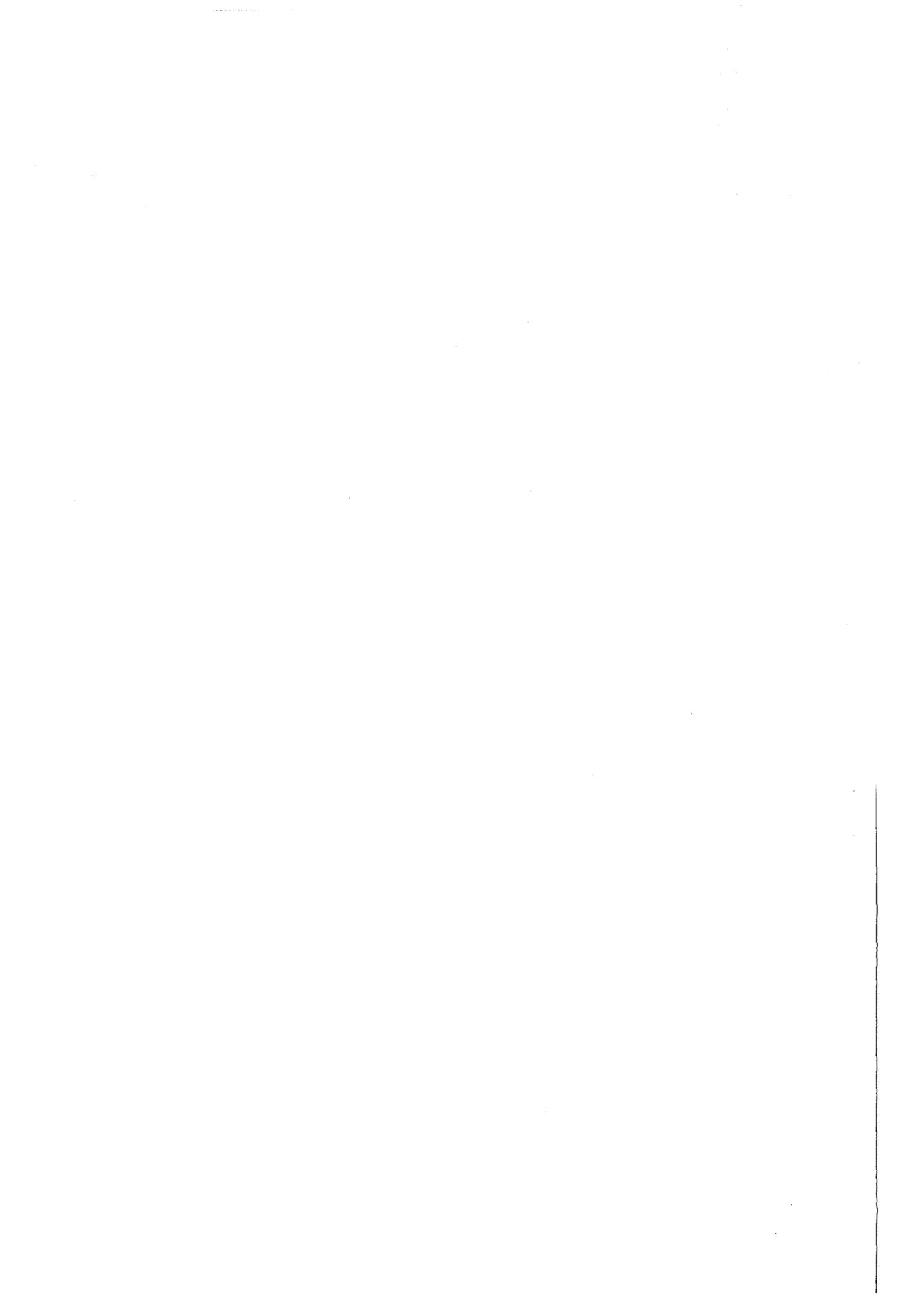


KfK 3616
Oktober 1983

Differenztemperatur- Pyrometer

W. Rapp
Hauptabteilung für Datenverarbeitung und Instrumentierung

Kernforschungszentrum Karlsruhe



KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Hauptabteilung für Datenverarbeitung
und Instrumentierung

KfK 3616

Differenztemperatur-Pyrometer

W. Rapp

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

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

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
ISSN 0303-4003

Speziell für die Wärmeleitfähigkeitsmessung an Materialproben in einer "Laser Flash Apparatur" wurde ein "Differenztemperaturpyrometer" für Proben-temperaturen von 293 K bis 3000 K entwickelt, welches berührungslos den Verlauf kleiner Temperaturänderungen der Probenoberfläche erfassen kann. Durch die Verwendung von drei verschiedenen Detektormaterialien, InSb, Ge und Si, ist für den gesamten Temperaturbereich eine nahezu optimale Temperaturauflösung gegeben. Zur Abschirmung des Pyrometers gegen den Laserblitz schließt ein invertierter Kameraverschluß für 2 ms den Strahlengang zum Pyrometer. Ein zweiter Kameraverschluß öffnet zur selben Zeit den Strahlengang vom Laser zur Probe und hält danach jegliches Streulicht aus dem Laser von der Probe ab.

Differential temperature pyrometer

A "differential temperature pyrometer" suited for specimen temperatures from 293 K up to 3000 K was developed specifically for measurement of the thermal conductivity on material specimens in a "laser flash apparatus." This pyrometer is capable of contactless recording of the development of minor temperature changes on the specimen surface. By use of three detector materials, InSb, Ge and Si, an almost optimum temperature resolution has been achieved over the whole temperature range. To shield the pyrometer against the laser flash, the path of rays to the pyrometer is cut off for 2 ms by an inversion shutter. A second camera shutter opens at the same time the path of rays from the laser to the specimen and subsequently prevents any scattered light from the laser from hitting the specimen.

Inhaltsverzeichnis

1. Zusammenfassung
2. Physikalische Grundlagen
 - 2.1 Temperaturlöslung
 - 2.2 Temperaturnachweislgrenze
 - 2.3 Emissionsgrad ϵ
 - 2.4 Verfügbarer Strahlungsfluß ϕ_R im Teilstrahlungsbereich $\lambda = 0$ bis $\lambda = \lambda_m$
3. Differenztemperaturpyrometer
 - 3.1 Konzept
 - 3.2 Beschreibung der "Laser Flash" Apparatur
 - 3.2.1 Einrichtung der Materialprobe
 - 3.2.2 Temperaturmessung
 - 3.3 Funktionsbeschreibung der Pyrometeranordnung
 - 3.3.1 Schaltungsbeschreibung
 - 3.3.2 Mechanische Ausführung
4. Technische Daten; Meßergebnisse
5. Schlulßbemerkung

Abbildungsverzeichnis

- Abb. 1 Relative Detektivität eines Si,Ge und InSb Detektors
- Abb. 2 Spektrale Transmission von verschiedenen Fenstermaterialien
- Abb. 3 Einsatzbereiche der einzelnen Detektoren kombiniert mit den passenden optischen Fenstern
- Abb. 3a Spezifische Ausstrahlung der "Schwarzen Strahlung" im Teilstrahlungsbereich $\lambda=0$ bis $\lambda = \lambda_m$ in den Halbraum. Von 0 bis 1200°C
- Abb. 3b Spezifische Ausstrahlung der "Schwarzen Strahlung" im Teilstrahlungsbereich $\lambda=0$ bis $\lambda = \lambda_m$ in den Halbraum. Von 1300°C bis 2500°C
- Abb. 4 Differenztemperaturpyrometer in der Laser-Flash Apparatur zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Materialproben.
- Abb. 5 Relative spektrale Strahldichte einer Xenon-Hochdrucklampe
- Abb. 6 Temperaturanstieg an einer Probenseite nach dem Laserbeschuß der gegenüberliegenden Fläche
- Abb. 7 Probenhalterung
- Abb. 8 Steuerungsablauf
- Abb. 9 Signalplan der Ablaufsteuerung
- Abb.10 Blockschaltbild Differenztemperaturpyrometer
- Abb.11 Schematische Darstellung der optomechanischen Anordnung
- Abb.12 Pyrometeransicht mit geöffnetem Deckel
- Abb 13 Pyrometergesamtansicht
- Abb.14 Thermische Leitfähigkeit von POCO-Graphit in Abhängigkeit von der Temperatur

III

Konstanten / 1 /

$$c = (2,997925 + 3 \cdot 10^{-6}) \cdot 10^8 \text{ m s}^{-1}$$

$$h = (6,6256 \pm 5 \cdot 10^{-4}) \cdot 10^{-34} \text{ J s}$$

$$k = (1,38054 \pm 1,8 \cdot 10^{-4}) \cdot 10^{-23} \text{ J K}^{-1}$$

$$c_1 = (3,7415 \pm 3 \cdot 10^{-4}) \cdot 10^{-16} \text{ W m}^2$$

$$c_2 = (1,43879 \pm 1,9 \cdot 10^{-4}) \cdot 10^{-2} \text{ Km}$$

$$\sigma = (5,6697 \pm 0,0029) \cdot 10^{-8} \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-4}$$

1. Zusammenfassung

Zur Wärmeleitfähigkeitsmessung an Materialien wird in einer "Laser Flash Apparatur" eine Materialprobe von definierter Dicke einseitig durch einen Laserblitz aufgeheizt. Der Verlauf des Temperaturanstieges an der gegenüberliegenden Oberfläche erlaubt die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit der Probe. Wegen der Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von der Temperatur wird die Materialprobe in einem Vakuumofen bei verschiedenen Temperaturen gemessen. Der Temperaturanstieg an der Probenoberfläche läßt sich wegen sehr hoher Temperaturen und bei einigen Materialien aus technischen Gründen nicht mit Thermoelementen messen. Für diese Fälle wurde ein Pyrometer entwickelt, welches im Bereich von 293 K bis ca. 3000 K Temperaturanstiege von wenigen K als proportionales Spannungssignal wiedergibt.

Das Gerät beinhaltet drei verschiedene umschaltbare Detektoren, welche mit ihren spektralen Empfindlichkeiten für den genannten Temperaturbereich in den spektralen Bereichen für eine optimale Temperaturauflösung liegen (InSb, Ge, Si).

Zur Aufheizung der Probe durch den Laser (800 μ s) wird der Strahlengang vom Laser zur Probe für 2ms freigegeben und von der Probe zum Pyrometer für 2ms unterbrochen. Dadurch werden das Gerät und der Meßvorgang vor der Beeinflussung durch den Laser geschützt.

Bis kurz vor Auslösung des Lasers werden im Vorverstärkerzweig die Drift des Detektorstromes und im Hauptverstärker die elektronische Drift so geregelt, daß das Ausgangssignal für konstante Temperatur Null Volt beträgt. Die Regelschaltungen sind so ausgelegt, daß an den Integrationsstufen innerhalb der Schaltungen die Mittelwerte der Driftströme als proportionale Spannungen gebildet werden. Kurz vor dem Auslösen des Lasers werden durch lineare Schalter diese Integrationsstufen in Zwischenwertspeicher umgewandelt und damit die Regelkreise am Eingang geöffnet. Unter der Voraussetzung, daß diese Driftgrößen über den gewünschten Zeitraum konstant sind, wird das Ausgangssignal während dieser Zeit durch die Driften nicht verändert. Für einen Zeitraum bis maximal 10s ist diese zufriedenstellend erfüllt. Das Ausgangssignal kann so während dieser Zeit als proportionales Temperaturverlaufssignal interpretiert werden.

