

KfK 2803
Mai 1979

**Messung des spektralen
Emissionsvermögens von
keramischen Materialien im
festen und im flüssigen
Zustand mit einem Laser-
Reflektometer**

K. Müller
Institut für Neutronenphysik und Reaktortechnik
Projekt Schneller Brüter

Kernforschungszentrum Karlsruhe

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Neutronenphysik und Reaktortechnik
Projekt Schneller Brüter

KfK 2803

Messung des spektralen Emissionsvermögens von keramischen
Materialien im festen und im flüssigen Zustand mit einem
Laser-Reflektometer

K. Müller

Diplomarbeit eingereicht bei der Fakultät für Physik der
Universität Karlsruhe (T. H.)

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

Als Manuskript vervielfältigt
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
ISSN 0303-4003

Zusammenfassung

Die Kenntnis des spektralen Emissionsgrades $\epsilon_\lambda(T)$ eines Körpers ermöglicht die berührungsfreie Messung seiner Oberflächentemperatur mit einem Spektralpyrometer. Darüberhinaus ist die Kenntnis des Emissionsvermögens von allgemeinem Interesse, da sie unter gewissen Voraussetzungen Aussagen über die festkörperphysikalische Natur des betreffenden Materials erlaubt.

Zur Bestimmung des gerichteten spektralen Emissionsgrades oberhalb des Schmelzpunktes wurde das am Institut für Neutronenphysik und Reaktortechnik (KfK) entwickelte Laser-Kugelreflektometer in wesentlichen Details verbessert. Durch eine Erhöhung des Signal-zu-Untergrund-Verhältnisses und durch eine Verbesserung der Eichung des Reflektometers konnte die Meßtemperatur erhöht werden. Darüberhinaus wurde die Meßapparatur so weiterentwickelt, daß eine On-line-Auswertung der Messungen mittels eines 23 K-Rechners und eines Plotters möglich wurde.

Bei den Wellenlängen $0,63 \mu\text{m}$ und $10,6 \mu\text{m}$ wurden an UO_2 , TaC, Al_2O_3 und MgO im Temperaturbereich zwischen 300 K und 4000 K Messungen durchgeführt. Damit konnten erstmals Emissionsdaten von Al_2O_3 und MgO bis weit in den flüssigen Zustand dieser Materialien bestimmt werden. Es wurde gefunden, daß bei $0,63 \mu\text{m}$ der spektrale Emissionsgrad der Oxide oberhalb des Schmelzpunktes mit steigender Temperatur leicht zunimmt, während er bei $10,6 \mu\text{m}$ bis etwa 3500 K konstant bleibt und darüber abfällt.

Measurement of the Spectral Emissivity of Ceramic Materials in the Solid and Liquid State by Using a Laser Reflectometer

Abstract

Knowledge of the spectral emissivity $\epsilon_{\lambda}(T)$ of a material allows non-contact surface temperature measurement by means of a spectral pyrometer. Furthermore, knowledge of the spectral emissivity is of more general interest as regards the solid-state character of the material investigated.

To determine the spectral directional emissivity above the melting point, the laser reflectometer, developed at the Institut für Neutronenphysik und Reaktortechnik (KfK), has been improved in some important details. Increase of the signal to noise ratio and improvement of reflectometer calibration allowed to achieve a better accuracy of measurement. Besides, further development of the measuring apparatus enabled an on-line-evaluation by means of a 23 K-calculator and a plotter.

At the wavelengths 0.63 μm and 10.6 μm measurements were made on UO_2 , TaC, Al_2O_3 and MgO in the temperature range between 300 K and 4000 K. For the first time it was possible to get emissivity data of Al_2O_3 and MgO at temperatures far above the melting point in the liquid phase of these materials. It was found out that, above the melting point, at 0.63 μm the spectral emissivity of the oxide materials investigated slightly increases with the temperature, whilst at 10.6 μm the emissivity initially remains constant and then, above 3500 K, decreases with rising temperature.

	<u>Seite</u>
1. Einleitung	1
2. Meßverfahren	5
2.1. Theoretische Grundlagen zur Bestimmung des gerichteten, spektralen Emissionsvermögens $\epsilon_{\lambda}(\theta, T)$ aus Reflexionsmessungen	5
2.2. Experimentelle Voraussetzungen zur Bestimmung des gerichteten, spektralen Emissionsvermögens $\epsilon_{\lambda}(\theta, T)$ aus Reflexionsmessungen	10
2.3. Pyrometrische Temperaturmessung	16
2.4. Funktion der Ulbricht-Kugel	21
3. Beschreibung des Versuchsaufbaus	25
3.1. Laser und mechanische Komponenten	27
3.2. Laserreflektometer	28
3.3. Pyrometer	32
3.4. SEV-Detektor	35
3.5. OEN-Detektor	38
3.6. Elektrooptischer Modulator	40
4. Aufzeichnung und Verarbeitung der Meßdaten	41
5. Korrektur der Meßergebnisse bei $10.6\mu\text{m}$	42
6. Diskussion der Meßergebnisse	47
7. Fehleranalyse zu den Experimenten	60
8. Zusammenfassung	66
9. Anhang	69
A. Ausführungen zur Gültigkeit des Kirchhoffschen Gesetzes bei hohen Temperaturen	
B. Berechnung der Intensitätsverteilung der Laserstrahlen im Brennpunkt der Fokussierungslinsen	
10. Literaturverzeichnis	78

1. Einleitung

Die Kenntnis des spektralen Emissionsvermögens $\epsilon_{\lambda}(T)$ eines Körpers ermöglicht die berührungsfreie Temperaturmessung seiner Oberfläche mit einem Spektralpyrometer. Darüberhinaus ist die Größe von $\epsilon_{\lambda}(T)$ noch von allgemeinerem Interesse. Sie erlaubt unter gewissen Voraussetzungen Aussagen über die festkörperphysikalische Natur des betreffenden Materials /1,2/.

Mißt man den Verlauf des spektralen Emissionsvermögens $\epsilon_{\lambda}(T)$ mit der Temperatur bei mehreren Wellenlängen innerhalb des für das jeweilige Anwendungsgebiet interessierenden Spektralbereiches, so kann man das totale Emissionsvermögen $\epsilon(T)$ innerhalb dieses Spektralbereiches bestimmen. Die Kenntnis des totalen Emissionsvermögens $\epsilon(T)$ ist notwendig im Zusammenhang mit Wärmetransportproblemen. Insbesondere im Rahmen der Reaktorsicherheitsanalyse werden entsprechende Daten, z.B. von UO_2 , bei Temperaturen oberhalb des Schmelzpunktes benötigt /3/.

Grundsätzlich existiert eine große Anzahl von Verfahren zur Bestimmung des spektralen Emissionsvermögens $\epsilon_{\lambda}(T)$. Ich möchte im Folgenden einige der wichtigsten beschreiben und aufzeigen, warum die meisten für Messungen an Keramiken oberhalb des Schmelzpunktes (2300 K - 3500 K) nicht mehr geeignet sind.

Eines der meist angewendeten Verfahren beruht auf der vergleichenden Messung des spektralen Strahldichte eines schwarzen Strahlers mit der der interessierenden Probenoberfläche gleicher Temperatur. Ein schwarzer Strahler läßt sich in den meisten Fällen durch eine Bohrung in der homogenen erhitzten Probe realisieren. Das spektrale Emissionsvermögen $\epsilon_{\lambda}(T)$ ergibt sich direkt als das Verhältnis der von der Probenoberfläche abgestrahlten spektralen Strahldichte zu der aus der Bohrung kommenden spektralen Strahldichte. Es ist jedoch offensichtlich, daß dieses Verfahren, nur bei Temperaturen bis zum Schmelz-

punkt des betreffenden Materials Anwendung finden kann, da beim Schmelzen die Form der Probe zerstört wird.

Andere Verfahren, bei denen die Meßprobe zum Teil bewegt wird, um sie abwechselnd aufzuheizen und zu beobachten, benötigen einen externen schwarzen Strahler, dessen Temperatur mittels aufwendiger Regelsysteme exakt auf der Temperatur der Meßprobe gehalten wird. Auch hier wird das spektrale Emissionsvermögen $\epsilon_{\lambda}(T)$ der untersuchten Substanz aus dem Verhältnis von spektraler Strahldichte der Probe zu spektraler Strahldichte des schwarzen Strahlers bei gleicher Temperatur ermittelt.

Bei den bisher beschriebenen Verfahren wird die Temperatur der Probe in der Regel mit Thermoelementen gemessen. Diese Meßmethoden sind auf den Temperaturbereich bis etwa 2500 K beschränkt, da sich sowohl bedingt durch die stationäre Aufheiztechnik mit induktiver bzw. Widerstandsheizung, als auch durch die Verwendung von Thermoelementen keine wesentlich höheren Temperaturen realisieren lassen.

Die Entwicklung von Hochleistungslasern seit etwa 1965, insbesondere des CO_2 -Lasers, eröffnete eine Reihe von neuen experimentellen Möglichkeiten. Mit diesen zudem noch monochromatischen Lichtquellen stehen hohe Leistungsdichten zur Verfügung, die es ermöglichen, die Proben lokal auf Temperaturen bis über 4000 K zu erhitzen. Während bei den oben beschriebenen Standardverfahren die ganze Probe eine einheitliche Temperatur aufweist, wird bei dem Laseraufheizungsverfahren nur noch ein kleiner Teil der Probe lokal erhitzt bzw. aufgeschmolzen. Dieser Umstand erlaubt es, tiegelfrei zu arbeiten. Das aufgeschmolzene Material befindet sich auf einer kälteren noch nicht aufgeschmolzenen Schicht des gleichen Materials. Nur so ist es möglich, die Probe auf einem Metallträger zu montieren.

Bei dem hier beschriebenen Laseraufheizungsverfahren ist es nicht mehr möglich, das spektrale Emissionsvermögen direkt im Vergleich mit schwarzen Strahlern zu bestimmen, da ein schwarzer Strahler mit einer Temperatur von 4000 K nicht realisierbar ist. Bei nichttransparenten, sog. opaken Substanzen läßt sich jedoch aus dem spektralen Reflexionsvermögen $\rho_\lambda(T)$ das spektrale Emissionsvermögen $\epsilon_\lambda(T)$ berechnen.

Das spektrale Emissionsvermögen hängt bei opaken Stoffen mit dem spektralen Reflexionsvermögen über folgende Gleichung zusammen, die sich aus einer einfachen Energiebilanz ergibt.

$$\epsilon_\lambda(T) = 1 - \rho_\lambda(T) \quad (1-1)$$

Zur Bestimmung der spektralen Reflexionsvermögens $\rho_\lambda(T)$ benötigt man eine Referenzlichtquelle, deren Licht an der Probenoberfläche reflektiert wird. Wegen der hohen monochromatischen Strahlintensität werden heute dazu, wie auch bei den hier beschriebenen Experimenten, Laser verwendet /3,13/. Bei konstanter Intensität des Referenzlichtstrahles ist das Reflexionsvermögen der Probenoberfläche gegeben durch das Verhältnis der von der Probe reflektierten Strahlungsintensität des Referenzlichtes zu der von einem idealen Spiegel reflektierten Strahlungsintensität. Der vom Spiegel reflektierte Anteil wird in einem Eichexperiment jeweils gesondert bestimmt.

Um zu gewährleisten, daß der gesamte von der Probe reflektierte Anteil des Referenzlichtes registriert wird, ist die Probe in einem integrierenden Photometer, einer sog. Ulbrichtkugel montiert. In dieser Ulbrichtkugel, wegen der verwendeten Laserheizung Laserreflektometer genannt /7/, befinden sich kleine Öffnungen, durch die

der heizende Laserstrahl und der Referenzlicht-Laserstrahl auf die Probe in der Kugel gerichtet werden, bzw. durch die ein entsprechender Anteil des reflektierten Laserlichtes auf die jeweiligen Detektoren fällt. Für die pyrometrische Temperaturmessung ist ebenfalls eine Öffnung vorhanden. Damit ist im Wesentlichen das bei den hier beschriebenen Experimenten Anwendung findende Verfahren beschrieben.

2. Meßverfahren

2.1. Theoretische Grundlagen zur Bestimmung des gerichteten spektralen Emissionsvermögens $\epsilon_\lambda(\theta, T)$ aus Reflexionsmessungen

Wie schon in der Einleitung erwähnt wurde ist es praktisch nicht möglich, das spektrale Emissionsvermögen von keramischen Materialien bei Temperaturen oberhalb von 3000 K direkt zu messen. Bei optisch dichten (opaken) Substanzen ist es jedoch möglich, das spektrale Emissionsvermögen $\epsilon_\lambda(\theta, T)$ durch Messung des spektralen halbräumlich, gerichteten Reflexionsvermögens $\rho_\lambda(\theta, 2\pi; T)$ zu bestimmen. Der Winkel θ ist beim spektralen Emissionsvermögen der Winkel zwischen der Oberflächennormalen und der Ausstrahlungsrichtung.

Analog dazu ist der Winkel θ beim spektralen Reflexionsvermögen der Winkel zwischen der Richtung des eingestrahelten Lichtes und der Probennormalen. Die etwas umständliche Bezeichnung von ρ_λ resultiert aus der Tatsache, daß das eingestrahelte Licht in der Regel von der Probenoberfläche nicht spiegelnd, sondern zumindest teilweise diffus in den Halbraum reflektiert wird. In Abb.2.1a sind die Reflexionsverhältnisse für einen Spiegel, in Abb.2.1b für einen perfekt diffusen Reflektor dargestellt. Das Reflexionsverhalten einer realen, meist rauhen Oberfläche liegt zwischen diesen beiden Grenzfällen. Das Reflexionsverhalten von gesinterten oder aufgerauhten Oberflächen liegt nahe bei dem des perfekten diffusen Reflektors.

Für einen undurchsichtigen Körper, der Begriff undurchsichtig wird im Abschnitt 2.2. noch genauer definiert, gilt folgender Zusammenhang:

$$\alpha_\lambda(\theta, T) = 1 - \rho_\lambda(\theta, 2\pi; T) \quad (2-1)$$

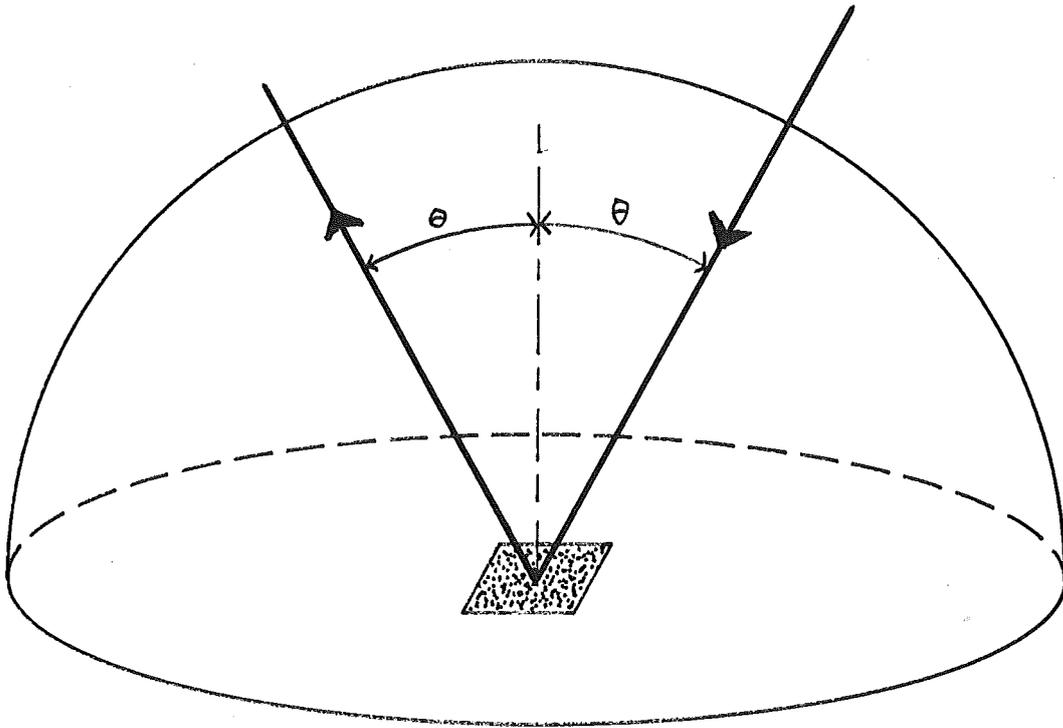


Abb. 2.1a spiegelnde Reflexion

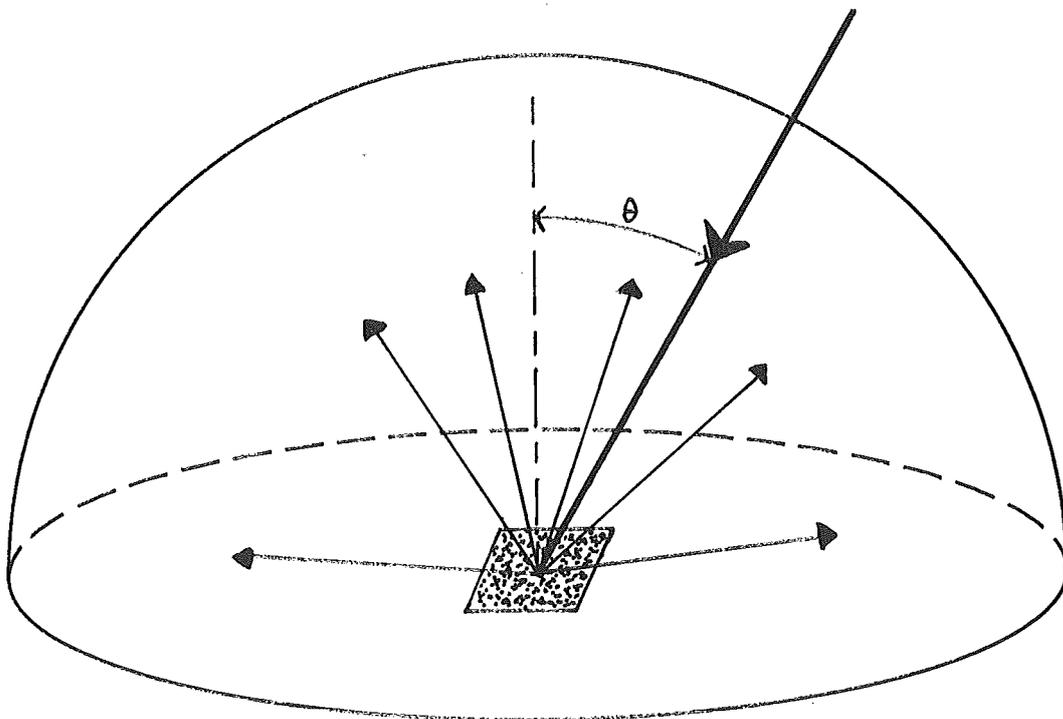


Abb. 2.1b gerichtete, halbräumliche Reflexion

Hierbei ist $\alpha_\lambda(\theta, T)$ das gerichtete, spektrale Absorptionsvermögen, das mit dem gerichteten, spektralen Emissionsvermögen zahlenmäßig identisch ist:

$$\epsilon_\lambda(\theta, T) = \alpha_\lambda(\theta', T) \text{ für } \theta = \theta' \quad (2-2)$$

Dieser Zusammenhang ist als Kirchhoffsches Gesetz bekannt. Das Kirchhoffsche Gesetz ist allgemein nur für die spektralen Größen $\epsilon_\lambda(\theta, T)$ und $\alpha_\lambda(\theta, T)$ gültig. Das totale Emissionsvermögen $\epsilon(\theta, T)$ ist nur dann zahlenmäßig mit dem totalen Absorptionsvermögen $\alpha(\theta, T)$ identisch, wenn es sich bei dem betrachteten Körper um einen grauen Strahlen handelt, einem Körper also, dessen Emissions- bzw. Absorptionsvermögen nicht von der Wellenlänge des aus- bzw. eingestrahlten Lichtes abhängt. Dieser Punkt wird in der Literatur häufig übergangen.

Bei der Durchsicht der Literatur stieß ich auf einige Arbeiten, in denen die Gültigkeit des Kirchhoffschen Gesetzes angezweifelt wird /4,5/. Neuere Arbeiten, wie z.B. die von D.Burkhard et al. /6/ widerlegen jedoch diese Zweifel und erweitern sogar noch das Gültigkeitsgebiet. Genauere Ausführungen zu diesem Thema werden in Anhang A wiedergegeben.

Allgemein gilt für jede nicht lumineszierende Substanz folgende Bilanzgleichung:

$$\alpha_\lambda + \rho_\lambda + \tau_\lambda = 1 \quad (2-3)$$

τ_λ ist das spektrale Transmissionsvermögen. Wenn der betrachtete Körper optisch nicht so dicht ist, daß man das Transmissionsvermögen vernachlässigen kann, läßt sich

nicht mehr ohne weiteres das spektrale Emissionsvermögen ϵ_λ aus dem spektralen Reflexionsvermögen berechnen. Für den Fall, daß das Transmissionsvermögen τ_λ der strahlenden Schicht bekannt ist, lassen sich folgende von McMahon /7/ entwickelte Formeln anwenden:

$$\epsilon_\lambda(T) = \frac{(1-\rho_\lambda(T))(1-\tau_\lambda(T))}{1-\rho_\lambda(T) \cdot \tau_\lambda(T)} \quad (2-4)$$

In dieser Gleichung sind ρ_λ und τ_λ die wahren Größen des spektralen Reflexions- bzw. Transmissionsvermögens. Das gemessene spektrale Reflexionsvermögen ρ_λ^* entspricht nicht mehr dem wahren spektralen Reflexionsvermögen ρ_λ , wenn z.B. die Dicke der durch Laseraufheizung aufgeschmolzenen isothermen Schicht kleiner als die Eindringtiefe des zu reflektierenden Lichtstrahles ist, so daß zu große Temperaturdifferenzen in der reflektierenden Oberflächenschicht auftreten und u.U. ein Teil des einfallenden Lichtes an der Grenzfläche zwischen aufgeschmolzenem und noch festem Material zurück reflektiert wird.

In diesem Fall gilt dann näherungsweise zwischen ρ_λ^* und ρ_λ folgender Zusammenhang:

$$\rho_\lambda^*(T) = \rho_\lambda(T) \left[1 + \frac{\tau_\lambda^2(T) (1-\rho_\lambda(T))^2}{1-\rho_\lambda^2(T) \cdot \tau_\lambda^2(T)} \right] \quad (2-5)$$

Die Gleichungen (2-4) und (2-5) wurden rechnerisch ausgewertet. Das Ergebnis ist in Abb.2.2 als Verlauf des wahren spektralen Emissionsvermögens ϵ_λ in Abhängigkeit vom gemessenen spektralen Reflexionsvermögens ρ_λ^* bei fünf verschiedenen Werten des spektralen Transmissionsvermögens τ_λ der betrachteten Schicht dargestellt. Die gepunktete Kurve gibt den für das jeweilige spektrale Transmissionsvermögen τ_λ niedrigsten möglichen Wert des spektralen Emissionsvermögens ϵ_λ an.

