\text{rel.}}(T_{\text{wahr}}) = 0,5\%$ führen bei 1000 °C und einer Wellenlänge von 1064 nm bereits zu relativen Unsicherheiten des Emissionsgrades von $u_{\text{rel.}}(\varepsilon_{\lambda}^1) = 6\%$, fast unabhängig von dessen Wert.

- Eine Übersicht von Methoden zur *Reduktion des Emissionsgrad-Einflusses* in der Strahlungsthermometrie und zahlreiche weitere Quellen findet man in den Referenzen [77, 78]. Ein Beispiel ist die „Gold Cup“-Methode, bei der ein Reflektor oberhalb des Messobjektes durch Mehrfachrefle-

¹⁵ Typ S und R Thermolemente sind mit einer Toleranz von 0,2 % bis 1600 °C verwendbar, die Typen G, C und D bis 2300 °C allerdings mit einer Toleranz von 1 % [76].

xionen zur Erhöhung des effektiven Emissionsgrades führt [79], im theoretischen Idealfall bis $\varepsilon_{\lambda, \text{eff}}^{\downarrow} \rightarrow 1$.

- Eine seit langem eingesetzte Möglichkeit zur Erhöhung des effektiven Emissionsgrades ist die Ausnutzung des *Hohlraumeffektes* [80], indem z. B. eine Bohrung in der Probe als Hohlraumstrahler verwendet wird [81–84] oder die Probe der Boden eines Hohlraums ist [85]. Der Emissionsgrad kann dann aus den Schwarzen Temperaturen der Oberfläche und des Hohlraums berechnet werden. Dabei ist die Isothermie des Hohlraums von großer Bedeutung [86], außerdem kann die unterschiedliche Abstrahlung von Probenoberfläche ($\varepsilon_{\lambda}^{\downarrow} < 1$) und Hohlraum ($\varepsilon_{\lambda, \text{eff}}^{\downarrow} \rightarrow 1$) zu Unterschieden in der als gleich angenommenen Temperatur führen. Eine Möglichkeit, dies zu reduzieren, ist die Abdeckung von Probe und Hohlraum durch einen Reflektor, der erst unmittelbar vor der Messung entfernt wird [87].
- Die in der industriellen Anwendung teilweise zu findenden *Verhältnis-Strahlungsthermometer* beruhen auf der Annahme eines Grauen Strahlers mit gleichem Emissionsgrad bei den Messwellenlängen λ_1 und λ_2 ($\varepsilon_{\lambda}^{\downarrow}(\lambda_1, T) = \varepsilon_{\lambda}^{\downarrow}(\lambda_2, T)$) [42]. Diese Annahme wird in der Realität jedoch oft nicht erfüllt, was zusammen mit einer nicht vernachlässigbaren Hintergrundstrahlung zu erheblichen Abweichungen bei der Temperaturmessung führen kann [88]. Mehrwellenlängen-Strahlungsthermometer reagieren auf diese Abweichungen vom theoretische Idealfall sogar noch empfindlicher [88].

Eine deutliche Weiterentwicklung stellt die „*Pyro-Reflektometrie*“ dar, bei welcher die gerichtet-gerichtete spektrale Reflexion $\rho_{\lambda}^{\uparrow\downarrow}$ zweier Laserstrahlen gemessen wird [89–91]. Unter der Annahme, dass der diffuse Anteil der Reflexion wellenlängenunabhängig ist [89], was beispielsweise bei Probe mit einer strukturierten Oberfläche in der Größenordnung der Wellenlänge nicht der Fall ist, gilt

$$\frac{\rho_{\lambda}^{\uparrow\downarrow}(\lambda_1)}{\rho_{\lambda}^{\uparrow\downarrow}(\lambda_2)} \stackrel{\text{Annahme}}{=} \frac{\rho_{\lambda}^{\uparrow\downarrow}(\lambda_1)}{\rho_{\lambda}^{\uparrow\downarrow}(\lambda_2)} \stackrel{(2.50)}{=} \frac{1 - \varepsilon_{\lambda}^{\downarrow}(\lambda_1)}{1 - \varepsilon_{\lambda}^{\downarrow}(\lambda_2)}. \quad (2.55)$$

Aus der Messung der spektralen Strahldichten bei λ_1 und λ_2 kann somit die Temperatur der Probe berechnet werden. Eine verwandte Methode basiert auf der Messung der gerichtet-gerichteten Reflexi-

on in 2 senkrechten Polarisationsrichtungen und der Annahme einer polarisationsunabhängigen diffusen Reflexion [92].

- Unter dem Begriff „*Laser Absorptions-Strahlungsthermometrie*“¹⁶ [93] werden Methoden zusammengefasst, bei denen die Temperaturänderung der Probe durch die Absorption von Laserstrahlen verschiedener Wellenlängen ausgenutzt wird. Bei einer Variante wird so das Verhältnis der spektralen gerichteten Absorptionsgrade bestimmt

$$\frac{\alpha_{\lambda}^{\perp}(\lambda_1)}{\alpha_{\lambda}^{\perp}(\lambda_2)} \stackrel{(2.50)}{=} \frac{\varepsilon_{\lambda}^{\perp}(\lambda_1)}{\varepsilon_{\lambda}^{\perp}(\lambda_2)}, \quad (2.56)$$

sodass aus dem Verhältnis der bei diesen Wellenlängen gemessenen Strahldichten die Temperatur mit $u_{\text{rel.}}(T_{\text{wahr}}) \approx 0,5\%$ berechnet werden kann [94].

Bei einer anderen Variante werden die Laser mit den Wellenlängen $\lambda_{1/2}$ mit den Frequenzen $\nu_{1/2}$ moduliert. Mit Lock-in-Verfahren wird die Größe

$$C \cdot \frac{L_{\lambda}(\lambda_1, \nu_2, T)}{L_{\lambda}(\lambda_2, \nu_1, T)} \quad (2.57)$$

gemessen, sodass durch eine Ein-Punkt-Kalibrierung die Konstante C bestimmt werden kann [95]. Mit dieser Variante kann unabhängig vom Emissionsgrad der Probe, reflektierter Umgebungsstrahlung und der Transmission von Fenstern u. ä. die wahre Temperatur der Probe mit einer relativen Unsicherheit von $u_{\text{rel.}}(T_{\text{wahr}}) \approx 0,5\%$ bestimmt werden [96, 97].

- Für Dielektrika mit Orientierungspolarisation, wie einige Salze und Keramiken, bietet die *Christiansen-Wellenlänge* ein weitere Möglichkeit zur Messung der wahren Temperatur bzw. des Emissionsgrades [98, 99]. Bei dieser materialspezifischen Wellenlänge $\lambda_{\text{Chr.}}$ ist der Brechungsindex $n = 1$ und der Extinktionskoeffizient $\kappa \ll 1$, sodass eine Art Resonanz auftritt und der gerichtete spektrale Emissionsgrad $\varepsilon_{\lambda}^{\perp}(\lambda_{\text{Chr.}}) = 1$ ist [100, 101]. In Halbleitern oder verunreinigten Dielektrika ist bereits $\kappa \not\ll 1$ und somit $\varepsilon_{\lambda}^{\perp}(\lambda_{\text{Chr.}}) < 1$, sodass dieser Effekt nur für eine eingeschränkte Materialklasse ausgenutzt werden kann [100].

¹⁶ engl.: Laser Absorption Radiation Thermometry (LART) oder Laser Emissivity Free Thermometry (LEFT)

- Am NIST¹⁷ wird die Messung des gerichtet-hemisphärischen spektralen Reflexionsgrades zur Bestimmung des Emissionsgrades bei einer Wellenlänge eingesetzt (siehe nächster Absatz). Dadurch kann die Oberflächentemperatur radiometrisch bestimmt werden und der gerichtete spektrale Emissionsgrad mit einer direkten Messung bis 1000 °C bestimmt werden [75, 102].

Einer der Hauptgründe dafür, dass Methoden wie die Laser Absorptions-Strahlungsthermometrie oder die Pyro-Reflektometrie nicht so weit verbreitet sind, ist die Messung von Strahldichte-Verhältnissen. Dadurch ist die Sensitivität der Temperaturmessung deutlich geringer als bei Strahlungsthermometern, die schmalbandig bei einer Wellenlänge arbeiten. Näherungsweise gilt beispielsweise

$$L_{\lambda}(650 \text{ nm}, 2000 \text{ K}) \approx 64\,000 \cdot L_{\lambda}(650 \text{ nm}, 1000 \text{ K})$$

$$\frac{L_{\lambda}(650 \text{ nm}, 2000 \text{ K})}{L_{\lambda}(900 \text{ nm}, 2000 \text{ K})} \approx 22 \cdot \frac{L_{\lambda}(650 \text{ nm}, 1000 \text{ K})}{L_{\lambda}(900 \text{ nm}, 1000 \text{ K})} \quad (2.58)$$

Somit führen z. B. gleiche Signal-Rausch-Verhältnisse zu drastisch unterschiedlichen Unsicherheitsbeiträgen.

Messung der Reflexion Wie schon im vorherigen Abschnitt 2.2.1 erläutert, muss der gerichtet-hemisphärische spektrale Reflexionsgrad ρ_{λ}^{\perp} gemessen werden, um den gerichteten spektralen Emissionsgrad nach Gleichung (2.50) zu berechnen. Dazu wird üblicherweise die Reflexion eines modulierten Laserstrahls in den Halbraum mit einer Ulbricht-Kugel gemessen und über einen Lock-In-Verstärker von der Temperaturstrahlung der Probe separiert [84, 102–105]. Dabei wird die Reflexion häufig im Verhältnis zu einem Reflexionsstandard, z. B. aus Bariumsulfat, gemessen.

Idealerweise müsste sich die Probe, wie bei Raumtemperaturmessungen [106], direkt an einer der Öffnungen der Ulbricht-Kugel befinden. Bei hohen Proben Temperaturen ist dies jedoch nicht möglich, sodass ein Abstand von wenigen Millimetern zwischen Probe und Kugel besteht [105] und die reflektierte Strahlung nicht vollständig „eingefangen“ werden kann.

Diese Methode zur Emissionsgradmessung bei hohen Temperaturen bleibt im Wesentlichen Pulsheiz-Experimenten vorbehalten, da bei statischen Versuchsbedingungen der Energieeintrag auf die Ulbricht-Kugel zu groß wäre.

¹⁷ National Institute of Standards and Technology, USA, www.nist.gov

Pulsheiz-Experimente erlauben außerdem Messungen über den Schmelzpunkt der Proben hinaus, sodass die Emissionsgradmessung zum Teil an der bekannten Schmelztemperatur der Probe „kalibriert“ wird [104, 105]. Allerdings beschränken sich die mit dieser Methode untersuchbaren Materialien im Hochtemperatur-Bereich ($> 1000^\circ\text{C}$) auf Metalle.

Messung der optischen Konstanten Mit den Fresnel-Gleichungen kann der gerichtet-gerichtete spektrale Reflexionsgrad ρ_λ^{\parallel} aus den optischen Konstanten (Brechungsindex n und Extinktionskoeffizient κ) berechnet werden [9]. Für rein spekulär reflektierende Proben, z. B. polierte Metalle, lässt sich daraus der Emissionsgrad berechnen

$$\varepsilon_\lambda^{\parallel} = 1 - \rho_\lambda^{\perp} \stackrel{(2.44)}{=} 1 - \rho_{\lambda, \text{spekular}}^{\parallel} . \quad (2.59)$$

Dieses Verfahren wird hauptsächlich bei Pulsheiz-Experimenten eingesetzt [83, 84, 106–110]. Dabei werden die optischen Konstanten, wie bei der Ellipsometrie, über die polarisationsabhängige Reflexion mit einem „Division-of-Amplitude Photopolarimeter (DOAP)“ bestimmt.

Für polierte Proben wird dabei eine hohe Übereinstimmung des Emissionsgrades mit anderen Messverfahren erreicht [83]. Bei rauen Oberflächen nimmt der diffus reflektierte Anteil jedoch zu, sodass $\rho_\lambda^{\parallel} \neq \rho_\lambda^{\perp}$ ist und Abweichungen über 35 % zu Emissionsgradmessung mit einer Ulbricht-Kugel auftreten können [106]. Insbesondere in Mikrosekunden-Experimenten ist auch die Messung von flüssigen Metallen möglich. Hierbei sind keine Abweichungen zu erwarten, da die Oberfläche des flüssigen Metalls perfekt spekulär ist, was Emissionsgradmessungen in diesem sonst experimentell schwer zugänglichen Bereich erlaubt [108–110].

Kalorimetrische Messmethoden Bei kalorimetrischen Messungen wird üblicherweise der hemisphärische Gesamt-Emissionsgrad ε° über das Stefan-Boltzmann-Gesetz aus Gleichung (2.19) ermittelt. Dazu werden im Wesentlichen die elektrische Heizleistung $P_{\text{el.}}$ und die von der Probe mit der Oberfläche A_{O} emittierte Strahlungsleistung $P_{\text{rad.}} = \varepsilon^\circ \sigma A_{\text{O}} T^4$ verglichen.

Bei *statischen* Verfahren befindet sich die Probe und die Umgebung, mit der Temperatur T_{U} , im thermischen Gleichgewicht, sodass vereinfacht gilt [42: S. 1234]

$$\varepsilon^\circ = \frac{P_{\text{el.}}}{\sigma A_{\text{O}} (T^4 - T_{\text{U}}^4)} . \quad (2.60)$$

Durch die Berücksichtigung verschiedener Korrekturterme [111], können so für den hemisphärischen Gesamt-Emissionsgrad kleinere Unsicherheiten erreicht werden als über die Messung des gerichteten spektralen Emissionsgrades und dessen Integration nach Gleichung (2.38) [64, 111].

Dynamische Verfahren basieren auf dem zeitlichen Temperaturabfall $\frac{\partial T}{\partial t}$ der Probe mit bekannter Masse m und spezifischer Wärmekapazität c_p . Näherungsweise gilt dabei für den hemisphärischen Gesamt-Emissionsgrad [42: S. 1234]

$$\varepsilon^{\circ} = \frac{m c_p}{\sigma A_O (T^4 - T_U^4)} \cdot \frac{\partial T}{\partial t} . \quad (2.61)$$

Eine mögliche Realisierung ist das Aufheizen der Probe und die anschließende Entfernung des Ofens [112, 113].

Für viele Anwendungen, wie die Strahlungsthermometrie oder Simulationsrechnungen, ist allerdings der gerichtete spektrale Emissionsgrad eher von Interesse. Außerdem basieren die etablierten kalorimetrischen Verfahren meist auf der Temperaturmessung mit Berührungsthermometern, sodass eine Erweiterung auf Temperaturen deutlich über 1000 °C wiederum schwierig ist.

Eine Sonderform der kalorimetrischen Emissionsgradmessung ist die Messung des *gerichteten spektralen Absorptionsgrades* $\alpha_{\lambda}^{\downarrow}$, der nach dem Kirchhoff'schen Strahlungsgesetz gleich dem gerichteten spektralen Emissionsgrad ist. Dazu wird eine Probe mit bekannter Wärmeleitfähigkeit durch einen kontinuierlichen Laserstrahl erwärmt [114]. Im Gleichgewicht stellt sich ein radialer Temperaturgradient ein, der proportional zum Emissionsgrad ist [114]. Auch hier bleibt die Messung des Temperaturgradienten bei hohen Temperaturen schwierig.

Zusammenfassung Trotz verschiedenster Ansätze gibt es derzeit keine etablierte Methode, um den Emissionsgrad im Temperaturbereich über 1000 °C für unterschiedlichste Materialien zu messen. Die direkte Messung des Emissionsgrades liefert bei niedrigeren Temperaturen zwar die geringsten Unsicherheiten, diese nehmen aber im Hochtemperaturbereich deutlich zu. Die unterschiedlichen Methoden zur Kompensation des Emissionsgrades bei der Temperaturmessung bieten zwar eine theoretische Lösung. Wegen der geringeren Empfindlichkeit ist es in der Praxis jedoch oft sehr aufwendig, die notwendigen, kleinen Unsicherheiten bei der Bestimmung der wahren Oberflächentemperatur zu erreichen. Andere Verfahren, wie die Messung von

optischen Konstanten oder die Ausnutzung der Christiansen-Wellenlänge, sind jeweils nur für bestimmte Materialklassen oder Probengeometrien anwendbar.

Für die Messung der Temperaturleitfähigkeit ist das im folgenden Abschnitt 2.3 beschriebene Flash-Verfahren eine weit verbreitete Methode. Deshalb soll in dieser Arbeit, eine neue, auf dem Laser-Flash-Verfahren basierende Methode zur Messung des gerichteten spektralen Emissionsgrades realisiert werden. Diese Methode ist eine Kombination aus radiometrischer und kalorimetrischer Messung, wie in den Abschnitten 6.1.2 und 8.2.2 erläutert wird.

2.3 Temperaturleitfähigkeit und Flash-Verfahren

Wie schon in Kapitel 1 erwähnt, beruht die dynamische Emissionsgradmessung auf dem Flash-Verfahren, das in Abschnitt 2.3.1 kurz erläutert wird. In Abschnitt 2.3.2 wird die Lösung der Wärmeleitungsgleichung für den allgemeinen Fall des Flash-Verfahrens vorgestellt.

Darauf aufbauend wird in Abschnitt 5.1 (Seite 103) die im Rahmen dieser Arbeit angepasste Lösung erläutert, die für die Auswertung der dynamischen Emissionsgradmessung notwendig ist.

2.3.1 Wärmeleitungsgleichung und Grundidee des Flash-Verfahrens

Das Flash-Verfahren wurde 1961 von Parker et al. [6] vorgestellt und hat sich seitdem zu einer Standardmethode zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit entwickelt. Hier sollen nur die für diese Arbeit relevanten Entwicklungen der Theorie kurz erläutert werden. Eine gute Übersicht des theoretischen und experimentellen Stands der Technik findet man in Ref. [4, 5].

Das Flash-Verfahren beruht auf der Lösung der Wärmeleitungsgleichung für eine einfache Geometrie und der experimentellen Realisierung der angenommenen Randbedingungen. In ihrer allgemeinsten Form lautet die Wärmeleitungsgleichung

$$\varrho(\vec{r}, T) \cdot c(\vec{r}, T) \cdot \frac{\partial}{\partial t} T(\vec{r}, t) = \vec{\nabla} \cdot (\kappa(\vec{r}, T) \cdot \vec{\nabla} T(\vec{r}, t)) + w(\vec{r}, t) . \quad (2.62)$$

Dabei ist T die Temperaturverteilung innerhalb eines Körpers mit der Dichte ϱ , der spezifischen Wärmekapazität c und der Wärmeleitfähigkeit κ und w eine Leistungsdichte. Für den real häufig vorliegenden Fall räumlich konstanter Materialparameter und kleiner Temperaturänderungen kann die Temperaturabhängigkeit von ϱ , c und κ vernachlässigt werden und es ergibt sich

$$\frac{\partial}{\partial t} T(\vec{r}, t) = \alpha \vec{\nabla}^2 T(\vec{r}, t) + \frac{w(\vec{r}, t)}{\varrho c} , \quad (2.63)$$

mit: $\alpha = \frac{\kappa}{\varrho c} .$

Die so definierte Temperaturleitfähigkeit α kann somit als Diffusionskonstante zum Ausgleich einer inhomogenen Temperaturverteilung aufgefasst werden.

In Abbildung 2.5 ist der prinzipielle Aufbau einer Messung nach dem Flash-Verfahren zusammen mit den wichtigsten physikalischen Größen dargestellt. Die typischerweise scheibenförmige Probe hat die Dicke d , den Radius r_0 und die Masse m . Sie besitzt zu Beginn des Experiments die Ausgangstemperatur T_0 und befindet sich im thermischen Gleichgewicht mit dem sie umgebenden Ofen. Der Probe wird an der Vorderseite kurzzeitig die Wärmeenergie Q zugeführt. Dies geschieht meist durch eine Blitzlampe oder einen Laserpuls, daher spricht man auch vom „Laser-Flash-Verfahren“. Diese Inhomogenität der Temperaturverteilung innerhalb der Probe gleicht sich gemäß der Wärmeleitungsgleichung (2.63) aus. Üblicherweise wird der zeitliche Verlauf der Temperaturänderung auf der Probenrückseite gemessen und daraus die Temperaturleitfähigkeit α , wie im Folgenden erläutert, berechnet.

Bei der ersten Realisierung des Flash-Verfahrens durch Parker et al. [6] wurde die Wärmeleitungsgleichung (2.63) stark vereinfacht. Ausgehend von der Annahme einer dünnen Probe, wurde nur der ein-dimensionale Fall betrachtet. Wegen der sehr kurzen Erwärmung kann näherungsweise der Quellterm in der Differentialgleichung durch eine Randbedingung zum Zeitpunkt $t = 0$ ersetzt werden. Aus diesem Grund wurde auch davon ausgegangen, dass das Experiment adiabatisch verläuft, es also keine thermischen Verluste am Rand der Probe gibt. Somit reduziert sich das Problem für die Temperaturänderung ΔT mit $\Delta T = T - T_0$ auf

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial t} \Delta T(z, t) &= \alpha \frac{\partial^2}{\partial z^2} \Delta T(z, t) , \\ \frac{\partial}{\partial z} \Delta T(0, t) &= \frac{\partial}{\partial z} \Delta T(d, t) = 0 , \\ \Delta T(0, 0) &= \frac{Q}{m c} . \end{aligned} \tag{2.64}$$

Die Lösung dieses ein-dimensionalen, adiabatischen Problems ist neben zahlreichen anderen im Buch von Carslaw und Jaeger [115: S. 101] zu finden. Wegen der geringen Eindringtiefe des erwärmten Probenbereichs kann diese Lösung weiter vereinfacht werden und es ergibt sich schließlich für die Änderung der Temperatur an der Probenrückseite [6: Gl. (3)]¹⁸

¹⁸ Geänderte Nomenklatur beachten („ Q “ ist in Ref. [6] eine Flächenenergiedichte).

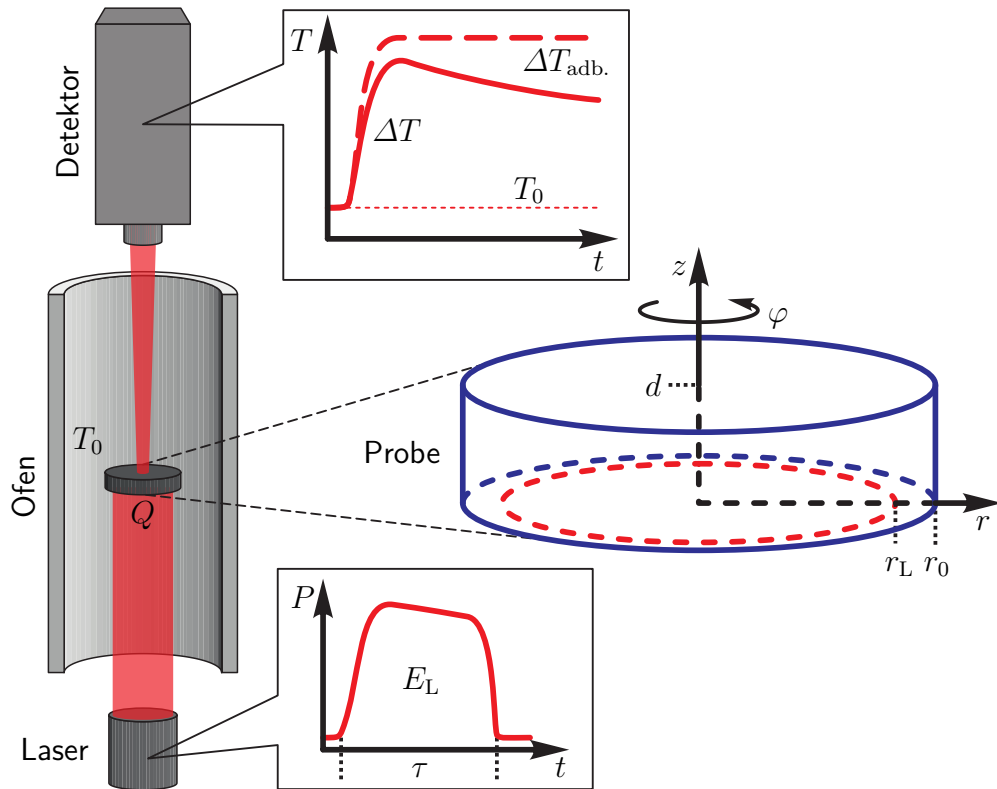


Abb. 2.5: Prinzip des Laser-Flash-Verfahrens Die Probe wird durch einen kurzen Strahlungsblitz („Flash“) über die Gleichgewichtstemperatur T_0 hinaus erwärmt. Aus dem zeitlichen Verlauf der resultierenden Temperaturänderung kann die Temperaturleitfähigkeit α berechnet werden. Die Probe wird neben den abgebildeten geometrischen Größen durch ihre thermophysikalischen Eigenschaften (siehe Text) charakterisiert.

Die *obere Abbildung* zeigt eine typische Messkurve der Temperatur auf der Probenrückseite $T(t) = T_0 + \Delta T(t)$ (—) und den theoretischen, adiabatischen Verlauf $\Delta T_{\text{adb.}}$ (- -). In der *unteren Abbildung* ist der Laserpuls mit der Energie E_L und der Dauer τ dargestellt.

$$\Delta T^{\text{Parker}}(d, t) = \frac{Q}{m c} \left(1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp \left[-\alpha \frac{n^2 \pi^2}{d^2} t \right] \right). \quad (2.65)$$

Auf Grund der oben beschriebenen Vereinfachungen haben die nach dieser einfachen Lösung analysierten Flash-Experimente jedoch nur eine begrenzte Genauigkeit. Für die dynamische Emissionsgradmessung ist besonders der maximale adiabatische Temperaturhub $\Delta T_{\text{adb.}} = \Delta T^{\text{Parker}}(d, t \rightarrow \infty)$ von Bedeutung

$$\Delta T_{\text{adb.}} = \frac{Q}{m c} . \quad (2.66)$$

Neben weiteren Effekten sind in der Praxis gerade bei hohen Temperaturen die Strahlungsverluste unvermeidlich und nicht zu vernachlässigen. Der idealisierte Grenzfall nach Gleichung (2.65) wird somit nicht erreicht. Folglich ist auch $\Delta T_{\text{adb.}}$ in der Praxis nicht so leicht zugänglich und kann nur durch eine Auswertung unter Berücksichtigung aller auftretenden Effekte ermittelt werden. Diese Auswertung beruht auf den Weiterentwicklungen zur Theorie des Flash-Verfahrens, die im folgenden Abschnitt beschrieben werden.

2.3.2 Weiterentwicklung des Flash-Verfahrens

Eine wesentliche Weiterentwicklung der Theorie des Flash-Verfahrens besteht in der Lösung der radialsymmetrischen, drei-dimensionalen Wärmeleitungsgleichung und der Berücksichtigung von Wärmeverlusten am Rand der Probe durch Cape und Lehman [116]. Die für eine effiziente Auswertung wichtigen Näherungen der dort auftretenden transzendenten Gleichungen wurden in Ref. [117, 118] weiter verbessert. Das Modell von Cape und Lehman wird mit den in Ref. [118] vorgestellten numerischen Verbesserungen in der Software aktueller kommerzieller Laser-Flash-Geräte eingesetzt und ist der aktuell am stärksten verbreitete Auswertalgorithmus [5]. Die Näherung für $Z_n(Y_z)$ ¹⁹ wird auch in dieser Arbeit verwendet (siehe Anhang A.2).

Bei der dynamischen Emissionsgradmessung muss der Laser die Probe leicht unterstrahlen (siehe Abschnitt 4.3), sodass keine vollständig homogene Erwärmung der Probe möglich ist. Die vollständig homogene Erwärmung ist jedoch eine der Randbedingungen des Cape-Lehman-Modells, sodass allgemeinere Lösungen der Wärmeleitungsgleichung verwendet werden müssen.

In der Arbeit von Watt [119] werden Lösungen der Wärmeleitungsgleichung aus dem Buch von Carslaw und Jaeger [115] diskutiert und auf die Bedingungen des Flash-Verfahrens angewendet. Dies schließt auch eine inhomogene, radialsymmetrische Probenerwärmung mit ein. Im Grenzfall einer homogenen Erwärmung geht die dort vorgestellte Lösung in das Cape-Lehman-Modell über [119: Gl. (33)]. In Ref. [120] wird eine theoretische Lösung für nicht-radialsymmetrische Energieprofile diskutiert, die jedoch weniger praxistauglich ist. Eine experimentelle Untersuchung des Einflusses einer inhomogenen Probenerwärmung auf die Messung der Temperaturleitfähigkeit findet man in Ref. [121, 122].

¹⁹ $Z_n(Y_z)$ entspricht $X_m(Y_x)$ in Ref. [118].

Im Folgenden werden die für diese Arbeit relevanten Ergebnisse aus der Arbeit von Watt [119: Gl. (1) ... (17)] zusammengefasst und an die Messbedingungen der dynamischen Emissionsgradmessung angepasst. Die zu lösende Differentialgleichung lautet unter der Annahme moderater Temperaturänderungen in Zylinderkoordinaten (vgl. Gleichung (2.63))

$$\frac{\partial}{\partial t} T(r, \varphi, z, t) = \alpha \left[\frac{\partial^2}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2}{\partial \varphi^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2} \right] T(r, \varphi, z, t) + \frac{w(r, \varphi, z, t)}{\rho c} . \quad (2.67)$$

Im Folgenden wird von einer radialsymmetrischen Temperaturverteilung ausgegangen, die sich aus einem stationären Anteil T_0 und einem dynamischen ΔT zusammensetzt

$$T(r, \varphi, z, t) \equiv T_0(r, z) + \Delta T(r, z, t) . \quad (2.68)$$

Da die Leistung des Strahlungspulses w_0 nur in einem sehr dünnen Bereich an der Vorderseite der Probe ($z = 0$) absorbiert wird, lässt sich die allgemeine Leistungsdichte w unter den Bedingungen des Flash-Verfahrens vereinfachen

$$\frac{w(r, \varphi, z, t)}{\rho c} \equiv \frac{w_0}{\rho c} q_r(r) \delta_z(0) q_t(t) , \quad (2.69)$$

$$\text{mit: } q_t(0 \leq t < \tau) \neq 0, \text{ sonst } q_t(t) = 0 . \quad (2.70)$$

Dabei sind q_r und q_t dimensionslose, normierte Funktionen, welche die jeweiligen Verteilungen des kurzen Heizpulses, mit der Dauer τ , unabhängig voneinander angeben und δ_z die Dirac'sche Delta-Distribution. Somit ist $T_0(r, z)$ die Lösung der Differentialgleichung vor dem Heizpuls ($t < 0$) und nachdem dessen Einfluss abgeklungen ist ($\tau \ll t$).

Nur die dynamische Lösung ΔT wird experimentell ausgewertet und hier weiter diskutiert. Mit dem Produktansatz $\Delta T(r, z, t) = \Delta T_r(r, t) \cdot \Delta T_z(z, t)$ ergeben sich die folgenden Randwertprobleme. Für den Anteil axial zur Probe im Bereich $0 \leq t$ und $0 \leq z \leq d$

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial t} \Delta T_z(z, t) &= \alpha \frac{\partial^2}{\partial z^2} \Delta T_z(z, t) + \frac{w_0}{\rho c} \delta_z(0) q_t(t) , \\ \frac{\partial}{\partial z} \Delta T_z(0, t) &= \frac{Y_z}{d} \Delta T(0, t) , \\ \frac{\partial}{\partial z} \Delta T_z(d, t) &= -\frac{Y_z}{d} \Delta T(d, t) , \\ \Delta T_z(z, 0) &= 0 . \end{aligned} \quad (2.71)$$

Analog ergibt sich für den radialen Anteil im Bereich $0 \leq t$ und $0 \leq r \leq r_0$

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial t} \Delta T_r(r, t) &= \alpha \left[\frac{\partial^2}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \right] \Delta T_r(r, t) + \frac{w_0}{\rho c} q_r(r) q_t(t) , \\ \frac{\partial}{\partial r} \Delta T_r(r_0, t) &= -\frac{Y_r}{r_0} \Delta T_r(r_0, t) , \\ \Delta T_r(r, 0) &= 0 . \end{aligned} \quad (2.72)$$

Dabei sind Y_z und Y_r die faziale bzw. radiale Biot-Zahl, die den Wärmeübergang am Rand der Probe charakterisieren. Ihre physikalische Bedeutung im Rahmen der dynamischen Emissionsgradmessung wird in Anhang A.1 erläutert. Sie können als allgemeine dimensionslose Verlustparameter verstanden werden, die den Wärmetransport sowohl durch Strahlung als auch durch Konvektion und Wärmeleitung zum Probenhalter beschreiben (siehe Anhang A.1 ab Seite 239). Ihre konkreten Werte ergeben sich somit als Überlagerung der verschiedenen Wärmetransportmechanismen und werden später durch eine Parameteranpassung an die Messwerte bestimmt.

Die Lösungen der beiden Randwertprobleme (2.71) und (2.72) werden in der Arbeit von Watt [119] diskutiert. Als kombinierte Lösung des axialen und radialen Anteils ergibt sich schließlich für die normierte Temperaturänderung (vgl. [119: Gl. (31), (33a)])²⁰

$$\frac{\Delta T(r, z, t)}{\Delta T_{\text{adb.}}} = \sum_{i,n=1}^{\infty} C_n(z) D_i(r) \int_0^t q_t(t') \exp[-\alpha (t - t') \omega_{in}] dt' . \quad (2.73)$$

Der Entwicklungskoeffizient für den axialen Anteil $C_n(z)$ kann gegenüber den Koeffizienten aus Ref. [119: Gl. (20a)] vereinfacht werden, da hier davon ausgegangen wird, dass sich die fazialen Biot-Zahlen für Vorder- und Rückseite nicht unterscheiden

$$C_n(z) = \frac{2Z_n \left(Z_n \cos \left(Z_n \frac{z}{d} \right) + Y_z \sin \left(Z_n \frac{z}{d} \right) \right)}{Z_n^2 + 2Y_z + Y_z^2} . \quad (2.74)$$

Der radiale Entwicklungskoeffizient $D_i(r)$ und der Faktor im Exponenten der Reihenentwicklung ω_{in} sind wie folgt definiert

$$D_i(r) = \frac{2 J_0 \left(R_i \frac{r}{r_0} \right)}{J_0(R_i)^2 + J_1(R_i)^2} \int_0^{r_0} \frac{r'}{r_0^2} q_r(r') J_0 \left(R_i \frac{r'}{r_0} \right) dr' , \quad (2.75)$$

²⁰ Nomenklatur angepasst.

$$\omega_{in} = \frac{R_i^2}{r_0^2} + \frac{Z_n^2}{d^2} . \quad (2.76)$$

Dabei sind die Funktionen J_0 und J_1 die ganzzahlige Bessel-Funktionen erster Gattung. Die Funktionen $R_i(Y_r)$ und $Z_n(Y_z)$ hängen von den Biot-Zahlen ab und sind die positive Lösungen ($i, n = 1, 2, \dots$) der transzendenten Gleichungen

$$(Z_n^2 - Y_z^2) \tan(Z_n) = 2 Z_n Y_z , \quad (2.77)$$

$$R_i J_1(R_i) = Y_r J_0(R_i) . \quad (2.78)$$

Mit den Gleichungen (2.73) bis (2.78) ist die dynamische Komponente der Temperaturverteilung $\Delta T(r, z, t)$ vollständig beschrieben. Für die praktische Anwendung bei der dynamischen Emissionsgradmessung müssen die auftretenden Integrale und transzendenten Gleichungen gelöst und die Parameter der Randbedingungen (z. B. $q_t(t)$ und $q_r(r)$) bestimmt werden. In Abschnitt 5.1 (ab Seite 103) und in Anhang A.2 und A.3 wird die dazu erarbeitete Lösung erläutert.

2.4 Grundlagen der Laserenergiemessung

In diesem Abschnitt werden die Grundlagen der in dieser Arbeit verwendeten Messgeräte und ihrer Kalibrierung kurz erläutert. Zur Messung von Laserstrahlung mit hoher Leistung oder hochenergetischen Pulsen werden üblicherweise thermische Empfänger verwendet, da diese eine hohe Zerstörschwelle besitzen.

In einem thermischen Empfänger führt die absorbierte elektromagnetische Strahlung zur jouleschen Erwärmung des Absorbers, die anschließend in ein elektrisches Messsignal umgewandelt wird. Zur Erfassung der Temperaturänderung können verschiedene Effekte ausgenutzt werden. Bei Bolometern wird der temperaturabhängige Widerstand gemessen. Bei pyroelektrischen Empfängern führt die Temperaturänderung zur Änderung der Oberflächenladung eines permanent polarisierten Materials, dies kann über die Ladung eines Kondensators erfasst werden. Pyroelektrische Detektoren sind besonders für die Messung gepulster Laserstrahlung verbreitet [123]. Die in dieser Arbeit verwendeten Thermosäulen nutzen den Seebeck-Effekt aus und verstärken das Signal, indem zahlreiche Thermoelemente elektrisch in Reihe und thermisch parallel verschaltet werden (siehe Abbildung 2.6a). In einem Thermoelement führt die temperaturbedingte Verschiebung der Fermi-Energie zu einer Thermospannung zwischen zwei verbundenen unterschiedlichen Leitern, zwischen deren Enden eine Temperaturdifferenz herrscht.

Durch ihr Messprinzip besitzen Thermosäulen mehrere für die Emissionsgradmessung positive Eigenschaften. Es werden nur Temperaturdifferenzen zwischen dem durch den Laser erwärmten Absorber und der durch Kühlrippen auf Raumtemperatur gekühlten äußeren Wärmesenke gemessen (siehe Abbildung 2.6). Deshalb sind Thermosäulen unempfindlich gegenüber moderaten Schwankungen der Raumtemperatur [123]. Außerdem können die Absorber aus Metallen mit hoher Wärmeleitfähigkeit und einer geeigneten Beschichtung hergestellt werden, sodass auch sehr hohe Laserleistungen den Absorber nicht beschädigen. Thermosäulen verfügen über eine vergleichsweise hohe Langzeitstabilität, weshalb sie auch in einem internationalen Ringvergleich zur Messung der Strahlungsleistung von Hochleistungslasern verwendet wurden [124]. Allerdings führt dieser Aufbau auch zu einer hohen Zeitkonstante bei der Messung von Einzelpulsen im Bereich von mehreren Sekunden, die bei der neuartigen Methode der Emissionsgradmessung beachtet werden muss (siehe Abschnitt 4.1.1).

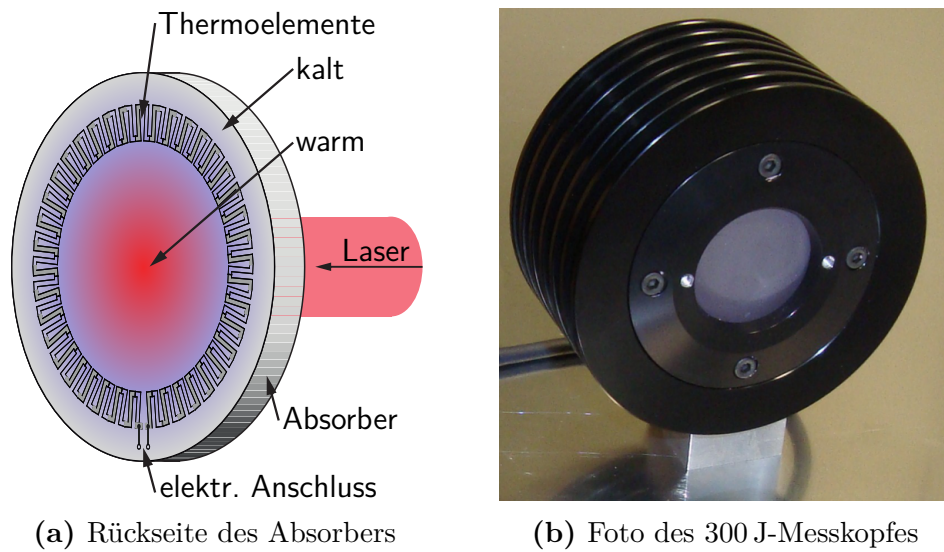


Abb. 2.6: Funktionsprinzip einer Thermosäule (a) Die mittig absorbierte Laserstrahlung führt zur jouleschen Erwärmung des Absorbers und zu einem Temperaturgradienten gegenüber dem Rand. Dies wird über die elektrisch in Reihe und thermisch parallel verschalteten Thermolemente gemessen. (b) Im Foto sind der spektral graue Absorber und die Kühlrippen, die als Wärmesenke dienen, zu erkennen.

Für die Kalibrierung der in dieser Arbeit verwendeten Messgeräte werden bei der der Arbeitsgruppe für Laserradiometrie der PTB sogenannte Strahlungskalorimeter verwendet [124–126]. Dabei handelt es sich ebenfalls um thermische Empfänger, die im Gegensatz zu den kommerziellen Sensoren [127] einen Absorptionsgrad von über 99 % besitzen. Dies wird entweder durch die Geometrie der absorbierenden Oberfläche in Kegelkalorimetern [126] oder durch einen Volumenabsorber bei Glasscheibenkalorimetern [125] erreicht. Die Kalorimeter können außerdem elektrisch beheizt werden, sodass die aus einer bekannten elektrischen Heizleistung resultierende Temperaturerhöhung zur Charakterisierung der Linearität bzw. die elektrische Empfindlichkeit dieser Normale genutzt werden kann [126, 128]. Durch eine zusätzliche Messung des spektralen Absorptionsgrades muss nur noch ein konstanter Korrekturfaktor bestimmt werden, der unabhängig von Leistung, Temperatur und Wellenlänge ist [126]. Dies geschieht über einen sogenannten Silizium-Trap-Detektor, der an einem Kryoradiometer, dem Primärnormal der PTB für Strahlungsleistung [129, 130], kalibriert wurde.

2.5 Grundlagen der Unsicherheitsabschätzung

Für die in dieser Arbeit entwickelte Methode zur Emissionsgradmessung ist die Unsicherheitsabschätzung nicht trivial, da in die Messergebnisse zum Beispiel die Parameter einer Kurvenanpassung und die numerische Lösung eines transzendenten Gleichungssystems einfließen und die Unsicherheitsbeiträge somit numerisch bestimmt werden müssen. Deshalb werden im folgenden Abschnitt 2.5.1 neben der Nomenklatur die notwendigen Verfahren zur Unsicherheitsabschätzung erläutert. Im Abschnitt 2.5.2 werden die klassische Methode zur Unsicherheitsfortpflanzung und auch eine Methode für die hier vorliegenden nicht trivialen Fälle vorgestellt.

Die Grundlagen der im Folgenden erläuterten Methoden zur Unsicherheitsabschätzung bilden der „Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement“ (GUM) [131] und seine Ergänzungen [132–134]. Der GUM ist ein international anerkannter Leitfaden zur Analyse und Berechnung von Messunsicherheiten. Er wird vom „Joint Committee for Guides in Metrology“ (JCGT),²¹ einem Zusammenschluss internationaler Metrologievereinigungen, erstellt und wurde in internationale ISO-Normen²² übernommen. Die in dieser Arbeit verwendete Nomenklatur ist in Tabelle 2.1 zusammengefasst.

2.5.1 Grundidee und Unsicherheit einer Größe

In den GUM-Dokumenten [131–134] wird von der, auf dem Bayes’schen Wahrscheinlichkeitsbegriff basierenden, Annahme ausgegangen, dass der „wahre Wert“ einer physikalischen Größe X prinzipiell nicht bekannt ist, sondern nur ein Schätzer x mit einer zugeordneten Unsicherheit $u'(x)$, sodass mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit gilt

$$X \in [x - u'(x), x + u'(x)] . \quad (2.79)$$

Wiederholungsmessungen Für Wiederholungsmessungen, die nur rein statistischen, unkorrelierten Schwankungen unterliegen, kann meist von einer Normalverteilung der Messwerte mit der Standardabweichung σ ausgegangen

²¹ Informationen zum JCGT: <http://www.bipm.org/en/committees/jc/jcgm/>
²² [ISO/IEC Guide 98-3], [ISO/IEC Guide 98-3-1] und [ISO/IEC Guide 98-1]

werden. Die Wahrscheinlichkeit P , einen Messwert x_j im Intervall $[a, b]$ zu erhalten, beträgt somit

$$P(x_j \in [a, b]) = \int_a^b \frac{1}{\sqrt{2\pi\sigma^2}} \exp\left(-\frac{(\tilde{x} - X)^2}{2\sigma^2}\right) d\tilde{x} . \quad (2.80)$$

Der Erwartungswert von X ist daher gleich dem Mittelwert aus n Messungen

$$E(X) = \bar{x}_j = \frac{1}{n} \sum x_j \quad (2.81)$$

und die zugeordnete Unsicherheit $u'(X)$ ist gleich der Standardabweichung des Mittelwertes $s(\bar{x}_j)$

$$u'(X) = u'(\bar{x}_j) = s(\bar{x}_j) = \frac{s(x_j)}{\sqrt{n}} , \quad (2.82)$$

mit $s(x_j) = E(\sigma) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum (x_j - \bar{x}_j)^2}$.

Dabei ist die empirische Standardabweichung $s(x_j)$ gleich dem Erwartungswert der Standardabweichung $E(\sigma)$ und errechnet sich aus der korrigierten Stichprobenvarianz $s^2(x_j)$.²³ Im Folgenden wird zur sprachlichen Vereinfachung nicht weiter zwischen den Parametern der Verteilungsfunktion (X, σ) , deren Erwartungswerten $(E(X), E(\sigma))$ und deren Realisierung $(\bar{x}_j, s(x_j))$ unterschieden.

Angaben aus anderen Quellen Bei Angaben von Messwerten oder Korrekturen aus anderen Quellen, wie zum Beispiel vorherigen Messungen oder Literaturangaben, werden die zugrundeliegende Wahrscheinlichkeitsverteilung und deren Parameter abgeschätzt. Darin kommt der Bayes'sche Wahrscheinlichkeitsbegriff zum Ausdruck, der von einem Grad des Vertrauens [131: S.7] ausgeht und nicht vom Grenzwert relativer Häufigkeiten, wie in der klassischen Häufigkeitsstatistik. Die Unsicherheit $u'(X_i)$ ist die Standardabweichung der nach den vorliegenden Informationen zugeordneten Wahrscheinlichkeitsverteilung.

Die in der Praxis relevanten Verteilungen sind in Ref. [133: Kap.6.4] zusammengefasst. Zum Beispiel kann für das Ergebnis einer vorherigen Messung mit dem Ergebnis $x \pm u'(x)$ von einer *Normalverteilung* mit der Standardabweichung $\sigma = u'(x)$ und dem Erwartungswert x ausgegangen

²³ Der Faktor $\frac{1}{n-1}$ resultiert aus der Verwendung des Stichprobenmittelwertes \bar{x}_j anstelle des unbekanntem Mittelwertes der Grundgesamtheit X .

werden. Bei einer Eichung oder der Anzeigegenauigkeit eines digitalen Messgerätes ergibt sich eine *Gleichverteilung* der Wahrscheinlichkeit auf dem Intervall $[x - \Delta a; x + \Delta a]$ mit der Unsicherheit

$$u'(x) = \frac{\Delta a}{\sqrt{3}} \quad (2.83)$$

und dem Erwartungswert x . Für eine Digitalanzeige ergibt sich somit entsprechend ihrer Auflösung eine Unsicherheit der Ablesung von $u'(x) = \frac{0,5}{\sqrt{3}} \approx 0,3$ bezogen auf die letzte Ziffer der Digitalanzeige, z. B. $123,4 \pm 0,03$.

2.5.2 Unsicherheitsfortpflanzung

Grundlage der Unsicherheitsfortpflanzung ist ein mathematisches Modell für die Messung der physikalische Größen Y und deren Eingangsgrößen X_i

$$Y = f(X_1, \dots, X_N) . \quad (2.84)$$

Dabei ist unter dem mathematischen Modell nicht zwingend eine explizite Funktion zu verstehen, sondern auch eine implizite Funktion²⁴ möglich. Der Wert des Ergebnisses y ergibt sich aus den Werten der Eingangsgrößen x_i , wie zu erwarten, aus $y = f(x_1, \dots, x_N)$. Für die Berechnung der Gesamtunsicherheit $u_{\text{ges.}}(y)$ aus den Unsicherheiten der Eingangsgrößen $u_y(x_i)$ gibt es verschiedene Methoden, die im Folgenden kurz beschrieben werden.

Klassische Unsicherheitsfortpflanzung Im GUM [131] und seiner Erläuterung [132] wird die klassische Fortpflanzung der Unsicherheiten für ein mathematisches Modell beschrieben, das sich durch eine explizite, mehrfach stetig differenzierbare Funktion f ausdrücken lässt. Es wird davon ausgegangen, dass die Unsicherheit einer Eingangsgröße klein gegenüber ihrem Wert ist, sodass der Einfluss auf den Funktionswert also auch nur in einer kleinen Umgebung untersucht werden muss. Daher kann die Funktion durch ihre Linearisierung bzw. die Taylor-Reihe 1-ter Ordnung angenähert werden. Daraus folgt für den Unsicherheitsbeitrag von x_i zu y

$$u_y(x_i) = \frac{\partial}{\partial x_i} f(x_1, \dots, x_n) \cdot u'(x_i) . \quad (2.85)$$

²⁴ Diese implizite Funktion ist allgemein durch die eindeutige Lösung eines Gleichungssystems m -ter Ordnung $F_m(Y, X_1, \dots, X_N) = 0$ definiert.

Tab. 2.1: Zusammenfassung der Nomenklatur von Unsicherheitsangaben Es sei Y eine physikalische Größe, die von den Eingangsgrößen $X_i = x_i \pm u'(x_i)$ abhängt: $Y = f(X_1, \dots, X_N)$. Dabei hat die Größe X_i mit einer Unsicherheit von $u'(x_i)$ den Wert x_i . Analog sind die folgenden Unsicherheitsangaben zu verstehen.

Symbol	Beschreibung	Einheit
$u'(x_i)$	Unsicherheit der Eingangsgröße x_i	$[x_i]$
$u'_{\text{rel.}}(x_i)$	relative Unsicherheit der Eingangsgröße x_i	—
$u_y(x_i)$	Unsicherheitsbeitrag von x_i zu y	$[y]$
$u_{y,\text{rel.}}(x_i)$	relativer Unsicherheitsbeitrag von x_i zu y	—
$u_{\text{ges.}}(y)$	Gesamtunsicherheit von y	$[y]$
$u_{\text{rel.}}(y)$	relative Gesamtunsicherheit von y	—
$U_{\text{ges.}}(y)$	erweiterte Gesamtunsicherheit* von y	$[y]$

* Der Erweiterungsfaktor ist $k = 2$, wenn es nicht anders angegeben ist.

Sind die betrachteten Wahrscheinlichkeitsverteilungen für die Eingangsgrößen X_i unkorreliert, ist die Varianz σ^2 der Verteilung von Y die Summe der Varianzen der einzelnen Beiträge X_i . Daraus folgt für die Unsicherheiten $u'(x_i) = \sqrt{\sigma^2(x_i)}$, dass sich die Gesamtunsicherheit oder kombinierte Unsicherheit $u_{\text{ges.}}(y)$ wie folgt ergibt

$$u_{\text{ges.}}(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N u_y^2(x_i)} = \sqrt{\sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial}{\partial x_i} f(x_1, \dots, x_n) \cdot u'(x_i) \right)^2}. \quad (2.86)$$

Aus der Addition der Quadrate der Unsicherheitsbeiträge folgt, dass einzelne große Unsicherheitsbeiträge die Gesamtunsicherheit dominieren können, während die anderen Beiträge kaum ins Gewicht fallen (siehe z. B. Abbildung 5.6 auf Seite 130). Zur Analyse des Einflusses der einzelnen Unsicherheitsbeiträge $u_y(x_i)$ kann der Quotient $(u_y(x_i)/u_{\text{ges.}}(y))^2$ herangezogen werden (siehe Abschnitt 8.3).

Unsicherheitsfortpflanzung bei nicht-differenzierbaren Modellen Für nicht-differenzierbare oder implizite mathematische Modelle können die Unsicherheitsbeiträge der einzelnen x_i nicht einfach nach Gleichung (2.85) berechnet werden. Eine Möglichkeit der Berechnung ist die Nutzung von Monte-Carlo-Verfahren [133]. Bei diesen wird das mathematische Modell wiederholt für zufällige Eingangswerte ausgewertet, deren Verteilung ihrer jeweiligen Unsicherheit entspricht. Aus der Verteilung der numerischen

Ergebnisse können der Mittelwert, die Standardabweichung und Überdeckungsintervalle (siehe unten) von Y berechnet werden. Für eine hinreichende numerische Genauigkeit sind dabei oft mehrere 100 000 Auswertungen des mathematischen Modells notwendig [135].

Da einige der Berechnungen im Rahmen dieser Arbeit sehr zeitaufwendig sind,²⁵ musste hier ein anderer Weg gewählt werden. Im GUM wird die numerische Berechnung der Unsicherheitsbeiträge über eine Variation der Funktionswerte vorgeschlagen [131: Kap. 5.1.3]

$$u_y(x_i) = \frac{1}{2} |f(x_1 \dots x_i + u(x_i) \dots x_N) - f(x_1 \dots x_i - u(x_i) \dots x_N)| . \quad (2.87)$$

Dies ist das numerische Äquivalent zur experimentellen Ermittlung der Unsicherheitsbeiträge durch die getrennte Variation der experimentellen Parameter nach Ref. [131: Kap. 5.1.4]. Für die Berechnung der Gesamtunsicherheit gilt Gleichung (2.86) unverändert

$$u_{\text{ges.}}(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N u_y^2(x_i)} . \quad (2.88)$$

Diese Methode liefert zu einem Monte-Carlo-Verfahren vergleichbare Ergebnisse, wenn der (implizite) funktionale Zusammenhang f mit ausreichender Genauigkeit linearisierbar ist, jedoch mit einem erheblich geringeren Zeitaufwand. Die Forderung der Linearisierbarkeit musste auch schon bei der klassischen Berechnung der Unsicherheitsbeiträge nach Gleichung (2.85) gestellt werden, da nur die erste Ableitung der Funktion berücksichtigt wird. Wie sich bereits bei der klassischen Unsicherheitsberechnung zeigt, ist diese Forderung in der Praxis meist erfüllt (siehe auch Abschnitt 9.1).

Zusammenfassung mehrerer Ergebnisse Teilweise ist es bei Wiederholungsmessungen nicht sinnvoll, gleich die Eingangsgrößen zu mitteln, sondern zunächst einen Satz von Ergebnisgrößen zu berechnen und diesen anschließend auszuwerten. Dies ist der Fall, wenn sich externe Parameter ändern und zu Änderungen der Eingangsgrößen führen, sich jedoch nicht auf die Endergebnisse auswirken. Hierbei würde eine sofortige Mittelung über die veränderlichen Eingangsgrößen zu einer unnötig großen Unsicherheit des Endergebnisses führen.

²⁵ Die Berechnung der in Abbildung 6.6(b) auf Seite 171 dargestellten Funktion zur Korrektur der Ofenstrahlung dauert aktuell ca. 1 Stunde, sodass für Monte-Carlo-Berechnungen, auch mit einer Optimierung, ca. 10 000 Stunden notwendig wären.

Liegt ein Satz von m Ergebnisgrößen y_k mit ihren Unsicherheiten $u_{\text{ges.}}(y_k)$ vor, so können diese nach dem Prinzip von Ringvergleichen ausgewertet werden. In diesen wird der „key comparison reference value“ aus dem gewichteten Mittel der Ergebnisse der einzelnen Teilnehmer ermittelt [136]. Analog gilt für das zusammengefasste Endergebnis y^*

$$y^* = \frac{\frac{y_1}{u_{\text{ges.}}^2(y_1)} + \dots + \frac{y_m}{u_{\text{ges.}}^2(y_m)}}{1/u_{\text{ges.}}^2(y_1) + \dots + 1/u_{\text{ges.}}^2(y_m)} . \quad (2.89)$$

Die Berechnung der Unsicherheit von y^* kann allerdings nicht nach Ref. [136] durchgeführt werden. Im Gegensatz zu einem Ringvergleich sind die einzelnen Ergebnisgrößen nicht unabhängig voneinander, da sich zum Beispiel Korrekturen auf alle Werte gleich auswirken. Deshalb kann die Unsicherheit des Gesamtergebnisses auch nicht wesentlich kleiner als die der einzelnen Ergebniswerte sein.

Für die Berechnung der Unsicherheit des Gesamtergebnisses $u_{\text{ges.}}(y^*)$ wird in dieser Arbeit die Methode der Varianzzerlegung [137: S. 44] aus der klassischen Häufigkeitsstatistik auf den Bayes'sche Wahrscheinlichkeitsbegriff übertragen. Die Varianzzerlegung erlaubt die Berechnung der Gesamtvarianz $\sigma_{\text{ges.}}^2$ von klassierten Zufallsdaten aus den Varianzen der einzelnen Klassen σ_k^2 und den Klassenmittelwerten \bar{x}_k . Kann man von gleich mächtigen Klassen ausgehen, was einer gleichen Anzahl von Freiheitsgraden der Ergebniswerte entspricht, vereinfacht sich die Varianzzerlegung [137: S. 44] zu

$$\sigma_{\text{ges.}}^2 = \underbrace{\frac{1}{m} \sum_{k=1}^m \sigma_k^2}_{\sigma_{\text{intern}}^2} + \underbrace{\frac{1}{m} \sum_{k=1}^m (\bar{x}_k - \bar{\bar{x}})^2}_{\sigma_{\text{extern}}^2} . \quad (2.90)$$

Die interne Varianz σ_{intern}^2 ist die mittlere Varianz innerhalb der Klassen und die externe Varianz σ_{extern}^2 die Varianz zwischen den Klassenmittelwerten. Übertragen auf die Berechnung der Unsicherheit des Gesamtergebnisses aus den m Ergebnisgrößen y_k , ergibt sich mit der empirischen Standardabweichung σ aus Gleichung (2.82)

$$u_{\text{ges.}}(y^*) = \sqrt{\frac{1}{m} \sum_{k=1}^m u_{\text{ges.}}^2(y_k) + \sigma^2(y_k)} . \quad (2.91)$$

Bei der im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Methode zur Emissionsgradmessung werden üblicherweise mehrere Messung bei einer Temperatur

mit unterschiedlichen Energien des Laserpulses durchgeführt. Das Gesamtergebnis für diese Temperatur wird aus den Ergebnissen der Einzelmessungen nach dem eben beschriebenen Schema berechnet (siehe Abschnitt 7.3).

Überdeckungsintervall und erweiterte Unsicherheit Für die praktische Interpretation eines Ergebnisses y mit seiner zugeordneten Unsicherheit $u_{\text{ges.}}(y)$ wird in der Regel eine erweiterte Unsicherheit $U_{\text{ges.}}(y)$ mit

$$U_{\text{ges.}}(y) = k \cdot u_{\text{ges.}}(y) \quad (2.92)$$

angegeben. Der Erweiterungsfaktor k wird dabei so gewählt, dass sich der „wahre Wert“ der Größe mit einer angegebenen Überdeckungswahrscheinlichkeit im Intervall $[y - U_{\text{ges.}}(y); y + U_{\text{ges.}}(y)]$ befindet.

Bei dem Endergebnis einer Messung kann aufgrund der Zentralen Grenzwertsätze meist davon ausgegangen werden, dass die Wahrscheinlichkeitsverteilung annähernd eine Normalverteilung ist [131: S. 71]. Genauer folgt eine exakte Normalverteilung über den Grenzwertsatz von Lindenbergs und Lévy [137: S. 426], falls die Eingangsgrößen unabhängig und identisch verteilt sind. Für eine Normalverteilung ergibt sich, dass ca. 68,3% der Realisierungen im Intervall $y \pm u_{\text{ges.}}(y)$ und ca. 95,4% im Intervall mit dem Erweiterungsfaktor $k = 2$ liegen.

Dominiert die Unsicherheit einer Eingangsgröße mit nicht-normaler Wahrscheinlichkeitsverteilung, ergeben sich andere Zusammenhänge zwischen dem Erweiterungsfaktor und der Überdeckungswahrscheinlichkeit. Wird zum Beispiel nur eine geringe Anzahl N von Wiederholungsmessungen durchgeführt, ergibt sich eine Student- t -Verteilung [137: S. 326], die in Abhängigkeit der Freiheitsgrade $(N - 1)$ zu einem größeren Erweiterungsfaktor k führt. Für unendlich viele Freiheitsgrade sind Student- t - und Normalverteilung identisch, ab $N = 30$ sind die Unterschiede zwischen den k -Faktoren mit unter 5% vernachlässigbar.

Innerhalb dieser Arbeit wird in der Regel die Standardunsicherheit ohne Erweiterungsfaktor angegeben. Für die erweiterte Unsicherheit wird stets der Erweiterungsfaktor $k = 2$ verwendet und von einer Normalverteilung mit einer Überdeckungswahrscheinlichkeit von ca. 95% ausgegangen, wenn es nicht explizit anders angegeben ist. Für die Angabe von Naturkonstanten nach dem „Committee on Data for Science and Technology (CODATA)“ [33] wird ebenfalls die Standardunsicherheit ohne Erweiterungsfaktor verwendet. So hat zum Beispiel die zweite Planck'sche Strahlungskonstante aus Abschnitt 2.1.2 mit $c_2 = 0,014\,387\,770(13) \text{ m}\cdot\text{K}$ [33] eine Unsicherheit von

$u'(c_2) = 13 \text{ nm}\cdot\text{K}$. Die Unsicherheit wird dabei üblicherweise auf 2 signifikante Stellen aufgerundet [131: S. 26].

3 Grundidee und Zielsetzung

Der spektrale gerichtete Emissionsgrad ist für die Strahlungsthermometrie und für die numerische Simulation und das Design von industriellen Hochtemperaturanwendungen eine wichtige thermophysikalische Größe. Für die berührungslose Temperaturmessung, die in Forschung und Industrie weit verbreitet ist, muss der Emissionsgrad realer Objekte bekannt sein, um deren Temperatur zu bestimmen (siehe Abschnitte 2.1 und 2.2). Unter anderem für industrielle Anwendungen in Kraftwerken, Turbinen oder der Luft- und Raumfahrttechnik ist der Emissionsgrad im Hochtemperaturbereich oberhalb von 1000°C von großer Bedeutung (siehe Kapitel 1). Trotz vielfältiger experimenteller Ansätze gibt es derzeit keine etablierte Methode, um den Emissionsgrad in diesem Temperaturbereich und für unterschiedlichste Materialien zu messen (siehe Abschnitt 2.2.2).

Für die Messung der Temperaturleitfähigkeit ist das Flash-Verfahren eine weit verbreitete Methode, die über einen großen Temperaturbereich und für viele Materialien angewandt wird [4, 5]. Schon in der ersten Arbeit zum Flash-Verfahren erkannten Parker et al. [6], dass man für die Messung der Wärmekapazität mit diesem Verfahren den Absorptions- bzw. Emissionsgrad der Proben kennen müsste. Aus der Umkehrung dieser Erkenntnis entstand die Idee der *dynamischen Emissionsgradmessung*, deren Realisierung die Hauptaufgabe dieser Dissertation ist.

Grundidee Das Prinzip des Laser-Flash-Verfahrens ist in Abbildung 2.5 auf Seite 50 schematisch dargestellt. Im Wesentlichen wird eine Probe, die durch einen Ofen auf die Ausgangstemperatur T_0 gebracht wird, durch einen Laserpuls mit der Wellenlänge λ_0 kurzzeitig, um wenige Kelvin erwärmt. Bei der etablierten Messung der Temperaturleitfähigkeit (siehe Abschnitt 2.3) wird der relative Verlauf der Temperaturänderung auf der Probenrückseite $\Delta T(t)$ ausgewertet [4–6]. Dieses Messprinzip muss für die dynamische Emissionsgradmessung um die Absolutmessung der auf die Probe treffenden *Energie des Laserpulses* E_L und die absolute Bestimmung des *Tempera-*

turhubes im adiabatischen Grenzfall $\Delta T_{\text{adb.}}$ erweitert werden, um nach der vereinfachten Formel

$$m \cdot c_p(T_0) = \frac{Q}{\Delta T_{\text{adb.}}} = \frac{\varepsilon_{\lambda}^{\text{I}}(\lambda_0, T_0) \cdot E_{\text{L}}}{\Delta T_{\text{adb.}}}, \quad (3.1)$$

$$\Delta T_{\text{adb.}} = f(\Delta T(t), T_0, \varepsilon_{\lambda}^{\text{I}}, \dots)$$

den gerichteten spektralen Emissionsgrad $\varepsilon_{\lambda}^{\text{I}}$ zu bestimmen. Dabei ist Q die zugeführte Wärmeenergie, m die Masse der Probe und c_p ihre spezifische Wärmekapazität. Da die radiometrische Messung der Temperaturänderung auch vom Emissionsgrad abhängt, stellt diese neue Methode eine Kombination aus kalorimetrischer und radiometrischer Emissionsgradmessung dar (siehe Abschnitte 2.2.2 und 6.1.2).

Zielsetzung Das Hauptziel dieser Arbeit ist die theoretische und praktische Realisierung der eben umrissenen Grundidee der dynamischen Emissionsgradmessung. Zur Bewältigung der herausfordernden Aufgabe, eine neue Messmethode bis zur Anwendung zu entwickeln, müssen einige komplexe wissenschaftliche und technologische Probleme gelöst werden [138–140]. Zunächst müssen die theoretischen Grundlagen zu den folgenden Fragestellungen erarbeitet und weiterentwickelt werden:¹

- Lösung des inversen Problems, dass die Messung der Temperaturänderung selbst auch wieder vom Emissionsgrad abhängt (6.1.1, S. 152),
- Anpassung der Theorie des Laser-Flash-Verfahrens, sodass die Berechnung des adiabatischen Temperaturhubes aus dem zeitlichen Verlauf der Temperaturänderung möglich ist, obwohl die Probe unterstrahlt wird (5.1, S. 103),
- Berücksichtigung der an der Probe reflektierte Temperaturstrahlung der Ofenwände (6.1, S. 151).

Es soll ein Messplatz auf der Basis einer kommerziellen Laser-Flash-Apparatur aufgebaut werden, sodass die Absolutmessung der Laserenergie und der Temperaturänderung möglich sind (7, S. 179). Dazu müssen einige technische Probleme gelöst werden und die Komponenten dieses Messplatzes vollständig charakterisiert und kalibriert werden. Im Einzelnen sind das:

¹ Die Kapitel, in denen diese Fragestellungen bearbeitet werden, und ihr Beginn sind jeweils in Klammern mit angegeben.

-
- Konzeption, Aufbau und Charakterisierung eines Strahlteilersystems zur präzisen in situ Messung der Laserenergie an der Probenposition (4.3, S. 80),
 - Untersuchung der räumlichen und zeitlichen Energiedichteverteilung der Laserstrahlung (4.4, S. 85), zur Berücksichtigung dieser Einflüsse bei der Berechnung des adiabatischen Temperaturhubes (5.3, S. 137),
 - Konzeption, vollständige Charakterisierung und Kalibrierung eines dedizierten Strahlungsthermometers (5.2, S. 111), das die Absolutmessung der Temperaturänderung auf höchstem metrologischen Niveau mit der 200-fachen Messrate vergleichbarer Geräte ermöglicht,
 - Untersuchung der Temperaturverteilung im Inneren des Ofens, zur Korrektur dieses Einflusses (6.2, S. 164).

Unter Berücksichtigung all dieser Effekte und Korrekturen sollen abschließend erste Messungen mit Unsicherheitsbudget zur Validierung des neuen Verfahrens durchgeführt werden. Dabei sollen vor allem drei Aspekte untersucht werden:

- Vergleich der Messdaten von im Hochtemperaturbereich relevanten Materialien mit anderen Messungen (8.1, S. 195) und (8.2, S. 204),
- Überprüfung der Konsistenz der drei möglichen Messprinzipien (kalorimetrische, radiometrische und kombinierte Emissionsgradmessung) (8.2, S. 204),
- Analyse der Unsicherheitsbeiträge (8.3, S. 212) und Schlussfolgerungen für die Zukunft dieser neuen Messmethode (9, S. 223).

4 Energie und Eigenschaften der Laserstrahlung

In diesem Kapitel wird die in situ Messung der Laserenergie und die Charakterisierung der Laserstrahlung beschrieben. In Abschnitt 4.1 werden die Laserenergiemessgeräte und ihre Kalibrierung vorgestellt. Zunächst wurde der Laser der kommerziellen Laser-Flash-Anlage untersucht (siehe Abschnitt 4.2), basierend auf diesen Untersuchungen konnte ein Strahlteilersystem zur in situ Messung der Laserenergie an der Probenposition aufgebaut werden (siehe Abschnitt 4.3). In Abschnitt 4.4 wird zunächst die Charakterisierung dieses Strahlteilersystems und die daraus resultierende Messung der Laserenergie bei der Emissionsgradmessung diskutiert. Anschließend werden die räumliche und zeitliche Verteilung der Laserenergie an der Probenposition untersucht, die für die Analyse der Temperaturänderung in Kapitel 5 benötigt werden. Abschließend werden in Abschnitt 4.5 die geringfügigen Änderungen beschrieben, die aus der Verwendung eines Probenhalters aus Aluminiumoxid, anstelle des üblichen Graphit-Halters, resultieren.

4.1 Laserenergiemessgeräte

4.1.1 Messanlagen zur Untersuchung der Laserstrahlung

Für die dynamische Emissionsgradmessung bzw. die Laser-Flash-Experimente muss eine ausreichend hohe Laserenergie zur Verfügung stehen, damit der resultierende Temperaturhub gut messbar ist. Dies macht die Verwendung eines Nd:YAG-Lasers der Klasse 4, der normalerweise zum Schweißen verwendet wird, erforderlich. Dieser kann einzelne Laserpulse mit Energien von knapp 18 J erzeugen (siehe Abschnitt 4.2). Daraus resultieren hohe Anforderungen an die Zerstörschwelle der verwendeten Energiemessgeräte und den Laserschutz [141, 142].

Tab. 4.1: Eigenschaften der Lasermessköpfe (siehe [127])

Bezeichnung in dieser Arbeit	30 J-Messkopf	300 J-Messkopf
Herstellerbezeichnung*	12A-V1	L30(150)A-LP1
Aperturdurchmesser / mm	16	29
Spektraler Messbereich / μm	0,19 ... 20	0,25 ... 2,2
Energiemessbereich / J	0,001 ... 30	0,08 ... 300
Energiedichte für 0,5 ms / J cm^{-2}	< 5	< 20
Ansprechzeit (0 ... 95 %) / s	2,5	1,5

* Hersteller der Messköpfe und Anzeigeräte zur Messung der Laserenergie ist Ophir Optronics Solutions Ltd. (www.ophiropt.com).

Beschreibung der Messgeräte Zur Messung der Laserenergie werden zwei unterschiedliche, kommerzielle Messköpfe eingesetzt, deren wichtigste Eigenschaften in Tabelle 4.1 zusammengefasst sind (Foto siehe Abbildung 2.6b). Es handelt sich um Thermosäulen (siehe Abschnitt 2.4), deren Absorber den auftretenden Energiedichten des eingesetzten Lasers standhalten können. Die angeschlossenen Anzeigeräte¹ werden im Einzelpuls-Modus zur Energiemessung betrieben. Die Messdaten können entweder direkt am Messgerät abgelesen oder am PC ausgelesen werden.

Die für Thermosäulen typischen großen Zeitkonstanten müssen bei der Messung berücksichtigt werden. Bei der Energiemessung einzelner Laserpulse liegen diese über den in Tabelle 4.1 angegebenen Herstellerinformationen. Dazu wurde in einem Vorversuch an einem Strahlteiler das Verhältnis zwischen dem reflektierten und transmittierten Anteil in Abhängigkeit des Pulsabstandes untersucht. Dabei hat sich ergeben, dass das Strahlteilverhältnis für Pulsabstände über 12 s innerhalb von $\pm 5 \cdot 10^{-4}$ unverändert bleibt. Diese Übereinstimmung entspricht auch der kombinierten, erweiterten Unsicherheit dieser Messungen. Deshalb wurden alle Messungen im Rahmen dieser Arbeit mit einem Pulsabstand von mindestens 15 s durchgeführt.

Aufbau zur Messung der radialen Energiedichte Für die Auswertung der Temperaturänderung der Probe infolge des Laserpulses muss die Energieverteilung auf der Probenvorderseite ermittelt werden (siehe Abschnitt 5.1). Diese Verteilung entspricht der radialen Energiedichte des Laserstrahls, die in Abschnitt 4.4 untersucht wird. Für diese und weitere Messungen wurde der in Abbildung 4.1 gezeigte Aufbau konstruiert. Dieser ermöglicht es, mit einer Präzisionsblende die Verteilung der Energiedichte zu messen.

¹ Nova II von Ophir Optronics Solutions Ltd.

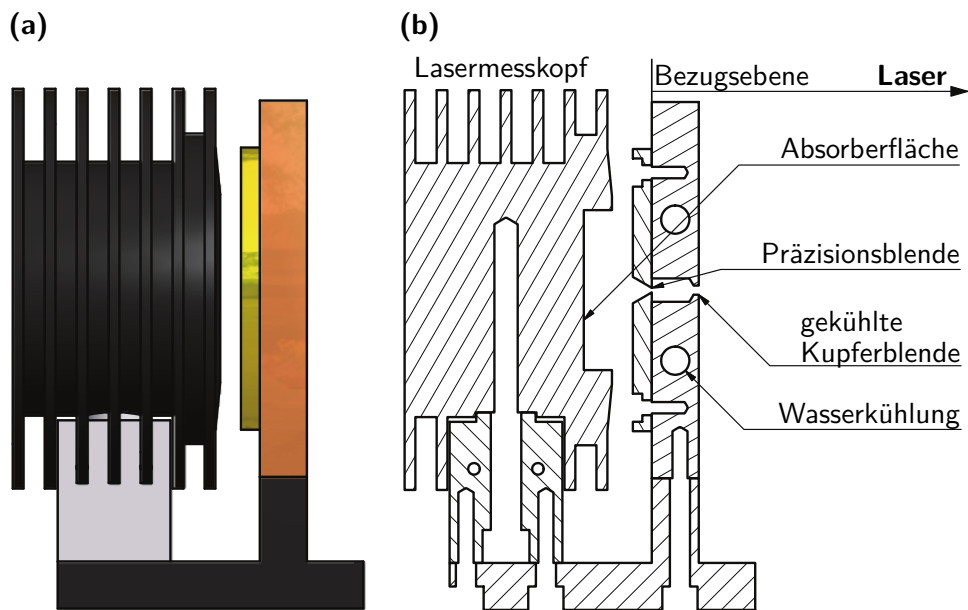


Abb. 4.1: Aufbau zur Messung der Energiedichte Seitenansicht (a) und Schnitt (b) der verfahrbaren Messeinheit (Abb. nach [143])

Dazu wurde eine Messingblende mit einem nominellen Durchmesser von 1 mm am Blenden-Vergleichs-Messplatz [144] untersucht. Um thermische Effekte durch die hohe Laserleistung auszuschließen, befindet sich die Präzisionsblende bei der Messung hinter einer wassergekühlten 2 mm-Kupferblende (siehe Abbildung 4.1). Bei der Temperatur des Kühlwassers von ca. 17 °C ergibt sich eine Blendenfläche

$$A_{\text{Blende}} = (0,949 \pm 0,005) \text{ mm}^2 . \quad (4.1)$$

Somit kann die mittlere Energiedichte \bar{e} der Fläche A_{Blende} aus der Energie hinter der Blende E_A berechnet werden

$$e = \frac{dE}{dA} , \quad (4.2)$$

$$\bar{e} = \int e \, dA \approx \frac{E_A}{A_{\text{Blende}}} . \quad (4.3)$$

Die Einheit aus gekühlter Blende und Lasermesskopf wird so auf zwei motorisierte Verschiebetische montiert, dass ein Abrastern einer Ebene möglich ist. Die verwendeten Aktuatoren² ermöglichen einen Verfahrensweg

² Typ T-LA-60 von Zaber Technologies Inc. (www.zaber.com)

von 60 mm und erreichen dabei eine Unsicherheit von unter 50 μm [145, 146]. Dieser Aufbau aus Messkopf, gekühlter Präzisionsblende und motorisierten x - y -Verschiebetischen erlaubt eine vollautomatische Messung der radialen Energiedichteverteilung.

Laserschutz Der verwendete Laser kann Strahlungspulse mit einer Energie von bis zu 18 J und einer Leistung von bis zu 16 kW erzeugen, damit liegt er weit über der Obergrenze für die Laserklasse 3 (30 mJ bzw. 500 mW). Ein wesentlicher Aspekt bei der Arbeit mit Klasse 4-Lasern ist der Laserschutz, da sonst erhebliche Gefahren bestehen [141, 142]. Um einen effektiven Schutz zu gewährleisten, wurde zum einen die Messanlage zur dynamischen Emissionsgradmessung mit einer Schutzeinhausung versehen (siehe Abschnitt 7.1.1). Zum anderen wurde ein einzelner Messplatz basierend auf einer Lochraasterplatte mit einer Schutzeinhausung ausgestattet, um eine flexible Untersuchung des freien, kollimierten Laserstrahls zu ermöglichen. Beide lichtdichten Schutzeinhausungen sind mit Türkontaktschaltern versehen und an das Sicherheitssystem des Lasers („Interlock“) angeschlossen, sodass Laserpulse nur bei verschlossenen Türen möglich sind. Durch diese Maßnahmen konnten die Anforderungen an die Laserschutzklasse 1 erfüllt werden, sodass ein gefahrloses Arbeiten möglich ist.

4.1.2 Kalibrierung der Laserenergiemessgeräte

Die Messköpfe und Anzeigegeräte zur Messung der Laserenergie wurden bei der Arbeitsgruppe für Laserradiometrie der PTB auf das internationale Einheitensystem rückgeführt (siehe Abschnitt 2.4 und [124–126]). Die Herstellerkalibrierung der Energiemessköpfe ist auf diesen gespeichert und wird automatisch von den Anzeigegeräten erkannt, sodass nur kleine Korrekturen der Herstellerkalibrierung zu erwarten sind. Es ergibt sich ein Korrekturfaktor f_K , mit

$$f_K = \frac{E}{A}, \quad (4.4)$$

aus dem Anzeigewert A und dem tatsächlichen Wert der Energie der Laserstrahlung E . Es wurden jeweils zwei Kalibrierungen (2009-06 und 2012-10) durchgeführt, deren Ergebnisse in Abbildung 4.2 dargestellt sind [147–150]. Dabei wurden ein Neodym-Glas-Laser (2009-06) und ein Neodym-YAG-Laser (2012-10) mit Wellenlängen von 1062 nm bzw. 1064 nm eingesetzt, sodass,

bezogen auf die Messwellenlänge von 1064 nm, keine zusätzliche spektrale Korrektur notwendig ist.

Die Korrekturfaktoren für den 30 J- und 300 J-Messkopf wurden bei unterschiedlichen Durchmessern des Laserstrahls auf der Absorberfläche ermittelt (siehe Abbildung 4.2). Dabei ist eine leichte Abhängigkeit von diesem Durchmesser erkennbar. Außerdem hat sich der Korrekturfaktor für den 30 J-Messkopf zwischen den beiden Kalibrierungen verändert. Daraus ergeben sich für die einzelnen Messungen:

- *Emissionsgradmessung* Bei der Emissionsgradmessung wird, wie in Abschnitt 4.3 und 4.4.2 erläutert, das Verhältnis der zum 30 J-Messkopf reflektierten Energie, zu der Energie, die auf die Probe trifft, ermittelt. Dabei wird die Energiemessung auf die Kalibrierung des 300 J-Messkopfes bei 0,6 J zurückgeführt (○ in Abbildung 4.2). In diesem Fall wird der 30 J-Messkopf nur für Relativmessungen eingesetzt. Deshalb ist keine Korrektur des Anzeigewertes notwendig, da die Korrektur keine signifikante Energieabhängigkeit aufweist (---).
- *Energieabhängigkeit des Strahlteilers* Für die Untersuchung der Energieabhängigkeit des Strahlteilers in Abschnitt 4.4.1 muss jeweils die energieabhängige Korrektur berücksichtigt werden (..... und ---).

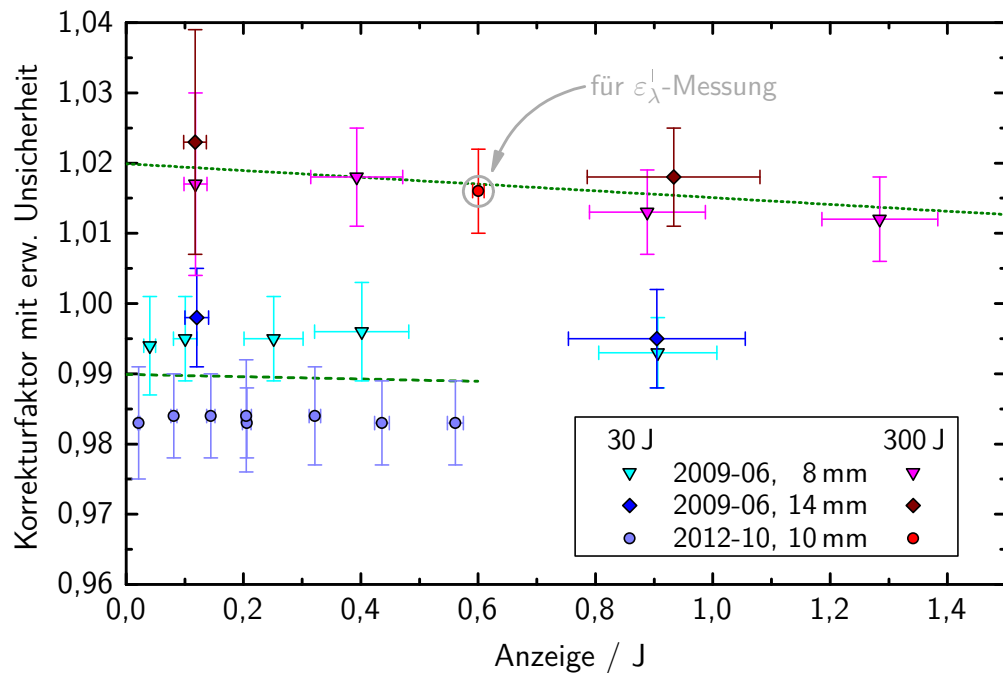


Abb. 4.2: Kalibrierung der Laserenergiemessgeräte Die Korrekturfaktoren und ihre erweiterten Unsicherheiten [147–150] sind für den 30 J-Messkopf in *Blautönen* und für den 300 J-Messkopf in *Rottönen* dargestellt. Neben dem Datum der Kalibrierung ist jeweils der Durchmesser des Laserstrahls auf der Absorberfläche in der Legende angegeben. Die Fehlerbalken der Energie- bzw. Anzeige-Achse geben den Energiebereich an, welcher bei der Mittelwertbildung für den jeweiligen Korrekturfaktor berücksichtigt wurde. Die beiden linearen Funktionen (..... und ---) geben jeweils den auf einen Durchmesser von 10 mm umgerechneten Korrekturfaktor als Funktion des Anzeigewertes $f_{K, 10\text{mm}}(A)$ an.

4.2 Charakterisierung des Lasers der Laser-Flash-Anlage

Vor der Konstruktion des Aufbaus zur in situ Messung der Laserenergie auf der Probe (siehe Abschnitt 4.3) wurde das vorhandene Lasersystem charakterisiert. Dazu wurde der freie, kollimierte Laserstrahl untersucht [143]. In den folgenden Absätzen sind die wichtigsten Ergebnisse dieser Untersuchungen zusammengefasst.

Beschreibung des Lasers Bei dem in dieser Arbeit verwendeten Laser handelt es sich um einen modifizierten Schweißlaser,³ der für die Anwendung bei Laser-Flash-Experimenten angepasst wurde. Er ist Bestandteil der kommerziellen Laser-Flash-Anlage,⁴ auf der die dynamische Emissionsgradmessung aufbaut. Das aktive Medium des Lasers ist Neodym-dotiertes Yttrium-Aluminium-Granat (Nd:YAG), das durch eine Blitzlampe optisch gepumpt wird [152]. Die Blitzlampe wird über eine Kondensatorbank mit Energie versorgt, deren Spannung und Entladungsdauer (U_L bzw. Δt_L) im folgenden Bereich einstellbar sind

$$U_L = (410 \text{ V}) \ 450 \text{ V} \ \dots \ 830 \text{ V} \ (850 \text{ V}) , \quad (4.5)$$

$$\Delta t_L = 0,3 \text{ ms}; \ 0,4 \text{ ms}; \ \dots \ ; 1,2 \text{ ms} . \quad (4.6)$$

Wobei die in Klammern angegebenen Spannungswerte die Lebensdauer der Blitzlampe reduzieren und daher selten verwendet werden. Die Laserstrahlung wird in eine ca. 5 m lange Glasfaser eingekoppelt und an deren Ende durch eine geeignete Optik kollimiert. Durch die Glasfaser ist ein flexibler Einsatz des Laser möglich, außerdem trägt diese zur Homogenisierung des Stahlprofils bei [121].

Energie in Abhängigkeit der Parameter U_L und Δt_L Wie zu erwarten, ist die Spannung der Kondensatoren U_L etwa proportional zur Leistung des Lasers und die nominelle Pulsdauer Δt_L gibt die Dauer des Pulses vor. Somit ist $U_L \cdot \Delta t_L$ etwa proportional zur Energie des Laserpulses. Die Abweichungen von einer genauen Proportionalität ergeben sich aus dem zeitlichen Profil des Laserpulses und dessen Variation mit U_L und Δt_L . Beide Aspekte werden

³ StarWeld 40 der Firma Rofin/Carl Baasel Lasertechnik GmbH und Co. KG

⁴ LFA 427 der Firma Netzsch Gerätebau GmbH [151]

in Abschnitt 4.4.4 noch genauer beschrieben. Im Vorversuch wurden die Grenzen der einstellbaren Energie des freien Laserstrahls E_L^{frei} mit

$$(0,75 \pm 0,02) \text{ J} \leq E_L^{\text{frei}} \leq (17,74 \pm 0,04) \text{ J} \quad (4.7)$$

ermittelt [143]. Aus den Messdaten für verschiedene Parameterkombinationen konnte eine Näherungsformel für die Berechnung von E_L^{frei} aufgestellt werden

$$E_L^{\text{frei}}(U_L, \Delta t_L) = \Delta t_L \left(-9,5 \frac{\text{J}}{\text{ms}} + 0,0295 \frac{\text{J}}{\text{ms V}} U \right) \cdot (1 \pm 0,1) , \quad (4.8)$$

durch deren Beachtung eine Beschädigung der Messköpfe verhindert wird.

Außerdem wurde deutlich, dass trotz konstanter Parameter die Energie der Pulse variiert. Zum einen wurden temperaturbedingte Schwankungen beobachtet und zum anderen langfristige Änderungen, die vermutlich auf die Alterung der Blitzlampe zurückzuführen sind [143].

Divergenz des kollimierten Laserstrahls Wegen des endlichen Durchmessers der Glasfaser, als Ausgangspunkt des über eine Linse kollimierten Laserstrahls, muss dieser eine gewisse Divergenz aufweisen. Um diese zu untersuchen, wurde das radiale Strahlprofil mit dem in Abbildung 4.1 dargestellten Modul in verschiedenen Entfernungen zum Kollimator gescannt. Abbildung 4.3 zeigt einen Schnitt durch den Mittelpunkt des Laserstrahls. Die Profile folgen grob der Form einer Gauß'schen Glockenkurve und werden mit zunehmender Entfernung breiter.

Die Divergenz des kollimierten Strahls wurde aus dem Abstand der Punkte ermittelt, die eine Energiedichte von 5% des jeweiligen Maximalwertes haben (in Abbildung 4.3 als — eingezeichnet). Der sich daraus ergebende Strahldurchmesser nimmt linear mit dem Abstand zum Kollimator zu und weist eine Divergenz von $0,5^\circ$ auf.

Strahlprofil in Abhängigkeit der Parameter U_L und Δt_L Ebenso wurde das radiale Profil der Energiedichte bei der Entfernung untersucht, die etwa dem Abstand der Probe zum Kollimator entspricht (ca. 75 cm). Dabei wurden die Kondensatorspannung und die nominelle Pulsdauer variiert. Aufgrund erster Voruntersuchungen mit Schusspapier⁵ und den Angaben des Herstellers, bestand der Verdacht, dass sich die relative Form des Strahlprofils mit

⁵ Als Schusspapier kommt hier ein Farbkarton („Soft-Tech-Chromolux“) zum Einsatz, dessen farbige Beschichtung durch die Laserstrahlung vom Trägermaterial abgelöst wird, sodass ein abgestuftes Profil sichtbar ist. Das Schusspapier wird insbesondere zur gefahrlosen Justage des Laser verwendet.