2. Physikalische Grundlagen

2.1 Temperaturlösung

Unter Temperaturlösung einer Temperaturmeßeinrichtung soll die Temperaturänderung verstanden werden, welche noch zuverlässig über dem Rauschen und den nichtperiodischen Störgrößen des Meßsignals erkannt werden kann. Die Voraussetzung für eine optimale Temperaturlösung eines Temperaturmeßgerätes ist somit minimales Rauschen und eine möglichst große Temperaturempfindlichkeit (Änderung des Meßsignals pro Temperaturintervall) des Strahlungsempfängers. Aus der grafischen Darstellung des Planckschen Strahlungsgesetzes /1/

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

$L_{\lambda S}$ = Spektrale Strahldichte der Schwarzen Strahlung

c_1 = Erste Strahlungskonstante = $2 \pi \cdot c^2 \cdot h$

c_2 = zweite Strahlungskonstante = $c \cdot h / k$

λ = Wellenlänge

T = Temperatur in Kelvin

erkennt man für eine bestimmte Temperatur die zunehmende Steilheit der spektralen Strahldichtekurve zu kurzen Wellenlängen hin. Für die Teilstrahlungs-pyrometrie bedeutet dies bei gleichbleibenden Wellenlängenintervallen eine ebenso zunehmende Temperaturempfindlichkeit.

2.2 Temperaturnachweisgrenze

Die untere Nachweisgrenze eines Strahlungsdetektor wird durch das Signal-zu-Rauschverhältnis S/N bestimmt. Sein Rauschen ist im wesentlichen durch das Detektormaterial, die aktive Fläche, seine Betriebstemperatur und die zugelassene elektrische Bandbreite gegeben. Die Signalgröße hängt von dem Strahlungsfluß ϕ_λ und der Ansprechempfindlichkeit $R(\lambda, f)$ des Detektors ab. Am einfachsten lassen sich diese Eigenschaften zur sogenannten "NEP" bzw. D^* zusammenfassen. Die "Noise Equivalent Power" ist die Strahlungsleistung NEP, welche am Detektorausgang ein seinem Rauschen äquivalentes Signal erzeugt (rms-Werte) /2/. (f = Modulationsfrequenz der Wärmestrahlung)

Damit ist das Signal zu Rauschverhältnis

$$\frac{S}{N} = \frac{\Phi_{\lambda}}{NEP} \quad (2)$$

mit

$$NEP = \frac{\sqrt{A_D \cdot \Delta f}}{D_{\lambda}^*} \quad (3)$$

$$\frac{S}{N} = \frac{D_{\lambda}^* \cdot \Phi_{\lambda}}{\sqrt{A_D \cdot \Delta f}} \quad (4)$$

D_{λ}^* = spektrale Detektivität

A_D = aktive Detektorfläche

Δf = elektrische Bandbreite

Bei gegebener NEP eines Detektors und konstanter Objekttemperatur wächst das S/N-Verhältnis mit der Größe der auf dem Detektor abgebildeten Meßfläche, dem Beobachtungswinkel (Durchmesser des Linsensystems) und der optischen Bandbreite des Detektors. Aus dem in dem beobachteten Wellenlängenintervall für eine bestimmte Temperatur verfügbaren Strahlungsfluß ergibt sich die Auswahl eines für die Meßaufgabe geeigneten Detektors.

2.3 Emissionsgrad ϵ

$$L(\lambda, T, \vartheta, \varphi) = \epsilon(\lambda, T, \vartheta, \varphi) \cdot L_{\lambda S} \quad (5)$$

$\vartheta, \varphi \hat{=}$ Zenit- und Azimutwinkel /1/

Die maximale spektrale Strahldichte eines Temperaturstrahles bei gegebener Temperatur wird durch das wellenlängen-, temperatur- und winkelabhängige reale Emissionsvermögen ϵ eines Strahlers vermindert. Dadurch gehen zum Teil erhebliche Intensitätsverluste des Nutzsignals und damit eine Verschlechterung des S/N-Verhältnisses einher.

2.4 Verfügbarer Strahlungsfluß Φ_R im Teilstrahlungsbereich $\lambda = 0$ bis $\lambda = \lambda_m$

Die spezifische Ausstrahlung M in den Halbraum über den gesamten Wellenlängenbereich ist nach Stefan Boltzmann für die Schwarze Strahlung

$$M_S = \sigma \cdot T^4 \quad (6)$$

mit

$$\sigma = \frac{2 \cdot \pi^5 \cdot k^4}{15 \cdot h^3 \cdot c^3} \quad (7)$$

k = Boltzmann-Konstante

h = Plancksches Wirkungsquantum

c = Lichtgeschwindigkeit im Vakuum

Für ein Wellenlängenintervall von $\lambda = 0$ bis $\lambda = \lambda_m$ gilt falls die Strahldichte $L_{\lambda S}$ für alle Richtungen gleich ist

$$M_{Si} \Big|_{\lambda=0}^{\lambda=\lambda_m} = \Omega_0 \cdot \pi \cdot \int_0^{\lambda_m} L_{\lambda S} \cdot d\lambda \quad (8)$$

Für eine Abschätzung des verfügbaren Strahlungsflusses bei einer bestimmten Temperatur T_0 zur Bestimmung der unteren Temperaturnachweisgrenze eines Detektors, ist der prozentual verfügbare Strahlungsenergieanteil im Bereich von $\lambda = 0$ bis $\lambda = \lambda_m$ recht brauchbar. Abb. 3a, 3b; /3/

Die Prozentzahl

$$p_i (\%) = \frac{\Omega_0 \cdot \pi \cdot 100}{\sigma \cdot T_0^4} \cdot \int_0^{\lambda_m} L_{\lambda S} (T_0) \cdot d\lambda = 100 \cdot \frac{M_{Si}}{M_S} \quad (9)$$

Der verfügbare Strahlungsfluß Φ_R einer Messaufgabe ist mit $\epsilon = \epsilon_i$, $p = p_i$

$A_1 = A_{1i}$ /1/, und von $\lambda = 0$ bis $\lambda = \lambda_m$ bei $T = T_0$ durch

$$\Phi_R = \epsilon_i \cdot p_i \cdot \Phi_{Si} \quad \text{mit} \quad \Phi_{Si} = A_{1i} \cdot M_{Si} \quad \text{bzw.}$$

$$\Phi_R = \epsilon_i \cdot A_{1i} \cdot p_i \cdot M_{Si}(T_0) \cdot \frac{\Omega}{2\pi} \quad (10)$$

gegeben. D. h. der verfügbare Strahlungsfluß ergibt sich aus dem in dem betrachteten Wellenlängenintervall prozentualen Anteil p_i der Gesamtenergie bei T_0 multipliziert mit dem Emissionsgrad ϵ_i der Objektfläche, der

Größe der opt. erfaßten Fläche A_{1j} und dem von dem Detektor erfaßten Teil des Halbraumes, dem Raumwinkel Ω .

In einem kleinen Bereich $\lambda = \lambda_1$ bis $\lambda = \lambda_2$ gilt

$$\Phi_{Rj} = \epsilon_j \cdot A_{1j} \cdot (p_{\lambda_2} - p_{\lambda_1}) \cdot M(T_o) \cdot \frac{\Omega}{2 \cdot \pi} \quad (11)$$

und für das Strahlungssignal des Detektors

$$P_j \sim \Phi_{Rj} \cdot R_j(\lambda_j, f) \quad (12)$$

Falls der Emissionsgrad ϵ_j oder die Ansprechempfindlichkeit R_j im beobachteten Teilstrahlungsbereich stark variieren, müssen in entsprechend kleinen Teilbereichen Mittelwerte für ϵ_j und R_j gebildet und die daraus berechneten Strahlungsenergien Φ_{Rj} zur insgesamt verfügbaren Strahlungsenergie zusammengefaßt werden.

Mit

$$\bar{\epsilon}_j = \frac{\epsilon_1 + \epsilon_2}{2} \quad \text{und} \quad \bar{R}_j = \frac{R(\lambda_2, f) + R(\lambda_1, f)}{2} \quad (13)$$

ist die insgesamt verfügbare Strahlungsenergie

$$\Phi_{Rges.} = \sum \Phi_j = \bar{\epsilon}_j \cdot A_{1j} \cdot (p_{\lambda_{2j}} - p_{\lambda_{1j}}) \cdot M_S(T_o) \cdot \frac{\Omega}{2 \pi} \quad (14)$$

bzw. das Gesamtstrahlungssignal des Detektors

$$P_{ges.} \sim \sum \Phi_{Rj} \cdot \bar{R}_j(\lambda_j, f) \quad (15)$$

3. Differenztemperaturpyrometer

3.1 Konzept

Die größtmögliche Strahlungsenergie­differenz pro Grad Celsius erhält man aus der Gesamtstrahlung eines Temperaturstrahlers. Da alle verfügbaren Detektoren und Materialien eine endliche optische Bandbreite in bezug auf ihre wirksamen Eigenschaften haben, werden immer nur Teilbereiche des gesamten Strahlungsspektrums zur Verfügung stehen.

Für eine optimale Temperature­auflösung ist es das Ziel einen möglichst großen Spektralbereich in einem Bereich des Gesamtspektrums zu erfassen, welcher den größten Strahlungsänderungen pro Wellenlängenintervall unterworfen ist (1), (5).

Um den Temperaturverlauf der Oberfläche eines Meßobjektes im Bereich von T_1 bis T_2 innerhalb einer bestimmten Zeit mit einer optimalen Temperature­auflösung über dessen Temperaturstrahlung zu erfassen kann man sich einen variablen Teilstrahlungsbereich vorstellen, welcher im UV-Bereich beginnt und soweit in den IR-Bereich reicht, daß der jeweilige Strahlungsdetektor gerade nicht übersteuert wird.

Abweichend von dieser "Ideallösung" wurden für den Bereich von 293 K bis 3000 K drei verschiedene Detektoren InSb, Ge und Si mit ihren typischen spektralen Empfindlichkeitsbereichen (Abb. 1) gewählt.

Entsprechend der "Idealvorstellung" werden die verschiedensten Fenster als Kurzpaßfilter benutzt (Abb. 2). Ab Raumtemperatur wird der Stickstoff gefüllte InSb-Detektor mit Saphirfenster eingesetzt. Mit steigender Temperatur kann Quarzglas als Kurzpaßfilter gegen das Übersteuern des Detektors eingesetzt werden. Bei noch höheren Temperaturen (800 - 1100 K) ist der Ge-Detektor mit Quarzfenster im optimalen Spektralbereich.

Für Temperaturen um 1500 K ist CaCO_3 Glas geeignet, den längerwelligen Anteil der Wärmestrahlung zurückzunehmen. Für den oberen Temperaturbereich ab etwa 1500 K kann der Si-Detektor eingesetzt werden. Ab etwa 2500 K verhindert ein Farbglas die Überlastung des Si-Detektors.

Ist jedoch die Temperature­auflösung ausreichend, so werden die Detektoren nach Abb. 3 eingesetzt. Mit der stufenlos einstellbaren Irisblende wird eine Übersteuerung der Detektoren vermieden, eine Optimierung der Temperaturempfindlichkeit mit den verschiedenen Kurzpaßfiltern kann unterbleiben. Da sich Laser und Pyrometer auf derselben optischen Achse befinden, wurden zum Schutze des Pyrometers zwei Kameraverschlüsse verwendet.