Wie man aus der Abb.2.2 entnehmen kann gilt:

$$\epsilon_{\lambda} = 1 - \rho_{\lambda}^* \text{ für } \tau_{\lambda} = 0 \quad (2-6)$$

Dieses Resultat ist trivial, da bei $\tau_{\lambda}=0$ ρ_{λ}^* genau ρ_{λ} entspricht.

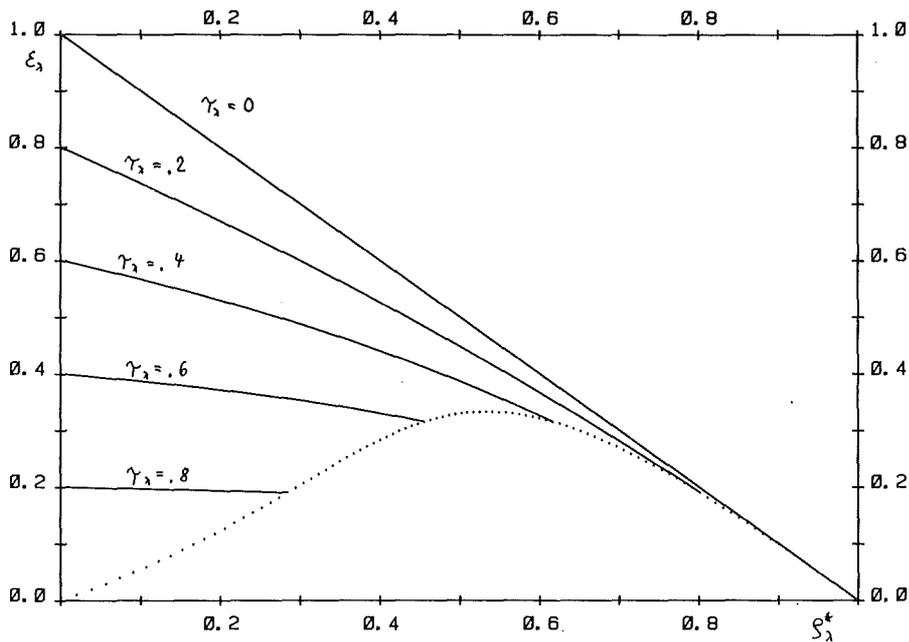


Abb.2.2 Verlauf des wahren spektralen Emissionsvermögens in Abhängigkeit vom gemessenen spektralen Reflexionsvermögen bei verschiedenen Werten des spektralen Transmissionsvermögens der betrachteten Materialschicht.

2.2. Experimentelle Voraussetzungen zur Bestimmung des gerichteten, spektralen Emissionsvermögens $\epsilon_\lambda(\theta, T)$ aus Reflexionsmessungen

Leider lassen sich die Formeln 2-4 und 2-5 in den hier beschriebenen Experimenten nur als grobe Abschätzung einsetzen, da experimentell keine Möglichkeit besteht, das Transmissionsvermögen der aufgeschmolzenen Schicht zu messen. Es existieren auch keine Werte für die Extinktionskonstante K von keramischen Schmelzen, so daß man das Transmissionsvermögen τ_λ trotz Kenntnis der Dicke der aufgeschmolzenen Schicht auch nicht berechnen kann. Aus dem gleichen Grund ist auch ein von Kortum /8/ angegebene Kriterium nicht sehr hilfreich. Er gibt an, daß der Fehler, bezogen auf das spektrale Reflexionsvermögen in Gl. (2-1) und (2-2) nicht größer ist als 5%, wenn gilt:

$$K \cdot d > 1.5 \quad (2-7)$$

Dabei ist d die Dicke der betrachteten Probenschicht. $K=1/L$, wobei L die mittlere Reichweite (Eindringtiefe) des Lichtes ist.

Für die meisten Hochtemperaturmaterialien sind Werte für die Extintionskonstante K nur bei recht niedrigen Temperaturen (300-1000 K) und nur bei ganz wenigen Materialien auch für den Bereich von 1000-2000 K bekannt.

Weiterhin ist zu berücksichtigen, daß die Schicht, in die das eingestrahlte Licht eindringt, isotherm sein muß. Durch einen Temperaturgradienten innerhalb der betrachteten Schicht könnte das Meßergebnis verfälscht werden. Diese Forderung ist bei der hier verwendeten Laseraufheizung nicht einfach zu erfüllen. Sie hängt im wesentlichen von drei Parametern ab /3/. Der erste ist der Druck der inerten Atmosphäre über der Probenoberfläche, der groß genug sein muß, um eine starke Kühlung der Oberfläche durch Verdampfung zu verhindern. Der zweite Parameter

ist die Aufheizrate der Oberfläche, der dritte Parameter die Wärmeableitung ins Probeninnere. Die Aufheizrate sollte so klein sein, daß sich ein möglichst geringer Temperaturgradient innerhalb der Eindringtiefe des eingestrahlten Lichtes ausbildet.

Zusammenfassend läßt sich also feststellen, daß die Bestimmung des spektralen Emissionsvermögens ϵ_λ durch Messung des spektralen Reflexionsvermögens ρ_λ bei hohen Temperaturen möglich ist, wenn die betrachtete Materialschicht sowohl strahlungsundurchlässig (opak) als auch hinreichend isotherm ist. Ich werde auf diese Punkte noch im Einzelnen bei der Diskussion der Meßergebnisse eingehen.

Eine weitere, vor allem meßtechnische Schwierigkeit bei dieser Meßmethode resultiert aus der Tatsache, daß jeder erhitzte Körper selbst thermische Strahlung emittiert, deren spektrale Strahldichte $L_\lambda(\lambda, T)$ von der Temperatur und der Wellenlänge abhängig ist. Deswegen ist es bei Reflexionsmessungen an heißen Materialien notwendig, den Anteil des reflektierten Lichtes vom Gesamtsignal, das sich aus thermischer Eigenstrahlung und reflektiertem Licht zusammensetzt, abzutrennen. Da die thermische Eigenstrahlung des Probenkörpers im Gegensatz zum reflektierten Referenz-Laserlicht nicht monochromatisch ist, kann man das Signal zu Untergrund-Verhältnis des Detektorsignals durch ein optisches Filter vor dem Detektor, das nur Licht mit der Frequenz des eingestrahlten Laserlichtes durchläßt, verbessern.

Wie man jedoch aus Abb.2.3 sehen kann, ist die spektrale Strahldichte eines thermischen Strahlers bei Temperaturen zwischen 3000 und 4000 K gerade im sichtbaren Bereich des Spektrums sehr groß.

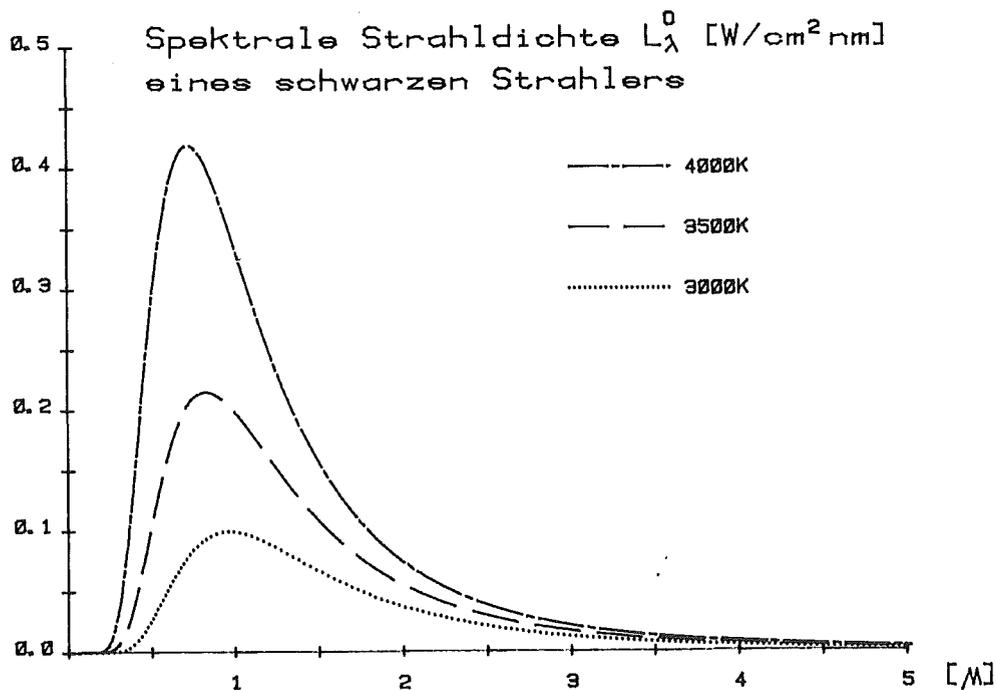
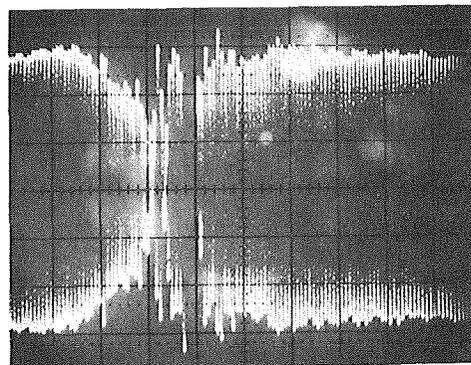
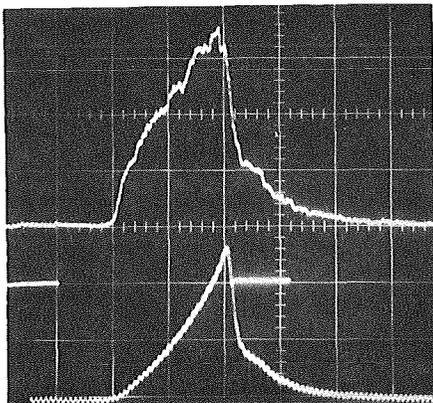


Abb. 2.3

Das hat zur Folge, daß durch das Filter nicht nur das reflektierte Laserlicht, sondern noch ein relativ großer Anteil von thermischer Strahlung des gleichen Wellenlängenintervalls kommt, der als thermischer Untergrund vom Detektor registriert wird. Um eine Trennung des Reflexionssignals vom Untergrund zu erreichen, muß das einfallende Laserlicht definiert moduliert werden.

Zur Modulation wurde anfangs eine von einem Motor angetriebene Lochscheibe verwendet, mit dem das einfallende Licht in rechteckähnliche Impulse zerlegt wurde. Die mit Hilfe dieser Lochscheibe erreichbare Modulationsfrequenz lag bei 12 KHz. Entsprechend wurde das vor-

verstärkte Detektorsignal durch ein elektrisches Bandpaßfilter gleicher Trägerfrequenz gefiltert. Ein Bandpaßfilter ist notwendig, weil sich die Amplitude des Meßsignals, verursacht durch die Änderung des Reflexionsverhaltens während des Aufheizens bzw. Abkühlens, mit einer Frequenz von bis zu etwa 8 KHz ändert. Bei allen hier behandelten Substanzen mit Ausnahme des TaC dauerte der Aufheizvorgang von 300 K auf 4000.K nicht länger als etwa 2ms. Um diese Signaländerungen noch sicher zu erfassen darf das Filter die Signalanteile mit einer Frequenz von $12 \text{ KHz} \pm 8 \text{ KHz}$ nicht dämpfen. Unter diesen Umständen ließ sich nur eine mäßige Signaltrennung erzielen, da das Filter bei einem Durchlaßband von $12 \text{ KHz} \pm 8 \text{ KHz}$ im Wesentlichen als Tiefpaß arbeitete.



In den Abb. 2.4 und 2.5 sind zwei zueinandergehörige Signale dargestellt, die im Experiment erhalten wurden.

Die obere Spur der Abb.2.4 zeigt den Temperaturschrieb des Pyrometers. Die Stufe am Erstarrungspunkt ist gut zu erkennen. Die untere Spur zeigt das Detektorsignal für das reflektierte Licht. Die Höhe der Modulation entspricht der Intensität des reflektierten Laserlichts. Es zeigt sich

jedoch deutlich, daß die thermische Eigenstrahlung der Probe noch den Hauptanteil des Signals ausmacht. In Abb. 2.5 ist das Signal dargestellt, daß aus der Filterung des unteren Signals von Abb.2.4 mittels des Bandpaßfilters entstand, dem der an der Probenoberfläche reflektierte Anteil des Laserlichtes entspricht.

Wie Abb.2.5 zeigt, war die Modulationsfrequenz von 12 KHz zu niedrig, um im Bereich hoher Temperaturen eine gute Auflösung des Signals zu erzielen. Aus diesem Grund kann anstelle des mechanischen Zerhackers ein sehr viel schnellerer elektrooptischer Modulator, eine sog. Pockelszelle zur Anwendung. Die Modulations- und Demodulationsfrequenz konnte damit zunächst auf 90 KHz erhöht werden. Ein weiterer Vorteil neben der höheren Frequenz war die Möglichkeit, den einfallenden Strahl nun sinusförmig zu modulieren. Das Durchlaßband des Filters lag bei $90 \text{ KHz} \pm 8 \text{ KHz}$. Mit dieser Meßanordnung ließ sich das Reflexions-signal gut von der thermischen Strahlung trennen.

Die obige Problematik besteht glücklicherweise nur im Bereich des sichtbaren Spektrums. Bei den Messungen im IR-Bereich, bei der Wellenlänge des CO_2 -Lasers von 10.6μ , ist zum einen die thermische Strahlung der Proben geringer (siehe Abb.2.3) und zum anderen die eingestrahlte Laserleistung erheblich größer. Im Infrarot-Bereich konnte aus diesem Grund auf eine elektronische Filterung des Signals vollkommen verzichtet werden. Der thermische Untergrund macht hier maximal 0.5% der reflektierten Strahlleistung aus, auch wenn man berücksichtigt, daß die spektrale Empfindlichkeit des verwendeten IR-Detektors von 3μ bis 11μ reicht.

In Tabelle 1 sind die Strahlungsintensitäten sowohl des reflektierten Laserlichtes (R) als auch der thermischen Eigenstrahlung der Probenoberfläche (T) wiedergegeben. Die Werte für die thermische Eigenstrahlung beziehen sich auf eine strahlende Fläche von 0.3 mm^2 . Diese Fläche entspricht der während des Aufheizens aufgeschmolzenen

Fläche auf den Proben. Die thermischen Intensitäten bei 633 nm wurden mit einer des des Interferenzfilters im Detektor entsprechenden Halbwertsbreite berechnet. Die Werte für die reflektierte Intensität beziehen sich auf das spektrale Reflexionsvermögen von UO_2 .

TEMPERATUR	WELLENL.	THERM. INT. T	REFL. INT. R	R/T
3000K	3-11 μm	.15W	30W	200
4000K	3-11 μm	.24W	247W	1030
3000K	633nm	4.6mW	1mW	.22
4000K	633nm	17 mW	.8mW	.05

Tabelle 1

In Abb.2.6 sind 2 mit der verbesserten Meßanordnung erhaltene Signale dargestellt. Die untere Spur zeigt wieder das ungefilterte und die obere Spur das gefilterte Reflexionssignal. Man sieht deutlich, daß im Vergleich zur mechanischen Modulation die Signalauflösung im Bereich hoher Temperaturen verbessert wurde.

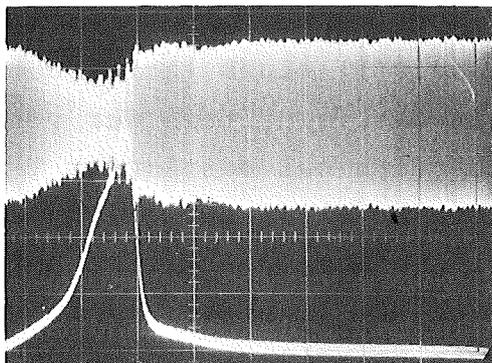


Abb.2.6 Reflexionssignal nach Erhöhung der Modulationsfrequenz

2.3. Pyrometrische Temperaturmessung

In der optischen Pyrometrie wird zur Bestimmung der Temperatur der Oberfläche eines erhitzten Körpers dessen totales Emissionsvermögen $\epsilon(T)$ bzw. dessen spektrales Emissionsvermögen $\epsilon_{\lambda}(T)$ benötigt. Welche der beiden Größen von Interesse ist, hängt von der Wahl des Meßverfahrens ab. Bei der hier verwendeten Laseraufheiztechnik finden merkliche Temperaturänderungen schon in Zeiträumen von ca. 10 μsec statt. Der gesamte Aufheißvorgang der Probenoberfläche von 300 K und ca. 4000 K dauert etwa 2 ms.

Zur Aufzeichnung derart schneller Temperaturänderungen kommt nur ein Pyrometer mit einem Sekundärelektronenvervielfacher (SEV) als Lichtempfänger in Frage. Dabei mißt der im Pyrometer befindliche SEV die von der Probenoberfläche abgestrahlte spektrale Strahldichte bei einer Wellenlänge, die durch ein vor den SEV gesetztes Interferenzfilter festgelegt wird. Die Messung der spektralen und nicht der totalen Strahldichte ist deswegen sinnvoll, weil sich zum einen das spektrale Emissionsvermögen leichter als das totale Emissionsvermögen bestimmen läßt und weil zum anderen innerhalb eines schmalen Spektralbereichs die spektrale Empfindlichkeit der SEV-Photokathode konstant ist. Die Beachtung des letzten Punktes ist besonders wichtig, da die relative spektrale Intensitätsverteilung der thermischen Strahlung einer erhitzten Probe von der Temperatur der Probe abhängt (siehe Abb.2.3).

Das totale Emissionsvermögen $\epsilon(T)$ eines thermischen Strahlers ist definiert als das Verhältnis der von ihm in einem bestimmten Spektralbereich bei bestimmter Temperatur emittierten Strahldichte $L(\Delta\lambda, T)$ zu der von einem schwarzen Strahler im gleichen Spektralbereich bei gleicher Temperatur emittierten Strahldichte $L^{\circ}(\Delta\lambda, T)$. In gleicher Weise ist auch das spektrale Emissionsvermögen eines thermischen Strahlers definiert:

$$\epsilon_{\lambda}(T) = \frac{L_{\lambda}(\lambda, T)}{L_{\lambda}^{\circ}(\lambda, T)} \quad (2-8)$$

Die Funktion $L_{\lambda}^{\circ}(\lambda, T)$ ist die sog. Planck'sche Strahlungskurve für den schwarzen Strahler. Für halbräumlich emittierte, unpolarisierte Strahlung lautet sie wie folgt:

$$L_{\lambda}^{\circ}(\lambda, T) = c_1 \cdot \pi^{-1} \cdot \lambda^{-5} (\exp(c_2/\lambda \cdot T) - 1)^{-1} \quad (2-9)$$

$$c_1 = 2\pi \cdot c_0^2 \cdot h = 3.74668 \cdot 10^{-6} \text{ W} \cdot \text{m}^2$$

$$c_2 = c_0 \cdot h/K = 1.43965 \cdot 10^{-2} \text{ K} \cdot \text{m}$$

h ist das Planck'sche Wirkungsquantum

K ist die Boltzmann Konstante und

c_0 ist die Lichtgeschwindigkeit

$L_{\lambda}(\lambda, T)$ wird meistens angegeben in Watt/cm²·nm (halbräumliche Strahlungsemission). Die Funktion $L_{\lambda}^{\circ}(\lambda, T)$ ist in Abbildung 2.3 für verschiedene Temperaturen dargestellt.

Da eine reale Messung nicht streng monochromatisch durchgeführt werden kann, bezieht man sich bei Messungen der Spektraltemperatur auf einen quasi-monochromatischen Spektralbereich der wirksamen Wellenlänge λ /9/. Einen quasi-monochromatischen Spektralbereich erhält man durch Verwendung von Interferenzfiltern. Der gemessenen Strahldichte $L_{\lambda}(T)$ ordnet man die spektrale Strahlungstemperatur T_s zu. Die spektrale Strahlungstemperatur T_s eines strahlenden Körpers ist diejenige Temperatur, bei der er bei definierter Wellenlänge λ mit der gleichen Intensität strahlt, wie ein schwarzer Körper bei gleicher Wellenlänge λ mit der Temperatur $T=T_s$. Die wirkliche Temperatur T eines realen Strahlers ist also immer größer als seine Strahlungstemperatur. Der Begriff Strahlungstemperatur ist synonym mit dem Begriff "schwarze Temperatur".

Es gilt also

$$L_{\lambda}(\lambda, T) = L_{\lambda}^{\circ}(\lambda, T_s) , T_s < T \quad (2-10)$$

Daraus ergibt sich mit Gleichung (2-8)

$$L_{\lambda}^{\circ}(\lambda, T) = L_{\lambda}^{\circ}(\lambda, T_s) / \varepsilon_{\lambda}(T) \quad (2-11)$$

Mit Hilfe dieser Gleichung kann man die wahre Temperatur T eines Strahlers bestimmen, wenn seine Strahlungstemperatur T_s und sein spektrales Emissionsvermögen $\varepsilon_{\lambda}(T)$ bekannt sind.

In allgemeiner Form lautet also die Bestimmungsgleichung der wahren Temperatur T

$$T = c_2 / \lambda \ln \left[\varepsilon_{\lambda}(T) \cdot (\exp(c_2 / \lambda T_s) - 1) + 1 \right] \quad (2-12)$$

Um nun die Meßspannung des SEV-Pyrometers der vom Strahler emittierten spektralen Strahldichte $L_{\lambda}(T_s)$ zuordnen zu können, verwendet man zur Eichung des Pyrometers entweder, was bei sehr hohen Temperaturen sehr teuer und aufwendig ist, einen künstlichen schwarzen Strahler (Hohlraumstrahler), oder eine Eichlampe. Eichlampen, meist Wolframbandlampen, strahlen, wenn sie von einem Strom definierter Größe durchflossen werden mit einer spektralen Strahldichte $L_{\lambda}^{\circ}(T_e, \lambda)$, die einer genau bestimmten Strahlungstemperatur entspricht. Somit gilt für die Meßspannung des SEV-Pyrometers beim Betrachten der Eichlampe

$$U_{p,e} = f(\text{SEV}, L_{\lambda}(T_e)) \cdot L_{\lambda}^{\circ}(T_e, \lambda) \quad (2-13)$$

Hierbei ist $f(\text{SEV}, L_{\lambda}(T_e))$ die Übertragungsfunktion des im Pyrometer befindlichen Sekundär-Elektronen-Vervielfachers (SEV). Zur Unterscheidung zwischen Messung und Eichung des Pyrometers sind die für die Eichprozedur relevanten Größen mit dem Index e versehen.