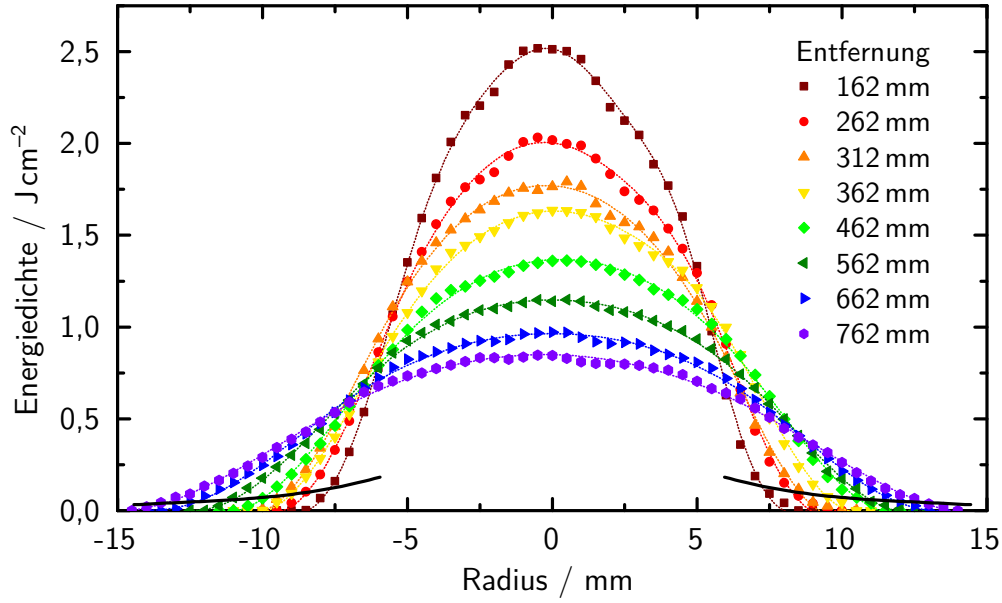


Abb. 4.3: Energiedichteprofil des Laserstrahls in Abhängigkeit der Entfernung zum Kollimator Mit einer Divergenz von $0,5^\circ$ nimmt die Breite der Strahlprofile mit der Entfernung zu, während ihre maximale Energiedichte entsprechend abnimmt. Die Messdaten sind zur besseren Übersicht mit einem kubischen Spline verbunden. Die Werte mit 5% der maximalen Energiedichte sind mit — gekennzeichnet. (nach [143])

zunehmender Gesamtenergie verändert. Wie Abbildung 4.4 zeigt, konnte allerdings nachgewiesen werden, dass das relative Strahlprofil unabhängig von U_L und Δt_L ist [143]. Die gemessenen Werte für die einzelnen Parameter-einstellungen stimmen im Rahmen ihrer Unsicherheit miteinander überein. Der interne Schwellwert der Laserenergiemessgeräte führt dazu, dass einige Werte am unteren Rand der Profile fälschlicherweise auf Null gesetzt wurden. Die normierten Strahlprofile zeigen im zentralen Bereich den Verlauf einer abgeflachten Gauß'schen Glockenkurve

$$\frac{\bar{e}(r)}{\max_r[\bar{e}(r)]} \approx A \left(\exp\left[-\frac{(r+w)^2}{2w^2}\right] + \exp\left[-\frac{(r-w)^2}{2w^2}\right] \right). \quad (4.9)$$

Außerdem wurde eine geringe Abweichung des Strahlprofils von der Rotationssymmetrie beobachtet (hier nicht gezeigt), die auch in Abbildung 4.10 auf Seite 92 erkennbar ist.

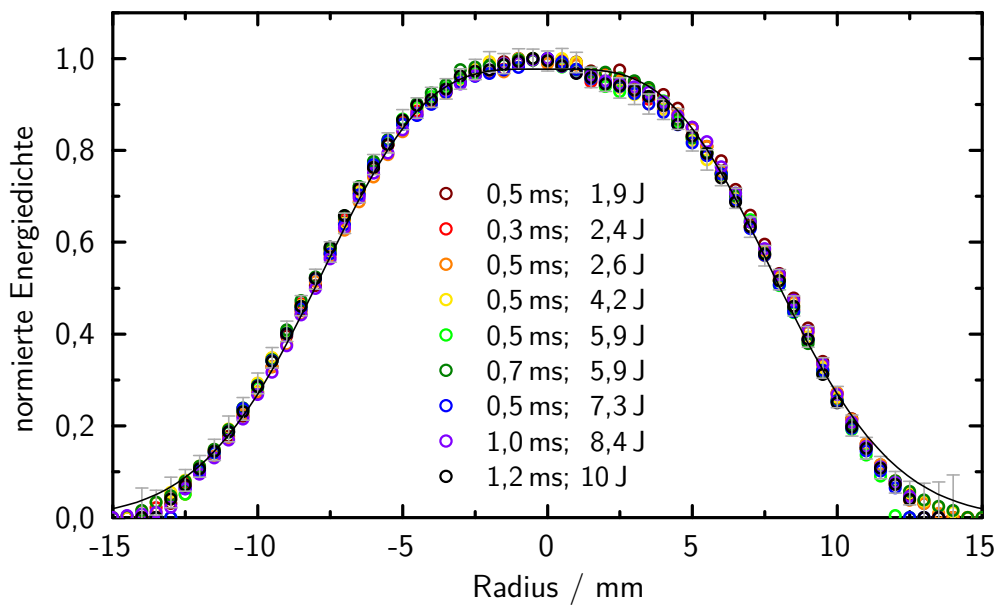


Abb. 4.4: Radiales Strahlprofil bei verschiedenen Einstellungen des Lasers Die auf das jeweilige Maximum normierte Energiedichte ist für verschiedene Kombinationen der Kondensatorspannung und der nominellen Pulsdauer dargestellt. Die *Legende* gibt die Pulsdauer und die Gesamtenergie des Laserpulses an. Die gezeigten Unsicherheiten gehören zu dem Profil mit $\Delta t_L = 0,5 \text{ ms}$ und $E_L^{\text{frei}} = 4,2 \text{ J}$ (\circ) und sind typisch für diese Messungen. Die Profile lassen sich mit der Funktion aus Gleichung (4.9) approximieren (—). (nach [143])

Schlussfolgerungen für die in situ Messung der Laserenergie Die Voruntersuchungen des freien, kollimierten Laserstrahls führen zu den folgenden Schlussfolgerungen für die in situ Messung der Laserenergie:

- Die Energie des Lasers variiert trotz gleichbleibender Einstellungen auf unterschiedlichen Zeitskalen. Dies zeigt, dass die in situ Messung der Laserenergie an der Probenposition für die dynamische Emissionsgradmessung notwendig ist (siehe Abschnitt 4.3).
- Durch die gemessene Divergenz des Strahlprofils lässt sich dessen Form am Ort der Probe abschätzen. Die Probe mit einem Radius von 5 mm befindet sich konstruktionsbedingt in einem Abstand von ca. 75 cm zum Kollimator. Daher ist am Rand der Probe ein Abfall der Energiedichte auf 90 % bis 85 % des Wertes im Zentrum zu erwarten.

Daher muss die inhomogene Erwärmung der Probe berücksichtigt werden und es kann nicht einfach von einer homogenen Erwärmung

der Probe ausgegangen werden, wie es in der Theorie zum Laser-Flash-Verfahren oftmals üblich ist (siehe Abschnitt 2.3.2 und [5]). Deshalb wird in Abschnitt 4.4.3 das radiale Profil des Laserstrahls am Ort der Probe analytisch beschrieben, sodass es mit der Herleitung aus Anhang A.3 bei der Analyse der Temperaturänderung auf der Probenrückseite in Abschnitt 5.1 berücksichtigt werden kann.

- Die Messungen haben gezeigt, dass das Strahlprofil des Lasers unabhängig von dessen Einstellungen ist. Somit müssen bei der Justage, der in situ Messung der Laserenergie und der Korrektur des Profils keine Variationen beachtet werden.

4.3 Aufbau zur in situ Messung der Laserenergie an der Probenposition

Die in situ Messung der auf die Probe treffenden Laserenergie beruht auf dem einfachen Prinzip eines Strahlteilers. Ein kleiner Teil des kollimierten Laserstrahls wird zum 30 J-Messkopf reflektiert ($E_L^{\text{refl.}}$) und der größere Anteil fällt auf die Probe (E_L). Vor- und nach jeder Emissionsgradmessung wird mit dem 300 J-Messkopf an der Probenposition das Verhältnis $E_L^{\text{refl.}}/E_L$ bestimmt. Somit kann aus der Messung der reflektierten Energie während der Emissionsgradmessung die Energie des Laserstrahls, der auf die Probe trifft, berechnet werden [140].

Wegen der in Abschnitt 4.2 beschriebenen Form des Laserprofils soll die Divergenz des kollimierten Strahls ausgenutzt werden und nur der zentrale Bereich auf die Probe treffen, um eine möglichst homogene Energieverteilung auf der Probe zu erreichen. Eine Blende im Inneren des Ofens, direkt unterhalb der Probe, sorgt für die definierte Begrenzung des Laserstrahls (siehe Abschnitt 4.3.2). Der Durchmesser der Blende ist dabei so gewählt, dass die Probe leicht unterstrahlt wird (siehe Abschnitt 4.4.3). So kann auch bei etwas variierenden Probendurchmessern sichergestellt werden, dass der Laserstrahl, der die Blende passiert, vollständig auf die Probe trifft. Andernfalls würde es zu einer deutlichen Verfälschung gegenüber der Kalibrierung des Strahlteilers vor und nach der Emissionsgradmessung kommen.

Der Strahlteiler selbst ist ein Keilfenster, das gleichzeitig als vakuumdichter Abschluss des Ofenraums dient, der unter Inertgas betrieben wird. So können schwer zu kontrollierende Interreflexionen vermieden werden. Neben den daraus resultierenden mechanischen Anforderungen, resultieren aus der hohen Energiedichte des Laser weitere optische Anforderungen an das Keilfenster, die im folgenden Abschnitt 4.3.1 beschrieben werden.

4.3.1 Keilfenster als Strahlteiler

Durch die Verwendung eines Keilfensters können Interreflexionen der kohärenten Laserstrahlung zwischen den Grenzflächen des Fensters vermieden werden. Wegen der hohen Laserenergie ist es erforderlich, dass Reflexionen höherer Ordnung unterdrückt werden. Dazu ist das Keilfenster einseitig mit einer Antireflexionsbeschichtung versehen, die bei der Laserwellenlänge einen Reflexionsgrad $\rho < 0,2\%$ hat. Zusätzlich wird der erste Rückreflex von dieser beschichteten Grenzfläche in einem Hohlraum („Strahlfalle“) absorbiert (siehe Abbildung 4.6).

Das Keilfenster dient auch als Abschluss des bis zu 2000 °C heißen Ofenraumes. Deshalb wurde es aus einem synthetischen Quarzglas mit besonders geringer Absorption im nahen Infrarot hergestellt,⁶ sodass es sich durch die Wärmestrahlung des Ofens kaum erwärmt. Die relative Absorption des Fensters beträgt bei der Laserwellenlänge nur $(0,3 \pm 0,2) \cdot 10^{-6}$ [153], sodass es der Laserstrahlung trotz der hohen Energiedichte standhält. Es weist die für Quarzgläser typische geringe thermische Ausdehnung auf und ist verhältnismäßig robust gegen thermische Spannungen.

Das Keilfenster hat einen Keilwinkel von 3° und ist in einem Winkel von 10° gegenüber der Horizontalen montiert, daraus ergeben sich die in Tabelle 4.2 angegebenen Winkel und Energieverhältnisse. Dadurch können die ersten beiden Reflexionen räumlich voneinander getrennt werden und vom Laserenergiemesskopf bzw. der Strahlfalle gefahrlos absorbiert werden (siehe Abbildung 4.6). Weitere Reflexionen höherer Ordnung können bei einem Anteil von $2 \cdot 10^{-5}$ vernachlässigt werden (siehe Tabelle 4.2).

Tab. 4.2: Reflektierte und transmittierte Strahlung am Keilfenster Aus dem Brechungsindex des Quarzglases und der Luft ergeben sich bei 1064 nm die folgenden Werte:

Richtung	vom Laser	Probe	Messkopf	Falle	weitere Reflexe
Winkel*	-1,4°	0°	18,6°	27,4°	
Energieanteil	100 %	96,6 %	3,36 %	0,03 %	0,002 %

*Winkelangabe von der Senkrechten aus im Uhrzeigersinn (siehe Abb. 4.6).

4.3.2 Umbauten an der kommerziellen Laser-Flash-Anlage

In diesem Abschnitt werden die Umbauten der kommerziellen Laser-Flash-Anlage⁷ erläutert, die für die Messung der Laserenergie notwendig sind. Einen Überblick über den Aufbau des gesamten Messplatzes und die damit verbundenen Umbauten liefert Abschnitt 7.1, während Details zum Laserschutz im 3. Absatz von Abschnitt 4.1.1 zusammengefasst sind.

Probenhalter mit Blende Abbildung 4.5 (a,b) zeigt den Standardhalter der Laser-Flash-Anlage aus Graphit, dessen filigrane Halterung der Probe

⁶ Das Quarzglas mit der Handelsbezeichnung „Suprasil 3002“ von Heraeus Quarzglas GmbH & Co. KG hat einen OH-Gehalt von ca. 10^{-6} und dadurch eine geringere Absorption im nahen Infrarot als andere Quarzgläser [153].

⁷ LFA 427 der Firma Netzsch Gerätebau GmbH [151]

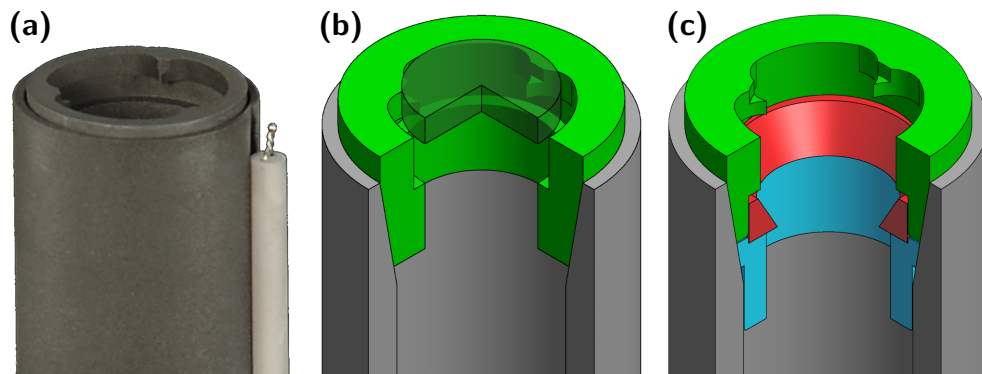


Abb. 4.5: Graphit-Probenhalter mit Blende Die Probe wird auf den drei Vorsprüngen des Halters (*grün*) platziert. Der kollimierte Laserstrahl trifft von unten, durch das Halterrohr, auf die Probe.

(a) Foto des Standardhalters für Proben mit 12,7 mm Durchmesser (mit im Bild: seitlich angebrachtes Thermoelement zur Messung der Proben­temperatur T_{TE})

(b) Modell des Standardhalters mit 10 mm-Probe (*transparent*)

(c) Modell des modifizieren Halters für 10 mm-Proben mit 9 mm-Blende (*rot*) und Blendenhalter (*blau*)

einen minimalen Wärmekontakt ermöglicht. Dieser Halter wurde modifiziert (siehe Abbildung 4.5 (c)), sodass sich eine möglichst scharfkantige Blende knapp unterhalb der Probe befindet. Die Blende hat einen Durchmesser von ca. 9 mm, sodass die Probe mit einem Durchmesser von ca. 10 mm stets unterstrahlt wird (siehe Abschnitt 4.4.3).

Die mehrteilige Konstruktion des Probenhalters mit Blende ermöglicht zum einen eine deutlich vereinfachte Fertigung und zum anderen kann die Blende unabhängig vermessen oder ausgetauscht werden. Da sich die Graphit-Blende unmittelbar im bis zu 2000 °C heißen Bereich des Ofens befindet, ist eine allmähliche Sublimation oder Oxidation der Blende trotz der Inertgas-Atmosphäre nicht auszuschließen. Zur Überwachung wurde die am Anfang von Abschnitt 4.4.3 beschriebene Methode zur einfachen und genauen Messung des Blendendurchmessers eingeführt.

Um metallische Proben untersuchen zu können, die bei den auftretenden Temperaturen Carbide bilden, wurde außerdem ein Probenhalter aus Aluminiumoxid modifiziert. Die Modifikation und die resultierenden Änderungen für die Emissionsgradmessung werden in Abschnitt 4.5 beschrieben.

Aufbauten zur Messung der Laserenergie Im Bereich unterhalb des Hochtemperaturofens wurden die in Abbildung 4.6 dargestellten Aufbauten realisiert. Der Kollimator (K) wurde mit einer 4-achsigen Justiermechanik

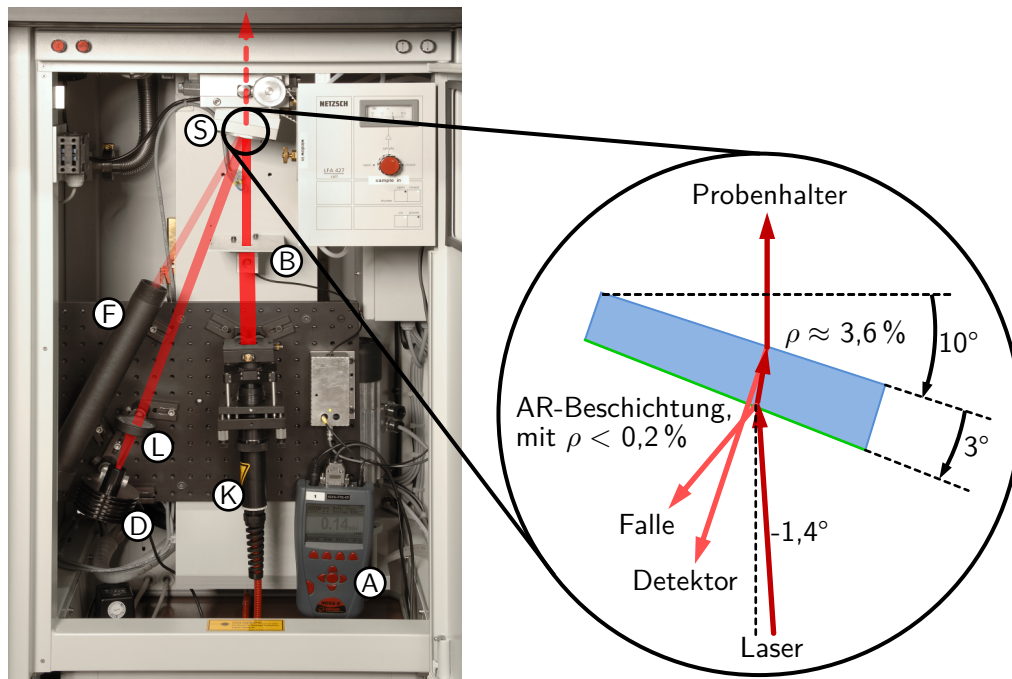


Abb. 4.6: Foto des Strahlteilers und Skizze des Keilfensters

Die kollimierte Laserstrahlung ist schematisch dargestellt und durchläuft das System wie folgt:

- K Kollimator mit Glasfaser,
- S Keilfenster als Strahlteiler,
- L Linse,
- A Anzeigegerät, mit PC-Anbindung zur Messung der Laserenergie.
- B Streulichtblende,
- F Strahlfalle,
- D Detektor („Messkopf“) und

Rechts: Skizze des Keilfensters und der Achsen der Laserstrahlung

an einer Lochrasterplatte befestigt, an der auch die anderen optischen Komponenten gut justierbar fixiert sind. Die Linse (L) bündelt den aufgeweiteten Laserstrahl, sodass er auf dem Absorber des Detektors (D) einen Durchmesser von etwa 10 mm hat.

Das Keilfenster befindet sich in einem wassergekühlten Halter (S), der es in einem Winkel von 10° gegenüber der Horizontalen fixiert ist und einen vakuumdichten Abschluss des Ofenraums herstellt. Durch die Wasserkühlung können Winkeländerungen, aufgrund der thermischen Ausdehnung des Halters, praktisch ausgeschlossen werden. Außerdem gewährleisten entsprechende Markierungen eine Positionsgenauigkeit beim Ein- und Ausbau des runden Keilfensters von ca. 1° , sodass die Achsen von Keil- und Kippwinkel stets kollinear sind.

Der 300 J-Messkopf, der für die Rückführung der Energiemessung vor und nach jeder Emissionsgradmessung verwendet wird, ist am Schwenkarm

des Ofens der Laser-Flash-Anlage fixiert. Dadurch kann er einfach und mit hoher Reproduzierbarkeit knapp oberhalb des Probenhalters positioniert werden, sodass sich der Absorber des Messkopfes bei der Energie-Kalibrierung ca. 1 cm oberhalb der Probenposition befindet.

4.4 Charakterisierung der Laserstrahlung bei der Emissionsgradmessung

In diesem Abschnitt werden die Eigenschaften der Laserstrahlung und die Messung ihrer Pulsenergie während der dynamischen Emissionsgradmessung beschrieben. Zum einen werden in Abschnitt 4.4.1 die Eigenschaften des Strahlteilverhältnisses untersucht. Dadurch kann in Abschnitt 4.4.2 schließlich das Schema für die in situ Messung der Energie des Laserstrahls bei der Emissionsgradmessung mit der zugehörigen Unsicherheit angegeben werden. Zum anderen werden in den Abschnitten 4.4.3 und 4.4.4 die räumliche und die zeitliche Energieverteilung des Laserstrahls an der Probenposition gemessen, sodass die Parameter der sie beschreibenden Funktionen $q_r(r)$ und $q_t(t)$ bestimmt werden können. Diese werden für die vollständige Beschreibung der beobachteten Temperaturänderung auf der Probenrückseite benötigt (siehe Abschnitt 5.1). Dabei wird zunächst nur auf den Graphit-Probenhalter eingegangen, der bei den meisten Messungen verwendetet wurde. Die Änderungen, die sich bei der Verwendung eines Probenhalters aus Aluminiumoxid ergeben, werden anschließend in Abschnitt 4.5 diskutiert.

4.4.1 Charakterisierung des Strahlteilverhältnisses

In diesem Abschnitt wird das Strahlteilersystem charakterisiert, dazu wurde zunächst überprüft, ob das Strahlteilverhältnis unabhängig von der Energie des Laserstrahls ist. Mögliche Ursachen für eine Abweichung wären die Erwärmung des Fensters oder der Blende unterhalb der Probe, die zu einer Winkel- bzw. Flächenänderung führen würden.

Bei den in Abbildung 4.7 gezeigten Messwerten wurde die Energieabhängigkeit des Korrekturfaktors über den kalibrierten Energiebereich hinaus extrapoliert (vergleiche Abbildung 4.2 auf Seite 74). Wie sich zeigt, ist aufgrund der in Abschnitt 4.3 beschriebenen Konstruktion des Strahlteilersystems, keine Abhängigkeit von der Laserenergie zu beobachten [140]. Die relative Standardabweichung der 3000 Messwerte liegt bei ca. 0,3% und ist etwa eine Größenordnung größer als das Verhältnis von Steigung zu Achsenschnittpunkt der linearen Kurvenanpassung (—).

Wie auch die Abbildung 4.14 auf Seite 98 veranschaulicht, können mit unterschiedlichen Lasereinstellungen annähernd gleiche Energien realisiert werden (siehe Legende). Die Energie des Laserstrahls, der die Probe trifft, kann im Bereich von ca. (250...4130) mJ eingestellt werden. Aus den in

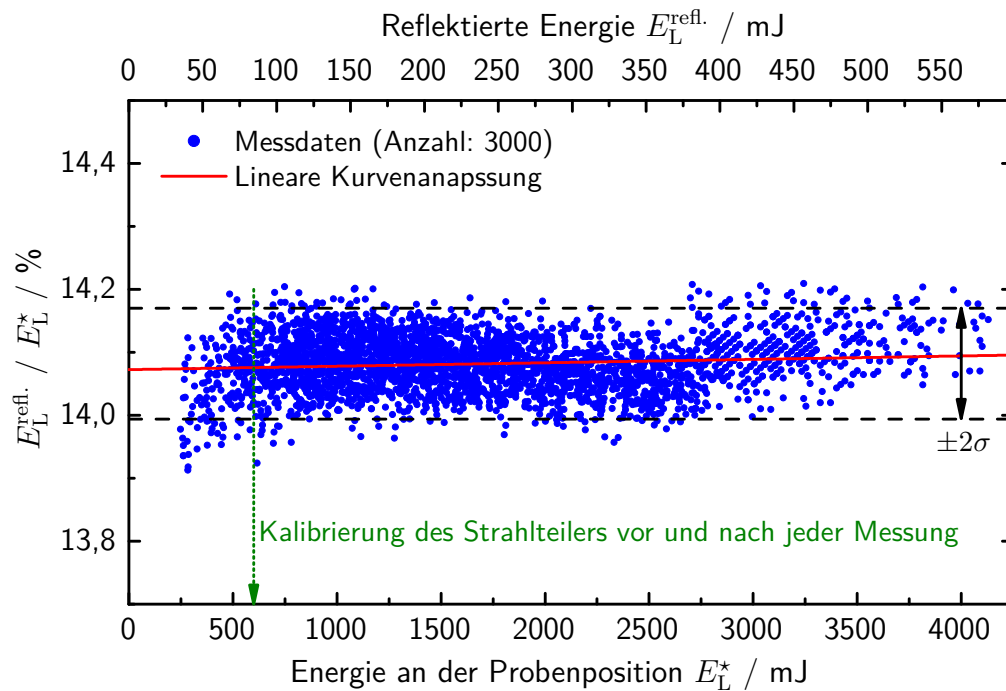


Abb. 4.7: Abhängigkeit des Strahlteilverhältnisses von der Energie des Laserstrahls Die Messung des Strahlteilverhältnisses führt zu einer relativen Standardabweichung von $\sigma_{\text{rel.}} \approx 0,3\%$ und weist keine signifikante Abhängigkeit von der Energie des Laserstrahls auf. Bei der Emissionsgradmessung wird der Laser so eingestellt, dass $E_L^* \approx 600$ mJ ist (.....), sodass die Kalibrierung des 300 J-Messkopfes bei dieser Energie verwendet werden kann (siehe Abschnitt 4.1.2).

Abbildung 4.7 gezeigten Daten für die Energie an der Probenposition E_L^* wurde eine Funktion der Form

$$E_L^* = (a_t + b_t \cdot \Delta t_L + c_t \cdot \Delta t_L^2) \cdot (a_U + b_U \cdot U_L) \quad (4.10)$$

bestimmt, die zur Abschätzung dieser Energie anhand der Einstellungen des Lasers dient. Die Residuen der zweidimensionalen Kurvenanpassung streuen mit einer Standardabweichung von 60 mJ um die berechneten Werte. Allerdings führt z.B. die Degradation der Blitzlampe des Lasers zu zunehmenden Abweichungen der vorhergesagten Energiewerte, sodass eine in situ Messung der Energie weiterhin notwendig ist.

Das Strahlteilverhältnis wurde außerdem als Funktion der Ofentemperatur T_{TE} untersucht, da durch die Erwärmung der Blende im Inneren des Ofens mit ihrer Ausdehnung zu rechnen ist. Dazu wurde der 300 J-Energiemesskopf, der sich normalerweise an der Probenposition befindet, oberhalb des Ofens

positioniert. Das Verhältnis der durch das obere Fenster des Ofens transmittierten Laserstrahlung mit der Energie $E_L^{\text{trans.}}$ zur reflektierten Strahlung $E_L^{\text{refl.}}$ konnte somit als Funktion der Ofentemperatur T_{TE} untersucht werden. Durch das zusätzliche Fenster ist das so gemessene Verhältnis in Abbildung 4.8 größer als das in Abbildung 4.7 gezeigte. Die Unsicherheiten des Energieverhältnisses ergibt sich aus der Standardabweichung von 20 Messungen pro Temperaturschritt.

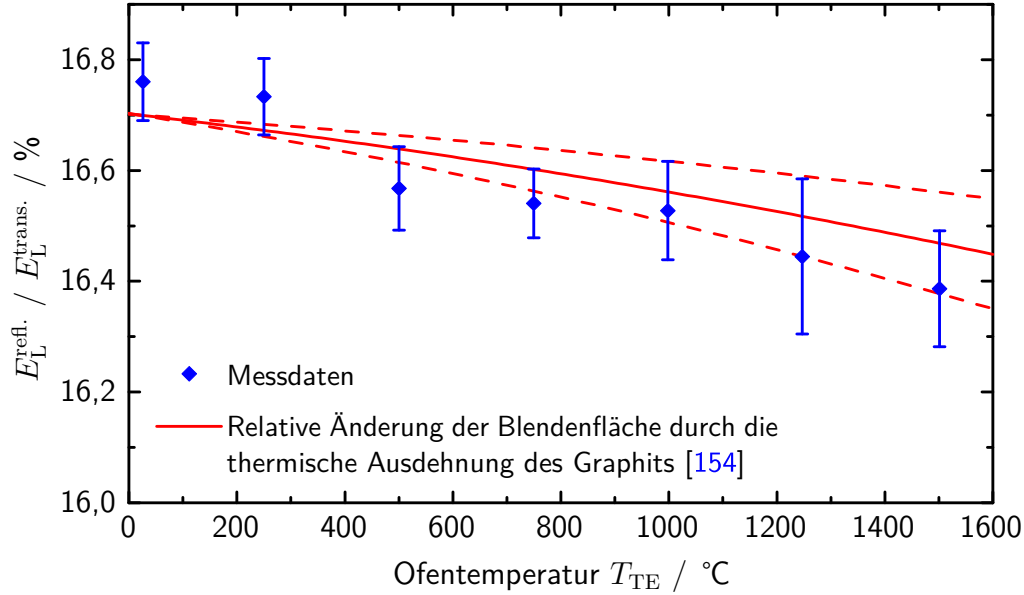


Abb. 4.8: Strahlteilverhältnis als Funktion der Ofentemperatur Im Rahmen der erweiterten Unsicherheiten ($k = 2$) stimmen die Messdaten mit der erwarteten Änderung durch die thermische Ausdehnung der Graphit-Blende überein.

Abbildung 4.8 zeigt den erwarteten Anstieg der transmittierten Energie, der zum Abfall des dargestellten Energieverhältnisses führt. Dieses stimmt innerhalb der auftretenden Unsicherheiten mit der Änderung der Blendenfläche A_B überein [140]. Die Blendenfläche hängt über

$$\frac{A_B(T_{\text{TE}})}{A_B(293 \text{ K})} = \left(1 + \frac{\Delta l(T_{\text{TE}})}{l_0} \right)^2, \quad (4.11)$$

$$\text{mit } \frac{\Delta l(T_{\text{TE}})}{l_0} \approx a_l + b_l \cdot T_{\text{TE}} + c_l \cdot T_{\text{TE}}^2 \quad (4.12)$$

von der thermische Ausdehnung $\Delta l/l_0$ ab. Die thermische Ausdehnung von Graphit wurde über eine Kurvenanpassung an die im Nachschlagewerk von Touloukian et al. [154: S. 24–138] gesammelten Literaturdaten berechnet

(Verlauf siehe Abbildung 4.16). Da für den Graphittyp,⁸ der für die Blende verwendet wurde, keine spezifischen Literaturdaten vorlagen, wurde die Streuung der Literaturdaten für ähnliche Graphittypen als Unsicherheitsbeitrag zu $u'(\Delta l/l_0)$ berücksichtigt. Die in Abbildung 4.8 dargestellte erweiterte Unsicherheit der thermischen Ausdehnung (---) schließt über 95% der in Ref. [154: S. 24–138] gesammelten Literaturdaten mit ein. Die Ausdehnung der Blende muss bei der im folgenden Abschnitt beschriebenen Messung der Laserenergie für die Emissionsgradmessung mit berücksichtigt werden.

4.4.2 In situ Messung der Energie des Laserstrahls

Zusätzlich zu der einfachen Grundidee des Strahlteilers, die bereits am Anfang von Abschnitt 4.3 erläutert wurde, müssen die Kalibrierung der Energiemessgeräte (siehe Abschnitt 4.1.2) und die Eigenschaften des Strahlteilverhältnisses (siehe Abschnitt 4.4.1) berücksichtigt werden.

Bisher wurde vereinfacht davon gesprochen, dass vor und nach jeder Emissionsgradmessung das Verhältnis der reflektierten Energie $E_L^{\text{refl.}}$ und der Energie an der Probenposition E_L^* bei Raumtemperatur bestimmt wird. Berücksichtigt man die Kalibrierung mit dem Faktor f_K , gilt

$$E_L^{\text{refl.}} = f_K^{30\text{J}}(A) \cdot A^{30\text{J}} \quad , \quad \text{mit } f_K^{30\text{J}}(A) = \text{konst.} \quad , \quad (4.13)$$

$$E_L^* = f_K^{300\text{J}}(A) \cdot A^{300\text{J}} \quad , \quad (4.14)$$

wobei $A^{30\text{J}}$ und $A^{300\text{J}}$ die Anzeigewerte der beiden Sensoren sind. Dabei wird die Energiemessung auf die Kalibrierung des 300 J-Messkopfes bei 600 mJ zurückgeführt, die bei den Kalibrierungen von 2009 und 2012 unverändert geblieben ist (siehe Abbildung 4.2). Dazu wird bei den Messungen des Strahlteilverhältnisses vor und nach der Emissionsgradmessung eine Einstellung des Lasers gewählt, bei der $A^{300\text{J}} \approx E_L^* \approx 600\text{ mJ}$ ist. Typischerweise werden jeweils 20 Einzelmessungen vorgenommen, sodass sich der Wert des Strahlteilverhältnisses ($A^{30\text{J}}/A^{300\text{J}}$) und dessen Unsicherheit aus dem Mittelwert und der Standardabweichung der 40 Einzelmessungen ergeben. Dadurch werden auch Änderungen, die während der Emissionsgradmessung auftreten, wie z. B. eine leichte Verschmutzung des Keilfensters, mit berücksichtigt. Bei erheblichen Abweichungen der Messwerte vor und nach der Emissionsgradmessung müsste die gesamte Messung wiederholt werden.

⁸ „Ringsdorff R6650“ von SGL Carbon SE

Tab. 4.3: Typische relative Unsicherheiten bei der Bestimmung der Energie des Laserpulses

Unsicherheitsbeitrag		$u_{E_L, \text{rel.}}(X) / \%$
Kalibrierung der Messgeräte	$f_K^{300\text{J}}(600 \text{ mJ})$	0,30
Strahlteilerverhältnis	$A^{30\text{J}}/A^{300\text{J}}$	0,25 ... 0,65
Anzeigegenauigkeit	$A^{30\text{J}}(\varepsilon_\lambda^{\text{!}}\text{-Mess.})$	0,02 ... 0,12
Thermische Ausdehnung	$\Delta l/l_0$	0,12 ... 0,28
Energie des Laserpulses	E_L	0,4 ... 0,8

Da das Strahlteilerverhältnis unabhängig von der Energie des Lasers ist (siehe Abbildung 4.7), folgt daraus für die Energie an der Probenposition bei Raumtemperatur

$$\begin{aligned}
 E_L^* &= \frac{f_K^{300\text{J}}(A) \cdot A^{300\text{J}}(\text{Verh.})}{f_K^{30\text{J}}(A) \cdot A^{30\text{J}}(\text{Verh.})} \cdot f_K^{30\text{J}}(A) \cdot A^{30\text{J}}(\varepsilon_\lambda^{\text{!}}\text{-Mess.}) , \\
 &= f_K^{300\text{J}}(600 \text{ mJ}) \cdot \left(\frac{A^{30\text{J}}}{A^{300\text{J}}} \right)^{-1} \cdot A^{30\text{J}}(\varepsilon_\lambda^{\text{!}}\text{-Mess.}) . \quad (4.15)
 \end{aligned}$$

Die Energie des Laserstrahls an der Probenposition bei der Emissionsgradmessung E_L ergibt sich aus dem Raumtemperaturwert unter Berücksichtigung der Blendenausdehnung (siehe Abbildung 4.8)

$$E_L = \left(1 + \frac{\Delta l(T_{\text{TE}})}{l_0} \right)^2 \cdot E_L^* . \quad (4.16)$$

Die typischen Größen der Unsicherheitsbeiträge der Energiemessung sind in Tabelle 4.3 zusammengefasst. Obwohl die relative Unsicherheit der thermischen Längenänderung $u'_{\text{rel.}}(\Delta l/l_0) = 20\%$ ist, trägt diese Korrektur bei Messungen von 750°C bis 1500°C nur ca. $0,1\%$ bis $0,3\%$ zur relativen Unsicherheit der Energiemessung bei. Für alle anderen Größen aus den Gleichungen (4.15) und (4.16) können die jeweiligen relativen Unsicherheiten direkt quadratisch addiert werden.

Die angegebenen Unsicherheiten des Strahlteilerverhältnisses sind typische Werte der Standardabweichung über die Messungen vor und nach der eigentlichen Emissionsgradmessung. Die Unsicherheit der Anzeige folgt aus der Auflösung des Messgerätes von $0,1 \text{ mJ}$ für Werte kleiner als 300 mJ und 1 mJ darüber.

Bei der Verwendung des Aluminiumoxid-Probenhalters mit Molybdän-Blende müssen lediglich die Werte der thermischen Ausdehnung und deren Unsicherheit entsprechend angepasst werden (siehe Abschnitt 4.5).

4.4.3 Radiales Energieprofil der Laserstrahlung an der Probenposition

Die räumliche Verteilung der Energiedichte des Laserstrahls, der von der Probe absorbiert wird, entspricht der Verteilung der Wärmequelle $q_r(r)$, die bei der Lösung der Wärmeleitungsgleichung in Abschnitt 2.3.2 berücksichtigt wurde. Zur Vereinfachung wird dabei von einem rotationssymmetrischen Profil ausgegangen, sodass hier auch nur die radiale Energieverteilung bestimmt wird. Diese wird einerseits durch das Profil des kollimierten Laserstrahls (siehe Abbildung 4.4) und andererseits durch den Durchmesser der Blende direkt unterhalb der Probe (siehe Abbildung 4.5 (c)) bestimmt.

Messung des Blendenradius Wie am Ende von Abschnitt 4.3.2 bereits erwähnt, ist es möglich, dass sich der Durchmesser der Graphit-Blende durch Sublimation oder Oxidation allmählich vergrößert. Um dies zu überwachen, wurde eine einfache und genaue Methode zur Messung des Blendendurchmessers eingeführt. Bei einer geringen Änderung der Blende ist es dadurch auch möglich, die Parameter des Stahlprofils $q_r(r)$ anzupassen, ohne die aufwendige Messung der Energieverteilung wiederholen zu müssen.

Die kleine Graphit-Blende kann mit dem etablierten Blenden-Vergleichs-Messplatz [144] nur schwer vermessen werden. Daher wurden der Schattenwurf der Blende mit einem hochwertigen Flachbett-Scanner⁹ im Durchlichtmodus eingescannt. Ein Ausschnitt des resultierenden Graustufen-Bildes ist in Abbildung 4.9 zu sehen. Mit einer Bildbearbeitungssoftware wurde der Verlauf der Kante ermittelt¹⁰ (—) und anschließend die Pixelanzahl des Radius bestimmt. Dazu wurde eine Kurvenanpassung mit der Kreisfunktion an gegenüberliegenden Bereichen durchgeführt, die zusammen über 75 % des Umfanges abdecken (—), Abbildung 4.9 zeigt einen vergrößerten Ausschnitt.

Mit diesem Verfahren wurden neben dem Radius der Graphit-Blende auch die Radien von zwei Metall-Blenden (M1 und M2) vermessen, die durch die Messung an etablierten Messplätzen [144, 156, 157] bekannt sind. Aus dem

⁹ CanoScan 5600F der Canon K. K. mit einer Auflösung von $4800/2,54 \text{ cm}^{-1}$ [155].

¹⁰ Zur Kantenerkennung wurde der Laplace-Filter der Bildbearbeitungssoftware GIMP 2.5.11 benutzt (siehe <http://docs.gimp.org/de/filters-edge.html>).

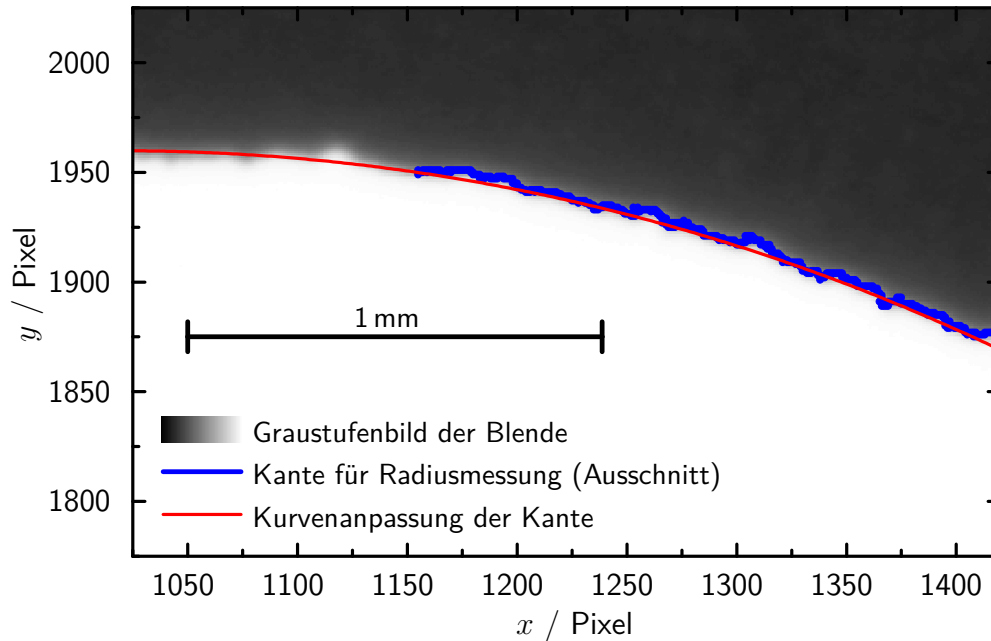


Abb. 4.9: Messung des Radius der Graphit-Blende Der Verlauf der Blendenkante ergibt sich aus den Wendepunkten des Verlaufs der Graustufenwerte (Laplace-Filter). Aus der Kurvenanpassung an diese Kante resultiert ein Radius von $r_B^*[C] = (874 \pm 10)$ Pixel.

Verhältnis der Pixelanzahlen von Graphit- und M1-Blende lässt sich so der Radius der Graphit-Blende bei Raumtemperatur ermitteln

$$r_B^*[C] = (4,596 \pm 0,052) \text{ mm} . \quad (4.17)$$

Durch den Vergleich der beiden ähnlich aufgebauten Blenden spielen Einflüsse der Beleuchtung bei der Messung kaum eine Rolle.

Zur Kontrolle wurde der Radius der zweiten Metall-Blende (M2) ebenso bestimmt $r_B[M2] = (2,4693 \pm 0,0067)$ mm. Dieser Wert stimmt innerhalb der auftretenden Unsicherheiten mit den Messwerten der Messplätze aus Ref. [144,156,157] überein, so ergibt die Messung mit dem Blenden-Komparator [144] z. B.: $r_B[M2] = (2,4732 \pm 0,0031)$ mm. Trotz des hier beschriebenen, einfachen Verfahrens ist die relative Unsicherheit von ca. 0,3% nur 2 bis 5 mal größer als die Unsicherheit der etablierten und deutlich aufwendigeren Messplätze. Die höhere Unsicherheit bei der Bestimmung des Radius der Graphit-Blende resultiert aus der leicht körnigen Struktur des Graphits und der daraus resultierenden unregelmäßigeren Kante der Blende (siehe Abbildung 4.9).

Laserprofil an der Probenposition Mit dem in Abbildung 4.1 auf Seite 71 dargestellten Modul wurde die Verteilung der Energiedichte des Laserstrahls an der Probenposition untersucht. Dazu wurde in einer Ebene ca. 1 cm oberhalb der Probenposition in einem 0,5 mm-Raster die Energiedichte gemessen. Abbildung 4.10 zeigt das auf den Maximalwert normierte, zweidimensionale Strahlprofil an der Probenposition. In der zweidimensionalen Darstellung sind auch die Konturen der Probe und der zuvor vermessenen Graphit-Blende mit eingezeichnet.

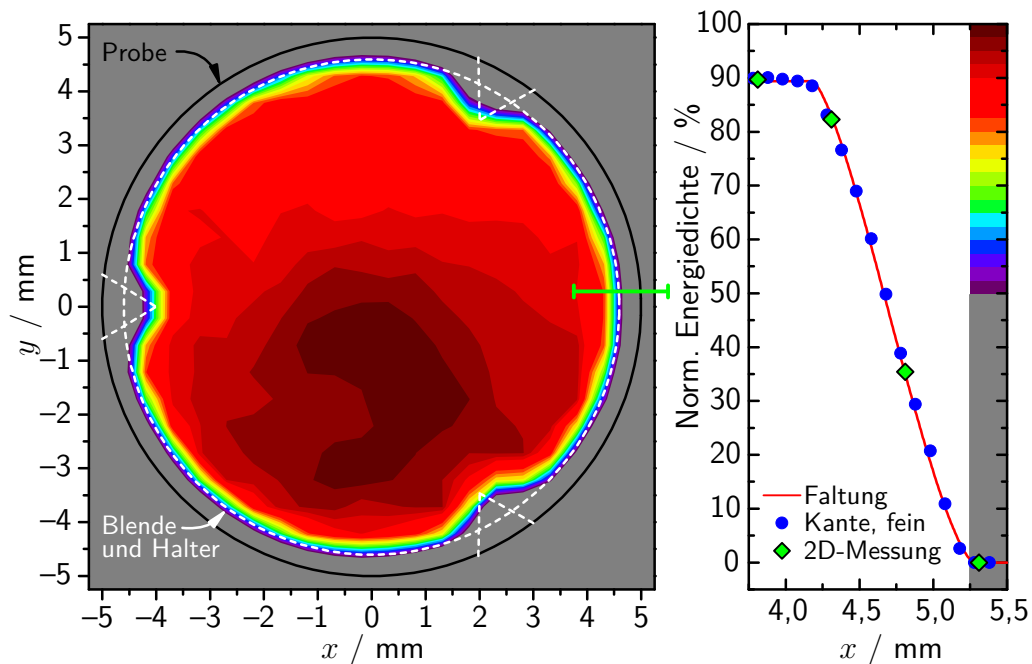


Abb. 4.10: Verteilung der Energie des Laserstrahls an der Probenposition Im linken Graphen ist die zweidimensionale Verteilung der Energiedichte gemeinsam mit den Abmessungen der Probe und der Graphit-Blende abgebildet. Es sind die Konturlinien der auf den Maximalwert normierten Messwerte in 2,5%-Schritten dargestellt (Farbskala ganz rechts).

Der rechte Graph zeigt die Messungen des Randbereichs (— im linken Graphen) zusammen mit der theoretischen Kurve, die bei einem instantanen Anstieg der Energiedichte zu erwarten ist.

Durch den endlichen Durchmesser der Mess-Blende des Energiedichte-Moduls kommt es automatisch zu einer Mittelung über diese ca. 1 mm^2 große Fläche. Die Faltung der geometrischen Überlagerung mit der eigentlichen Energiedichteverteilung führt besonders am Rand der Graphit-Blende zur „Glättung“ der Messwerte. Da eine Entfaltung der Messdaten sehr aufwendig und häufig mit numerischen Artefakten verbunden ist, wurde hier die These

einer senkrechten Flanke des Energieprofils überprüft. Der *rechte Teil* der Abbildung 4.10 zeigt das Ergebnis der geometrischen Überlagerung der Mess-Blende mit der Graphit-Blende (—). Zusätzlich wurde die Kante des Energieprofils in 0,1 mm-Schritten abgetastet (●), um die Übereinstimmung mit der theoretischen Faltungskurve und der zweidimensionalen Messung des Strahlprofils zu überprüfen. Wie sich zeigt, stimmen die Messdaten gut mit der Faltungskurve überein, sodass von einem instantanen Anstieg der Energiedichte am Rand des Profils ausgegangen werden kann.

In Abbildung 4.10 ist auch der Abfall der Energiedichte am Rand der Probe auf 90 % bis 85 % zu erkennen [140], der bereits nach den Voruntersuchungen des freien, kollimierten Laserstrahls zu erwarten war (vergleiche Abbildung 4.4). Außerdem ist eine leichte Abweichung von der Rotationssymmetrie zu beobachten. Der Abfall der Energiedichte wird bei der analytischen Beschreibung der Energieverteilung durch $q_r(r)$ berücksichtigt. Eine nicht-rotationssymmetrische Lösung der Wärmeleitungsgleichung würde einen erheblichen mathematischen Aufwand bedeuten, sodass die geringe Symmetrieabweichung unberücksichtigt bleibt. Wegen der geringen Energiedifferenz und der räumlichen Mittelung bei der Beobachtung ist zudem davon auszugehen, dass der Effekt auf den zeitlichen Verlauf der Temperaturänderung vernachlässigbar ist.

Parameter der räumlichen Energieverteilung $q_r(r)$ In diesem Schritt sollen nun die Parameter der rotationssymmetrischen Energieverteilung $q_r(r)$ bestimmt werden. Dazu wurde aus der zweidimensionalen Energieverteilung durch die Mittelung aller Werte in einem gewissen Radiusintervall eine mittlere, radiale Energieverteilung berechnet (◆ in Abbildung 4.11). Die Parameter können nun durch die in Abbildung 4.11 dargestellte Kurvenanpassung an die Funktion $q_r[c_r, r_L](r)$, mit

$$q_r[c_r, r_L](r) = \begin{cases} 0 & r > r_L \\ 1 + c_r J_0\left(x_1 \frac{r}{r_L}\right) & r \leq r_L, \end{cases} \quad (4.18)$$

ermittelt werden. Dabei sind J_0 und J_1 die ersten ganzzahlige Bessel-Funktionen erster Gattung und x_i die i -te Nullstelle von J_1 , somit ist $x_1 \approx 3,8317$. Ein ähnlicher funktionaler Zusammenhang für $q_r(r)$ ist in Ref. [122] zu finden, allerdings ohne eine begrenzende Blende bzw. ohne r_L .

Durch die Bessel-Funktion J_0 in Gleichung (4.18) kann einerseits die Form des Energieprofils gut beschrieben werden. Andererseits konnte in Anhang A.3 eine analytische Lösung für den radialen Entwicklungskoeffi-

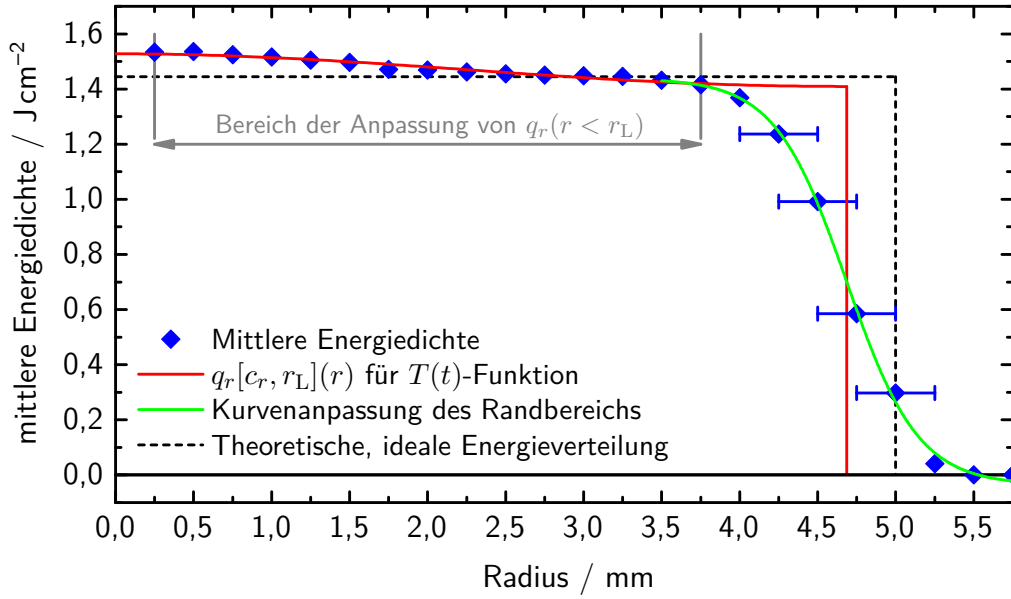


Abb. 4.11: Bestimmung der Parameter der räumlichen Energieverteilung $q_r(r)$ Die in Abbildung 4.10 gezeigten Daten wurden in 0,5 mm breiten Radiusintervallen gemittelt (im Randbereich durch \blacksquare veranschaulicht). Die Funktion $q_r(r)$ nach Gleichung (4.18) (—) beschreibt das radiale Energieprofil (Details zur Kurvenanpassung siehe Text). Zum Vergleich ist die ideale Energieverteilung (---) mit eingezeichnet, so wie sie im häufig verwendeten Cape-Lehman-Modell [116] vorausgesetzt wird (siehe Abschnitte 2.3.2 und 5.1).

zienten aus der Lösung der Wärmeleitungsgleichung (siehe Abschnitt 5.1) ermittelt werden. Über diesen Entwicklungskoeffizienten geht die Energieverteilung des Laserstrahls mit in die analytische Beschreibung der in Kapitel 5 untersuchten Temperaturänderung ein.

Wie bereits im vorherigen Absatz diskutiert, resultiert die Glättung der senkrechten Flanke der Energieverteilung aus dem nicht-infinitesimalen Durchmesser der Mess-Blende. Aus der Mittelung der Energiedichten über 0,5 mm breite Radiusintervalle (\blacksquare in Abbildung 4.11) ergibt sich eine zusätzliche Glättung. Deshalb wurde die Position der senkrechten Flanke, die dem Laserradius bei Raumtemperatur r_L^* entspricht, über den Wendepunkt der sigmoidalen Funktion

$$f[r_L^*](r) = e_2 + \frac{e_1 - e_2}{1 + \exp\left[\frac{r - r_L^*}{\Delta r}\right]} \quad (4.19)$$

bestimmt (—). Der Parameter c_r wurde direkt mit einer Kurvenanpassung

von Gleichung (4.18) über den in Abbildung 4.11 gekennzeichneten Bereich ermittelt. Es ergeben sich

$$c_r = 0,0585 \pm 0,0038 , \quad (4.20)$$

$$r_L^* = (4,686 \pm 0,015) \text{ mm} , \quad (4.21)$$

mit den Unsicherheiten der jeweiligen Kurvenanpassung. Somit ist die Differenz zwischen dem effektiven Radius des Laserstrahls r_L^* und dem Blendenradius bei Raumtemperatur $r_B^*[C]$

$$r_L^* - r_B^*[C] = (0,090 \pm 0,055) \text{ mm} \quad (4.22)$$

und die beiden Werte stimmen innerhalb ihrer erweiterten Unsicherheit überein. Der etwas größere Wert von r_L^* kann möglicherweise auch auf die Divergenz des Laserstrahls oder die Streuung an der Blende zurückgeführt werden und könnte deshalb auch real sein. Eine zukünftige Messung des Blendenradius ermöglicht daher, unter der Prämisse einer konstanten Differenz, eine einfache Anpassung des Parameters r_L^* .

Wie bei der Messung der Laserenergie (siehe Abschnitte 4.4.1 und 4.4.2), muss auch hier die thermische Ausdehnung der Graphit-Blende berücksichtigt werden. Der endgültige Wert für den Parameter r_L aus Gleichung (4.18) ergibt sich aus der thermischen Ausdehnung $\Delta l/l_0$ der Blende und der konstanten Differenz der Radien aus Gleichung (4.22)

$$r_L[C](T_{TE}) = \frac{\Delta l(T_{TE})}{l_0} \cdot r_B^*[C] + r_L^* \quad (4.23)$$

mit $\frac{\Delta l(T_{TE})}{l_0} \approx a_l + b_l \cdot T_{TE} + c_l \cdot T_{TE}^2$.

Bei der Verwendung des Aluminiumoxid-Probenhalters mit Molybdän-Blende müssen lediglich die Werte der thermischen Ausdehnung und des Blenden-durchmessers angepasst werden (siehe Abschnitt 4.5).

4.4.4 Zeitliches Profil des Laserpulses

Neben den in Abschnitt 4.2 zusammengefassten Untersuchungen zur Charakterisierung des Lasers der kommerziellen Laser-Flash-Anlage wurde zu Beginn dieser Arbeit auch das zeitliche Profil des Laserpulses vermessen. Zur sogenannten Pulskorrektur bei der Messung der Temperaturleitfähigkeit wird eine Photodiode verwendet, die unterhalb der Streulichtblende ((B)

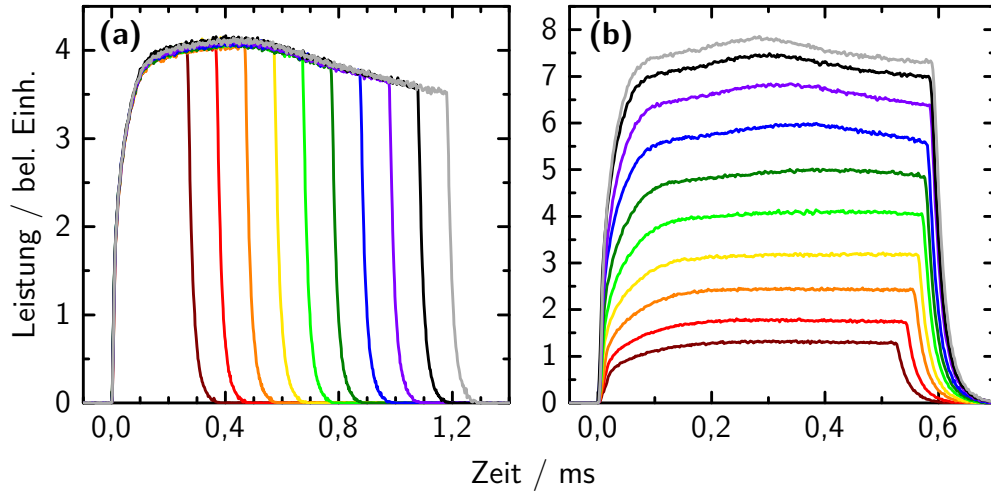


Abb. 4.12: Variation des zeitlichen Profils des Laserpulses

Systematische Änderungen der Pulsform bei der Variation der

(a) nominellen Pulsdauer: $U_L = 600$ V und $\Delta t_L = (0,3 \dots 1,2)$ ms,

(b) Kondensatorspannung: $U_L = (410 \dots 830)$ V und $\Delta t_L = 0,6$ ms.

in Abbildung 4.6) montiert ist. Diese detektiert die am Staub der Luft gestreute Laserstrahlung. Abbildung 4.12 zeigt einige Beispiele der insgesamt 100 gemessenen zeitlichen Pulsprofile, die sich aus der Kombination von Kondensatorspannung U_L und nomineller Pulsdauer Δt_L ergeben (Details zu U_L und Δt_L siehe Abschnitt 4.2).

Da das Auslesen der Photodiode bei der dynamischen Emissionsgradmessung technisch nicht möglich ist, wird die in Abbildung 4.12 erkennbare Systematik der Pulsformen ausgenutzt. Dazu wird die in Ref. [118: Gl. (16)] vorgeschlagene analytische Beschreibung des Profils $q_t(t)$ mit der Substitution $c_t = \exp[1 \text{ ms}/t_2]$ und somit $e^{-\tau/t_2} = c_t^{-\tau}$ verwendet, sodass

$$q_t(t) = \begin{cases} \frac{1}{\mathcal{N}}(1 - e^{-t/t_1}) \cdot c_t^{-t} & t < \tau \\ \frac{1}{\mathcal{N}}(1 - e^{-\tau/t_1}) \cdot c_t^{-\tau} \cdot e^{-(t-\tau)/t_3} & t \geq \tau \end{cases} \quad (4.24)$$

mit $\mathcal{N} = \int_0^\infty q_t(t') dt'$.

Die Parameter t_1 , c_t , t_3 und τ wurden für jede der 100 gemessenen Pulsformen durch eine individuelle Kurvenanpassung berechnet. Die Abhängigkeit dieser Parameter von der Kondensatorspannung U_L und der nominellen Pulsdauer Δt_L ist in Abbildung 4.13 zusammengefasst.

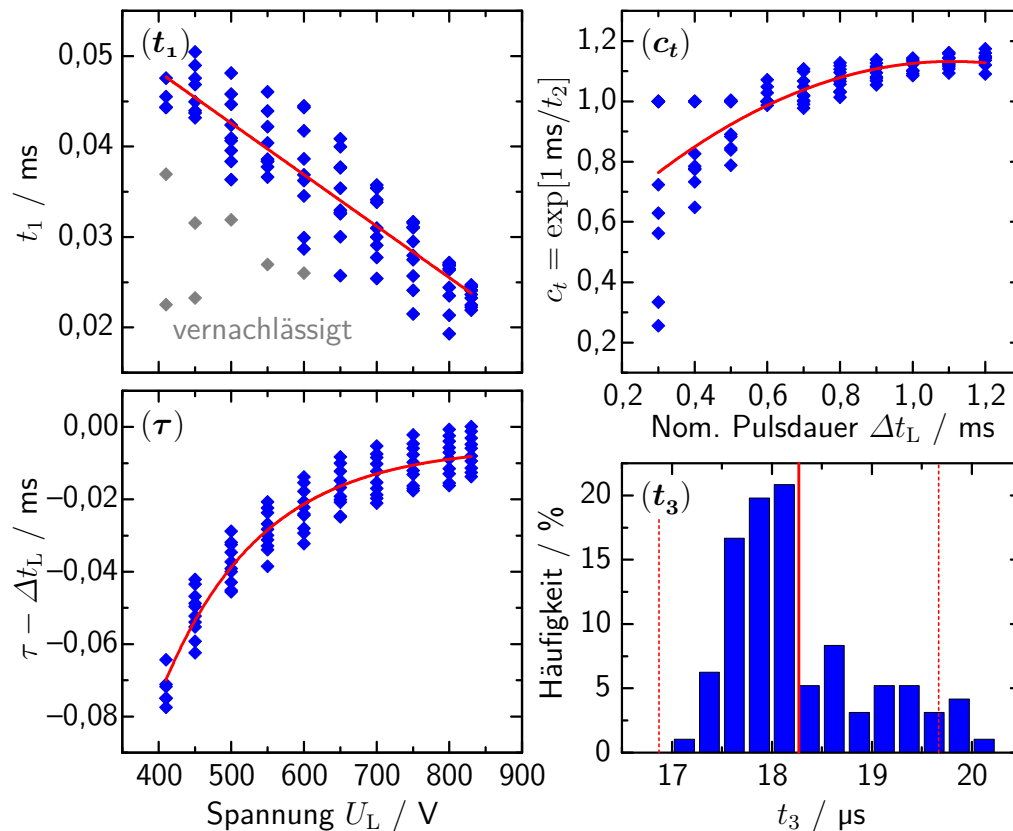


Abb. 4.13: Parameter von $q_t(t)$ in Abhängigkeit der Lasereinstellungen Diese können wie folgt interpretiert werden:

- (t_1) Der Anstieg der Laserleistung zu Beginn des Pulses hängt linear von der Kondensatorspannung ab.
- (c_t) Der Verlauf des Pulsplateaus ist von der nominellen Pulsdauer abhängig.
- (τ) Mit zunehmender Spannung wird die Differenz zwischen der nominellen und der tatsächlichen Pulsdauer geringer.
- (t_3) Der rasche Abfall der Laserleistung am Ende des Pulses ist unabhängig von den Einstellungen des Lasers.

Das zeitliche Profil des Laserpulses kann somit aus den Einstellungen des Lasers berechnet werden. In Abbildung 4.14 sind für unterschiedliche Einstellungen des Lasers die Messungen und die aus der globalen Kurvenanpassung resultierenden Profile einander gegenübergestellt. Es wird deutlich, dass auch ohne eine individuelle Messung eine gute analytische Beschreibung der Pulsform $q_t(t)$ erreicht werden kann.

Durch die Berücksichtigung von $q_t(t)$ bei der Lösung der Wärmeleitungsgleichung in Abschnitt 2.3.2 wird der endlichen Pulsdauer Rechnung getragen. In Abschnitt 5.1 wird das daraus resultierende Integral in $\Delta T(t)$ analytisch gelöst, sodass eine sehr effiziente Berechnung der Temperaturänderung möglich ist.

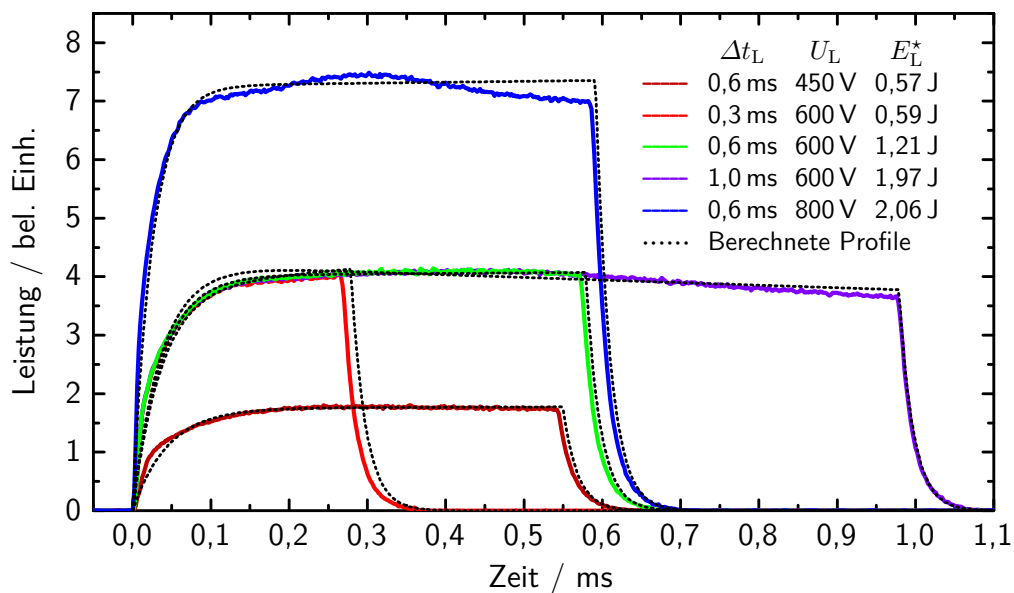


Abb. 4.14: Übereinstimmung der berechneten und gemessenen, zeitlichen Laserprofile Die aus den Lasereinstellungen berechneten Profile geben den individuellen Verlauf der einzelnen Messungen gut wieder. Neben der nominellen Pulsdauer Δt_L und der Kondensatorspannung U_L ist die Energie an der Probenposition E_L^* in der Legende angegeben.

4.5 Aluminiumoxid-Probenhalter mit Molybdän-Blende

Besonders bei der Untersuchung metallischer Proben kann es bei den auftretenden Temperaturen zur Bildung von Carbiden kommen. Auch Keramiken reagieren zum Teil mit dem Graphit des Standardprobenhalters. Dies würde zum einen zur Verunreinigung der Probe und somit zur Verfälschung der Messergebnisse führen. Zum anderen ist eine Beschädigung der Messapparatur denkbar, da der Schmelzpunkt der Carbide unterhalb der Schmelzpunkte der Einzelsubstanzen liegt. Zum Beispiel liegt für Eisen und Kohlenstoff der eutektische Punkt rund 300 °C unterhalb der Schmelztemperatur von Eisen.

Aus diesem Grund ist für die kommerzielle Laser-Flash-Anlage auch ein Probenhalter aus Aluminiumoxid erhältlich. Diese Keramik ist inert gegenüber zahlreichen Materialien. Allerdings erlaubt dieser Probenhalter nur eine Maximaltemperatur von ca. 1650 °C, im Vergleich zu 2000 °C bei Verwendung des Graphit-Halters.

Modifikation des Aluminiumoxid-Probenhalters Wie bereits zu Beginn von Abschnitt 4.3 erläutert, ist für die Emissionsgradmessung eine scharfkantige Blende direkt unterhalb der Probe notwendig. Dazu wurde der Probenhalter aus Aluminiumoxid vergleichbar zu dem aus Graphit modifiziert (vergl. Abbildung 4.5). Da eine Bearbeitung der Aluminiumoxidteile kaum möglich ist, wurde ein neuer, zweiteiliger Einsatz für das Tragrohr konstruiert und aus hochreinem Aluminiumoxid hergestellt¹¹ (siehe (b) in Abbildung 4.15). Da Aluminiumoxid bei der Wellenlänge des Lasers transparent ist, muss eine metallische Blende verwendet werden, die auf dem unteren Teil des Einsatzes aufliegt. Als Blende kommt eine entsprechend bearbeitete 0,1 mm dicke Folie aus hochreinem Molybdän¹² zum Einsatz (siehe Abbildung 4.15).

Änderungen gegenüber Graphit-Halter Bei der Emissionsgradmessung mit dem Aluminiumoxid-Probenhalter ergeben sich gegenüber den Messungen mit dem Graphit-Halter im Wesentlichen zwei Änderungen. Zum einen muss der geänderte Blendendurchmesser berücksichtigt werden und zum anderen die etwas stärkere thermische Ausdehnung von Molybdän im Vergleich zu Graphit. Abbildung 4.16 zeigt die thermische Ausdehnung von Molybdän,

¹¹ Herstellung durch cesima ceramics; Reinheit über 99,7%.

¹² Reinheit über 99,95%; Lieferant: Alfa Aesar GmbH & Co KG.

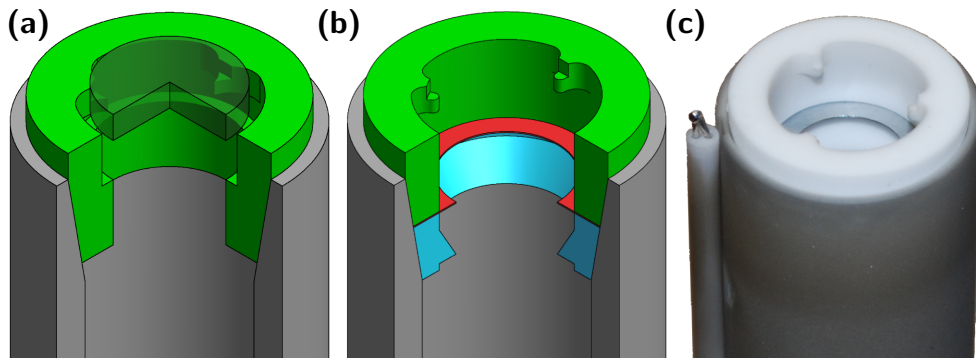


Abb. 4.15: Aluminiumoxid-Probenhalter mit Molybdän-Blende Die Probe wird auf den drei Vorsprüngen des Halters (*grün*) platziert, die gegenüber der Graphit-Variante leicht abgerundet sind (vergl. Abbildung 4.5).
 (a) Modell des Standardhalters mit Probe (*transparent*)
 (b) Modell des modifizierten Halters mit Molybdän-Folie als Blende (*rot*) und Blendenhalter (*blau*)
 (c) Foto des modifizierten Halters mit Thermoelement (Das Aluminiumoxid des Halterrohres ist durch ausgasende Proben verfärbt.)

die dem Nachschlagewerk von Touloukian et al. entnommen ist [158: S. 208], und zum Vergleich die für Graphit verwendete Ausgleichsfunktion mit ihren Unsicherheiten.

Der Durchmesser der Molybdän-Blende konnte, im Gegensatz zur Graphit-Blende, mit dem etablierten Blenden-Vergleichs-Messplatz [144] bestimmt werden, da es sich um eine metallische Blende handelt. Bei Raumtemperatur wurde eine Radius von

$$r_B^*[\text{Mo}] = (4,493 \pm 0,006) \text{ mm} \quad (4.25)$$

ermittelt. Diese beiden Änderungen wirken sich auf die folgenden Aspekte der Emissionsgradmessung aus.

- *Energiemessung* Bei der in situ Messung der Energie des Laserstrahls (siehe Abschnitt 4.4.2) muss bei der Berechnung der Energie an der Probenposition E_L aus der Messung bei Raumtemperatur E_L^* nach Gleichung (4.16) die etwas größere thermische Ausdehnung der Blende berücksichtigt werden. Außerdem verringert sich der Unsicherheitsbeitrag zur Energiemessung von $u_{E_L, \text{rel.}}(\Delta l/l_0) \approx (0,12 \dots 0,28) \%$ für Graphit (siehe Tabelle 4.3) auf $u_{E_L, \text{rel.}}(\Delta l/l_0) \approx (0,06 \dots 0,13) \%$ für Molybdän, da die Literaturwerte für die thermische Ausdehnung weniger stark variieren (siehe Abbildung 4.16). Die Gesamtunsicherheit

der Energiemessung verringert sich dadurch allerdings kaum und liegt weiterhin bei $u_{\text{rel.}}(E_L) \approx (0,4 \dots 0,8) \%$.

- *Radiales Energieprofil* Wie bereits in Abschnitt 4.4.3 erläutert, können die Parameter der rotationssymmetrischen Energieverteilung $q_r(r)$ (siehe Gleichung (4.18)) einfach angepasst werden, da bei einer ähnlich großen Blende, wie bei den Untersuchungen mit der Graphit-Blende, nur der effektive Radius des Laserstrahls r_L angepasst werden muss. Es kann davon ausgegangen werden, dass die Differenz zwischen dem effektiven Radius des Laserstrahls r_L^* und dem Blendenradius bei Raumtemperatur r_B^* konstant ist (siehe Gleichung (4.22)). Für den endgültigen Wert von r_L muss wieder die thermische Ausdehnung von Molybdän berücksichtigt werden. Somit gilt für die Messung mit dem Aluminiumoxid-Probenhalter (vergl. Gleichung (4.23))

$$r_L[\text{Mo}](T_{\text{TE}}) = \left(1 + \frac{\Delta l(T_{\text{TE}})}{l_0} [\text{Mo}] \right) r_B^*[\text{Mo}] + (r_L^* - r_B^*[\text{C}]) \quad . \quad (4.26)$$

Über die, in Abschnitt 5.1 beschriebene, Lösung der Wärmeleitungsgleichung geht die Energieverteilung des Laserstrahls $q_r(r)$ mit in die analytische Beschreibung der in Kapitel 5 untersuchten Temperaturänderung ein.

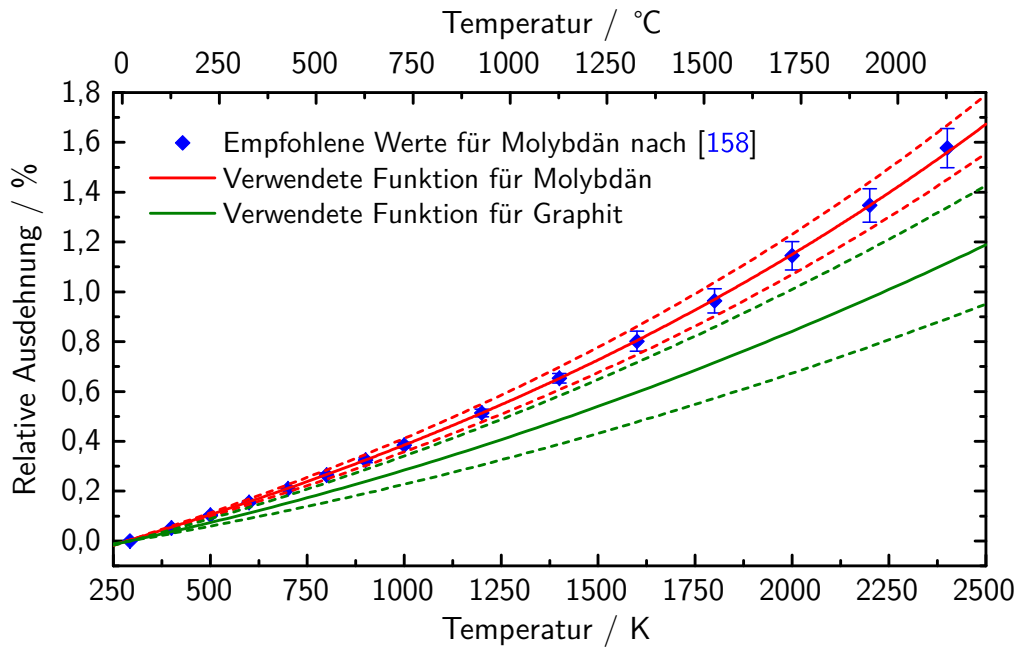


Abb. 4.16: Thermische Ausdehnung von Molybdän und Graphit Die aus zahlreichen Quellen errechneten empfohlenen Werte für *Molybdän* aus Ref. [158: S. 208] wurden mit einem Polynom 3. Grades approximiert. Die relative Unsicherheit (---) wurde mit 7% abgeschätzt. Für *Graphit* genügte für die Ausgleichsfunktion von $\Delta l/l_0(T)$ ein Polynom 2. Grades (siehe Abschnitt 4.4.1) und die Unsicherheit (---) wurde, aufgrund der Variation der Literaturwerte [154: S. 24–138], auf 20% geschätzt.

5 Bestimmung des adiabatischen Temperaturhubes

Für die Berechnung des Emissionsgrades ist der adiabatische Temperaturhub entscheidend. In Abschnitt 5.1 wird die Theorie des Flash-Verfahrens an die dynamische Emissionsgradmessung angepasst. Daraus resultiert ein physikalisches Modell, das die beobachtbare Temperaturänderung beschreibt, sodass der adiabatische Temperaturhub durch eine Kurvenanpassung ermittelt werden kann. Um die Absolutmessung der Temperaturänderung im Millisekunden-Bereich zu ermöglichen, war die Entwicklung eines dafür angepassten Strahlungsthermometers, dem LP5-HS, notwendig. Dieses wird in Abschnitt 5.2 charakterisiert und die Kalibrierung der beiden Messmodi diskutiert. In Abschnitt 5.3 wird die praktische Analyse der Messdaten erläutert, die schließlich zum adiabatischen Temperaturhub führt.

5.1 Anpassung der Theorie des Flash-Verfahrens an die dynamische Emissionsgradmessung

Mit den Gleichungen aus Abschnitt 2.3.2 ist die dynamische Komponente der Temperaturverteilung $\Delta T(r, z, t)$ für den Fall der dynamischen Emissionsgradmessung vollständig beschrieben. In diesem Abschnitt werden die auftretenden Integrale und transzendenten Gleichungen gelöst bzw. angenähert. Außerdem werden die Funktionen zur Beschreibung der zeitlichen und räumlichen Verteilung des Laserpulses integriert.

Mit diesen Ergebnissen kann in Abschnitt 5.3 eine Parameteranpassung des zeitlichen Verlaufs des Temperaturhubes an die Messwerte durchgeführt werden. Damit kann die adiabatische Temperaturänderung ΔT_{adb} zur Berechnung des Emissionsgrades (siehe Abschnitt 7.3) schließlich bestimmt werden.

In den folgenden Absätzen und den Anhängen A.2 und A.3 werden die auftretenden Effekte einzeln diskutiert. Zur besseren Übersicht ist im Folgenden die dynamische Komponente der Lösung der Wärmeleitungsgleichung (Gleichungen (2.73) bis (2.78) aus Abschnitt 2.3.2) noch einmal zusammengefasst

$$\frac{\Delta T(r, z, t)}{\Delta T_{\text{adb.}}} = \sum_{i,n=1}^{\infty} C_n(z) D_i(r) \int_0^t q_t(t') \exp[-\alpha(t-t')\omega_{in}] dt' , \quad (5.1)$$

mit den Komponenten

$$C_n(z) = \frac{2Z_n \left(Z_n \cos\left(Z_n \frac{z}{d}\right) + Y_z \sin\left(Z_n \frac{z}{d}\right) \right)}{Z_n^2 + 2Y_z + Y_z^2} , \quad (5.2)$$

$$D_i(r) = \frac{2 J_0\left(R_i \frac{r}{r_0}\right)}{J_0(R_i)^2 + J_1(R_i)^2} \int_0^{r_0} \frac{r'}{r_0^2} q_r(r') J_0\left(R_i \frac{r'}{r_0}\right) dr' , \quad (5.3)$$

$$\omega_{in} = \frac{R_i^2}{r_0^2} + \frac{Z_n^2}{d^2} . \quad (5.4)$$

Die Funktionen $Z_n(Y_z)$ und $R_i(Y_r)$ sind für $i, n = 1, 2, \dots$ definiert durch

$$\left(Z_n^2 - Y_z^2 \right) \tan(Z_n) = 2 Z_n Y_z , \quad (5.5)$$

$$R_i J_1(R_i) = Y_r J_0(R_i) . \quad (5.6)$$

Näherungen für $Z_n(Y_z)$ und $R_i(Y_r)$ Die Lösungen $Z_n(Y_z)$ und $R_i(Y_r)$ der transzendenten Gleichungen (5.5) und (5.6) können nur numerisch berechnet werden. Die beiden Biot-Zahlen Y_z und Y_r sind freie Parameter beim späteren Fit der Messdaten. Da die numerische Lösung der Gleichungen verhältnismäßig zeitaufwendig ist, ist eine polynomielle Näherung für $Z_n(Y_z)$ und $R_i(Y_r)$ notwendig. Diese wurde erstmals im Artikel von Cape und Lehman [116] angegeben und später weiter verfeinert [117, 118]. In dieser Arbeit wird eine korrigierte Version der Näherung für $Z_n(Y_z)$ aus Ref. [118] verwendet und eine im Rahmen dieser Arbeit neu berechnete Näherung für $R_i(Y_r)$. Die Formeln und Koeffizienten der polynomiellen Näherungen sind in Anhang A.2 zu finden.

ΔT an Vorder- und Rückseite der Probe – $C_n(z)$ Die axiale Temperaturverteilung wird durch den Entwicklungskoeffizienten $C_n(z)$ bestimmt. Von Interesse sind hierbei die Vorder- und Rückseite der Probe. An der Probenvorderseite ($z = 0$) wird die Laser-Strahlung absorbiert, somit ist

die Erwärmung dort am größten. Die maximale Temperatur an der Proben-
vorderseite ist wichtig um einschätzen zu können, dass es nicht zu laserin-
duzierten Schmelzvorgängen kommt. Außerdem kann so beurteilt werden,
inwiefern die Voraussetzungen konstanter Materialparameter erfüllt sind
(siehe Abschnitt 8.3 auf Seite 217). Für die Probenvorderseite ergibt sich
mit Gleichung (5.2)

$$C_n(z = 0) = \frac{2Z_n^2}{Z_n^2 + 2Y_z + Y_z^2} . \quad (5.7)$$

Für die Auswertung der dynamischen Emissionsgradmessung wird der Tem-
peraturverlauf $\Delta T(t)$ an der Probenrückseite ($z = d$) gemessen. Mit Glei-
chung (5.2) ergibt sich für die Messung

$$C_n^M := C_n(z = d) , \quad (5.8)$$

$$= \frac{2Z_n (Z_n \cos(Z_n) + Y_z \sin(Z_n))}{Z_n^2 + 2Y_z + Y_z^2} . \quad (5.9)$$

Im Vergleich zum obigen Ergebnis für C_n^M ist dieser Koeffizient in der Arbeit
von Cape und Lehman etwas einfacher formuliert [116: Gl. (14)]¹

$$C_n^M = (-1)^n \frac{2Z_n^2}{Z_n^2 + 2Y_z + Y_z^2} \quad n = 0, 1, \dots . \quad (5.10)$$

Dieser vereinfachte Ausdruck für $C_n(z = d)$ ist möglich, da durch Glei-
chung (5.5) die Funktion $Z_n(Y_z)$ gerade so definiert ist, dass die folgenden
transzendenten Gleichungen numerisch äquivalent sind

$$Z_n \cos(Z_n) + Y_z \sin(Z_n) = (-1)^n Z_n \quad n = 0, 1, \dots , \quad (5.11)$$

$$(Z_n^2 - Y_z^2) \tan(Z_n) = 2 Z_n Y_z \quad n = 0, 1, \dots . \quad (5.12)$$

Der einfachere Ausdruck für C_n^M nach Gleichung (5.10) wird im weiteren Ver-
lauf dieser Arbeit verwendet. Dabei ist zu beachten, dass diese Vereinfachung
nur für den Laufindex $n = 0, 1, \dots$ gilt, da n nun explizit in Gleichung (5.10)
auftaucht. Dies führt zu einer Umdefinition der Summationsindizes in Glei-
chung (5.1) ($i, n = 1, 2, \dots \mapsto i, n = 0, 1, \dots$). Da sich die Indizes sonst
nur auf die Benennung der Lösungen der transzendenten Gleichungen (5.5)
und (5.6) beziehen, ist dies problemlos möglich. Diese Nomenklatur für
 $Z_n(Y_z)$ und $R_i(Y_r)$ ist bereits in Anhang A.2 berücksichtigt.

¹ Wegen der unterschiedlichen Normierung von $\Delta T(r, z, t)$ entfällt hier der Faktor „ α/d “
(Nomenklatur angepasst).

Radiales Laserprofil – $D_i(r)$ Für die Berechnung des radialen Entwicklungskoeffizienten $D_i(r)$ muss davon ausgegangen werden, dass die Probe auf der Vorder- und Rückseite jeweils einen räumlich homogenen Absorptions- bzw. Emissionsgrad hat. Dadurch ist die durch $q_r(r)$ beschriebene radiale Temperaturverteilung innerhalb der Probe auf deren Vorderseite ($z = 0$) gleich der radialen Energieverteilung des absorbierten Laserstrahls. Das räumliche Energieprofil des bei der dynamischen Emissionsgradmessung verwendeten Lasers entspricht einer abgeflachten Gauß-Kurve (siehe Abschnitt 4.2). Außerdem muss bei der Emissionsgradmessung der Laser die Probe leicht unterstrahlen. Deshalb ist eine Blende unterhalb der Probe installiert, sodass nur der zentrale relativ homogene Teil des Laserstrahls auf die Probe trifft (siehe Abschnitt 4.3). Die resultierende Energieverteilung $q_r(r)$ kann durch die folgende Funktion aus Gleichung (4.18) gut approximiert werden

$$q_r(r) = \begin{cases} 0 & r > r_L \\ 1 + c_r J_0\left(x_1 \frac{r}{r_L}\right) & r \leq r_L \end{cases}, \quad (5.13)$$

mit: $x_i \dots i$ -te Nullstelle von $J_1 \rightarrow x_1 \approx 3,8317 \dots$

Die Parameter der Verteilung r_L und c_r werden experimentell bestimmt (siehe Abschnitt 4.4.3). Ein ähnlicher funktionaler Zusammenhang für $q_r(r)$ ist in Ref. [122] zu finden, allerdings ohne eine begrenzende Blende. Außerdem wird dort eine andere Lösung der Wärmeleitungsgleichung verwendet.

Die analytische Lösung, die sich durch das Einsetzen von Gleichung (5.13) in Gleichung (5.3) ergibt, wird in Anhang A.3 diskutiert. Dabei kann die nicht-triviale Integration der Bessel-Funktionen bis zum Probenradius r_0 mit bekannten unbestimmten Integralen durchgeführt werden. Außerdem wird die nicht-infinitesimale Messfleckgröße berücksichtigt, indem über die radiale Temperaturverteilung innerhalb des Messradius r_M gemittelt wird. Es ergibt sich schließlich der für die Messung relevante Entwicklungskoeffizient D_i^M (siehe Gleichung (A.32) in Anhang A.3)

$$D_i^M = 4 \frac{r_L}{r_M} \frac{J_1\left(R_i \frac{r_L}{r_0}\right) J_1\left(R_i \frac{r_M}{r_0}\right)}{\left(R_i^2 + Y_r^2\right) J_0\left(R_i\right)^2} \left(1 - \frac{c_r J_0\left(x_1\right)}{\left(\frac{r_0}{r_L} \frac{x_1}{R_i}\right)^2 - 1}\right). \quad (5.14)$$

Für den idealisierten Grenzfall einer vollkommen homogenen Verteilung ($r_L \rightarrow r_0$ und $c_r \rightarrow 0$) ergibt sich für $D_i(r)$ der oft verwendete Zusammenhang nach Cape und Lehman [116] (siehe Gleichung (A.34) auf Seite 246).