Verschluß 1 öffnet für 2ms den Strahlengang des Lasers und löst diesen über seinen Blitzkontakt (x-Kontakt) aus. Er hält danach jegliche Störstrahlung aus dem Laser vom Ofen ab.

Verschluß 2 unterbricht den Strahlengang von der Probe zum Pyrometer für die Dauer des Laserblitzes /3/.

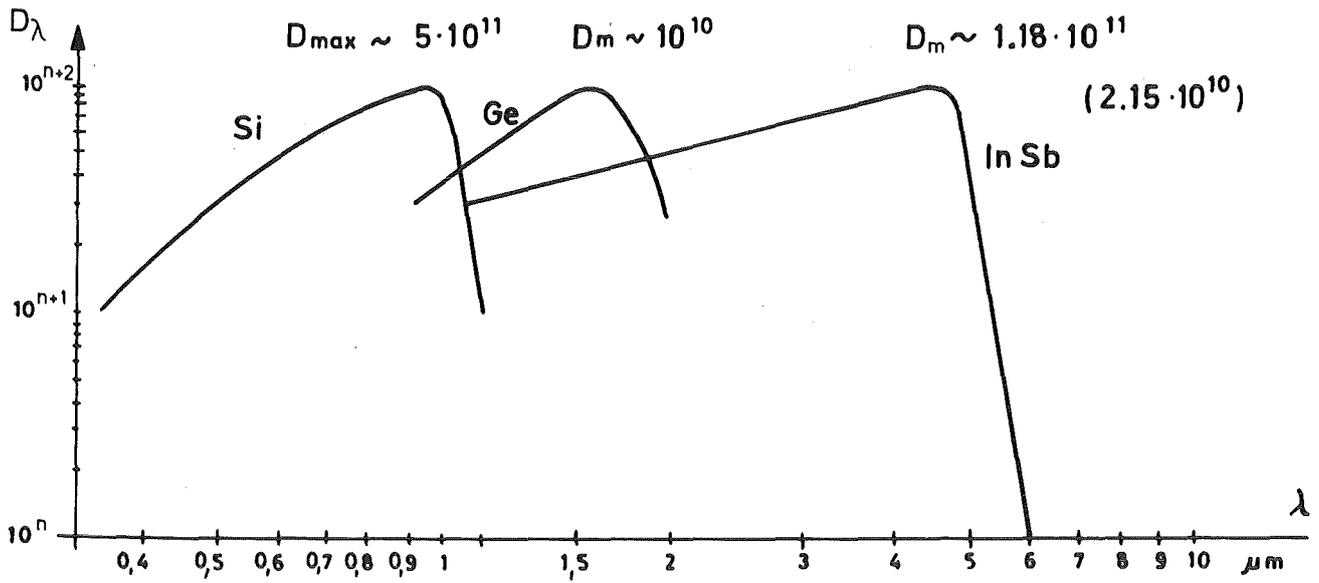


Abb. 1 Relative Detektivität eines Si, Ge und INSb Detektors

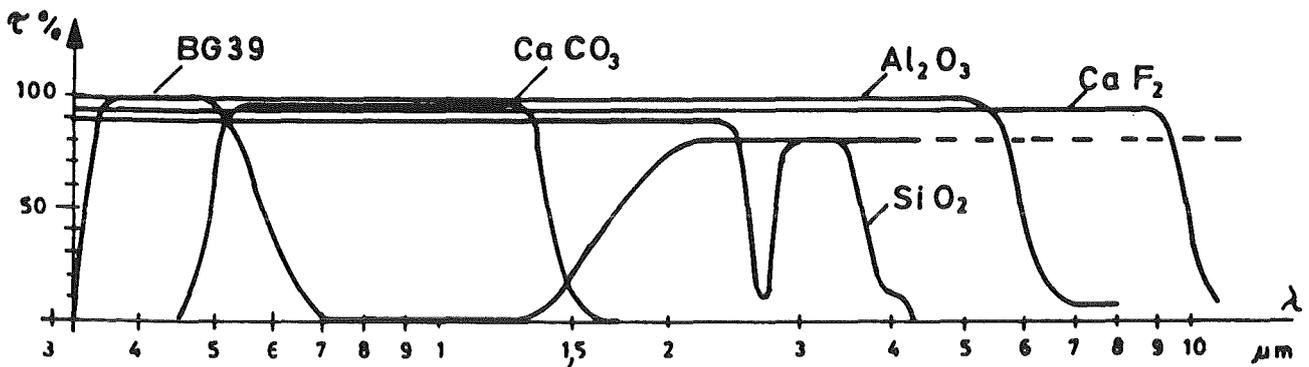


Abb. 2 Spektrale Transmission von verschiedenen Fenstermaterialien

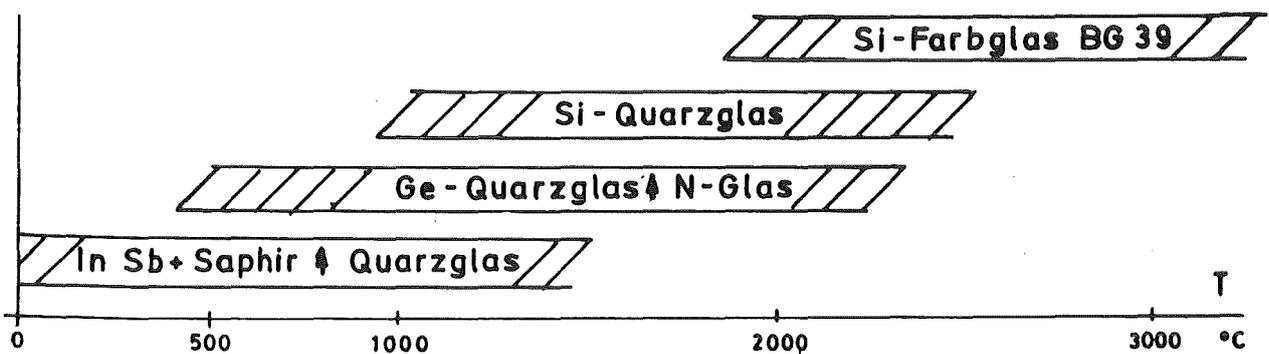


Abb. 3 Einsatzbereiche der einzelnen Detektoren kombiniert mit den passenden optischen Fenstern

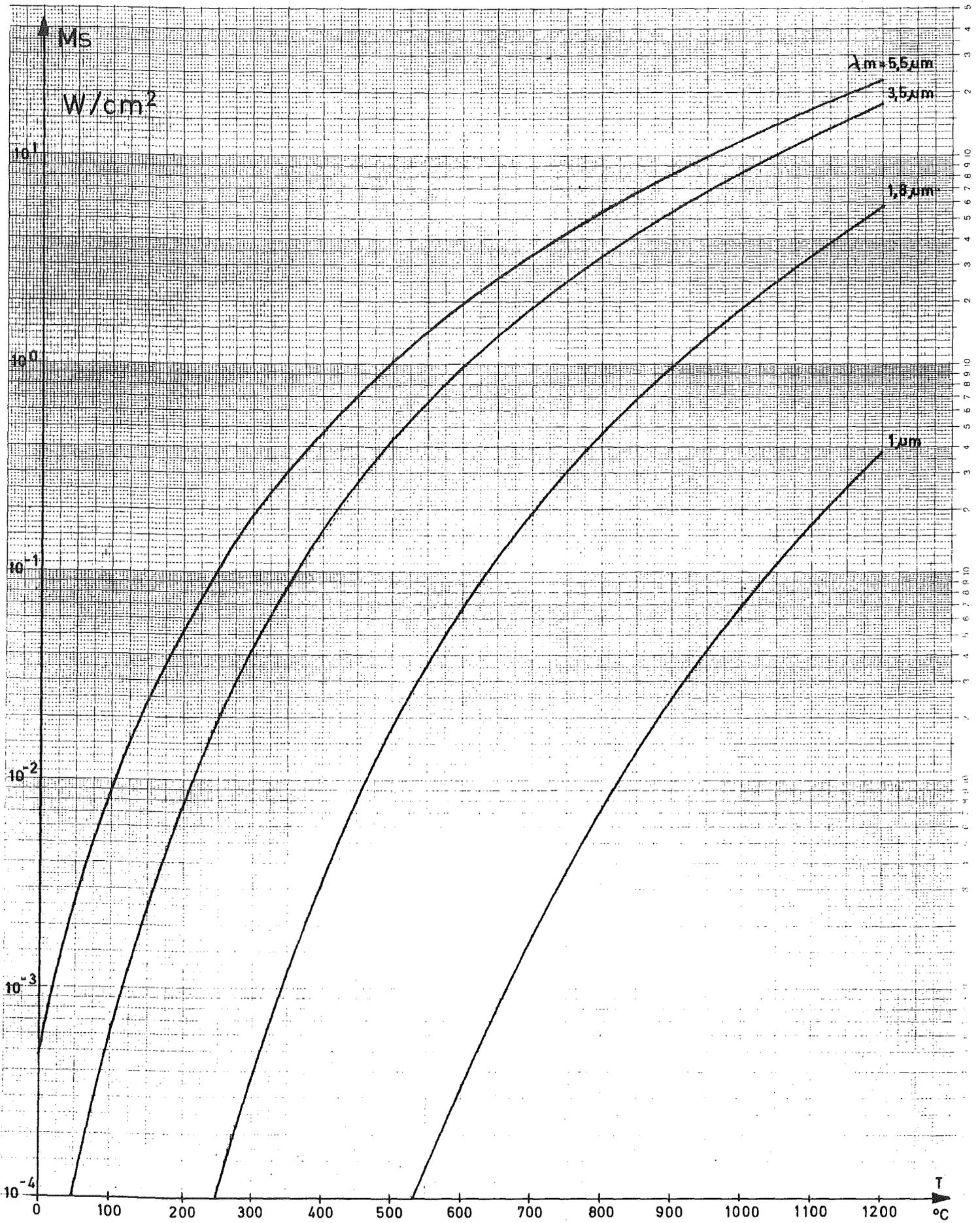


Abb. 3a Spezifische Ausstrahlung der "Schwarzen Strahlung" im Teilstrahlungsbereich $\lambda = 0$ bis $\lambda = \lambda_m$ in den Halbraum