Betrachtet man mit dem Pyrometer nun das Meßobjekt, so gilt analog zu (2-13)

$$U_p = f(\text{SEV}, L_{\lambda}(T_s)) \cdot L_{\lambda}^{\circ}(T_s, \lambda) \quad (2-14)$$

Sofern die Übertragungsfunktion $f(\text{SEV}, L_{\lambda}(T))$ bekannt ist, kann man nach folgender Formel aus der Meßspannung des Pyrometers die spektrale Strahlungstemperatur des Meßobjektes berechnen:

$$U_p = U_{p,e} \cdot \frac{L_{\lambda}^{\circ}(T_s, \lambda)}{L_{\lambda}^{\circ}(T_e, \lambda)} \cdot \frac{f(\text{SEV}, L_{\lambda}(T_s))}{f(\text{SEV}, L_{\lambda}(T_e))} \quad (2-15)$$

Im allgemeinen ist die Übertragungsfunktion $f(\text{SEV}, L_{\lambda}(T))$ konstant, so daß der letzte Term auf der rechten Seite der Gleichung 2-15 wegfällt, also

$$U_o = U_{p,e} \frac{L_{\lambda}^{\circ}(T_s, \lambda)}{L_{\lambda}^{\circ}(T_e, \lambda)} \quad (2-16)$$

Um die Auswertung etwas zu vereinfachen kann man an Stelle der Planck'schen Strahlungsformel die Wiensche Näherung verwenden. Sie ist gültig im Bereich

$$e^{c_2/\lambda \cdot T} \gg 1 \quad (\hat{=} \lambda \cdot T < 2900 \mu \cdot K) \quad (2-17)$$

Sie lautet

$$L_{\lambda}^0 = c_1 \cdot \pi^{-1} \cdot \lambda^{-5} \cdot e^{-c_2/\lambda \cdot T} \quad (2-18)$$

Beide Funktionen sind in Abb.2.7 für die Wellenlänge 653nm in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt.

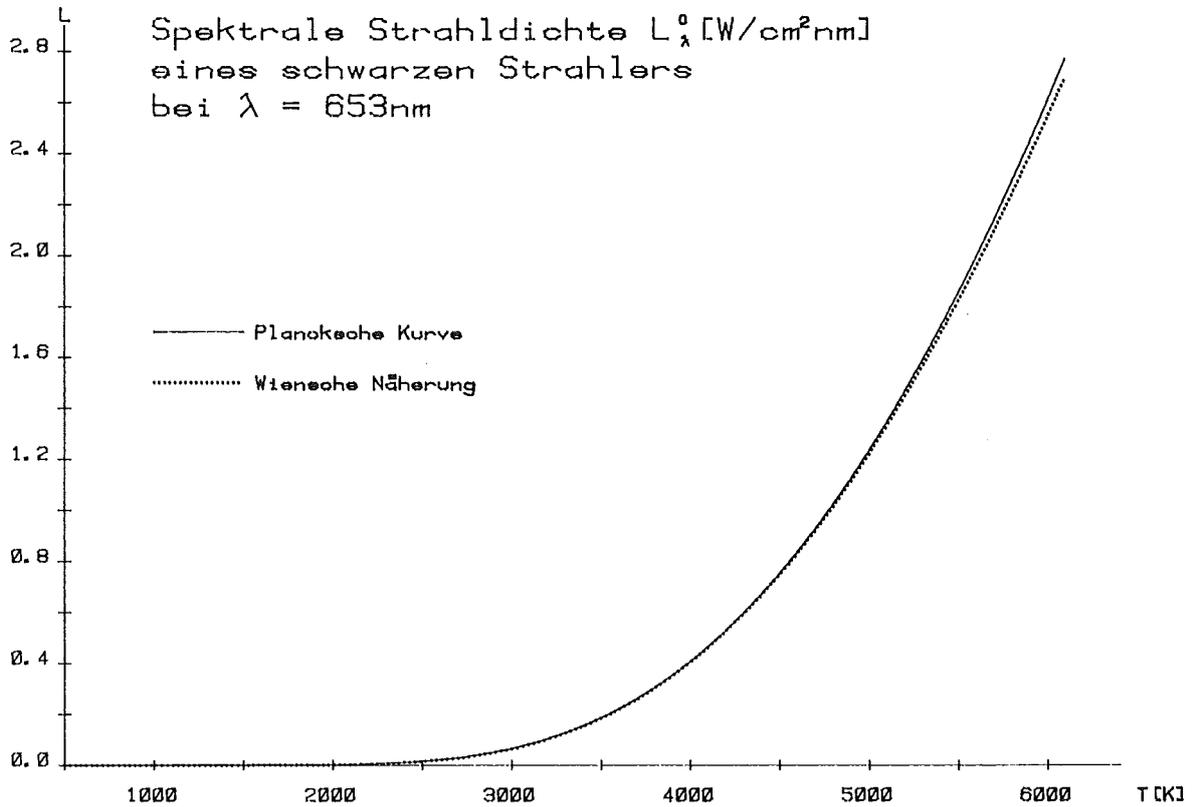


Abb. 2.7

Man sieht, daß bis zu Temperaturen von 4000 K die Verwendung der Wienschen Näherung keinen Fehler verursacht. Aus den Gleichungen 2-11, 2-16 und 2-18 ergibt sich die Bestimmungsgleichung der wahren Temperatur zu:

$$T = (1/T_e - 4.514 \cdot 10^{-5} (\ln U_p - \ln U_{p,c} - \ln \epsilon_\lambda(T)))^{-1} \quad (2-19)$$

Die Konstante $4.514 \cdot 10^{-5}$ setzt sich zusammen aus dem Wert λ/c_2 .

Man muß bei der Messung und bei der Auswertung berücksichtigen, daß man unter dem gleichen Winkel mit dem Pyrometer auf die Probe sieht, unter dem auch das spektrale Emissionsvermögen gemessen wird. Diese Bedingung ist wichtig, da nicht von vornherein sichergestellt ist, daß die Substanz die Strahlung nach dem Cosinusetz emittiert, wie es bei einem schwarzen Strahler der Fall ist. Bei den hier beschriebenen Experimenten wurden die Reflexionsmessungen bei Reflexionswinkeln zwischen 5° und 23° , bei Uranoxid auch bis 30° , durchgeführt. In diesem Winkelbereich konnte jedoch innerhalb der Meßfehlergrenzen keine Winkelabhängigkeit des Absorptionsvermögens festgestellt werden.

2.4. Funktion der Ulbrichtkugel

Wie schon in Abschnitt 2.1 erwähnt wurde, wird das eingestrahlte Referenzlicht von der Probenoberfläche im allgemeinen nicht spiegelnd sondern mehr oder minder diffus in den gesamten Halbraum über der Probenoberfläche reflektiert. Da ein Detektor mit einem Sichtwinkel von 2π nicht realisiert werden kann, ist es notwendig, sich eines geeigneten Hilfsmittels zu bedienen. Besonders geeignet ist hierfür ein sog. integrierendes Photometer, in diesem Fall eine Ulbrichtkugel, deren besondere Geometrie es er-

möglichst, die gesamte von der Probe reflektierte Strahlungsintensität, unabhängig von deren Richtungscharakteristik zu messen. Dabei ist die Position der Strahlungsquelle innerhalb der Kugel ohne Bedeutung. Während sich bei den hier verwendeten Ulbrichtkugeln die Strahlungsquelle (Probe) im Innern der Kugel befindet, existieren auch andere Ausführungen, bei denen ein Teil der Kugelwand als Probe ausgebildet ist /10, 11, 12, 13/.

Die Theorie der Ulbrichtkugel basiert auf zwei fundamentalen Strahlungsgesetzen /14/.

- 1) Der Strahlungsfluß Φ , den ein Flächenelement von einer Punktquelle empfängt, ist umgekehrt proportional zum Quadrat der Entfernung der Punktquelle vom Flächenelement und direkt proportional zum Cosinus des Winkels θ zwischen der Normalen des Flächenelementes und der Verbindungsgeraden des Flächenelementes und der Punktquelle

$$\Phi \sim \frac{\cos\theta}{r^2} \quad (2-20)$$

- 2) Der Strahlungsfluß Φ , der von einer perfekt diffusen Fläche reflektiert wird, folgt dem Lambertschen Gesetz, d.h. der Fluß pro Raumwinkeleinheit (Strahlungsintensität), der von einem Flächenelement in eine gegebene Richtung reflektiert wird, ist proportional zum Cosinus des Winkels zwischen der Flächennormalen und der gegebenen Richtung

$$\Phi(\theta) = \Phi(\theta=0) \cdot \cos\theta \quad (2-21)$$

Bei folgender Geometrie ergibt sich für die Strahlungsverhältnisse in der Ulbrichtkugel:

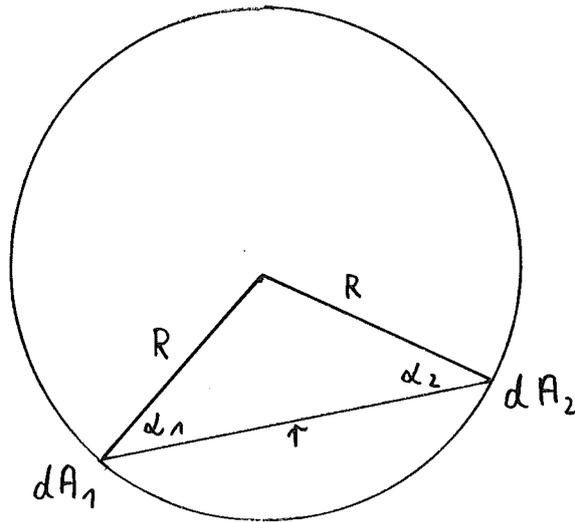


Abb.2.8 Geometrie der Ulbrichtkugel

Der Fluß ϕ_1 , der vom Flächenelement dA_1 in das Raumwinkel-
element $d\Omega$ gestrahlt wird, beträgt:

$$\phi_1 = L \cdot d\Omega \cdot dA_1 \cdot \cos\alpha_1 \quad (2-22)$$

L ist die Strahldichte der emittierten Strahlung

$$d\Omega = \frac{dA_2 \cdot \cos\alpha_2}{r^2} \quad (2-23)$$

Aus der Geometrie folgt:

$$\alpha_1 = \alpha_2 = \alpha \quad \text{und} \quad r = 2R \cdot \cos \alpha$$

Somit ergibt sich für ϕ_2 (Fluß den dA_2 von A_1 empfängt)

$$\begin{aligned}\phi_2 &= L \cdot dA_1 \cdot \cos \alpha \cdot \frac{dA_2 \cdot \cos \alpha}{r^2} \\ &= L \cdot \frac{dA_1 \cdot dA_2 \cdot \cos^2 \alpha}{4 \cdot R^2 \cdot \cos^2 \alpha} = L \cdot \frac{dA_1 \cdot dA_2}{4 \cdot R^2}\end{aligned}\quad (2-24)$$

Für einen perfekt diffusen Reflektor gilt nach Lambert für den total reflektierten Fluß $\phi_1 \text{ tot}$

$$\phi_1 \text{ tot} = dA_1 \cdot \pi \cdot L \quad (2-25)$$

$\phi_1 \text{ tot}$ ist der gesamte vom Flächenelement dA_1 ausgehende Fluß.

So ergibt sich für das Verhältnis von dem insgesamt vom Flächenelement dA_1 ausgestrahlten Fluß zu dem, der auf das Flächenelement dA_2 auftritt (ϕ_2)

$$\frac{\phi_1 \text{ tot}}{\phi_2} = \frac{dA_1 \cdot \pi \cdot L}{dA_1 \cdot dA_2 \cdot L / 4\pi R^2} = \frac{4\pi R^2}{dA_2} = \frac{A}{dA_2} \quad (2-26)$$

Dieses Ergebnis sagt aus, daß der Fluß, der auf das Flächenelement dA_2 trifft, nur abhängig ist von der Größe von dA_2 , nicht aber von der Lage des Flächenelementes dA_2 in der Kugel. Daraus folgt natürlich, daß alle Flächenelemente der Kugel gleichmäßig, unabhängig von ihrer Lage, ausgeleuchtet werden, was wiederum bedeutet, daß die Beleuchtungsstärke innerhalb der Kugel über die gesamte Fläche konstant ist. Aus diesem Grund ist die Messung der Strahlendichte einer Quelle innerhalb der Ulbrichtkugel möglich, unabhängig von der Richtungscharakteristik der Strahlung.

3. Beschreibung des Versuchsaufbaus

Der Versuchsstand besteht im wesentlichen aus einem Hochleistungs-CO₂-Laser (480 Watt Strahlleistung bei 10.6μ), zwei Laserreflektometern (Ulbrichtkugeln) für die Spektralbereiche 250 nm - 800 nm bzw. 630 nm - 11μ, einem He-Ne-Laser mit 12 mW Leistung bei 632.8 nm sowie einem schnellen Mikropyrometer (Meßfleckdurchmesser 30μ).

Die keramischen Materialproben (gesinterte Scheibchen von 6 mm Durchmesser und 1,5-2 mm Dicke) werden in den Laserreflektometern auf geeignete Halter montiert und durch den auf die Probenoberfläche fokussierten CO₂-Laser lokal aufgeschmolzen. Dadurch entsteht auf der Probenoberfläche jeweils eine kleine Schmelzzone von ca. 0.6mm Durchmesser. Auf die gleiche Stelle wird das Licht des He-Ne-Referenzlaserstrahles fokussiert. Das an der aufgeschmolzenen Oberflächenschicht reflektierte Laserlicht wird mittels geeigneter Detektoren gemessen. Dabei wird bei den Messungen mit He-Ne-Laserreferenzlicht zur Abtrennung der thermischen Eigenstrahlung der Probe der eingestrahlte He-Ne-Strahl mit einem elektrooptischen Modulator (Pockelszelle) mit 90 KHz moduliert und das Detektorsignal entsprechend demoduliert.

Aus dem gemessenen spektralen Reflexionsvermögen wird nach dem Kirchhoffchen Gesetz das spektrale, gerichtete Emissionsvermögen $\epsilon_{\lambda}(\theta, T)$ berechnet. Gleichzeitig mit der Reflexionsmessung wird mit dem Spektralpyrometer die Spektraltemperatur T_s (schwarze Temperatur) der aufgeschmolzenen Probenoberfläche bestimmt. Aus der Spektraltemperatur T_s und dem spektralen Emissionsvermögen $\epsilon_{\lambda}(T)$ läßt sich die wahre Temperatur T der Probenoberfläche bestimmen.

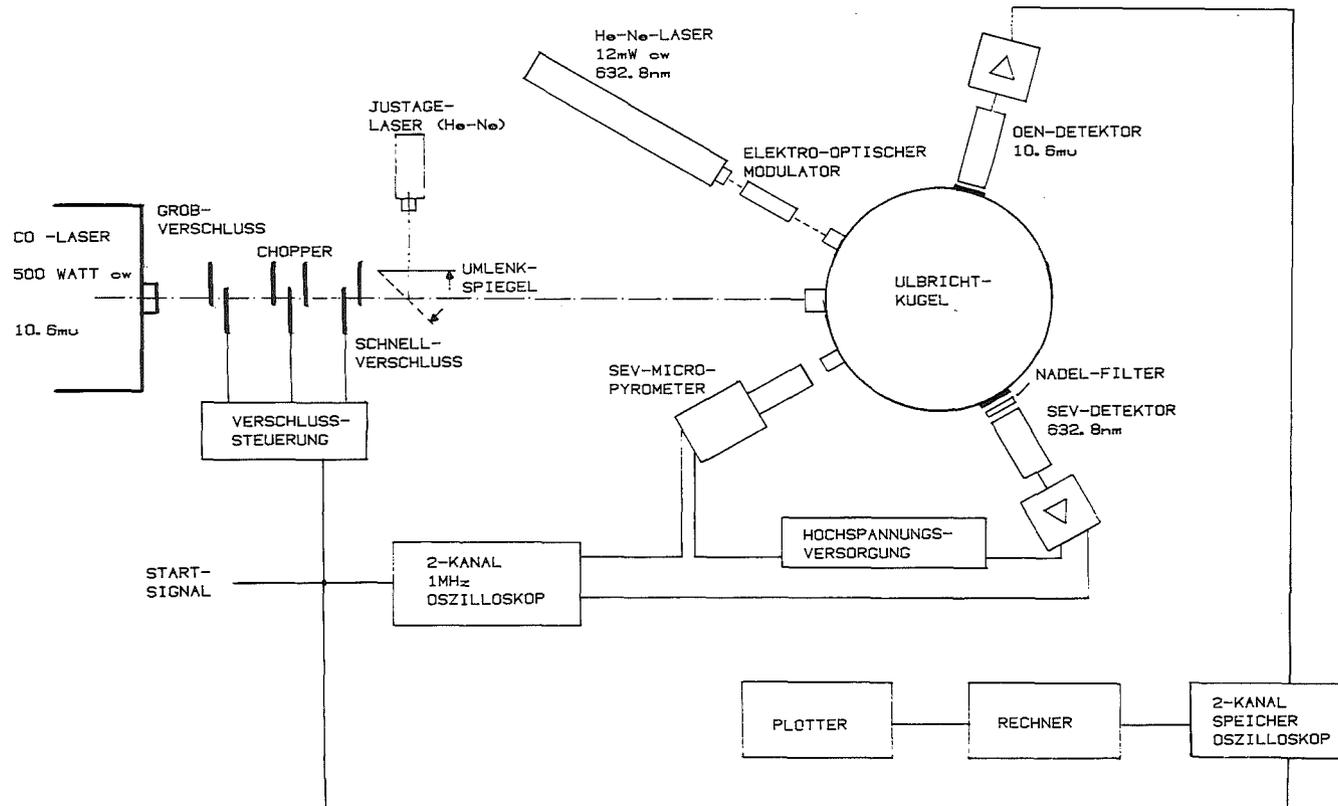


Abb.3.1 Systembild des Versuchsstandes

3.1. Laser und mechanische Komponenten

Kernstück des Versuchsstandes ist ein CO₂-Laser (Photon Sources, Modell 300) mit einer Strahlleistung von ursprünglich ca. 400 Watt bei Gauß-förmigem Strahlmode (Grundmode). Die maximale Leistung lag bei etwa 450 Watt, die jedoch nicht mehr im Grundmode verfügbar war. Durch Einbau einer stärkeren Pumpe zur Erhöhung des H₂-He-CO₂-Gasdurchsatzes konnte die Laserleistung um etwa 20% erhöht werden, so daß bei sauberem Strahlmode jetzt etwa 480 Watt Dauerstrichleistung zur Verfügung stehen.

Der Laser besitzt eine Z-förmig gefaltete Röhre mit einer effektiven Länge von 6m. Der der Strahlaustrittsöffnung gegenüberliegende Umlenkspiegel im Laserrohr hat ein Reflexionsvermögen von 99% und läßt so etwa 1% der Strahlenergie aus dem Rohr austreten. Dieser Teilstrahl wird vom Kollimator eines direkt am Lasergehäuse angebrachten thermoelektrisch arbeitenden Leistungsmeßgerätes (Photon Sources, Model 96) gefangen und seine Energie an Kühlwasser abgeführt. Ein nachgeschalteter Verstärker ermöglicht die laufende Überwachung der Strahlleistung auf einem Schreiber.

Bis die Laserleistung sich stabilisiert hat, vergehen nach dem Einschalten etwa 30 Minuten. Während dieser Zeit und auch zwischen den einzelnen Messungen wird der Laserstrahl in einer Strahlfalle, dem sog. Grobverschluß gefangen. Der Grobverschluß ist im wesentlichen ein wassergekühlter Kupferzylinder, dessen Stirnflächen hochglanzpolierte Aluminiumscheiben sind, die jeweils in Strahlposition ein Eintritts- bzw. ein Austrittsloch aufweisen. Im geschlossenen Zustand wird die Leistung des Laserstrahls an die Wasserkühlung abgeführt. Während der Messungen wird die Austrittsöffnung durch einen Motor kurzzeitig geöffnet.

Die Schaltzeiten des Grobverschlusses liegen bei etwa einer Sekunde. Hinter dem Grobverschluß befindet sich ein Schnellverschlußsystem aus drei sog. Choppern. Diese Chopper sind verschieden schnell rotierende, optoelektronische gesteuerte Lochscheiben, denen ein Lamellenverschluß (Compur) nachgeschaltet ist. Das gesamte Verschlußsystem ermöglicht es, aus dem vom Grobverschluß freigegebenen 1sec-Impuls einen Rechteckimpuls von definierter Dauer, wählbar zwischen 1 msec und 500 msec, auszuscheiden.

Hinter dem Verschlußsystem trifft der Strahlpuls auf einen Umlenkspiegel aus Molybdän, mit dessen Hilfe er wahlweise in die Eintrittsöffnung eines der beiden Laserreflektometer gelenkt werden kann. Alle Versuchskomponenten außer dem CO₂-Laser selber befinden sich auf einer massiven, T-förmigen optischen Bank, die schwingungsmäßig vom Boden entkoppelt ist.

Der für die Messungen bei 632.8 nm als Referenzlichtquelle verwendete Laser ist ein He-Ne-Laser (Siemens, LGN 641 mit einer Leistung von 12 mW. Auch die Leistung dieses Lasers wird gemessen und registriert. Durch eine schräg in den Strahlengang gestellte Quarzscheibe wird ein kleiner Anteil des Strahles ausgeblendet und, von Raumlicht abgeschirmt, auf eine Photodiode gelenkt.

3.2. Laserreflektometer

Um das Reflexionsvermögen im gesamten Spektralbereich vom nahen UV bis ins ferne Infrarot messen zu können, wurden zwei Ulbrichtkugeln angefertigt, die sich in ihren geometrischen Dimensionen nicht unterscheiden. Jede Kugel besteht aus zwei Halbschalen aus Aluminium mit einer Wandstärke von 10 mm die miteinander verschraubt und durch einen Rundschnurring abgedichtet werden. Der Innendurchmesser der Kugeln beträgt 200 mm. In der Beschaffen-

heit der Innenflächen unterscheiden sich die beiden Kugeln.

Die Kugel Nr.1 ist innen mit einem weißen Reflexionslack (Kodak White Reflectance Coating 6080) beschichtet, der auf Grund seines hohen, praktisch absolut diffusen Reflexionsvermögens für Messungen vom nahen UV bis ins tiefe Rot geeignet ist. Die Kugel Nr.2 wurde innen durch Sandstrahlung mit einer homogenen 5μ -Rauhigkeit versehen und anschließend mit einer dünnen Goldschicht bedampft. Damit ist sie für Messungen vom sichtbaren Tiefrot bis ins ferne Infrarot geeignet. Speziell bei $10.6\ \mu$ (CO_2 -Laser) erfüllt sie die Forderungen für eine diffuse Reflexion ausgezeichnet (Rauhigkeit: $.4-.5\cdot\lambda$, $\rho > 99\%$) /15/.

Eine gute Ulbrichtkugel muß noch eine weitere, leicht einsehbare Forderung erfüllen. Es muß die Summe der Flächen aller Öffnungen in der Kugel klein sein gegen die Gesamtinnenfläche der Kugel. Diese Bedingung ist bei beiden Kugeln sehr gut erfüllt. Die Gesamtinnenfläche der beiden Kugeln beträgt jeweils $1256,6\ \text{cm}^2$ während die Fläche aller Öffnungen in der Kugel Nr.2 nur $7.7\ \text{cm}^2$ und in der Kugel Nr.1 auf Grund einer zusätzlichen Öffnung zur Einstrahlung des He-Ne-Laserlichtes $8.1\ \text{cm}^2$ beträgt, was nur 0.6 bzw. 0.64% der Gesamtfläche darstellt.

