



Messtechnik im Wandel der Zeit



**Fachorgan für Wirtschaft und Wissenschaft
Amts- und Mitteilungsblatt der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt
Braunschweig und Berlin**

122. Jahrgang, Heft 3, September 2012

Inhalt

Messtechnik im Wandel der Zeit

- *Martin Kahmann*: Der Siegeszug der elektrischen Energiemesstechnik 3
 - *Wolfgang Richter*: Messtechnik gestern und heute: Chemie 15
 - *Egbert Buhr, Fritz Riehle, Irena Sokólska, Werner Mirandé*: Optische Bildgebung in der PTR und der PTB 29
 - *Frank Löffler, Frank Melchert*: 125 Jahre Wissenschaftlicher Gerätebau 45
 - *Johannes Abele*: Wachhund des Atomzeitalters – Geigerzähler in der Geschichte des Strahlenschutzes 55
 - *Thomas Schurig*: Tiefe Temperaturen und Supraleitungssensorik 67
 - *Lutz Trahms*: EKG und EEG einst und jetzt – ein Rückblick aus messtechnischer Sicht“ 79
 - *Jörg Hollandt*: 125 Jahre Forschung an und mit dem schwarzen Körper 87
-

Technologieangebote

- Verbesserte Topografiemessung großer Flächen 93
 - Ultra-rauscharmer Vorverstärker 94
 - Taktile Mikrotaster 95
-

Amtliche Bekanntmachungen

(eigenes Inhaltsverzeichnis) 97

Titelbild

Blick in die Gerätebauwerkstatt der PTB im Jahr 1956.

Impressum

Die PTB-Mitteilungen sind metrologisches Fachjournal und amtliches Mitteilungsblatt der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt, Braunschweig und Berlin. Als Fachjournal veröffentlichen die PTB-Mitteilungen wissenschaftliche Fachaufsätze zu metrologischen Themen aus den Arbeitsgebieten der PTB. Als amtliches Mitteilungsblatt steht die Zeitschrift in einer langen Tradition, die bis zu den Anfängen der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt (gegründet 1887) zurückreicht. Die PTB-Mitteilungen veröffentlichen in ihrer Rubrik „Amtliche Bekanntmachungen“ unter anderem die aktuellen Geräte-Prüfungen und -Zulassungen aus den Gebieten des Eich-, Prüfstellen- und Gesundheitswesens, des Strahlenschutzes und der Sicherheitstechnik.

Verlag

Wirtschaftsverlag NW
Verlag für neue Wissenschaft GmbH
Bürgermeister-Smidt-Str. 74–76,
27568 Bremerhaven
Postfach 10 11 10, 27511 Bremerhaven
Internet: www.nw-verlag.de
E-Mail: info@nw-verlag.de

Herausgeber

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB),
Braunschweig und Berlin
Postanschrift:
Postfach 33 45, 38023 Braunschweig
Lieferanschrift:
Bundesallee 100, 38116 Braunschweig

Redaktion/Layout

Presse- und Öffentlichkeitsarbeit, PTB
Dr. Dr. Jens Simon (verantwortlich)
Imke Frischmuth, Gisela Link
Telefon: (05 31) 592-82 02
Telefax: (05 31) 592-30 08
E-Mail: gisela.link@ptb.de

Leser- und Abonnement-Service

Karin Drewes
Telefon: (04 71) 9 45 44-61
Telefax: (04 71) 9 45 44-88
E-Mail: vertrieb@nw-verlag.de

Anzeigenservice

Karin Drewes
Telefon: (04 71) 9 45 44-21
Telefax: (04 71) 9 45 44-77
E-Mail: info@nw-verlag.de

Erscheinungsweise und Bezugspreise

Die PTB-Mitteilungen erscheinen viermal jährlich. Das Jahresabonnement kostet 55,00 Euro, das Einzelheft 16 Euro, jeweils zzgl. Versandkosten. Bezug über den Buchhandel oder den Verlag. Abbestellungen müssen spätestens drei Monate vor Ende eines Kalenderjahres schriftlich beim Verlag erfolgen.

© Wirtschaftsverlag NW, Verlag für neue Wissenschaft GmbH, Bremerhaven, 2012

Alle Rechte vorbehalten. Kein Teil dieser Zeitschrift darf ohne schriftliche Genehmigung des Verlages vervielfältigt oder verbreitet werden. Unter dieses Verbot fällt insbesondere die gewerbliche Vervielfältigung per Kopie, die Aufnahme in elektronische Datenbanken und die Vervielfältigung auf CD-ROM und in allen anderen elektronischen Datenträgern.



Der Siegeszug der elektrischen Energiemesstechnik

Martin Kahmann*

Gliederung

- 1 Der Anfang
- 2 Die Zähler kommen nach Deutschland
- 3 Die Ursprünge des gesetzlichen Elektrizitätsmesswesens
- 4 Die Eichpflicht kommt
- 5 Die Pioniere
- 6 Der Ferrariszähler
- 7 Der Einzug der Elektronik
- 8 Die elektronischen Haushaltszähler kommen
- 9 Fazit

„... Ich gestehe, dass mir der Entschluss zur Ausführung dieser Arbeit recht schwer geworden ist, da ich stets mehr Interesse für die Gegenwart und die Zukunft als für die Vergangenheit hatte...“; heißt es im Vorwort der Lebenserinnerungen von Werner von Siemens (1816–1892). Inzwischen haben Verlage das Werk allerdings in mehr als 17 Auflagen gedruckt und es gehört bis heute zu den wichtigsten Unternehmerbiographien der deutschen Wirtschaftsgeschichte. Der Autor hatte das Buch unterhaltsam geschrieben; dessen positive Rezeption sowohl bei Technikern wie bei Ökonomen verdankte und verdankt es jedoch besonders auch seiner inspirierenden Wirkung für die tägliche Entwicklungs- und Entscheidungspraxis [1]. Ein Fall, der Sinn und Zweck der Beschäftigung mit der Technikgeschichte untermauert. Eine Auseinandersetzung mit dem Werdegang der elektrischen Energiemesstechnik zeigt, dass auch hier die Rückschau lohnt.

1 Der Anfang

Wer den ersten Elektrizitätszähler der Welt hervorgebracht hat, darüber gehen die Meinungen auseinander. Einheitlich benennen die Geschichtsbücher jedoch Thomas Alva Edison (1847–1931) als Erfinder des Industrieproduktes „Energiemessgerät“. Dass ihm diese Ehre zusteht, lässt sich durch Patentschriften und zeitgenössische Fachliteratur zweifelsfrei belegen. Edisons

technische Karriere begann als Telegraphistenlehrling. Mit dieser Ausbildung entwickelte sich seine Begeisterung für den Einsatz von Elektrizität zur Übertragung und Verarbeitung von Informationen. Seine erste Patentanmeldung betraf eine elektrische Wahlmaschine (1868); es folgten diverse Telegrafiegeräte und 1869 die Gründung seiner ersten Firma [2]. Zu dieser Zeit sahen die Techniker und Wissenschaftler auf beiden Seiten des Atlantiks die Elektrizität zunächst noch hauptsächlich als nachrichtentechnisches Medium. Erst die Entdeckung des elektrodynamischen Motorprinzips und seine ingenieurmäßige Umsetzung in Erfindungen – insbesondere durch Werner v. Siemens – läutete das Zeitalter der elektrischen Energieversorgung ein. Elektrizitätserzeugung erfolgte jedoch zunächst dort, wo sie für Licht und Kraftanwendungen benötigt wurde. Das Konzept einer zentralen Erzeugung und Verteilung über Netzwerke zu den Verbrauchern wurde von Edison erstmals technisch umgesetzt. Er erkannte die mit großen und permanent laufenden Generatoren erzielbaren Wirkungsgradvorteile, und er erkannte vor allem den besonderen Vorteil der elektrischen Energie gegenüber dem Gas, nämlich, sie relativ einfach, sauber und ungefährlich über große Strecken transportieren zu können. Ideen zu haben, bereitet besonderes Vergnügen, wenn man damit auch Geld verdienen kann. Das hatte auch Edison schon früh gelernt. „Cover-It-All-Prinzip“ hieß deshalb das Credo seiner Patentierungsstrategie, mit der er sich geistiges Eigentum an allen nur vorstellbaren Elementen sichern ließ und somit anderen Unternehmen einen Zugang zum Markt außerordentlich erschwerte. Bei der elektrischen Energieversorgung kam Edison eine weitere, bis in heutige Zeit für Unternehmer wichtige Fähigkeit zugute: Er konnte in Systemen denken. Um das Jahr 1880 herum erfasste seine Patentierungstätigkeit die gesamte Wertschöpfungskette Erzeugung-Verteilung-Verbrauch, insbesondere im Hinblick auf die Versorgung der Menschen mit elektrischem Licht. Generatoren, Kabel, Sicherungen, Leitungen, Isolierungen, Motoren, natürlich

* Dr. Martin Kahmann,
Fachbereich
„Elektrische Energiemesstechnik“,
E-Mail:
martin.kahmann@
ptb.de

die bekannten Glühlampen und andere elektrische Betriebsmittel ließ er sich vom US Patent Office schützen. Zu den anderen Betriebsmitteln gehörte auch der Elektrizitätsmesser. Ein solches Gerät war unerlässlich, um die erzeugte und verteilte Elektrizität verursachungsgerecht gegenüber den an das Versorgungsnetz angeschlossenen Verbrauchern abrechnen zu können. Diese Erkenntnis musste allerdings nicht erst erfunden werden. Die konzeptionelle Vorgehensweise ließ sich bei den Gaszählern für die öffentliche Gasversorgung abschauen. Als Äquivalent zum Gasmesser entwickelte Edison mit seinen Technikern seinen Elektrizitätsmesser. Das Gerät arbeitete nach dem elektrolytischen Prinzip, wie ein Voltmeter. Der zu messende Strom wurde über ein Elektrodenpaar durch einen mit Zinksulfat gefüllten Kolben geleitet. Je nach Stärke des Stromes wurde viel oder wenig Material von einer Elektrode ab- und auf die andere Elektrode aufgetragen. Der Gewichtsunterschied zwischen den Elektroden bildete ein Maß für die über die Zeit integrierte Stromstärke [3]. Das Ablesen des Gerätes erfolgte indirekt. In ca. monatlichem Abstand wurden die Elektroden ausgebaut und zur Bestimmung der gelieferten Elektrizitätsmengen im Labor gewogen. Diese Kolbenanordnung wurde in dem Elektrizitätsmesser zum Zwecke des Betriebskomforts zweifach ausgeführt. Beide Kolben befanden sich in einer mit einer Glühlampe und einem Bimetall thermostatisierten Holzbox, um den Einfluss der Temperatur auf den elektrochemischen Messvorgang zu reduzieren. Über diese Apparatur berichteten bereits 1879 New Yorker Zeitungen. In großem Stile zum Einsatz kam sie erstmals in Verbindung mit der Inbetriebnahme des weltweit ersten kommerziellen, zentral versorgten Energienetzes rund um die Generatorstation der Edison Electric Light Company in der New Yorker Pearl Street 1882.

2 Die Zähler kommen nach Deutschland

In Deutschland begann das Zeitalter der elektrischen Energiemesstechnik mit der Gründung der Deutschen Edison Gesellschaft durch Emil Rathenau (1838–1915). Emil Rathenau, der Vater des späteren Reichsaußenministers Walter Rathenau, war zunächst Manager eines Maschinenbauunternehmens. Die Erlöse aus der Auflösung seiner ersten Maschinenfabrik 1873 hätten zusammen mit dem Vermögen seiner wohlhabenden Frau ein geruhames Leben als Privatier erlaubt. Das war jedoch seine Sache nicht. Nach Jahren der Suche nach neuen Geschäftsideen und Modellen brachte sein Besuch der Elektrotechnischen Ausstellung 1881 in Paris die entscheidende Wendung [4]. Dort gehörte Edison mit der Ausstellung seines zentralen Stromerzeugungs- und Verteilungssystems für Glühlampenlicht zu den großen Sensationen. Rathenau erkannte das kommerzielle Potenzial der Edisonschen Idee. Nach Aufbau des Kontaktes zu Edison erwarb Rathenau 1882 die Lizenzen für die Elektrizitätsverteilungstechnik von Edison zum Vertrieb im Deutschen Reich. Nach Akquisition von Risikokapitalgebern, zu denen übrigens auch die Firma Siemens & Halske gehörte, kam es 1883 zur Gründung der Deutschen Edison Gesellschaft „DEG“, die 1887 zur Allgemeinen Elektrizitätsgesellschaft AEG umfirmierte. Bereits 1884 war die DEG in der Lage, in Berlin das erste elektrische Versorgungsnetz mit Edison-Technik einschließlich der Zähler in Betrieb zu nehmen. Abgesehen von unseren heutigen Vorlieben für Anglizismen, mit denen wohl die „DEG“ als Start-Up und das Startkapital der Banken und von Siemens & Halske als Venture Capital zu bezeichnen wäre, zeigt sich im Fall der DEG, dass erfolgreiche Unternehmen vor 130 Jahren auch nicht anders in die Welt gekommen sind als heute.

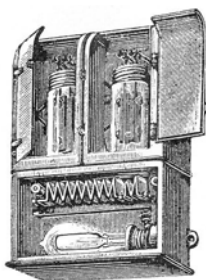


Bild 1:
T. A. Edison (1847–1931) und der von ihm erfundene erste Elektrizitätszähler der Welt (ca. 1880).

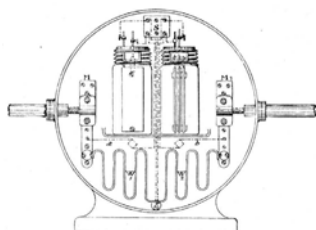


Bild 2:
Emil Rathenau (1838–1915), der Gründer der AEG und der von ihm in Edison-Lizenz produzierte Elektrizitätszähler (ca. 1885).

3 Die Ursprünge des gesetzlichen Elektrizitätsmesswesens

Über Anglizismen wurde gerade gesprochen. Hier ist ein weiterer: „New Economy“. In dem Sinne, wie dieser Begriff heute verstanden wird, hätte er sich im ausgehenden 19ten Jahrhundert auch auf die Elektroindustrie anwenden lassen. Das exponentielle wirtschaftliche Wachstum, das die elektrotechnische Industrie und die Elektrizitätsversorgungsunternehmen ab den 1880er Jahren erzielen konnten, wie auch konjunkturelle Rückschläge durch Überangebot und Börsenspekulation erinnern stark an Phänomene, wie wir sie vor ca. 10 Jahren im Zusammenhang mit der Dot-Com-Blase erleben konnten. Die zeitlichen Verläufe der Umsatzentwicklungen der beiden größten Elektrotechnikunternehmen des Deutschen Reiches, AEG und Siemens, zeigen das Platzen der Elektrotechnik-Blase zu Ende des 19ten Jahrhunderts [5].

Die Reichsregierung sah sich im Zusammenhang mit der rasant zunehmenden volkswirtschaftlichen Bedeutung der Elektrizitätsversorgung in den 1890er Jahren zunehmend veranlasst, durch gesetzgeberische Maßnahmen Vorgehensweisen zu regeln, nach denen Elektrizitätsmengen in einheitlicher und durch Anwendung naturwissenschaftlicher Methoden reproduzierbarer Weise von allen Wirtschaftsakteuren im geschäftlichen Verkehr zu bestimmen waren. Das Ergebnis der diesbezüglichen gesetzgeberischen Aktivitäten, das „Gesetz betreffend die elektrischen Maßeinheiten“ (G. e. M.), legten die kaiserlichen Beamten im Jahre 1898 Wilhelm II zur Unterschrift vor [6]. Das Gesetz verfolgte das Ziel, im Deutschen Reich eine verlässliche Messinfrastruktur für die elektrische Energie zu errichten, wie sie für die mechanischen Größen, also Maße und Gewichte, bereits seit langer Zeit im Rahmen eines staatlich organisierten Eichwesens bestanden. Das G. e. M. legt in seinen ersten Paragraphen das Ohm, das Ampere und das Volt als gesetzliche Einheiten für elektrische Messungen fest. Dem Vorschlag des Verbandes Deutscher Elektrotechniker, als Einheit für die elektrische Leistung auch das Watt in das Gesetz mit aufzunehmen, folgte der Gesetzgeber nicht – unterstützt durch den damaligen Präsidenten der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt, F. Kohlrausch (1840–1910). Kohlrausch vertrat die Auffassung, in ein Gesetz gehörten keine mathematischen Formeln [7]. Deren Angabe wäre aber erforderlich gewesen, hätte man das Watt gesetzlich definieren wollen. Für die Festlegung der Einheiten für die elektrische Energie wie auch für die Kapazität und die Induktivität ermächtigte das Gesetz im § 5 stattdessen den Bundesrath (das hieß erst nach der Rechtschreibreform 1903 fort), eine Verordnung zu erlassen. Die Bestimmungen zur Ausführung des G. e. M., die 1901 im Reich-

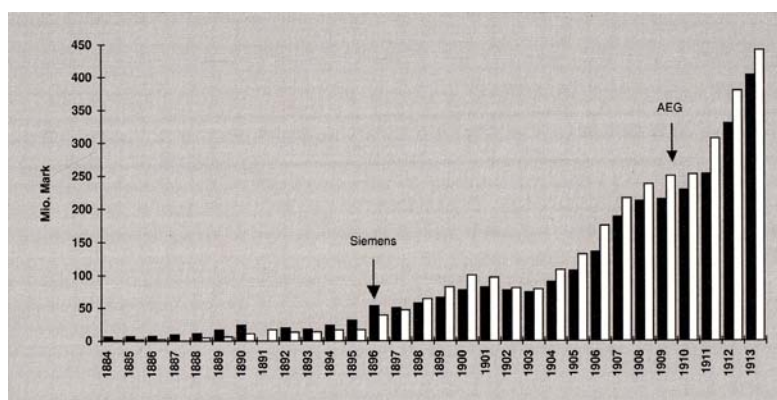


Bild 3: Umsatzentwicklungen der beiden größten Elektrotechnikunternehmen des Deutschen Reiches, AEG und Siemens, s. [5]

gesetzblatt veröffentlicht wurden [8], legten dann das Watt als Einheit für die elektrische Leistung und die Wattstunde als Einheit für die elektrische Arbeit fest. Die Verordnung definiert im Übrigen die Einheiten Coulomb und Ampere-Stunden für eine heute für das gesetzliche Messwesen nicht mehr relevante Größe, nämlich die „Elektrizitätsmenge“. Die Einführung der Elektrizitätsmenge ist durch die seinerzeit noch starke Verbreitung von Elektrizitätszähler-Bauformen zu erklären, die in den Gleichstromnetzen tatsächlich keine elektrische Arbeit registrierten, sondern nur die Stromstärke über die Zeit integrierten.

Grundsätzlich war es richtig und wichtig, sich um die Jahrhundertwende nach rund 20 Jahren Stromverkauf endlich auf einheitliche Einheiten festzulegen. Die bis dahin bestehende Vielfalt war dem Entstehen funktionierender Märkte abträglich. So rechnete Edison in der ersten Zeit die Kunden der Edison Electric Light Company über Kubikfuß Gas ab, weil die elektrische Energieversorgung zunächst hauptsächlich dem Betrieb des Lichtes galt, und die Menschen die Möglichkeit bekommen sollten, ihre Kosten für Gas mit denen für elektrisches Licht zu vergleichen. Später verwendeten sowohl Edison als auch Rathenau die Einheit Lampenbrenn-Stunden oder Carcel-Stunden [9]. Auch hier war die Zielsetzung, für die Menschen einen nachvollziehbaren Zusammenhang zwischen ihrem Elektrizitätsverbrauch und ihnen bekannten Auswirkungen der Elektrizität zu schaffen. Andere Einheiten, die im 19. Jahrhundert für die elektrische Leistung verwendet wurden, waren die Pferdekraft (entsprechend der von James Watt vorgeschlagenen Einheit „Horse-Power“), sowie das „Neupferd“ und das „Großpferd“. Die elektrische Arbeit wurde bei manchen Versorgungsunternehmen folgerichtig auch in „Pferdekraftstunden“ abgerechnet.

Auf die vollständigen Regelungen des G. e. M. soll hier bis auf zwei wichtige Kernpunkte nicht im Einzelnen eingegangen werden. Der eine sind die Regelungen zur amtlichen Prüfpflicht von Messgeräten. Die andere Ausnahme betrifft die mit dem G. e. M. geradezu visionär umgesetzte Idee, Aufgaben der Eichung von Elektrizitätsmessgeräten privaten Stellen zu übertragen. Wenngleich der Gesetzgeber der Auffassung war, dass eine amtliche Prüfpflicht für die Elektrizitätsmessgeräte volkswirtschaftlich sinnvoll ist, schrieb er jedoch eine solche mit dem G. e. M. von 1898 noch nicht fest. Vielmehr wurde in seinem §6 eine aus heutiger Sicht sehr moderne Regelung getroffen. Wegen seiner Wichtigkeit soll der gesamte Paragraph an dieser Stelle zitiert werden:

„Bei der gewerbsmäßigen Abgabe elektrischer Arbeit dürfen Messwerkzeuge, sofern sie nach den Lieferungsbedingungen zur Bestimmung der Vergütung dienen sollen, nur verwendet werden, wenn ihre Angaben auf den gesetzlichen Einheiten beruhen. Der Gebrauch unrichtiger Messgeräte ist verboten. Der Bundesrat hat nach Anhörung der PTR die äußersten Grenzen der zu duldbenden Abweichungen von der Richtigkeit festzusetzen. Der Bundesrat ist ermächtigt, Vorschriften darüber zu erlassen, in wieweit die in Abs. 1 bezeichneten Messwerkzeuge amtlich beglaubigt oder einer wiederkehrenden amtlichen Überwachung unterworfen sein sollen.“ §6, G. e. M.

Statt einer Prüf- und Beglaubigungspflicht, heute würden wir Eichpflicht sagen, gab es nur das Verbot der Verwendung unrichtiger Messgeräte. Die Technik zur Einhaltung dieses Verbots wurde in die Eigenverantwortung der Wirtschaft gestellt. Die Geräte im Sinne des G. e. M. amtlich prüfen und beglaubigen zu lassen, war nur eine Option. Begründet wurde der Verzicht auf die Pflicht offiziell mit der aus Sicht der PTR noch fehlenden technischen Zuverlässigkeit und Einheitlichkeit der verschiedenen eingesetzten Zählerkonstruktionen. Vor diesem Hintergrund erschienen der PTR individuelle und spontane Maßnahmen zur Gewährleistung der Messrichtigkeit statt institutionalisierter Verfahren sinnvoller. Die strenge Eichpflicht sollte demgegenüber über eine Verordnung eingeführt werden, sobald eine ausgereifere Messtechnik dies umsetzbar machen würde. Die elektrotechnische Industrie und ihre Lobbyisten im Reichstag waren allerdings über den Wegfall des befürchteten, dann im Gesetzestext aber doch nicht festgeschriebenen Prüf- und Beglaubigungszwanges, durchaus nicht betrübt [10]. Tatsächlich erweist sich das G. e. M. in der Rückschau als eine erfolgreiche ordnungspolitische Maßnahme. Es wurde ein regulatorisches Grundlagenwerk für den metrologischen Verbraucherschutz im Bereich der Elektrizitätswirtschaft geschaffen, sowie Leitplan-

ken für die unternehmerische Planung der Versorgungsunternehmen und der Messgeräteindustrie. Gleichzeitig vermied der Reichsgesetzgeber durch Überregulierung die Innovationsdynamik der Elektrizitätswirtschaft nachteilig zu bremsen. Zu Anfang des 20. Jahrhunderts waren es immerhin rund 20 Firmen in Deutschland, die Elektrizitätszähler entwickelten und verkauften. Das Deutsche Reich zählte damit auf diesem Gebiet zu den Technologieführern in Europa. Bis der zweite Regulierungsschritt – die mit §6 vorgesehene Einführung der Eichpflicht durch eine Verordnung – erfolgte, sollten dann tatsächlich noch rund 60 Jahre vergehen. Wie kam es dazu? Gesetz- und Verordnungsgebung erstreckte sich früher wie heute in komplizierten Fällen über Jahre, vor allem wenn außerplanmäßige politische Ereignisse Regierungen zur Neuordnung ihrer Prioritäten bewegten. So gab es zwar in den Jahren vor dem Ersten wie auch vor dem Zweiten Weltkrieg Versuche, durch Überarbeitung und Modernisierung des Messrechtes die Eichpflicht einzuführen. Es waren dann aber jeweils die Kriegsvorbereitungen, die Kriege selbst und die Kriegsfolgen, einschließlich der Weltwirtschaftskrise zwischen dem ersten und dem zweiten Weltkrieg, die die Einführung der Eichpflicht verzögerten.



Auf Grund des § 6 Abs. 2 und § 9 Satz 2 des Gesetzes betreffend die elektrischen Maßeinheiten vom 1. Juni 1898 (Reichsgesetzbl. S. 905) in Verbindung mit Artikel 129 Abs. 1 des Grundgesetzes für die Bundesrepublik Deutschland wird mit Zustimmung des Bundesrates verordnet:

§ 1

Meßgeräte dürfen bei der gewerbsmäßigen Abgabe elektrischer Arbeit, sofern sie nach den Lieferungsbedingungen zur Bestimmung der Vergütung dienen sollen, nur verwendet werden, wenn sie amtlich beglaubigt sind; dies gilt nicht für geeichte Meßgeräte. Die amtliche Beglaubigung wird von den auf Grund des § 9 des Gesetzes betreffend die elektrischen Maßeinheiten zugelassenen Prüfstellen durchgeführt. Sie besteht in der Prüfung und Stempelung des Meßgerätes. Zur amtlichen Beglaubigung zugelassen sind nur die Meßgeräte, die auch zur Eichung zugelassen sind.

Bild 4: Ludwig Erhard und die während seiner Amtszeit als Wirtschaftsminister erarbeitete Verordnung zur Einführung der Eichpflicht

4 Die Eichpflicht kommt

Tatsächlich gibt es die Eichpflicht für Elektrizitätsmessgeräte in der Bundesrepublik Deutschland erst seit dem Jahre 1959. Dass man sich nun endlich zu der Einführung entschloss, hat mit dem damaligen konjunkturellen Aufschwung zu tun. Es war Ludwig Erhard, unter dessen Verantwortung die entscheidenden Regelungen Rechtskraft erhielten [11]. In der Deutschen Demokratischen Republik sah die Sache anders aus. Ordnungspolitische Maßnahmen gegen Marktversagen waren aus der Theorie des Sozialismus heraus nicht relevant. Die Existenz privaten Gewinnstrebens, das es durch Wirtschaftsrecht zu bändigen gegolten hätte, wurde verneint. In der anfänglichen Euphorie des neuen gesellschaftlichen Experimentes Sozialismus nahm man zunächst an, dass Elektrizitätsmess-technik für Abrechnungszwecke überhaupt nicht benötigt würde, weil der sozialistische Mensch aus Verantwortung für die Gesellschaft mit der Elektrizität so sparsam wie möglich umgehen würde [12]. Energieverschwendung war jedoch entgegen den theoretischen Annahmen die Folge des Verzichtes auf Elektrizitätsmessungen. Der Nutzen einer Technik, mit der Kosten verursachungsgerecht zugewiesen werden konnten, wurde so auch für den Sozialismus bald erkannt. Anders als im Westen waren in der DDR aber unmittelbar staatliche Organe auch für die operative Bereitstellung richtig anzeigender Messgeräte zuständig, namentlich das Deutsche Amt für Maß und Gewicht (DAMG) und seine Nachfolgeorganisationen, die in Zusammenarbeit mit wenigen ausgewählten Energieversorgungsbetrieben in diesem Bereich tätig wurden. Wegen der besonderen Rolle, die der Staat im Sozialismus spielt, lassen sich die ordnungspolitischen Konzepte des Eichwesens der DDR mit denen der Bundesrepublik allerdings nur schwer vergleichen.

Nachdem vorausgehend ausführlich auf das Thema Eichpflicht im Zusammenhang mit dem Gesetz betreffend die elektrischen Maßeinheiten (G. e. M.) eingegangen wurde, soll im Folgenden auf den zweiten Kernpunkt eingegangen werden, nämlich den durchaus modern gebliebenen institutionenökonomischen Ansatz der Übertragung von Eichaufgaben auf privat getragene Prüflaboratorien. Auch zu diesem Thema ist es hilfreich, den betroffenen Paragraphen des G. e. M. im Wortlaut zu zitieren:

„Die amtliche Prüfung und Beglaubigung elektrischer Messgeräte erfolgt durch die Physikalisch-Technische Reichsanstalt. Der Reichskanzler kann die Befugnis hierzu auch anderen Stellen übertragen. Alle zur Ausführung der amtlichen Prüfungen benutzten Normale und Normalgeräte müssen durch die Reichsanstalt beglaubigt sein.“ §9 G. e. M.

Die entscheidende Regelung enthielt Satz zwei des Paragraphen 9. Wenngleich um die Jahrhundertwende vom 19ten zum 20ten Jahrhundert nur etwa ca. 90 000 Zähler im Deutschen Reich in Verwendung waren (heute befinden sich ca. 42 000 000 im Einsatz), so konnte man doch absehen, dass mit der zunehmenden Einführung der Elektrizität und dem gewerblichen Handel mit ihr auch der Bedarf an Messtechnik bzw. die Anzahl erforderlicher geprüfter Elektrizitätszähler ganz erheblich zunehmen würde. Dieses vorhersehend war es die Idee des Reichsgesetzgebers, die Tätigkeit des amtlichen Prüfens und Beglaubigens nicht allein durch die Reichsanstalt durchführen zu lassen, sondern teilweise oder vollständig auch an andere Ämter zu delegieren. Der Reichsanstalt selbst sollte die Aufgabe bleiben, die Normalmessgeräte dieser Prüfämter auf genauere Normale zurückzuführen. Diese Rückführung bzw. den Anschluss an höherwertige Normale bezeichnete das Gesetz gleichfalls als „Beglaubigen“. Heute nennen wir es „Prüfen“ und in Zukunft voraussichtlich „Kalibrieren“; die Tätigkeit als solche hat sich jedoch wenig geändert. Mit dem G. e. M. wurden die organisatorischen Strukturen geschaffen, die wir auch heute noch vorfinden. Sie haben während der letzten mehr als 100 Jahre das Kaiserreich, die Weimarer Republik, die Katastrophe des Nationalsozialismus, zwei Weltkriege sowie die Teilung und Wiedervereinigung Deutschlands bis in die heutige Zeit mit nur wenigen Änderungen überlebt. Die Prüfämter sind 1969 zu staatlich anerkannten Prüfstellen geworden, die nicht mehr direkt als Ämter sondern als mit amtlichen Aufgaben betraute aber privat getragene Laboratorien ihre Dienstleistungen anbieten. Das ist wenig mehr als verwaltungsjuristische Modernisierung. Außerdem liegt die Verantwortung der Überwachung des operativen Betriebes der Prüfstellen heute nicht mehr zentral bei der physikalischen Anstalt, sondern bei den Eichaufsichtsbehörden der Bundesländer. Das ist logische und sinnvolle Konsequenz unserer föderalen Verfassung. Die Beständigkeit dieses Prüfstellen-Konzeptes spricht für seine Leistungsfähigkeit. Es lohnt eine kurze Rückschau, wie es sich seit Anfang des 20ten Jahrhunderts entwickelt hat.

Bis zum Jahr 1905 waren nur sieben Prüfämter entstanden, denen der Reichskanzler die Befugnis zur Beglaubigung übertragen konnte. Die Ämter in München, Frankfurt und Bremen wurden direkt bei Elektrizitätsversorgungsunternehmen eingerichtet. Die anderen vier waren Gewerbeämter oder ähnliche unabhängige Einrichtungen. Die Versorgungsunternehmen nahmen das Angebot durch Prüfung und Beglaubigung den nach Paragraph 6 des G. e. M. erforderlichen Richtigkeitsnachweis zu erbringen, nur sehr zurückhaltend in Anspruch, wie die Reichsanstalt immer wieder auch in Veröffentlichungen bedauerte [13]. Erst

als sich Anfang der 1930er Jahren abzeichnete, dass nach dem langsamen Abklingen der Weltwirtschaftskrise der Elektrizitätswirtschaft die Eichpflicht zunehmend als zumutbar erschien und deren bevorstehende Einführung auch in ersten Entwürfen eines neuen Maß- und Gewichtsgesetzes [14] erkennbar wurde, begann die Anzahl der Prüfmänter sprunghaft anzusteigen. Die Grafik aus dem Vortrag von C. Körfer, den er auf der ersten Tagung der Zählerfachleute der „Wirtschaftsgruppe Elektrizitätsversorgung“ im Februar 1939 gehalten hat, zeigt diese Entwicklung eindrucksvoll [15].

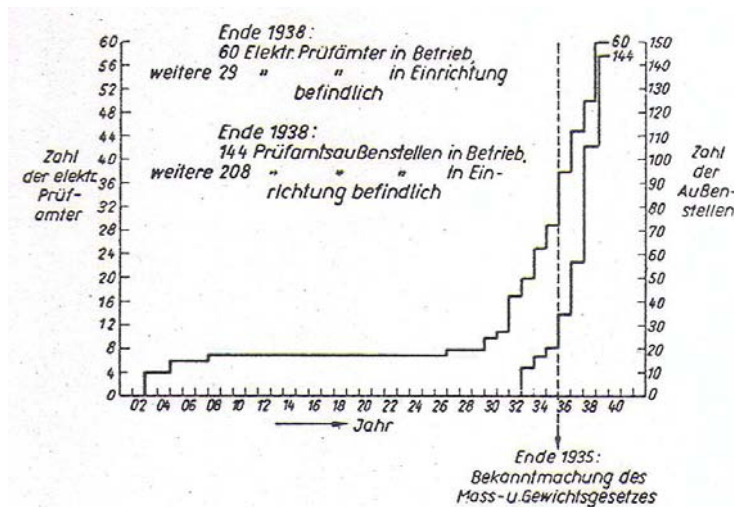


Bild 5: Das Anwachsen der Zahl elektrischer Prüfmänter mit exponentiellem Anstieg Anfang der 1930er Jahre, als die Einführung der Eichpflicht absehbar schien.

5 Die Pioniere

Es wurde bereits darauf hingewiesen, dass die Geschichte der Elektrizitätszähler mit einer Entwicklung von Edison beginnt. Seine Messgeräte arbeiteten bereits mit einer vergleichsweise hohen Genauigkeit von etwa 10 %. Allerdings hatten sie den Nachteil, dass die Verbraucher Messwerte selbst nicht ablesen konnten. Sie waren darauf angewiesen, dass das Elektrizitätsversorgungsunternehmen die mittels Wägung der Elektroden ermittelten Messwerte richtig in Energieverbrauchswerte umrechnete und in Rechnung stellte. Die daraus folgenden, nicht enden wollenden Diskussionen und Debatten mit Endverbrauchern ließen die Versorgungsunternehmen schnell zu der Einsicht gelangen, dass Elektrizitätszähler sinnvollerweise von den eigenen Mitarbeitern und auch von den Stromkunden selbst am Zähler direkt abgelesen werden können sollten. Die dann folgenden Entwicklungen waren folgerichtig Zähler mit einer registrierenden, messgeräteinternen Anzeige. Erste Vorschläge hierzu wurden sowohl von Wilhelm Siemens, als auch von Werner Siemens auf öffentlichen Messen vorgestellt. Es handelte sich gewissermaßen um „Messmotoren“, bei denen die zu messende Stromstärke einem zwischen den

Polen eines Permanentmagneten drehenden Rotor zugeführt und die Anzahl der Umdrehungen von einem Zählwerk gezählt wurde [16]. Allerdings funktionierten die Zähler der Siemens-Brüder nur relativ ungenau. Besser funktionierende Motorzähler wurden vor allen Dingen im Vereinigten Königreich entwickelt und industriell gefertigt. Überhaupt muss an dieser Stelle vermerkt werden, dass in der frühen zweiten Hälfte des 19ten Jahrhunderts sowohl Frankreich als auch das vereinigte Königreich industriell noch höher entwickelt waren als das Deutsche Reich. So kommt es, dass die bedeutendsten Urahnern der Zählerentwicklung im 19ten Jahrhundert zum überwiegenden Teil von französischen oder englischen Unternehmen vorgestellt wurden. Das Kaiserreich holte jedoch zu Ende des 19ten Jahrhunderts auf. Auch Deutschland konnte nun erfolgreiche Zählerkonstruktionen vorweisen. Besonders hervorzuheben sind hierbei die sogenannten „Pendelzähler“ des Berliner Entwicklers und späteren Professors Herrmann Aron (1845–1913).

Arons Idee bestand darin, eine gewöhnliche Pendeluhr zu einem Amperestundenzähler umzu-konstruieren. Er nutzte den Sachverhalt, dass die Gangfrequenz einer Pendeluhr nur von wenigen Parametern abhängt, der Pendellänge und der Erdanziehungskraft am Ort der Uhr. Die Wirkung der Pendellänge auf das Messergebnis eliminierte Aron durch Verwendung von Materialien eines sehr geringen Temperaturexpansionskoeffizienten.



Bild 6: Herrmann Aron (1845–1913) und der von ihm und seinen Ingenieuren entwickelte Doppel-pendelzähler. Dieser Gerätetyp war der erste, der von der PTR eine Bauartzulassung auf der Grundlage des G. e. M. erhielt. Die Veröffentlichung erfolgte 1903 mit der Bekanntmachung Nr. 1 in den PTR-Mitteilungen. Die auch heute noch veröffentlichten Bekanntmachungen von Zulassungen führen inzwischen Nummern im Bereich 5200.



enten [17]. Den Einfluss der Kraft auf das Pendel nutzte Aron in der Weise für sein Zählerprinzip, dass die eigentliche Pendellinse der Uhr durch einen Permanentmagnet ersetzt und darunter eine Stromspule angeordnet wurde, durch die der zu messende Strom geleitet wurde. Bei Stromfluss wirkte eine zusätzliche Kraft auf das Pendel, sodass sich für dieses eine virtuelle Erhöhung der Erdanziehungskraft ergab. Die Uhr lief schneller, je größer die zusätzliche Kraft auf das Pendel im Zusammenhang mit dem Stromfluss wurde. Durch den Fortschritt des Uhrwerks ergab sich so eine Integration der gemessenen Amperestunden. Das zeitliche Vorauseilen dieser Messuhr gegenüber der Tageszeit konnte als Maß für die umgesetzten Amperestunden herangezogen werden. In wenigen Jahren wurde dieses Grundprinzip durch die Ingenieure der Firma Aaron zum sogenannten Doppelpendelzähler weiterentwickelt. Bei diesem Zähler war es gelungen, konstruktiv auch den Einfluss der Pendellänge zu eliminieren. Diese verbesserten Zähler verfügten über zwei in ihrer Arbeitsweise zyklisch reversierten Messuhren. Die Gangunterschiede zwischen ihnen wurden über ein ausgeklügeltes Differenzialgetriebe auf ein Zählwerk übertragen. Zähler dieser Konstruktion arbeiteten so genau und zuverlässig, dass die erste Zulassung zur Beglaubigung, die von der Physikalisch Technischen Reichsanstalt auf der Grundlage des G. e. M. und seiner Durchführungsverordnungen ausgestellt wurde, diese Gerätekonstruktion betraf. Der große Nachteil der Doppelpendelzähler waren die sehr hohen Produktionskosten, die im Wesentlichen dadurch entstanden, dass diese feinwerktechnischen Kunstwerke nur von sehr gut ausgebildeten Uhrmachern hergestellt werden konnten. So kam es, dass zur Jahrhundertwende vom 19ten zum 20ten Jahrhundert die Doppelpendelzählertechnologie bald von produktionsfreundlicherer Konkurrenz, der Induktionsmotor- oder Ferraristechnologie, überholt worden war.

6 Der Ferrariszähler

Galileo Ferraris (1847–1897), ein Turiner Professor, hatte in den 1880er Jahren theoretisch gezeigt, wie man Wirbelströme in Metallscheiben oder Zylindern nutzen kann, um zwei elektrische Wechselsignale miteinander zu multiplizieren [18]. Von Ferraris liegen allerdings nur theoretische Untersuchungen vor, keine konkreten Realisierungsvorschläge für Elektrizitätszähler. Auch gab es Ende des 19ten Jahrhunderts heftige Streitigkeiten um die Priorität der Erfindung dieses Motorprinzips. Insbesondere der damals bereits in den USA lebende Nikola Tesla (1856–1943) machte geltend, als erster das fragliche Wirkungsprinzip beschrieben zu haben. Letztlich hat sich Ferraris in den Geschichtsbüchern durchgesetzt. Einen ersten für

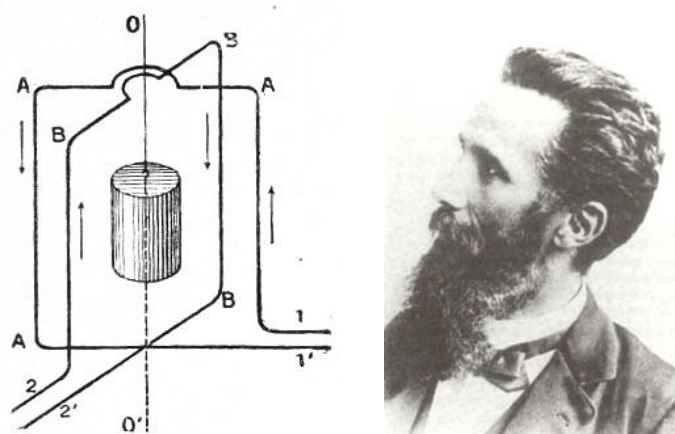
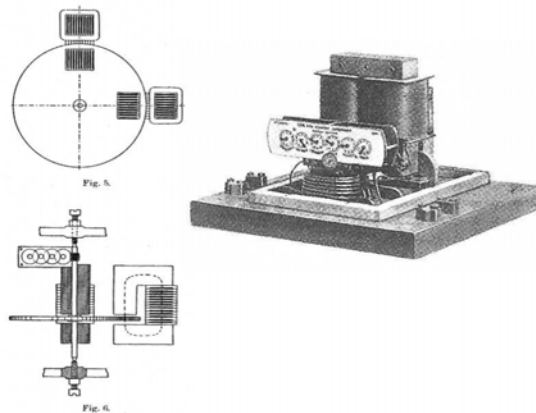


Bild 7: Galileo Ferraris (1847–1897) und die Darstellung des Wirkungsprinzips seines auf der Erzeugung eines Wanderfeldes basierenden Multipliziermotors.

die industrielle Fertigung geeigneten Elektrizitätszähler, der sich das von Ferraris theoretisch vorgeschlagene Multiplizierprinzip zu Nutze machte, entwickelte jedoch weder ein Italiener noch ein Amerikaner, sondern ein Ungar [16].

Jener Otto Titus Blathy (1860–1939) war Ingenieur bei der ungarischen Firma Ganz. Der von ihm entwickelte Zähler kann als Urvater jener Zähler betrachtet werden, von denen wir auch heute noch in Deutschland mehr als 40 Millionen in der Verwendung haben. Seit Beginn des 20ten Jahrhunderts wurde die Basiskonstruktion des Blathy-Zählers ständig weiter verbessert und dabei der Messbereich der Zähler vergrößert und ihre Genauigkeit erhöht. Der größte Verbesserungsschritt gelang in den sechziger Jahren, als für die Permanentmagneten, die in den Zählern eine unverzichtbare Funktion übernehmen, das wenig alternde Magnetmaterial Aluminium-Nickel-Kobalt (AlNiCo) eingeführt wurde. Ein weiterer wichtiger Verbesserungsschritt war die Einführung von sogenannten Doppelsteinunterlagen für die Läuferscheibe [19]. Mit der Einführung dieser Innovationen und mit den Erfahrungen, die man mit der Alterung elektromechanischer Zähler gesammelt hatte, traute sich der deutsche Ordnungsgeber in den 1960er Jahren, die Eichgültigkeitsdauer für diese Zählertypen auf 16 Jahre festzusetzen und schließlich für eine weitere Verlängerung der Eichgültigkeitsdauer im Betrieb befindlicher Zähler die Anwendung von stochastisch fundierten Stichprobenverfahren möglich zu machen [20]. Den höchsten Entwicklungsstand erreichten die Motorzähler in den siebziger und achtziger Jahren. Die Versorgungsunternehmen legten seinerzeit großen Wert darauf, dass die Zählerindustrie eine hohe Lebensdauer für die von ihnen angebotenen Zähler garantierte. Mit den Zählern der Qualität der siebziger und achtziger Jahre konnten Netzstehzeiten von 30 bis 40 Jahren

Bild 8:
Otto Titus Blathy
(1860–1939),
Mitarbeiter der noch
heute – in Nachbesitz – existierenden,
ehemaligen Firma
Ganz in Gödöllö,
Ungarn, und der von
ihm entwickelte In-
duktionsmotorzähler,
Urvater der Kon-
struktionsform, wie
sie auch in den
Zählern heutiger
Bauform noch zu
finden ist.



erreicht werden. Wenn sie dann aus den Netzen genommen wurden, drohte ihnen immer noch nicht die unweigerliche Verschrottung. Vielmehr lohnte und lohnt es, sie an sogenannte Revisionsbetriebe weiterzuverkaufen, die die lebensdauer-kritischen Bauteile wie zum Beispiel die Lagerung oder auch die Zählwerke erneuern und die Geräte dann für die Weiterverwendung wieder verkaufen.

Zu Anfang der 90er Jahre änderte sich die Beschaffungsphilosophie der Versorgungsunternehmen. Die Deregulierung der Energiemärkte warf ihre Schatten voraus. Kurzfristigen Kosteneinsparungen und Buchwertsteigerungen der Unternehmen wurde Vorrang eingeräumt. Von den Versorgungsunternehmen gebildete Einkaufsgemeinschaften führten zu einer weiteren Verschärfung des Wettbewerbs- und Preisdrucks in der Zählerindustrie. Folgerichtig reagierten die Entwickler auf den Ruf der Vertriebskollegen nach billigeren Zählern: Drahtquerschnitte wurden verringert. Isolationslacke wurden eingespart. Die Dicke der Läufer-scheiben wurde verringert. Klemmschrauben wurden eingespart und bei den übrig gebliebenen auf die Vernickelung verzichtet. Diese und zahlreiche weitere Einzelsparmaßnahmen führten dazu, dass sich am Ende im Kollektiv der Einsparungen die Zählerkonstruktionen nicht nur im Preis, sondern auch vom optischen Eindruck ihrer Solidität her deutlich von ihren Vorgängern aus den siebziger und achtziger Jahren unterschieden. Dennoch waren und sind auch diese Geräte heutiger Produktion immer noch sehr langlebige und messbeständige Messgeräte.

7 Der Einzug der Elektronik

Erst für die vor uns liegenden nächsten Jahre ist eine Abkehr von der bewährten Motorzählertechnik und eine Hinwendung zu elektronischen Zählern vorzusehen. Grund ist die europäische Richtlinie über Energiedienstleistungen [21] sowie das Dritte Binnenmarktpaket [22], die vorsehen, dass die Mitgliedstaaten der Europäischen Gemeinschaft bis zum Jahr 2020 in den Haushalten überwiegend elektronische Zähler, die aus der Ferne ausgelesen werden können, einzubauen haben. Idee ist, dass den Menschen mithilfe dieser Zählertechnik – im Vergleich zur heute noch meistens üblichen Jahresablesung – in sehr viel kürzeren Abständen Informationen über ihr Verbrauchsverhalten übermittelt werden können. Durch diese informationelle Maßnahme soll den Bürgern die Möglichkeit gegeben werden, Energie zu sparen. In anderen europäischen Ländern wie Italien, Schweden, Frankreich oder den Niederlanden ist die Einführung elektronischer, fernauslesbarer Zähler schon weiter fortgeschritten als dies in Deutschland der Fall ist. Aufgrund dessen gibt es seitens der Politik und der technischen Fachpresse immer wieder Vorwürfe, die deutsche Wirtschaft habe die Einführung elektronischer Zähler verschlafen. Solche Aussagen lassen sich oft mit der Jugend ihrer Autoren entschuldigen, denn „alte Hasen“ wissen: Die Kritik ist unangebracht. Mit der Entwicklung elektronischer Zähler begann man in Deutschland nämlich schon Mitte der Sechzigerjahre. Die ersten elektronischen Zähler – man sprach von statischen Zählern, da sie anders als die Motorzähler im Inneren keine bewegten Teile mehr aufwiesen – wurden entwickelt, um damit Elektrolokomotiven auszurüsten. Der Hintergrund war die von Ludwig Erhard beabsichtigte Privatisierung des Bahnbetriebs, die es erfordert hätte, dass die privaten Fahrzeugbetreiber die aus den Oberleitungen entnommene elektrische Fahrenergie gegenüber dem Bahnstromversorger hätten abrechnen können müssen. Die Motorzähler kamen wegen ihrer Erschütterungsempfindlichkeit für diese Anwendung nicht in Frage. Auf der Suche nach Alternativen lag es nahe, die damals noch junge und in starkem Aufschwung befindliche Transistortechnik auf Einsetzbarkeit für elektronische Zählermesswerke hin zu analysieren. Die auf Transistortechnik basierenden ersten Konzepte für die Lokomotivzähler wurden stark durch Erfindungen des Leiters der Abteilung Elektrizität und späteren Vizepräsidenten der PTB, Hans-Jürgen Schrader (1920–1984), beeinflusst. Er schlug auf der Grundlage thermischer Effektivwertmessungen basierende Multiplizierer vor, die durch Anwendung trickreicher Fehlerkompensationsschaltungen mit Genauigkeiten von besser als 1% arbeiteten [23].

Das thermische Multiplizieren zur Bildung des Produktes von Strom und Spannung zu Leistungsmesswerten war damals eine Domäne der PTB. Auch am Standort Berlin, wo es noch ein zu Braunschweig parallel arbeitendes Laboratorium für Elektrizitätszähler gab, wurden Messwerke mit thermischen Multiplizierern entwickelt. Als Pionier verdient der damalige Laborleiter und spätere niedersächsische Eichdirektor W. Albach Erwähnung, der über Multiplizierschaltungen mit Thermokonvertern veröffentlichte [24]. Sein Nachfolger, G. Schuster, verhalf der Technik dann durch entscheidende Erfindungen zur Überwindung der metrologischen Schwachstellen der Thermokonverter zum Durchbruch [25]. Sein „Schusterkomparator“ wurde von der Messgeräteindustrie produziert und bildete in der PTB in einer besonders perfektionierten Ausführung bis Mitte der 1990er Jahre das nationale Normal für die elektrische Leistung, das dann erst durch eine digital arbeitende Einrichtung von G. Ramm/H. Moser/A. Braun abgelöst wurde. Aber zurück zu H.-J. Schrader. Das von ihm vorgeschlagene thermische Multiplikationsprinzip setzte sich für Abrechnungszähler nicht durch. Grund war das Aufkommen der Technik integrierter Schaltungen, mit denen sich für Abrechnungszähler Multiplizierschaltungen mit erheblich weniger Aufwand realisieren ließen, als mit thermoelektrischen Bauelementen. Sie fand Anwendung in den ersten elektronischen Zählern, die Anfang der 1970er Jahre von der PTB die Weihen einer Bauartzulassung erhalten konnten [26]. Diese Zähler ließen zwar nicht die Langlebigkeit der Motorzähler erwarten, wiesen aber mit 0,2 % eine um den Faktor 10 höhere Genauigkeit auf. Sie fanden dort Verwendung, wo die Genauigkeit wichtiger war als lange Netzstezeiten: Beim Verkauf von Elektrizität an industrielle Großkunden wie Stahl- oder Chemiewerke und für den Handel von Energie zwischen Versorgungsunternehmen.

Der nächste Schritt der Einführung moderner Elektronik in das Zählerwesen war gegen Ende der siebziger/Anfang der achtziger Jahre die Verwendung von Mikrorechnersystemen zur Realisierung von zusätzlichen Messwertverarbeitungsfunktionen, die in der Vergangenheit bei Motorzählern nur mit sehr großem feinwerktechnischen Aufwand analog rechnerisch realisiert werden konnten. Es war die Berliner, aus H. Arons Unternehmen hervorgegangene, Firma Heliowatt, der es als erste gelang, ein kleines Mikroprozessorsystem in einen Motorzähler zu integrieren, das die Läufer-scheibenumdrehungen zählte und weiterverarbeitete [27]. Idee war, die Langlebigkeit des Motorzählers mit der hohen Funktionalität des Mikrorechners zu kombinieren. Das damals von der Firma Heliowatt für diese „Hybrid-Zähler“ erfundene Kennzahlensystem zur Anzeige und digitalen Auslesung der Messwerte hat

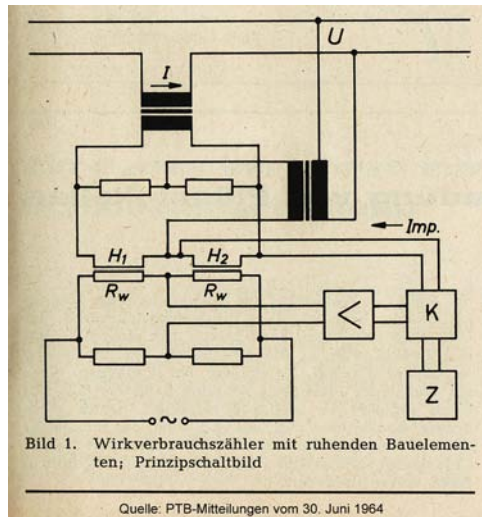


Bild 9: Prinzipschaltbild des von H.-J. Schrader (1920–1984), Vizepräsident der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt, entwickelten ersten Elektrizitätszählers ohne bewegte Teile.

bis in unsere heutige Zeit überlebt. Es ist die Basis des inzwischen weltweit standardisierten Kennzahlensystem OBIS [28].