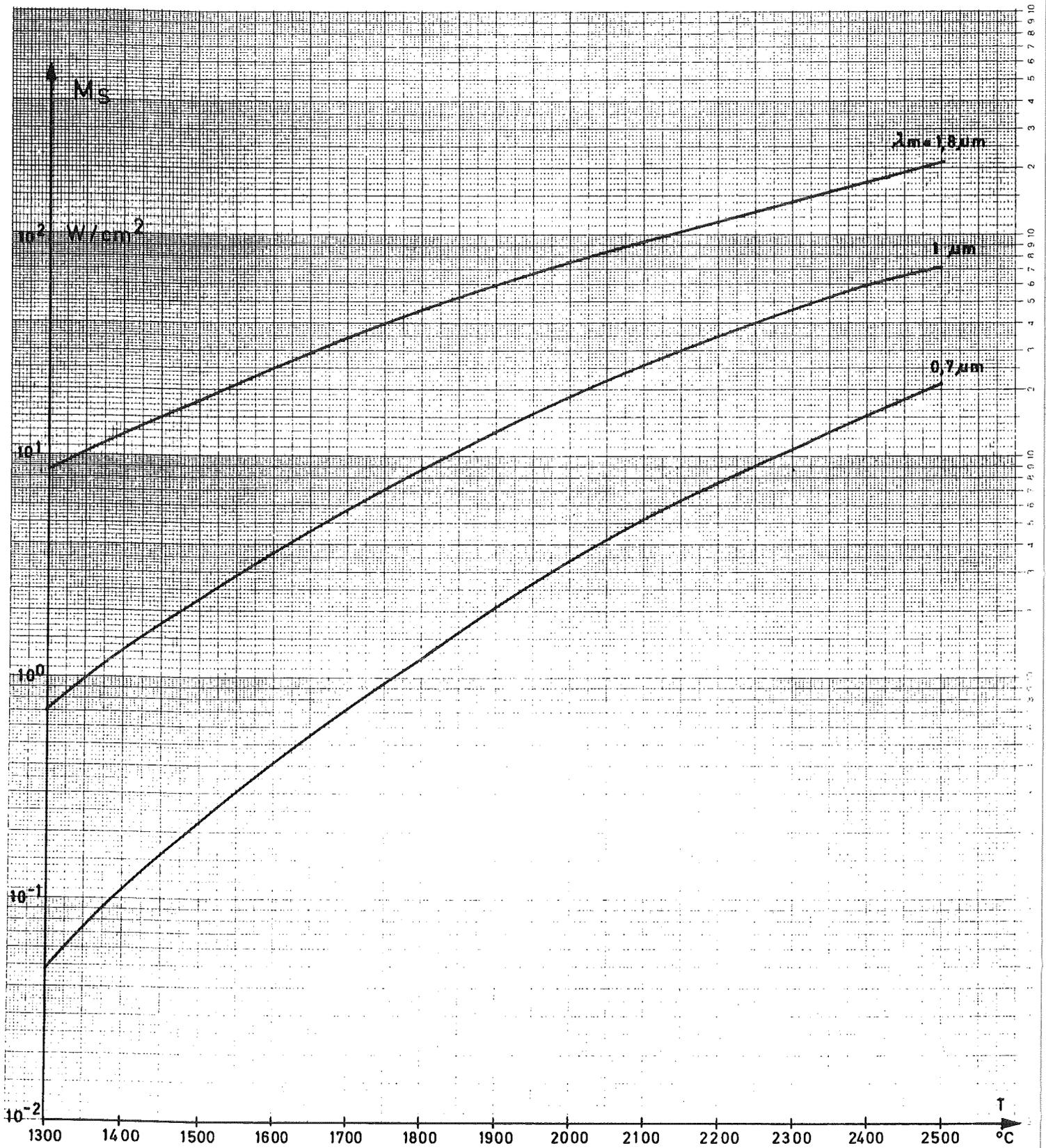


Abb. 3b Spezifische Ausstrahlung der "Schwarzen Strahlung" im Teilstrahlungsbereich $\lambda = 0$ bis $\lambda = \lambda_m$ in den Halbraum

3.2 Beschreibung der "Laser Flash" Apparatur /5/ (Abb. 4)

Die Beschreibung der Apparatur erfolgt nur unter dem Gesichtspunkt der Temperaturmessung an der Materialprobe. Zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit einer Materialprobe wird diese auf einer Seite mit einem Laserblitz bestrahlt. Der Laser hat eine Wellenlänge von 1064 nm, eine Blitzdauer von 800µs und eine Leistung von max. 60 Watt. Die Zündung erfolgt über eine Xenon-Blitzlampe, deren Spektrum vom UV- bis in den nahen IR-Bereich reicht (Abb. 5).

Der anschließende Temperaturverlauf auf der gegenüberliegenden Probenoberfläche erlaubt die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit (Abb. 6).

3.2.1 Einrichtung der Materialprobe

Die Probe wird mit drei dünnen Röhrchen von etwa 20cm Länge in einem zylindrischen Folienofen gehalten. Sie wird so eingerichtet, daß der Laserstrahl auf die gesamte Stirnfläche der Probe auftrifft (Abb. 7).

Zur Einrichtung des Pyrometers wird die pyrometerseitige Graphitblende (ohne Graphitrohr) auf die Probenhalterstäbe aufgesteckt. Auf der Suchermattscheibe wird durch Verschieben des Pyrometers auf dem Tisch, durch die Höhenverstellerschraube und die Scharfeinstellung das Bild so eingestellt, daß sich die Probe zentral in der Blendenöffnung der Graphitscheibe befindet. Das Graphitrohr dient zur Abschirmung von Streulicht und soll so nahe wie möglich an die Probe herangeführt werden. Die optische Einstellung des Pyrometers auf die Probe darf nun nicht mehr verändert werden. Der Ofen ist in einer Vakuumkammer montiert. Das Strahleneintrittsfenster für den Laser ist aus Quarzglas (14mm), das Fenster für das Pyrometer aus CaF_2 (10mm).

3.2.2 Temperaturmessung

Die Messung des Temperaturanstiegs an der Oberfläche der Probe über deren Wärmestrahlung ist in der beschriebenen Anordnung (Abb. 7) nicht unproblematisch. Der Ofen bzw. das Graphitrohr hat beim Betrieb der Apparatur etwa die gleiche Temperatur wie die Probe und bildet mit ihr einen relativ gu-

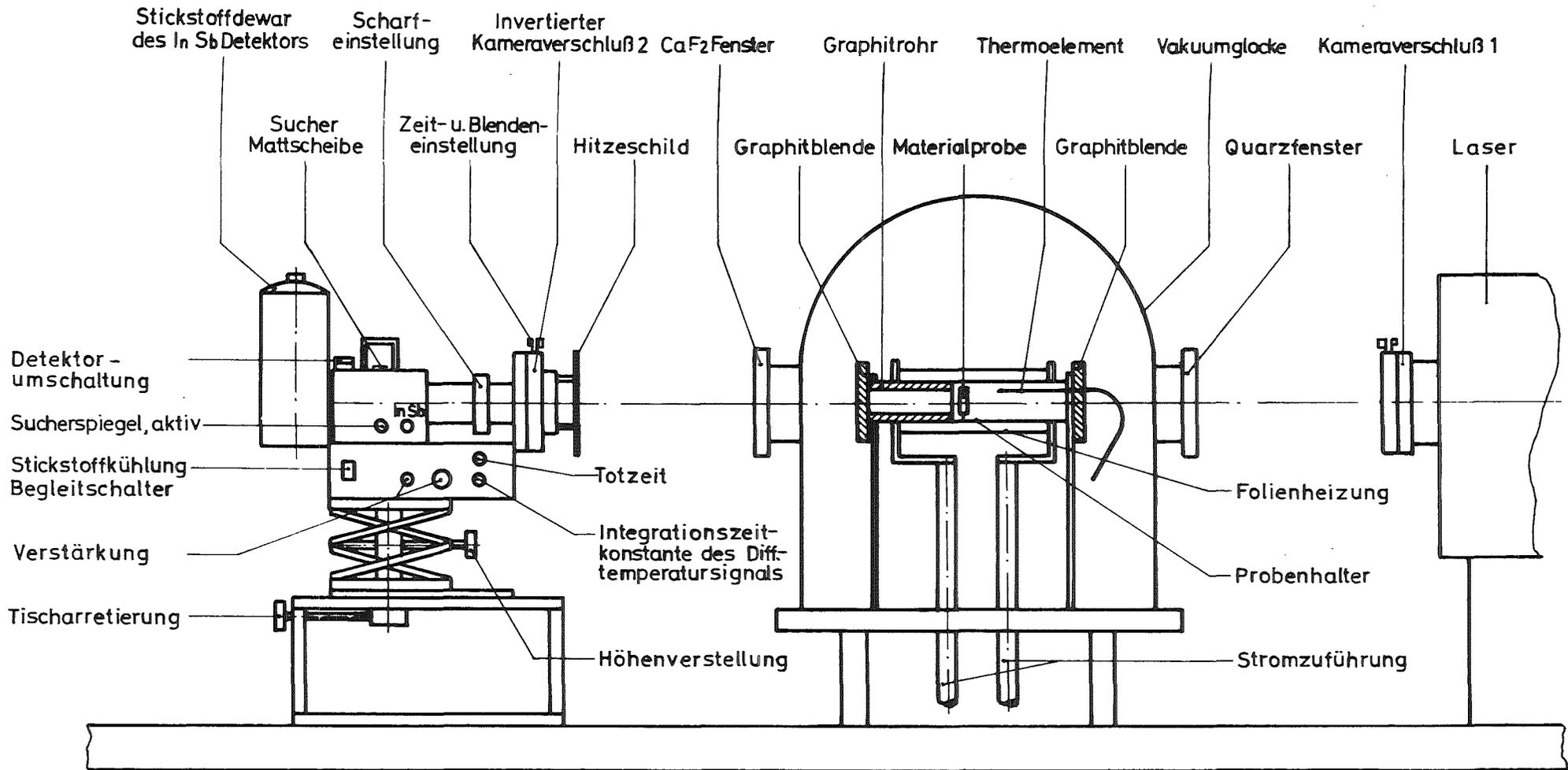


Abb. 4 Differenztemperaturpyrometer in der Laser-Flash-Apparatur zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Materialproben

ten Hohlraumstrahler. Dies bedeutet bei geringem Emissionsgrad einer Materialprobe, daß die spezifische Ausstrahlung M der Probe nahe an die spezifische Ausstrahlung der Schwarzen Strahlung M_S herankommt.

Da aber gilt

$$M(T_0) \sim \epsilon \cdot M_S(T_0) + \rho \cdot M_S(T_0) \quad (12)$$

ist die an der Oberfläche der Probe bei einer Temperaturerhöhung um ΔT gemessene spezifische Strahldichte

$$M(T_0 + \Delta T) \sim \epsilon \cdot M_S(T_0 + \Delta T) + \rho \cdot M_S(T_0) \quad ; \quad \rho = (1 - \epsilon) \quad (13)$$

$\rho \cdot M_S$ ist der reflektierte Teil der Hohlraumstrahlung an der Probenoberfläche.

$$\Delta M(\Delta T, T_0) \sim \epsilon \cdot [M_S(T_0 + \Delta T) - M_S(T_0)] \quad (14)$$

Das Temperaturdifferenzsignal ist also um den Faktor ϵ vermindert, bzw. es wird das S/N-Verhältnis um diesen Faktor verschlechtert (Kap. 2.2). Es läßt sich auch durch Vergrößern der Bandbreite nicht verbessern, da dies sehr schnell wegen des dabei relativ großen $\rho \cdot M_S$ Beitrages zum Übersteuern des Detektors führt.

Nach dem Kirchhoffschen Gesetz gilt

$$\epsilon(\lambda, \vartheta, \varphi, T) = \alpha(\lambda, \vartheta, \varphi, T) \quad (15)$$

Dies bedeutet, daß auch die Strahlung des Laserblitzes um einen Faktor $\epsilon(\lambda_L = 1064 \text{ nm}, T_0)$ in ihrer Intensität abgeschwächt von der Oberfläche absorbiert wird.