Berücksichtigung der Pulsdauer Das zeitliche Profil der Probenerwärmung $q_t(t)$ entspricht dem zeitlichen Profil des Laserpulses, der an der Probenvorderseite absorbiert wird. In der Literatur werden verschiedene Vereinfachungen für $q_t(t)$ diskutiert, z. B. der einfachste Fall eines Rechteck-Profiles [116, 119], eine für Blitz-Lampen gute Näherung eines linear-exponentiellen Profils [159] oder die für Laser geeignete Näherung eines trapezförmigen Profils [159]. Diese zeitlichen Profile ermöglichen eine relativ einfache Lösung des auftretenden Integrals.

In Ref. [118] wird ein zeitliches Laser-Profil $q_t(t)$ vorgeschlagen, das die tatsächlichen Messungen sehr gut approximiert (siehe Abschnitt 4.4.4), jedoch ohne eine analytische Lösung des Problems. Für eine numerische Integration während des Fit-Prozesses müsste die natürliche Schrittweite der Messung verringert werden, um die Pulsform sinnvoll numerisch zu repräsentieren. Dies würde jedoch zu einer erheblichen Steigerung der Rechenzeit bei der Parameteranpassung führen. Deshalb wird bei der dynamischen Emissionsgradmessung mit der folgenden analytischen Lösung gearbeitet. Diese gute Näherung für das zeitliche Profil der Probenerwärmung bzw. der Laser-Energie lautet [118: Gl. (16)]

$$q_t(t) = \begin{cases} \frac{1}{\mathcal{N}}(1 - e^{-t/t_1}) \cdot e^{-t/t_2} & t < \tau \\ \frac{1}{\mathcal{N}}(1 - e^{-\tau/t_1}) \cdot e^{-\tau/t_2} \cdot e^{-(t-\tau)/t_3} & t \geq \tau \end{cases} \quad (5.15)$$

mit: $\mathcal{N} = \int_0^\infty q_t(t') dt'$.

Die Parameter t_1 , t_2 , t_3 und τ werden in Abhängigkeit der Einstellungen des Lasers berechnet. In Abschnitt 4.4.4 werden dazu 100 Kombinationen der Kondensatorspannung U_L und der nominellen Pulsdauer Δt_L analysiert. Somit ergibt sich für die Faltung von $q_t(t)$ mit dem Temperaturverlauf für infinitesimale Pulse nach Gleichung (5.1)

$$\int_0^t q_t(t') \exp[-\alpha(t-t')\omega_{in}] dt' = e^{-\alpha\omega_{in}t} \int_0^t q_t(t') e^{\alpha\omega_{in}t'} dt' , \quad (5.16)$$

$$\begin{aligned} & \downarrow t > 2\tau \\ & \approx e^{-\alpha\omega_{in}t} \underbrace{\int_0^\infty q_t(t') e^{\alpha\omega_{in}t'} dt'}_{=: \mathcal{I}_{in}} . \end{aligned} \quad (5.17)$$

Für die Auswertung der Messdaten werden üblicherweise Zeiten $t > 2\tau$ betrachtet. Da das Abklingen des Laserpulses sehr schnell ist ($\propto e^{-t/t_3}$), kann der Übergang $t \rightarrow \infty$ bei der oberen Grenze des Integrals \mathcal{I}_{in} durchge-

führt werden.² Dieser Übergang führt zu einer deutlichen Vereinfachung der analytischen Lösung von \mathcal{I}_{in} . Aus den Gleichungen (5.15) und (5.17) ergibt sich nach der trivialen Integration der auftretenden Exponentialfunktionen

$$\begin{aligned} \mathcal{I}_{in} &= \frac{1}{\mathcal{N}} \left[\frac{c_t^{-\tau} e^{x_{in}} - 1}{\alpha\omega_{in} - \ln(c_t)} + \frac{c_t^{-\tau} e^{x_{in}} (e^{-x_1} - 1)}{\alpha\omega_{in} - t_3^{-1}} - \frac{c_t^{-\tau} e^{x_{in}-x_1} - 1}{\alpha\omega_{in} - t_1^{-1} - \ln(c_t)} \right], \\ \text{mit: } \mathcal{N} &= -\frac{c_t^{-\tau} - 1}{\ln(c_t)} - c_t^{-\tau} (e^{-x_1} - 1) t_3 + \frac{c_t^{-\tau} e^{-x_1} - 1}{t_1^{-1} + \ln(c_t)} \\ \text{und } x_1 &:= \tau/t_1, \quad x_{in} := \alpha\omega_{in}\tau, \quad c_t := e^{1/t_2} \quad (\Leftrightarrow e^{-\tau/t_2} = c_t^{-\tau}). \end{aligned} \quad (5.18)$$

Für den Grenzfall eines Rechteck-Profiles ($t_1 \rightarrow 0$, $c_t \rightarrow 1$ und $t_3 \rightarrow 0$) ergibt sich das aus Ref. [116, 119] bekannte Ergebnis³

$$\lim_{q_t \rightarrow \text{Rechteck}} \mathcal{I}_{in} = \frac{e^{\alpha\omega_{in}\tau} - 1}{\alpha\omega_{in}\tau}. \quad (5.19)$$

Endergebnis Für die Auswertung der dynamischen Emissionsgradmessung wurde versucht, das am weitesten entwickelte Modell aus der Literatur zur Theorie des Flash-Verfahrens [4–6, 115–122, 159–163] zugrunde zu legen. Dieses umfasst die Korrekturen für radiale und faziale Wärmeverluste und für das zeitliche und räumliche Profil des Heizpulses. Diese Korrekturen zum idealisierten Modell von Parker [6] ermöglichen eine genauere Bestimmung der adiabatischen Temperaturänderung $\Delta T_{\text{adb.}}$, die zur Berechnung des Emissionsgrades verwendet wird. Auch die analytische Beschreibung des Heizpulses durch $q_t(t)$ und $q_r(r)$ berücksichtigt die realen Messbedingungen (siehe Abschnitte 4.4.3 und 4.4.4). Dadurch sind eventuelle systematische Abweichungen von $\Delta T^{\text{M}}(t)$ gegenüber den Messdaten der Temperaturänderung bei der dynamischen Emissionsgradmessung verschwindend gering (siehe Abbildung 5.12 in Abschnitt 5.3.2). Dies erlaubt die Schlussfolgerung, dass die im Rahmen dieser Arbeit hergeleitete Formel für $\Delta T^{\text{M}}(t)$ alle wesentlichen Aspekte der Realität beschreibt.

Für den gemessenen zeitlichen Verlauf der Temperaturänderung der Probenrückseite $\Delta T^{\text{M}}(t)$ ergibt sich aus den obigen Gleichungen

² Bei typischen Messungen an Graphit ist der relative Fehler durch die veränderte Integrationsgrenze bereits bei dem ersten ausgewerteten Messpunkt kleiner als $4 \cdot 10^{-6}$ und nimmt für alle weiteren Messpunkte exponentiell ab.

³ Mit der Verwendung der Regel von Bernoulli und L'Hospital und des Satzes über das Vertauschen von Grenzwerten.

$$\Delta T^M(t) = \Delta T_{\text{adb.}} \sum_{i,n=0}^{\infty} C_n^M D_i^M \mathcal{I}_{in} \exp[-\alpha \omega_{in} t] . \quad (5.20)$$

Die funktionalen Abhängigkeiten der einzelnen Koeffizienten sind im Folgenden zusammen mit der Gleichungsnummer der jeweiligen Lösung angegeben. Dabei sind die internen Abhängigkeiten in geschweiften Klammern angegeben, feste Parameter in eckigen und die für die Parameteranpassung freien Variablen in runden Klammern.

$$\begin{aligned} Z_n &= Z_n(Y_z) && \text{siehe Gl. (A.13); S. 241,} \\ R_i &= R_i(Y_r) && \text{siehe Gl. (A.15); S. 242,} \\ C_n^M &= C_n^M\{Z_n\}(Y_z) && \text{siehe Gl. (5.10); S. 105,} \\ D_i^M &= D_i^M\{R_i\}[r_0, r_M, r_L, c_r](Y_r) && \text{siehe Gl. (5.14); S. 106,} \\ \omega_{in} &= \omega_{in}\{Z_n, R_i\}[r_0, d](Y_z, Y_r) && \text{siehe Gl. (5.4); S. 104,} \\ \mathcal{I}_{in} &= \mathcal{I}_{in}\{\omega_{in}, t_1, c_t, t_3, \tau\}[U_L, \Delta t_L, r_0, d](Y_z, Y_r, \alpha) && \text{siehe Gl. (5.18); S. 108.} \end{aligned}$$

In Abbildung 5.1 sind die Einflüsse der wichtigsten Parameter dargestellt. Die Zeit-Achse ist auf die Halbwertszeit $t_{0,5}$ des adiabatischen Idealfalls für α_0 skaliert [117]

$$t_{0,5} \approx 1,370 \frac{d^2}{\pi^2 \alpha_0} , \quad (5.21)$$

mit der nach Parker [6] auch die Temperaturleitfähigkeit berechnet werden kann. Die Temperatur ist auf den idealisierten adiabatischen Temperaturhub $\Delta T_{\text{adb.}}$ normiert. In Abbildung 5.1 Teil (b) ist auch der adiabatische Fall abgebildet (—), der dem Temperaturverlauf nach dem Parker-Modell entspricht.

Wie bereits erwähnt, ist die Temperatur an der Vorderseite der Probe $\Delta T_{\text{front}}(t)$ von Interesse, um die maximale Erwärmung der Probe zu berechnen. Für deren Berechnung ändert sich lediglich der axiale Entwicklungskoeffizient zu $C_n(0)$ (siehe Gleichung (5.7) auf Seite 105)

$$\begin{aligned} \Delta T_{\text{front}}(t) &= \Delta T_{\text{adb.}} \sum_{i,n=0}^{\infty} C_n(0) D_i^M \mathcal{I}_{in} \exp[-\alpha \omega_{in} t] , \\ &= \Delta T_{\text{front}}[r_M, r_L, c_r, U_L, \Delta t_L, r_0, d, Y_z, Y_r, \alpha, \Delta T_{\text{adb.}}](t) . \end{aligned} \quad (5.22)$$

Bei der Berechnung der Temperatur an der Probenvorderseite werden die Parameter verwendet, die zuvor bei der Kurvenanpassung der Temperatur der

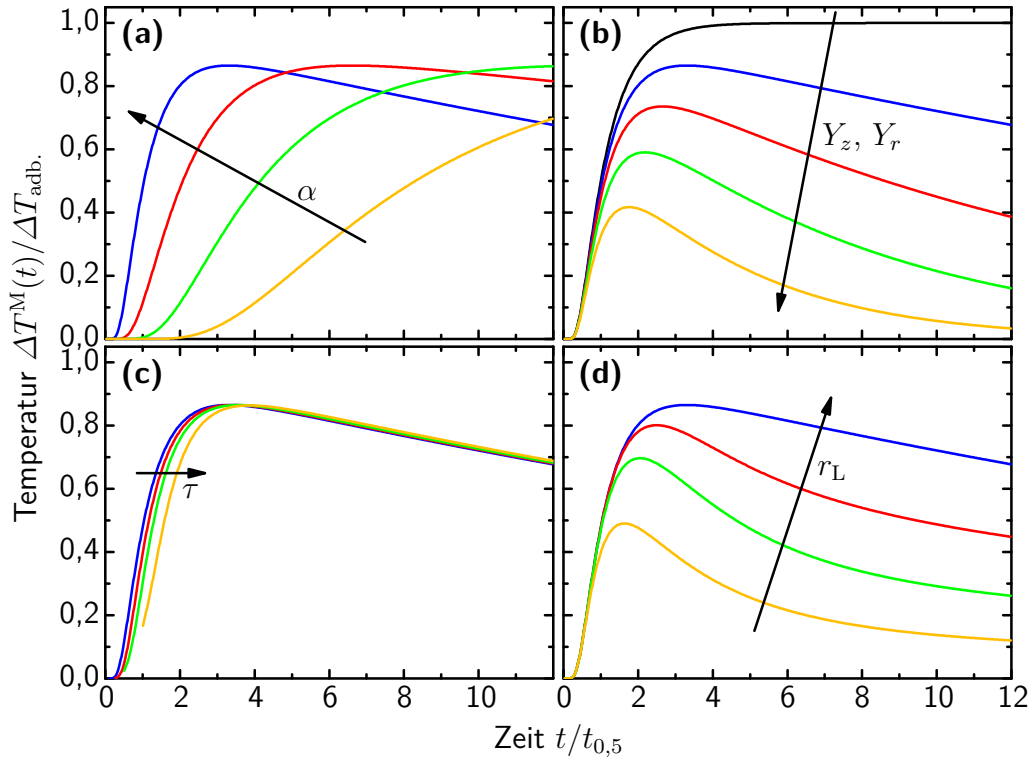


Abb. 5.1: Veranschaulichung der Lösung für $\Delta T^M(t)$ Es werden die folgenden Einflüsse variiert. (jeweils —; —; —; —)

- (a) Temperaturleitfähigkeit $\alpha/\alpha_0 = 1; 0,5; 0,25; 0,125$
- (b) Verlustparameter $Y_z = Y_r = 0$ (—); $0,1; 0,25; 0,5; 1$
- (c) Laserpulsdauer (Rechteck-Profil) $\tau/t_{0,5} = 0; 0,25; 0,5; 1$
- (d) Laserradius (flaches Profil $c_r = 0$) $r_L/r_0 = 1; 0,8; 0,6; 0,4$

Wenn nicht anders erwähnt, sind die sonstigen Bedingungen $\alpha = \alpha_0$; $r_0/d = 5/2$; $Y_z = Y_r = 0,1$; $\tau = 0$ und $r_L = r_0$.

Probenrückseite $\Delta T^M(t)$ an die Messwerte erhalten wurden. Die Konvergenz der Reihenentwicklung von $\Delta T_{\text{front}}(t)$ ist weniger stark als die von $\Delta T^M(t)$, da in $C_n(0)$ der alternierende Vorfaktor $(-1)^n$ fehlt (siehe Gleichungen (5.7) und (5.10)). Dadurch ist die Berechnung der maximalen Temperatur auf der Probenvorderseite, die zum Zeitpunkt $t = \tau$ herrscht, aufwendiger. Die Details dieser Berechnung werden in Schritt 7 in Abschnitt 5.3.2 erläutert und der Verlauf von $\Delta T_{\text{front}}(t)$ in Abbildung 5.13 gezeigt. Dabei sollte jedoch beachtet werden, dass in der hier diskutierten Theorie von einer homogenen Probe ausgegangen wird, sodass die Temperatur auf der Vorderseite einer beschichteten Probe deutlich von den so berechneten Werten abweichen kann.

5.2 Dediziertes Strahlungsthermometer: Linearpyrometer 5 – High Speed

Speziell für die radiometrische Bestimmung der Temperatur und der schnellen Temperaturänderung bei der dynamischen Emissionsgradmessung wurde ein neues Strahlungsthermometer entwickelt, das Linearpyrometer 5 – High Speed (LP5-HS). Im folgenden Abschnitt 5.2.1 werden der Aufbau und die wichtigsten Eigenschaften erläutert. Die weitere Charakterisierung des LP5-HS ist in Abschnitt 5.2.2 zu finden. In den letzten beiden Abschnitten wird die Kalibrierung des LP5-HS mit ihren Unsicherheiten erläutert. Dabei wird in Abschnitt 5.2.3 auf die Temperatur-Kalibrierung eingegangen und in Abschnitt 5.2.4 auf die Kalibrierung des neuen HS-Modus, der hochpräzise Temperaturmessungen mit Millisekunden-Auflösung ermöglicht.

5.2.1 Aufbau und Eigenschaften

5.2.1.1 Einführendes Beispiel und Überblick

Mit einem einleitenden Beispiel sollen die hohen Anforderungen an ein Strahlungsthermometer veranschaulicht werden, dass die Temperaturänderung der Probe bei der dynamischen Emissionsgradmessung detektiert. In Abbildung 5.1 auf Seite 110 ist der typische Verlauf der Temperaturänderung bei einem Laser-Flash-Experiment dargestellt. Die typische Größenordnung der Temperatur- und Zeitskala lassen sich mit der adiabatische Temperaturänderung $\Delta T_{\text{adb.}}$ und der Halbwertszeit $t_{0,5}$ beschreiben. Diese Faktoren dienen auch in Abbildung 5.1 zur Skalierung der Temperaturkurven.

Für eine Wolfram-Probe mit sandgestrahlter Oberfläche, wie sie in Abschnitt 8.2 untersucht wird, sind die wichtigsten Probeneigenschaften und typische Messbedingungen in Tabelle 5.1 zusammengefasst. Für die charakteristischen Größen ergibt sich daraus mit Gleichungen (3.1) und (5.21)

$$\Delta T_{\text{adb.}} = \frac{\varepsilon_{\lambda}^1 E_L}{m c_p} \approx 490 \text{ mK} \Rightarrow \Delta T(\text{Messung}) \lesssim 400 \text{ mK} , \quad (5.23)$$

$$t_{0,5} \approx 1,370 \frac{d^2}{\pi^2 \alpha} \approx 32 \text{ ms} . \quad (5.24)$$

Für die maximale beobachtete Temperaturänderung $\Delta T(\text{Messung})$ müssen dabei die in Abbildung 5.1 veranschaulichten Effekte (thermische Verluste, unterstrahlte Probe usw.) ebenso berücksichtigt werden wie die um den Emissionsgrad verringerte Temperaturstrahlung (siehe Gleichung (2.22)).

Tab. 5.1: Typische Bedingungen bei der dynamischen Emissionsgradmessung Messparameter und Probeneigenschaften am Beispiel einer sandgestrahlten Wolfram-Probe

Parameter/Eigenschaft	Wert
Temperatur	$T_0 = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$
Messwellenlänge*	$\lambda_0 = 1064 \text{ nm}$
Laserenergie	$E_L = 0,5 \text{ J}$
Dicke	$d = 3 \text{ mm}$
Masse	$m = 4,5 \text{ g}$
Temperaturleitfähigkeit	$\alpha \approx 39 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ [90]
spez. Wärmekapazität	$c_p \approx 0,16 \text{ J g}^{-1} \text{ K}^{-1}$ [90]
Emissionsgrad (sandgestrahlt)	$\varepsilon_\lambda^1 \approx 0,7$ (Abschnitt 8.2)

* Die Schwerpunktswellenlänge des Strahlungsthermometers und die Wellenlänge des Lasers stimmen überein.

Eine der Herausforderungen bei der dynamischen Emissionsgradmessung liegt nun in der absoluten Bestimmung der Temperaturänderung. Bei den etablierten Laser-Flash-Verfahren wird die Temperaturänderung in beliebigen Einheiten gemessen und nur deren relativer zeitlicher Verlauf ausgewertet [120–122, 159, 160]. Bei der dynamische Emissionsgradmessung wird eine Kurvenanpassung an die Messwerte der Temperaturänderung durchgeführt, um so die entscheidende Größe der adiabatischen Temperaturänderung ΔT_{adb} zu berechnen (siehe Abschnitt 5.3). Dazu müssen die Temperaturwerte mit einer hohen zeitlichen Auflösung bestimmt werden, um den schnellen Anstieg der Temperatur ausreichend abzubilden. Außerdem muss ein zur Bestimmung des Temperaturhubes ausreichendes Signal-Rausch-Verhältnis vorliegen. Das bedeutet, mit dem Strahlungsthermometer muss eine Temperaturänderung von unter 0,4 K noch fein aufgelöst werden. Daraus resultiert die Forderung einer *rauschäquivalenten Temperaturdifferenz unter 10 mK* bei einer *Zeitauflösung von 1 ms*. Dies entspricht ab 1000 °C einem relativen Rauschen der Strahldichtemessung von unter $8 \cdot 10^{-5}$.

Das obige Beispiel verdeutlicht die sehr hohen Anforderungen an ein Strahlungsthermometer bei der dynamischen Emissionsgradmessung. Neben der schnellen und extrem rauscharmen Erfassung der Temperatur muss die spektrale Empfindlichkeit des Thermometers schmalbandig, mit einer Halbwertsbreite von ca. 20 nm, um die Laserwellenlänge von 1064 nm sein (siehe Abschnitt 6.1.2).

Um diese Anforderungen an der Grenze des technisch machbaren zu erfüllen, wurde speziell für diese Anwendung ein Strahlungsthermometer gemeinsam mit der Firma KE Technologie GmbH aus Stuttgart entwickelt. Das „Linearpyrometer 5 – High Speed“ (LP5-HS) ist eine Weiterentwicklung des für höchste metrologische Ansprüche konstruierten LP5 [164, 165]. Es erweitert die Standardmessrate („LS-Modus“) um einen schnellen Messmodus („HS-Modus“) [7]. Die wichtigsten Eigenschaften des LP5-HS sind in Tabelle 5.2 zusammengefasst. In Abbildung 5.2 ist der Aufbau des LP5-HS schematisch dargestellt. Die wichtigsten Komponenten werden zusammen mit den Eigenschaften des LP5-HS in den Abschnitten 5.2.1.2 bis 5.2.1.4 erläutert.

Tab. 5.2: Eigenschaften des LP5-HS Für die dynamische Emissionsgradmessung wurde der Aufbau des LP5 um den schnellen HS-Modus erweitert und das Interferenzfilter angepasst (Daten laut Hersteller, siehe [7, 166]).

Eigenschaft	Größe
Zeitliche Auflösung des HS-Modus	1 ms
Zeitliche Auflösung des LS-Modus	200 ms
Einstellzeit	≤ 2 ms
Rauschäquivalente Temperaturdifferenz	10 mK ab 1200 K
Schwerpunktswellenlänge	ca. 1064 nm
Spektrale Halbwertsbreite	ca. 20 nm
Messabstand	1 m
Messfleckdurchmesser	$(2,5 \pm 0,3)$ mm

5.2.1.2 Besonderheiten des mechanischen Aufbaus

Die Strahlungsthermometer vom Typ LP5 verfügen über einen vollständig doppelwandigen Aufbau. Die gesamte Optik und die Elektronik zur Erfassung des Photostroms befinden sich innerhalb eines inneren, thermostatisierten Gehäuses (in Abbildung 5.2 *grau* dargestellt) [164]. Die Thermostatisierung wird durch 9 unabhängig arbeitende Temperaturregler und Heizer gewährleistet, sodass Temperaturänderungen der Optik und Elektronik von mehr als $\pm 0,1$ K praktisch ausgeschlossen werden können [166]. Dies sorgt für eine sehr hohe Lang- und Kurzzeitstabilität der temperaturabhängigen Komponenten, wie zum Beispiel der Transmission des Interferenzfilters, den Eigenschaften des Operationsverstärkers für die Photostrommessung und des Durchmessers der Messfeldblende. Der massive Aufbau des LP5-HS gewährleistet eine hohe

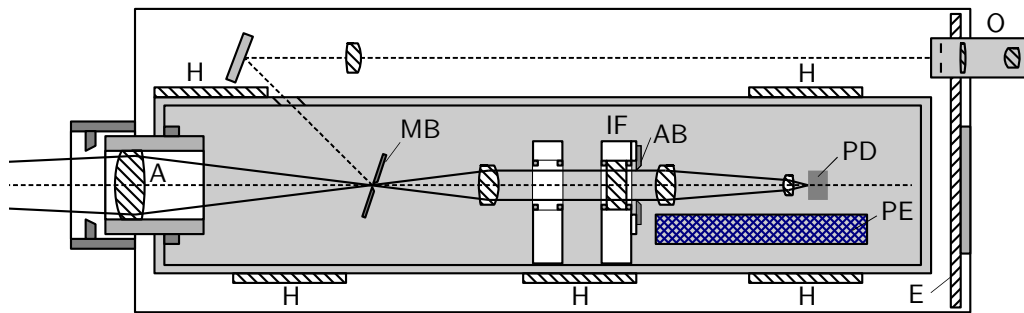


Abb. 5.2: Aufbau des LP5-HS Abbildung aus Ref. [166] mit den wichtigsten Komponenten des Strahlungsthermometers

- A IR-Apochromat
 - MB Messfeldblende
 - IF Interferenzfilter
 - AB Aperturblende
 - H Unabhängige Temperaturregler mit Heizer (5 von 9 gezeigt)
 - PE Photostrom-Erfassung (AD-Wandler)
 - E Elektronik zur Bedienung und Anzeige
 - O Okular
 - PD Silizium-Photodiode
- Abmessungen ca. (50 × 14 × 12) cm, Gewicht ca. 12 kg
 • ohne Abb.: externe Einheit zur Stromversorgung und PC-Anbindung

mechanische Stabilität, sodass auch ein senkrechter Einsatz, wie bei der dynamischen Emissionsgradmessung, möglich ist.

5.2.1.3 Besonderheiten der Optik

Der Strahlengang des LP5-HS ist in Abbildung 5.2 schematisch dargestellt. Die Frontoptik des LP5-HS besteht aus einem *Infrarot-Apochromaten*. Dieser ermöglicht es, die visuelle Fokussierung auch bei infraroten Messwellenlängen zu verwenden, da über einen Spektralbereich von ca. 500 nm bis 2000 nm die Änderung der Fokusslänge unter 0,1 % liegt [167, 168]. Außerdem besitzt diese Frontoptik nur zwei Glas-Luft-Grenzflächen, sodass Interreflektionen vermieden werden und ein sehr geringer Umfeld-Effekt⁴ erreicht werden kann (siehe Abschnitt 5.2.2.2).

Ein Teil der Strahlung wird an der *Messfeldblende* reflektiert und in das *Okular* gelenkt und dient zur visuellen Fokussierung. Die durch die Blende hindurchgehende Strahlung wird kollimiert und durchläuft den *Interferenzfilter* mit einer Divergenz kleiner als 5 mrad [166]. Dadurch tritt keine nennenswerte Verbreiterung des Bandpasses aufgrund von divergenter Strahlung auf.

Erst hinter dem Interferenzfilter folgt die *Aperturblende*, die den Raumwinkel der Messung definiert. Für gewöhnlich wird die Aperturblende im Bereich

⁴ Engl. Size-of-Source Effect (SSE), Details siehe [41: S. 146–157].

der Frontoptik platziert (siehe Abschnitt 2.1.3). Dies führt zur Streuung und Beugung von Strahlung aus dem Umfeld des Messfeldes in die Öffnung der Messfeldblende (Umfeld-Effekt). Beim LP5 wird die Aperturblende hingegen in die Frontoptik abgebildet, sodass diese Effekte keinen Einfluss mehr auf den Umfeld-Effekt haben [164]. Diese Positionierung der Aperturblende wird auch als „Lyot stop“ bezeichnet [169] und trägt erheblich zu dem sehr niedrigen Umfeld-Effekt des LP5 bei [167, 168] (siehe Abschnitt 5.2.2.2).

Anschließend wird das Strahlenbündel auf die 1 mm^2 große *Silizium-Photodiode* fokussiert [164]. Die kleine aktive Fläche der Photodiode reduziert die rausch-äquivalente Temperaturdifferenz, da diese etwa proportional zur Fläche der Photodiode ist.

5.2.1.4 Photostrom-Erfassung und HS-Modus

Übersicht Die primäre Erfassung des Stroms der Photodiode I_{Ph} geschieht innerhalb des inneren, thermostatisierten Gehäuses, sodass eine thermische Drift verhindert wird. Die gesamte Elektronik ist darauf ausgelegt, unter den gegebenen Randbedingungen (z. B. Messrate) ein möglichst rauscharmes Messsignal zu gewährleisten. Das Rauschen des Messsignals liegt nur weniger als 5% über der theoretischen Grenze, die durch das Widerstands- und Schrotrauschen der Photodiode selbst vorgegeben ist [170]. Die Datenerfassung besteht im Wesentlichen aus drei Teilen:

1. Ein Transimpedanzverstärker verstärkt den Photostrom und wandelt ihn in eine Spannung um. Dabei stehen drei Messbereiche zur Verfügung, die durch die Widerstände des Strom-Spannung-Wandlers festgelegt werden ($R_1 \approx 990\text{ M}\Omega$, $R_2 \approx 29\text{ M}\Omega$, $R_3 \approx 1\text{ M}\Omega$).
2. Die Spannung wird von einem Analog-Digital-Wandler (AD-Wandler) erfasst und digitalisiert.
3. Das digitale Spannungssignal wird in der rückseitigen Elektronik (siehe Abbildung 5.2) mit der hinterlegten Kalibrierung in eine Temperatur umgerechnet und über das Display oder eine RS-232-Schnittstelle ausgegeben. Das LP5-HS besitzt für seine beiden Messmodi zwei separate RS-232-Anschlüsse.

Für die Eigenschaften des LP5-HS spielt der AD-Wandler eine wesentliche Rolle, dieser wird im Folgenden diskutiert.

Analog-Digital-Wandler Das LP5-HS verfügt über drei AD-Wandler, einen für den Standard-Messmodus (5 Hz Messrate) und zwei alternative Vari-

anten für den HS-Modus (1000 Hz Messrate). Die AD-Wandler arbeiten nach dem so genannten $\Delta\Sigma$ -Verfahren [7, 164]. Einen Überblick zu diesem Verfahren findet man in Ref. [171–173] und ausführliche Hintergründe in Ref. [174]. Hier soll nur auf die daraus resultierenden Eigenschaften für das Strahlungsthermometer eingegangen werden.

$\Delta\Sigma$ -AD-Wandler werden bei den Linearpyrometern eingesetzt, da sie eine sehr hohe Auflösung erreichen. So können im Standard-Modus Photoströme im Bereich von $1 \cdot 10^{-12}$ A bis $8 \cdot 10^{-6}$ A mit einer Auflösung von 26 bit bzw. $6,7 \cdot 10^7$ gemessen werden [7, 164]. Über die RS-232-Schnittstelle des Standard-Modus werden neben dem Photostrom I_{Ph} auch die nach den internen Kalibrierparametern berechnete Temperatur und einige Geräteparameter ausgegeben.

HS-Modus Für den schnellen Messmodus des LP5-HS wurde von der KE Technologie GmbH der neue AD-Wandler „PCAD9“ entwickelt. Dieser besitzt neben seinem extrem geringen Grundrauschen eine weitere Besonderheit. Er arbeitet mit einem zeit-kontinuierlichen $\Delta\Sigma$ -Verfahren, sodass die Messwerte untereinander korreliert sind [7]. Das bedeutet vereinfacht, dass eine etwas zu hohe Digitalisierung eines Wertes automatisch zu einer etwas zu geringen Quantisierung des nächsten Messwertes führt. Dadurch ist die Standardabweichung bei einer Mittelung der Messwerte umgekehrt proportional zur Mittelungszeit und nicht wie üblich nur zur Wurzel der Mittelungszeit. Davon profitiert die Parameteranpassung des Temperaturhubs (siehe Abschnitt 5.3), da die Anpassung über einen gewissen Zeitbereich einer Mittelung über diesen entspricht. Somit können auch noch relativ stark verrauschte Signale bei niedrigen Temperaturen (bis ca. 750 °C) ausgewertet werden.

Im Gegenzug zum extrem geringen Rauschen (bzw. zur hohen Auflösung) weist der PCAD9 eine leichte, inhärente Nichtlinearität auf, die allerdings sehr stabil und somit kalibrierbar ist. Mit Nichtlinearität ist hierbei die Abweichung von der Proportionalität zwischen der analogen Eingangsspannung und dem digitalen Ausgangssignal gemeint. Die Ursache dafür liegt im schnellen $\Delta\Sigma$ -Verfahren des AD-Wandlers.

Ein Bestandteil des $\Delta\Sigma$ -Verfahrens ist die Übertragung des analogen Signals in ein Tastverhältnis zwischen zwei Referenzspannungen [171–174]. Um die Messrate von 1 kHz zu erreichen, geschieht dies beim PCAD9 mit einem Grundtakt von 250 kHz, was einer Periodendauer von 4000 ns entspricht. Die durch das unvermeidliche Umladen von parasitären Kapazitäten entstehende

Zeitkonstante der analogen Schaltungsbestandteile liegt im Bereich von 20 ns bis 30 ns.⁵ Durch dieses Umladen wird das Tastverhältnis des $\Delta\Sigma$ -Wandlers gestört, was zu einer leichten Verschiebung des Null-Punktes führt. Durch die sehr gute Temperierung der Elektronik (siehe oben) sind die Einflüsse auf diese Nichtlinearität sehr stabil, sodass dieser Effekt über einen Vergleich mit dem Photostrom des Standard-Modus kalibriert wird (siehe Abschnitt 5.2.4).

Um für die Messrate des HS-Modus eine ausreichende Datenübertragungsrate zu erreichen, wird bei diesem nur die Spannung des Transimpedanzverstärkers an den PC übertragen. Die Umrechnung in eine Temperatur erfolgt anschließend mit den in Abschnitt 5.2.3 und 5.2.4 beschriebenen Kalibrierfunktionen, welche auch die oben beschriebene Nichtlinearität berücksichtigen. Um einen Pufferüberlauf der RS-232-Schnittstelle zu vermeiden, wird eine vordefinierte Anzahl von 100 bis 16 000 Messpunkten übertragen, was einer Messdauer von 0,1 s bis 16 s entspricht.

5.2.2 Charakterisierung des LP5-HS

In diesem Abschnitt werden verschiedene Punkte diskutiert, die zur vollständigen Charakterisierung des LP5-HS beitragen. Die Strahlungsthermometer LP3 und LP5 sind in der Metrologie weit verbreitet und unterscheiden sich in ihren Eigenschaften zum Teil kaum vom LP5-HS. Daher können zur Abschätzung der möglichen Korrekturen bei der radiometrischen Messung der Temperaturänderung im Folgenden auch Literaturquellen zu diesen beiden Strahlungsthermometern herangezogen werden.

5.2.2.1 Nichtlinearität des LS-Modus

Wie bereits in Abschnitt 5.2.1.4 erläutert, besitzt der Analog-Digital-Wandler des HS-Modus des LP5-HS eine leichte, inhärente Nichtlinearität. Im Verhältnis dazu weist der standardmäßige LS-Modus eine sehr viel geringere Nichtlinearität auf. Die Nichtlinearität bezieht sich hierbei auf das gesamte Messsystem, das heißt auf eine Abweichung von der Proportionalität zwischen Strahldichte und ausgegebenen Photostrom. Diese Abweichung kann zum Beispiel durch die Sättigung von Störstellen in der Photodiode selbst hervorgerufen werden [175]. Daher ist die Nichtlinearität von der Schwerpunktswellenlänge des Strahlungsthermometers abhängig.

⁵ Quelle: SCHREIBER, E.; KE Technologie GmbH; persönliches Gespräch.

Für die weitverbreitet Schwerpunktswellenlänge von 650 nm kann die Nichtlinearität (NL) aus Literaturdaten abgeschätzt werden [44,165,176,177], die auf verschiedenen additiven Verfahren beruhen

$$NL = 1 - \frac{(S_1 - S_0) + (S_2 - S_0)}{S_{1+2} - S_0}, \quad (5.25)$$

$$NL(650 \text{ nm}) < 4 \cdot 10^{-4}. \quad (5.26)$$

Dabei ist das Signal S_{1+2} die Summe der beiden Teilsignale S_1 und S_2 und S_0 das Hintergrundsignal. Für die Schwerpunktswellenlänge bei der Emissionsgradmessung von 1064 nm muss von einem etwas größeren Wert ausgegangen werden, da die Nichtlinearität mit der Wellenlänge zunimmt.

Bei der späteren Emissionsgradmessung spielt die Nichtlinearität keine Rolle, da bei der Temperatur-Kalibrierung des LS-Modus der relevante Messbereich durch eine Mehrpunktkalibrierung vollständig abgedeckt wurde (siehe Abschnitt 5.2.3). Das bedeutet, dass eventuelle Abweichungen von der Linearität bereits in der Kalibrierfunktion enthalten sind und nicht mehr korrigiert werden müssen. Außerdem werden bei der Messung der Temperaturänderung mit dem HS-Modus nur sehr kleine Änderungen der Strahldichte beobachtet, sodass schon aus diesem Grund die Nichtlinearität hier vernachlässigbar ist.

5.2.2.2 Umfeld-Effekt (Size-of-Source Effect)

Der Umfeld-Effekt muss bei der Verwendung eines kalibrierten Strahlungsthermometers berücksichtigt werden. Je nach Qualität des Gerätes ist sein Einfluss unterschiedlich stark (Details siehe [41: S. 146–157]). Wenn sich der Durchmesser des Umfelds von Kalibrierung (A) zur eigentlichen Messung (B) unterscheidet, treten bei der Temperaturmessung Abweichungen auf. Für diesen Effekt ist das Verhältnis zum Messfleckdurchmesser (M) entscheidend. Der Umfeld-Effekt als Korrekturgröße $SSE_{\frac{A}{M} \rightarrow \frac{B}{M}}$ ist definiert als

$$SSE_{\frac{A}{M} \rightarrow \frac{B}{M}} = \frac{S_{\frac{B}{M}} - S_0}{S_{\frac{A}{M}} - S_0}, \quad (5.27)$$

dabei sind $S_{\frac{A}{M}}$ und $S_{\frac{B}{M}}$ die Signale, die vom Durchmesser Verhältnis des Messflecks (M) und der jeweiligen Umgebungen (A oder B) abhängen, und S_0 das Hintergrundsignal.

Bei der dynamischen Emissionsgradmessung ist die Größe des relevanten Umfeldes nur schwer abschätzbar, da das LP5-HS auf die Probe im Inne-

ren des Ofens fokussiert ist. Um eine obere Grenze des Umfeld-Effektes abzuschätzen, werden folgende Extremfälle betrachtet:

- Nur die in der Fokusebene liegende Probe mit einem Durchmesser von 10 mm trägt zum Umfeld-Effekt bei.
- Der heiße Ofen mit einem Durchmesser von ca. 30 mm trägt zum Umfeld-Effekt bei. Da auch vor der Fokuseben heiße Bereiche liegen, wird mit einem effektiven Durchmesser von 40 mm gerechnet.

Bei der Kalibrierung des LP5-HS wurde eine Ofenblende mit 20 mm Durchmesser verwendet. Im Rahmen eines EURAMET-Projektes⁶ wurde unter anderem der Umfeld-Effekt eines LP5 von mehreren Metrologieinstituten vermessen [178]. Da es die gleiche Optik besitzt, lässt sich aus diesen Untersuchungen der maximale Einfluss des Umfeld-Effektes auf das LP5-HS abschätzen. Das bei der Vergleichsmessung verwendete LP5 besitzt einen Messfleck von 2 mm, das LP5-HS hingegen von 2,5 mm, sodass die Umfeld-Durchmesser entsprechend skaliert werden müssen

$$\begin{aligned} SSE(LP5)_{\frac{16}{2} \rightarrow \frac{8}{2}} - 1 &\leq -1,8 \cdot 10^{-4} , \\ SSE(LP5)_{\frac{16}{2} \rightarrow \frac{32}{2}} - 1 &\leq +2,4 \cdot 10^{-4} , \\ \hookrightarrow SSE(LP5-HS)_{\frac{20}{2,5} \rightarrow \frac{10 \dots 40}{2,5}} - 1 &< \pm 2,5 \cdot 10^{-4} . \end{aligned} \quad (5.28)$$

Der Umfeld-Effekt des LP5-HS ist durch den Aufbau der Optik (siehe Abschnitt 5.2.1.3) vergleichsweise gering. Daher hat der Umfeld-Effekt bei der dynamischen Emissionsgradmessung auch nur einen geringen Einfluss, sodass er nicht korrigiert wird, sondern nur als Unsicherheitsbeitrag bei der Kalibrierung des LP5-HS mit eingeht (siehe Abschnitt 5.2.3)

$$u'(SSE_{LP5-HS}) = 2,5 \cdot 10^{-4} . \quad (5.29)$$

Dieser Unsicherheitsbeitrag hat nur einen kleinen Anteil an der Gesamtunsicherheit der Temperaturmessung (siehe Abbildung 5.6 in Abschnitt 5.2.3.2).

5.2.2.3 Genauigkeit der Zeitskala des HS-Modus

Wie mit dem Laser-Flash-Verfahren üblich, bietet die dynamische Emissionsgradmessung neben der Messung des Emissionsgrades prinzipiell auch die Möglichkeit, die Temperaturleitfähigkeit der Probe zu bestimmen (siehe

⁶ EURAMET: „European Association of National Metrology Institutes“.

Abschnitt 2.3). Für diese Messung ist die zeitliche Skalierung der Temperaturänderung $\Delta T(t)$ und somit die Genauigkeit der Zeitskala des HS-Modus entscheidend.

Die Zeitbasis des LP5-HS bildet ein Quarz-Oszillator, der eine relative Frequenzgenauigkeit von $3 \cdot 10^{-5}$ besitzt.⁷ Wie am Ende von Abschnitt 5.2.1.4 bereits erwähnt, werden im HS-Modus des LP5-HS maximal 16 000 Werte am Stück übertragen. Legt man einen halben Skalenteil (0,5 ms) als maximale erfassbare Auflösung zugrunde, so ergibt sich eine maximale relative Auflösung der Zeitskala von ca. $3,1 \cdot 10^{-5}$. Somit entspricht die Auflösungsgrenze auch der Unsicherheit der Zeitskala.

Um die Genauigkeit der Zeitskala des HS-Modus zu überprüfen, wurde diese mit einem Pulszähler⁸ verglichen. Dazu wurde eine Infrarot-Leuchtdiode⁹ mit einer typischen Reaktionszeit von 10 ns [180] gemeinsam mit dem Pulszähler an einen Frequenzgenerator angeschlossen. Das vom LP5-HS gemessene Signal der Leuchtdiode ist in Abbildung 5.3 dargestellt und kann mit dem vom Pulszähler ermittelten Abstand der beiden Pulse Δt verglichen werden

$$\Delta t(\text{LP5-HS}) = (15\,017,6 \pm 0,8) \text{ ms} , \quad (5.30)$$

$$\Delta t(\text{Pulszähler}) = (15\,016 \pm 2 \text{ ms} . \quad (5.31)$$

Die beiden Ergebnisse stimmen innerhalb ihrer Messunsicherheit überein, sodass die erwartete Genauigkeit der Zeitskala bestätigt wird. Die Unsicherheit des Pulszählers wird von der Alterung seines Referenzquarzes dominiert. Deren Obergrenze liegt bei einer relativen Abweichung von $3 \cdot 10^{-7} \text{ Monat}^{-1}$ [179], aus dem Kaufdatum von 1981 ergibt sich somit eine relative Unsicherheit von ca. $2 \cdot 10^{-4}$.

Die negativen Werte im Signal des HS-Modus in Abbildung 5.3 resultieren aus dem Verhalten des Transimpedanzverstärkers (siehe Abschnitt 5.2.1.4) bei extremen Änderungen des Photodiodenstroms.

Eine wesentliche Eigenschaft des neuen AD-Wandlers im LP5-HS ist seine schnelle Einstellzeit von nominell 2 ms (siehe Tabelle 5.2). Dass diese auch bei extremen Signaländerungen eingehalten wird, ist ebenfalls in Abbildung 5.3 zu sehen. Die Abbildung zeigt das Verhalten des LP5-HS im HS-Modus bei

⁷ Quelle: SCHREIBER, E.; KE Technologie GmbH; persönliches Gespräch.

⁸ HP5328A von Hewlett-Packard, Datenblatt: [179]

⁹ InGaAs/InP-LED vom Type ELD-1060-525, Vertrieb durch Roithner Lasertechnik GmbH, Datenblatt: [180].

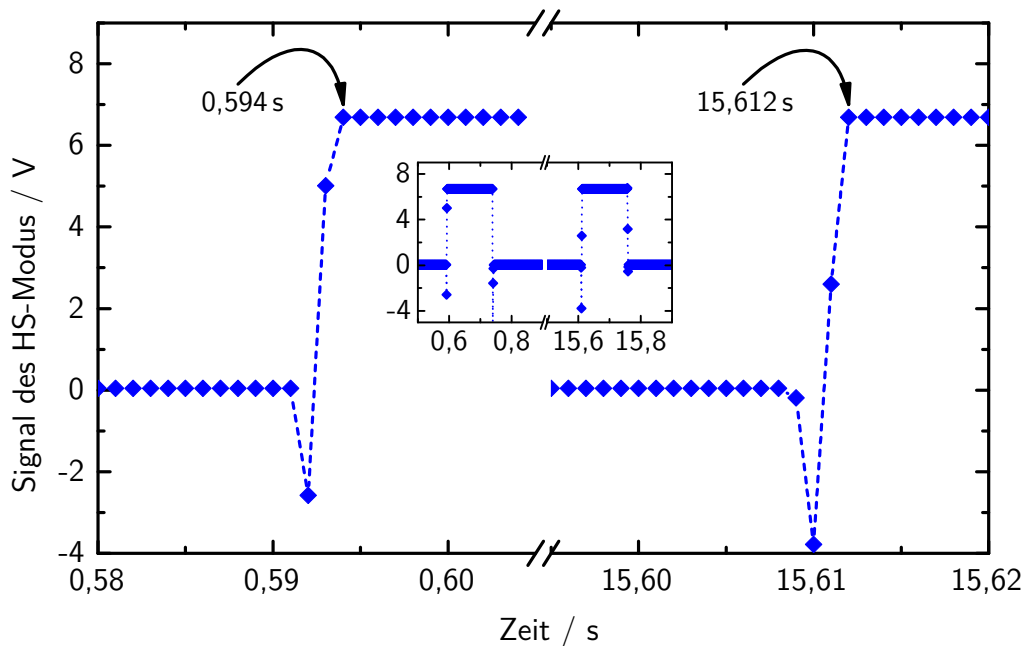


Abb. 5.3: Überprüfung der Zeitskala im HS-Modus des LP5-HS Aus der Messung der beiden Anfangspunkte der ca. 150 ms langen Rechteckpulse (siehe Bildmitte) ergibt sich ein Pulsabstand von $\Delta t_{\text{LP5-HS}} = (15\,018 \pm 1)$ ms. Dieser Abstand stimmt mit der Messung eines Pulszählers mit $\Delta t_{\text{Pulzähler}} = (15\,016 \pm 3)$ ms überein. Das Verhalten bei einem Signal-Sprung auf annähernd den Skalenendwert (8 V) demonstriert die Einstellzeit des HS-Modus von 2 ms.

einer quasi-instantanen Signaländerung von 0 V auf einen Wert nahe des Skalenendwertes von 8 V.

Dies ist wichtig, da bei der dynamischen Emissionsgradmessung die Streustrahlung des Lasers zur Übersteuerung des Signals im HS-Modus führt. Bereits wenige Millisekunden danach muss die Erfassung der Temperaturänderung wieder möglich sein, um den Anstieg der Temperatur hinreichend genau zu erfassen. Da die Temperaturmessung somit nicht gestört wird, kann die Streustrahlung zur Festlegung des zeitlichen Nullpunktes der Messung verwendet werden (siehe Schritt 1 in Abschnitt 5.3).

5.2.2.4 Spektrale Empfindlichkeit

Aufgrund der Abhängigkeit des spektralen Emissionsgrades von der Wellenlänge muss die radiometrische Temperaturmessung schmalbandig bei der Wellenlänge des Lasers von 1064 nm durchgeführt werden (siehe Abschnitt 6.1.2). Die spektrale Empfindlichkeit des Strahlungsthermometers

wird maßgeblich durch das verwendete Interferenzfilter bestimmt. Dieses hat eine nominelle Schwerpunktswellenlänge von $(1064 \pm 3,5)$ nm und eine Halbwertsbreite von $(20 \pm 3,5)$ nm.

Abbildung 5.4 zeigt die Messergebnisse des gerichtet-gerichteten spektralen Transmissionsgrades τ_λ^{\parallel} des in das LP5-HS eingebauten Filters. Die Transmissionsmessung wurde mit dem Vakuum-Fourier-Transformations-Infrarotspektrometer¹⁰ durchgeführt, das hauptsächlich zur Emissionsgradmessung an Luft eingesetzt wird [69]. Die im Diagramm angegebene Schwerpunktswellenlänge λ_s berechnet sich nach

$$\lambda_s = \frac{\int \lambda \tau_\lambda^{\parallel}(\lambda) d\lambda}{\int \tau_\lambda^{\parallel}(\lambda) d\lambda} \approx 1060,5 \text{ nm} . \quad (5.32)$$

Der zweite Peak um 530 nm ist ein Artefakt der Messung und wahrscheinlich auf eine Rückreflexion des Filters in das Michelson-Interferometer des Spektrometers zurückzuführen [181, 182]. Ebenso ist die Messung des Blockungsbereiches durch die Empfindlichkeit des Detektors im Spektrometer limitiert, was den Anstieg zu kürzeren Wellenlängen hin erklärt. Die ebenfalls im Diagramm eingezeichnete Laserwellenlänge zeigt, dass eine ausreichende spektrale Überlappung vorhanden ist.

Aus der strahlungsthermometrischen Kalibrierung des LP5-HS (siehe Abschnitt 5.2.3) kann die effektive Wellenlänge λ_{eff} des Strahlungsthermometers bestimmt werden. Diese beschreibt die für die Temperaturmessung nach dem Planckschen Strahlungsgesetz wirksame Wellenlänge eines Strahlungsthermometers mit schmalbandiger spektraler Empfindlichkeit. Neben der Transmission des Interferenzfilters geht auch die spektrale Empfindlichkeit der Photodiode in die effektive Wellenlänge mit ein. Über eine Reihenentwicklung des Planckschen Strahlungsgesetzes kann gezeigt werden, dass sich die effektive Wellenlänge näherungsweise aus den Parametern der Jung-Verch-Gleichung (2.26) ergibt [46: Gl. (17), (18)]

$$\lambda_{\text{eff.}}(a_{T(I)}, b_{T(I)}) \approx \frac{a_{T(I)}}{1 - 12 b_{T(I)}/\tilde{c}_2} , \quad (5.33)$$

$$\approx (1064 \pm 4) \text{ nm} . \quad (5.34)$$

Die erweiterte Unsicherheit ($k = 2$) der effektiven Wellenlänge ergibt sich aus den Standardunsicherheiten der Fitparameter $a_{T(I)}$ und $b_{T(I)}$. Für die

¹⁰ Vertex 80v der Firma Bruker Corp.

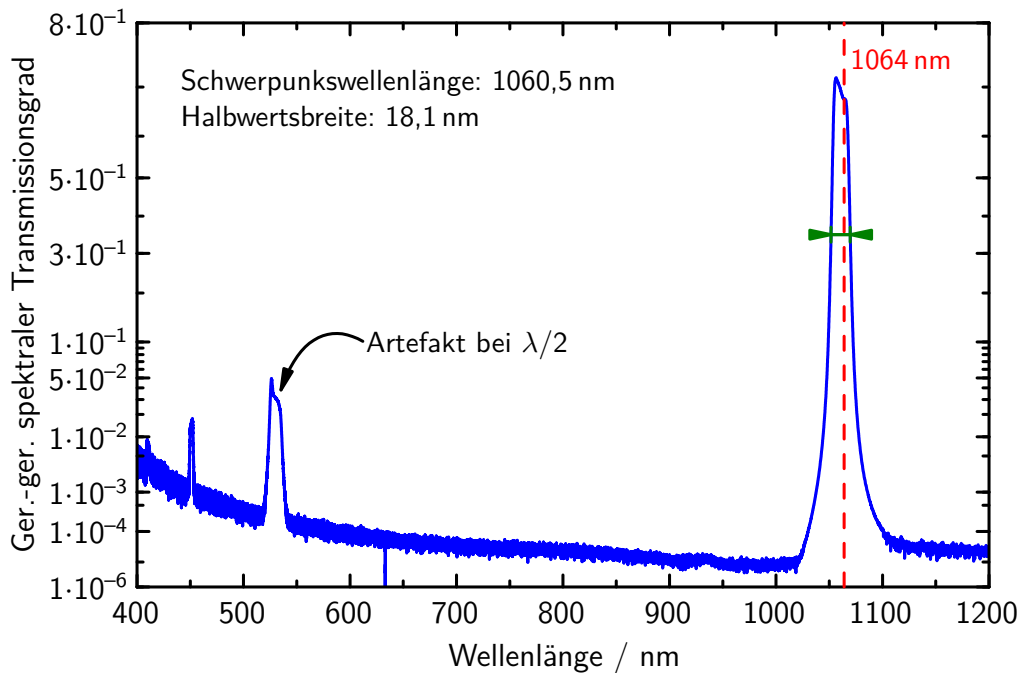


Abb. 5.4: Transmissionsgrad des Interferenzfilters Der gerichtet-gerichtete spektrale Transmissionsgrad $\tau_{\lambda}^{\parallel}$ (Blau) wurde mit einem Fourier-Transformations-Spektrometer gemessen und ist gemeinsam mit der Wellenlänge des Lasers (Rot) und der Halbwertsbreite (Grün) dargestellt.

Die Ordinate des Diagramms ist in Schritten äquidistanter Diabatie Θ dargestellt, mit $\Theta(\lambda) = 1 - \log(\log(1/\tau_{\lambda}^{\parallel}))$ [183]. Dadurch kann sowohl der Spektralbereich der Blockung als auch der Transmission des Filters gut beurteilt werden.

zweite Strahlungskonstante \tilde{c}_2 wird hierbei, wie auch bei der Kalibrierung, der ITS-90-Wert ($\tilde{c}_2 = 0,014\,388\text{ m K}$) verwendet [49, 50].

Die gute Übereinstimmung von effektiver Wellenlänge und Schwerpunkswellenlänge zeigt, dass das Interferenzfilter des LP5-HS keine signifikante Transmission außerhalb des Bandpasses aufweist. Somit ist die Forderung einer schmalbandigen Strahldichtemessung bei der Laser-Wellenlänge erfüllt.

5.2.3 Temperatur-Kalibrierung

Für die radiometrische Bestimmung der Temperatur und der schnellen Temperaturänderung bei der dynamischen Emissionsgradmessung ist die Kalibrierung des LP5-HS im LS-Modus notwendig. Die Kalibrierung stellt

den funktionalen Zusammenhang zwischen dem gemessenen Photostrom I_{Ph} und der beobachteten Strahlungstemperatur T her.

5.2.3.1 Experimentelle Durchführung und Auswertung

Das LP5-HS wurde mit dem kalibrierten Strahlungsthermometer LP3-8012 [59] verglichen [3]. Dazu wurde ein Hochtemperatur-Hohlraumstrahler¹¹ verwendet. Beide Strahlungsthermometer wurden auf einem Verschiebetisch jeweils axial und mittig zum Hohlraumstrahler ausgerichtet und auf dessen Frontblende (Durchmesser 20 mm) fokussiert. Anschließend wurde die Temperatur des Hohlraumstrahlers von ca. 1000 °C bis 2000 °C in 200 °C-Schritten mit einem integrierten Strahlungsthermometer geregelt. Nach der Stabilisierung der Temperatur wurden die beiden Strahlungsthermometer abwechselnd für ca. 1 Minute vor dem Strahler positioniert. Bei jeder Temperatur wurden 3 Messungen mit dem kalibrierten LP3 und 2 Messungen mit dem LP5-HS durchgeführt, sodass die Messungen des LP3 die des LP5-HS jeweils einschließen. Dadurch kann die geringe Drift des Hohlraumstrahlers leicht im Unsicherheitsbudget berücksichtigt werden.

Aus den Photoströmen des LP3-8012 kann die Temperatur T über die im Kalibrierschein [59] angegebenen Parameter der inversen Form der Jung-Verch-Gleichung (2.25) berechnet werden (siehe Abschnitt 2.1.3, [46–48])

$$T(I_{\text{Ph}}) = \frac{1}{a_{T(I)}} \left(\frac{\tilde{c}_2}{\ln(c_{T(I)}/\tilde{I} + 1)} - b_{T(I)} \right), \quad (5.35)$$

mit $\tilde{I} = \frac{I_{\text{Ph}}}{\varepsilon_{\lambda}^{\dagger}} - I_0$.

Dabei ist $\varepsilon_{\lambda}^{\dagger}$ der gerichtete spektrale Emissionsgrad des Hohlraumstrahlers, I_0 der Dunkelstrom des Strahlungsthermometers, \tilde{c}_2 die zweite Strahlungskonstante der nach ITS-90 und $a_{T(I)}$, $b_{T(I)}$, $c_{T(I)}$ die freien Parameter der Kurvenanpassung.

Die Dunkelströme der Strahlungsthermometer wurden an mehreren Tagen vor und nach der Kalibrierung gemessen, sodass mit ausreichender Genauigkeit (siehe unten) auf den Dunkelstrom I_0 während der Messung geschlossen werden kann. Der spektrale Emissionsgrad des Hohlraumstrahlers beträgt für den gesamten betrachteten Wellenlängenbereich $\varepsilon_{\lambda}^{\dagger} = 0,999 \pm 0,001$ [3, 22, 52].

¹¹ Durch die PTB modifizierter Ofen vom Type BB3200pg des All-Russischen Instituts für optische und physikalische Messungen (VNIIOFI) [22, 23].

Für das LP5-HS werden ebenfalls die korrigierten Photoströme \tilde{I} berechnet. Mit diesen Photoströmen und den über das LP3 ermittelten Temperaturen werden die Parameter der inversen Jung-Verch-Gleichung (5.35) durch eine nichtlineare Kurvenanpassung¹² ermittelt. Dabei werden die einzelnen Punkte mit ihrer Unsicherheit gewichtet. Abbildung 5.5 zeigt die Kurvenanpassung und die sehr gute Übereinstimmung mit den Messwerten. Die einzelnen Beiträge zur Unsicherheit werden im folgenden Abschnitt 5.2.3.2 diskutiert.

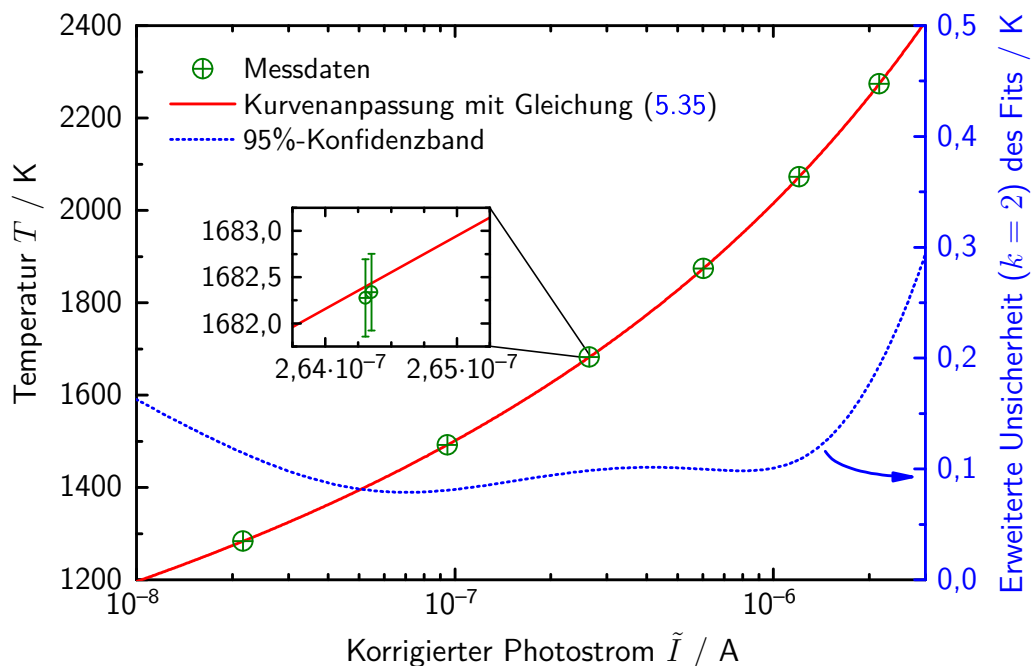


Abb. 5.5: Temperatur-Kalibrierung des LP5-HS Die nicht-lineare Kurvenanpassung der Jung-Verch-Gleichung (5.35) an die Messwerte liefert den funktionalen Zusammenhang für $T(I_{\text{Ph}})$. Die Gesamtunsicherheit der Temperatur $u_{\text{ges.}}(T)$ ist nur in der Vergrößerung des Kalibrierpunkts bei ca. 1680 K zu erkennen und dient zur Gewichtung der Kurvenanpassung. Die erweiterte Unsicherheit der Kurvenanpassung (....., rechte Ordinate) ergibt sich aus der halben Breite des Konfidenzbandes mit einem Vertrauensniveau von 95 %.

¹² Genauer wird eine χ^2 -Minimierung mit dem Levenberg-Marquardt-Algorithmus mit der Software „Origin 9.0“ von OriginLab Corp. durchgeführt.

5.2.3.2 Ergebnis und Unsicherheit der Kalibrierung

Für die Berechnung des optimalen Parametersatzes der inversen Jung-Verch-Gleichung und für die Abschätzung der Unsicherheit der Temperaturkalibrierung müssen die einzelnen Unsicherheitsbeiträge abgeschätzt werden. Die relevanten Beiträge sowie die resultierende Gesamtunsicherheit sind in Abbildung 5.6 am Ende dieses Abschnitts als Funktion der Temperatur dargestellt und werden im Folgenden diskutiert.

Unsicherheitsbeiträge zum korrigierten Photostrom Zunächst werden die Unsicherheitsbeiträge zum korrigierten Photostrom

$$\tilde{I} = \frac{I_{\text{Ph}}}{\varepsilon_{\lambda}^{\dagger}} - I_0 \quad (5.36)$$

diskutiert. Da dieser proportional zur Strahldichte ist, können die aus den Unsicherheiten des Stroms $u'(\tilde{I})$ resultierenden Temperaturunsicherheiten $u_T(\tilde{I})$ mit der in Abschnitt 2.1.2 aus der Wien'schen Näherung abgeleiteten Gleichung (2.20) abgeschätzt werden

$$\frac{u'(\tilde{I})}{\tilde{I}} = \frac{u'(L_{\lambda})}{L_{\lambda}} \approx \frac{c_2}{\lambda_0 T} \frac{u_T(\tilde{I})}{T}. \quad (5.37)$$

- *Dunkelstrom* $u_T(I_0)$ Die relativen Unsicherheiten der Dunkelströme von LP3 und LP5-HS, die sich aus der zeitlichen Schwankung dieser ergeben, liegen im Bereich von $u'_{\text{rel.}}(I_0) \approx 5\%$. Da der Dunkelstrom jedoch im Vergleich zum Photostrom sehr gering ist, sind die resultierenden Temperaturunsicherheiten

$$u_T(I_0, \text{LP3}) < 7 \text{ mK}, \quad (5.38)$$

$$u_T(I_0, \text{LP5}) < 4 \text{ mK}, \quad (5.39)$$

sodass ihr Beiträge zur Unsicherheit der korrigierten Photoströme vernachlässigt werden können.

- *Photostrom* $u_T(I_{\text{Ph}})$ Die aus der Standardabweichung des Mittelwerts berechneten relativen Unsicherheiten der Photoströme liegen für alle Messungen während der Kalibrierung bei $u'_{\text{rel.}}(I_{\text{Ph}}) \leq 0,7\%$ und im Mittel bei $\overline{u'_{\text{rel.}}(I_{\text{Ph}})} \approx 0,12\%$. Die daraus resultierenden Temperaturunsicherheiten liegen bei maximal

$$u_T(I_{\text{Ph}}) \leq 12 \text{ mK} . \quad (5.40)$$

Somit können die Unsicherheiten der Photoströme, aufgrund des Rauschens, ebenfalls vernachlässigt werden.

- *Emissionsgrad* $u_T(\varepsilon_\lambda^!)$ Die Berücksichtigung des Emissionsgrades des Hohlraumstrahlers mit $\varepsilon_\lambda^! = 0,999 \pm 0,001$ [3, 22, 52] bei der Berechnung des korrigierten Photostroms entspricht näherungsweise der Berechnung der Schwarzen Temperatur T_S nach Gleichung (2.22)

$$\frac{1}{T_S} \approx \frac{1}{T} - \frac{\lambda}{c_2} \ln(\varepsilon_\lambda^!) . \quad (5.41)$$

Das heißt, indirekt wird eine Umrechnung $T_S(\lambda_{\text{LP3}}) \rightarrow T \rightarrow T_S(\lambda_{\text{LP5-HS}})$ durchgeführt, somit gilt für die beiden Strahlungsthermometer

$$T_S(\lambda_{\text{LP5-HS}}) = \frac{c_2 T_S(\lambda_{\text{LP3}})}{c_2 + (\lambda_{\text{LP3}} - \lambda_{\text{LP5-HS}}) T_S(\lambda_{\text{LP3}}) \ln(\varepsilon_\lambda^!) } . \quad (5.42)$$

Aus der Unsicherheit des Emissionsgrades $u'(\varepsilon_\lambda^!) = 0,001$ und den Wellenlängen $\lambda_{\text{LP3}} \approx 650 \text{ nm}$ und $\lambda_{\text{LP5-HS}} \approx 1064 \text{ nm}$ resultiert für die Temperaturunsicherheit

$$u_T(\varepsilon_\lambda^!) \approx (30 \dots 150) \text{ mK} \quad \text{für: } T = (750 \dots 2000) \text{ }^\circ\text{C} . \quad (5.43)$$

Dieser Unsicherheitsbeitrag ist als (-----) in Abbildung 5.6 dargestellt.

Der Einfluss der Unsicherheit der Wellenlängendifferenz ist hierbei vernachlässigbar klein. Selbst eine recht pessimistische Schätzung von $u'(\lambda_{\text{LP3}} - \lambda_{\text{LP5}}) = 20 \text{ nm}$ führt bis $T = 2000 \text{ }^\circ\text{C}$ nur zu

$$u_T(\lambda_{\text{LP3}} - \lambda_{\text{LP5}}) \leq 7 \text{ mK} . \quad (5.44)$$

Weitere Beiträge zur Unsicherheit der Temperatur Neben den Unsicherheitsbeiträgen zum korrigierten Photostrom \tilde{I} wurden noch die folgenden direkten Beiträge bei der Gewichtung der Kurvenanpassung und der Berechnung der Gesamtunsicherheit berücksichtigt.

- *Hohlraumstrahler-Stabilität* $u_T(\text{Stabi.})$ Die Stabilität des Hohlraumstrahlers wurde jeweils aus der Temperaturdifferenz der beiden Messungen des LP3-8012 ermittelt, die eine Messung des LP5-HS einschließen. Es ergeben sich Unsicherheitsbeiträge von

$$u_T(\text{Stabi.}) = u'(\text{Stabi.}) \approx (5 \dots 73) \text{ mK} \quad (\text{für alle Messungen}) . \quad (5.45)$$

Für die Abschätzung der Gesamtunsicherheit der Temperatur wurde die obere Grenze der Schwankungen des Hohlraumstrahlers durch ein Polynom angenähert. Dieser Unsicherheitsbeitrag von $u_T(\text{Stabi.})$ ist als (-----) in Abbildung 5.6 enthalten.

- *Hohlraumstrahler-Homogenität* $u_T(\text{Homo.})$ Aus vorherigen Messungen ist die Homogenität des Hohlraumstrahlers bekannt. Allerdings spielt bei dieser Vergleichsmessung nur der Unterschied im Gesichtsfeld der Strahlungsthermometer eine Rolle. Da die optischen Eigenschaften des LP3-8012 und des LP5-HS recht ähnlich sind, kann der Unsicherheitsbeitrag der Hohlraumstrahler-Homogenität mit einem konstanten Erfahrungswert abgeschätzt werden

$$u_T(\text{Homo.}) = u'(\text{Homo.}) \approx 50 \text{ mK} \quad (\text{für alle Messungen}) . \quad (5.46)$$

- *Kalibrierung des LP3-8012* $u_T(\text{LP3})$ Den dominanten Unsicherheitsbeitrag zur Kalibrierung des LP5-HS liefert die Unsicherheit der Realisierung der ITS-90 durch das LP3-8012 selbst. Dies ist auf die schrittweise Weitergabe der primären Realisierung der ITS-90 durch den Goldfixpunkt zurückzuführen, wie sie in Abschnitt 2.1.4 beschrieben ist. Die typische Unsicherheit der Kalibrierung ist im Kalibrierschein [59] und der entsprechenden Arbeitsanweisung [52] tabellarisch festgehalten

$$u_T(\text{LP3}) = u'(\text{LP3}) \approx (300 \dots 570) \text{ mK} \quad \text{für: } T = (750 \dots 2000) \text{ }^\circ\text{C} . \quad (5.47)$$

Die Temperaturabhängigkeit dieses Unsicherheitsbeitrages wurde durch ein Polynom interpoliert und ist als (-----) in Abbildung 5.6 enthalten.

Jung-Verch-Fit und Gesamtunsicherheit Die oben aufgezählten Unsicherheitsbeiträge sind unabhängig voneinander, sodass sich für die Gesamtunsicherheit der Temperatur

$$u_{\text{ges.}}(T) = \sqrt{u_T(\varepsilon_\lambda)^2 + u_T(\text{Stabi.})^2 + u_T(\text{Homo.})^2 + u_T(\text{LP3})^2} \quad (5.48)$$

ergibt. Dies ist zum einen der wichtigste Beitrag zur Gesamtunsicherheit der Temperaturskala des LP5-HS T_{LP5} und zum anderen der Gewichtungsfaktor

$(1/u_{\text{ges.}}(T)^2)$ bei der nichtlinearen Kurvenanpassung der inversen Jung-Verch-Gleichung an die Messwerte (siehe Abbildung 5.5).

Zur Gesamtunsicherheit der Temperaturskala des LP5-HS bei der dynamischen Emissionsgradmessung $u_{\text{ges.}}(T_{\text{LP5}})$ tragen noch zwei zusätzliche Aspekte gegenüber der Gesamtunsicherheit der Temperatur bei der Kalibrierung $u_{\text{ges.}}(T)$ bei:

- *Nichtlineare Kurvenanpassung* $u_{T_{\text{LP5}}}(\text{Fit})$ In den Abbildungen 5.5 und 5.6 ist die halbe Breite des Konfidenzbandes mit einem Vertrauensniveau von 95 % als (.....) dargestellt. Dieser Wert wird als erweiterte Unsicherheit ($k = 2$) der nichtlinearen Kurvenanpassung $U_{T_{\text{LP5}}}(\text{Fit})$ verwendet.
- *Umfeld-Effekt* $u_{T_{\text{LP5}}}(SSE)$ Wie in Abschnitt 5.2.2.2 bereits erläutert, muss der Umfeld-Effekt beachtet werden. Die maximal zu erwartende Abweichung der Messwerte aufgrund des unterschiedlich strahlenden Umfeldes bei Kalibrierung und Anwendung wurde in Gleichung (5.29) abgeschätzt und führt nach Gleichung (2.20) zu

$$u'(SSE) = 2,5 \cdot 10^{-4} , \quad (5.49)$$

$$u_{T_{\text{LP5}}}(SSE) = (20 \dots 95) \text{ mK} \quad \text{für: } T_{\text{LP5}} = (750 \dots 2000) \text{ }^\circ\text{C} . \quad (5.50)$$

Dieser Unsicherheitsbeitrag ist in Abbildung 5.6 als (.....) dargestellt und muss bei der dynamischen Emissionsgradmessung berücksichtigt werden, auch wenn er nicht direkt der Kalibrierung zuzuschreiben ist.

Schließlich ergibt sich die Gesamtunsicherheit der Temperaturskala des LP5-HS bei der dynamischen Emissionsgradmessung aus

$$u_{\text{ges.}}(T_{\text{LP5}}) = \sqrt{u_{\text{ges.}}(T)^2 + u_{T_{\text{LP5}}}(\text{Fit})^2 + u_{T_{\text{LP5}}}(SSE)^2} , \quad (5.51)$$

diese ist in Abbildung 5.6 als (—) dargestellt. Mit einem Erweiterungsfaktor von $k = 2$ ergibt sich eine annähernd konstante relative Gesamtunsicherheit¹³ (—) von

$$U_{\text{rel.}}(T_{\text{LP5}}) < 7 \cdot 10^{-4} \quad \text{für: } T_{\text{LP5}} = (750 \dots 2000) \text{ }^\circ\text{C} . \quad (5.52)$$

¹³ Die Relativwerte beziehen sich dabei auf die Kelvin-Skala und sind hier und in Abbildung 5.6 nur zur besseren Veranschaulichung als Funktion der Celsius-Skala aufgetragen.

Es wird außerdem deutlich, dass die Unsicherheit der ITS-90-Skala des LP3-8012 die Gesamtunsicherheit dominiert. Wie zu erwarten, hat die Gesamtunsicherheit durch die Vergleichsmessung der sich ähnelnden hochwertigen Strahlungsthermometer nur wenig zugenommen.

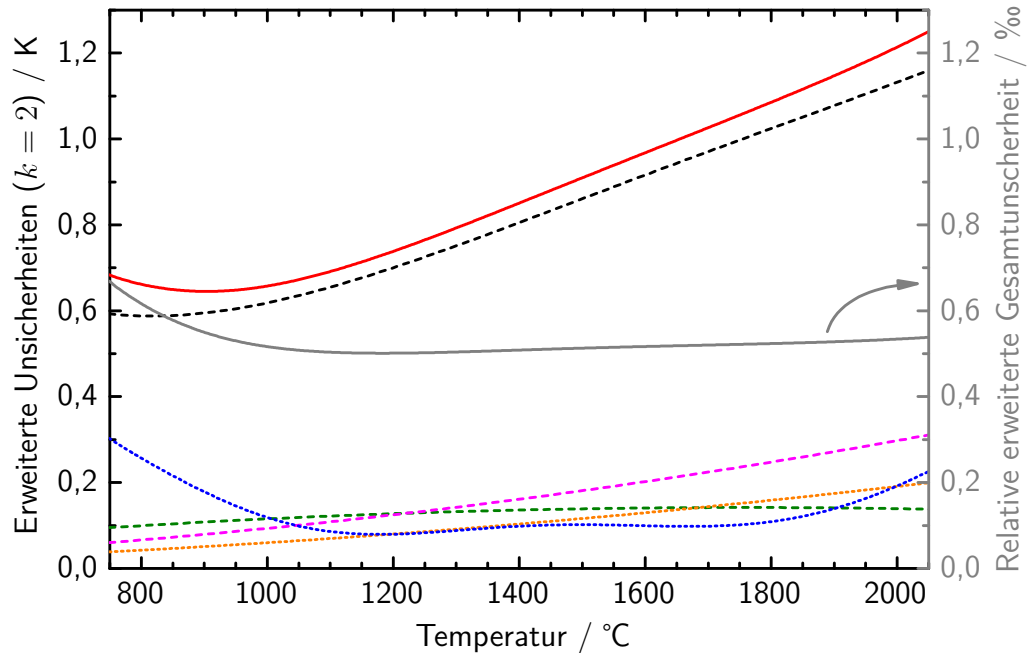


Abb. 5.6: Unsicherheit der Temperaturskala des LP5-HS

Die erweiterte Gesamtunsicherheit der Temperaturskala des LP5-HS bei der dynamischen Emissionsgradmessung $u_{\text{ges.}}(T_{\text{LP5}})$ (—) ergibt sich aus den Beiträgen

- der nichtlinearen Kurvenanpassung $U_{T_{\text{LP5}}}(\text{Fit})$,
- des Umfeld-Effekts $U_{T_{\text{LP5}}}(SSE)$,

und der Gesamtunsicherheit der Temperatur $u_{\text{ges.}}(T)$. Diese wiederum hat, neben dem hier nicht gezeigten Beitrag der Homogenität des Hohlraumstrahlers $U_T(\text{Homo.}) = 100 \text{ mK}$, die weiteren Beiträge

- der Emissionsgrad-Korrektur des Photostroms $u_T(\varepsilon_\lambda^1)$,
- der Stabilität des Hohlraumstrahlers $U_T(\text{Stabi.})$ und
- der Kalibrierung des LP3-8012 $U_T(\text{LP3})$ [52].

Die erweiterte relative Gesamtunsicherheit der Temperaturskala des LP5-HS (—, rechte Ordinate) ist annähernd konstant.

Anmerkung zu $T \stackrel{?}{=} T_{\text{LP5}}$ Wie schon im Absatz „Anmerkung zu $T \stackrel{?}{=} T_{90}$ “ im Abschnitt 2.1.4 auf Seite 30 erläutert, wird im Rahmen dieser Arbeit nicht zwischen der thermodynamischen Temperatur T und der Temperatur nach der „Internationalen Temperatur Skala von 1990 (ITS-90)“ T_{90} unterschieden.

Die Unterscheidung zwischen der Temperatur T und der Temperaturskala des LP5-HS T_{LP5} wurde in diesem Abschnitt vorgenommen, um die verschiedenen Unsicherheitsbeiträge klarer zu trennen. Da diese beiden Temperaturen, im Rahmen der Unsicherheit der Kalibrierung, identisch sind, wird diese Unterscheidung im Folgenden ebenfalls nicht mehr vorgenommen. Es wird davon ausgegangen, dass der mit dem LP5-HS gemessene Temperaturwert die thermodynamische Temperatur T ist.

5.2.4 Kalibrierung des HS-Modus

Wie bereits im Absatz „HS-Modus“ in Abschnitt 5.2.1.4 erläutert, weist der Analog-Digital-Wandler für den HS-Modus des LP5-HS eine prinzipbedingte, leichte Nichtlinearität auf. Das heißt, dass im Gegensatz zum LS-Modus bei der Digitalisierung der Spannung des Transimpedanzverstärkers eine leichte Verschiebung des Null-Punktes zu erwarten ist (siehe Abschnitt 5.2.1.4). Durch einen Vergleich der Spannungsmessung U_{Ph} des HS-Modus mit dem gleichzeitig gemessenen Photostrom I_{Ph} des LS-Modus kann diese Nichtlinearität einfach berücksichtigt werden und so über die Temperatur-Kalibrierung eine Rückführung auf die ITS-90 erfolgen

$$T = T(I_{Ph}) = T [I_{Ph}(U_{Ph})] . \quad (5.53)$$

5.2.4.1 Experimenteller Aufbau und Durchführung

Die Vergleichsmessungen wurden für die drei Messbereiche des LP5-HS bei Strahldichten durchgeführt, welche Temperaturen von 500 °C bis 2650 °C in 50 °C-Schritten entsprechen. Diese Temperatur wird als Schwarze Temperatur T_S bezeichnet und ist die virtuelle Temperatur, die ein Schwarzer Körper mit gleicher Strahldichte besäße (Details siehe Abschnitt 2.1.2).

Um den gesamten Messbereich des LP5-HS abzudecken, wird eine über fast 6 Größenordnungen variable Strahlungsquelle benötigt (siehe Photostrom-Skala in Abbildung 5.7). Dies wurde mit einer Niedervolt-Halogenlampe mit variabler Spannungsversorgung und einem aus zwei Polarisationsfiltern bestehenden variablen Strahlungsabschwächer erreicht. Diese Komponenten wurden zusammen mit dem LP5-HS in einer Achse auf einer optischen Bank montiert. Nachdem sich die Halogenlampe thermisch stabilisiert hatte, wurde eine Messung mit dem LS-Modus gestartet und für jeden Temperaturschritt 10 jeweils 4 Sekunden lange Messungen mit dem HS-Modus durchgeführt. So kann ein Driften der Halogenlampe besser kompensiert werden als zum Beispiel mit nur einer Messung über 40 Sekunden. Ähnliche Messungen wurden

auch bei der Temperatur-Kalibrierung des LS-Modus vor dem Hochtemperatur-Hohlraumstrahler durchgeführt (siehe Abschnitt 5.2.3), sodass über 840 Einzelmessungen zur Kalibrierung herangezogen werden können.

Zur Auswertung wurde ein LabVIEW-Programm¹⁴ erstellt, dass in den gespeicherten Messdaten die gleichzeitig abgelaufenen Messungen von LS- und HS-Modus findet und auswertet. Es wird jeweils der Mittelwert und die Standardabweichung des Mittelwerts über 4 Sekunden, d. h. 4000 U_{Ph} - und 20 I_{Ph} -Werte, gebildet.

5.2.4.2 Ergebnis und Unsicherheit der Kalibrierung

Wie erwartet, wurde eine Abweichung vom Idealfall einer strengen Proportionalität $I_{\text{Ph}} = G \cdot U_{\text{Ph}}$ mit einem konstanten Leitwert G beobachtet. Diese wird durch einen spannungsabhängigen Leitwert $G(U_{\text{Ph}})$ beschrieben. Abbildung 5.7 zeigt zur Übersicht die Leitwerte der drei Messbereiche als Funktion der Schwarzen Temperatur T_{S} .

Es wird deutlich, dass durch die Überlappung der Messbereiche eine Messung am unteren Ende des jeweiligen Messbereiches vermieden werden kann. Deshalb wurde die Ausgleichsfunktion nur in den in Abbildung 5.7 markierten Bereichen bestimmt. Die resultierende Kalibrierung erlaubt einen Wechsel des Messbereichs innerhalb eines ca. 200 K langen Intervalls, was für die praktische Arbeit ausreichend ist. In diesen verkleinerten Bereichen ist eine bessere Approximation der Messwerte mit der Ausgleichsfunktion möglich. Da eine sehr hohe zeitliche Stabilität der beobachteten Daten zu erwarten ist (siehe Absatz „HS-Modus“ in Abschnitt 5.2.1.4), wurde die Kalibrierung über den gesamten Messbereich des LP5-HS durchgeführt. So ist auch eine spätere Anwendung über den für die dynamische Emissionsgradmessung relevanten Temperaturbereich (750 °C bis 2000 °C) hinaus möglich.

Abbildung 5.8 zeigt am Beispiel des Messbereichs R_2 das Ergebnis der $I_{\text{Ph}}(U_{\text{Ph}})$ -Kalibrierung. Als Abweichung vom Idealfall eines konstanten Leitwerts $G = I_{\text{Ph}}/U_{\text{Ph}}$ wird eine Verschiebung des Null-Punktes und eine quadratische Abhängigkeit des Stroms von der Spannung berücksichtigt

$$I_{\text{Ph}} = x_{I(U)} + y_{I(U)} U_{\text{Ph}} + z_{I(U)} U_{\text{Ph}}^2$$

$$\text{bzw. } G(U_{\text{Ph}}) = \frac{x_{I(U)}}{U_{\text{Ph}}} + y_{I(U)} + z_{I(U)} U_{\text{Ph}} . \quad (5.54)$$

¹⁴ Die „Laboratory Virtual Instrumentation Engineering Workbench“ (LabVIEW) ist ein grafisches Programmiersystem von National Instruments Corp.

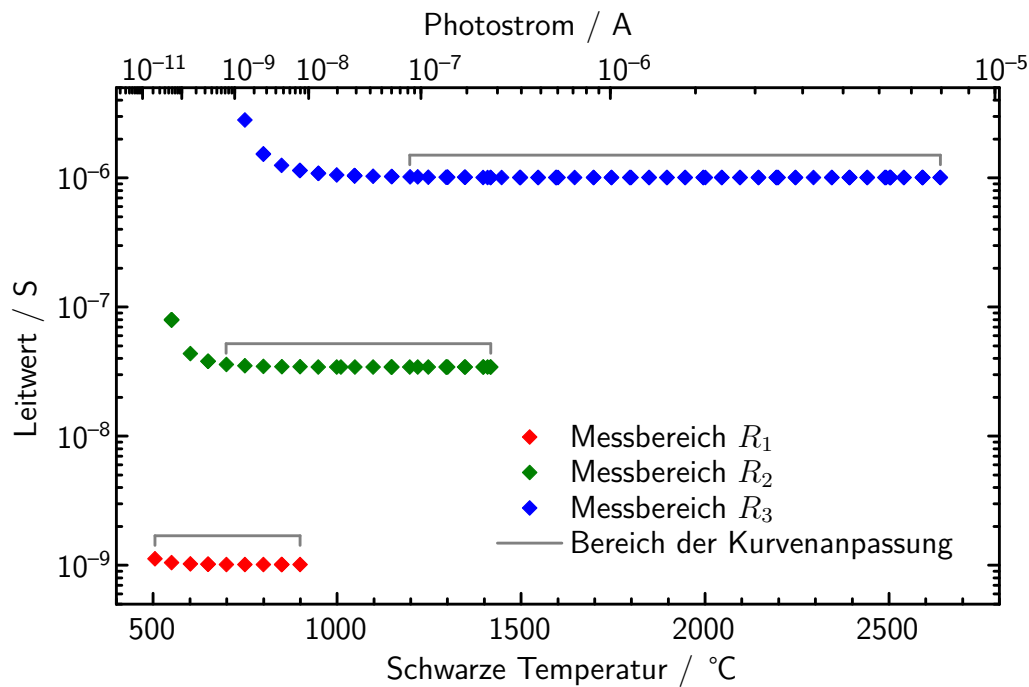


Abb. 5.7: Übersicht über die Messbereiche im HS-Modus
 Für die drei Messbereiche R_1 bis R_3 ergibt sich der Zusammenhang zwischen der Transimpedanzspannung U_{Ph} des HS-Modus und dem Photostrom I_{Ph} aus $I_{Ph} = G(U_{Ph}) \cdot U_{Ph}$. Die Bereiche der Kurvenanpassung zur Bestimmung von $G(U_{Ph})$ (—) sind so gewählt, dass eine Überlappung von ca. 200 K zur Messbereichsumschaltung vorhanden ist. Die obere Abszisse zeigt den zur Temperatur korrespondierenden Photostrom nach Gleichung (2.25).

Es hat sich gezeigt, dass höhere Ordnungen von U_{Ph} keine wesentliche Verbesserung der nichtlinearen Kurvenanpassung bewirken.

Die im unteren Teil von Abbildung 5.8 dargestellte Unsicherheit für $G(U_{Ph})$ ergibt sich aus zwei unkorrelierten Hauptkomponenten:

- *Unsicherheit der einzelnen Leitwerte* $u_G(G_i)$ (◇) Auf die Unsicherheit der einzelnen Leitwerte haben nur die Unsicherheiten der jeweiligen Messwerte $u'(I_{Ph,i})$ und $u'(U_{Ph,i})$ einen Einfluss, diese ergeben sich jeweils aus der Standardabweichung des Mittelwerts. Bei der Berechnung eines Leitwertes $G(U_{Ph,i})$ ist die Unsicherheit des Mittelwerts der 20 I_{Ph} -Messungen dominant gegenüber den 4000 U_{Ph} -Messungen.
- *Unsicherheit der Kurvenanpassung* $u_G(\text{Res.})$ (○) Als Maß für Unsicherheit der nichtlinearen Kurvenanpassung wird der Betrag der Residuen der Kurvenanpassung verwendet.

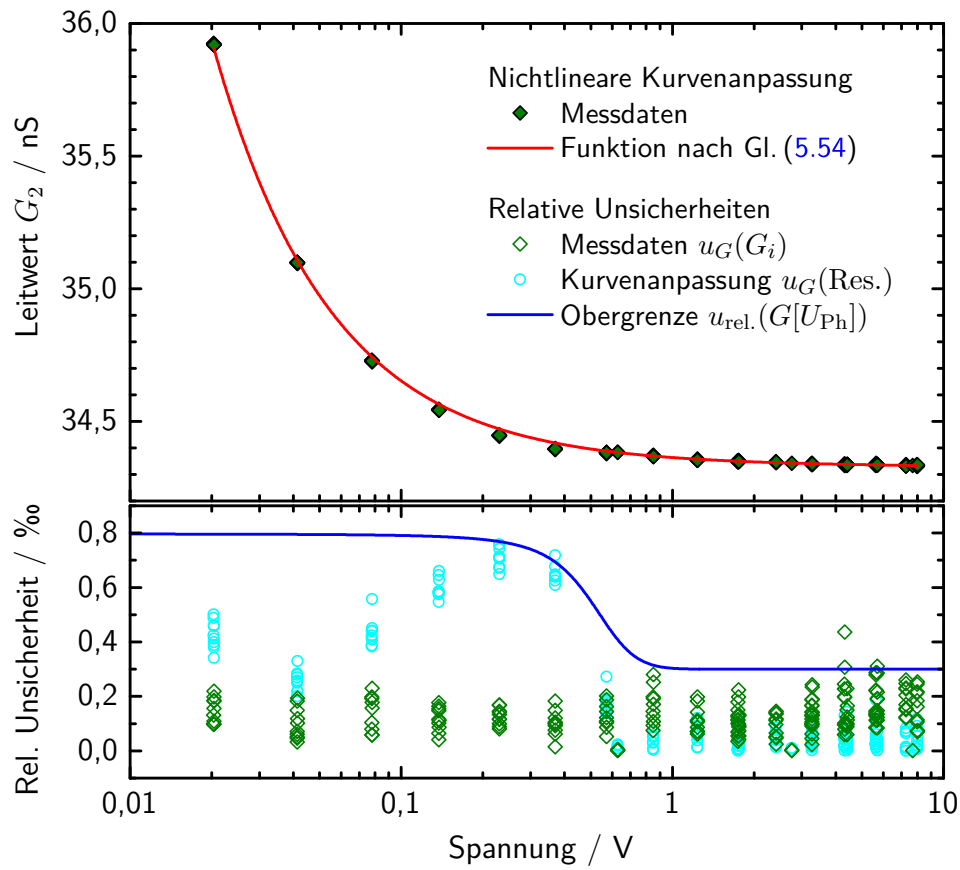


Abb. 5.8: Ergebnis und Unsicherheit der Kalibrierung des HS-Modus Das obere Diagramm zeigt am Beispiel des Messbereichs R_2 die nichtlineare Kurvenanpassung nach Gleichung (5.54).