Die geometrische Güte der Kugeln wurde mit Hilfe des Referenzlichtstrahles durch Drehen und Neigen der sich nahe der Kugelmittle befindlichen Probe, in diesem Fall ein Spiegel, untersucht. Dabei ergab sich, daß insbesondere bei der Kugel Nr.2 für das direkt von der Probe reflektierte Lichtbündel das Auftreffen nahe der Pyrometeröffnung und der übrigen Öffnungen selbst vermieden werden sollte. Dieses trifft auch für den der Pyrometeröffnung gegenüberliegenden Bereich der Kugelinnenfläche zu.

Diese Einschränkungen sind jedoch nicht gravierend, da davon maximal 5% der Kugelinnenfläche betroffen sind. Trifft der erste Reflex außerhalb dieser Flächen auf,

so hält sich die Schwankung des Meßsignals im Bereich von $\pm 2.5\%$. Verschließt man alle Öffnungen bis auf die Eintrittsöffnung für das zu reflektierende Licht, so läßt sich keine meßbare Änderung des Meßsignals feststellen. Recht deutlich macht sich dagegen der Unterschied zwischen offener und geschlossener Pyrometeröffnung bemerkbar, zwar weniger in der geometrischen Güte der Kugel, jedoch in der Höhe des Meßsignals. Die Änderung beträgt bei beiden Kugeln etwa 8%.

Weiterhin zeigte sich, daß die Größe und Form des Meßprobenträgers, wenn er nur möglichst wenig Kanten aufweist, ohne Einfluß auf die Höhe des Meßsignals ist. Zwischen dem kleinsten Versuchsträger (volumen ca. 0.13 cm^3) und dem größten Meßprobenträger (Volumen ca. 1.1 cm^3) konnte seitens des Meßsignals bei gleicher Positionierung in der Nähe der Kugelmitte kein Unterschied festgestellt werden. Trotzdem sollte man prinzipiell alle Störungen innerhalb der Kugel möglichst klein halten und die Flächen aller Teile innerhalb der Kugel genauso wie die Kugelinnenfläche mit einer diffus reflektierenden Beschichtung versehen.

Als Eintrittsfenster für den CO_2 -Laserstrahl und als Fenster vor dem IR-Detektor in der Kugel Nr.2 wurden KCl-Linsen verwendet, weil KCl infrarote Strahlung nur äußerst schwach absorbiert. Da KCl stark hygroskopisch ist, mußten die Linsen in einer geheizten Fassung ständig angewärmt werden. Dadurch konnte über einen langen Zeitraum (ca. 2 Jahre) die Güte dieser Salzlinsen unverändert erhalten werden.

Die anderen Öffnungen der Kugeln wurden mit optisch vergüteten Quarzfenstern verschlossen. Sämtliche Öffnungen wurden so abgedichtet, daß für ca. 3 Stunden ein Druck von 10^{-5} bar ohne Abpumpen gehalten werden konnten bzw. eine Schutzgasatmosphäre mit einem Druck von 2 bar.

Die Meßproben wurden auf einem Probenhalter befestigt, der auf einer drehbaren Achse montiert ist. Diese Achse kann von außen mittels einer Drehdurchführung verschoben werden. Dadurch ist man in der Lage, den Abstand der Probe vom Brennpunkt des CO_2 -Laserstrahls und somit die Leistungsdichte auf der Probenoberfläche zu variieren.

Für die ersten Messungen wurde ein Probenträger verwendet, auf dem jeweils nur eine Probe oder ein Spiegel befestigt werden konnte. Es zeigte sich jedoch bald, daß der Justageaufwand nach dem Ersetzen des Eichspiegels durch die Meßprobe recht groß ist und viel Zeit in Anspruch nimmt. Deshalb wurden für die Messungen dieser Arbeit vier Probenträger konstruiert, auf denen gleichzeitig 3 Proben und 1 Eichspiegel befestigt werden können.

Die Neigung der Probennormalen zur Drehachse der Träger wurde bei den Trägern in Stufen von 7.5° zwischen 7.5° und 30° variiert. Da die Kugeln auch insgesamt neigbar sind, ließ sich der Winkel zwischen dem CO_2 -Laserstrahl bzw. zwischen dem Referenzlaserlicht und der Probennormalen durch geeignete Wahl des Probenträgers und entsprechender Justierung frei zwischen 2.5° und 35° einstellen. Durch einfaches Drehen der Tragachse der Probenträger, was von außen möglich ist, kann man sowohl die Meßproben als auch den Eichspiegel in Strahlposition bringen. Da die Eintrittsöffnung des He-Ne-Laserlichtes gegenüber der Eintrittsöffnung des CO_2 -Laserstrahles um 30° versetzt ist, lassen sich Reflexionsmessungen bei 632.8nm bei Reflexionswinkeln zwischen 0° und 65° durchführen.

Als Eichspiegel wurden für die Messungen bei $10.6\mu\text{m}$ hochglanzpolierte HLOS-Kupfer-Scheibchen von 6mm Durchmesser und 1.5mm Dicke verwendet bzw. Goldblech von .5mm Dicke, ebenfalls hochglanzpoliert, das auf Aluscheibchen von ebenfalls 6mm Durchmesser aufgeklebt wurde. Diese Spiegel waren in der Lage die hohe einfallende Leistung des CO_2 -Lasers zu reflektieren, ohne dabei sichtbaren Schaden zu

nehmen. Da besonders das Kupfer zum Anlaufen neigt, mußten die Spiegel in regelmäßigen Abständen (24-48 h) neu poliert werden, da schon die geringsten Schichten von Kupferoxid ein lokales Aufschmelzen der Spiegeloberfläche und damit ihre Zerstörung bewirken. Erhebliche Schwierigkeiten bereitete es anfangs, geeignete Spiegel für die Messungen bei 632.8nm (He-Ne) zu finden. Obwohl die Leistungsdichte im Fokus hier nur etwa 1 kW/cm² beträgt, hinterließ der einfallende fokussierte He-Ne-Strahl nach kurzer Zeit Brennflecken auf den zuerst verwendeten reflexionsvergüteten Interferenzspiegeln. Ebenfalls verwendetes hochglanzpoliertes Silberblech lief schnell an. Gute Resultate lieferten erst Spiegel, die speziell für die vorliegenden Messungen angefertigt wurden. Sie bestehen aus Silberstahlscheibchen von 6mm ϕ und 2 mm Stärke, auf die Silber aufgedampft wurde. Die Silberschicht wurde anschließend hochglanzpoliert und mit einer unempfindlichen Schutzschicht versehen.

3.3. Das Pyrometer

Das verwendete Pyrometer ist ein SEV-Pyrometer, das aus einem kommerziellen Gerät (ETVZ 2, Dr. Maurer GMBH., Neuffen) weiterentwickelt wurde. In der ersten Umbauphase wurde die Pyrometriewellenlänge verändert, von 850 nm auf 633nm. Gleichzeitig wurde die Meßblende und damit die Meßflecksgröße stark verkleinert, um das Gerät als Mikropyrometer verwenden zu können. Die ursprüngliche Optik wurde durch eine Spezialoptik ersetzt, die einen Arbeitsabstand von 117 mm bei einem Meßflecksdurchmesser von 30 μ ermöglicht. Für die ersten Messungen an Uranoxid wurde diese Version des Pyrometers verwendet.

Die Apertur hatte einen Durchmesser von 40 mm, was eine gleichgroße Beobachtungsöffnung in den Kugeln notwendig machte. Eine Öffnung dieses Ausmaßes stört die Homogenität der Kugeln, wirkt sich aber bei geeigneter Wahl der Richtung des ersten von der Probe kommenden Reflexes praktisch nur auf die absolute Höhe des Meßsignals aus.

Ein zweiter Umbau zielte deswegen auf eine Erhöhung der Empfindlichkeit des Gerätes ab. Ein weiterer Grund für den Umbau war auch das für diese Meßzwecke unbefriedigende Rauschverhalten des ursprünglich verwendeten SEV. Eine elektrische Dämpfung des Signals bewirkte zwar eine Glättung der gesamten Signalstruktur, wobei aber schnelle Temperaturänderungen nur unvollständig gemessen werden konnten.

Die Pyrometerwellenlänge 633 nm war ursprünglich gewählt worden, um die Schmelz- bzw. Erstarrungstemperatur der verwendeten Substanzen mit Hilfe des bei der He-Ne-Wellenlänge 632.8 nm gemessenen Reflexions- bzw. Absorptionsvermögens sehr genau zu bestimmen. Es zeigte sich jedoch, daß bei manchen Messungen der eingestrahlte He-Ne-Strahl direkt in das Pyrometer reflektiert wurde und so die Temperaturmessung empfindlich störte. Aus diesem Grund war es notwendig, die Pyrometerwellenlänge zu verschieben, jedoch nur so wenig, daß zur Temperaturberechnung aus der spektralen Strahlungstemperatur das bei 632.8 gemessene spektrale Emissionsvermögen verwendet werden kann.

Wie gut man das Pyrometerlicht und das Reflexionslicht voneinander trennen kann, ist lediglich eine Frage der Durchlaßbreite des im Pyrometer verwendeten Spektralfilters. Leider nimmt mit der Durchlaßbreite auch die Transmission eines Filters ab, was zur Folge hat, daß die Anforderungen an die Empfindlichkeit des verwendeten SEV steigen. Deshalb wurde für den weiteren Umbau des Pyrometers ein SEV vom Typ Hamamatsu R712 ausgewählt. Dieser SEV hat trotz deutlich höherer Empfindlichkeit

ein günstiges Signal- zu Rausch-Verhältnis.

Gleichzeitig mit dem erforderlichen elektrischen Umbau des Pyrometers wurde für den neuen SEV eine Kühlung eingebaut, die das Rauschen weiter vermindert. Die Pyrometerwellenlänge lag nach dem Umbau bei 653 nm. Verwendet wurde ein DEPIL Filter (Schott Mainz, HWB 9nm). Da das Pyrometer die Möglichkeit bietet, durch problemlose Verschiebung des Filterhalters zwei verschiedene Filter in den Strahlengang zu bringen, wurde noch ein weiteres Filter (DEPAL 647 nm, Schott Mainz, HWB 14 nm) eingebaut, das aufgrund seines höheren Transmissionsgrades und seiner größeren Halbwertsbreite auch Messungen bei niederen Temperaturen mit entsprechend niedrigen Strahldichten erlaubt. Durch seine größere Halbwertsbreite, die die He-Ne-Wellenlänge noch erfaßt, ist es für Reflexionsmessungen bei 632.8 nm allerdings nicht geeignet, was jedoch keine Einschränkung ist, da der Schmelzpunkt aller gemessenen Substanzen mit dem engeren DEPIL-Filter erfaßt wurde und die Messungen im wesentlichen den Temperaturbereich über dem Schmelzpunkt erfaßten.

Da die Dynamik eines SEV in keinem Fall ausreicht, den gesamten Temperaturbereich von 1500 K - 4000 K zu erfassen, muß bei Messungen von Temperaturen über 2200 K und einem Emissionsvermögen der Substanz von mehr als 0.8 die ausgestrahlte Strahldichte durch ein Graufilter vermindert werden. Während die Dynamik des ursprünglichen SEV relativ klein war, und deshalb zwei Graufilter zur Überdeckung des gesamten Temperaturbereiches notwendig waren, kam man bei der Verwendung des Hamamatsu SEV mit einem einzigen Graufilter aus, das einen Transmissionsgrad von 0.0493 ± 0.0007 hatte.

Die genaue Bestimmung des Transmissionsgrades des Graufilters ist von großer Wichtigkeit bei der Berechnung der Spektraltemperatur, da der Fehler direkt in die absolute Strahldichte eingeht. Der angegebene absolute Fehler von $.0007$ ($\hat{=} 1.42\%$) entspricht einem Temperatur-

fehler von 9 K bei 3500 K. Entsprechend der höheren Empfindlichkeit des Pyrometers konnte auch die Pyrometeröffnung in der Kugel deutlich von 40 mm ϕ auf 28 mm ϕ verkleinert werden. Insgesamt ist die Empfindlichkeit des Pyrometers nach dem Umbau 10% höher als vorher. Das Graufilter wurde gleichzeitig mit dem neuen SEV eingeeicht.

Da die spektrale Strahlungstemperatur der verwendeten Eichlampe bei 7 Temperaturpunkten bekannt war, konnte die Eichung sehr genau erfolgen. Die spektrale Strahlendichte der Eichlampe wurde bei jedem Temperaturpunkt nach dem Planckschen Strahlungsgesetz für die Halbwertsbreite, die der des im Pyrometer verwendeten Spektralfilters entspricht, ermittelt und der Meßstrom des Pyrometers über der Strahldichte aufgetragen. Aus den Steigungen der mit und ohne Graufilter gemessenen Kurven läßt sich der Transmissionsgrad des Graufilters genau bestimmen.

Das Pyrometer ist auf einem massiven Stativ montiert. Zum Justieren ist der Meßkopf auf präzisen Drehtischen befestigt, die selbst wieder auf genauen Verschiebeeinrichtungen montiert sind. Dadurch ist eine Justage des Meßkopfes in allen Freiheitsgraden möglich. Der Meßfleck des Pyrometers ließ sich mit einer Genauigkeit von 10 μ einstellen.

3.4. Der SEV-Detektor

Zur Messung der von der Probe reflektierten Strahlung des He-Ne-Laser-Referenzlichtes wurde ein SEV (Valvo XP 1017) verwendet. Um ein möglichst großes Signal zu erhalten wurde der Raumwinkel, aus dem der Detektor Strahlung einfängt, durch eine Linse vergrößert. Die Linse wurde so gewählt, daß der Brennpunkt genau in der Kugelöffnung

liegt. Dadurch kann die Öffnung relativ klein gehalten werden (ϕ 1mm). Weiterhin wird durch die kleine Öffnung erreicht, daß ein praktisch paralleles Lichtbündel auf die Kathode der SEV fällt.

Zwischen Detektor und Linse befindet sich ein scharfes Interferenzfilter, dessen Durchlaßwellenlänge genau bei 632.8 nm liegt. Die Durchlaßwellenlänge eines Interferenzfilters hängt vom Winkel θ zwischen der Filternormalen und der Einfallrichtung des einfallenden Strahles nach folgender Formel ab:

$$\lambda = \lambda_0 \sqrt{1 - \left(\frac{\sin\theta}{n}\right)^2} \quad (3-1)$$

λ_0 ist Durchlaßwellenlänge für normalen Einfall
 n ist Brechungsindex des Filtermaterials.

Deshalb ist es von großer Wichtigkeit, daß das Lichtbündel, das die Kugelöffnung verläßt, parallel durch das Interferenzfilter läuft. Ist dies nicht der Fall, dann wirkt das Filter für das reflektierte Laserlicht teilweise sperrend. Der Anteil der thermischen Strahlung der Probe aus Gesamtsignal wird größer, was einen höheren Untergrund des Signals zur Folge hat.

Ursprünglich war der Strahlkollimator, der zwischen Kugelöffnung und Detektor sitzt und diesen trägt, so konzipiert, daß der Detektor genau auf die Kugelmitte und somit auch auf den Probensträger gerichtet war. Dadurch wurde ein Teil der dem Detektor gegenüberliegenden Fläche abgeschaltet, was ein relativ niedriges Signal zur Folge hatte. Um diese Abschaltung zu vermeiden, wurde für die vorliegenden Messungen ein Schrägkollimator konstruiert, der eine Abschattung des Strahlengangs durch den Probensträger vermeidet.

Der auf dem Kollimator befestigte SEV hat dabei eine Neigung von 20° (siehe Abb.3.2).

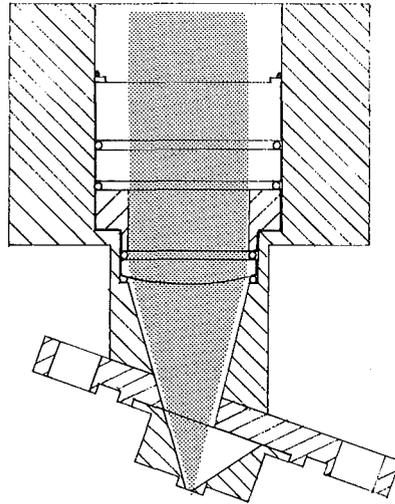


Abb.3.2 Schrägkollimator für SEV-Detektor

Durch gleichzeitige Verwendung einer besseren Linse konnte die Öffnung in der Kugel auf 0.5 mm^2 verkleinert werden. Durch die genaue Anpassung der inneren Form an den idealen Strahlengang wird ein nach der Linse paralleles Lichtbündel erzwungen. Die Innenseite des Kollimators ist vollständig mit mattschwarzer Farbe ausgesprüht. Die

Verwendung der Schrägkollimator brachte eine Erhöhung des Meßsignals um ca. 80% bei gleichzeitiger Verbesserung des Signal- zu Untergrundverhältnisses um etwa 20%.

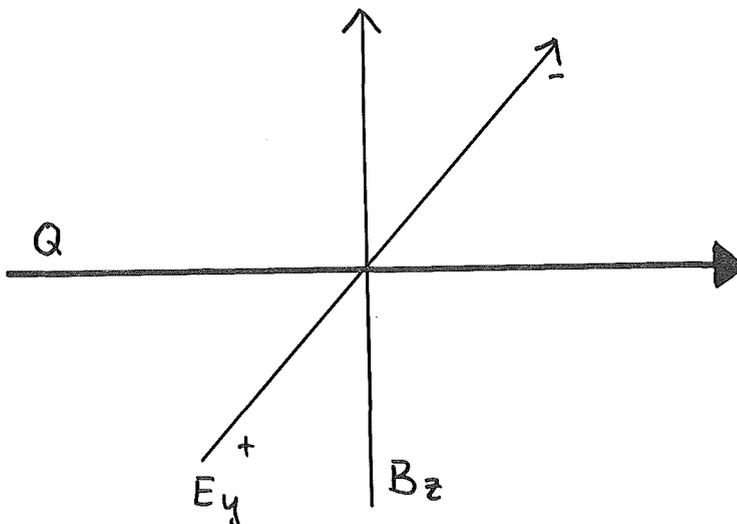
Ein Beispiel für ein SEV-Signal ist in der oberen Spur von Abb.2.4 gezeigt.

3.5. Der OEN-Detektor

Zum Messen der reflektierten Strahlung bei den Experimenten bei 10.6μ wird ein OEN-Detektor (Siemens Erlangen) verwendet. Da diese Detektoren bis jetzt kaum bekannt sind, soll ihre Wirkungsweise kurz erklärt werden. Das Funktionsprinzip ist der optisch induzierte Etingshausen-Nernst-Effekt, der dem elektromagnetischen Hall-Effekt im Prinzip sehr ähnlich ist. Besteht in einem Material ein Temperaturgradient dT/dx , hier hervorgerufen durch die auf das eine Ende des Materials auftreffende infrarote Strahlung, und ein Magnetfeld B_z , so entsteht in y-Richtung ein elektrisches Feld der Feldstärke E_y

$$E_y = Q_n \cdot B_z \cdot \frac{dT}{dx} \quad (3-2)$$

Q_N ist der sog. Nernstkoeffizient



Q ist der Wärmestrom hervorgerufen durch den Temperaturgradienten dT/dx .

Der OEN-Detektor hat gegenüber den weit verbreiteten Pyrodetektoren die großen Vorteile, daß er ungekühlt betrieben werden kann, und daß er keinen Mikrophonieeffekt zeigt. Allerdings ist er in der hier verwendeten Ausführung für Messungen länger als 20 ms nicht geeignet, da ungefähr ab diesem Zeitpunkt eine deutliche Drift des Meßsignals auftrat. Ein weiterer Nachteil ist, daß das Signal nicht mehr mit der Zeit linear ist, wenn er länger als 5 ms mit den bei diesen Experimenten auftretenden Strahldichten an der Kugelinnenwand von etwa 0.5 Watt/cm^2 belastet wird. Allerdings reichte eine Meßdauer von 3 ms bei allen Substanzen, außer TaC, aus, um Temperaturen weit über dem Schmelzpunkt zu erreichen.

Ursprünglich wurde an Stelle des OEN-Detektors ein flüssigluftgekühlter (HgCd)Te-Kryodetektor verwendet. Das Detektor-Verstärker-System zeigte jedoch Eigenoszillation, weshalb der (HgCd)Te-Detektor nicht mehr eingesetzt wurde.

Der OEN-Detektor ist in einem Plexiglasgehäuse untergebracht. In diesem Gehäuse ist vor dem eigentlichen Detektor noch ein trichterförmiger Strahlfänger aus hochglanzpoliertem Edelstahl untergebracht, der die effektive Empfängerfläche um ca. 100% vergrößert. Vor dem Strahlfänger befindet sich eine beheizte KCl-Linse, die den Sichtwinkel des Detektors vergrößert. Die gesamte Defektoreinheit ist fest auf einem Dichtungsflansch montiert, der mit der Kugel an der entsprechenden Öffnung fest verschraubt ist.

3.6. Der elektrooptische Modulator

Zur Hochfrequenzmodulation des He-Ne-Laserstrahles wird eine transversale Pockelszelle (EOD Typ PC 100) verwendet. Die Pockelszelle besteht aus optisch aktiven Material (hier KDP, vier Würfel hintereinander) an dem seitlich Elektroden angebracht sind, so daß die Feldlinien senkrecht zur Ausbreitungsrichtung des polarisierten Lichtes stehen. Die Spannung, die angelegt werden muß, um eine Drehung der Polarisationsebene von 90° zu bewirken, die sog. Halbwellenspannung, ist umgekehrt proportional der Kristalllänge und direkt proportional dem Abstand zwischen den Elektroden.

Hinter der Zelle ist im gleichen Gehäuse ein Analysator untergebracht. Beide Elemente sind zu Justagezwecken um die Längsachse drehbar. Die Pockelszelle wird so einjustiert, daß die Schwingungsebene des polarisierten Lichtes bei nicht angelegter Spannung parallel zu den Elektroden liegt. Danach wird der Analysator auf maximale Durchlässigkeit justiert. Das Verhältnis von durchgelassener zu eintretenden Intensität ist:

$$I_T/I_0 = \sin^2 \frac{U}{U_{\lambda/2}} \quad (3-3)$$

Die Halbwellenspannung $U_{\lambda/2}$ ist der Wellenlänge des einfallenden Lichtes direkt proportional.

Die am Modulator angelegte Spannung besteht aus einer Gleichstrom- und einer Wechselstromkomponente, so daß sich die Spannung sinusförmig zwischen 0 und $U_{\lambda/2}$ ändert. Die Halbwellenspannung $U_{\lambda/2}$ liegt hier bei etwa 380 V. Zur Beobachtung am Oszilloskop steht ein hundertfach abgeschwächtes Signal zur Verfügung.

4. Aufzeichnung und Verarbeitung der Meßdaten

Die Messungen bei 10.6μ wurden weitgehend automatisch ausgewertet. Die Meßsignale des Pyrometers und des Detektors für das Reflexionssignal wurden von einem digitalen 2-Spur Speicheroszilloskop (Nicolet 1090 A) aufgezeichnet. Anschließend an die Messung wurden die Daten sequentiell über ein Interface (NiC 191 A/25) an einen Tischrechner (Hewlett-Packard 9825A, 23K) übertragen, der die Daten zur Beschleunigung der Messung erst auf einem Band abspeichert. Die Zeitdauer vom Meßbeginn bis zum Abschluß der Datenübertragung betrug etwa 5 sec. Danach stand die Apparatur für eine neue Messung zur Verfügung.