Für das Strahlungssignal S , welches zur Verfügung steht, bedeutet dies bei

$$\epsilon_{\lambda P} = \alpha_{\lambda L}$$

$\epsilon_{\lambda P} \hat{=}$ Emissionsgrad der Materialprobe im Spektralbereich des Pyrometers

$$S \approx \epsilon^2 \cdot f(\Delta T) \quad \alpha_{\lambda L} \hat{=}$$
 Absorptionsgrad der Probe für das Laserlicht

Es ist daher für ein gutes Signal zu Rauschverhältnis ratsam, die gesamte Probe zu schwärzen, falls die Materialeigenschaften dies erlauben.

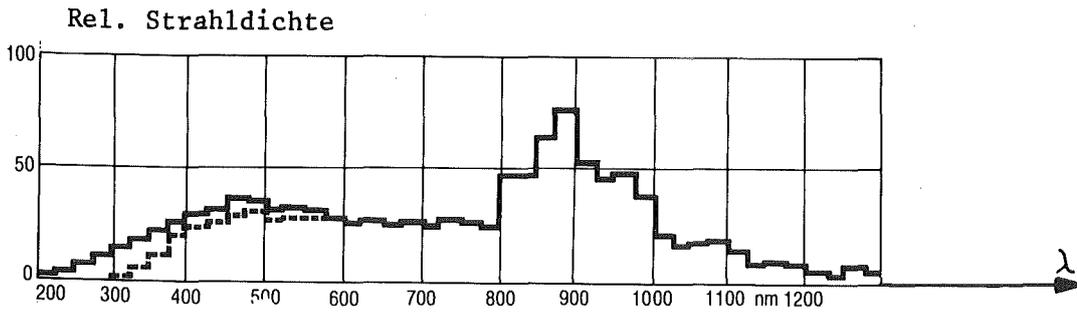


Abb. 5 Relative spektrale Strahldichte einer Xenon-Hochdrucklampe / 6 /

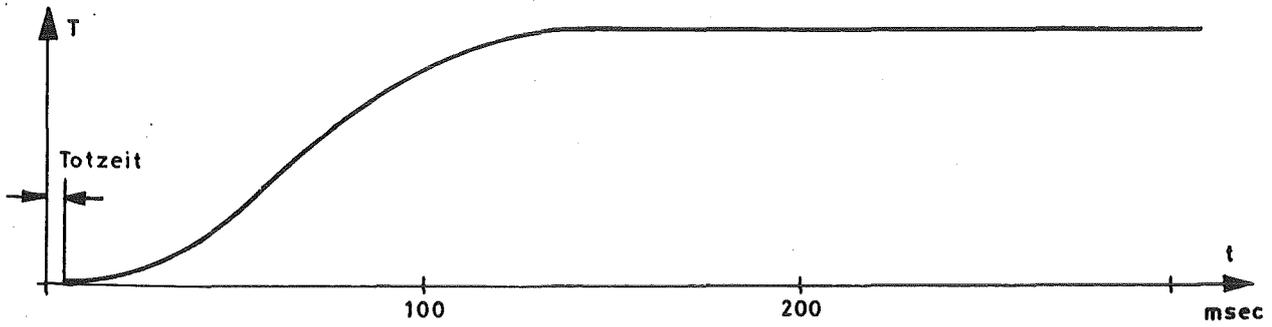


Abb. 6 Temperaturanstieg an einer Probenseite nach dem Laserbeschuss der gegenüberliegenden Fläche

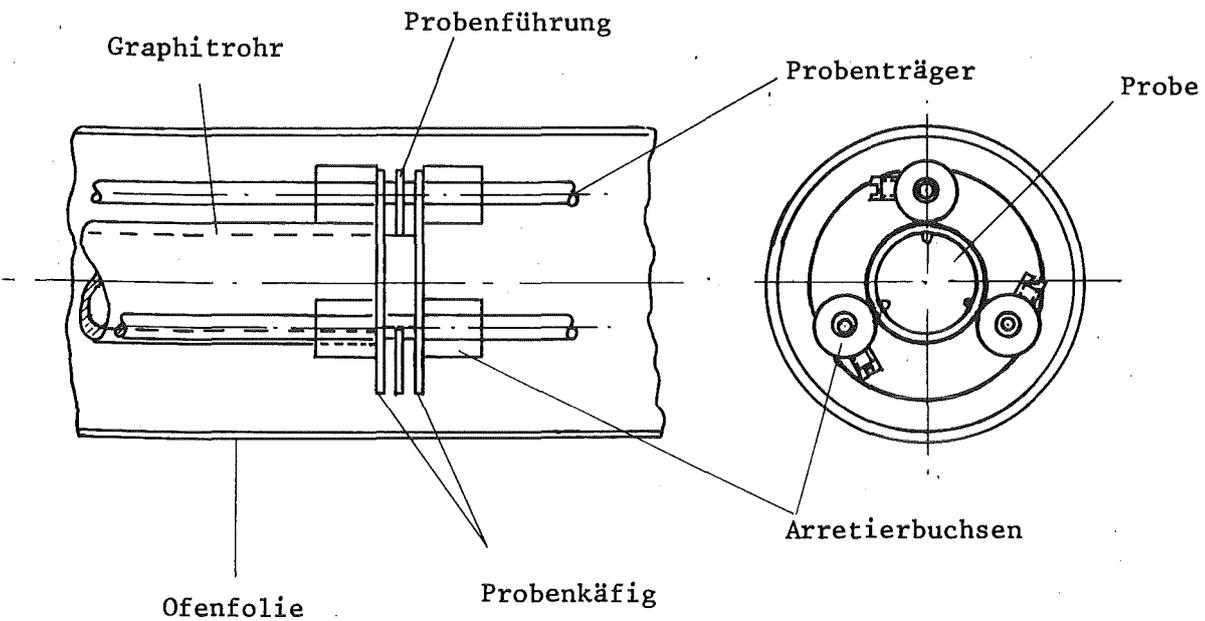


Abb. 7 Probenhalterung

3.3 Funktionsbeschreibung der Pyrometeranordnung

Die Funktion des Pyrometers ist mit dem Laserblitz über den Steuerleitungsadapter synchronisiert. Wird die Meßbereitschaft von der Rechnersteuerung der Laser Flash Apparatur angezeigt, so werden von der Pyrometersteuerung gleichzeitig beide Kameraverschlüsse ausgelöst (Abb. 8).

Verschluß 1 öffnet für ca. 2ms den Strahlengang für den Laser zur Probe und löst gleichzeitig mit seinem X-Kontakt den Laser aus. Verschluß 2 unterbricht für dieselbe Zeit den Strahlengang von der Probe zum Pyrometer. Durch das Zusammenwirken der beiden Verschlüsse ist gewährleistet, daß das Pyrometer unmittelbar nach der Einwirkung des Lasers dem Temperaturverlauf der Probe ohne den Einfluß der abklingenden Störstrahlung aus dem Laser folgen kann. Durch das Wechselsignal der beiden Kameraverschlüsse könnte man theoretisch auf das Graphitrohr (Kap. 3.2.1, Abb. 4, 7) zur Abschirmung gegen Streulicht verzichten. Es hat sich jedoch im Versuch gezeigt, daß ohne diese Abschirmung Streulicht von der Laserseite der Probe ins Pyrometer gelangt. Darüber hinaus leiten die empfindlichen Lamellen des Kameraverschlusses am Pyrometer unter dem direkten Laserbeschuß einer nicht optimal justierten Probe.

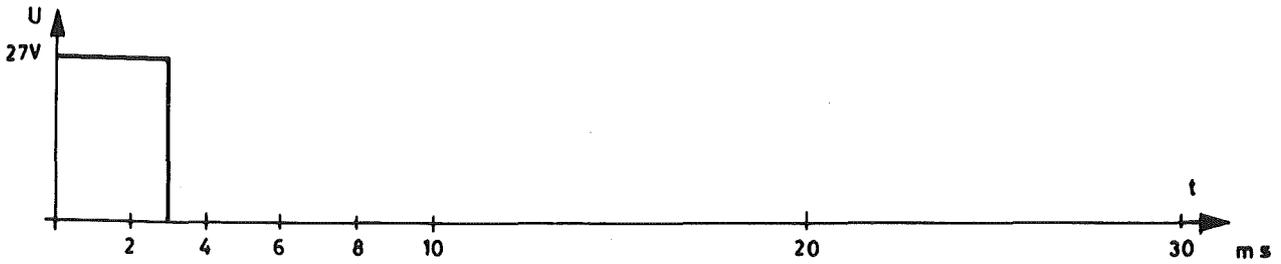
3.3.1 Schaltungsbeschreibung

Die Gesamtschaltung des Pyrometers gliedert sich in

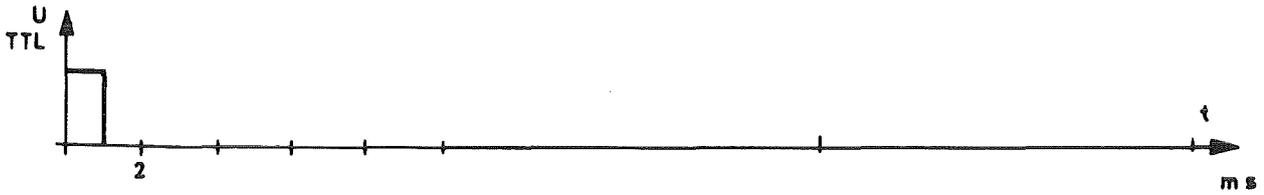
- a) Ablaufsteuerung
- b) Analogteil (Vorverstärker u. Haupt- bzw. Filterverstärker)
- c) Detektorumschaltung
- d) Verschlußauslöseschaltung
- e) Steuerleitungsadapter

a) Ablaufsteuerung Abb. 9

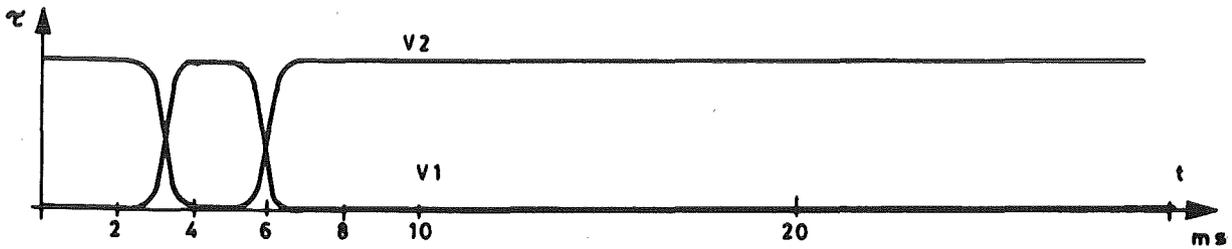
Das Bereitschaftssignal des Rechners erfolgt nach der Aufladung des Laserkondensators über den Steuerleitungsadapter an die Ablaufsteuerung. Über ein Monoflop werden beide Kameraverschlüsse ausgelöst.