Am Ende der Achtzigerjahre bot der Markt dann erste vollständig elektronische Multifunktionszähler. Diese Geräte waren wie die Hybrid-Zähler hauptsächlich für den Einsatz im Gewerbebereich vorgesehen. Anreize, diese Technologie weiterzuentwickeln, wurden auch durch die Politik geschaffen. Insbesondere das Pflichtangebot

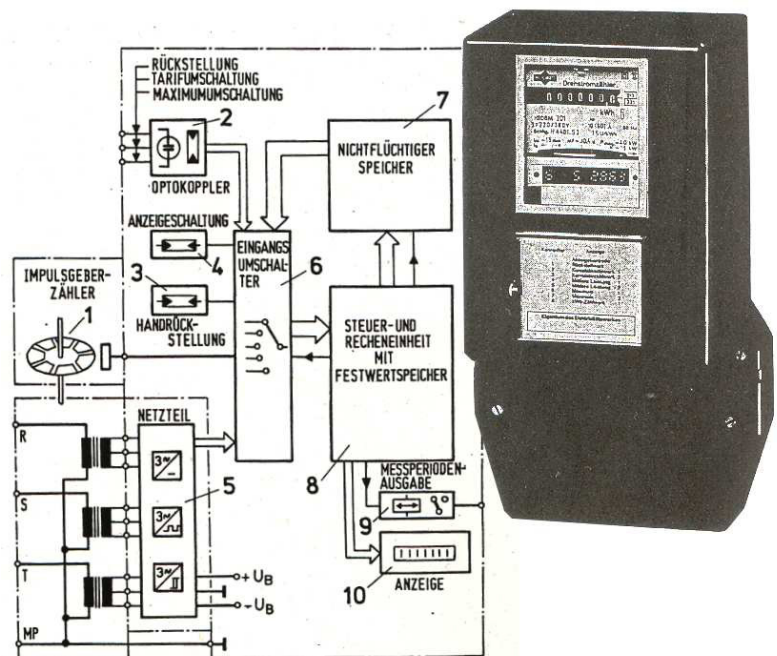


Bild 10: Verbindung von Langlebigkeit und Funktionalität – der Hybridzähler der innovativen Firma Heliowatt und sein Funktionsschaltbild (ca. 1980).

moderner Tarife wie z. B. dem 96h-Leistungstarif, den die 1989 neu in Kraft gesetzte Bundestarifordnung [29] den Versorgungsunternehmen vorschrieb, motivierte die Ingenieure der Zählerindustrie, leistungsfähige und kostengünstige vollelektronische Zähler zu entwickeln zu versuchen. Wirtschaftlichkeitsanalysen, Feldversuche und andere Diskussionen um die Einführung elektronischer Zähler auch für die Haushaltskunden endeten allerdings immer wieder mit dem Ergebnis, dass aus Kostengründen die Einführung aufwändiger elektronischer und fernauslesbarer Zähler nicht sinnvoll sei. Letzthin zeigten auch die Endverbraucherinnen und Endverbraucher wenig Interesse an den neuen Tarifmöglichkeiten und ihren technischen Vollstreckungsapparaten. Alles war wie heute, nur auf den Begriff „Smart Meter“ war noch niemand gekommen.

8 Die Elektronischen Haushaltszähler kommen

Die ersten elektronischen Zähler, die für eine Verwendung in Haushalten vorgesehen waren, erhielten dann 1991 eine Zulassung von der PTB. Der besondere Vorteil, den diese Geräte gegenüber den Motorzählern hatten, bestand in der Möglichkeit, Energie auf einfache Weise in zwei Richtungen – also Bezug und Lieferung – messen zu können. Der Bedarf hierfür entstand durch das seinerzeit gerade ins Leben gerufene „1000-Dächer-Programm“, eine politische Fördermaßnahme, die das Ziel verfolgte, Privatbürger zum Investieren in Solartechnik für das Dach des eigenen Hauses zu motivieren. Es handelte sich um die Vorläufer dessen, aus dem das heutige Erneuerbare-Energien-Gesetz [30] hervorgegangen ist. In Frankreich war die Versorgungswirtschaft etwas weiter. Bei unserem westlichen Nachbarn, der über eine weit kleinere eigene Induktionsmotorzählerindustrie verfügte als Deutschland, gab es in demselben Zeitraum bereits staatlich gelenkte, groß angelegte Versuche, elektronische Zähler in den Haushalten einzuführen. Fernauslesbare modulare Zählerkonzepte entstanden im Zuge der Ausschreibungen des großen französischen Energieversorgungsunternehmens EDF [31]. Das Projekt führte den Namen „Tarif Bleu“. Hersteller, die als Lieferant beteiligt werden wollten, hatten Zähler mit blauen Gehäusen zu liefern.

In Deutschland blieben die Versorgungsunternehmen konservativ. Auch von den Haushaltskunden kam keine nennenswerte Nachfrage. Ein Vorteil zusätzlicher Funktionalität der Zähler war für sie nicht erkennbar. Erst 1998, im Zuge der ersten großen Energierechtsreform mit ihren Deregulierungsansätzen, nahmen die Diskussionen um die Einführung elektronischer Haushaltszähler wieder spürbar zu. U. a. setzten die

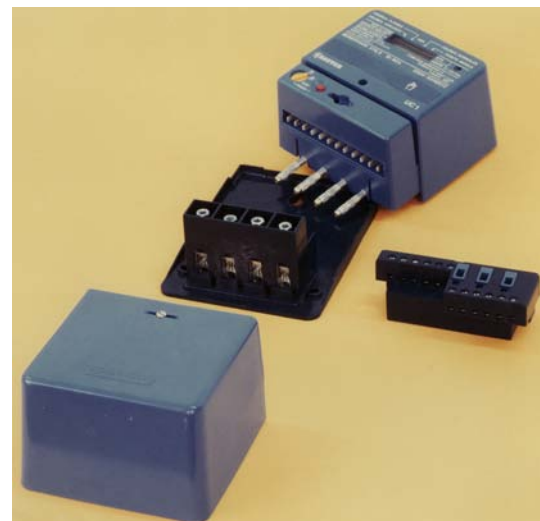


Bild 11:
Die Schweizer Firma Sauter in Basel beteiligte sich an der EDF-Ausschreibung erfolgreich mit einer modular aufgebauten Zählerausführung, bei der die Kontaktierung nicht mit Schraubklemmen, sondern über Steckkontakte erfolgte (ca. 1990).

Märkte große Hoffnungen auf die Möglichkeiten sogenannter Vorkassezähler. Bei diesen Geräten bestand der konzeptionelle Ansatz darin, dass die Stromkunden zum Erhalt von Elektrizität zunächst Zahlungsträger (z. B. Chipkarten) zu erwerben hatten, mit denen dann über mit Kassier- und Abschaltvorrichtung ausgeführte Elektrizitätszähler die Energieversorgung freigeschaltet werden konnte. Im Zusammenhang mit der Energiemessung wurde der Zahlungsträger dann entsprechend entwertet. Die Branche erhoffte sich, auf diese Weise zu Strom-Vertriebskonzepten zu kommen, wie sie im Bereich der Mobiltelefonie schon etabliert waren. Mutige Prognosen von Marktforschern prophezeiten, dass bis 2005 mehr als die Hälfte aller Haushaltszähler solche Vorkassezähler sein würden [32]. Die Entwicklung trat jedoch so nicht ein. Die Kosten für die Geräte waren deutlich zu hoch. Außerdem gab es Probleme mit der fehlenden Interoperabilität der ebenso zahlreichen wie unterschiedlichen Zahlungsträger- und Zählerysteme. Die Einsatzgebiete der Vorkassezähler blieben spezielle: Die Geräte fanden und finden Anwendung, wo es sich für die Versorgungsunternehmen als besonders schwierig erweist, ausstehende Forderungen nach Zahlung des Stroms geltend zu machen. Anwendungen gibt es auch bei öffentlichen Verkaufsstellen für Elektrizität, beispielsweise in Binnenhäfen, wo Schiffe an ihrem Liegeplatz mit Elektrizität versorgt werden müssen. Heute sind die Zähler wegen ihrer Eignung zum öffentlichen Verkauf von Strom an Elektromobile wieder in der Diskussion.

Die Vor- und Nachteile elektronischer Zähler wurden in den 1990er Jahren trotz fehlenden Druckes vom Markt oder seitens der Politik in der

deutschen Energieversorgungsbranche dennoch immer wieder diskutiert. Letztlich entschloss man sich, das Thema proaktiv anzugehen. Auch wenn aktuell eine Ablösung der Motorzähler durch elektronische Zähler als ökonomisch nicht angemessen angesehen wurde, so wollte man doch darauf vorbereitet sein, dass fallende Preise und eine Verbesserung der Zuverlässigkeit die elektronischen Zähler womöglich zu einer interessanten Alternative werden lassen würden. Auf der Suche nach zusätzlichen Vorteilen der elektronischen Zähler nahmen die Fachleute besonders die sogenannten Prozesskosten in den Blick, also die Kosten für den Ein- und Ausbau, für den Transport und für die Lagerung und Verwaltung von Zählern. Das wichtigste Treffen der Branche in diesem Zusammenhang wurde von einem der vielen Väter der elektronischen Haushaltsenergiemesstechnik in Deutschland, L. Enning, am 6./7. Juni 2000 in Dortmund bei den damaligen Vereinigten Elektrizitätswerken VEW veranstaltet. Hier wurde die Idee eines einfachen, steckbaren elektronischen Zählers geboren. In weiteren Folgetreffen entwickelten Fachleute der Versorgungsunternehmen, der Zählerhersteller und der Zäblerschrankhersteller daraus eine Lösung, die heute unter der Kurzbezeichnung eHZ („elektronischer Haushaltszähler“) bekannt ist. Getrieben von Aktivitäten im damaligen Interessenverband der Energieversorgungsunternehmen VDEW und seinen Nachfolgeverbänden VDN und FNN entstand ein Verbandslastenheft für diesen elektronischen Haushaltszähler. Die ersten Ausschreibungen der großen deutschen Versorgungsunternehmen für Zähler dieser besonderen Bauart führten dazu, dass zahlreiche Hersteller das Investitionsrisiko auf sich nahmen, diese im Vergleich zu den ansonsten in Europa und der Welt verwendeten Geräten etwas aus dem Rahmen fallenden Zähler zu entwickeln und als Seriengeräte anzubieten. Inzwischen ist diese Technik zumindest bei den vier größten Versorgungsunternehmen in Deutschland stark verbreitet.

Allerdings hat die Branche in der Zwischenzeit gelernt, dass der ursprüngliche Ansatz, beim eHZ auf Schnittstellen zur Fernauslesung zu verzichten und nur einen 1:1-Ersatz für den Motorzähler zu schaffen, nicht zukunftsweisend war. Neuausgaben des Lastenheftes korrigieren diesen Mangel [33]. Außerdem wurden inzwischen Derivate zum eHZ entwickelt, mit denen auch die Erfassung von zeitgestempelten kWh-Stundenmesswerten und somit die Aufzeichnung von Lastgängen möglich wurde. Zähler nach diesem Konzept erhielten die Bezeichnung EDL-Zähler [34]. EDL ist dabei die Abkürzung für Energiedienstleistung. Diese Bezeichnung ist eine Referenz auf die bereits erwähnte Richtlinie über Energieeffizienz und Energiedienstleistungen. Mit der Umsetzung dieser Richtlinie in Entwürfe eines reformierten deutschen Energie-



Bild 12: Ein „eHZ“, die derzeit in Deutschland am stärksten verbreitete Technik elektronischer Zähler, zusammen mit einem Sockeladapter, der einen Anschluss auch in Zäblerschränken älterer Bauform ermöglicht.

rechts hat das Bundeswirtschaftsministerium im Jahr 2011 dann allerdings einen ganz neuen Weg in der Elektrizitätsmesstechnik vorgezeichnet. Bei dem zusammen mit dem Bundesamt für Sicherheit in der Informationstechnik erarbeiteten Konzept, dem bis heute letzten Schritt auf dem Siegeszug der Elektrizitätsmesstechnik, wird ein Großteil der Zählerfunktionalität nicht mehr im eigentlichen Elektrizitätszähler realisiert, sondern in einem vorgeschalteten Kommunikationsbaustein, über den die Elektrizitätszähler informationstechnologisch gesichert an das Internet angeschlossen werden können. Messdaten können von hier aus weiterverarbeitet und für Energiemanagementzwecke verwendet werden [35].

9 Fazit

Die Rückschau auf die Entwicklungsgeschichte der Elektrizitätsmesstechnik fördert zutage, wie viele richtungweisende Ideen dieses Arbeitsgebietes im Verlaufe von 130 Jahren bereits vorgedacht wurden. Insbesondere die enge Verzahnung der Energiemesstechnik mit der gesellschaftlichen und wirtschaftlichen Entwicklung bestimmte und bestimmt die Innovationstätigkeit auf diesem metrologische Arbeitsgebiet, seit es in den 1880er Jahren von T. A. Edison in die Welt gesetzt wurde. Das Charakteristikum einer sozialen Bedingtheit wird der elektrischen Energiemesstechnik seine Bedeutung auch in der Zukunft sichern, denn so lange Menschen leben, wird es einen gesellschaftlichen Stillstand nicht geben.

Literatur

- [1] *W. v. Siemens*: Lebenserinnerungen. Prestel-Verlag, München, 1966
- [2] *P. Israel*: Edison, A Life of Invention. Wiley, New e. a., 1998
- [3] *K. Norden*: Elektrolytische Zähler. Wilhelm Knapp, Halle, 1908
- [4] *M. Pohl*: Emil Rathenau und die AEG. v. Hase & Koehler, Mainz, 1988
- [5] *W. Feldenkirchen*: Werner v. Siemens, Erfinder und internationaler Unternehmer. Piper, München, Zürich, 1996
- [6] Gesetz betreffend die elektrischen Maßeinheiten. Reichsgesetzblatt Nr.26, 1. Juni 1898, S. 905
- [7] *W. Kohlrausch*: Das Gesetz betreffend die elektrischen Masseinheiten und seine technische und wirtschaftliche Bedeutung. Julius Springer, Berlin 1899
- [8] Prüfordnung für elektrische Messgeräte und Vorschriften für die Ausrüstung elektrischer Prüfmäßer. Herausgegeben von der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt, Julius Springer, Berlin 1902
- [9] *E. de Fodor*: Die elektrischen Verbrauchsmesser. A. Hartlebens Verlag, Wien e. a., 1891
- [10] *D. Cahan*: Meister der Messung. VCH, Weinheim e. a., 1992
- [11] Verordnung über die Beglaubigungspflicht von Meßgeräten für Elektrizität vom 17. Juli 1959. Bundesanzeiger Nr. 138 vom 13. Juli 1959
- [12] *K. Möbius*: Die Geschichte des staatlichen Meßwesens in der Deutschen Demokratischen Republik von 1945 bis zum 3. Oktober 1990. PTB-Bericht PTB-TWD-44, Braunschweig und Berlin, 1995
- [13] *R. Schmidt*: Die gesetzlichen Bestimmungen über die Messung der elektrischen Arbeit und ihre Bedeutung für die Praxis. Mitteilungen der Vereinigung der Elektrizitätswerke **389**, (1925), S. 317–324
- [14] *H.-W. Quassowski*: Die Grundlagen des Maß- und Eichrechts. 3. Auflage, Deutscher Eichverlag, Berlin, 1954
- [15] *C. Körfer*: Die Aufgaben der Elektrizitätsversorgung auf dem Gebiet des Zählerwesens. Elektrizitätswirtschaft **10**, (1939), Sonderdruck zur 1. Tagung der Zählerfachleute am 6. Februar 1939 in Berlin, S. 4–6
- [16] *W. Stumpner*: Zur Geschichte des Elektrizitätszählers. In: Geschichtliche Einzeldarstellungen aus der Elektrotechnik – Band I. Herausgegeben vom Elektrotechnischen Verein e. V., Julius Springer, Berlin, (1928), S. 78–98
- [17] *A. Aron*: Über einen Elektrizitätszähler. Elektrotechnische Zeitschrift **3**, (1884), S. 480–489
- [18] *G. Ferraris*: Atti della R. Accadem. della scienza di Torino Bd. XXIII., Turin, 1888
- [19] *H. Faller*: Senkung der Unterhaltungskosten von Elektrizitätszählern durch Beschaffung von Langzeitzählern. Elektrizitätswirtschaft **12**, (1959), S. 446
- [20] *A. Maaß*: Prüfpläne für die Beurteilung des Richtigkeitszustandes von Elektrizitätszählern nach vieljähriger Benutzung. PTB-Mitteilungen **81**, (1971), S. 107–113
- [21] Richtlinie 2006/32/EG vom 5. April 2006 über Endenergieeffizienz und Energiedienstleistungen und zur Aufhebung der Richtlinie 93/76/EWG des Rates. Amtsblatt der Europäischen Union L114, (2006), S. 64–85
- [22] Richtlinie 2009/72/EG vom 13. Juli 2009 über gemeinsame Vorschriften für den Elektrizitätsbinnenmarkt und zur Aufhebung der Richtlinie 2003/54/EG des Rates. Amtsblatt der Europäischen Union L211, (2009), S. 55–93
- [23] *H.-J. Schrader*: Elektrizitätszähler ohne bewegte Teile, PTB-Mitteilungen **74**, (1964), S. 221–222
- [24] *W. Albach*: Multiplikationsschaltung zur Wechselstromleistungsmessung. Wissenschaftliche Abhandlungen der PTB **21**, (1969), S. 74
- [25] *G. Schuster*: Thermal Measurement of AC Power in Comparison with the Electrodynamic Method. IEEE Trans. **IM 25**, (1976), S. 529– 533
- [26] Bekanntmachung Nr. 2287, Zulassung für Elektrizitätszähler der Baureihe Landis&Gyr ZMR1/ZFR1, Zulassungszeichen 214/001p, vom 18. Januar 1972. Veröffentlicht in den PTB-Mitteilungen **82**, (1972), Heft 2
- [27] Bekanntmachung Nr. 2754, Zulassung für Elektrizitätszähler der Baureihe Heliowatt H2D5M, Zulassungszeichen 212/331, vom 17. August 1978. Veröffentlicht in den PTB-Mitteilungen **88**, (1978), Heft 5
- [28] IEC 62056-21, Electricity Metering – Data Exchange for Meter Reading. Tariff and Load Control – Part 21: Direct Local Data Exchange
- [29] Bundestarifordnung Elektrizität (BTOElt) vom 18.12.1989, BGBl. I, S. 2255–2259
- [30] Erneuerbare-Energien-Gesetz vom 25. Oktober 2008 (BGBl. I S. 2074), das zuletzt durch Artikel 1 des Gesetzes vom 11. August 2010 (BGBl. I S. 1170) geändert worden ist
- [31] *M. Brückner*: Der Einzug der Elektronik auf dem Gebiet der Haushaltselektrizitätszähler. Elektrizitätswirtschaft **87**, (1988), S. 889–891
- [32] *M. Kahmann; S. König* (Hrsg.): Wettbewerb im liberalisierten Strommarkt. Springer, Berlin e. a., 2000
- [33] FNN-Lastenheft eHZ (Elektronische Haushaltszähler in Stecktechnik – konstruktive Merkmale); Version 2.1,01/2010
- [34] FNN-Lastenheft EDL (Elektronische Haushaltszähler, Funktionale Merkmale und Protokolle); Version 1.0, 01/2010
- [35] *B. Kowalski*: Schutzprofile für intelligente Stromzähler. Messe/Kongress Zählen Messen Prüfen (ZMP), Nürnberg, 2011

Messtechnik gestern und heute: Chemie

Wolfgang Richter*

Gliederung

- 1 Chemie in der PTR
- 2 Chemie in der PTB
- 3 Metrologie in der Chemie
 - 3.1 Internationale Entwicklung
 - 3.2 Entwicklung in Deutschland
- 4 Beiträge der PTB auf der Referenzebene der Rückführungsstruktur
- 5 Spezielle chemisch-analytische Beiträge der PTB zur Neubestimmung der Avogadro-Konstante

Literatur

1 Chemie in der PTR

Bei der Gründung der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt (PTR) im Jahre 1887 bestand zunächst nicht die Absicht, chemische Arbeiten in das Aufgabengebiet einzubeziehen. Man sah aber damals schon voraus, dass bei der Bearbeitung der vielseitigen physikalischen Probleme auch chemische Fragen auftreten werden. Daher wurde schon zu Beginn ein chemisches Laboratorium eingerichtet, dessen Aufgabe es war, in Zusammenarbeit mit den physikalischen Laboratorien chemische und physikalisch-chemische Aufgaben zu bearbeiten. Es war in der Präsidialabteilung angesiedelt und damit direkt dem Präsidenten der PTR unterstellt. Aus der Hilfstätigkeit für die anderen Laboratorien der Reichsanstalt entwickelten sich systematische wissenschaftliche Untersuchungen. Hierzu gehörte beispielsweise die hydrolytische Untersuchung von Gläsern, die durch konkrete physikalisch-technische Probleme veranlasst wurden. Später erwuchs daraus eine umfangreiche Prüftätigkeit für die Glasindustrie, die auch noch in der PTB zu den Aufgaben des chemischen Labors gehörte.

Einen großen Umfang nahmen die Arbeiten des chemischen Laboratoriums bzw. der aus diesem hervorgegangenen physikalisch-chemischen Laboratorien zur Reindarstellung und Reinheitsanalyse von Metallen ein. Reine Metalle wurden in vielfältiger Weise für die Aufgaben der PTR benötigt, waren aber nirgendwo in der erforderlichen hohen

Reinheit erhältlich. Beispiele sind Cadmium für Normalelemente, Antimon, dessen Schmelzpunkt ein Fixpunkt der Temperaturskala war, Platin und Platinmetalle für Widerstandsthermometer. Für die Reinheitsbestimmung von Gold, eine Aufgabe, mit der sich die PTR im Interesse der Reichsbank beschäftigte, wurde ein Analysenverfahren entwickelt, mit dem der Goldgehalt auf 0,01 % genau bestimmt werden konnte. Das war chemische Präzisionsanalytik, die durchaus unter dem viel später eingeführten Begriff „Metrologie in der Chemie“ eingereiht werden könnte, da für solch ein Genauigkeitsniveau metrologische Rückführbarkeit und eine irgendwie geartete Ermittlung der Messunsicherheit vorausgesetzt werden müssen, auch wenn diese metrologischen Konzepte, zumal in der Chemie, damals noch nicht im heutigen Sinne definiert und formuliert waren. Eisen, Kobalt und Nickel wurden für die Arbeiten des magnetischen Laboratoriums in reiner Form dargestellt. Reines Aluminium spielte als Leitungsdraht für hochgespannte Ströme eine wichtige Rolle und gehörte daher ebenfalls zum Arbeitsprogramm des chemischen Laboratoriums.

Außer den chemischen Arbeiten, die sich aus den konkreten Bedürfnissen der PTR ergaben, wurde auch reine wissenschaftliche Forschung, z. B. zur Weiterentwicklung der chemischen Analytik betrieben. Ein herausragender Erfolg der Forschungsarbeiten war die Entdeckung des Elements Rhenium durch Ida und Walter Noddack im Jahre 1925. Nach chemischer Anreicherung des gesuchten noch unbekanntes Elements mit der Ordnungszahl 75 in aus Kolumbit und Gadolinit gewonnenen Präparaten wurde es anhand des Röntgenspektrums erstmalig nachgewiesen. Die Röntgenspektrographie wurde der empfindlicheren optischen Spektralanalyse vorgezogen, da die Lage der Spektrallinien in den Röntgenspektren zumindest näherungsweise vorherberechnet werden können. Schließlich gelang es 1928 aus 660 kg Molybdänglanz 1,042 g des Rhenium genannten Elements zu gewinnen und auch chemisch zu charakterisieren [1]. Damit wurden letzte Zweifel über die Korrektheit der Deutung des Röntgenspektrums ausgeräumt.

* Dr. Wolfgang Richter,
E-Mail:
wolfgang.k.richter@
t-online.de



Bild 1:
Walter Noddack



Bild 2:
Ida Noddack (geb. Tacke)

Dieses unter der Präsidentschaft des Nobelpreisträgers Walter Nernst begonnene umfangreiche und aufwändige Forschungsprojekt gehörte zwar nicht zu den eigentlichen Aufgaben der PTR, ließ sich aber mit den Zielen eines von Werner von Siemens, der in der Gründungsgeschichte der PTR eine herausragende Rolle spielte, als notwendig erachteten „Instituts, das nicht dem Unterrichte, sondern ausschließlich der naturwissenschaftlichen Forschung dient“, vereinbaren.

Aufbauend auf dem Erfolg bei der Auffindung des Rheniums wurde die Röntgenspektrographie als vielseitig verwendbare analytische Untersuchungsmethode in großem Umfang in der PTR weiterverwendet. So diente sie Ida Noddack auch dazu, die mehrfach gemeldete „Entdeckung“ des

Elements 93, also eines Transurans, an ihr zur Verfügung gestellten Proben als Irrtum nachzuweisen. In diesem Zusammenhang ist es interessant festzustellen, dass Ida Noddack auf die Behauptung Enrico Fermis, durch Neutronenbeschuss von Uran ein Transuran erzeugt zu haben, erstmalig die Vermutung äußerte, dass dabei auch eine Kernspaltung eintreten könnte. Erst viel später erwies sich diese Vermutung als richtig.

Die Arbeiten auf dem Gebiet der Photochemie hatten zunächst ebenfalls rein wissenschaftliche Ziele, wie die Klärung der Vorgänge beim photographischen Prozess. Zu diesem Zweck war ein spezielles photochemisches Labor eingerichtet worden. Nach 1934 gehörte auch eine umfangreiche Prüftätigkeit zu den Aufgaben dieses Labors, nämlich die Messung der Empfindlichkeit photographischer Negativmaterialien nach DIN 4512, sowie die Ermittlung weiterer photographischer Kennzahlen für Auftraggeber von außerhalb. Eine weitere chemische Prüftätigkeit der PTR war die chemische Resistenzprüfung von Kunststoffen, die später in der PTB fortgeführt wurde, und zwar im Hinblick auf die Verwendbarkeit elektrischer Isolierstoffe in explosionsgeschützten elektrischen Betriebsmitteln.

In Reaktion auf die politische Vorgabe, die Erzeugung von flüssigen Treibstoffen aus deutschen Rohstoffen wie Kohle und Torf zu steigern, wurde ein spezielles schweltechnisches Laboratorium eingerichtet, dessen Aufgabe es war, die bereits bekannten Schwelverfahren auf ihren Wirkungsgrad zu prüfen und neue Verfahren zu entwickeln. Dies war eine Aufgabe, die aus heutiger Sicht nicht so recht in ein metrologisches Staatsinstitut passte.

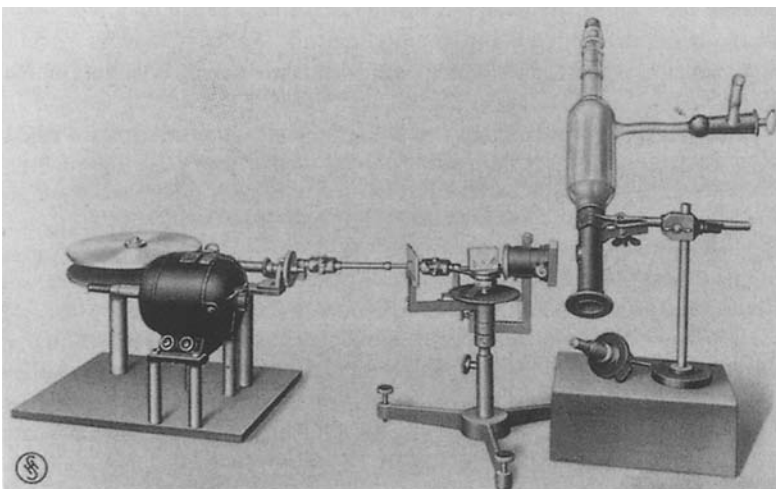


Bild 3:
Röntgenspektroskopisches Gerät, das auch für die chemische Analytik verwendet wurde.

2 Chemie in der PTB

Auch die PTB, die Nachfolgerin der PTR, unterhielt ein chemisches Laboratorium, das in erster Linie für innerbetriebliche Dienstleistungen zuständig war. Aus der großen fachlichen Breite der Aufgaben der PTB-Laboratorien entstanden vielfältige chemische Probleme, die analytische und präparative Arbeiten sowie mannigfaltige chemische Beratungen und Hilfestellungen erforderten. Für die Bewahrung der Spannungseinheit fertigte das Labor Weston-Normalelemente (Cadmium-Quecksilber-Elemente) an, die sich durch hohe zeitliche Spannungskonstanz auszeichneten, bis diese chemische Realisierung der Spannungseinheit von den Josephson-Spannungsnormen abgelöst wurde. Weitere aus einem breiten Spektrum chemischer Aufgaben herausgegriffene Beispiele sind Reinheitsuntersuchungen an Metallen als Temperaturfixpunktmaterialien sowie von Quecksilber zur Realisierung der Druckskale, Staubanalysen im Zusammenhang mit der Messung des radioaktiven Fallouts während der Zeit der weltweiten Kernwaffentests und die Ermittlung der Zusammensetzung von Kohlenwasserstoffgemischen für sicherheitstechnische Belange. Zur Überwachung des für den Kernreaktorbetrieb kritischen Leichtwassergehalts im Schwerwassertank des Forschungs- und Messreaktors der PTB wurde eigens ein Verfahren mit Hilfe der Infrarotspektrometrie entwickelt. Der Massenanteil des Leichtwassers, der normalerweise bei etwa 0,3 % lag, konnte damit mit einer Unsicherheit von 0,02 % bestimmt werden [2]. Die Infrarotspektrometrie wurde als vielseitig anwendbare, leistungsfähige analytische Untersuchungsmethode schon seit dem Aufkommen kommerzieller Geräte in den 1950er Jahren in der PTB genutzt. Die wertvolle apparative Ausrüstung, nach den vorhandenen Möglichkeiten auf neuestem technischem Entwicklungsstand gehalten und später ergänzt durch die Raman-Spektrometrie, wurde auch für wissenschaftliche Forschungsarbeiten eingesetzt, z. B. für Molekülstrukturuntersuchungen [3, 4]

Mit der Einführung der Fouriertechnik der Infrarotspektrometrie in den 1970er Jahren ergaben sich sowohl in der Analytik als auch für die Molekülstrukturuntersuchungen [5] und später in der Festkörperforschung ganz neue Messmöglichkeiten, die auf dem sogenannten Multiplexvorteil der Fourierspektrometrie beruhen, der sich in einem erheblich gesteigerten Signal/Rausch-Verhältnis bzw. stark verkürzten Messzeiten ausdrückt. Im chemischen Labor der PTB stand seit 1973 eines der ersten, dem Stand der Technik entsprechend ausgereiften kommerziellen Infrarot-Fourierspektrometer. Die mit dem Fortschritt der Computertechnik einhergehende rasante Weiterentwicklung

der Infrarot-Fourierspektrometrie und später der Fourier-Raman-Spektrometrie konnte in der PTB durch stetiges Anpassen der apparativen Ausrüstung in den folgenden beiden Jahrzehnten mitvollzogen werden, zum Teil ermöglicht durch die Teilnahme an interessanten, aus Drittmitteln finanzierten Forschungsvorhaben, z. B. in der Hochtemperatursupraleiter-Forschung [6] [7]

In den 1970er Jahren wurden dem chemischen Labor analytisch-messtechnische Aufgaben im Eichwesen übertragen. Mit dem zunehmenden Umweltbewusstsein und der Einführung von Umweltschutzmaßnahmen wurde zur Gewährleistung richtigen Messens bei der Überwachung der Schadstoffemission von Kraftfahrzeugen die Eichpflicht für die dafür verwendeten Abgasmessgeräte eingeführt. Dem chemischen Labor kam dabei die Aufgabe zu, Messgeräte für die Schadstoffkomponenten Kohlenstoffmonoxid, Kohlenwasserstoffe und Stickstoffoxide nach einer Bauartprüfung zur Eichung zuzulassen. Dazu war zunächst die Erarbeitung der wissenschaftlichen Grundlagen der verschiedenen verwendeten Messmethoden erforderlich. Später kam noch die Bauartprüfung und Zulassung der Infrarot-Atemalkoholmessgeräte zur Überwachung des Straßenverkehrs dazu.

Eine wichtige Aufgabe im Zusammenhang mit der analytischen Messtechnik im Eichwesen war die Entwicklung und Bereitstellung von Messnormalen für die Prüfung und Eichung der Messgeräte in Form von Kalibriergasgemischen. Für die Atemalkoholmesstechnik wurde ein Kalibriergasgenerator entwickelt.

3 Metrologie in der Chemie

3.1 Internationale Entwicklung

Die Arbeiten an diesen chemischen Messnormalen können als der Beginn der später sogenannten „Metrologie in der Chemie“ in der PTB angesehen werden – eines neuen Arbeitsgebiets, das Anfang der 1990er Jahre aus dem weltweit zunehmenden Bedarf an zuverlässigen chemisch-analytischen Messungen (im folgenden kurz ‚chemische Messungen‘ genannt) entstand und seitdem von der PTB maßgeblich mitgestaltet wurde. Die fortschreitende Globalisierung von Handel und Wirtschaft und damit verbunden der zunehmende grenzüberschreitende Austausch von Waren und Dienstleistungen erforderten und erfordern weiterhin in großem Umfang zuverlässige und vertrauenswürdige Messergebnisse, z. B. zum Nachweis der Qualität von Produkten oder zur Kontrolle der Einhaltung gesetzlicher oder vereinbarter Grenzwerte, die von den Handels- oder Vertragspartnern ohne aufwändige Kontrollmessungen akzeptiert werden. Chemische Messergebnisse, die darin einen hohen Anteil ausmachen, bilden oft

die Grundlage für wichtige Entscheidungen, z. B. im Umweltschutz, im Gesundheitswesen und bei der Nahrungsmittelsicherheit und müssen daher zuverlässig sein.

Eine wichtige Voraussetzung für Vertrauen in Messergebnisse und damit ihre Akzeptanz ist die Kenntnis der Messunsicherheit, gestützt auf metrologische Rückführbarkeit der Messergebnisse auf die Einheiten des internationalen Einheitensystems (Système International d'Unités, SI), in denen sie ausgedrückt werden. Für die meisten Bereiche des Messwesens ist die Rückführbarkeit und damit auch die internationale Vergleichbarkeit von Messergebnissen seit langem etabliert. Der dafür erforderliche, aus nationalen Normalen bestehende internationale Bezugsrahmen war jedoch für chemische Messungen zunächst nicht vorhanden. Das Bemühen, diesem Mangel abzuweichen und auch für die chemische Analytik einen international anerkannten metrologischen Bezugsrahmen zu schaffen, führte zur Metrologie in der Chemie, der Anwendung metrologischer Grundsätze in der Analytik.

Einige Details aus der Entstehungsgeschichte der Metrologie in der Chemie seien hier erwähnt. In einer Notiz des Internationalen Büros für Maß und Gewicht (BIPM) an das Internationale Komitee für Maß und Gewicht (CIPM) berichtete der Direktor des BIPM, T. J. Quinn, im Juni 1990 über einen Besuch im britischen Laboratory of the Government Chemist (LGC) in Teddington, zu dem er von dessen Direktor A. Williams eingeladen worden war. Dieser hielt eine Verbesserung der internationalen Vergleichbarkeit wirtschaftlich und gesellschaftlich relevanter chemischer und physikalisch-chemischer Messergebnisse für erforderlich und regte an, dass das CIPM ein beratendes Komitee (Comité Consultatif, CC) für das Mol gründet, entsprechend den CC für die physikalischen Fachgebiete. Das neue Komitee sollte internationale Vergleichsmessungen organisieren und einige Schlüssel-Referenzmaterialien auswählen sowie Empfehlungen für deren Verwendung auf höchstem Genauigkeitsniveau geben. Quinn versprach, das Thema im CIPM zu behandeln. Schließlich führte dieser Vorschlag zur Gründung des CCQM, eines speziellen beratenden Komitees für die Basisgröße Stoffmenge (QM: Quantité de Matière). Damit wurde mit dem Aufbau des erforderlichen internationalen metrologischen Bezugsrahmens begonnen, wie er für das physikalische Messwesen seit langem bestand. Kurz vorher hatte EUROMET, die europäische Kooperation bei der Entwicklung von Messnormalen, das neue Subject Field ‚Amount of Substance‘ eingeführt, das sich die internationale Harmonisierung der chemischen Messnormale und ihre Anbindung an die SI-Einheiten zum Ziel gesetzt hatte.

Vor der Gründung des CCQM waren zunächst

Vorbehalte auszuräumen. Zweifel an der Übertragbarkeit des Rückführungskonzepts auf chemische Messungen verzögerten den Fortgang. Nach intensiven Diskussionen zwischen Vertretern der führenden Metrologieinstitute in einer ad-hoc-Arbeitsgruppe wurde das neue beratende Komitee 1993 vom CIPM eingerichtet. Außer den schon genannten Initiatoren Quinn und Williams gehörten auch noch der Direktor des National Institute of Standards and Technology, USA (NIST), J. Lyons, und besonders der Präsident der PTB, D. Kind, der zu der Zeit auch Präsident des CIPM war, zu den Gründervätern des CCQM. Mit R. Kaarls, ehemals Direktor des niederländischen Metrologieinstituts und Mitglied des CIPM, konnte ein hervorragender Präsident für das neue Komitee gewonnen werden, dessen vollständige englische Bezeichnung heute „Consultative Committee for Amount of Substance – Metrology in Chemistry“ ist.

Die zentrale Aufgabe des CCQM war und ist es, den schon erwähnten internationalen Bezugsrahmen für die Rückführung chemischer Messergebnisse auf die SI-Einheiten zu verwirklichen, der aus gegenseitig anerkannten, äquivalenten nationalen Messnormalen in Form von Referenzmaterialien und Referenzmessmethoden besteht. Messnormale sind erforderlich, weil die meisten chemischen Messverfahren kalibriert, also auf Normale bezogen werden müssen (wie auch in anderen Bereichen der Metrologie). Die nationalen Normale bilden in einem Staat die oberste Stufe der Rückführungskette, über die, meist über Zwischenstufen, die Rückführbarkeit auf der Arbeitsebene hergestellt wird. Der Anschluss der nationalen Normale an die SI-Einheiten erfolgt idealerweise mit Primärmethoden. Das sind Methoden, die Ergebnisse mit hoher Genauigkeit direkt in SI-Einheiten liefern, ohne dass ein Bezug auf ein Normal derselben Größe, also eine Kalibrierung, nötig ist [8]. Beispiele für Primärmethoden zur Messung von Stoffmengen eindeutig identifizierter und separierter Substanzen sind Gravimetrie, Titrimetrie und Coulometrie. Meist werden Kombinationen aus kalibrierbedürftigen Verfahren hoher Präzision, Selektivität und Empfindlichkeit mit Primärmethoden, wie z. B. der Gravimetrie, eingesetzt, die damit auch den Rang von Primärmethoden erhalten. Ein Beispiel ist die Isotopenverdünnungs-Massenspektrometrie. Solche Methoden sind wegen ihres hohen Aufwandes in der Regel den nationalen Metrologieinstituten (NMI) oder anderen hoch qualifizierten Laboratorien vorbehalten. Die Äquivalenz der nationalen Messnormale ist eine wichtige Voraussetzung dafür, dass die Messergebnisse der Prüflaboratorien auf der Arbeitsebene (Nutzerebene) international vergleichbar und vertrauenswürdig sind und akzeptiert werden. Auch die Qualitäts-

sicherung in den Laboratorien spielt dabei eine wichtige Rolle. Hier kann die Akkreditierung nach internationalen Normen das Vertrauen in die Messergebnisse erhöhen.

Die große Vielfalt und Komplexität chemischer Messaufgaben stellte bei der Auswahl der erforderlichen Messnormale eine große Herausforderung dar. Eine Besonderheit der Rückführung chemischer Messergebnisse ist, dass neben der Rückführung auf die verwendete SI-Einheit, z. B. die der Massenkonzentration, auch die Rückführung auf die stoffliche Identität notwendig ist. Dieser qualitative Aspekt der chemischen Analytik hat zur Folge, dass die Zahl der erforderlichen Referenzmaterialien als Messnormale mindestens so groß ist, wie die Zahl der Analyte. Da Konzentrationsmessungen desselben Analyten in unterschiedlichen Matrices wegen der Abhängigkeit des Messsignals von den übrigen Komponenten der Probe („Matrixeffekt“) verschiedene Messaufgaben darstellen, steigt die Zahl der benötigten Messnormale noch weiter, denn zur Minimierung des Matrixeffekts sind Referenzmaterialien erforderlich, die in ihrer Zusammensetzung der Probe möglichst nahe kommen. Um den Arbeitsumfang in handhabbaren Grenzen zu halten, hat sich das CCQM zunächst auf die Bereiche der Analytik konzentriert, in denen zuverlässige Ergebnisse am dringendsten benötigt wurden. Dazu gehören vor allem das Gesundheitswesen, die Nahrungsmittelsicherheit und der Umweltschutz.

Zusätzliches Gewicht erhielten die Arbeiten des CCQM, wie auch die der anderen CC, durch die vom CIPM 1999 getroffene Vereinbarung zur gegenseitigen Anerkennung der nationalen Messnormale und der Kalibrierzertifikate, die von den nationalen Metrologieinstituten ausgestellt werden (Mutual Recognition Arrangement, MRA). Das MRA ist gewissermaßen eine Ergänzung zur Meterkonvention, die festlegt, dass die Staaten, die sich auf die Verwendung eines gemeinsamen Einheitensystems, des SI, geeinigt haben, sich zusätzlich vertraglich verpflichten, die nationalen Messnormale und Kalibrierzertifikate anderer Staaten als äquivalent zu ihren eigenen anzuerkennen. Anders als die Meterkonvention wurde das MRA nicht von den Regierungen, sondern von den Metrologieinstituten der Staaten unterzeichnet. Das Ziel des MRA ist es, eine technische Basis für internationale Abkommen zu schaffen, bei denen Messergebnisse eine entscheidende Rolle spielen. Es dient dem Zweck, das Vertrauen in die Zuverlässigkeit von Messergebnissen ganz allgemein und weltweit zu steigern und damit z. B. technische Handelshemmnisse abzubauen, die auf Nicht-Akzeptanz von Messergebnissen beruhen. Während das MRA in den meisten Bereichen der Metrologie eine Erweiterung und Festigung schon bestehender gegenseitiger Akzeptanz von Messnormalen und Kalibrierzertifi-

katen bewirkte, war es der erste Ansatz, ein weltweit anerkanntes Bezugssystem für chemische Messungen zu etablieren. Die praktische Ausgestaltung ist Aufgabe des CCQM.

Das CCQM führt auf den Gebieten höchster Priorität die vom MRA geforderten internationalen Vergleichsmessungen, die so genannten Schlüsselvergleiche (Key Comparisons, KC), an ausgewählten Messnormalen/Messaufgaben durch und testet damit auch die Kalibrier- und Messfähigkeiten (Calibration and Measurement Capabilities, CMC) der beteiligten NMI. Die Vergleichsmessungen schaffen die Vertrauensbasis für die gegenseitige Anerkennung der nationalen Messnormale und Kalibrierzertifikate. Auch hierbei besteht die Aufgabe, eine möglichst repräsentative Auswahl von Schlüsselvergleichen zu treffen und ihre Zahl auf ein handhabbares Maß zu begrenzen. Die KC-Ergebnisse und CMC bilden die metrologische Basis des MRA und sind in einer Datenbank beim BIPM öffentlich zugänglich. Damit können alle interessierten Parteien, z. B. Akkreditierstellen, Regulierungsbehörden und Handelspartner, die Vertrauenswürdigkeit von Messergebnissen einschätzen, die auf die nationalen Normale bezogen sind.

Die praktische Arbeit des CCQM wird in fachspezifischen Arbeitsgruppen geleistet, und zwar in der Arbeitsgruppe (WG) für Gasanalytik (GAWG), für anorganische Analytik (IAWG), für organische Analytik (OAWG), für elektrochemische Analytik (EAWG), für Bioanalytik (BAWG) und für Oberflächenanalytik (SAWG). Die Arbeitsgruppe für Schlüsselvergleiche und CMC-Qualität (KCWG) hat eine Querschnittsfunktion. Die Arbeitsgruppen wählen die analytischen Messaufgaben aus, für die Schlüsselvergleiche benötigt werden. Auswahlkriterien sind der internationale Bedarf an Rückführbarkeit und der mögliche Nutzen für ähnliche Messprobleme. Es wird angestrebt, die KC so auszuwählen, dass sie für möglichst große Bereiche der Analytik repräsentativ sind. Die KCWG koordiniert die KC und steuert den internationalen Evaluierungsprozess der von den NMI vorgelegten CMC, die von den KC-Ergebnissen abgeleitet werden. Zur Beurteilung der Korrektheit der CMC-Angaben werden auch Peer Reviews herangezogen. Die CMC charakterisieren die Qualität der Dienstleistungen, die die NMI zur Etablierung der Rückführbarkeit bzw. zur Weitergabe der SI-Einheiten an die Arbeitsebene erbringen. Deshalb werden sie mit großer Sorgfalt und viel Aufwand überprüft, bevor sie in die Datenbank beim BIPM aufgenommen werden.

Seit Beginn dieser Arbeiten im Jahr 1994 ist die Zahl der KC- und CMC-Eintragungen stark gestiegen. Sie beträgt zurzeit (2011) 150 KC und 4800 CMC in der Kategorie Chemie. Die CMC können Referenzmaterialien sein, die die NMI

für Anschlussmessungen zur Verfügung stellen, als auch Referenzmessverfahren, mit denen Anschlussmessungen und Kalibrierungen durchgeführt werden.

Wertvolle Beiträge zur Entwicklung der Metrologie in der Chemie leistete auch die internationale Initiative „Cooperation on International Traceability in Analytical Chemistry (CITAC)“. Besonders hervorzuheben sind die von CITAC herausgegebenen Leitfäden zur Messunsicherheit und Rückführbarkeit in der chemischen Analytik [www.citac.cc].

3.2 Entwicklung in Deutschland

Für die Entwicklung der Metrologie in der Chemie in Deutschland war es von großem Vorteil, dass die PTB nach der Wiedervereinigung Deutschlands Mitarbeiter der aufgelösten Akademie der Wissenschaften der ehemaligen DDR übernehmen konnte. Der Personalzuwachs ermöglichte 1992 die Einrichtung des neuen Labors „Metrologie in der Chemie“ in der PTB. Als Leiter dieses Labors konnte ein international anerkannter Experte für Massenspektrometrie aus der Akademie gewonnen werden [9]. Seither ist die Massenspektrometrie die wichtigste Messmethode der Metrologie in der Chemie in der PTB [10]. Dabei spielt die Isotopenverdünnungstechnik als potenzielle Primärmethode eine wichtige Rolle. Auch elektrochemische Themen wie die Coulometrie, die pH-Messung und die Messung der elektrischen Leitfähigkeit konnten durch die Personalverstärkung aus der Akademie in Angriff genommen werden. Die Beschaffung der teuren Messausstattung, vor allem der für die Massenspektrometrie, nahm bei den gegebenen Haushaltsmöglichkeiten eine gewisse Zeit in Anspruch und konnte seitdem, dank der hohen Priorität, die die Metrologie in der Chemie in der PTB stets hatte, auf dem Stand der Technik gehalten werden.

Für das Ziel, internationale Vergleichbarkeit auf der Basis von Rückführbarkeit auf die SI-Einheiten zu schaffen, sind in Anlehnung an die bewährten Rückführungsstrukturen in der physikalischen Messtechnik im nationalen Rahmen zwei Einrichtungen erforderlich: ein System von Bezugspunkten in Form von nationalen Messnormalen, möglichst Primärnormalen, das die nationale Bezugsebene (kurz „Referenzebene“) bildet, und ein Weitergabesystem, das die Arbeitsebene mit der Referenzebene verbindet. Beides musste aufgebaut werden. Wegen des Umfangs und der Vielfalt dieser Aufgaben war von vornherein klar, dass sie nicht von der PTB allein bewältigt werden konnten, sondern nur in gemeinsamer Anstrengung mit auf dem Gebiet der chemischen Analytik kompetenten Partnern zu lösen waren. Das Ergebnis der erfolgreichen Zusammenarbeit mit anderen Instituten ist heute ein Netzwerk für die Metrologie in der Chemie, das die nationale Bezugsebene (Referenzebene) für die wichtigsten chemischen Messaufgaben bildet. Bild 4 zeigt die Struktur dieses Netzwerks. Die PTB koordiniert auf der Basis eigener Kompetenz in der chemischen Analytik die Beiträge der vier Partnerinstitute: Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Umweltbundesamt (UBA), Deutsche Vereinte Gesellschaft für Klinische Chemie und Laboratoriumsmedizin (DGKL) und Bundesamt für Verbraucherschutz und Lebensmittelsicherheit (BVL). Die gegenüber dem CIPM benannten Netzwerkpartner nehmen eigenverantwortlich an den Schlüsselvergleichen teil und sichern so die Verbindung zum internationalen Bezugsrahmen.

Die gesamte Rückführungsstruktur zeigt Bild 5. Der Anschluss der Nutzerebene an die nationale Bezugsebene erfolgt über nach ISO/IEC 17025 und ISO Guide 34 akkreditierte chemische Kalibrierlaboratorien, die eine wichtige Vermittler- bzw. Vervielfacherrolle zwischen beiden Ebenen spielen.

Mit dieser Rückführungsstruktur wurde in folgenden Anwendungsbereichen der chemischen Analytik die Rückführbarkeit besonders wichtiger Messungen auf die SI-Einheiten etabliert:

- klinische Chemie und Laboratoriumsmedizin
- Analytik für den Umweltschutz
- Nahrungsmittelanalytik

Auf der Referenzebene werden Methoden eingesetzt, die die Rückführung auf die SI-Einheiten mit möglichst geringer Messunsicherheit ermöglichen. Von besonderer Bedeutung sind dabei die Reinstoffe der BAM als Primärnormalen.

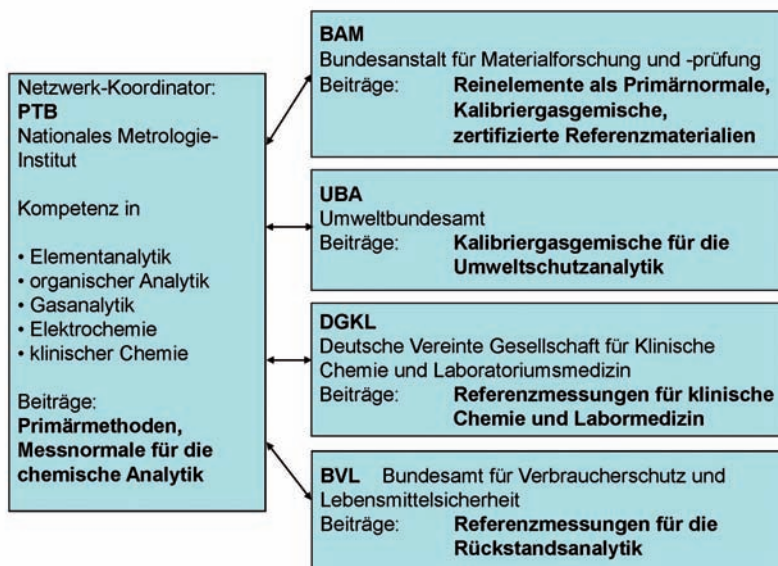


Bild 4: Struktur des Netzwerks auf der nationalen Bezugsebene (Referenzebene) für die chemische Analytik

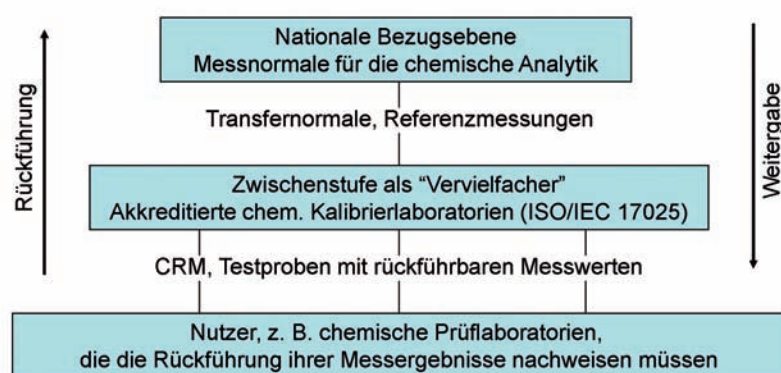


Bild 5:
Gesamte Rückführungsstruktur
für die chemische Analytik

4 Beiträge der PTB auf der Referenzebene der Rückführungsstruktur

Die Forschungs- und Entwicklungsarbeiten zur Metrologie in der Chemie werden hauptsächlich in den Arbeitsgruppen „Anorganische Analytik“ (3.11), „Organische Analytik“ (3.12) und „Elektrochemie“ (3.13) durchgeführt. Das Schwergewicht liegt auf der Entwicklung, Verbesserung und Anwendung analytischer Messverfahren, die die Rückführung auf die SI-Einheiten mit kleinstmöglicher Messunsicherheit ermöglichen. Dazu gehören in der PTB die Isotopenverdünnungs-Massenspektrometrie (IDMS), das Verfahren der Standardaddition, die Gravimetrie, die Titrimetrie und die elektrochemischen Methoden Coulometrie, pH-Metrie und Konduktometrie von Elektrolytlösungen für spezielle analytische Fragestellungen. In der anorganischen und organischen Analytik wird hauptsächlich die IDMS eingesetzt. Darüber hinaus sind weitere Verfahren in der Entwicklung und Erprobung: die oberflächenverstärkte Raman-Spektrometrie in Verbindung mit Isotopenverdünnung sowie die Gasanalytik mit Laserspektrometrie.

Bei den Verfahrensentwicklungen auf der Referenzebene wurden in der PTB bedeutende Fortschritte erzielt, die vor allem in einer Steigerung der Messgenauigkeit (Verringerung der Messunsicherheit) bestehen. Die Verbesserungen beruhen hauptsächlich auf der Verringerung systematischer Abweichungen und damit auf der Verringerung des im Allgemeinen schwer abschätzbaren Beitrags zur Messunsicherheit, der auf unzureichender Kenntnis systematischer Abweichungen beruht. Im Folgenden sollen die wichtigsten Entwicklungsarbeiten kurz beschrieben werden.

Isotopenverdünnungs-Massenspektrometrie (IDMS)

Die IDMS ist auf Elemente anwendbar, die in Form mehrerer Isotope existieren, sowie auf Verbindungen, die Atome mit mehreren Isotopen enthalten [11] und ermöglicht die Messung von Stoff-

mengen, und damit von Analytgehalten, auch in komplexen Matrices mit hoher Genauigkeit. Der noch unveränderten Probe (Originalprobe) wird der Analyt in einer anderen als der natürlichen Isotopenzusammensetzung in bekannter Menge hinzugefügt. Das Häufigkeitsverhältnis (Stoffmengenverhältnis) zweier ausgewählter Isotope wird in der Originalprobe, im Zusatz (Spike) und in der Mischung massenspektrometrisch gemessen (siehe Bild 6), nachdem der gesamte Probenvorbereitungsprozess durchlaufen wurde. Die Auswertung erfolgt mit der folgenden Messgleichung, die hier für den Fall hingeschrieben wurde, dass der Analyt nur aus zwei Isotopen besteht:

$$n_a = \frac{(R_s - R_m)(1 + R_a)}{(R_m - R_a)(1 + R_s)} n_s \quad (1)$$

Darin bedeuten: n_a Stoffmenge des Analyten, n_s Stoffmenge des als Spike hinzugefügten Analyten, R Häufigkeitsverhältnis der beiden Isotope im Spike (Index s), in der Mischung (Index m) und in der Probe (Index a).



Bild 6:
Massenspektrometer mit thermischer Ionenquelle, das in der PTB hauptsächlich zur Messung der Häufigkeitsverhältnisse von Isotopen und damit auch zur Elementanalytik mit der Isotopenverdünnungs-Massenspektrometrie (IDMS) eingesetzt wird.