Um zu verhindern, daß Meßdaten durch einen Rechnerausfall verlorengehen, wurden die Meßsignale auch vom Bildschirm des Oszilloskops abfotografiert. Diese Photos ermöglichten eine manuelle Auswertung der Messungen. Anschließend an eine Meßserie wurden die Daten nach den wie in den Abschnitten 2.1, 2.3 und 5 beschriebenen Verfahren automatisch ausgewertet. Die Ergebnisse können auf einem Plotter (HP 9872A) graphisch dargestellt werden. Die Messungen an UO_2 wurden noch manuell mit Hilfe der Meßoszillogramme ausgewertet, da Rechner und Plotter zum Zeitpunkt der Messungen noch nicht zur Verfügung standen.

Die Messungen bei 633 nm wurden generell mit Hilfe der Analog-Oszillogramme ausgewertet. Temperatur- und Reflexionssignal werden über die Zeit vom Beginn der Messung an miteinander korreliert. Die Korrelation ist einfach, da beide Signale auf zwei Oszillogrammen gleichzeitig aufgezeichnet werden.

Die aus den Oszillogrammen abgelesenen Daten wurden in Tabellen übertragen und dann mittels geeigneter Rechenprogramme punktweise verarbeitet und abgespeichert. Auch hierbei ließen sich dann die bearbeiteten Meßdaten auf dem Plotter graphisch darstellen.

5. Korrektur der Meßergebnisse bei 10.6 μ

Ein Grundproblem bei der Reflexionsmessung in den vom CO₂-Laser auf der Probenoberfläche erzeugten Schmelzzonen resultiert aus der Tatsache, daß innerhalb des Brennfelcks die Temperatur und damit auch im Allgemeinen das Reflexionsvermögen nicht konstant ist. Dieses Problem ist relevant bei den Messungen bei 10.6 μ , da hier für das Aufschmelzen der Probe und die Reflexionsmessung der gleiche Strahl verwendet wird. Man kann dann nicht mehr, wie bei Verwendung des scharf auf die Kratermitte fokussierten He-Ne-Lasers, davon ausgehen, daß das gesamte eingestrahlte Licht an Flächen gleicher Temperatur reflektiert wird. Die Meßgröße ist dann nicht mehr das gesuchte spektrale Reflexionsvermögen $\rho_{\lambda}(T)$ sondern eine Größe $\tilde{\rho}_{\lambda}(\Delta T)$, die ich hier integrales Reflexionsvermögen nennen möchte.

Aus dieser integralen Meßgröße läßt sich jedoch das gesuchte spektrale Reflexionsvermögen errechnen, wenn die Temperaturverteilung im Krater und die Intensitätsverteilung des CO₂-Laserstrahles bekannt sind. Die Temperaturverteilung im Krater läßt sich mit dem Pyrometer genau ausmessen, da dessen Meßfleck einen Durchmesser von nur 30 μ hat und die Krater in der Regel einen Durchmesser von 0,6mm aufweisen. Für Uranoxid wurden solche Messungen mit großer Genauigkeit von Dr. Bober und Dr. Karow (beide INR/KfK) im Rahmen der von ihnen durchgeführten Dampfdruckmessungen gemacht /34/. Die Versuche sind sich bezüglich der erzeugten Krater ähnlich, so daß sich die ermittelten Temperaturverteilungen auf die Messungen in den Ulbrichtkugeln übertragen lassen.

Bei den anderen hier beschriebenen Messungen würden im Rahmen dieser Arbeit die Temperaturverteilungen in den Kratern in der Ulbrichtkugel gemessen. In der Ulbrichtkugel lassen sich die Temperaturverteilungen mit nicht so hoher, aber dennoch ausreichender Genauigkeit bestimmen. Die Intensitätsverteilung des CO₂-Laserstrahles

wurde mit einem eigens zu diesem Zweck konstruierten, auf thermoelektrischer Basis arbeitenden Meßgerät ermittelt.

Damit sind die folgenden Daten bekannt:

- 1) die Spektraltemperaturverteilung im Krater $T_s(r)$
- 2) die Intensitätsverteilung des Laserstrahles $I_L(r)$
- 3) das sog. "integrale" Reflexionsvermögen $\tilde{\rho}(T_s \text{ max})$

Dabei ist $T_s \text{ max}$ die maximale Temperatur in der Kratermitte, die dem integralen Reflexionswert zugeordnet wird.

Durch Kombination von $T_s(r)$ und $\tilde{\rho}(T_s)$ läßt sich für jedes Temperaturprofil auch ein sog. integrales Reflexionsprofil $\tilde{\rho}(r)$ errechnen. Die Werte $\tilde{\rho}(T_s)$ und I_L^1 (auf 1 normierte Intensitätsverteilung des CO_2 -Laserstrahles) hängen mit dem wahren Reflexionsprofil $\rho(r)$ über folgende Integralgleichung zusammen:

$$\begin{aligned}\tilde{\rho}(T=T_s \text{ max}) &= \int_0^r \int_0^{2\pi} \rho(r) \cdot I_L^1(r) \, r dr df \\ &= 2\pi \int_0^{r'} \rho(r) \cdot I_L^1(r) \, r dr\end{aligned}\quad (5-1)$$

Da zumindest bei 3 (bei UO_2 5) verschiedenen Maximaltemperaturen in der Kratermitte Temperaturprofile gemessen wurden, ergeben sich zur Korrektur der Meßergebnisse 3 bzw. 5 Gleichungen des obigen Typs.

In erster Näherung mache ich zur Auswertung den Ansatz

$$\tilde{\rho}(r) \cdot K = \rho(r) \quad (5-2)$$

da man annehmen kann, daß $\tilde{\rho}(r)$ und $\rho(r)$ zumindest in der

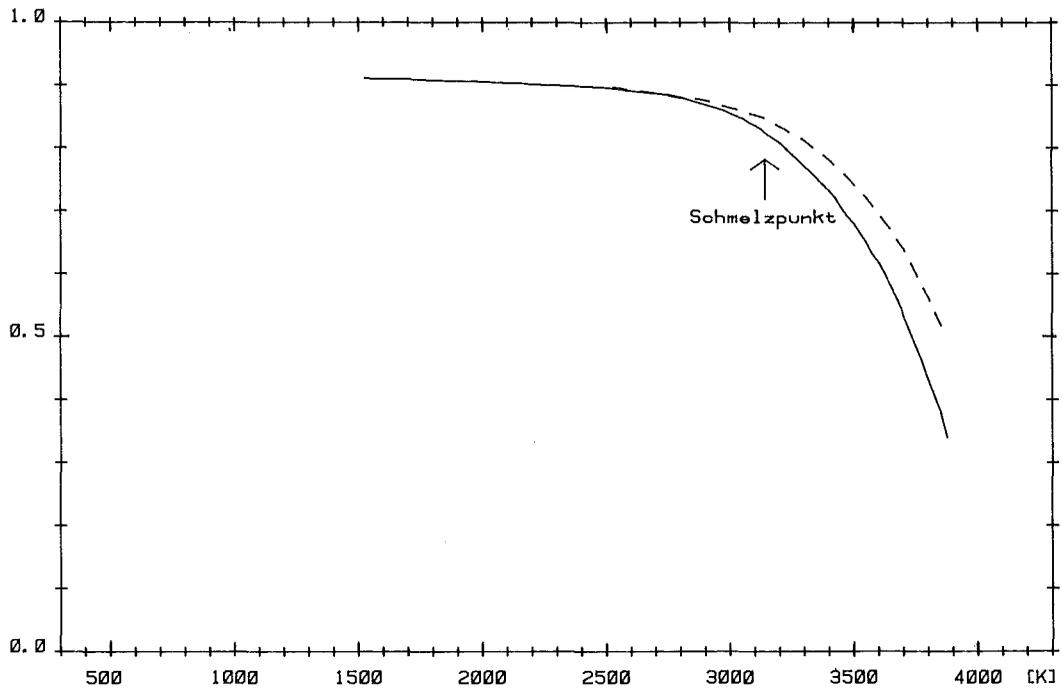


ABB. 5.1 MESSWERT-KORREKTUR UO_2 (10.6mV)

Kratermitte einen ähnlichen Verlauf zeigen. Damit kann man den Integranden von (5-1) umschreiben:

$$\tilde{\rho}(T=T_{s \max}) = 2\pi \int_0^{r'} \tilde{\rho}(r) \cdot K \cdot I_L^1(r) r dr \quad (5-3)$$

Damit ergibt sich K zu

$$K = \frac{\tilde{\rho}(T=T_{s \max})}{2\pi \int_0^{r'} \tilde{\rho}(r) \cdot I_L^1(r) r \cdot dr} \quad (5-4)$$

Die numerische Durchführung mit dem Rechner ergibt drei bzw. fünf korrigierte Werte für das wahre Reflexionsvermögen $\rho_\lambda(T_s)$. Durch diese Werte wurde die Kurve $\rho_\lambda(T_s)$ unter Beibehaltung der Kurvencharakteristik von $\tilde{\rho}(T_s)$ gelegt. Da bei UO_2 die Abweichungen nach der Korrektur am größten waren, sind in Abb.5.1 sowohl der gemessenen Wert (bestrichelte Kurve) als auch der korrigierte Wert (durchgezogene Kurve) dargestellt. Man sieht, daß besonders bei hohen Temperaturen die Abweichungen erheblich sind. Eine Überprüfungsmöglichkeit für die Genauigkeit des Verfahrens ist das Einsetzen der errechneten, korrigierten Werte in die Gleichung (5-1). Dabei ergeben sich die gemessenen Werte für $\tilde{\rho}(T=T_{s \max})$ mit einer Genauigkeit von 2-4%. Diese Ungenauigkeit ergibt sich in erster Linie wohl aus dem einfachen Ansatz (5-2), den Meßungenauigkeiten bei der Ausmessung des Temperaturprofils sowie der Leistungsverteilung des CO_2 -Laserstrahles.

Ähnliche Rechnungen wurden geführt für die vorliegenden Messungen bei 633 nm (He-Ne-Laser). Da der Fokus des He-Ne-Lasers aber einen Durchmesser von 50-60 μ hat liegen

die Korrekturen weit innerhalb der Meßgenauigkeit und sind deshalb nicht relevant. Zwar bedingt diese Auswertemethode einigen mathematischen Aufwand, doch kann man dadurch auf die Anschaffung eines weiteren Referenzlasers im 10μ -Bereich verzichten.

Da bei den Messungen zumindest der Referenzlaser (He-Ne) immer und bei Messungen zur Erreichung höchster Temperaturen auch der CO_2 -Laser scharf auf die Probenoberfläche fokussiert wird, ist es wichtig, die Intensitätsverteilung der Laserstrahlen im Brennpunkt zu erkennen. Da die verwendeten Linsen noch gut als dünne Linsen zu betrachten sind, ist die Berechnung der Linsentransmissionsgleichung recht einfach. Die Rechnungen sind in Anhang B ausgeführt. Als Ergebnis erhält man im Fokus wieder eine, wenn auch etwas spitzere, Gauß-förmige Intensitätsverteilung. In Abb.5.2 sind zum Vergleich die berechnete Intensitätsverteilung im Fokus sowie die linear um den Faktor d/f verkleinerte (entspricht Beugungstheorie in nullter Näherung) Intensitätsverteilung des Laserstrahles vor der Linse dargestellt. d ist der $1/e$ -Radius des Laserstrahles vor der Linse und f ist die Brennweite der Linse.

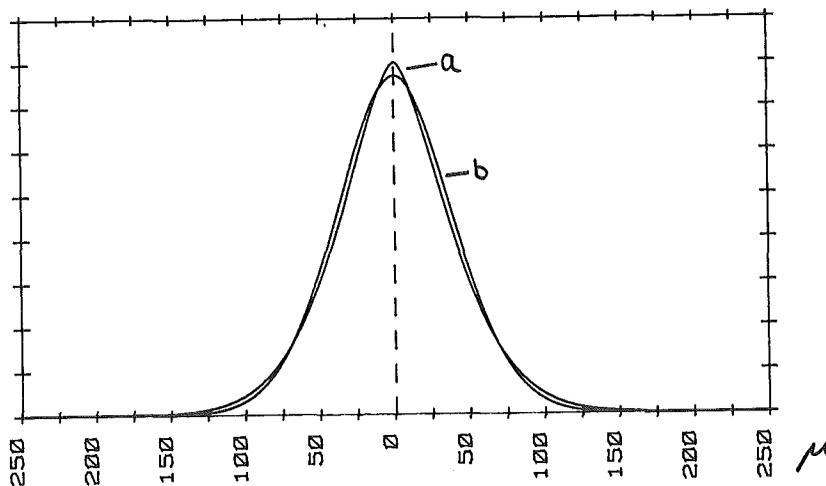


Abb.5.2 Relative Intensitätsverteilung des fokussierten CO_2 -Laserstrahls,
a) einfache Abschätzung
b) strenge Beugungstheorie

6. Diskussion der Meßergebnisse

6.1. UO₂

Die verwendeten keramischen Proben bestanden aus gesintertem Material (96% theoretische Dichte, O/U=2). Die Probenscheibchen hatten einen Durchmesser von 6mm und waren 1-1.5mm dick. Die Oberfläche der Proben wurde bis auf eine Endrauigkeit von ca. 3 μ poliert. Reflexionsmessungen wurden sowohl an gesintertem als auch an vorgeschmolzenem und wieder erstarrtem Material durchgeführt. Die Leistungsdichte der CO₂-Laser-Strahlung auf der Probenoberfläche betrug 1-4 \cdot 10⁵ W/cm². Diese Leistungsdichten führten zu Aufheizraten von 1.5-2 \cdot 10⁶ K/sec zwischen 2000 K und dem Schmelzpunkt (3138 K) und etwa .1-.5 \cdot 10⁶ K/sec oberhalb des Schmelzpunktes. Die aufgeschmolzene Fläche hatte einen Durchmesser von ca. 0.5mm Während der Messungen bestand ein Druck von ~1 bar Reinst-Argon in den Ulbrichtkugeln. Die Aufheizzeit lag jeweils zwischen 2 und 3 ms.

Abb.6.1 zeigt die während des Aufheizens erzeugten Laserkrater auf der Oberfläche einer UO₂-Probe. Abb.6.2 zeigt eine elektronenmikroskopische Aufnahme der vorgeschmolzenen, erstarrten Materialschicht an der Probenoberfläche. Da sich während des Erstarrens Risse in der aufgeschmolzenen Schicht bilden, läßt sich die Tiefe der Schicht bestimmen. Sie beträgt etwa 20 μ . Im Gegensatz zu anderen Hochtemperaturkeramiken sind für UO₂ relativ viele Messungen des Emissionsvermögens bis hin zu Temperaturen von 2400 K bekannt.

Bei Temperaturen bis zu 1800 K unterscheiden sich die bisher bekannten Messungen kaum von den hier beschriebenen Ergebnissen mit Ausnahme der Messungen von Ehlert und Margrave /16/, die Werte zwischen 0.4 und 0.5 bei Temperaturen zwischen 1500 K und 2700 K angeben. Cabannes et al. /17/ haben bei 650 nm einen leichten Anstieg des spektra-

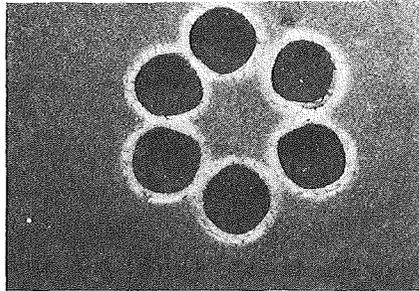


Abb.6.1 Laserkrater auf UO_2 -Probe (x17)

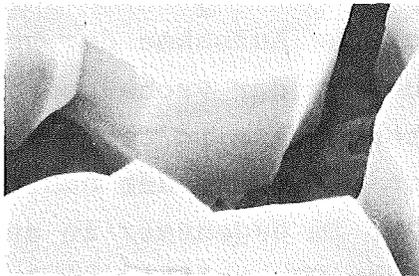


Abb.6.2 Elektronenmikroskopische Aufnahme der erstarrten Schmelze auf der Probenoberfläche (UO_2 , x1500)

len Emissionsvermögens von 0.86 bei 1000 K auf 0.89 bei 1800 K gemessen. Held und Wilder /18/ dagegen haben einen Abfall des spektralen Emissionsvermögens bei 650 nm von ca. 0.89 bei 1000 K auf ca. 0.74 bei 2400 K gemessen.

Mit dem Laser-Reflektometer wurden Messungen an UO_2 bei Reflexionswinkeln zwischen 3° und 45° bei 633 nm und zwischen 3° und 30° bei 10.6μ durchgeführt. Eine Winkelabhängigkeit des spektralen Reflexionsvermögens konnte innerhalb der angegebenen Winkelbereiche in beiden Fällen nicht festgestellt werden. Das Ergebnis der Messungen bei 633 nm ist in Abb.6.3 und das der Messungen bei 10.6μ in Abb.6.4 dargestellt. Die gepunktet in Abb.6.4 dargestellten Werte stammen von Cabannes et al. /2/ und schließen sich gut nach unten an die hier beschriebenen Messungen an. Während bei 10.6μ kein Unterschied im Reflexionsverhalten zwischen gesinterter und vorgeschmolzener Oberfläche festgestellt werden konnte, ist das Reflexionsvermögen der gesinterten Oberfläche bei 633 nm unterhalb des Schmelzpunktes um etwa 0.05 geringer als das der vorgeschmolzenen Oberfläche.

In beiden Fällen ist das spektrale Emissionsvermögen bei 633 nm bis zum Schmelzpunkt konstant. Für die gesinterte Oberfläche beträgt es $.87 \pm .03$ und für die vorgeschmolzene Oberfläche $.82 \pm .03$. Oberhalb des Schmelzpunktes steigt das Emissionsvermögen mit der Temperatur und erreicht bei 3900 K einen Wert von $.9 \pm .03$. Bei 10.6μ fällt das Emissionsvermögen zwischen 1800 K und 2500 K langsam von $.92 \pm .04$ auf $.89 \pm .04$. Danach fällt es stärker bis es bei 3850 K einen Wert von $.34 \pm .03$ erreicht. Der Fehler ist bei den 10.6μ -Messungen bei hohen Temperaturen relativ groß ($\approx 9\%$), da es sich hier wie in Abschnitt 5 beschrieben um mathematisch korrigierte Werte handelt. Die Korrektur bedingt zusätzlich zum Meßfehler von ca 5% noch einen weiteren Fehler von 6-7%.

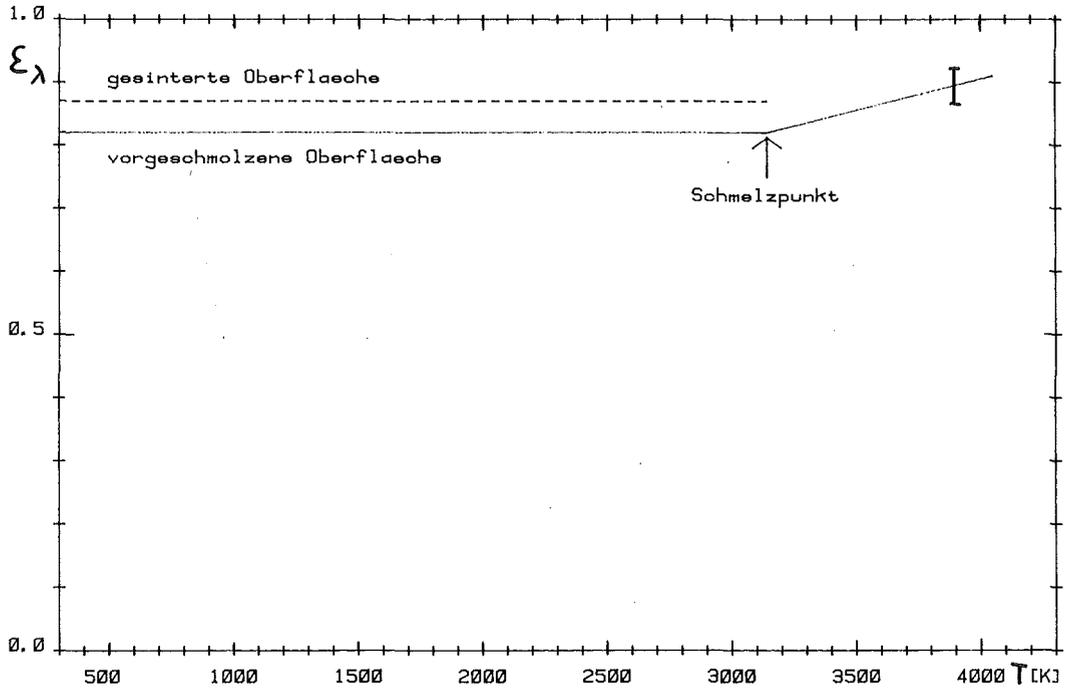


ABB. 6. 3: EMISSIONSVERMOEGEN UO_2 WELLENLAENGE: 633nm

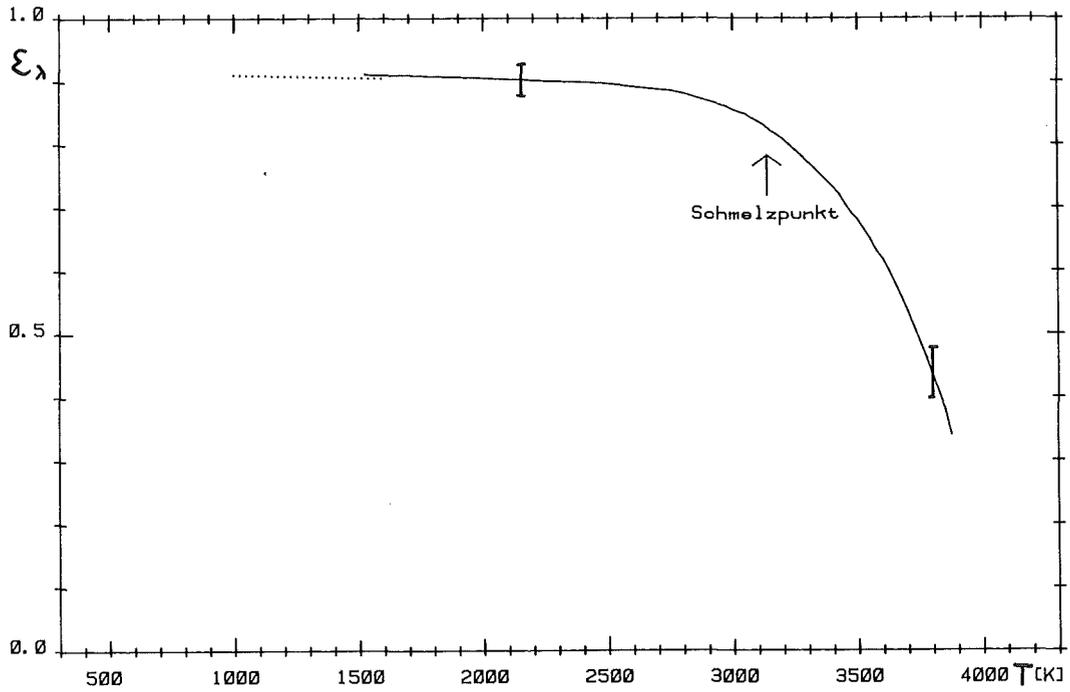


ABB. 6. 4: EMISSIONSVERMOEGEN UO_2 WELLENLAENGE: 10.6 μ

Für UO_2 sind einige Werte für den Extinktionskoeffizienten bzw. die optische Dichte bei Zimmertemperatur bekannt. Bates /19/ gibt für einen 60μ dicken Einkristall eine optische Dichte >5 bei 665 nm an. Als optische Dichte ist der natürliche Logarithmus des Verhältnisses von transmittierter zu einfallender Strahlungsintensität definiert. Ackermann et al. /20/ geben bei 650 nm einen Wert von ca. 1000 cm^{-1} und Myers und Gyllander /21/ etwa 100 cm^{-1} bei $10\mu\text{ cm}$. Beide Werte wurden bei Zimmertemperatur gemessen. Neurer und Brandt /22/ zitieren Messungen von Cabannes und schließen daraus, daß Materialschichten von UO_2 bei einer Dicke von 80μ bei Temperaturen oberhalb von 1300 K strahlungsundurchlässig sind für Strahlung mit Wellenlängen zwischen 8 und 11μ obwohl in diesem Spektralbereich bei Zimmertemperatur ein sog. Strahlungsfenster existiert. Wenn man berücksichtigt, daß sich mit steigender Temperatur die Absorptionsbanden verbreitern, dann kann man bei Temperaturen oberhalb von 2000 K davon ausgehen, daß die Eindringtiefe des CO_2 -Laser-Strahles vernachlässigt werden kann.