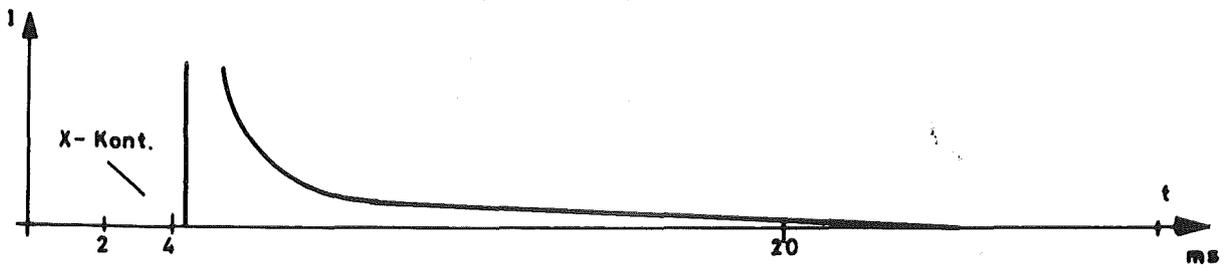
a) Rechmersignal auf der Steuerleitung



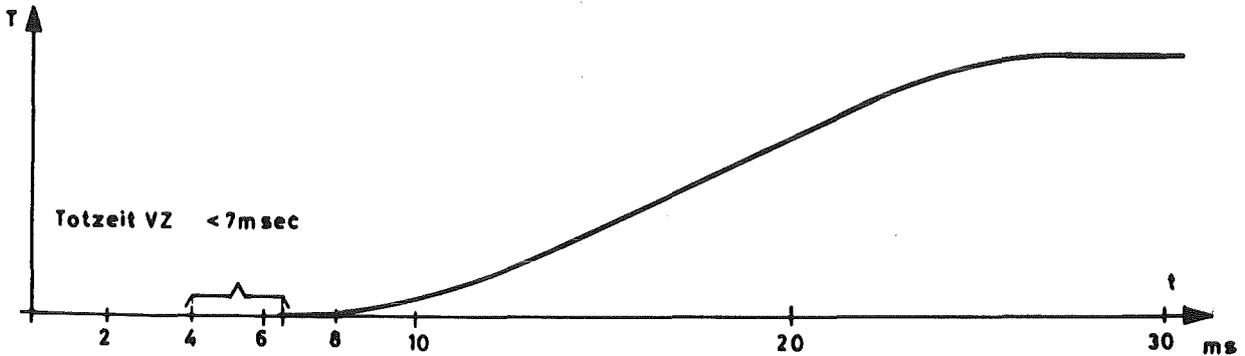
b) Steuersignal für die Kameraverschlüsse



c) Durchlaßkurven der Kameraverschlüsse

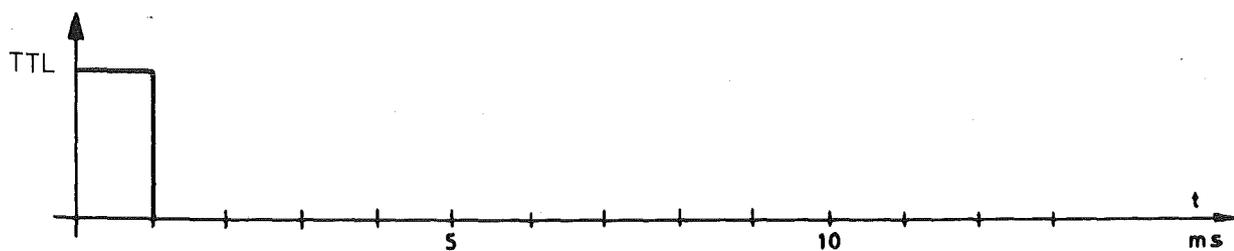


d) Zeitlicher Verlauf der Laserenergie

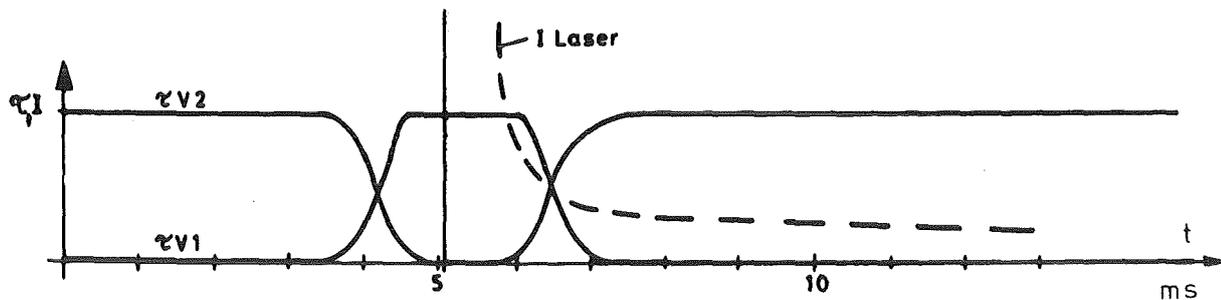


e) Temperatursignal der Probenoberfläche

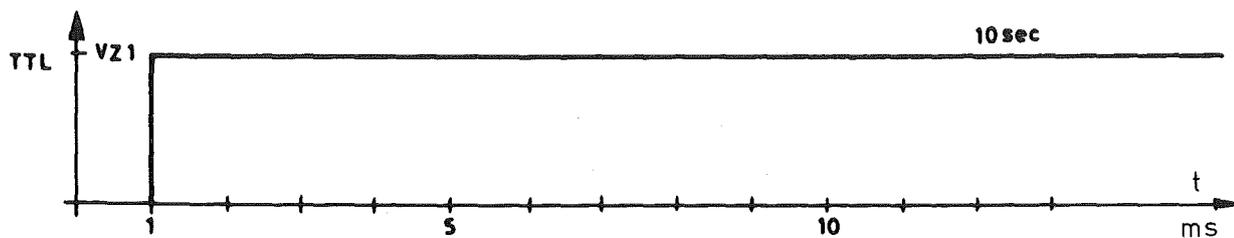
Abb. 8 Steuerungsablauf



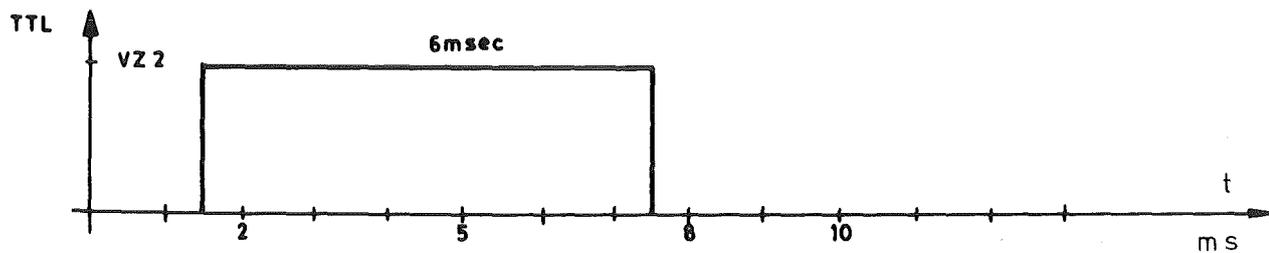
a) Auslösesignal für die Kameraverschlüsse



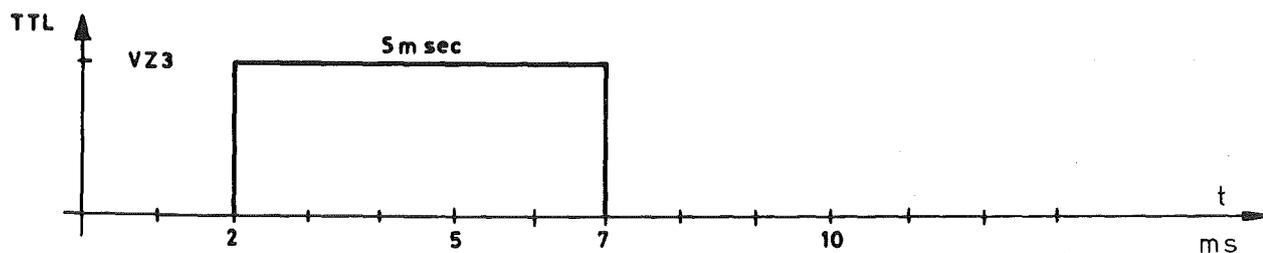
b) Überlagerung der Transmissionskurven der Verschlüsse mit dem Laserblitz (800 μ sec)



c) Totzeit der Nullpunktregelungen von VV und HV



d) Neutralisationszeit des Hauptverstärkers (HV)



e) Neutralisationszeit des Vorverstärkers

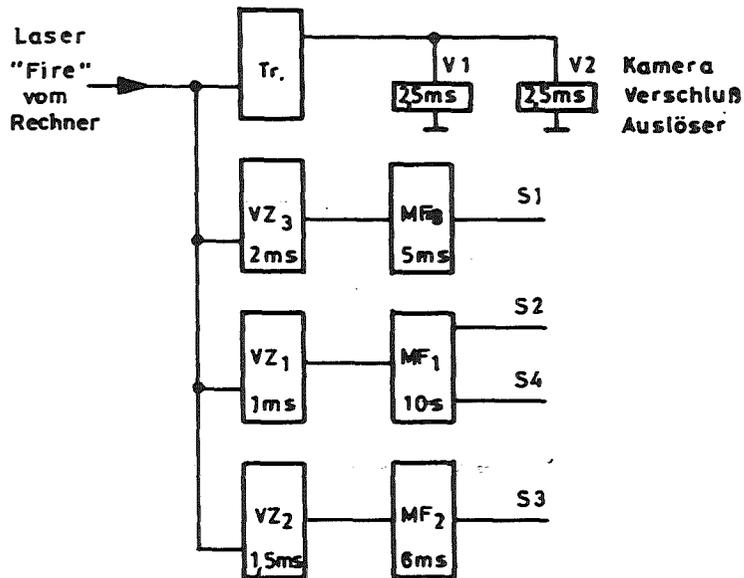
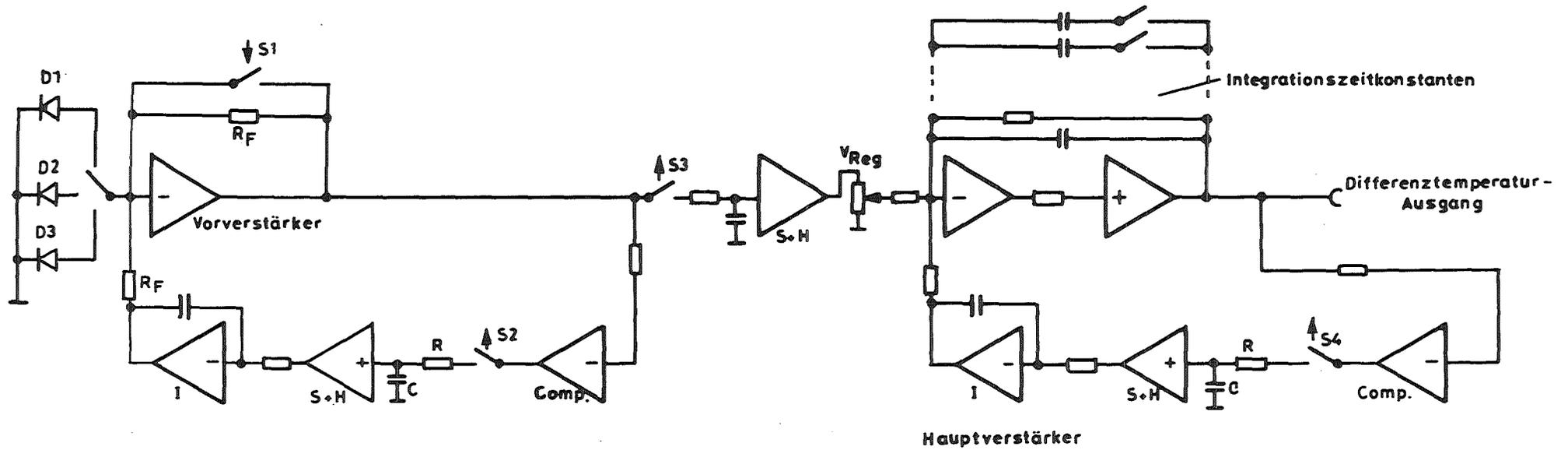
Abb. 9 Signalplan der Ablaufsteuerung