Da die Häufigkeitsverhältnisse während der Probenvorbereitung wegen des gleichen chemischen Verhaltens der Isotope als unveränderlich vorausgesetzt werden können, auch wenn der Analyt nicht vollständig mitgenommen wird (Wiederfindung < 1), bleibt die Messung stets an die Ausgangsprobe gekoppelt und damit rückführbar. In der PTB (Arbeitsgruppe 3.12, „Organische Analytik“) wurde eine iterative Variante der Kombination der IDMS mit der „reverse“ IDMS entwickelt, die ohne die üblichen einschränkenden Annahmen auskommt und sich durch besonders geringe Messunsicherheit auszeichnet, wiederum durch bessere Kontrolle systematischer Abweichungen [12]. Das Verfahren wird auch als „exact matching“ bezeichnet. Die Bezeichnung rührt daher, dass das IDMS-Experiment nicht nur mit der Probe durchgeführt wird, in der die unbekannte Stoffmenge des Analyten bestimmt werden soll, sondern auch mit einer Vergleichsprobe mit bekannter Analytstoffmenge. Probe und Vergleichsprobe werden mit der gleichen Stoffmenge Spike dotiert. Die Stoffmenge des Analyten in der Vergleichsprobe wird variiert mit dem Ziel, die Häufigkeitsverhältnisse der beiden Isotope in der Probe und der Vergleichsprobe aneinander anzugleichen. Bei Gleichheit ist die Zusammensetzung der Probe gleich der der Vergleichsprobe und damit bekannt. In der Praxis bleibt meist eine Lücke bestehen, die durch Interpolation überbrückt wird. Eine Multiisotopvariante von Gleichung (1) dient der Auffindung eines Anfangswertes für das Vergleichsexperiment. Mit diesem Verfahren lässt sich die Messunsicherheit verringern, da sich das Ergebnis auf ein mit hoher Genauigkeit bekanntes Normal, die Vergleichsprobe, stützt.

Die IDMS wird in der PTB sowohl in der anorganischen als auch in der organischen Analytik eingesetzt. Im Bereich der klinischen Chemie gewinnen so genannte Biomarker für diagnostische Zwecke zunehmend an Bedeutung. Dabei handelt es sich oft um Makromoleküle wie Proteine. Seit solche Moleküle durch enzymatische Spaltung in eindeutiger Weise in kleinere Bruchstücke zerlegt werden können, sind diese für das Gesundheitswesen wichtigen Stoffe auch für die IDMS zugänglich, sodass Schnelltestmethoden mit der IDMS kalibriert werden können. Die PTB ist das erste NMI, das eine solche Kalibrierung anbietet, und zwar für die Konzentrationsmessung des Wachstumshormons Somatotropin im Blutserum, das auch bei der Dopingkontrolle eine Rolle spielt. Das neuartige Messverfahren mit der IDMS wurde gemeinsam mit Ärzten der Medizinischen Klinik (Innenstadt) der Ludwig-Maximilians-Universität in München entwickelt [13].

Im Abschnitt „Spezielle chemisch-analytische Beiträge der PTB zur Neubestimmung der Avogadro-Konstante“ wird ein weiteres interessantes, neuartiges Konzept der IDMS beschrieben.

Standard-Addition

Bei monoisotopischen Analyten ist die IDMS nicht anwendbar. Hier und auch im Falle komplexer Matrix und geringer Konzentration lässt sich eine ähnliche, systematische Abweichungen verringernde Wirkung mit der sogenannten Standard-Addition (Bild 7) erreichen, die in ihrer ursprünglichen Form in der Norm DIN 32633 beschrieben ist. Die Standardaddition erlaubt die Kalibrierung eines Analysenverfahrens unter Verwendung der zu analysierenden Probe. Dadurch wird die das Signal beeinflussende Wirkung der Matrix berücksichtigt (interne Kalibrierung). Der Analyt wird als Kalibriernormal („Standard“), in der Regel in gelöster Form, zu mehreren gleichen Teilproben in steigender Stoffmenge hinzugefügt. Nach Herstellen von Messlösungen durch Auffüllen auf gleiches Gesamtvolumen und Homogenisieren wird das Signal, das insgesamt von dem schon in der Probe vorhandenen Analyten und dem zugefügten Analyten erzeugt wird, gemessen. Im Bereich linearer Abhängigkeit des Signals vom Analytgehalt entsteht beim Auftragen des Signals gegenüber dem aus den Zugaben berechneten Analytgehalten eine Gerade, aus der nach optimaler Anpassung durch Ausgleichsrechnung der Analytgehalt in der Probe ermittelt werden kann. Bei volumetrischer Handhabung von Probe und Kalibriernormal ergibt sich die Massenkonzentration des Analyten in der Probe zu:

$$\beta_p = \frac{a_0 V}{a_1 V_p}, \tag{2}$$

mit: a_0 Ordinatenabschnitt (Signalachse), a_1 Steigung der Ausgleichsgeraden, V Volumen der Messlösung, V_p Volumen der Teilprobe.

In der internationalen Normung wird γ oder ρ anstelle von β als Symbol für die Massenkonzentration benutzt. Wird nicht das Volumen der Teilproben, sondern deren Masse m_p gemessen, lässt sich eine Gleichung (2) entsprechende Gleichung für den Massenanteil angeben:

$$w_p = \frac{a_0}{a_1 m_p}. \tag{3}$$

Die Verwendung der Gleichungen (2) und (3) setzt voraus, dass sowohl alle Probenportionen als auch alle Volumina der Messlösungen exakt gleich sind. In dem von DIN 32633 gewählten Ansatz ist nicht vorgesehen, die tatsächlich auftretenden individuellen Werte zu berücksichtigen. Da Schwankungen unvermeidbar sind, wird das Ergebnis in unkontrollierbarer Weise verändert und die Messunsicherheit vergrößert.

Daher wurde das Verfahren der Standardaddition in der PTB (Arbeitsgruppe 3.11, „Anor-

ganische Analytik“) neu formuliert, sodass alle individuellen Werte rechnerisch berücksichtigt werden können, und in mehreren Schritten weiterentwickelt und vervollkommen. Eine entscheidende Verbesserung (Verringerung der Messunsicherheit) bringt die vollständig gravimetrische Durchführung aller Präparationsschritte. Auch bei diesem „gravimetrischen Ansatz“ [14] lässt sich bei geeigneter Wahl der Signalvariablen und der Gehaltsvariablen eine lineare Beziehung aufstellen und durch Ausgleichsrechnung optimieren. Der Massenanteil des Analyten in der Probe ist durch die Geradenparameter und den Massenanteil w_z des Analyten in der in steigender Menge zugesetzten Kalibriertlösung gegeben:

$$w_p = w_z \left(\frac{a_0}{a_1} \right)_{\text{grav. Ansatz}} \quad (4)$$

Die Geradenparameter haben dieselbe Bedeutung wie in Gl. (2) und Gl. (3) (nämlich a_0 : Achsenabschnitt, a_1 : Steigung), sind aber nicht mit diesen identisch, sondern haben andere Werte und Dimensionen. Anders als bei DIN 32633 sind alle individuellen Massen der Lösungen der Teilproben, der Lösungen der Normalzusätze und der durch Auffüllen erhaltenen Messlösungen in den Werten der Geradenparameter berücksichtigt. Mit dieser Variante des Verfahrens der Standardaddition wird die Messunsicherheit gegenüber DIN 32633 erheblich verringert. Bei der Ermittlung der Messunsicherheit des Analytgehalts der Probe wird auch die Unsicherheit des Analytgehalts des Kalibriernormals berücksichtigt, was beim DIN-Verfahren nicht möglich ist.

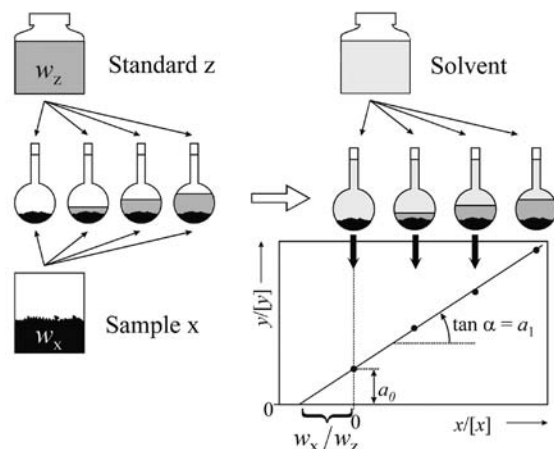


Bild 7: Schematische Darstellung der Arbeitsschritte beim Standardadditions-Verfahren: Präparation der Messlösungen und Auswertung der Messungen

Eine weitere Genauigkeitssteigerung wurde durch Verwendung eines internen Vergleichsnormals und Messung des Verhältnisses der Signale dieses zusätzlichen Normals und des Analyten

erreicht. Mögliche Schwankungen und Driften, die von der Messeinrichtung verursacht werden können, werden durch die Verhältnismessung weitgehend kompensiert. Die Dichte der Messlösungen, die in der Herleitung von Gl. (4) enthalten ist, kürzt sich bei der Quotientenbildung heraus. Damit wird auch die geringe Temperaturabhängigkeit eliminiert, die trotz der gravimetrischen Durchführung aller Präparationsschritte verblieben war.

Am Beispiel der massenspektrometrischen Bestimmung des Gehalts des monoisotopischen Elements Rhodium in einem Automobilkatalysator wurde die Leistungsfähigkeit des Standardadditionsverfahrens eindrucksvoll demonstriert [14]. Als internes Vergleichsnormale diente Indium. Die Messungen wurden sowohl mit einem hochauflösenden ICP-Massenspektrometer als auch mit einem Multikollektor-ICP-Massenspektrometer ausgeführt (ICP: Inductively Coupled Plasma). Eine Neufassung von DIN 32633 ist unter Federführung der PTB in Arbeit.

Raman-Spektrometrie

Die oberflächenverstärkte Variante der Raman-Streuung (Surface-Enhanced Raman Scattering, SERS) verbindet den hohen Informationsgehalt der Schwingungsspektren mit hoher Empfindlichkeit und ist daher für die chemische Analytik von großem Nutzen. Auch hier kann das Prinzip der Isotopenverdünnung angewendet werden. Besonders vorteilhaft ist, dass mit der hohen Verstärkung der Raman-Streuung von Molekülen, die an bestimmten nanostrukturierten Metalloberflächen adsorbiert sind, die Unterdrückung der störenden Fluoreszenz einhergeht und dass die Raman-Spektrometrie auch verschiedene Strukturvarianten eines Analytmoleküls unterscheiden kann.

Mit Hilfe der Raman-Spektrometrie mit Oberflächenverstärkung wurde in der PTB (Arbeitsgruppe 3.11) ein neuartiges Analysenverfahren für die klinische Chemie entwickelt [15]. Es nutzt SERS in Verbindung mit Isotopenverdünnung zur Messung der Kreatinin-Konzentration im Blutserum. Als Spike (internes Normal) wird mit ^{13}C und ^{15}N markiertes Kreatinin zugesetzt, das in einigen Schwingungsfrequenzen vom unmarkierten Analyten unterschieden werden kann. Als metallisches Substrat wird ein Silberkolloid verwendet. Auch elektronenstrahlolithographisch hergestellte nanostrukturierte ($< 10 \text{ nm}$) Goldoberflächen sind gut geeignet. Das Verfahren hat ähnlich wie die IDMS Primärmethodenpotenzial.

Gasanalytik mit Laserspektrometrie

Ein interessantes neues analytisches Messverfahren ist die Gasanalytik mit Hilfe der Laserspektrometrie. Dabei wird die Absorption der Strahlung eines

frequenzabstimmbaren Lasers im Bereich einer Spektrallinie eines Rotations-Schwingungsübergangs des Analytmoleküls mit hoher spektraler Auflösung gemessen. Mit der Verfügbarkeit von Quantenkaskadenlasern können solche Messungen jetzt auch im Grundsprungbereich im mittleren Infrarot durchgeführt werden, was die Messmöglichkeiten gegenüber der bisher verwendeten Nahinfrarot-Diodenlasertechnik erheblich erweitert hat. Der Stoffmengenanteil des Analyten kann im Gültigkeitsbereich des Lambert-Beer'schen Absorptionsgesetzes aus dem gemessenen Absorptionsmaß berechnet werden, wenn die Linienstärke des Rotations-Schwingungsübergangs bekannt ist. Unter dieser Voraussetzung benötigt das Messverfahren keine Kalibrierung und hat damit das Potenzial zu einer Primärmethode.

Für in Datenbanken vorhandene Linienstärken sind meist keine Unsicherheitsinformationen verfügbar. Zur Gewinnung zuverlässiger Ergebnisse ist daher die Ermittlung von Linienstärken analytisch relevanter Gasmoleküle auf der Basis gravimetrisch hergestellter Gasgemische erforderlich. Mit diesem Thema werden sich die Beiträge der PTB vordringlich befassen. Bisher vorgestellte Ergebnisse der PTB (Arbeitsgruppe 3.22, „Metrologische Molekülspektroskopie“) haben die Leistungsfähigkeit der Gasanalytik mit Laserspektrometrie überzeugend unter Beweis gestellt. Stoffmengenanteilmessungen von CO und CO₂ in Stickstoff unter Verwendung von Linienstärkedaten aus der HITRAN-Datenbank zeigen gute Übereinstimmung mit der gravimetrisch hergestellten Zusammensetzung im Rahmen der geschätzten Unsicherheiten der HITRAN-Werte [16, 17].

Elektrochemie

Auch auf dem Gebiet der Elektrochemie leistet die PTB in der Arbeitsgruppe 3.13 „Elektrochemie“ bedeutende Beiträge zur Weiterentwicklung der Messtechnik, die zur Rückführung von Messergebnissen auf die SI-Einheiten benötigt wird. Im Hinblick auf den Bedarf an rückführbaren Messergebnissen in den als vordringlich eingestuften Bereichen sind hier vor allem die pH-Messtechnik, die Ionenanalytik, die Coulometrie und die Messung der elektrischen Leitfähigkeit von Elektrolytlösungen zu nennen.

In einer in der PTB entwickelten pH-Normalmessapparatur wird der pH-Wert von Referenzlösungen mit einem international vereinbarten elektrochemischen Messverfahren gemessen, das eine gute Annäherung an die Definition des pH-Werts ermöglicht. Das zentrale Element der Apparatur ist ein Satz von elektrochemischen Messzellen mit Platin/Wasserstoff-Elektroden und Silber/Silberchlorid-Elektroden in einem hochkonstanten Thermostaten. Die Messapparatur der PTB zählt

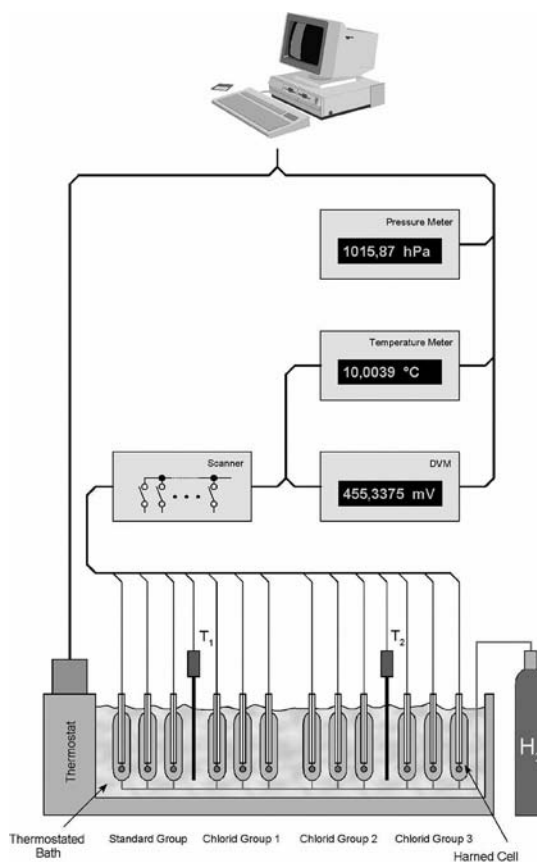


Bild 8: Primärnormal der PTB für die pH-Wert-Messung: schematische Darstellung des Messaufbaus

international zu den genauesten pH-Messplätzen und hat den Status eines Primärnormals. Die damit kalibrierten Pufferlösungen sind als primäre Referenzpufferlösungen die höchsten Bezugspunkte in der Rückführungskette für pH-Messungen in Deutschland. Die Messunsicherheit dieser Lösungen beträgt im pH-Messbereich von 1,6 bis 10,1 bei 25 °C, $U = 0,003$ (Erweiterungsfaktor $k = 2$, Überdeckungswahrscheinlichkeit 0,95) [18].

Eine weitere wichtige elektrochemische Messgröße ist die Aktivität von Ionen. Die Messung der Aktivität von freien Ionen mit ionenselektiven Elektroden ist eine Standardmethode in der Intensivmedizin. Im Rahmen eines europäischen Forschungsprojekts unter Beteiligung der PTB konnte die Unsicherheit solcher Messungen erheblich verringert und damit die Zuverlässigkeit von Diagnosen verbessert werden.

Mit der Coulometrie werden Stoffmengen über die umgesetzte Ladungsmenge mit hoher Genauigkeit SI-rückführbar gemessen. Damit eignet sich die Coulometrie auch zur Reinheitsuntersuchung von Stoffen, die in der Analytik als Reinststoffreferenzmaterialien die Rolle von Primärnormalen spielen, wie z. B. Ursubstanz. Im Gegensatz zu den Reinheitsuntersuchungen, bei denen die Summe der Verunreinigungen gemessen wird, soweit diese bekannt sind, misst die Coulometrie direkt den

Gehalt des Hauptbestandteils in der Probe, ohne dass Kenntnisse über mögliche Verunreinigungen vorliegen müssen. Voraussetzung ist, dass Nebenreaktionen vermieden werden können oder Korrekturen dafür möglich sind. In der Arbeitsgruppe 3.13 wurde ein Messverfahren für hochgenaue, stromgeregelte Coulometrie aufgebaut, das die Kriterien einer Primärmethode erfüllt [19].

Die elektrische Leitfähigkeit von Elektrolytlösungen ist in vielen Bereichen von Technik und Wissenschaft eine nützliche und häufig verwendete Messgröße. Sie ist ein Maß für die Konzentration von Ionen in wässrigen Medien. Als nicht-spezifischer Summenparameter, zu dem alle vorhandenen Ionen beitragen, kann sie z. B. zur Charakterisierung der Qualität von Trink- und Brauchwasser verwendet werden, und in vielen Anwendungsfällen aufwändige analytische Messverfahren ersetzen. Daher rührt der große Bedarf an zuverlässigen Kalibrierlösungen für Leitfähigkeitsmessgeräte.

Die PTB betreibt einen Messplatz, mit dem die Leitfähigkeit über den Lösungswiderstand in einer Messzelle absolut auf die SI-Einheiten rückführbar gemessen wird. Der hierfür benötigte Wert der Zellkonstante wird aus der gemessenen Geometrie der Messzelle bestimmt. Mit dieser Messeinrichtung kann die elektrische Leitfähigkeit von Elektrolytlösungen im Bereich von 0,5 mS/m bis 20 S/m mit einer relativen Standardunsicherheit von 0,2 % bis 0,02 % gemessen werden. Die Hauptanwendung ist die Kalibrierung von Elektrolytlösungen, die als Referenzlösungen für die Weitergabe der Leitfähigkeitseinheit eingesetzt werden. Daraus abgeleitete Kalibrierlösungen dienen auf der Arbeitsebene zur Kalibrierung von Leitfähigkeitsmesszellen und damit zur Sicherung der Rückführbarkeit von Leitfähigkeitsmessungen in der Laborpraxis. Leitfähigkeitsmessungen dienen auch zur Ermittlung des Salzgehalts der Weltmeere. Die PTB koordiniert ein europäisches Forschungsprojekt zur Verbesserung der Rückführbarkeit solcher Messungen [20].

Ein Messplatz für den Leitfähigkeitsbereich von Reinstwasser wurde ebenfalls im Rahmen eines europäischen Forschungsprogramms entwickelt. Die spezielle Durchflussmesszelle mit konzentrisch angeordneten Zylinderelektroden hat eine besonders kleine Zellkonstante. Auch für diese Zellgeometrie kann sie aus geometrischen Messungen präzise bestimmt werden. Die Messzelle befindet sich in einem geschlossenen Kreislauf, um den störenden Einfluss von atmosphärischem Kohlendioxid zu eliminieren. Der Kreislauf wird von einer Reinstwasser-Aufbereitungsanlage gespeist und kann gezielt mit Elektrolyten versetzt werden. Damit lässt sich die elektrische Leitfähigkeit in diesem Extrembereich zwischen 5,5 $\mu\text{S}/\text{m}$ und 15 mS/m einstellen und erstmals auf die SI-Einheiten rückführbar messen [21].



Bild 9:
Mess- und Dosierapparatur für Messungen und Kalibrierungen im Bereich sehr geringer elektrischer Leitfähigkeit (5,5 $\mu\text{S}/\text{m}$ bis 15 mS/m)

5 Spezielle chemisch-analytische Beiträge der PTB zur Neubestimmung der Avogadro-Konstante

Seit einigen Jahren nimmt die Arbeitsgruppe 3.11 (Anorganische Analytik) an dem internationalen Avogadro-Projekt (International Avogadro Coordination, IAC) teil. In diesem Projekt wird die Messung der Avogadro-Konstante an zwei nahezu perfekten Kugeln aus hoch angereichertem ^{28}Si -Einkristallmaterial, genannt „Si28“, von etwa 1 kg Masse durchgeführt und basiert auf der Beziehung

$$N_A = z M / (\rho a^3) . \quad (5)$$

Darin ist $z = 8$ die Zahl der Siliciumatome in der Einheitszelle, M die molare Masse des hoch angereicherten ^{28}Si (Stoffmengenanteil $x(^{28}\text{Si}) > 0,9999$), ρ seine Dichte und a der Gitterparameter des Kristalls. Die Dichte wird aus dem geometrisch ermittelten Kugelvolumen und der Masse der Kugeln berechnet. Das Ziel des Beitrags der Arbeitsgruppe 3.11 ist die Messung der molaren Masse des „Si28“ mit höchstmöglicher Genauigkeit aus den Häufigkeiten der Isotope ^{28}Si , ^{29}Si und ^{30}Si , wobei die letzten beiden nur in geringen Anteilen enthalten sind. Die unzureichende Genauigkeit der Messung dieser molaren Masse war bisher die Schwachstelle des Projekts. Für dieses Messvorhaben wurde ein neuer, auf innovativen Konzepten beruhender Ansatz gewählt.

Statt in der Gasphase an SiF_4 wie bisher [22] wurden die Messungen in der PTB in Lösung

(Natronlauge) mit einem Multikollektor-ICP-Massenspektrometer ausgeführt. Zur Messung der Isotopenhäufigkeiten wurde ein neuartiges IDMS-Konzept entwickelt. Dazu wurde ein virtuelles Element Silicium definiert, das nur aus ^{29}Si und ^{30}Si besteht. Der Massenanteil dieses virtuellen Elements in seiner Matrix, also in dem vollständigen, aus allen drei Isotopen bestehenden Elements Silicium, wurde mit dem IDMS-Verfahren mit hoch angereichertem ^{30}Si als Spike gemessen. Aus dem Massenanteil des virtuellen Siliciums und einem Satz neu aufgestellter Bestimmungsgleichungen können alle drei Isotopenhäufigkeiten berechnet werden. Das neue IDMS-Konzept ist bei dem hoch angereicherten ^{28}Si -Material von besonderem Vorteil, da es die Messung der extrem kleinen Häufigkeitsverhältnisse der Siliciumisotope 29 und 28 sowie 30 und 28 vermeidet. Es ist auch für natürliches Silicium geeignet und wurde daran getestet. Damit wurde erstmalig die IDMS zur Bestimmung einer molaren Masse eingesetzt [23].

Zur Ermittlung der Proportionalitätsfaktoren K zwischen den Verhältnissen der Ionenströme I und den Häufigkeitsverhältnissen R von Isotopenpaaren, z. B. $R(^{30}\text{Si}/^{29}\text{Si}) = K I(^{30}\text{Si})/I(^{29}\text{Si})$, die wegen Massendiskriminierungseffekten von eins abweichen, wurde ebenfalls ein neues, verbessertes Verfahren entwickelt. Damit wurden die K -Werte erstmalig mit exakten analytischen Gleichungen aus den bei der Spektrometerekalibrierung erhaltenen Messdaten berechnet [24].

Der Vorteil des Multikollektorverfahrens gegenüber der bisher hauptsächlich verwendeten sequentiellen Technik ist, dass alle Isotope gleichzeitig erfasst werden. Das ermöglicht wegen des geringeren Einflusses von Driften und Instabilitäten der Messeinrichtung wesentlich genauere Messungen der Häufigkeitsverhältnisse. Gegenüber einem sequentiell arbeitenden ICP-Massenspektrometer wird die Messunsicherheit um drei Größenordnungen reduziert. Das in der PTB entwickelte Verfahren ist auch besser geeignet, Fehler durch Kontamination des hoch angereicherten Siliciums mit natürlichem Silicium zu korrigieren.

Nachdem das neue Verfahren mit der Bestimmung der molaren Masse von natürlichem Silicium erfolgreich getestet worden war, wurde es auf Proben des Kristalls aus hoch angereichertem ^{28}Si angewendet („Si28“). Anfang 2011 wurde das PTB-Ergebnis veröffentlicht [25].

Danach beträgt die molare Masse des „Si28“:

$$M(\text{„Si28“}) = 27,976\,970\,27\,(23)\text{ g mol}^{-1},$$

mit einer relativen Standardunsicherheit $u_{\text{rel}} = 8,2 \cdot 10^{-9}$.

Das ist die bisher genaueste Messung dieser Größe. Als Gesamtergebnis des internationalen

Avogadro-Projekts wurde damit nach Gl. (5) der neue Wert der Avogadro-Konstante erhalten:

$$N_A = 6,02214082(18) \cdot 10^{23}\text{ mol}^{-1},$$

mit einer relativen Messunsicherheit von $3,0 \cdot 10^{-8}$. Damit wurde das gesteckte Ziel einer relativen Unsicherheit unterhalb $2 \cdot 10^{-8}$, das mit der Genauigkeit der in der PTB gemessenen molaren Masse erreichbar gewesen wäre, nicht ganz erreicht. Der Grund sind Verunreinigungen der Kugeloberflächen mit Metallsiliciden aus dem Poliervorgang.

Für die Ermittlung des genauen Wertes für den Gitterparameter des Siliciumkristalls mussten die Restverunreinigungen durch Sauerstoff, Kohlenstoff und Bor, die sich im Kristallgitter befinden, bekannt sein. Diese Untersuchungen wurden ebenfalls von 3.11 durchgeführt. Als Messverfahren diente die Infrarotabsorptionsmessung. Obwohl die gemessenen Konzentrationen sehr niedrig sind und das Reinheitsziel bei der Herstellung des Si-Materials somit erreicht wurde, machen sie Korrekturen am Gitterparameter erforderlich.

Literatur

- [1] Noddack, I.; Noddack, W.: Die Herstellung von einem Gramm Rhenium. *Z. anorg. allg. Chem.* **183** (1929), S. 353–375
- [2] Kirchner, H.-H.: Infrarotspektroskopische Untersuchungen an D_2O und HDO gelöst in organischen Lösungsmitteln. *Z. physik. Chem. NF* **73** (1970), S. 169–183
- [3] Kirchner, H.-H.; Richter, W.: Über die intramolekulare Wasserstoffbrückenbindung phenylsubstituierter Alkohole – Infrarotspektroskopische Untersuchungen. *Z. physik. Chem. NF* **81** (1972), S. 274–285
- [4] Schiel, D.; Richter, W.: Effect of the internal rotation of the OH group on the OH stretching vibrational Raman profile of ethanol in the gas phase. *J. Chem. Phys.* **78** (1983), S. 6559–6562
- [5] Kirchner, H.-H.; Richter, W.: Profilanalyse der OH-Streckschwingungsbanden phenylsubstituierter Alkohole zur Ermittlung der intramolekularen Wechselwirkungen – Infrarot-Fourierspektrometrische Untersuchungen. *Ber. Bunsenges. physik. Chem.* **81** (1977), S. 1250–1262
- [6] Güttler, B.; Dewing, H. L.; Basu, R. N.; Schiel, D.: Quantitative evaluation of the oxygen content in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ epitaxially grown thin films using near-infrared excited Raman spectrometry. *Physica C* **251** (1995), S. 165–170
- [7] Güttler, B.; Richter, W.; Schiel, D.: Materialanalytik für die Mikroelektronik in der PTB – Raman- und infrarotspektrometrische Untersuchungen. *PTB-Mitteilungen* **101** (1991), S. 159–169
- [8] Milton, M. J. T.; Quinn, T. J.: Primary methods for the measurement of amount of substance. *Metrologia* **38** (2001), S. 289–296

- [9] Dube, G.: Metrology in chemistry – a public task. *Accred. Qual. Assur.* **6** (2001), S. 3–7
- [10] Dube, G.; Henrion, A.; Ohlendorf, R.; Richter, W.: Combining Isotope Ratio Monitoring with Isotope Dilution Techniques for High Accuracy Quantification in Organic Chemical Analysis. *Rapid Commun. Mass Spectrom.* **12** (1998), S. 28–32
- [11] Heumann, K. G.: Isotope dilution mass spectrometry (IDMS) of the elements. *Mass. Spectrom. Rev.* **11** (1992), S. 41–67
- [12] Henrion, A.: Reduction of systematic errors in quantitative analysis by isotope dilution mass spectrometry (IDMS): an iterative method. *Fresenius J. Anal. Chem.* **350** (1994), S. 178–181
- [13] Arsene, C. G.; Henrion, A.; Diekmann, N.; Manolopoulou, J.; Bidlingmaier, M.: Quantification of growth hormone in serum by isotope dilution mass spectrometry. *Anal. Biochem.* **401** (2010), S. 228–235
- [14] Rienitz, O.: Messunsicherheit für Standardadditionsverfahren kombiniert mit innerem Standard und gravimetrischer Präparation am Beispiel der Rh-Bestimmung in Automobilkatalysatoren. Tagungsbericht 4. VDI-Tagung „Messunsicherheit praxisgerecht bestimmen“, 12./13. Nov. 2008, Erfurt, ISBN 978-3-98-12624-1-4
- [15] Stosch, R.; Henrion, A.; Schiel, D.; Güttler, B.: Surface-Enhanced Raman Scattering Based Approach for Quantitative Determination of Creatinine in Human Serum. *Anal. Chem.* **77** (2005), S. 7386–7392
- [16] Padilla-Viquez, G. J.; Koelliker-Delgado, J.; Werhahn, O.; Jousten, K.; Schiel, D.: Traceable CO₂-R(12) Line Intensity for Laser-Spectroscopy-Based Gas Analysis Near 2 μm. *IEEE Trans. Instrum. Meas.* **56** (2007), S. 529–533
- [17] Nwaboh, J. A.; Werhahn, O.; Schiel, D.: Measurement of CO amount fractions using a pulsed quantum-cascade laser operated in the intrapulse mode. *Appl. Phys. B* **103** (2011), S. 947–957
- [18] Spitzer, P.; Werner, B.: Improved Reliability of pH Measurements. *Anal. Bioanal. Chem.* **374** (2002), S. 787–795
- [19] Mariassy, M.; Pratt, K. W.; Spitzer, P.: Major Applications of Electrochemical Techniques at National Metrology Institutes. *Metrologia* **46** (2009), S. 199–213
- [20] Seitz, S.; Spitzer, P.; Feistel, R.; Weinreben, S.; Wright, D.; De Bièvre, P.: Metrological traceability of oceanographic salinity measurement results. *Ocean Sci.* **7** (2011), S. 45–62
- [21] Seitz, S.; Manzin, A.; Jensen, H. D.; Jakobsen, P. T.; Spitzer, P.: Traceability of electrolytic conductivity measurements to the International System of Units in the sub mS/m region and review of models of electrolytic conductivity cells. *Electrochimica Acta* **55** (2010), S. 6323–6331
- [22] De Bièvre, P.; Lenaers, G.; Murphy, T. J.; Peiser, H. S.; Valkiers, S.: The chemical preparation and characterization of specimens for “absolute” measurements of the molar mass of an element, exemplified by silicon, for redeterminations of the Avogadro constant. *Metrologia* **32** (1995), S. 103–110
- [23] Pramann, A.; Rienitz, O.; Schiel, D.; Güttler, B.: Novel concept for the mass spectrometric determination of absolute isotopic abundances with improved measurement uncertainty: Part 2 – Development of an experimental procedure for the determination of the molar mass of silicon using MC-ICP-MS. *Int. J. Mass Spectrom.* **299** (2011), S. 78–86
- [24] Mana, G.; Rienitz, O.: The calibration of Si isotope ratio measurements. *Int. J. Mass Spectrom.* **291** (2010), S. 55–60
- [25] Pramann, A.; Rienitz, O.; Schiel, D.; Schlote, J.; Güttler, B.: Molar mass of silicon highly enriched in ²⁸Si determined by IDMS. *Metrologia* **48** (2011), S. S20–S25

Optische Bildgebung in der PTR und der PTB

Egbert Buhr*¹, Fritz Riehle*², Irena Sokólska*³, Werner Mirandé*⁴

Gliederung

- 1 Einleitung
- 2 Optische Abbildung
 - 2.1 Charakterisierung von Abbildungsobjektiven
 - 2.2 Quantitative optische Mikroskopie
- 3 Fotografischer Film als Aufzeichnungsmedium
 - 3.1 Wissenschaftliche Grundlagenuntersuchungen
 - 3.2 Charakterisierung der Bildsysteme
 - 3.3 Medizinische Röntgenfilme
- 4 Vom Film zum Chip
 - 4.1 Digitale Fotografie
 - 4.2 Digitale Röntgenbildgebung
 - 4.3 Medizinische Fluoreszenz-Bildgebung
 - 4.4 Digitale Bildsysteme in der Metrologie
- 5 Rück- und Ausblick
- 6 Danksagungen

1 Einleitung

„Ein Bild sagt mehr als tausend Worte“ lautet ein bekanntes Sprichwort und weist darauf hin, dass mit einem Bild in kürzester Zeit eine große Menge von Informationen über Objekte und Sachverhalte erfasst, gespeichert und weitergegeben werden kann. Bilder zeigen nicht nur das mit dem Auge Wahrnehmbare, sondern visualisieren heutzutage auch für das menschliche Auge verborgene Eigenschaften: Sie zeigen Details von der atomaren Ebene bis zum Weltall, vermitteln Einsichten in menschliche Körper, um Krankheiten zu diagnostizieren, geben ortsabhängige Informationen über verschiedenste Materialeigenschaften, werden in der Industrie zur schnellen Prozesskontrolle und nicht zuletzt in der Metrologie genutzt. In diesem Beitrag stellen wir einige dieser Entwicklungen vor und erläutern, welche Fragestellungen in der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt (PTR) und der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) auf dem Gebiet der optischen Bildgebung bearbeitet wurden und welche wichtigen Ergebnisse die PTR und PTB zu diesem Thema beigetragen haben. Dabei beschränken wir uns auf die optische Abbildung, gehen daher nicht auf andere

Forschungsfelder der PTB zur Abbildung z. B. mit Elektronen-, Kernspinresonanz- oder berührenden Methoden ein.

Die optische Bildgebung nutzt elektromagnetische Strahlung zur Abbildung der Objekte. Während bis zum Ende des 19. Jahrhunderts praktisch ausschließlich sichtbares Licht eingesetzt wurde, kann heute nahezu der gesamte zugängliche elektromagnetische Spektralbereich für die Bildgebung verwendet werden. Diese erhebliche Erweiterung des Frequenzbereichs macht viele der Anwendungen in der heutigen Bildgebung erst möglich. Ein Beispiel ist die moderne Lithographie zur Herstellung von Computerchips, bei der höchstgenaue optische Abbildungen sehr kleiner Strukturen von zentraler Bedeutung sind. Wurde zunächst sichtbares Licht für die Lithographie genutzt, kam später Strahlung im UV-Bereich und – zum Teil noch in der Entwicklung – im DUV- und EUV-Bereich¹ hinzu. Die Lithographie ist auch ein Beispiel aus dem Hochtechnologiebereich, bei dem die PTB mit ihren metrologischen Arbeiten die Industrie bei der Weiterentwicklung der Verfahren und der Qualitätssicherung unterstützt und damit zu deren Wettbewerbsfähigkeit beiträgt.

Mindestens ebenso wichtig für die Entwicklung der optischen Bildgebung war der Übergang vom fotografischen Film zum digitalen Bildsensor, sowie die „digitale Revolution“ mit ihren Möglichkeiten, Bilder ohne Informationsverlust zu speichern, zu analysieren und in kürzester Zeit elektronisch über Datenleitungen zu transportieren. Heutzutage sind digitale Bildsensoren wie CCD- oder aktive CMOS-Chips aus unserem Alltag und aus Wissenschaft und Technik nicht mehr wegzudenken: Sie sind in jeder Digitalkamera eingebaut, werden zur Überwachung, Steuerung und Automatisierung vieler technischer Vorgänge verwendet, und nicht zuletzt ermöglichen sie – eingebaut in Miniatur-Videokameras – in der Medizin die besonders schonenden „Schlüsselloch“-Operationen. Gerade wegen dieser großen und weltweiten Bedeutung sind die Erfinder des CCD-Chips im Jahr 2009 mit dem Nobelpreis für Physik ausgezeichnet worden. Auch die Entwicklungen und Anwendungen im Themenfeld „Bilddetektor“,

*¹ Dr. Egbert Buhr, Fachbereich „Bild- und Wellenoptik“, E-Mail: egbert.buhr@ptb.de

*² Prof. Dr. Fritz Riehle, Abteilung „Optik“, E-Mail: fritz.riehle@ptb.de

*³ Dr. Irena Sokólska, Abteilung „Optik“, E-Mail: irena.sokolska@ptb.de

*⁴ Dipl.-Phys. Werner Mirandé, E-Mail: werner.mirande@ptb.de

¹ DUV: Deep ultraviolet, Strahlung mit Wellenlängen unterhalb von 300 nm; EUV: Extreme ultraviolet, in der Lithographie ist damit Strahlung mit einer Wellenlänge von etwa 13,5 nm gemeint.

angefangen vom Film bis zum digitalen Chip, hat die PTR und PTB mit eigenen Forschungsaktivitäten begleitet und unterstützt.

Ein ebenfalls sehr wichtiger Aspekt, der die moderne optische Bildgebung zum Durchbruch und letztlich auch zum Massengeschäft geführt hat, ist der nach wie vor anhaltende rasante Preisverfall, den wir seit mehr als 40 Jahren bei allen digitalen Produkten beobachten und der ursächlich mit der fortschreitenden Miniaturisierung der Strukturen auf den Chips zusammenhängt. Dieser als „Moore'sches Gesetz“ bekannte Zusammenhang sagt aus, dass sich die Zahl der Bauelemente auf einem Chip alle anderthalb bis zwei Jahre verdoppelt. Dieser Trend hält bis heute an und wird sich nach den Prognosen der Halbleiterindustrie auch noch mindestens bis zum Jahr 2020 fortsetzen. Nur durch diese Miniaturisierung und die damit verbundenen günstigen Preise sind viele der heutigen Anwendungen der optischen Bildgebung bezahlbar und quasi für Jedermann zugänglich geworden: Kostete Anfang der 1990er Jahre eine 1,5 Megapixel-Digitalkamera, die damals in der PTB als Testkamera für Untersuchungen verwendet wurde, umgerechnet etwa zehntausend Euro und war ohne Objektiv mehr als ein Kilogramm schwer, sind heutige Digitalkameras – mit besserer Qualität – als Webcams für dreißig Euro zu haben oder in achtzig Gramm schweren Mobiltelefonen eingebaut.

Die enormen Fortschritte bei den digitalen Bildsystemen eröffnen auch neue Anwendungen und Möglichkeiten für die Metrologie, und selbstverständlich ist gerade dieses Thema für die PTB von großem Interesse. Insbesondere bei metrologischen Anwendungen kann die Optik ihre Vorteile vielfach in vollem Umfang nutzen: Die Wechselwirkung mit Licht ist berührungsfrei, in der Regel zerstörungsfrei und schnell. Außerdem kann man mit optischen Bildern zeitgleich und parallel zweidimensionale Messungen durchführen.

Die in diesem Beitrag vorgestellten Beispiele aus der PTR- und PTB-Arbeit spiegeln viele allgemeine Trends und Entwicklungen im Bereich der optischen Metrologie wider: Die Forderung nach einer möglichst detail- und maßstabsgetreuen Wiedergabe des dargestellten Objekts, einer immer besseren optischen Auflösung und Empfindlichkeit, die Ausdehnung auf andere Spektralbereiche zur Erschließung neuer Anwendungen und die generellen Forderungen nach einer immer genaueren und schnelleren optischen Messtechnik. Die gewählten Beispiele zeigen, wie die quantitative Luftbildfotografie mit ihren populären Anwendungen wie Google Earth™ auf die Verbesserungen der Abbildungseigenschaften von Objektiven zurückgeht (Abschnitt 2.1), wie wichtig die Fortschritte der optischen Mikroskopie zur Messungen kleinster Strukturdimensionen für die Herstellung

immer kleinerer lithographischer Strukturen sind (Abschnitt 2.2), wie die Untersuchung und Charakterisierung fotografischer Filme, speziell von Röntgenfilmen, die medizinische Diagnostik wesentlich verbessert hat (Abschnitt 3) und wie die neuen, immer preiswerteren digitalen Bildaufzeichnungssysteme ganz neue Felder für eine quantitative Metrologie erobern (Abschnitt 4).

2 Optische Abbildung

Auch die moderne optische Bildgebung orientiert sich an den einfachen Prinzipien, auf denen das Auge als natürliches Abbildungsinstrument basiert: Man benötigt eine Linse bzw. ein Objektiv, um ein Bild auf einen lichtempfindlichen Detektor zu projizieren, der die Bildsignale dann verarbeitet und speichert. Von einem guten Objektiv erwartet man, dass es möglichst keine Abbildungsfehler hat und kleinste Strukturen auflöst und dass es zudem kompakt, leicht und preisgünstig herzustellen ist. Die Forderung nach einer möglichst perfekten Abbildung wird trotz großer Erfolge in Wissenschaft und Technologie auch heute noch intensiv bearbeitet. Gegenwärtige Forschungs- und Entwicklungsobjekte sind z. B. asphärische Abbildungselemente, die unter anderem die Fotografie mit akzeptablen Ergebnissen in Mobiltelefonen erst ermöglichen.

Die Forderung, immer kleinere Strukturen darstellen zu können, ist durch den Wellencharakter der optischen Strahlung nur in gewissen Grenzen einlösbar. Diese Erkenntnis geht zurück auf Ernst Abbe, der seit Bestehen der PTR bis zu seinem Tod im Jahr 1905 Kurator der PTR war [1]. Seine Untersuchungen zeigen [2], dass das Auflösungsvermögen – definiert als der Abstand d zwischen zwei gerade noch auflösbaren Details im Bild – durch die Wellenlänge λ der verwendeten optischen Strahlung, den Öffnungswinkel ϑ des Objektivs („Apertur“) und den Brechungsindex n des umgebenden Mediums bestimmt ist:

$$d = \frac{\lambda}{2n \sin \vartheta}.$$

Die Verbesserung des mikroskopischen Auflösungsvermögens bzw. die „Überwindung“ dieser Abbeschen-Auflösungsgrenze ist auch heute noch eine der großen Herausforderungen der modernen optischen Mikroskopie. Im Rahmen der Abbeschen-Theorie hat man dazu nur die drei genannten Parameter zur Verfügung, d. h. Erhöhung der Apertur oder des Brechungsindex, sowie die Nutzung von Strahlung mit kurzer Wellenlänge. Wenn zusätzliches Vorwissen über die abzubildenden Strukturen bekannt ist (z. B. dass es sich um regelmäßige Strukturen handelt, oder um Einzelstrukturen mit einfacher Geometrie), kann man

diese Grenze jedoch unterschreiten. Mit modernen nichtlinearen optischen Ansätzen kommt man noch viel weiter, wie die eindrucksvollen Ergebnisse der so genannten STED-Mikroskopie (Stimulated-Emission-Depletion-Mikroskopie) [3], die auf einer Verbesserung konfokaler Mikroskopie basiert, an biologischen Proben zeigen.

Die PTR und PTB haben zur Unterstützung von Wissenschaft und Industrie Ansätze zur Verbesserung des Auflösungsvermögens in vielfacher Weise begleitet, insbesondere durch die Nutzung immer kürzerer Wellenlängen bis in den DUV- und Röntgen-Bereich hinein, der z. B. mit der „Metrology Light Source“, einer Synchrotron-Strahlenquelle der PTB (Abteilung Temperatur und Synchrotronstrahlung) [4], zugänglich ist.

2.1 Charakterisierung von Abbildungsobjektiven

Bereits Ende des 19. Jahrhunderts wurde die mangelnde Qualität von optischen Komponenten beklagt, die in Fernrohren für die Geodäsie eingesetzt wurden, da es zu großen Fehlern bei Landvermessungen kam. Dieses Problem wurde als sehr wichtig angesehen, tatsächlich war es seinerzeit eines von mehreren Argumenten für die Gründung der PTR [5]. Da zudem durch die schnelle Verbreitung der Fotografie der Bedarf an Objektiven mit erhöhter Lichtstärke und verbesserten Abbildungseigenschaften rapide anstieg, war die Untersuchung der Abbildungsleistung von Objektiven ein Thema, das in der PTR von Anfang an bearbeitet wurde. So wurden im „Chemischen Labor“ der PTR Untersuchungen zur chemischen Widerstandsfähigkeit einer Reihe von optischen Glassorten durchgeführt, und es wurden Objektive hinsichtlich der Abhängigkeit ihrer Brennweite von der Temperatur untersucht [6].

Nach dem zweiten Weltkrieg wurden im Laboratorium für Optik der PTR in Berlin-Charlottenburg und später auch in der Abteilung Optik der PTB in Braunschweig die Arbeiten auf dem Gebiet der Objektivuntersuchungen wieder aufgenommen. So wurde Anfang der 1950er Jahre eine Methode zur Bestimmung des Öffnungsverhältnisses von fotografischen Objektiven unter verschiedenen Bildwinkeln entwickelt und eine Messeinrichtung zur Bestimmung des Helligkeitsabfalls im Bildfeld fotografischer Objektive aufgebaut [7].

Die quantitative Bestimmung des Auflösungsvermögens fotografischer Objektive bildete in der zweiten Hälfte des 20. Jahrhunderts einen Schwerpunkt der PTB-Arbeiten im Bereich der Optik. Es wurde ein neues, noch heute in wesentlichen Zügen eingesetztes Verfahren entwickelt, bei dem die sogenannte Kontrastübertragungsfunktion gemessen wird [8]. Dabei werden mit dem Objektiv unterschiedlich feine Gitterstrukturen

abgebildet und die resultierenden Bildkontraste als Funktion der Gitterfrequenz dargestellt. Ein wichtiger Aspekt dieses Konzepts ist, dass die zur Bildentstehung beitragenden Komponenten einzeln vermessen werden können und die Gesamtwirkung durch Multiplikation der Einzelergebnisse bestimmt werden kann, was die Optimierung eines komplexen Abbildungssystems sehr erleichtert. Dieses Konzept wird Jahrzehnte später für digitale Bildsysteme angepasst und genutzt, um die Einflüsse des Objektivs und des digitalen Bilddetektors getrennt berücksichtigen zu können.

Das Verfahren zur Messung der Kontrastübertragungsfunktion von Objektiven wurde in der PTB um die Messung der lateralen Phase erweitert [9], nunmehr spricht man von der „Optical Transfer Function“ (OTF) [10]. Die Arbeiten der PTB haben maßgeblich zur internationalen Einführung der OTF anstelle älterer Verfahren beigetragen. Mit diesem Verfahren wurden in der PTB die Übertragungsfunktionen z. B. von Kleinbildobjektiven, Fernrohren, Mikroobjektiven oder auch Endoskopen im Rahmen einer intensiven Prüftätigkeit gemessen. Wichtige Parameter waren dabei unterschiedliche Bildwinkel und Bildbereiche, aber auch die Fokussierung und die Untersuchung von Streulichteinflüssen.

Da die Auswertung der OTF-Messungen u. a. sehr rechenintensive numerische Fourieranalysen erfordert, wurden in den 1960er Jahren die damals neuen elektronischen Rechenanlagen eingesetzt. Die PTB hatte dazu 1965 einen programmierbaren ZUSE Z23-Rechner beschafft, eine volltransistorisierte, digitale Rechenmaschine mit 4700 Transistoren und einer Taktfrequenz von 3,5 kHz. Diese Rechenanlage wurde auch für optische Modellrechnungen genutzt und war bis in die 1980er Jahre in Betrieb.

In den 1980er Jahren wuchs das Interesse an der Charakterisierung von Objektiven für die Luftbildfotografie. Dies hing u. a. mit neuen Anwendungen zusammen, da neben der klassischen Luftbildfotogrammetrie für Vermessungszwecke zunehmend Fernerkundungen für Land- und Forstwirtschaft, Landschaftsplanung und Umweltüberwachung durchgeführt wurden. Später kam die damals neue Möglichkeit hinzu, fotografische Luftbildaufnahmen mit entsprechenden Scannern zu digitalisieren und damit für die weitere Verarbeitung leichter zugänglich zu machen. Da sehr hohe Qualitätsanforderungen an Luftbildobjektive gestellt werden (weitgehende Freiheit von Verzeichnung, gleichmäßig hohe Bildqualität auch bei großen Bildwinkeln, nutzbar in einem weiten Spektralbereich, relativ große Apertur, Abbildung aus dem Unendlichen), war die genaue Charakterisierung dieser Objektive von der messtechnischen Seite her eine besondere Herausforderung. Die PTB entwickelte dazu ein neues OTF-Messsystem

(Bild 1). Messungen an Luftbildobjektiven und anderen Referenzobjektiven wurden in der PTB bis in die jüngste Vergangenheit durchgeführt. Was heutzutage in der Luftbildfotografie mit modernen Objektiven in Kombination mit hochauflösenden CCD-Bildsensoren möglich ist, verdeutlicht Bild 2: Sie zeigt eine Aufnahme von Vaihingen/Enz, die im Rahmen von Kamera-Evaluierungstests der Deutschen Gesellschaft für Photogrammetrie, Fernerkundung und Geoinformation (DGPF) entstanden ist.

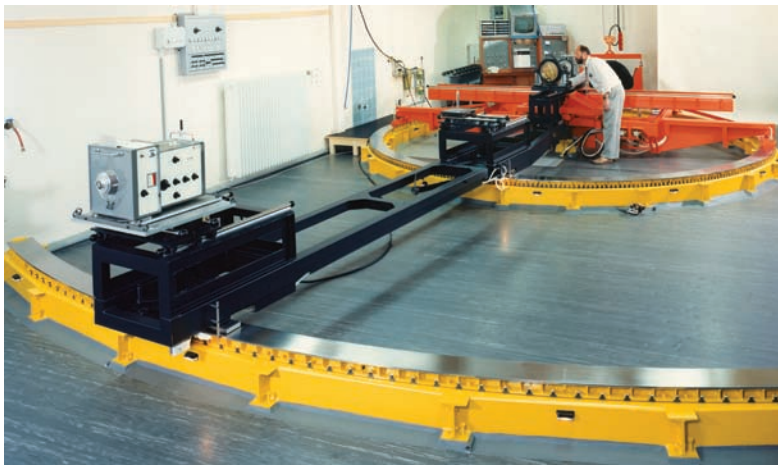


Bild 1:
In der PTB entwickelter Aufbau zur Messung der optischen Übertragungsfunktion (OTF) von Objektiven

Asphärische Linsen („Asphären“) werden zunehmend in modernen Optiken eingesetzt, weil damit optische Baugruppen sehr viel kleiner bei gleichzeitiger Verbesserung der optischen Abbildungsleistung zu realisieren sind. Diese Elemente werden z. B. in kompakten Digitalkameras eingebaut und finden Verwendung in Hochtechnologie-Produkten wie Laser- und Lithographie-Optiken, Projektoren oder Mikroskopen. Für höchste Abbildungsqualitäten müssen die Asphären sehr genau gefertigt sein. Mit modernen Bearbeitungsverfahren kann zwar Material von optischen Oberflächen im Nanometerbereich abgetragen werden, allerdings lässt sich dieses Potential nicht für eine entsprechende Genauigkeit der gesamten Linsenfläche nutzen, weil die dazu notwendige Messtechnik derzeit noch zu ungenau ist. Ein aktuelles Forschungsgebiet der PTB ist daher die genaue und absolute Vermessung solcher asphärischer Oberflächen. Diese Messung stellt vor allem deshalb eine besondere Herausforderung dar, weil herkömmliche Verfahren wie die flächenmessende Interferometrie bei stark gekrümmten Oberflächen versagen. Die PTB engagiert sich daher – im Rahmen des „European Metrology Research Programs“ [11] in Kooperation mit europäischen Partnern – bei der Entwicklung von Messverfahren und Messsystemen zur genauen und rückführbaren Messung asphärischer optischer Oberflächen.