Das untere Diagramm zeigt die relativen Unsicherheiten, die aus den einzelnen Leitwerten $u_G(G_i)$ und aus der Kurvenanpassung $u_G(\text{Res.})$ resultieren. Die kontinuierliche Unsicherheit $u_{\text{rel.}}(G[U_{\text{Ph}}])$ (—) schließt für alle drei Messbereiche gemeinsam über 95 % der diskreten Gesamtunsicherheitswerte ein. (Letztere sind nicht abgebildet.)

Dabei hat sich herausgestellt, dass für die 3 Messbereiche des LP5-HS die relativen Gesamtunsicherheiten jeweils eine ähnliche Größe und Verteilung aufweisen. Um die spätere Berechnung der Unsicherheit eines konkreten Messwertes zu vereinfachen, wurde eine kontinuierliche Funktion $u_{\text{rel.}}(G[U_{\text{Ph}}])$ bestimmt (— in Abbildung 5.8). Diese Funktion schließt für alle Messbereiche gemeinsam über 95 % der diskreten Gesamtunsicherheitswerte ein.

Bei der Kalibrierung des HS-Modus handelt es sich im Prinzip um den Vergleich der verschiedenen internen Analog-Digital-Wandler des LP5-HS (siehe Abschnitt 5.2.1.4). Deshalb kommen bei der Temperaturmessung mit dem

HS-Modus keine weiteren Unsicherheitsbeiträge zum Tragen. Somit ist die relative Unsicherheit des Photostroms gleich der relativen Unsicherheit des Leitwertes. Daraus kann, wie in Abschnitt 5.2.3.2 über Gleichung (5.37), der zusätzliche Unsicherheitsbeitrag bei der Temperaturmessung im HS-Modus ermittelt werden

$$u_{\text{ges.}}(T_{\text{HS-Modus}}) = \sqrt{u_{\text{ges.}}(T_{\text{LS-Modus}})^2 + \left(u_{\text{rel.}}(G[U_{\text{Ph}}]) \frac{\lambda_0 T^2}{c_2} \right)^2}. \quad (5.55)$$

In Abbildung 5.9 ist der Verlauf der erweiterten Unsicherheiten für die drei Messbereiche dargestellt. Es wird deutlich, dass die Unsicherheit der Temperaturmessung mit einer Messrate von 1000 Hz (HS-Modus) nur unwesentlich größer ist als bei der Messung im konventionellen LS-Modus mit einer Rate von 5 Hz.

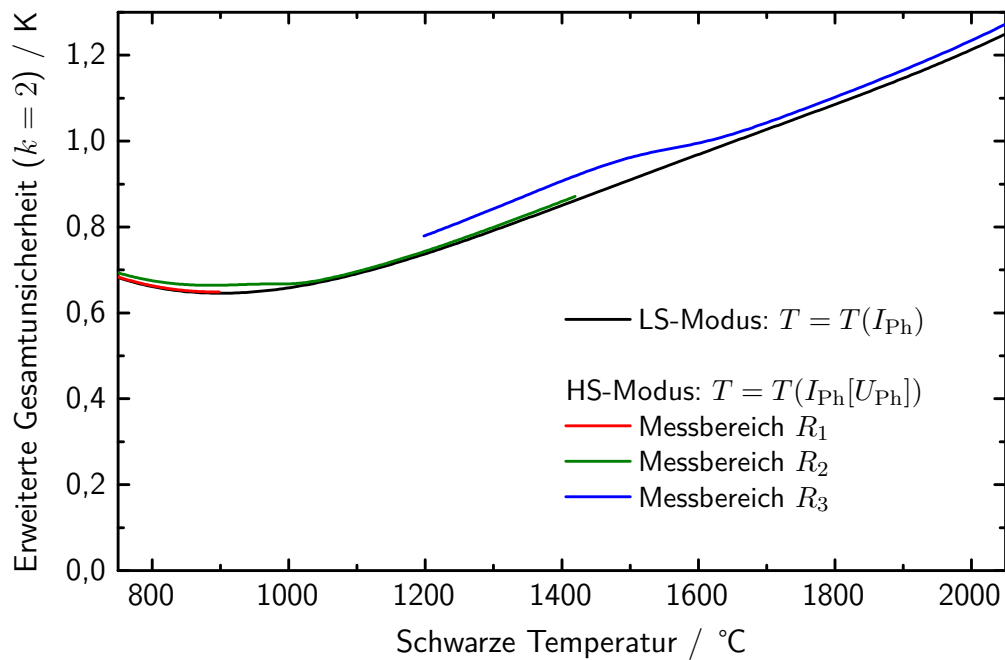


Abb. 5.9: Unsicherheiten der Temperaturmessung im LS- und HS-Modus Die Unsicherheit der Temperaturmessung wird im LS- und HS-Modus durch die für Strahlungsthermometer übliche Unsicherheit bei der Weitergabe der Temperaturskala dominiert (siehe Abbildung 5.6). Für die Messung mit einer Rate von 1000 Hz (HS-Modus) erhöht sich die Unsicherheit leicht durch die in diesem Abschnitt beschriebene Umrechnung $I_{\text{Ph}} = I_{\text{Ph}}(U_{\text{Ph}})$.

Mit den beiden oben beschriebenen Kalibrierungen des LS-Modus (Abschnitt 5.2.3) und des HS-Modus (Abschnitt 5.2.4) ist die Temperaturmessung mit dem LP5-HS vollständig beschrieben. Im folgenden Abschnitt 5.3 wird die Auswertung der Messdaten mit der Theorie aus Abschnitt 5.1 erläutert.

5.3 Auswertung der gemessenen Temperaturänderung

Das für die dynamische Emissionsgradmessung entwickelte Strahlungsthermometer LP5-HS ermöglicht mit seiner Kalibrierung die Absolutmessung der Temperaturänderung auf der Probenrückseite (siehe Abschnitt 5.2). Diese gemessene Temperaturänderung $\Delta T_{\text{HS}}(t)$ wird durch $\Delta T^{\text{M}}(t)$ aus Gleichung (5.20) in Abschnitt 5.1 beschrieben, die aus der Theorie zum Laser-Flash-Verfahren hergeleitet wurde. Durch eine nichtlineare Kurvenanpassung dieser Gleichung an die Messwerte soll nun die für die dynamische Emissionsgradmessung entscheidende Größe, die adiabatischen Temperaturänderung $\Delta T_{\text{adb.}}$, bestimmt werden.

Die schrittweise Analyse der gemessenen Temperaturänderung, die für eine nichtlineare Kurvenanpassung notwendig ist, wird im Folgenden erläutert. Die Schritte werden anhand realer Messdaten für Graphit bei ca. 1250 °C illustriert (Abbildungen 5.10 bis 5.12). Dabei wird auch auf die resultierende Unsicherheit für $\Delta T_{\text{adb.}}$ eingegangen. Der hier beschriebene Algorithmus wurde in LabVIEW implementiert. Er ermöglicht eine effiziente, halbautomatische Datenauswertung, bei der Zwischenergebnisse manuell kontrolliert werden können.

5.3.1 Schritte zur Bestimmung der adiabatischen Temperaturänderung

Der Algorithmus zur Analyse der Messdaten besteht im Wesentlichen aus den folgenden Schritten, die im Anschluss erläutert werden.

0. Berechnung des Photostroms I_{Ph} und der Temperatur des Regelthermoelements T_{TE}
1. Bestimmung des Beginns des Laserpulses t_0
2. Kurvenanpassung zur Bestimmung der Gleichgewichtstemperatur T_0
3. Ermittlung der Halbwertszeit $t_{0,5}$
4. Berechnung der Startwerte für die Parameter der Kurvenanpassung
5. Berechnung des zeitlichen und räumlichen Profils der Laserstrahlung aus den Einstellungen des Lasers
6. Durchführung der Kurvenanpassung des Temperaturhubes $\Delta T^{\text{M}}(t)$ an die Messwerte $\Delta T_{\text{HS}}(t)$
7. Abschätzung der maximalen Temperatur an der Probenvorderseite ΔT_{front} (am Ende von Abschnitt 5.3.2)

Schritt 0: Photostrom I_{Ph} und Temperatur des Regelthermoelements

T_{TE} Vor der eigentlichen Analyse der Messdaten des HS-Modus werden jeweils der Mittelwert und die Standardabweichung des Photostroms I_{Ph} und der Temperatur des Regelthermoelements T_{TE} berechnet. Diese werden über die Messzeit von typischerweise 4 Sekunden bzw. etwa 20 Messwerten ausgewertet. Die Ergebnisse $\overline{I_{\text{Ph}}} \pm u'(I_{\text{Ph}})$ bzw. $\overline{T_{\text{TE}}} \pm u'(T_{\text{TE}})$ werden bei der Berechnung des Emissionsgrades für die auftretenden Korrekturen benötigt (siehe Abschnitt 7.3). In Abbildung 5.10 sind die Temperaturmessung des Thermoelements T_{TE} (—■—) und des LP5-HS im LS-Modus $T_{\text{LS}} = T(I_{\text{Ph}})$ (—◆—) dargestellt. Für Details zum Regelthermoelement siehe Abschnitt 7.1.1 und Abbildung 4.5.

Schritt 1: Beginn des Laserpulses t_0 Da eine genaue zeitliche Steuerung des Lasersystems nicht möglich ist, muss der Beginn des Laserpulses t_0 aus den Temperaturdaten des LP5-HS im HS-Modus $T_{\text{HS-Modus}}$ bestimmt werden. Dies ist notwendig, da bei der Lösung der Wärmeleitungsgleichung von einem kurzen Energieeintrag zum Zeitpunkt $t = 0$ ausgegangen wurde. Die in Abbildung 5.10 bei T_{HS} (—●—) deutlich zu erkennende Streustrahlung des Laserpulses dient zur Festlegung der Startzeit t_0 (siehe vergrößerte Zeit-Achse). Die Zeit nach dem Beginn des Laserpulses t ergibt sich somit aus der Zeit der Messwertaufzeichnung t^*

$$t = t^* - t_0 . \quad (5.56)$$

Bei der Implementierung der Laserpuls-Erkennung wird die Ableitung der Messwerte analysiert und der extreme Anstieg bzw. Abfall des Signals ausgenutzt. Außerdem wird das Ende der Störung der Temperaturmessung durch den Laserpuls ermittelt, ab der eine Kurvenanpassung an die Messwerte sinnvoll ist. Durch die Einstellzeit des LP5-HS von 2 ms (siehe Abschnitt 5.2.2.3) und den sprunghaften Anstieg und Abfall liegt dieser Zeitpunkt typischerweise 4 ms nach t_0 .

Schritt 2: Gleichgewichtstemperatur T_0 Im Abschnitt 2.3.2 wird beim Laser-Flash-Verfahren die Probertemperatur $T(t)$ als die Summe des statischen Anteils T_0 und des dynamischen $\Delta T(t)$ definiert

$$T(t) = T_0 + \Delta T(t) . \quad (5.57)$$

Somit ist T_0 auch die Temperatur der Probe im thermodynamischen Gleichgewicht mit ihrer Umgebung vor dem Laserpuls und lange danach. In der

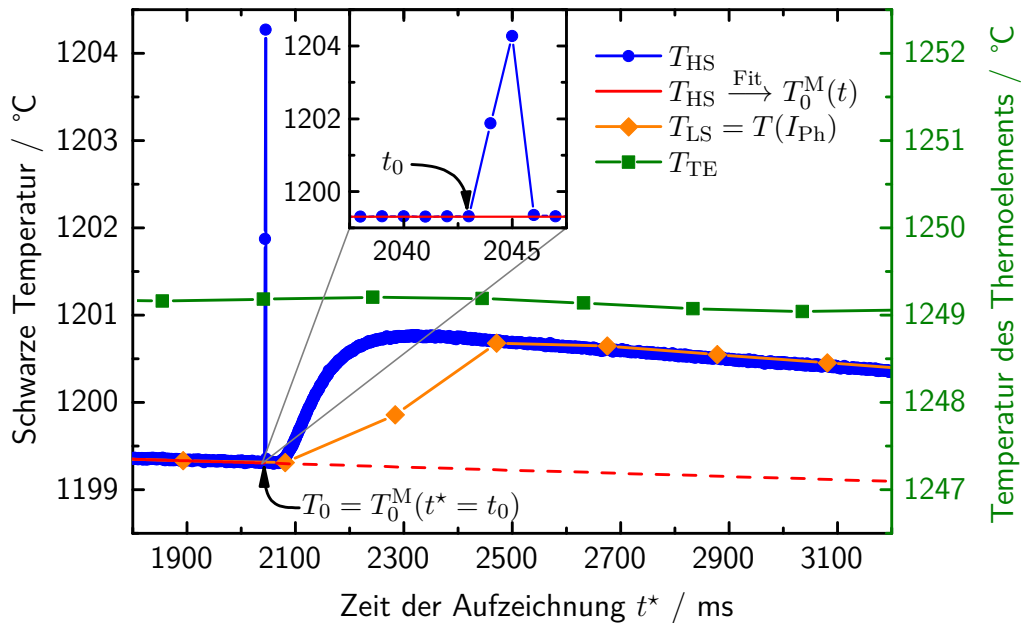


Abb. 5.10: Schritte 1 und 2 zur Bestimmung der adiabatischen Temperaturänderung Es sind die drei wesentlichen Messgrößen dargestellt: die Schwarze Temperatur im HS-Modus T_{HS} , die aus dem Photostrom (LS-Modus) resultierende Temperatur T_{LS} und die Temperaturwerte des Regelthermoelements T_{TE} . Aus diesen wird in *Schritt 1* die Startzeit des Laserpulses t_0 mit $t = t^* - t_0$ ermittelt, (siehe vergrößerter Ausschnitt). In *Schritt 2* wird die Gleichgewichtstemperatur $T_0^{\text{M}}(t) = m_{T_0} \cdot t + T_0$ über die lineare Kurvenanpassung an $T_{\text{HS}}(t \leq 0)$ bestimmt.

Anmerkung: Die zeitliche Änderung von $T_0^{\text{M}}(t)$ ist künstlich verstärkt, um den Effekt besser zu demonstrieren. In den meisten Fällen ist die Gleichgewichtstemperatur zeitlich stabiler als hier dargestellt.

Praxis ist die Umgebungstemperatur, aufgrund von unvermeidlichen, allmählichen Schwankungen der Ofentemperatur (siehe Abbildung 5.10), jedoch nicht konstant. Dieser im Vergleich zu $\Delta T(t)$ langsamen Änderung wird durch einen variablen „statischen Anteil“ $T_0^{\text{M}}(t)$ Rechnung getragen. Es ergibt sich für die gemessene Temperatur $T^{\text{M}}(t)$ mit der in Abschnitt 5.1 hergeleiteten Temperaturänderung $T^{\text{M}}(t)$

$$\begin{aligned}
 T^{\text{M}}(t) &= T_0^{\text{M}}(t) + \Delta T^{\text{M}}(t) , \\
 \text{mit } T_0^{\text{M}}(t) &:= m_{T_0} \cdot t + T_0 & (5.58) \\
 \text{und } \Delta T^{\text{M}}(t) &= 0 \text{ für } t \leq 0 .
 \end{aligned}$$

Für die Emissionsgradberechnung sind dabei letztendlich nur die Temperaturen T_0 und $T_0 + \Delta T_{\text{adb}}$ entscheidend. Die Berücksichtigung einer veränderlichen Ofentemperatur ist jedoch wichtig, um zwischen diesem Effekt und den thermischen Verlusten der Probe unterscheiden zu können.

Die beiden Koeffizienten m_{T_0} und T_0 von $T_0^{\text{M}}(t)$ werden durch eine lineare Kurvenanpassung an $T_{\text{HS}}(t)$ für $t < 0$ erhalten (siehe (—) in Abbildung 5.10). Es wird davon ausgegangen, dass sich der lineare Trend von $T_0^{\text{M}}(t)$ auch für $t > 0$ fortsetzt (---), sodass sich die gemessene Temperaturänderung $\Delta T_{\text{HS}}(t)$ aus den Messwerten $T_{\text{HS}}(t^*)$ ergibt

$$\Delta T_{\text{HS}}(t) = T_{\text{HS}}(t^* - t_0) - T_0^{\text{M}}(t^* - t_0) . \quad (5.59)$$

Schritt 3: Halbwertszeit $t_{0,5}$ Die Ermittlung der Zeit zum Erreichen des halben Maximalwertes $t_{0,5}$ ist in Abbildung 5.11 dargestellt. In der ersten Arbeit zum Laser-Flash-Verfahren, die vom adiabatischen Idealfall ausgeht [6], wurde diese Zeit zur Berechnung der Temperaturleitfähigkeit verwendet. Diese ergibt sich nach Gleichung (5.21) aus

$$t_{0,5} \approx 1,370 \frac{d^2}{\pi^2 \alpha_{\text{adb}}} . \quad (5.60)$$

Mit Hilfe der Halbwertszeit $t_{0,5}$ wird in Schritt 4 der Startwert der Temperaturleitfähigkeit für die Kurvenanpassung von $\Delta T^{\text{M}}(t)$ an $\Delta T_{\text{HS}}(t)$ berechnet. Bei der dynamischen Emissionsgradmessung dient die Halbwertszeit außerdem zur Festlegung des Endzeitpunktes dieser nichtlinearen Kurvenanpassung (siehe Schritte 6 und Abschnitt 5.3.2).

Die Implementierung der Halbwertszeit-Berechnung ist darauf ausgelegt, auch bei Messungen um 750 °C, mit einem deutlich schlechteren Signal-Rausch-Verhältnis als in Abbildung 5.11, noch zuverlässig zu funktionieren. Dabei dient eine Interpolation von $\Delta T_{\text{HS}}(t)$ (—●—) mit einem kubischen Spline zur Festlegung der Grenzen der folgenden Kurvenanpassungen. Für das Maximum wird ein Polynom fünften Grades (—) an $\Delta T_{\text{HS}}(t)$ angepasst. Die Anpassung eines Polynoms zweiten Grades (—) in der Region um die Halbwertszeit erlaubt schließlich eine genaue und robuste Bestimmung von $t_{0,5}$.

Schritt 4: Startwerte für die Parameter der Kurvenanpassung Für eine effiziente Kurvenanpassung von $\Delta T^{\text{M}}(t)$ mit den in Abschnitt 5.1 beschriebenen komplexen Zusammenhängen ist die Wahl der Startwerte für die freien Parameter mit entscheidend.

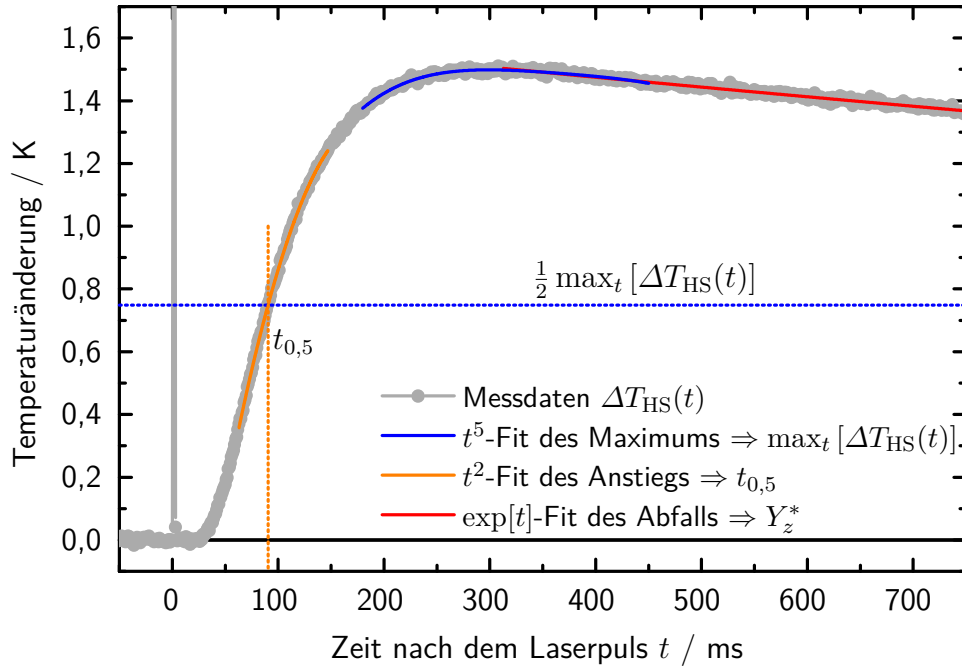


Abb. 5.11: Schritte 3 und 4 zur Bestimmung der adiabatischen Temperaturänderung Aus den in Schritt 1 und 2 aufbereiteten Messdaten $\Delta T_{\text{HS}}(t)$ wird in *Schritt 3* die Zeit $t_{0,5}$ zum Erreichen des halben Maximalwertes berechnet. In *Schritt 4* wird ein grober Schätzwert für den Verlustparameter Y_z^* aus dem exponentiellen Abfall der Messwerte ermittelt. Aus diesen Werten können die freien Parameter von $\Delta T^{\text{Josell}}[\Delta T_{\text{adb.}}^{\text{J}}, \alpha^{\text{J}}, Y_z^{\text{J}}](t)$ aus Gleichung (5.61) mit ausreichender Genauigkeit bestimmt werden. Diese dienen dann als Startwerte für die Kurvenanpassung von $\Delta T^{\text{M}}(t)$ an $\Delta T_{\text{HS}}(t)$.

Eine gute Näherung der freien Parameter ($\Delta T_{\text{adb.}}$, α , Y_z und Y_r ; siehe Abschnitt 5.1) ist über das vereinfachte Cape-Lehman-Modell [116] nach Josell et al. [117] möglich. Nach Gleichung (9) und (10) in Ref. [117] lässt sich $\Delta T(t)$ annähern durch

$$\Delta T^{\text{Josell}}[\Delta T_{\text{adb.}}^{\text{J}}, \alpha^{\text{J}}, Y_z^{\text{J}}](t) = \Delta T_{\text{adb.}}^{\text{J}} \sum_{n=0}^{\infty} A_n \exp\left[-\alpha^{\text{J}} \frac{Z_n^2}{d^2} t\right], \quad (5.61)$$

mit: $A_n = \frac{2(-1)^n Z_n^2}{Z_n^2 + 2Y_z^{\text{J}} + Y_z^{\text{J}2}}.$

Dabei gilt für den ersten Summanden nach [117: Gl. (8)]

$$Z_0 \approx \sqrt{2Y_z^{\text{J}}} \left(1 - \frac{Y_z^{\text{J}}}{12} + \frac{11Y_z^{\text{J}2}}{1440} + \dots\right). \quad (5.62)$$

Im Vergleich mit den für die endgültige Kurvenanpassung verwendeten Gleichungen (5.20) und (A.13), ist eine ähnliche Struktur erkennbar.

Aus den Gleichungen (5.60) bis (5.62) ergibt sich schließlich in grober Näherung eine einfache Exponentialfunktion für den Verlauf der Temperaturänderung nach dem Erreichen des Maximums

$$\Delta T^{\text{Josell}}(t > t_{\text{max}}) \approx \Delta T_{\text{adb.}}^{\text{J}} \cdot A_0 \exp\left[-\frac{Z_0^2}{\pi^2} \frac{1,370}{t_{0,5}} t\right], \quad (5.63)$$

$$\approx a_{\text{exp}} \cdot \exp[-b_{\text{exp}} \cdot t],$$

$$\text{mit: } b_{\text{exp}} \approx \frac{1,370}{\pi^2 t_{0,5}} \cdot 2Y_z^{\text{J}} \left(1 - \frac{Y_z^{\text{J}}}{12}\right)^2. \quad (5.64)$$

Durch die Kurvenanpassung der Exponentialfunktion aus Gleichung (5.63) an die Messwerte $\Delta T_{\text{HS}}(t)$ lässt sich der Wert von b_{exp} bestimmen (— in Abbildung 5.11). Dabei wird der Bereich ausgewertet, der nach dem, im vorherigen Schritt 3 bestimmten, Maximum der Temperaturänderung liegt. Somit ergibt sich für den dimensionslosen Verlustparameter Y_z ein erster grober Schätzwert Y_z^* aus Gleichung (5.63). Diese einfache exponentielle Kurvenpassung lässt sich auch gegenüber einem schlechten Signal-Rausch-Verhältnis robust implementieren.

Aus dem groben Schätzwert Y_z^* und der Halbwertszeit $t_{0,5}$ (aus Schritt 3) lassen sich gute Startwerte für die vier gesuchten Parameter berechnen, die in der Nähe der Fitergebnisse liegen. Dabei hängt die Korrektur der Parameter nur vom Verlustparameter Y_z^{J} ab¹⁵ und es gilt

$$Y_z^{\text{J}} = P_Y(Y_z^*) \cdot Y_z^*, \quad (5.65)$$

$$\Delta T_{\text{adb.}}^{\text{J}} = P_T(Y_z^{\text{J}}) \cdot \max_t [\Delta T_{\text{HS}}(t)], \quad (5.66)$$

$$\alpha^{\text{J}} = P_\alpha(Y_z^{\text{J}}) \cdot \frac{d^2}{\pi^2 t_{0,5}}. \quad (5.67)$$

Dabei sind $P_i(Y_z)$ drei Polynome der Form

$$P_i(Y_z) = \sum_{k=0}^{\infty} c_{i,k} Y_z^k, \quad i = \{Y, T, \alpha\}. \quad (5.68)$$

Um die Koeffizienten der drei Polynome zu bestimmen, wurde die exponentielle Kurvenanpassung nach Gleichung (5.63) auch an der vollständigen Funktion für $\Delta T^{\text{Josell}}[\Delta T_{\text{adb.}}^{\text{J}}, \alpha^{\text{J}}, Y_z^{\text{J}}](t)$ nach Gleichung (5.61) für verschie-

¹⁵ Diesem Verhalten liegt die Skalen-Invarianz der Wärmeleitungsgleichung zugrunde.

dene Y_z^J -Werte durchgeführt. Aus der Abweichung der näherungsweise bestimmten Parameter zu den Ausgangswerten wurden die Koeffizienten der drei Polynome bis $k = 14$ bestimmt, sodass mit der Korrektur durch $P_i(Y_z)$ die Abweichung der Parameter Y_z^J , $\Delta T_{\text{adb.}}^J$ und α^J zu den Ausgangswerten unter 0,4 % liegt.

Die so ermittelten Größen für die Lösung der Wärmeleitungsgleichung nach Josell et al. [117] werden als Startwerte für die nichtlineare Kurvenanpassung mit der in dieser Arbeit entwickelten Lösung (siehe Abschnitt 5.1) verwendet, dabei ist $Y_r^{\text{Start}} = Y_z^{\text{Start}} = Y_z^J$.

Schritt 5: Parameter des Laserprofils Gemeinsam mit den Messdaten werden Metadaten bei der Messung abgespeichert. Diese enthalten Informationen wie den Radius der Probe r_0 und deren Dicke d , die für die Berechnung der adiabatischen Temperaturänderung bereitgestellt werden müssen. Außerdem werden die Parameter der zeitlichen und räumlichen Energieverteilung des Lasers $q_t[t_1, c_t, t_3, \tau](t)$ und $q_r[c_r, r_L, r_M](r)$ ermittelt. Die räumliche Energieverteilung q_r beeinflusst die radialen Entwicklungskoeffizienten D_i^M (siehe Anhang A.3) und hängt von der verwendeten Blende im Probenhalter und ihrer thermischen Ausdehnung ab (siehe Abschnitte 4.4.3 und 4.5). Die zeitliche Energieverteilung q_t bzw. die Pulsdauer des Lasers wird durch den Faktor \mathcal{I}_{in} in $\Delta T^M(t)$ berücksichtigt (siehe Gleichung (5.18) in Abschnitt 5.1). Die Parameter von q_t werden durch die in Abschnitt 4.4.4 ermittelten Zusammenhänge aus den Einstellungen des Lasers, genauer der Kondensatorspannung U_L und der nominellen Pulsdauer Δt_L , berechnet.

Schritt 6: Kurvenanpassung des Temperaturhubes $\Delta T^M(t)$ Im 1. und 2. Schritt wurden die Rohdaten der Messung $T_{\text{HS}}(t^*)$ so aufbereitet, dass die Temperaturänderung $\Delta T_{\text{HS}}(t)$ für die Kurvenanpassung zur Verfügung steht. In den Schritten 3 bis 5 wurden die notwendigen festen Parameter $t_{0,5}$, $q_r(r)$ und $q_t(t)$ und die Startwerte der freien Parameter $\Delta T_{\text{adb.}}^{\text{Start}}$, α^{Start} , Y_r^{Start} und Y_z^{Start} für die Kurvenanpassung ermittelt. Somit kann diese nun durchgeführt werden.

Durch den charakteristischen Verlauf der Temperaturänderung hängt das Ergebnis der Kurvenanpassung leicht von der Länge des betrachteten Zeitintervalls ab. Bei der Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit hat sich eine Dauer von $12 t_{0,5}$ als Standard etabliert [184]. Außerdem ist eine geringe Variation der Anfangszeit des Laserpulses ($t' = t - t'_0$) als zusätzlicher freier Parameter der Kurvenanpassung denkbar, da durch die Auflösung des LP5-HS die Genauigkeit bei der Bestimmung von t_0 in Schritt 1 beschränkt

ist. Der Einfluss dieser beiden Größen auf die Kurvenanpassung wird im folgenden Abschnitt 5.3.2, im Rahmen der Unsicherheitsbetrachtung, diskutiert. Das Ergebnis der Kurvenanpassung und die sehr gute Übereinstimmung des theoretischen Temperaturhubes $\Delta T^M(t)$ mit den Messdaten $\Delta T_{\text{HS}}(t)$ ist in Abbildung 5.12 zu sehen.

Bei der Implementierung der Kurvenanpassung in LabVIEW wird der nichtlineare Levenberg-Marquardt-Algorithmus verwendet, um die Summe der Quadrate der Residuen zu minimieren [185]. Da bei der Kurvenanpassung die rechenintensive Funktion $\Delta T^M[\Delta T_{\text{adb.}}, \alpha, Y_z, Y_r, t'_0](t)$ mehrere hundert Mal ausgeführt werden muss, wurde bei ihrer endgültigen Implementierung auch auf eine hohe Effizienz Wert gelegt. So konnte durch eine Parallelisierung einzelner Rechenschritte und die Vorabberechnung der Entwicklungskoeffizienten der Reihenentwicklung in $\Delta T^M(t)$ die Rechenzeit stark reduziert werden. Die Rechenzeit hat sich gegenüber einer nichtoptimierten Version des einfacheren Cape-Lehman-Modells um mehr als den Faktor 200 verringert und liegt für die komplette Kurvenanpassung üblicherweise unter 1 s.

5.3.2 Ergebnis und Unsicherheit der Analyse der Temperaturänderung

Die Diskussion der Kurvenanpassung und der damit verbundenen Unsicherheit bei der Bestimmung der adiabatischen Temperaturänderung werden weiterhin am Beispiel einer Messung an Graphit bei ca. 1250 °C diskutiert. Diese Einzelmessung ist Bestandteil der Messergebnisse in Abschnitt 8.1.

Diskussion des Ergebnisses In Abbildung 5.12 werden drei verschiedene Funktionen für den theoretischen Verlauf von $\Delta T^M(t)$ verglichen. Zum einen die Lösung nach Josell et al. [117] aus Gleichung (5.61) (—) mit der genaueren Näherung für Z_n aus Anhang A.2. Diese entspricht dem bei der Temperaturleitfähigkeitsmessung weit verbreiteten Cape-Lehman-Modell [116] ohne radiale Wärmeverluste (siehe auch Abschnitt 2.3.2). Zum anderen das in Abschnitt 5.1 hergeleitete Modell, dass neben den radialen Wärmeverlusten auch die Effekte der räumlichen und zeitlichen Energieverteilung des Laserpulses berücksichtigt (siehe Gleichung (5.20)). In der ursprünglichen Variante ist der Startzeitpunkt durch den Laserpuls in Schritt 1 definiert (—), in der erweiterten Variante ist eine geringe Verschiebung $t' = t - t'_0$ mit $t'_0 \in [-2 \text{ ms}, 2 \text{ ms}]$ bei der Kurvenanpassung möglich (—).

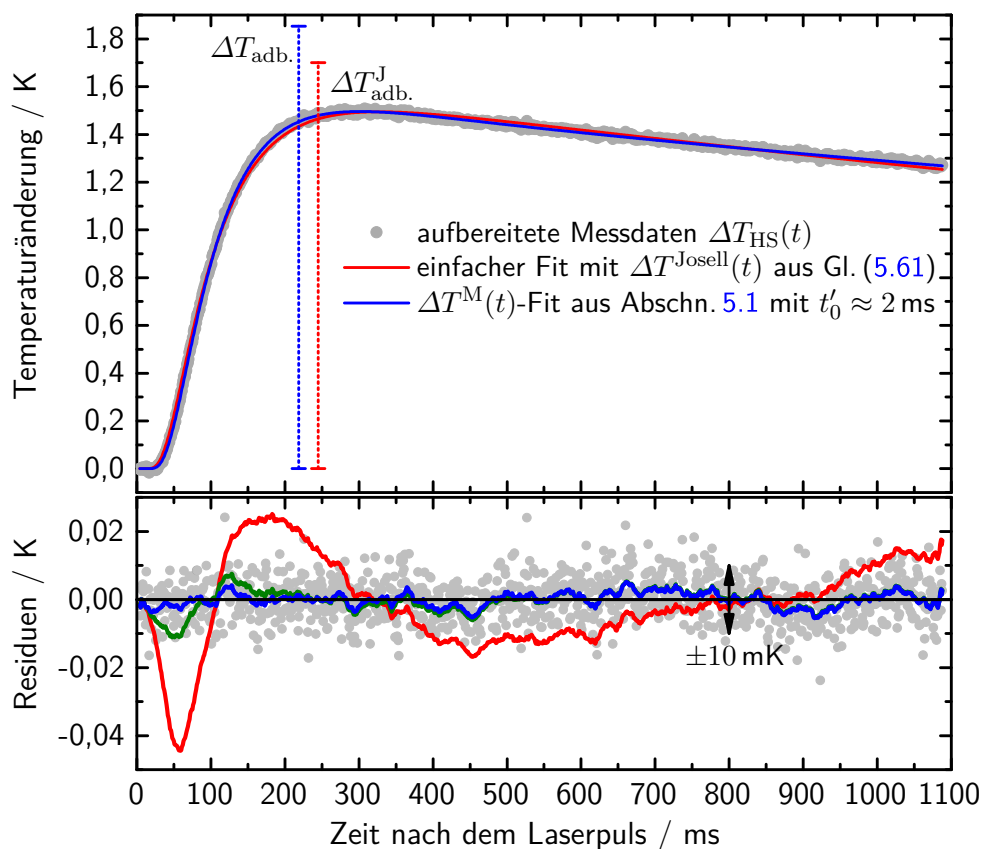


Abb. 5.12: Schritt 6 zur Bestimmung der adiabatischen Temperaturänderung Im oberen Diagrammteil sind, neben den im Diagramm aufgelisteten Kurven, die aus den beiden Kurvenanpassungen resultierenden Werte für den adiabatischen Temperaturhub dargestellt.

Der untere Diagrammteil zeigt den gleitenden Durchschnitt der Residuen für die beiden Kurvenanpassungen des oberen Teils (—, —) und der Variante von $\Delta T^M(t)$ mit $t'_0 = 0$ (—). Die einzelnen Residuen von $\Delta T^M(t)$ mit $t'_0 \approx 2$ ms (•) sind zur Veranschaulichung der Größenordnung der systematischen Abweichung mit dargestellt.

Es zeigt sich, dass die Residuen des vereinfachten Cape-Lehman-Modells, bei fast allen untersuchten Messungen, eine charakteristische systematische Abweichung aufweisen, die auch im hier gezeigten Beispiel in Abbildung 5.12 zu beobachten ist. Der geglättete Verlauf der Residuen verdeutlicht, dass mit dem im Rahmen dieser Arbeit hergeleiteten Modell eine signifikante Verbesserung erreicht wird. Untersuchungen haben gezeigt, dass die Berücksichtigung der räumlichen Verteilung des Laserprofils, aufgrund der unterstrahlten Probe, den größten Beitrag zu dieser Verbesserung liefert.

Bei der Variante mit fester Startzeit $t'_0 = 0$ ist noch eine minimale Abweichung des geglätteten Verlaufs der Residuen von Null erkennbar, die bei der freien Wahl von t'_0 verschwindet. Diese Abweichung bei $t'_0 = 0$ tritt typischerweise nur in einem kleinen Zeitbereich auf und ist noch innerhalb des Rauschens von ± 10 mK.

Das beschriebene Verhalten der drei Funktionen für $\Delta T^M(t)$ ist auch bei den untersuchten Wolfram-Proben (siehe Abschnitt 8.2) zu beobachten. Hierbei fällt auf, dass bei den dünn mit Graphit beschichteten Wolfram-Proben selbst für $t'_0 \in [-2 \text{ ms}, 2 \text{ ms}]$ eine geringe systematische Abweichung zu den Messwerten auftritt. Das in Abschnitt 5.1 diskutierte Modell gilt streng genommen nur für homogene Proben. Somit ist die Übereinstimmung des hergeleiteten Modells mit der Wirklichkeit so gut, dass diese geringe Abweichung von der Modellannahme bereits sichtbar wird.¹⁶

Die gute Übereinstimmung des Modells mit der Messung äußert sich auch in dem hohen Wert des korrigierten Bestimmtheitsmaßes¹⁷ \bar{R}^2 , das zusammen mit der Kurvenanpassung in Schritt 6 berechnet wird. Für Graphit werden für rauscharme Messungen Werte von $\bar{R}^2 > 0,9999$ erreicht.

Unsicherheit der adiabatischen Temperaturänderung ΔT_{adb} . Die Unsicherheit der durch die nichtlineare Kurvenanpassung bestimmten adiabatischen Temperaturänderung ΔT_{adb} setzt sich aus den folgenden drei Komponenten zusammen:

- *Unsicherheit des Parametersatzes $u_{\Delta T_{\text{adb}}}(\text{Fit})$* Für eine einzelne Kurvenanpassung ergibt sich dieser Beitrag aus dem Konfidenzradius des Parameters mit einem Vertrauensniveau von 68,3%. Er wird numerisch

¹⁶ Bei der Temperaturleitfähigkeitsmessung mit dem Laser-Flash-Verfahren ist eine Graphit-Beschichtung üblich und es wird normalerweise davon ausgegangen, dass deren Effekt vernachlässigbar ist.

¹⁷ Das korrigierte Bestimmtheitsmaß setzt die unverzerrten Schätzer für die Varianzen der Messwerte und der Residuen zueinander ins Verhältnis.

über die Jacobi-Matrix der Funktion $\Delta T^M[\Delta T_{\text{adb.}}, \alpha, Y_z, Y_r, t'_0](t)$ am Entwicklungspunkt des optimierten Parametersatzes bestimmt.

- *Unsicherheit der Temperaturmessung* $u_{\Delta T_{\text{adb.}}}(T_{\text{HS}})$ Da hier eine Temperaturdifferenz gemessen wird, kann die Obergrenze dieses Unsicherheitsbeitrages aus der relativen Unsicherheit der Temperaturmessung im HS-Modus des LP5-HS abgeschätzt werden. Wie Abbildung 5.6 zeigt, ist die relative Unsicherheit annähernd konstant und es gilt $u_{\text{ges.}}(T_{\text{HS-Modus}})/T_{\text{HS-Modus}} < 5 \cdot 10^{-4}$ (siehe Abbildung 5.9).
- *Unsicherheit des verwendeten Modells* $u_{\Delta T_{\text{adb.}}}(\text{Modell})$ Dieser Unsicherheitsbeitrag ist nicht trivial zu bestimmen, da die Frage, ob es nicht ein anderes physikalisches Modell gibt, das die Messdaten mit einem anderen Parametersatz ebenso gut beschreibt, nur schwer zu beantworten ist. Der in Abschnitt 5.1 hergeleiteten Gleichung für $\Delta T^M(t)$ wurde das am weitesten entwickelte Modell aus der Literatur zur Theorie des Flash-Verfahrens zugrunde gelegt und dieses auf die Besonderheiten der dynamischen Emissionsgradmessung angepasst. Außerdem ist die systematische Abweichung gegenüber den Messdaten vernachlässigbar, insbesondere im Vergleich mit dem oft verwendeten Cape-Lehman-Modell (siehe Abbildung 5.12). Dies erlaubt die Schlussfolgerung, dass das verwendete physikalische Modell nach jetzigem Kenntnisstand alle wesentlichen Aspekte der Realität beschreibt.

Allerdings bleibt die Unsicherheit bei der Festlegung der numerischen Parameter, wie der Länge der nichtlinearen Kurvenanpassung und die Ermittlung des Startzeitpunktes. Aus diesem Grund wird die Kurvenanpassung für $\Delta T^M[\Delta T_{\text{adb.}}, \alpha, Y_z, Y_r, t'_0](t)$ mit $t'_0 = 0$ und $t'_0 \in [-2 \text{ ms}, 2 \text{ ms}]$ jeweils bis $t = \{6, 12, 18\} \cdot t_{0,5}$ durchgeführt. Die Standardabweichung der resultierenden 6 Werte für $\Delta T_{\text{adb.}}$ dient als Unsicherheit des Modells $u_{\Delta T_{\text{adb.}}}(\text{Modell})$.

Somit ergeben sich die endgültigen Werte für die adiabatische Temperaturänderung und deren Unsicherheit aus den Werten der 6 Kurvenanpassungen

$$\begin{aligned} \Delta T_{\text{adb.}} &= \overline{(\Delta T_{\text{adb.}})_i} , \\ u_{\text{ges.}}(\Delta T_{\text{adb.}}) &= \sqrt{u_{\Delta T_{\text{adb.}}}(\text{Fit})^2 + u_{\Delta T_{\text{adb.}}}(T_{\text{HS}})^2 + u_{\Delta T_{\text{adb.}}}(\text{Modell})^2} , \\ &\text{mit } u_{\Delta T_{\text{adb.}}}(\text{Fit}) = \overline{(u_{\Delta T_{\text{adb.}}}(\text{Fit}))_i} , \\ &u_{\Delta T_{\text{adb.}}}(T_{\text{HS}}) = 5 \cdot 10^{-4} \cdot \Delta T_{\text{adb.}} , \\ &u_{\Delta T_{\text{adb.}}}(\text{Modell}) = \sigma((\Delta T_{\text{adb.}})_i) . \end{aligned} \quad (5.69)$$

Dabei ist $\overline{(\dots)}_i$ der arithmetische Mittelwert und $\sigma(\dots)_i$ die Standardabweichung über die Werte der 6 Kurvenanpassungen (Laufindex i).

Tabelle 5.3 zeigt typische Werte für die relative Unsicherheit des so berechneten adiabatischen Temperaturhubes für die in den Abschnitten 8.1 und 8.2 vorgestellten Messungen. Die Bezeichnungen „Wolfram [\rightarrow s || s]“ und „Wolfram [\rightarrow C || C]“ beziehen sich dabei auf die Oberfläche der Vorder- und -rückseiten der Wolfram-Proben und stehen für sandgestrahlt (s) und eine dünne Graphit-Schicht (C). Es zeigt sich, dass die Unsicherheit des adiabatischen Temperaturhubes etwa proportional zu dessen Wert ist, sodass seine relative Unsicherheit fast konstant ist. Die relative Unsicherheit des Emissionsgrades variiert, als Folge weiterer Unsicherheitsbeiträge, hingegen deutlich zwischen den Proben (Details siehe Abschnitt 8.3).

Tab. 5.3: Typische Unsicherheiten des adiabatischen Temperaturhubes Es sind die Mittelwerte der relativen Unsicherheit des adiabatischen Temperaturhubes bei ca. 1200 °C und der daraus resultierenden Unsicherheitsbeitrag zum Emissionsgrad angeben. Die relative Unsicherheit des spektralen Emissionsgrades für diese Temperatur variiert zwischen den Proben stärker als die beiden anderen Werte. Zur Berechnung des Emissionsgrades und seiner Unsicherheit siehe Abschnitte 7.3 und 8.3.

Probe	$\frac{u'(\Delta T_{\text{adb.}})}{\Delta T_{\text{adb.}}}$	$\frac{u_{\varepsilon_{\lambda}}(\Delta T_{\text{adb.}})}{\varepsilon_{\lambda}^{\prime}}$	$\frac{u_{\text{ges.}}(\varepsilon_{\lambda}^{\prime})}{\varepsilon_{\lambda}^{\prime}}$
Graphit	1,0 %	0,6 %	1,5 %
Wolfram [\rightarrow s s]	2,3 %	1,3 %	7,1 %
Wolfram [\rightarrow C C]	1,8 %	1,0 %	1,7 %

Unsicherheit der Gleichgewichtstemperatur T_0 Die Unsicherheit der Gleichgewichtstemperatur T_0 , die in Schritt 2 bestimmt wird, ergibt sich analog zu der oben diskutierten Unsicherheit nach Gleichung (5.69). Da sich die Schwarze Temperatur zum Zeitpunkt des Laserpulses direkt bestimmen lässt, entfällt hier der Unsicherheitsbeitrag des physikalischen Modells

$$u_{\text{ges.}}(T_0) = \sqrt{u_{T_0}(\text{Fit})^2 + (5 \cdot 10^{-4} \cdot T_0)^2} . \quad (5.70)$$

Bei der resultierenden Unsicherheit dominiert der Beitrag aus der Temperaturmessung im HS-Modus des LP5-HS. Somit liegen auch die typischen Werte für $u_{\text{rel.}}(T_0)$ bei $5 \cdot 10^{-4}$ und haben nur einen verschwindend geringen Anteil an der Gesamtunsicherheit des Emissionsgrades (siehe Abschnitt 8.3).

Schritt 7: Maximale Temperatur an der Probenvorderseite ΔT_{front} Mit den für $\Delta T^{\text{M}}(t)$ über die Kurvenanpassung ermittelten Parametern kann auch die Temperaturänderung an der Probenvorderseite $\Delta T_{\text{front}}(t)$ nach Gleichung (5.22) abgeschätzt werden. Von besonderem Interesse ist dabei die maximale Temperaturänderung der Probe, die sich auf der Vorderseite kurzzeitig am Ende des Laserpulses zum Zeitpunkt $t = \tau$ einstellt (Details zum Laserpuls siehe Abschnitt 4.4.4). Dabei wird in der Theorie von einer homogenen Probe ausgegangen, deshalb kann die Temperatur auf der Vorderseite von beschichteten Proben deutlich von den so berechneten Werten abweichen. Abbildung 5.13 zeigt diesen Maximalwert $\Delta T_{\text{front}}(\tau)$ zusammen mit dem zeitlichen Verlauf der Temperatur an Probenvorder- und -rückseite. Außerdem ist der Temperaturverlauf $\Delta T^{\text{Parker}}(t)$ aus Gleichung (2.65) für den adiabatischen Idealfall [6] für denselben Parametersatz abgebildet (-----).

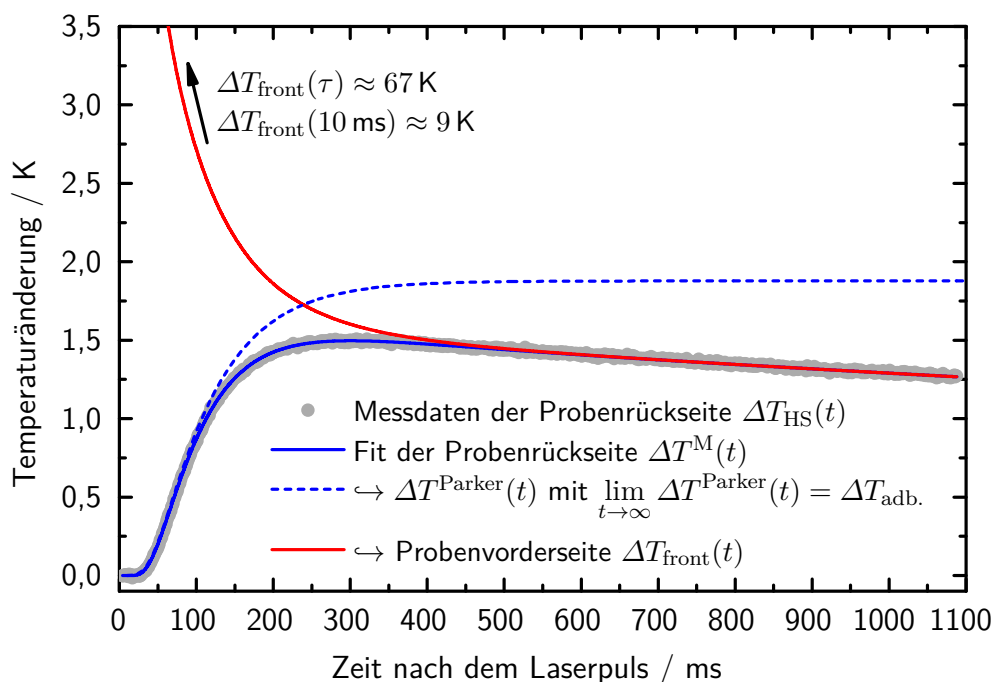


Abb. 5.13: Schritt 7 zur Bestimmung der adiabatischen Temperaturänderung Über die Kurvenanpassung (—) an die Messwerte der Proberrückseite werden die Parameter des Modells bestimmt. Mit diesen könne sowohl der Temperaturverlauf auf der Rückseite im adiabatischen Idealfall nach Parker et al. [6] (-----) berechnet werden als auch der Temperaturverlauf auf der Probenvorderseite $\Delta T_{\text{front}}(t)$ nach Gleichung (5.22) (—). Die maximale Temperaturänderung auf der Probenvorderseite stellt sich am Ende des Laserpulses ein, in diesem Beispiel nach $\tau \approx 0,8$ ms.

Der Wert von $T_0 + \Delta T_{\text{front}}(\tau)$ sollte stets unterhalb der Schmelztemperatur der Probe liegen, da sonst eine Emissionsgradmessung, wegen der in der Energiebilanz nicht berücksichtigten Schmelzenergie, nicht möglich wäre. In extremen Fällen könnte es auch zur Beschädigung der Messanlage kommen. Außerdem hilft der Wert von $\Delta T_{\text{front}}(\tau)$ dabei zu überprüfen, ob der Emissionsgrad und die spezifische Wärmekapazität der Probe innerhalb der auftretenden Temperaturänderung als konstant angesehen werden können. Dies ist wichtig, da beide Größen prinzipiell temperaturabhängig sind, allerdings bei der Berechnung der Emissionsgrades (siehe Abschnitt 7.3) und der Lösung der Wärmeleitungsgleichung (siehe Abschnitt 2.3.1) als konstant angesehen werden. Da die Gradienten von $\varepsilon_\lambda^1(T)$ und $c_p(T)$ für viele Materialien nicht sehr stark sind, können sie für eine Ausgangstemperatur T_0 meist als jeweils konstant betrachtet werden (siehe Abschnitt 8.3).

Die Implementierung der Berechnung von $\Delta T_{\text{front}}(t > 2\tau)$ und $\Delta T_{\text{front}}(\tau)$ ist etwas aufwendiger als die des Temperaturhubes $\Delta T^{\text{M}}(t)$ auf der Probenrückseite. Dies liegt an der schwächeren Konvergenz der Reihenentwicklung von $\Delta T_{\text{front}}(t)$, da in $C_n(0)$ der alternierende Vorfaktor $(-1)^n$ fehlt (siehe Gleichungen (5.7) und (5.10)). Für eine vergleichbare Genauigkeit, müssen deshalb für $\Delta T_{\text{front}}(t > 2\tau)$ mehr Reihenglieder berechnet werden.

Diese Anzahl nimmt für kleine Zeiten exponentiell zu, sodass für die Berechnung von $\Delta T_{\text{front}}(\tau)$ ein geschickterer Weg verwendet werden muss. Die Konvergenz der Reihe von $\Delta T_{\text{front}}(\tau)$ verhält sich, bis auf einen konstanten Faktor, genauso wie die Konvergenz der numerisch deutlich einfacheren Reihenentwicklung für den adiabatischen Idealfall $\Delta T_{\text{front}}^{\text{Watt}}$ nach [119: Gl. (40)], das heißt

$$\Delta T_{\text{front}}[\tau](k) := \Delta T_{\text{adb.}} \sum_{n=0}^k \sum_{i=0}^{\infty} C_n(0) D_i^{\text{M}} \mathcal{I}_{in} \exp[-\alpha \omega_{in} \tau] , \quad (5.71)$$

$$\Delta T_{\text{front}}^{\text{Watt}}[\tau](k) := \Delta T^{\star} \left\{ 1 + 2 \sum_{n=1}^k \left(1 - \exp\left[-\frac{n^2 \tau}{t_c}\right] \right) \frac{t_c}{n^2 \tau} \right\} , \quad (5.72)$$

$$\text{mit: } t_c = \frac{d^2}{\alpha \pi^2} , \quad (5.73)$$

$$\hookrightarrow \Delta T_{\text{front}}[\tau](k) = a_{\Delta T} \cdot \Delta T_{\text{front}}^{\text{Watt}}[\tau](k) . \quad (5.74)$$

Der Faktor $a_{\Delta T}$ wird über eine Kurvenanpassung der ersten ca. 250 Reihenglieder von $\Delta T_{\text{front}}[\tau](k)$ bestimmt. Über die Summation von ca. $1 \cdot 10^6$ Gliedern von $\Delta T_{\text{front}}^{\text{Watt}}[\tau](k)$ wird dann schließlich der Wert von $\Delta T_{\text{front}}(\tau)$ berechnet.

6 Strahlungsbilanz und Korrektur der Ofenstrahlung

Für die dynamische Emissionsgradmessung muss die thermodynamische Temperatur der Probe ermittelt werden. Um diese aus der gemessenen Strahlungstemperatur zu berechnen, müssen unter anderem der Emissionsgrad der Probe und die Hintergrundstrahlung des Ofens berücksichtigt werden.

Somit hängt der zur Bestimmung des Emissionsgrades benötigte Temperaturhub selbst auch wieder vom Emissionsgrad ab, deshalb wurde zunächst eine Machbarkeitsstudie durchgeführt [138], die in Abschnitt 6.1.1 kurz vorgestellt wird.

Da die Temperatur eine intensive Größe ist, spielt die konstante Hintergrundstrahlung des Ofens auch bei einer Differenzmessung eine wichtige Rolle.¹ Die notwendige Strahlungskorrektur wird in den Abschnitten 6.1.2 und 6.1.3 hergeleitet. In Abschnitt 6.2 wird der Wert der Strahlungskorrektur bestimmt.

Zur Erhöhung der Übersichtlichkeit wird in diesem Kapitel stets der adiabatische Temperaturhub ΔT_{adb} betrachtet, der den adiabatischen Idealfall bei der Erwärmung der Probe durch den Laser darstellt. Die Berechnung des adiabatischen Temperaturhubes aus dem zeitlichen Verlauf der Temperaturänderung $\Delta T^{\text{M}}(t)$ wurde in Kapitel 5 ausführlich diskutiert. Deshalb wird innerhalb dieses Kapitel die verkürzte Schreibweise ΔT für den adiabatischen Temperaturhub ΔT_{adb} verwendet.

6.1 Herleitung der Strahlungskorrektur

Mit dem Strahlungsthermometer LP5-HS wird ein zur spektralen Strahlendichte L_λ proportionales Signal detektiert (siehe Abschnitt 2.1.3). Durch

¹ Misst man die Temperatur von mehreren Teilsystemen gleichzeitig, ist die gemessene Temperatur stets eine Art Mittelwert der Teilsysteme, sodass eine Temperaturänderung bei einem der Teilsystem nicht direkt beobachtbar ist.

die Kalibrierung wird über das Planck'sche Strahlungsgesetz der Bezug zur Temperatur des strahlenden Schwarzen Körpers ($\varepsilon_\lambda^l = 1$) hergestellt (siehe Abschnitt 5.2.3).

Da die untersuchten Proben einen Emissionsgrad $\varepsilon_\lambda^l < 1$ besitzen, wird bei der dynamischen Emissionsgradmessung nicht die thermische Strahlung eines idealen Schwarzen Körpers beobachtet. Wie bei den meisten radiometrischen Temperaturmessungen an realen Objekten ist daher eine Korrektur des Emissionsgrades notwendig, um aus der scheinbaren Schwarzen Temperatur T_S (siehe Abschnitt 2.1.2 auf Seite 25) die wahre Temperatur T zu berechnen. Zusätzlich wird ein Teil der thermischen Strahlung, die von den Wänden des heißen Ofens ausgeht, an der Probe reflektiert und somit ebenfalls vom Strahlungsthermometer detektiert. Außerdem muss der Transmissionsgrad des Fensters beachtet werden, das von der Strahlung passiert wird (Skizze des Aufbaus siehe Abbildung 6.2). Die aus diesen drei Einflüssen resultierende Korrektur für die Temperaturmessung wird in den Abschnitten 6.1.2 und 6.1.3 hergeleitet.

6.1.1 Machbarkeitsstudie: Lösung des $\Delta T(\varepsilon_\lambda^l)$ -Problems

Zu Beginn dieser Arbeit stellte sich zunächst die grundsätzliche Frage, ob eine Messung des Emissionsgrades nach der in Kapitel 3 erläuterten Grundidee überhaupt möglich ist. Dies ist zu überprüfen, da der für die Berechnung des unbekanntem Emissionsgrades notwendige Temperaturhub ΔT nicht direkt messbar ist und die eigentliche Messgröße selbst wieder vom Emissionsgrad abhängt. Die Lösbarkeit dieser als „ $\Delta T(\varepsilon_\lambda^l)$ -Problem“ bezeichneten Grundsatzfrage wird im Folgenden erläutert.

Dieser Abschnitt fasst die in Ref. [138] veröffentlichte Machbarkeitsstudie zur dynamischen Emissionsgradmessung zusammen. Die tatsächliche Temperaturänderung ΔT kann iterativ aus der gemessenen Temperaturänderung ΔT_S ² ermittelt werden, indem sie mit dem im vorherigen Schritt berechneten Emissionsgrad $\varepsilon_{\lambda,i}^l$ korrigiert wird. Nach Gleichung (3.1) gilt somit

$$\varepsilon_{\lambda,i}^l(\lambda_0, T_0) = \frac{m c_p}{E_L} \Delta T_i, \quad (6.1)$$

$$\Delta T_{i+1} = \Delta T_{i+1}(T_{0,S}, \Delta T_S, \varepsilon_{\lambda,i}^l), \quad (6.2)$$

² Der Index S steht für „Schwarze Temperatur“ (siehe Abschnitt 2.1.2 auf Seite 25)

mit der Probenmasse m , der spezifischen Wärmekapazität der Probe c_p , der Ausgangstemperatur T_0 und der Laserenergie an der Probenposition E_L (Details zur Messung von E_L siehe Kapitel 4). Ausgehend von dem Startwert

$$\Delta T_{i=0} = \Delta T_S \quad (6.3)$$

kann der verbesserte Wert für ΔT_{i+1} über die Definition des Emissionsgrades bzw. der Schwarzen Temperatur

$$L_{\lambda,S}(T_{0,S}, \lambda_0) = \varepsilon_{\lambda,i}^l(\lambda_0, T_0) \cdot L_{\lambda,S}(T_0, \lambda_0) \quad (6.4)$$

berechnet werden. Das Planck'sche Strahlungsgesetz (siehe Gleichung (2.15)) führt dabei zu transzendenten Gleichungen, die in jedem Iterationsschritt numerisch gelöst werden müssen

$$\Delta T_{i+1} = (T_0 + \Delta T)_{i+1} - T_{0,i+1}, \text{ mit} \quad (6.5)$$

$$\exp\left(\frac{c_2}{\lambda_0 T_{0,i+1}}\right) - 1 = \varepsilon_{\lambda,i}^l(\lambda_0, T_0) \cdot \left[\exp\left(\frac{c_2}{\lambda_0 T_{0,S}}\right) - 1\right], \quad (6.6)$$

$$\exp\left(\frac{c_2}{\lambda_0 (T_0 + \Delta T)_{i+1}}\right) - 1 = \varepsilon_{\lambda,i}^l(\lambda_0, T_0) \cdot \left[\exp\left(\frac{c_2}{\lambda_0 (T_0 + \Delta T)_S}\right) - 1\right]. \quad (6.7)$$

Mit der Wien'schen Näherung für die Strahlung des Schwarzen Körpers (siehe Gleichung (2.16)) kann eine explizite Gleichung für die Iteration angegeben werden, dabei wird der Zusammenhang aus Gleichung (2.22) ausgenutzt

$$\Delta T_{i+1} \stackrel{\text{Wien}}{\approx} \left[\frac{1}{(T_0 + \Delta T)_S} + \frac{\lambda_0}{c_2} \ln(\varepsilon_{\lambda,i}^l(\lambda_0, T_0)) \right]^{-1} \quad (6.8)$$

$$- \left[\frac{1}{T_{0,S}} + \frac{\lambda_0}{c_2} \ln(\varepsilon_{\lambda,i}^l(\lambda_0, T_0)) \right]^{-1}. \quad (6.9)$$

Somit ist auch eine einfache iterative Lösung möglich, bei der allerdings die der Wien'schen Näherung inhärente Ungenauigkeit in Kauf genommen werden muss (siehe Abbildung 6.1).

Um die Konvergenz dieser beiden iterativen Lösungswege zu untersuchen, wurde für jeden Schritt die Abweichung des berechneten Emissionsgrades von einem gegebenen Ausgangswert betrachtet. Dabei wurde von typischen Werten bei der dynamischen Emissionsgradmessung für eine Wolfram-Probe ausgegangen: Energie des Laserpulses $E_L = 5$ J, Probenmasse $m = 5$ g und

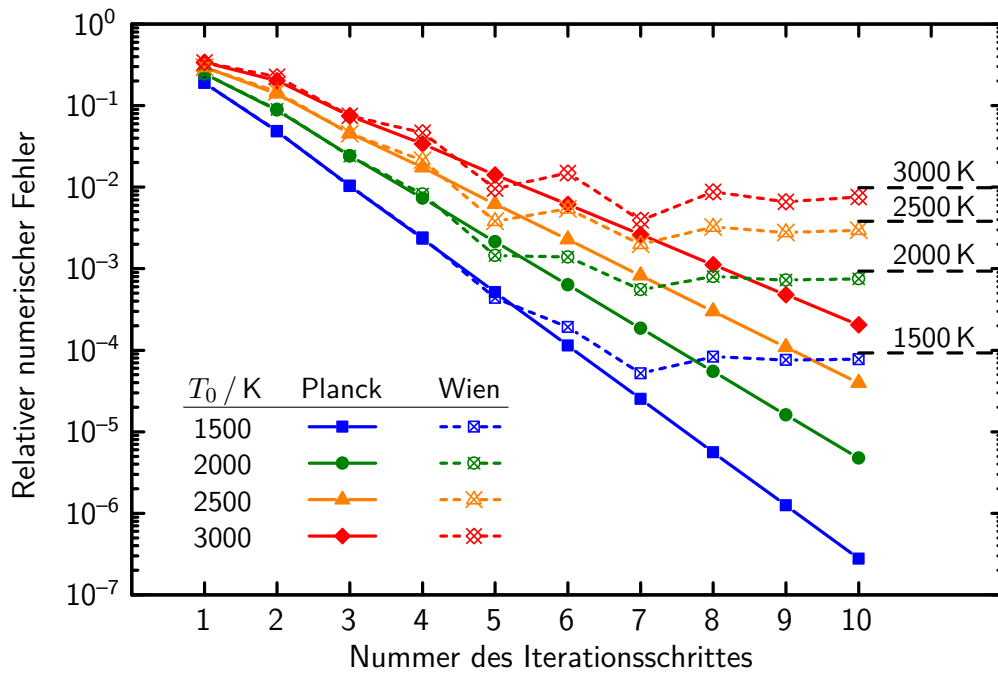


Abb. 6.1: Iterative Lösung des $\Delta T(\varepsilon_\lambda^l)$ -Problems Der relative numerische Fehler des berechneten Emissionsgrades nimmt mit der Anzahl der Iterationen exponentiell ab. Bei der Verwendung der einfacheren Gleichung, die aus der Wien'schen Näherung resultiert (siehe Text), wird dieser numerische Fehler jedoch nicht kleiner als die Abweichung dieser Näherung zum Planck'schen Strahlungsgesetz (— — —). Somit konnte die Lösbarkeit des $\Delta T(\varepsilon_\lambda^l)$ -Problems in Ref. [138] gezeigt werden.

Arbeitswellenlänge $\lambda_0 = 1064 \text{ nm}$. Die Werte der spezifischen Wärmekapazität sind der Literatur [186] entnommen und die des Emissionsgrades wurde aus den Daten von Latyev et al. [187] interpoliert. So ergeben sich z. B. bei 2000 K Werte von $c_p \approx 175 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$ und $\varepsilon_\lambda^l \approx 0,36$ für die hypothetische Wolfram-Probe. Ausgehend von diesen Werten wurde der resultierende Temperaturhub bei verschiedenen Ausgangstemperaturen berechnet. Mit dem Planck'schen Strahlungsgesetz wurden anschließend die virtuell gemessenen Temperaturen $T_{0,S}$ und $(T_0 + \Delta T)_S$ berechnet, sodass diese als Ausgangspunkt der iterativen Berechnung des Emissionsgrades genutzt werden konnten. Abbildung 6.1 zeigt die relative Abweichung des im jeweiligen Iterationsschritt berechneten Emissionsgrades vom ursprünglichen Literaturwert.

Die Iteration mit dem Planck'schen Strahlungsgesetz (— in Abbildung 6.1) zeigt ein gutes Konvergenzverhalten, bei dem die rechnerische Abweichung mit jedem Iterationsschritt um einen etwa konstanten Fak-

tor abnimmt. Die Abweichung des mit der expliziten Gleichung nach der Wien'schen Näherung berechneten Emissionsgrades (----) nimmt nach 5 bis 7 Iterationsschritten nicht mehr weiter ab. In beiden Fällen hängt die Geschwindigkeit der Konvergenz vom Faktor $\lambda_0 T_0$ ab und nimmt für ein festes λ_0 mit steigender Temperatur ab. Am rechten Rand von Abbildung 6.1 ist der zum jeweiligen $\lambda_0 T_0$ -Wert gehörige relative Fehler der Wien'schen Näherung gegenüber dem Planck'schen Strahlungsgesetz dargestellt (---). Es wird deutlich, dass die Genauigkeit der iterative Berechnung mit der Wien'schen Näherung auf diesen Fehler begrenzt ist.

Es konnte somit in Ref. [138] die Lösung des sogenannten $\Delta T(\varepsilon_\lambda^!)$ -Problems demonstriert werden, sodass eine Emissionsgradmessung mit der hier entwickelten Methode prinzipiell möglich ist. Durch die Lösung einer transzendenten Gleichung in jedem Iterationsschritt kann der Emissionsgrad im Prinzip mit infinitesimalen numerischen Fehler berechnet werden.

In dieser Machbarkeitsstudie wurden die anderen Beiträge zur Strahlungsbilanz, die zu Beginn dieses Kapitels vorgestellt wurden (Strahlung des Ofens und Transmission des Fenster) zunächst vernachlässigt, da diese auf die grundlegende Fragestellung des $\Delta T(\varepsilon_\lambda^!)$ -Problems keinen Einfluss haben. Für eine vollständige Korrektur der Strahlungseinflüsse werden diese im folgenden Abschnitt 6.1.2 zusätzlich betrachtet. Dabei wird nicht mehr explizit ein iterativer Lösungsweg verwendet, sondern ein transzendentes Gleichungssystem numerisch gelöst. Allerdings beinhaltet die verwendete LabVIEW-Routine „nD Nichtlineares System lösen“ auch eine Iteration, jedoch mit einer optimierten Schrittweitensteuerung, die wesentlich schneller zu einem Ergebnis mit vorgegebener Genauigkeit gelangt.

6.1.2 Strahlungsbilanz im Innern des Ofens

Grundlagen Aus der Definition der Wärmekapazität ergibt sich unter den Bedingungen eines Laser-Flash-Experimentes (siehe Abschnitt 2.3.1 und Kapitel 3)

$$m c_p(T_0) = \alpha_\lambda^!(\lambda_0, T_0) \frac{E_L}{\Delta T} . \quad (6.10)$$

Die Laserstrahlung mit der Wellenlänge λ_0 besitzt beim Auftreffen auf die Probe die Energie E_L . Die Probe befindet sich bei der Ausgangstemperatur T_0 und besitzt die Masse m und die spezifische Wärmekapazität c_p . Der durch den gerichteten, spektralen Absorptionsgrad $\alpha_\lambda^!$ definierte Anteil der absorbierten Laserenergie führt zur adiabatischen Temperaturänderung ΔT .

Bei der radiometrischen Messung der Temperatur folgt aus dem in Abbildung 6.2 auf Seite 161 skizzierten Aufbau, dass sich die gemessene spektrale Strahldichte $L_\lambda^{\text{Messung}}$ aus der Wärmestrahlung der Probe und der an ihr reflektierten Strahldichte $L_\lambda^{\text{refl.}}$ zusammensetzt

$$L_\lambda^{\text{Messung}} = \tau_{\text{LP5,F}}^{\text{II}} \left[\varepsilon_\lambda^{\text{I}}(\lambda, T) L_{\lambda,\text{S}}(\lambda, T) + L_\lambda^{\text{refl.}} \right] . \quad (6.11)$$

Dabei ist $L_{\lambda,\text{S}}$ die spektrale Strahldichte des Schwarzen Strahlers nach dem Planck'schen Strahlungsgesetz, $\varepsilon_\lambda^{\text{I}}$ der spektrale Emissionsgrad der Probe und $\tau_{\text{LP5,F}}^{\text{II}}$ der, auf die spektrale Empfindlichkeit des Strahlungsthermometers bezogene, gerichtet-gerichtete Gesamt-Transmissionsgrad des Fensters, durch das die Probe beobachtet wird.

Durch die Kalibrierung des Strahlungsthermometers wird der gemessenen Strahldichte $L_\lambda^{\text{Messung}}$ über das Planck'sche Strahlungsgesetz die Schwarze Temperatur T_{S} zugeordnet (siehe Abschnitt 2.1.2 auf Seite 25 und Abschnitt 2.1.3). Diese Temperatur T_{S} ist somit die gemessene Temperatur, die entsprechend korrigiert werden muss, um die wahre Temperatur T der Probe zu ermitteln.

Voraussetzungen für die dynamische Emissionsgradmessung Aus den obigen grundlegenden Betrachtungen wird deutlich, dass eine Korrektur der Schwarzen Temperatur nur unter gewissen Voraussetzungen möglich ist. Diese sind im Einzelnen:

- 1 *Kleine Temperaturänderung* Die Temperaturänderung infolge des Laserpulses muss klein genug sein, sodass die temperaturabhängigen Materialparameter als konstant angesehen werden können

$$\begin{aligned} c_p(T_0) &\stackrel{!}{=} c_p(T_0 + \Delta T) , \\ \alpha_\lambda^{\text{I}}(\lambda_0, T_0) &\stackrel{!}{=} \alpha_\lambda^{\text{I}}(\lambda_0, T_0 + \Delta T) , \\ \varepsilon_\lambda^{\text{I}}(\lambda_0, T_0) &\stackrel{!}{=} \varepsilon_\lambda^{\text{I}}(\lambda_0, T_0 + \Delta T) . \end{aligned} \quad (6.12)$$

Die Konstanz der spezifischen Wärmekapazität wurde bereits bei der Lösung der Wärmeleitungsgleichung in Abschnitt 2.3.1 vorausgesetzt. Bei vielen Materialien ist die Temperaturabhängigkeit dieser Parameter im hier betrachteten Temperaturbereich (750 °C ... 2000 °C) gering, sodass diese Forderung keine großen Einschränkungen mit sich bringt.

- 2 *Messung bei der Laserwellenlänge* Die spektrale Empfindlichkeit des Strahlungsthermometers $s_\lambda(\lambda)$ ist schmalbandig und hat eine Schwer-

punktswellenlänge, die der Wellenlänge des Lasers λ_0 entspricht

$$\begin{aligned} s_\lambda(\lambda) &\stackrel{!}{\approx} s_0 \delta(\lambda - \lambda_0) , \\ \hookrightarrow I_{\text{Ph}} &\propto \int s_\lambda(\lambda) L_\lambda(\lambda, T) d\lambda \\ &\approx s_0 L_\lambda(\lambda_0, T) . \end{aligned} \quad (6.13)$$

Dabei ist I_{Ph} der Photostrom des Strahlungsthermometers. Dies ermöglicht eine Korrektur der gemessenen Schwarzen Temperatur T_{S} ohne eine Integration der spektralen Größen.

3a Identische Oberflächenstruktur auf Vorder- und Rückseite Nach dem Kirchhoff'schen Strahlungsgesetz [15] stimmen der spektrale Emissionsgrad und der spektrale, gerichtet-hemisphärische Absorptionsgrad im thermischen Gleichgewicht überein (Details siehe Abschnitt 2.2.1). Haben die Vorder- und Rückseite der homogenen Probe die gleiche Struktur und stimmen die Schwerpunktswellenlänge des Strahlungsthermometers und des Lasers überein, so gilt dies auch für die beiden Seiten der Probe

$$\varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\perp}(\lambda_0, T) = \varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\perp}(\lambda_0, T) . \quad (6.14)$$

Dabei ist $\varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\perp}$ der Emissions- und Absorptionsgrad auf der Probenvorderseite, der den absorbierten Anteil der Energie des Laserstrahls bestimmt und $\varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\perp}$ der Emissions- und Absorptionsgrad auf der Probenrückseite, der maßgeblich für die Emission der Wärmestrahlung der Probe ist.

3b Oder: $\varepsilon_{\lambda}^{\perp}(\lambda_0, T)$ von Vorder- oder Rückseite ist bekannt Eine andere Möglichkeit, die Strahlungskorrektur durchzuführen, besteht für Proben mit unterschiedlichen Oberflächen auf Vorder- und Rückseite, falls der Emissions- bzw. Absorptionsgrad einer der Seiten bekannt ist.

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\perp}(\lambda_0, T) \text{ bekannt} &\Rightarrow \varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\perp}(\lambda_0, T) , \\ \varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\perp}(\lambda_0, T) \text{ bekannt} &\Rightarrow \varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\perp}(\lambda_0, T) . \end{aligned} \quad (6.15)$$

Es sind auch dünne Beschichtungen möglich, solange diese keinen nennenswerten Einfluss auf die Wärmeleitung innerhalb der Probe haben. Ein Vergleich von Messungen, welche die Voraussetzung 3a oder 3b erfüllen, ist in Abschnitt 8.2 beschrieben.

Strahlungsbilanz und Berechnung des Emissionsgrades Sind die Voraussetzungen 1 bis 3 erfüllt, ergibt sich aus den Gleichungen (6.10) bis (6.15) ein transzendentes Gleichungssystem, das numerisch gelöst werden muss, um den Emissionsgrad zu berechnen. Zur besseren Übersicht, sind die **Unbekannten rot** hervorgehoben. Die Messungen werden jeweils bei verschiedenen Gleichgewichtstemperaturen T_0 durchgeführt. Bei einer solchen Messung sind die Laserenergie und die Schwarzen Temperaturen die **direkten Messgrößen (grün)** und die restlichen Größen fungieren für diesen Temperaturschritt als **Parameter (blau)**.

Für den Fall einer homogenen Probe mit identischer Vorder- und Rückseite ergibt sich mit $\varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\text{I}} = \varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\text{I}} = \varepsilon_{\lambda}^{\text{I}}$

$$\begin{aligned} L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, T_{0, \text{S}}) &= \tau_{\text{LP5, F}}^{\text{II}} \left[\varepsilon_{\lambda}^{\text{I}}(\lambda_0, T_0) L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, T_0) + L_{\lambda}^{\text{refl.}} \right] \\ L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, (T_0 + \Delta T)_{\text{S}}) &= \tau_{\text{LP5, F}}^{\text{II}} \left[\varepsilon_{\lambda}^{\text{I}}(\lambda_0, T_0) L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, T_0 + \Delta T) + L_{\lambda}^{\text{refl.}} \right] \\ m c_p(T_0) &= \varepsilon_{\lambda}^{\text{I}}(\lambda_0, T_0) \frac{E_{\text{L}}}{\Delta T} . \end{aligned} \quad (6.16)$$

Für eine Probe mit unterschiedlichen Oberflächen ergibt sich ebenfalls ein Gleichungssystem mit 3 Unbekannten. Ist der Emissions- bzw. Absorptionsgrad auf der, dem Laser zugewandten, Vorderseite bekannt, gilt

$$\begin{aligned} L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, T_{0, \text{S}}) &= \tau_{\text{LP5, F}}^{\text{II}} \left[\varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\text{I}}(\lambda_0, T_0) L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, T_0) + L_{\lambda}^{\text{refl.}} \right] \\ L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, (T_0 + \Delta T)_{\text{S}}) &= \tau_{\text{LP5, F}}^{\text{II}} \left[\varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\text{I}}(\lambda_0, T_0) L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, T_0 + \Delta T) + L_{\lambda}^{\text{refl.}} \right] \\ m c_p(T_0) &= \varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\text{I}}(\lambda_0, T_0) \frac{E_{\text{L}}}{\Delta T} . \end{aligned} \quad (6.17)$$

Ist der Emissions- bzw. Absorptionsgrad hingegen für die Rückseite bekannt, die zur Temperaturmessung dient, ergibt sich analog

$$\begin{aligned} L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, T_{0, \text{S}}) &= \tau_{\text{LP5, F}}^{\text{II}} \left[\varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\text{I}}(\lambda_0, T_0) L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, T_0) + L_{\lambda}^{\text{refl.}} \right] \\ L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, (T_0 + \Delta T)_{\text{S}}) &= \tau_{\text{LP5, F}}^{\text{II}} \left[\varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\text{I}}(\lambda_0, T_0) L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, T_0 + \Delta T) + L_{\lambda}^{\text{refl.}} \right] \\ m c_p(T_0) &= \varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\text{I}}(\lambda_0, T_0) \frac{E_{\text{L}}}{\Delta T} . \end{aligned} \quad (6.18)$$

Die Gleichungssysteme (6.16) bis (6.18) implizieren eines der folgenden physikalischen Prinzipien zur Emissionsgradmessung:

- *Radiometrische Messung* Ist der Emissionsgrad der Probenvorderseite $\varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\perp}(T_{\text{TE}})$ als Funktion der Temperatur bei λ_0 bekannt, ergibt sich der resultierende adiabatische Temperaturhub aus dem kalorimetrischen Ansatz $\Delta T = \varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\perp} E_{\text{L}} / (m c_p)$. Der Emissionsgrad der Rückseite $\varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\perp}$ kann somit aus der radiometrischen Strahlungsbilanz errechnet werden.
- *Kalorimetrische Messung* Der Emissionsgrad der Probenrückseite muss bekannt sein, um mit der obigen Strahlungsbilanz den adiabatischen Temperaturhub aus der beobachteten Temperaturänderung berechnen zu können. Der Emissionsgrad der Vorderseite $\varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\perp}$ ergibt sich dann aus dem kalorimetrischen Teil des Gleichungssystems.
- *Kombinierte radiometrische und kalorimetrische Messung* Sind das Material und die Textur der Probenvorder- und -rückseite identisch, sodass $\varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\perp} = \varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\perp}$ ist, muss keiner der Werte bekannt sein. Der Emissionsgrad beider Seiten ergibt sich dann aus der gleichzeitigen Erfüllung der radiometrischen und kalorimetrischen Zusammenhänge.

Die transzendenten Gleichungssysteme (6.16) bis (6.18) können numerisch gelöst werden (siehe Abschnitt 7.3), sodass für die Berechnung des Emissionsgrades nur noch die auftretenden Parameter benötigt werden. Die an der Probe reflektierte Strahldichte $L_{\lambda}^{\text{refl.}}$ wird im folgenden Abschnitt 6.1.3 hergeleitet und die Messungen zur Bestimmung ihres Zahlenwertes werden in Abschnitt 6.2.1 erläutert. Der Transmissionsgrad des Fensters $\tau_{\text{LP5, F}}^{\perp}$ kann direkt gemessen werden (siehe Abschnitt 6.2.3).

6.1.3 Reflektierte Strahldichte des Ofens

Annahmen für die Berechnung Für die Berechnung der an der Probe reflektierten Strahldichte, die von den heißen Ofenwänden ausgeht $L_{\lambda}^{\text{refl.}}$, müssen zusätzlich zu den Voraussetzungen 1 bis 3 aus Abschnitt 6.1.2 einige vereinfachende Annahmen getroffen werden.

- 4 *Probe ist Lambert-Strahler* Die Probe wird als Lambert-Strahler [13, 14] betrachtet (siehe Abschnitte 2.1.1 und 2.2.1), das heißt, die reflektierte Strahldichte ist unabhängig vom Raumwinkel bzw. die Probe reflektiert vollkommen diffus. Dies ist in ausreichend guter Näherung für Proben mit matter Oberfläche, wie z. B. Graphit oder sandgestrahlten Metallen, erfüllt (Messungen siehe Kapitel 8).
- 5 *Ofenwand ist Lambert-Strahler* Auch bei der Wand des röhrenförmigen Ofens wird davon ausgegangen, dass diese ein Lambert-Strahler ist.

Ausgehend vom ebenfalls Lambert'sch strahlenden Schwarzen Strahler bedeutet dies im Wesentlichen, dass der Emissionsgrad der Ofenwand $\varepsilon_{\lambda, W}^{\perp}$ vom Raumwinkel unabhängig ist.

6 *Nur eine kleine Fläche der Probe wird beobachtet* In den folgenden Betrachtungen wird davon ausgegangen, dass die Messung der Strahldichte nur über eine kleine, zentrale Fläche erfolgt. Dadurch kann davon ausgegangen werden, dass die von den Ofenwänden kommende Strahldichte konstant ist. Diese Forderung ist durch den kleinen Messfleck des Strahlungsthermometers (siehe Tabelle 5.2 in Abschnitt 5.2.1) gut erfüllt.

Herleitung der reflektierten Strahldichte Aufgrund der Energieerhaltung gilt für den reflektierten Strahlungsfluss Φ_{ρ} auch differentiell $d^2\Phi_{\rho} = \rho^{\perp} d^2\Phi$. Da die Probe als Lambert-Strahler approximiert wird (Annahme 4), ergibt sich für die winkelunabhängige, reflektierte Strahldichte (siehe Gleichung (2.14))

$$L_{\rho} = \frac{\rho^{\perp} E_W}{\pi \Omega_0} . \quad (6.19)$$

Dabei ist ρ^{\perp} der gerichtet-hemisphärische Reflexionsgrad der Probe, E_W die auf die Probe treffende Bestrahlungsstärke aufgrund der heißen Ofenwänden und Ω_0 der Einheitsraumwinkel ($\Omega_0 = 1$ sr).

Das radiometrische Grundgesetz (siehe Gleichung (2.4) in Abschnitt 2.1.1) lässt sich schreiben als

$$\Phi = \int_{A_2} \int_{\Omega_{2p}} L \, d\Omega_{2p} dA_2 , \quad (6.20)$$

dabei ist $\Omega_{2p} = \cos(\vartheta_2) d\Omega_2$ der projizierte Raumwinkel des Empfängers, hier also der Probe. Für eine kleine Empfängerfläche A_2 , auf der sich die Strahldichte nicht ändert (Annahme 6), kann diese Schreibweise umgeformt werden zu

$$E = \frac{d\Phi}{dA_2} = \int_{\Omega_{2p}} L \, d\Omega_{2p} . \quad (6.21)$$

Somit ergibt sich aus der von der Ofenwand mit der Temperatur T_W ausgehenden Strahldichte $L_W = \varepsilon_{\lambda, W}^{\perp} L_S(T_W)$ für die Bestrahlungsstärke im Zentrum der Probe

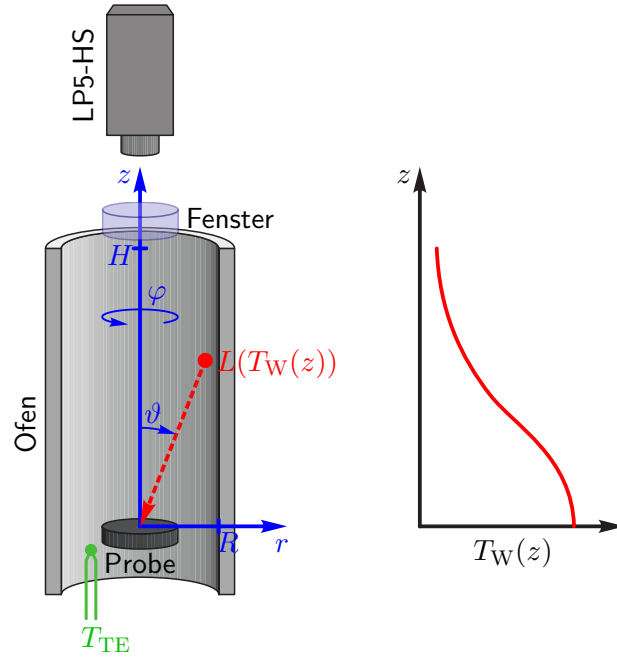


Abb. 6.2: Strahlungskorrektur Bei der radiometrischen Temperaturmessung mit dem gegebenen Aufbau ist der Emissionsgrad der Probe, die Transmission durch das Fenster und die an der Probe reflektierte Strahlung des heißen Ofens zu berücksichtigen. Die Strahldichte der Ofenwand $L(T_W(z))$ hängt dabei maßgeblich von der Temperaturverteilung entlang der Wand $T_W[T_{TE}](z)$ ab (*Graph, rechts*).

Neben den geometrischen Größen (*Blau*) wird die Lage des Proben-thermoelements (*Grün*) skizziert, das zur Regelung des Ofens, auf die Temperatur T_{TE} , verwendet wird.

$$\begin{aligned}
 E_W &= \int_{\Omega_2} L_W[T_W](\Omega_2) \cos(\vartheta_2) d\Omega_2 \\
 &= 2\pi \varepsilon_{\lambda, W}^1 \int_0^{\pi/2} L_S(T_W(\vartheta)) \cos(\vartheta) \sin(\vartheta) d\vartheta .
 \end{aligned} \tag{6.22}$$

Die Integration über den Azimutwinkel φ kann dabei einfach ausgeführt werden, da der Emissionsgrad der Wand als winkelunabhängig angenommen wird (Annahme 5) und der Ofen axialsymmetrisch ist. Die Strahldichte der Wand nach Planck $L_S[T_W(\vartheta)]$ ist also nur noch über die veränderliche Wandtemperatur vom Einfallswinkel ϑ abhängig.

Für die in Abbildung 6.2 skizzierte Geometrie des Ofens kann die Winkelintegration durch die Integration längs der Ofenwand substituiert werden,

somit ergibt sich

$$\begin{aligned} \tan(\vartheta) &\stackrel{\text{Abb.6.2}}{=} \frac{R}{z} \\ \hookrightarrow \cos(\vartheta) \sin(\vartheta) \, d\vartheta &= -\frac{R^2 z}{(R^2 + z^2)^2} \, dz \, \Omega_0 . \end{aligned}$$

Eine entsprechende Substitution und Vertauschung der Integrationsgrenzen führt schließlich zur Bestrahlungsstärke im Zentrum der Probe

$$E_W = 2\pi \varepsilon_{\lambda, W}^{\perp} \int_0^{z \rightarrow \infty} L_S(T_W(z)) \frac{R^2 z}{(R^2 + z^2)^2} \, dz \, \Omega_0 . \quad (6.23)$$

Für den Ofen der Höhe H (siehe Abbildung 6.2) erhält man schließlich

$$L_\rho = \frac{\rho^{\perp} E_W}{\pi \Omega_0} = \rho^{\perp} 2\varepsilon_{\lambda, W}^{\perp} \int_0^H L_S(T_W(z)) \frac{R^2 z}{(R^2 + z^2)^2} \, dz . \quad (6.24)$$

Für den Spezialfall einer konstanten Strahldichte $\varepsilon_{\lambda, W}^{\perp} L_S(T_W(z)) \equiv L_0$ über einen unendlich langen Ofen erhält man das bekannte Ergebnis für eine vollkommen homogene Quelle (z.B. bedeckter Himmel)

$$\begin{aligned} E_W(L_0) &= 2\pi \int_0^{z \rightarrow \infty} L_0 \frac{R^2 z}{(R^2 + z^2)^2} \, dz \, \Omega_0 , \\ &= 2\pi \frac{1}{2} L_0 \Omega_0 = \pi L_0 \Omega_0 . \end{aligned} \quad (6.25)$$

Somit ergibt sich für diesen Spezialfall das zu erwartende Ergebnis

$$L_\rho(L_0) = \frac{\rho E_W(L_0)}{\pi \Omega_0} = \frac{\rho \pi L_0 \Omega_0}{\pi \Omega_0} = \rho L_0 . \quad (6.26)$$

Der Vergleich zwischen Gleichung (6.23) und Gleichung (6.25) wird in Abschnitt 6.2.2 ausgenutzt, um eine vereinfachte Berechnung der Korrekturterme bei der Emissionsgradberechnung zu ermöglichen.