(Die Ansprechverzögerung der Magnetauslöser beträgt ca. 2,5 ms). Gleichzeitig werden drei Verzögerungsmonoflops Vz1, Vz2 und Vz3 gestartet. Mit der negativen Flanke von Vz1 (1ms) wird ein 10s Monoflop gestartet, welches die Regelschaltungen von Vor- und Hauptverstärker auf dem augenblicklichen Zustand festhält. Mit der negativen Flanke von Vz2 (1,5ms) wird mittels Monoflop der Hauptverstärker (HV) vom Vorverstärker (VV) für ca. 6ms getrennt und mit der negativen Flanke von Vz3 (2ms) wird mit einem weiteren Monoflop die Gegenkopplung des VV für ca. 5ms kurzgeschlossen. Nach der Rücknahme der Neutralisation des HV beginnt die eigentliche Messung. Dies ist etwa 3ms nach dem Beginn der Lasereinwirkung.

b) Analogteil Abb. 10

Das Stromsignal des angewählten Detektors wird im Vorverstärker (VV) in ein Spannungssignal umgewandelt. Die Regelschaltung im Rückkopplungszweig führt dem VV-Eingang einen Strom zu, welcher dem Detektorstrom entspricht, um den VV-Ausgang auf Null Volt zu halten. Im Hauptverstärker (HV) können die Verstärkung und die Integrationszeitkonstante eingestellt werden. Ein Rückkopplungszweig, ähnlich dem im Vorverstärker, hält den Ausgang ebenfalls auf Null Volt. Die Regelschaltung besteht aus einem Komparator, welcher die Abweichung des Ausgangs vom Potential der Analogmasse detektiert. Seine Ausgangsspannung liegt über ein "Lineares Gate" (LG) an einem R-C-Integrationsglied, dessen Kondensator am nichtinvertierenden Eingang eines "Fet-Op.Amp." angeschlossen ist.

Ist das "Lineare Gate" (LG) geschlossen, so wird durch das R-C-Glied ein Mittelwert der Abweichungen des Ausganges eingestellt. Die Spannung am Kondensator ist ein Maß für die mittlere Drift des Ausganges ohne Regelung. Sie verursacht den Stromfluß in den nachfolgenden Integrator, welcher zur Kompensation der ermittelten Drift des Ausganges am Eingang notwendig ist. Wird das "Lineare Gate" (LG) geöffnet, so wird der momentane Spannungswert des Kondensators beibehalten. Die Kompensationsspannung am Eingang wächst nun linear im vorher bestimmten Maß, bis das LG wieder geschlossen wird. Im geöffneten Zustand der LGs der beiden Rückkopplungszweige wird das Temperaturdifferenzsignal der Probe nach dem Laserbeschuß gemessen. Die Steuerung der vier LGs nach dem Signalplan der Abb. 9 geschieht, um Störungen des Meßsignals durch Einschwingvorgänge zu vermeiden.



- D1: : Si - Detektor
- D2 : Ge - Detektor
- D3 : In Sb - Detektor
- Tr : Treiber
- VZ : Verzögerungsglied
- MF : Monoflop
- I : Integrator
- S+H : Speicherglied
- Comp.: Komparator
- VReg : Regelung der Verstärkung

Abb. 10 Blockschaltbild Differenztemperaturpyrometer

c) Detektorumschaltung

Die elektrische Umschaltung der Detektoren geschieht parallel mit der mechanischen Umschaltung der Detektoren durch Schalter am Umschalthebel, welche mit zwei Reed Relais verknüpft sind. Um lange Erholzeiten zu vermeiden, wird während des Umschaltens der VV kurzgeschlossen.

d) Verschlußauslösung

Eigens für die synchrone Verschlußauslösung wurde ein Magnetschalter mit einer Auslöseverzögerung von 2,5 ms ($\pm 5\%$) entwickelt. Zur Auslösung wird ein 60 Volt 2000 μ F Kondensator über einen Thyristor entladen.

e) Steuerungsadapter

Im Steuerungsadapter wird die "Laser fire" Leitung unterbrochen. Der Rech-nerausgang geht über einen Vorwiderstand auf einen Optokoppler, dessen Ausgang die Ablaufsteuerung auslöst. Der X- Kontakt des Kameraverschlusses 1 betätigt ein Reedrelais (V_z 200 μ s), welches den Laser auslöst.

3.3.2 Mechanische Ausführung

Der prinzipielle Aufbau der Pyrometeroptik ist in Bild 11 zu erkennen. Das Bild der Probe läßt sich durch Spiegel auf einem Rolltisch an vier verschiedenen Orten abbilden. Die drei Detektoren werden durch Verschieben des Rolltisches ausgewählt - für die Abbildung auf der Suchermattscheibe muß in Mittelstellung ein Spiegel hochgeklappt werden (45°). Zur besseren Veranschaulichung der Ausführung sind die beiden Ansichten des Gerätes Abb. 12,13 beigelegt. Die Scharfeinstellung geschieht durch Verschieben der Sammellinse im Objektivrohr. Die beiden Kameraverschlüsse müssen vor jedem Versuch von Hand gespannt werden. Eine Fehlauflösung des Lasers durch elektrische Störimpulse ist nur bei gespanntem Kameraverschluß (am Laser) möglich.