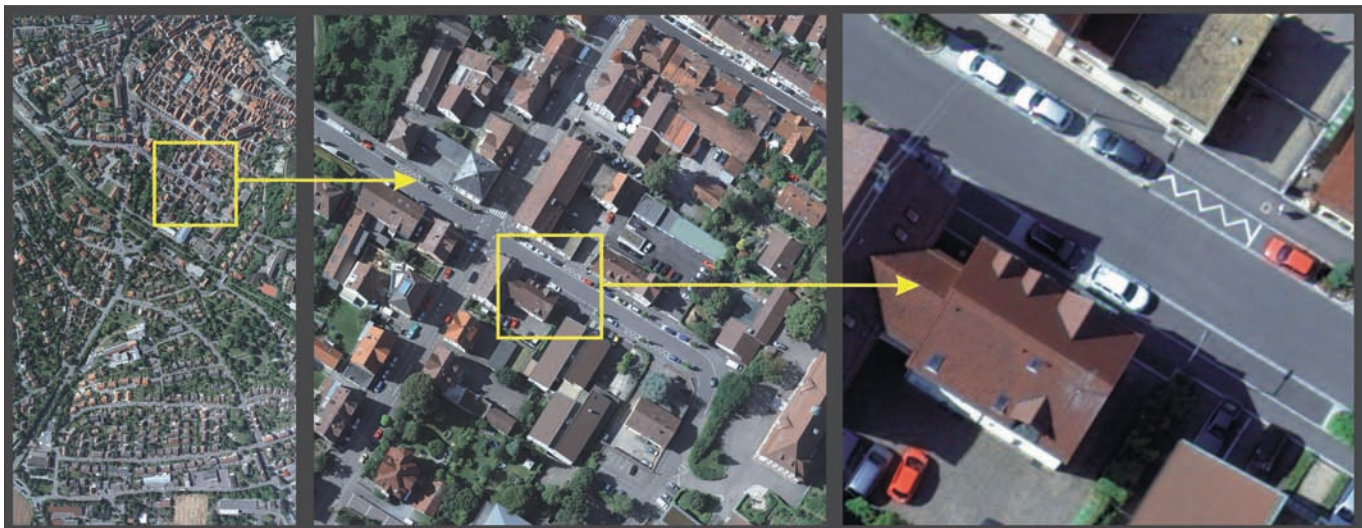


Bild 2:
Luftbildaufnahme von Vaihingen/Enz, Flughöhe ca. 1 km, Auflösung am Boden ca. 10 cm, Kamera: Intergraph/ZI DMC (13800 × 7700 Pixel, 12 Bit Auflösung je Farbkanal und Pixel).
Mit freundlicher Genehmigung des Instituts für Photogrammetrie der Universität Stuttgart

2.2 Quantitative optische Mikroskopie

Die Herstellung mikroelektronischer Schaltkreise mit ihren zunehmend kleiner werdenden Strukturen erfordert eine entsprechende Messtechnik zur Prozess- und Qualitätskontrolle. Es gibt insbesondere einen Bedarf an Messungen mit hoher Wiederholbarkeit und Genauigkeit, um z. B. die Vergleichbarkeit und Austauschbarkeit von Wafern und Photomasken zwischen verschiedenen Fertigungswerken zu gewährleisten. Zur Übertragung der Messergebnisse sind geeignete Normale erforderlich, die wiederum kalibriert werden müssen. Ende der 1970er Jahre lagen die kleinsten Strukturbreiten auf den Wafern noch im Bereich einiger Mikrometer, deren Messung mit damals üblichen Methoden mit vergleichsweise moderatem Aufwand noch zu bewältigen war. Für die quantitativen Kontrollen wurden vornehmlich optische Mikroskope verwendet, wobei einfache Okularmikrometer, aber auch schon komplexere Video-Messsysteme zum Einsatz kamen. Die zunehmende Miniaturisierung erforderte jedoch bald mehr Aufwand, und man stieß an die Grenzen der optischen Mikroskopie.

Die PTB hat daher dieses Thema aufgegriffen und im Jahr 1980 Forschungsarbeiten zur Entwicklung geeigneter Messtechnik und Normale aufgenommen. Es entwickelte sich in der Abteilung Optik der PTB eine eigenständige „Quantitative Mikroskopie“ [12] mit dem Ziel, aus mikroskopischen Aufnahmen möglichst genaue Messwerte der abgebildeten lateralen Strukturdimensionen abzuleiten. Die quantitative Mikroskopie ist in der PTB auch heute noch Gegenstand aktueller Forschung und Entwicklung, wobei immer noch die Halbleiter-Industrie die treibende Kraft ist. Zunehmend werden aber auch in der Fertigungsmesstechnik genaue optische Mikroskopmessungen und kalibrierte Normale im Mikro- und Nanometerbereich benötigt, zum Beispiel für optische Koordinatenmessgeräte. Die PTB-Forschungsarbeiten werden oft zusammen mit den beteiligten Industriepartnern und zusätzlicher Drittmittel-Unterstützung durchgeführt.

Die PTB-Arbeiten im Bereich der optischen Mikroskopie konzentrieren sich auf experimenteller Seite bis heute auf die Verbesserung der Reproduzierbarkeit, die Verringerung der Messunsicherheit sowie die Erhöhung der lateralen Auflösung, auch jenseits der klassischen Abbe-Auflösungsgrenze [13]. Auf theoretischer Seite geht es um ein verbessertes quantitatives Verständnis und eine möglichst genaue Modellierung der mikroskopischen Abbildung. Wichtige Meilensteine der PTB-Arbeiten sind die Erweiterung der quantitativen Mikroskopie in den ultravioletten Spektralbereich [14], die Entwicklung modulierter Dunkelfeld-Verfahren zur Erweiterung des Messbereichs auch

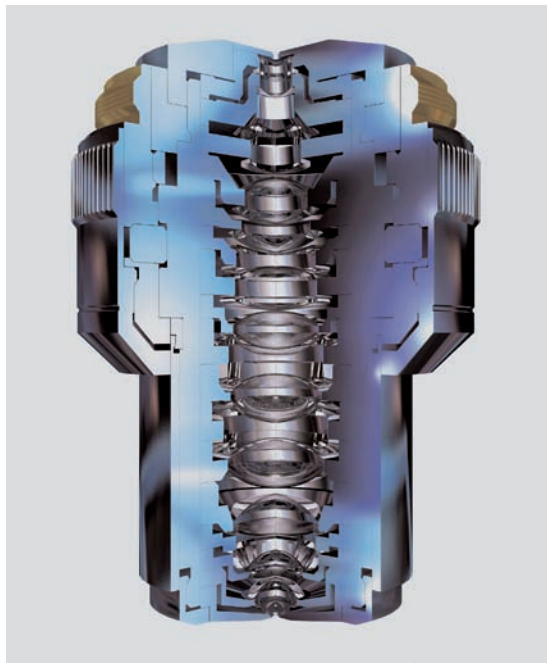
unter die Abbe-Grenze [15], die Erforschung abbildungsfreier Methoden [16] und die Entwicklung und Nutzung sogenannter rigoroser Modelle zur möglichst genauen Simulation der optischen Messungen [17, 18]. Im Folgenden werden einige Höhepunkte der PTB-Arbeiten auf dem Gebiet der quantitativen optischen Mikroskopie im Überblick dargestellt.

Anfangs wurden in der PTB kommerzielle Lichtmikroskope für die quantitative Mikroskopie eingesetzt, wobei zur Bildaufzeichnung zunächst noch ein fotografischer Film verwendet wurde [19]. Um systematische Messabweichungen aufgrund von unvermeidlichen Objektiv-Aberrationen und Bildverzerrungen zu verringern und um eine Rückführung auf die SI-Einheit „Meter“ zu erreichen, wurden die Mikroskope in der PTB erweitert und modifiziert. So wurde das „Objektrasterverfahren“ entwickelt, bei dem das Objekt senkrecht zur optischen Achse mit Hilfe von piezoelektrischen Aktuatoren verschoben und das Bildsignal mit einem photoelektrischen Detektor parallel dazu aufgezeichnet wird [20]. Die Objektverschiebung kann mit einem kalibrierten Längenmesssystem, z. B. einem Laserinterferometer, auf die SI-Einheit „Meter“ rückgeführt gemessen werden.

In der klassischen Lichtmikroskopie ist das Auflösungsvermögen auf bestenfalls etwa $0,4 \mu\text{m}$ beschränkt. Schon sehr früh wurde daher untersucht, wie Mikroskope mit UV-Beleuchtung für eine Verbesserung des Auflösungsvermögens einsetzen werden können. Tatsächlich wurden bereits Anfang des 20. Jahrhunderts solche UV-Mikroskope bis zur Serienreife bei Carl Zeiss in Jena hergestellt [21]. Als Nachteil war aber bald deutlich, dass insbesondere biologische Objekte nach der Anregung mit UV-Strahlung fluoreszieren und zudem verändert oder geschädigt werden können, sodass das Interesse an der UV-Mikroskopie zunächst nachließ. Die UV-Mikroskopie wurde erst im Zusammenhang mit der fortschreitenden Miniaturisierung der Strukturen auf Halbleiterchips „wiederentdeckt“, um den Vorteil einer kurzen Wellenlänge zur Verbesserung der Ortsauflösung bei der Untersuchung der kleinen Strukturen zu nutzen. Daher wurden von der Industrie UV-Mikroobjektive mit hoher numerischer Apertur entwickelt, ein Beispiel zeigt Bild 3. Eine weitere Steigerung des Auflösungsvermögens konnte durch die Verwendung einer Wasserimmersion zwischen Objektiv und Probe erreicht werden.

In der PTB wird aktuell für optische Strukturbreitenmessungen ein von der PTB erweitertes Mikroskop der Firma Carl Zeiss eingesetzt. Das Mikroskop arbeitet mit einer Lichtwellenlänge bei 365 nm . Mit dem Gerät können Strukturbreiten im Bereich von $0,3 \mu\text{m}$ bis ca. $100 \mu\text{m}$ gemessen werden, wobei die erreichbare Messunsicherheit

Bild 3:
Querschnitt durch ein modernes Hochleistungs-UV-Mikroobjektiv für Anwendungen in der Halbleiterindustrie (entwickelt von Fa. Leica Microsystems, vorgestellt im Jahr 2000). Das Mikroobjektiv besteht aus 17 Quarzglas- und Calciumfluorit-Linsen. Arbeitswellenlänge 248 nm, numerische Apertur 0,9. Mit freundlicher Genehmigung von KLA-Tencor.



etwa 20 nm beträgt. Derzeit wird in der PTB ein neues optisches Mikroskop entwickelt, das bei einer Wellenlänge von 193 nm betrieben wird [14]. Bild 4 zeigt das System, das aufgrund der für die Messung an Photomasken notwendigen Staubfreiheit im Reinraumzentrum der PTB aufgestellt ist. Durch die kürzere Wellenlänge und aufgrund eines mechanisch sehr stabilen sowie optisch möglichst idealen Aufbaus soll eine Halbierung der Messunsicherheit auf unter 10 nm erreicht werden.

Um die optische Auflösung weiter zu steigern, wird der Ansatz verfolgt, ganz auf ein Objektiv zur (analogen) Abbildung zu verzichten und stattdessen die von dem Objekt gebeugten Lichtwellen direkt zu vermessen und daraus die gewünschten Objektparameter zu berechnen [16]. Da hierbei

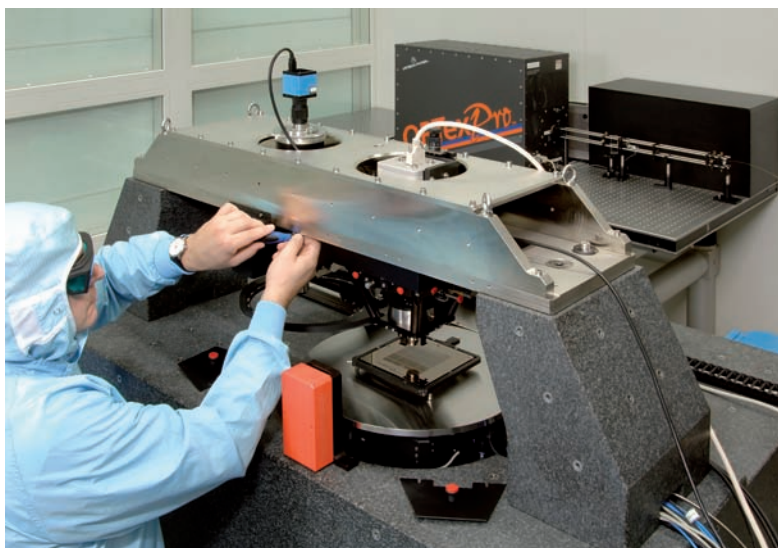


Bild 4:
In der PTB im Aufbau befindliches 193 nm UV-Mikroskop

keine Optik notwendig ist, eignet sich diese Methode insbesondere bei Wellenlängen, für die keine geeigneten Objektive zur Verfügung stehen, z. B. im EUV-Bereich [22]. Dieser Ansatz erfordert die Lösung des sogenannten inversen Beugungsproblems, das aufgrund der fehlenden optischen Phaseninformationen schwierig zu lösen ist und relativ aufwändige mathematische Auswerteverfahren nötig macht [23]. Dieses Verfahren ist noch in der Entwicklung und derzeit nur für periodische Gitterstrukturen anwendbar, bietet aber das Potential, Messungen mit Unsicherheiten deutlich unter 10 nm durchführen zu können.

Die Auswertung der aufgezeichneten Bildprofile wurde in den 1980er Jahren noch auf Basis der sogenannten skalaren Näherung durchgeführt [24], bei der die räumlichen Kohärenzeigenschaften des bei der Mikroskop-Abbildung genutzten Lichts berücksichtigt werden. Diese skalare Näherung stellt bereits eine wesentliche Verbesserung der Abbeschen-Theorie des Mikroskops dar, es zeigt sich aber, dass höhere Genauigkeiten nur möglich sind bei vollständiger Berücksichtigung der Lichteigenschaften, insbesondere auch des Polarisationszustands [17]. Die praktische Umsetzung dieser Erkenntnisse in handhabbare Auswerteverfahren gelang aber erst als hinreichend leistungsstarke Computer und schnelle Software-Implementierungen der Algorithmen verfügbar waren [18]. Auch heute ist die Entwicklung nicht abgeschlossen: Zukünftige wichtige Verbesserungen bei der Modellierung und Auswertung mikroskopischer Aufnahmen zielen auf eine genauere Berücksichtigung von Objektdetails, die Auswertung der kompletten Bildinformation durch Anpassen der geometrischen und optischen Objektparameter unter Berücksichtigung von a-priori-Informationen, sowie die Auswertung von Fokussereien, welche in-situ-Beurteilungen der Mikroskopeigenschaften und genauere Messungen ermöglichen.

3 Fotografischer Film als Aufzeichnungsmedium

Die Entdeckung der Fotografie in der ersten Hälfte des 19. Jahrhunderts hat nahezu alle Bereiche des Lebens nachhaltig beeinflusst: Sie hat Einzug gehalten in Wissenschaft und Technik, Kunst, Medizin, Medien, Unterhaltung, und praktisch alle Menschen nutzen die Fotografie für Erinnerungsfotos im täglichen Leben. Mehr als 150 Jahre lang dienten lichtempfindliche Schichten auf Glas oder Film als Bildempfänger, und erst seit etwa 20 Jahren ersetzen digitale elektronische Systeme den Film.

Wegen der enormen Bedeutung der Fotografie hatte schon die PTR die Thematik „fotografischer Film“ in ihr Aufgabenspektrum aufgenommen.

Das speziell für die Fotografie im Jahr 1927 gegründete „Photochemische Laboratorium“ und die später nachfolgenden Laboratorien für „Wissenschaftliche Photographie“ und „Photographische Informationsverarbeitung“ führten Untersuchungen zum Verständnis und zur Charakterisierung der fotografischen Prozesse von der Belichtung bis zur Entwicklung durch. Ging es zunächst darum, den fotografischen Elementarprozess besser zu verstehen, stand später die Entwicklung von Messverfahren zur genauen Charakterisierung der bildgebenden Eigenschaften im Mittelpunkt. Ein wesentliches Anliegen war die Erarbeitung von breit anwendbaren, genormten Standardverfahren. Diese Arbeiten waren sowohl für die Film- und Fotoindustrie als auch für die Anwender fotografischer Materialien von großer Bedeutung. Ein wichtiger Anwendungsbereich waren die PTB-Untersuchungen zu medizinischen Röntgenfilmen.

3.1 Wissenschaftliche Grundlagenuntersuchungen

Seit den 1920er Jahren sind in der PTR und PTB wissenschaftliche Grundlagenuntersuchungen zum Themenkomplex „Lichtempfindliche fotografische Schichten“ durchgeführt worden. In einer Übersichtsarbeit aus dem Jahr 1937 sind die Ziele dieser Arbeit in prägnanter Form dargestellt [25]: „Das Ziel der photographischen Forschung ist die Deutung der Schwärzungskurve² der photographischen Schichten bezüglich ihrer Form (S-Form, Solarisationsabfall)³ und Lage im Koordinatensystem (Empfindlichkeit)⁴. Die Problemstellung kann folgendermaßen formuliert werden: Wie wirkt das Licht auf die photographische Schicht (latentes Bild)⁵ und weiter: Wie nutzt der Entwicklungsprozess die primäre Lichtwirkung zum Aufbau

des sichtbaren, negativen Bildes aus? Der Verstärkungsfaktor vom latenten Bild auf das entwickelte Negativ beträgt etwa 8–10 Zehnerpotenzen.“

In zahlreichen Publikationen wurden die Ergebnisse dieser Forschungsarbeiten veröffentlicht, z. T. auch in umfangreichen Monographien [26, 27]. Beispielsweise führten Experimente über die Quantenausbeute des fotografischen Elementarprozesses zu Fortschritten im Verständnis des latenten Bildes [28, 29]. Umfangreiche Untersuchungen zur Struktur der fotografischen Emulsion und zum Sensibilisierungs- und Entwicklungsprozess resultierten u. a. in ein besseres physikalisches Verständnis des Verlaufs der Schwärzungskurve und ihrer wesentlichen Einflussgrößen. Bemerkenswert sind ferner Untersuchungen zur Erweiterung des Spektralbereichs in den Röntgen- [30] und in den Infrarotbereich [31]. Ab Anfang der 1960er Jahre wurden Untersuchungsverfahren für Farbfilm entwickelt, und noch bis in die 1970er hinein wurden an der PTB Grundlagenuntersuchungen an Silberhalogenidschichten durchgeführt und dabei u. a. die Quantenausbeute für die Sensibilisierungsvorgänge in Abhängigkeit verschiedener Einflussparameter ermittelt (Bild 5).

3.2 Charakterisierung der Bildsysteme

Da die wichtigste Kenngröße eines lichtempfindlichen Films, ihre Schwärzungskurve, von sehr vielen experimentellen Parametern abhängt, musste man sich schon frühzeitig auf standardisierte Bedingungen einigen, um Ergebnisse vergleichen zu können, aber auch um z. B. Belichtungsparameter für Fotoapparate festlegen zu können. Die PTR und später die PTB haben sich daher sehr stark im Bereich der Normung engagiert, u. a. entstanden unter wesentlicher Mitwirkung der PTR/PTB die zahlreichen Normen der

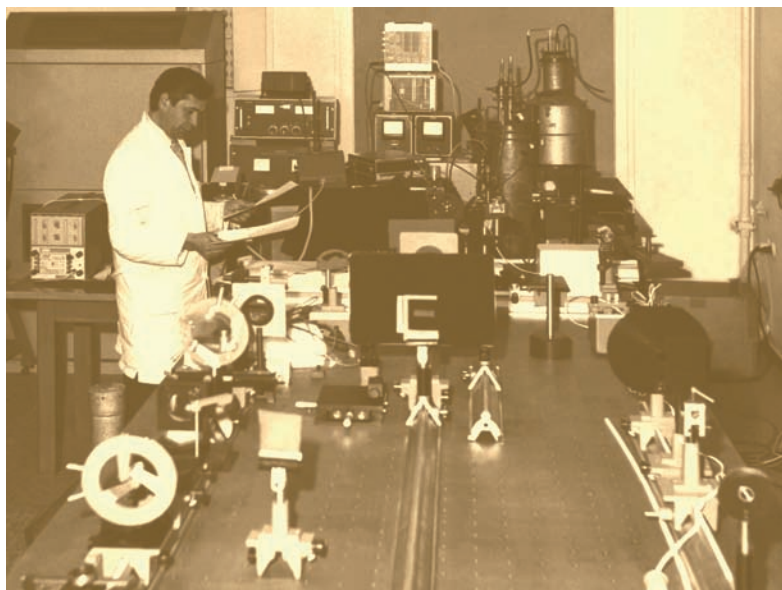


Bild 5: Messungen der Eigenschaften von Silberhalogenid-Schichten bei tiefen Temperaturen (aus den 1970er Jahren)

² Schwärzungskurve: (nichtlinearer) Zusammenhang zwischen der Menge der auftreffenden Strahlung und der hervorgerufenen Filmschwärzung nach der Entwicklung

³ S-Form: typisches Aussehen einer Schwärzungskurve, Solarisation: Abnahme der Filmschwärzung bei sehr starker Belichtung

⁴ „Lage im Koordinatensystem“: Die Empfindlichkeit wird oft an einen bestimmten Wert der Filmschwärzung gekoppelt, die dazu notwendige Belichtung (aufgetragen auf der Abszisse) definiert die Empfindlichkeit.

⁵ Latentes Bild: Das Bild, das nach der Belichtung, aber noch vor der Entwicklung vorhanden ist. Es ist nicht sichtbar und besteht aus sehr kleinen Silberkeimen.

Reihe DIN 4512 für fotografische Materialien. Schon in den 1930er Jahren hatte die PTR in intensiver Zusammenarbeit mit der Deutschen Gesellschaft für fotografische Forschung an der Schaffung solcher normgemäßer Prüfmethode beigetragen, u. a. zur Empfindlichkeit, Körnigkeit, aber auch zum Härtegrad von Fotopapieren. Später hatte die PTB auch in vergleichbaren internationalen Normungsprojekten aktiv mitgearbeitet. Als Ende der 1990er Jahre die Bedeutung fotochemischer Filmmaterialien zurückging und die relevanten Normungsvorhaben soweit abgeschlossen waren, hat die PTB ihre Normungsaktivitäten den neuen digitalen Bildsystemen zugewandt (siehe Abschnitt 4.1 und 4.2).

Im Rahmen dieser Arbeiten sind in der PTR und PTB entsprechende metrologische Geräte wie „Sensitometer“ (zur Belichtung des Films mit einer bestimmten Menge Licht in bestimmter Zeit), „Densitometer“ (zur Messung der Filmschwärzung), aber auch chemische Entwicklungsverfahren entwickelt und realisiert worden. Für Präzisionsmessungen der optischen Dichte ist ein auf dem photometrischen Abstandsgesetz basierendes Photometerbank-System entwickelt worden [32] und speziell für Farbfilme ein sogenanntes Farbdensitometer. Daneben wurden Verfahren zur Bestimmung der Übertragungsfunktion bzw. Ortsauflösung fotografischer Schichten entwickelt und in entsprechenden Messgeräten umgesetzt [33].

Seit 1934 hatten die PTR und die spätere PTB Dienstleistungen auf dem Gebiet der Charakterisierung fotografischen Materialien angeboten. Es wurden vornehmlich Messungen und Prüfungen nach DIN 4512 durchgeführt, d. h. Messungen der Schwärzungskurve und Bestimmung daraus abgeleiteter Kenngrößen wie die Empfindlichkeit. Nach dem Krieg hatte die PTB eine Vereinbarung mit dem „Verband der Deutschen Photographischen Industrie“ über eine Wiederaufnahme der Kontrolle der Empfindlichkeitsangaben fotografischer Filme und Platten nach DIN 4512 getroffen. In der Folgezeit wurde in der PTB eine große Zahl (bis über 300) von derartigen Prüfungen jährlich durchgeführt. Auch Schwärzungsmessungen an Testfilmen sowie Messungen der Schwärzungsverteilung u. a. von Röntgenfilmen hatte die PTB regelmäßig vorgenommen. Aufgrund des großen Bedarfs an solchen Untersuchungen von Seiten der Filmindustrie, aber auch des Verbrauchers (die Stiftung Warentest ließ regelmäßig Farbfilme in der PTB prüfen) wurden diese Dienstleistungen bis in die 1990er Jahre hinein angeboten und durchgeführt, unter anderem auch deshalb, weil es keine anderen unabhängigen Prüflaboratorien gab.

3.3 Medizinische Röntgenfilme

Bereits unmittelbar nach der Entdeckung durch Wilhelm Conrad Röntgen⁶ im Jahr 1895 wurden Röntgenstrahlen für die medizinische Diagnostik eingesetzt. Voraussetzung für eine aussagekräftige Röntgendiagnose ist die Qualität der zugrunde liegenden Röntgenaufnahme, die die relevanten anatomischen Details gut sichtbar wiedergeben soll: Die Qualität des Bildaufnahmesystems ist für die Diagnosefindung von großer, eventuell entscheidender Bedeutung. Hinzu kommt ein zweiter wichtiger Aspekt, der mit der ab 1987 geltenden „Röntgenverordnung“ [34] durch den Gesetzgeber ins Spiel kam: Die Strahlenbelastung für den Patienten, die im Vergleich zur natürlichen Strahlenbelastung durchaus erheblich sein kann. Daher ist nach der Röntgenverordnung die Strahlenexposition des Patienten „soweit einzuschränken, wie dies mit den Erfordernissen der medizinischen Wissenschaft zu vereinbaren ist“, und es ist zu prüfen, „ob die erforderliche Bildqualität mit möglichst geringer Strahlenexposition erreicht wird“. Damit hat die Bestimmung von objektiven Bildqualitätsparametern und der zugehörigen Röntgendosis eine enorme, quasi gesetzliche Relevanz mit Bedeutung für die gesamte Gesellschaft.

Aufgrund dieser großen Bedeutung hat die PTB, wie zuvor schon die PTR, dieses Thema metrologisch bearbeitet und Methoden zur messtechnischen Charakterisierung der bildgebenden Eigenschaften von Röntgenbildsystemen entwickelt. Im Folgenden werden einige dieser Entwicklungen aus dem Bereich der Röntgenfilme vorgestellt; in Abschnitt 4.2 werden die entsprechenden Arbeiten für die neuen digitalen Röntgensysteme präsentiert.

Röntgenaufnahmen wurden von Anfang an mit fotografischen Materialien angefertigt, die im Röntgenbereich allerdings nur eine geringe Empfindlichkeit haben (der Film ist vergleichsweise dünn, die Röntgenstrahlen werden kaum absorbiert). Die PTR hatte daher unmittelbar nach Gründung des Photochemischen Laboratoriums mit Untersuchungen über die Quantenausbeute bei der Wirkung von Röntgenstrahlen auf fotografische Silberschichten begonnen [35]. Zur Verbesserung der Empfindlichkeit wurden auch schon sehr früh Röntgenleuchtstoffe, z. B. das im blauen Spektralbereich fluoreszierende Calciumwolframat, als „Verstärkerfolie“ eingesetzt, wodurch Steigerungen der Empfindlichkeit um einen Faktor von 5 bis 40 erreicht werden konnten [30].

Nach dem zweiten Weltkrieg wurden in der PTB die Arbeiten zur Bildqualität von Röntgenfilmen wieder aufgenommen. Ging es zunächst um die Entwicklung einer genauen Messtechnik zur Ermittlung der Schwärzungskurve von Röntgenfilmen und daraus abgeleiteter Kenngrößen [36, 37],

⁶ Wilhelm Conrad Röntgen war von 1897 bis 1920 Kurator der PTR.

kamen später die wichtigen Bildqualitätsparameter Ortsauflösung [38, 39], Bildrauschen [40] und Quantenwirkungsgrad [41] hinzu.

Das Inkrafttreten der Röntgenverordnung führte in der PTB zur verstärkten Entwicklung von Messtechniken, die nicht nur genau, sondern auch von einer breiten Mehrheit der Beteiligten (Hersteller von Röntgenapparaten, Filmindustrie, Mediziner, Verbraucher, Prüflaboratorien) akzeptiert und anwendbar sein sollten. Die PTB hat sich daher zunehmend in nationalen und später auch in internationalen Normungsgremien für die Standardisierung der Messverfahren eingesetzt und eine Reihe von Normen auf diesem Gebiet maßgeblich mitbestimmt (z. B. DIN 6867, DIN 6868, ISO 5, ISO 9236) sowie zur Validierung der Verfahren entsprechende internationale Vergleichsmessungen organisiert und daran teilgenommen [42, 43, 44].

Zu Beginn des neuen Jahrtausends begann – zumindest in den Hochtechnologie-Ländern⁷ – die breite Ablösung der filmbasierten Röntgentechnik durch digitale Systeme. In der Folge hat die Medizintechnik-Industrie die Weiterentwicklung der analogen Systeme weitgehend eingestellt, sodass auch kein Bedarf an weiteren Forschungsarbeiten bestand. Die PTB konzentrierte ihre Forschungen daher auf die Charakterisierung von digitalen Röntgenbildsystemen (siehe Abschnitt 4.2).

4 Vom Film zum Chip

Digitale Bildsensoren haben gegenüber dem traditionellen fotografischen Film sehr viele und überzeugende Vorteile, die in den letzten 20 Jahren zu einer schnellen und nunmehr fast vollständigen Verdrängung des Films geführt haben: Sie benötigen keine aufwändigen chemischen Entwicklungsverfahren, sie haben eine hohe Lichtempfindlichkeit, sie sind sofort verfügbar, die aufgenommenen Bilder zeigen keine Alterungseffekte, die Anfertigung von Bildkopien gelingt ohne Qualitätseinbußen, sie sind kompatibel mit der digitalen Datenwelt und erlauben so eine schnelle elektronische Verarbeitung und Verbreitung. Digitale Bildsensoren haben neben der Fotografie weitere Anwendungen erobert, angefangen von Wärmebildkameras bis zu Röntgenbildsystemen, und werden inzwischen auch in der Messtechnik zum Beispiel für die ortsaufgelöste Photometrie und Radiometrie eingesetzt. Und es gibt noch eine Menge anderer neuer Anwendungen digitaler Bildsensoren in der Metrologie, da die Systeme weit verbreitet und preisgünstig geworden sind.

4.1 Digitale Fotografie

Die für den Bürger heute häufigste Anwendung digitaler Bildsensoren ist die digitale Fotografie.

Die PTB hatte im Jahr 1992 mit dem Aufkommen erster digitaler Kamerasysteme – bereits in der Voraussicht, dass digitale Systeme einen Markt finden werden, und in konsequenter Weiterführung der Aktivitäten auf dem Gebiet der filmbasierten, analogen Fotografie – Arbeiten zur Untersuchung und Charakterisierung digitaler Bilddetektoren aufgenommen.

Schwerpunkt der PTB-Arbeiten war in den 1990er Jahren die Entwicklung von Messverfahren zur Bestimmung der wichtigsten Bildqualitätsparameter wie Empfindlichkeit, Kennlinie, Bildauflösung und Bildrauschen. Aufgrund des schon damals sichtbaren enormen Fortschritts in diesem Bereich und des rasanten Wachstums bei den Verkaufszahlen war der Zeitdruck groß, hier schnell zu Verfahren zu kommen, die eine Vergleichbarkeit unter den digitalen Kameras erlauben, aber auch den Übergang von den analogen zu den digitalen Systemen für den Nutzer erleichtern. Zum Beispiel sollten Empfindlichkeitszahlen für digitale Kameras definiert werden, die kompatibel mit üblichen ISO-Empfindlichkeitszahlen für Filme waren, damit die bei den Fotografen seit Jahrzehnten bekannten Erfahrungswerte für die Einstellungen der Blende, Belichtungszeit etc. weiterhin genutzt werden können. Die PTB hat hierzu in einem internationalen Team im Rahmen des ISO Technical Committee 42 „Photography“ mitgearbeitet, das zum großen Teil aus Mitarbeitern aus der Fotoindustrie und Fotoverbänden bestand. Im Rahmen dieser Arbeit sind einige grundlegende internationale Normen (u. a. ISO 12232 „Speed“, ISO 12233 „Spatial Frequency Response“, ISO 14524 „Optoelectronic Conversion Function“ und ISO 15739 „Image Noise“) und entsprechende Messaufbauten an der PTB entstanden [45, 46].

Eine direkte Übertragung der für die analoge Fotografie entwickelten Messverfahren war aufgrund der sehr unterschiedlichen Technik nicht möglich. So können beispielsweise die Unterschiede zwischen dem chemischen Entwicklungsprozess bei den Filmen und der Prozessierung der elektrischen Bildrohdaten zum fertigen digitalen Farbbild größer nicht sein. Und es gibt in der digitalen Fotografie deutlich mehr Parameter und Möglichkeiten, das Bild zu beeinflussen.

So ist z. B. die Definition einer „Empfindlichkeit“ – analog zu der für Filme – aufgrund der prinzipiell unbegrenzten „Verstärkung“ der digitalen Bildsignale nicht möglich. Die Lösung dieses Problems war die Definition einer Empfindlichkeit, die an das Bildrauschen bzw. an die Signalsättigung gekoppelt ist („noise based“ and „saturation based“ speed). Eine andere Schwierigkeit bestand bei der Definition geeigneter Parameter zur Beschreibung der Ortsauflösung digitaler Systeme nach den bekannten, auf der linearen Übertragungstheorie basierenden Verfahren: In der digitalen Fotografie

⁷ In Entwicklungs- und Schwellenländern spielen Röntgenfilme noch immer eine große Rolle. So werden z. B. in Indien die Mehrzahl aller Röntgenaufnahmen auch derzeit mit Röntgenfilmen durchgeführt, und zur Qualitätssicherung werden die mit Hilfe der PTB entwickelten Mess- und Prüfverfahren weiterhin eingesetzt bzw. überhaupt erstmals implementiert [57].

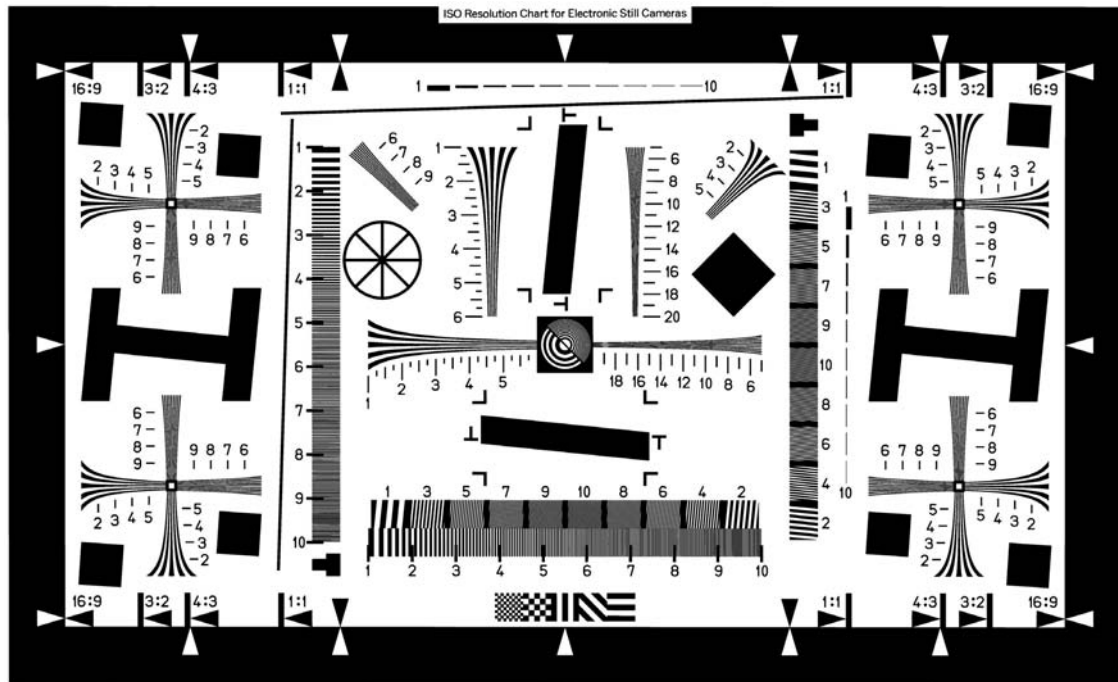


Bild 6:
Genormtes Testbild
(ISO) zur Charakterisierung der Ortsauflösung digitaler Kameras.

werden zur Bildverbesserung nichtlineare digitale Filter angewendet, und es gibt bei digitalen Systemen das Phänomen des „Aliasing“⁸, was eine quantitative Beschreibung der lateralen Auflösung digitaler Systeme erschwert. Das letztendlich auch in der ISO-Normung eingeflossene Verfahren zur Bestimmung der Ortsauflösung basiert auf einer Kantenbildanalyse, bei der zur Verminderung von Aliasing-Artefakten leicht schräg gestellte schwarz-weiß-Kanten abgebildet werden. Das entsprechende ISO-Testbild ist in Bild 6 dargestellt, es enthält neben diesen schrägen Kanten auch eine Reihe anderer Muster z. B. zur Untersuchung von Streulichteinflüssen, Quantifizierung von Aliasing-Effekten oder auch zur rein visuellen Beurteilung.

4.2 Digitale Röntgenbildgebung

Wie in der Fotografie haben sich digitale Bilddetektoren inzwischen auch in der modernen medizinischen Röntgendiagnostik durchgesetzt und werden sowohl für die üblichen Röntgenaufnahmen als auch in der Computer-Tomographie eingesetzt. Die Detektoren bestehen z. B. aus einer für Röntgenstrahlung empfindlichen Szintillationsschicht mit nachgeschalteten photoelektrischen Empfängern.

Bei der messtechnischen Charakterisierung der Bildeigenschaften digitaler Röntgendetektoren bestehen ähnliche Schwierigkeiten wie bei den digitalen CCD-Bildsensoren. Daher konnte bei der Entwicklung von Methoden zur Untersuchung digitaler Röntgendetektoren in sehr effizienter Weise von den Ergebnissen bei den CCD-Bildsensoren profitiert werden. Da bei der medizinischen Röntgenbildgebung der Dosis-Aspekt eine besondere Rolle spielt („erforderliche Bildqualität

bei möglichst niedriger Röntgendosis“), war das wichtigste Anliegen die Definition eines Parameters, der die Bildqualität und die Röntgendosis miteinander verbindet. Wie sich zeigt, ist die sogenannte „Detective Quantum Efficiency“ (DQE) ein Parameter, der dies leistet und eine quantitative Vergleichbarkeit der verschiedenen Bildsysteme ermöglicht [41].

Die DQE koppelt Ortsauflösung, Bildrauschen, Kennlinie und Röntgendosis miteinander. Sie gibt an, wie gut ein Bilddetektor das unmittelbar vor dem Detektor vorhandene Röntgenstrahlungsbild in das entsprechende digitale Bild umsetzt. Zur Messung der DQE werden die vier genannten Parameter bestimmt, wobei zur Beschreibung der Ortsauflösung die so genannte Modulationsübertragungsfunktion herangezogen wird [47]. Die PTB hat in Zusammenarbeit mit europäischen Projektpartnern aus Universitäten und der Medizintechnik-Industrie einen entsprechenden Aufbau zur Messung der DQE realisiert [48]. Die Ergebnisse dieser PTB-Arbeiten sind in die internationale Norm IEC 62220 „Characteristics of digital x-ray imaging devices – Determination of the detective quantum efficiency“ eingeflossen, und die PTB hat entsprechende Messungen an digitalen Röntgenbilddetektoren durchgeführt [49].

In der PTB sind damit die wesentlichen Grundlagen zur Charakterisierung von digitalen Röntgenbilddetektoren erarbeitet worden. Mit dem erfolgreichen Abschluss dieser Arbeiten im Jahr 2005 stellte die PTB ihre Aktivitäten auf dem Gebiet der medizinischen Röntgenbildgebung ein und hat sich verstärkt der metrologischen Nutzung bildgebender optischer Systeme zugewandt (siehe unten).

⁸ Aliasing: Unerwünschte und störende Muster im Bild, die nicht auf dem abgebildeten Objekt vorhanden sind, sondern durch die Überlagerung von Objektstruktur und digitaler Ortsabtastung zustande kommen.

4.3 Medizinische Fluoreszenz-Bildgebung

In der medizinischen Bildgebung gewinnen zunehmend auch optische Verfahren an Bedeutung, z. B. die Nahinfrarot (NIR)-Fluoreszenzbildgebung, die in der PTB (Abteilung Medizinphysik und metrologische Informationstechnik) methodisch weiterentwickelt und zur Diagnostik und Früherkennung von rheumatischen Erkrankungen eingesetzt wird [50]. Das Verfahren nutzt Licht im nahen infraroten Spektralbereich (Wellenlänge: 750 nm) zur differenzierten Abbildung von menschlichem Gewebe. Die Eindringtiefe des NIR-Lichts liegt je nach Gewebeat bei mehreren Zentimetern, wobei die eingesetzten Bestrahlungsdichten als unbedenklich für den menschlichen Organismus gelten. Um zwischen erkranktem und gesundem Gewebe gut unterscheiden zu können, werden zugelassene fluoreszierende Kontrastmittel eingesetzt, die unterschiedlich stark und schnell im gesunden und entzündlich veränderten menschlichen Gewebe aufgenommen werden. Nach der Verabreichung des Kontrastmittels wird die emittierte Fluoreszenzstrahlung mit einer hochempfindlichen CCD-Kamera abgebildet (Bild 7).

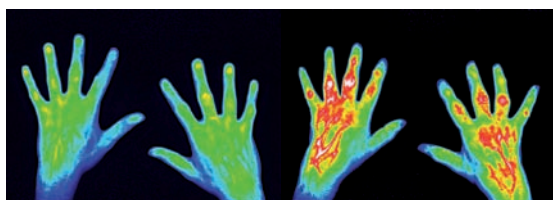


Bild 7:
NIR-Fluoreszenzbildgebung zur Früherkennung von rheumatoider Arthritis (links: Proband, rechts: Patient). Blau bedeutet eine geringe, rot bis weiß eine hohe Fluoreszenzintensität.

Aus metrologischer Sicht muss insbesondere die Vergleichbarkeit der Messungen an verschiedenen Patienten gewährleistet werden, was durch Referenzmaterialien und den Einsatz verschiedener Normierungsverfahren erzielt werden kann. Die Auswahl und Festlegung geeigneter Messgrößen, die sich zur Differenzierung zwischen gesunden und erkrankten Gelenken und für die objektive Diagnose und Therapiekontrolle eignen, ist die metrologische Herausforderung, der sich die PTB stellt.

4.4 Digitale Bildsysteme in der Metrologie

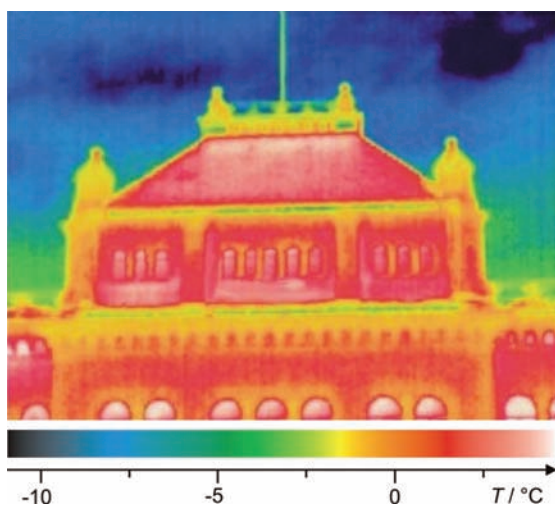
In der optischen Metrologie lässt sich ein allgemeiner Trend beobachten: Konventionelle Einzeldetektoren werden nach und nach durch immer komplexere Matrixempfänger ersetzt, die neben ortsaufgelösten auch zeitaufgelöste Messungen ermöglichen. Für viele dieser modernen bildgebenden Systeme gibt es derzeit aber keinerlei

direkte Rückführung auf die SI-Einheiten und keine anerkannten Prüfverfahren. Diese müssen weltweit erst entwickelt werden, woran sich auch die PTB beteiligt. In diesem Beitrag werden drei Beispiele aus der aktuellen PTB-Arbeit vorgestellt: Ortsaufgelöste Temperaturmessungen mit Wärmebildkameras, die Messung photometrischer und radiometrischer Größenverteilungen und die zweidimensionale Messung der Reflexionseigenschaften optischer Oberflächen.

Bei der Anwendung digitaler optischer Bildsysteme in der Metrologie nutzt man insbesondere drei Vorteile aus: Die hohe Maßhaltigkeit bzw. geometrische Genauigkeit der gefertigten Strukturen auf den CMOS- oder CCD-Sensoren, die berührungslose und über weite Distanzen mögliche Messung und die Möglichkeit der sofortigen und im Prinzip weltweiten Verfügbarkeit der Bild- bzw. Messdaten. Die hohe geometrische Genauigkeit ist bedingt durch den Herstellungsprozess, bei dem ähnliche Verfahren wie bei der Fertigung von Computerchips angewendet werden und der bekanntermaßen Genauigkeiten im Bereich einiger Nanometer erlaubt: Digitale Bildsensoren stellen einen guten zweidimensionalen Maßstab dar, der sich für Geometriemessungen aller Art eignet und z. B. in der Photogrammetrie, Mikroskopie und in der industriellen Bildverarbeitung („machine vision“) erfolgreich eingesetzt wird. Die berührungslose Messantastung ist wichtig für vielfältigste messtechnische Anwendungen in der industriellen Fertigung zur Qualitäts- und Prozesskontrolle. Und die über weite Distanzen mögliche Messung und die sofortige und weltweite Verfügbarkeit der Daten ist Voraussetzung für metrologische Anwendungen im Bereich der Fernerkundung, z. B. der satellitengestützten Wetter- und Umweltüberwachung. Da kameragestützte Bildsysteme heutzutage in einem weiten Spektralbereich von 190 nm bis 15 μm kommerziell verfügbar sind, ergeben sich sehr viele Einsatz- und Messmöglichkeiten.

Bei der berührungslosen Messung von Temperaturen hat die Verfügbarkeit von preiswerten und leistungsfähigen digitalen Infrarotsensor-Arrays zu einem deutlichen Anstieg der bildgebenden Thermometrie (Thermografie) in wichtigen Anwendungsbereichen wie der Gebäudediagnostik (Bild 8), der Instandhaltung z. B. von elektrischen und mechanischen Baugruppen und der industriellen Produktionskontrolle und -steuerung geführt. Eine Thermografiekamera ist ein elektrooptisches System, das die von jedem Objekt ausgesandte Wärmestrahlung in einem eingeschränkten Infrarot-Spektralbereich nachweist und als ein Feld von Strahlungstemperaturen darstellt. Wesentlich für die Qualität solcher Kameras ist der Wärmestrahlungsdetektor. Bei sehr hochwertigen Kameras und insbesondere bei der Erdfernerkun-

Bild 8:
Beispiel einer
Thermografie-Auf-
nahme des Werner-
von-Siemens-Baus
der PTB.



dition kommen oftmals gekühlte Halbleiter-Fotodetektoren zum Einsatz, da sie eine kleinstmögliche Temperatur- und Ortsauflösung ermöglichen. Einen weiten Anwendungsbereich hat sich die Thermografie durch die Entwicklung von vergleichsweise preiswerten Mikrobolometer-Arrays als ortsauflösende ungekühlte thermische Empfänger erschlossen. Mikrobolometer-Arrays enthalten heute mehrere 100 000 Einzelbolometer-Empfänger mit einer typischen Größe von $25 \mu\text{m} \times 25 \mu\text{m}$ bei einer Temperaturauflösung von einigen 10 mK. Die PTB trägt diesen neuen Entwicklungen in der berührungslosen Temperaturmessung Rechnung, indem sie zur Zeit großflächige Temperaturstrahler, die eine vollständige und definierte Ausleuchtung des Gesichtsfeldes von Thermografiekameras mit genau bekannter Temperaturstrahlung ermöglichen, zur Prüfung und Kalibrierung von Kameras untersucht und charakterisiert. Um den sehr hohen Anforderungen bezüglich Temperaturauflösung und Kalibrierunsicherheit bei der bildgebenden Infrarot-Erdfernerkundung gerecht zu werden, wurde in der PTB (Abteilung Temperatur und Synchrotronstrahlung) ein Messplatz entwickelt, der es erlaubt, Instrumentierungen für die Erdfernerkundung auf der Grundlage von Temperaturstrahlung unter Vakuum und in gekühlter Umgebung, also unter anwendungsnahen Bedingungen, zu kalibrieren [51].

Digitale Kameras eignen sich besonders für die orts aufgelöste Messung photometrischer und radiometrischer Messgrößen. Solche Systeme werden bereits bei der Produktcharakterisierung von Lampen und Leuchten (Vermessung des Strahlenkörpers), zur Bewertung von Beleuchtungsstärke-Verteilungen (z. B. Autoscheinwerfer) oder in der Prozesskontrolle eingesetzt. Zur Untersuchung dieser Systeme werden in der PTB (Abteilung Optik) neue rückführbare Mess- und Bewertungsverfahren für kameragestützte Messsysteme entwickelt. Dazu werden Messplätze, die zunächst zur Kalibrierung von Einzel-Photoemp-

fängern entwickelt wurden, mit Referenzkameras und – mit an die Kameramesstechnik angepassten – Leuchtdichte- und Strahldichtenormalen ausgestattet. Die metrologischen Schwierigkeiten liegen in den Problemen der physikalisch transparenten Bewertung des Strahlungstransfers zwischen Quelle und CCD-Sensor, in den Besonderheiten der pixelierten Halbleiterstruktur mit wellenlängen-, orts- und zeitabhängigen Korrelationen zwischen den Pixeln und in der hard- und softwareabhängigen Auswertung.

Zur Messung der optischen Reflexionseigenschaften von Oberflächen unter beliebigen, aber definierten Beleuchtungsbedingungen sind digitale CCD-Bildempfänger ebenfalls gut geeignet, da hier metrologische Daten schnell und im großen Umfang zu erfassen sind. Für diese Messaufgabe wurde in der PTB (Abteilung Optik) ein Gonioreflektometer [52] mit einem photometrischen Kamerasystem entwickelt. Es können damit zweidimensionale Leuchtdichteverteilungen mit einer räumlichen Auflösung von etwa $30 \mu\text{m}$ unter nahezu beliebigen Einstrahl- und Abstrahlrichtungen automatisch, schnell und mit hoher Reproduzierbarkeit gemessen werden (Bild 9). Eine weitere CCD-Kamera ermöglicht die Aufnahme eines breiten Spektralbereichs und damit eine hochgenaue Messung der Farbkoordinaten in beliebigen Messgeometrien innerhalb weniger Minuten. Ein Anwendungsbeispiel sind Effektpigment-Beschichtungen, die aus verschiedenen Blickwinkeln unterschiedliche Farben zeigen. Diese Pigmente finden zunehmend Eingang in verschiedenste industrielle Bereiche wie z. B. Automobil-, Kunststoff-, Papier- und Druckindustrie. Dabei ist es für die Industrie schwierig und aufwendig, innerhalb des Herstellungsprozesses vom Pigment bis hin zum fertigen Produkt eine möglichst gute Reproduzierbarkeit zu garantieren. Dieser neue Messplatz wird insbesondere für moderne industrielle Oberflächen, Farben und Lacke Anwendung finden.



Bild 9:
Leuchtdichte des Hologramms eines 50-€-Geldscheines in Falschfarbendarstellung gemessen in gerichtet-gerichteter Geometrie (Beleuchtungseinfallswinkel: -6° , Reflexionswinkel: 15° , jeweils zur Flächennormale).

5 Rück- und Ausblick

In diesem Beitrag haben wir gezeigt, wie die PTR und PTB die Metrologie der optischen Bildgebung über die letzten 125 Jahre in Forschung, Anwendung und Normung begleitet haben. Die bearbeiteten Aufgabenschwerpunkte waren dabei einem kontinuierlichen Wandel unterworfen. Während in der Anfangszeit der PTR besonders die Bilderzeugung im fotografischen Film und die Charakterisierung von Objektiven im Vordergrund stand, führt gegenwärtig z. B. die breite Verfügbarkeit von preiswerten CCD-Chips und asphärischen Optiken dazu, dass ganz neue metrologische Anwendungsbereiche möglich werden. Wir zeigten an Beispielen, wie die PTR und PTB neue Aufgaben aufgenommen und sich nach wissenschaftlicher und normativer Bearbeitung aus diesen Bereichen auch wieder zurückgezogen haben, um sich neuen Herausforderungen stellen zu können. In der optischen Bildgebung – wie auch in anderen Feldern – musste die PTB dabei die zukünftigen Entwicklungen und Möglichkeiten vorausahnend abschätzen, um die Metrologie für Anwender aus Wissenschaft und Industrie rechtzeitig zu entwickeln und verfügbar machen zu können. Im diskutierten Beispiel der digitalen Fotografie bedeutete dies beispielsweise, dass sie sich zu einer Zeit mit den unhandlichen und extrem teuren elektronischen Kameras der ersten Generation beschäftigen musste, wo Firmengeheimnisse und technologische Parallelentwicklungen die Entwicklung angepasster und geeigneter Messverfahren erschwerten.

In der heutigen Informationsgesellschaft ist die schnelle Visualisierung von Informationen ein wichtiges Element. Hierfür sind die rasanten technischen Fortschritte in der Erfassung, Verarbeitung, Übertragung und Darstellung von Bildinformationen eine wesentliche Voraussetzung. Auch zukünftig ist zu erwarten, dass sich die technologischen Trends hin zu kompakten, kostengünstigen, mobilen und energieeffizienten Bildsystemen fortsetzen werden. Zudem werden immer mehr Funktionen, hardwarenahe Auswertungen und zusätzliche Sensordaten implementiert, mit denen dann nicht nur Visualisierungen, sondern auch Entscheidungen für automatisierte Abläufe vorbereitet bzw. getroffen werden. Optoelektronische Bildsysteme finden daher ständig neue Anwendungen in den verschiedensten Bereichen, z. B. Gesundheitswesen, Produktion, Verkehr und Sicherheit, Energie und Umweltschutz, Informations- und Kommunikationstechnik und in der Unterhaltungsbranche [53].

Hierbei stellen sich viele Herausforderungen, die z. T. weit über die klassische Bildgebung hinausgehen und bei denen auch die Metrologie zur Unterstützung gefordert ist. Beispiele [53] sind

achromatische Mikrooptiken, hybride Optiken als Kombination aus refraktiven und diffraktiven Elementen, optische Freiformflächen, multispektrale Bildaufnahmen, Bildverbesserung für erhöhten Informationsgewinn, 3D-Bildgebung, schnelle und intelligente Bilddatenauswertung zur Merkmalerkennung und für „messende Werkzeuge“, Kombination verschiedener Sensoren und vieles mehr: Stoff genug für viele zukünftige Themenfelder der PTB in der optischen Bildgebung!

Auch im Bereich der Grundlagenforschung dürfte die optische Bildgebung in Zukunft noch ein aussichtsreiches metrologisches Arbeitsfeld der PTB bleiben: Obwohl bei den vorhandenen optischen Systemen in vielen Bereichen die klassische Abbesche-Auflösungsgrenze technologisch längst erreicht wird, wird gegenwärtig erforscht, in welchen Bereichen und mit welchen Mitteln sich diese Grenze reduzieren oder sogar unterschreiten lässt. Beispielsweise eröffneten die jüngst entwickelte 4π - [54] oder die STED-Mikroskopie [3] neue Möglichkeiten, um Details und Vorgänge in lebenden Zellen zu untersuchen. Speziell geschneiderte Lichtfelder [55] und die Anregung aus einem möglichst großen Raumwinkel [56] lassen Auflösungen deutlich unter die Abbesche-Grenze erwarten. Damit eröffnen sich neue Anwendungsmöglichkeiten der Optik in der Nanometrologie, z. B. für die Nanopartikel-Messtechnik.

6 Danksagungen

Die Autoren danken ihren PTB-Kollegen für die freundliche Unterstützung bei der Erstellung dieser Arbeit: D. Bergmann, B. Bodermann, B. Ebert, G. Ehret, K.-O. Hauer, D. Hoeschen, J. Hollandt, A. Höpe, H.-U. Löhr, R. Macdonald, M. Schulz, A. Sperling.