Das aus der bei einigen Meßphotographien sichtbaren Stufe des Temperatursignals am Schmelzpunkt nach Definition 2-14 ermittelte spektrale Emissionsvermögen bei 633 nm hat einen Wert von $.79\pm.04$. Dieser Wert liegt gut innerhalb der Fehlergrenzen des aus den Reflexionsmessungen ermittelten Wertes von $.82\pm.04$.

6.2. TaC

Die bei den vorliegenden Messungen verwendeten Proben bestanden aus bindemittelfrei gesintertem, stöchiometrischem Material (95% theoretische Dichte). Die Probenscheibchen hatten einen Durchmesser von 6 mm und waren etwa 1.2 mm dick. Die Oberfläche der Proben wurde auf eine Rauigkeit von ca. 0.5μ poliert. Die Messungen wurden sowohl an gesintertem als auch an vorgeschmolzenem Material durch-

geführt. Da TaC jedoch ein sehr hohes Reflexionsvermögen bei 10.6μ hat, konnten die Messungen trotz höheren Leistungsdichten des CO_2 -Strahles nicht bis über den Schmelzpunkt hinaus ausgedehnt werden. Obwohl die Proben thermisch äußerst stabil waren (Aufheizeiten bis zu 100 ms) und der Schmelzpunkt nach etwa 35 ms erreicht wurde, läßt der bei 10.6μ verwendete OEN-Detektor nur Meßzeiten bis zu 20 ms bei den hier auftretenden hohen Strahldichten zu, da er bei längerer Belastung instabil wurde.

Deshalb konnten bei 10.6μ zwar Messungen auf vorgeschmolzenem Material gemacht, der Schmelzpunkt selber aber nicht während der Messung erreicht werden. Bei 633 nm konnte der Schmelzpunkt aus justiertechnischen Gründen nicht mehr erfaßt werden, da die Krater bei den hohen Leistungsdichten und der deshalb geringen Entfernung der Probenoberfläche von Brennpunkt der Eintrittslinse des CO_2 -Strahles sehr klein waren (0.2-0.24 mm) und deshalb der He-Ne-Strahl nicht mehr präzise auf die Kratermitte justiert werden konnte. Größere aufgeschmolzene Flächen wurden durch leichte Verbiebungen des Auftreffpunktes des CO_2 -Strahler vor den eigentlichen Messungen erzeugt. Die Messungen an TaC wurden nur bei einem Reflexionswinkel (3°) durchgeführt, da lediglich 4 Proben zur Verfügung standen. Während der Messungen bestand ein Druck von 1 bar Reinst-Argon in den Ulbrichtkugeln.

Das spektrale Emissionsvermögen bei 633nm ist im Temperaturbereich zwischen 300 K und 3000 K konstant und hat den Wert 0.51 bei vorgeschmolzener Oberfläche. Auch hier ist das Emissionsvermögen der gesinterten Oberfläche etwas höher und beträgt konstant zwischen 300 K und 3000 K 0.54 bei 633 nm. Bei 10.6μ fällt das spektrale Emissionsvermögen langsam mit steigender Temperatur von 0.35 bei 2250 K auf 0.24 bei 3100 K. Es konnte kein Unterschied im Reflexionsverhalten zwischen gesintertter und vorgeschmolzener Oberfläche bei 10.6μ fest gestellt werden.

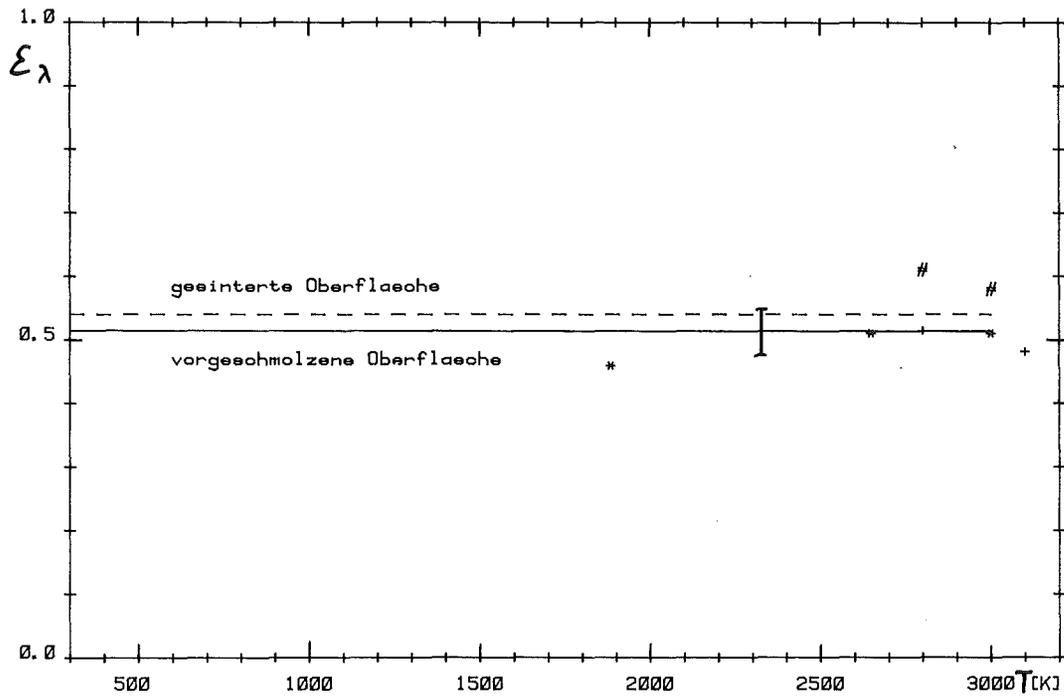


ABB. 6. 5: EMISSIONSVERMOEGEN TdC WELLENLAENGE: 633nm

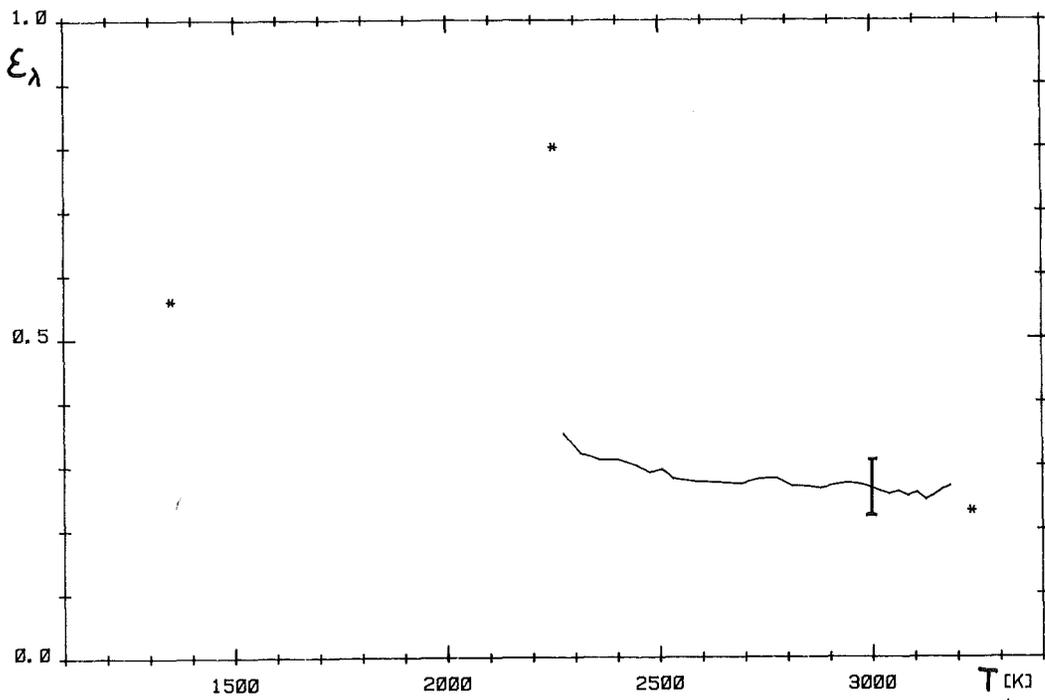


ABB. 6. 6: EMISSIONSVERMOEGEN TdC WELLENLAENGE: 10.6 μ

Die in Abb.6.6 mit einem * markierten Meßwerte stammen von T.Riethof et al. /23/. Die in Abb.6.5 mit verschiedenen Zeichen markierten Meßwerte stammen von folgenden Autoren:

- # Petrov et al. (650 nm) /24/
- + Shaffer, P.T. (650 nm) /25/
- * Deadmore, D. (650 nm) /26/

Die Konstanz des spektralen Emissionsvermögens von TaC bei 633nm deckt sich gut mit den Messungen von Riethof et al. /23/ die einen von der Temperatur unabhängigen Wert .48 bei 650 nm gemessen haben.

6.3 MgO

Die verwendeten Proben bestanden aus gesintertem Material (Degussa Mg25, 98% MgO ohne Stabilisator). Die Probenscheibchen hatten einen Durchmesser von 6mm und waren etwa 1.6mm dick. Während der Messungen bestand ein Druck von 1 bar Reinst-Argon in den Laser-Reflektometern. Leistungsdichten des CO₂-Laserstrahles und Meßdauer entsprechen den bei den Messungen an UO₂. Die erzeugten Laserkrater hatten einen Durchmesser von ca. 0.5 mm. Bei den Messungen wurden unterhalb des Schmelzpunktes (2870 K) für das spektrale Emissionsvermögen der vorgeschmolzenen Oberfläche bei 633 nm größere Werte als für die gesinterte Oberfläche ermittelt.

Deshalb ist zu vermuten, daß geschmolzenes MgO unterhalb des Schmelzpunktes bei 633 nm relativ transparent ist und deshalb Reflexionsmessungen an diesem Material unterhalb des Schmelzpunktes nur bedingt verwertbare Ergebnisse liefern. Allerdings scheint es nicht so transparent zu sein wie Al₂O₃, da keine Abhängigkeit des Meßwertes von der Tiefe der aufgeschmolzenen Schicht festgestellt werden konnte (siehe auch Kap.6.4). Oberhalb des Schmelz-

punktes schließen sich die ermittelten Werte jedoch an die von Olson und Morris /27/ mit einem anderen Meßverfahren ermittelten Werte bei tieferen Temperaturen an, so daß oberhalb des Schmelzpunktes angenommen werden kann, daß die Transparenz von MgO bei 633nm so klein wird, daß sie zu vernachlässigen ist und die Meßergebnisse nicht mehr verfälscht.

Bei 633 nm steigt das spektrale Emissionsvermögen oberhalb des Schmelzpunktes (2870 K) langsam mit der Temperatur von 0.91 auf 0.97 bei 4000 K. Bei 10.6 μ ist das spektrale Emissionsvermögen zwischen 1900 K und 3500 K praktisch konstant und hat den Wert 0.86 bei 1900 K und 0.87 bei 3500 K. Danach fällt es mit steigender Temperatur auf einen Wert von 0.81 bei 4000 K. Zwischen gesinterter und vorgeschmolzener Oberfläche konnte bei 10.6 μ kein Unterschied des spektralen Emissionsvermögens festgestellt werden.

Die Ergebnisse der Messungen bei 633 nm sind in Abb.6.7 dargestellt. Die mit einem x markierten Werte stammen von Olson, O.H. und Morris, J.C. (665nm) /27/. Die Meßergebnisse bei 10.6 μ sind Abb.6.8 dargestellt. Die mit einem x markierten Werte stammen von Clarke und Moore (10.5 μ) /28/. Sowohl bei 10.6 μ als auch bei 633nm konnte zwischen Messungen bei einem Reflexionswinkel von 3 $^{\circ}$ und Messungen bei einem Reflexionswinkel von 20 $^{\circ}$ in diesem Winkelbereich keine Winkelabhängigkeit des spektralen Emissionsvermögens festgestellt werden.

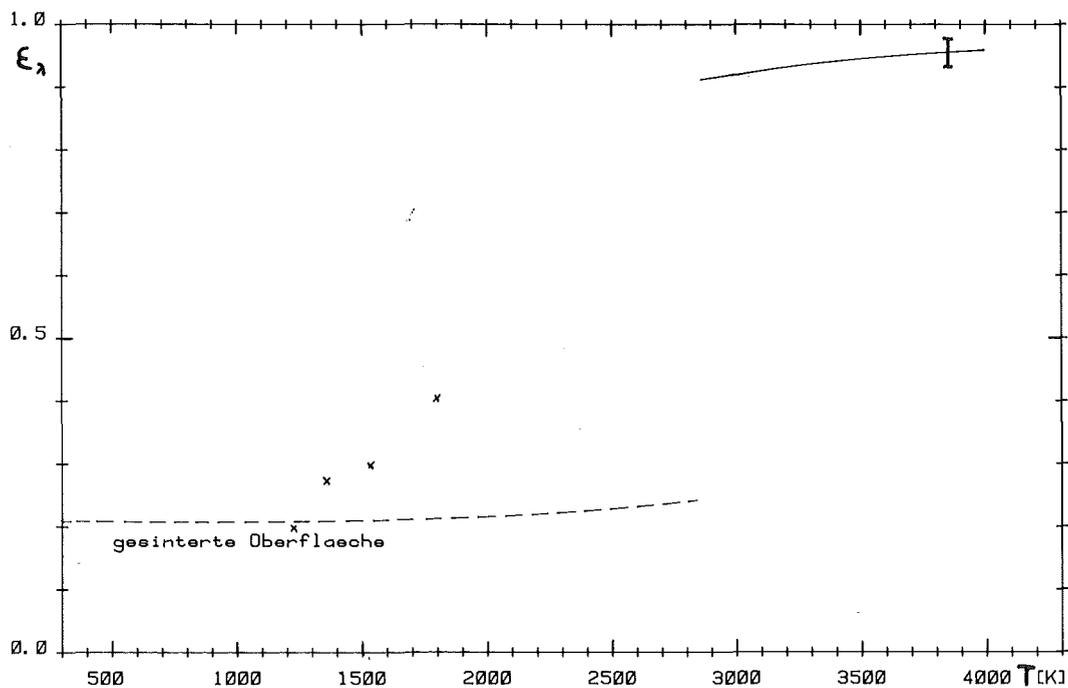


ABB. 6.7: EMISSIONSVERMOEGEN MgO WELLENLAENGE: 633nm

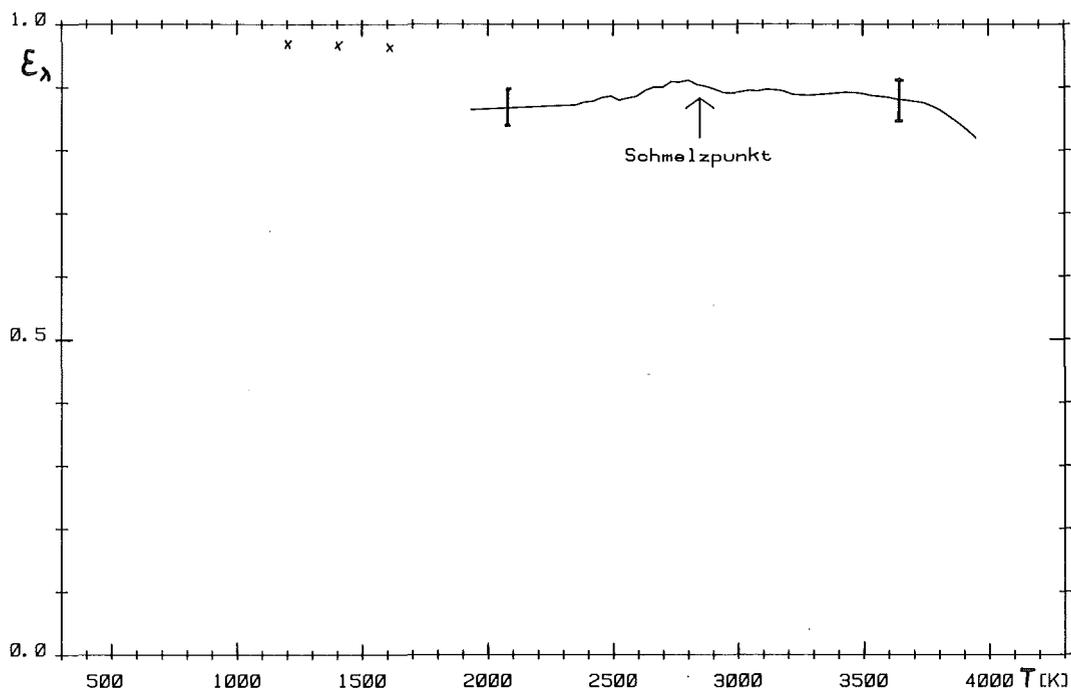


ABB. 6.8: EMISSIONSVERMOEGEN MgO WELLENLAENGE: 10.6 μ

6.4. Al₂O₃

Die verwendeten Proben bestanden aus bindemittelfrei gesintertem Material (Degussa Al23, 99.7% Al₂O₃). Leistungsdichte des CO₂-Strahles auf der Probenoberfläche sowie Meßdauer entsprachen denen bei den Messungen an UO₂. Die auf den Probenoberflächen erzeugten Laserkrater hatten einen Durchmesser von ca. 5nm. Während der Messung bestand in den Ulbrichtkugeln eine Schutzgasatmosphäre von 1 bar Argon.

Bei 633 nm wurde oberhalb des Schmelzpunktes (2300 K) ein leichter Anstieg des spektralen Emissionsvermögens von 0.88 bei 2300 K auf 0.93 bei 3900 K gemessen. Für die gesinterte Oberfläche wurde unterhalb des Schmelzpunktes bei 633 nm ein Wert für das spektrale Emissionsvermögen von 0.31 ermittelt.

Bei 10.6µ ist das spektrale Emissionsvermögen zwischen 1900 K und 3200 K praktisch konstant und hat den Wert 0.93. Danach fällt es mit steigender Temperatur auf einen Wert von 0.81 bei 4000 K. Zwischen gesintertter Oberfläche und vorgeschmolzener Oberfläche konnte bei 10.6µ kein Unterschied festgestellt werden. In Abb.6.9 sind unterhalb des Schmelzpunktes nur die Werte für das Emissionsvermögen der gesinterten, polierten Oberfläche bei 633 nm angegeben. Es zeigte sich bei der Auswertung der Versuche, daß das gemessene spektrale Reflexionsvermögen bei 633 nm direkt abhängig war von der Häufigkeit der Messungen in einem Krater, also von der Tiefe der aufgeschmolzenen Schicht. Das läßt auf eine hohe Transparenz von geschmolzenem Al₂O₃ bei 633 nm und Temperaturen unterhalb des Schmelzpunktes schließen. Für die gesinterte Oberfläche stimmen die ermittelten Werte z.T. gut mit den Veröffentlichungen anderer Autoren überein.

Die mit verschiedenen Zeichen dargestellten Meßwerte stammen von folgenden Autoren:

- + Olson, O.H. und Morris, J.C. (665 nm) /27/
- * Blair, G.R. (640 nm) /29/

In Abb.6.10 sind die Meßergebnisse bei 10.6μ dargestellt. Bei Temperaturen bis zu 1600 K existieren sehr viele Daten zum spektralen Emissionsvermögen von Al_2O_3 bei 10.6μ . Sie schließen sich gut von unten an die hier beschriebenen Ergebnisse an. Zwischen gesinterter und vorgeschmolzener Oberfläche konnte kein Unterschied festgestellt werden. Eine Winkelabhängigkeit des spektralen Emissionsvermögens von Al_2O_3 konnte ebenfalls sowohl bei 633 nm als auch bei 10.6μ im Bereich zwischen 3° und 20° nicht festgestellt werden.

Aus der Auswertung der auf einigen Meßphotographien sichtbaren Stufe des Temperatursignales am Schmelzpunkt wurde eine Spektraltemperatur von $2273 \text{ K} \pm 22 \text{ K}$ am Schmelzpunkt ermittelt. Daraus folgt mit der Definition 2-14 ein Wert von 0.86 für das spektrale Emissionsvermögen bei 653 nm am Schmelzpunkt. Dieser Wert liegt gut innerhalb der Fehlergrenzen des aus den Reflexionsmessungen ermittelten Wertes von 0.88 ± 0.04 . Die gute Übereinstimmung dieser getrennt ermittelten Werte ist ein weiteres Indiz für die Abnahme des spektralen Transmissionsvermögens bei 650 nm oberhalb des Schmelzpunktes, d.h. bei flüssigem Material.