Unter der Voraussetzung einer vollkommen opaken Probe³ gilt für den Reflexionsgrad $\rho^{\perp} = 1 - \varepsilon_{\lambda}^{\perp}$ (siehe Abschnitt 2.2.1). Somit gilt für die reflektierte Strahldichte, die vom Strahlungsthermometer bei der Proben­temperatur T_0 und der Wellenlänge λ_0 beobachtet wird

³ Eine vollkommen opake Probe war bereits eine Voraussetzung für die in dieser Arbeit betrachteten Lösung der Wärmeleitungsgleichung in Abschnitt 2.3.

$$L_{\lambda}^{\text{refl.}} = \left(1 - \varepsilon_{\lambda}^{\text{I}}(\lambda_0, T_0)\right) 2\varepsilon_{\lambda, \text{W}}^{\text{I}}(\lambda_0) \int_0^H L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, T_{\text{W}}(z)) \frac{R^2 z}{(R^2 + z^2)^2} dz . \quad (6.27)$$

Der Emissionsgrad der Probe $\varepsilon_{\lambda}^{\text{I}}$ geht somit auch bei der Berechnung der reflektierten Strahldichte $L_{\lambda}^{\text{refl.}}$ mit ein, dies ändert jedoch nichts an der Lösbarkeit der Gleichungssysteme (6.16) bis (6.18). In Abschnitt 6.2.1 werden sowohl die auftretenden Größen experimentell bestimmt als auch das Integral numerisch gelöst, sodass die Korrektur der reflektierten Wärmestrahlung des Ofens für die Emissionsgradmessung verwendet werden kann.

Bei Methoden zur direkten Messung des Emissionsgrades werden zum Teil auch Interreflexionen zwischen der Probe und ihrer Umhüllung berücksichtigt [64, 71, 72]. Dabei sind diese Effekte besonders bei der Messung von Proben mit geringem Emissionsgrad relevant [72]. Im Anhang A.4 wird diskutiert, ob Interreflexionen auch bei der dynamischen Emissionsgradmessung berücksichtigt werden müssen. Eine Abschätzung der Raumwinkelverhältnisse zwischen Probe und Ofen führt dabei zu dem Ergebnis, dass der Beitrag von Interreflexionen zur Strahlungskorrektur deutlich kleiner ist als die Unsicherheit bei der experimentellen Bestimmung der bisherigen Korrektur im folgenden Abschnitt 6.2.1.

Im Vergleich zur klassischen, radiometrischen Emissionsgradmessung werden bei der dynamischen Emissionsgradmessung radiometrische und kalorimetrische Messungen kombiniert, sodass der Einfluss der Strahlungskorrektur hier weniger stark ist. Nur durch diesen Umstand ist eine zufriedenstellende Messunsicherheit für den Emissionsgrad möglich (siehe Kapitel 8), trotz der im Verhältnis zu klassischen Messungen [64, 69] großen Unsicherheit bei der Bestimmung Bestrahlungsstärke der Probe aufgrund der heißen Ofenwände.

6.2 Bestimmung der Strahlungskorrektur

In diesem Abschnitt werden die Zahlenwerte der bei der Strahlungskorrektur auftretenden Konstanten und Funktionen bestimmt, sodass diese über die Gleichungssysteme (6.16) bis (6.18) und die reflektierte Strahlung des Ofens nach Gleichung (6.27) bei der Berechnung des Emissionsgrades berücksichtigt werden können (siehe Abschnitt 7.3). Dazu werden der Transmissionsgrad des oberen Fensters und die Temperaturverteilung im Innern des Ofens experimentell bestimmt (siehe Abschnitte 6.2.1 und 6.2.3). In Abschnitt 6.2.2 wird die reflektierte Strahlung des Ofens aus der Temperaturverteilung berechnet und deren Unsicherheit abgeschätzt.

Der Emissionsgrad der Ofenwand wird der Literatur entnommen. Diese Wand besteht aus Glaskohlenstoff, einer Kohlenstoffmodifikation mit einer amorphen Fulleren-artigen Struktur [188], die glasartige Eigenschaften mit denen von Graphit vereint. Es kommt in der kommerziellen Laser-Flash-Anlage als Schutzrohr des Heizers gegenüber dem Probenraum zum Einsatz, da es sehr hochtemperaturbeständig und gleichzeitig gasdicht und korrosionsbeständig ist.

Bei ihren Untersuchungen des gerichtet-gerichteten spektralen Reflexionsgrades von Glaskohlenstoff haben Taft et al. [189] und Williams et al. [190] in guter Übereinstimmung einen Wert von

$$\rho_{\lambda, W}^{\parallel}(\lambda_0 = 1064 \text{ nm}) = 0,20 \quad (6.28)$$

gemessen.⁴ Für den gerichtet-hemisphärischen Reflexionsgrad konnten keine Literaturdaten gefunden werden. Außerdem kann die Annahme 5 in Abschnitt 6.1.3, dass die Ofenwand ein Lambert-Strahler ist und somit $\varepsilon_{\lambda, W}^{\perp}(\vartheta, \varphi)$ konstant ist, nicht so einfach verifiziert werden. Daher wird die Unsicherheit des spektralen Emissionsgrades der Ofenwand großzügig abgeschätzt und es ergibt sich

$$\varepsilon_{\lambda, W}^{\perp}(\lambda_0) = 0,8 \pm 0,2 . \quad (6.29)$$

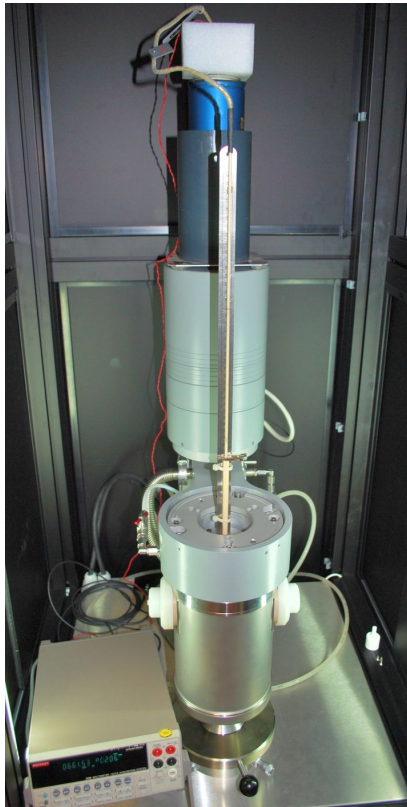
6.2.1 Messung der Temperaturverteilung des Ofens

Zur Messung des Temperaturprofils wurde ein Typ B Thermoelement⁵ mit einem Messbereich von 200 °C bis 1800 °C verwendet. Die Messstelle befindet

⁴ Jeweils den Diagrammen zu entnehmen bei $\lambda_0 = 1064 \text{ nm} \approx 1,165 \text{ eV}$.

⁵ Thermoelement-Paar: Platin – 30 % Rhodium (+) und Platin – 6 % Rhodium (–)

sich am Ende eines langen Keramikschutzrohres, das eine ausreichende Eintauchtiefe des Thermometers ermöglicht. Die Thermospannung gegenüber dem Referenzpunkt aus Eiswasser wurde mit einem Digitalmultimeter⁶ gemessen und mit der werksseitig hinterlegten Funktion in eine Temperatur umgerechnet. Der Aufbau ist in Abbildung 6.3a zu sehen.



(a) Messaufbau mit Eiswasser-Referenz im Hintergrund



(b) Keramikschutzrohr mit gasdichter Halterung

Abb. 6.3: Aufbau zur Messung der Temperaturverteilung des Ofens Das Typ B Thermoelement wurde innerhalb eines Keramikschutzrohres in den Ofen eingeführt, sodass dieser weiter unter Schutzgas betrieben werden konnte.

Um die Ofenkammer weiter unter Schutzgas betreiben zu können und gleichzeitig eine einfache Positionierung des Thermoelements zu ermöglichen, wurde ein Keramikschutzrohr mittig von oben in die Ofenkammer eingebaut. Dazu wurde das obere Fenster durch zwei Aluminiumplatten mit Dichtung ersetzt, sodass die Ofenkammer weiterhin vakuumdicht war (siehe Abbildung 6.3b). Der Probenhalter mit Thermoelement wurde wie

⁶ Modell 2700E von Keithley Instruments Inc.

im Normalbetrieb beibehalten. Die Position des Thermoelements wurde über eine Markierung am Keramikrohr an einem Stahllineal abgelesen und anschließend in die Relativposition zum Probenhalter umgerechnet.

Die Regelung der Ofentemperatur erfolgt mit Hilfe eines Wolfram-Rhenium-Thermoelements, das sich neben der Probe im Innern des Ofens befindet (siehe Abbildung 6.2). Diese Solltemperatur T_{TE} entspricht folglich in guter Näherung der Temperatur der Probe. Sie wird daher bei der Berechnung des Emissionsgrades für die Berechnung der temperaturabhängigen Konstanten, wie z. B. der spezifischen Wärmekapazität, verwendet (siehe Abschnitt 7.3). Sie bestimmt außerdem maßgeblich die Temperaturverteilung des Ofens

$$T_W(z) = T_W(T_{TE}, z) . \quad (6.30)$$

Die Messung wurde bei Solltemperaturen von 500 °C, 1000 °C, 1500 °C und 1800 °C durchgeführt. Dabei konnte das Profil für 1800 °C nur für das obere Drittel des LFA-Ofens gemessen werden, da die in Abbildung 6.3b zu

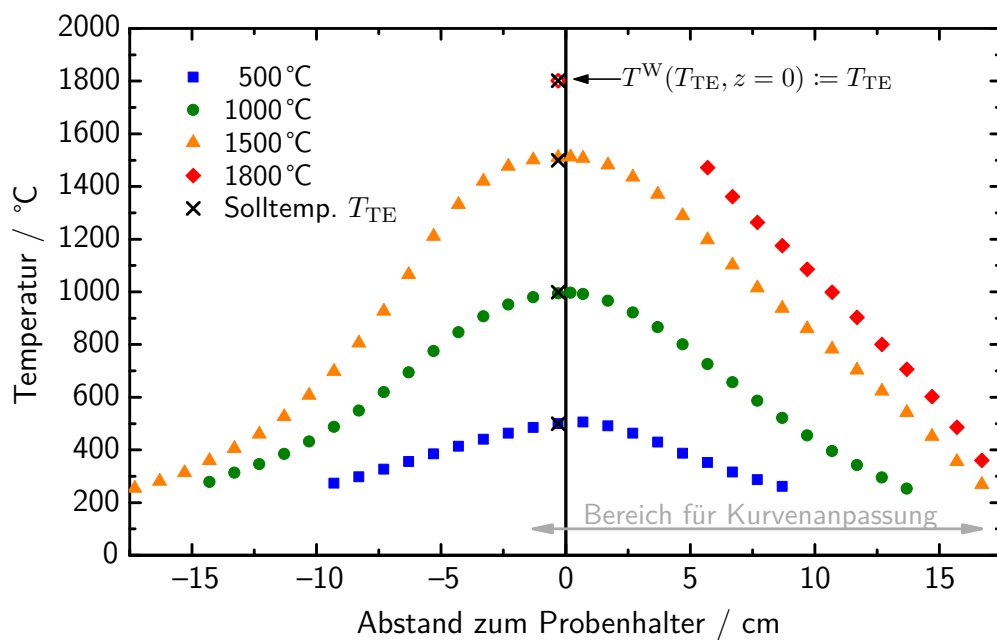



Abb. 6.4: Temperaturverteilung des Ofens Die Temperaturen $T_W(T_{TE}, z)$ wurden bei den im Diagramm angegebenen Solltemperaturen T_{TE} gemessen. Die Position z ist als Abstand oberhalb des Probenhalters angegeben, negative Werte liegen somit unterhalb der Probe. Das Thermoelement zur Regelung des Ofens (T_{TE}) befindet sich bei ca. -3 mm. Das zur Messung verwendete Typ B Thermoelement hat einen Messbereich von 200 °C bis 1800 °C.

erkennende Dichtung den hohen Temperaturen nicht länger standgehalten hat. Die Messergebnisse sind in Abbildung 6.4 zusammengefasst [140]. Wegen der guten Übereinstimmung der gemessenen Temperatur $T_W(T_{TE}, z = 0)$ mit den Solltemperatur T_{TE} bei den Messungen von 500 °C bis 1500 °C wird der Wert von $T_{TE} = 1800$ °C bei der Interpolation der Temperaturprofile im folgenden Abschnitt 6.2.2 mitverwendet.


6.2.2 Berechnung der Strahlungskorrektur

Die systematische Änderung der im vorherigen Abschnitt 6.2.1 untersuchten Temperaturverteilung des Ofens erlaubt eine Interpolation der Temperaturprofile für beliebige Temperaturen des Regelthermoelements T_{TE} . Im zweiten Teil dieses Abschnitts wird die von dieser Temperatur abhängige Bestrahlungsstärke an der Probenposition berechnet. Schließlich wird ein von T_{TE} abhängiger Korrekturfaktor für die Berechnung des Emissionsgrades nach einem der Gleichungssysteme (6.16) bis (6.18) angegeben.

Interpolation der Temperaturprofile Für die Korrektur der an der Probe reflektierten Strahlung der heißen Ofenwände ist nur der Halbraum oberhalb der Probe (Positiver Abstand z in Abbildung 6.4) von Bedeutung. Wie Abbildung 6.4 zeigt, sind die Temperaturprofile $T_W(T_{TE}, z)$ etwa symmetrisch zur Probenposition. Für eine gute Kurvenanpassung des relevanten Bereichs, oberhalb der Probe, wird der in Abbildung 6.4 eingezeichnete Bereich ($-13 \text{ mm} \leq z \leq 167 \text{ mm}$) für eine Kurvenanpassung verwendet.

Es hat sich gezeigt, dass die Temperaturprofile mit einer Gauß-Funktion gut approximiert werden können (siehe  in Abbildung 6.5)

$$T_W(T_{TE}, z) = T_{W,0} + A(T_{TE}) \exp\left(-\frac{1}{2} \frac{z - z_0}{w(T_{TE})^2}\right). \quad (6.31)$$

Der Offset $T_{W,0} = 20$ °C und das Zentrum der Verteilung $z_0 = 0$ mm bleiben dabei unverändert, während sich für die Amplitude der Kurve $A(T_{TE})$ und deren Breite $w(T_{TE})$ eine Abhängigkeit von der Temperatur des Regelthermoelements T_{TE} ergibt. Wie aus dem Zusammenhang $T_W(T_{TE}, z = 0) \approx T_{TE}$ zu erwarten ist, ergibt sich für die Amplituden ein linearer Zusammenhang mit einem Anstieg nahe Eins ($0,99 \pm 0,01$). Die Breite der Gauß-Funktionen $w(T_{TE})$ hängt quadratisch von T_{TE} ab. Mit diesen Abhängigkeiten können die Temperaturprofile für verschiedene Temperaturen des Regelthermoelements interpoliert werden (siehe  in Abbildung 6.5).

Für die Abschätzung der Unsicherheit der interpolierten $T_W(T_{TE}, z)$ -Funktionen werden die folgenden Beiträge berücksichtigt:

- Die Unsicherheiten der Funktionen $A(T_{TE})$ und $w(T_{TE})$ ergeben sich aus der halben Breite des 68 %-Konfidenzbereichs der Kurvenanpassung. Die Unsicherheit der Kurvenanpassung selbst wird ebenfalls über die halbe Breite der Konfidenzbereiche bestimmt. Dabei wird das Maximum über die 4 Messungen als Unsicherheitsbeitrag verwendet, dieser hängt vom Abstand z ab. Die temperatur- und positionsabhängigen Unsicherheiten der Parameter wurden selbst wieder mit Polynomen angenähert, um eine einfache Berechnung der Unsicherheit bei der Interpolation zu ermöglichen, sie liegen bei

$$u'_{\text{rel.}}(A(T_{TE})) \approx 1 \% \quad \text{für } T_{TE} = (750 \dots 1800) \text{ }^\circ\text{C} \quad (6.32)$$

$$u'_{\text{rel.}}(w(T_{TE})) \approx (4 \dots 5) \% \quad \text{für } T_{TE} = (750 \dots 1800) \text{ }^\circ\text{C} \quad (6.33)$$

$$u'_{\text{rel.}}(T_W(z)\text{-Fit}) \approx (2 \dots 7) \% \quad \text{für } z = (0 \dots 200) \text{ mm} . \quad (6.34)$$

- Die Unsicherheit der Abstandsmessung zwischen der Spitze des Thermoelements und dem Probenhalter ist

$$u'(z) = 2 \text{ mm} . \quad (6.35)$$

- Die Unsicherheit der Temperaturmessung mit dem Typ B Thermoelement wird aufgrund der inhomogenen Umgebung eher konservativ abgeschätzt mit

$$u'(T) = 5 \text{ K} . \quad (6.36)$$

- Die Unsicherheit für die Temperatur des Regelthermoelements T_{TE} resultiert hauptsächlich aus den Unterschieden beim gelegentlichen Austausch dieses Thermoelements und der für Wolfram-Rhenium-Thermoelemente typischen Alterung. Sie wurde mit einer linearen Funktion abgeschätzt, sodass

$$u'(T_{TE}) = (2 \dots 25) \text{ K} \quad \text{für } T_{TE} = (20 \dots 2000) \text{ }^\circ\text{C} . \quad (6.37)$$

Die einzelnen Unsicherheitsbeiträge werden nach den Regeln der klassischen Unsicherheitsfortpflanzung [131] (siehe Abschnitt 2.5.2) quadratisch addiert, sodass die von T_{TE} und z abhängige Unsicherheit der interpolierten Temperaturverteilung bei der Berechnung der Strahlungskorrektur berücksichtigt

werden kann. Für den bei der dynamischen Emissionsgradmessung zunächst interessanten Temperaturbereich von $T_{\text{TE}} = (750 \dots 1500)^\circ\text{C}$ ergeben sich Werte von

$$u_{\text{rel.}}(T_{\text{W}}, z) \approx \begin{cases} (2 \dots 4) \% & \text{für } z = (0 \dots 75) \text{ mm} \\ (4 \dots 9) \% & \text{für } z = (75 \dots 200) \text{ mm} . \end{cases} \quad (6.38)$$

In Abbildung 6.5 ist der Verlauf der interpolierten Temperaturverteilung (—) mit ihrer erweiterten Unsicherheit (---) für $T_{\text{TE}} = 1500^\circ\text{C}$ dargestellt. Es ergibt sich dabei eine geringe Abweichung gegenüber der ursprünglichen Kurvenanpassung bei dieser Messung (—), die durch die Interpolation der Anpassungsparameter entsteht. Die zunehmende relative Unsicherheit für größere Abstände vom Probenhalter spielt, wegen der exponentiellen Temperaturabhängigkeit der Strahldichte des Schwarzen Körpers, für die Bestrahlungsstärke auf der Probe nur eine untergeordnete Rolle.

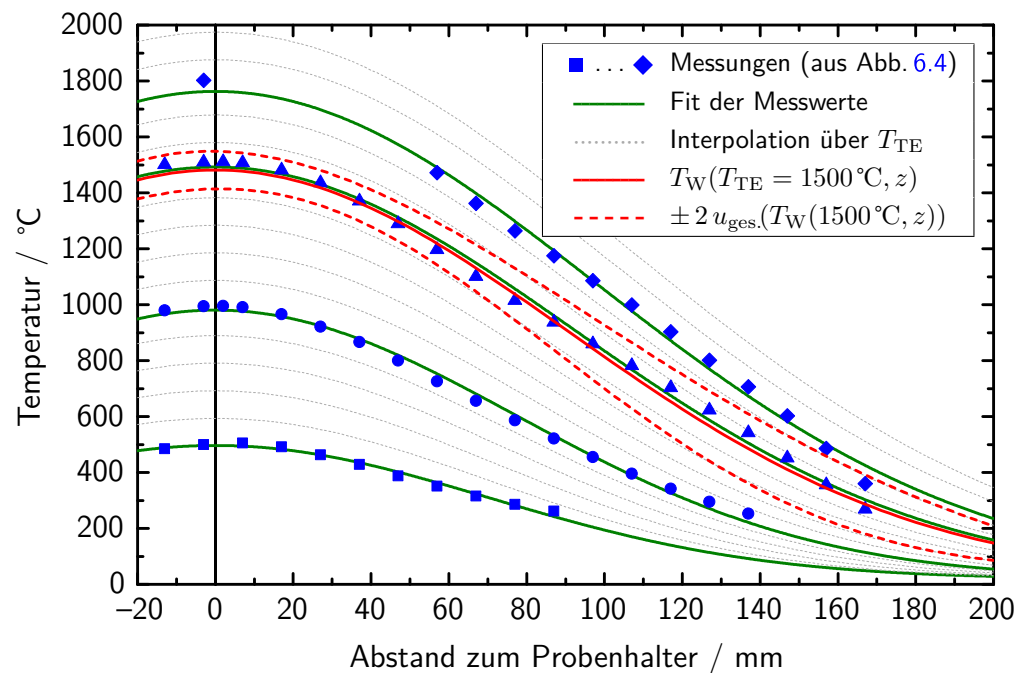


Abb. 6.5: Interpolation der Temperaturverteilung des Ofens
Die Kurvenanpassungen (—) an die Messwerte der Temperaturverteilung ermöglichen eine kontinuierliche Interpolation von $T_{\text{W}}(T_{\text{TE}}, z)$ (.....), durch die systematische Änderung der Fitparameter (siehe Text). Daraus ergibt sich zum Beispiel für $T_{\text{TE}} = 1500^\circ\text{C}$ die gezeigte Temperaturverteilung (—) mit ihrer erweiterten Unsicherheit (---).

Berechnung der Bestrahlungsstärke E_W Mit der interpolierten Temperaturverteilung kann die Bestrahlungsstärke auf der Probe aufgrund der heißen Wänden des Ofens nach Gleichung (6.23) berechnet werden. Durch die starke Temperaturabhängigkeit der Strahldichte des Schwarzen Körpers nimmt diese zum kälter werdenden Rand des Ofens über viele Größenordnungen ab. Dieses Verhalten ist in Abbildung 6.6 (a) für die 4 Messtemperaturen dargestellt (—). Der auf die Probe projizierte Raumwinkel des jeweiligen Wandsegments führt zu einer weiteren Reduktion der Strahldichte (— in Abbildung 6.6 für 1500 °C). Dadurch tragen die ersten 50 mm oberhalb der Probe bereits zu über 98 % des gesamten Integrals bei.

Durch die Integration längs der Ofenwände bzw. über den Raumwinkel hängt die Bestrahlungsstärke nur noch von der Temperatur des Regelthermoelements T_{TE} ab. Allerdings kann diese Integration aufgrund der Komplexität der auftretenden Funktionen nicht analytisch durchgeführt werden, deshalb wurden die Werte von $E_W(T_{TE})$ mit der Software „Mathematica“⁷ numerisch für verschiedene T_{TE} -Werte berechnet.

Da eine polynomial Interpolation der mit der Temperatur etwa exponentiell ansteigenden Bestrahlungsstärke numerisch schwierig ist, wird diese mit der Bestrahlungsstärke für den Spezialfall einer konstanten Strahldichte normiert. Für diesen Spezialfall, also für $L_0 = L_{\lambda,S}(\lambda_0, T_{TE}) = \text{konst.}$ und $\varepsilon_{\lambda,W}^1 = 1$, gilt nach Gleichung (6.25)

$$E^{L_0}(T_{TE}) = \pi L_{\lambda,S}(\lambda_0, T_{TE}) \Omega_0 . \quad (6.39)$$

Die wie folgt definierte Funktion $\mathcal{E}_W(T_{TE})$

$$\varepsilon_{\lambda,W}^1 \mathcal{E}_W(T_{TE}) := \frac{E_W(T_{TE})}{E^{L_0}(T_{TE})} , \quad (6.40)$$

kann somit numerisch berechnet und durch ein Polynom einfach interpoliert werden. Mit Gleichung (6.23) für $E_W(T_{TE})$ ergibt sich

$$\mathcal{E}_W(T_{TE}) = \frac{2}{L_{\lambda,S}(\lambda_0, T_{TE})} \int_0^H L_{\lambda,S}(T_W(T_{TE}, z), \lambda_0) \frac{R^2 z}{(R^2 + z^2)^2} dz . \quad (6.41)$$

Diese Gleichung wurde für Temperaturen von 500 °C bis 2000 °C in 100 °C-Schritten gelöst und die Ergebnisse mit einem Polynom 5. Grades interpoliert (siehe — in Abbildung 6.6 (b)). Dabei liegen die relativen Residuen des Polynoms unter 0,03 %.

⁷ Mathematica Version 9.0.1.0 der Wolfram Research Inc.

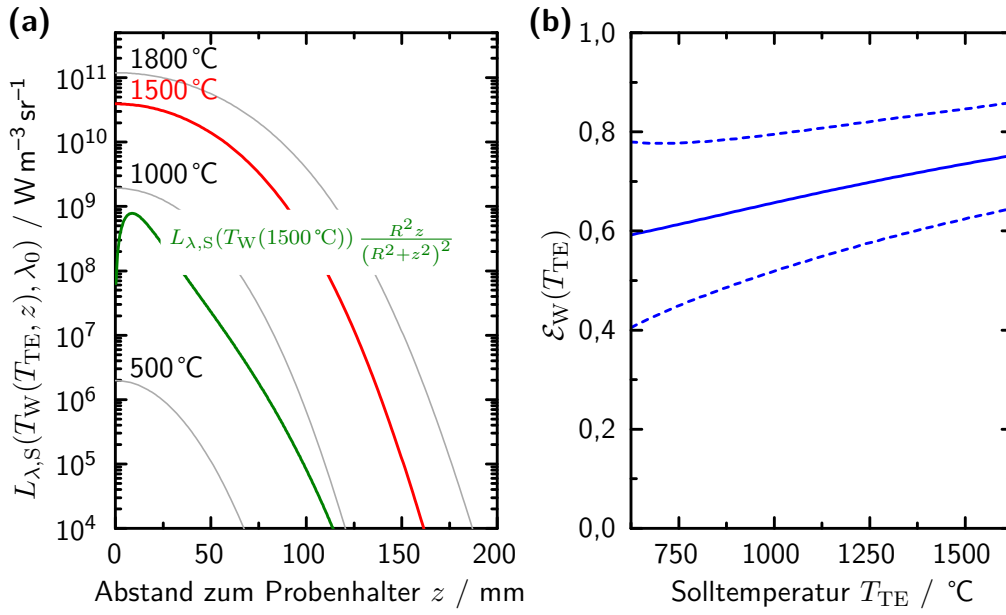


Abb. 6.6: Bestrahlungsstärke im Zentrum der Probe aufgrund der heißen Ofenwände

- (a) Strahldichte des Schwarzen Körpers für die 4 Solltemperaturen der Messung in Abschnitt 6.2.1 als Funktion der Position im Ofen (—). Für eine Temperatur im Zentrum von $T_{\text{TE}} = 1500^\circ\text{C}$ (—) ist der Verlauf des Produktes der Strahldichte mit dem Geometriefaktor dargestellt (—), über das die Integration zur Berechnung der Bestrahlungsstärke durchgeführt wird.
- (b) Über die numerische Lösung des Integrals wurde die Funktion $\mathcal{E}_W(T_{\text{TE}}) = E_W(T_{\text{TE}}) / [\varepsilon_{\lambda, W}^\dagger \pi L_{\lambda, S}(\lambda_0, T_{\text{TE}}) \Omega_0]$ und ihre Unsicherheit berechnet. Somit kann die an der Probe reflektierte Strahldichte wie folgt berechnet und zur Korrektur verwendet werden: $L_\lambda^{\text{refl.}}(T_{\text{TE}}) = (1 - \varepsilon_\lambda^\dagger) \varepsilon_{\lambda, W}^\dagger \mathcal{E}_W(T_{\text{TE}}) L_{\lambda, S}(\lambda_0, T_{\text{TE}})$.

Der durch $E^{L_0}(T_{\text{TE}})$ beschriebene Spezialfall könnte in der Realität durch eine auf die Temperatur des Ofenzentrums homogen temperierte Halbkugel mit sehr hohem Emissionsgrad annähernd realisiert werden. Konstruktionen, die diesem Ideal sehr nahe kommen, werden bei der klassischen Emissionsgradmessung eingesetzt [64, 69, 71], allerdings bei Temperaturen, die sich möglichst deutlich von der Proben­temperatur unterscheiden. Somit gibt der Wert von $\mathcal{E}_W(T_{\text{TE}})$ die relative Abschwächung der Bestrahlungsstärke im Inneren des Ofens gegenüber der hypothetischen, homogenen Halbkugel wieder. Die Abschwächung resultiert zum einen aus dem kleineren Raumwinkel, bedingt durch die Öffnung des Ofens, und zum anderen aus der zum Rand

hin abnehmenden Temperatur des Ofens (siehe Abbildung 6.5). Aus den im vorherigen Paragraphen interpolierten Temperaturprofilen, dem Ofenradius $R = (15,8 \pm 0,2)$ mm, dessen Höhe $H = 200$ mm und der effektiven Wellenlänge des Strahlungsthermometers $\lambda_0 = (1064 \pm 10)$ nm ergeben sich die in Abbildung 6.6 (b) gezeigten Werte von $\mathcal{E}_W(T_{TE}) = 0,60 \dots 0,75$.

Die ebenfalls in Abbildung 6.6 (b) dargestellte Unsicherheit von $\mathcal{E}_W(T_{TE})$ (---) resultiert hauptsächlich aus der Unsicherheit der Ofentemperatur $T_W(T_{TE}, z)$ (siehe Abbildung 6.5). Außerdem werden die Unsicherheiten des Ofenradius und der effektiven Wellenlänge des Strahlungsthermometers berücksichtigt. Die Unsicherheit der Höhe H spielt, wegen des extremen Abfalls der Strahldichte zum kühleren Ofenrand hin, keine Rolle. Die einzelnen Unsicherheitsbeiträge ergeben sich aus der Variation der Parameter um ihre jeweilige Unsicherheit und der anschließenden numerische Integration zur Berechnung von $\mathcal{E}_W(T_{TE})$ (Grundlagen siehe Gleichung (2.87) in Abschnitt 2.5)

$$\mathcal{E}_W(T_{TE}) = \mathcal{E}_W[T_W(T_{TE}, z); R; \lambda_0](T_{TE}) , \quad (6.42)$$

$$u_{\mathcal{E}_W}(T_W) = \frac{1}{2} \left| \mathcal{E}_W[T_W + u_{\text{ges.}}(T_W); R; \lambda_0](T_{TE}) - \mathcal{E}_W[T_W - u_{\text{ges.}}(T_W); R; \lambda_0](T_{TE}) \right| , \quad (6.43)$$

$$u_{\mathcal{E}_W}(R) = \frac{1}{2} \left| \mathcal{E}_W[T_W; R + u'(R); \lambda_0](T_{TE}) - \mathcal{E}_W[T_W; R - u'(R); \lambda_0](T_{TE}) \right| , \quad (6.44)$$

$$u_{\mathcal{E}_W}(\lambda_0) = \frac{1}{2} \left| \mathcal{E}_W[T_W; R; \lambda_0 + u'(\lambda_0)](T_{TE}) - \mathcal{E}_W[T_W; R; \lambda_0 - u'(\lambda_0)](T_{TE}) \right| . \quad (6.45)$$

Die Gesamtunsicherheit kann anschließend über

$$u_{\text{ges.}}(\mathcal{E}_W(T_{TE})) = \sqrt{u_{\mathcal{E}_W}(T_W(T_{TE}))^2 + u_{\mathcal{E}_W}(R)^2 + u_{\mathcal{E}_W}(\lambda_0)^2} \quad (6.46)$$

abgeschätzt werden. Sie ist in Abbildung 6.6 (b) ebenfalls dargestellt (---) und hat einen relativen Wert von $u_{\text{rel.}}(\mathcal{E}_W(T_{TE})) = (15 \dots 25)$ %. Die Unsicherheit der Strahlungskorrektur wird bei der Berechnung des Emissionsgrades in Abschnitt 7.3 entsprechend berücksichtigt.

Für Proben mit einem mittleren oder niedrigen Emissionsgrad, wie z. B. Wolfram, ist die Unsicherheit dieser Bestrahlungsstärke der größte Beitrag zur Gesamtunsicherheit des Emissionsgrades (siehe Abschnitt 8.3). Die inhomogene Temperaturverteilung des Ofens und seine nur näherungsweise bekannten Materialeigenschaften führen zu einer im Vergleich zur klassischen Emissionsgradmessung [64, 69] großen Unsicherheit der Strahlungskorrektur.

Durch die Kombination radiometrischer und kalorimetrischer Messungen bei der dynamischen Emissionsgradmessung können hierbei trotzdem vergleichbare Unsicherheiten für den Emissionsgrad erzielt werden (siehe Kapitel 8).

6.2.3 Transmissionsgrad des oberen Fensters

Der Ofenraum wird am oberen Ende durch ein Fenster aus Kalziumfluorid⁸ (CaF₂) abgeschlossen, durch das die Temperaturstrahlung der Probe detektiert wird. Wie in Abschnitt 6.1.2 beschrieben, müssen die Transmissionseigenschaften dieses Fenster in den Gleichungssystemen (6.16) bis (6.18) berücksichtigt werden, um eine vollständige Korrektur der Strahlungsbilanz zu gewährleisten. Die Transmissionseigenschaften dieses Fensters wurde bereits im Rahmen der Charakterisierung der kommerziellen Laser-Flash-Anlage vermessen [193: S.67 ff], sodass diese Messungen hier verwendet werden können.

Dabei ergibt sich der gerichtet-gerichtete Gesamt-Transmissionsgrad $\tau_{\text{LP5,F}}^{\text{II}}$ für die spektrale Empfindlichkeit des Strahlungsthermometers s_{λ}^{LP5} und die jeweilige spektrale Strahldichte aus dem gerichtet-gerichteten spektralen Transmissionsgrad $\tau_{\lambda}^{\text{II}}(\lambda)$, der unabhängig vom Spektrum der betrachteten Strahlung ist (siehe Abschnitt 2.2.1)

$$\tau_{\text{LP5,F}}^{\text{II}} = \frac{\int_{\lambda} \tau_{\lambda}^{\text{II}}(\lambda) s_{\lambda}^{\text{LP5}} L_{\lambda}(\lambda) d\lambda}{\int_{\lambda} s_{\lambda}^{\text{LP5}} L_{\lambda}(\lambda) d\lambda}, \quad (6.47)$$

mit $L_{\lambda}(\lambda) = \varepsilon_{\lambda}^{\text{I}}(\lambda, T_0) L_{\lambda,\text{S}}(\lambda, T_0) + L_{\lambda}^{\text{refl.}}(\lambda) + \dots$

Da das Spektrum der spektralen Strahldichte der Probe und des Ofens $L_{\lambda}(\lambda)$ nicht bekannt ist, ist eine Messung des spektralen Transmissionsgrades $\tau_{\lambda}^{\text{II}}(\lambda)$ und die anschließende Brechung des Transmissionsgrades $\tau_{\text{LP5,F}}^{\text{II}}$ nur schwer möglich. Daher wurde der Transmissionsgrad experimentell als Funktion des Photostroms des Strahlungsthermometers bestimmt. Der Photostrom ist proportional zur beobachteten Strahldichte $L_{\lambda}(\lambda)$ (siehe Abschnitt 2.1.3), sodass sich die unterschiedliche Gewichtung des spektralen Transmissionsgrades in einer Änderung des Gesamt-Transmissionsgrades mit dem Photostrom niederschlägt.

⁸ Kalziumfluorid besitzt von ca. 0,12 μm bis 10 μm einen hohen Transmissionsgrad [191], sodass Messungen mit dem Indiumantimonid-Detektor (Spektralbereich ca. 2 μm bis 5,5 μm [192]) der kommerziellen Laser-Flash-Anlage möglich sind.

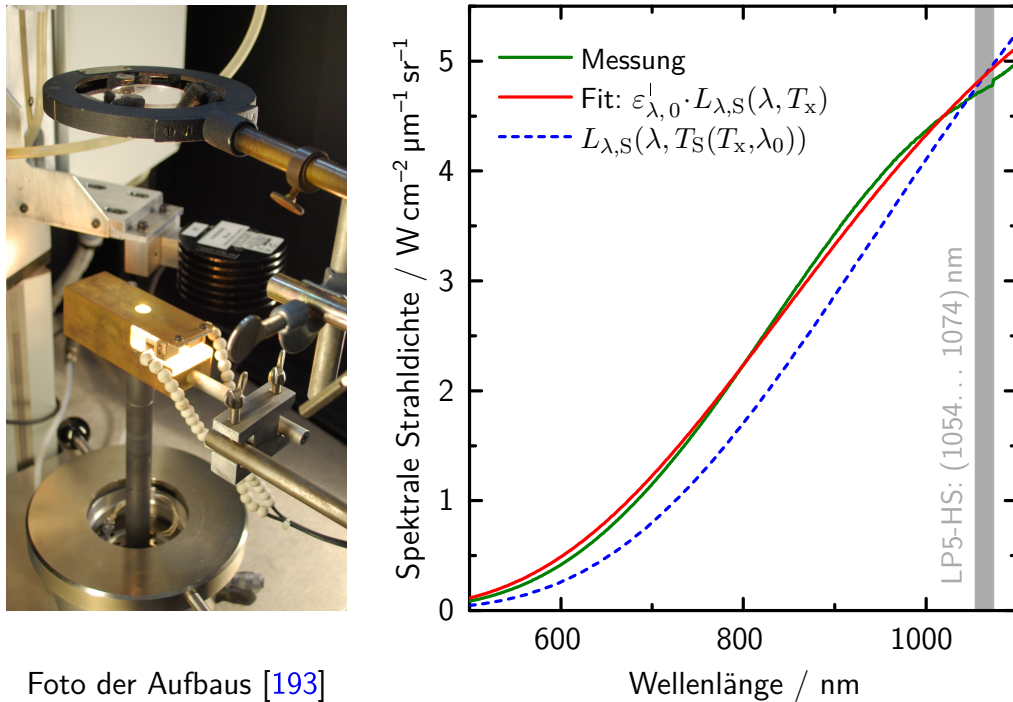


Foto der Aufbau [193]

Abb. 6.7: Transmissionsgradmessung des oberen Fensters

Links: Foto des Messaufbaus mit schwenkbarer Fixierung des Fensters und Halogenlampe in der Nähe der Probenposition.

Rechts: Das Spektrum der Niedervolt-Halogenlampe (—) lässt sich in guter Näherung durch einen Schwarzen Strahler ($T_x \approx 2026$ K) mit konstantem Emissionsgrad ($\varepsilon_{\lambda,0}^I \approx 0,44$) beschreiben (—). Dies entspricht bei der effektiven Wellenlänge des Strahlungsthermometers ($\lambda_0 = 1064$ nm) einer Schwarzen Temperatur von $T_S \approx 1804$ K, die bei dieser Wellenlänge zu einer Schwarzkörper-Strahlung mit gleicher Strahllichte führen würde (---).

Experimenteller Aufbau Als Strahlungsquelle dient für die Messung des Transmissionsgrades eine Niedervolt-Halogenlampe, die etwa an der Position der Probe platziert wurde (siehe Abbildung 6.7). Das Kalziumfluorid-Fenster wurde ebenfalls in der Position fixiert, die den Bedingungen bei der Emissionsgradmessung entspricht. Dadurch können Änderungen des Transmissionsgrades aus geometrischen Gründen zwischen dieser Untersuchung und der tatsächlichen Situation bei der Emissionsgradmessung vernachlässigt werden. Das Fenster wurde schwenkbar fixiert, sodass das Signal mit und ohne Fenster mit hoher Reproduzierbarkeit gemessen werden konnte.

Das Spektrum der Niedervolt-Halogenlampe entspricht in guter Näherung dem Spektrum, das auch bei der Emissionsgradmessung zu erwarten ist. Innerhalb der sehr schmalbandigen spektralen Empfindlichkeit des Strah-

lungsthermometers, mit einer effektiven Wellenlänge von $\lambda_0 \approx 1064$ nm und einer Halbwertsbreite von ca. 20 nm (siehe Abschnitt 5.2.2.4), können die auftretenden Emissionsgrade als spektral annähernd konstant angesehen werden, sodass

$$\varepsilon_{\lambda,0}^{\perp} L_{\lambda,S}(\lambda, T_x) \approx L_{\lambda}(\lambda) = \varepsilon_{\lambda}^{\perp}(\lambda, T_0) L_{\lambda,S}(\lambda, T_0) + L_{\lambda}^{\text{refl.}}(\lambda) + \dots, \quad (6.48)$$

mit einem konstanten Emissionsgrad $\varepsilon_{\lambda,0}^{\perp}$. Wie Abbildung 6.7 am Beispiel einer Temperatur zeigt, stimmt das gemessene Spektrum⁹ der Halogenlampe gut mit einem Spektrum der Form $\varepsilon_{\lambda,0}^{\perp} L_{\lambda,S}(\lambda, T_x)$ überein. Somit ist eine Übertragung des mit der Halogenlampe gemessenen Transmissionsgrades auf die Emissionsgradmessung möglich und er kann als Funktion des Photostroms I_{Ph} untersucht werden

$$\tau_{\text{LP5,F}}^{\perp}(I_{\text{Ph}}^{\text{mit Fenster}}) = \frac{\int_{\lambda} \tau_{\lambda}^{\perp}(\lambda) s_{\lambda}^{\text{LP5}} L_{\lambda}(\lambda) d\lambda}{\int_{\lambda} s_{\lambda}^{\text{LP5}} L_{\lambda}(\lambda) d\lambda}, \quad (6.49)$$

$$\begin{aligned} & \left| \begin{aligned} I_{\text{Ph}} &\propto \int_{\lambda} s_{\lambda}^{\text{LP5}} L_{\lambda}(\lambda) d\lambda, \\ &= \frac{I_{\text{Ph}}^{\text{mit Fenster}}}{I_{\text{Ph}}^{\text{ohne Fenster}}}. \end{aligned} \right. \quad (6.50) \end{aligned}$$

Ergebnisse der Transmissionsgradmessung Während einer Emissionsgradmessung kommt es teilweise zur Kondensation von Verunreinigungen der Probe am oberen Fenster, sodass im Verlauf einer Messung eine geringe Verschmutzung des Fensters auftreten kann. Um diesem Effekt Rechnung zu tragen, wurde der Transmissionsgrad im Anschluss an eine längere Messkampagne gemessen und das Fenster anschließend gereinigt¹⁰ und nochmals der Transmissionsgrad bestimmt. Die Verunreinigung des untersuchten Fensters stellt somit den Grenzfall der normalen Emissionsgradmessung dar, da hier nach jedem Messzyklus alle optischen Komponenten gereinigt werden.

Die resultierenden Transmissionsgradswerte sind in Abbildung 6.8 dargestellt. Die gezeigten Messwerte ergeben sich jeweils aus dem Mittelwert und der Standardabweichung von 10 Einzelmessungen mit einer Dauer von

⁹ Die Messung wurde mit dem Array-Spektrometer „CAS 140 CT“ von der Instrument Systems GmbH [194] auf Grundlage der Herstellerkalibrierung durchgeführt.

¹⁰ Die Reinigung erfolgt mit säurefreiem Optik-Reinigungspapier und hochreinem Ethanol (99,5 %) und anschließend mit hochreinem Aceton (99,95 %), das einen Anteil nicht-flüchtiger Substanzen von unter $2 \cdot 10^{-6}$ besitzt.

je 20 s. Wobei die Messungen mit und ohne Fenster im Strahlengang des LP5-HS jeweils abwechselnd durchgeführt wurden (Details siehe Ref. [193]).

Der Transmissionsgrad des sauberen und des verunreinigten Fensters weit in der logarithmischen Darstellung des Photostroms einen annähernd linearen Anstieg auf, sodass er mit einer Funktion der Form

$$\tau_{\text{LP5, F}}^{\text{II}}(I_{\text{Ph}}^{\text{mit Fenster}}) = a_{\tau} + b_{\tau} \cdot \ln(I_{\text{Ph}}^{\text{mit Fenster}} + c_{\tau}) \quad (6.51)$$

interpoliert werden kann (siehe Abbildung 6.8). Die Unsicherheit des Transmissionsgrades wird dabei durch die Verunreinigung des Fensters dominiert und wurde so gewählt, dass die beiden untersuchten Grenzfälle im Bereich der erweiterten ($k = 2$) Unsicherheit mit eingeschlossen sind. Die zum Photostrom mit Fenster korrespondierende Schwarze Temperatur (siehe Abschnitt 2.1.2) in Abbildung 6.8 zeigt, dass zum Beispiel $\tau_{\text{LP5, F}}^{\text{II}}(1000\text{ °C}) \approx (93,2 \pm 0,3)\%$ und $\tau_{\text{LP5, F}}^{\text{II}}(2000\text{ °C}) \approx (93,56 \pm 0,09)\%$ ist. Die so erhaltene Funktion des gerichtet-gerichteten Gesamt-Transmissionsgrades des Fensters für die spektrale Empfindlichkeit des LP5-HS und die jeweilige spektrale Strahldichte wird entsprechend bei der Berechnung des Emissionsgrades in Abschnitt 7.3 berücksichtigt.

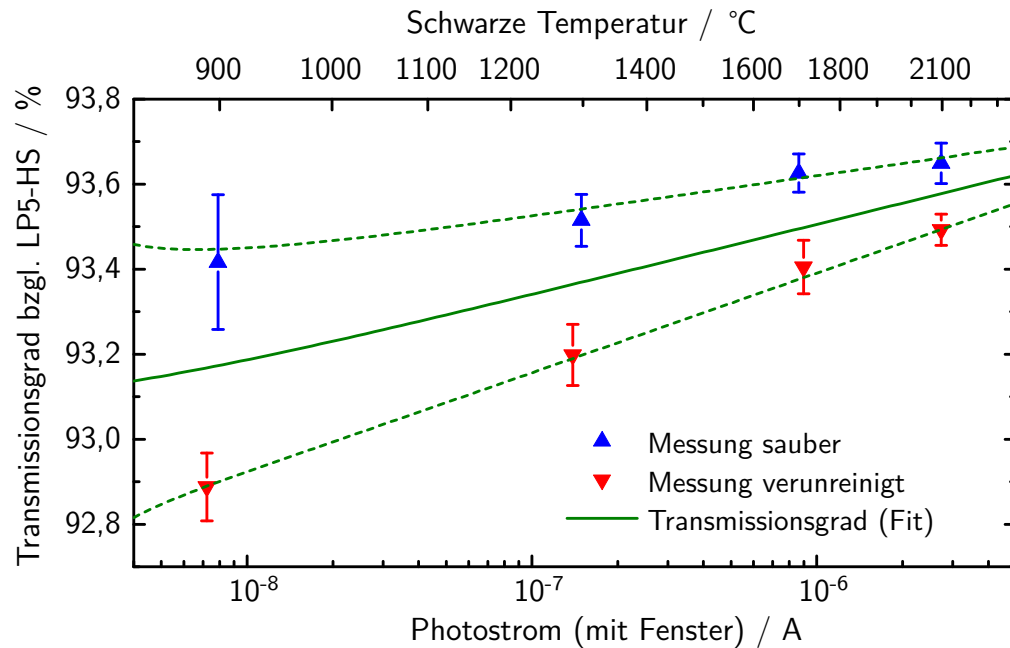


Abb. 6.8: Transmissionsgrad des oberen Fensters Die allmähliche Verunreinigung des Fensters während einer Emissionsgradmessung muss bei der Bestimmung des gerichtet-gerichteten Gesamt-Transmissionsgrades berücksichtigt werden, sodass die Grenzfälle der üblicherweise auftretenden Verunreinigung untersucht wurden. Die Messwerte wurden mit einer gemeinsamen Funktion für den Transmissionsgrad in Abhängigkeit des Photostroms angenähert und der Unsicherheitsbereich so gewählt, dass beide Grenzfälle eingeschlossen sind. (nach [193])

7 Aufbau des Messplatzes und Analyse der gesamten Messung

Der Aufbau des Gesamtsystems beinhaltet die in den Kapiteln 4 und 5 beschriebenen Teilkomponenten. Er wird in Abschnitt 7.1 erläutert, zusammen mit den Komponenten zur Bereitstellung der Messbedingungen und der Steuerung des neuen Messplatzes. Die Durchführung einer typischen Messung mit den zugehörigen Voruntersuchungen wird in Abschnitt 7.2 kurz beschrieben. In Abschnitt 7.3 wird die Analyse der gesamten Messung erläutert, die auf den theoretischen Überlegungen der Kapitel 4 bis 6 basiert und im Ergebnis zu einem Emissionsgradwert mit Unsicherheit für die jeweilige Temperatur führt.

7.1 Aufbau und Steuerung des Messplatzes

7.1.1 Aufbau von $AD\epsilon M$

Der Messplatz zur dynamischen Emissionsgradmessung, der im Rahmen dieser Arbeit zur praktischen Realisierung der neuen Messmethode aufgebaut wurde, trägt den Namen $AD\epsilon M$ (A Dynamic Emissivity Measurement). Abbildung 7.1 zeigt ein Foto des Messplatzes, auf dem die wesentlichen Komponenten benannt sind. Die für die Messung wichtigsten Teilkomponenten wurden bereits in den Kapitel 4 und 5 beschrieben. Der Aufbau zur Messung der Laserenergie, bestehend aus Laserenergie-Messköpfen, Keilfenster und Probenhalter mit Blende, ist in Abschnitt 4.3 genauer beschrieben. Die Details zum Aufbau des neu entwickelten Strahlungsthermometers „LP5-HS“ sind in Abschnitt 5.2.1 erläutert. Die weiteren Bestandteile des $AD\epsilon M$ -Messplatzes dienen im Wesentlichen zur sicheren Bereitstellung der Messbedingungen und werden in den folgenden Absätzen kurz beschrieben.

Ofen und Inertgasversorgung Um die Emissionsgradmessung bei Temperaturen von bis zu 2000 °C durchführen zu können, muss die Probe entspre-

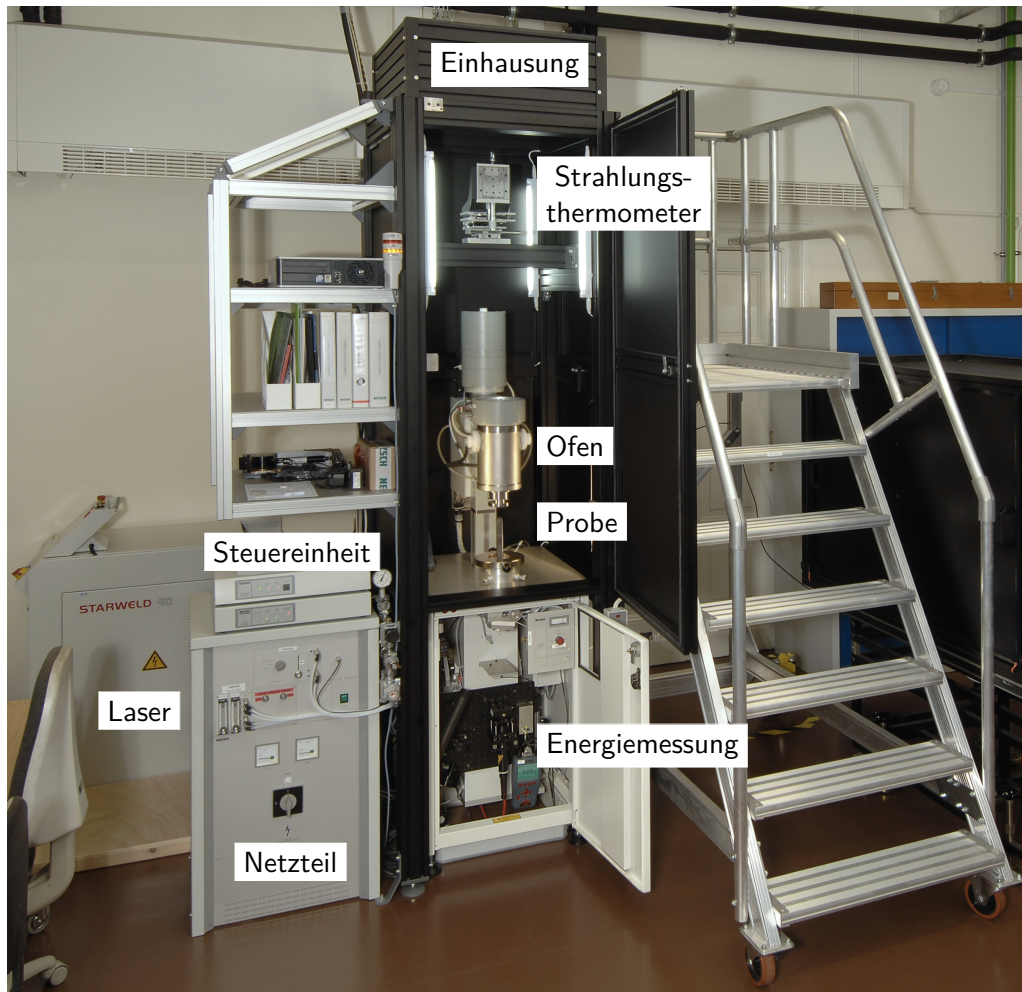


Abb. 7.1: Foto des Messplatzes „ADεM“ Die wichtigsten Komponenten des Messplatzes sind im Bild beschriftet und werden im Text erläutert. Da das Strahlungsthermometer zum Zeitpunkt der Aufnahme kalibriert wurde, ist es nicht mit auf dem Foto, jedoch ist dessen Halterung deutlich zu erkennen. Eine Detailaufnahme des Bereichs unterhalb der Probe ist in Abbildung 4.6 auf Seite 83 zu finden und eine des Ofens mit Probenhalter in der folgenden Abbildung 7.2.

chend erwärmt und stabil bei der Ausgangstemperatur T_0 gehalten werden. Für diese Aufgabe werden die Komponenten der kommerziellen Laser-Flash-Anlage¹ weitgehend unverändert eingesetzt.

Das Keilfenster des Strahlteilersystems bildet den unteren Abschluss der Probenkammer, in der sich der modifizierte Probenhalter befindet (siehe Abbildungen 4.5 und 4.6 in Abschnitt 4.3.2). Der Ofen wird über den

¹ LFA 427 der Firma Netzsch Gerätebau GmbH [151]

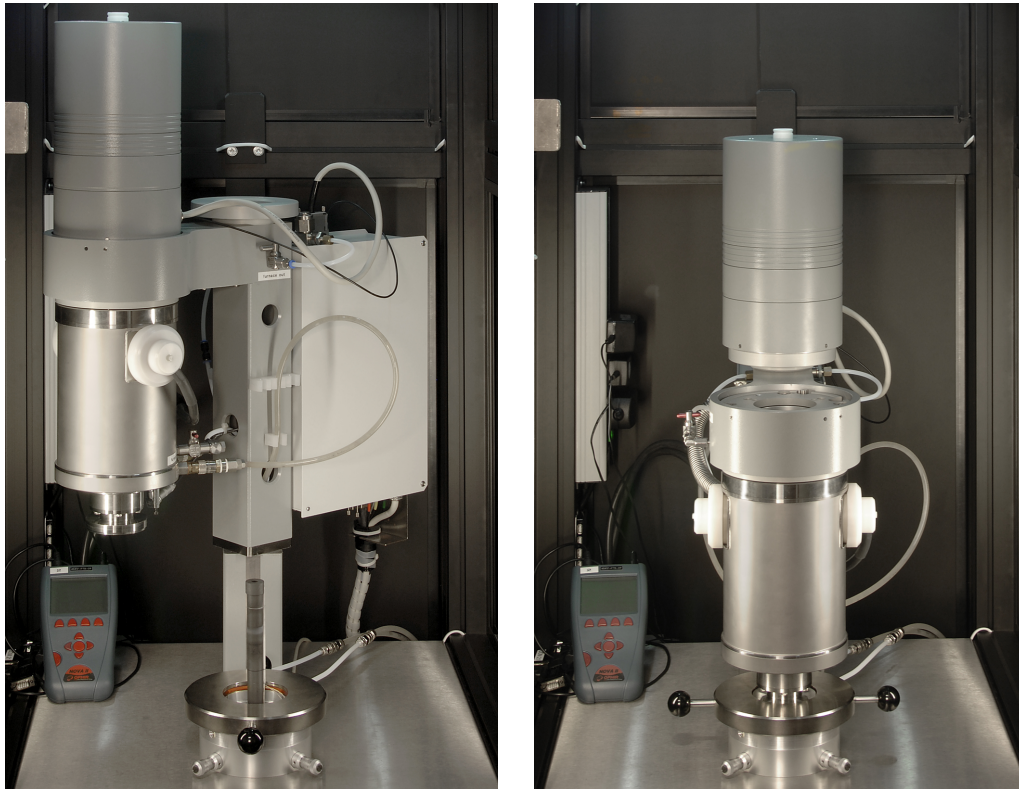


Abb. 7.2: Ofen und Probenhalter Das *linke Foto* zeigt den Probenhalter und den geöffneten Ofen. Im *rechten Foto* ist der Ofen über die Probe abgesenkt und vakuumdicht verschlossen, sodass eine Messung durchgeführt werden kann.

Anmerkung: Der graue Zylinder oberhalb des Ofens ist der Indiumantimonid-Detektor, der nur bei Messungen der Temperaturleitfähigkeit verwendet wird. Dieser befindet sich bei der Emissionsgradmessung normalerweise in der auf dem rechten Foto gezeigten Position.

Probenhalter geschwenkt und abgesenkt, sodass sich die Probe während der Messung mittig im Ofen befindet (siehe Abbildung 7.2).

Im Heizer des Ofens wird die elektrische Leistung direkt in Joule'sche Erwärmung umgewandelt und durch Wärmestrahlung an die Probe abgegeben. Der Probenraum ist durch ein Schutzrohr aus Glaskohlenstoff² gasdicht gegenüber dem Ofen abgetrennt, sodass beide Volumina getrennt voneinander evakuiert und mit Inertgas gespült werden können. In Abbildung 7.2 sind neben den Schläuchen für die Gaszu- und -abfuhr auch die Schläuche des Kühlwasserkreislaufes erkennbar, der den Ofenmantel kühlt. Diese Kühlung gewährleistet neben der Betriebssicherheit eine definierte Kühlrate bei der

² Glaskohlenstoff ist eine Kohlenstoffmodifikation mit einer amorphen Fulleren-artigen Struktur [188], die glasartige Eigenschaften mit denen von Grafit vereint.

Untersuchung der Probe. Abbildung 7.1 zeigt im linken Bildteil das geregelte Netzteil des Ofens, das durch die Steuer- und Regeleinheit „TASC 414/4“ der Laser-Flash-Anlage angesteuert wird. Für die Regelung der Ofentemperatur werden die Temperaturen von zwei Thermoelementen berücksichtigt, das eine befindet sich in der Nähe des Heizers und das zweite unmittelbar neben der Probe (siehe Abbildung 4.5). Die Leistung des Ofens wird so geregelt, dass die Temperatur dieses Proben thermoelement T_{TE} möglichst gleich dem vorgegebenen Sollwert ist (siehe auch Abschnitt 7.2). Gegenüber der kommerziellen Laser-Flash-Anlage [151] wurde ein Strahlungsschild oberhalb der Proben entfernt, das bei der kommerziellen Anlage zur Stabilisierung des Detektorsignals dient, sodass ein ausreichendes Gesichtsfeld für das Strahlungsthermometer zur Verfügung steht.

Die Messungen müssen unter Inertgas durchgeführt werden, um eine Oxidation der Probe zu verhindern. Außerdem würde ein Betrieb der Anlage bei bis zu 2000 °C unter sauerstoffhaltiger Atmosphäre zur Beschädigung des Ofens führen. Mit einer Vorvakuumpumpe können die gasdichten Volumina von Probenraum und Ofen evakuiert werden, um sie anschließend mit Argon zu fluten.

Anfänglich führte die Diffusion von Sauerstoff durch die Zuleitungen von der zentralen Reinstgasversorgung mit 99,999 %-igem Argon zu einer Oxidation der metallischen Proben. Dies äußerte sich zum Beispiel bei Wolfram in einer Blau-Schwarz-Färbung der Oberfläche und konnte durch EDX-Messungen³ am Institut für Transurane in Karlsruhe⁴ nachgewiesen werden. Daher wurden die Zuleitungen der kommerziellen Laser-Flash-Anlage vollständig durch Kupferrohre ersetzt. Zusätzlich ist eine Gasreinigungskartusche [195] unmittelbar vor der Probenkammer in die Zuleitung der Reinstgasversorgung integriert, die eventuelle Reste von Wasser, Sauerstoff und Kohlenwasserstoffen adsorbiert. Nach diesen Umbauten war die zuvor deutlich sichtbare Oxidation der Proben nicht mehr zu beobachten, sodass von einer sauerstofffreien Atmosphäre ausgegangen werden kann.

Laser und Einhausung Bei dem verwendeten Laser handelt es sich um einen modifizierten Schweißlaser, der für die Anwendung bei Laser-Flash-Experimenten angepasst wurde und dessen Eigenschaften in Abschnitt 4.2

³ Die energiedispersive Röntgenspektroskopie (energy dispersive X-ray spectroscopy, EDX) ermöglicht die Bestimmung der Elemente anhand ihres charakteristischen Röntgenspektrums.

⁴ Joint Research Centre – Institute for Transuranium Elements (JRC-ITU)
<https://ec.europa.eu/jrc/en/institutes/itu>

untersucht wurden. Wegen der Verwendung des Strahlungsthermometers LP5-HS und der Kalibrierung des Strahlteilersystems mit geöffnetem Ofen (siehe Abschnitt 4.3), mussten die vorhandenen Laserschutzmaßnahmen erweitert werden (siehe auch Abschnitt 4.1.1 auf Seite 72). Für einen effektiven Schutz wurde die Messanlage zur dynamischen Emissionsgradmessung mit einer lichtdichten, ca. 3 m hohen Einhausung umbaut (siehe Abbildung 7.1). Diese besitzt Türkontaktschalter, die an das Sicherheitssystem des Lasers („Interlock“) angeschlossen sind, sodass Laserpulse nur bei verschlossenen Türen möglich sind. Durch diese Maßnahmen konnten die Anforderungen an die Laserschutzklasse 1 erfüllt werden [142], sodass ein gefahrloses Arbeiten möglich ist.

Die Einhausung dient gleichzeitig der weitgehend schwingungsfreien Befestigung des Strahlungsthermometers an einem 5-achsigen Halter. Das LP5-HS ist um 3° gegenüber der Senkrechten geneigt und entsprechend verschoben, sodass es nicht direkt vom Laserstrahl getroffen werden kann. Andernfalls könnte es bei einem Bruch der Probe oder einer Fehlbedienung zur Beschädigung des empfindlichen Messgerätes kommen. Die Justage und manuelle Bedienung des LP5-HS ist über die in Abbildung 7.1 am rechten Bildrand erkennbare Arbeitsbühne möglich.

Aufgrund des Strahlteilersystems zur Messung der Laserenergie mit seinen in Abschnitt 4.3 beschriebenen Komponenten, ist die Justage des Laserstrahlengangs deutlich aufwendiger als bei einer normalen Laser-Flash-Anlage. Daher wurden verschiedene Justierhilfen fest im Aufbau integriert.

7.1.2 Steuerung und Regelung des Messplatzes

Mit der proprietären Software der kommerziellen Laser-Flash-Anlage ist die Ansteuerung und Datenerfassung der zusätzlichen Komponenten wie Strahlungsthermometer und Laserenergie-Messgeräte nicht möglich. Deshalb wurde ein Programm zur Steuerung des Messplatzes und zur Erfassung und Speicherung der Messdaten mit der graphischen Programmiersprache LabVIEW implementiert. Für die Kommunikation mit dem Laserenergie-Messgerät konnte auf Treiber des Herstellers zurückgegriffen werden, während die Unterprogramme zur Steuerung und Datenerfassung von Laser, Ofen und Strahlungsthermometer neu erstellt wurden.

Die eigentliche Regelung des Ofens erfolgt durch die Elektronik der Steuer- und Regeleinheit „TASC 414/4“ der Laser-Flash-Anlage. Dabei wird ein Proportional-Integral-Regler eingesetzt, um die Regelgröße der Temperatur des Probenthermoelements an den vorgegebenen Sollwert anzugleichen. Im

Folgenden wird die Funktionalität des Programms kurz erläutert, ohne dabei auf die Details der Implementierung einzugehen.

Steuerung Das Programm umfasst im Wesentlichen die folgenden Funktionen zur Ansteuerung des neuen Messplatzes:

- *Ofen* Für die Steuerung des Ofens können die nominelle Heiz- bzw. Kühlrate (-30 K/min bis 30 K/min) und die Endtemperatur (25 °C bis 2000 °C) eines Segmentes vorgegeben werden. Am Ende eines solchen Segments wird eine Phase konstanter Temperatur eingeleitet, in der die eigentliche Messung durchgeführt wird (siehe Abbildung 7.3 auf Seite 187). Die Parameter des PI-Reglers können manuell angepasst werden. Außerdem werden die Statusmeldungen der Steuer- und Regeleinheit abgefragt und überwacht.
- *Laser* Zur Steuerung des, mit einer Blitzlampe gepumpten, Nd:YAG-Lasers werden die Spannung dieser Lampe U_L und die nominelle Pulsdauer Δt_L vorgegeben (Details siehe Abschnitt 4.2). Aus Sicherheitsgründen wird der Shutter des Lasers dabei nur unmittelbar vor dem Laserpuls geöffnet und anschließend wieder geschlossen.
- *Laserenergie-Messgerät* Dem Lasermessgerät muss lediglich der aktuelle Messbereich übermittelt werden.
- *LP5-HS* Dem Strahlungsthermometer LP5-HS wird ebenfalls der aktuelle Messbereich übermittelt und die Aufzeichnungsdauer der Messung im HS-Modus (Details siehe Abschnitt 5.2.1.4). Die Temperaturmessung im HS-Modus wird in einer vordefinierten Zeit vor dem Auslösen des Laserpulses gestartet (typischerweise: 2 s). Außerdem werden die Parameter der aktuellen Kalibrierfunktionen des LP5-HS (siehe Abschnitte 5.2.3 und 5.2.4) und der aktuelle Wert des Dunkelstroms eingelesen, sodass die auf die ITS-90 rückgeführten Temperaturen für LS- und HS-Modus berechnet werden können.

Zur Erleichterung der Bedienung kann unter anderem der Messbereich des Laserenergie-Messgerätes automatisch anhand der Parameter des Lasers festgelegt werden. Ebenso wird der Temperaturverlauf des Ofens auf die Einhaltung festgelegter Stabilitätskriterien hin überwacht, sodass eine Emissionsgradmessung nur bei ausreichend stabilen Bedingungen durchgeführt wird.

Datenerfassung Die Messdaten und Parameter der einzelnen Geräte werden in zwei Dateitypen gespeichert. Die erste Datei beinhaltet im Wesentlichen den Temperaturverlauf der gesamten Messung, dazu werden alle 5 Sekunden die Zeit, die Temperaturen der beiden Thermoelemente und die Daten des LP5-HS im LS-Modus gespeichert. Ein Beispiel für diese Daten ist in [Abbildung 7.3](#) auf Seite [187](#) dargestellt.

Bei jedem Laserpuls wird eine Datei vom zweiten Typ gespeichert, in der die Informationen enthalten sind, die zur Berechnung des Emissionsgrades notwendig sind. Dies sind unter anderem:

- die Parameter des Lasers (U_L und Δt_L),
- die am Strahlteilerfenster reflektierte Laserenergie (genauer: der Anzeigewert des Messinstrumentes A^{30J} , siehe [Abschnitt 4.4.2](#)),
- die auf die ITS-90 rückgeführte Schwarze Temperatur des HS-Modus mit einer Messrate von 1000 Hz und
- die im entsprechenden Zeitintervall gemessene Temperaturen des LP5-HS im LS-Modus und des Proben-thermoelements.

Außerdem werden alle Informationen gespeichert, die zur Nachvollziehbarkeit der oben genannten Daten wichtig sind, wie die jeweiligen Rohdaten, die Version der Kalibrierparameter oder die Messbereiche. Die Informationen der beiden Dateitypen können über die gemeinsame Zeitbasis wieder miteinander verknüpft werden. Ein Beispiel für diese Daten, welche die eigentliche Emissionsgradmessung repräsentieren, ist in [Abbildung 5.10](#) auf Seite [139](#) im Zusammenhang mit der Bestimmung des adiabatischen Temperaturhubes dargestellt.

7.2 Durchführung einer Messung

In diesem Kapitel wird die Durchführung einer Emissionsgradmessung am neuen $AD\epsilon M$ -Messplatz kurz beschrieben. Vor der Messung werden die Fenster der Ofenkammer, wie in Abschnitt 6.2.3 beschrieben, gereinigt. Dadurch kann sichergestellt werden, dass die Transmission des oberen Fensters im Unsicherheitsbereich des ebenfalls in Abschnitt 6.2.3 ermittelten Wertes liegt. Die Probe wird üblicherweise ebenfalls einem Nassreinigungsprozess⁵ unterzogen, da es bei den auftretenden Temperaturen sonst zu unerwünschten chemischen Reaktionen mit eventuellen Rückständen kommen kann. Außerdem werden die folgenden Voruntersuchungen durchgeführt:

- Dunkelstrommessung des LP5-HS,
- Wiegen der Probe mit einer Analysewaage⁶ und
- Messungen des Strahlteilverhältnisses (siehe Abschnitt 4.4.2).

Vor dem Beginn der Hauptmessung werden der Proben- und der Ofenraum 3-mal evakuiert und anschließend mit hochreinem Argon (siehe Abschnitt 7.1.1) befüllt. Während der Messung werden die Volumina weiter unter leichtem Überdruck mit Argon gespült, um eine Oxidation der Proben zu verhindern (siehe Abschnitt 7.1.1).

Abbildung 7.3 zeigt ein typisches Temperaturprofil einer Emissionsgradmessung, wie sie in Kapitel 8 vorgestellt wird. Hierbei wird die Probe mit einer Rate von 25 K/min erwärmt und abgekühlt. Die Kühlrate wird durch das Zusammenspiel der Wasserkühlung des Ofenmantels und der verringerten Heizleistung des Ofens geregelt und nimmt aufgrund der sinkenden Temperaturdifferenz ab ca. 200 °C kontinuierlich ab. Die eigentlichen Emissionsgradmessungen werden im thermischen Gleichgewicht gestartet. Übliche Kriterien hierfür sind eine Abweichung der Temperatur des Proben-thermoelements und der Solltemperatur von unter ± 2 K und eine Temperaturänderung kleiner als 0,2 K/min.

Nachdem sich die Temperatur der Probe stabilisiert hat, werden Messungen durchgeführt, dabei können verschiedene Lasereinstellungen verwendet werden. Üblicherweise werden mehrere Messungen pro Laserenergie und Temperatur vorgenommen, über die später gemittelt wird. Dabei muss auf einen ausreichenden Abstand der Laserpulse geachtet werden, sodass die dynamische Temperaturänderung wieder abgeklungen ist und sich die Probe

⁵ Nassreinigung: 30 Minuten in Ethanol (99,5 %) im Ultraschallbad

⁶ Modell XS105DU der Mettler-Toledo AG mit einer typischen Unsicherheit von 0,3 mg.

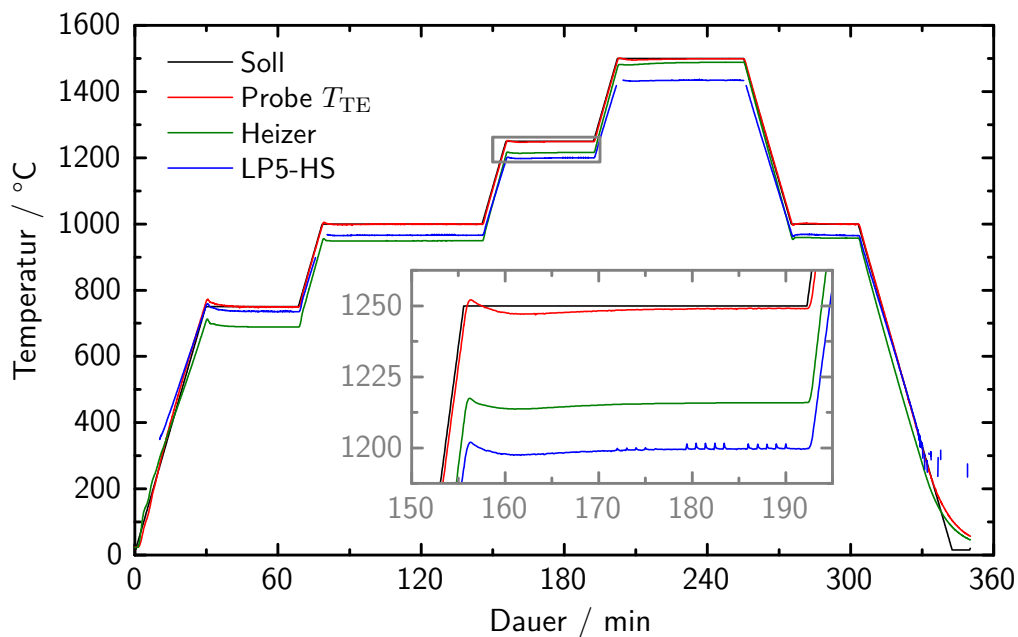


Abb. 7.3: Typischer Temperaturverlauf während einer Messung Die Temperatur des Proben-thermoelements (—) folgt der Solltemperatur (—). Nach einer Temperaturrampe wird abgewartet, bis sich die Probe im thermischen Gleichgewicht mit der Umgebung befindet, bevor die eigentliche Emissionsgradmessung durchgeführt wird. In der *Ausschnittsvergrößerung* des Isothermiebereichs bei 1250 °C sind die Temperaturänderungen der Probe durch die Laserpulse im Signal der Strahlungsthermometers (—) zu erkennen. Es wird hier die Schwarze Temperatur (für $\varepsilon_\lambda^l = 1$) dargestellt, sodass diese unter der des Proben-thermoelements liegt.

wieder im thermischen Gleichgewicht mit der Umgebung befindet. Im Beispiel aus Abbildung 7.3 beträgt die Wartezeit 1 Minute. In der Ausschnittsvergrößerung sind die einzelnen Temperatur-Peaks zu erkennen, wobei diese hier aufgrund der geringen Messrate etwas zu klein dargestellt sind. Im gezeigten Beispiel betragen die Temperaturhübe je nach Laserenergie 2,3 K, bis 5,1 K, was typische Werte bei den durchgeführten Emissionsgradmessungen sind.

Nach dem Ende der Hauptmessung wird die erkaltete Probe wieder ausgebaut und erneut das Strahlteilverhältnis, wie in Abschnitt 4.4.2 beschrieben, gemessen. Dadurch können eventuell auftretende Änderungen dieses Verhältnisses berücksichtigt werden.

7.3 Analyse der gesamten Messung

Im Folgenden wird die Analyse aller Messwerte eines Temperaturschrittes erläutert, an deren Ende der Wert des Emissionsgrades und dessen Unsicherheit steht. Abbildung 7.4 fasst die dazu notwendigen Schritte zusammen. Es wird dabei auf die Ergebnisse der vorangegangenen Kapitel zurückgegriffen, in denen die Berechnung der Laserenergie E_L (Kapitel 4), die Ermittlung des adiabatischen Temperaturhubes $\Delta T_{\text{adb.}}$ (Kapitel 5) und die Korrektur der radiometrischen Temperaturmessung (Kapitel 6) diskutiert wurden [139,140].

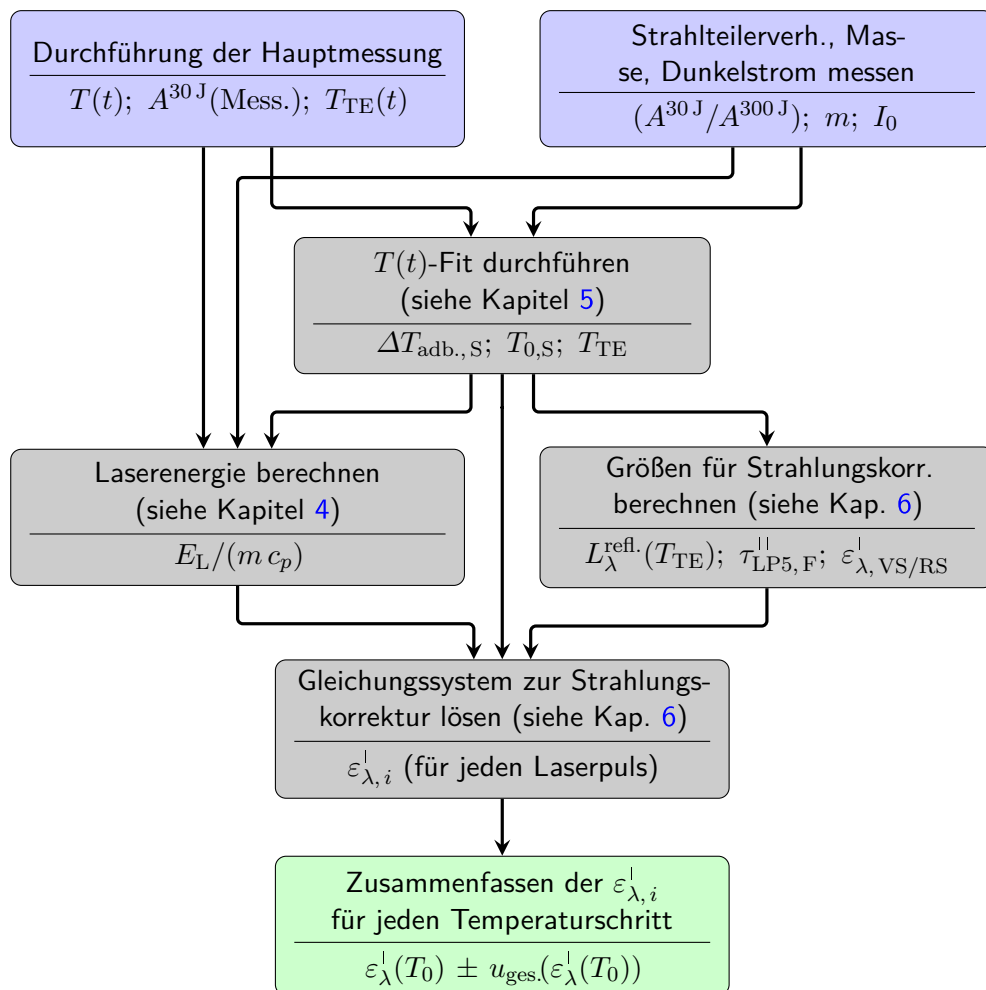


Abb. 7.4: Übersicht zur Analyse der gesamten Messung Die hier schematisch dargestellten Schritte zur Analyse der Emissionsgradmessung und deren wichtigste Ergebnisse werden in den folgenden Absätzen näher erläutert.

Adiabatischer Temperaturhub Zunächst werden die einzelnen Messungen der Temperaturänderung in Folge des Laserpulses halbautomatisch ausgewertet, wie in Abschnitt 5.3 beschrieben. Dabei wird im Wesentlichen eine nichtlineare Kurvenanpassung durchgeführt, bei der die in Abschnitt 5.1 aus der Theorie zum Laser-Flash-Verfahren hergeleitete Funktion an den zeitlichen Verlauf der Temperaturänderung auf der Probenrückseite angepasst wird. Außerdem werden die Mittelwerte des Photostroms des Strahlungsthermometers und der Temperatur des Proben-thermoelements zum Zeitpunkt der jeweiligen Messung bestimmt. Somit stehen die Werte der folgenden Größen für die weitere Auswertung zur Verfügung

$$\text{Photostrom} \quad I_{\text{Ph}} , \quad (7.1)$$

$$\text{Thermoelementtemperatur} \quad T_{\text{TE}} , \quad (7.2)$$

$$\text{Adiabatischer Temperaturhub} \quad \Delta T_{\text{adb.,S}} \pm u_{\text{ges.}}(\Delta T_{\text{adb.,S}}) , \quad (7.3)$$

$$\text{Gleichgewichtstemperatur} \quad T_{0,\text{S}} \pm u_{\text{ges.}}(T_{0,\text{S}}) . \quad (7.4)$$

Bei den beiden aus der Messung mit dem Strahlungsthermometer ermittelten Temperaturen $\Delta T_{\text{adb.,S}}$ und $T_{0,\text{S}}$ handelt es sich um Schwarze Temperaturen (siehe Abschnitt 2.1.2), bei denen der Einfluss des Emissionsgrades im Folgenden noch korrigiert werden muss.

Die nachfolgenden Analyseschritte wurden in einem LabVIEW-Programm implementiert, welches die Berechnungen bis hin zu den Emissionsgradwerten der einzelnen Laserpulse automatisch durchführt. Es liest sowohl die Daten ein, die während der Messung aufgezeichnet wurden, als auch die Ergebnisse der Temperaturhubberechnung. Aus der Zusammenfassung dieser Auswertung kann im letzten Schritt dieser Analyse für jeden Temperaturschritt jeweils ein Emissionsgradwert und dessen Unsicherheit berechnet werden.

Vorabberechnung: Maximaler Temperaturhub Der maximale Temperaturhub ergibt sich aus dem theoretischen Grenzfall einer vollständigen Absorption der Laserenergie E_L , also für $\varepsilon_\lambda^1 = \alpha_\lambda^1 = 1$, und ist nach Gleichung (3.1) gleich $E_L/(m c_p)$. Dieser Wert wird im nächsten Schritt mit der tatsächlichen, adiabatischen Temperaturänderung ins Verhältnis gesetzt, um den Emissionsgrad zu berechnen. Die Masse $m \pm u'(m)$ ergibt sich direkt aus der Wägung der Probe.

Die spezifische Wärmekapazität c_p der Probe muss entweder mit entsprechenden Verfahren gemessen oder der Literatur entnommen werden. Verbreitete experimentelle Verfahren dafür sind die Dynamische Differenzka-

lorimetrie (DSC) [196, 197], die adiabatische Kalorimetrie [197–200] und die Drop-Kalorimetrie [201, 202]. Bei den in Kapitel 8 vorgestellten Messungen werden die jeweiligen Quellen der Daten für die spezifische Wärmekapazität mitangegeben. Für die Berechnung der einzelnen Emissionsgradwerte werden die spezifische Wärmekapazität und ihre Unsicherheit $c_p(T_{\text{TE}}) \pm u'(c_p(T_{\text{TE}}))$ als Funktion der Temperatur des Probenthermoelements berücksichtigt.

Die Laserenergie an der Probenposition E_L ergibt sich aus der Messung der reflektierten Energie bei jedem Laserpuls $A^{30\text{J}}(\text{Mess.})$ und den Messungen des Strahlteilverhältnisses $(A^{30\text{J}}/A^{300\text{J}})$ vor und nach der Hauptmessung (siehe Abschnitt 7.2). Außerdem müssen die thermische Ausdehnung der Blende $\Delta l(T_{\text{TE}})/l_0$ und der Kalibrierfaktor des Energiemessgerätes $f_K^{300\text{J}}$ berücksichtigt werden, wie in Abschnitt 4.4.2 genauer erläutert. Aus den Gleichungen (4.15) und (4.16) ergibt sich

$$E_L = \left(1 + \frac{\Delta l(T_{\text{TE}})}{l_0}\right)^2 \cdot f_K^{300\text{J}} \cdot \left(\frac{A^{30\text{J}}}{A^{300\text{J}}}\right)^{-1} \cdot A^{30\text{J}}(\text{Mess.}) . \quad (7.5)$$

Die Gesamtunsicherheit der Laserenergie ergibt sich daraus über die Unsicherheitsfortpflanzung (siehe Abschnitt 2.5.2), sodass $E_L \pm u_{\text{ges.}}(E_L)$ für jeden Laserpuls berechnet werden kann (typische Werte siehe Tabelle 4.3). Somit kann nun auch der Wert des maximalen Temperaturhubes und seine Unsicherheit berechnet und im folgenden Schritt verwendet werden

$$\frac{E_L}{m c_p} \pm u_{\text{ges.}}\left(\frac{E_L}{m c_p}\right) . \quad (7.6)$$

Vorabberechnung: Größen zur Korrektur der Ofenstrahlung Zur Berechnung der Emissionsgradwerte muss nun noch die Korrektur der radiometrischen Temperaturmessung berücksichtigt werden (siehe Kapitel 6). Dafür werden der Transmissionsgrad des oberen Fensters und die Hintergrundstrahlung der heißen Ofenwände ebenfalls im Voraus berechnet. Wie in Abschnitt 6.2.3 beschrieben, wurde der Transmissionsgrad des Fenster $\tau_{\text{LP5,F}}^{\parallel}$ und dessen Unsicherheit

$$\tau_{\text{LP5,F}}^{\parallel}(I_{\text{Ph}}) \pm u'(\tau_{\text{LP5,F}}^{\parallel}(I_{\text{Ph}})) \quad (7.7)$$

als Funktion des Photostroms des Strahlungsthermometers I_{Ph} experimentell bestimmt. Dabei kann die Unsicherheit des Photostroms gegenüber dem Einfluss der unbekanntem Verunreinigung des Fensters vernachlässigt werden.

Die von der Probe reflektierte Strahldichte, der von den Ofenwänden ausgehenden Strahlung, $L_{\lambda}^{\text{refl.}}$ wurde in Abschnitt 6.2 bestimmt und wird durch die dort definierte Funktion $\mathcal{E}_{\text{W}}(T_{\text{TE}})$ beschrieben durch

$$L_{\lambda}^{\text{refl.}}(T_{\text{TE}}) = (1 - \varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\perp}) \underbrace{\varepsilon_{\lambda, \text{W}}^{\perp} \mathcal{E}_{\text{W}}(T_{\text{TE}}) L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, T_{\text{TE}})}_{\mathcal{L}_{\text{W}}(T_{\text{TE}})} . \quad (7.8)$$

In der Vorabberechnung wird $\mathcal{L}_{\text{W}}(T_{\text{TE}})$, der vom Emissionsgrad der Probenrückseite unabhängige Teil der reflektierten Strahldichte aus Gleichung (7.8), und dessen Unsicherheit in Abhängigkeit der Temperatur des Probenthermoelements T_{TE} berechnet

$$\mathcal{L}_{\text{W}}(T_{\text{TE}}) \pm u_{\text{ges.}}(\mathcal{L}_{\text{W}}(T_{\text{TE}})) . \quad (7.9)$$

Da die Unsicherheit dieser Temperatur bereits bei der Berechnung von $u_{\text{ges.}}(\mathcal{E}_{\text{W}}(T_{\text{TE}}))$ in Abschnitt 6.2 berücksichtigt wurde, muss dies hier nicht erneut geschehen. Somit müssen lediglich $u_{\text{ges.}}(\mathcal{E}_{\text{W}}(T_{\text{TE}}))$ und die Unsicherheit des Emissionsgrades der Ofenwand $u'(\varepsilon_{\lambda, \text{W}}^{\perp})$ berücksichtigt werden.

Die Berechnungen der auftretenden Strahldichten nach Planck $L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, T)$ werden bei der effektiven Wellenlänge des Strahlungsthermometers λ_0 durchgeführt. Wie in Abschnitt 5.2.2.4 beschrieben, wurde dieses so konstruiert, dass diese Wellenlänge mit der des Lasers übereinstimmt, sodass für diese Berechnungen

$$\lambda_0 = (1064 \pm 10) \text{ nm} \quad (7.10)$$

verwendet wird. Zur Abschätzung der Unsicherheit wurde dabei die Halbwertsbreite des verwendeten Interferenzfilters von ca. 18 nm zugrunde gelegt.