Literaturverzeichnis

- [1] *Cahan, D.*: Meister der Messung. Die Physikalisch-Technische Reichsanstalt im Deutschen Kaiserreich. Bremerhaven: Wirtschaftsverlag NW, 2011.
- [2] *Abbe, E.*: Beiträge zur Theorie des Mikroskops und der mikroskopischen Wahrnehmung (I-IV). Archiv für mikroskopische Anatomie. 9 (Beiträge aus dem Jahr 1873), S. 413–468, <http://dx.doi.org/10.1007/BF02956173>.
- [3] *Hell, S. W. und Wichmann, J.*: Breaking the diffraction resolution limit by stimulated emission: stimulated-emission-depletion fluorescence microscopy. *Optics Letters*. 19, 1994, S. 780–782.
- [4] *Klein, R.; Brandt, G.; Fliegauf, R.; Hoehl, A.; Müller, R.; Thornagel, R. und Ulm, G.*: The Metrology Light Source operated as a primary source standard. *Metrologia*. 46, 2009, S. 266–271.
- [5] *Huebener, R. und Lübbig, H.*: Die Physikalisch-Technische Reichsanstalt: Ihre Bedeutung beim Aufbau

- der modernen Physik. Wiesbaden: Vieweg+Teubner, 2011.
- [6] *Brodhun, E.*: Optik, aus: *Scheel, Karl* u. a.: Die Physikalisch-Technische Reichsanstalt: Fünfundzwanzig Jahre ihrer Tätigkeit. Die Naturwissenschaften. **1**, 1913.
- [7] *Dziobek, W.*: Über den Helligkeitsabfall photographischer Objektive. Zeitschrift für wissenschaftliche Photographie. **46**, (1951), S. 3.
- [8] *Rosenhauer, K.* und *Rosenbruch, K. J.*: Ein Verfahren zur Messung der Kontrastübertragungsfunktion photographischer Objektive. Optica Acta. **4**, (1957), S. 21–30
- [9] *Rosenhauer, K.* und *Rosenbruch, K. J.*: Messung der Übertragungsphase mit dem Gittertestverfahren. Journal of Modern Optics. **6**, (1959), S. 234–251
- [10] *Rosenhauer, K.* und *Rosenbruch, K. J.*: The measurement of the optical transfer functions of lenses. Reports on Progress in Physics. **30**, (1967), S. 1–25
- [11] European Metrology Research Programme (EMRP). <http://www.emrponline.eu/>. [Online]
- [12] *Bodermann, B.*; *Buhr, E.* und *Mirandé, W.*: Quantitative Mikroskopie: Dimensionelle Messtechnik an Mikro- und Nanostrukturen. PTB-Mitteilungen **113**, (2003), S. 9–17
- [13] *Bodermann, B.*; *Buhr, E.*; *Ehret, G.*; *Scholze, F.* und *Wurm, M.*: Optical metrology of micro- and nanostructures at PTB: Status and future developments. Proc. SPIE. 7155, (2008), S. 71550V
- [14] *Ehret, G.*; *Pilarski, F.*; *Bergmann, D.*; *Bodermann, B.* und *Buhr, E.*: A new high-aperture 193 nm microscope for the traceable dimensional characterization of micro- and nanostructures. Meas. Sci. Technol. **20**, (2009), S. 084010-1–084010-10
- [15] *Ehret, G.*; *Bodermann, B.* und *Mirandé, W.*: Quantitative linewidth measurement down to 100 nm by means of optical dark-field microscopy and rigorous model-based evaluation. Meas. Sci Technol. **18**, (2007), S. 430–438
- [16] *Wurm, M.*, *Pilarski, F.* und *Bodermann, B.*: A new flexible scatterometer for critical dimension metrology. Rev. Sci. Instrum **81**, (2010), S. 023701-1-023701-8
- [17] *Czaske, M.*: Strukturbreitenmessungen auf photolithographischen Masken und Wafern im Lichtmikroskop: Theorie, Einfluß der Polarisation des Lichtes und Abbildung von Strukturen im Bereich der Auflösungsgrenze. PTB-Bericht PTB-Opt-55, (1997)
- [18] *Bodermann, B.* und *Ehret, G.*: Comparison of different approaches for modelling microscope images on the basis of rigorous diffraction calculation. Proc. SPIE 5858 (2005), S. 09-1–09-12
- [19] *Mirandé, W.*: Measurements of small line- and slitwidths with dark-field imaging in an optical microscope. Optik **52**, (1981), S. 197–205
- [20] *Mirandé, W.*: Absolutmessungen von Strukturbreiten im Mikrometerbereich mit dem Lichtmikroskop. PTB-Mitteilungen **94**, (1984), S. 157–162
- [21] *Gerlach, D.*: Geschichte der Mikroskopie. Frankfurt: Harri Deutsch, (2009)
- [22] *Scholze, F.* und *Laubis, C.*: Use of EUV scatterometry for the characterization of line profiles and line roughness on photomasks. Proc. SPIE 6792, (2008), S. 67920U
- [23] *Gross, H.*; *Model, R.*; *Bär, M.*; *Wurm, M.*; *Bodermann, B.* und *Rathsfeld, A.*: Mathematical modelling of indirect measurements in scatterometry. Measurement **39**, (2006), S. 782–794
- [24] *Totzeck, M.*: Gültigkeitsbereich der skalaren Beugungstheorien nach Kirchhoff und Rayleigh-Sommerfeld im Nahfeld kleiner Phasenobjekte. [Dissertation, TU Berlin]. 1989
- [25] *Meidinger, W.*: Fortschritte in der Photographie seit 1930. Angewandte Chemie **50**, (1937), S. 553–560.
- [26] *Meidinger, W.*: Die theoretischen Grundlagen der photographischen Prozesse. Wien: Julius Springer, 513 S., (1932)
- [27] *Vieth, G.*: Meßverfahren der Photographie. München: R. Oldenbourg, 505 S., (1974)
- [28] *Meidinger, W.*: Das latente Bild. (Hrsg.) *E. Stenger* und *H. Staude*. Fortschritte der Photographie III. Leipzig: Akademische Verlagsgesellschaft, (1944), S. 1–72
- [29] *Meidinger, W.*: Die Quantenausbeute bei der Photolyse des Halogensilbers in photographischen Schichten aufgrund der Eigenabsorption des Halogensilbers. Zeitschrift für wissenschaftliche Photographie **44**, (1949), S. 1–43
- [30] *Meidinger, W.*: Röntgenphotographie. Ergebnisse der angewandten physikalischen Chemie VI. Leipzig: Akademische Verlagsgesellschaft, (1940), S. 458–501
- [31] *Meidinger, W.*: Infrarotphotographie. Ergebnisse der angewandten physikalischen Chemie VI. Leipzig : Akademische Verlagsgesellschaft , (1940), S. 433–456
- [32] *Buhr, E.*; *Hoeschen, D.* und *Bergmann, D.*: The Measurement of Diffuse optical Densities II: The German Standard Reference Densitometers. J. Imaging Science and Technology **43**, (1999), S. 382–387
- [33] *Hoeschen, D.* und *Mirandé, W.*: Measurement of Wiener Spectra with a Linear Microdensitometer. Photographic Science and Engineering **24**, (1980), S. 257–263
- [34] Verordnung über den Schutz vor Schäden durch Röntgenstrahlen (Röntgenverordnung). BGBL I, (1987), S. 114
- [35] *Eggert, J.* und *Noddack, W.*: Über die Quantenausbeute bei der Wirkung von Röntgenstrahlen auf Silberbromid. Zeitschrift für Physik **51**, (1928), S. 796–804
- [36] *Vieth, G.* und *Kuess, W.*: Ein Sensitometer zur Belichtung der zwischen Fluoreszenzfolien verwendeten Röntgenfilme. PTB-Mitteilungen **78**, (1968), S. 76
- [37] *He, G.*; *Hoeschen, D.* und *Mirandé, W.*: Empfindlichkeitszahlen von Film-Folien-Kombinationen für die medizinische Diagnostik. Fortschr. Röntgenstr **137**, (1982), S. 718–723

- [38] *Hoeschen, D. und Mirandé, W.*: Messung der Modulationsübertragungsfunktion von Film-Folien-Kombinationen mit einem Bleiraster. Fortschr. Röntgenstr **140**, (1984), S. 600–604
- [39] *Buhr, E.; Richter, S.; Nier, H. und Hoeschen, D.*: Measurement of the Modulation Transfer Function of X-Ray Screen-Film systems: The PTB Slit Measuring Technique. PTB-Bericht PTB-Opt-38 (1992)
- [40] *Mirandé, W. und Hoeschen, D.*: Wienerspektren von Röntgenfilm-Folien-Kombinationen. Röntgenblätter **38**, (1985), S. 81–84
- [41] *Hoeschen, D.; Stargardt, A. und Mirandé, W.*: Informationsbezogener Quantenwirkungsgrad (DQE) von Röntgenfilm-Verstärkungsfolien-Systemen. PTB-Mitteilungen **98**, (1988), S. 128–137.
- [42] *Morishita, J.; Doi, K.; Bollen, R.; Bunch, P. C.; Hoeschen, D.; Sirand-Rey, G. und Sukenobo, Y.*: Comparison of two methods for accurate measurement of modulation transfer function of screen-film systems. Med. Phys **22**, (1995), S. 193–200
- [43] *Buhr, E.; Bergmann, D.; Early, E. A. und Brian, T. R. O.*: Intercomparison of visual diffuse transmission density measurements. J. Imaging Science and Technology **44**, (2000), S. 156–159
- [44] *Buhr, E.; Bergmann, D.; Hoeschen, D.; Ailliet, M.; Sirand-Rey, G.; Gazzola, C. und Uras, S.*: An interlaboratory measurement of screen-film speed and average gradient according to ISO 9236-1. Med. Phys **27**, (2000), S. 307–311
- [45] *Buhr, E. und Schulz, M.*: Determination of Imaging Properties of CCD Still Cameras – ISO Standards and Measuring Facilities at the Physikalisch-Technische Bundesanstalt. IS&T Proceedings of The Third International Symposium on Electronic Photography (ISEP '96), (1996), S. 26–31
- [46] *Willemer, W. und Buhr, E.*: MTF measurement of digital imaging detectors for arbitrary directions. Proc. 5th Internat. Conf. on Optoelectronics (OPTO 2002), (2002), S. 53–58
- [47] *Buhr, E.; Günther-Kofahl, S. und Neitzel, U.*: Accuracy of a simple method for deriving the presampled modulation transfer function of a digital radiographic system from an edge image. Med. Phys. **30**, (2003), S. 2323–2331
- [48] *Illers, H.*: Development of a standardised technique for the measurement of the detective quantum efficiency of digital x-ray imaging systems. PTB-Bericht PTB-Opt-69, (2005)
- [49] *Illers, H.; Buhr, E. und Hoeschen, C.*: Measurement of the detective quantum efficiency (DQE) of digital x-ray detectors according to the novel standard IEC 62220-1. Radiation Protection Dosimetry **114**, (2005), S. 39–44
- [50] *Fischer, T.; Ebert, B.; Voigt, J.; Macdonald, R.; Schneider, U.; Thomas, A.; Hamm, B. und Hermann, K.-G.A.*: Detection of Rheumatoid Arthritis Using Non-specific Contrast Enhanced Fluorescence Imaging. Acad Radiol. **17**, (2010), S. 375–381
- [51] *Hollandt, J.; Friedrich, R.; Gutschwager, B.; Taubert, D. R. und Hartmann, J.*: High-accuracy radiation thermometry at the National Metrology Institute of Germany, the PTB. High Temperatures-High Pressures **35/36**, (2003/2004), S. 379–415
- [52] *Höpe, A.; Atamas, T.; Hünerhoff, D.; Teichert, S. und Hauer, K.-O.*: ARGon – 3D Appearance robot-based Gonioreflectometer at PTB. to be published.
- [53] *Leibinger, P. und Tünnermann, A.*, (Hrsg.): Agenda Photonik 2020. Düsseldorf: BMBF Förderprogramm Optische Technologien, (2010)
- [54] *Hell, S. W.; Stelzer, E. H. K.; Lindek, S. und Cremer, C.*: Confocal microscopy with an increased detection aperture: type-B 4Pi confocal microscopy. Optics Letters **19**, (1994), 222–224
- [55] *Dorn, R.; Quabis, S. und Leuchs, G.*: Sharper focus for a radially polarized light beam. Phys. Rev. Lett. **91**, (2003), S. 233901
- [56] *Lindlein, N.; Maiwald, R.; Konermann, H.; Sondermann, M.; Peschel, U. und Leuchs, G.*: A new 4π geometry optimized for focusing on an atom with a dipole-like radiation pattern. Quantum Optics, Laser Physics, and Spectroscopy **17**, (2007), S. 927–934
- [57] *Sharma, R. und Sharma, S. D.*: A quality control programme for medical X-ray films in India. Radiation Protection Dosimetry. **148**, (2012), S. 51–57

ATEMBERAUBEND.

PI micOS

Ultrapräzise Positioniersysteme
für den Einsatz in Vakuum und Tieftemperatur.

MOTION CONTROL
Fragen Sie uns! 070000-5600000

125 Jahre Wissenschaftlicher Gerätebau

Frank Löffler¹ und Frank Melchert²

Gliederung

- 1 Entstehung und Aufgaben
 - 1.1 Die Werkstatt bei Gründung der PTR 1887 in Berlin
 - 1.2 Die Werkstatt bei Neugründung der PTR 1947 in Braunschweig
- 2 Organisatorische Anbindung und personelle Entwicklung
- 3 Räume und Bauplanungen
- 4 Arbeitsergebnisse

1 Entstehung und Aufgaben

1.1 Die Werkstatt bei Gründung der PTR 1887 in Berlin

Dass die PTB heute im Bereich der Messtechnik weltweit in der ersten Reihe steht, ist nur möglich, weil der Wissenschaftliche Gerätebau gemeinsam mit den Fachbereichen laufend neue, höchst genaue Messgeräte und Versuchseinrichtungen entwickelt, konstruiert und fertigt. Bereits bei der Gründung der PTR wurde deutlich, wie wichtig die Verfügbarkeit eines mechanischen Gerätebaus für die wissenschaftliche Arbeit ist: Die technische Ausstattung einer eigenen Werkstatt ließ sich auf die Aufgaben und Schwerpunkte der PTR ausrichten und bot die Möglichkeit, jederzeit auf das nötige mechanische Fachwissen im eigenen Haus zurückgreifen zu können. So entwickelte sich recht früh bereits eine Spezialisierung auf Feinmechanik und Präzisionsfertigung. Der Leiter der Technischen Abteilung, Dr. Leo Loewenherz, beschrieb 1890 die Aufgaben so:

„Die Werkstatt ist in erster Reihe dafür bestimmt, mechanische Arbeiten für den eigenen Bedarf der Reichsanstalt auszuführen, soweit deren anderweitige Beschaffung Schwierigkeiten bietet. Ihre Hauptaufgabe liegt deshalb in der Herstellung von Hilfsvorrichtungen, wie sie für die Versuche der verschiedenen Arbeitsgruppen der Anstalt fortgesetzt nötig werden.“ [1]

Diese Aufgabenbeschreibung hat dem Grundsatz nach auch heute noch Gültigkeit. Darüber hinaus sollte sie laut Loewenherz

„... für deutsche Gewerbetreibende oder für Behörden Instrumententeile anfertigen oder sonstige mechanische Arbeiten liefern, deren Herstellung in Privatwerkstätten außergewöhnliche Hilfsmittel erfordert. In diesem Sinne übernimmt sie die Ausführung von Teilungen auf Mutterkreisen von Kreisteilmaschinen und auch in eingeschränktem Umfang die Anfertigung von Normallehren und Normalmaßen. Endlich soll die Werkstatt noch Versuche über die verschiedenen in der Feintechnik gebräuchlichen Materialien, ihre zweckmäßige Bearbeitung und sonstige Behandlung anstellen.“ [1]

Die erste technische Ausstattung erhielt der Gerätebau im Wesentlichen durch Übernahme der Werkstatteinrichtung ihres Leiters Franc von Liechtenstein (1887–1908). Sie war der Zeit entsprechend gut ausgestattet und enthielt außer acht kleinen Präzisions-Drehbänken eine große Fräsmaschine, eine Leitspindelbank, eine Bank zum Schneiden genauester Gewinde sowie eine Hobel-, Schleif- und Bohrmaschine. Außerdem besaß die Werkstatt eine Zerreißmaschine für Festigkeiten bis zu 1000 kg und eine Längenteilmaschine. Eine Klemmerei, eine Schmiede mit drei Feuerstellen und eine Tischlerei waren ebenfalls vorhanden.

In der Werkstatt der frühen PTR wurden auch Versuche über die verschiedenen in der Feinmechanik gebräuchlichen Materialien durchgeführt, wie Probeschmelzungen für elektrische und optische Zwecke oder die Herstellung von Versuchstäben aus verschiedenen Metallen und Legierungen. Weiterhin untersuchten ihre Mitarbeiter das Verhalten verschiedener Beizen und Lacke sowie der Anlauffarben der Metalle. Es zeigte sich jedoch schnell, dass die Werkstatt mit den oben aufgeführten unterstützenden Arbeiten vollauf ausgelastet war, sodass die weiterführenden Arbeiten mehr und mehr von den feinmechanischen Fachlaboratorien übernommen wurden.

1.2 Die Werkstatt bei Neugründung der PTR 1947 in Braunschweig (ab 1950: PTB)

Mit der Neugründung der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt in Braunschweig wurde auch

¹ Prof. Dr.-Ing. Frank Löffler, Fachbereich „Wissenschaftlicher Gerätebau“
E-Mail: frank.loeffler@ptb.de

² Prof. Dr.-Ing. Frank Melchert, Technisch-wissenschaftliche Infrastruktur Berlin
E-Mail: frank.melchert@ptb.de



Bild 1:
Gerätebauwerkstatt
1956

zeitgleich der Aufbau einer neuen Werkstatt für die Realisierung der wissenschaftlichen Experimente umgesetzt. Auf dem Gelände der ehemaligen Luftfahrtforschungsanstalt wurde ein im Januar 1938 fertig gestelltes Werkstattgebäude mit Einzelprüfanlagen für Flugmotoren für die neue Hauptwerkstatt zur Verfügung gestellt. Am 27. Juni 1947 schrieb Dr. Rickmann¹ einen Brief an Max von Laue, der sich als Vorsitzender des Präsidialausschusses mit dem Wiederaufbau eines metrologischen Instituts in Westdeutschland beschäftigte. Die Korrespondenz verdeutlicht die Anforderungen an die Aufgaben und die Ausstattung der damaligen Hauptwerkstatt:

„Die Hauptwerkstatt der Reichsanstalt hat die Aufgabe, die für ihren Betrieb notwendigen Apparate und Vorrichtungen zu bauen, soweit dies nicht in den speziellen Laboratoriumswerkstätten möglich ist. ...

Es ist neuerdings vorgeschlagen worden, aufgrund der in Völknerode vorliegenden Verhältnisse, die Hauptwerkstatt in einem etwas größeren Rahmen als eine GmbH zu betreiben. Hierfür können verschiedene Gründe angeführt werden. Beispielsweise: Höhere Ausnutzung der Maschinen und des Personals, Zahlung gleicher Löhne und Gehälter wie in der Industrie üblich, daher bessere Möglichkeiten zur Einstellung hochqualifizierter Fachkräfte, Herauswirtschaftung eines Gewinns, der zur Finanzierung der Reichsanstalt beiträgt. Es ist also eine ganz grundsätzliche Entscheidung zu treffen,

die angesichts ihrer weitreichenden Folgen gründlich und keinesfalls überstürzt getroffen werden darf.

Nach meiner eigenen Auffassung, die ich hiermit den noch aufzuführenden Einzelheiten voranstelle, bildet die Hauptwerkstatt einen Teil der experimentellen Ausrüstung der Reichsanstalt und muss für diese Zwecke uneingeschränkt zur Verfügung stehen, was nach meinem Dafürhalten kaum möglich wäre, wenn fremde Aufträge hereingenommen werden, die doch immerhin zu gewissen Terminen ausgeführt werden müssen. ... Der Gedanke, dass der Maschinenpark in seiner Produktionskapazität ausgenutzt werden müsste, erscheint mir ebenso abwegig, wie die Meinung, dass mit jedem Amperemeter dauernd Strom gemessen werden müsste. Das, was wirklich ausgenutzt werden muss, ist die Arbeitskraft hochqualifizierter Wissenschaftler und Techniker, und hierfür müssen ebenso wie Prüfgeräte und Prüfstände auch hochwertige Maschinen bereit stehen. ...“ [2]

In diesem „Entwurf für eine Hauptwerkstatt der PTR“ nennt Rickmann auch die erforderlichen Arbeitsgruppen, wie Konstruktions- und Zeichenbüro, Arbeitsvorbereitung, Einkauf und Lager, sowie die Werkstatt und eine Lehrlingswerkstatt. In seinen weiteren Ausführungen beschreibt er die erforderliche technische Ausstattung. Hierbei weist er auf die benötigten Bearbeitungsverfahren hin und führt konkret die Erfordernis von mehr als 30 unterschiedlichen Werkzeugmaschinen an. Ferner nennt er die dringende Notwendigkeit, über

¹ Wahrscheinlich handelt es sich hierbei um Dr. Erich Rieckmann, den damaligen Leiter des Labors für Härte und Festigkeit. Leider konnte der zweifelsfreie Nachweis des Namens nicht erbracht werden.

ausreichende Messmittel – auch in der direkten Fertigungsnähe – zu verfügen.

Im November 1947 weist Prof. Karl Willy Wagner, Physiker und ehemaliger Kurator der PTR, in der Abhandlung über die „Gesichtspunkte und Voraussetzungen für den Wiederaufbau der PTR“ auf die notwendige Freiheit hin, die eine Forschungseinrichtung für die Durchführung ihrer Aufgaben benötigt:

„Auch für die PTR ist eine solche Freiheit unbedingt erforderlich. Sie verfügt glücklicher Weise über eine große und verhältnismäßig gut ausgestattete Werkstatt in Völkenrode. Durch den Ausbau der Werkstatt nach der feinmechanischen Seite, kann die PTR fast alle für den Forschungsbetrieb notwendigen Einrichtungen schaffen. Sie kann in der Werkstatt auch Prüfgeräte für die Industrie herstellen. Nach solchen Geräten besteht ein großer Bedarf. Die Firmen, die die Geräte brauchen, können sie nicht selbst bauen; auch ihre Herstellung durch Spezialfirmen lohnt sich erst bei größeren Stückzahlen, nicht aber, wenn es sich um Einzelstücke handelt, die dazu jeweils besonderen Verhältnissen angepasst werden müssen. Durch die Übernahme solcher Arbeiten kann die PTR außerordentlich viel zur Hebung der Qualität der industriellen Produktion beitragen.“ [3]

Diese Ausführungen machen deutlich, dass viele Überlegungen zum Aufbau der Hauptwerkstatt 1947 bereits 1887 bei Gründung der PTR in Berlin existierten und sogar weiterhin Gültigkeit besitzen. So sind bis heute Konstruktion und Entwicklung neuartiger Messgeräte und Versuchseinrichtungen, die höchste Anforderungen hinsichtlich Präzision und Langzeitstabilität erfüllen, Aufgaben des wissenschaftlichen Gerätebaus. Damals wie heute gilt die Einschränkung, dass nur das realisiert wird, was weder in den Präparationen (kleine dezentrale Werkstätten in der PTB) noch bei Firmen mit einem vertretbaren Aufwand zu erhalten ist. Damit die Werkstatt höchsten Ansprüchen gerecht werden kann, musste – und muss noch immer – die technische Ausstattung stets qualitativ hochwertig sein. Dies wurde auch im Rahmen einer Haushaltsprüfung im September 1948 festgestellt, in der der Rechnungshof des Deutschen Reiches, der damals der Britischen Zone zugeordnet war, mehr und bessere Werkzeugmaschinen sowie die Ausstattung für eine Galvanik forderte [4]. Daraufhin erhielt die PTR im folgenden Jahr tatsächlich neue Werkzeugmaschinen und konnte eine galvanische Werkstatt mit Nickel-, Kupfer-, Zink-, Schwarzfärbe-, Bonder- und Entfettungsbad sowie einige Beizbäder, eine Farbspritz- und eine Polieranlage in Betrieb nehmen [5].

Um über einen Zeitraum von 125 Jahren stets einen hohen Anspruch hinsichtlich Präzision, Werkstoffvielfalt und Komplexität erfüllen zu können, mussten die jeweils neuesten Technolo-

gien etabliert werden. So konnte die Werkstatt im Laufe der Jahre präziseste Werkzeugmaschinen, computergesteuerte Maschinen, Funkenerodierverfahren, Ultra-Präzisionsbearbeitungen und Plasmaschweißverfahren, um nur einige Methoden zu nennen, einführen.

Da es nicht mehr ausreichte, nur durch Übernahme der neuesten Technologien den notwendigen technischen Fortschritt im Messgerätebau zu sichern, führt der Wissenschaftliche Gerätebau seit 1998 verstärkt eigene Forschungsaktivitäten durch. So wurden in den folgenden Jahren neue Fertigungstechnologien intensiv untersucht und weiterentwickelt, um diese dann für die Aufgaben in der PTB nutzen zu können. Hierzu zählen insbesondere die Mikrobearbeitung einschließlich der Mikromontage sowie die Dünnschichttechnologie mit dem Schwerpunkt Sensorik.

2 Organisatorische Anbindung und personelle Entwicklung

Von der Gründung der PTR 1887 bis zu seinem Tod 1908 leitet Franc von Liechtenstein die Werkstatt. 1890 sind neben ihm ein technischer Hilfsarbeiter, fünf Mechanikergehilfen, ein Maschinist, ein Klempner und ein Tischler beschäftigt. 1908 wird Maschineningenieur Dr. A. Baumann neuer Leiter, der eher rein konstruktive Interessen hat und nebenamtlich beim Verein Deutscher Ingenieure arbeitet. Schon nach einem Jahr wird er von Prof. Dr. Friedrich Göpel abgelöst, der schon 1890–1900 in der PTR tätig war und 1909 aus der Feinmechanikerschule in Schwenningen abberufen wird. Göpel erstellt eine Vielzahl feinmechanischer und technologischer Arbeiten und Konstruktionen, und übernimmt 1914 zusätzlich zur Werkstatt das Präzisionsmechanische Laboratorium, das er bis zu seinem Ruhestand 1930 leitet. Damit war die Werkstatt an dieses Laboratorium in der Technischen Abteilung der PTR angebunden. Die Hauptarbeiten der Werkstatt in dieser Zeit sind Teilungsuntersucher für Zahnräder, Komparatoren für Dickenmessungen und Interferenzkomparatoren für Endmaße. Die Produkte der Werkstatt werden hauptsächlich im Präzisionsmechanischen Laboratorium eingesetzt.

Zusätzlich zu den oben genannten Aufgaben wird der Werkstatt 1920 die Beschaffung aller Werkstoffe und Werkzeuge für alle Laboratorien übertragen. Allerdings wird bereits 1928 die Materialverwaltung als eigener Bereich von der Werkstatt abgetrennt.

Zur Entlastung Göpels, der die Werkstatt und ein Laboratorium leitet, wird 1923 der Regierungsrat Dr. Walter Block eingestellt. Dieser geht aber bereits 1925 als Direktor des Eichamts nach Königsberg. Ihm folgt der Regierungsrat Dr. Wilhelm Keil nach, und die Werkstatt erhält

die Bezeichnung Hauptwerkstatt. Nach der Pensionierung Göpels im Jahre 1930 hat Keil die alleinige Leitung der Hauptwerkstatt inne, die im Jahre 1937 neun Mechaniker, einen Tischler und einen Klempner beschäftigt.

Kleine Werkstatträume waren seit Bestehen der PTR in unmittelbarer Nachbarschaft zu den physikalisch-technischen Laboratorien in Berlin-Charlottenburg untergebracht. Diese Präparationsdienten, und dienen noch heute, der unmittelbaren Anpassung von Geräten und Bauteilen an die Experimentieraufbauten.

Mit Beginn des Neuaufbaus der PTR in Braunschweig war die Hauptwerkstatt zunächst allein und später zusammen mit dem Technischen Dienst direkt dem Präsidium zugeordnet. Mit der Gründung der Abteilung 5 „Fertigungsmesstechnik“ wurde 1985 die Gruppe 5.3 „Wissenschaftlicher Gerätebau“ als integraler Bestandteil der Abteilung 5 eingerichtet.

Parallel zu dem Neuaufbau der Hauptwerkstatt in Braunschweig wurde auch die Werkstatt in Berlin-Charlottenburg wieder errichtet und eine geeignete Werkstatt in den in Ostdeutschland verbliebenen Stellen, die später im Amt für Standardisierung, Messwesen und Warenprüfung (ASMW) zusammengeführt wurden, aufgebaut. Diese befand sich zuletzt in Berlin-Friedrichshagen und wurde mit der Auflösung des Standorts im Jahr 2000 in den Gerätebau in Charlottenburg eingegliedert.

Die personelle Entwicklung im Gerätebau verlief zunächst proportional zu dem Anstieg der Mitarbeiterzahl der PTB. So verfügte die Hauptwerkstatt in Braunschweig 1948 über 24 Planstellen zuzüglich fünf Lehrlingen und erreichte 1971 mit 70 Planstellen und 30 Auszubildenden die bisher höchste Stellenanzahl. Dr. Karl Steiner schreibt 1967 in einem Beitrag in den PTB-Mitteilungen, dass für drei Wissenschaftler ein Mechaniker vorzusehen sei. 75 % der Mechaniker sollten in der „Zentralwerkstatt“ arbeiten. Diese prozentuale Aufteilung entsprach den Empfehlungen der DFG als „Norm für naturwissenschaftliche Hochschulinstitute“ [6].

Mit der zunehmenden Bedeutung der Elektronik ließ sich dieses Verhältnis jedoch nicht weiter einhalten. Im Gegensatz zu der zentralen Tätigkeit der mechanischen Konstruktion und Fertigung etablierte sich der Elektronikbau dezentral. Die elektronischen Steuerungen erforderten anfangs einen hohen Betreuungsaufwand im Betrieb, was sich mit den eigenen Mitarbeitern in den jeweiligen Arbeitsgruppen leichter umsetzen ließ. Um zumindest bei großen Gerätebauprojekten mit Beginn der Planung auch die Elektronik berücksichtigen zu können, wurde 1997 der elektronische Gerätebau mit drei Mitarbeitern gegründet, der 2000 in den Wissenschaftlichen Gerätebau eingegliedert wurde. So war es von nun an möglich,

elektronische und mechanische Aspekte parallel zu betrachten und ein komplettes Gerät mit allen Steuerungsaufgaben auszuliefern.

Auf die Bedeutung der Lehrlingsausbildung, auch im Zusammenhang mit der Rekrutierung qualifizierter Arbeitskräfte, hatte bereits Rickmann im Jahr 1947 hingewiesen:

„Durch die Einrichtung einer Lehrlingswerkstatt kann man jedoch jüngere Kräfte in die Tradition der PTR einführen und die tüchtigsten davon veranlassen, entweder in der Hauptwerkstatt oder in den Laboratorien der Reichsanstalt zu bleiben.“ [2]

So begann am 1. Dezember 1947 Herbert Breite als erster Lehrling in der Hauptwerkstatt seine dreijährige Lehrzeit im Feinmechaniker-Handwerk und setzte später seine Tätigkeit, wie viele nachfolgende Auszubildende, in der PTB fort. So blieben von den 304 Auszubildenden, die in der Zeit von 1947 bis 1991 in der Hauptwerkstatt gelernt hatten, 25 in der Hauptwerkstatt und weitere 53 an anderer Stelle in der PTB in einer unbefristeten Beschäftigung.

3 Räume und Bauplanungen

Im Gründungszeitraum bezogen die ersten Mitarbeiter der physikalischen Abteilung der PTR zunächst angemietete Räume in einem Privatlaboratorium, bevor sie im April 1888 in die eigentlich schon überfüllten Räumlichkeiten der Technischen Abteilung in der Technischen Hochschule Charlottenburg umzogen. Die beengten Arbeitsbedingungen ließen die Ausführung der Arbeiten kaum zu, selbst auf den Fluren wurden Experimente durchgeführt. Daher verwundert es nicht, dass für einen ausgewiesenen Werkstattbereich kaum Platz blieb. 1895 bezog die Werkstatt dann Räume oberhalb des Maschinensaals im Maschinenhaus der Technischen Abteilung auf dem Gelände der PTR.

Trotz der beengten Bedingungen und der Schwierigkeit, Werkzeugmaschinen in der ersten Etage aufzustellen, blieb die Werkstatt über viele Jahre im Maschinenhaus in Berlin-Charlottenburg. Erst im Rahmen der Zusammenlegung mit den Ostberliner Standorten erhielt der Gerätebau 2003 einen Neubau, der auf einem zwei Meter dicken Stahlbetonfundament aufgebaut wurde, um die umliegenden Messlabore nicht durch die Übertragung von Schwingungen zu stören.

Mit dem Stellenzuwachs und den neuen Maschinen, die auf Grund der Maschinengehäuse und zunehmend aufwendigerer Peripherie z. B. für die Kühlschmiermittel immer mehr Stellfläche benötigten, mussten die Räumlichkeiten kontinuierlich erweitert und Maschinen in andere Gebäude verlagert werden. So gab es an dem 1938 in Braunschweig fertig gestellten Hauptwerkstattgebäude mehrere Anbauten und zusätzlich noch den Bedarf, Räume für die Konstruktion im

Kohlrauschbau und für die Fertigung im Besselbau zu beziehen. Folglich gab es mehrere Planungen für einen Neubau in Braunschweig, die jedoch alle wieder verworfen wurden. So auch der Entwurf des Architekten Hellmut Göbel aus dem Jahr 1992, mit dessen Rundbau die Fertigungsabläufe effektiv gestaltet werden sollten und der Kundenzugang für die unterschiedlichen Bereiche von einem zentralen Eingang aus möglich geworden wäre [7].

Mit der Stilllegung des Forschungs- und Messreaktors Braunschweig fand sich ein geeigneter Gebäudekomplex, der für den Gerätebau genutzt werden konnte. So findet nun die Fertigung in der alten Experimentierhalle Platz, während die Konstruktion sowie weitere Labor- und Büroräume in dem Laborgebäude im Osten des ehemaligen Reaktors untergebracht sind. Das zur anderen Seite liegende ehemalige Maschinenhaus beherbergt nun die Galvanik und das Halbzeuglager.

4 Arbeitsergebnisse

Die Konstruktion und Fertigung komplexer Messgeräte und Versuchseinrichtungen stellen für den Gerätebau eine Hauptaufgabe dar. Die Aufbauten werden für die zentralen Arbeiten in der PTB benötigt und lassen sich weder extern noch in den Präparationen realisieren. Bei diesen Arbeiten wird besonderer Wert auf eine sehr enge Zusammenarbeit von Konstruktion, Elektronik, Fertigung, auftraggebenden Wissenschaftlern und Firmen, die hochwertige Zulieferteile bereitstellen, gelegt. Nur in einem solch engen Austausch kann die Expertise aller Beteiligten effektiv genutzt werden, um die häufig geforderte außergewöhnliche Präzision und Langzeitstabilität der Geräte zu erreichen.

Neben diesen großen Geräten werden auch zahlreiche Einzelteile gefertigt. Hierbei handelt es sich zum einen um Teile, die Fertigungstechniken erfordern, die in den Präparationen nicht vorhanden sind. Dazu zählt insbesondere das Schleifen, Draht- und Senkerodieren sowie die Beschichtungsverfahren der Galvanik und der Dünnschichttechnik. Zum anderen zählen hierzu Bauteile, für deren Herstellungen die Fertigungsverfahren erst entwickelt, optimiert oder zumindest erprobt werden müssen.

Am Braunschweiger Standort gab es 1949 bereits 27 größere Aufträge mit mehr als 200 Stunden. Aktuell werden im Wissenschaftlichen Gerätebau jedes Jahr ca. 40 größere Aufträge mit einem Umfang von 200 bis zu 10 000 Stunden abgeschlossen.

Ausgewählte Aufträge aus 125 Jahren Wissenschaftlichen Gerätebaus

Kreisteilmaschine 1890

Zu den ersten Aufgaben, die für das Laboratorium für Feinmechanik ausgeführt wurden, zählt die Fertigung von Normalstimmgabeln und von Vorrichtungen zum Prüfen von Gewinden und Endmaßen. Darüber hinaus wurden in den ersten Jahren der Hauptwerkstatt zahlreiche Apparate hergestellt, darunter ein Teilungsuntersucher für Zahnräder, ein Komparator für Dickenmessungen, und ein Interferenzkomparator für Endmaße [8]. 1890 stellt Julius Wanschaff eine Kreisteilmaschine von 80 cm Kreisdurchmesser für die PTR her. Sie wird für die beteiligte Industrie in der Weise nutzbar gemacht, dass es den darum nachsuchenden Mechanikern gestattet wird, sich auf der Teilkreismaschine der PTR Mutterkreise für ihren eigenen Bedarf gegen eine entsprechende Benutzungsgebühr selbst zu teilen, um diese dann später für die Fabrikation von Kreisen zweiter Ordnung zu verwenden [9].

Normal-Barometer 1948

Eine der ersten Konstruktionen aus dem neu gegründeten Standort in Braunschweig ist das Normal-Barometer (Bild 2), das bereits 1948 fertig konstruiert wurde. Dieses Gerät war gegenüber anderen Konstruktionen zwar einfacher im Aufbau und in der Handhabung, jedoch lag die erzielbare Unsicherheit bei der Messung der Höhendifferenz mit 0,005 mm höher als bei den anderen Konstruktionen [10].

Goldfolien für Dosismessung von Neutronenstrahlung 1958

Für die Dosismessung von Neutronenstrahlen wurden 1958 mehrere kreisförmige Goldfolien von 20 µm Dicke benötigt. Auf Grund der hohen Anforderungen hinsichtlich Randausbildung, Gleichmäßigkeit von Größe und Masse, musste auf Basis der Stanztechnik ein geeignetes Verfahren hergeleitet werden [11].

Poliertechnik 1961

Unter Einsatz von diamantpulverhaltigen Pasten konnten in der Poliertechnologie 1961 deutliche Verbesserungen erzielt werden. Eine entsprechend verbesserte Presse erzielte blanke Oberflächen bei den Presslingen [12].

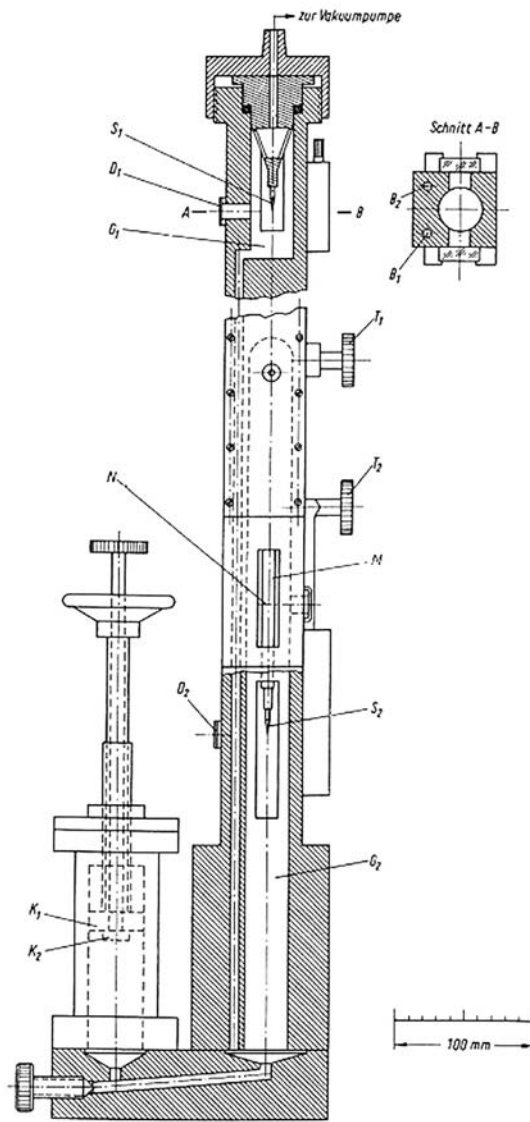


Bild 2:
Normal-Barometer
von 1948

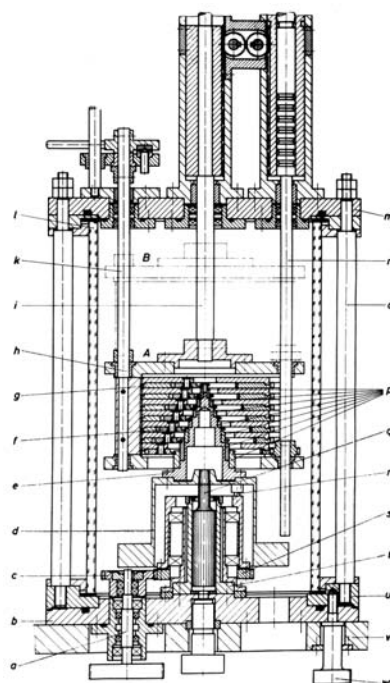


Bild 3:
Kolbenmanometer
von 1972

Kolbenmanometer 1972

Um kleine Drücke zwischen 0 mbar und 70 mbar messen zu können, wurden zwei Kolbenmanometer miteinander kombiniert. In Bild 3 ist die Konstruktion des Kolbenmanometers aus dem Jahre 1972 gezeigt, dass mit einem in 70 Stufen belastbaren Kolben betrieben wird [13].

Plattenkamera 1976

Für die Qualitätsprüfung von Objektiven mit Brennweiten von 50 mm bis 300 mm wurde 1976 eine Plattenkamera entwickelt [14].

Drahtzerrei-Funkenprüfgert 1977

Zur Bestimmung des Zündverhaltens von eigen-sicheren ohmschen und induktiven Stromkreisen in Gas/Luft-Gemischen wurde 1977 ein Drahtzerrei-Funkenprüfgert mit einer 70 cm³ groen Zndkammer konstruiert und anschlieend gefertigt [15].

Kapazittsnormal 1979

Zwei Jahre spter wurde die Konstruktion eines Kreuzkondensators nach Thompson und Lampard abgeschlossen. Hiermit wurde ein berechenbares Normal zur Darstellung der SI-Einheit der elektrischen Kapazitt hergestellt. Von besonderer Herausforderung war die Herstellung der Elektroden deren Durchmesserabweichung, durch Feinstschleifen hergestellt, bei ca. 1 µm lag. Die geringste Abweichung von der Mantellinie lag bei allen vier Elektroden im Arbeitsbereich von 650 mm zwischen 0,4 µm und 0,6 µm. Die Konstruktion hatte ein Gesamthhe von 3,2 m [16].

Spannungswaage 1985

Nach einem Arbeitsaufwand von etwa 15 Personenjahren konnte 1985 die Spannungswaage (Bild 4) fr die Abteilung Elektrizitt ausgeliefert werden. Zur Darstellung der SI-Einheit Volt wird eine Gewichtskraft durch eine elektrostatische Kraft substituiert. Von groem fertigungstechnischen Aufwand waren die zwei coaxialen zylindrischen Elektroden [17]. So wurde die aus einer Aluminiumlegierung gefertigte innere Messelektrode mit einer Lnge von 169 mm und einem Durchmesser von 126 mm mit einer Abweichung der Rundheit von weniger als 5 µm und eine Rauheit von weniger als Ra = 6 nm hergestellt, wobei die Wandstrke nur 1 mm betrug und eine anschlieende Vergoldung erforderlich war [18].

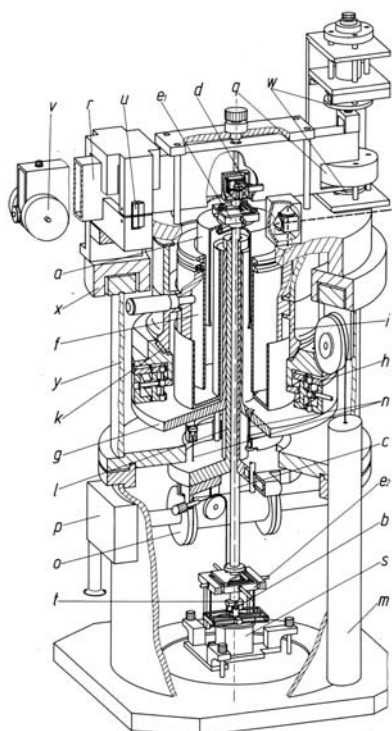


Bild 4:
Spannungswaage von 1985

**Tiefenperaturtauglicher Sensorhalter
1990er Jahre**

Seit 1993 werden die Möglichkeiten der computerunterstützten Konstruktion auch für die Übertragung von Geometriedaten an Fertigungsmaschinen genutzt. So konnten in den Folgejahren komplexe 3D-Bauteile im Gerätebau Berlin hergestellt werden. Das Bild 5 zeigt einen tiefenperaturtauglichen Sensorhalter aus Polyimid, der unter Nutzung des Volumenmodells aus der Konstruktion gefertigt wurde [19].

Monolithische Röntgeninterferometer heute

Für die Herstellung hochgenauer Werkstücke wurde 1993 eine klimatisierte Werkstatt für Präzi-

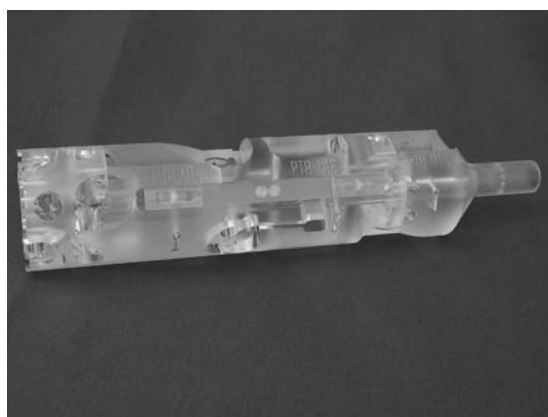


Bild 5:
Tiefenperaturtauglicher Sensorhalter

sions- und Ultrapräzisionsbearbeitung in Betrieb genommen. Unter Verwendung von monokristallinem Diamanten als Werkzeug können Bauteile aus NE-Metalle und Kunststoffen, aber auch Silizium-Oberflächen mit einer Rauheit von weniger als $R_a = 1 \text{ nm}$ gefertigt werden. In optischer Qualität lassen sich so Blenden und Spiegel in nahezu beliebiger Form herstellen. Ferner werden hier Raunormale und Tiefeneinstellnormale mit der allerhöchsten Genauigkeit realisiert (Bild 6). Ein weiteres Arbeitsgebiet in dieser Werkstatt ist die Präzisionsschleiftechnik von Gläsern, Keramiken und Einkristallen, wie Silizium. So wurden u. a. monolithische Röntgeninterferometer mit dünnen Lamellen in verschiedenen Ausführungen geschliffen (Bild 7) [20, 21, 22].

Mikroelemente heute

Mit dem steigenden Bedarf an kleinen Bauteilen, kleinen Strukturen und der Handhabung kleiner Komponenten wurde 2003 eine Arbeitsgruppe Mikroelemente gegründet, deren Arbeiten 2009 in die Arbeitsgruppe Fertigungstechnologie eingegangen sind. Hier können inzwischen Komponenten von $100 \mu\text{m}$ mit unterschiedlichen Verfahren montiert werden oder Strukturen von einigen $10 \mu\text{m}$ erzeugt werden. Um den unterschiedlichen Anforderungen in der PTB gerecht werden zu können, sind die zum Einsatz kommenden Ver-

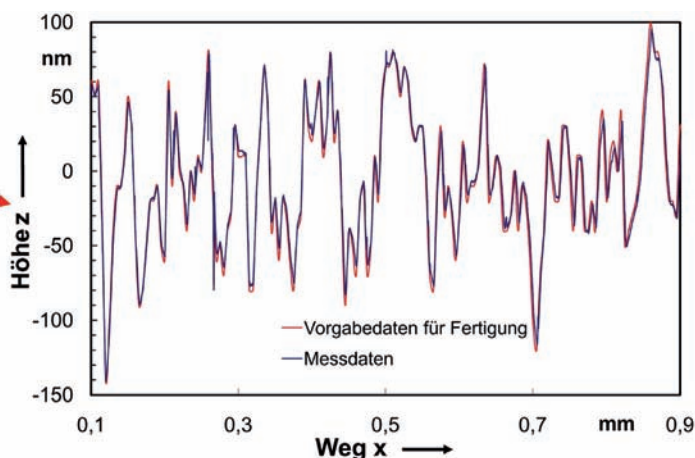


Bild 6 :
Links: Superfeines Raunormal
Rechts: Sollwerte und Messwerte der taktilen Rauheitsmessung beispielhaft übereinandergelagt

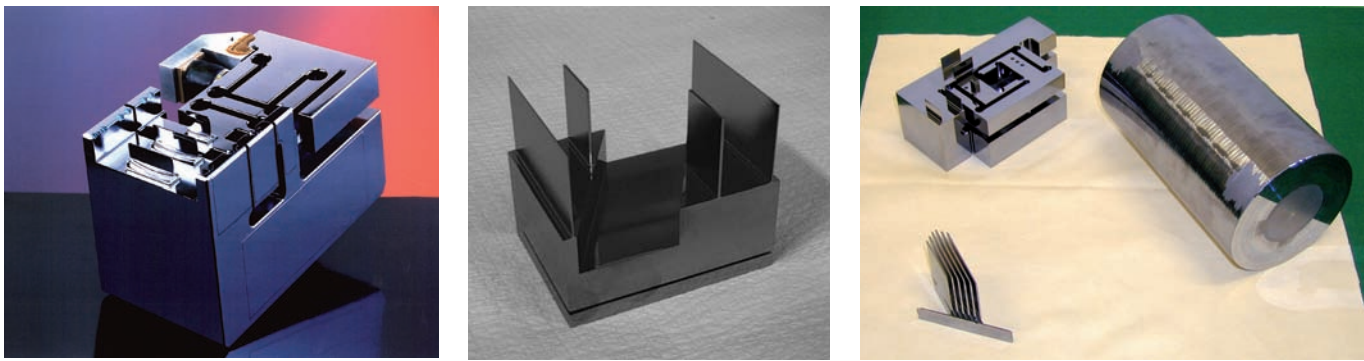


Bild 7:
Monolithische Strukturen mit Lamellen aus monokristallinem Silizium, ganz rechts mit Silizium-Rohling

fahren sehr flexibel hinsichtlich der Verwendung unterschiedlicher Werkstoffe, Geometrien und Strukturen. So wurde eine Mikromontageeinrichtung entwickelt, die sowohl in einer Reinraumumgebung als auch in einem Großkammer-Rasterelektronenmikroskop (GK-REM) genutzt werden kann. Hiermit können unterschiedliche Montageprozesse realisiert werden (Bild 8) oder auch in einem modifizierten Aufbau, Bearbeitungsvorgängen vorgenommen werden (Bild 9) [23–25].

Die Option der Betrachtung im GK-REM ermöglicht dabei sowohl einen individuellen Einsatz als auch die Optimierung der Montage- oder Bearbeitungsprozesse. In Zusammenarbeit mit der Arbeitsgruppe Oberflächentechnologie werden neuartige Dünnschichtensensoren für unterschiedliche Anwendungen entwickelt. Das Bild 10 zeigt hierzu einige Beispiele [26–28].

Bild 8:
Links:
Mikromontage-roboter im GK-REM
Rechts: Montagebeispiel: Tetraeder aus Rubinkugeln, Durchmesser 110 µm

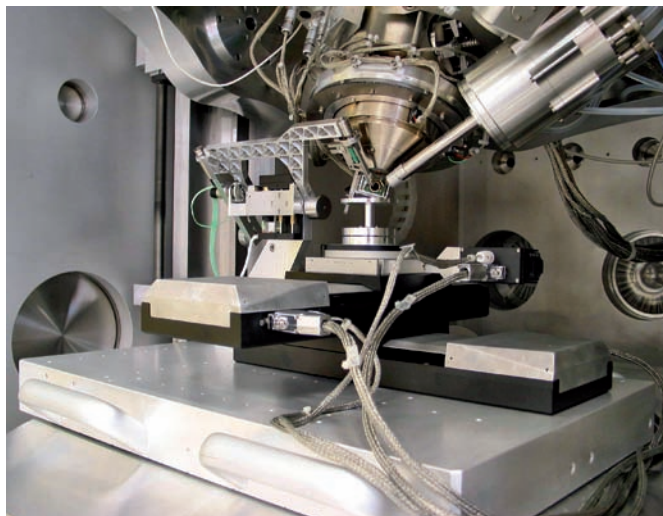
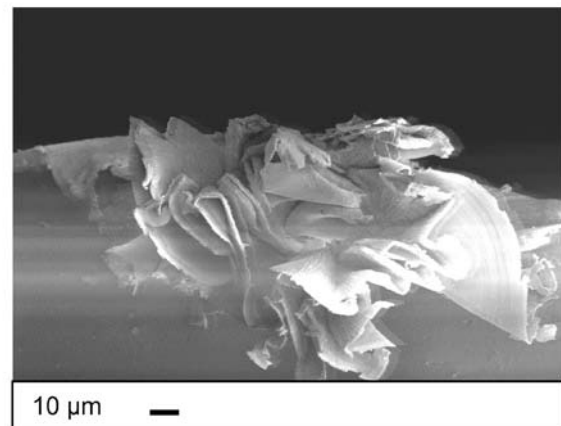
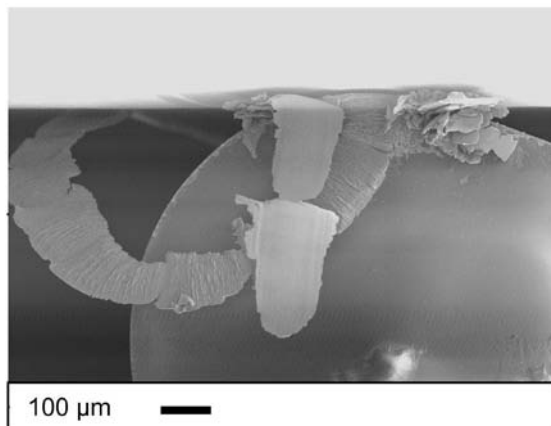
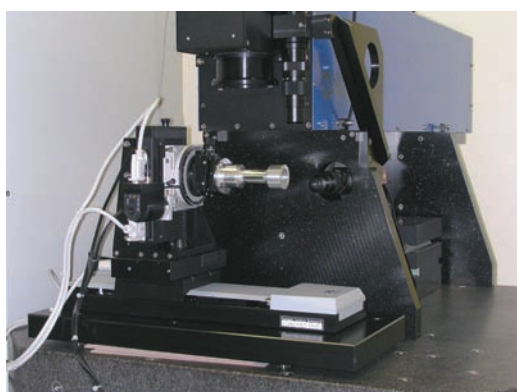


Bild 9:
REM-Aufnahmen eines Diamantwerkzeuges mit Spänen während Stirndrehens einer Titan-Legierung im Hochvakuum (Vorschub: 1,5 mm/min, Zustellung: 1 µm)

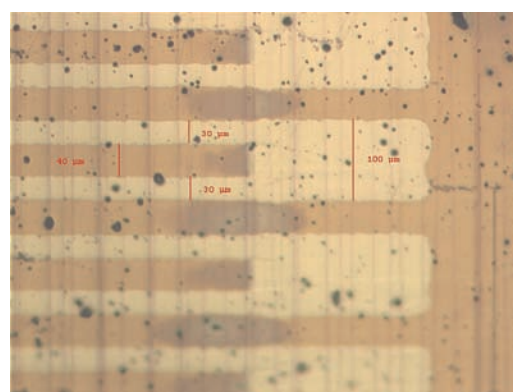




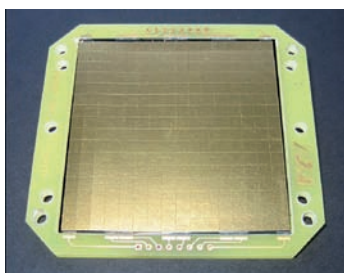
4-Achs-Bearbeitung: Laserroboter



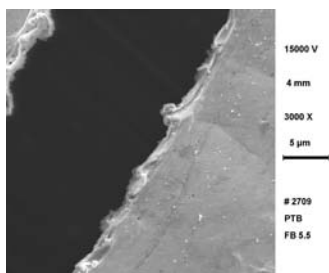
Kraftsensor



Constantanstruktur nach Laserbelichtung



Weltraumprojekt AIDA:
Absorberelement



REM Aufnahme eines Laserschnittes in Gold-Absorberfolie

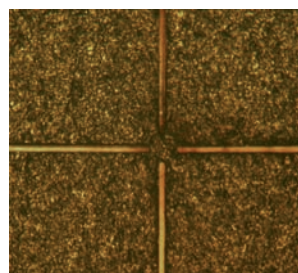
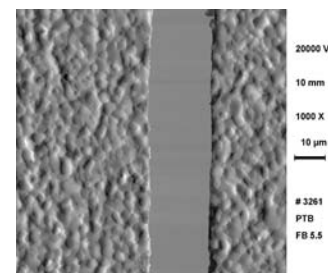


Foto der strukturierten Goldfolie, Schnittbreite ca. 17 µm



QUEST: Laserschnitt in gesintertem Aluminiumnitrid

Bild 10:

Lasersystem mit Handhabungssystem zur Strukturierung von Oberflächen mit einigen Beispielen.