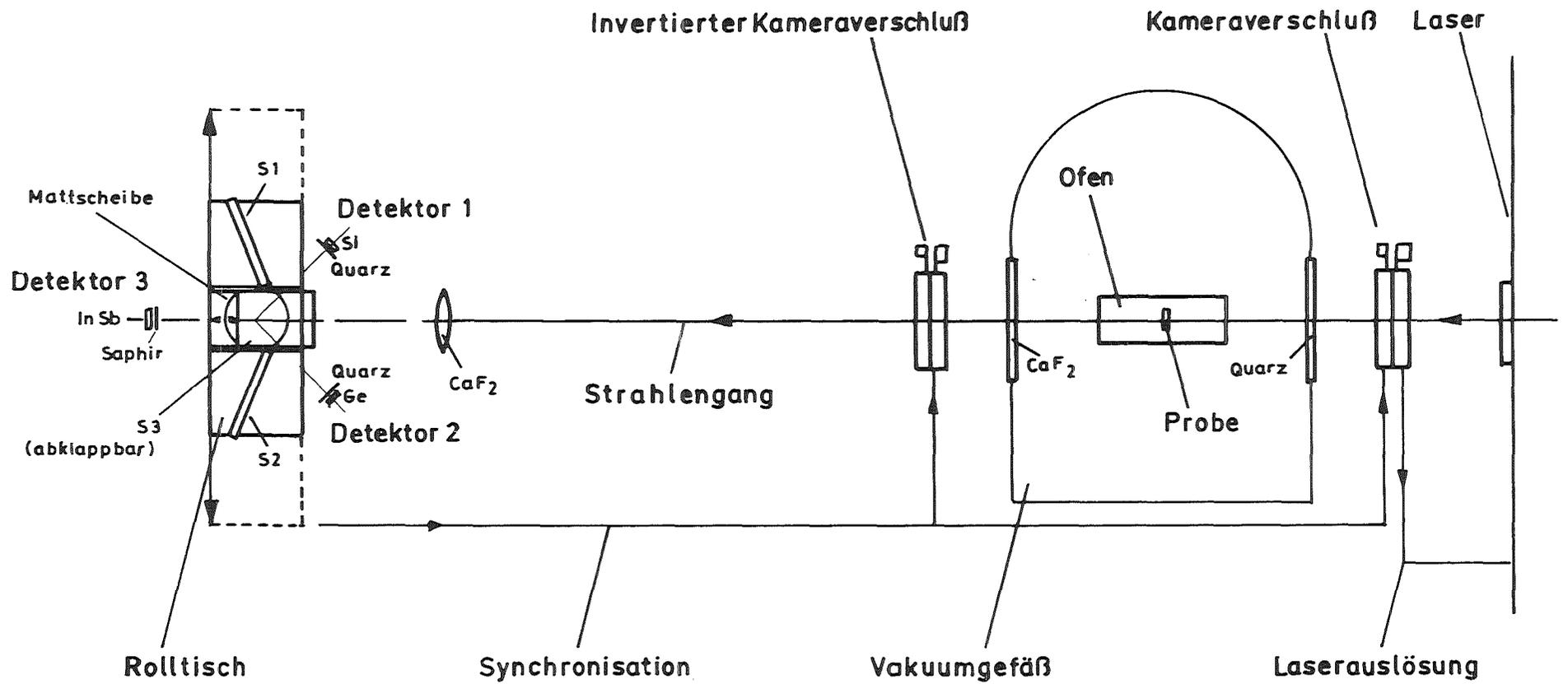


Abb. 11 Schematische Darstellung der optomechanischen Anordnung

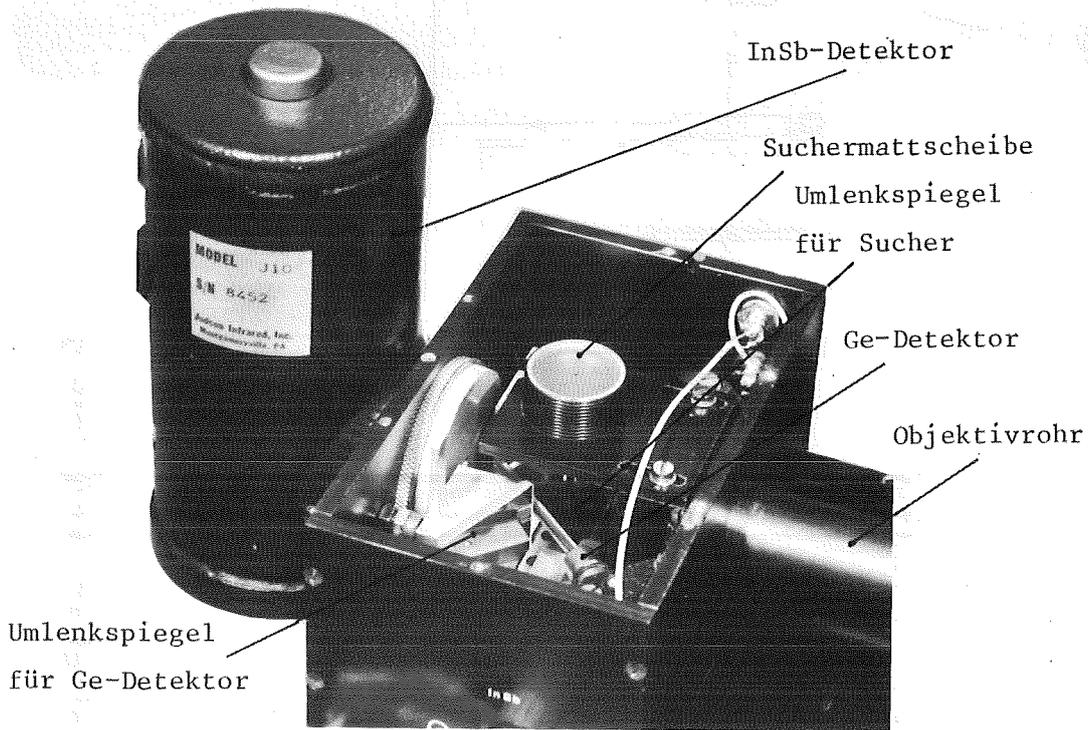


Abb. 12 Pyrometeransicht mit geöffnetem Deckel

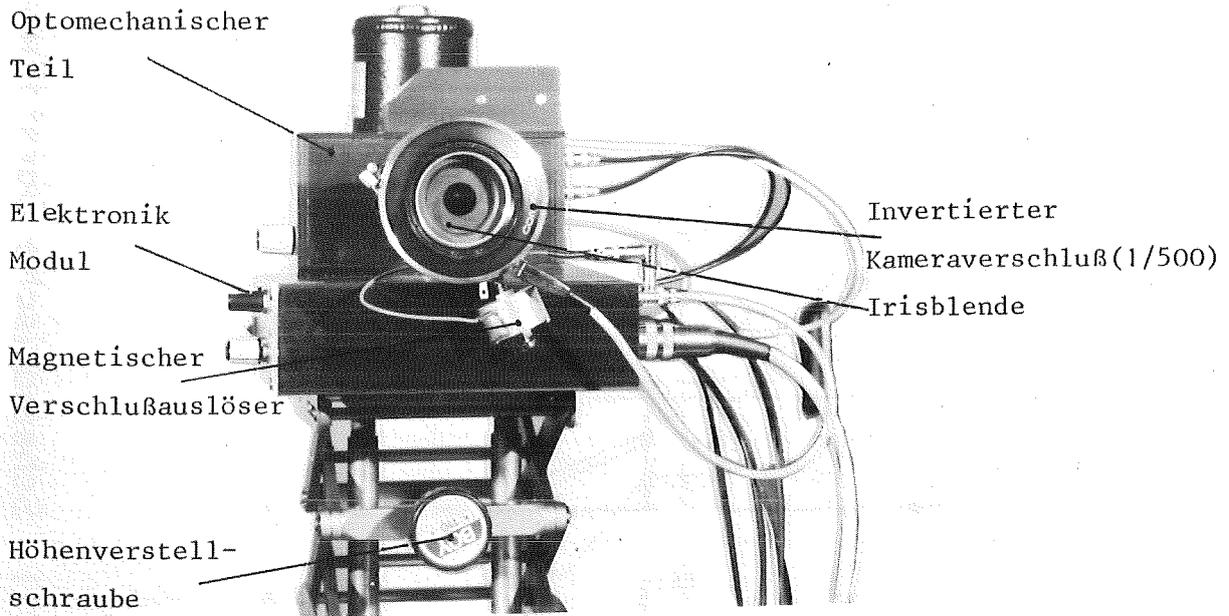


Abb. 13 Pyrometergesamtansicht

4. Technische Daten; Meßergebnisse

Meßbereich: von 293 K \rightarrow 3000 K mit drei verschiedenen Detektoren

Strahlungsempfänger: InSb (2mm^2), Ge (1mm^2), Si (1mm^2)

Aufteilung des Meßbereiches (Abb. 3)

Detektor	Fenstermaterial	IR-Grenze	Temperaturbereich
InSb (77 K)	Saphir	5,5 μm	273 K \rightarrow 850 K
Ge	Quarz	1,8 μm	770 K \rightarrow 1650 K
Si	Quarz	1,1 μm	1250 K \rightarrow 2450 K
Si	Schott BG39	0,7 μm	2240 K \rightarrow 3000 K

Temperaturauflösung: 0,1 K \rightarrow 0,5 K über den gesamten Bereich

Optik: CaF₂ Sammellinse f=100mm

Scharfseinstellung: Durch Verschieben der Linse mit einem Magnetring über dem Objektivrohr

Kameraverschlüsse: Compur 1 1/500 normal und invertiert /4/

Vorverstärker: Typ 700 Fa. Judson Infrared INC USA passend zum InSb-Detektor J10 derselben Fa.

Integrationszeitkonstanten: umschaltbar von $\tau = 1\text{ms}$ \rightarrow 100ms
in 5 Stufen

Verstärkung im VV: Ausgangsspannung $U_A = i_D \cdot 100\text{ k}\Omega$

$i_D \cong$ Detektorstrom

im HV: $V \cong 400$ grob und stufenweise einstellbar

Ausgänge: Triggersignal für einen Speicheroszillographen
Temperaturproportionaler Ausgang (mit Hintergrundstrahlungsoffset)
Differenztemperatúrausgang (10s ohne Offsetkorrektur freilaufend nach dem Auslösen des Lasers)
Ausgang für die Auslösung des Laserseitigen Kameraverschlusses

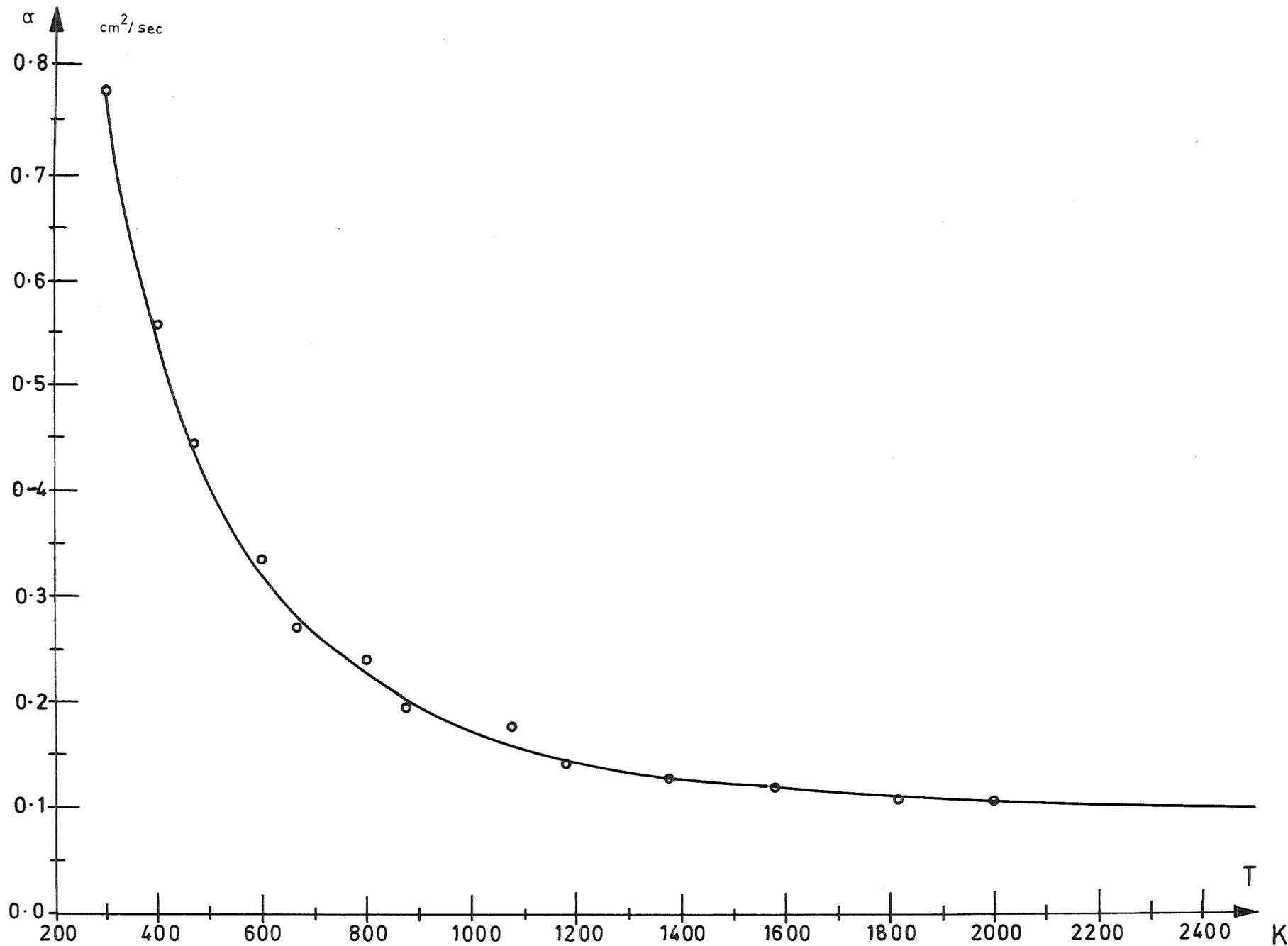


Abb. 14 Thermische Leitfähigkeit von POCO-Graphit in Abhängigkeit von der Temperatur

Die Meßkurve in Abb. 14 gibt die mit dem Differenztemperaturpyrometer in der Laserflashapparatur ermittelten Werte für die Wärmeleitfähigkeit von POCO-Graphit wieder /7/

5. Schlußbemerkung

Durch die beschriebene Anordnung ist es gelungen, den relativen Temperaturverlauf einer Materialoberfläche in einer "Laser Flash" Apparatur mit minimaler Totzeit und optimaler Temporaturauflösung in einem Zeitraum von weniger als zehn Sekunden zu erfassen.

Für allgemeine Anwendungen und kontinuierliche Temperaturmessungen wäre ein Strahlungschopper nahe am Meßobjekt erforderlich. Dieser müßte für den Gebrauch zusammen mit dem InSb-Detektor gekühlt werden. Für die berührungslose Messung der absoluten Temperatur ist der Einsatz von Farbpyrometern angezeigt /8/.

Literaturverzeichnis

- /1/ Deutsche Normen DIN 5496 1971
DK 535.23 Thermal radiation
- /2/ Keyes, R.J.
Optical and infrared detectors.
Topics in Applied Physics. Vol 19 S. 43 - 46
Berlin (usw.): Springer 1980
- /3/ Ultrakust-Gerätebau GmbH Ruhmannsfelden
Rechenstab für Temperaturstrahlung
Bedienungsanleitung
- /4/ Prontor Werk Wildbad/Schw.
Zentralverschlüsse in Wissenschaft und Technik Nr. 145
- /5/ Taylor R.E.
Heat-pulse thermal Diffusivity measurements
High Temperatures - High Pressures, Vol. 11 (1978)
S. 43 - 58
- /6/ Osram GmbH Berlin, München
Licht für Kinoprojektion Technik und Wissenschaft
Teil 1 S27 Ausgabe 1978/869/1
- /7/ R.E. Taylor, H. Groot
Thermophysical properties of POCO Graphit.
High Temperatures-High Pressures. Vol 12 (1980)
S. 147-160
- /8/ W. Rapp
Quotientenpyrometer für Temperaturen ab 500°C
KfK-Bericht Nr. 3371 (1982)