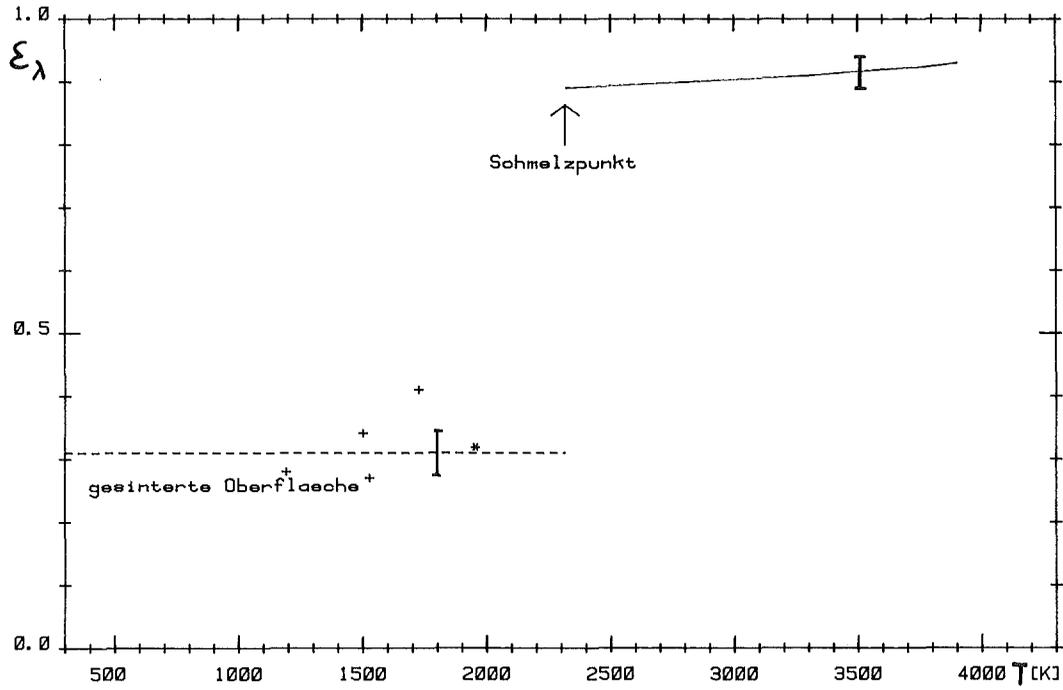


ABB. 6. 9: EMISSIONSVERMOEGEN Al_2O_3 WELLENLAENGE: 633nm

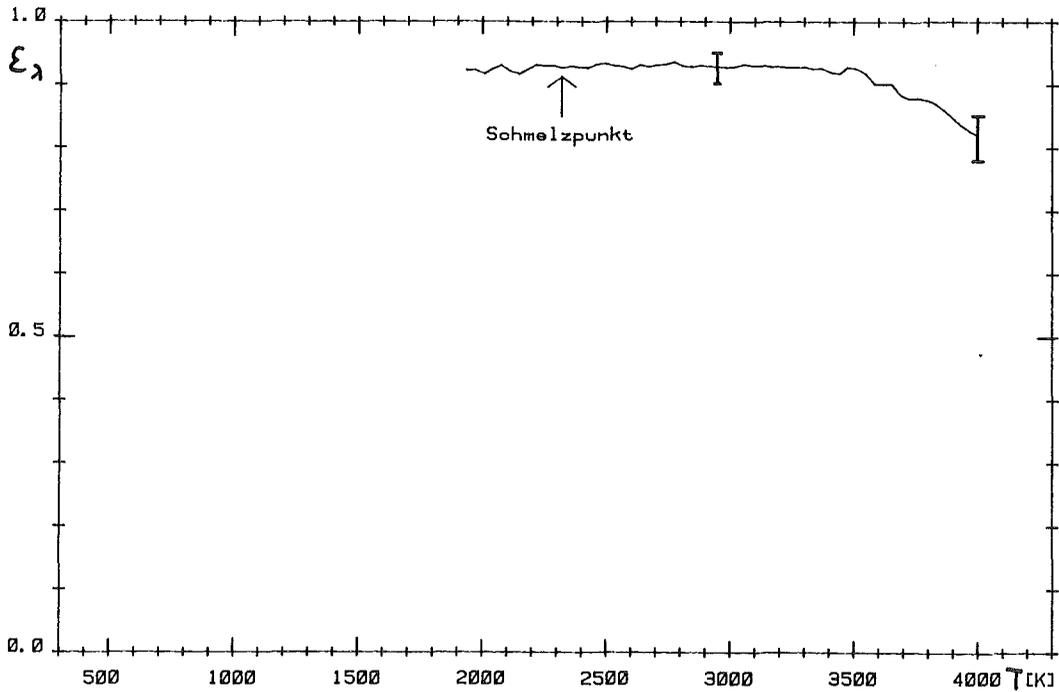


ABB. 6. 10: EMISSIONSVERMOEGEN Al_2O_3 WELLENLAENGE: 10,6 μ

7. Fehleranalyse zu den Experimenten

Bei der Auswertung der Messungen kommen drei Formeln zur Anwendung.

Die erste Formel dient der Bestimmung der spektralen Strahlungstemperatur (schwarze Temperatur) T_s aus der Höhe des Ausgangssignales U_p des Pyrometers. Sie lautet:

$$T_s = \left(\frac{1}{T_e} - 4.5371 \cdot 10^{-5} (\ln U_p - \ln U_{p,e} - \ln D) \right)^{-1} \quad (7-1)$$

U_p = Meßspannung

$U_{p,e}$ = Eichspannung bei $T=T_e$

D = Transmissionsgrad des verwendeten Graufilters

Da die Bestimmung der einzelnen Größen unabhängig voneinander erfolgt ergibt sich der Fehler ΔT_s bei der Bestimmung der spektralen Strahlungstemperatur T_s nach folgender Formel

$$\Delta T_s = \left(\left| \frac{\partial T_s}{\partial T_e} \Delta T_e \right|^2 + \left| \frac{\partial T_s}{\partial U_p} \Delta U_p \right|^2 + \left| \frac{\partial T_s}{\partial U_{p,e}} \Delta U_{p,e} \right|^2 + \left| \frac{\partial T_s}{\partial D} \Delta D \right|^2 \right)^{1/2} \quad (7-2)$$

Mit

$$\left(\frac{1}{T_e} - 4.5371 \cdot 10^{-5} (\ln U_p - \ln U_{p,e} - \ln D) \right) = A$$

lauten die einzelnen partiellen Ableitungen wie folgt

$$\frac{\partial T_s}{\partial T_e} = -\frac{1}{T_e^2} \cdot A^{-2}; \quad \frac{\partial T_s}{\partial U_p} = \frac{-4.5371 \cdot 10^{-5}}{U_p} \cdot A^{-2}$$

$$\frac{\partial T_s}{\partial U_{p,e}} = \frac{4.5371 \cdot 10^{-5}}{U_{p,e}} A^{-2}; \quad \frac{\partial T_s}{\partial D} = \frac{4.5371 \cdot 10^{-5}}{D} \cdot A^{-2}$$

Die Eichtemperatur T_e wird von der Eichbehörde (PTB, Braunschweig) mit einer Unsicherheit von 3 K bei 2600 K angegeben. Berücksichtigt man jedoch die Änderungen der spektralen Strahldichte der Eichlampe durch Alterung, so muß man als Unsicherheit der Eichtemperatur ΔT_e einen Wert von 6 K annehmen. Die Eichspannung des Pyrometers $U_{p,e}$ läßt sich durch wiederholte Messungen sehr genau bestimmen. Die Standardabweichung lag bei allen Meßreihen bei etwa 5 mV ($\hat{=}$ ca. 0.7%). Der Transmissionsgrad des verwendeten Graufilters konnte, ebenfalls durch wiederholte Messungen in regelmäßigen Abständen, mit einer Genauigkeit von 0.9% bestimmt werden. Die Formel 7-2 wurde mit den angegebenen Werten mit Hilfe eines Rechners ausgewertet. Das Ergebnis ist in Abb.7.1 dargestellt. Die obere Kurve gilt für den Fall, daß die ins Pyrometer gelangende Strahlung mittels eines Graufilters abgeschwächt wird. Dies ist der Fall bei den Messungen von sehr hohen Temperaturen.

Für den Bereich unterhalb 2500 K benötigt man kein Graufilter. Die untere Kurve gilt für diesen Fall. Aus den Kurven geht hervor, daß es mit diesem Pyrometer möglich ist, Spektraltemperaturen zwischen 1800 K und 4000 K mit einem absoluten Fehler von weniger als 20 K zu messen. Der starke Anstieg des absoluten Fehlers bei der Bestimmung der Spektraltemperatur bei Temperaturen unterhalb 2000 K bzw. 2500 K ist bedingt durch eine Signalunsicherheit von ca. 1 mV, die durch elektrisches Rauschen der Meßapparatur verursacht wird.

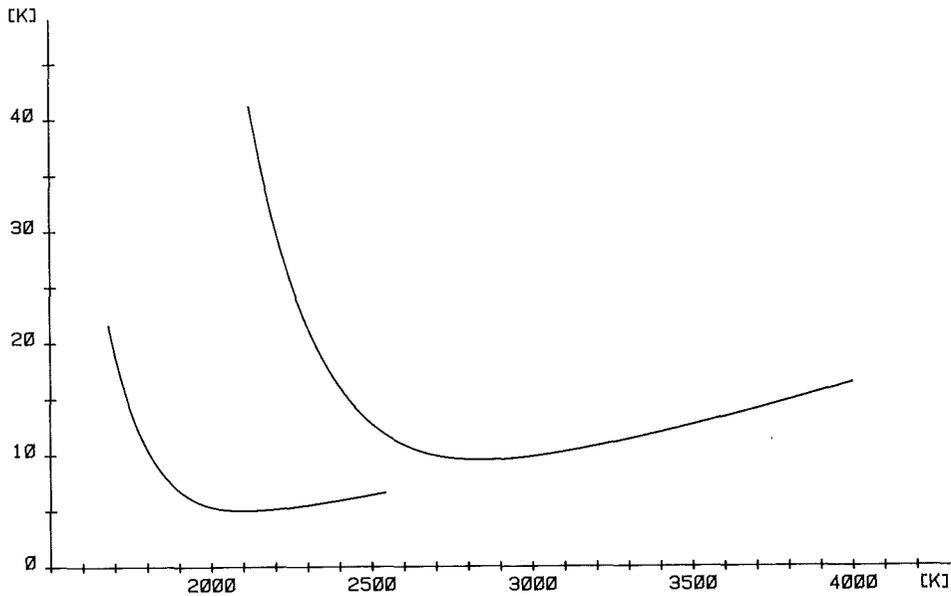


ABB. 7.1: Abs. Fehler der Spektraltemperatur

Die zweite Formel bei der Auswertung dient der Berechnung des spektralen, normalen Emissionsgrades $\epsilon_{\lambda}(T)$ aus dem gemessenen spektralen, hemisphärischen Reflexionsgrad $\rho_{\lambda}(T)$. Sie lautet:

$$\epsilon_{\lambda}(T) = 1 - \rho_s \cdot \frac{U_M(T)}{U_O} \quad (7-3)$$

U_M ist das Reflexionssignal der Meßprobe

U_O ist das Reflexionssignal des Eichspiegels

ρ_s ist der Reflexionsgrad des Eichspiegels

Der Fehler von $\epsilon_{\lambda}(T)$ ergibt sich analog zum Fehler der spektralen Strahlungstemperatur nach folgender Formel

$$\Delta \varepsilon_{\lambda}(T) = \left(\left| \frac{\partial \varepsilon}{\partial \rho_s} \Delta \rho_s \right|^2 + \left| \frac{\partial \varepsilon}{\partial U_o} \Delta U_o \right|^2 + \left| \frac{\partial \varepsilon}{\partial U_M} \Delta U_M \right|^2 \right)^{1/2} \quad (7-4)$$

Bei der Auswertung dieser Formel ist zwischen den Messungen im sichtbaren Bereich bei $\lambda=633 \text{ nm}$ und den Messungen im Bereich des Infrarot bei $\lambda=10.6\mu$ zu unterscheiden. Bei den Messungen im sichtbaren Bereich wurde wegen der Hochfrequenzmodulation des Signals von 90 KHz das digitale Speicheroszilloskop nicht eingesetzt. Deshalb müssen die Meßwerte von photographierten Oszillogrammen abgelesen werden, was zu einer Ableseungenauigkeit führt. Diese lag bei den verschiedenen Messungen im sichtbaren Spektralbereich immer in der Größenordnung von 2%. Deshalb lag die Standardabweichung bei den Messungen im sichtbaren Bereich mit etwa 3% auch deutlich höher als bei den Messungen im Bereich des Infrarot mit etwa 2%. Das Reflexionsvermögen der verwendeten Eichspiegel lag bei 99%. Der Fehler bei der Bestimmung des Reflexionsvermögens bei etwa 1%.

Man muß jedoch berücksichtigen, daß sich der Reflexionsgrad der Eichspiegel während der Messung durch den Niederschlag von abgedampftem Probenmaterial geringfügig verändert, so daß die Unsicherheit des Reflexionsgrades der Eichspiegel bei 2% liegt. Da die Eichmessungen häufig wiederholt werden konnten, lag die Standardabweichung hier bei etwa 0.8%. Die Auswertung der Formel (7-4) ist in der Abbildung 7.2 dargestellt. Die obere Kurve gilt für die Messungen bei 633nm (Meßfehler des Reflexionsvermögens 3%). Die untere Kurve gilt für die Messungen bei 10.6 μ (Meßfehler des Reflexionsvermögens 2%). Abb.7.2 zeigt deutlich, daß Reflexionsmessungen zur Bestimmung des Emissionsvermögens mit vernünftigen Genauigkeitsgrenzen nur dann möglich sind, wenn das Emissionsvermögen größer als .2 ist.

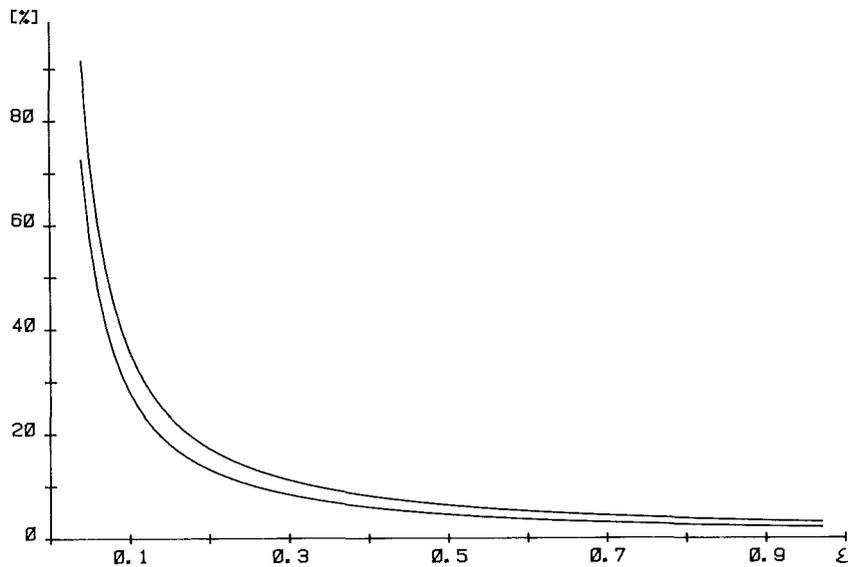


ABB. 7.2: Proz. Fehler des spektr. Emissionsvermögens

Die dritte zur Anwendung kommende Formel dient der Bestimmung der wahren Temperatur T aus der gemessenen Spektraltemperatur T_s und dem berechneten spektralen Emissionsgrad $\varepsilon_\lambda(T_s)$. Sie lautet

$$L_\lambda^O(\lambda, T) = L_\lambda^O(\lambda, T_s) / \varepsilon_\lambda(T) \quad (7-5)$$

Hier zeigt sich ein systematischer Fehler der Auswertung. Während die korrekte Auswertung den spektralen Emissionsgrad bei der wahren Temperatur T verlangt, steht nur der spektrale Emissionsgrad bei der Spektraltemperatur T_s zur Verfügung. Dieser Fehler läßt sich jedoch vernachlässigen, da sich der spektrale Emissionsgrad bei den behandelten Substanzen durchweg nur relativ schwach mit der Temperatur ändert.

Wie die Abbildung 2.7 zeigt, läßt sich bis zu Temperaturen von 4000 K anstelle der Planck'schen Strahlungsformel die Wien'sche Näherung anwenden, also

$$L_{\lambda}^{\circ}(\lambda, T) = c_1 \cdot \pi^{-1} \cdot \lambda^{-5} (\exp(c_2/\lambda \cdot T))^{-1} \quad (7-6)$$

Setzt man nun die Gleichung 7-6 in die Gleichung 7-5 ein und löst nach T auf, so erhält man folgende Formel

$$T = \frac{\lambda}{c_2} \cdot \frac{1}{c_2/\lambda \cdot T_s + \ln(\epsilon_{\lambda}(T))} \quad (7-7)$$

Auch hier gilt wieder

$$\Delta T = \left(\left| \frac{\partial T}{\partial T_s} \Delta T_s \right|^2 + \left| \frac{\partial T}{\partial \epsilon_{\lambda}} \Delta \epsilon_{\lambda} \right|^2 \right)^{1/2} \quad (7-8)$$

Diese Formel läßt sich allgemein nicht graphisch darstellen, da für jede Substanz der Verlauf von $\epsilon_{\lambda}(T)$ anders ist. Bei Temperaturen oberhalb von 3000 K überwiegt jedoch der Fehler bei der Bestimmung der Spektraltemperatur. Dies ist leicht einzusehen, wenn man berücksichtigt, daß der Verlauf von L_{λ}° mit der Temperaturen sehr steil ist, d.h. kleine Temperaturänderungen schon große Änderungen von L_{λ}° bei 653 nm zur Folge haben (siehe auch Abb.2.7).

8. Zusammenfassung

Zur Bestimmung des gerichteten spektralen Emissionsvermögens oberhalb des Schmelzpunktes wurde das am Institut für Neutronenphysik und Reaktortechnik (Kernforschungszentrum Karlsruhe) entwickelte Laser-Kugelreflektometer durch einen Schrägkollimator ergänzt, der das Signal- zu Untergrundverhältnis des gemessenen Reflexionslichtes erhöht. Für die Messungen wurde ein Mehrfach-Probenträger konstruiert, wodurch gleichzeitig mit den Reflexionsmessungen an den Materialproben Vergleichsmessungen am Reflexionsnormal möglich sind.

Die Reflexionsmessungen wurden durchgeführt mit den Referenzlicht-Wellenlängen 632,8 nm im sichtbaren (Ne-Ne Laserlicht) und 10,6 μm im infraroten Spektralbereich (CO_2 -Laserlicht). Zur Auswertung der Messungen, bei denen das Laserlicht gleichzeitig zum Aufheizen der Probe und als Referenzlicht verwendet wird, wurde ein mathematisches Auswerte-Verfahren entwickelt. Damit wurde es möglich, den durch die Reflexionsmessungen an nicht-isothermen Materialflächen bedingten Meßfehler zu eliminieren. Weiterhin wurde die Meßapparatur so weiter entwickelt, daß eine direkte On-Line-Auswertung der Messungen mittels eines Rechners und eines Plotters möglich wurde.

Mit dieser Apparatur wurde das gerichtete spektrale Reflexionsvermögen bzw. Emissionsvermögen von UO_2 , TaC, MgO und Al_2O_3 im Temperaturbereich von 300 K bis 4000 K bestimmt, wobei der Reflexionswinkel zwischen 0° und 30° variiert wurde. Damit konnten Emissionsdaten von TaC, MgO und Al_2O_3 erstmals bis weit in den flüssigen Zustand dieser Stoffe gemessen werden. Unterhalb des Schmelzpunktes stimmen die Meßergebnisse mit den aus der Literatur bekannten Emissionsdaten überein. Im Einzelnen wurden folgende Ergebnisse erhalten:

UO₂:

Das spektrale Emissionsvermögen $\epsilon_{\lambda}(T)$ bei 633 nm ist konstant bis zum Schmelzpunkt und hat den Wert $0,82 \pm 0,03$ bei geschmolzenem und wieder erstarrtem Material bzw. $0,87 \pm 0,03$ bei gesinterter Oberfläche. Oberhalb des Schmelzpunktes ergibt sich ein linearer Anstieg von $\epsilon_{\lambda}(T)$ auf $0,9 \pm 0,03$ bei 3900 K. Das Emissionsvermögen $\epsilon_{\lambda}(T)$ bei $10,6 \mu\text{m}$ ist konstant bis etwa 1900 K und hat den Wert $0,92 \pm 0,03$. Oberhalb von 1900 K fällt es mit zunehmender Temperatur bis auf einen Wert von $0,34 \pm 0,03$ bei 3850 K. Es wurde kein Unterschied zwischen gesinterter und vorgeschmolzener Oberfläche festgestellt.

TaC:

Im Temperaturbereich von 300 K bis 3000 K ergab sich für $\epsilon_{\lambda}(633\text{nm}, T)$ ein konstanter Wert von $0,51 \pm 0,03$ bei vorgeschmolzener Oberfläche bzw. $0,54 \pm 0,03$ bei gesinterter Oberfläche. $\epsilon_{\lambda}(10,6 \mu\text{m}, T)$ fällt zwischen 2250 K und 3100 K mit zunehmender Temperatur von $0,35 \pm 0,03$ bei 2250 K auf $0,24 \pm 0,04$ bei 3100 K. Zwischen gesinterter und vorgeschmolzener Oberfläche konnte kein Unterschied festgestellt werden.

MgO:

Für $\epsilon_{\lambda}(633 \text{ nm}, T)$ des festen Materials ergaben sich größere Unterschiede im Emissionsvermögen der gesinter-ten und der vorgeschmolzenen Oberfläche als bei den vorhergehenden Materialien.

Aus der Tatsache, daß die Reflexion der vorgeschmolzenen Oberfläche geringer ist als die der gesinter-ten Oberfläche, läßt sich schließen, daß die bei der Reflexionsmessung erfaßte Schichtdicke bei 633 nm transparent ist. Deshalb konnte $\epsilon_{\lambda}(633 \text{ nm}, T)$ unterhalb des Schmelzpunktes nicht bestimmt werden. Oberhalb des Schmelzpunktes ergaben die Messungen, daß $\epsilon_{\lambda}(633 \text{ nm}, T)$ langsam mit der Temperatur von $0,91 \pm 0,03$ bei 2500 K auf $0,97 \pm 0,02$ bei 4000 K ansteigt.

ϵ_{λ} (10,6 μm , T) ergab sich zwischen 1900 K und 3500 K als praktisch konstant und hat den Wert $0,86 \pm 0,03$ bei 1900 K und $0,87 \pm 0,03$ bei 3500 K. Darüber fällt es mit zunehmender Temperatur auf $0,81 \pm 0,04$ bei 4000 K. Zwischen gesinterter und vorgeschmolzener Oberfläche konnte kein Unterschied festgestellt werden.

Al_2O_3 :

Wie im Fall des MgO konnte bei 633 nm Wellenlänge aus den Reflexionsmessungen das Emissionsvermögen ϵ_{λ} (633 nm, T) der vorgeschmolzenen Oberfläche von festem Al_2O_3 nicht bestimmt werden. Bei gesinterter Oberfläche ergab sich ϵ_{λ} (633 nm, T) bis zum Schmelzpunkt als konstant mit dem Wert $0,31 \pm 0,03$. Oberhalb des Schmelzpunktes wurde mit zunehmender Temperatur ein Anstieg von $0,88 \pm 0,03$ bei 2300 K auf $0,93 \pm 0,03$ bei 3900 K gemessen.

Für ϵ_{λ} (10,6 μm , T) wurde inzwischen 1900 K und 3200 K ein konstanter Wert von $0,93 \pm 0,02$ ermittelt. Zwischen 3200 K und 4000 K nimmt ϵ_{λ} (10,6 μm , T) von $0,93 \pm 0,02$ auf $0,81 \pm 0,03$ ab. Zwischen gesinterter und vorgeschmolzener Oberfläche konnte kein Unterschied festgestellt werden.