Avogadro-Projekt heute

Seit der Gründung der PTR beteiligt sich der Gerätebau an nahezu allen großen Forschungsvorhaben, wie z. B. am Avogadroprojekt zur Präzisions-Bestimmung der Avogadro-Konstante im Rahmen der angestrebten Neudefinition des Kilogramms. So wurde für die Herstellung von Siliziumkugeln, die unter anderem für Oxida-

tionsversuche verwendet wurden, eine Kugelpolieranlage auf Basis einer Tetraederanordnung entwickelt (Bild 11) [29]. Ferner wurde ein Kugelinterferometer in enger Zusammenarbeit mit den am Projekt beteiligten Wissenschaftlern entwickelt und gebaut, das die Kugel mit einer Messunsicherheit von besser als 1 nm charakterisieren soll (Bild 12). Hierfür ist eine außergewöhnliche Temperaturkonstanz von wenigen mK/h erforderlich.

Bild 11:

Kugelpoliermaschine

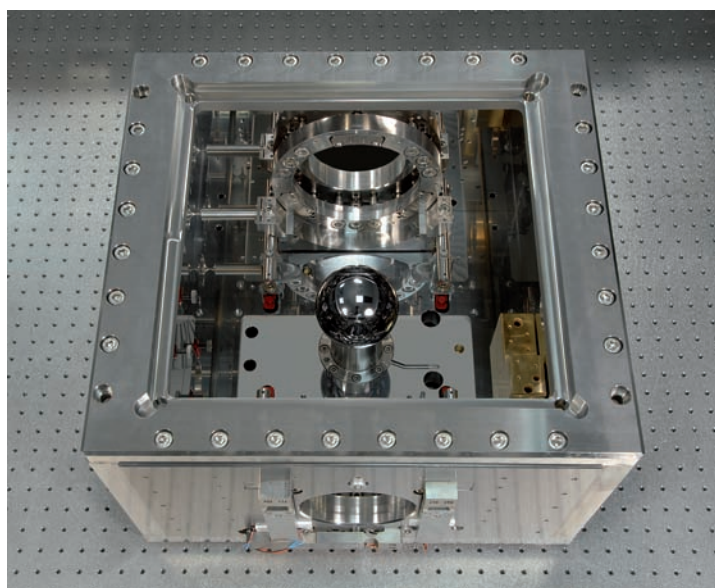
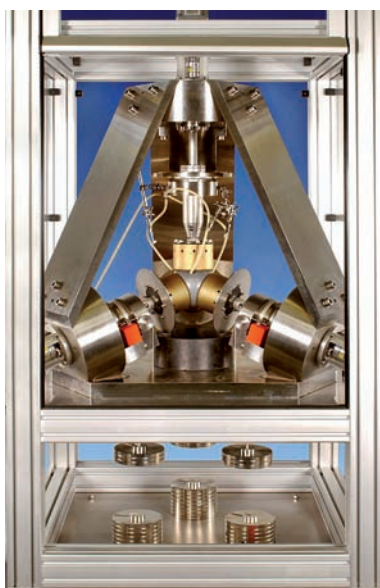


Bild 12:
Messkammer des Kugelinterferometers; mittig: Silizium-Kugel

Literatur

- [1] *L. Loewenherz*: Die Tätigkeit der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt bis Ende 1890. Bezug hierin zur Denkschrift des Herrn Präsidenten der Reichsanstalt vom 13. Dezember 1890
- [2] *Rickmann*: Schreiben an Prof. v. Laue am 27. Juni 1947
- [3] *K. W. Wagner*: Abhandlung über die „Gesichtspunkte und Voraussetzungen für den Wiederaufbau der PTR“, November 1947
- [4] NN: Bericht über die Rechnungsprüfung des Deutschen Reichs – Britische Zone – 31. Oktober 1948.
- [5] *Lob, Lehnert*: Hauptwerkstatt. Wissenschaftliche Abhandlungen der PTB, (1950), S. 20–21
- [6] *K. Steiner*: Richtwerte für die Einrichtung einer zentralen Forschungswerkstatt. PTB Mitteilungen, 177, (1967), Heft 5
- [7] *H. Göbel*: Entwurfsunterlagen Zentraler Gerätebau, 3. Februar 1992
- [8] *J. Stark* (Herausgeber): Forschung und Prüfung, 50 Jahre Physikalisch-Technische Reichsanstalt, Verlag von S. Hirzel in Leipzig (1937), S. 131.
- [9] *E. Hagen* und *K. Scheel*: Die Physikalisch-Technische Reichsanstalt. Sonderabdruck aus der Festschrift zum 50-jährigen Bestehen des Vereins Deutscher Ingenieure (1906)
- [10] *J. Gieleßen*: Über ein Normalbarometer neuerer Konstruktion. Zeitschrift für Instrumentenkunde, 65. JG, Heft 4, April 1957
- [11] *K. Steiner*: Ausschneiden dünner Folien. Wissenschaftliche Abhandlungen der PTB, (1958), S. 54.
- [12] *K. Steiner*: Schleif- und Polierarbeiten mit Diamant. Wissenschaftliche Abhandlungen der PTB, (1961), S. 47
- [13] *K. Drews, D. Beuke*: Anlage zur Messung kleiner Drücke von 0 mbar bis 70 mbar. PTB Jahresbericht, (1972), S. 212
- [14] *D. Beuke, G. Beutnagel, K. Drews*: Plattenkamera zur Objektivprüfung. PTB Jahresbericht, (1976), S. 176 f
- [15] *D. Beuke, G. Beutnagel, K. Drews*: Drahtzerreiß-Funkenprüfgerät. PTB Jahresbericht, (1977), S. 196 f
- [16] *D. Beuke, K. Drews, A. Ulmer*: Kreuzkondensator nach Thompson und Lampard. PTB Jahresbericht, (1979), S. 217 f
- [17] *D. Beuke, K. Drews, V. Sienknecht, M. Boltz, G. Langemann, G. Pannach, A. Ulmer*: Messgerät zur Darstellung der SI-Einheit Volt (Spannungswaage). PTB Jahresbericht, (1985), S. 183 f
- [18] *K. Drews, V. Jäger*: Herstellung quasi-optischer Oberflächen an Rotationskörpern hoher Präzision auf einem CNC-Drehautomaten unter Werkstattbedingungen. PTB Jahresbericht, (1988), S. 180
- [19] Archiv des Gerätebaus Berlin, IBTG/Auftraege-7Archiv/822_001_1995-2010_304_Kanal_System
- [20] *K. Drews, V. Jäger*: Werkstatt für Präzisions- und Ultrapräzisionsbearbeitung. PTB Jahresbericht, (1993), S. 128 f
- [21] *K. Drews, V. Jäger*: Monolithisches Röntgenverschiebeinterferometer aus einkristallinem Silicium. PTB Jahresbericht, (1995), S. 145 f
- [22] *A. Dettmer, V. Jäger*: Lamellen an Röntgeninterferometern. PTB Jahresbericht, (1998), S. 157 f
- [23] *R. Meeß, F. Löffler*: Use of a large chamber SEM (LC-SEM) for micro assembly and investigations of production processes. SEM based dimensional metrology: 223rd PTB-Seminar in Braunschweig, Germany; (PTB-Bericht PTB-F-52) (2007)
- [24] *R. Meeß, F. Löffler*: Design of a precision micro-assembly device with 6 degree of freedom. Proceedings of the 6th international conference, European Society for Precision Engineering and Nanotechnology: May 28th – June 1st, 2006, Baden bei Wien, Vienna. Vol. 2 (2006)
- [25] *R. Meeß, F. Löffler*: Micro-assembly-system with six degree of freedom for large angular motion. Micro system technologies 2005: International Conference & Exhibition on Micro Elektro, Opto Mechanical Systems and Components, München, 05–06, October, 2005
- [26] *A. Buß, J. Illeemann, R. Kumme, D. Hagedorn, R. Meeß, F. Löffler*: Entwicklung und Untersuchung von Kraftaufnehmern zur hochgenauen Messung statischer und dynamischer Kräfte. Sensoren und Messsysteme 2008: 14. Fachtagung Ludwigsburg, 11. und 12. März 2008; (VDI-Berichte: 2011) (2008)
- [27] *D. Hagedorn, R. Meeß, F. Löffler*: Fabrication of sputtered resistance strain gauges on curved surfaces. Proceedings of the 7th international conference, European Society for Precision Engineering and Nanotechnology: May 20th – May 24th 2007, Bremen, Germany. Vol. 2 (2007)
- [28] *R. Meeß, F. Löffler, D. Hagedorn*: Laser cutting of thin gold foils. Proceedings of the 10th International Conference of the European Society for Precision Engineering and Nanotechnology. Vol. 2: (2010), pp. 33–36
- [29] *F. Marcelja, G. M. Keiser*: Silicon Spheres for Gravity Probe B Experiment. Proc. of ASPE Spring Topical Meeting on Silicon Machining (1998), pp. 74–6

Wachhund des Atomzeitalters – Geigerzähler in der Geschichte des Strahlenschutzes

Johannes Abele*

Dieser Artikel ist ein stark gekürzter, aktualisierter Auszug aus dem Buch Johannes Abele: „Wachhund des Atomzeitalters“. Geigerzähler in der Geschichte des Strahlenschutzes (Deutsches Museum. Abhandlungen und Berichte Neue Folge, Bd. 16), München 2002. Redaktionelle Überarbeitungen von Herbert Janßen.

Gliederung

- 1 Einführung
- 2 Das Radioaktivitätslabor der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt
- 3 Optische und elektrische Zählmethoden – Wege zum Geiger-Müller-Zählrohr
- 4 Szintillationszählungen
- 5 Der Geiger'sche Spitzenzähler
- 6 Das Geiger-Müller-Zählrohr
- 7 Das Radioaktivitätslabor der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt
- 8 Volksgeigerzähler: Die Trivialisierung und Popularisierung von Strahlenmessungen

Literatur

1 Einführung

„Warum macht Ihr in einer Zeit, in der die Menschen so sehr Angst vor verstrahlten Lebensmitteln haben, nicht einen Geigerzähler für das Handgelenk und lasst die Leute selbst kontrollieren, ob die Sachen noch gut sind oder nicht?“ [1] – so zitierte die Tageszeitung Die Welt 1995 Herbert Henzler, Chairman von McKinsey Deutschland. Warum eigentlich nicht? In der Öffentlichkeit besteht durchaus Interesse an solchen Geräten: 1986, nach dem Reaktorunfall von Tschernobyl, meldeten die Hersteller von Strahlenmessgeräten einen Run auf Geigerzähler und auch 2011, nach der Katastrophe in Fukushima, waren in Deutschland Geigerzähler praktisch ausverkauft. Andererseits, warum sollte sich jedermann mit den komplexen Problemen radioaktiver Gesundheitsrisiken auseinandersetzen, wo doch wissenschaftliche Experten dafür Verantwortung tragen. Gleichgültig, ob in den Händen von Laien oder von Experten – Messinstrumente dienen dem Nachweis

von Strahlen, deren Gefahrenpotential ohne diese Geräte unserer Wahrnehmung unzugänglich wäre. Sicherheit ist daher ohne Instrumente undenkbar. Die Gründung des Radioaktivitätslabors der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt bildete 1912 einen Kristallisationspunkt für diese Verflechtung von Forschung, Instrumentenentwicklung, Wirtschaft und Kultur, die für die Entstehung neuer, wissenschaftsbasierter Technologien konstitutiv geworden ist.

Auch wenn eine breite Palette von Strahlnachweisgeräten dem Schutz vor Radioaktivität dient, so wird kaum ein Messgerät so sehr mit Strahlensicherheit in Verbindung gebracht wie das Geiger-Müller-Zählrohr. Bereits zu Beginn der 1950er Jahre hatte es in den USA die Bezeichnung *Watchdog of the Atomic Age* [2] erhalten. Seitdem werden diese Geräte mit einer gewissen Selbstverständlichkeit mit der Gewährleistung von Sicherheit identifiziert. Geigerzähler erscheinen selbst in Gegenwart radioaktiver Gefahren als Garanten für deren Abwehr. So verdeutlicht die Geschichte der Strahlenmesstechnik den komplexen Weg der Geiger'schen Zählmethoden vom Laborexperiment zum populären Konsumartikel des Atomzeitalters.

Im ersten Jahrzehnt des 20. Jahrhunderts waren die Wirkungen der Radioaktivität bereits bekannt, auf deren Grundlage die Entwicklung der bis heute gängigen Detektoren aufbaut: Strahlen schwärzen eine photographische Platte, sie erzeugen in Gasen Ionen, und sie lösen beim Auftreffen auf bestimmte Materialien Lichtblitze, sogenannte Szintillationen, aus.

Die historische Entwicklung der Geiger'schen Zählmethoden umfasste nun nicht nur die Erfindung verschiedener Detektoren – 1908 die Zählkammer von Rutherford und Geiger im Proportionalbereich mit längs eintretenden Strahlen, 1912 der Kugelzähler von Rutherford und Geiger, 1913 der Spitzenzähler von Geiger, 1928 das Geiger-Müller-Zählrohr, 1936 das selbstlöschende Zählrohr von Adolf Trost – sondern auch die Entwicklung von Registrier- und Verstärkereinrichtungen. Die Erfindung des Geiger-Müller-Zählrohrs im Jahr 1928 lag in der Entwicklung eines neuen

* Dr. Johannes Abele,
Universität des Saarlandes
E-Mail:
j.abele@univw.uni-saarland.de

Detektors für ionisierende Strahlen. Die Konstruktion elektronischer Verstärker für das Geiger-Müller-Zählrohr wurde dagegen von Schülern Geigers, von den Arbeitsgruppen Walther Bothes und seiner Kollegen in Deutschland, außerdem in verschiedenen Instituten in Italien, Frankreich, in den USA und in England vorangetrieben.

Im Strahlenschutz werden zur Feststellung möglicher Strahlengefährdungen verschiedene Messaufgaben wahrgenommen: Einerseits die Messung von Personendosen und Inkorporationen, andererseits die Messung von Ortsdosisleistungen am Arbeitsplatz und in der Umgebung sowie die Bestimmung der Aktivität radioaktiver Stoffe. Dabei wird das gesamte Spektrum an Strahlennachweismöglichkeiten genutzt. Gasionisationsdetektoren erlangten dabei die weiteste Verbreitung, sodass in der Umgangssprache der Begriff Geigerzähler schließlich zu einem Synonym für Strahlennachweisgeräte wurde.

2 Das Radioaktivitätslabor der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt

Hans Geiger wurde 1912 die Leitung des neu gegründeten Laboratoriums für Radioaktivität an der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt in Berlin übertragen. Zuvor hatte er fünf Jahre in Manchester als wissenschaftlicher Mitarbeiter Ernest Rutherfords Erfahrungen in dem neuen Wissenschaftszweig der Radioaktivitätsforschung gesammelt. In Berlin bestand seine Aufgabe nun gemäß dem Auftrag der PTR darin, die Aktivität

radioaktiver Präparate zu messen, radioaktive Messstandards zu bewahren und neue Messmethoden zu entwickeln. Geiger baute das Labor zur zentralen Prüfstelle für radioaktive Präparate aus. Dementsprechend bestimmten seine Mitarbeiter schließlich im Jahr 1925, als Geiger die PTR verließ und in Kiel eine Professur für Experimentalphysik annahm, die Aktivität von fünfundachtzig Radiumpräparaten, sechs Erzproben, fünf Radium-Kompressen, zwei radioaktiven Salben, einem radioaktiven Brotzusatz sowie einem radioaktiven Katzenfell [3].

Radioaktivität gehörte zu den neuen Entdeckungen, die nicht nur auf das Interesse der Wissenschaft stießen, sondern auch die Begeisterung von Presse und Öffentlichkeit weckten. Henri Becquerel hatte 1896 in Paris erstmals eine von Uran ausgehende Strahlung nachgewiesen. Bis zu Beginn des Ersten Weltkrieges waren ihre grundlegenden Eigenschaften bekannt, wenn auch noch in wissenschaftlichen Kreisen umstritten und viel diskutiert: Man hatte weitere radioaktive Elemente entdeckt, zwischen α -, β - und γ -Strahlen unterschieden, erste radioaktive Zerfallsreihen aufgestellt, das radioaktive Zerfallsgesetz formuliert und den radioaktiven Zerfall als zufälligen Prozess erkannt. Auf Untersuchungen mit radioaktiven Strahlen beruhten wichtige wissenschaftliche Entdeckungen: der Atomkern, Isotope, in den 1930er Jahren dann Neutronen und die Kernspaltung. Aus den Radioaktivitätsforschungen des frühen 20. Jahrhunderts gingen viele neue Forschungsfelder hervor: Atom-, Kern- und Neutronenphysik, Radiochemie, Radiobiologie, Radiologie, um nur die wichtigsten zu nennen.

Mit der Erforschung der Radioaktivität sind heute klangvolle Namen der Wissenschaftsgeschichte verbunden. Für zahlreiche Forschungsarbeiten des Feldes wurden Nobelpreise verliehen. Über der Würdigung der wissenschaftlichen Errungenschaften droht jedoch die praktische Relevanz der Forschungen für den Radioaktivitätskonsum, für medizinische und technische Anwendungen in Vergessenheit zu geraten. So arbeiteten Marie Curie, Friedrich Giesel, Frederick Soddy und Otto Hahn vor dem Ersten Weltkrieg eng mit Industriefirmen zusammen, die radioaktive Präparate produzierten [4]. Auch die Stiftung zur Gründung des ersten Instituts für Radioaktivitätsforschung in Deutschland an der Universität Heidelberg war 1909 mit der Auflage verbunden, die Forschungen „an die praktischen Bedürfnisse, namentlich der Medizin und der Technik“ zu knüpfen [5].

Nachdem Wissenschaftler und Wissenschaftlerinnen kurz nach der Jahrhundertwende beobachtet hatten, dass die Strahlung von Radium Verbrennungen ähnlich denen von Röntgenstrahlen verursacht, fanden Radiumpräparate Eingang in



Bild 1:
Hans Geiger
(Bild: PTB)

die medizinische Therapie. Sie dienten in erster Linie der Behandlung von Hautkrankheiten und Tumoren. Entsprechend stieg die Nachfrage nach radioaktiven Präparaten durch Ärzte, Krankenhäuser und die pharmazeutische Industrie. Radiumanwendungen waren ein wachsender Zweig in Medizin und Heilkunde. 1930 wurden weltweit etwa 100 000 Patienten mit Radiumpräparaten behandelt [6].

Nicht nur die Krankenhausmedizin griff zunehmend auf das strahlende Element zurück, Radium wurde auch als Hausmittel gegen rheumatische Erkrankungen und Nervenentzündungen angepriesen. Unter Hinweis auf die Gegenwart radioaktiver Gase in der Atmosphäre, im Boden und in Mineralquellen erklärten populäre Schriften Radioaktivität ebenso wie auch Elektrizität oder Röntgenstrahlen zu einer umfassenden, Heilung versprechenden Quelle der Lebenskraft. Nach der Jahrhundertwende traten Hersteller radioaktiver Konsumartikel damit in den Wettbewerb um Kunden, die medizinische Heilkräfte suchten. Sie warben für radioaktive Zahnpasta, Fußeinlagen, Haarwässer, sie versprachen Gesundheit durch den Genuss strahlender Kekse oder Getränke [7]. Radioaktive Produkte machten die Strahlung zu einem allgemein käuflichen Gut.

Neben medizinischen Anwendungen verbreitete sich Radium auch in der Technik, zunächst in Utopien und Wunschvorstellungen von Wissenschaftlern und Schriftstellern wie Frederick Soddy, Ernest Rutherford oder Herbert George Wells. In ihren Visionen von gewaltigen neuen Energiequellen und in Szenarien radioaktiver Vernichtung bündelten sich Zukunftserwartungen des späten 19. Jahrhunderts: die Hoffnung auf ein goldenes wissenschaftliches Zeitalter ebenso wie die Furcht vor dem nahenden Weltuntergang [8]. Es gab jedoch auch praktische Anwendungen radioaktiver Präparate: Radioaktive Leuchtfarben stießen wegen ihrer Leuchtkraft insbesondere während der Weltkriege auf große Nachfrage. Zifferblätter, Kompass oder Instrumente in Flugzeugen wurden damit behandelt. Die Herstellung von Leuchtgarnituren für eine Million Gewehre erforderte während des Ersten Weltkrieges etwa 1 Gramm Radiumelement [9]. Edelsteine konnten durch Radium-Bestrahlungen gefärbt werden. Schließlich wurden seit Anfang der 1930er Jahre Werkstoffe mit γ -Strahlen durchleuchtet und auf Fehler untersucht [10].

Gleich, welche Motive hinter der Beschäftigung mit Radioaktivität standen, stets stellte sich die Frage des Nachweises von Strahlen. Strahlungsmessungen waren für Wissenschaft, Wirtschaft und Medizin unerlässlich. Die Gründung des Radioaktivitätslabors an der PTR als Speziallabor für Radioaktivitätsmessungen kennzeichnete den Beginn der staatlichen Regulierung der Radioak-

tivitätsforschung und -technik. Die Hauptaufgabe von Hans Geiger an der PTR bestand zunächst darin, durch Radioaktivitätsmessungen im Staatslaboratorium den Erwerb und Verkauf von radioaktiven Präparaten zu regeln.

Insbesondere vor dem Ersten Weltkrieg bestand eine enge Zusammenarbeit zwischen den wenigen Wissenschaftlern, die sich mit Radioaktivität befassten, und Industriefirmen, die radioaktive Präparate herstellten. Einer der bedeutendsten Hersteller von Radiumpräparaten war in Deutschland die Braunschweiger Chininfabrik Buchler & Co. Friedrich Giesel, seit 1878 leitender Chemiker der Firma, gehörte in Deutschland zu den ersten, die sich mit radioaktiven Elementen befassten. Er verbesserte die Methoden zur Anreicherung von Radium und beobachtete Leuchterscheinungen von α -Strahlen auf beschichteten Schirmen. Die Firma Buchler & Co. brachte 1906 auch als erste Fabrik radioaktive Leuchtfarben in den Handel.

Weitere bedeutende Hersteller radioaktiver Präparate in Deutschland waren die Radium Chemie A. G. Frankfurt und die Allgemeine Radium A. G. in Berlin. Letztere beteiligte sich 1928 an der neu gegründeten South African Radium Co. und verarbeitete auch Erze. In der Regel kauften die Firmen jedoch Radium bei den produzierenden Firmen, etwa der belgischen Firma Radium Belge, die Katangaerze aufbereitete. Das Material wurde umgefüllt und für Kunden in Kapseln gewünschter Größe verschweißt. Neben diesen radiumverarbeitenden Betrieben gab es eine große Zahl von Unternehmen, die schwach radioaktive Präparate und Produkte herstellten und vertrieben.

Neben Radium diente auch das Radiumisotop Mesothorium I (Radium-228) als Strahlenquelle. Die Suche nach Ersatz für Radium war angesichts des hohen Preises nicht erstaunlich, ganz zu schweigen von der Befürchtung, die Radiumvorräte könnten durch Verschwendung für Leuchtzifferblätter von Taschenuhren oder dergleichen aufgebraucht werden. Mesothorium I war 1907 von Otto Hahn entdeckt worden. Es ist das erste Zerfallsprodukt des Thoriums und somit in allen Thormineralien enthalten. Die Thoriumproduktion war weit entwickelt, schließlich war es einer der Grundstoffe für die Herstellung von Gasglühstrümpfen. Die Auer-Gesellschaft in Berlin, Produzent von Gasglühstrümpfen, gelangte auf diesem Weg auch zur Fertigung radioaktiver Präparate.

Die Fertigung von Mesothor blieb weit hinter der Herstellung von Radium zurück. In den 1930er Jahren lag die Jahresproduktion weltweit bei 2,5 g bis 3 g. Dabei ist jedoch zu berücksichtigen, dass die γ -Strahlenintensität von 1/400 g Mesothor der Aktivität von 1 g Radium entsprach. Die im Vergleich zu Radium kurze Halbwertszeit von Mesothorium erschwerte eine eindeutige Festlegung des Preises, da die Aktivität sich ständig veränderte:

Während Radiumpräparate wegen der relativ langen Halbwertszeit von 1600 Jahren eine weitgehend konstante Strahlungsintensität hatten, stieg bei frischen Mesothorpräparaten die Aktivität zunächst 4 bis 5 Jahre an und klang danach langsam ab. Mesothorium hat eine Halbwertszeit von 5,7 Jahren. Radium wurde praktisch nicht verbraucht. Die lange Halbwertszeit erhielt die Strahlkraft der Präparate.

Die PTR bestimmte durch ihre Aktivitätsmessungen den Wert radioaktiver Präparate. Immer wieder traten geologische Ämter oder Banken mit der Bitte an die PTR heran, Erzproben oder Rückstände der Uranfarbenproduktion zu untersuchen. Hinter diesen Anfragen verbarg sich das Interesse an der Abbauwürdigkeit von Erzen. Doch auch beim Handel mit stark radioaktiven Präparaten legten erst die Aktivitätsmessungen der PTR den genauen Wert einzelner Präparate fest. Denn Radium kam fast ausschließlich als Radiumsalz auf den Markt. Die Strahlenwirkung und damit auch der Wert eines Präparats hing jedoch nur vom Gehalt an Radium-Element ab, der aus dem absoluten Gewicht eines Radiumsalzes nicht erschlossen werden konnte. Der Wert radiumhaltiger Präparate wurde daher durch Radioaktivitätsmessungen bestimmt, aus denen sich der Gehalt an reinem Radium ableiten ließ [11].

Die Reichsanstalt sicherte als unabhängige wissenschaftliche Einrichtung durch ihre Messungen einen ordnungsgemäßen Verlauf des Handels mit radioaktiven Präparaten und nahm damit rasch eine unentbehrliche Aufgabe wahr. So verwies Otto Hahn bereits 1913, ein Jahr nach Gründung des Radioaktivitätslabors, Buchler & Co an die PTR, um für Anfragen aus dem Ausland beglaubigte Messwerte zu erhalten. Auf Wunsch ihrer Kunden ließen Hersteller radioaktiver Präparate die Produkte bei der PTR prüfen. Zuweilen sandten die Kunden oder Zwischenhändler, häufig Banken, die Ware auch direkt an die Reichsanstalt, um die Aktivitätsangaben der Hersteller überprüfen zu lassen. Besonders Städte, die für ihre Krankenhäuser Radium kauften, bestanden auf einer unabhängigen Prüfung.

Die Aktivitätsbestimmung durch eine unabhängige Institution war deshalb von so großer Bedeutung, weil die eigentlichen Messungen mit zahlreichen Unsicherheiten behaftet waren. Denn die Aktivität hing maßgeblich von der chemischen Zusammensetzung der kommerziellen Produkte ab.

Die Glaubwürdigkeit radioaktiver Messwerte war nicht nur durch wissenschaftlich-technische Unsicherheiten in Frage gestellt, sondern auch durch glatten Betrug. Verschiedene Hersteller radioaktiver Präparate machten sich gegenseitig den Vorwurf, „unanständige“ und „ungesetzliche Tricks“ einzusetzen [12]. Beispielsweise konnten

Radiumpräparate mit dem billigeren Mesothorium verfälscht werden. Da die Radiummenge aufgrund der Aktivität der Präparate bestimmt wurde, befürchteten viele Kunden, dass sie nicht die Radiummenge erhielten, für die sie auch bezahlt hatten. Nur durch Öffnen der Radiumröhrchen und Verlust von Radium ließ sich vor dem Ersten Weltkrieg in fünfjährigen Messungen eine Verfälschung des Materials nachweisen. Die Radium Chemical Company Pittsburgh gab zwar bereits 1914 aufgrund von eigenen Messungen und Gutachten der Universität Chicago eine Garantie auf Mesothorfreiheit ihrer Produkte ab, lehnte jedoch Kontrollmessungen ab, die sich über Jahre hinweg ziehen würden. Als Otto Hahn 1914 eine Methode für die Mesothorprüfung von geschlossenen Röhrchen veröffentlichte, bestürmten Firmen und Kunden die PTR, die neue Methode auf die eingesandten Präparate anzuwenden. Es dauerte jedoch noch einige Zeit, bis die PTR die Methode für Prüfzwecke weiterentwickelt hatte. Geiger versicherte jedoch: „In jedem Falle ist aber die R. A. in Bälde in der Lage, durch Versuche festzustellen, ob der Wert des zu liefernden Präparates durch Beimengungen von Mesothor bzw. Radiotor wesentlich herabgesetzt ist.“ [13] Die Kontrollen der Reichsanstalt schufen dadurch eine Sicherheit im Radiumhandel, die in den Augen der Kunden durch Garantien der Radiumfirmen nicht gewährleistet war.

Die Beseitigung von Unsicherheiten bei Messverfahren und der Schutz vor Betrug durch die Prüfungen des PTR-Labors lagen nicht nur im Interesse der Kunden. Auch die großen Radiumfabriken bemühten sich darum, „den Verkauf von Radium in Europa auf eine korrekte und genaue Basis zu bringen“ [14]. Sie sandten deshalb auch von sich aus ihre Präparate an die PTR. 1914 konnte man davon ausgehen, dass alle in Deutschland benutzten Radiumpräparate durch die Hände der PTR-Mitarbeiter gegangen waren. Es war selbstverständlich, dass selbst bekannte Laboratorien wie etwa Otto Hahns Institut, das zur Entwicklung der Messmethoden der PTR beigetragen hatte, nur staatlich geprüfte Präparate verwendeten.

In Deutschland war das Staatslaboratorium somit bereits vor dem Ersten Weltkrieg fest in den Radiumhandel eingebunden. Aufgrund der zahlreichen Anfragen nach Radioaktivitätsmessungen vereinheitlichte die PTR Maßeinheiten und entwickelte standardisierte Verfahren zur Prüfung der Präparate. Bis zu Beginn der 1920er Jahre führte Walther Bothe Routinemessungen im Radioaktivitätslabor der PTR durch. Er hatte 1913 kurz vor dem Ende seiner Promotion bei Max Planck seine Tätigkeit an der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt begonnen. Seine ersten Laborbücher sind gefüllt mit den Messreihen von Radio-

aktivitätsprüfungen. Bis zum Zweiten Weltkrieg wurden die Messverfahren in immer komplexeren Anweisungen festgeschrieben. Nach dem Zweiten Weltkrieg änderte sich der Markt für radioaktive Präparate grundlegend: Kerntechnische Großgeräte und Kernreaktoren produzierten eine große Menge radioaktiver Isotope, die Wissenschaft, Medizin und Technik zur Verfügung standen. Außerdem rückten Uranerze durch die Atomwaffenproduktion und die Nutzung der Atomenergie ins Blickfeld des internationalen Handels [15].

3 Optische und elektrische Zählmethoden – Wege zum Geiger-Müller-Zählrohr

Die Physikalisch-Technische Reichsanstalt erfüllte seit ihrer Gründung zwei Aufgaben: die Durchführung von Messungen zur Regelung des technischen und wirtschaftlichen Lebens und wissenschaftliche Forschungen. Auch das Radioaktivitätslabor der PTR nahm diesen doppelten Auftrag wahr. Eines der wichtigsten wissenschaftlichen Betätigungsfelder von Geiger und Bothe im Radioaktivitätslaboratorium war die Strahlungsmess-technik. Auch nachdem sie das Labor verlassen und in Kiel bzw. Göttingen Professuren für Experimentalphysik angenommen hatten, nahmen sie weiter entscheidenden Einfluss auf die Entwicklung dieses Wissenschaftsgebiets. Die Arbeiten von Geiger und Bothe reflektieren Veränderungen im Nachweis von Radioaktivität, die im folgenden Abschnitt nachgezeichnet werden. Die Zählung von α -Teilchen blieb durchgehend ein zentrales Forschungsproblem, das zu heftigen Auseinandersetzungen über die Leistungsfähigkeit der verschiedenen Zähltechniken führte. Insbesondere die Frage nach der Zahl Z der α -Teilchen, die von einem Gramm Radium pro Sekunde emittiert werden, beschäftigte die führenden Radioaktivitätslaboratorien in Manchester und Cambridge, in Berlin und Wien mehr als zwei Jahrzehnte lang. Bei der Zahl der von einem Gramm Radium emittierten α -Teilchen handelte es sich, der damaligen Auffassung zufolge, um eine grundlegende Naturkonstante. Sie diente zur Untersuchung von α -Teilchen und der Bestimmung der Lebensdauer und Wärmeentwicklung von Radium. Verschiedene Messungen ergaben erheblich voneinander abweichende Ergebnisse, die teils auch noch mit anderen Experimenten in Widerspruch standen [16]. Geiger veröffentlichte 1908 und 1924 mehrere Aufsätze zu dem Thema. Noch 1931 sah er es als seine Pflicht an, dazu neue Forschungen in Angriff zu nehmen.

4 Szintillationszählungen

Als Hans Geiger 1911 in Berlin seine wissenschaftlichen Arbeiten aufnahm, setzte er Forschungen

zur Zählung von α -Teilchen fort, die er bereits in Manchester zusammen mit Ernest Rutherford begonnen hatte. 1908 hatten er und Rutherford in verschiedenen Experimenten die Zahl der von einem Gramm Radium ausgesandten α -Teilchen bestimmt. Diese Versuche sollten die damals drängendste Frage der Radioaktivitätsforschung lösen: ob α -Teilchen nur eine Elementarladung e oder aber die doppelte Ladung $2e$ tragen. Gleichzeitig dienten die Experimente dazu, die Größe der Elementarladung neu zu bestimmen.

Geiger und Rutherford verwendeten bei ihren Zählungen eine optische Zählmethode, die sogenannte Szintillationsmethode. William Crookes hatte 1903 festgestellt, dass α -Teilchen beim Aufprall auf einen phosphoreszierenden Zinksulfidschirm einen schwachen Lichtblitz, eine Szintillation, hervorrufen. Nach Crookes Entdeckung hatten verschiedene Experimente von Erich Regener in Berlin und von Rutherford und Geiger in Manchester die Annahme plausibel erscheinen lassen, dass jedes einzelne auf dem Schirm auftreffende α -Teilchen einen Lichtblitz verursacht. Damit war die Möglichkeit gegeben, genaue quantitative Messungen durch Zählung der Teilchen durchzuführen.

Regeners Arbeiten trugen maßgeblich dazu bei, aus der bewundernden Beobachtung eine quantitative Messmethode zu machen. Szintillationszählungen blieben bis Ende der 1920er Jahre die wichtigste Methode zur Zählung von α -Teilchen. Rutherford untersuchte damit die Eigenschaften von α -Strahlen; Szintillationsexperimente von Geiger und Ernest Marsden bestätigten zwischen 1911 und 1912 das von Rutherford aufgestellte Modell eines kompakten Atomkerns; auch die „Atomzertrümmerungsversuche“ der 1920er Jahre stützten sich auf diese optische Zählmethode. Szintillationsexperimente beruhten zwar auf einem einfachen Nachweisprinzip. Sie erforderten dennoch aufwendige Messverfahren, denn die Beobachter mussten diszipliniert und konzentriert zählen. Durch zahlreiche Regeln und Vorkehrungen sollten Beobachtungsfehler vermieden werden. Häufig wurden Szintillationszählungen daher auch als eine „mühselige“ Messmethode bezeichnet, sie galt als „heikel“ und „ermüdend“. Aufgrund der Entwicklung automatischer Zähltechniken zu Beginn der 30er Jahre verlor sie ihre dominierende Stellung als Zählmethode [17].

5 Der Geiger'sche Spitzenzähler

Ernest Rutherford und Hans Geiger verwendeten bei ihren Experimenten zur Emission von α -Teilchen 1908 auch eine elektrische Zählmethode zum Nachweis einzelner α -Teilchen [18]. Solange nicht völlig gesichert war, dass bei Szintillationszählungen tatsächlich jedes α -Teilchen

einen Lichtblitz erzeugte, musste das Ergebnis mit weiteren, unabhängigen Messmethoden überprüft werden. Rutherford und Geiger entwickelten daher auf Grundlage der elektrischen Wirkungen von α -Teilchen eine neue Zählmethode. Es war bereits bekannt, dass die ionisierende Wirkung eines einzelnen α -Teilchens mit höchst empfindlichen Elektrometern nachgewiesen werden konnte – sichtbar wurde eine Ablenkung der Nadel um 0,3 mm. Bei diesen Messungen mussten alle äußeren Störungen vermieden werden. Auch reagierten die empfindlichen Messgeräte nur langsam, sodass sie nur über ein geringes zeitliches Auflösungsvermögen verfügten. Aus diesem Grund griffen Rutherford und Geiger auf die Verstärkung durch Stoßionisation in Gasen zurück, die bereits zu Anfang des Jahrhunderts in Oxford erforscht worden war. Sie ließen α -Teilchen längs der Achse in ein Rohr eintreten, das mit einem Gas von relativ geringem Druck gefüllt war. In dem Rohr war ein Draht gespannt. Rutherford und Geiger legten eine Spannung kurz unter dem Funkenpotential an. **Dadurch erreichten sie eine Verstärkung der Primärionisation, die eine bequeme Messung erlaubte.** Die Registrierung der Signale erfolgte mittels eines Elektrometers. Damit die Elektrometernadel nach jedem Ausschlag wieder zur Ruhe kommen konnte, sollten nicht mehr als etwa vier Teilchen pro Minute auftreten.

Geiger und Rutherford stellten eine große Übereinstimmung zwischen den Ergebnissen der optischen und der elektrischen Messmethode fest – somit standen zwei unabhängige Methoden zur Zählung von α -Teilchen zur Verfügung. Beiden Messmethoden hafteten jedoch gravierende Mängel an. Die Detektoren und die Beobachter waren stete Fehlerquellen, die mit erheblichem Aufwand kontrolliert werden mussten. Wenn bei Szintillationsschirmen die Gefahr bestand, dass einige Teilchen keinen Lichtblitz erzeugten, so gab es bei elektrischen Zählmethoden eher das Problem, dass die Detektoren zu viele Impulse erzeugten. Bereits Geiger und Rutherford beobachteten, dass ihre neue Methode Signale erzeugte, ohne dass ein radioaktives Präparat in der Nähe war. Sie schrieben daher dem Rohr eine innewohnende Radioaktivität zu, auf die sie die beobachteten Effekte zurückführten. Da diese Ausschläge jedoch weit kleiner waren als die Signale von α -Teilchen, kam ihrer Meinung nach eine Verfälschung der Ergebnisse nicht in Betracht [19].

Hans Geiger beschäftigte sich nach seinem Umzug nach Berlin weiter mit der elektrischen Zählung von α -Teilchen. Er ersetzte den Zähl-draht der Zählkammer aus Manchester durch eine Spitze. Die Zuverlässigkeit der neuen Zählkammer, des Geiger'schen Spitzenzählers, blieb jedoch unter den Kollegen Geigers umstritten. Die „natürlichen Störungen“ der Zählleinrichtungen, wie die

spontanen Impulse auch bezeichnet wurden, boten genügend Grund, die Glaubwürdigkeit der Messmethode in Frage zu stellen. Spontane Ausschläge der Zählleinrichtungen schienen die Ergebnisse zu verfälschen. Experimentatoren versuchten deshalb, die Zahl dieser Ausschläge möglichst zu verringern. Häufig genügte es zwar, wie Geiger in einem Brief an Rutherford bemerkte, die Konstanz der natürlichen Störungen zu belegen und die entsprechende Anzahl vom Ergebnis zu subtrahieren, und doch blieb der eindeutige quantitative Zusammenhang zwischen dem Auftreten von Zerfallsteilchen und den Impulsen der Apparatur ungewiss. Geiger belegte durch neue Experimente, dass fast alle Ausschläge seiner Apparatur von außen und nicht durch das Instrument verursacht wurden. Trotzdem blieben die „natürlichen Störungen“ ein Problem elektrischer Zählungen. Die Ungewissheit, ob es sich bei den Ausschlägen um ein instrumentelles Artefakt oder um das Signal eines radioaktiven Zerfalls handelte, ließ sich nicht beseitigen [20].

6 Das Geiger-Müller-Zählrohr

Geiger blieb, unterbrochen vom Ersten Weltkrieg, bis 1925 an der PTR. 1924 habilitierte er sich an der Universität Berlin, 1925 übernahm er einen Lehrstuhl für Experimentalphysik an der Universität Kiel. Walther Bothe wurde sein Nachfolger als Leiter des Radioaktivitätslabors der PTR. In den 1920er Jahren dienten Geigers Forschungen zur Messtechnik dem Zweck, den Spitzenzähler für die Messung von α -Teilchen zu optimieren. Bis weit in die 20er Jahre blieben α -Teilchen für Geiger der Schwerpunkt seiner Forschungen. 1925, bei seinem Umzug nach Kiel, hatte er rund 45 Aufsätze veröffentlicht, fast zwei Drittel davon behandelten direkt Eigenschaften von α -Teilchen [21]. Untersuchungen von α -Teilchen bildeten für Geiger und seine Kollegen den Anstoß für die weitere Entwicklung der Zählkammern. So ist es nicht erstaunlich, dass sie versuchten, störende Impulse von β - oder γ -Strahlen zu verringern.

Zu diesem Zweck begann Geiger bereits in Berlin mit systematischen Untersuchungen zur Wirkungsweise des Spitzenzählers, die er in Kiel zusammen mit Otto Klemperer und Walter Müller fortsetzte. Diese Untersuchungen bestätigten im Sommer 1928 Forschungen aus Cambridge, die nachwiesen, dass in Abhängigkeit von der angelegten Spannung zwei Arbeitsbereiche des Zählers zu unterscheiden sind: der Multiplikationsbereich, in dem die Primärionisation um einen bestimmten Faktor verstärkt wird, und der Auslösebereich, in dem die Größe des Stromstoßes unabhängig ist von der Zahl der ursprünglich erzeugten Ionen. Außerdem bestimmten Geiger und Klemperer die Größe des wirksamen Zählraums des Spit-

zenzählers, in dem Ionen durch Stoßionisation verstärkt werden. Die elektrischen und geometrischen Bedingungen, Gas und Gasdruck, und die Richtung der Strahlen waren die entscheidenden Faktoren für die Arbeitsweise eines Zählers. Mit diesem Wissen war es möglich, einen Zähler zu konstruieren, der nur auf α -Strahlen, aber nicht auf β -Strahlen ansprach. Geiger und Klemperer sahen sich nach langjährigen Forschungen am Ziel. Von einem „reinen α -Zähler“ erwarteten sie die Lösung zahlreicher Probleme bei der „Streuung von α -Strahlen und der Zertrümmerung von Atomen“ [22].

Als Geiger und Klemperer ihre Forschungsergebnisse über die Wirkungsweise des Spitzenzählers im Juni 1928 veröffentlichten, unternahm Müller und Geiger bereits die ersten systematischen Versuche mit dem Elektronenzählrohr. Walter Müller hatte 1923 sein Studium an der Universität Kiel begonnen, das er im Februar 1928 mit einer Promotion über Gasentladungen bei Hans Geiger abschloss. Danach arbeitete er mit einem Stipendium der Notgemeinschaft der Deutschen Wissenschaft weiter an Geigers Institut. Dabei nahm er nochmals die Apparatur seiner Dissertation zur Hand, ein Messingrohr, in dessen Innern koaxial ein Draht gespannt war, sodass zwischen Draht und Gehäuse eine elektrische Spannung angelegt werden konnte, während der Druck im Innern des Rohrs veränderbar war. Er beobachtete bei einem bestimmten Druck und einer bestimmten Spannung unregelmäßige Signale, deren Zahl drastisch anstieg, wenn sich ein radioaktives Präparat der Apparatur näherte. Weitere Experimente von Geiger und Müller ließen die Vermutung plausibel erscheinen, dass die »natürlichen Störungen« elektrischer Zähler, die bisher vorwiegend auf radioaktive Verunreinigungen innerhalb der Zählkammer zurückgeführt wurden, Signale einer durchdringenden Strahlung von außen waren. Die beiden Wissenschaftler erkannten 1928 in ihrer Apparatur ein empfindliches Messgerät, das die neueste Entdeckung der Forschungsfront anzeigte: harte Komponenten der Höhenstrahlung. Anfang August 1928 erschien in der Zeitschrift *Die Naturwissenschaften* die erste öffentliche Mitteilung über das „Elektronenzählrohr“ [23].

Das Elektronenzählrohr schuf neue Nachweismöglichkeiten für das aufblühende Forschungsfeld der Höhenstrahlung. Zudem begegneten Physiker in Cambridge und Wien gegen Ende der 1920er Jahre der optischen Zählmethode, bislang Standardmethode zum Einzelnachweis von α -Teilchen, wegen uneinheitlicher Messergebnisse mit zunehmender Skepsis. Nach der Erfindung des Zählrohrs wandten sich Geiger und Bothe verstärkt den Problemen der Höhenstrahlungsforschung zu. Diese Neuorientierung der Forschung eröffnete der neuen Zählmethode ein breites Aufgabengebiet,



Bild 2:
Walther Müller mit
Geiger-Müller-
Zähler, ca. 1949
(Photo Deutsches
Museum München)

in dem ältere Zählmethoden versagten. Geiger nahm 1929 einen Ruf an die Universität Tübingen an. 1936 übernahm er eine Professur für Physik an der Technischen Hochschule Berlin. Dort führte er seine Forschungen zur Höhenstrahlung fort. Bothe nutzte 1928 in Berlin die Zählrohre erfolgreich in Koinzidenzexperimenten zur Erforschung der Natur der Höhenstrahlung [24]. Er verließ im Jahr 1930 Berlin und nahm einen Ruf an die Universität Gießen an, 1932 übernahm er als Nachfolger Philipp Lenards den Lehrstuhl für Experimentalphysik an der Universität Heidelberg. 1933 legte er aus politischen Gründen sein Amt an der Universität nieder, 1934 wurde er Direktor des Instituts für Physik am Kaiser-Wilhelm-Institut für medizinische Forschung in Heidelberg.

7 Das Radioaktivitätslabor der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt

Nach dem Ende des Zweiten Weltkrieges erfolgte die Gründung eines neuen staatlichen messtechnischen Labors, der Physikalisch-Technischen Anstalt (PTA) in Braunschweig. Sie wurde später in Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) umbenannt. Wie bei ihrer Vorgängerinstitution, der PTR in Berlin, wurde nach dem Zweiten Weltkrieg ein Laboratorium für Radioaktivität eingerichtet, mit dessen Aufbau und Führung der frühere Leiter des PTR-Labors, Hans Fränz, betraut wurde. 1949 erhielt die PTA 13 beschlagnahmte Radiumstandards der PTR zurück. Mit Hilfe der ortsansässigen Firma Buchler & Co konnte Fränz im selben Jahr mit ersten Prüfun-

gen beginnen. Außerdem bemühte er sich um eine angemessene apparative Ausstattung seines Labors: Er erkundigte sich bei amerikanischen Herstellern nach Strahlenmessgeräten. Erste Verstärkereinrichtungen ließ er von Maier-Leibnitz im Max-Planck-Institut für medizinische Forschung in Heidelberg konstruieren [25].

Anfragen zur Prüfung radioaktiver Präparate kamen anfangs wie auch vor dem Zweiten Weltkrieg von Ärzten und Krankenhäusern, von wissenschaftlichen Instituten und Herstellern radioaktiver Präparate wie etwa der Chininfabrik Buchler & Co., der Auer-Gesellschaft oder der Radium-Chemie Dr. v. Gorup K.G. Ab Mitte der 1950er Jahre gehörten Prüfungen für Industriefirmen, insbesondere für Hersteller von Strahlenmessgeräten wie etwa die Firmen Friesseke & Hoepfner Erlangen oder Siemens & Halske Karlsruhe zum Alltag des Radioaktivitätslaboratoriums [26].

In den ersten Jahren stand die Prüftätigkeit des neuen Labors vollständig in der Tradition des ehemaligen PTR-Laboratoriums. Anfragen über den Radiumgehalt radioaktiver Konsumartikel aus der Vorkriegszeit erreichten die PTA, etwa wenn die Auer-Gesellschaft um laufende Kontrollen ihrer radioaktiven Zahncreme DORAMAD bat. Wie bereits vor dem Zweiten Weltkrieg setzte sich auch die PTA dagegen zur Wehr, dass ihre Prüfungen ausschließlich für Werbezwecke verwendet wurden. Der Leiter des Radioaktivitätslaboratoriums lehnte daher auch ausdrücklich Routine-messungen und laufende Betriebskontrollen ab. Klar formulierte er auch das Selbstverständnis des Staatslaboratoriums, das den messtechnischen Führungsanspruch ganz in der Tradition der PTR fortführte: „Die PTR muss meiner Ansicht nach nicht nach möglichst vielen Prüfungen streben, sondern danach, dass sie stets letzte Instanz ist, dass ihre Messungen immer als die zuverlässigsten und entscheidenden gelten.“ [27] Fränz spricht vom Radioaktivitätslabor der PTR in Berlin-Charlottenburg, das formell noch nicht mit der PTB Braunschweig vereinigt war.

Die Aufträge zur Prüfung radioaktiver Konsumartikel gingen nach dem Zweiten Weltkrieg stetig zurück. Radioaktivität erschien nicht länger als wundersames Heilmittel, sondern mehr und mehr als gesundheitliche Bedrohung. Auch die Auer-Gesellschaft überdachte den Nutzen ihrer radioaktiven Zahnpasta und bat die PTB 1951 nicht mehr um Bestätigung des Radiumgehaltes, sondern um Auskunft, wie viel Radiothor (Thorium-228) der Zahnpasta zugesetzt werden könne, ohne dass gesundheitliche Schäden zu erwarten seien [28]. Hier spiegelt sich im Kleinen ein Umbruch in der Wahrnehmung radioaktiver Stoffe. Galten bis 1945 ionisierende Strahlen weitgehend als heilsame Kräfte, so erschienen sie nach dem Zweiten Weltkrieg zunehmend als Gefahr für Leib und Leben.

Stand die staatliche Regulierung von Strahlenmessungen bis 1945 weitgehend unter dem Vorzeichen wirtschaftlicher Interessen und Bedürfnisse, so erforderte nach 1945 das Problem der Strahlensicherheit und des Strahlenschutzes neue Formen staatlichen Engagements. Auch im Strahlenschutz nutzte der Staat die Kompetenz von Spezialisten der Strahlenmesstechnik zur Regulierung und Kontrolle; auch hier erfolgte in Routinemessungen eine Formalisierung wissenschaftlicher Urteile; vor allem prägte die Legitimationskraft wissenschaftlicher Messungen das Verhältnis zwischen Staat, Wissenschaft und Öffentlichkeit.

8 Volksgeigerzähler: Die Trivialisierung und Popularisierung von Strahlenmessungen

Hans Geiger starb 1945. Bis dahin begleitete er Anwendungen des Zählrohrs in der physikalischen Forschung; die eigentliche Popularisierung des Instruments, die seinen Namen bis heute in der Erinnerung der breiten Öffentlichkeit hält, erlebte er nicht mehr. Walter Müller verließ zwar bereits ein halbes Jahr nach der Erfindung des Elektronenzählrohrs Geigers Labor in Kiel und nahm daher keinen Einfluss mehr auf die Geräteentwicklung in der Wissenschaft, jedoch hatte er nach dem Zweiten Weltkrieg entscheidenden Anteil an der Popularisierung des Geigerzählers. Deshalb lohnt es sich, die Aufmerksamkeit nochmals auf ihn zu richten.

Nachdem er 1928 Geigers Institut verlassen hatte, wurde er Mitarbeiter im Physikalischen Laboratorium der Phönix-Röntgenröhrenfabriken in Rudolstadt. Bis 1939 blieb Müller in Rudolstadt, danach arbeitete er kurz in Berlin, bis er in Hamburg 1940 bei der Röntgenfabrik C. H. F. Müller eine Stelle antrat. Nach dem Zweiten Weltkrieg schlug sich Müller mit akademischen Gelegenheitsarbeiten durch: Er entwickelte Geiger-Müller-Zählrohrgeräte, Diebstahlsicherungen, Photozellengeräte, er erledigte Auftragsarbeiten für verschiedene wissenschaftliche Institute und beriet Leuchtröhrenfabriken. Müller gehörte auch zu den ersten Personen in Deutschland, die nach 1945 für ihre Forschungen radioaktive Isotope aus dem britischen Atomforschungszentrum Harwell erhielten.