Berechnung einzelner Emissionsgradwerte Für die Berechnung des Emissionsgrades, der sich aus einem Laserpuls und dem jeweils daraus resultierenden Temperaturhub ergibt, muss eines der drei Gleichungssysteme (6.16) bis (6.18) aus Abschnitt 6.1.2 gelöst werden. Diese Gleichungssysteme sind in Gleichung (7.11) zusammengefasst. Zur besseren Übersicht sind die unbekanntenen Größen **rot** hervorgehoben und es ist die folgende Notation zu beachten:

- $\varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\perp}$... Emissions- und Absorptionsgrad auf der Probenrückseite, der maßgeblich für die Emission der Wärmestrahlung der Probe ist,

- $\varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\perp}$... Emissions- und Absorptionsgrad auf der Probenvorderseite, der den absorbierten Anteil der Energie des Laserstrahls bestimmt

$$\begin{aligned}
 L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, T_{0, \text{S}}) &= \tau_{\text{LP5, F}}^{\parallel} \left[\varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\perp} L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, T_0) \right. \\
 &\quad \left. + (1 - \varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\perp}) \mathcal{L}_{\text{W}}(T_{\text{TE}}) \right] \\
 L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, T_{0, \text{S}} + \Delta T_{\text{adb., S}}) &= \tau_{\text{LP5, F}}^{\parallel} \left[\varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\perp} L_{\lambda, \text{S}}(\lambda_0, T_0 + \Delta T_{\text{adb.}}) \right. \\
 &\quad \left. + (1 - \varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\perp}) \mathcal{L}_{\text{W}}(T_{\text{TE}}) \right] \quad (7.11) \\
 \Delta T_{\text{adb.}} &= \varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\perp} \frac{E_{\text{L}}}{m c_p} .
 \end{aligned}$$

Die bereits in Abschnitt 6.1.2 diskutierten Auswertungsvarianten führen zu den folgenden drei Möglichkeiten für eine Emissionsgradmessung:

- *Kombinierte radiometrische und kalorimetrische Messung* Das Material und die Textur der Probenvorder- und -rückseite müssen identisch sein, sodass $\varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\perp} = \varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\perp}$ ist.
 $\Rightarrow \varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\perp} = \varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\perp}$ wird berechnet.
- *Radiometrische Messung* Der Emissionsgrad der Probenvorderseite muss als Funktion der Temperatur bei λ_0 bekannt sein, es gilt also $\varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\perp} = \varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\perp}(T_{\text{TE}}) \pm u'(\varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\perp}(T_{\text{TE}}))$.
 $\Rightarrow \varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\perp}$ wird berechnet.
- *Kalorimetrische Messung* Der Emissionsgrad der Probenrückseite muss bekannt sein, d. h. $\varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\perp} = \varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\perp}(T_{\text{TE}}) \pm u'(\varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\perp}(T_{\text{TE}}))$.
 $\Rightarrow \varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\perp}$ wird berechnet.

Die Lösung des Gleichungssystems liefert neben dem unbekanntem Emissionsgrad auch die Werte der Temperaturen T_0 und $\Delta T_{\text{adb.}}$.

Die nicht-triviale Lösung des Gleichungssystems wurde mit der LabVIEW-Routine „nD Nichtlineares System lösen“ implementiert. Dies führt, ausgehend von zufälligen Startwerten, eine simultane Nullstellensuche für die drei Gleichungen durch, bis eine vorgegebene Genauigkeit erreicht ist. Konkret bedeutet dies, dass alle drei Gleichungen mit der errechneten Lösung eine Abweichung gegenüber der Gleichheit von unter 10^{-8} aufweisen.

Unsicherheit der einzelnen Emissionsgradwerte Die eben beschriebene Lösung des Gleichungssystems wird auch zur Abschätzung der Unsicherheit der einzelnen Emissionsgradwerte verwendet. Dazu werden die im Voraus

berechneten Größen um den Wert ihrer Unsicherheit variiert und der resultierende Emissionsgrad erneut berechnet (Grundlagen siehe Gleichung (2.87) in Abschnitt 2.5)

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\lambda}^{\perp} &= \varepsilon_{\lambda}^{\perp}(x_1, \dots, x_n) , \\ u_{\varepsilon_{\lambda}^{\perp}}(x_i) &= \frac{1}{2} \left| \varepsilon_{\lambda}^{\perp}(x_1 \dots x_i + u(x_i) \dots x_n) - \varepsilon_{\lambda}^{\perp}(x_1 \dots x_i - u(x_i) \dots x_n) \right| , \\ \text{mit } x_i &\in \left\{ T_{0,S}, \Delta T_{\text{adb},S}, \lambda_0, \tau_{\text{LP5},F}^{\parallel}, \frac{E_L}{m c_p}, \mathcal{L}_W(T_{\text{TE}}), \varepsilon_{\lambda,\dots,S}^{\perp} \right\} . \end{aligned} \quad (7.12)$$

Dabei steht $\varepsilon_{\lambda,\dots,S}^{\perp}$ für $\varepsilon_{\lambda,\text{VS}}^{\perp}$ oder $\varepsilon_{\lambda,\text{RS}}^{\perp}$, je nachdem, welcher Emissionsgrad bekannt ist. Bei Messungen mit identischen Oberflächen auf Vorder- und Rückseite fällt dieser Unsicherheitsbeitrag weg. Die Bedeutung der anderen Größen wurde in den vorangegangenen Absätzen erläutert. Die Gesamtunsicherheit der unabhängigen Beiträge ergibt sich dann aus

$$u_{\text{ges.}}(\varepsilon_{\lambda}^{\perp}) = \sqrt{\sum_i \left(u_{\varepsilon_{\lambda}^{\perp}}(x_i) \right)^2} . \quad (7.13)$$

Im Abschnitt 8.3 werden die Einflüsse der einzelnen Unsicherheitsbeiträge $u_{\varepsilon_{\lambda}^{\perp}}(x_i)$ anhand der untersuchten Proben diskutiert. Aus der Verallgemeinerung des Verhaltens dieser Beiträge folgen einige der in Kapitel 9 erläuterten Grenzen der neuen Methode zur dynamischen Emissionsgradmessung.

Gesamtergebnis für die jeweilige Temperatur Es werden üblicherweise mehrere Messungen bei einer Temperatur mit unterschiedlichen Energien des Laserpulses durchgeführt. Somit können Abhängigkeiten von der Laserenergie untersucht werden. Zum Beispiel könnte bei Messungen knapp unterhalb der Schmelztemperatur der Probe eine zu große Laserenergie zum Schmelzen der Probenoberfläche führen. In diesem Fall wäre der kalorimetrische Ansatz der dynamischen Emissionsgradmessung nicht erfüllt, was zu falschen Emissionsgradwerten führen würde.

Da im Normalfall keine Energie-Abhängigkeiten auftreten, kann das Gesamtergebnis für diese Temperatur aus den Ergebnissen der Einzelmessungen berechnet werden, wie im Absatz *Zusammenfassung mehrerer Ergebnisse* in Abschnitt 2.5.2 erläutert. Dazu werden sowohl die einzelnen Emissionsgradwerte $\varepsilon_{\lambda,i}^{\perp}$ mit ihren Unsicherheiten gewichtet als auch die zugehörigen Gleichgewichtstemperaturen $T_{0,i}$, die im vorherigen Schritt berechnet wurden

$$\begin{aligned}
 \varepsilon_{\lambda}^{\prime}(T_0) &= \frac{\sum_{i=1}^n \frac{\varepsilon_{\lambda,i}^{\prime}}{u_{\text{ges.}}^2(\varepsilon_{\lambda,i}^{\prime})}}{\mathcal{N}}, \\
 T_0 &= \frac{\sum_{i=1}^n \frac{T_{0,i}}{u_{\text{ges.}}^2(\varepsilon_{\lambda,i}^{\prime})}}{\mathcal{N}}, \\
 \text{mit: } \mathcal{N} &= \sum_{i=1}^n \frac{1}{u_{\text{ges.}}^2(\varepsilon_{\lambda,i}^{\prime})}.
 \end{aligned} \tag{7.14}$$

Wie bei der Auswertung von Ringvergleichen [136] tragen dabei die Werte mit größeren Unsicherheiten weniger zum Gesamtergebnis bei.

Die Unsicherheit des Emissionsgrades bei dieser Temperatur wird nach der Methode der Varianzzerlegung berechnet (siehe Gleichung (2.91) in Abschnitt 2.5.2)

$$u_{\text{ges.}}(\varepsilon_{\lambda}^{\prime}(T_0)) = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n u_{\text{ges.}}^2(\varepsilon_{\lambda,i}^{\prime}) + \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n \left(\varepsilon_{\lambda,i}^{\prime} - \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \varepsilon_{\lambda,j}^{\prime} \right)^2}. \tag{7.15}$$

In der Praxis hat sich herausgestellt, dass üblicherweise die interne Varianz, also der Mittelwert der Varianzen, etwa um den Faktor 10 größer ist als die externe Varianz, die sich aus der Varianz der einzelnen Emissionsgradwerte ergibt. Das bedeutet, dass die Unsicherheit des Emissionsgrades bei einer Temperatur im Wesentlichen der Mittelwert der Unsicherheiten der Einzelwerte ist. Dieser Aspekt wird in Abschnitt 8.3 weiter diskutiert.

8 Messergebnisse und Validierung der neuen Messmethode

Zur Validierung, der im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Methode zur Messung des gerichteten spektralen Emissionsgrades bei hohen Temperaturen und des neuen Messplatzes $AD\varepsilon M$, wurden mehrere Messungen durchgeführt. Dabei wurden die in diesem Temperaturbereich anwendungsrelevanten Materialien Graphit (Abschnitt 8.1) und Wolfram (Abschnitt 8.2) untersucht. Die Messung beschichteter Wolfram-Proben in Abschnitt 8.2 erlaubt den Vergleich der verschiedenen physikalischen Prinzipien zur Emissionsgradmessung (siehe Abschnitt 6.1.2). In Abschnitt 8.3 werden die einzelnen Beiträge zur Gesamtunsicherheit der Messwerte analysiert und daraus Schlussfolgerungen für die dynamische Emissionsgradmessung abgeleitet.

Es wird der Einfachheit halber häufig nur vom „Emissionsgrad“ gesprochen, damit ist in diesem Kapitel stets der normale spektrale Emissionsgrad bei 1064 nm gemeint. Außerdem ist der Emissionsgrad immer als effektive Probeneigenschaft zu verstehen, die den Einfluss der Oberflächenstruktur mit einschließt. In diesem Sinne wird der Begriff Emissionsgrad mit dem englischen Begriff „emittance“ gleich gesetzt und nicht mit „emissivity“ [9,60]. Die Durchführung und Auswertung der Messungen wurde bereits in Kapitel 7 erläutert, sodass hier nur auf Besonderheiten eingegangen wird.

8.1 Emissionsgrad von Graphit

Graphit wurde für die ersten Testmessungen und die im Folgenden vorgestellte Validierungsmessung aus zwei Gründen ausgewählt. Zum einen hat der Emissionsgrad von Graphit eine hohe Relevanz in der Strahlungsthermometrie, da der Innenraum vieler Hohlraumstrahler daraus besteht [23].

Zum anderen ist Graphit unter den gegebenen Messbedingungen sehr stabil, weshalb auch gut vergleichbare Literaturdaten existieren [81]. Neben diesen Daten werden auch Messungen, die am etablierten Messplatz der PTB [69] durchgeführt wurden, zur Validierung des im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Messverfahrens herangezogen.

8.1.1 Beschreibung der Probe

Die untersuchte Graphit-Probe besteht aus hochreinem, isostatisch gepresstem Graphit (Sigrafine R6650-P5 von SGL Carbon GmbH), dieser zeichnet sich durch seine Homogenität, die geringe Korngröße von ca. $7\ \mu\text{m}$ und die sehr hohe Reinheit mit einem relativen Aschegehalt von unter $2 \cdot 10^{-6}$ aus [203]. Die Probe wurde vom Hersteller mit einer spezifizierten Rauheit und Parallelität der Oberflächen von unter $\pm 0,02\ \text{mm}$ gefertigt. Die wichtigsten Eigenschaften der Graphit-Probe sind in Tabelle 8.1 zusammengefasst.

Tab. 8.1: Eigenschaften der untersuchten Graphit-Probe

Graphittyp	Sigrafine R6650-P5
Durchmesser	$(10,0^{+0,0}_{-0,1})\ \text{mm}$
Höhe	$(3,0 \pm 0,1)\ \text{mm}$
Masse	$(431,67 \pm 0,30)\ \text{mg}$
Reinheit	$> 99,9998\ \%$ [203]
Oberfläche	feingedreht
Rauheit	$< \pm 0,02\ \text{mm}$

Die spezifische Wärmekapazität c_p der Probe wurde anhand verschiedener Quellen ermittelt [204–208]. Butland et al. [205] haben 15 Datensätze anderer Autoren untersucht, um eine möglichst gute Ausgleichsfunktion für die spezifische Wärmekapazität zu erhalten. Diese hat die Form

$$c_p = \sum_{n=-4}^1 a_n T^n \quad (8.1)$$

und beschreibt den Verlauf sowohl in der Nähe der Debye-Temperatur als auch bei Temperaturen, die groß gegen die Debye-Temperatur sind [205]. Die Ausgleichsfunktion aus Ref. [205] ist in Abbildung 8.1 (—) abgebildet. Für Temperaturen oberhalb von ca. $1400\ \text{K}$ ergibt die von Cezairliyan et al. [206] mit Pulsheiz-Experimenten ermittelte Funktion (— — in Abbildung 8.1) eine bessere Übereinstimmung mit den in Ref. [204, 206–208] angebenen

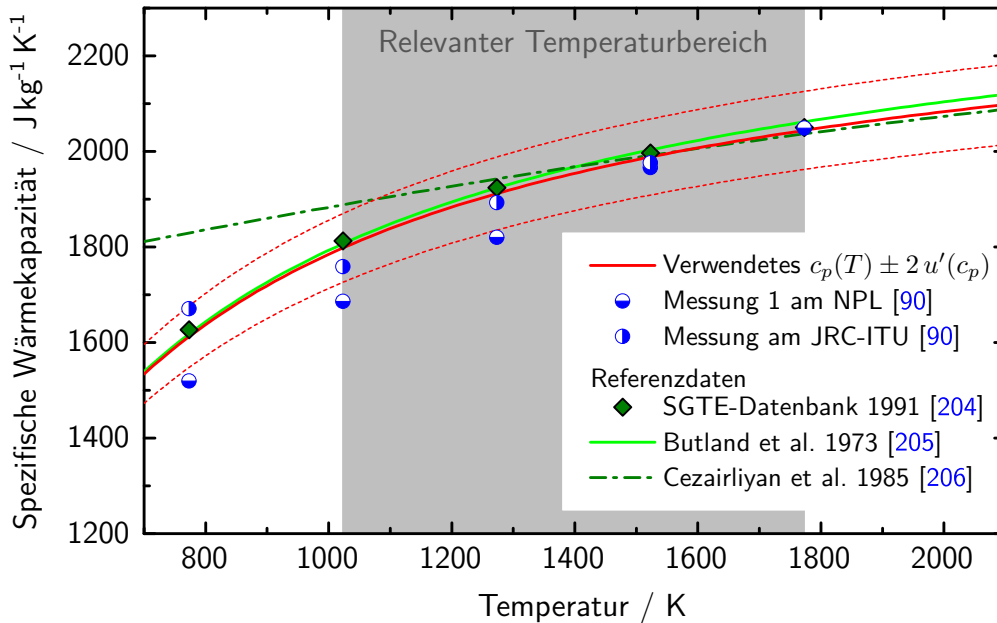


Abb. 8.1: Spezifische Wärmekapazität von Graphit Die in dieser Arbeit verwendete Funktion für die spezifische Wärmekapazität von Graphit $c_p(T)$ (—) wurde unterhalb von ca. 1400 K an das Ergebnis des Übersichtsartikels von Butland et al. [205] angepasst und darüber an die Ergebnisse von Cezairliyan et al. [206]. Die resultierende Funktion nach Gleichung (8.2) stimmt innerhalb ihrer erweiterten Unsicherheit mit weiteren Referenzwerten [204–208] (nicht abgebildet) und Messungen an derselben Graphit-Charge [90] überein.

Messergebnissen und Referenzwerten. Deshalb wird im Rahmen dieser Arbeit die folgende Ausgleichsfunktion verwendet:

$$\begin{aligned}
 c_p(T) &= 2,605 \cdot 10^{-2} \frac{\text{J}}{\text{kg K}^2} T + 2,257 \cdot 10^3 \frac{\text{J}}{\text{kg K}} \\
 &\quad - 3,777 \cdot 10^5 \frac{\text{J}}{\text{kg}} T^{-1} - 1,818 \cdot 10^8 \frac{\text{JK}}{\text{kg}} T^{-2} \\
 &\quad + 6,665 \cdot 10^{10} \frac{\text{JK}^2}{\text{kg}} T^{-3} - 6,012 \cdot 10^{12} \frac{\text{JK}^3}{\text{kg}} T^{-4}, \quad (8.2) \\
 u_{\text{rel.}}(c_p) &= 2\%, \quad \text{für } T = (1000 \dots 1800) \text{ K},
 \end{aligned}$$

die unterhalb von ca. 1400 K dem Verlauf nach Butland et al. [205] folgt und darüber dem von Cezairliyan et al. [206]. Diese Funktion schließt mit ihrer erweiterten Unsicherheit ($k = 2$) die Messungen der Quellen [206–208] und die Werte der dort zitierten Referenzen ein. Außerdem stimmt sie sehr gut mit den Werten der SGTE¹-Datenbank [204] überein (♦ in Abbildung 8.1).

¹ Scientific Group Thermodata Europe

Nach der hier gezeigten Emissionsgradmessung an Graphit wurde die spezifische Wärmekapazität derselben Graphit-Charge im Rahmen eines EMRP²-Projektes mit DSC-Messungen bestimmt [90]. Die Daten der Projektpartner JRC-ITU³ und NPL⁴ sind ebenfalls in Abbildung 8.1 dargestellt und stimmen innerhalb ihrer kombinierten Unsicherheit mit der verwendeten Funktion für die spezifische Wärmekapazität überein.

8.1.2 Einfluss der Laserenergie

Bei dieser ersten Validierungsmessung der neuen Methode wurde auch die Abhängigkeit der Messergebnisse von der Energie des Laserpulses bzw. der Höhe der resultierenden Temperaturänderung untersucht. Dazu wurden zum Teil verhältnismäßig kleine Energien (< 700 mJ) verwendet, die zu einem maximalen Temperaturhub von unter 1 K führen (siehe ● in Abbildung 8.2). Der maximale Temperaturhub ist der theoretische Grenzwert des adiabatischen Temperaturhubes für einen Emissionsgrad $\varepsilon_{\lambda}^{\downarrow} = 1$

$$\lim_{\varepsilon_{\lambda}^{\downarrow} \rightarrow 1} \Delta T_{\text{adb.}} = \frac{E_{\text{L}}}{m c_p} . \quad (8.3)$$

In Abbildung 8.2 sind die Emissionsgradwerte aller Einzelmessungen in Abhängigkeit des maximalen Temperaturhubes dargestellt. Da die Temperaturabhängigkeit des Emissionsgrads nur gering ist (siehe Abbildung 8.3), führt diese nur zu einer gewissen Streuung der Werte in dieser Darstellung. Es wird deutlich, dass die Messergebnisse für kleine Laserenergien vermehrt über 1 liegen, dies kann wie folgt erklärt werden: Ausgehend vom hohen Emissionsgrad von Graphit bei 1064 nm ($\varepsilon_{\lambda}^{\downarrow} = 0,95 \dots 0,98$), können schon kleine Abweichungen zu „unphysikalischen“ Werten über 1 führen. Bei der dynamischen Emissionsgradmessung führen Emissionsgradwerte über 1 nicht zu mathematischen Besonderheiten (Singularitäten o.ä.), sodass sie lediglich als kleine Abweichungen zu den hohen realen Werten zu verstehen sind.

Für die kleinen Temperaturhübe ist die Schwankung der Ofentemperatur nicht mehr zu vernachlässigen, da diese zu Schwankungen in der linearen Anpassung der Ausgangstemperatur $T_0(t)$ in Abhängigkeit der Länge des Fits führt (siehe Abschnitt 5.3). Dieser Effekt ist bei größeren Temperaturänderungen vernachlässigbar. Die Änderungen im Anstieg der Ausgangstemperatur führt zu einer Änderung des normierten Verlaufs der Temperaturänderung

² European Metrology Research Programme

³ Joint Research Centre – Institute for Transuranium Elements

⁴ National Physical Laboratory

$\Delta T(t)$, die mit der in Abschnitt 5.3 beschriebenen Kurvenanpassung weiter ausgewertet wird. Dabei sind negative Verlustparameter nicht zulässig ($Y_z, Y_r \geq 0$). Dies führt dazu, dass Messwerte, bei denen die Schwankungen der Ofentemperatur zu einer Unterschätzung der Verluste führen, nicht erfasst werden oder nochmals mit einer anderen linearen Anpassung der Ausgangstemperatur berücksichtigt werden. Dadurch werden die Verlustparameter der $\Delta T(t)$ -Funktion bei kleinen Temperaturänderungen tendenziell überschätzt, was zu einer Überkompensation der Verluste und somit zu einem zu großen Wert für den adiabatischen Temperaturhub und den Emissionsgrad führt.

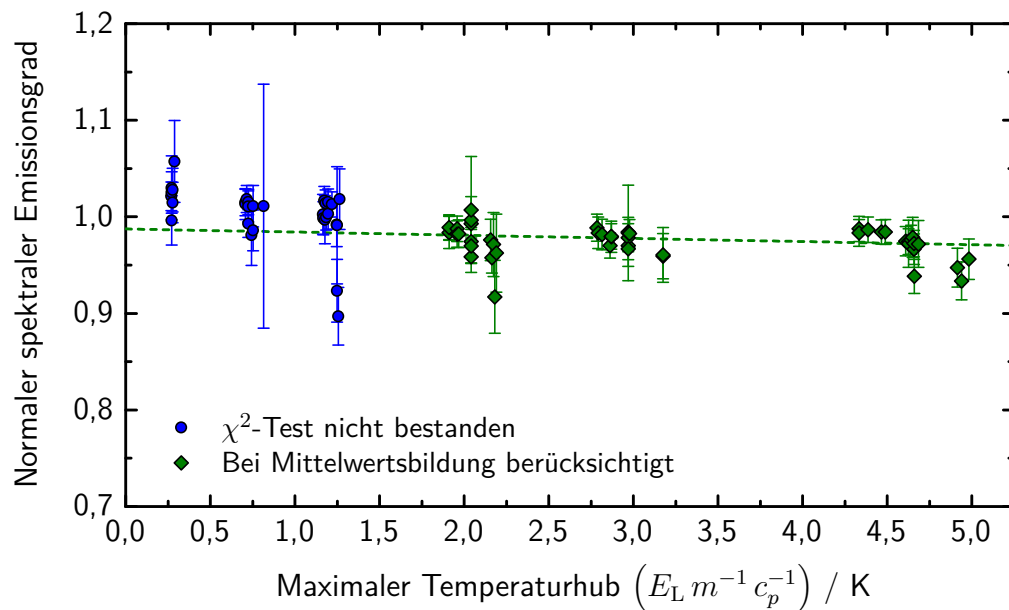


Abb. 8.2: Emissionsgradmesswerte von Graphit in Abhängigkeit der Temperaturänderung Die im Rahmen ihrer Unsicherheit konsistenten Messwerte (◆), die den χ^2 -Test nach Ref. [136] bestanden haben, weisen lediglich eine sehr geringe und im Rahmen ihrer Unsicherheit nicht signifikante Abhängigkeit vom Temperaturhub auf (---). Aus diesen Werten ergibt sich für den jeweiligen Temperaturschritt der Emissionsgrad bei 1064 nm.

Wie Abbildung 8.2 zeigt, fällt dieser Effekt, der etwas zu große Emissionsgradwerte bei kleinen Temperaturänderungen liefert, relativ gering aus. Allerdings kann er im aktuellen Algorithmus zur Unsicherheitsabschätzung des adiabatischen Temperaturhubes nicht adäquat abgebildet werden, sodass ein mit den Unsicherheiten gewichteter Mittelwert für den jeweiligen Temperaturschritt (siehe Gleichung (7.14) in Abschnitt 7.3) nicht zum richtigen Ergebnis führen würde. Daher wurden die Einzelmessungen zu jedem Tempe-

ratursschritt auf ihre Konsistenz im Rahmen ihrer Unsicherheit geprüft. Dazu wurde der auf dem χ^2 -Test basierende Algorithmus verwendet, der auch zur Konsistenzprüfung bei Ringvergleichen empfohlen wird [136]. Dabei hat sich herausgestellt, dass für alle Messungen über 750°C ⁵ die Einzelwerte mit einem maximalen Temperaturhub von über 1,5 K den χ^2 -Test bestehen (siehe \blacklozenge in Abbildung 8.2). Diese Grenze wurde auch für die beiden Messungen bei 750°C übernommen.

Die konsistenten Werte (mit $E_L/(m c_p) > 1,5 \text{ K}$) zeigen über alle Temperaturen gemittelt eine sehr geringe Abhängigkeit vom Temperaturhub, die im Rahmen der Unsicherheit nicht signifikant ist (siehe --- in Abbildung 8.2). Die Werte, die mit kleineren Laserenergien ermittelt wurden, zeigen hingegen einen gewissen Sprung gegenüber diesem Trend. Die verbleibende Laserenergie- bzw. Temperaturhubabhängigkeit der konsistenten Einzelwerte geht durch die Berücksichtigung der Standardabweichung der Einzelwerte nach Gleichung (7.15) in Abschnitt 7.3 mit in die Gesamtunsicherheit der im folgenden Abschnitt gezeigten Endergebnisse mit ein.

Bei den in Abschnitt 8.2 diskutierten Messungen an Wolfram wurden von vornherein hinreichend große Laserenergien verwendet, sodass alle Einzelmessungen die jeweiligen χ^2 -Tests bestehen und bei der Berechnung der jeweiligen Endergebnisse berücksichtigt werden. Da alle in dieser Arbeit verwendeten Proben etwa die gleiche Wärmekapazität besitzen,⁶ ergibt sich auch ungefähr der gleiche Zusammenhang zwischen adiabatischem Temperaturhub und Laserenergie, beispielsweise liegt der adiabatische Temperaturhub von allen Messungen bei ca. 1250°C im Bereich von $\Delta T_{\text{adb.}} \approx (1,0 \dots 1,5) \frac{\text{K}}{\text{J}} \cdot E_L$.

Die Messung mit unterschiedlichen Laserenergien bzw. Temperaturhuben ist auch bei allen folgenden Messungen sinnvoll. Dadurch können zum Beispiel grobe Abweichungen durch das Aufschmelzen der Probenoberfläche mit einer zu hohen Laserenergie erkannt werden.

8.1.3 Messergebnisse und Vergleich mit anderen Quellen

Die Messergebnisse für den normalen spektralen Emissionsgrad bei 1064 nm von Graphit sind in Tabelle 8.2 zusammengefasst. Die angegebene Temperatur ist dabei der mit den Unsicherheiten der Emissionsgradwerte gewichtete

⁵ Bei 750°C führt das erhöhte Rauschen des Strahlungsthermometers dazu, dass nur wenige der Messungen mit kleinem Temperaturhub überhaupt auswertbar sind, sodass ein χ^2 -Test hier nicht sinnvoll angewendet werden kann.

⁶ Die etwa 10-mal geringere spezifische Wärmekapazität von Wolfram wird durch die um ungefähr den gleichen Faktor größere Masse der Proben ausgeglichen, bei 1250°C gilt z. B. $m c_p(\text{W}) \approx 1,2 \cdot m c_p(\text{C})$.

Mittelwert der Gleichgewichtstemperatur vor dem Laserpuls (siehe Gleichung (7.14) in Abschnitt 7.3). Es ist somit die reale Oberflächentemperatur des Graphits. Details zu den einzelnen Unsicherheitsbeiträgen werden in Abschnitt 8.3 diskutiert.

Tab. 8.2: Messergebnisse: Emissionsgrad von Graphit Der normale spektrale Emissionsgrad bei 1064 nm von isostatisch gepresstem Graphit (Sigrafine R6650-P5 [203]) wurde zur Validierung des neuen Messverfahrens untersucht.

$T_0 / ^\circ\text{C}$	ε_λ^l	$u_{\text{ges.}}(\varepsilon_\lambda^l)$
741,6	0,948	0,033
973,2	0,976	0,018
1211,4	0,981	0,015
1451,5	0,986	0,015
973,2	0,974	0,033
739,9	0,962	0,028

In Abbildung 8.3 werden die Messergebnisse mit Messungen von Neuer [81] und Messungen der Arbeitsgruppe „Infrarot-Strahlungsthermometrie“ am etablierten Emissionsgradmessplatz der PTB [69] verglichen. Die Messungen Neuers beruhen im Wesentlichen auf dem Vergleich der Strahlungstemperatur eines kleinen Loches, das als Hohlraumstrahler fungiert, und der Oberfläche der Probe bei verschiedenen Wellenlängen [82]. Die Messungen wurden bei diskreten Wellenlängen durchgeführt, sodass zwischen den Werten von ca. 970 nm und ca. 1310 nm interpoliert werden musste, um vergleichbare Werte für 1064 nm zu erhalten. Wie die spektral aufgelösten Messungen am PTB-Emissionsgradmessplatz an Luft bei geringeren Temperaturen zeigen, ist der spektrale Verlauf des Emissionsgrades von Graphit in diesem Bereich annähernd linear, sodass diese Wellenlängen-Interpolation möglich ist. Neuer gibt eine Unsicherheit von 2 % bis 6 % für seine Messungen an, daher wird für die interpolierten Werte von einer Unsicherheit von 5 % ausgegangen (siehe ■ in Abbildung 8.3). Der von Neuer untersuchte Graphittyp ist vom gleichen Hersteller, ebenfalls isostatisch gepresst und weist, wie der Typ R6650 [203], eine hohe Dichte von ca. $1,9 \text{ g/cm}^3$ auf [81], sodass er sehr gut mit diesem vergleichbar ist.

Die spektral aufgelösten Messungen am PTB-Emissionsgradmessplatz an Luft (siehe Abschnitt 2.2.2 und Ref. [69]) wurden von $1 \mu\text{m}$ bis $25 \mu\text{m}$ und bei Temperaturen von ca. 400°C und 500°C durchgeführt. Dazu wurde eine Graphit-Probe derselben Charge und mit der gleichen Oberflächenbearbei-

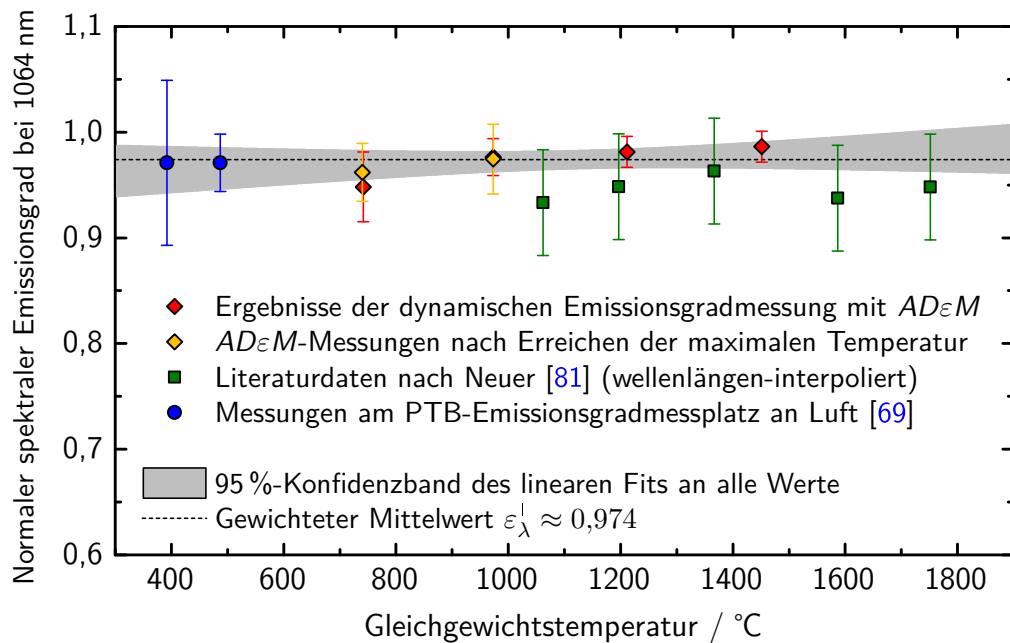


Abb. 8.3: Emissionsgrad von Graphit Die Ergebnisse dieser Arbeit (◆, ◆) bei 1064 nm stimmen im Rahmen ihrer Unsicherheiten gut mit den Messungen von Neuer [81] (■) und am etablierten PTB-Emissionsgradmessplatz an Luft [69] (●) überein. Die Analyse aller Werte ergibt, dass diese mit einem temperaturunabhängigen Emissionsgrad vereinbar sind (.....).

tung verwendet wie bei den Messungen am $AD\varepsilon M$ -Messplatz. Die Werte im Wellenlängenbereich von 1054 nm bis 1074 nm wurden gemittelt und die Unsicherheit über die Methode der Varianzzerlegung nach Gleichung (2.91) in Abschnitt 2.5.2 berechnet. Die somit erzielten Unsicherheiten von ca. 3% bzw. 8% fallen dabei für diese Messmethode relativ groß aus [69], da die Strahldichte der Schwarzkörperstrahlung bei 1064 nm und den untersuchten Temperaturen sehr gering ist und somit eine solche Emissionsgradmessung an der Grenze des technisch Möglichen ist.

Wie Abbildung 8.3 veranschaulicht, werden die mit dem neuen Messverfahren am $AD\varepsilon M$ -Messplatz ermittelten Emissionsgradwerte durch Literaturdaten [81] und die Messungen am etablierten Messplatz [69] bestätigt. Alle Werte stimmen im Rahmen ihrer Unsicherheiten miteinander überein. Außerdem zeigen die bei ca. 750 °C und 1000 °C nach Erreichen der Maximaltemperatur wiederholt gemessenen Werte eine gute Übereinstimmung mit den Werten, die zuvor bei steigenden Temperaturen ermittelt wurden. Dies bedeutet, dass sich die Probe während der Messung nicht verändert hat.

Zur Analyse aller in Abbildung 8.3 gezeigten Werte wurde eine mit den Unsicherheiten gewichtete lineare Kurvenanpassung durchgeführt. Der in Abbildung 8.3 *grau* hinterlegte Bereich ist das 95 %-Konfidenzband dieser linearen Anpassung. Dieses Konfidenzband ist auch mit einem temperaturunabhängigen Emissionsgrad (.....) vereinbar, der sich aus dem gewichteten Mittel aller Werte ergibt:

$$\varepsilon_{\lambda}^{\dagger}(\text{Iso-Graphit}) \approx 0,974 \quad \text{für } \lambda_0 = 1064 \text{ nm; } T_0 = (400 \dots 1700) ^{\circ}\text{C} . \quad (8.4)$$

Dieser konstante Wert wird von allen gezeigten Messungen bereits von der Standardunsicherheit ($k = 1$) mit eingeschlossen, sodass er den Emissionsgrad des Graphittyps R6650 [203] im untersuchten Temperaturbereich bei 1064 nm auf einfache Weise und in guter Näherung wiedergibt. Allerdings gibt es keinen physikalischen Grund für einen temperaturunabhängigen Emissionsgrad, sodass die Unsicherheit nicht, wie bei einem Ringvergleich nach Ref. [136], abgeschätzt werden kann. Die Unsicherheit des, in diesem Temperaturbereich als konstant angenommenen, Emissionsgrades muss deshalb wieder nach der Methode der Varianzzerlegung (siehe Abschnitt 2.5.2) berechnet werden und es ergibt sich für $\lambda_0 = 1064 \text{ nm}$, $T_0 = (400 \dots 1700) ^{\circ}\text{C}$

$$\varepsilon_{\lambda}^{\dagger}(\text{Iso-Graphit}) = 0,974 \pm 0,046 . \quad (8.5)$$

8.2 Emissionsgrad von sandgestrahltem Wolfram

Zur weiteren Validierung des neuen Verfahrens zur dynamischen Emissionsgradmessung wurden Proben aus sandgestrahltem Wolfram am $AD\epsilon M$ -Messplatz untersucht. Diese haben mit ca. 0,7 einen geringeren Emissionsgrad als Graphit und eignet sich daher gut zur Überprüfung der Strahlungskorrektur (siehe Kapitel 6). In einem zweiten Schritt wurden Wolfram-Proben dünn mit Graphit beschichtet, um die verschiedenen physikalischen Prinzipien zur Emissionsgradmessung (siehe Abschnitt 6.1.2) zu vergleichen:

- *Kombinierte radiometrische und kalorimetrische Messung:*
Probenvorder- und -rückseite identisch $\Rightarrow \epsilon_{\lambda, VS}^I = \epsilon_{\lambda, RS}^I$
- *Radiometrische Messung:* $\epsilon_{\lambda, VS}^I$ bekannt \Rightarrow [Strahlungsbilanz] $\Rightarrow \epsilon_{\lambda, RS}^I$
- *Kalorimetrische Messung:* $\epsilon_{\lambda, RS}^I$ bekannt \Rightarrow [Absorption] $\Rightarrow \epsilon_{\lambda, VS}^I$

Der Vergleich, der auf verschiedenen Wegen erhaltenen Emissionsgradwerte für sandgestrahltes Wolfram, ermöglicht eine Validierung der Konsistenz der neuen Messmethode. Außerdem ergibt der Vergleich mit Literaturdaten und Messungen an einem etablierten Messplatz der PTB ein konsistentes Bild.

8.2.1 Beschreibung der Proben

Oberflächenpräparation Das Ausgangsmaterial der Proben sind pulvermetallurgisch hergestellte Wolfram-Stäbe von Plansee SE⁷ mit einer Reinheit über 99,99% [90]. Aus diesen wurden Proben mit einem Durchmesser vom $(10,0 \pm 0,1)$ mm, einer Höhe von $(3,0 \pm 0,1)$ mm und einer feingedrehten Oberfläche gefertigt. Die Frontflächen der einzelnen Proben wurde anschließend entweder

- mit weißem Edelkorund als Strahlmittel aufgeraut oder
- mit Graphit-Spray⁸ besprüht.

Die Verwendung von Graphit-Spray ist bei der Messung der Temperaturleitfähigkeit mit dem Laser-Flash-Verfahren üblich, um den Emissionsgrad der Probe zu erhöhen und so das Signal-Rausch-Verhältnis der Messung zu verbessern. Die Lackharze des Graphit-Sprays zersetzen sich beim ersten

⁷ <http://www.plansee.com/de/Werkstoffe-Wolfram-403.htm>, Abruf: 2015-08-01

⁸ Kontakt Chemie Graphit 33 von CRC Industries Deutschland GmbH [209]

Aufheizen der Probe über 100°C, sodass ein reiner Graphit-Film auf der Probe verbleibt [209].

Zur einfachen Benennung der Messbedingungen wird die folgende Kurzschreibweise eingeführt „ $[\rightarrow x \parallel x]$ “, mit $x = s$ für eine *sandgestrahlte* Oberfläche und $x = C$ für eine Oberfläche mit *Graphit-Beschichtung*. Dabei wird der Laserstrahl durch „ \rightarrow “ symbolisiert und verdeutlicht die Orientierung der Probe bei der Messung. Somit bedeutet $[\rightarrow s \parallel C]$, dass die sandgestrahlte Oberfläche zum Laser zeigt ($\varepsilon_{\lambda, VS}^I \approx 0,70$) und die Oberfläche mit der Graphit-Beschichtung zum Strahlungsthermometer ($\varepsilon_{\lambda, RS}^I \approx 0,97$).

In Tabelle 8.3 sind die Eigenschaften der Proben bei den durchgeführten Messungen zusammengefasst. Für die Messung der reinen Wolfram-Probe $[\rightarrow s \parallel s]$ wurde der Aluminiumoxid-Probenhalter mit Molybdän-Blende (siehe Abschnitt 4.5) verwendet, sodass eine Kontamination der Probe mit Graphit ausgeschlossen werden kann. Für die mit Graphit beschichteten Proben wurde wieder der Standardprobenhalter aus Graphit verwendet. Zur Charakterisierung der sandgestrahlten Probenoberflächen wurden nach der Emissionsgradmessung der arithmetische Mittenrauwert R_a und die gemittelte Rautiefe R_z [210] an je 4 Messstrecken mit einem Oberflächenmessgerät⁹ bestimmt. Die Unsicherheitsangabe der Rauheitsparameter in Tabelle 8.3 ist die Standardabweichung der 4 Einzelwerte.

Tab. 8.3: Übersicht der Messungen an Wolfram

Messung am	Halter	Oberfläche	m / g	$R_a / \mu m$	$R_z / \mu m$
2013-04-03	Al ₂ O ₃	$[\rightarrow s \parallel s]$	4,4928(3)	0,40(3) 0,48(1)	4,0(4) 4,3(3)
2013-07-15	Graphit	$[\rightarrow C \parallel C]$	4,5382(6)	–	–
2013-07-25	Graphit	$[\rightarrow s \parallel C]$	4,4713(9)	nicht gemessen	
2014-06-17	Graphit	$[\rightarrow C \parallel s]$	4,4705(3)	0,47(2)	4,5(2)

Spezifische Wärmekapazität Der für die Berechnung des Emissionsgrades verwendete Wert für die spezifische Wärmekapazität $c_p(T)$ von Wolfram entspricht der von White et al. [211] berechneten Ausgleichsfunktion (siehe — in Abbildung 8.4). Diese Ausgleichsfunktion ergibt sich aus den Messdaten von 14 weiteren Arbeiten. In Ref. [211] ist lediglich die Wurzel der mittleren quadratischen Abweichung der einzelnen Messdaten mit 1,1 % angegeben, sodass die Unsicherheit der verwendeten c_p -Funktion mit

⁹ Surfcom 1500 von Carl Zeiss 3D Automation GmbH

2% abgeschätzt wurde (siehe --- in Abbildung 8.4). Die neuere Messung von Righini et al. [186] (siehe — in Abbildung 8.4) wird in der erweiterten Unsicherheit der c_p -Funktion mit eingeschlossen, ebenso wie die Werte der SGTE-Datenbank [204]. Wie auch bei Graphit (siehe Abschnitt 8.1.1) wurde die spezifische Wärmekapazität von Proben aus demselben Rohmaterial am JRC-ITU mit DSC-Messungen bestimmt [90]. Im Rahmen der kombinierten Unsicherheit stimmen auch diese Messungen mit der für die Emissionsgradmessung verwendeten c_p -Funktion überein.

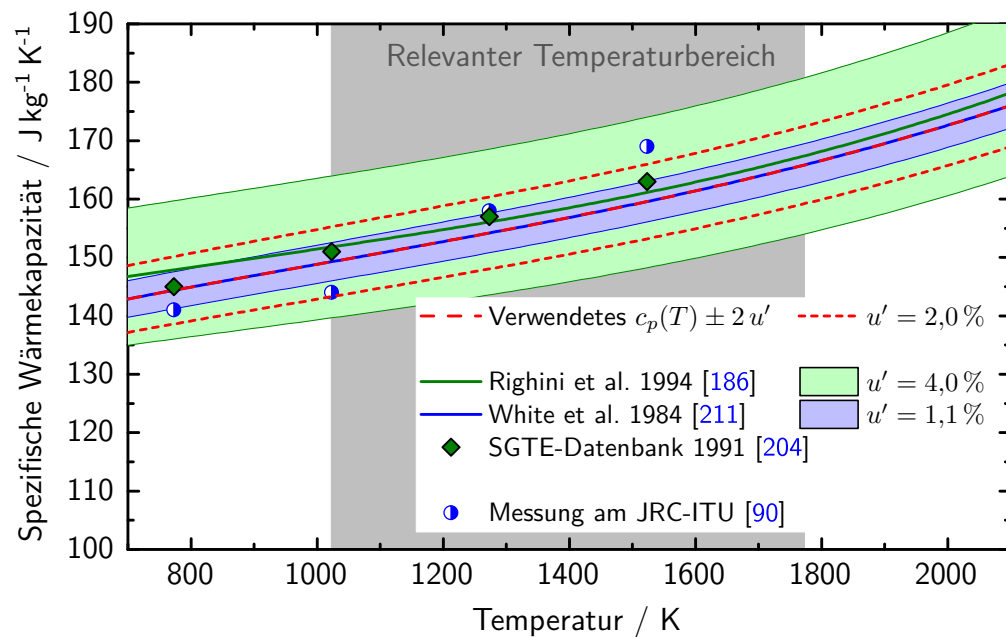


Abb. 8.4: Spezifische Wärmekapazität von Wolfram Die in dieser Arbeit verwendete Funktion für die spezifische Wärmekapazität von Wolfram $c_p(T)$ (---) entspricht der von White et al. [211], allerdings mit einer etwas größer abgeschätzten Unsicherheit. Sie stimmt innerhalb der auftretenden Unsicherheiten mit den Referenzen [186,204] und auch mit den Messungen des JRC-ITU an derselben Wolfram-Charge [90] überein.

Auch bei den mit Graphit beschichteten Proben wurde der Einfachheit halber die Gesamtmasse der Probe und die spezifische Wärmekapazität von Wolfram verwendet. Selbst für den Fall der beidseitig beschichteten Probe $[-\rightarrow C||C]$ ergibt sich dadurch nur eine vernachlässigbare Abweichung. Aus der Gesamtmasse $m_{\text{ges}} = 4,538\,19\text{ g} \pm 0,000\,59\text{ g}$ und der, durch Wiegen bestimmten, ungefähren Masse einer Graphit-Schicht $m_C \approx 0,000\,5\text{ g}$ folgt

$$\begin{aligned}
 m_{\text{ges}} c_p(\text{W}) &\approx 0,6807 \text{ J K}^{-1} , \\
 2 m_{\text{C}} c_p(\text{W}) + (m_{\text{ges}} - 2 m_{\text{C}}) c_p(\text{C}) &\approx 0,6825 \text{ J K}^{-1} , \\
 \Leftrightarrow \frac{\Delta(m c_p)}{m c_p} &< 0,3 \% .
 \end{aligned}
 \tag{8.6}$$

Die so abgeschätzte Abweichung durch diese Vereinfachung ist somit etwa 10-mal kleiner als die Unsicherheit der spezifischen Wärmekapazität.

8.2.2 Messergebnisse und Diskussion

Vergleich mit anderen Messungen Abbildung 8.5 zeigt den normalen spektralen Emissionsgrad von sandgestrahltem Wolfram bei 1064 nm in Abhängigkeit von der Temperatur. Es werden die Messergebnisse des neu entwickelten *ADεM*-Messplatzes mit Literaturdaten von Rolling et al. [212] und dem PTB-Emissionsgradmessplatz unter Vakuum (RBCF)¹⁰ [64] verglichen. Die Werte der beidseitig sandgestrahlten Probe [→ s || s] (◆) wurden dabei mit der kombinierten radiometrischen und kalorimetrischen Methode (siehe Abschnitt 6.1.2) ermittelt. Die genauen Zahlenwerte können der Tabelle 8.4 entnommen werden. Die Verbindung der Messpunkte (---) zeigt den zeitlichen Verlauf der Messung. Es ist eine leichte Veränderung der Probe zu beobachten, sodass die erneute Messung des Wertes bei ca. 1000 °C einen geringeren Emissionsgrad liefert.

Das gleiche Verhalten kann auch bei den Werten von Rolling et al. [212] beobachtet werden, deren zeitlicher Verlauf durch die Verbindung der Messwerte (.....) dargestellt wird. Die Werte des 2. Durchlaufs (○) liegen deutlich unter denen des 1. Durchlaufs (●). Eine beginnende Veränderung der Probe ab ca. 1000 °C würde auch den Abfall der Werte des 1. Durchlaufs gegenüber den *ADεM*-Messwerten erklären. Die Werte wurden durch eine Interpolation der tabellierten Werte aus Ref. [212] auf 1064 nm errechnet. Die Unsicherheit der Interpolation wurde durch die halbe Breite des 68%-Prognosebandes abgeschätzt und beträgt $u_{\varepsilon_\lambda}(\text{Interpolation}) \approx 0,04$. Da in der Arbeit von Rolling et al. keine expliziten Unsicherheiten angegeben sind, wurde die Messunsicherheit mit ca. 5 % abgeschätzt, sodass sich die in Abbildung 8.5 dargestellten Unsicherheiten von $u_{\varepsilon_\lambda}([212]) \approx 0,07$ ergeben.

Die RBCF wurde an der PTB in den letzten Jahren aufgebaut [64] und stellt eine Weiterentwicklung des etablierten Messplatzes an Luft, mit einer deutlich reduzierten Hintergrundstrahlung, dar. Da Wolfram bei den untersuchten Temperaturen an Luft eine Oxidschicht bildet, ist eine Messung unter

¹⁰ Reduced Background Calibration Facility

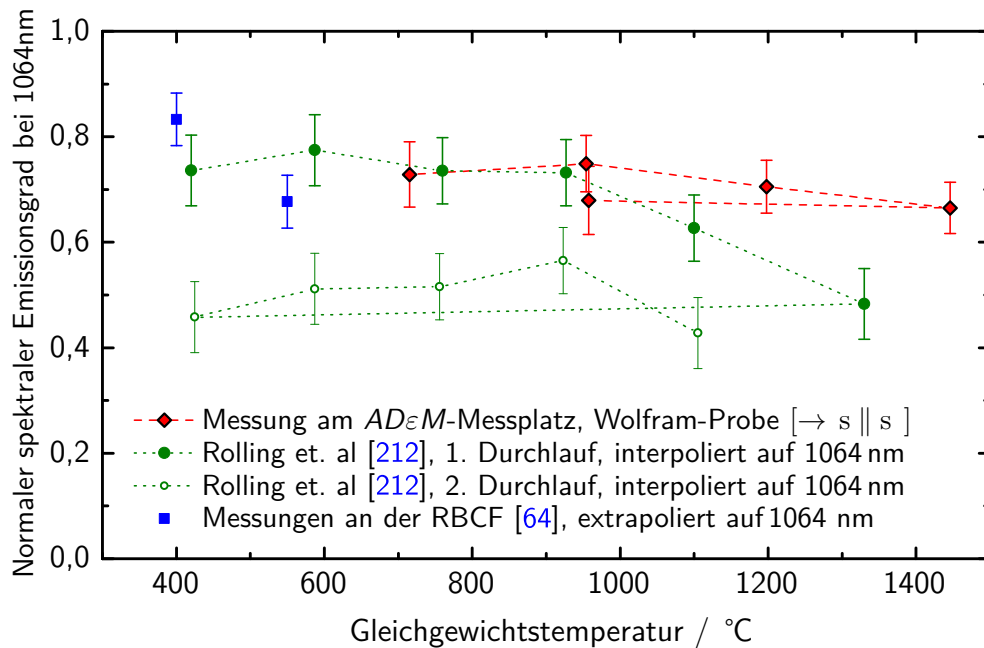


Abb. 8.5: Emissionsgrad von sandgestrahltem Wolfram Die Werte der beidseitig sandgestrahlten Wolfram-Probe [→ s || s] stimmen im Rahmen ihrer Unsicherheit mit den wellenlängeninterpolierten Werten nach Rolling et al. [212] überein. Die mit dem PTB-Emissionsgradmessplatz unter Vakuum (RBCF) [64] im Spektralbereich von 1150 nm bis 1800 nm gemessenen Werte wurden auf 1064 nm extrapoliert und bestätigen die Literaturwerte.

Vakuum oder Inertgas unabdingbar (siehe Abschnitt 7.1.1). Die in Abbildung 8.5 dargestellten Werte (■) wurden durch die Extrapolation der von 1150 nm bis 1800 nm gemessenen Werte ermittelt. In diesem Wellenlängenbereich besitzen die Messwerte eine Unsicherheit von $u_{\text{ges.}}(\varepsilon_{\lambda}^{\perp}) = 0,008 \dots 0,030$, wobei die größeren Werte bei kurzen Wellenlängen und 400 °C auftreten, da die Temperaturstrahlung der Probe hier sehr viel geringer ist als bei längeren Wellenlängen oder höheren Temperaturen. Die Unsicherheit der Extrapolation ist nur schwer abschätzbar, da der Effekt der rauen Oberfläche auf den Emissionsgrad von der Wellenlänge abhängt. Die Unsicherheit der extrapolierten Vergleichswerte wurde daher grob mit 5% abgeschätzt.

Für die Messungen an der RBCF wurde eine Wolfram-Probe aus demselben Rohmaterial und mit derselben Oberflächenbehandlung wie die anderen hier diskutierten Proben hergestellt. Der arithmetische Mittenrauwert der RBCF-Probe ist mit $R_a = (1,07 \pm 0,10) \mu\text{m}$ etwas höher als die Werte der anderen Proben, mit $R_a \approx 0,45 \mu\text{m}$ (siehe Tabelle 8.3). Die von Rolling et

Tab. 8.4: Messergebnisse: Emissionsgrad von sandgestrahltem Wolfram Der normale spektrale Emissionsgrad bei 1064 nm von reinem Wolfram, dessen Oberfläche durch Sandstrahlen aufgeraut wurde ($R_a = (0,452 \pm 0,044) \mu\text{m}$), wurde mit 3 Methoden bestimmt (siehe Text). Die erste Spalte gibt das Intervall der Oberflächentemperatur im Gleichgewicht T_0 , der bei gleichen nominellen Temperaturen durchgeführten Messungen, an. Die letzte Spalte gibt den Emissionsgrad der Graphit-Beschichtung wieder.

$T_0 / ^\circ\text{C}$		[\rightarrow s s]		[\rightarrow C s]		[\rightarrow s C]		[\rightarrow C C]	
min	max	ε_λ^I	$u_{\text{ges.}}$	ε_λ^I	$u_{\text{ges.}}$	ε_λ^I	$u_{\text{ges.}}$	ε_λ^I	$u_{\text{ges.}}$
715	755	0,728	0,062	0,65	0,17	0,755	0,029	0,967	0,022
954	982	0,749	0,054	0,73	0,12	0,731	0,031	0,977	0,026
1198	1219	0,705	0,050	0,71	0,11	0,694	0,026	0,991	0,017
1438	1465	0,665	0,049	0,64	0,12	0,631	0,025	0,938	0,021
957	1000	0,680	0,065	0,54	0,18	0,631	0,024	0,876	0,026

al. untersuchte Probe hatte einen Rauwert von $R_a = (0,33 \dots 0,41) \mu\text{m}$ [212]. Da die Rauheitsparameter alle in derselben Größenordnung liegen, kann von einer vergleichbaren Oberflächenstruktur ausgegangen werden.

Im Temperaturbereich von etwa 600°C bis 1200°C stimmen die Literaturwerte mit denen dieser Arbeit im Rahmen ihrer Unsicherheiten überein und zwischen 400°C und 600°C werden die Literaturwerte durch die RBCF-Messungen bestätigt. Die Abweichung der Literaturwerte von den $AD\varepsilon M$ -Messungen ab ca. 1200°C können durch die stärkere Veränderung der Probe bei Rolling et al. erklärt werden, die im 2. Durchlauf deutlich wird. Somit ergeben die einzelnen Messungen gemeinsam ein konsistentes Bild, auch wenn teilweise kein direkter Vergleich möglich ist.

Konsistenz der Messprinzipien Wie bereits eingangs erwähnt, wurden zur weiteren Validierung des neuen Verfahrens Wolfram-Proben dünn mit Graphit beschichtet. So können Proben mit verschiedener Vorder- und Rückseite untersucht werden und somit die in Abschnitt 6.1.2 vorgestellten Prinzipien zur Emissionsgradmessung miteinander verglichen werden.

- *Radiometrische Messung* Ist der Emissionsgrad der Probenvorderseite $\varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^I$ bekannt, ergibt sich der adiabatische Temperaturhub aus dem kalorimetrischen Ansatz $\Delta T = \varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^I E_L / (m c_p)$. Die radiometrische Strahlungsbilanz wird nur vom korrekten Emissionsgradwert für die Rückseite $\varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^I$ für T_0 und $T_0 + \Delta T$ gleichzeitig erfüllt, sodass dieser berechnet werden kann.

- *Kalorimetrische Messung* Der Emissionsgrad der Probenrückseite muss bekannt sein, um über die Strahlungsbilanz den adiabatischen Temperaturhub aus der beobachteten Temperaturänderung berechnen zu können. Der Emissionsgrad der Vorderseite $\varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\perp}$ ergibt sich dann aus dem kalorimetrischen Teil des Gleichungssystems.
- *Kombinierte radiometrische und kalorimetrische Messung* Sind beide Seiten der Probe identisch, sodass $\varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\perp} = \varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\perp}$ ist, ergibt sich der Emissionsgrad beider Seiten aus der gleichzeitigen Erfüllung der radiometrischen und kalorimetrischen Gesetze. Dieses Prinzip wurde bei den bisher diskutierten Messungen an Graphit und Wolfram verwendet.

Die Messung der beidseitig mit Graphit beschichteten Probe $[\rightarrow \text{C} \parallel \text{C}]$ wurde wieder mit der kombinierten radiometrischen und kalorimetrischen Berechnung ausgewertet und liefert den Emissionsgrad der Graphit-Beschichtung $\varepsilon_{\lambda}^{\perp}(\text{C-Schicht})$. Wie die Werte in Tabelle 8.4 und Abbildung 8.6 (◆) zeigen, ist der Emissionsgrad nahezu temperaturunabhängig wie auch schon bei der Probe aus isostatisch gepresstem Graphit (siehe Abbildung 8.3). Der leichte Abfall des Wertes bei 1450 °C ist wahrscheinlich auf eine Degradation der Beschichtung zurückzuführen, was auch beim nachfolgenden Messpunkt bei ca. 1000 °C (◇) deutlich wird. Als Emissionsgrad der Graphit-Beschichtung wird der gewichtete Mittelwert aller Einzelmessungen bei steigender Temperatur verwendet (siehe — in Abbildung 8.6). Die Unsicherheit ergibt sich dabei analog zur Unsicherheit bei einem Temperaturschritt nach Gleichung (7.15) und es gilt für $\lambda_0 = 1064 \text{ nm}$ und $T_0 = (700 \dots 1500) \text{ °C}$

$$\varepsilon_{\lambda}^{\perp}(\text{C-Schicht}) = 0,970 \pm 0,029 . \quad (8.7)$$

Somit ergibt sich annähernd der gleiche Wert wie für isostatisch gepresstes Graphit mit $\varepsilon_{\lambda}^{\perp}(\text{Iso-Graphit}) \approx 0,974$ (siehe Gleichung (8.5)).

Für die auf der Vorderseite mit Graphit beschichtete Probe $[\rightarrow \text{C} \parallel \text{s}]$ gilt $\varepsilon_{\lambda, \text{VS}}^{\perp} = \varepsilon_{\lambda}^{\perp}(\text{C-Schicht})$, sodass der Emissionsgrad des sandgestrahlten Wolframs nach dem radiometrischen Prinzip berechnet wird (siehe ● in Abbildung 8.6). Bei der gewendeten Probe $[\rightarrow \text{s} \parallel \text{C}]$ ergibt sich dieser Emissionsgrad aus dem kalorimetrischen Teil des Gleichungssystems (6.18) mit $\varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\perp} = \varepsilon_{\lambda}^{\perp}(\text{C-Schicht})$ (siehe ■ in Abbildung 8.6).

Die in Abbildung 8.6 dargestellte Parabel (---) wurde an die Werte der beidseitig sandgestrahlten Probe angepasst. Sie verdeutlicht die gute Übereinstimmung der auf 3 unterschiedlichen Wegen ermittelten Emissionsgradwerte. Die Konsistenz aller Messwerte im Rahmen ihrer Unsicherheiten lässt darauf

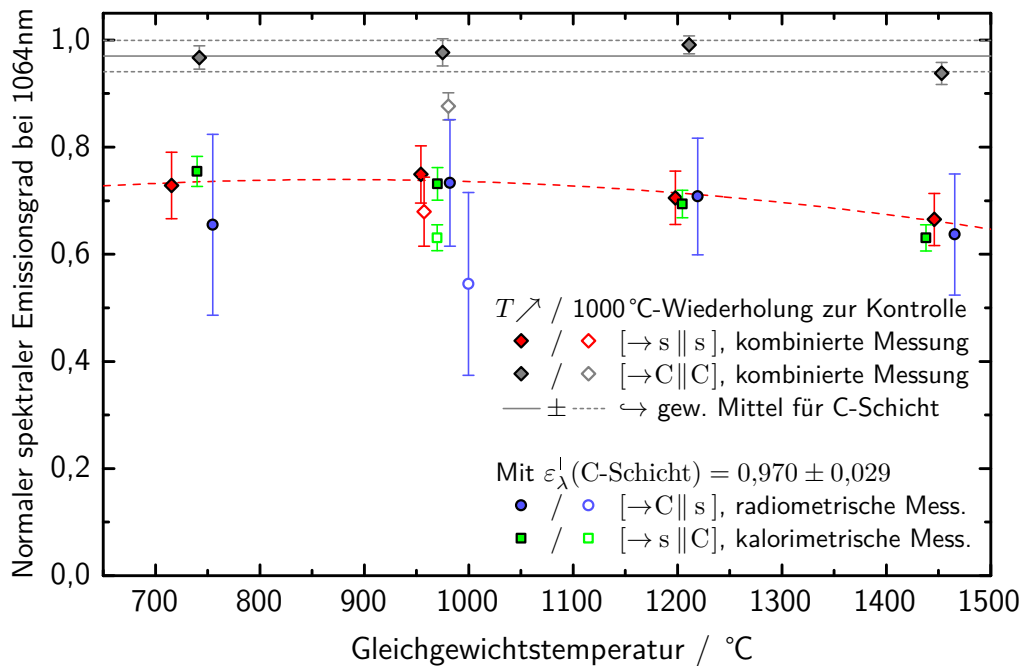


Abb. 8.6: Konsistenzprüfung der 3 Messprinzipien bei der dynamischen Emissionsgradmessung Der Emissionsgrad der Graphit-Beschichtung $\varepsilon_\lambda^1(\text{C-Schicht})$ wurde über die Probe [→ C || C] mit einer kombinierten radiometrischen und kalorimetrischen Messung bestimmt. Mit diesem bekannten Emissionsgrad kann der Emissionsgrad von sandgestrahltem Wolfram mit der Probe [→ s || C] auf rein radiometrische und mit der Probe [→ C || s] auf rein kalorimetrische Weise bestimmt werden. Der Vergleich der so erhaltenen Werte mit denen der Probe [→ s || s] zeigt die Übereinstimmung der 3 Messprinzipien im Rahmen ihrer Unsicherheit.

schließen, dass die in den Kapiteln 4 bis 6 diskutierten Korrekturen der einfachen Grundidee aus Kapitel 3 notwendig und vollständig sind.

Auffällig sind auch die deutlich unterschiedlichen Unsicherheiten der einzelnen Messungen. Zum Beispiel liefert die Kombination der Messungen an den Proben [→ C || C] und [→ s || C], trotz der Verkettung von 2 Messungen, nur etwa halb so große Unsicherheiten wie die direkte Messung des Emissionsgrades von sandgestrahltem Wolfram an [→ s || s]. Dieses Verhalten wird anhand der einzelnen Unsicherheitsbeiträge im folgenden Abschnitt 8.3 erklärt.

8.3 Diskussion der Unsicherheitsbeiträge

In diesem Abschnitt wird der Einfluss der einzelnen Unsicherheitsbeiträge auf die Emissionsgradmessung diskutiert. Dazu werden die Unsicherheitsbeiträge aller in den vorherigen Abschnitten 8.1 und 8.2 vorgestellten Messungen bei einer Temperatur von ca. 1200 °C analysiert. Hierzu sind in Abbildung 8.7 die Absolutwerte der einzelnen Unsicherheitsbeiträge dargestellt und in Abbildung 8.8 deren Anteil an der Gesamtunsicherheit. Die Herkunft der Unsicherheitsbeiträge wird in Abschnitt 7.3 genauer erläutert. Im letzten Absatz dieses Abschnitts werden die Konsequenzen für das neue Verfahren zur dynamischen Emissionsgradmessung diskutiert, die sich aus der folgenden Unsicherheitsanalyse ergeben.

Die in Abbildung 8.7 dargestellten mittleren Unsicherheitsbeiträge für 1200 °C sind genau genommen die Mittelwerte der erwartungstreuen Varianzen. Das heißt, für die Eingangsgröße x mit ihrem jeweiligen Unsicherheitsbeitrag $u_{\varepsilon_{\lambda,i}^1}(x)$ gilt

$$\overline{u_{\varepsilon_{\lambda}^1}}(x) = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left(u_{\varepsilon_{\lambda,i}^1}(x) \right)^2}. \quad (8.8)$$

Die in den beiden vorherigen Abschnitten angegebene Gesamtunsicherheit bei dieser Temperatur $u_{\text{ges.}(\varepsilon_{\lambda}^1(T_0))}$ (*grau hinterlegt* in Abbildung 8.7) ergibt sich sowohl nach Gleichung (7.15) als auch nach

$$u_{\text{ges.}(\varepsilon_{\lambda}^1(T_0))} = \sqrt{\sigma^2(\varepsilon_{\lambda,i}^1) + \sum_x \left(\overline{u_{\varepsilon_{\lambda}^1}}(x) \right)^2}. \quad (8.9)$$

Dabei ist $\sigma(\varepsilon_{\lambda,i}^1)$ die empirische Standardabweichung der bei ca. 1200 °C gemessenen Emissionsgradwerte. Außerdem sind in Abbildung 8.7 die physikalischen Prinzipien der jeweiligen Messung (siehe Abschnitte 6.1.2 und 8.2) ebenso genannt wie die Emissionsgradwerte bei dieser Temperatur für die drei untersuchten Oberflächen.

Analyse der Unsicherheitsbeiträge Die unterschiedlichen Unsicherheitsbeiträge der untersuchten Proben lassen sich gut verallgemeinern, da einerseits Oberflächen mit hohem und mittlerem Emissionsgrad untersucht wurden und andererseits die 3 verwendeten Messprinzipien ein tieferes Verständnis der zugrundeliegenden Zusammenhänge erlaubt. Die folgende Diskussion der einzelnen Unsicherheitsbeiträge hat somit allgemeingültigen Charakter.

- *Gleichgewichtstemperatur und Transmissionsgrad des oberen Fensters* $T_0, \tau_{\text{LP5,F}}^{\text{II}}$ Diese beiden Unsicherheitsbeiträge sind in Abbildung 8.7 nicht dargestellt, da sie mit

$$\overline{u_{\varepsilon_\lambda}^{\text{I}}}(T_0) < 8 \cdot 10^{-4} \quad \text{und} \quad \overline{u_{\varepsilon_\lambda}^{\text{I}}}(\tau_{\text{LP5,F}}^{\text{II}}) < 3 \cdot 10^{-4} \quad (8.10)$$

für alle Proben vernachlässigbar klein ausfallen. Dies liegt bei der Gleichgewichtstemperatur hauptsächlich an der geringen Unsicherheit der Eingangsgröße, so ist $u_{\text{rel.}}(T_0) \approx 5 \cdot 10^{-4}$ (siehe Abschnitt 5.3.2). Die Unsicherheit des Transmissionsgrades des oberen Fensters ist mit $u_{\text{rel.}}(\tau_{\text{LP5,F}}^{\text{II}}) \approx 3 \cdot 10^{-3}$ zwar größer (siehe Abschnitt 6.2.3), dafür ist ihr Einfluss auf die Temperaturdifferenz bei der Berechnung der Strahlungsbilanz nach den Gleichungssystemen (6.16) bis (6.18) nur gering.

- *Streuung der Messwerte* $\sigma(\varepsilon_{\lambda,i}^{\text{I}})$ Die durch die Standardabweichung beschriebene Streuung der Messwerte ist für alle Messungen ähnlich groß. Dieser Beitrag entspricht der „Typ A“-Unsicherheit aus der klassischen Unsicherheitsanalyse [131]. Er hat einen Anteil an der Gesamtunsicherheit von etwa 1 % bis 13 % (siehe Abbildung 8.8). Dies zeigt, dass die Gesamtunsicherheit nicht durch die Streuung der einzelnen Emissionsgradwerte, sondern durch die Unsicherheit bei der Kenntnis der anderen Eingangsgrößen dominiert wird.
- *Adiabatischer Temperaturhub* ΔT_{adb} . Die aus der Kurvenanpassung der Temperaturänderung $T(t)$ herrührende Unsicherheit des adiabatischen Temperaturhubes ergibt sich aus der Unsicherheit des Modells und der Kalibrierung des Strahlungsthermometers (siehe Abschnitt 5.3).
- *Effektive Wellenlänge* λ_0 Der Unsicherheitsbeitrag der effektiven Wellenlänge ist in Abbildung 8.7 nur für Proben mit einem geringen Emissionsgrad auf der Probenrückseite erkennbar, da hier die Korrekturen durch die Strahlungsbilanz signifikant werden. Ihr Anteil an der Gesamtunsicherheit beträgt aber auch hier nur ca. 0,5 %, weshalb er in Abbildung 8.8 nicht dargestellt ist. Ein Grund für diesen geringen Unsicherheitsbeitrag ist die schmalbandige spektrale Empfindlichkeit des verwendeten Strahlungsthermometers LP5HS (siehe Abschnitt 5.2.2.4). Eine größere spektrale Bandbreite würde zwar Messungen bei geringeren Temperaturen erlauben, allerdings zu einer deutlichen Vergrößerung dieses Unsicherheitsbeitrages führen. Außerdem würde sich auch die Unsicherheit der Temperaturkalibrierung vergrößern (siehe Abschnitt 5.2.3.2).

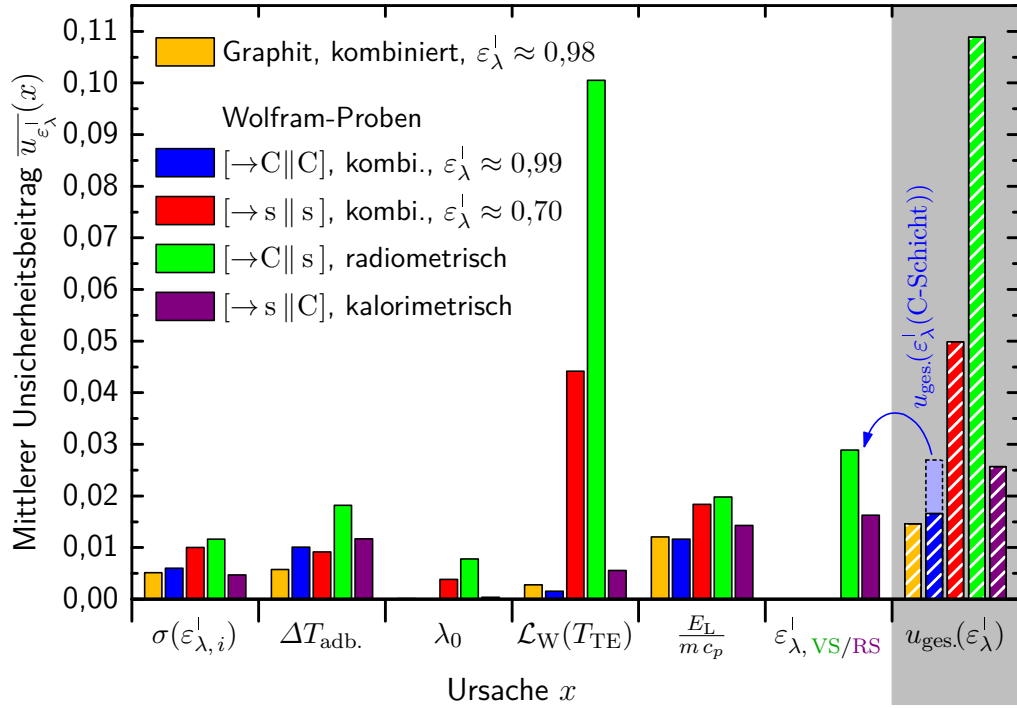


Abb. 8.7: Größe der einzelnen Unsicherheitsbeiträge Die dargestellten mittleren Unsicherheitsbeiträge bei ca. 1200 °C ergeben sich nach Gleichung (8.8). Ihre jeweiligen Ursachen x werden im Text diskutiert. Aus diesen Beiträgen resultiert die Gesamtunsicherheit des Emissionsgradwertes für diese Temperatur $u_{ges.}(\epsilon_\lambda^!)$ (Grau hinterlegt). Die Gesamtunsicherheit des Emissionsgrades der Graphitschicht $u_{ges.}(\epsilon_\lambda^!(C-Schicht))$, die sich in dem Beitrag der bekannten Emissionsgrade $\bar{u}_{\epsilon_\lambda}^{-1}(\epsilon_{\lambda, VS/RS}^!)$ niederschlägt, fällt größer aus, da sie für den gesamten Temperaturbereich gilt. Die relativen Anteile der Unsicherheitsbeiträge an der Gesamtunsicherheit sind in Abbildung 8.8 dargestellt.

- *Reflektierte Strahldichte $\mathcal{L}_W(T_{TE})$* Die an der Probe reflektierte Strahldichte der heißen Ofenwände ist nach Gleichung (7.8)

$$L_\lambda^{\text{refl.}}(T_{TE}) = (1 - \epsilon_{\lambda, RS}^!) \underbrace{\epsilon_{\lambda, W}^! \mathcal{E}_W(T_{TE}) L_{\lambda, S}(\lambda_0, T_{TE})}_{\mathcal{L}_W(T_{TE})} . \quad (8.11)$$

Der nicht vom Emissionsgrad der Probe abhängige Teil der reflektierten Strahldichte $\mathcal{L}_W(T_{TE})$ ist der dominante Unsicherheitsbeitrag für Proben mit einem mittleren oder geringen Emissionsgrad auf der Probenrückseite. Er hat bei der Wolfram-Probe $[\to s || s]$, die beidseitig

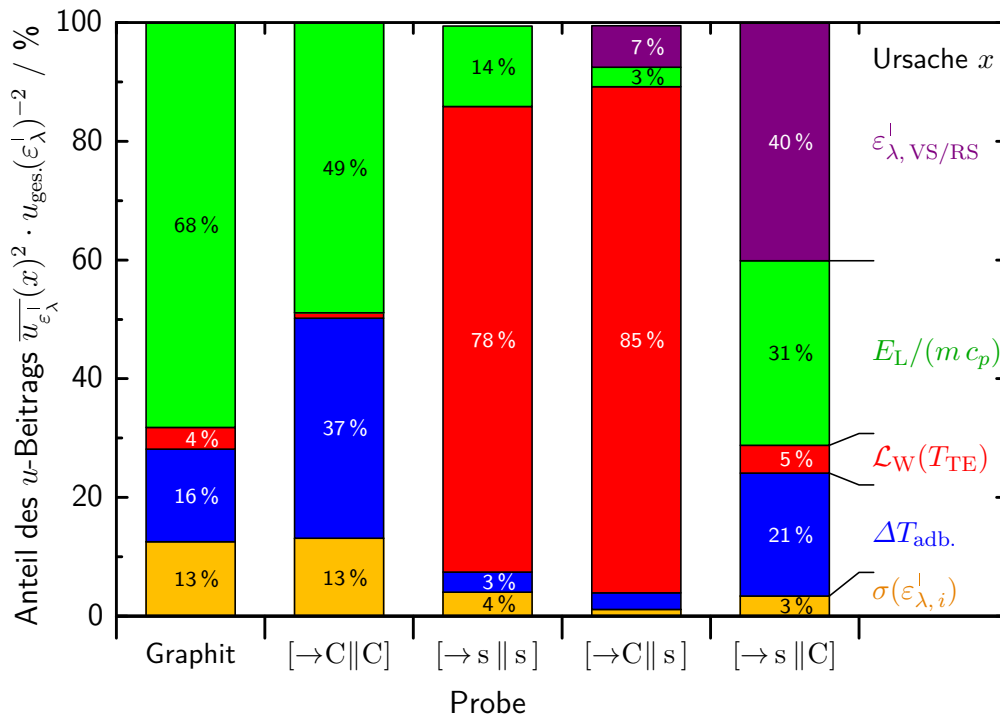


Abb. 8.8: Anteil der Unsicherheitsbeiträge Es ist der Anteil der mittleren Unsicherheitsbeiträge bei ca. 1200 °C an der Gesamtunsicherheit bei dieser Temperatur dargestellt. Durch die Addition der Varianzen erhöht sich dabei der relative Anteil von großen Beiträgen noch weiter. Deshalb ist hier, im Gegensatz zur Darstellung der Absolutwerte in Abbildung 8.7, der Anteil der effektiven Wellenlänge λ_0 nicht mit abgebildet. Für die Messungen an $[\rightarrow \text{s} \parallel \text{s}]$ und $[\rightarrow \text{C} \parallel \text{s}]$ beträgt $\bar{u}_{\varepsilon_{\lambda}}^{-1}(\lambda_0)^2/u_{\text{ges.}}(\varepsilon_{\lambda}^1)^2 \approx 0,5\%$, weshalb die Addition der Beiträge hier erkennbar unter 100 % liegt.

sandgestrahlten ist, einen Anteil von ca. 78 % an der Gesamtunsicherheit und bei der rein radiometrisch untersuchten Probe $[\rightarrow \text{C} \parallel \text{s}]$ sogar ca. 85 % (siehe Abbildung 8.8). Dies ist verständlich, da die radiometrische Emissionsgradmessung im Wesentlichen über die Strahlungsbilanz bzw. die Korrektur der gemessenen Schwarzen Temperatur geschieht und daher sehr sensitiv auf die Unsicherheit der reflektierten Strahlung reagiert (siehe Abschnitt 6.1.2).

Die Unsicherheit bei der Bestimmung der inhomogenen Strahldichte der heißen Ofenwände führt somit für die beiden genannten Proben zu vergleichsweise großen Gesamtunsicherheiten (siehe Abbildung 8.7). Für Proben mit einem geringeren Emissionsgrad auf der Probenrückseite würde dieser Anteil noch größer ausfallen.

- *Laserenergie, Masse und spez. Wärmekapazität $E_L/(m c_p)$* Die relative, kombinierte Unsicherheit von Laserenergie, Masse und spezifischer Wärmekapazität ergibt sich aus

$$u_{\text{rel.}}\left(\frac{E_L}{m c_p}\right) = \sqrt{u_{\text{rel.}}(E_L)^2 + u_{\text{rel.}}(m)^2 + u_{\text{rel.}}(c_p)^2} . \quad (8.12)$$

Die relative Unsicherheiten der Laserenergie liegen nach Tabelle 4.3 im Bereich von $u_{\text{rel.}}(E_L) = (0,4 \dots 0,8) \%$ und die relative Unsicherheiten der Masse bei $u_{\text{rel.}}(m) = (0,007 \dots 0,07) \%$ (siehe Tabellen 8.1 und 8.3). Damit fallen sie deutlich kleiner aus als die relative Unsicherheit der spezifischen Wärmekapazität mit $u_{\text{rel.}}(c_p) = 2 \%$ (siehe Abbildungen 8.1 und 8.4), sodass letztere der dominierende Anteil in diesem Unsicherheitsbeitrag ist. Wie Abbildung 8.8 zeigt, hat dieser Unsicherheitsbeitrag bei den Proben mit einem geringen Emissionsgrad auf der Probenrückseite einen großen Anteil an der Gesamtunsicherheit und ist für die Graphit-Probe mit ca. 68 % und die beidseitig beschichtete Wolfram-Probe [$\rightarrow C \parallel C$] mit ca. 49 % sogar der größte Anteil.

Durch die kombinierte radiometrische und kalorimetrische Emissionsgradmessung ist es dennoch möglich, dass die relative Gesamtunsicherheit des Emissionsgrades geringer ausfällt als die relative Unsicherheit der spezifischen Wärmekapazität. Dies ist nach der einfachen Gleichung (3.1) der Grundidee $m c_p(T_0) = (\varepsilon_\lambda^\perp E_L)/\Delta T_{\text{adb}}$. nicht zu vermuten und zeigt die Vorteile der kombinierten Messung. Konkret ergeben sich für Graphit bei ca. 1200 °C folgende Werte

$$\frac{u'(c_p)}{c_p} = 2,0 \% \Rightarrow \frac{\overline{u_{\varepsilon_\lambda^\perp}}(E_L/(m c_p))}{\varepsilon_\lambda^\perp} \approx 1,3 \% \Rightarrow \frac{u_{\text{ges.}}(\varepsilon_\lambda^\perp)}{\varepsilon_\lambda^\perp} \approx 1,6 \% . \quad (8.13)$$

Bei der rein kalorimetrischen Emissionsgradmessung der Wolfram-Probe [$\rightarrow s \parallel C$] treten solche Verhältnisse der Unsicherheiten, wie zu erwarten, nicht auf, da keine zusätzlichen Informationen vorliegen und der Emissionsgrad im Wesentlichen über die Grundidee bestimmt wird. Es ergibt für die Messung bei ca. 1200 °C

$$\frac{u'(c_p)}{c_p} = 2,0 \% \Rightarrow \frac{\overline{u_{\varepsilon_\lambda^\perp}}(E_L/(m c_p))}{\varepsilon_\lambda^\perp} \approx 2,1 \% \Rightarrow \frac{u_{\text{ges.}}(\varepsilon_\lambda^\perp)}{\varepsilon_\lambda^\perp} \approx 3,7 \% . \quad (8.14)$$

- *Bekannter Emissionsgrad* $\varepsilon_{\lambda, \text{VS/RS}}^{\downarrow}$ Der Emissionsgrad des mit Graphit beschichteten Wolframs wurde über die Messung der Probe $[\rightarrow \text{C} \parallel \text{C}]$ bestimmt und ist nach Gleichung (8.7) für den gesamten betrachteten Temperaturbereich $\varepsilon_{\lambda}^{\downarrow}(\text{C-Schicht}) = 0,970 \pm 0,029$. Die Unsicherheit dieses Wertes ist als $u_{\text{ges.}}(\varepsilon_{\lambda}^{\downarrow}(\text{C-Schicht}))$ in Abbildung 8.7 zusätzlich zur Gesamtunsicherheit der $[\rightarrow \text{C} \parallel \text{C}]$ -Messung bei ca. 1200 °C angegeben. Sie schlägt sich bei den Messungen der Proben $[\rightarrow \text{C} \parallel \text{s}]$ und $[\rightarrow \text{s} \parallel \text{C}]$ in der Unsicherheit des radiometrisch oder kalorimetrisch ermittelten Emissionsgrades der anderen, sandgestrahlten Probenseite als der Beitrag $\overline{u_{\varepsilon_{\lambda}^{\downarrow}}}(\varepsilon_{\lambda, \text{VS/RS}}^{\downarrow})$ nieder.

Bei der kalorimetrischen Messung dient der bekannte Emissionsgrad zur Korrektur der Schwarzen Temperatur ($\varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\downarrow} = \varepsilon_{\lambda}^{\downarrow}(\text{C-Schicht})$). Diese fällt wegen des hohen Emissionsgrades der Graphit-Schicht, nur gering aus. Dadurch ist der relative Unsicherheitsbeitrag des bekannten Emissionsgrades zur $[\rightarrow \text{s} \parallel \text{C}]$ -Messung kleiner als seine eigene relative Unsicherheit

$$\frac{u_{\text{ges.}}(\varepsilon_{\lambda}^{\downarrow}(\text{C-Schicht}))}{\varepsilon_{\lambda}^{\downarrow}(\text{C-Schicht})} \approx 3,0 \% , \quad \frac{\overline{u_{\varepsilon_{\lambda}^{\downarrow}}}(\varepsilon_{\lambda, \text{RS}}^{\downarrow})}{\varepsilon_{\lambda}^{\downarrow}([\rightarrow \text{s} \parallel \text{C}])} \approx 2,3 \% . \quad (8.15)$$

Die Verkettung der beiden Messungen an den Proben $[\rightarrow \text{C} \parallel \text{C}]$ und $[\rightarrow \text{s} \parallel \text{C}]$ liefert daher eine nur etwa halb so große Gesamtunsicherheit für den Emissionsgrad von sandgestrahltem Wolfram wie die direkte Messung an $[\rightarrow \text{s} \parallel \text{s}]$, da sich die Gesamtunsicherheit bei der direkten Messung durch den größeren Unsicherheitsbeitrag der reflektierten Strahldichte erhöht (siehe Abbildung 8.7).

Bei der radiometrischen Messung ist der Unsicherheitsbeitrag der reflektierten Strahldichte noch größer (siehe oben), sodass die Gesamtunsicherheit nochmals größer ausfällt. Für die untersuchten Wolfram-Proben ergeben sich etwa die Verhältnisse

$$u_{\text{ges.}}([\rightarrow \text{C} \parallel \text{s}]) \underset{\substack{\uparrow \\ \text{radiometrisch}}}{\approx} 2 u_{\text{ges.}}([\rightarrow \text{s} \parallel \text{s}]) \underset{\substack{\uparrow \\ \text{kombiniert}}}{\approx} 4 u_{\text{ges.}}([\rightarrow \text{s} \parallel \text{C}]) \underset{\substack{\uparrow \\ \text{kalorimetrisch}}}{.} \quad (8.16)$$

Weitere Aspekte Neben den oben diskutierten direkten Unsicherheitsbeiträgen wurden auch noch die beiden folgenden Aspekte untersucht:

- *Maximale Temperatur an der Probenvorderseite* $\Delta T_{\text{front}}(\tau)$ Die berechnete Temperaturänderung an der Probenvorderseite wurde für die in diesem Kapitel diskutierten Messungen ebenfalls analysiert (Berech-

nung siehe 4. Absatz in Abschnitt 5.3.2). Sie ist am Ende des Laserpulses zum Zeitpunkt $t = \tau$ maximal und fällt dann exponentiell auf den Wert der Rückseite $\Delta T(t)$ ab (siehe Abbildung 5.13 auf Seite 149). Zum einen muss der Wert von $T_0 + \Delta T_{\text{front}}(\tau)$ stets unterhalb der Schmelztemperatur der Probe liegen, da sonst eine Emissionsgradmessung, wegen der in der Energiebilanz nicht berücksichtigten Schmelzenergie, nicht möglich wäre. Zum anderen werden der Emissionsgrad und die spezifische Wärmekapazität bei der Berechnung der Strahlungsbilanz (siehe Abschnitt 7.3) bzw. der Lösung der Wärmeleitungsgleichung (siehe Abschnitt 2.3.1) als konstant angesehen.

Für die hier analysierten Messungen ergibt sich eine Abschätzung der maximalen Temperatur an der Probenvorderseite von

$$\begin{aligned}\Delta T_{\text{front}}(\tau) &= 20 \cdot \Delta T_{\text{adb.}} \pm 20 \text{ K} , \\ &\approx (10 \dots 120) \text{ K} ,\end{aligned}\tag{8.17}$$

wobei die größten Werte von der Graphit-Probe erreicht werden und für die Wolfram-Proben $\Delta T_{\text{front}}(\tau) < 90 \text{ K}$ ist. Damit liegen auch die kurzzeitig erreichten Maximaltemperaturen stets unter den Schmelztemperaturen der jeweiligen Proben. Da die Temperaturabhängigkeit des Emissionsgrades von Wolfram und Graphit nicht sehr stark ist, bleibt die Änderung aufgrund der Temperaturerhöhung auf der Vorderseite ebenfalls kleiner als die Unsicherheit der Messungen. Für die spezifische Wärmekapazität ergibt sich im relevanten Temperaturbereich $T = (1000 \dots 1800) \text{ K}$ für Graphit

$$\frac{c_{p,\text{C}}(T + 120 \text{ K}) - c_{p,\text{C}}(T)}{c_{p,\text{C}}(T)} \leq 2 \cdot u_{\text{rel.}}(c_{p,\text{C}}(T))\tag{8.18}$$

und für Wolfram sogar

$$\frac{c_{p,\text{W}}(T + 90 \text{ K}) - c_{p,\text{W}}(T)}{c_{p,\text{W}}(T)} \leq u_{\text{rel.}}(c_{p,\text{W}}(T)) .\tag{8.19}$$

Da der Wert der Temperaturänderung in dieser Anfangsphase entlang der Probenachse annähernd exponentiell abfällt, hat nur eine sehr dünne Schicht der Probe eine merklich veränderte spezifische Wärmekapazität. Die effektive Wärmekapazität der gesamten Probe ändert sich also wesentlich weniger als mit den Gleichungen (8.18) und (8.19) abgeschätzt und bleibt damit deutlich unter den Unsicherheiten der

spezifischen Wärmekapazitäten, sodass dieser Effekt nicht gesondert betrachtet werden muss.

- *Reproduzierbarkeit und Stabilität der Proben* Die Wiederholbarkeit der Messungen wird über die Standardabweichung der einzelnen Emissionsgradwerte in einem Temperaturschritt berücksichtigt und hat an der Gesamtunsicherheit der Messungen nur einen geringen Anteil (siehe Abbildung 8.8). Wie die Messungen an den Wolfram-Proben zeigen, die über einen Zeitraum von über einem Jahr, mit verschiedenen Probenhaltungen und 3 unterschiedlichen Messprinzipien durchgeführt wurden, ist die Reproduzierbarkeit der Messungen ebenfalls deutlich besser als ihre Unsicherheit. Dies zeigt, dass bei der neuen Methode der dynamischen Emissionsgradmessung keine bisher unberücksichtigten Parameter zu Abweichungen der Messungen führen.