9. Anhang

A. Ausführungen zur Gültigkeit des Kirchhoffschen Gesetzes bei hohen Temperaturen

Bei der Durchsicht der Literatur stieß ich auf einige Arbeiten, in denen die Gültigkeit des Kirchhoffschen Gesetzes /4,5/ angezweifelt wird. Diese Zweifel am Kirchhoffschen Gesetz stützen sich durchweg auf eine Neuinterpretation der Begriffe "Emissionsvermögen" und "Absorptionsvermögen". Bei der Wechselwirkung zwischen elektromagnetischer Strahlung und Materie werden üblicherweise drei verschiedene Prozesse betrachtet.

1. "Induzierte Absorption": Ein Photon der Frequenz ν wird dem Strahlungsfeld entzogen wenn es in der Materie einen Energiezuwachs von $E=h\nu$ induzieren kann.
2. "Induzierte oder stimulierte Emission": Photonen der Frequenz ν in dem die Materie umgebenden Strahlungsfeld induzieren in der Materie die Aussendung eines zusätzlichen Photons der Frequenz ν , wobei die Materie ihre Energie um den Betrag $h\nu$ vermindert.
3. "Spontane Emission": Materie emittiert spontan Photonen. (Dieser Effekt wird oft beschrieben als Emission, verursacht durch die sog. Vakuumfluktuationen des elektromagnetischen Feldes /30/.

In der Strahlungsphysik ist das Absorptionsvermögen α definiert als Verhältnis der absorbierten Strahlung zur einfallenden Strahlung. Das Emissionsvermögen ϵ eines Körpers ist definiert als das Verhältnis seiner "Emissionsrate" zu der "Emissionsrate" einer schwarzen Körpers bei gleicher Temperatur.

Diese Definitionen des Absorptions- bzw. Emissionsvermögens sind jedoch mehrdeutig, da die Begriffe Absorption und Emission in den verschiedenen Arbeiten unterschiedlich definiert werden. Typische quantenphysikalische Abhandlungen verwenden die erste der beiden unten aufgeführten Definitionen, während mehr experimentell orientierte Abhandlungen die zweite der beiden Definitionen verwenden.

1. Definition:

Emission ist die Summe von induzierter und spontaner Emission. Absorption ist dann nur die induzierte Absorption.

2. Definition:

Absorption ist die induzierte Absorption abzüglich der induzierten Emission. Das bedeutet, daß induzierte Emission verstanden wird als negative Absorption. Emission ist in diesem Fall nur die spontane Emission.

Ausgehend von beiden Definitionen haben D.Burkhardt, J.Lochhead und C.Penchina /6/ recht einfache Rechnungen angestellt deren Ergebnisse ich hier aufführen möchte. Sie erhalten im Fall der Verwendung der 1.Definition für das Verhältnis von ϵ_{ν} und α_{ν} :

$$\frac{\epsilon_{\nu}}{\alpha_{\nu}} = (1 - \exp(-h\nu/K \cdot T_p)) (1 - \exp(-h\nu/K T_R))^{-1}$$

T_R ist die Temperatur der den Körper umgebenden Strahlung während T_p die Temperatur des Körpers ist.

Bei Verwendung der zweiten Definition erhalten sie den dem Kirchhoffschen Gesetz entsprechenden Wert

$$\frac{\epsilon_{\nu}}{\alpha_{\nu}} = 1$$

Beide Ergebnisse sind, ausgehend von den verschiedenen Definitionen, mathematisch konsistent. Man muß jedoch berücksichtigen, und das wurde in vielen Abhandlungen nicht getan, daß es physikalisch unmöglich ist, die induzierte Emission von der gemessenen Absorption zu trennen. Man kann also Definition 1 nicht verwenden, um Ergebnisse bei Absorptionsmessungen zu interpretieren oder gar zu korrigieren. Die in Definition 2 festgelegten Begriffe "Emission" und "Absorption" entsprechen den physikalisch meßbaren Größen und somit kann auch nur Definition 2 die richtige Voraussetzung zur Überprüfung des Kirchhoffschen Gesetzes mit experimentell ermittelten Daten sein. Speziell zu diesem Zweck angestellte Messungen von T.C.Grimm /31/ bestätigen das Kirchhoffsche Gesetz mit einer experimentellen Ungenauigkeit von 2% selbst in Bereichen, in denen das auf Grund der Definition 1 ermittelte Resultat bedeutend größere Abweichungen vom Kirchhoffschen Gesetz voraussagt.

B. Berechnung der Intensitätsverteilung der Laserstrahlen im Brennpunkt der Fokussierungslinsen.

Ganz allgemein lautet die Amplitudentransmissionsfunktion einer dünnen Linse /32/:

$$t_l(x, a) = \exp(ikn\Delta_0) \exp\left(-i \frac{k}{2f} (x^2 + y^2)\right) \quad (\text{B-1})$$

n = Brechungsindex des Linsenmaterials

f = Brennweite

Δ_0 = Dicke der Linse in der Linsenmitte

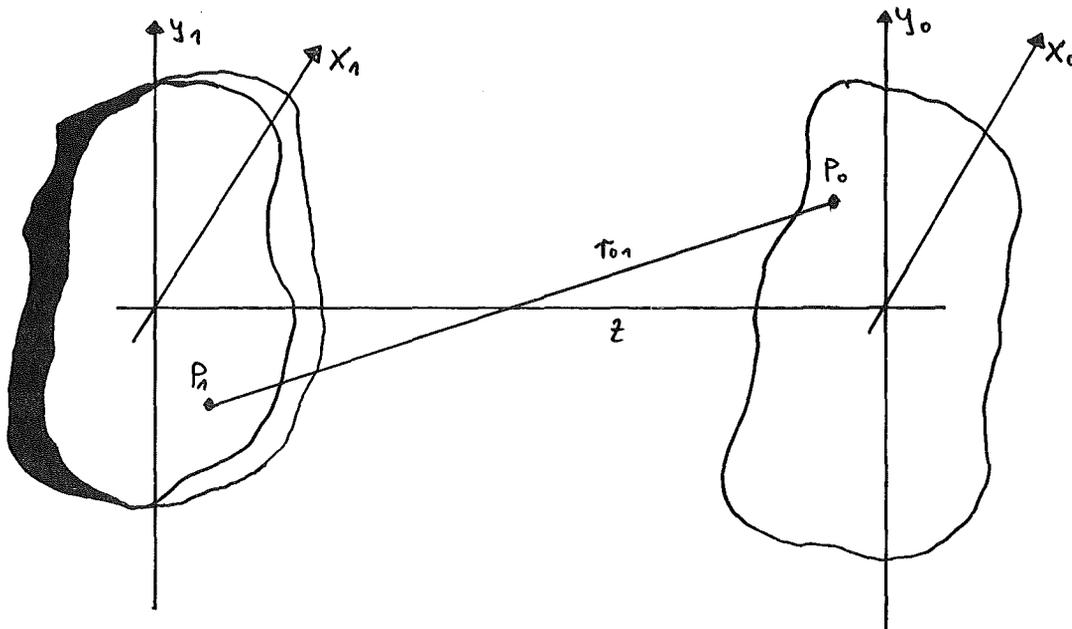
Da der erste Exponentialterm lediglich eine konstante Phasenverschiebung der einlaufenden Welle bewirkt, kann man ihn bei Intensitätsbetrachtungen vernachlässigen. Somit vereinfacht sich die Gleichung (B-1) zu:

$$t_l(x, y) = \exp\left(-\frac{K}{2f} (x^2 + y^2)\right) \quad (\text{B-2})$$

Zur Berechnung der Intensitätsverteilung verwendet man das Huygens-Fresnelsche Prinzip, das für die Beugung an einer beliebigen Apertur folgendermaßen lautet /33/:

$$U(x_0, y_0) = \iint_{\Sigma} h(x_0, y_0; x_1, y_1) U(x_1, y_1) dx_1 dy_1 \quad (\text{B-3})$$

Dabei wird über die Fläche des gesamten Apertur integriert.



Apertur

Beobachtungsebene

$U(x_1, y_1)$ ist die Feldverteilung in der Aperturebene

$U(x_0, y_0)$ ist die Feldverteilung in der Beobachtungsebene

Die Funktion $h(x_0, y_0; x_1, y_1)$ lautet ganz allgemein

$$h(x_0, y_0; x_1, y_1) = \frac{1}{\lambda r_{01}} \exp (i k r_{01}) \cdot \cos (\bar{a}, \bar{r}_{01}) \quad (\text{B-4})$$

\bar{a} ist die Aperturnormale.

Für den Fall, daß die Entfernung der Beobachtungsebene von der Aperturebene viel größer ist als der wirksame Durchmesser der Apertur, läßt sich Gleichung (B-4) vereinfachen. Darum gilt mit $r_{01} \approx z$ (also $\cos (\bar{a}, \bar{r}_{01}) \approx 1$)

$$U(x_0, y_0; x_1, y_1) = \frac{1}{i \lambda z} \exp (i k r_{01}) \quad (\text{B-5})$$

Für die bei den Experimenten erforderliche Genauigkeit ist es ausreichend, wenn man auf das Beugungsintegral (B-3) die Fresnelsche Näherung anwendet.

Der exakte Abstand von P_0 und P_1 ist gegeben durch

$$\begin{aligned} r_{01} &= \sqrt{z^2 + (x_0 - x_1)^2 + (y_0 - y_1)^2} \\ &= z \sqrt{1 + \frac{(x_0 - x_1)^2}{z^2} + \frac{(y_0 - y_1)^2}{z^2}} \end{aligned} \quad (\text{B-6})$$

Eine brauchbare Näherung dieses Ausdrucks ist die binominale Entwicklung der nach dem Schema

$$\sqrt{1+b} = 1 + \frac{1}{2} b - \frac{1}{8} b^2 + \dots \quad /b/ < 1 \quad (\text{B-7})$$

Für die benötigte Genauigkeit ist es ausreichend, wenn man nur die beiden ersten Terme der Entwicklung berücksichtigt. Damit gilt:

$$r_{01} \approx z \left[1 + \frac{1}{2} \left(\frac{x_0 - x_1}{z} \right)^2 + \frac{1}{2} \left(\frac{y_0 - y_1}{z} \right)^2 \right] \quad (\text{B-8})$$

Mit diesem Ansatz lautet die Funktion $h(x_0, y_0; x_1, y_1)$:

$$h(x_0, y_0; x_1, y_1) = \frac{\exp(ikz)}{i\lambda z} \exp \left[i \frac{K}{2z} ((x_0 - x_1)^2 + (y_0 - y_1)^2) \right] \quad (\text{B-9})$$

Somit lautet das Beugungsintegral (B-3) in der Fresnelschen Näherung:

$$U(x_0, y_0) = \frac{\exp(ikz)}{i\lambda z} \iint U(x_1, y_1) \cdot \exp \left[i \frac{K}{2z} ((x_0 - x_1)^2 + (y_0 - y_1)^2) \right] \cdot dx_1 dy_1 \quad (B-10)$$

Der Laserstrahl wird als einfallende ebene Welle betrachtet. Das Intensitätsprofil des Laserstrahls kann man sich vorstellen als das Quadrat des Produktes der einfallenden ebenen Welle mit einer gaußförmigen Amplitudentransmissionsfunktion $A(x, y)$

$$I_L(x, y) = |\exp(ikz) \cdot A(x, y)|^2 \quad (B-11)$$

Führt man nun diesen Ansatz in das Beugungsintegral (B-3) ein, so ergibt sich

$$U(x_0, y_0) = \frac{\exp(ikz)}{i\lambda z} \iint [\exp(ikz) \cdot A(x_1, y_1) \cdot t_L(x_1, y_1) \cdot \exp(i \frac{K}{2z} [(x_0 - x_1)^2 + (y_0 - y_1)^2])] \cdot dx_1 \cdot dy_1 \quad (B-12)$$

Löst man die quadratischen Terme im Integranden auf, so lautet die Gleichung:

$$U(x_0, y_0) = \frac{\exp(2iKz)}{i\lambda z} \cdot \exp\left\{\frac{ik}{2z}(x_0^2 + y_0^2)\right\} \cdot \quad (B-13)$$

$$\cdot \iint A(x_1, y_1) \cdot t_\ell(x_1, y_1) \cdot \exp\left\{\frac{ik}{2z}(x_1^2 + y_1^2)\right\} \exp\left\{\frac{-2\pi i}{\lambda z}(x_0 x_1 + y_0 y_1)\right\} dx_1 dy_1$$

Setzt man nun die Linsentransmissionsfunktion t_ℓ ein, so vereinfacht sich die Gleichung (B-13) für $z=f$ (Brennpunkt) erheblich.

$$\text{Mit } t_\ell = \exp\left\{-i\frac{K}{2f}(x_1^2 + y_1^2)\right\}$$

lautet die Gleichung (B-13) dann, da sich die quadratischen Terme gegenseitig aufheben:

$$U(x_f, y_f) = \frac{\exp(2iKf)}{i\lambda f} \cdot \exp\left\{\frac{iK}{2f}(x_f^2 + y_f^2)\right\} \cdot$$

$$\cdot \iint A(x_1, y_1) \cdot \exp\left\{\frac{-2\pi i}{\lambda \cdot f}(x_f \cdot x_1 + y_f \cdot y_1)\right\} dx_1 dy_1 \quad (B-14)$$

Da sowohl die Linse als auch der Strahl radialsymmetrisch sind, kann man die Gleichung (B-14) auf Radialgeometrie umschreiben.

Mit $x_1 = r \cos \varphi$, $y_1 = r \sin \varphi$
 $x_f = R \cos \theta$, $y_f = R \sin \theta$
 und $dx_1 dy_1 = r dr d\varphi$ lautet sie:

$$U(R) = \frac{\exp(2ikf)}{i\lambda f} \cdot \exp\left\{\frac{iKR^2}{2f}\right\} \cdot \iint A(r) \cdot \exp\left\{\frac{2\pi i}{\lambda f} r \cdot R(\cos f \cdot \cos \theta + \sin f \cdot \sin \theta)\right\} r dr d\theta \quad (B-15)$$

Mit $\cos f \cdot \cos \theta + \sin f \cdot \sin \theta = \cos(f - \theta)$ ergibt sich aus (B-15) nach Ausführung der Integration über den Winkel f :

$$U(R) = \exp(2iKf) \cdot \frac{2\pi}{i\lambda f} \cdot \exp\left\{\frac{iKR^2}{2f}\right\} \cdot \int_0^{R_\ell} A(r) \cdot J_0\left(\frac{2\pi \cdot r \cdot R}{\lambda \cdot f}\right) r dr \quad (B-16)$$

R_ℓ ist der Radius der Linse und J_0 ist die Besselfunktion 1. Art nullter Ordnung. Da die Transmissionsfunktion $A(r)$ im Allgemeinen keine einfache Form hat, läßt sich das Integral in (B-16) nur numerisch auswerten. Die Intensitätsverteilung des Laserstrahles im Brennpunkt der Linse ergibt sich dann zu

$$I_L(R) = U(R) \cdot U^*(R) = B \left[\int_0^{R_\ell} A(r) \cdot J_0\left(\frac{2\pi r \cdot R}{\lambda \cdot f}\right) r dr \right]^2 \quad (B-17)$$

Die Konstante B ist nicht von Interesse, da bei der Auswertung $I_L(R)$ auf 1 normiert wird. Die Auswertung von (B-17) ergibt für die Intensitätsverteilung im Fokus wieder ein, wenn auch etwas spitzeres, "gaußförmiges" Profil (siehe Abb.5.2).

10. Literaturverzeichnis

- /1/ Karow, H.U.:
On the Evaluation of the Spectral Course of the
Optical Constants $n_{\lambda}(T)$, $K_{\lambda}(T)$ and of the Radia-
tional Heat Transport of Nuclear Fuel Materials
in the Liquid Phase,
KfK 2653 (in Vorbereitung) und persönliche
Mitteilung
- /2/ Cabannes, F.:
Thermal Conductivity and Emissivity of Oxide
Ceramics at High Temperatures,
High Temperatures - High Pressures, Vol.8 (1976)
S.155
- /3/ Bober, M., Karow, U.K.:
Measurements of Spectral Emissivity of UO_2 above
the Melting Point,
Proc. of the 7th Symposium on Thermophysical
Properties, National Bureau of Standards,
Washington DC, 1977
- /4/ Ashby, N., Shöcken, K.:
Symposium on Thermal Radiation of Solids,
NASA SP-55, U.S.GPO, Washington DC, 1965
- /5/ McCaffrey, J.W.:
Theoretical Study of the Radiative Emissivity
of Metals, Part 1,
Technical Summary Report, Contract No.NAS8-5210,
George C.Marshall Space Flight Center, Huntsville,
Alabama, 1966
- /6/ Burkhard, D., et al.:
On the Validity of Kirchhoff's Law in a
Nonequilibrium Environment,
American Journal of Physics, Vol.40/7.(1972)S.1794

- /7/ McMahon, H.O.:
J.Opt.Soc.Am. 40(6)(1950)S.376
- /8/ Kortum,G.:
Reflexionsspektroskopie,
Springer Verlag, Berlin 1969
- /9/ Euler,J., Ludwig,R.:
Arbeitsmethoden der optischen Pyrometrie,
Karlsruhe 1960
- /10/ Edwards, D.K. et al.:
Integrating Sphere for Imperfectly Diffuse Samples,
Appl. Opt. 51(1961)S.1279-88
- /11/ Richmond,J.C., et al.:
Procedures for precise determination of thermal
radiation properties,
National Bureau of Standards, Technical Note 267,
U.S. GPO, Washington D.C., 1965
- /12/ Karrer,E.:
Use of the Ulbricht Sphere in measuring reflec-
tion and transmission factors,
Scientific Paper of the Bureau of Standards
No.415, U.S. GPO, Washington D.C., 1921
- /13/ Kneissel, G.J., Richmond, J.C.:
A Laser-Source Integrating Sphere Reflectometer,
National Bureau of Standards, Technical Note 439,
U.S. GPO, Washington D.C., 1968
- /14/ Kohlrausch,F.:
Praktische Physik,
Stuttgart 1968

- /15/ Touloukian, Y.S., DeWitt, D.P.:
Thermophysical Properties of Matter, Bd.8,
Thermal Properties of Nonmetallic Solids,
JFJ/Plenum, New York, Washington, USA, 1972
S.148
- /16/ Ehlert, T.C., Margrave, J.L.:
Melting Point and Spectral Emissivity of Uranium
Dioxide,
Journal Amer.Ceram.Soc., Vol.41(1958)S.330
- /17/ Cabannes, F., Stora, J.P., and Tsakiris, J.:
Facteurs de reflexion et d'émission de UO_2 à
haute températures,
C.R.Acad.Sc.Paris, Vol. 264 B(1967)S.45-48
- /18/ Held, P.C., and Wilder, D.R.:
High-Temperature Hemispherical Spectral Emittance
of Uranium Oxide at .65 and .70 μm ,
Journal Am.Ceram.Soc., Vol.52(1969)S.182-186
- /19/ Bates, J.L.:
Thermal Conductivity of UO_2 improves at high
temperature,
Nucleonics 19, 6 (1961) S.83
- /20/ Ackermann, R.J. et al.:
Visible and ultraviolet absorption properties
of uranium dioxide films,
J.Opt.Soc.Amer. 49, 11 (1959)S.1107
- /21/ Myers, H.P. and Gyllander, J.A.:
The Transmission of Infrared Radiation Through
Sintered Uranium Dioxide
New Nuclear Materials Including Non-Metallic Fuels
1, Int.Atomic Energy Agency Vienna (1973) S.323-
328

- /22/ Neuer, G., Brandt, R., Haufner, G.,
IRS-SB3, Universität Stuttgart, (1973)
- /23/ Riethof, T., Acchione, B.D., and Branyan, E.R.:
Temperature: Its Measurement and Control in
Science and Industry (Ed. Herzfeld, C.M.),
Vol. III, Part 2, Appl. Methods and Instruments
(Reinhold Publishing Corp., New York), 1962, S.515
- /24/ Petrov, V.A., Chekhovskoi, V.Ya., Sheindlin, A.E.:
Emissivity and Electrical Resistivity of Some
Refractory Carbids,
in Proc. 4th Symp. on Thermophysical Properties,
Univ. Maryland, College Park, Md., 1968, S.270-7
- /25/ Shaffer, P.T.:
Development of Ultra Refractory Materials,
Progress Rept.No. 25, AD 261461 (1961) S.1-4
- /26/ Deadmore, D.:
Normal Spectral Emittance (0.65 μ) of TaC-HfC
Solid Solutions and Tungsten Above 1600 Degrees,
J.Am.Ceram.Soc. 47 (12) (1964) S.649-50
- /27/ Olson, O.H., and Morris, J.C.:
Determination of Emissivity and Reflectivity Data
on Aircraft Structural Materials,
Pl.3. Techniques for Measurement,
WADC-TR-56-22 (Pt.3)(1959) S.1-96
- /28/ Clark, H.E. and Moore, D.G.:
Rotating Cylinder Method for Measuring Normal
Spectral Emittance of Ceramic Oxide Specimens
from 1200 to 1600 K,
J.Res.Natl.Bur.Standards, A70(5)(1966) S.292-415

- /29/ Blair, G.R.:
Determination of Spectral Emissivity of Ceramic
Bodies at Elevated Temperatures,
J. Am. Ceram. Soc., 43 (1960) S. 197-203
- /30/ G. Baym:
Lectures on Quantum Mechanics,
W. A. Benjamin, New-York, 1969
- /31/ Grimm, T.C.:
An Investigation of the Validity of Kirchhoff's
Law for Freely Radiating Metallic Surfaces,
Dissertation, Washington University (1970)
- /32/ Goodman, J.W.:
Introduction to Fourier Optics,
Mc Graw Hill 1968
- /33/ Born and Wolf:
Principles of Optics,
4. Auflage, Pergamon Press, London, 1970
- /34/ Hofer, M., Breitung, W., Karow, H.U., Schretzmann, K.:
Laserverdampfungsexperimente zur Bestimmung des
Dampfdrucks von oxidischem Kernbrennstoff bis zu
sehr hohen Temperaturen (3000-5000 K),
41. Physikertagung, Karlsruhe, 1977

Ich bedanke mich bei Herrn Prof.Dr. K. Wirtz dafür, daß er es mir ermöglichte, meine Diplomarbeit am Institut für Neutronenphysik und Reaktortechnik am Kernforschungszentrum Karlsruhe anzufertigen.

Besonderen Dank schulde ich Herrn Dr. M. Bober und Herrn Dr. H.U. Karow, die mir stets mit Rat und Tat zur Seite standen.

Weiterhin bedanke ich mich bei den Mitarbeitern der mechanischen Werkstatt des INR, besonders bei Herrn S. Gaukel, für die Anfertigung diverser Anlagenteile, ebenso bei den Mitarbeitern des elektronischen Labors des INR, besonders bei Herrn R. Eggmann, für die bereitwillige Hilfe bei der Lösung elektronischer Probleme.

Ich bedanke mich ebenfalls bei Herrn R. Huber für die keramographische Präparation der Meßproben, sowie bei Herrn W. Kurz für die Anfertigung der elektronenmikroskopischen Aufnahmen.