Die Isotopenlieferungen aus Harwell dienten in Deutschland überwiegend der Medizin. Populär wurden solche Isotopenanwendungen unter dem Schlagwort „Bikini-Cocktail“ [29]. Benannt nach dem Bikini Atoll, auf dem zwischen 1946 und 1958 insgesamt 66 amerikanische Atombombentests durchgeführt wurden, verband der Begriff prickelnde Exotik mit der Erwartung durchschlagender therapeutischer Wirkungen. Eine knapp 30-jährige Bibliothekarin aus Hamburg gehörte

zu den ersten Glücklichen, die durch den neuen Drink ihre Gesundheit wieder erhielten. Sie litt an einer Überfunktion der Schilddrüse. Bereits nach vier Wochen meldeten die Ärzte die ersten Erfolge der Behandlung. Abbildungen medizinischer Isotopenanwendungen stellten stets einen Patienten zusammen mit einem Zählrohrgerät dar, mit dem der Transport der Isotope im menschlichen Körper nachverfolgt wurde [30]. Ähnlich hatte bereits Ernest Lawrence, Direktor des Berkeley Radiation Laboratory, in den 30er Jahren öffentlich ein mit Isotopen versetztes Getränk eingenommen und dann mit Geiger-Müller-Zählrohren publikumswirksam in seinem Körper den Gang der Dinge verfolgt [31]. Das Bildmotiv eines Patienten bei der Untersuchung mit einem Strahlungsmessgerät blieb die 1950er Jahre hindurch ein fester Bestandteil von Informationsschriften über die Anwendung von radioaktiven Isotopen.

Walter Müller verließ 1951 Deutschland, um zunächst als Berater der australischen Regierung für Elektronik und Radioaktivität zu arbeiten. Eine fehlgeschlagene Bewerbung bei der neu gegründeten Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) in Braunschweig gab wohl den Ausschlag für seinen Umzug nach Australien. Die PTB hatte einen Physiker für Strahlenschutz und Zählrohrmessungen gesucht. Müller fühlte sich als Erfinder des Zählrohrs und mit einer „anständigen politischen Conduite“ prädestiniert für die Stelle, die schließlich anderweitig vergeben wurde. Er sah danach keine beruflichen Perspektiven mehr in Deutschland [32].

Als Walter Müller 1951 nach Australien zog, begann dort gerade der „Uranrausch“. Angelockt von Prämien machten sich Tausende auf die Suche nach dem wertvollen Erz. Handliche, einfach zu bedienende Strahlungsmessgeräte erfüllten die Nachfrage der Uransucher, die sich mit den Instrumenten auf die Suche nach dem großen Glück machten. Bereits zu Beginn des Zweiten Weltkrieges hatten Wissenschaftler mit Geiger-Müller-Zählrohrgeräten radioaktive Erze prospektiert. Doch erst das Atomzeitalter mit seinem schlagartig gestiegenen Bedarf an Uran ließ die Erzsuche zu einer Massenbewegung werden.

In Deutschland wurden allenfalls die Bundes- und Landesregierungen vom Uranrausch erfasst. Mit fieberhaftem Eifer begannen sie mit der Uransuche. Eine Zeitung meldete entsprechende Uranfunde in Hessen. Der zuständige Arbeitskreis III/3 *Beschaffung und Aufbereitung von Uranerzen* der Atomkommission koordinierte gegen Ende der 50er Jahre die Uranprospektionen in praktisch allen Flächenstaaten der Bundesrepublik mit Ausnahme Baden-Württembergs, dessen geologische Landesanstalt einen eigenen Bericht vorlegte. Die Uransuche erfolgte zu dieser Zeit jedoch nicht mehr mit Zählrohr-, sondern mit Szintillations-

geräten. Der Uranabbau stellte sich jedoch als unrentabel heraus; in Menzschwand im Hochschwarzwald scheiterte er am lokalen Widerstand der Bevölkerung [33].



Bild 2:
Werbeprospekt
für den Volks-
Geigerzähler Atomat
WR 54 der Firma
Reichert, ca. 1959
(Photo Deutsches
Museum München)

In den 1950er Jahren zeichneten Zeitungen und Zeitschriften ein farbenprächtiges Bild von der Zukunft des Atomzeitalters. In dieser Zeit setzte sich auch der Begriff „Geigerzähler“ als Schlagwort für den Strahlennachweis durch. Gleichgültig, ob es um die Uransuche ging, um die Untersuchung von Lebensmitteln, um die Verbrecherjagd, um Uhrenschmuggel – überall war der Geigerzähler anwesend. Daran ist bemerkenswert, dass Polizei, Katastrophenschutz, Lebensmittelüberwachung und Wissenschaft über ein breites Spektrum verschiedener Strahlungsmessgeräte verfügten. In die Öffentlichkeit drang jedoch nur das Klicken des Geigerzählers. Der Geigerzähler wurde umgangssprachlich zum Inbegriff eines Strahlungsmessgerätes. Dieser Begriff hob die Differenzierung zwischen verschiedenen Strahlungsdetektoren und -messgeräten auf und vereinte zahlreiche Konnotationen auf sich: Wachsamkeit, Sicherheit, Ordnung, Fürsorge. Der Geigerzähler wurde zum allmächtigen Kultgegenstand des Atomzeitalters. 1958 meldete eine Nachrichtenagentur: „30 Jahre ‘Zauberstab’ der Atomwissenschaft. Das Geiger-Zählrohr kommt aus Kiel.“ [34] Das Zählrohr wurde geradezu zu einem Fetisch des Atomzeitalters, ein Gegenstand mit scheinbar übernatürlichen Kräften, ein Zauberstab.

Populäre Vorstellungen von Strahlennachweisgeräten äußerten sich nicht nur in Presse und Film, sondern fanden ihren Niederschlag auch in der Fertigung von Messinstrumenten, sogenannten Volksgeigerzählern. Geigerzähler erlangten in den späten 1950er Jahren eine außerordentliche Popularität. Für die Jüngsten war im Physik-Experimentierkasten selbstverständlich auch ein Geigerzähler.

1959 vermerkten die Siemens-Reiniger Werke ausgezeichnete Marktaussichten für einen Strahlendetektor im Taschenformat. Ob es sich um die Drohungen eines Atomkriegs handelte, um die Verseuchung von Lebensmitteln durch radioaktiven Fallout oder um die Gefahren einer Reaktorstation in der Nachbarschaft – 19 Volksgeigerzähler sollten in den frühen 60er Jahren die vielfältigen Formen radioaktiver Bedrohungen abwehren. 1960 unternahm ein Mitarbeiter der Siemens-Reiniger Werke in Erlangen eine Reise in den süddeutschen Raum, um die Marktlage von Geiger-Müller-Zählrohrgeräten zu erkunden. Besondere Aufmerksamkeit richteten sie dabei auf „Taschenzählgeräte“. Auf dem deutschen Markt waren bis dahin etwa 15 verschiedene Modelle im Taschenformat erhältlich. Das Bundesverteidigungsministerium und der Bundesluftschutz stellten große Aufträge in Aussicht. Der weiteren Entwicklung schienen keine Grenzen gesetzt.

1961 griffen auch Beamte des Bundesinnenministeriums die Idee eines Volksgeigerzählers auf. Seit 1956 stand die Frage zur Diskussion, ob die Zivilbevölkerung mit einem Massendosisimeter wie etwa der Idos-Filmplakette ausgestattet werden sollte. Jedoch war hierfür der Aufbau einer eigenen Filmindustrie und eines dichten Netzes von Fachkräften für die Auswertung der Filme notwendig. Andere geeignete Geräte standen noch nicht zur Verfügung. Unabhängig davon sahen 1961 Mitarbeiter des Innenministeriums Bedarf an einfachen Dosisleistungsmessern für die Bevölkerung. Die Bürger sollten wieder stärker eigenverantwortlich am zivilen Luftschutz beteiligt werden. Die Regierungsbeamten hatten Geräte in Größe einer Zigarettenschachtel im Sinn, möglichst in Verbindung mit einem Rundfunkkleinstempfänger [35]. 1964 forderte das Bundesinnenministerium die Ausrüstung der Bevölkerung mit Volksgeigerzählern [36]. Die Beamten des Ministeriums griffen wieder auf die Idee der individuellen Strahlenkontrolle zurück. Im Unterschied zu den alten Planungen der Zivilverteidigung lag sie jedoch nun in der Eigenverantwortung der Bürger. Hinter diesen Geräten stand ein Sicherheitskonzept, demzufolge die Bürger eigenständig Informationen über die radioaktive Belastung der Umwelt und von Lebensmitteln erheben und verantwortlich reagieren sollten. Ausdrücklich betonten Verantwortliche der zuständigen Behörden, die Volksgeigerzähler seien für den Privatbedarf bestimmt, nicht für die

Einsatzkräfte der Katastrophenschutzdienste. Das Bundesamt für zivilen Luftschutz sah im Gegensatz zu den verantwortlichen Beamten im Innenministerium auch Gefahren bei der allgemeinen Verbreitung von Strahlennachweisgeräten. In den Richtlinien für Luftschutz-Geigerzähler legte das Amt fest: „Eine eindeutige, von subjektiven Einflüssen und Interpretationen freie Ablesung des Messwertes muss möglich sein.“ [37]

Alle Hersteller sogenannter Volksgeigerzähler legten daher auch großen Wert auf die einfache Bedienung ihrer Geräte. Willi Reichert, Instrumentenproduzent aus Trier, warb in seinem Prospekt für das Gerät Atomat WR 54 mit den Worten: „Besondere Vorteile: 1. Nur ein Knopf, daher absolut laiensicher.“ [38] Mit einem roten Kreuz war die zulässige Toleranzdosis auf der Skala markiert. Der Volksgeigerzähler der Firma Total Ladenburg kennzeichnete mit den Farben rot, gelb und grün mögliche Gefahren. Den Nutzern der Geräte empfahlen die Hersteller, das betroffene Gelände möglichst schnell zu verlassen, falls der Zeiger sich im roten Bereich befand und sich nicht zu lange in verstrahltem Gebiet aufzuhalten, falls der Zeiger auf gelb zeigte [39].

Auch die Landesregierungen begannen, einzelne Behörden mit Volksgeigerzählern auszurüsten: Die Bayerische Staatsregierung, 120 Behörden in Baden-Württemberg sowie 126 Amtsgerichte von Nordrhein-Westfalen hatten bis 1965 Geräte des Pforzheimer Messgeräteproduzenten Ernst Georg Miller für den Behördenselbstschutz erhalten.

Das Innenministerium verfolgte mit Interesse weiter die Entwicklung von Volksgeigerzählern. Als der zuständige Referent von „Geigerzählern in der Brusttasche“ in den USA hörte, ließ er über den bundesdeutschen Vertreter bei der NATO in den USA Erkundigungen über das Gerät einholen. Mit Enttäuschung muss er die Antwort seiner Kollegin des amerikanischen Office of Civil Defense empfangen haben, die ihm mitteilte, das Instrument eigne sich nicht für die Zivilverteidigung [40]. Während im bundesdeutschen Innenministerium somit bis Mitte der 1960er Jahre die eigenverantwortliche Einbindung der Bevölkerung in den zivilen Bevölkerungsschutz befürwortet wurde, folgte die französische Politik klar einem anderen Schutzkonzept. Nach einer Vorführung des französischen Strahlenmessgeräts DOM 410 für Militär und Zivilbehörden stellte der Abschlussbericht fest: „Trotz der hohen Anforderungen, die man an das Gerät gestellt hat und die es voll erfüllt, ist auf eine Neuentwicklung eines einfacheren Types für die Verwendung im zivilen Bereich bewusst verzichtet worden.“ [41]

Auch die Presse berichtete begeistert über die neuen Entwicklungen. Während im Innenministerium die Geräte für die Zwecke der Zivilverteidigung eingesetzt werden sollten, verschwammen

in Presseartikeln die Grenzen zwischen verschiedenartigen Bedrohungen durch ionisierende Strahlungen.

Hinter Volksgeigerzählern verbargen sich Sicherheitskonzepte, die das Problem der Strahlensicherheit auf die Frage des Strahlennachweises reduzierten. Ohne Fachkenntnisse war es scheinbar jedermann möglich, den Gefahren der Radioaktivität zu begegnen. Die wissenschaftlichen Experten der Strahlenschutzabteilungen verwarfen die Idee des Volksgeigerzählers entschieden. Die Strahlenschutzphysiker waren sich der Komplexität und Mehrdeutigkeit von Strahlenmessungen sehr wohl bewusst. Entschieden lehnten sie die technizistische Vorstellung ab, Strahlenschutz könne einfach mittels eines Messinstruments verwirklicht werden. Sie stellten die technischen Mittel und die institutionalisierten Entscheidungskriterien von Fachleuten den Hoffnungen auf eine einfache, technische Gefahrenkontrolle gegenüber [42]. Die Präzision von Messungen mit den populären Geigerzählern suggerierte als Zeichen von Unbestechlichkeit und Wissenschaftlichkeit Sicherheitsstandards, deren Grundlagen die Forschung bislang nur unvollkommen erfasst hatte.

Literatur

- [1] Die Welt (13. 11. 1995), 9
- [2] *Künkel, Hans A.*: Atomschutzfibel (Göttingen: Plesse, 1950), 37 [Archiv der MPG; Abt. III, Rep. 6 (Bothe Nachlaß), Nr. 48]
- [3] Tätigkeitsbericht der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt, Zeitschrift für Instrumentenkunde, **46** (1926), 179. Siehe auch *Janßen, Herbert*: Radioaktivitätsmessungen in der PTB. In: *Klaus Debertain* (Hrg.): Radioaktivität. Entdeckung, Messung, Anwendung. [PTB-Texte Bd. 6] (Braunschweig: Physikalisch-Technische Bundesanstalt, 1996), 43–66
- [4] *Freedman, Michael I.*: Frederick Soddy and the Practical Significance of Radioactive Matter. *British Journal for the History of Science*, **12**, (1979), 257–260, *Roqué, Xavier*: Marie Curie as a Metrologist of Radium. In: *Dieter Hoffmann et al.* (eds.): The Emergence of Modern Physics, Proceedings of a Conference. Berlin, 22–24 March 1995, (Pavia: La Goliardica Pavese, 1996), 147–156
- [5] Stiftung vom 18. 2. 1909 [Universitätsarchiv Heidelberg A – 587/6]
- [6] Zu den Anfängen der Radiumtherapie: *Serwer, Daniel Paul*: The Rise of Radiation Protection. *Science, Medicine and Technology in Society, 1896–1935* (Ph. D. dissertation, Princeton University, 1977), 10; *Murphy, Caroline C.*: A History of Radiumtherapy in Britain 1850–1950 (Ph. D. dissertation, University of Manchester, 1986), 3–43; *Weart, Spencer R.*: Nuclear Fear. A History of Images (Cambridge (Mass.) / London: Harvard University Press, 1988), 47–51.
- [7] *Weart*: Nuclear Fear, 36–45; *Caufield, Catharine*: Multiple Exposures. *Chronicles of the Radiation Age* (London: Secker & Warburg, 1989); Kap. 1.
- [8] *Weart*: Nuclear Fear, 5–54. Zur Atomeuphorie nach dem 1. Weltkrieg siehe *Hughes, Jeff*: The Radioactivists. Community, Controversy and the Rise of Nuclear Physics (Ph. D. dissertation, University of Cambridge, 1993), Kap. II.
- [9] Schriftwechsel zwischen Leuchtfarbenproduzenten, der PTR und der Kriegs-Rohstoff-Abteilung [PTB-Arch 459/2].
- [10] *Thieme, A.*: Die gegenwärtige Verwendung des Radiums in der Technik und Medizin. *Der Naturforscher*, **6**, (1929), 474–478; *Krusch, P.*: Die wirtschaftliche Bedeutung der Radium-Lagerstätten und der Radium-Markt. *Zeitschrift für das Berg-, Hütten- und Salinenwesen*, **81**, (1933), B 480.
- [11] Schriftwechsel der PTR [PTB-Arch 459/2]. Zur wirtschaftlichen Bedeutung von Strahlenmessungen siehe *Hessenbruch*, Commodification of Radiation, 67–77 und *Hessenbruch, Arne*: Die Physikalisch-Technische Reichsanstalt und der Standard der Röntgenstrahlenintensität. In: *Dieter Hoffmann et al.* (eds.): The Emergence of Modern Physics. Proceedings, Berlin 22–24 March 1995 (Pavia: La Goliardica Pavese, 1996), 81–88
- [12] Radium-Heil-Gesellschaft an die PTR (26. 3. 1912) [PTB-Arch 456/1]
- [13] Briefentwurf, gez. den 24. 2. 1914 [PTB-Arch 456/2].
- [14] Schreiben der Radium Chemical Company Pittsburgh, Generalrepräsentanz Wien, vom 2. 3. 1914 [PTB-Archiv 456/2]
- [15] *Helmreich, Jonathan E.*: Gathering Rare Ores. The Diplomacy of Uranium Acquisition, 1943–1954 (Princeton: Princeton University Press, 1986)
- [16] Vgl. *Hess, Victor F. / Lawson, Robert W.*: Die Zahl der von Radium ausgesendeten alpha-Teilchen. In: Akademie der Wissenschaften in Wien, Sitzungsberichte, mathematisch-naturwissenschaftliche Klasse [IIa], 127 (1918), 405–459. Siehe auch *Geiger, Hans / Werner, A.*: Die Zahl der von Radium ausgesandten alpha-Teilchen. I. Teil. Szintillationszählungen. *Zeitschrift für Physik*, **21**, (1924), 187–203
- [17] *Geiger, Hans*: Der Einfluß der Atomphysik auf unser Weltbild. In: Deutschland in der Wende der Zeiten [Öffentliche Vorträge der Universität Tübingen, Sommersemester 1933] (Stuttgart/Berlin: W. Kohlhammer, 1934), 113; *Bothe, Walther*: Die Geigerischen Zählmethoden. *Die Naturwissenschaften*, **30**, (1942), 594. Siehe auch *Haxel, Otto*: Erinnerungen an Hans Geiger, den Vater der Zählmethoden. *Physikalische Blätter*, **38**, (1982), 296
- [18] Zur Entwicklung der elektrischen Zählmethoden bis 1928 siehe *Rheingans, Friedrich G.*: Hans Geiger und die elektrischen Zählmethoden, 1908–1928. [Berliner Beiträge zur Geschichte der Naturwissenschaften und der Technik Bd. 8] (Berlin: D. A. V. I. D. Verlagsgesellschaft, 1988) und *Trenn, Thaddeus J.*: The Geiger-Müller Counter of 1928. *Annals of Science*, **43**, (1986), 111–136

- [19] *Rutherford, Ernest / Geiger, Hans*: An Electrical Method of Counting the Number of alpha-Particles from Radio-active Substances. Proceedings of the Royal Society, 81-A (1908), 143 [Hevorhebung J. A.]
- [20] *Hess, Viktor F. / Lawson, Robert W.*: Erfahrungen und Spezialergebnisse bei der Zählung von alpha-Teilchen. Akademie der Wissenschaften in Wien, Sitzungsberichte, mathematisch-naturwissenschaftliche Klasse [IIa], **127** (1918), 611 ff
- [21] Siehe das Veröffentlichungsverzeichnis in: *Laue, Max von*: Nachruf auf Hans Geiger. Jahrbuch der Deutschen Akademie der Wissenschaften zu Berlin, 1946–1949 (Berlin: Akademie-Verlag, 1950), 155 ff.
- [22] *Geiger, Hans / Klemperer, Otto*: Beitrag zur Wirkungsweise des Spitzenzählers. Zeitschrift für Physik, **49**, (1928), 753–760, Zitat S. 753
- [23] Vgl. *Trenn, Thaddeus J.*: Die Erfindung des Geiger-Müller-Zählrohrs. Deutsches Museum, Abhandlungen und Berichte, **44/3** (1976), 54–64; *Trenn, Thaddeus J.*: The Geiger-Müller Counter of 1928. Annals of Science, **43**, (1986), 111–136. Siehe außerdem *Rheingans, Friedrich G.*: Hans Geiger und die elektrischen Zählmethoden, 1908–1928. [Berliner Beiträge zur Geschichte der Naturwissenschaften und der Technik Bd. 8] (Berlin: D. A. V. I. D. Verlagsgesellschaft, 1988)
- [24] *Bothe, Walther / Kolhörster, Werner*: Das Wesen der Höhenstrahlung. Zeitschrift für Physik, **56**, (1929), 751–777
- [25] Ordner „Anfragen, Verschiedenes 1947–1952“, PTB Braunschweig
- [26] Ordner „Prüfungen Bd. 1 und 2, 1949–1951“; Ordner „Prüfungen Bd. 5 und 6, 1954–1956“, PTB Braunschweig
- [27] Schreiben vom 23. 10. 1949 und 28. 10. 1949, Schriftwechsel mit Auergesellschaft vom 6. 4. 1950, 31. 3. 1950, 15. 4. 1950; Schreiben der PTA an die PTR Charlottenburg vom 27. 5. 1950 und 11. 10. 1950 [Ordner „Anfragen, Verschiedenes 1947–1952“, PTB Braunschweig]
- [28] Briefwechsel zwischen PTR und PTA vom 22. 6. 1951 [Ordner „Anfragen, Verschiedenes 1947–1952“, PTB Braunschweig]
- [29] „Die ersten Bikini-Cocktails. Anfänge der Atom-Medizin in Deutschland“, Zeitungsausschnittsammlung *Walter Müller* [DM-Arch, NL 24–8/32]
- [30] „Schach dem Tod“, Zeitungsausschnittsammlung *Walter Müller* [DM-Arch, NL 24–8/32]
- [31] *Meikle, Jeffrey L.*, Rez. «*Robin E. Rider*, The Show of Science, (Berkeley: Friends of the Bancroft Library, 1983)», *Isis*, **75** (1984), 564
- [32] Schriftwechsel zur Bewerbung bei der PTB in Braunschweig [Deutsches Museum, Archiv, NL 24–10/7]; Schreiben Müllers an Anderlohr vom 13. 8. 1951 [Deutsches Museum, Archiv, NL 24–7/28]; Schreiben Müllers an Balke vom 15. 9. 1957 [Deutsches Museum, Archiv, NL 24–7/30]
- [33] Protokoll DATK AK III/3, 11. 11. 1960 [DM-Arch, NL 111/116]; Radkau, Aufstieg und Krise, 442 ff.
- [34] Ino-reportage 28 1555 22/10/58 [Deutsches Museum, Archiv, NL 24–8/32]
- [35] BMI, Referat VII, 7, Sprechzettel, 19. 10. 1961 [BArch, B 106/54502]
- [36] Schreiben des BZB, 27. 6. 1957; Schreiben Schmitt, 29. 6. 1961; Interne Notiz Schmitt, 31. 3. 1964 [BArch, B 106/54502].
- [37] Bundesamt für zivilen Bevölkerungsschutz, „Vorläufige Richtlinien für LS-Geigerzähler“, 7/1963 [BArch, B 106/54502]
- [38] Werbeprospekt Willi Reichert, Atomat WR 54 [ABC- und Selbstschuttschule, Gruppe Weiterentwicklung, Major Bastian, Jägerkaserne Sonthofen].
- [39] Volksgeigerzähler Total [ABC- und Selbstschuttschule, Gruppe Weiterentwicklung, Major Bastian, Jägerkaserne Sonthofen]
- [40] Briefwechsel betr. „Geigerzähler in der Brusttasche“, 14. 10. 1964; 25. 8. 1964; 10. 11. 1964 [BArch, B 106/54502]
- [41] „Bericht über die Vorführung des frz. Strahlenmeßgeräts DOM 410“, 20. 1. 1965 [BArch, B 106/54502].
- [42] Bemerkung 9. 8. 1962 [Generallandesarchiv Karlsruhe 69–904]

Tiefe Temperaturen und Supraleitungssensorik

Thomas Schurig¹

1 Einleitung

Die moderne physikalische Grundlagenforschung und natürlich auch die Metrologie sind in weiten Bereichen auf die Erzeugung und Nutzung tiefer Temperaturen angewiesen. Als 1908 Heike Kamerlingh-Onnes, Direktor des Tieftemperaturlaboratoriums der Universität Leiden, die Verflüssigung des Edelgases Helium gelang, begann er unverzüglich Untersuchungen der Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstands von Metallen durchzuführen. Zusammen mit seinem Kollegen Gilles Holst fand er an reinen Quecksilberproben einen Abfall des Widerstands auf einen unmessbar kleinen Wert, der jedoch nicht wie erwartet stetig angenommen, sondern bei einer Temperatur von etwas unterhalb von 4,2 K sprunghaft erreicht wurde. Es wurde bald klar, dass es sich hier um einen neuen Zustand der Materie handelt, dem man den Namen Supraleitung gab [1, 2]. 2011 jährte sich diese bedeutende Entdeckung, für die Kamerlingh-Onnes 1913 mit dem Nobelpreis für Physik geehrt wurde, zum 100sten Mal. Sie ist ein schönes Beispiel dafür, dass nicht nur moderne experimentelle Technik und eine gute technische Infrastruktur sondern auch die Verfügbarkeit entsprechender Materialien und Proben für eine erfolgreiche Forschung auf dem Gebiet der Tieftemperaturphysik – und sicher nicht nur dort – entscheidend sind.

In diesem Artikel soll nach einem kurzen historischen Abriss der Arbeiten des Kältelabors der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt PTR auf die derzeitige Tieftemperatur-Infrastruktur im Bereich des Technischen Dienstes und der auf dem Gebiet der Supraleitungssensorik tätigen Arbeitsgruppen der PTB eingegangen werden. Dabei stehen die Arbeiten im Berliner Institut der PTB im Mittelpunkt. Es wird ausführlich auf die Entwicklung und Anwendung von Messsystemen mit supraleitenden Quanteninterferometern, sog. SQUIDs (Superconducting QUantum Interference Devices), eingegangen. Während vom Ende der 1980er bis Mitte der 1990er Jahre in der PTB der Schwerpunkt der Anwendung von SQUIDs in der Erforschung biomagnetischer Phänomene zur späteren Nutzung in der medizinischen Diagnos-

tik lag, wurden in den Folgejahren sehr spezielle SQUID-Sensorschaltungen für einen breiteren Kreis metrologischer Anwendungen, z. B. für die Darstellung und Weitergabe elektrischer Einheiten entwickelt [3, 4]. Mit der Etablierung neuer Kühltechniken für tiefe und ultratiefe Temperaturen auf der Basis von Kleinkühlern, die zunehmend auch in der PTB genutzt werden, sind auch neue Herausforderungen für die Supraleitungssensorik entstanden. Um die SQUID-Entwicklungen der PTB einem breiten Nutzerkreis zugänglich zu machen und eine größere Zahl von Kooperationen zu ermöglichen, wurden im Rahmen des Technologietransfers Elektronik- und Chip-Entwicklungen zum Teil kommerzialisiert. Arbeiten zur Kühltechnik mit flüssigem Stickstoff in Bezug auf die Nutzung von Hochtemperatursupraleitersensorik werden nur kurz erwähnt, da sie in der PTB aktuell keine große Rolle mehr spielen.

2 Die frühen Arbeiten zu tiefen Temperaturen und Supraleitung an der PTR

Wichtige Entdeckungen auf dem Gebiet der Supraleitung sind auch eng mit der Geschichte der PTB verbunden. Es war Carl von Linde, der sich intensiv mit der Erzeugung tiefer Temperaturen durch Verflüssigung tiefsiedender Gase befasste und der als Kuratoriumsmitglied der PTR die Einrichtung eines Kältelabors an der PTR angeregt hat. Die Geschichte dieses Kältelabors ist ausführlich in einer 2008 in englischer und 2010 in deutscher Sprache erschienenen Monografie von Huebener und Lübbig beschrieben [5, 6]. In diesem Labor wurde auf der einen Seite die Gasverflüssigung zur Erzeugung sehr tiefer Temperaturen weiter voran getrieben und auf der anderen Seite wurden die tiefen Temperaturen genutzt, um die Eigenschaften verschiedener Materialien zu untersuchen. Walther Meissner, der bereits 1908 an die PTR kam, befasste sich seit 1913 mit der Einrichtung eines Verflüssigers für flüssigen Wasserstoff. Mit flüssigem Wasserstoff, dessen Verflüssigung erstmals Sir James Dewar 1898 gelungen war, waren Experimente bei Temperaturen von 21 K unter Normaldruck möglich, und durch Abpumpen der Gasphase über der Flüssig-

¹ Dr. Thomas Schurig,
Fachbereich
„Kryophysik und
Spektrometrie“,
E-Mail:
thomas.schurig@
ptb.de

keit konnten Temperaturen bis zu 14 K erreicht werden. Nach dem 1. Weltkrieg hat Meissner an der Vergrößerung der Wasserstoffverflüssigungsanlage gearbeitet, aber die in Leiden gelungene Verflüssigung von Helium, die den Zugang zu weitaus tieferen Temperaturen ermöglichte, war auch für die Kollegen an der PTR ein lohnendes Ziel. Meissner, der bereits 1920 den Bau eines Heliumverflüssigers angeregt hatte, musste aber eigene Wege gehen, da ihm nur ein begrenztes Budget zur Verfügung stand. Auch musste Helium umständlich aus einem Nebenkondensat der Luftverflüssigung bei den Linde Sauerstoffwerken abgetrennt werden, weil die Beschaffung aus den USA scheiterte. Gemessen am heutigen Umgang mit flüssigem Helium in den Laboratorien der PTB mutet die 1925 zur Verfügung stehende Menge von 700 l He-Gas, die einem Liter Flüssighelium entspricht, unvorstellbar klein an. Meissner gelang es schließlich 1925, an der PTR den dritten Heliumverflüssiger weltweit erfolgreich in Betrieb zu nehmen. Mit dem von ihm entwickelten Verfahren konnte Helium sogar in einer einzigen Stufe ohne Vorkühlung mit anderen verflüssigten Gasen kondensiert werden. Meissner schreibt in einem Artikel im Journal „Die Naturwissenschaften“ 1925 [7], dass es am 7.3.1925 zum ersten Male glückte, ca. 200 cm³ flüssiges Helium zu gewinnen. Bei Vorkühlung mit 10 l flüssigem Wasserstoff konnte man dann später in dem Vorratsgefäß des Verflüssigers, das ca. 400 cm³ fasste, einige Stunden mit dem Kühlmittel experimentieren. Ein Umfüllen der Flüssigkeit in andere Gefäße war unter diesen Umständen nicht sinnvoll.

1927 konnte Meissner mit seinem Tieftemperaturlabor in einen von ihm geplanten unterkellerten zweistöckigen Neubau einziehen, der neben dem Maschinenraum für die Verflüssiger und Labore auch eine Werkstatt und Räume für Gastwissenschaftler beherbergte. Während auf dem Berliner Gelände der PTB die großen Gebäude der PTR erhalten sind, ist das Kältelabor im Krieg zerstört worden.

Neben der Gasverflüssigung hat Meissner im Kältelabor der PTR vor allem Messungen des elektrischen Widerstands an verschiedenen Materialien durchgeführt und dabei neue supraleitende Elemente entdeckt, darunter Niob mit einer kritischen Temperatur von 9,2 K. Dieses Element dient auch heute noch in der PTB als Basismaterial für die Supraleitungssensorik, wie weiter unten noch näher ausgeführt wird.

Weitere Experimente im Kältelabor der PTR führten 1933 zur bedeutsamen Entdeckung des Meissner-Ochsenfeld Effekts, der in der Verdrängung des magnetischen Flusses aus dem Innern eines Supraleiters besteht und der nicht nur bei der Entwicklung der Theorie der Supraleitung eine entscheidende Rolle spielte, sondern vor allem auch bei technischen Anwendungen von Supraleitern genutzt wird.

Meissner verließ 1934 die PTR und folgte einem Ruf an die Technische Hochschule München.

3 Tieftemperatur-Infrastruktur an der PTB heute

Versorgung mit flüssigem Helium

Für die experimentellen Arbeiten bei tiefen Temperaturen wurden zunehmend größere Mengen an flüssigem Helium benötigt, sodass man sich im Berliner Institut der PTB Mitte der 1960er Jahre entschloss, eine gebrauchte Heliumverflüssigungsanlage vom Fritz-Haber-Institut in Berlin zu kaufen, nachdem man bereits einige Jahre vorher einen Verflüssiger für Stickstoff, der auch aus dem Fritz-Haber-Institut stammte, installiert hatte. Diese Heliumverflüssigungsanlage wurde durch Reinhard Dittmann aufgebaut und betrieben. 1967 wurden mit diesen Anlagen z. B. 14 000 l flüssiger Stickstoff und 320 l flüssiges Helium für das Berliner Institut erzeugt. 130 l flüssiges Helium mussten jedoch zusätzlich eingekauft werden, um den Bedarf der Labore zu decken [8]. Nachdem die Anlage völlig verschlissen war, wurde 1970 dann eine neue Anlage der Fa. Linde mit einer Verflüssigungsleistung von 12 l Flüssighelium pro Stunde beschafft und unter der Leitung von Dittmann im Siemensbau installiert. Die Anlage wurde dann von den technischen Mitarbeitern Klaus-Peter Matthies und Helmut Kuhfeld betrieben. Der Bedarf lag 1970 bei ca. 25 000 l Flüssigstickstoff

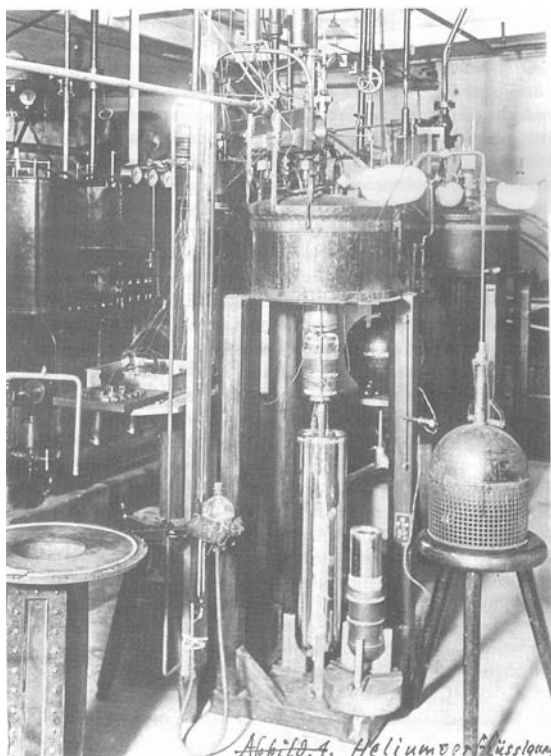


Bild 1: Heliumverflüssigungsanlage im Kältelabor der PTR (PTB Archiv). Gut sichtbar sind die Glaskryostate, die als Behälter für die verflüssigten Gase verwendet wurden.

und 1500 l Flüssighelium. Auch die Braunschweiger Laboratorien der PTB wurden damals mit eigenen Verflüssigungsanlagen, die im Nernstbau aufgestellt waren, versorgt. Der Bedarf lag in der gleichen Größenordnung wie in Berlin [9]. 1978 zog dann das Berliner Verflüssigungslabor in den Warburgbau um, in dem ein neuer Verflüssiger der Fa. Linde installiert wurde. Die Versorgung mit flüssigem Stickstoff wurde zu dieser Zeit bereits durch externe Anlieferung realisiert. Anfang der 80er Jahre lag der Bedarf bei jeweils ca. 15 000 l Flüssighelium in Braunschweig und in Berlin. Ende der 90er Jahre konnte die Kapazität der Berliner Verflüssigungsanlage den Bedarf an flüssigem Helium im Institut nicht mehr decken, sodass dann im Jahre 2000 unter technischer Leitung von Götz Klaukin ein neuer Linde-Verflüssiger TCF 10 installiert wurde. Das Verflüssigerlabor zog mit dem Aufbau der neuen Anlage vom Warburgbau des Berliner Instituts in eigens dafür umgebaute Räume im sogenannten Maschinenhaus um. Diese neue Anlage, die derzeit von den Mitarbeitern des technischen Dienstes Götz Klaukin, Uwe Weichert und Frank Engel betrieben wird, erlaubt die Verflüssigung von 20 l/h. Das flüssige Helium wird in einen Vorratstank mit 2000 l Speichervolumen verflüssigt, aus dem dann die Heliumtransportbehälter befüllt werden. Etwa 25 Transportkannen mit einem Füllvolumen von 100 l sind ständig auf dem Institutsgelände im Einsatz. Der Jahresbedarf an flüssigem Helium beträgt in Berlin mittlerweile über 50 000 l mit starken zeitlichen Schwankungen. Das Heliumgas wird über ein Rohrleitungssystem wieder in das Verflüssigerlabor zurückgeführt, wo es verdichtet und in einem Vorratsdruckbehälter gespeichert wird. Als Puffer zur Zwischenlagerung vor der Verdichtung werden Sammelblasen eingesetzt.

In der PTB Braunschweig wird kein eigener Verflüssiger mehr betrieben. Das angelieferte Helium wird durch die Mitarbeiter des Fachbereichs 2.6 „Elektrische Quantenmetrologie“ Michael Busse und Gerhard Muchow an die Nutzer verteilt und das Gas wird ebenfalls zurück gewonnen. Im Durchschnitt werden derzeit in den Braunschweiger Laboratorien, ähnlich wie in Berlin, ca. 50 000 l flüssiges Helium im Jahr benötigt. Die Grafik in Bild 3 gibt einen Überblick über den Verbrauch von flüssigem Helium in den letzten fünf Jahrzehnten in der PTB in Berlin.

Mechanische Kleinkühler

Noch vor 15 Jahren waren mechanische Kleinkühler für tiefe Temperaturen im Bereich 2,5 K – 77 K eine sehr kostspielige Angelegenheit, die vor allem militärische Anwendungen zum Ziel hatte. Mit der Entwicklung der Hochtemperatursupraleitung aber auch medizinischer Magnetresonanztomo-



Bild 2: Kryohalle der PTB in Berlin mit Vorratsgefäß

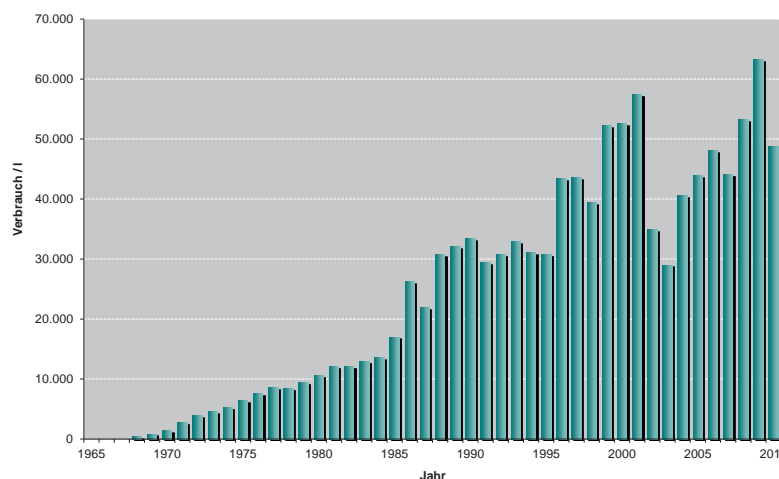


Bild 3: Entwicklung des Verbrauchs von Flüssighelium im Berliner Institut der PTB

grafen wuchs das Interesse an kostengünstigen und langlebigen Kleinkühlern für die Sensorik, für die Kommunikations- und Computertechnik, für die Kühlung von Strahlungsschirmen in Kryostaten und für die Rückverflüssigung von Helium in Großkryostaten. Damit kamen zunehmend kostengünstigere Systeme auf den Markt, die vor allem auf dem Stirling- und dem Gifford-McMahon(GM)-Prinzip beruhen. Für die hochempfindliche Labormesstechnik und insbesondere die Supraleitungselektronik sind diese Kältemaschinen in der Regel nicht gut verwendbar, da sie im Kaltkopf bewegte Teile haben, die sowohl mechanische als auch magnetische Störungen verursachen. Für derartige Anwendungen sind sog. Pulsrohrkühler (PRK), deren Entwicklung in den letzten Jahren von der Industrie aber auch von akademischen Einrichtungen erheblich voran

getrieben wurde, wesentlich besser geeignet. Diese Kühler kommen im Kaltkopf ohne bewegte Teile aus, was neben den geringeren mechanischen und magnetischen Störungen zusätzlich die mechanischen Beanspruchungen im Bereich des Kaltkopfes reduziert und damit auch eine erhöhte Lebensdauer dieser Teile ermöglicht. PRK benötigen jedoch genauso wie Stirling- oder GM-Kühler einen Kompressor, der in Verbindung mit einem Rotationsventil Druckoszillationen des Arbeitsgases (i. a. Helium) bei einem typischen Maximaldruck von ca. 15 bar bereitstellt. Das Pulsrohr selbst besteht aus einer dünnwandigen Röhre, die mit einem Regenerator gefüllt ist, der als Wärmereservoir dient. Es hat ein warmes und ein kaltes Ende mit je einem Wärmetauscher, wobei das kalte Ende als Kaltplattform dient. Das Arbeitsprinzip beruht auf der mit periodischen Druckoszillationen einhergehenden Verschiebung von Arbeitsgasvolumina im Pulsrohr, wobei die Abkühlung des Gases ähnlich wie bei einem Stirling-Prozess erfolgt.

Kühlaufgaben im Bereich bis zu 50 K, bei denen üblicherweise flüssiger Stickstoff (Siedetemperatur 77 K bei Normaldruck) genutzt wird, kann man mit einstufigen PRK-Anordnungen lösen. Für den Temperaturbereich von 2,5 K – 5 K, also der Bereich, für den bisher typischerweise flüssiges Helium als Kühlmittel eingesetzt wird, benötigt man jedoch zweistufige PRK. Während man für kleine Kühlleistungen z. B. von 1 W bei einer Temperatur von 80 K mit einer elektrischen Eingangsleistung im Bereich von ca. 50 W auskommt, benötigt man für dieselbe Kühlleistung bei 4 K mit einem zweistufigen PRK bereits Kompressoren mit ca. 7 kW elektrischer Eingangsleistung. Da für die Sensorik und Supraleitungselektronik in der Regel nur kleinere Kühlleistungen benötigt werden, versucht die Industrie auch kleinere PRK zu entwickeln. So sind inzwischen auch Kühler mit 100 mW Kühlleistung bei 4 K und 1,5 kW Kompressor verfügbar. Noch kleinere PRK sind jedoch schwer zu realisieren, da sich die thermischen Verluste im Kühler mit abnehmender Kühlleistung immer stärker bemerkbar machen. Die Minimaltemperatur kommerzieller PRK liegt bei etwa 2,5 K.

Obwohl die PRK keine bewegten Teile im Kaltkopf haben, treten am Kaltkopf noch erhebliche Vibrationen auf, die durch die periodischen Druckschwankungen verursacht werden. Die Bewegungsamplituden liegen im Bereich von einigen μm . Eine weitere Schwierigkeit besteht in den Temperaturoszillationen am Kaltkopf, die Werte von ca. 10 % der Kaltkopftemperatur annehmen können. Sowohl die Vibrationen als auch die Temperaturoszillationen lassen sich geeignet dämpfen, stellen aber für die Supraleitungssensorik immer noch ein erhebliches Problem dar. Auch die elektromagnetischen und mechanischen

Störungen durch das Rotationsventil und den Kompressor muss man durch einen geeigneten Aufbau des Systems bedämpfen, z. B. durch flexible Druckleitungen zwischen den Komponenten. Von der Arbeitsgruppe um Günter Thummes an der Universität Gießen konnte in Kooperation mit dem IPHT Jena und der PTB erfolgreich demonstriert werden, dass sich supraleitende Josephson-Spannungsnormale mit einem solchen Kühler kombinieren lassen [10].

Ausgehend von der Arbeitstemperatur zweistufiger PRK kann man ähnlich wie bei der Kühlung mit flüssigem Helium andere Kühlmethoden einsetzen, um deutlich tiefere Temperaturen zu erzielen. So kann man ^3He -Verdampfeinheiten oder $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Lösungskälteeinheiten mit geschlossenen Kreisläufen mit einem PRK vorkühlen und betreiben und so elegant Temperaturen bis zu etwa 300 mK bzw. 10 mK erreichen. Auch Kryostate für den Temperaturbereich bis ca. 50 mK auf der Basis adiabatischer Entmagnetisierung paramagnetischer Salze sind relativ einfach realisierbar und werden inzwischen kommerziell angeboten. Diese Kühleinheiten, die mit einer supraleitenden Magnetspule ausgerüstet sind, haben den großen Vorteil, dass man den gewünschten Temperaturverlauf elektronisch über den Magnetstrom regeln kann und kein Gashandlingssystem benötigt.

Es ist bekannt, dass man Temperaturen bis in den Bereich weniger Mikrokkelvin erzielen kann, wenn man für die adiabatische Entmagnetisierung nicht das System der Elektronenspins sondern die Kernspins, z. B. in Kupferkernstufen, nutzt. Als Basistemperatur dient hier i. a. die Kälteplattform von $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Lösungskältekryostaten [11]. Eine solche Anlage mit „klassischer“ Flüssighelium-Vorkühlung, die für Minimaltemperaturen von kleiner als 10 μK konzipiert ist, wird von Peter Strehlow an der PTB in Berlin betrieben und zur Entwicklung von neuartigen Temperaturmessmethoden für diesen Temperaturbereich und für Materialuntersuchungen genutzt. Derzeit wird von einigen Gruppen u. a. im Rahmen eines von der EU geförderten Netzwerks „European Microkelvin Collaboration“, an dem auch die Tieftemperaturlabore der Berliner PTB beteiligt sind, daran gearbeitet, PRK basierte $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Lösungskältemaschinen als Grundlage für eine Kernentmagnetisierungsstufe zur Erzielung von μK -Temperaturen zu nutzen. Das Problem besteht hier u. a. darin, dass der supraleitende Magnet zuverlässig gekühlt werden muss und mechanische Vibrationen in einer solchen Anlage die erreichbare Endtemperatur begrenzen [12]. Realistisch sind hier Minimaltemperaturen, die im Bereich des Hundertfachen der Endtemperatur der Anlage von Strehlow liegen.

In der Arbeitsgruppe 7.42 „Tieftemperaturskala“ der PTB wird ebenfalls eine solche Anlage auf-



Bild 4: $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Lösungskältemaschine mit Pulsrohrvorkühlung zur Charakterisierung supraleitender Sensorschaltungen im Fachbereich 7.2 „Kryophysik und Spektrometrie“. Links komplette Anlage; rechts geöffneter Kryostat der Anlage mit Kennzeichnung der einzelnen Temperaturstufen

gebaut, wobei in einen kommerziellen $^3\text{He}/^4\text{He}$ -Mischkryostaten eine bereits vorhandene Kupfer-Kernstufe eingebaut werden soll. Mit dieser Kernstufe, die Mitte der 80er Jahre unter Leitung von Wolfgang Buck entwickelt und 1987 in Betrieb genommen wurde, konnte damals bereits eine Minimaltemperatur von $65\ \mu\text{K}$ erzeugt werden. Mit der neuen Apparatur soll zukünftig die Temperaturskala PLTS 2000 unterhalb $1\ \text{K}$ dargestellt werden.

Magnetisch rauscharme Kryostate

Flüssiges Helium macht Experimente bei Temperaturen von $4,2\ \text{K}$ und darunter möglich. Eine wichtige Voraussetzung ist jedoch die Verfügbarkeit geeigneter Kryostate, in denen die Experimente durchgeführt werden können. Während man früher für Experimente mit flüssigem Helium vor allem vakuumisolierte verspiegelte Glaskryostate, die außen mit flüssigem Stickstoff gekühlt wurden, benutzt hat, wurden später verstärkt metallische Kryostate aus Edelstahl eingesetzt. Solche Kryostate aus Edelstahl werden auch noch heute verwendet, wobei man allerdings auf die Vorkühlung mit flüssigem Stickstoff verzichten kann, wenn Superisolationsfolien (metallisch beschichtete Kunststofffolien) als Strahlungsschirme eingebaut werden.

Eine Besonderheit stellen die Arbeiten zu magnetisch extrem empfindlichen supraleitenden Sensorschaltungen, den eingangs bereits erwähnten SQUIDs dar (siehe auch Kapitel 4). Ende der 1980er Jahre hat man in der PTB mit großem Aufwand begonnen, SQUID Magnetometer für biomagnetische Untersuchungen zu entwickeln und dafür eine entsprechende Infrastruktur geschaffen. Neben den Dünnschichtlabors findet man auf dem Berliner Gelände der PTB mehrere magnetisch stark geschirmte Kabinen,



Bild 5: Messplatz mit Heliumkanne zur Charakterisierung von SQUIDs in geschirmter Kabine

in denen das Potenzial der rauscharmen SQUID Systeme genutzt werden kann. Dazu gehört auch der magnetisch ruhigste Raum der Erde, eine magnetisch geschirmte Kabine, die über eine aktive Feldkompensation verfügt, um vor allem im niederfrequenten Bereich, der für die biomagnetischen Untersuchungen besonders wichtig ist, hohe Abschirmfaktoren zu erreichen. Für die Charakterisierung der supraleitenden Sensoren vor ihrer Verwendung in den Experimenten benötigt man nur relativ kleine magnetisch geschirmte Messköpfe, die in flüssiges Helium eingetaucht werden. Hierfür kann man in einfacher Weise die Helium-Transportkannen nutzen, die man mitsamt der empfindlichen Messelektronik in gegen hochfrequente elektromagnetische Einstrahlung geschützten Messkabinen unterbringt. Die magnetische Schirmung wird hier durch becherförmige Cryoperm-Schirmungen in Verbindung mit supraleitenden Abschirmkapseln erreicht.

Für die biomagnetischen Messungen selbst wurden jedoch magnetisch rauscharme Kryostate in sehr speziellen Abmessungen benötigt, die nicht auf dem Markt verfügbar waren. Deshalb wurde an der PTB mit einer eigenen Fertigung von Kryostaten aus glasfaserverstärktem Kunststoff mit einer Wärmedämmung aus Superisolationsfolie begonnen. Die große Herausforderung bestand in einer möglichst geringen Bodendicke des Kryostaten, um einen kleinen Abstand der Magnetometer zum Messobjekt zu realisieren. Die SQUID-Magnetometer müssen dabei so dicht wie möglich an den Kryostatenboden herangebracht werden. Die extrem hohe Empfindlichkeit der Magnetometer mit einem Eigenrauschen von z. T. weniger als $1\ \text{fT}/\sqrt{\text{Hz}}$ macht deshalb die Verwendung magnetisch extrem rauscharmer Kunststoffe notwendig und bedingt eine große Sorgfalt bei der Verarbeitung der Materialien. Geringe metallische Verunreinigungen durch Werkzeuge können bereits einen Kryostaten unbrauchbar machen. Die im



Bild 6: Herstellung von magnetisch rauscharmen Kryostaten. Das Bild zeigt Götz Klaukin und Klaus-Peter Matthies im Jahre 1995 beim Wickeln der Superisoliationsfolien auf einen Kryostateninnenbehälter.

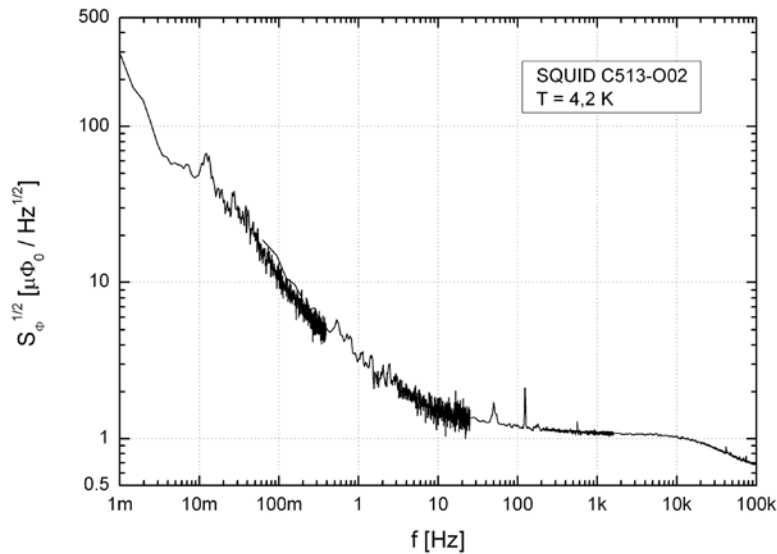


Bild 7: Spektrale Dichte des magnetischen Flussrauschens eines SQUIDs in flüssigem Helium. Die Peaks sind im Wesentlichen auf Vibrationen zurückzuführen.

Isolationsvakuum des Kryostaten verwendeten metallisch beschichteten Superisoliationsfolien müssen eine geschlitzte Struktur aufweisen, um Wirbelströme, die mit magnetischen Streufeldern verbunden sind, zu unterbinden.

Inzwischen befinden sich neue Verfahren zur biomedizinischen Diagnostik in der Entwicklung, die anders als bei den rein passiven biomagnetischen Messungen, das Anlegen von magnetischen Hilfsfeldern zur Magnetisierung der Proben und zur Messung selbst notwendig machen. Solche Methoden sind z. B. die Messung der magnetischen Kernresonanz NMR bei niedrigen magnetischen Feldstärken (low-field, lfNMR) und eine darauf beruhende Bildgebung (low-field MRI, lfMRI) oder die Magnetorelaxometrie unter Verwendung magnetischer Nanopartikel. Der Kryostat ist hierbei einem u. U. hohen Magnetfeld von bis zu

100 mT ausgesetzt, was zu einer Aufmagnetisierung von Bestandteilen führen kann, die auch nach Abschalten der Felder ein starkes magnetisches Rauschen in den Sensoren verursachen kann. Hier wird derzeit nach neuen Bauformen und Materialien gesucht. Die PTB ist aktuell z. B. an einem Vorhaben des Instituts für Luft und Kältetechnik (ILK) Dresden beteiligt, das in Zusammenarbeit mit europäischen Firmen daran arbeitet, neuartige Kryostate für solche Anwendungen zu entwickeln. Im Fachbereich Biosignale wurde inzwischen bereits ein Kryostat für ein lfNMR-System entwi-



Bild 8: lfNMR-SQUID-Messaufbau der PTB mit Spulensystem in einer magnetisch geschirmten Kabine.

ckelt, bei dem der Kryostat nur noch unwesentlich durch sein geringes Eigenrauschen die Signalqualität beeinflusst.

Eine besondere Kryostatenform, die für derartige Experimente in Kooperation mit dem japanischen Kanazawa Institute of Technology entwickelt wurde, ist in Bild 9 zu sehen. In diesem Kryostaten befindet sich eine horizontale von außen zugängliche Röhre, in die ein Messobjekt, z. B. ein Kleintier, eingeschoben werden kann. In der Mitte des Kryostaten ist diese Röhre von SQUID-Magnetometern umgeben, die das magnetische Feld des Messobjekts detektieren können. Die Abschirmung gegen magnetische Störfelder wird durch einen in den Kryostaten integrierten supraleitenden Schirm aus Niob-Blech realisiert, der die Röhre im flüssigen Helium umgibt. Mit einer solchen Messanordnung können sehr empfindliche biomagnetische Unter-



Bild 9:
Kryostat für biomedizinische Untersuchungen mit integrierter supraleitender magnetischer Schirmung. Die zu untersuchenden Proben (z. B. auch Kleintiere) werden in die Röhre eingeführt.

suchungen aber auch andere SQUID-Experimente außerhalb einer magnetisch geschirmten Kabine durchgeführt werden.