Bei den Wolfram-Proben ist eine gewisse Degradation der Proben zu beobachten, sodass die Wiederholungsmessungen bei ca. 1000 °C nach dem Erreichen der Maximaltemperatur für alle Messungen einen geringeren Emissionsgradwert liefern als bei steigenden Temperaturen (siehe Abbildung 8.6). Diese Abweichung ist für die Proben $[\rightarrow C \parallel C]$ und $[\rightarrow s \parallel C]$ größer als die kombinierte, erweiterte ($k = 2$) Unsicherheit der beiden Ergebnisse für ca. 1000 °C. Es konnte nicht abschließend festgestellt werden, was die Ursache dieser reproduzierbaren Degradation der Wolfram-Proben ist.

Zusammenfassung und Schlussfolgerungen Zur Einschätzung der Möglichkeiten und Grenzen der neuen Messmethode spielt die Analyse der Unsicherheitsbeiträge eine wichtige Rolle, deshalb sollen hier die wichtigsten Ergebnisse noch einmal kurz zusammengefasst und bewertet werden. In Abbildung 8.8 ist der Anteil der einzelnen Unsicherheitsbeiträge an der Gesamtunsicherheit dargestellt und es werden die größten Beiträge deutlich. Diese sind, je nach der Oberfläche der Probe, die spezifische Wärmekapazität $u_{\varepsilon_\lambda}(c_p)$, die reflektierte Strahldichte $u_{\varepsilon_\lambda}(\mathcal{L}_W)$ oder der adiabatische Temperaturhub $u_{\varepsilon_\lambda}(\Delta T_{\text{adb.}})$. Daraus ergeben sich die folgenden Schlussfolgerungen:

- Die Unsicherheit des adiabatischen Temperaturhubes $u_{\varepsilon_\lambda}(\Delta T_{\text{adb.}})$ wird im Wesentlichen durch die Güte des Strahlungsthermometers und des physikalischen Modells zur Kurvenanpassung (siehe Kapitel 5) bestimmt. Da sowohl das verwendete Strahlungsthermometer als auch das in dieser Arbeit angepasste Modell bereits sehr weit entwickelt sind,

ist eine signifikante Verringerung dieses Unsicherheitsbeitrages eher unwahrscheinlich. Somit ist eine Reduktion der Gesamtunsicherheit des Emissionsgrades unter 0,01 in näherer Zukunft ebenfalls nicht zu erwarten.

- Die für Proben mit einem mittlerem oder geringem Emissionsgrad dominante Unsicherheit der Strahlungskorrektur hat ihren Ursprung in der nur schwer zu quantifizierenden Wärmestrahlung des nicht-isothermen, heißen Ofens, der die Probe umgibt. Durch andere Verfahren zur Probenheizung, die eine kalte Umgebung ermöglichen, könnte dieser Unsicherheitsbeitrag fast vollständig eliminiert werden (siehe Abschnitt 9.1). Somit ist für Proben mit mittlerem und kleinem Emissionsgrad zukünftig eine deutliche Reduktion der Gesamtunsicherheit auf das Niveau der hier untersuchten Proben mit Graphit-Oberfläche möglich.
- Für Proben mit einem hohen Emissionsgrad, wie Graphit, ist die in $u_{\varepsilon_\lambda} (E_L/(m c_p))$ enthaltene Unsicherheit der spezifischen Wärmekapazität $u'(c_p)$ der größte Beitrag zur Gesamtunsicherheit. Dies ist auch für andere Proben zu erwarten, falls eine alternative Probenheizung mit einer kalten Umgebung realisiert wird. Somit ist eine Verringerung dieses Unsicherheitsbeitrages wünschenswert. Eine signifikante Verbesserung ist nur über eine hochgenaue Messung der spezifischen Wärmekapazität eines Probenkörpers aus dem identischen Material der Emissionsgrad-Probe zu erreichen.

Die geringsten Unsicherheiten werden derzeit mit adiabatischen Kalorimetern erzielt, allerdings nicht bei den notwendigen Temperaturen, z. B. $u_{\text{rel.}}(c_p) < 0,1\%$ für Festkörper bis ca. 165 °C [199] oder $u_{\text{rel.}}(c_p) = 0,15\%$ für Flüssigkeiten und Gase bis ca. 140 °C [200]. Für das als Referenzmaterial verwendete Aluminiumoxid weichen die Messungen bis hin zu ca. 2000 °C weniger als 0,3 % von der Referenzkennlinie ab [213]. Einen Überblick über weitere hochgenaue Messungen an Referenzmaterialien liefert Ref. [214]. Am französischen nationalen Metrologieinstitut (LNE) wird ein Drop-Kalorimeter eingesetzt [201], das zukünftig im Temperaturbereich von 100 °C bis 1000 °C eine Unsicherheit von $u_{\text{rel.}}(c_p) \leq 0,5\%$ ermöglichen soll [202]. Mit einer solchen Unsicherheit der spezifischen Wärmekapazität könnte die relative Unsicherheit von $E_L/(m c_p)$ um den Faktor 2 bis 3 reduziert werden.

- Wie die Messungen an Wolfram demonstrieren, ist eine dynamische Emissionsgradmessung nach dem radiometrischen Prinzip ($[\rightarrow \text{C} \parallel \text{s}]$)

in der späteren Anwendung, wegen ihrer verhältnismäßig großen Unsicherheiten, nicht sinnvoll. Mit der kalorimetrischen Messung einer Probe mit geringem Emissionsgrad ($[\rightarrow s \parallel C]$), deren Oberseite z. B. mit Graphit beschichtet ist, lassen sich derzeit hingegen geringere Unsicherheiten erzielen als mit der direkten kombinierten Messung ($[\rightarrow s \parallel s]$). Obwohl die dynamische Emissionsgradmessung nach dem kalorimetrischen Prinzip eine kombinierte radiometrische und kalorimetrische Messung der beidseitig beschichteten Probe ($[\rightarrow C \parallel C]$) erfordert.

Wird zukünftig eine kalte Umgebung der Probe realisiert, sollte durch die drastisch reduzierte Unsicherheit der Strahlungskorrektur auch die Unsicherheit des kombinierten Messprinzips für Proben mit mittlerem oder geringem Emissionsgrad sinken. Somit wird zukünftig wahrscheinlich nur noch dieses Messprinzip Anwendung finden, da hierbei die Unsicherheit der spezifischen Wärmekapazität weniger zum Tragen kommt als bei dem kalorimetrischen Messprinzip, wie die Messungen an Graphit zeigen (siehe Gleichung (8.13)).

9 Diskussion und Zusammenfassung

Abschließend werden in diesem Kapitel zunächst die Möglichkeiten und Grenzen der dynamischen Emissionsgradmessung in Abschnitt 9.1 diskutiert. Im Abschnitt 9.2 werden die Vorteile dieser neuen Messmethode zusammengefasst und ihre Zukunftsperspektive diskutiert. Die Zusammenfassung dieser Arbeit ist in Abschnitt 9.3 zu finden.

9.1 Möglichkeiten und Grenzen der dynamischen Emissionsgradmessung

Die Validierungsmessungen in Kapitel 8 demonstrieren, dass die dynamische Emissionsgradmessung im Rahmen dieser Arbeit erfolgreich realisiert wurde. Im Folgenden werden die Möglichkeiten und Grenzen der neuen Messmethode diskutiert (siehe auch Abschnitte 6.1.2, 6.1.3 und 8.3). Einige der Grenzen des derzeitigen Messplatzes können durch zukünftige Modifikationen aufgehoben werden.

9.1.1 Anforderungen an die Probe

Materialeigenschaften Die dynamische Emissionsgradmessung ist nach jetzigem Kenntnisstand für viele Materialien einsetzbar, allerdings müssen einige Anforderungen an die Eigenschaften der Probe gestellt werden:

- Die *Temperaturabhängigkeit der Materialparameter*, vor allem von Emissionsgrad und spezifische Wärmekapazität, darf nicht zu groß sein, so dass sie sich bei der geringen Temperaturänderung infolge des Laserpulses nicht signifikant ändern. Dies ist im relevanten Temperaturbereich über 1000 °C für viele Materialien der Fall.
- *Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit* müssen im für Laser-Flash-Anlagen typischen Bereich liegen. Dieser liegt bei Temperaturleitfähigkeiten

zwischen $0,01 \text{ mm}^2/\text{s}$ und $1000 \text{ mm}^2/\text{s}$ und bei Wärmeleitfähigkeiten im Bereich von $0,1 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ bis $2000 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ [151], dies schließt im Wesentlichen jedoch nur Dämmstoffe mit einer Wärmeleitfähigkeit unter $0,1 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ aus.

- Die Materialien dürfen *keine Phasenumwandlungen* höherer Ordnung im untersuchten Temperaturbereich aufweisen, wie beispielsweise die inter-metallischen Phasen von Nickelbasis-Superlegierungen. In diesem Fall würde die absorbierte Laserenergie nur teilweise zur Temperaturänderung der Probe beitragen und so die kalorimetrische Grundidee der dynamischen Emissionsgradmessung verletzt werden.
- Es wird von einer vollständig *opaken Probenoberfläche* bei der Laserwellenlänge ausgegangen, da bei der zugrundeliegenden Theorie des Flash-Verfahrens eine infinitesimalen Eindringtiefe angenommen wird. Derzeit muss das Innere der Probe außerdem im nahen und mittleren infraroten Spektralbereich opak sein, um Wärmetransport durch Strahlung im Innern der Probe zu verhindern. Zukünftig können die für das Flash-Verfahren existierenden Lösungen der Wärmeleitungsgleichung, die einen Strahlungstransport berücksichtigen, eventuell ebenfalls an die dynamische Emissionsgradmessung angepasst werden.

Diffuse Oberfläche Für die Berechnung der an der Probe reflektierten Strahldichte musste angenommen werden, dass die Probe ein Lambert-Strahler ist, also perfekt diffus reflektiert. Dies bedeutet, dass z. B. blanke oder polierte Metallproben derzeit nicht untersucht werden können. Diese Einschränkung kann konstruktiv, durch die Verwendung eines Heizsystems ohne heiße Wände, behoben werden. Mögliche Alternativen sind unter anderem eine Heizung durch Hochleistungslaser [215], Halogen-Lampen [91] oder einen Induktionsofen. Der Umbau des *ADεM*-Messplatzes zur Verwendung eines Induktionsofens wurde nach dem Abschluss der Messungen für diese Arbeit begonnen.

Hat die Umgebung der Probe Raumtemperatur, gilt für die spektralen Strahldichten von Probe und Umgebung bei 1064 nm

$$L_\lambda(1300 \text{ K}) \approx 10^{15} \cdot L_\lambda(300 \text{ K}) \quad (9.1)$$

und die Eigenstrahlung der Umgebung kann vernachlässigt werden. Ist der Emissionsgrad der Probenkammer außerdem hinreichend hoch, können Mehrfachreflexionen ebenfalls vernachlässigt werden [72]. Dieser für Proben

mit mittlerem und kleinem Emissionsgrad dominante Unsicherheitsbeitrag wird somit zukünftig wahrscheinlich fast vollständig eliminiert. Zudem sollten dadurch zukünftig auch spekulare reflektierende Proben untersucht werden können.

Emissionsgrad von Vorder- und Rückseite Die Anforderungen an den Emissionsgrad von Vorder- und Rückseite der Probe ergeben sich aus der Lösbarkeit des Gleichungssystems der Strahlungsbilanz aus Abschnitt 6.1.2. Diese Anforderungen sind eng mit den dort diskutierten physikalischen Prinzipien der dynamischen Emissionsgradmessung verbunden. Es muss eine der folgenden Bedingungen erfüllt sein:

- *Identische Vorder- und Rückseite* Für die kombinierte kalorimetrische und radiometrische Messung müssen die Emissionsgrade von Vorder- und Rückseite übereinstimmen. Dies ist in der Praxis am besten durch eine homogene, zylindrische Probe mit identisch bearbeiteten Stirnflächen zu gewährleisten.
- *Bekannter Emissionsgrad auf einer Seite* Ist der Emissionsgrad einer der beiden Probenseiten bekannt, kann der andere wie folgt bestimmt werden: Mit einer rein radiometrischen Messung wird der unbekannt Emissionsgrad der Probenrückseite über die Strahlungsbilanz der Messung bestimmt. Wird die Probe umgedreht, ergibt sich der Emissionsgrad der Probenvorderseite durch den kalorimetrischen Vergleich von Laserenergie und absorbierte Energie. Zur Präparation der Probe mit einem bekannten Emissionsgrad sind z. B. dünne Beschichtungen möglich, die keinen nennenswerten Einfluss auf die Wärmeleitung innerhalb der Probe haben.
- *Stabiler Emissionsgrad* Werden zwei Messkampagnen mit den gleichen Temperaturschritten durchgeführt und die Probe zwischen diesen umgedreht, muss lediglich ein unveränderter Emissionsgrad bei diesen beiden Messungen gefordert werden. Das heißt, der Emissionsgrad von Vorder- oder Rückseite kann unterschiedlich und unbekannt sein [216].

Die ersten beiden Prinzipien zur dynamischen Emissionsgradmessung an Proben mit identischen Seiten oder einer bekannten Seite wurden erfolgreich an Graphit und Wolfram demonstriert. Da die Forderung eines über die Messung hinaus stabilen Emissionsgrades praktisch immer besteht, schränkt die dritte Variante der Messung die Probenauswahl kaum ein. Bei der Auswertung dieser kombinierten kalorimetrischen und radiometrischen Messung muss ein

System aus 6 Gleichungen für jeden Temperaturschritt gelöst werden. Dieses ist analog zu den bekannten Systemen (6.16) bis (6.18) aufgebaut, wobei das Umdrehen der Probe durch das entsprechende Vertauschen der Emissionsgrade von Vorder- oder Rückseite berücksichtigt wird. Dieses Vorgehen wurde an den mit Graphit beschichteten Wolfram-Proben bereits erfolgreich getestet. Die empfindliche Abhängigkeit von der Korrektur der Ofenstrahlung führte jedoch zu großen Unsicherheiten. Wird zukünftig eine Proben-Heizung mit kalter Umgebung realisiert, sollte dieses dritte Messprinzip für viele Proben anwendbar sein.

9.1.2 Möglichkeiten und Grenzen des Messplatzes

Der im Rahmen dieser Arbeit aufgebaute Messplatz („AD ϵ M“) sollte vor allem zur Demonstration der neuen Messmethode und zu deren Validierung dienen. Aus Zeitgründen wurden daher die Messungen auf den normalen spektralen Emissionsgrad bei 1064 nm und einen gewissen Temperaturbereich beschränkt. Diese Messbedingungen stellen jedoch keine prinzipiellen Grenzen dar, durch zukünftige Erweiterungen kann der Anwendungsbereich der dynamischen Emissionsgradmessung deutlich vergrößert werden.

Temperaturbereich In dieser Arbeit wurde die neue Messmethode mit Messungen im Temperaturbereich von 750 °C bis 1500 °C validiert.¹ Dabei resultiert die Untergrenze aus der notwendigen spektralen Empfindlichkeit des Strahlungsthermometers (siehe Abschnitt 5.2.2.4) und die Obergrenze aus den konstruktiven Gegebenheiten des verwendeten Ofens.

Die dynamische Emissionsgradmessung ist prinzipiell bei beliebig hohen Temperaturen möglich. In der Praxis wird die Maximaltemperatur lediglich durch die Schmelztemperatur der Probe, die Kenntnis ihrer spezifischen Wärmekapazität und die technische Realisierung des Ofens begrenzt.

Unsicherheitsberechnung Bei der im Rahmen dieser Arbeit erstellten Routine zur Auswertung der Emissionsgradmessungen wird die Berechnung der Gesamtunsicherheit nach den Methoden des GUM [131] durchgeführt. Dabei wird von der lokalen Linearisierbarkeit der auftretenden funktionalen Zusammenhänge ausgegangen. Zukünftig werden die Gesamtunsicherheiten mit dem Monte-Carlo-Verfahren nach Ref. [135] berechnet, das eine Verbesserung

¹ Bei den Temperaturwerten handelt es sich um die nominellen Werte des Thermoelements in Probennähe. Die tatsächlichen Oberflächentemperaturen der untersuchten Proben lagen zwischen 715 °C und 1465 °C.

des im GUM-Supplement 1 [133] vorgeschlagenen Verfahrens darstellt und somit keine speziellen Anforderungen an die zugrundeliegenden Funktionen stellt. Wie erste Untersuchungen zeigen, liefern beide Rechenverfahren vergleichbare Ergebnisse, was die Annahme der lokalen Linearisierbarkeit bestätigt.

Winkel-Abhängigkeit des Emissionsgrades Mit dem aktuellen Messplatz kann der gerichtete spektrale Emissionsgrad nur senkrecht zur Probenoberfläche bestimmt werden ($\varepsilon_\lambda^l(\vartheta_0 = 0)$). Dieser normale spektrale Emissionsgrad hat für die Strahlungsthermometrie die größte Bedeutung, da Temperaturmessungen meist senkrecht zur Oberfläche durchgeführt werden. Für Simulationsrechnungen ist darüber hinaus auch die Winkel-Abhängigkeit des Emissionsgrades und der daraus berechenbare, hemisphärische spektrale Emissionsgrad von Interesse. Prinzipiell ließe sich die dynamische Emissionsgradmessung auch für nicht-senkrechte Messungen durchführen, solange der Laserstrahl und die Achse des Strahlungsthermometers annähernd den gleichen Winkel zur Probenoberfläche aufweisen. In der Praxis wird es jedoch einfacher sein, eine Relativmessung durchzuführen, wie sie im folgenden Absatz beschrieben wird.

Wellenlängen-Abhängigkeit des Emissionsgrades Für die dynamische Emissionsgradmessung einer unbekannt Probe muss die effektive Wellenlänge λ_0 des Strahlungsthermometers und des Lasers übereinstimmen (siehe Abschnitt 6.1.2). Ist der Emissionsgrad einer der Probenseiten bekannt, könnte die rein radiometrische bzw. kalorimetrische Messung auch bei unterschiedlichen Wellenlängen durchgeführt werden. Für Anwendungen bei anderen Wellenlängen und zur Berechnung des Gesamt-Emissionsgrades ist der gerichtete spektrale Emissionsgrad auch bei anderen Wellenlängen von Interesse. Ausgehend von dem, mit der dynamischen Emissionsgradmessung ermittelten, normalen spektralen Emissionsgrad $\varepsilon_\lambda^l(\vartheta_0, \lambda_0, T_0)$ kann die Wellenlängen- und Winkel-Abhängigkeit des Emissionsgrades bei der Temperatur T_0 über eine Relativmessung bestimmt werden [138]

$$\varepsilon_\lambda^l(\vartheta, \lambda, T_0) = \underbrace{\left[\frac{L_\lambda(\vartheta, \lambda, T_0)}{L_\lambda(\vartheta_0, \lambda_0, T_0)} \right]}_{\text{auf } \vartheta_0 \text{ und } \lambda_0 \text{ normiertes, relatives Spektrum}} \cdot \frac{L_{\lambda, S}(\lambda_0, T_0)}{L_{\lambda, S}(\lambda, T_0)} \cdot \varepsilon_\lambda^l(\vartheta_0, \lambda_0, T_0) . \quad (9.2)$$

Dabei ist $L_{\lambda, \text{S}}(\lambda, T)$ die winkelunabhängige spektrale Strahldichte des Schwarzen Körpers nach dem Planck'schen Strahlungsgesetz (2.15).

So eine Messung wäre auch mit einem separaten Messplatz denkbar, bei dem die Oberflächentemperatur der Probe T_0 über den zuvor bestimmten Emissionsgrad mit einem Strahlungsthermometer bei ϑ_0 und λ_0 gemessen wird. Mit einem Spektrometer müsste dann nur die relative Änderung der spektralen Strahldichte mit dem Winkel und der Wellenlänge ermittelt werden. Die Erweiterung des $AD\varepsilon M$ -Messplatzes um ein Array-Spektrometer ist im Anschluss an diese Arbeit bereits geplant [217].

9.2 Vorteile und Perspektive der dynamischen Emissionsgradmessung

Die im Rahmen dieser Arbeit gesammelten Erfahrungen mit der dynamischen Emissionsgradmessung und die im vorherigen Abschnitt 9.1 diskutierten Möglichkeiten und Grenzen erlauben gemeinsam mit der Unsicherheitsanalyse in Abschnitt 8.3 einen Ausblick auf die Zukunft dieser neuen Messmethode.

Messmöglichkeiten für weitere Probeneigenschaften Der Messplatz zur dynamischen *Emissionsgradmessung* ermöglicht neben dieser Messung auch noch die Untersuchung weiterer thermophysikalischer Eigenschaften:

- Die *Temperaturleitfähigkeit* α wird gemeinsam mit dem adiabatischen Temperaturhub bei jeder Messung bestimmt (siehe Abschnitt 5.3). Die hierbei erzielten Werte stimmen beispielsweise für Wolfram innerhalb von $\pm 4\%$ mit den Referenzwerten von Touloukian et al. [218] überein, was etwa den Abweichungen der „normalen“ Laser-Flash-Messungen an demselben Material entspricht [90].
- Die Absolutmessung von Temperaturänderung und Laserenergie ermöglicht, bei bekanntem Emissionsgrad auf Vorder- und Rückseite der Probe, die Berechnung der *spezifischen Wärmekapazität* c_p . Dazu muss in dem bekannten Gleichungssystem (6.16) der Strahlungsbilanz lediglich die Wärmekapazität als unbekannt interpretiert werden. Ist der Emissionsgrad nicht über andere Messverfahren zugänglich, kann auch eine Relativmessung der spezifischen Wärmekapazitäten von zwei beschichteten Proben erfolgen.
- Wenn die temperaturabhängige Dichte der Probe ρ aus anderen Quellen bekannt ist, kann somit auch die *Wärmeleitfähigkeit* $\kappa = \alpha \cdot c_p \cdot \rho$ berechnet werden. Die Wärmeleitfähigkeit ist besonders beim Design von Hochtemperaturanwendungen eine entscheidende Größe.

Somit lassen sich drei anwendungsrelevante thermophysikalische Probeneigenschaften (ε_λ^l , α , c_p) mit nur einem Messplatz untersuchen [138]. Diese Idee hatten Parker et al. bereits in der ersten Arbeit zum Flash-Verfahren [6], wobei diese Methode bisher im Wesentlichen auf die Messung der Temperaturleitfähigkeit beschränkt war [4, 5].

Erreichbare Unsicherheiten Die Zusammenfassung der Unsicherheitsanalyse ab Seite 219 erlaubt eine ungefähre Prognose der in näherer Zukunft erreichbaren Unsicherheiten. Die Gesamtunsicherheit des Emissionsgrades von Proben, die nicht fast schwarz sind, wird derzeit durch die Unsicherheit der Strahlungskorrektur aufgrund der heißen Ofenwände dominiert. Gelingt es zukünftig, dies konstruktiv zu verhindern, entfällt dieser Unsicherheitsbeitrag fast vollständig. Somit wäre die Unsicherheit der spezifischen Wärmekapazität einer der größten Unsicherheitsbeiträge, wie es derzeit bei Graphit der Fall ist. Mit dem kombinierten radiometrischen und kalorimetrischen Messprinzip der dynamischen Emissionsgradmessung kann die relative Gesamtunsicherheit der Emissionsgradmessung sogar geringer ausfallen als die der spezifischen Wärmekapazität (siehe Gleichung (8.13)), auch wenn dies die vereinfachte Formel (3.1) der Grundidee nicht vermuten lässt. Das heißt, es könnten zukünftig auch für weitere Materialien Gesamtunsicherheiten auf dem Niveau der hier gezeigten Messungen an Graphit erreicht werden, mit Absolutwerten von $u_{\text{ges.}}(\varepsilon_{\lambda}^{\perp}) \approx 0,02$ über 1000°C . Andererseits ist eine wesentliche Verbesserung bei der Bestimmung des adiabatischen Temperaturhubes nicht so einfach möglich, sodass eine weitere Reduktion der Gesamtunsicherheit wahrscheinlich auf $u_{\text{ges.}}(\varepsilon_{\lambda}^{\perp}) \geq 0,01$ beschränkt ist.

Fazit Die Möglichkeit, mit einem Messplatz die Temperaturleitfähigkeit und gleichzeitig entweder den Emissionsgrad oder die Wärmekapazität einer Probe zu messen, macht die auf dem Flash-Verfahren basierende dynamische Emissionsgradmessung besonders attraktiv. Die Messungen sind an einer großen Bandbreite von opaken Proben möglich, die keine Phasenumwandlung im relevanten Temperaturbereich aufweisen. Der aktuelle Messplatz zur Validierung dieser neuen Methode zur Emissionsgradmessung ist auf diffus reflektierende Proben beschränkt, deren Emissionsgrad für Vorder- und Rückseite identisch ist oder für eine der Seiten bekannt ist. Diese Einschränkungen lassen sich durch zukünftige Modifikationen wahrscheinlich aufheben. Ebenso ist eine Erweiterung zur Messung der Winkel- und Wellenlängen-Abhängigkeit des spektralen gerichteten Emissionsgrades prinzipiell möglich. Der zugängliche Temperaturbereich ist nach oben nur durch die Kenntnis der spezifischen Wärmekapazität und die Konstruktion der Probenheizung begrenzt. Somit ist mit dieser Methode eine umfassende Charakterisierung des Emissionsgrades von unterschiedlichsten Proben im Hochtemperaturbereich möglich. Dabei sind kleinere Unsicherheiten erreichbar, als dies bisher mit anderen Methoden in diesem Temperaturbereich möglich ist. Die langfristige Zukunft dieser Methode hängt wesentlich von der Umsetzung der

9.2 Vorteile und Perspektive der dynamischen Emissionsgradmessung

hier vorgeschlagenen Modifikationen und der Verfügbarkeit von präzisen Daten für die spezifische Wärmekapazität ab.

9.3 Zusammenfassung

Der spektrale gerichtete Emissionsgrad hat besonders bei hohen Temperaturen über 1000 °C eine hohe Relevanz für Industrie und Forschung. Zum einen wird für die berührungslose Temperaturmessung mit einem Strahlungsthermometer, die in diesem Temperaturbereich weit verbreitet ist [2], der Emissionsgrad des Messobjektes für eine korrekte Messung benötigt. Zum anderen ist der Emissionsgrad ein wesentlicher Parameter bei der Simulation und dem Design von Anwendungen im Hochtemperaturbereich, da hier der Strahlungsaustausch ein wesentlicher Wärmetransportmechanismus ist. Wie die Literaturrecherche in Abschnitt 2.2.2 zeigte, gibt es verschiedene Ansätze, die etablierten Messverfahren auf diesen Temperaturbereich zu erweitern, allerdings nehmen dabei die Messunsicherheiten deutlich zu. Andere Verfahren erreichen zwar deutlich höhere Temperaturen, sie eignen sich jedoch nur für bestimmte Materialien. Daher sollte im Rahmen dieser Arbeit eine neue Messmethode für den spektralen gerichteten Emissionsgrad basierend auf dem Laser-Flash-Verfahren realisiert werden.

Das Flash-Verfahren ist für die Messung der Temperaturleitfähigkeit weit verbreitet [4,5]. Bei dieser Messmethode wird eine Probe, ausgehend von ihrer Gleichgewichtstemperatur, durch einen Laserpuls kurzzeitig um wenige Kelvin erwärmt. Aus dem relativen, zeitlichen Verlauf der Temperaturänderung auf der Probenrückseite kann die Temperaturleitfähigkeit berechnet werden. Bereits in der ersten Arbeit zum Flash-Verfahren [6] wurde darauf hingewiesen, dass für die Messung der Wärmekapazität mit diesem Verfahren der Absorptions- bzw. Emissionsgrad der Probe bekannt sein müsste. Umgekehrt erlaubt die Kenntnis der mit anderen Verfahren bestimmten Wärmekapazität die Messung des Absorptions- bzw. Emissionsgrades der Probe. Dies ist die Grundidee der *dynamischen Emissionsgradmessung*, die in dieser Arbeit bis hin zur Anwendung in erfolgreichen Validierungsmessungen entwickelt wurde. Da die radiometrische Messung der Temperaturänderung auch vom Emissionsgrad abhängt, stellt diese neue Methode eine Kombination aus kalorimetrischer und radiometrischer Emissionsgradmessung dar.

Schaffung der notwendigen Voraussetzungen Für die Realisierung der dynamischen Emissionsgradmessung war die Lösung von drei Fragestellungen entscheidend, die im Folgenden noch näher erläutert werden: die in situ Messung der Laserenergie und die Charakterisierung der Laserstrahlung, die Bestimmung des adiabatischen Temperaturhubes und die Berücksichtigung der heißen Umgebung in der Strahlungsbilanz der Temperaturmessung.

In Kapitel 4 wurde zunächst die Laserstrahlung der kommerziellen Laser-Flash-Anlage, auf welcher der neue Messplatz basiert, hinsichtlich des Strahlprofils untersucht [143]. Auf der Grundlage dieser Erkenntnisse wurde ein Strahlteilersystem zur in situ Messung der Laserenergie von bis zu 4 J an der Probenposition konzipiert und aufgebaut. Die genaue Charakterisierung des Strahlteilverhältnisses, z. B. in Abhängigkeit der Ofentemperatur, ermöglicht die rückgeführte Bestimmung der Laserenergie an der Probenposition mit einer relativen Unsicherheit ($k = 1$) von $u_{\text{rel.}}(E_L) = (0,4 \dots 0,8) \%$.

Außerdem wurde die radiale Energieverteilung an der Probenposition untersucht und durch eine analytische Funktion angenähert. Dabei wurde auch eine einfache und ausreichend genaue Methode zur Kontrolle der im Ofen eingesetzten Graphit-Blenden eingeführt. Ebenso wurde das zeitliche Profil des Laserpulses analysiert, sodass diese beiden Einflüsse bei der Berechnung des adiabatischen Temperaturhubes berücksichtigt werden können.

Zur Bestimmung des adiabatischen Temperaturhubes bei der dynamischen Emissionsgradmessung musste in Kapitel 5 die Theorie des Flash-Verfahrens angepasst werden, um z. B. die radiale Energieverteilung des Laserstrahls zu berücksichtigen. Mit dem resultierenden physikalischen Modell kann der adiabatische Temperaturhub durch eine Kurvenanpassung an die beobachtete Temperaturänderung ermittelt werden. Diese Kurvenanpassung weist, im Gegensatz zu anderen üblichen Modellen, keine systematischen Abweichungen gegenüber den Messwerten auf.

Für die Absolutmessung der Temperaturänderung wird ein Strahlungsthermometer mit einer rauschäquivalenten Temperaturdifferenz unter 10 mK bei einer Zeitauflösung von 1 ms benötigt. Diese extremen Anforderungen konnten durch das speziell für diese Anwendung entwickelte „LP5-HS“ [7] erfüllt werden. Dieses Strahlungsthermometer wurde charakterisiert und kalibriert, sodass auf die ITS-90 rückgeführte Messungen mit einer Rate von 1000 Hz und relativen Unsicherheiten von unter $4 \cdot 10^{-4}$ möglich sind. Die effiziente Implementierung der mathematisch aufwendigen Kurvenanpassung ermöglicht die Analyse der Messdaten, die schließlich zum adiabatischen Temperaturhub führt.

In Kapitel 6 wird die Berechnung der „wahren“ Temperatur der Probe aus der gemessenen Strahlungstemperatur erläutert. Dazu müssen in der Strahlungsbilanz der Messung unter anderem der Emissionsgrad der Probe und die Hintergrundstrahlung des Ofens berücksichtigt werden. Da somit der für die Emissionsgradmessung notwendige Temperaturhub selbst auch wieder vom Emissionsgrad abhängt, wurde zunächst in einer Machbarkeits-

studie [138] gezeigt, dass dieses $\Delta T(\varepsilon_\lambda^l)$ -Problem gelöst werden kann. Die konstante Hintergrundstrahlung des Ofens spielt auch bei einer Differenzmessung eine wichtige Rolle, da die Temperatur eine intensive Größe ist. Die notwendige Strahlungskorrektur wurde für diffus reflektierende Proben hergeleitet, sodass die inhomogene Temperaturverteilung der heißen Ofenwand berücksichtigt werden kann. Es konnte gezeigt werden, dass hierbei Mehrfachreflexionen vernachlässigbar sind. Aus der Messung der Temperaturverteilung und des Transmissionsgrades des oberen Fensters wurden die Werte für die Strahlungskorrektur berechnet.

Realisierung und Validierung Basierend auf einer kommerziellen Laser-Flash-Anlage und den bereits besprochenen Komponenten zur Messung der Laserenergie und des Temperaturhubes wurde der Messplatz ($AD\varepsilon M^2$) inklusive der Software zur Steuerung aufgebaut (siehe Kapitel 7). Auf der Grundlage der bereits erläuterten Vorarbeiten aus den Kapiteln 4 bis 6 kann nun der Emissionsgrad der Probe inklusive einer vollständigen Unsicherheitsabschätzung berechnet werden.

Es konnte erstmals gezeigt werden, dass eine dynamische Emissionsgradmessung mit drei unterschiedlichen physikalischen Prinzipien möglich ist: Bei der radiometrischen Messung ergibt sich der Emissionsgrad der Probenrückseite aus der Strahlungsbilanz und der Kenntnis des Emissionsgrades auf der Vorderseite. Die Energiebilanz der Laserabsorption führt bei der kalorimetrischen Messung zum Emissionsgrad der Probenvorderseite, falls der Emissionsgrad der Rückseite bekannt ist. Mit der kombinierten radiometrischen und kalorimetrischen Messung kann der unbekannte Emissionsgrad der identischen Vorder- und Rückseite ermittelt werden.

Die neue Methode zur dynamischen Emissionsgradmessung bei hohen Temperaturen wurde umfangreich validiert (siehe Kapitel 8). Dazu wurden die im Temperaturbereich oberhalb von 1000 °C anwendungsrelevanten Materialien Graphit und Wolfram am $AD\varepsilon M$ -Messplatz untersucht.

Der normale spektrale Emissionsgrad von isostatisch gepresstem Graphit bei 1064 nm wurde im Temperaturbereich von ca. 750 °C bis 1500 °C gemessen ($\varepsilon_\lambda^l \approx 0,95 \dots 0,99$). Dabei konnten für die Werte über 1000 °C Unsicherheiten ($k = 1$) von $u_{\text{ges.}}(\varepsilon_\lambda^l) < 0,02$ erreicht werden. Der Vergleich mit Literaturdaten und Messungen mit dem etablierten Emissionsgradmessplatz der PTB bei niedrigeren Temperaturen ergab eine Übereinstimmung der Werte im Rahmen ihrer Unsicherheiten.

Die Messungen an sandgestrahltem Wolfram mit einem Emissionsgrad von etwa 0,7 ergaben ebenfalls ein übereinstimmendes Bild mit Literaturdaten und Messungen bei tieferen Temperaturen. Dabei wurden Unsicherheiten von $u_{\text{ges.}}(\varepsilon_{\lambda}^{\perp}) \approx 0,05$ für die direkte, kombinierte Messung an Wolfram erzielt und $u_{\text{ges.}}(\varepsilon_{\lambda}^{\perp}) \leq 0,03$ mit der Verknüpfung einer kalorimetrischen Messung an Wolfram und einer kombinierten Messung an einer beidseitig mit Graphit beschichteten Wolfram-Probe erreicht.

Die Untersuchung von ein- und beidseitig mit Graphit beschichteten Wolfram-Proben erlaubte den Vergleich der drei physikalischen Prinzipien zur Emissionsgradmessung. Die gute Übereinstimmung der Messergebnisse demonstriert die Konsistenz der drei Messprinzipien und wäre ohne die Berücksichtigung der oben beschriebenen Einflüsse nicht zu erreichen. Damit wurde, eine bereits 1961 von Parker et al. [6] angedachte Erweiterung des Flash-Verfahrens, erstmalig erfolgreich realisiert.

Perspektive Die detaillierte Analyse der Unsicherheitsbeiträge ermöglichte ein tieferes Verständnis der Möglichkeiten und Grenzen des aktuellen Messplatzes und der neuen Messmethode, die zu Beginn dieses Kapitels diskutiert wurden. Für Proben mit Graphit-Oberfläche und $\varepsilon_{\lambda}^{\perp} \approx 0,97$ dominiert die Unsicherheit der spezifischen Wärmekapazität im Hochtemperaturbereich die Gesamtunsicherheit. Mit sinkendem Emissionsgrad ist hingegen die Unsicherheit der Hintergrundstrahlung der heißen Ofenwand der derzeit dominierende Beitrag zur Gesamtunsicherheit.

Die Hauptaufgabe des aktuellen Messplatzes war die Validierung dieser neuen Methode zur Emissionsgradmessung. Er ist auf Messung des normalen gerichteten Emissionsgrades bei der Laserwellenlänge von diffus reflektierenden Proben beschränkt, deren Vorder- und Rückseite identisch oder bekannt sind. Diese Grenzen lassen sich durch zukünftige Modifikationen, wie z. B. eine Probenheizung in kalter Umgebung, wahrscheinlich aufheben. Ebenso wird eine Erweiterung zur Messung der Winkel- und Wellenlängenabhängigkeit des spektralen gerichteten Emissionsgrades vorgeschlagen. Dabei ist die Obergrenze des Temperaturbereichs nur durch die Kenntnis der spezifischen Wärmekapazität und die Konstruktion der Probenheizung begrenzt. Somit ist mit dieser Methode eine umfassende Charakterisierung des Emissionsgrades von unterschiedlichsten Proben im Hochtemperaturbereich möglich. Dabei sind zukünftig für viele Proben Unsicherheiten auf dem Niveau der hier gezeigten Graphit-Messungen ($u_{\text{ges.}}(\varepsilon_{\lambda}^{\perp}) \approx 0,02$) erreichbar.

Bereits mit dem aktuellen Messplatz besteht die Möglichkeit, die Temperaturleitfähigkeit und gleichzeitig entweder den Emissionsgrad oder die

Wärmekapazität einer Probe zu messen. Dies macht die auf dem Laser-Flash-Verfahren basierende dynamische Emissionsgradmessung besonders attraktiv. Die Messungen sind zukünftig wahrscheinlich an einer großen Bandbreite von opaken Proben möglich, die keine Phasenumwandlung im untersuchten Temperaturbereich aufweisen. Die langfristige Zukunft dieser Methode hängt wesentlich von der Verfügbarkeit von präzisen Daten für die spezifische Wärmekapazität und der Umsetzbarkeit der hier vorgeschlagenen Modifikationen ab.

A Anhang

A.1 Bedeutung der Biot-Zahlen Y_z und Y_r innerhalb der Randbedingungen der Wärmeleitungsgleichung

Die Gleichungen (2.71) und (2.72) in Abschnitt 2.3.2 beschreiben das Randwertproblem der Wärmeleitungsgleichung des axialen und radialen Anteils der Temperaturänderung $\Delta T_{z/r}$. In diesen Gleichungen wurden die faziale und radiale Biot-Zahl Y_z bzw. Y_r in der folgenden Form eingeführt

$$\frac{\partial}{\partial t} \Delta T_x(x, t) = \alpha \frac{\partial^2}{\partial x^2} \Delta T_x(x, t) , \quad (\text{A.1})$$

$$\frac{\partial}{\partial x} \Delta T_x(x_0, t) = -\frac{Y_x}{x_0} \Delta T(0, t) . \quad (\text{A.2})$$

Die Biot-Zahlen sind dimensionslose Kennzahlen für den Wärmetransport durch die Oberfläche eines Körpers. Da beide analog definiert werden, wird im Folgenden allgemeiner von Y_x gesprochen. Die Biot-Zahlen geben das Verhältnis des Wärmetransports außerhalb des Körpers zu dem innerhalb des Körpers wieder. Kleine Biot-Zahlen ($Y_x < 1$) bedeuten, dass der Temperaturgradient innerhalb des Körpers klein gegenüber dem Gradient an der Oberfläche ist. Bei der dynamischen Emissionsgradmessung sind z. B. Werte von $Y_z \approx 0,01 \dots 0,25$ typisch.

Üblicherweise wird die Biot-Zahl zur Charakterisierung des Wärmetransports an der Grenzfläche zwischen einem Festkörper und einem Fluid, also einer Flüssigkeit oder einem Gas, verwendet. Dabei wird der Wärmetransport im Fluid durch Konvektion dominiert. Jedoch ist wegen der Ausbildung einer Grenzschicht, für den Wärmetransport vom Festkörper in das Fluid, der Wärmeübergangskoeffizient h_F entscheidend. Die Biot-Zahl ist dann für einen Körper mit der Wärmeleitfähigkeit κ definiert als

$$Y_x^{\text{Fluid}} = \frac{h_F x_0}{\kappa} . \quad (\text{A.3})$$

Dabei ist x_0 eine charakteristische Länge z. B. das Verhältnis vom Volumen des Körpers zur Fläche des Wärmetransports. Für einen zylindrischen Körper ergeben sich somit gerade die Dicke d und der Radius r_0 als charakteristische Längen.

Ein Körper mit der Temperatur $T = T_0 + \Delta T$, wobei T_0 konstant ist ($\frac{\partial}{\partial x} T_0 = 0$), befindet sich in einem Fluid mit der Temperatur T_0 . Für die abgegebene Wärmestromdichte durch die Oberfläche des Körpers \dot{q} gilt dann für die Wärmeleitung

$$\begin{aligned} \dot{q}_{\text{innen}} &= \dot{q}_{\text{Fluid}} \\ -\kappa \frac{\partial}{\partial x} T &= h_{\text{F}} (T - T_0) \\ -\kappa \frac{\partial}{\partial x} \Delta T &= h_{\text{F}} \Delta T . \end{aligned} \quad (\text{A.4})$$

Somit ergibt sich mit Gleichung (A.3) für den Temperaturgradienten an der Oberfläche ($x = x_0$)

$$\frac{\partial}{\partial x} \Delta T(x_0)^{\text{Fluid}} = -\frac{Y_x^{\text{Fluid}}}{x_0} \Delta T . \quad (\text{A.5})$$

Vollkommen analog zum Wärmeübergang zu einem Fluid lässt sich der Wärmetransport von einem Festkörper zu einem Anderen mit einem Kontakt-Wärmeübergangskoeffizienten h_{FK} beschreiben. Häufiger wird der thermische Kontaktwiderstand $R_{\text{th}} = h_{\text{FK}}^{-1}$ betrachtet, der an der Grenzfläche der beiden Festkörper, z. B. durch Oberflächenrauigkeiten, entsteht.

$$\dot{q}_{\text{Festkörper}} = h_{\text{FK}} (T - T_0) . \quad (\text{A.6})$$

Für den Kontakt zum Festkörper ergibt sich somit analog zum Fluid

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial x} \Delta T(x_0)^{\text{Festkörper}} &= -\frac{Y_x^{\text{Festkörper}}}{x_0} \Delta T , \\ \text{mit } Y_x^{\text{Festkörper}} &= \frac{h_{\text{FK}} x_0}{\kappa} . \end{aligned} \quad (\text{A.7})$$

Für den Wärmetransport durch Strahlung kann ebenfalls eine Biot-Zahl definiert werden. Die abgestrahlte Leistungsdichte p an der Oberfläche ergibt sich hier aus dem Stefan-Boltzmann-Gesetz (mit der Stefan-Boltzmann-

Konstante σ). Für einen Körper mit der Temperatur $T = T_0 + \Delta T$ in einer Umgebung mit der Temperatur T_0 ergibt sich

$$\begin{aligned} p &= \varepsilon^\circ \sigma \left((T_0 + \Delta T)^4 - T_0^4 \right) , \\ &= \varepsilon^\circ \sigma \left(T_0^4 + 4T_0^3 \Delta T + 6T_0^2 \Delta T^2 + 4T_0 \Delta T^3 + \Delta T^4 - T_0^4 \right) , \\ &= 4 \varepsilon^\circ \sigma T_0^3 \Delta T + \dots . \end{aligned} \quad (\text{A.8})$$

Die höheren Terme von ΔT können für kleine Temperaturänderungen im Vergleich zum ersten Term vernachlässigt werden. Bei der dynamischen Emissionsgradmessung sind typische Werte

$$\frac{6T_0^2 \Delta T^2}{4T_0^3 \Delta T} = 7,5 \cdot 10^{-3} \dots 7,5 \cdot 10^{-4} . \quad (\text{A.9})$$

Aus der Energieerhaltung folgt schließlich $\dot{q}_{\text{innen}} = p$ und mit den Gleichungen (A.4) und (A.8) somit

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial x} \Delta T(x_0)^{\text{Strahlung}} &\approx - \frac{Y_x^{\text{Strahlung}}}{x_0} \Delta T , \\ \text{mit } Y_x^{\text{Strahlung}} &= 4 \sigma \varepsilon^\circ \kappa^{-1} T_0^3 x_0 . \end{aligned} \quad (\text{A.10})$$

Dieser Zusammenhang wird auch als „ T^3 -Gesetz“ bezeichnet. Die so definierte Biot-Zahl wurde in der Vergangenheit üblicherweise bei der Lösung der Wärmeleitungsgleichung beim Flash-Verfahren verwendet [116, 117, 119]. Dies war notwendig, um den Einfluss der Wärmeverluste auf die Temperaturleitfähigkeitsmessung abschätzen zu können und das Ergebnis entsprechend zu korrigieren [161, 162]. Dabei wurde davon ausgegangen, dass die Strahlung an der Probenoberfläche der dominierende Effekt ist. Eine Verfeinerung dieser Abschätzung ist in Ref. [160] zu finden. Dort ist für die radiale Biot-Zahl Y_r die Rückreflexion am Probenhalter mit berücksichtigt, sodass sich der effektive Emissionsgrad verringert. Dies führt zu einem verringerten Y_r , also auch zu einem verringerten Wärmeverlust an den Rändern der Probe.

Dank moderner Soft- und Hardware kann mittlerweile jedoch ein allgemeinerer Ansatz bei der Berücksichtigung gewählt werden. Bei der Auswertung des zeitlichen Verlaufs des Temperaturhubes $\Delta T(t)$ wird eine Parameteranpassung des theoretischen Verlaufs an die Messdaten durchgeführt. Dabei werden die Biot-Zahlen als freie Parameter mit variiert [118, 122].

Die Biot-Zahlen Y_z und Y_r können somit als allgemeine, dimensionslose Verlustparameter angesehen werden, ohne die jeweiligen Wärmetransportme-

chanismen im Einzelnen zu untersuchen. Dies ist möglich, da der Aufbau der Gleichungen (A.5), (A.7) und (A.10) vom konkreten Transportmechanismus unabhängig ist. Für den vollständigen Wärmeaustausch der Probenoberfläche mit der Umgebung gilt also

$$\frac{\partial}{\partial x} \Delta T(x_0) = - \frac{Y_x^{\text{effektiv}}}{x_0} \Delta T . \quad (\text{A.11})$$

In diesem verallgemeinerten Sinne sind die in Abschnitt 2.3.2 in den Gleichungen (2.71) und (2.72) eingeführten Biot-Zahlen im Rahmen dieser Arbeit zu verstehen. Wegen der hohen Temperaturen ($T_0 \geq 750^\circ\text{C}$) und der sehr kleinen Kontaktfläche der Probe zum Halter (siehe Abschnitt 4.3), wird bei der dynamischen Emissionsgradmessung der Strahlungstransport sicherlich den größten Anteil an Y_x^{effektiv} ausmachen. Die konkreten Werte von Y_z und Y_r werden durch die Parameteranpassung der in Abschnitt 5.1 beschriebenen Gleichungen an die Messwerte optimiert.

A.2 Polynomielle Näherung für Z_n und R_i

Im Artikel von Cape und Lehman [116] wird eine erste polynomielle Näherung für die transzendente Gleichung (2.77) aus Abschnitt 2.3.2 angegeben, die $Z_n(Y_z)$ wie folgt definiert

$$(Z_n^2 - Y_z^2) \tan(Z_n) = 2 Z_n Y_z \quad n = 0, 1, \dots \quad (\text{A.12})$$

Dabei ist die Umdefinition des Laufindex gegenüber dem Artikel von Watt [119] zu beachten ($n = 1, 2, \dots \mapsto n = 0, 1, \dots$), die im Anschluss an Gleichung (5.10) in Abschnitt 5.1 diskutiert wird. Später wurde die Näherung für $Z_n(Y_z)$ weiter verfeinert [117, 118]. In dieser Arbeit wird die folgende Näherung nach [118] verwendet,¹ wobei in Gleichung (A.13) Korrekturen gegenüber [118: Gl. (13)], nach Rücksprache mit den Autoren, vorgenommen wurden, diese sind rot hervorgehoben

$$\begin{aligned} Z_0 &= \sqrt{2Y_z - \frac{Y_z^2}{3} + \frac{2Y_z^3}{45} - \frac{4Y_z^4}{945} + \frac{2Y_z^5}{14175} + \frac{4Y_z^6}{93555} - \frac{2164Y_z^7}{212837625}}, \\ Z_n &= \pi n + \frac{2}{\pi n} Y_z - \frac{4}{(\pi n)^3} Y_z^2 + \frac{2(24 - (\pi n)^2)}{3(\pi n)^5} Y_z^3 \\ &\quad - \frac{16(15 - (\pi n)^2)}{3(\pi n)^7} Y_z^4 + \frac{2(1120 - 100(\pi n)^2 + (\pi n)^4)}{5(\pi n)^9} Y_z^5 \\ &\quad - \frac{4(10080 - 1120(\pi n)^2 + 23(\pi n)^4)}{15(\pi n)^{11}} Y_z^6 \\ &\quad + \frac{2(2661120 - 352800(\pi n)^2 + 10976(\pi n)^4 - 45(\pi n)^6)}{315(\pi n)^{13}} Y_z^7 \\ &\quad - \frac{704(16380 - 2520(\pi n)^2 + 105(\pi n)^4 - (\pi n)^6)}{105(\pi n)^{15}} Y_z^8 \\ &\quad + \frac{2}{63(\pi n)^{17}} \left(\mathbf{23\,063\,040} - 4\,036\,032(\pi n)^2 \right. \\ &\quad \left. + 210\,672(\pi n)^4 - 3272(\pi n)^6 + 7(\pi n)^8 \right) Y_z^9 \\ &\quad - \frac{4}{945(\pi n)^{19}} \left(1\,176\,215\,040 - 230\,630\,400(\pi n)^2 \right. \\ &\quad \left. + 14\,462\,448(\pi n)^4 - 315\,920(\pi n)^6 + 1689(\pi n)^8 \right) Y_z^{10}. \end{aligned} \quad (\text{A.13})$$

In Gleichung (2.78) aus Abschnitt 2.3.2 wird $R_i(Y_r)$ wie folgt definiert, der Laufindex wird hier ebenfalls analog zu $Z_n(Y_z)$ umbenannt

$$R_i J_1(R_i) = Y_r J_0(R_i) \quad n = 0, 1, \dots \quad (\text{A.14})$$

¹ Geänderte Nomenklatur beachten: $X_m \mapsto Z_n$.

Die polynomielle Näherung für $R_i(Y_r)$ wurde im Rahmen dieser Arbeit neu berechnet. In [118] sind Näherungen für R_0 bis R_2 angegeben,² die für $Y_r = 0 \dots 1$ eine relative Genauigkeit von besser als $2 \cdot 10^{-6}$ aufweisen, für größere Werte von Y_r jedoch zum Teil erheblich von der numerischen Lösung der Gleichung abweichen. Bei den in dieser Arbeit durchgeführten Berechnung von $\Delta T(t)$ hat sich jedoch gezeigt, dass für kleine Zeiten mehr als die in Ref. [118] angegeben ersten drei Lösungen ($i = 1, 2, 3$) für $R_i(Y_r)$ benötigt werden.

Daher wurden die in den Tabellen A.1 bis A.3 aufgelisteten Polynome für R_0 bis R_{20} neu berechnet. Dazu wurde die Lösungen der transzendenten Gleichung mit der Software „Mathematica 9“ mit einer relativen Genauigkeit von ca. 10^{-20} (`WorkingPrecision -> 40`) numerisch berechnet und anschließend angenähert. Dabei wird für einen erweiterten Bereich von $Y_r = 0 \dots 8$ die relative Genauigkeit von R_0 von besser als $2 \cdot 10^{-6}$ beibehalten und für R_1 bis R_{20} auf $2 \cdot 10^{-8}$ verbessert. Die Polynome haben die Form

$$R_i = \sqrt{\sum_{k=0}^{12} a_k (Y_r)^k} . \quad (\text{A.15})$$

² Geänderte Nomenklatur beachten: $z_i \mapsto R_i$.

Tab. A.1: Polynomiellen Näherung für $R_i(\mathbf{Y}_r)$ Neuberechnete
Koeffizienten a_0 bis a_4 für R_0 bis R_{20}

	a_0	a_1	a_2	a_3	a_4
R_0	0	1,999988302	-4,998989081 · 10 ⁻¹	8,300754492 · 10 ⁻²	-4,657637101 · 10 ⁻³
R_1	1,468196996 · 10 ¹	2,000019070	-1,272509405 · 10 ⁻⁴	-4,503582423 · 10 ⁻²	4,042088639 · 10 ⁻³
R_2	4,921845573 · 10 ¹	2,000010283	-4,286936260 · 10 ⁻⁵	-1,346883071 · 10 ⁻²	3,409296455 · 10 ⁻⁴
R_3	1,034994537 · 10 ²	2,000003208	-1,081072200 · 10 ⁻⁵	-6,425890267 · 10 ⁻³	8,197900181 · 10 ⁻⁵
R_4	1,775207665 · 10 ²	2,000003254	-9,042127253 · 10 ⁻⁶	-3,744852304 · 10 ⁻³	2,532392837 · 10 ⁻⁵
R_5	2,712816542 · 10 ²	2,000000591	-1,606631966 · 10 ⁻⁶	-2,455641338 · 10 ⁻³	1,251950012 · 10 ⁻⁵
R_6	3,847819049 · 10 ²	2,000001829	-4,078022094 · 10 ⁻⁶	-1,728779779 · 10 ⁻³	4,939778868 · 10 ⁻⁶
R_7	5,180214409 · 10 ²	2,000000720	-1,592262928 · 10 ⁻⁶	-1,285478632 · 10 ⁻³	3,035238285 · 10 ⁻⁶
R_8	6,710002275 · 10 ²	2,000001256	-2,283036609 · 10 ⁻⁶	-9,918055402 · 10 ⁻⁴	1,548885870 · 10 ⁻⁶
R_9	8,437182478 · 10 ²	2,000000850	-1,509905298 · 10 ⁻⁶	-7,890375662 · 10 ⁻⁴	9,882444712 · 10 ⁻⁷
R_{10}	1,036175495 · 10 ³	1,999990615	1,149833688 · 10 ⁻⁵	-6,489296184 · 10 ⁻⁴	2,137523059 · 10 ⁻⁶
R_{11}	1,248371958 · 10 ³	1,999994438	6,803186616 · 10 ⁻⁶	-5,372980163 · 10 ⁻⁴	1,351265786 · 10 ⁻⁶
R_{12}	1,480307637 · 10 ³	1,999996571	4,188832412 · 10 ⁻⁶	-4,523661919 · 10 ⁻⁴	8,913711059 · 10 ⁻⁷
R_{13}	1,731982531 · 10 ³	1,999997812	2,669831263 · 10 ⁻⁶	-3,861943066 · 10 ⁻⁴	6,096944877 · 10 ⁻⁷
R_{14}	2,003396637 · 10 ³	1,999998562	1,753827353 · 10 ⁻⁶	-3,336074273 · 10 ⁻⁴	4,301913088 · 10 ⁻⁷
R_{15}	2,294549955 · 10 ³	1,999999029	1,183103521 · 10 ⁻⁶	-2,911091808 · 10 ⁻⁴	3,117949942 · 10 ⁻⁷
R_{16}	2,605442484 · 10 ³	1,999999329	8,170877080 · 10 ⁻⁷	-2,562650109 · 10 ⁻⁴	2,313217398 · 10 ⁻⁷
R_{17}	2,936074223 · 10 ³	1,999999527	5,762469906 · 10 ⁻⁷	-2,273357030 · 10 ⁻⁴	1,751620085 · 10 ⁻⁷
R_{18}	3,286445173 · 10 ³	1,999999660	4,140898385 · 10 ⁻⁷	-2,030510427 · 10 ⁻⁴	1,350456431 · 10 ⁻⁷
R_{19}	3,656555332 · 10 ³	1,999999751	3,026322583 · 10 ⁻⁷	-1,824653200 · 10 ⁻⁴	1,057901273 · 10 ⁻⁷
R_{20}	4,046404701 · 10 ³	1,999999815	2,245805012 · 10 ⁻⁷	-1,648624029 · 10 ⁻⁴	8,405727486 · 10 ⁻⁸

Tab. A.2: Polynomiellen Näherung für $R_i(\mathbf{Y}_r)$ Neuberechnete
 Koeffizienten a_5 bis a_9 für R_0 bis R_{20}

	a_5	a_6	a_7	a_8	a_9
R_0	$-2,126\,567\,247 \cdot 10^{-3}$	$8,245\,724\,334 \cdot 10^{-4}$	$-1,646\,370\,374 \cdot 10^{-4}$	$2,171\,088\,108 \cdot 10^{-5}$	$-1,949\,722\,965 \cdot 10^{-6}$
R_1	$1,944\,366\,904 \cdot 10^{-3}$	$-8,236\,512\,660 \cdot 10^{-4}$	$1,708\,076\,737 \cdot 10^{-4}$	$-2,297\,560\,050 \cdot 10^{-5}$	$2,089\,593\,826 \cdot 10^{-6}$
R_2	$1,914\,480\,499 \cdot 10^{-4}$	$-2,593\,116\,859 \cdot 10^{-5}$	$9,523\,369\,325 \cdot 10^{-7}$	$7,558\,993\,050 \cdot 10^{-8}$	$-8,682\,518\,636 \cdot 10^{-9}$
R_3	$4,068\,904\,324 \cdot 10^{-5}$	$-2,541\,831\,991 \cdot 10^{-6}$	$-7,496\,884\,044 \cdot 10^{-8}$	$1,362\,490\,526 \cdot 10^{-8}$	$-4,294\,547\,431 \cdot 10^{-10}$
R_4	$1,460\,217\,335 \cdot 10^{-5}$	$-7,062\,887\,324 \cdot 10^{-7}$	$-2,426\,138\,341 \cdot 10^{-9}$	$6,894\,199\,856 \cdot 10^{-10}$	0
R_5	$5,702\,425\,606 \cdot 10^{-6}$	$-1,399\,992\,382 \cdot 10^{-7}$	$-8,176\,938\,292 \cdot 10^{-9}$	$3,649\,525\,204 \cdot 10^{-10}$	0
R_6	$3,153\,264\,721 \cdot 10^{-6}$	$-9,768\,868\,951 \cdot 10^{-8}$	$3,452\,190\,862 \cdot 10^{-10}$	0	0
R_7	$1,658\,442\,169 \cdot 10^{-6}$	$-3,680\,145\,141 \cdot 10^{-8}$	$-1,985\,219\,271 \cdot 10^{-10}$	0	0
R_8	$1,025\,906\,175 \cdot 10^{-6}$	$-2,170\,314\,539 \cdot 10^{-8}$	0	0	0
R_9	$6,436\,505\,155 \cdot 10^{-7}$	$-1,177\,222\,592 \cdot 10^{-8}$	0	0	0
R_{10}	$2,608\,889\,105 \cdot 10^{-7}$	0	0	0	0
R_{11}	$1,913\,635\,658 \cdot 10^{-7}$	0	0	0	0
R_{12}	$1,426\,866\,927 \cdot 10^{-7}$	0	0	0	0
R_{13}	$1,081\,193\,026 \cdot 10^{-7}$	0	0	0	0
R_{14}	$8,318\,261\,722 \cdot 10^{-8}$	0	0	0	0
R_{15}	$6,490\,753\,877 \cdot 10^{-8}$	0	0	0	0
R_{16}	$5,130\,988\,408 \cdot 10^{-8}$	0	0	0	0
R_{17}	$4,104\,696\,379 \cdot 10^{-8}$	0	0	0	0
R_{18}	$3,319\,713\,404 \cdot 10^{-8}$	0	0	0	0
R_{19}	$2,711\,840\,095 \cdot 10^{-8}$	0	0	0	0
R_{20}	$2,235\,705\,027 \cdot 10^{-8}$	0	0	0	0

Tab. A.3: Polynomiellen Näherung für $R_i(Y_r)$ Neuberechnete Koeffizienten a_{10} bis a_{12} aus Gleichung (A.15) für R_0 bis R_{20}

	a_{10}	a_{11}	a_{12}
R_0	$1,152\,037\,317 \cdot 10^{-7}$	$-4,047\,353\,786 \cdot 10^{-9}$	$6,409\,770\,482 \cdot 10^{-11}$
R_1	$-1,247\,428\,180 \cdot 10^{-7}$	$4,426\,863\,627 \cdot 10^{-9}$	$-7,087\,783\,415 \cdot 10^{-11}$
R_2	$2,546\,505\,583 \cdot 10^{-10}$	0	0
R_3	0	0	0
\vdots	\vdots	\vdots	\vdots
R_{20}	0	0	0

A.3 Analytische Lösung der radialen Entwicklungskoeffizienten $D_i(r)$

In diesem Abschnitt wird die analytische Lösung der radialen Entwicklungskoeffizienten $D_i(r)$ der Temperaturänderung $\Delta T(r, z, t)$ diskutiert. Diese Lösung D_i^M ist Teil des Endergebnisses zur Beschreibung des gemessenen Temperaturhubes (siehe Abschnitt 5.1) und wird zur Auswertung der dynamischen Emissionsgradmessung verwendet. Die dafür relevanten Gleichungen (5.3), (5.6) und (5.13) sind im Folgenden noch einmal zusammengefasst

$$D_i(r) = \frac{2 J_0\left(R_i \frac{r}{r_0}\right)}{J_0(R_i)^2 + J_1(R_i)^2} \int_0^{r_0} \frac{r'}{r_0^2} q_r(r') J_0\left(R_i \frac{r'}{r_0}\right) dr' , \quad (\text{A.16})$$

$$R_i J_1(R_i) = Y_r J_0(R_i) , \quad (\text{A.17})$$

$$q_r(r) = \begin{cases} 0 & r > r_L \\ 1 + c_r J_0\left(x_1 \frac{r}{r_L}\right) & r \leq r_L , \end{cases} \quad (\text{A.18})$$

mit: $x_i \dots i$ -te Nullstelle von $J_1 \rightarrow x_1 \approx 3,8317 \dots$

Die Bedeutung der auftretenden physikalischen Größen und mathematischen Funktionen wird in Abschnitt 5.1 erläutert. Um einen möglichst geringen Rechenaufwand bei der Parameteranpassung von $\Delta T(r, z, t)$ an die Messdaten zu erreichen, müssen die auftretenden Integrale analytisch gelöst werden. Nach [219: Integral 5.54.1] gilt für beliebige Bessel-Funktionen

$$\int x J_p(ax) J_p(bx) dx = \frac{ax J_{p+1}(ax) J_p(bx) - bx J_p(ax) J_{p+1}(bx)}{a^2 - b^2} . \quad (\text{A.19})$$

Für Bessel-Funktionen erster Gattung und ganzzahliger Ordnung n gilt

$$J_0(0) = 1 \quad \text{und} \quad \forall n \in \mathbb{Z} \setminus \{0\} : J_n(0) = 0 . \quad (\text{A.20})$$

Aus Gleichung (A.19) folgt somit für $p = 0$ und $b = 0$

$$\int x J_0(ax) dx = \frac{x}{a} J_1(ax) . \quad (\text{A.21})$$

Somit kann das Integral aus Gleichung (A.16) wie folgt gelöst werden. Es wird die verkürzte Schreibweise \mathcal{I} definiert mit

$$r_0^2 \mathcal{I} := \int_0^{r_0} r' q_r(r') J_0\left(R_i \frac{r'}{r_0}\right) dr' . \quad (\text{A.22})$$

Setzt man $q_r(r)$ nach Gleichung (A.18) ein, ergibt sich

$$\begin{aligned} r_0^2 \mathcal{I} &= \int_0^{r_L} r' J_0\left(R_i \frac{r'}{r_0}\right) dr' + c_r \int_0^{r_L} r' J_0\left(x_1 \frac{r'}{r_L}\right) J_0\left(R_i \frac{r'}{r_0}\right) dr' \\ &\quad + \int_{r_L}^{r_0} r' \cdot 0 \cdot J_0\left(R_i \frac{r'}{r_0}\right) dr' . \end{aligned} \quad (\text{A.23})$$

Die unbestimmten Integralen der Gleichungen (A.19) und (A.21) führen zu

$$\begin{aligned} r_0^2 \mathcal{I} &= \left[r' \frac{r_0}{R_i} J_1\left(R_i \frac{r'}{r_0}\right) \right]_{r'=0}^{r'=r_L} \\ &\quad + \frac{c_r}{\left(\frac{x_1}{r_L}\right)^2 - \left(\frac{R_i}{r_0}\right)^2} \left[x_1 \frac{r'}{r_L} J_1\left(x_1 \frac{r'}{r_L}\right) J_0\left(R_i \frac{r'}{r_0}\right) \right. \\ &\quad \quad \left. - R_i \frac{r'}{r_0} J_0\left(x_1 \frac{r'}{r_L}\right) J_1\left(R_i \frac{r'}{r_0}\right) \right]_{r'=0}^{r'=r_L} . \end{aligned} \quad (\text{A.24})$$

Über die Eigenschaften der Bessel-Funktionen aus Gleichung (A.20) folgt

$$\begin{aligned} \mathcal{I} &= \frac{1}{r_0^2} \frac{r_L r_0}{R_i} J_1\left(R_i \frac{r_L}{r_0}\right) \\ &\quad + \frac{1}{r_0^2} \frac{c_r}{\left(\frac{x_1}{r_L}\right)^2 - \left(\frac{R_i}{r_0}\right)^2} \left(x_1 J_1(x_1) J_0\left(R_i \frac{r_L}{r_0}\right) \right. \\ &\quad \quad \left. - R_i \frac{r_L}{r_0} J_0(x_1) J_1\left(R_i \frac{r_L}{r_0}\right) \right) . \end{aligned} \quad (\text{A.25})$$

Mit Gleichung (A.18) und der verkürzten Schreibweise $R_{L/0} := \frac{r_L}{r_0}$ folgt weiter

$$\begin{aligned} \mathcal{I} &= \frac{R_{L/0}}{R_i} J_1(R_i R_{L/0}) \\ &\quad - \frac{c_r}{\left(\frac{x_1}{R_{L/0}}\right)^2 - R_i^2} R_i R_{L/0} J_0(x_1) J_1(R_i R_{L/0}) , \end{aligned} \quad (\text{A.26})$$

$$= J_1(R_i R_{L/0}) \frac{R_{L/0}}{R_i} \left(1 - \frac{c_r J_0(x_1)}{\left(\frac{x_1}{R_i R_{L/0}}\right)^2 - 1} \right) . \quad (\text{A.27})$$

Aus den Gleichungen (A.16), (A.17) und (A.27) ergibt sich schließlich der

Entwicklungskoeffizient als Funktion des Radius

$$D_i(r) = \frac{2 R_i R_{L/0} J_0\left(\frac{R_i r}{r_0}\right) J_1(R_i R_{L/0})}{\left(R_i^2 + Y_r^2\right) J_0(R_i)^2} \left(1 - \frac{c_r J_0(x_1)}{\left(\frac{x_1}{R_i R_{L/0}}\right)^2 - 1}\right). \quad (\text{A.28})$$

Bei der Messung des Temperaturhubes $\Delta T(r, z, t)$ auf der Probenrückseite wird mit dem Strahlungsthermometer ein Messfleck mit dem Radius r_M ausgewertet (siehe Tabelle 5.2 in Abschnitt 5.2.1). Somit muss das Modell für $\Delta T(r, z, t)$ über diese Kreisfläche gemittelt werden. Die einzige vom Radius r abhängige Komponente in $\Delta T(r, z, t)$ ist $D_i(r)$, für diese ergibt sich mit den Gleichungen (A.21) und (A.28)

$$D_i^M = \frac{\int_0^{r_M} \int_0^{2\pi} r' D_i(r') d\varphi dr'}{\int_0^{r_M} \int_0^{2\pi} r' d\varphi dr'} \quad (\text{A.29})$$

$$= \frac{2 R_i R_{L/0} J_1(R_i R_{L/0})}{\left(R_i^2 + Y_r^2\right) J_0(R_i)^2} \left(1 - \frac{c_r J_0(x_1)}{\left(\frac{x_1}{R_i R_{L/0}}\right)^2 - 1}\right) \frac{2}{r_M^2} \int_0^{r_M} r' J_0\left(\frac{R_i r'}{r_0}\right) dr', \quad (\text{A.30})$$

$$= \frac{2 R_i R_{L/0} J_1(R_i R_{L/0})}{\left(R_i^2 + Y_r^2\right) J_0(R_i)^2} \left(1 - \frac{c_r J_0(x_1)}{\left(\frac{x_1}{R_i R_{L/0}}\right)^2 - 1}\right) \frac{2}{r_M^2} \frac{r_M r_0}{R_i} J_1\left(\frac{R_i r_M}{r_0}\right), \quad (\text{A.31})$$

$$= 4 \frac{r_L}{r_M} \frac{J_1\left(\frac{R_i r_L}{r_0}\right) J_1\left(\frac{R_i r_M}{r_0}\right)}{\left(R_i^2 + Y_r^2\right) J_0(R_i)^2} \left(1 - \frac{c_r J_0(x_1)}{\left(\frac{r_0}{r_L} \frac{x_1}{R_i}\right)^2 - 1}\right). \quad (\text{A.32})$$

Da $R_i = R_i(Y_r)$ ist, hängen die radialen Entwicklungskoeffizienten D_i^M nur noch von den unabhängig bestimmten Parametern r_0 , r_M , r_L , c_r und der Fit-Variablen Y_r ab. Das Ergebnis aus Gleichung (A.32) für D_i^M wird in Abschnitt 5.1 und dem weiteren Verlauf dieser Arbeit verwendet.

Anmerkung 1: Für den Fall einer vollkommen homogenen Verteilung der Laserenergie, d.h. $q_r(r) = 1$ und $r_L = r_0$ bzw. $c_r = 0$ und $R_{L/0} = 1$ ergibt sich für $D_i(r)$ aus Gleichung (A.28) der oft verwendete Zusammenhang nach Cape und Lehman [116: Gl. (19)]

$$D_i(r)^{\text{ideal}} = \frac{2 R_i J_0\left(R_i \frac{r}{r_0}\right) J_1(R_i)}{\left(R_i^2 + Y_r^2\right) J_0(R_i)^2} , \quad (\text{A.33})$$

$$\stackrel{(\text{A.17})}{=} \frac{2 Y_r J_0\left(R_i \frac{r}{r_0}\right)}{\left(R_i^2 + Y_r^2\right) J_0(R_i)} . \quad (\text{A.34})$$

Anmerkung 2: Durch die Wahl von x_1 als Nullstelle von J_1 gilt an den „Rändern“ des Energieprofils

$$\frac{\partial}{\partial r} q_r(0) = -c_r J_1(0) = 0 , \quad (\text{A.35})$$

$$\frac{\partial}{\partial r} q_r(r_L) = -c_r J_1(x_1) = 0 . \quad (\text{A.36})$$

Das heißt, dass der Anschluss bei $r = 0$ stetig differenzierbar ist. Außerdem ist beim Fit der Messdaten des radialen Energieprofils (siehe Abschnitt 4.4.3) sichergestellt, dass es trotz eines kleineren Fit-Bereiches zu keinem Anstieg bei $r = r_L$ kommen kann.

A.4 Berücksichtigung von Interreflexionen

Bei der klassischen, direkten Messung des Emissionsgrades müssen Interreflexionen zwischen der Probe und ihrer Umgebung berücksichtigt werden [64, 71, 72]. Ob Interreflexionen auch bei der dynamischen Emissionsgradmessung berücksichtigt werden müssen, wird im Folgenden über eine Abschätzung der Raumwinkelverhältnisse zwischen Probe und Ofen diskutiert.

Da das verwendete Strahlungsthermometer LP5-HS einen nur sehr geringen Umfeld-Effekt besitzt (siehe Abschnitt 5.2.2.2), muss hier nur die Strahldichte betrachtet werden, die von der Probe ausgeht bzw. reflektiert wird. Die beobachtete Strahldichte ist somit

$$L = \underbrace{L(P) + L(W \rightarrow P)}_{\text{in Kapitel 6 berücksichtigt}} + L(P \rightarrow W \rightarrow P) + \dots, \quad (\text{A.37})$$

wobei mit jeder Reflexion an der Probe (P) und der Wand (W) die Strahldichte weiter abnimmt (siehe Abbildung A.1 (a)). Diese Verringerung der Strahldichte liegt einerseits an einer teilweisen Absorption der Strahlung. Andererseits nimmt die Probe gegenüber einem Wandelement nur einen kleinen Raumwinkel ein, sodass nur ein geringer Anteil der Strahldichte der Probe wieder zu dieser zurück gestrahlt wird. Daher wird im Folgenden die Größe des nächsten, in Kapitel 6 vernachlässigten, Summanden abgeschätzt, also die Reflexion der Strahlung der Probe an der Ofenwand zurück auf die Probe.

Bestrahlungsstärke aufgrund der zurückreflektierten Proben-Strahlung

Geht man, wie in Kapitel 6, wieder von Lambert-Strahlern aus, ergibt sich die zurückreflektierte Strahldichte, wie schon in Abschnitt 6.1.3, aus den jeweiligen Bestrahlungsstärken E_λ wie folgt (siehe Abbildung A.1 (a)). Dabei ist die spektrale Strahldichte der Probe $L_{\lambda,0} := \varepsilon_\lambda^\perp L_{\lambda,S}(T)$.

$$L_\lambda^{P \rightarrow W \rightarrow P} = \frac{(1 - \varepsilon_\lambda^\perp) E_\lambda^{P \rightarrow W \rightarrow P}}{\pi \Omega_0}, \quad (\text{A.38})$$

$$E_\lambda^{P \rightarrow W \rightarrow P} = \int L_\lambda^{P \rightarrow W} d\Omega_p^{W \rightarrow P}, \quad (\text{A.39})$$

$$L_\lambda^{P \rightarrow W} = \frac{(1 - \varepsilon_{\lambda,W}^\perp) E_\lambda^{P \rightarrow W}}{\pi \Omega_0}, \quad (\text{A.40})$$

$$E_\lambda^{P \rightarrow W} = \int L_\lambda^P d\Omega_p^{P \rightarrow W}, \quad (\text{A.41})$$

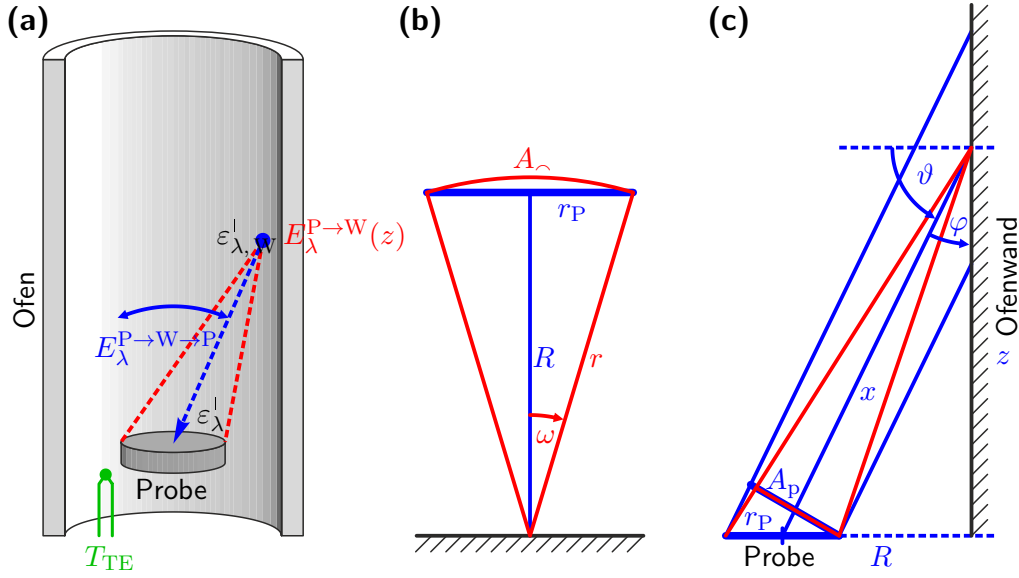


Abb. A.1: Skizzen zur Abschätzung der zur Probe zurück-reflektierten Strahlung

- (a) Für ein Element der Ofenwand an der Position z resultiert aus der Strahldichte der Probe die Bestrahlungsstärke $E_{\lambda}^{P \rightarrow W}(z)$, sodass die diffuse Reflexion (Lambert-Strahler) zur Bestrahlungsstärke $E_{\lambda}^{P \rightarrow W \rightarrow P}$ auf der Probe führt.
- (b) Der projizierte Raumwinkel Ω_p (*Rot*) kann durch die ebene Fläche der Probe πr_p^2 und deren Abstand R (*Blau*) angenähert werden.
- (c) Der Raumwinkel, den die Probe gegenüber einem Wandelement im Abstand z aufspannt, wird über die Parallelprojektion (*Blau*) der Probenfläche angenähert. Dabei wird der Raumwinkel gegenüber der Zentralprojektion (*Rot*) etwas überschätzt.

$$L_{\lambda}^P = L_{\lambda,0} . \quad (\text{A.42})$$

Dabei ist Ω_p der projizierte Raumwinkel³ (siehe Abschnitt 2.1.1) und $(1 - \varepsilon_{\lambda}^P)$ und $(1 - \varepsilon_{\lambda,W}^I)$ sind die gerichtet-hemisphärischen Reflexionsgrade von Probe bzw. Wand. Da die Strahldichte der Probe hier als konstant angenommen werden kann, ergibt sich aus den Gleichungen (A.40) bis (A.42) die an der Wand reflektierte spektrale Strahldichte in Abhängigkeit ihrer Höhe oberhalb der Probe z

$$L_{\lambda}^{P \rightarrow W}(z) = \frac{(1 - \varepsilon_{\lambda,W}^I) L_{\lambda,0} \Omega_p^{P \rightarrow W}(z)}{\pi \Omega_0} . \quad (\text{A.43})$$

³ Genauer: der projizierte Raumwinkel der Empfängerfläche $\Omega_{p,2}$. Da hier stets die Bestrahlungsstärke diskutiert wird, wird auf die zusätzliche Indizierung verzichtet.

Wegen der in Abbildung A.1 erkennbaren Zylindersymmetrie des Problems, hängt der projizierte Raumwinkel der Probe gegenüber einem Flächenelement der Wand nur von dessen Abstand zur Probe z ab. Aus den Gleichungen (A.39) und (A.43) ergibt sich schließlich bei der vorliegenden Geometrie

$$E_{\lambda}^{\text{P} \rightarrow \text{W} \rightarrow \text{P}} = \int_z \frac{(1 - \varepsilon_{\lambda, \text{W}}^{\perp}) L_{\lambda, 0} \Omega_{\text{P}}^{\text{P} \rightarrow \text{W}}(z)}{\pi \Omega_0} d\Omega_{\text{P}}^{\text{W} \rightarrow \text{P}}(z) , \quad (\text{A.44})$$

$$= \frac{(1 - \varepsilon_{\lambda, \text{W}}^{\perp}) L_{\lambda, 0}}{\pi} 2\pi \int_z \frac{\Omega_{\text{P}}^{\text{P} \rightarrow \text{W}}(z)}{\Omega_0} \frac{R^2 z}{(R^2 + z^2)^2} dz \Omega_0 . \quad (\text{A.45})$$

Das Integral des projizierten Raumwinkels der Ofenwand gegenüber der Probe wurde bereits in Gleichung (6.23) in Abschnitt 6.1.3 durch die Integration längs der Ofenwand substituiert. Für diese Abschätzung muss folglich noch der projizierte Raumwinkel der Probe gegenüber einem Flächenelement der Wand $\Omega_{\text{P}}^{\text{P} \rightarrow \text{W}}(z)$ abgeschätzt werden.

Einschub: Projizierter Raumwinkel Wie mit Hilfe von Abbildung A.1 deutlich wird, kann der projizierte Raumwinkel der Probe, bei der vorliegenden Geometrie, nicht so einfach berechnet werden. Er wird daher im nächsten Absatz über die Fläche eines projizierten Kreises abgeschätzt. Hier soll demonstriert werden, dass bei den hier typischen Größenordnungen der Fehler bei dieser Abschätzung nicht sehr groß ist.

Geht man von einer Probe mit dem Radius r_{P} aus, die sich im Abstand R (Radius der Ofenwand) senkrecht über einer Fläche befindet (siehe Abbildung A.1 (b)), so ergibt sich der projizierte Raumwinkel der Probe aus (siehe auch [11: Gl. A4.9])

$$\Omega_{\text{P}}(\text{Probe}_{\perp}) = 2\pi \int_0^{\omega} \sin(\vartheta) \cos(\vartheta) d\vartheta \Omega_0 , \quad (\text{A.46})$$

$$= \frac{\pi}{2} (1 - \cos(2\omega)) \Omega_0 , \quad (\text{A.47})$$

$$\begin{aligned} \downarrow \quad \tan(\omega) &= r_{\text{P}}/R = 5 \text{ mm}/15,8 \text{ mm} \\ &\approx 0,286 \text{ sr} . \end{aligned} \quad (\text{A.48})$$

Vernachlässigt man die Projektion der einzelnen Flächenelemente bei der Integration bis zum halben Öffnungswinkel ω , ergibt sich der vom Zahlenwert größere Raumwinkel der Probe

$$\Omega(\text{Probe}_\perp) = 2\pi \int_0^\omega \sin(\vartheta) d\vartheta \Omega_0 , \quad (\text{A.49})$$

$$= 2\pi (1 - \cos(\omega)) \Omega_0 , \quad (\text{A.50})$$

$$\approx 0,293 \text{ sr} . \quad (\text{A.51})$$

Da der Raumwinkel auch über die Teilfläche einer Kugel A_\ominus und deren Radius r definiert ist, kann der Raumwinkel der Probe auch über deren ebene Kreisfläche approximiert werden (siehe Abbildung A.1 (b))

$$\Omega(\text{Probe}_\perp) = \frac{A_\ominus}{r^2} \Omega_0 , \quad (\text{A.52})$$

$$\approx \frac{A_{\text{Probe}}}{R^2} \Omega_0 = \frac{\pi r_{\text{P}}^2}{R^2} \Omega_0 , \quad (\text{A.53})$$

$$\approx 0,315 \text{ sr} . \quad (\text{A.54})$$

Für beide Näherungen des projizierten Raumwinkels gilt offensichtlich, dass sie diesen für kleinere Öffnungswinkel besser approximieren. Für die hier untersuchten typischen Größen (r_{P} und R) wird der projizierte Raumwinkel durch die Approximation des Raumwinkels mit der ebenen Kreisfläche um etwa 10% überschätzt. Es lässt sich allgemein zeigen, dass für eine Kreisscheibe endlicher Größe stets

$$\Omega_{\text{p}}(\text{Probe}_\perp) < \Omega(\text{Probe}_\perp) < \frac{A_{\text{Probe}}}{R^2} \Omega_0 \quad (\text{A.55})$$

gilt.⁴ Für die Abschätzung des projizierten Raumwinkels der Probe entlang der Ofenwand muss der über die ebene Fläche abgeschätzte Raumwinkel noch mit $\cos(\vartheta)$ multipliziert werden, sodass ein mittlerer Projektionswinkel berücksichtigt wird. Im eben betrachteten Beispiel ist $\cos(\vartheta) = 1$.

Abschätzung des projizierten Raumwinkels der Probe Aus den Überlegungen des vorherigen Absatzes folgt für den noch zu berechnenden Raumwinkel aus Gleichung (A.44)

$$\frac{\Omega_{\text{p}}^{\text{P} \rightarrow \text{W}}(z)}{\Omega_0} \lesssim \frac{A_{\text{p}}(z)}{x^2(z)} \cos(\vartheta(z)) , \quad (\text{A.56})$$

⁴ Für den Nachweis der zweiten Ungleichung muss die Fläche der Kugelkalotte A_\ominus durch die Größen der Probengeometrie ausgedrückt werden (siehe Abbildung A.1 (b)). Es ergibt sich $A_\ominus = 2\pi (r_{\text{P}}^2 + R^2 - R\sqrt{r_{\text{P}}^2 + R^2})$.

wobei A_p die projizierte Fläche der Probe und x die Entfernung der projizierten Fläche ist (siehe Abbildung A.1 (c)).

Die projizierte Kreisfläche der Probe ergibt sich streng genommen aus einer vom jeweiligen Fußpunkt ausgehenden Zentralprojektion. Dies führt zu einer Ellipse, deren Mittelpunkt jedoch nicht auf der Projektionsachse des Kreismittelpunktes liegt [220: Kap. 13.4]. Daher wird vereinfacht von einer Parallelprojektion der Probenfläche ausgegangen (siehe Abbildung A.1 (c)). Diese Ellipse überschätzt etwas die Fläche der eigentlichen Zentralprojektion, was wiederum zu einem etwas überschätzten Raumwinkel führt.

Mit den in Abbildung A.1 (c) skizzierten Größen ergibt sich für die Ellipsenfläche und die Entfernung

$$A_p \lesssim \pi r_p r_p \cos(\varphi) , \quad (\text{A.57})$$

$$x = \sqrt{R^2 + z^2} - r_p \sin(\varphi) . \quad (\text{A.58})$$

Mit den Winkelbeziehungen $\cos(\vartheta) = \sin(\varphi)$ und $\tan(\varphi) = R/z$ folgt

$$\frac{\Omega_p^{\text{P} \rightarrow \text{W}}(z)}{\Omega_0} \lesssim \frac{\pi r_p^2 \cos(\varphi) \sin(\varphi)}{\left(\sqrt{R^2 + z^2} - r_p \sin(\varphi)\right)^2} , \quad (\text{A.59})$$

$$= \frac{\pi r_p R z}{\left(r_p R - z\sqrt{R^2 + z^2}\sqrt{1 + \frac{R^2}{z^2}}\right)^2} . \quad (\text{A.60})$$

Daraus ergibt sich mit Gleichung (A.44) die Bestrahlungsstärke auf der Probe, die aus der Rückreflexion der Strahldichte der Probe an den Ofenwänden resultiert

$$\frac{E_\lambda^{\text{P} \rightarrow \text{W} \rightarrow \text{P}}}{L_{\lambda,0} \Omega_0} \lesssim 2(1 - \varepsilon_{\lambda, \text{W}}^{\perp}) \int_0^H \frac{\pi r_p R z}{\left(r_p R - z\sqrt{R^2 + z^2}\sqrt{1 + \frac{R^2}{z^2}}\right)^2} \frac{R^2 z}{(R^2 + z^2)^2} dz . \quad (\text{A.61})$$

Die numerische Lösung dieses Integrals mit den in Abschnitt 6.2 ermittelten Werten ($\varepsilon_{\lambda, \text{W}}^{\perp} = 0,8$; $r_p = 5 \text{ mm}$; $R = 15,8 \text{ mm}$; $H = 200 \text{ mm}$) ergibt

$$\frac{E_\lambda^{\text{P} \rightarrow \text{W} \rightarrow \text{P}}}{L_{\lambda,0} \Omega_0} \lesssim 0,02 . \quad (\text{A.62})$$

Da es sich bereits bei Gleichung (A.61) um eine Abschätzung handelt, werden die Unsicherheiten der einzelnen Werte hier vernachlässigt.

Diskussion Das Ergebnis in Gleichung (A.62) zeigt zum einen, dass nach Gleichung (A.38) für die zurückreflektierte Strahlung der Probe gilt

$$L_{\lambda}^{\text{P} \rightarrow \text{W} \rightarrow \text{P}} \lesssim 0,006 (1 - \varepsilon_{\lambda}^{\text{I}}) L_{\lambda,0} , \quad (\text{A.63})$$

das heißt, weniger als 6 ‰ der ursprünglichen Temperaturstrahlung der Probe $L_{\lambda,0} = \varepsilon_{\lambda}^{\text{I}} L_{\lambda,\text{S}}(T)$ werden wieder von der Probe zum Detektor reflektiert. Je nach Emissions- bzw. Reflexionsgrad kann dieser Anteil noch deutlich geringer ausfallen, zumal hier eine Abschätzung der oberen Grenze vorgenommen wurde.

Zum anderen kann die Bestrahlungsstärke nach Gleichung (A.62) mit der Bestrahlungsstärke im Zentrum der Probe aufgrund der heißen Ofenwände nach den Gleichungen (6.39) und (6.41) verglichen werden. Da die Temperaturen der Probe T_0 und die über das Thermoelement im Zentrum des Ofens ermittelte Temperatur T_{TE} konstruktionsbedingt gut übereinstimmen (siehe Abbildung 6.2), gilt auch $L_{\lambda,\text{S}}(T_0) \approx L_{\lambda,\text{S}}(T_{\text{TE}})$. Somit ergibt sich im Vergleich der beiden Bestrahlungsstärken, mit den Werten von $\mathcal{E}_{\text{W}}(T_{\text{TE}})$ aus Abbildung 6.6 für $T_{\text{TE}} = (750 \dots 1500)^\circ\text{C}$ und $\varepsilon_{\lambda,\text{W}}^{\text{I}} = 0,8 \pm 0,2$ (siehe Gleichung (6.29))

$$\frac{E_{\lambda}^{\text{P} \rightarrow \text{W} \rightarrow \text{P}}}{E_{\lambda}^{\text{W} \rightarrow \text{P}}(T_{\text{TE}})} \lesssim \frac{0,02 \varepsilon_{\lambda}^{\text{I}} L_{\lambda,\text{S}}(T_0) \Omega_0}{\pi \varepsilon_{\lambda,\text{W}}^{\text{I}} \mathcal{E}_{\text{W}}(T_{\text{TE}}) L_{\lambda,\text{S}}(T_{\text{TE}}) \Omega_0} , \quad (\text{A.64})$$

$$\begin{aligned} & \downarrow L_{\lambda,\text{S}}(T_0) \approx L_{\lambda,\text{S}}(T_{\text{TE}}) \\ & \lesssim \frac{0,02 \varepsilon_{\lambda}^{\text{I}}}{(1,5 \pm 0,6) \dots (1,8 \pm 0,6)} . \end{aligned} \quad (\text{A.65})$$

Die in Kapitel 6 nicht berücksichtigte Rückreflexion der Probenstrahlung macht demnach weniger als 10 ‰ der Unsicherheit bei der Bestimmung der Bestrahlungsstärke aufgrund der Ofenwänden aus. Zum einen wurde hier der Raumwinkel der Probe und somit auch die zurückreflektierte Strahlung der Probe bewusst überschätzt, zum anderen reduziert sich der Anteil der Probe mit sinkendem Emissionsgrad weiter, sodass in der Praxis noch deutlich geringere Anteile zu erwarten sind. Somit kann sie bei der Berechnung des Emissionsgrades vernachlässigt werden.

Zusammengefasst ergibt sich zum Beispiel für eine sandgestrahlte Wolfram-Probe (siehe Abschnitt 8.2) mit einem Emissionsgrad von $\varepsilon_{\lambda}^{\text{I}} \approx 0,7$ bei der Temperatur $T_0 \approx T_{\text{TE}} = 1000^\circ\text{C}$ eine durch das Strahlungsthermometer beobachtete Strahldichte von (siehe Gleichungen (6.11) und (A.37))

$$L_\lambda = \underbrace{\tau_{\text{LP5,F}}^{\text{II}} \left[L_\lambda^{\text{P}} + L^{\text{W} \rightarrow \text{P}} + L^{\text{P} \rightarrow \text{W} \rightarrow \text{P}} + \dots \right]}_{\text{berücksichtigt}}, \quad (\text{A.66})$$

$$\hookrightarrow \frac{L_\lambda}{L_{\lambda,\text{S}}(T_0)} \approx \underbrace{(0,932 \pm 0,003) \left[\underbrace{\tau_{\text{LP5,F}}^{\text{II}}}_{\downarrow} \underbrace{\varepsilon_\lambda^{\downarrow}}_{\downarrow} + \underbrace{(1-\varepsilon_\lambda^{\downarrow})\varepsilon_{\lambda,\text{W}}^{\downarrow} \mathcal{E}_{\text{W}}}_{\downarrow} + \underbrace{0,02(1-\varepsilon_\lambda^{\downarrow})\varepsilon_\lambda^{\downarrow}/\pi}_{\downarrow} \right]}_{\text{in Kapitel 6 berücksichtigt}}. \quad (\text{A.67})$$

Dabei ist $\tau_{\text{LP5,F}}^{\text{II}}$ der Transmissionsgrad des Fensters, durch das die Probe beobachtet wird (siehe Abschnitt 6.2.3). Die inhomogene Temperaturverteilung des Ofens und seine nur näherungsweise bekannten Materialeigenschaften führen zu einer, im Vergleich zur klassischen Emissionsgradmessung [64, 69], großen Unsicherheit der Strahlungskorrektur. Diese schließt auch Korrekturen höherer Ordnung, wie Interreflexionen oder eventuelle Streuungen am oberen Fenster mit ein, sodass diese in Kapitel 6 nicht gesondert berücksichtigt werden müssen. Durch die Kombination radiometrischer und kalorimetrischer Messungen bei der dynamischen Emissionsgradmessung können hierbei trotzdem vergleichbare Unsicherheiten für den Emissionsgrad erzielt werden (siehe Kapitel 8).

Abbildungs- und Tabellenverzeichnis

Abb. 2.1	Spektrale Strahldichte des Schwarzen Körpers	25
Abb. 2.2	Prinzipskizze eines Strahlungsthermometers	26
Abb. 2.3	Skizze zur Beziehung zwischen Emission, Absorption, Reflexion und Transmission	38
Abb. 2.4	Methoden zur Emissionsgradmessung	40
Abb. 2.5	Prinzip des Laser-Flash-Verfahrens	50
Abb. 2.6	Funktionsprinzip einer Thermosäule	56
Tab. 2.1	Zusammenfassung der Nomenklatur von Unsicherheitsangaben	60
Tab. 4.1	Eigenschaften der Lasermessköpfe	70
Abb. 4.1	Aufbau zur Messung der Energiedichte	71
Abb. 4.2	Kalibrierung der Laserenergiemessgeräte	74
Abb. 4.3	Energiedichteprofil des Laserstrahls in Abhängigkeit der Entfer- nung zum Kollimator	77
Abb. 4.4	Radiales Strahlprofil bei verschiedenen Einstellungen des Lasers	78
Tab. 4.2	Reflektierte und transmittierte Strahlung am Keilfenster	81
Abb. 4.5	Graphit-Probenhalter mit Blende	82
Abb. 4.6	Foto des Strahlteilers und Skizze des Keilfensters	83
Abb. 4.7	Abhängigkeit des Strahlteilverhältnisses von der Energie des Laserstrahls	86
Abb. 4.8	Strahlteilverhältnis als Funktion der Ofentemperatur	87
Tab. 4.3	Typische relative Unsicherheiten bei der Bestimmung der Energie des Laserpulses	89
Abb. 4.9	Messung des Radius der Graphit-Blende	91
Abb. 4.10	Verteilung der Energie des Laserstrahls an der Probenposition	92
Abb. 4.11	Bestimmung der Parameter der räumlichen Energieverteilung $q_r(r)$	94
Abb. 4.12	Variation des zeitlichen Profils des Laserpulses	96
Abb. 4.13	Parameter von $q_t(t)$ in Abhängigkeit der Lasereinstellungen	97
Abb. 4.14	Übereinstimmung der berechneten und gemessenen, zeitlichen Laserprofile	98
Abb. 4.15	Aluminiumoxid-Probenhalter mit Molybdän-Blende	100
Abb. 4.16	Thermische Ausdehnung von Molybdän und Graphit	102
Abb. 5.1	Veranschaulichung der Lösung für $\Delta T^M(t)$	110
Tab. 5.1	Typische Bedingungen bei der dynamischen Emissionsgradmessung	112

Tab. 5.2	Eigenschaften des LP5-HS	113
Abb. 5.2	Aufbau des LP5-HS	114
Abb. 5.3	Überprüfung der Zeitskala im HS-Modus des LP5-HS	121
Abb. 5.4	Transmissionsgrad des Interferenzfilters	123
Abb. 5.5	Temperatur-Kalibrierung des LP5-HS	125
Abb. 5.6	Unsicherheit der Temperaturskala des LP5-HS	130
Abb. 5.7	Übersicht über die Messbereiche im HS-Modus	133
Abb. 5.8	Ergebnis und Unsicherheit der Kalibrierung des HS-Modus	134
Abb. 5.9	Unsicherheiten der Temperaturmessung im LS- und HS-Modus	135
Abb. 5.10	Schritte 1 und 2 zur Bestimmung der adiabatischen Temperatur- änderung	139
Abb. 5.11	Schritte 3 und 4 zur Bestimmung der adiabatischen Temperatur- änderung	141
Abb. 5.12	Schritt 6 zur Bestimmung der adiabatischen Temperaturänderung	145
Tab. 5.3	Typische Unsicherheiten des adiabatischen Temperaturhubes	148
Abb. 5.13	Schritt 7 zur Bestimmung der adiabatischen Temperaturänderung	149
Abb. 6.1	Iterative Lösung des $\Delta T(\varepsilon_\lambda^1)$ -Problems	154
Abb. 6.2	Strahlungskorrektur	161
Abb. 6.3	Aufbau zur Messung der Temperaturverteilung des Ofens	165
Abb. 6.4	Temperaturverteilung des Ofens	166
Abb. 6.5	Interpolation der Temperaturverteilung des Ofens	169
Abb. 6.6	Bestrahlungsstärke im Zentrum der Probe aufgrund der heißen Ofenwände	171
Abb. 6.7	Transmissionsgradmessung des oberen Fensters	174
Abb. 6.8	Transmissionsgrad des oberen Fensters	177
Abb. 7.1	Foto des Messplatzes $AD\varepsilon M$	180
Abb. 7.2	Ofen und Probenhalter	181
Abb. 7.3	Typischer Temperaturverlauf während einer Messung	187
Abb. 7.4	Übersicht zur Analyse der gesamten Messung	188
Tab. 8.1	Eigenschaften der untersuchten Graphit-Probe	196
Abb. 8.1	Spezifische Wärmekapazität von Graphit	197
Abb. 8.2	Emissionsgradmesswerte von Graphit in Abhängigkeit der Tem- peraturänderung	199
Tab. 8.2	Messergebnisse: Emissionsgrad von Graphit	201
Abb. 8.3	Emissionsgrad von Graphit	202
Tab. 8.3	Übersicht der Messungen an Wolfram	205
Abb. 8.4	Spezifische Wärmekapazität von Wolfram	206
Abb. 8.5	Emissionsgrad von sandgestrahltem Wolfram	208
Tab. 8.4	Messergebnisse: Emissionsgrad von sandgestrahltem Wolfram	209
Abb. 8.6	Konsistenzprüfung der 3 Messprinzipien bei der dynamischen Emissionsgradmessung	211

Abb. 8.7	Größe der einzelnen Unsicherheitsbeiträge	214
Abb. 8.8	Anteil der Unsicherheitsbeiträge	215
Tab. A.1	Polynomiellen Näherung für $R_i(Y_r)$	243
Tab. A.2	Polynomiellen Näherung für $R_i(Y_r)$	244
Tab. A.3	Polynomiellen Näherung für $R_i(Y_r)$	245
Abb. A.1	Skizzen zur Abschätzung der zur Probe zurückreflektierten Strahlung	251

Publikationsliste

Teile dieser Dissertation wurden in Fachzeitschriften, Tagungsbänden und auf Konferenzen bereits veröffentlicht. In der folgenden, chronologisch sortierten Publikationsliste sind vorangestellten Nummern die Verweise zu den vollständigen Einträgen im Literaturverzeichnis.

Fachzeitschriften und Tagungsbände

- [140] KRENEK, S. ; GILBERS, D. ; ANHALT, K. ; TAUBERT, D. R. ; HOLLANDT, J.: A Dynamic Method to Measure Emissivity at High Temperatures. *Int. J. Thermophys.* 36 (2015) S. 1713.
- [90] HAY, B. ; ANHALT, K. ; CHAPMAN, L. ; BOBORIDIS, K. ; HAMEURY, J. ; KRENEK, S. ; VLAHOVIC, L. ; FLEURENCE, N. ; BENEŠ, O.: Traceability Improvement of High Temperature Thermal Property Measurements of Materials for New Fission Reactors. *IEEE T. Nucl. Sci.*, 61 (2014) S. 2112.
- [139] KRENEK, S. ; ANHALT, K.: Dynamische Emissionsgradmessung von 800°C bis 2000°C. *Temperatur 2013* (2013) S. 243.
- [202] HAY, B. ; ANHALT, K. ; CHAPMAN, L. ; HAMEURY, K. B. ; KRENEK, S.: High Temperatures Thermophysical Properties of Advanced Materials for Nuclear Design. *Proc. 2nd IMEKO TC11 Internat. Symp.* (2011) S. 71.
- [138] KRENEK, S. ; ANHALT, K. ; LINDEMANN, A. ; MONTE, C. ; HOLLANDT, J. ; HARTMANN, J.: A Study on the Feasibility of Measuring the Emissivity with the Laser-Flash Method. *Int. J. Thermophys.* 31 (2010) S. 998.

Konferenzen

- [216] KRENEK, S. ; GILBERS, D. ; ANHALT, K. ; TAUBER, D. R. ; HOLLANDT, J.: A Dynamic Method to Measure Emissivity at High Temperatures. *TEMPMEKO 2013* (2013-10 Funchal). – Vortrag.
- KRENEK, S. ; GILBERS, D. ; ANHALT, K.: A Dynamic Method to Measure Emissivity Above 1100 K. *10th International Workshop on Subsecond Thermophysics* (2013-06 Karlsruhe). – Poster.
 - KRENEK, S. ; ANHALT, K.: Dynamische Emissionsgradmessung von 800 °C bis 2000 °C. *Temperatur 2013* (2013-06 Berlin). – Poster.
 - KRENEK, S. ; ANHALT, K. ; HOLLANDT, J. ; HARTMANN, J.: Modifying a LFA for Dynamic Emissivity Measurements. *Anwendertreffen zur Laser Flash Technik* (2010-10 Dresden) – Vortrag.
 - KRENEK, S. ; ANHALT, K. ; LINDEMANN, A. ; HOLLANDT, J. ; HARTMANN, J.: Dynamic Emissivity Measurement: First Results. *9th International Workshop on Subsecond Thermophysics* (2010-09 Graz) – Vortrag
 - KRENEK, S. ; ANHALT, K. ; LINDEMANN, A. ; HOLLANDT, J. ; HARTMANN, J.: A Dynamic Method to Measure Emissivity at High Temperatures. *TEMPMEKO & ISHM 2010* (2010-06 Portorož) – Vortrag.
 - KRENEK, S. ; ANHALT, K. ; LINDEMANN, A. ; MONTE, C. ; HOLLANDT, J. ; HARTMANN, J.: A Study on the Feasibility of Measuring the Emissivity with the Laser-Flash Method. *17th Symposium on Thermophysical Properties*. (2009-06 Boulder) – Vortrag.
 - KRENEK, S.: Eine Machbarkeitsstudie zur Emissionsgrad-Messung nach der Laser-Flash-Methode. *Jahrestagung 2009 des AK Thermophysik in der GEFTA* (2009-03 Selb) – Vortrag.

Literaturverzeichnis

- [1] BERNHARD, F.: Kapitel 1: Einführung. In: BERNHARD, F. (Hrsg.): *Handbuch der Technischen Temperaturmessung*. 2. Auflage. Springer Vieweg, Berlin Heidelberg, (2014). – ISBN 978–3–642–24505–3, S. 1. – <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-642-24506-0> [zitiert auf S. 13].
- [2] HARDY, A.: Kirchhoffs schwarzer Kasten. In: SCHOW, E. (Hrsg.) ; SIMON, J. (Hrsg.): *maßstäbe Heft 9: Die Gradmesser*, (2008). – ISSN 1618–1999, S. 15. – http://www.ptb.de/cms/fileadmin/internet/publikationen/masstaebe/Hefte_Komplett_PDF/mst09.pdf , Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 13, 232].
- [3] HOLLANDT, J. ; FRIEDRICH, R. ; GUTSCHWAGER, B. ; TAUBERT, D. R. ; HARTMANN, J.: High-accuracy radiation thermometry at the National Metrology Institute of Germany, the PTB. In: *High Temp. – High Press.* 35/36 (2003/2004), 379. <http://dx.doi.org/10.1068/htjr127> [zitiert auf S. 13, 21, 22, 29, 124, 127].
- [4] RIGHINI, F. ; CEZAIRLIYAN, A.: Pulse Method of Thermal Diffusivity Measurements (A Review). In: *High Temp. – High Press.* 5 (1973), 481 [zitiert auf S. 13, 14, 48, 65, 108, 229, 232].
- [5] VOZÁR, L. ; HOHENAUER, W.: Flash method of measuring the thermal diffusivity. A review. In: *High Temp. – High Press.* 35/36 (2003/2004), 253. <http://dx.doi.org/10.1068/htjr119> [zitiert auf S. 13, 48, 51, 65, 79, 108, 229, 232].
- [6] PARKER, W. J. ; JENKINS, R. J. ; BUTLER, C. P. ; ABBOTT, G. L.: Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity. In: *J. Appl. Phys.* 32 (1961), 1679. <http://dx.doi.org/10.1063/1.1728417> [zitiert auf S. 14, 15, 48, 49, 65, 108, 109, 140, 149, 229, 232, 235].
- [7] SCHREIBER, E.: Verfahren zur Optischen Messung Thermophysikalischer Eigenschaften. In: *Temperatur 2013*, (2013). – ISBN 978–3–9810021–8–8, S. 203 [zitiert auf S. 15, 113, 116, 233].
- [8] BAEHR, H.D. ; STEPHAN, K.: *Wärme- und Stoffübertragung*. 8. Auflage. Springer, Berlin Heidelberg, (2013) <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-642-36558-4>. – ISBN 978–3–642–36557–7 [zitiert auf S. 17, 32, 34, 38, 39].

- [9] SIEGEL, R. ; HOWELL, J.R.: *Thermal Radiation Heat Transfer*. Third Edition. Hemisphere Pub. Corp., New York, (1981). – ISBN 978–0–89116–271–1 [zitiert auf S. 17, 32, 34, 36, 38, 39, 45, 195].
- [10] KAASE, H. ; SERICK, F.: Kapitel 5: Optische Strahlung und ihre Messung. In: NIEDRIG, H. (Hrsg.): *Bergmann / Schaefer: Lehrbuch der Experimentalphysik, Bd. 3: Optik*. 10. Auflage. Walter de Gruyter, Berlin, (2004). – ISBN 978–3–11–017081–8, S. 633 [zitiert auf S. 17, 32].
- [11] GALL, D.: *Grundlagen der Lichttechnik : Kompendium*. Pflaum Verlag, (2004). – ISBN 978–3–7905–0923–6 [zitiert auf S. 17, 18, 20, 32, 252].
- [12] DOLLINGER, J.: *Erstaunliches und Bekanntes beim Planckschen Strahlungsgesetz*. (2014). – abrufbar unter <http://magrathea.ulm.ccc.de/~juergen/physik/planck-wien.pdf>, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 19].
- [13] LAMBERT, J. H.: *Photometria, sive de mensura et gradibus luminis, colorum et umbrae*. Klett, Augsburg, (1760) <http://digital.slub-dresden.de/id370607139> [zitiert auf S. 19, 159, 264].
- [14] ANDING, E. (Hrsg.): *Lamberts Photometrie*. W. Engelmann, Leipzig, (1892) <https://openlibrary.org/books/OL23743622M>. – deutsche Übersetzung von [13] mit Anmerkungen [zitiert auf S. 19, 159].
- [15] KIRCHHOFF, G.: Ueber das Verhältniss zwischen dem Emissionsvermögen und dem Absorptionsvermögen der Körper für Wärme und Licht. In: *Ann. Phys.* 185 (1860), 275. <http://dx.doi.org/10.1002/andp.18601850205> [zitiert auf S. 21, 37, 157].
- [16] HOLLANDT, J.: 125 Jahre Forschung an und mit dem schwarzen Körper. In: *PTB-Mitteilungen* 2012-3 (2012), 87. http://www.ptb.de/cms/fileadmin/internet/publikationen/mitteilungen/2012/PTB-Mitteilungen_2012_Heft_3.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 21].
- [17] SCHWINGER, J.: On the Classical Radiation of Accelerated Electrons. In: *Phys. Rev.* 75 (1949), 1912. <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRev.75.1912> [zitiert auf S. 21].
- [18] KLEIN, R. ; BRANDT, G. ; FLIEGAUF, R. ; HOEHL, A. ; MÜLLER, R. ; THORNAGEL, R. ; ULM, G. ; ABO-BAKR, M. ; FEIKES, J. ; v. HARTROTT, M. ; HOLLDAK, K. ; WÜSTEFELD, G.: Operation of the Metrology Light Source as a primary radiation source standard. In: *Phys. Rev. ST Accel. Beams* 11 (2008), 110701. <http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevSTAB.11.110701> [zitiert auf S. 21].
- [19] KLEIN, R. ; BRANDT, G. ; FLIEGAUF, R. ; HOEHL, A. ; MÜLLER, R. ; THORNAGEL, R. ; ULM, G.: The Metrology Light Source operated as a primary source standard. In: *Metrologia* 46 (2009), S266. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/46/4/S25> [zitiert auf S. 21].

- [20] WIEN, W. ; LUMMER, O.: Methode zur Prüfung des Strahlungsgesetzes absolut schwarzer Körper. In: *Ann. Phys.* 292 (1895), 451. <http://dx.doi.org/10.1002/andp.18952921103> [zitiert auf S. 21].
- [21] HARTMANN, J. ; HOLLANDT, J. ; KHLEVNOY, B. ; MOROZOVA, S. ; OGAREV, Se. ; SAKUMA, F.: Chapter 6: Blackbody and other Calibration Sources. In: ZHANG, Z. M. (Hrsg.) ; TSAI, B. K. (Hrsg.) ; MACHIN, G. (Hrsg.): *Radiometric Temperature Measurements: I. Fundamentals*. Academic Press, (2009) (Experimental Methods in the Physical Sciences, Vol. 42). – ISBN 978–0–12–374021–2, S. 241. – [http://dx.doi.org/10.1016/S1079-4042\(09\)04206-4](http://dx.doi.org/10.1016/S1079-4042(09)04206-4) [zitiert auf S. 22].
- [22] SAPRITSKY, V. I.: Black-body radiometry. In: *Metrologia* 32 (1995), 411. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/32/6/2> [zitiert auf S. 22, 29, 124, 127].
- [23] SAPRITSKY, V. I. ; KHLEVNOY, B. B. ; KHROMCHENKO, V. B. ; LISIANSKY, B. E. ; MEKHONTSEV, S. N. ; MELENEVSKY, U. A. ; MOROZOVA, S. P. ; PROKHOROV, A. V. ; SAMOILOV, L. N. ; SHAPOVAL, V. I. ; SUDAREV, K. A. ; ZELENER, M. F.: Precision blackbody sources for radiometric standards. In: *Appl. Opt.* 36 (1997), 5403. <http://dx.doi.org/10.1364/AO.36.005403> [zitiert auf S. 22, 29, 124, 195].
- [24] HARTMANN, J.: High-temperature measurement techniques for the application in photometry, radiometry and thermometry. In: *Phys. Rep.* 469 (2009), 205. <http://dx.doi.org/10.1016/j.physrep.2008.09.001> [zitiert auf S. 22].
- [25] LUMMER, O. ; PRINGSHEIM, E.: Ueber die Strahlung des schwarzen Körpers für lange Wellen. In: *Verhandl. d. DPG*. Friedr. Vieweg & Sohn, (1900) (Bd. 2), S. 163. – abrufbar unter <https://ia600306.us.archive.org/24/items/verhandlungende01goog/verhandlungende01goog.pdf> [zitiert auf S. 22].
- [26] RUBENS, H. ; KURLBAUM, F.: Anwendung der Methode der Reststrahlen zur Prüfung des Strahlungsgesetzes. In: *Ann. Phys.* 309 (1901), 649. <http://dx.doi.org/10.1002/andp.19013090402> [zitiert auf S. 22].
- [27] WIEN, W.: Ueber die Energievertheilung im Emissionsspectrum eines schwarzen Körpers. In: *Ann. Phys.* 294 (1896), 662. <http://dx.doi.org/10.1002/andp.18962940803> [zitiert auf S. 22, 23].
- [28] PLANCK, M.: Ueber eine Verbesserung der Wien'schen Spectralgleichung. In: *Verhandl. d. DPG*. Friedr. Vieweg & Sohn, (1900) (Bd. 2), S. 202. – abrufbar unter <https://ia600306.us.archive.org/24/items/verhandlungende01goog/verhandlungende01goog.pdf> [zitiert auf S. 22].

- [29] PLANCK, M.: Zur Theorie des Gesetzes der Energieverteilung im Normalspectrum. In: *Verhandl. d. DPG*. Friedr. Vieweg & Sohn, (1900) (Bd. 2), S. 237. – abrufbar unter <https://ia600306.us.archive.org/24/items/verhandlungende01goog/verhandlungende01goog.pdf> [zitiert auf S. 22].
- [30] PLANCK, M.: Ueber das Gesetz der Energieverteilung im Normalspectrum. In: *Ann. Phys.* 309 (1901), 553. <http://dx.doi.org/10.1002/andp.19013090310> [zitiert auf S. 22].
- [31] HOLLANDT, J.: Der Schwarze Körper und die Quantisierung der Welt. In: *PTB-Mitteilungen* 2012-2 (2012), 12. http://www.ptb.de/cms/fileadmin/internet/publikationen/mitteilungen/2012/PTB-Mitteilungen_2012_Heft_2.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 22].
- [32] GRÜNDLER, G.: *Die Entdeckung der Bose-Einstein-Statistik*. Astrophysikalisches Institut Neunhof, Mitteilung sd99331, (2011). – abrufbar unter <http://www.astrophys-neunhof.de/mtlg/sd99331.pdf>, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 22].
- [33] MOHR, Peter J. ; TAYLOR, Barry N. ; NEWELL, David B.: CODATA recommended values of the fundamental physical constants: 2010. In: *Rev. Mod. Phys.* 84 (2012), 1527. <http://dx.doi.org/10.1103/RevModPhys.84.1527>. – Daten verfügbar unter <http://physics.nist.gov/cuu/Constants/index.html> [zitiert auf S. 23, 24, 63].
- [34] LORD RAYLEIGH, F. R. S.: Remarks upon the law of complete radiation. In: *Philos. Mag. Ser. 5* 49 (1900), 539. <http://dx.doi.org/10.1080/14786440009463878> [zitiert auf S. 23].
- [35] JEANS, J. H.: Temperature-radiation and the partition of energy in continuous media. In: *Philos. Mag. Ser. 6* 17 (1909), 229. <http://dx.doi.org/10.1080/14786440208636596> [zitiert auf S. 23].
- [36] WIEN, W.: Temperatur und Entropie der Strahlung. In: *Ann. Phys.* 288 (1894), 132. <http://dx.doi.org/10.1002/andp.18942880511> [zitiert auf S. 23].
- [37] STEFAN, J.: Über die Beziehung zwischen der Wärmestrahlung und der Temperatur. In: *Sitzungsberichte der mathematisch-naturwissenschaftlichen Classe der kaiserlichen Akademie der Wissenschaften* 79 (1897), 391. – Kopie unter <http://www.ing-buero-ebel.de/strahlung/Original/Stefan1879.pdf>, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 24].
- [38] BOLTZMANN, L.: Ableitung des Stefan'schen Gesetzes, betreffend die Abhängigkeit der Wärmestrahlung von der Temperatur aus der electromagnetischen Lichttheorie. In: *Ann. Phys.* 258 (1884), 291. <http://dx.doi.org/10.1002/andp.18842580616> [zitiert auf S. 24].

- [39] TINGWALDT, C.: Kapitel 7: Optische Temperaturmeßverfahren für Festkörper, Teil A: Theoretische Grundlagen. In: HENNING, F. (Hrsg.) ; MOSER, H. (Hrsg.): *Temperaturmessung*. 3. Auflage. Springer, Berlin Heidelberg New York, (1977). – ISBN 978-3-540-08229-3, S. 123 [zitiert auf S. 25, 26].
- [40] NUTTER, G. D.: Chapter 4: Radiation Thermometers: Design Principles and Operating Characteristics. In: DEWITT, D. P. (Hrsg.) ; NUTTER, G. D. (Hrsg.): *Theory and Practice of Radiation Thermometry*. John Wiley & Sons, (1989). – ISBN 978-0-471-61018-2, S. 231 [zitiert auf S. 26].
- [41] YOON, H. W. ; EPELDAUER, G. P.: Chapter 4: Radiation Thermometer Designs. In: ZHANG, Z. M. (Hrsg.) ; TSAI, B. K. (Hrsg.) ; MACHIN, G. (Hrsg.): *Radiometric Temperature Measurements: I. Fundamentals*. Academic Press, (2009) (Experimental Methods in the Physical Sciences, Vol. 42). – ISBN 978-0-12-374021-2, S. 133. – [http://dx.doi.org/10.1016/S1079-4042\(09\)04204-0](http://dx.doi.org/10.1016/S1079-4042(09)04204-0) [zitiert auf S. 26, 114, 118].
- [42] HARTMANN, J. ; BERNHARD, F.: Kapitel 13: Strahlungstemperaturmessung. In: BERNHARD, F. (Hrsg.): *Handbuch der Technischen Temperaturmessung*. 2. Auflage. Springer Vieweg, Berlin Heidelberg, (2014). – ISBN 978-3-642-24505-3, S. 1161. – <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-642-24506-0> [zitiert auf S. 26, 40, 42, 45, 46].
- [43] BÜNGER, L. ; ANHALT, K. ; TAUBERT, D. R. ; KRÜGER, U. ; SCHMIDT, F.: Traceability of a CCD-camera system for high-temperature measurements. In: *Int. J. Thermophys.* (eingereicht) [zitiert auf S. 27].
- [44] KEAWPRASERT, T.: *Monochromator-based absolute calibration of radiation thermometers for thermodynamic temperature measurements of high-temperature fixed-points*, Technische Universität Berlin, Dissertation, (2011). <http://nbn-resolving.de/urn/resolver.pl?urn:nbn:de:kobv:83-opus-31978> [zitiert auf S. 27, 118].
- [45] KEAWPRASERT, T. ; ANHALT, K. ; TAUBERT, D.R. ; HARTMANN, J.: Monochromator-Based Absolute Calibration of Radiation Thermometers. In: *Int. J. Thermophys.* 32 (2011), 1697. <http://dx.doi.org/10.1007/s10765-011-1031-x> [zitiert auf S. 27].
- [46] SAUNDERS, P. ; WHITE, D. R.: Physical basis of interpolation equations for radiation thermometry. In: *Metrologia* 40 (2003), 195. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/40/4/309> [zitiert auf S. 27, 122, 124].
- [47] JUNG, H. J. ; VERCH, J.: Ein Rechenverfahren zur Auswertung pyrometrischer Messungen. In: *Optik* 38 (1973), 95 [zitiert auf S. 27, 124].
- [48] SAKUMA, F. ; HATTORI, S.: Establishing a practical temperature standard by using a narrow-band radiation thermometer with a silicon detector. In: SCHOOLEY, J. F. (Hrsg.): *Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry, Vol. 5*. AIP, New York, (1982), S. 421 [zitiert auf S. 27, 124].

- [49] PRESTON-THOMAS, H.: The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90). In: *Metrologia* 27 (1990), 3. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/27/1/002>. – abrufbar unter http://www.bipm.org/utils/common/pdf/its-90/ITS-90_metrologia.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 28, 30, 123].
- [50] PRESTON-THOMAS, H. ; BLOEMBERGEN, P. ; QUINN, T. J.: *Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990 – Radiation Thermometry*. published by BIPM on behalf of the CCT, (1990). – abrufbar unter http://www.bipm.org/utils/common/pdf/its-90/SInf_Chapter_6_2013.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 28, 123].
- [51] FISCHER, J. ; HOLLANDT, J.: Temperatur – Die SI-Basiseinheit Kelvin. In: *PTB-Mitteilungen* 2012-1 (2012), 69. http://www.ptb.de/cms/fileadmin/internet/publikationen/mitteilungen/2012/PTB-Mitteilungen_2012_Heft_1.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 28, 30].
- [52] PTB – FACHBEREICH 7.3: *Kalibrierung von Strahlungsthermometern, Thermographiegeräten, Wolfram-Bandlampen und Hohlraumstrahlern für Temperaturen oberhalb 800 °C*. QM-Arbeitsanweisung 7.3-AA-01, (2011) [zitiert auf S. 29, 31, 124, 127, 128, 130].
- [53] FISCHER, J. ; JUNG, H. J.: Determination of the Thermodynamic Temperatures of the Freezing Points of Silver and Gold by Near-Infrared Pyrometry. In: *Metrologia* 26 (1989), 245. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/26/4/005> [zitiert auf S. 29].
- [54] FRIEDRICH, R. ; FISCHER, J.: New spectral radiance scale from 220 nm to 2500 nm. In: *Metrologia* 37 (2000), 539. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/37/5/43> [zitiert auf S. 29].
- [55] INTERNATIONAL COMMITTEE FOR WEIGHTS AND MEASURES: *The International System of Units (SI)*. 8th Edn. International Bureau of Weights and Measures, (2006). – ISBN 978–92–822–2213–3. – abrufbar unter http://www.bipm.org/utils/common/pdf/si_brochure_8_en.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 30].
- [56] INTERNATIONAL COMMITTEE FOR WEIGHTS AND MEASURES: Definitions of Basic SI Units. In: *Metrologia* 4 (1968), 147. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/4/3/011> [zitiert auf S. 30].
- [57] FISCHER, J. ; DE PODESTA, M. ; HILL, K. D. ; MOLDOVER, M. ; PITRE, L. ; RUSBY, R. ; STEUR, P. ; TAMURA, O. ; WHITE, R. ; WOLBER, L.: Present Estimates of the Differences Between Thermodynamic Temperatures and the ITS-90. In: *Int. J. Thermophys.* 32 (2011), 12. <http://dx.doi.org/10.1007/s10765-011-0922-1> [zitiert auf S. 30].

- [58] STOCK, M. ; FISCHER, J. ; FRIEDRICH, R. ; JUNG, H. J. ; WENDE, B.: The double-heatpipe black body: a high-accuracy standard source of spectral irradiance for measurements of $T - T_{90}$. In: *Metrologia* 32 (1995), 441. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/32/6/7> [zitiert auf S. 31].
- [59] HARTMANN, J. ; THOMAS, R.: *Kalibrierschein für das Strahlungsthermometer LP3, Seriennummer 8012*. Kalibrierzeichen: PTB 7.3-2.1-2011-01, (2009) [zitiert auf S. 31, 124, 128].
- [60] PALMER, J. M.: Chapter 25: The Measurement of Transmission, Absorption, Emission, and Reflection. In: BASS, Michael (Hrsg.): *Handbook of Optics, Vol. 2: Devices, Measurements, and Properties*. Second Edition. McGraw-Hill Professional, (1994). – ISBN 978-0-07-047974-6, S. 25.1 [zitiert auf S. 32, 34, 36, 40, 195].
- [61] NICODEMUS, F. E. ; RICHMOND, J. C. ; HSIA, J. J. ; GINSBERG, I. W. ; LIMPERIS, T.: *Geometrical Considerations and Nomenclature for Reflectance*. U. S. National Bureau of Standards, Monograph 160, (1977). – abrufbar unter <http://www.npsg.uwaterloo.ca/resources/docs/geoConsid.pdf>, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 36].
- [62] NICODEMUS, F. E.: Directional Reflectance and Emissivity of an Opaque Surface. In: *Appl. Opt.* 4 (1965), 767. <http://dx.doi.org/10.1364/AO.4.000767> [zitiert auf S. 37].
- [63] SCHOTT SOLAR CSP GMBH: *Schott PTR 70 Receiver – The 4th Generation*. Katalog/Datenblatt, (2013). http://www.schott.com/csp/english/download/schott_ptr70_4th_generation_brochure.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 39].
- [64] ADIBEKYAN, A. ; MONTE, C. ; KEHRT, M. ; GUTSCHWAGER, B. ; HOLLANDT, J.: Emissivity Measurement Under Vacuum from 4 μm to 100 μm and from -40°C to 450°C at PTB. In: *Int. J. Thermophys.* 36 (2015), 283. <http://dx.doi.org/10.1007/s10765-014-1745-7> [zitiert auf S. 39, 40, 41, 46, 163, 171, 172, 207, 208, 250, 256].
- [65] DEWITT, D. P. ; RICHMOND, J. C.: Chapter 2: Thermal Radiative Properties of Materials. In: DEWITT, D. P. (Hrsg.) ; NUTTER, G. D. (Hrsg.): *Theory and Practice of Radiation Thermometry*. John Wiley & Sons, (1989). – ISBN 978-0-471-61018-2, S. 91 [zitiert auf S. 40].
- [66] LINKA, S.: *Untersuchung der Eigenschaften von Schlacken und Schmelzen in technischen Feuerungen*, Ruhr Universität Bochum, Dissertation, (2003). <http://nbn-resolving.de/urn/resolver.pl?urn:nbn:de:hbz:294-8530> [zitiert auf S. 40].
- [67] JING-MIN, D. ; YANG, S. ; ZONG-WEI, W.: Review of spectral emissivity measurement. In: *Infrared Laser Eng.* 38 (2009), 710 [zitiert auf S. 40].

- [68] HONNER, M. ; HONNEROVÁ, P.: Survey of emissivity measurement by radiometric methods. In: *Appl. Opt.* 54 (2015), 669. <http://dx.doi.org/10.1364/AO.54.000669> [zitiert auf S. 40, 41].
- [69] MONTE, C. ; HOLLANDT, J.: The Measurement of Directional Spectral Emissivity in the Temperature Range from 80 °C to 400 °C at the Physikalisch-Technische Bundesanstalt. In: *High Temp. – High Press.* 39 (2010), 151. <http://www.oldcitypublishing.com/pdf/272> [zitiert auf S. 40, 122, 163, 171, 172, 196, 201, 202, 256].
- [70] MONTE, C. ; HOLLANDT, J.: The determination of the uncertainties of spectral emissivity measurements in air at the PTB. In: *Metrologia* 47 (2010), 172. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/47/2/S14> [zitiert auf S. 40, 41].
- [71] ADIBEKYAN, A. ; MONTE, C. ; KEHRT, M. ; GUTSCHWAGER, B. ; HOLLANDT, J.: Phasendifferenz zwischen Emissions- und Reflexionsgradmessungen an semitransparenten Proben im FIR. In: *Jahrestagung 2014 des AK Thermophysik in der GEFTA*, (2014). – [http://www.ak-thermophysik.de/download/gefta/2014/Phasendifferenz zwischen Emissions- und Reflexionsgradmessungen an semitransparenten Proben im FIR_A_Adibekyan.pdf](http://www.ak-thermophysik.de/download/gefta/2014/Phasendifferenz_zwischen_Emissions-_und_Reflexionsgradmessungen_an_semitransparenten_Proben_im_FIR_A_Adibekyan.pdf), Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 41, 163, 171, 250].
- [72] PÉREZ-SÁEZ, R. B. ; DEL CAMPO, L. ; TELLO, M. J.: Analysis of the Accuracy of Methods for the Direct Measurement of Emissivity. In: *Int. J. Thermophys.* 29 (2008), 1141. <http://dx.doi.org/10.1007/s10765-008-0402-4> [zitiert auf S. 41, 163, 224, 250].
- [73] DEL CAMPO, L. ; PÉREZ-SÁEZ, R. B. ; ESQUISABEL, X. ; FERNÁNDEZ, I. ; TELLO, M. J.: New experimental device for infrared spectral directional emissivity measurements in a controlled environment. In: *Rev. Sci. Instrum.* 77 (2006), 113111. <http://dx.doi.org/10.1063/1.2393157> [zitiert auf S. 41].
- [74] RYDZEK, M ; STARK, T ; ARDUINI-SCHUSTER, M ; MANARA, J: Newly Designed Apparatus for Measuring the Angular Dependent Surface Emittance in a Wide Wavelength Range and at Elevated Temperatures up to 1400 °C. In: *J. Phys. Conf. Ser.* 395 (2012), 012152. <http://dx.doi.org/10.1088/1742-6596/395/1/012152> [zitiert auf S. 41].
- [75] WILTHAN, B. ; HANSEN, L. M. ; MEKHONTSEV, S. N.: Measurements of infrared spectral directional emittance at NIST - A status update. In: *AIP Conf. Proc.* 1552 (2013), 746. <http://dx.doi.org/10.1063/1.4819635> [zitiert auf S. 41, 44].
- [76] Norm DIN EN 60584-1:2014-07 (2014). *Thermoelemente - Teil 1: Thermospannungen und Grenzabweichungen (IEC 60584-1:2013)* [zitiert auf S. 41].

- [77] ONO, A.: Chapter 10: Methods for Reducing Emissivity Effects. In: DEWITT, D. P. (Hrsg.) ; NUTTER, G. D. (Hrsg.): *Theory and Practice of Radiation Thermometry*. John Wiley & Sons, (1989). – ISBN 978-0-471-61018-2, S. 565 [zitiert auf S. 41].
- [78] ZHANG, Z. M. ; MACHIN, G.: Chapter 1: Overview of Radiation Thermometry. In: ZHANG, Z. M. (Hrsg.) ; TSAI, B. K. (Hrsg.) ; MACHIN, G. (Hrsg.): *Radiometric Temperature Measurements: I. Fundamentals*. Academic Press, (2009) (Experimental Methods in the Physical Sciences, Vol. 42). – ISBN 978-0-12-374021-2, S. 1. – [http://dx.doi.org/10.1016/S1079-4042\(09\)04201-5](http://dx.doi.org/10.1016/S1079-4042(09)04201-5) [zitiert auf S. 41].
- [79] VIETZE, H.-P.: Berührungslose Temperaturmessung an hochreflektierenden Oberflächen. In: *Temperatur 2009*, (2009). – ISBN 978-3-9810021-9-5, S. 107 [zitiert auf S. 42].
- [80] PRICE, D. J.: The emissivity of hot metals in the infra-red. In: *Proc. Phys. Soc.* 59 (1947), 118. <http://dx.doi.org/10.1088/0959-5309/59/1/318> [zitiert auf S. 42].
- [81] NEUER, G.: Spectral and total emissivity measurements of highly emitting materials. In: *Int. J. Thermophys.* 16 (1995), 257. <http://dx.doi.org/10.1007/BF01438976> [zitiert auf S. 42, 196, 201, 202].
- [82] NEUER, G. ; JAROMA-WEILAND, G.: Spectral and Total Emissivity of High-Temperature Materials. In: *Int. J. Thermophys.* 19 (1998), 917. <http://dx.doi.org/10.1023/A:1022607426413> [zitiert auf S. 42, 201].
- [83] CEZAIRLIYAN, A. ; KRISHANAN, S. ; MCCLURE, J. L.: Simultaneous measurements of normal spectral emissivity by spectral radiometry and laser polarimetry at high temperatures in millisecond-resolution pulse-heating experiments: Application to molybdenum and tungsten. In: *Int. J. Thermophys.* 17 (1996), 1455. <http://dx.doi.org/10.1007/BF01438679> [zitiert auf S. 42, 45].
- [84] RIGHINI, F.: Evaluation of a Pulse-Heating Reflectometric Technique. In: *Int. J. Thermophys.* 27 (2006), 1. <http://dx.doi.org/10.1007/s10765-006-0019-4> [zitiert auf S. 42, 44, 45].
- [85] PIDAN, S. ; AUWETER-KURTZ, M. ; HERDRICH, G. ; FERTIG, M.: Recombination Coefficients and Spectral Emissivity of Silicon Carbide-Based Thermal Protection Materials. In: *J. Thermophys. Heat. Transfer.* 19 (2005), 566. <http://dx.doi.org/10.2514/1.12814> [zitiert auf S. 42].
- [86] DE VOS, J. C.: Evaluation of the quality of a blackbody. In: *Physica* 20 (1954), 669. [http://dx.doi.org/10.1016/S0031-8914\(54\)80181-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0031-8914(54)80181-9) [zitiert auf S. 42].

- [87] ZHANG, B. ; REDGROVE, J. ; CLARK, J.: New apparatus for measurement of the spectral, angular, and total emissivity of solids. In: *High Temp. – High Press.* 35/36 (2003/2007), 289. <http://dx.doi.org/10.1068/htjr124> [zitiert auf S. 42].
- [88] SAUNDERS, P.: Reflection errors and uncertainties for dual and multi-wavelength pyrometers. In: *High Temp. – High Press.* 32 (2000), 239. <http://dx.doi.org/10.1068/htrt201> [zitiert auf S. 42].
- [89] HERNANDEZ, D. ; SANS, J. L. ; NETCHAIEFF, A. ; RIDOUX, P. ; LE SANT, V.: Experimental validation of a pyroreflectometric method to determine the true temperature on opaque surface without hampering reflections. In: *Measurement* 42 (2009), 836. <http://dx.doi.org/10.1016/j.measurement.2009.01.012> [zitiert auf S. 42].
- [90] HAY, B. ; ANHALT, K. ; CHAPMAN, L. ; BOBORIDIS, K. ; HAMEURY, J. ; KRENEK, S. ; VLAHOVIC, L. ; FLEURENCE, N. ; BENEŠ, O.: Traceability Improvement of High Temperature Thermal Property Measurements of Materials for New Fission Reactors. In: *IEEE T. Nucl. Sci.* 61 (2014), 2112. <http://dx.doi.org/10.1109/TNS.2014.2300552> [zitiert auf S. 42, 112, 197, 198, 204, 206, 229, 261].
- [91] HAY, B. ; HAMEURY, J. ; FLEURENCE, N. ; LACIPIERE, P. ; GREARD, M. ; SCOARNEC, V. ; DAVEE, G.: New Facilities for the Measurements of High-Temperature Thermophysical Properties at LNE. In: *Int. J. Thermophys.* 35 (2014), 1712. <http://dx.doi.org/10.1007/s10765-013-1400-8> [zitiert auf S. 42, 224].
- [92] YAMADA, Y. ; ISHII, J.: In situ Silicon-Wafer Surface-Temperature Measurements Utilizing Polarized Light. In: *Int. J. Thermophys.* 32 (2011), 2304. <http://dx.doi.org/10.1007/s10765-011-1071-2> [zitiert auf S. 43].
- [93] DEWITT, D. P. ; KUNZ, H.: Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry. In: PLUMB, H. H. (Hrsg.): *Pittsburg: Instrument Society of America*, (1972), S. 599 [zitiert auf S. 43].
- [94] SCHREIBER, E. ; NEUER, G.: The Laser Absorption Pyrometer for Simultaneous Measurement of Surface Temperatures and Emissivity. In: MARCARINO, P. (Hrsg.): *Proceedings of TEMPMEKO '96*, Levrotto & Bella, Torino, (1997). – ISBN 978-88-8218-099-7, S. 365 [zitiert auf S. 43].
- [95] EDWARDS, G. J. ; LEVICK, A. P. ; XIE, Z.: Laser Emissivity Free Thermometry (LEFT). In: MARCARINO, P. (Hrsg.): *Proceedings of TEMPMEKO '96*, Levrotto & Bella, Torino, (1997). – ISBN 978-88-8218-099-7, S. 383 [zitiert auf S. 43].

- [96] PARK, S. N. ; KIM, B. H. ; KIM, H. S. ; SON, B. H.: Recent Development of a Laser Emissivity Free Thermometer at the KRISS. In: FELLMUTH, B. (Hrsg.) ; SEIDEL, J. (Hrsg.) ; SCHOLZ, G. (Hrsg.): *Proceedings of TEMPMEKO 2001*, VDE Verlag, Berlin, (2001). – ISBN 978-3-8007-2676-9, S. 199 [zitiert auf S. 43].
- [97] LEVICK, A. ; EDWARDS, G.: A Fibre-Optic Based Laser Absorption Radiation Thermometry (LART) Instrument for Surface Temperature Measurement. In: *Anal. Sci. / Suppl.* 17icpp (2002), s438. https://www.jstage.jst.go.jp/article/analscisp/17icpp/0/17icpp_0_s438/_article [zitiert auf S. 43].
- [98] NAKAZAWA, K. ; OHNISHI, A.: Simultaneous Measurement Method of Normal Spectral Emissivity and Optical Constants of Solids at High Temperature in Vacuum. In: *Int. J. Thermophys.* 31 (2010), 2010. <http://dx.doi.org/10.1007/s10765-010-0847-0> [zitiert auf S. 43].
- [99] ROUSSEAU, B. ; BRUN, J. F. ; DE SOUSA MENESES, D. ; ECHEGUT, P.: Temperature Measurement: Christiansen Wavelength and Blackbody Reference. In: *Int. J. Thermophys.* 26 (2005), 1277. <http://dx.doi.org/10.1007/s10765-005-6726-4> [zitiert auf S. 43].
- [100] ZHANG, Z. M. ; JAE LEE, B.: Chapter 3: Theory of Thermal Radiation and Radiative Properties. In: ZHANG, Z. M. (Hrsg.) ; TSAI, B. K. (Hrsg.) ; MACHIN, G. (Hrsg.): *Radiometric Temperature Measurements: I. Fundamentals*. Academic Press, (2009) (Experimental Methods in the Physical Sciences, Vol. 42). – ISBN 978-0-12-374021-2, S. 73. – [http://dx.doi.org/10.1016/S1079-4042\(09\)04203-9](http://dx.doi.org/10.1016/S1079-4042(09)04203-9) [zitiert auf S. 43].
- [101] MANARA, M. ; ARDUINI-SCHUSTER, M. ; WOLF, N. ; KELLER, M. H. ; RYDZEK, M.: Theoretische Modellierung von experimentell ermittelten Infrarot-Spektren. In: *Jahrestagung 2011 des AK Thermophysik in der GEFTA*, (2011). – http://www.ak-thermophysik.de/download/gefta/2011/AKT_Manara_1_1.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 43].
- [102] HANSEN, L. M. ; CAGRAN, C. P. ; PROKHOROV, A. V. ; MEKHONTSEV, S. N. ; KHROMCHENKO, V. B.: Use of a High-Temperature Integrating Sphere Reflectometer for Surface-Temperature Measurements. In: *Int. J. Thermophys.* 28 (2007), 566. <http://dx.doi.org/10.1007/s10765-007-0180-4> [zitiert auf S. 44].
- [103] RIGHINI, F. ; BUSSOLINO, G. C. ; ROSSO, A.: A Pulse Technique for Measurement of the Normal Spectral Emissivity of Electrical Conductors. In: MARCARINO, P. (Hrsg.): *Proceedings of TEMPMEKO '96*, Levrotto & Bella, Torino, (1997). – ISBN 978-88-8218-099-7, S. 489 [zitiert auf S. 44].

- [104] RIGHINI, F. ; SPIŠIAK, J. ; BUSSOLINO, G. C.: Normal Spectral Emissivity of Niobium (at 900 nm) by a Pulse-Heating Reflectometric Technique. In: *Int. J. Thermophys.* 20 (1999), 1095. <http://dx.doi.org/10.1023/A:1022602820071> [zitiert auf S. 44, 45].
- [105] YI, F. ; XIAOGANG, S. ; RIGHINI, F.: A Multiwavelength Reflectometric Technique for Normal Spectral Emissivity Measurements by a Pulse-Heating Method. In: *Int. J. Thermophys.* 24 (2003), 849. <http://dx.doi.org/10.1023/A:1024056820434> [zitiert auf S. 44, 45].
- [106] SEIFTER, A. ; BOBORIDIS, K. ; OBST, A. W.: Comparison of Emissivity Measurements Using an Integrating Sphere Reflectometer and a Laser Polarimeter on Surfaces with Various Degrees of Roughness. In: *Proceedings of 17. IMEKO World Congress Metrology in the 3rd Millennium*, (2003), S. 1623. – <http://www.imeko.org/publications/wc-2003/PWC-2003-TC12-009.pdf>, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 44, 45].
- [107] SEIFTER, A. ; SACHSENHOFER, F. ; POTTLAGHER, G.: A Fast Laser Polarimeter Improving a Microsecond Pulse Heating System. In: *Int. J. Thermophys.* 23 (2002), 1267. <http://dx.doi.org/10.1023/A:1019852506410> [zitiert auf S. 45].
- [108] BOBORIDIS, C.: *Application of single-wavelength radiation thermometry and high-speed laser polarimetry to thermophysical property measurements on pulse-heated metals*, Technischen Universität Graz, Dissertation, (2001) [zitiert auf S. 45].
- [109] CAGRAN, C.: *Untersuchung des Emissionsverhaltens flüssiger Metalle mittels Photopolarimetrie und Mehrwellenlängenpyrometrie*, Technischen Universität Graz, Dissertation, (2004) [zitiert auf S. 45].
- [110] WILTHAN, B.: *Verhalten des Emissionsgrades und thermophysikalische Daten von Legierungen bis in die flüssige Phase mit einer Unsicherheitsanalyse aller Messgrößen*, Technischen Universität Graz, Dissertation, (2005) [zitiert auf S. 45].
- [111] HAMEURY, J. ; HAY, B. ; FILTZ, J. R.: Measurement of Total Hemispherical Emissivity Using a Calorimetric Technique. In: *Int. J. Thermophys.* 28 (2007), 1607. <http://dx.doi.org/10.1007/s10765-007-0213-z> [zitiert auf S. 46].
- [112] SASAKI, S. ; MASUDA, H. ; HIGANO, M. ; HISHINUMA, N.: Simultaneous measurements of specific heat and total hemispherical emissivity of chromel and alumel by a transient calorimetric technique. In: *Int. J. Thermophys.* 15 (1994), 547. <http://dx.doi.org/10.1007/BF01563713> [zitiert auf S. 46].
- [113] MASUDA, H. ; HIGANO, M.: Transient calorimetric technique for measuring total hemispherical emissivities of metals with rigorous evaluation of heat loss through thermocouple leads. In: *J. Opt. Soc. Am. A* 2 (1985), 1877. <http://dx.doi.org/10.1364/JOSAA.2.001877> [zitiert auf S. 46].

- [114] SMETANA, W ; REICHER, R: A new measuring method to determine material spectral emissivity. In: *Meas. Sci. Technol.* 9 (1998), 797. <http://dx.doi.org/10.1088/0957-0233/9/5/009> [zitiert auf S. 46].
- [115] CARSLAW, H. S. ; JAEGER, J. C.: *Conduction of Heat in Solids*. Clarendon Press, Oxford, (1959). – ISBN 978-0-19-853303-0 [zitiert auf S. 49, 51, 108].
- [116] CAPE, J. A. ; LEHMAN, G. W.: Temperature and Finite Pulse-Time Effects in the Flash Method for Measuring Thermal Diffusivity. In: *J. Appl. Phys.* 34 (1963), 1909. <http://dx.doi.org/10.1063/1.1729711> [zitiert auf S. 51, 94, 104, 105, 106, 107, 108, 141, 144, 239, 241, 248].
- [117] JOSELL, D. ; WARREN, J. ; CEZAIIRLIYAN, A.: Comment on “Analysis for determining thermal diffusivity from thermal pulse experiments”. In: *J. Appl. Phys.* 78 (1995), 6867. <http://dx.doi.org/10.1063/1.360452> [zitiert auf S. 51, 104, 108, 109, 141, 143, 144, 239, 241].
- [118] BLUMM, J. ; OPFERMANN, J.: Improvement of the mathematical modeling of flash measurements. In: *High Temp. – High Press.* 34 (2002), 515. <http://dx.doi.org/10.1068/htjr061> [zitiert auf S. 51, 96, 104, 107, 108, 239, 241, 242].
- [119] WATT, D. A.: Theory of thermal diffusivity by pulse technique. In: *Br. J. Appl. Phys.* 17 (1966), 231. <http://dx.doi.org/10.1088/0508-3443/17/2/311> [zitiert auf S. 51, 52, 53, 107, 108, 150, 239, 241].
- [120] MCKAY, J. A. ; SCHRIEMPF, J. T.: Corrections for nonuniform surface-heating errors in flash-method thermal-diffusivity measurements. In: *J. Appl. Phys.* 47 (1976), 1668. <http://dx.doi.org/10.1063/1.322790> [zitiert auf S. 51, 108, 112].
- [121] BABA, T. ; KOBAYASHI, M. ; ONO, A. ; HONG, J.H. ; SULIYANTI, M.M.: Experimental investigation of the nonuniform heating effect in laser flash thermal diffusivity measurements. In: *Thermochim. Acta* 218 (1993), 329. [http://dx.doi.org/10.1016/0040-6031\(93\)80433-B](http://dx.doi.org/10.1016/0040-6031(93)80433-B) [zitiert auf S. 51, 75, 108, 112].
- [122] BABA, T. ; ONO, A.: Improvement of the laser flash method to reduce uncertainty in thermal diffusivity measurements. In: *Meas. Sci. Technol.* 12 (2001), 2046. <http://dx.doi.org/10.1088/0957-0233/12/12/304> [zitiert auf S. 51, 93, 106, 108, 112, 239].
- [123] E. GREENFIELD (OPHIR OPTRONICS SOLUTIONS LTD.): *Laser Power / Energy Measurement Today*. White Paper, (2010). http://www.ophiropt.com/user_files/laser/power_meters/LaserPowerEnergyMeasurementToday.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 55].

- [124] KÜCK, Stefan: Final report on EUROMET comparison EUROMET.PR-S2 (Project No. 156): Responsivity of detectors for radiant power of lasers. In: *Metrologia* 47 (2010), 02003. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/47/1A/02003>. – abrufbar unter http://www.bipm.org/utils/common/pdf/final_reports/PR/S2/EUROMET.PR-S2.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 55, 56, 72].
- [125] MÖSTL, K. ; BRANDT, F.: A New Method to Establish a Scale for Laser Pulse Energies. In: *Metrologia* 28 (1991), 121. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/28/3/003> [zitiert auf S. 56, 72].
- [126] BRANDT, F. ; MÖSTL, K.: Kalibrierung von Leistungsmeßgeräten für Hochleistungslaser. In: WAIDELICH, W. (Hrsg.) ; HÜGEL, H. (Hrsg.) ; OPOWER, H. (Hrsg.) ; TIZIANI, H. (Hrsg.) ; WALLENSTEIN, R. (Hrsg.) ; ZINTH, W. (Hrsg.): *Laser in Forschung und Technik – Vorträge des 12. Internationalen Kongresses. Laser 95*, Springer, Berlin Heidelberg, (1996), S. 730. – http://dx.doi.org/10.1007/978-3-642-80263-8_151 [zitiert auf S. 56, 72].
- [127] OPHIR OPTRONICS SOLUTIONS LTD.: *Sensors & Power Meters*. Katalog/Datenblatt, (2009). – aktuelle Nachfolgemodelle unter http://www.ophiropt.com/laser/register_files/power_meter_catalog.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 56, 70].
- [128] LI, X. ; SCOTT, T. R. ; CROMER, C. L. ; KEENAN, D. ; BRANDT, F. ; MÖSTL, K.: Power measurement standards for high-power lasers: comparison between the NIST and the PTB. In: *Metrologia* 37 (2000), 445. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/37/5/22> [zitiert auf S. 56].
- [129] WERNER, L ; FISCHER, J ; JOHANNSEN, U ; HARTMANN, J: Accurate determination of the spectral responsivity of silicon trap detectors between 238 nm and 1015 nm using a laser-based cryogenic radiometer. In: *Metrologia* 37 (2000), 279. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/37/4/3> [zitiert auf S. 56].
- [130] MEINDL, P ; KLINKMÜLLER, A E. ; WERNER, L ; JOHANNSEN, U ; GRÜTZMACHER, K: New UV spectral responsivity scale of the PTB based on a cryogenic radiometer and an argon plasma arc radiation source. In: *Metrologia* 43 (2006), S72. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/43/2/S15> [zitiert auf S. 56].
- [131] JOINT COMMITTEE FOR GUIDES IN METROLOGY: *Guide to the expression of uncertainty in measurement*. JCGM 100:2008 (2008). http://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_100_2008_E.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 57, 58, 59, 61, 63, 64, 168, 213, 226].

- [132] JOINT COMMITTEE FOR GUIDES IN METROLOGY: *An introduction to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” and related documents*. JCGM 104:2009 (2009). http://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_104_2009_E.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 57, 59].
- [133] JOINT COMMITTEE FOR GUIDES IN METROLOGY: *Supplement 1 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” – Propagation of distributions using a Monte Carlo method*. JCGM 101:2008 (2008). http://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_101_2008_E.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 57, 58, 60, 227].
- [134] JOINT COMMITTEE FOR GUIDES IN METROLOGY: *Supplement 2 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” – Extension to any number of output quantities*. JCGM 102:2011 (2011). http://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_102_2011_E.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 57].
- [135] WÜBBELER, G. ; HARRIS, P. M. ; COX, M. G. ; ELSTER, C.: A two-stage procedure for determining the number of trials in the application of a Monte Carlo method for uncertainty evaluation. In: *Metrologia* 47 (2010), 317. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/47/3/023> [zitiert auf S. 61, 226].
- [136] COX, M. G.: The evaluation of key comparison data. In: *Metrologia* 39 (2002), 589. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/39/6/10> [zitiert auf S. 62, 194, 199, 200, 203].
- [137] RINNE, H.: *Taschenbuch der Statistik*. 4. Auflage. Harri Deutsch, Frankfurt, (2008). – ISBN 978–3–8171–1827–4 [zitiert auf S. 62, 63].
- [138] KRENEK, S. ; ANHALT, K. ; LINDEMANN, A. ; MONTE, C. ; HOLLANDT, J. ; HARTMANN, J.: A Study on the Feasibility of Measuring the Emissivity with the Laser-Flash Method. In: *Int. J. Thermophys.* 31 (2010), 998. <http://dx.doi.org/10.1007/s10765-010-0767-z> [zitiert auf S. 66, 151, 152, 154, 155, 227, 229, 234, 261].
- [139] KRENEK, S. ; ANHALT, K.: Dynamische Emissionsgradmessung von 800 °C bis 2000 °C. In: *Temperatur 2013*, (2013). – ISBN 978–3–9810021–8–8, S. 243 [zitiert auf S. 66, 188, 261].
- [140] KRENEK, S. ; GILBERS, D. ; ANHALT, K. ; TAUBERT, D. R. ; HOLLANDT, J.: A Dynamic Method to Measure Emissivity at High Temperatures. In: *Int. J. Thermophys.* 36 (2015), 1713. <http://dx.doi.org/10.1007/s10765-015-1866-7> [zitiert auf S. 66, 80, 85, 87, 93, 167, 188, 261].

- [141] INTERNATIONAL COMMISSION ON NON-IONIZING RADIATION PROTECTION: ICNIRP Guidelines on Limits of Exposure to Laser Radiation of Wavelengths between 180 nm and 1000 μm . In: *Health Phys.* 105 (2013), 271. <http://dx.doi.org/10.1097/HP.0b013e3182983fd4>. – abrufbar unter http://www.icnirp.org/cms/upload/publications/ICNIRPLaser180gdl_2013.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 69, 72].
- [142] Norm DIN EN 60825-1:2008-05 (2008). *Sicherheit von Lasereinrichtungen – Teil 1: Klassifizierung von Anlagen und Anforderungen* [zitiert auf S. 69, 72, 183].
- [143] BREMER, D.: *Messung von hochenergetischen Laserpulsen mit geringsten Unsicherheiten*, Beuth Hochschule für Technik Berlin, Bachelorarbeit, (2010) [zitiert auf S. 71, 75, 76, 77, 78, 233].
- [144] HARTMANN, J.: Advanced comparator method for measuring ultra-small aperture areas. In: *Meas. Sci. Technol.* 12 (2001), 1678. <http://dx.doi.org/10.1088/0957-0233/12/10/309> [zitiert auf S. 71, 90, 91, 100].
- [145] ZABER TECHNOLOGIES INC.: *T-LA Product User's Manual*. Bedienungsanleitung, (2015). <http://www.zaber.com/documents/T-LA-manual.pdf>, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 72].
- [146] ZABER TECHNOLOGIES INC.: *Actuator Characterization*. White Paper, (2013). http://www.zaber.com/documents/Zaber_Tech_Note_Actuator_Characterization.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 72].
- [147] KÜCK, S. ; BRANDT, F.: *Kalibrierschein für das Laserleistungs- und Energiemessgerät 12A-V1 mit Nova II, Seriennummern 560 966 und 500 111*. Kalibrierzeichen: 45416-PTB-09, (2009-06) [zitiert auf S. 72, 74].
- [148] KÜCK, S. ; BRANDT, F.: *Kalibrierschein für das Laserleistungs- und Energiemessgerät L30(150)A-LP1 mit Nova II, Seriennummern 558 152 und 500 113*. Kalibrierzeichen: 45417-PTB-09, (2009-06) [zitiert auf S. 72, 74].
- [149] KÜCK, S. ; BRANDT, F.: *Kalibrierschein für das Laserleistungs- und Energiemessgerät 12A-V1 mit Nova II, Seriennummern 560 966 und 500 111*. Kalibrierzeichen: 47221-PTB-12 und 47222-PTB-12, (2012-10) [zitiert auf S. 72, 74].
- [150] KÜCK, S. ; BRANDT, F.: *Kalibrierschein für das Laserleistungs- und Energiemessgerät L30(150)A-LP1 mit Nova II, Seriennummern 558 152 und 500 113*. Kalibrierzeichen: 47223-PTB-12 und 47224-PTB-12, (2012-10) [zitiert auf S. 72, 74].

- [151] NETZSCH-GERÄTEBAU GMBH: *Laser Flash Analysis (LFA) – Method, Technique, Applications*. Katalog/Datenblatt, (2013). https://www.netzsch-thermal-analysis.com/media/thermal-analysis/brochures/LFA_427_E_0913.pdf, Abruf: 2015-08-01. – weitere Informationen unter <http://www.netzsch.com/n87885> [zitiert auf S. 75, 81, 180, 182, 224].
- [152] ROFIN/CARL BAASEL LASERTECHNIK GMBH UND CO. KG: *Handbuch zum Lasersystem StarWeld 40*. Bedienungsanleitung, (2007), [zitiert auf S. 75].
- [153] HERAEUS QUARZGLAS GMBH & CO. KG: *SUPRASIL 3001 and 3002*. Katalog/Datenblatt, (2013). http://heraeus-quarzglas.com/media/webmedia_local/downloads/broschren_mo/Suprasil_3001_3002_syntheticfusedsilica.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 81].
- [154] TOULOUKIAN, Y. S. ; KIRBY, R. K. ; TAYLOR, R. E. ; LEE, T. Y. R.: *Thermophysical Properties of Matter, Vol. 13: Thermal Expansion – Nonmetallic Solids*. IFI/Plenum, (1977) <http://www.dtic.mil/docs/citations/ADA129116>. – ISBN 978–0–306–67033–6 [zitiert auf S. 87, 88, 102].
- [155] CANON EUROPE LTD.: *Handbuch CanoScan 5600F*. Bedienungsanleitung, (2009). [http://files.canon-europe.com/files/soft33479/Manual/CanoScan_5600F_\(DE\).pdf](http://files.canon-europe.com/files/soft33479/Manual/CanoScan_5600F_(DE).pdf), Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 90].
- [156] HARTMANN, J. ; FISCHER, J. ; SEIDEL, J.: A non-contact technique providing improved accuracy in area measurements of radiometric apertures. In: *Metrologia* 37 (2000), 637. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/37/5/67> [zitiert auf S. 90, 91].
- [157] CHRISTOPH, R.: Kapitel 4.2: Visuelle Sensoren. In: WECKENMANN, A. (Hrsg.): *Koordinatenmesstechnik: Flexible Strategien für funktions- und fertigungsgerechtes Prüfen*. 2. Auflage. Carl Hanser Verlag, München, (2012). – ISBN 978–3–446–40739–8, S. 119. – <http://www.hanser-fachbuch.de/978-3-446-40739-8> [zitiert auf S. 90, 91].
- [158] TOULOUKIAN, Y. S. ; KIRBY, R. K. ; TAYLOR, R. E. ; DESAI, P. D.: *Thermophysical Properties of Matter, Vol. 12: Thermal Expansion – Metallic Elements and Alloys*. IFI/Plenum, (1975) <http://www.dtic.mil/docs/citations/ADA129115>. – ISBN 978–0–306–67032–9 [zitiert auf S. 100, 102].
- [159] DUSZA, L.: Combined solution of the simultaneous heat loss and finite pulse correction with the laser flash method. In: *High Temp. – High Press.* 27/28 (1995/1996), 467 [zitiert auf S. 107, 108, 112].
- [160] CEZAIIRLIYAN, A. ; BABA, T. ; TAYLOR, R.: A high-temperature laser-pulse thermal diffusivity apparatus. In: *Int. J. Thermophys.* 15 (1994), 317. <http://dx.doi.org/10.1007/BF01441589> [zitiert auf S. 108, 112, 239].

- [161] CLARK III, L. M. ; TAYLOR, R. E.: Radiation loss in the flash method for thermal diffusivity. In: *J. Appl. Phys.* 46 (1975), 714. <http://dx.doi.org/10.1063/1.321635> [zitiert auf S. 108, 239].
- [162] COWAN, R. D.: Pulse Method of Measuring Thermal Diffusivity at High Temperatures. In: *J. Appl. Phys.* 34 (1963), 926. <http://dx.doi.org/10.1063/1.1729564> [zitiert auf S. 108, 239].
- [163] VOZÁR, L. ; GEMBAROVIČ, J.: Comparative Analysis of the Data Reduction Procedures in the Flash Method for Thermal Diffusivity Measurement. In: *Proc. XIII IMEKO World Congress 3* (1994), 2491 [zitiert auf S. 108].
- [164] SCHREIBER, E.: 30 Jahre Linearpyrometer: Strahlungsthermometer für die Metrologie im Wandel der Zeit. In: *Temperatur 2009*, (2009). – ISBN 978-3-9810021-9-5, S. 127 [zitiert auf S. 113, 115, 116].
- [165] FISCHER, J. ; NEUER, G. ; SCHREIBER, E. ; THOMAS, R.: Metrological Characterisation of a New Transfer-Standard Radiation Thermometer. In: FELLMUTH, B. (Hrsg.) ; SEIDEL, J. (Hrsg.) ; SCHOLZ, G. (Hrsg.): *Proceedings of TEMPMEKO 2001*, VDE Verlag, Berlin, (2001). – ISBN 978-3-8007-2676-9, S. 801 [zitiert auf S. 113, 118].
- [166] KE TECHNOLOGIE GMBH: *Linearpyrometer LP5 – Operating Instructions*. Bedienungsanleitung, (2010) [zitiert auf S. 113, 114].
- [167] SCHREIBER, E. ; ARLT, U.-P. ; NEUER, G.: Optimierung eines Strahlungsthermometers für Temperaturen von 230 °C bis 1500 °C. In: *VDI-Bericht 1784: Temperatur 2003*, VDI-Verlag, (2003). – ISBN 978-3-18-091784-9, S. 143 [zitiert auf S. 114, 115].
- [168] SCHREIBER, E. ; NEUER, G.: Reduction of the Size-Of-Source Effect and Distance Dependency of a High Precision Infrared Radiation Thermometer. In: ZVIZDIĆ, D. (Hrsg.): *Proceedings of TEMPMEKO 2004*, LPM/FSB, Zagreb, (2004). – ISBN 978-953-6313-71-6, S. 527 [zitiert auf S. 114, 115].
- [169] YOON, H. W. ; ALLEN, D. W. ; SAUNDERS, R. D.: Methods to reduce the size-of-source effect in radiometers. In: *Metrologia* 42 (2005), 89. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/42/2/003> [zitiert auf S. 115].
- [170] SCHREIBER, E.: *Machbarkeitsstudie: LP5-HS für 1064 nm Arbeitswellenlänge und 1000 Messungen/s*. KE Technologie GmbH, (2009) [zitiert auf S. 115].
- [171] AZIZ, P. M. ; SORENSEN, H. V. ; VAN DER SPIEGEL, J.: An overview of sigma-delta converters. In: *IEEE Signal Proc. Mag.* 13 (1996), 6. <http://dx.doi.org/10.1109/79.482138>. – abrufbar unter http://repository.upenn.edu/ese_papers/136 [zitiert auf S. 116].
- [172] BAKER, B.: How delta-sigma ADCs work, Part 1. In: *Analog Appl. J.* 3Q (2001), 13. <http://www.ti.com/lit/SLYT423> [zitiert auf S. 116].

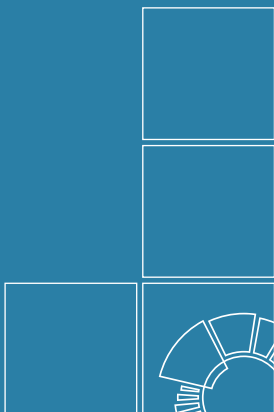
- [173] BAKER, B.: How delta-sigma ADCs work, Part 2. In: *Analog Appl. J.* 4Q (2001), 5. <http://www.ti.com/lit/SLYT438> [zitiert auf S. 116].
- [174] NORSWORTHY, S. R. ; SCHREIER, R. ; TEMES, G. C.: *Delta-Sigma data converters: theory, design, and simulation*. IEEE Press, (1997). – ISBN 978-0-7803-1045-2 [zitiert auf S. 116].
- [175] SCHAEFER, A. R. ; ZALEWSKI, E. F. ; GEIST, J.: Silicon detector nonlinearity and related effects. In: *Appl. Opt.* 22 (1983), 1232. <http://dx.doi.org/10.1364/AO.22.001232> [zitiert auf S. 117].
- [176] MCEVOY, H. C.: Final report of EUROMET.T-S1 (EUROMET project 658): The examination of base parameters for ITS-90 scale realisation in radiation thermometry. In: *Metrologia* 45 (2008), 03002. <http://dx.doi.org/10.1088/0026-1394/45/1A/03002>. – abrufbar unter http://www.bipm.org/utils/common/pdf/final_reports/T/S1/EUROMET.T-S1.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 118].
- [177] BÜNGER, L.: *Untersuchung und Anwendung von Hochleistungsleuchtdioden für die Bestimmung der Nichtlinearität der spektralen Empfindlichkeit von Photodioden und Strahlungsthermometern*, Technische Fachhochschule Berlin, Diplomarbeit, (2008) [zitiert auf S. 118].
- [178] MCEVOY, H.C. ; MARTIN, M.J. ; STEINER, A. ; SCHREIBER, E. ; GIRARD, F. ; BATTUELLO, M. ; SADLI, M. ; RIDOUX, P. ; GUTSCHWAGER, B. ; HOLLANDT, J. ; DIRIL, A. ; PEHLIVAN, Ö.: EURAMET Project to Examine Underlying Parameters in Radiance Temperature Scale Realization, 156 °C to 1000 °C. In: *Int. J. Thermophys.* 35 (2014), 446. <http://dx.doi.org/10.1007/s10765-014-1595-3> [zitiert auf S. 119].
- [179] HEWLETT-PACKARD CO., HEUTE: KEYSIGHT TECHNOLOGIES INC.: *5328A Universal Counter User Manual*. Bedienungsanleitung, (1975). <http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/05328-90002.pdf>, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 120].
- [180] ROITHNER LASERTECHNIK GMBH: *ELD-1060-525 – High-power, high-speed infrared LED*. Katalog/Datenblatt, (2007). http://www.roithner-laser.com/datasheets/led_div/infrared/eld_1060_525.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 120].
- [181] DAVIS, S. P. ; ABRAMS, M. C. ; BRAULT, J. W.: *Fourier Transform Spectrometry*. Academic Press, San Diego, (2001). – ISBN 978-0-12-042510-5 [zitiert auf S. 122].
- [182] GRIFFITHS, P. R. ; DE HASETH, J. A.: *Fourier Transform Infrared Spectrometry*. John Wiley & Sons, New Jersey, (2007). – ISBN 978-0-471-19404-0 [zitiert auf S. 122].

- [183] Norm DIN 1349-1:1972-06 (1972). *Durchgang optischer Strahlung durch Medien; Optisch klare Stoffe, Größen, Formelzeichen und Einheiten* [zitiert auf S. 123].
- [184] NETZSCH-GERÄTEBAU GMBH: *Netzsch Proteus Software, Version 4.8.5*. Software, (2008) [zitiert auf S. 143].
- [185] NATIONAL INSTRUMENTS CORP.: *Overview of Curve Fitting Models and Methods in LabVIEW*. White Paper, (2009). <http://www.ni.com/white-paper/6954/en/pdf>, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 144].
- [186] RIGHINI, F. ; SPISIAK, J. ; BUSSOLINO, G. C. ; ROSSO, A. ; HAIDAR, J.: Measurement of thermophysical properties by a pulse-heating method: Thoriated tungsten in the range 1200 to 3600 K. In: *Int. J. Thermophys.* 15 (1994), 1311. <http://dx.doi.org/10.1007/BF01458839> [zitiert auf S. 154, 206].
- [187] LATYEV, L. N. ; CHEKHOVSKOI, V. Ya. ; SHESTAKOV, E. N.: Monochromatic Emissivity of Tungsten in the Temperature Range 1200 – 2600 K and in the Wavelength Range 0.4 – 4 μm . In: *High Temp. – High Press.* 2 (1970), 175 [zitiert auf S. 154].
- [188] HARRIS, P. J. F.: Fullerene-related structure of commercial glassy carbons. In: *Philos. Mag.* 84 (2004), 3159. <http://dx.doi.org/10.1080/14786430410001720363>. – abrufbar unter http://www.personal.rdg.ac.uk/~scscharip/PM_glassy.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 164, 181].
- [189] TAFT, E. A. ; PHILIPP, H. R.: Optical Properties of Graphite. In: *Phys. Rev.* 138 (1965), A197. <http://dx.doi.org/10.1080/14786430410001720363> [zitiert auf S. 164].
- [190] WILLIAMS, M. W. ; ARAKAWA, E. T.: Optical properties of glassy carbon from 0 to 82 eV. In: *J. Appl. Phys.* 43 (1972), Nr. 8, 3460. <http://dx.doi.org/10.1063/1.1661738> [zitiert auf S. 164].
- [191] TOULOUKIAN, Y. S. ; DEWITT, D. P.: *Thermophysical Properties of Matter, Vol. 8: Thermal Radiative Properties – Nonmetallic Solids*. IFI/Plenum, (1978) <http://www.dtic.mil/docs/citations/ADA951942>. – ISBN 978–0–306–67028–2 [zitiert auf S. 173].
- [192] EPELDAUER, G. ; RÁCZ, M.: Spectral power and irradiance responsivity calibration of InSb working-standard radiometers. In: *Appl. Opt.* 39 (2000), 5739. <http://dx.doi.org/10.1364/AO.39.005739> [zitiert auf S. 173].
- [193] GILBERS, D.: *Charakterisierung und Validierung des Laser-Flash-Verfahrens zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit im Temperaturbereich bis 2000°C*, Beuth Hochschule für Technik Berlin, Bachelorarbeit, (2012) [zitiert auf S. 173, 174, 176, 177].

- [194] INSTRUMENT SYSTEMS GMBH: *CAS 140CT Array Spektrometer*. Katalog/Datenblatt, (2015). <http://www.instrumentsystems.de/fileadmin/editors/downloads/Products/CAS140CT.pdf>, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 175].
- [195] RESTEK GMBH: *Gasreinigung mit System von Restek*. Katalog/Datenblatt, (2015). <http://www.restekgmbh.de/sites/restekgmbh.de/files/technical-library/gasreinigung.pdf>, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 182].
- [196] SARGE, S. M. ; GMELIN, E. ; HÖHNE, G. W. ; CAMMENGA, H. K. ; HEMMINGER, W. ; EYSEL, W.: Review: The caloric calibration of scanning calorimeters. In: *Thermochim. Acta* 247 (1994), 129. [http://dx.doi.org/10.1016/0040-6031\(94\)80118-5](http://dx.doi.org/10.1016/0040-6031(94)80118-5) [zitiert auf S. 190].
- [197] HEAL, G. R. ; LAYE, P. G. ; PRICE, D. M. ; WARRINGTON, S. B. ; WILSON, R. J. ; HAINES, P. J. (Hrsg.): *Principles of Thermal Analysis and Calorimetry*. The Royal Society of Chemistry, (2002) <http://dx.doi.org/10.1039/9781847551764>. – ISBN 978-0-85404-610-2 [zitiert auf S. 190].
- [198] GMELIN, E.: A Review: Modern low-temperature calorimetry. In: *Thermochim. Acta* 29 (1979), 1. [http://dx.doi.org/10.1016/0040-6031\(79\)85018-2](http://dx.doi.org/10.1016/0040-6031(79)85018-2) [zitiert auf S. 190].
- [199] PAGEL, R.: Leistungsbilanz des elektrischen Heizsystems eines adiabatischen Kalorimeters. In: *Jahrestagung 2010 des AK Thermophysik in der GEFTA*, (2010). – http://www.ak-thermophysik.de/download/gefta/2010/2010_Pagel_Leistungsbilanz_des_elektrischen_Heizsystems_eines_adiabatischen_Kalorimeters.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 190, 220].
- [200] MAGEE, J. W. ; DEAL, R. J. ; BLANCO, J. C.: High-Temperature Adiabatic Calorimeter for Constant-Volume Heat Capacity Measurements of Compressed Gases and Liquids. In: *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.* 103 (1998), 63. <http://dx.doi.org/10.6028/jres.103.003> [zitiert auf S. 190, 220].
- [201] HAY, B. ; BARRÉ, S. ; FILTZ, J.-R. ; JURION, M. ; ROCHAIS, D. ; SOLLET, P.: New Apparatus for Thermal Diffusivity and Specific Heat Measurements at Very High Temperature. In: *Int. J. Thermophys.* 27 (2006), 1803. <http://dx.doi.org/10.1007/s10765-006-0120-8> [zitiert auf S. 190, 220].
- [202] HAY, B. ; ANHALT, K. ; CHAPMAN, L. ; HAMEURY, K. B. ; KRENEK, S.: High Temperatures Thermophysical Properties of Advanced Materials for Nuclear Design. In: *Proceedings of 2nd IMEKO TC11 International Symposium Metrological Infrastructure*, (2011), S. 71. – <http://www.npl.co.uk/publications/high-temperature-thermophysical-properties-of-advanced-materials-for-nuclear-design>., Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 190, 220, 261].

- [203] SGL CARBON GMBH: *Spezialgraphite für die Photovoltaikindustrie*. Katalog/Datenblatt, (2015). http://www.sglgroup.com/cms/_common/downloads/products/product-groups/gs/brochures/Spezialgraphite_fuer_die_Photovoltaikindustrie_d.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 196, 201, 203].
- [204] DINSDALE, A. T.: SGTE data for pure elements. In: *Calphad* 15 (1991), 317. [http://dx.doi.org/10.1016/0364-5916\(91\)90030-N](http://dx.doi.org/10.1016/0364-5916(91)90030-N). – abrufbar unter <http://resource.npl.co.uk/mtdata/SGTEelementdata.pdf>, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 196, 197, 206].
- [205] BUTLAND, A. T. D. ; MADDISON, R. J.: The specific heat of graphite: An evaluation of measurements. In: *J. Nucl. Mater.* 49 (1973), 45. [http://dx.doi.org/10.1016/0022-3115\(73\)90060-3](http://dx.doi.org/10.1016/0022-3115(73)90060-3) [zitiert auf S. 196, 197].
- [206] CEZAIIRLIYAN, A. ; MILLER, A.: Heat capacity and electrical resistivity of POCO AXM-5Q1 graphite in the range 1500–3000 K by a pulse-heating technique. In: *Int. J. Thermophys.* 6 (1985), 285. <http://dx.doi.org/10.1007/BF00522150> [zitiert auf S. 196, 197].
- [207] MATSUMOTO, T. ; ONO, A.: Specific heat capacity and emissivity measurements of ribbon-shaped graphite using pulse current heating. In: *Int. J. Thermophys.* 16 (1995), 267. <http://dx.doi.org/10.1007/BF01438977> [zitiert auf S. 196, 197].
- [208] RONCHI, C. ; HEINZ, W. ; MUSELLA, M. ; SELFSLAG, R. ; SHEINDLIN, M.: A Universal Laser-Pulse Apparatus for Thermophysical Measurements in Refractory Materials at Very High Temperatures. In: *Int. J. Thermophys.* 20 (1999), 987. <http://dx.doi.org/10.1023/A:1022607924536> [zitiert auf S. 196, 197].
- [209] CRC INDUSTRIES DEUTSCHLAND GMBH: *Technisches Merkblatt – GRAPHIT 33*. Katalog/Datenblatt, (2013). http://www.crceurope.com/wwwcrc/tds/TKC4_Graphit33.pdf, Abruf: 2015-08-01 [zitiert auf S. 204, 205].
- [210] Norm DIN EN ISO 4287:2010-07 (2010). *Geometrische Produktspezifikation (GPS) – Oberflächenbeschaffenheit: Tastschnittverfahren – Benennungen, Definitionen und Kenngrößen der Oberflächenbeschaffenheit* [zitiert auf S. 205].
- [211] WHITE, G. K. ; COLLOCOTT, S. J.: Heat Capacity of Reference Materials: Cu and W. In: *J. Phys. Chem. Ref. Data* 13 (1984), 1251. <http://dx.doi.org/10.1063/1.555728> [zitiert auf S. 205, 206].
- [212] ROLLING, R. E. ; FUNAI, A. I. ; GRAMMER, J. R.: *Investigation of the Effect of Surface Condition on the Radiant Properties of Metals*. Lockheed Missiles and Space Company, Technical Report No. AFML-TR-64-363, (1964). – <http://www.dtic.mil/docs/citations/AD0466662> [zitiert auf S. 207, 208, 209].

- [213] ARCHER, D. G.: Thermodynamic Properties of Synthetic Sapphire (α -Al₂O₃), Standard Reference Material 720 and the Effect of Temperature-Scale Differences on Thermodynamic Properties. In: *J. Phys. Chem. Ref. Data* 22 (1993), 1441. <http://dx.doi.org/10.1063/1.555931> [zitiert auf S. 220].
- [214] SABBAH, R. ; XU-WU, An ; CHICKOS, J. S. ; PLANAS LEITÃO, M. L. ; ROUX, M. V. ; TORRES, L. A.: Reference materials for calorimetry and differential thermal analysis. In: *Thermochim. Acta* 331 (1999), 93. [http://dx.doi.org/10.1016/S0040-6031\(99\)00009-X](http://dx.doi.org/10.1016/S0040-6031(99)00009-X) [zitiert auf S. 220].
- [215] RONCHI, C. ; SHEINDLIN, M.: Laser-Pulse Melting of Nuclear Refractory Ceramics. In: *Int. J. Thermophys.* 23 (2002), 293. <http://dx.doi.org/10.1023/A:1013929816337> [zitiert auf S. 224].
- [216] KRENEK, S. ; GILBERS, D. ; ANHALT, K. ; TAUBER, D. R. ; HOLLANDT, J.: A Dynamic Method to Measure Emissivity at High Temperatures. In: *TEMPMEKO 2013*, (2013). – Vortrag [zitiert auf S. 225, 262].
- [217] GILBERS, D.: *Radiometrische Charakterisierung eines Array-Spektrometers zur Messung des spektralen Emissionsgrades oberhalb von 1000 °C*, Beuth Hochschule für Technik Berlin, Masterarbeit, (2014) [zitiert auf S. 228].
- [218] TOULOUKIAN, Y. S. ; POWELL, R. W. ; HO, C. Y. ; NICOLAOU, M. C.: *Thermophysical Properties of Matter, Vol. 10: Thermal Diffusivity*. IFI/Plenum, (1973) <http://www.dtic.mil/docs/citations/ADA129113>. – ISBN 978-0-306-67030-5 [zitiert auf S. 229].
- [219] GRADSHTEYN, I. S. ; RYZHIK, I. M. ; JEFFREY, A. (Hrsg.) ; ZWILLINGER, D. (Hrsg.): *Table of Integrals, Series, and Products*. 7th Edition. Elsevier/Academic Press, Amsterdam, (2007). – ISBN 978-0-12-373637-6 [zitiert auf S. 246].
- [220] LEOPOLD, C.: *Geometrische Grundlagen der Architekturdarstellung*. 4. Auflage. Vieweg + Teubner, Wiesbaden, (2012) <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-8348-1986-4>. – ISBN 978-3-8348-1838-6 [zitiert auf S. 254].



Herausgeber:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt
ISNI: 0000 0001 2186 1887

Presse und Öffentlichkeitsarbeit

Bundesallee 100
38116 Braunschweig

Telefon: (05 31) 592-93 21
Telefax: (05 31) 592-92 92
www.ptb.de

Vertrieb:

Fachverlag NW in der
Carl Schünemann Verlag GmbH

Zweite Schlachtpforte 7
28195 Bremen

Telefon: (04 21) 369 03-0
Telefax: (04 21) 369 03-63
www.schuenemann-verlag.de