4 Supraleitungssensorik – vom mechanischen Tunnelkontakt zu NanoSQUIDs

SQUID – einige Grundlagen

Supraleitende Quanteninterferometer, kurz SQUIDs genannt, sind die derzeit empfindlichsten Sensoren für magnetische Flussänderungen. Sie lassen sich überall dort einsetzen, wo magnetischer Fluss oder physikalische Größen, die einfach in magnetischen Fluss transformiert werden können, mit hoher Empfindlichkeit gemessen werden sollen. Da SQUIDs auf eine Betriebstemperatur unterhalb der kritischen Temperatur T_c des verwendeten Supraleiters (möglichst auf mindestens $0,5 T_c$) gekühlt werden müssen, sind diese kryoelektronischen Sensoren nur für spezielle Anwendungen, bei denen es auf höchste Empfindlichkeit ankommt, sinnvoll einsetzbar.

Ein SQUID besteht aus einer supraleitenden Leiterschleife, die im Falle von rf SQUIDs an einer oder im Falle von dc SQUIDs an zwei Stellen von einer Schwachstelle, dem sog. Josephsonkontakt, unterbrochen wird, der eine deutlich reduzierte supraleitende Stromtragfähigkeit aufweist. Zur Auslesung eines SQUIDs, das in einer Fluss-Regelschleife betrieben wird, benötigt man eine i. d. R. bei Raumtemperatur betriebene SQUID-Elektronik, die aus einem rauscharmen Verstärker und einem Integrator besteht. Das Ausgangssignal

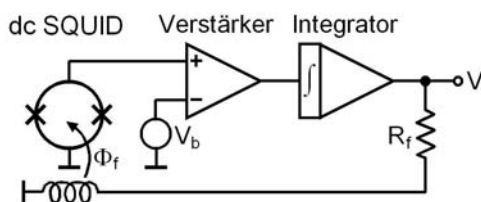


Bild 10:
Prinzipschaltung einer SQUID-Sensorik. Das SQUID mit den beiden Josephsonkontakten wird durch den Kreis mit den beiden Kreuzen symbolisiert. Es ist in einer sogenannten Flussregelschleife (engl. Flux Locked Loop, FLL) direkt an einen Verstärker angekoppelt, dessen Ausgangssignal über einen Integrator und einen Widerstand R_f als magnetischer Fluss Φ_f so in das SQUID zurückgekoppelt wird, dass der Arbeitspunkt auf der periodischen Fluss-Spannungskennlinie des SQUIDs bei sich änderndem äußeren Magnetfeld stabil gehalten wird.

des Integrators wird als magnetischer Fluss wieder in das SQUID rückgekoppelt, um die periodische Kennlinie des Sensors zu linearisieren.

Mit einem SQUID lassen sich, wie oben bereits erwähnt, nicht nur magnetische Flussänderungen empfindlich messen, sondern alle physikalischen Größen, die sich in magnetischen Fluss wandeln lassen, wie z. B. die magnetische Induktion oder der elektrischer Strom. Damit ist es möglich, neben empfindlichen Magnetometern, empfindliche Stromsensoren herzustellen, die insbesondere für Tieftemperaturexperimente, wenn die Anwendung also ohnehin tiefe Temperaturen verlangt, von großem Interesse sind. Durch geeignete Designmaßnahmen, wie z. B. einem gradiometrischen Sensoraufbau, kann man diese Stromsensoren für magnetische Störfelder relativ unempfindlich machen. Leider lassen sich die verschiedenen Anwendungen nicht mit einem einzigen Sensordesign bedienen. So verwendet man z. B. zur Auslesung supraleitender Strahlungssensoren für die Astrophysik Reihenschaltungen von mehreren SQUIDs (SQUID-Arrays) und für die extrem rauscharme Detektion kleiner Ströme wie z. B. bei der NMR sind zweistufige Anordnungen, bei denen das Signal des Eingangs-SQUIDs von einem SQUID-Array verstärkt wird, notwendig. Diese z. T. sehr komplexen Schaltungen sind zusätzlich mit Hilfskomponenten, wie Eingangsstrombegrenzern und Filtern bestückt, die die Handhabung für den Anwender sehr komfortabel machen.

SQUID-Technologie

Die ersten SQUIDs, die an der PTB für metrologische Zwecke genutzt wurden, waren noch aus massivem Niob gefertigt. Der Josephsonkontakt wurde mit Hilfe einer mechanisch justierbaren Druckschraube, die einen mechanischen Punktkontakt bildete, realisiert. Mit einer speziellen Ausführung eines solchen SQUIDs, in dessen Schleife ein niederohmiger Widerstand integriert

wurde (sog. Resistives SQUID oder RSQUID), wurden von Gerhard Schuster und Mitarbeitern an der PTB Rauschmessungen durchgeführt, wobei das RSQUID als primäres Thermometer genutzt wurde. Dieses Bauelement, das in Bild 11 zu sehen ist, stellt einen Spannungs-Frequenzwandler dar, mit dem das Nyquist-Rauschen eines Widerstands, das eine Funktion der Temperatur ist, gemessen wird [13]. Ähnliche Messungen mit einem solchen Rauschthermometer wurden auch am NIST durchgeführt. Diese Messungen bildeten u. a.

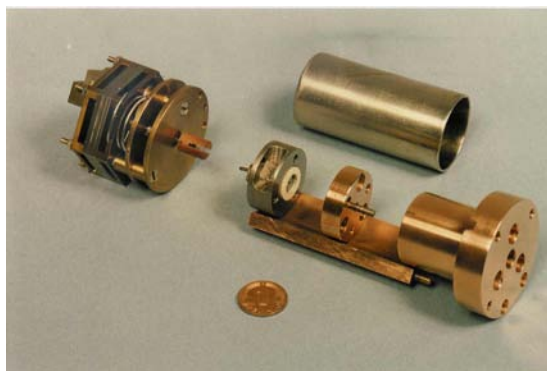


Bild 11: Resistives SQUID der PTB mit mechanischem Josephsonkontakt. Dieses SQUID diente als Rauschthermometer zur Messung tiefer Temperaturen.

eine wesentliche Grundlage bei der Aufstellung der heute im Tieftemperaturbereich verwendeten Temperaturskala PLTS 2000 [14, 15].

Moderne SQUIDs werden in Dünnschichttechnik meist auf Silizium Wafern hergestellt (Bild 12). Als Grundlage dient in der Regel ein Nb/AIO_x/Nb-Dreilagenschichten-Verfahren zur Herstellung der Josephsonkontakte. Weitere Schichten werden für Widerstände und zusätzliche supraleitende Schaltungselemente wie Spulen oder Transformatoren benötigt. Für biomagnetische Messungen werden an der PTB seit nunmehr fast zwei Jahrzehnten erfolgreich Mehrschleifen-SQUIDs in Dünnschichttechnik eingesetzt, die von Dietmar Drung an der PTB entwickelt wurden. Bild 13 zeigt ein solches SQUID-Magnetometer und das 304-Kanal SQUID System der PTB, das mit diesem SQUID-Typ bestückt ist.

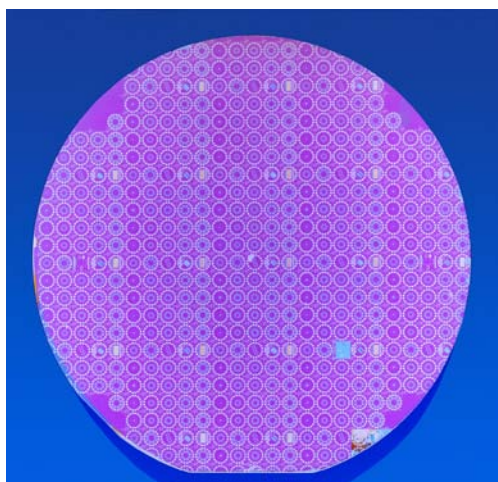


Bild 12: Silizium Wafer mit ca. 400 SQUID Schaltungen in Nb/AIO_x/Nb-Technologie.

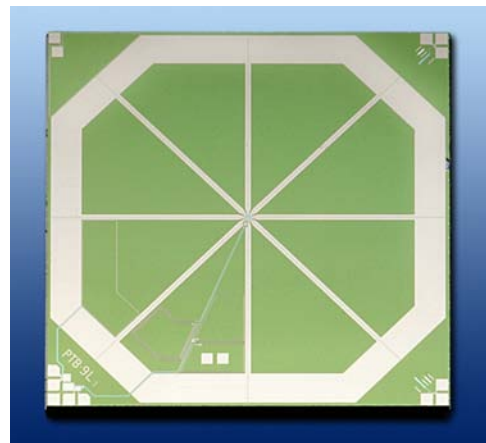


Bild 13: 304-Kanal-SQUID System der PTB. Der in diesem System eingesetzte SQUID-Typ ist darunter dargestellt. Die Chipabmessungen betragen 7,2 mm x 7,2 mm.

Hochtemperatursupraleiter-SQUIDs und Technologietransfer

Wie bereits im vorigen Abschnitt erwähnt wurde, verfügt das Berliner Institut der PTB seit den 80er Jahren für diese neuen biomedizinischen Diagnostikverfahren über eine einzigartige Infrastruktur. Die SQUID-Sensorik, die hierfür entwickelt wurde, war zunächst bis auf ganz wenige Ausnahmen auf den Eigenbedarf der Berliner Biomagnetismus-Arbeitsgruppe beschränkt. In den 90er Jahren beteiligte sich die Arbeitsgruppe „Kryoelektronik“ zunehmend an nationalen und auch EU-weiten Forschungsvorhaben zur Entwicklung und Anwendung von SQUIDs auf der Basis der neuen Hochtemperatursupraleiter, die Ende der 80er Jahre entdeckt wurden. Dabei ging es nicht nur um die Entwicklung der integrierten SQUID-Sensorschaltungen, für deren Kühlung

flüssiger Stickstoff ausreicht, sondern auch um neue Ausleseelektroniken, die für den Betrieb dieser SQUIDs gebraucht werden und die deren Parameter sehr wesentlich bestimmen. Diese Ausleseelektroniken benötigen u.a. sehr rauscharme Verstärkerschaltungen, die damals nicht am Markt verfügbar waren. Häufig wurde von Projektpartnern der PTB der Wunsch geäußert, PTB-SQUID-Elektroniken und auch SQUIDs für ihre Anwendungen benutzen zu können. Diesen Wünschen wurde meist in der Art entsprochen, dass Projektpartner in der PTB mit unserer Messtechnik vertraut gemacht wurden und hier unter Anleitung ihre Elektroniken selbst zusammengelötet und charakterisiert haben.

Ende der 90er Jahre kam neben der Entwicklung von Hochtemperatursupraleiter-SQUID-Magnetometern und der Anwendung von SQUID-Magnetometern auf der Basis konventioneller Nb-Technologie zunehmend bei externen Projektpartnern der Wunsch auf, SQUIDs als schnelle Verstärkerschaltungen zur Auslesung kryogener Strahlungsdetektoren für die Astrophysik oder für empfindliche Tieftemperaturexperimente (z. B. NMR-Messungen) einzusetzen. Das führte in der Folge zur Entwicklung komplexer SQUID-Schaltungen und völlig neuer Computer-gesteuerter SQUID-Elektroniken, die nur noch in SMD-Technologie herstellbar waren. Parallel dazu wurden für den Aufbau des bereits erwähnten großen SQUID-Multikanalsystems für die Berliner Biomagnetismusgruppe neue in SMD-Technik hergestellte SQUID-Elektroniken benötigt. Diese Arbeiten führten schnell dazu, dass die AG „Kryosensorik“, wie sie jetzt heißt, die Möglichkeiten einer Kommerzialisierung ihrer SQUID-Messtechnik auslotete. Aus Kooperationen mit der Universität Hamburg auf dem Gebiet der Hochtemperatursupraleiter-SQUIDs waren uns zwei junge Kollegen, Colmar Hinrichs und Henry-J. Barthelmess bekannt, die während ihrer Promotion 2001 die Firma „Magnicon“ gegründet hatten, die im wesentlichen mit der Wartung eines SQUID-Mehrkanalsystems an der Hamburger Universitätsklinik befasst war und dazu PTB-SQUIDs einsetzen wollte. Da die Kollegen auch Magnetfeldmesstechnik (Fluxgates) und SQUID-Messtechnik entwickeln wollten und über die nötigen Spezialkenntnisse verfügten, entstand schnell die Idee, PTB-SQUID-Entwicklungen in Produkte umzusetzen und durch „Magnicon“ zu vermarkten. Eine kleine „Garagenfirma“ war für diesen Nischenmarkt genau der richtige Ansatz, und so kam es bereits 2002 zur ersten Lizenzvereinbarung über die Herstellung und den Vertrieb der PTB-SQUID-Elektronik SEL-1 und etwas später über einen Laborverstärker, der sich vorteilhaft zur Charakterisierung von SQUIDs einsetzen lässt. Diese Elektroniken, die insbesondere für den

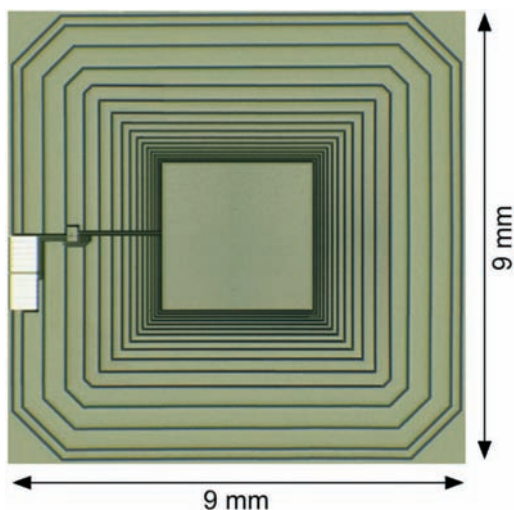


Bild 14:
Hochtemperatursupraleiter-SQUID
der PTB



Bild 15:
Hochtemperatursupraleiter-SQUID-Messsystem, das in Kooperation mit der TU Berlin im Rahmen eines Drittmittelvorhabens für geophysikalische Messungen entwickelt wurde. Das System diente dem Test eines sog. Radiomagnetischen Sondierungsverfahrens zur Vermessung der Bodenleitfähigkeit in Tiefen von bis zu einigen zehn Metern. Das Bild zeigt die Mitarbeiter beim Auffüllen von flüssigem Stickstoff bei Feldmessungen.

Betrieb von Hochtemperatursupraleiter-SQUIDs geeignet waren, stießen weltweit auf Interesse. Bis heute werden die SQUID-Entwicklungen der PTB, die auch z. T. aus gemeinsamer Beteiligung in Drittmittelprojekten entstehen, über diese Firma kommerzialisiert [16].

Das Interesse an Hochtemperatursupraleiter-SQUIDs hat aber bereits vor zehn Jahren spürbar nachgelassen, da bis jetzt keine flexible Technologie verfügbar ist, die eine preiswerte Fertigung von größeren Stückzahlen dieser Bauelemente gestattet. Inzwischen zeichnet sich auch die Verfügbarkeit alternativer optischer Magnetometer ab, die die Empfindlichkeit von Hochtemperatursupraleiter-SQUID-Magnetometern erreichen und bei Raumtemperatur betrieben werden können.

Die bereits erwähnte Nachfrage nach schnellen SQUID-Verstärkern auf der Basis konventioneller Supraleitungstechnologie hat dann den Ausschlag gegeben, gemeinsam mit Magnicon eine schnelle SQUID-Elektronik zu entwickeln. Diese neue Elektronik XXF-1 ist seit 2005 auf dem Markt und erfreut sich bei Anwendern zunehmender Beliebtheit, zumal sie nicht auf die Kombination mit PTB-SQUIDs beschränkt ist, sondern auch mit SQUIDs anderer Hersteller betrieben werden kann. Mit dieser Elektronik können SQUID-Verstärker aufgebaut werden, die mit Bandbreiten von bis zu 20 MHz betrieben werden können. Die Limitierung in der Bandbreite ist hier in der Signallaufzeit zwischen dem SQUID-Chip, der sich bei tiefer Temperatur im Kryostaten befindet, und der Elektronik, die bei Raumtemperatur außerhalb des Kryostaten i. d. R. auf dem Deckel flansch betrieben wird, begründet. Verschiedenste SQUID-Typen für die unterschiedlichsten Anwendungen sind inzwischen in der PTB verfügbar. Das Spektrum reicht von Magnetometern über SQUID-Stromsensoren bestehend aus Einzel-SQUIDs und zweistufigen Anordnungen sowie Serien-SQUID-Arrays bis zu SQUID-Multiplexern für die Auslesung von Strahlungsdetektorarrays. Neueste Entwicklungen sind SQUID-Chips, bei denen die Flussregelschleife bereits auf dem Chip im Kalten geschlossen wird, indem als Verstärker ein SQUID-Verstärker, der aus bis zu 640 SQUIDs besteht, verwendet wird. Da diese Anordnungen nicht mehr durch Laufzeiteffekte auf den Leitungen zwischen der Elektronik auf dem Kryostaten und dem SQUID-Chip im Kalten limitiert sind, lassen sich damit sehr hohe Bandbreiten von über 100 MHz erzielen.

Inzwischen sind aus der Kooperation mit der PTB nicht nur reine SQUID-Sensoreinheiten bestehend aus Elektronik und Sensor entstanden, sondern auch komplexere Produkte, die SQUID-Sensoren enthalten, bei Magnicon im Portfolio. So wurde eine gemeinsame Erfindung der Gruppe von Christian Enss von der Universität Heidelberg und der AG „Kryosensorik“ der PTB erfolgreich kommerzialisiert – ein sog. Magnetfeldfluktuationsthermometer für den Bereich tiefer und sehr tiefer Temperaturen. Dieses Rauschthermometer ist für Betreiber von Millikelvinkryostaten von großem Interesse und wird kontinuierlich

weiterentwickelt. Dabei wird untersucht, ob das Thermometer auch für Temperaturen unterhalb von ca. 10 mK, der typischen Minimaltemperatur, die von ³He/⁴He-Lösungskältemaschinen erreicht wird, eingesetzt werden kann.

Aber auch bei einer anderen typisch metrologischen Entwicklung war die Zusammenarbeit erfolgreich. So wurde eine Elektronik für Kryostromkomperatoren für die Widerstandsmetrologie mit den Berliner Kollegen des Fachbereichs 7.2 „Kryophysik und Spektrometrie“ und den Braunschweiger Kollegen des Fachbereichs 2.6 „Elektrische Quantenmetrologie“ der PTB entwickelt, die inzwischen kommerziell angeboten wird.

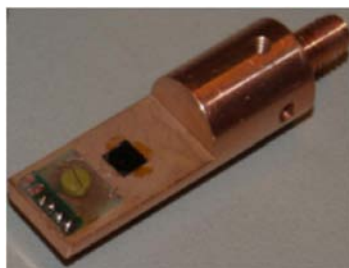
Messung kleinster magnetischer Momente

Bei der empfindlichen Messung kleiner magnetischer Felder, wie z. B. bei biomagnetischen Untersuchungen, werden SQUID-Magnetometer eingesetzt, die über eine genügend große Feldaufnahme fläche in der Größenordnung von einigen mm² verfügen. Da SQUIDs für magnetischen Fluss empfindlich sind, muss zur Messung schwacher Magnetfelder genügend Fluss „eingesammelt“ werden, um das magnetische Feld oder genauer die magnetische Induktion **B** rauscharm messen zu können. (der magnetische Fluss ergibt sich aus dem Integral von **B** über der feldempfindlichen Fläche des SQUID-Magnetometers). Wird die Quelle des Magnetfeldes deutlich kleiner als die Abmessungen des SQUID-Magnetometers, trägt nicht mehr die gesamte feldempfindliche Fläche des Magnetometers effektiv zum Ausgangssignal bei. In diesem Fall ist es sinnvoll, die Abmessungen des SQUIDs zu reduzieren und der Quelle anzupassen, z. B. zur Charakterisierung magnetischer Nanopartikel. Eine Verkleinerung des SQUID-Rings selbst ermöglicht aber auch eine Erniedrigung des thermisch angeregten magnetischen Flussrauschens des SQUIDs, so dass die Messung extrem kleiner magnetischer Momente bis hin zur Detektion von Einzelspins möglich erscheint.

In Kooperation mit einer Gruppe der Universität von Zaragoza wurden mit PTB-SQUIDs Mikrosuszeptometer aufgebaut. Auf den Schaltungen wurden mit Hilfe nanolithografischer Strukturierungsmethoden kleine magnetische Partikel bis hin zu Clustern von magnetischen Nanopartikeln deponiert und die magnetischen Eigenschaften frequenzabhängig bei tiefen und ultratieferen Temperaturen untersucht [17].

Im Rahmen des europäischen Metrologieforschungsprogramms iMeRA+ wurden in Kooperation mit einer Gruppe am NPL gemeinsame Untersuchungen zur Entwicklung von Nano-SQUIDs vorgenommen, deren Signale mit PTB-SQUID-Verstärkern ausgelesen werden [18].

Bild 16: Sensoreinheit des Magnetfeldfluktuationsthermometers, die in der PTB entwickelt wurde und Bestandteil eines kommerziellen Rauschthermometers der Fa. Magnicon ist. Der SQUID-Chip, der auf dem Kupfersensor aufgeklebt ist, hat eine Größe von 3 mm x 3 mm. Die Sensoreinheit ist im Betrieb von einer Niob-Kapsel umgeben.



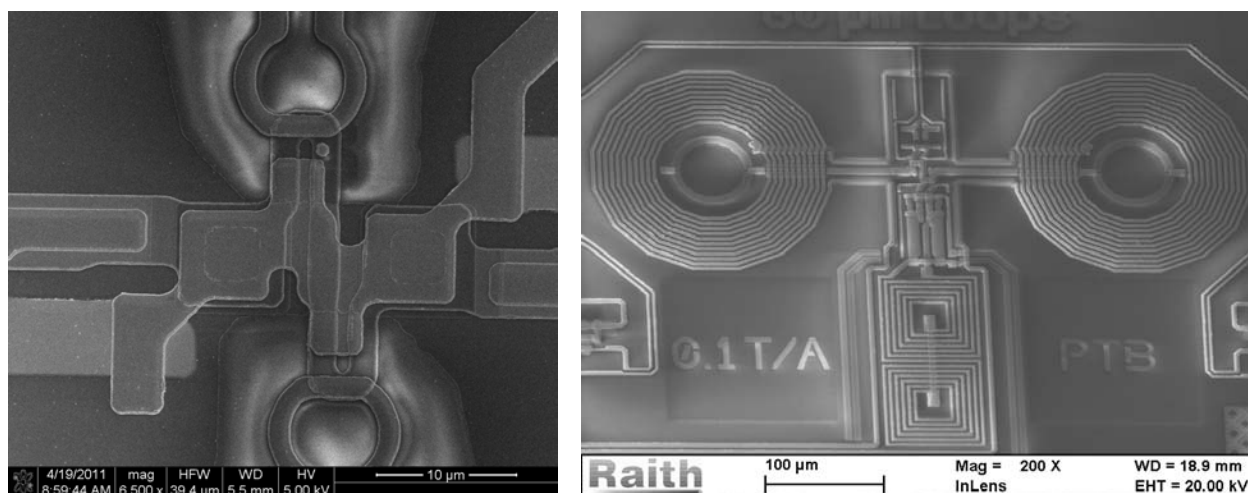


Bild 17:
Elektronenmikroskopische Aufnahmen von einem PTB-Mikro-SQUID mit magnetischem Nanopartikel (Partikel oberhalb der Bildmitte) und einem kompletten SQUID-Mikro-Suszeptometer der PTB mit integrierter Anregungsspule (rechtes Bild).

Diese Arbeiten, die eine neue Richtung der Anwendung von SQUIDs im Bereich der Nanometrie darstellen, befinden sich erst am Anfang und lassen für die Zukunft spannende Ergebnisse erwarten (Bild 17).

Danksagung

An dieser Stelle sei allen Kolleginnen und Kollegen, die mich beim Zusammentragen des verwendeten Materials und bei der kritischen Durchsicht und Gestaltung des Manuskripts unterstützt haben, herzlich gedankt, insbesondere Wolfgang Buck, Götz Klaukin und Cordula Braun. Erwähnt sei noch, dass ein großer Teil der hier dargestellten Arbeiten auf dem Gebiet der Supraleitungssensoren im Rahmen nationaler und europäischer Forschungsprojekte finanziert wurde.

Literatur

- [1] W. Buckel, R. Kleiner: Superconductivity, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim 2004
- [2] D. van Delft, P. Kes: The Discovery of Superconductivity. *euromphysics news* 42/1, (2011), 21–25
- [3] H. Koch, Th. Schurig: SQUID Technology and Applications at PTB. *ISTEC Journal* 13, (2000), 30–36
- [4] Th. Schurig, L. Trahms: SQUID Activities at PTB: Status 2008. *IEEE&ESAS European Superconductivity News Forum* 8, RN-9, April 2009
- [5] R. P. Huebener, H. Luebbig: A Focus of Discoveries. World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd. Singapore 2008
- [6] R. Huebener, H. Lübbig: Die Physikalisch-Technische Reichsanstalt. Vieweg + Teubner Verlag, Wiesbaden 2011
- [7] W. Meissner: Verflüssigung des Heliums in der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt. *Die Naturwissenschaften* Heft 32, (1925), 695–696
- [8] Wissenschaftliche Abhandlungen der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt Band 19, S. 74, Braunschweig 1968
- [9] Wissenschaftliche Abhandlungen der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt Band 22, S. 93, Braunschweig 1971
- [10] G. Wende, M. Schubert, T. May, L. Fritzsche, H.-G. Meyer, G. Thummes, Y. Küçük Kaplan, L. M. Qiu, J. Kohlmann, J. Niemeyer, H. Hofmeister, and J. Scheerer: Josephson voltage standard circuit operation with a pulse tube cooler, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity* 13, (2003), 915–918
- [11] P. Strehlow, H. Nuzha and E. Bork: Construction of a Nuclear Cooling Stage. *Journal of Low Temperature Physics* 147, (2007), 81–93,
- [12] e.g. www.bluefors.com, www.oxinst.com
- [13] K. Grohmann: The Metrology of Temperature below 1 K. *Proc. Of Int. School of Physics "Enrico Fermi", Course CX*, ed. By L. Crovini and T. J. Quinn, North-Holland, Amsterdam 1992, 329–359
- [14] G. Schuster, A. Hoffmann, D. Hechtfisher and M. Kühne: 7th International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science. Ed. By J. Dubbeldam and M. de Groot (1999), 129
- [15] R. L. Rusby, M. Durieux, A. L. Reesink, R. P. Hudson, G. Schuster, M. Kühne, W. E. Fogle, R. J. Soulen und E. D. Adams: The Provisional Low Temperature Scale from 0.9 mK to 1 K, PLTS-2000. *Journal of Low Temperature Physics*, 126, (2002) 633–642
- [16] PTB-Mitteilungen 120, (2010), Heft 4, S. 348
- [17] M. J. Martínez-Pérez, J. Sesé, F. Luis, D. Drung, and T. Schurig: *Review of Scientific Instruments* 81, (2010), 016198
- [18] L. Hao, J. C. Macfarlane, J. C. Gallop, D. Cox, J. Beyrer, D. Drung, and T. Schurig: *Applied Physics Letters* 92, (2008), 192507

EKG und EEG einst und jetzt

– ein Rückblick aus messtechnischer Sicht

Lutz Trahms*

Erste Messungen und ihre Standardisierung

Die ersten Messungen der elektrischen Aktivität eines lebenden Organismus fanden schon im neunzehnten Jahrhundert statt. Carlo Matteucci nutzte um 1840 als Messinstrument einen frisch präparierten Froschmuskel (Bild 1), um die Existenz von „elektrischen Phänomenen“ im lebenden Organismus nachzuweisen [1]. Aufbauend auf diesen Beobachtungen entwickelte Emil Heinrich Du Bois-Reymond an der Universität Berlin hoch empfindliche Galvanometer, um damit detaillierte Messungen von Muskelströmen in Tieren durchzuführen [2]. Mit diesen Arbeiten wurde die Elektrophysiologie als neuer Wissenschaftszweig etabliert. Auch Hermann Helmholtz, der Du Bois-Reymond aus der Zeit der Gründung der Physikalischen Gesellschaft zu Berlin gut kannte, beschäftigte sich damals intensiv mit Problemen der Bioelektrizität [3].

Zunächst standen dabei die statischen zeitunabhängigen Phänomene der Bioelektrizität im Vordergrund. Der britische Arzt Richard Caton aus Liverpool beobachtete jedoch bei galvanometrischen Messungen am Kaninchen, dass die vom Gehirn erzeugten Ströme zeitlich variierten: „Feeble currents of varying direction pass through the multiplier when the electrodes are placed on two points of the external surface ... of the skull“ [4], berichtete er am 4. August 1875 auf dem 43. Jahrestreffen der Britischen Medizinischen Gesellschaft in Edinburgh. Offenbar fanden die Herausgeber des British Medical Journals diese Mitteilung nicht besonders erwähnenswert. Jedenfalls wurde sein Beitrag nicht als vollständiger Artikel in die Zeitschrift aufgenommen, es blieb bei ein paar Zeilen im Konferenzbericht.

1887, im Gründungsjahr der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt, wurde von Augustus Waller am University College London mit einem Quecksilber-Kapillarelektrometer zum ersten Mal die Zeitabhängigkeit der Potentiale aufgezeichnet, die an der Körperoberfläche aufgrund der elektrischen Herzaktivität des Menschen auftreten [5]. Durch die Aufnahme der Dimension Zeit als



The Galvanoscopic Frog.

Bild 1:
Matteuccis
Froschschenkel als
Galvanoskop

zweite Komponente einer elektrophysiologischen Messung entstehen Signale mit charakteristischen Mustern, die heute bei der diagnostischen Anwendung des Elektrokardiogramms (EKG) oder Elektroenzephalogramms (EEG) vom Arzt genutzt werden. Von diesem Ausgangspunkt aus hat sich die bioelektrische Messtechnik zu einem diagnostischen Werkzeug entwickelt, das heute aus der klinischen Praxis und der physiologischen Grundlagenforschung nicht mehr wegzudenken ist.

Quecksilber-Kapillarelektrometer waren jedoch viel zu träge, um den zeitlichen Veränderungen des EKG ohne Verzögerung zu folgen. Das so registrierte EKG war stark verzerrt, etwa so, wie man es heute mit einem falsch ausgelegten Tiefpassfilter aufzeichnen würde. Für die wissenschaftliche und diagnostische Nutzung des Verfahrens war es daher vor allem notwendig, diese Messtechnik weiter in Bezug auf Zeitauflösung und Empfindlichkeit zu verbessern. Diese Pionierarbeit wurde um die Jahrhundertwende von Willem Einthoven an der Universität Leiden geleistet.

Als erstes entwickelte Einthoven ein Verfahren, mit dem er aus dem verzerrten EKG der kapillarelektroskopischen Messungen das unverzerrte EKG rekonstruierten konnte [6]. Er nahm dafür zunächst das Frequenzverhalten des Messgeräts auf, um aus der so ermittelten „Transferfunktion“ mit mathematischen Verfahren das „korrekte“ EKG zu berechnen. So kamen durch Einthoven erstmals Methoden der Signalverarbeitung bei der Analyse des EKGs zum Einsatz. Heute, im Zeitalter der digitalisierten Rechentechnik, gehört die Signalverarbeitung zum Routinewerkzeug der EKG- und EEG-Analyse.

* Dr. Lutz Trahms,
Fachbereich
„Biosignale“
E-Mail:
lutz.trahms@ptb.de

Wichtiger noch waren die messtechnischen Neuerungen, die Einthoven eingeführt hat. Er ersetzte das Quecksilber-Kapillarelektrometer durch das damals gerade von Clément Ader erfundene Saitengalvanometer (Bild 2) [7]. Damit gelangen ihm die ersten qualitativ hochwertigen EKG-Aufzeichnungen [8], deren Zeitauflösung ausreichend war, um die wesentlichen Strukturen der elektrischen Herzaktivität widerzugeben. Übereinstimmungen mit korrigierten kapillarelektroskopischen Messungen zeigen, wie gut ihm seine EKG-Rekonstruktionen gelungen sind.

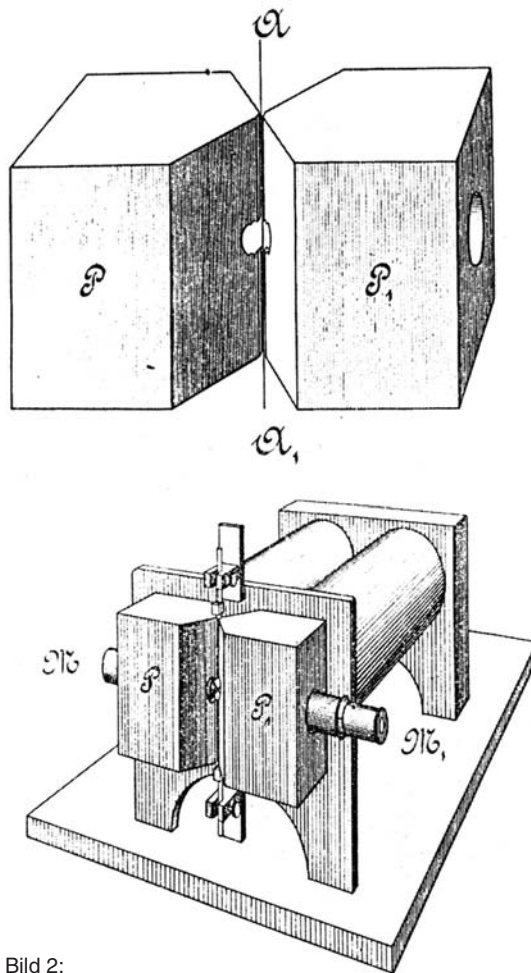


Bild 2:
Einthovens Saiten-
galvanometer

Ein weiterer, für die Etablierung des EKG in der klinischen Diagnostik notwendiger Schritt war die Festlegung eines standardisierten Messprotokolls, das vorschrieb, wo am Körper die Messelektroden anzulegen waren. Nur so konnten die Messungen der Biopotiale vergleichbar gemacht werden, um ggf. pathologische Veränderungen in den Signalmustern erkennen und Erkrankungen zuordnen zu können. Auch hier hat Einthoven Pionierarbeit geleistet. Die von Einthoven vorgeschlagenen Messprotokolle mit den nach ihm benannten EKG-Ableitungen an den Gelenken von Armen und Beinen werden heute noch in der ärztlichen Praxis angewendet [9].

In den folgenden Jahrzehnten sind dann weitere Messprotokolle eingeführt worden, insbesondere Ableitungen an der Brustwand, die spezifischere diagnostische Informationen liefern können. Der vorläufige Endpunkt dieser Entwicklung ist das „Body Surface Potential Mapping“, bei dem der Thorax mit einem dichtmaschigen Netz von 64 oder mehr Elektroden überdeckt wird, das eine flächige Vermessung der EKG-Potiale ermöglicht [10]. Dieses Verfahren wird allerdings als so aufwändig angesehen, dass es nur selten in der Diagnostik, sondern hauptsächlich in der Forschung zum Einsatz kommt.

Es dauerte ein halbes Jahrhundert, bis die Beobachtungen Catons von dem Jenaer Psychiater Hans Berger aufgegriffen wurden und mit dem Elektroenzephalogramm das Äquivalent zum Elektrokardiogramm geschaffen wurde [11]. Berger entdeckte, dass an der Kopfhaut des Menschen zeitabhängige Potiale mit Amplituden von bis zu 50 μV ableitbar waren. (Bild 3). Diese Potiale wiesen charakteristische Frequenzen auf: Frequenzen um 10 Hz traten im Zustand geringer Gehirnaktivität auf, zum Beispiel im Zustand der Entspannung mit geschlossenen Augen, während bei mentaler Aktivität oder geöffneten Augen unregelmäßige, höherfrequente Rhythmen beobachtet wurden. Berger bezeichnete diese beiden Signaltypen als Alpha- bzw. Betawellen.

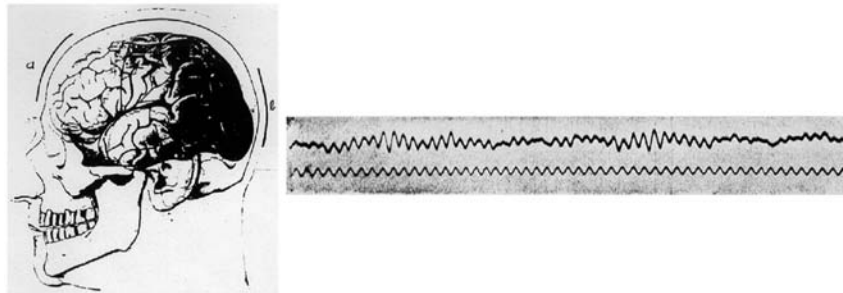


Bild 3:
Eine der ersten EEG-Aufzeichnungen Bergers.
Oben: Spontan auftretende Alpha-Rhythmen.
Unten: 10 Hz Sinusschwingung zur Referenz

Mit dem EEG war es Berger gelungen, Hirnaktivität über ein physikalisches Korrelat objektiv nachweisbar zu machen. Während diese bahnbrechende Entdeckung in Deutschland zunächst weitgehend ignoriert wurde, begannen Psychologen in den USA in den dreißiger Jahren die Arbeiten Bergers zu reproduzieren und daraus ein neues Forschungsgebiet zu entwickeln. Weitere Rhythmen im EEG mit charakteristischen Frequenzen wurden entdeckt und verschiedenen Aktivitätszuständen des Gehirns zugeordnet (Gamma-, Delta-, Thetawellen).

Erst nach dem zweiten Weltkrieg wurde eine Standardisierung der EEG-Ableitungen vorgenommen, als ein internationales Komitee von Neurologen und Psychologen eine Empfehlung aussprach, an welchen 19 anatomisch definierten Positionen der Kopfoberfläche Elektroden anzubringen sind, das sogenannte 10-20-System [12]. Auch hier gibt es inzwischen Erweiterungen, bei denen bis zu 128 Elektroden an der Kopfhaut fixiert werden, mit dem Ziel, die räumliche Variation der Kopfpotentiale möglichst vollständig zu erfassen.

Die Signalaufnahme

Das kurze Abstract von Caton enthielt noch eine weitere, wegweisende Beobachtung: „The electric currents of the grey matter appear to have a relation to its function. When any part of the grey matter is in a state of functional activity, its electric current usually exhibits negative variation.“ [4] Diesen Hinweis nahm G. D. Dawson zum Anlass, nach einem direkten Zusammenhang zwischen einer lokalen Hirnfunktion und dem EEG-Signal zu suchen. Er fand heraus, dass eine Stimulation (z. B. eine Reizung des Arms, ein Ton, oder ein visuelles Signal) nach einer Zeitspanne von einigen zehn oder hundert Millisekunden mit einer dazu korrelierten Spannung an der Kopfoberfläche verbunden war (Bild 4) [13]. Dieses sogenannte ereigniskorrelierte Potential ist allerdings um eine Größenordnung schwächer als die spontan auftretenden Signale verschiedener Frequenzen, wie sie seit Berger bekannt waren.

Um diese Potentiale sichtbar zu machen, musste die EEG-Messtechnik weiterentwickelt werden. Das Signal-zu-Rausch-Verhältnis der schwachen evozierten Potentiale in der Größenordnung von 1 μV war aber durch messtechnische Verbesserungen allein nicht zu erhöhen, da das „Rauschen“ ja vom Messobjekt, dem Gehirn, selbst erzeugt wurde. Das Problem konnte gelöst werden, indem der Messung eine Signalverarbeitung nachgeschaltet wurde: die aufgezeichneten Signale wurden aufsummiert, sodass sich das „Hirnrauschen“ herausgemittelt hat, während sich die zur Stimulation zeitlich korrelierten Hirnsignale addiert haben. Dazu war es notwendig, dass das EEG nicht mehr

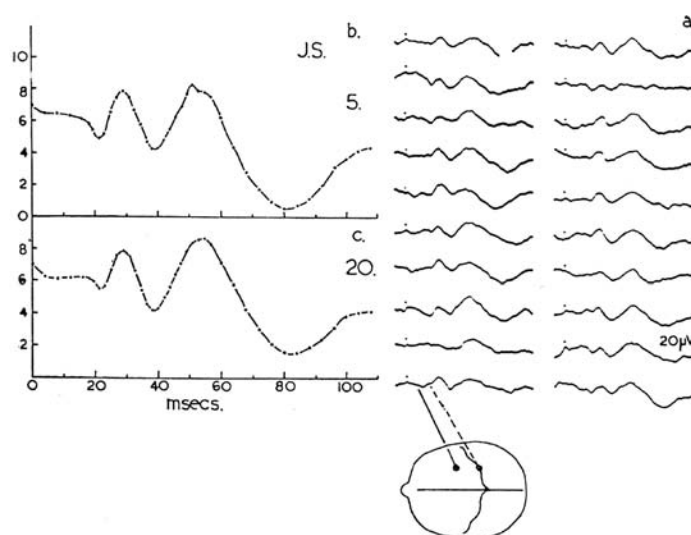


Bild 4:
Erste Messungen ereigniskorrelierter Potentiale, mit denen Dawson den Effekt der Signalmittelung demonstriert.
Rechte Spuren (a): 20 Stark verrauschte Messung einzelner Reizantworten.
Linke Spur oben (b): Mittelung von 5 Einzelmessungen
Linke Spur unten (c): Mittelung von 20 Einzelmessungen

einfach nur passiv aufgezeichnet wurde, sondern gesteuert ablief, indem definierte Stimuli erzeugt wurden, deren Zeitpunkt durch einen Trigger in die Messdatenaufzeichnung integriert wurde.

Dieses Verfahren der Signalmittelung, das uns heute völlig selbstverständlich und naheliegend erscheint, war mit der Technik der fünfziger Jahre des vorigen Jahrhunderts durchaus nicht einfach zu realisieren [14]. Erst in den sechziger und siebenziger Jahren, als sich die Digitalisierung der Messtechnik allmählich in allen Bereichen durchsetzte, konnte das Verfahren der Signalmittelung und damit die Messung ereigniskorrelierter Potentiale routinemäßig angewendet werden. Damit wurde der Weg frei, um die Untersuchung von evozierten Reizreaktionen des Gehirns zu einem Routinewerkzeug der neurowissenschaftlichen und psychologischen Forschung zu machen, das bald auch seinen Weg in die Routinediagnostik fand.

Interessanterweise stand dabei von Anfang an nicht nur die Kausalkette von der Reizung zur Reaktion des Gehirns im Fokus der Forschung, sondern auch der rückwärtige Blick von der stattgefundenen Aktion zum auslösenden Steuerimpuls des Gehirns. So wurde bereits in der Mitte der sechziger Jahre gezeigt, dass einer willentlichen Bewegung eine charakteristische Hirnaktivität vorangeht [15]. Dieses so genannte Bereitschaftspotential verrät gewissermaßen die Absicht eine Bewegung auszuführen, bevor diese Bewegung wirklich stattfindet. Derartige Untersuchungen führten schon damals zu philosophischen Kontroversen über die Willensfreiheit des Menschen, die auch heute noch durch aktuelle Studien von

ereigniskorrelierten Potentialen immer wieder neu angeregt werden.

Das Verfahren der Signalmittelung setzt voraus, dass das Nutzsignal in zeitlich konstanter und phasenstarrer Form auf den Triggerzeitpunkt folgt. Für evozierte Aktivitäten des Gehirns konnte man diese Voraussetzung nicht immer prüfen, und in der Tat haben spätere Untersuchungen gezeigt, dass dies oft nicht der Fall ist. Insbesondere späte Reizantworten, die kognitive Prozesse widerspiegeln, wie zum Beispiel Sprach- oder Gesichtserkennung, unterliegen oft einer erheblichen Varianz. Dennoch macht das Verfahren der Signalmittelung für ereigniskorrelierte Potentiale durchaus Sinn, da oft nur so Messdaten mit einem akzeptablen Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erhalten sind. Bei der Interpretation dieser Daten muss man sich nur stets vergegenwärtigen, dass es sich um die Summe vieler Signale handelt, die einer zunächst nicht bekannten Varianz unterworfen sind, sodass man als Ergebnis der Mittelung nur noch die phasenstarken und zeitlich stabilen Anteile des ereigniskorrelierten Signals erhält.

Bei der Analyse des Elektrokardiogramms stößt man auf ein ähnliches Problem. Die Herzerregung wird bei einem gesunden Erwachsenen von einem internen Taktgeber, dem Sinusknoten, mit einer Frequenz zwischen etwa einem bis zu mehreren Hertz ausgelöst. Die Herzfrequenz, die üblicherweise in Schlägen pro Minute angegeben wird, schwankt in Abhängigkeit von verschiedenen Faktoren, z. B. der körperlichen Belastung. Auch die Morphologie des Signals (die Signalform) weist zwar eine Grundstruktur auf, die die zeitliche Abfolge der Erregung der Vorhöfe und anschließende die Depolarisation und Repolarisation der Herzkammern widerspiegelt, deren Feinstruktur aber von Herzschlag zu Herzschlag variiert.

Will man also das Signal-zu-Rausch-Verhältnis eines solchen quasiperiodischen Signals durch Signalmittelung verbessern, muss man sich darüber im Klaren sein, dass das gemittelte EKG den gleichen Einschränkungen unterliegt, wie gemittelte ereigniskorrelierte Potentiale. Hinzu kommt, dass es im EKG keinen eindeutig definierten Triggerzeitpunkt gibt, auf den jeder Einzelschlag zu beziehen ist. In der Zeitreihe des EKG bieten sich dafür zwar einige markante Strukturen an, wie zum Beispiel die R-Zacke (das relativ scharfe Maximum in der Depolarisationsphase der Herzkammern) oder der steile Anstieg unmittelbar davor. Der zeitliche Abstand der R-Zacke zu den beiden anderen Strukturen des EKG, die so genannte P-Welle (Depolarisation der Vorhöfe) und der T-Welle (Repolarisation der Kammern) kann aber variieren, so dass hier eine weitere artifizielle Verbreiterung und Verkleinerung des gemittelten EKG-Signals auftreten kann.

Insgesamt ist das signalgemittelte EKG eine problematische Messgröße, zumal es aus messtechnischer Sicht nicht immer notwendig ist, das Signal-zu-Rausch-Verhältnis des EKG weiter zu erhöhen. Bei der Ableitung an der Brustwand ist das vom Körper erzeugte Hintergrundrauschen so gering, dass bei einer sorgfältigen Messung ein auf die R-Zacke bezogenes Signal-zu-Rausch-Verhältnis von bis zu 200 erreichbar ist. Das ist eine völlig andere Situation als im Fall der ereigniskorrelierten Potentiale, die um eine Größenordnung schwächer sind als das Hirnrauschen. Für eine qualitativ hochwertige EKG-Messung kann es oft wesentlich sinnvoller sein, die Messtechnik weiter zu verbessern, als über Signalverarbeitungsverfahren im Nachgang das Rauschen zu reduzieren. Insbesondere sollten hier rauscharme Verstärker eingesetzt werden und beim Anlegen der Elektroden ein möglichst geringer Übergangswiderstand zur Haut erreicht werden. Auch ist es oft sehr lohnend, die Messung in einer elektromagnetischen Abschirmung durchzuführen, um äußere Störungen zu reduzieren.

Neue Messtechnische Entwicklungen

Bei den Anwendern des EEG herrschte lange Zeit die Meinung vor, dass hier an die Messtechnik keine allzu hohen Ansprüche zu stellen sind, da ja damit das Hirnrauschen als Hauptstörquelle ohnehin nicht zu beeinflussen ist. Dies kommt auch in den Empfehlungen der American Electroencephalographic Society zum Ausdruck, die Verstärker mit einem Rauschniveau von 2 μ V bei 5 kHz Bandbreite als ausreichend angeben [16]. Diese Auffassung ist schon insofern problematisch, als das Hirnrauschen spontane Hirnaktivität widerspiegelt, und nur durch die Betrachtungsweise eines Beobachters, der sich auf eine andere Signalquelle konzentrieren will, zum Störsignal wird.

Es ist aber auch im Hinblick auf evozierte Hirnsignale nicht immer zweckmäßig, diesen Empfehlungen der American Electroencephalographic Society zu folgen. Diese Richtlinien beziehen sich auf eine Zeit, in der der interessierende Frequenzbereich im EEG etwa zwischen 0,3 Hz und 150 Hz lag. In den achtziger Jahren des vorigen Jahrhunderts wurden aber auch höherfrequente Signalanteile im Bereich von 600 Hz und 1200 Hz in evozierten Reizantworten nachgewiesen [17]. Diese werden sichtbar, wenn man z. B. eine somatosensorisch (durch Reizung eines peripheren Nerven) evozierte Reizantwort mit hoher Abtastrate aufzeichnet und in der Nachverarbeitung der gemittelten Signale die niederfrequenten Anteile durch ein entsprechendes Hochpassfilter unterdrückt.

In einer kürzlich veröffentlichten Untersuchung der PTB zu den Einflussgrößen auf das Rau-

schen in einer EEG-Messung wurde gezeigt, dass in diesem höherfrequenten Bereich das spontane Hirnrauschen deutlich niedriger ist als das Rauschniveau herkömmlicher EEG-Verstärker. Hier ist es also durchaus sinnvoll, sich um eine Verbesserung der Messtechnik zu bemühen, und in der Tat zeigen die Ergebnisse, dass man mit rauschärmeren Verstärkern eine deutliche Verbesserung des Signal-zu-Rausch-Verhältnisses bei der Messung von 600 Hz-Signalen erzielen kann [18].

Moderne Messdatenverarbeitung

Auch bei bestmöglicher Messtechnik wird sich oft der Wunsch oder die Notwendigkeit ergeben, die Qualität der registrierten EKG- oder EEG-Messdaten weiter zu verbessern, um den Anteil des Nutzsignals in den Messdaten erhöhen. Nachdem die messtechnischen Möglichkeiten ausgeschöpft sind, können hierzu im Anschluss an die Datenaufnahme informationstechnische Verfahren zur Nachbereitung der Messdaten eingesetzt werden, die für die digitale Signalverarbeitung entwickelt wurden. Routinemäßig werden hier z. B. Frequenzfilter eingesetzt, die Störsignale bekannter Frequenz ausblenden. Mit der sogenannten Wavelletanalyse lässt sich das Auftreten von definierten Signalmustern, die z. B. durch ein schmales Frequenzband charakterisiert sind, in der Zeitreihe darstellen [19].

Dies sind nur Beispiele aus der reichen Palette von Verfahren, die für die Verarbeitung von Zeitreihensignalen zur Verfügung stehen. Derartige Verfahren setzen aber das Vorhandensein von A-priori-Wissen über Nutz- und Störsignal voraus, zum Beispiel über deren Frequenzgehalt. Unter Umständen muss man dabei in Kauf nehmen, dass auch Anteile des Nutzsignals bei der Unterdrückung des Störsignals abgeschwächt werden.

Ein neuer Ansatz zur Signalverarbeitung lässt sich finden, wenn man bei mehrkanaliger Aufzeichnung den Zusammenhang zwischen den Signalen der einzelnen Kanäle in die Analyse einbezieht. Beim EEG und EKG ergibt sich dieser Zusammenhang aus den konkreten elektrophysiologischen Gegebenheiten: Ort und Ausrichtung der Generatoren, sowie die Leitfähigkeiten des umgebenden Gewebes bestimmen, wie sich die Signale auf die einzelnen Sensoren verteilen. Dieser Zusammenhang ist zwar physikalisch gut verstanden, aber im konkreten Fall liegen meist nur unzureichende Informationen über die physiologischen Gegebenheiten vor, sodass auch mit heutiger Rechentechnik in der Regel nur recht grobe und ungenaue Modelle aufgestellt werden können. Eleganter ist hier eine multivariate Signalverarbeitung, bei der eine „blinde“ Quellentrennung vorgenommen wird, die ohne ein physikalisches oder physiologisches Modell auskommt.

Vor einigen Jahren wurde mit der sogenannten „Independent Component Analysis“ (ICA) ein solches, sehr leistungsfähiges Verfahren für die Analyse von mehrkanaligen EKGs und EEGs vorgeschlagen [20]. Man geht dabei davon aus, dass die von den Sensoren gemessenen Signale von einer Vielzahl von Generatoren oder Quellen erzeugt werden, die unabhängig voneinander aktiv sind. Sind diese Quellen an verschiedenen Orten lokalisiert und dort stationär, projizieren sie ein Verteilungsmuster auf die Sensoren, das zeitlich mit der Intensität der Quelle variiert, sich in der relativen Verteilung über die Sensorkanäle aber nicht verändert. Diese relative Verteilung, mit der sich die Quelle auf die einzelnen Kanäle projiziert, wird von den konkreten elektrophysiologischen Gegebenheiten bestimmt, deren physikalischer Zusammenhang mit den Messsignalen aber für die Anwendung der ICA nicht a priori bekannt sein muss.

Mathematisch lässt sich dieser unbekannte Zusammenhang aber durch Multiplikation einer zeitunabhängigen Transformationsmatrix \mathbf{A} mit dem zeitabhängigen Vektor $\mathbf{s}(t)$ beschreiben, dessen Komponenten die einzelnen zeitabhängigen Quellen darstellen:

$$\mathbf{x}(t) = \mathbf{A} \mathbf{s}(t)$$

gegeben, wobei $\mathbf{x}(t)$ die Messdaten als Vektor mit den Messkanälen als Komponenten beschreibt. Vorausgesetzt, die Zahl der Messkanäle ist nicht kleiner als die Zahl der Quellen, lassen sich mit den Verfahren der ICA Schätzungen über $\mathbf{s}(t)$ und \mathbf{A} abgeben, die den zeitlichen Verlauf der einzelnen Quellen und ihre Verteilung über die einzelnen Messkanäle darstellt.

Dieses Verfahren hat sich in den letzten Jahren bei der Analyse von EKG und EEG als sehr nützlich erwiesen. Im Ergebnis erhält man eine Liste von Zeitreihen, deren Signalverlauf oft schon eine eindeutige Aussage über ihren Ursprung zulässt. Beispielsweise wird mit der ICA sofort eine Einstreuung der Netzfrequenz als separate Quelle erkannt (die man allerdings besser schon vor der Messung eliminiert hätte). Auch starke physiologische Störsignale wie zum Beispiel das in das EEG einstreuende EKG oder Alpha-Wellen, die ein evoziertes Potential überlagern, lassen sich als unabhängige Quellen identifizieren [21].

Indem man die so mit der ICA identifizierten Störquellen von dem Messsignal subtrahiert, lässt sich das Signal-zu-Rausch-Verhältnis im Restsignal verbessern. Das Elegante an diesem Verfahren ist der Umstand, dass, anders als beispielsweise beim Filtern, die Entscheidung, welche Signalanteile als Störung betrachtet und eliminiert werden sollen, erst am Ende der Auswertung fällt.

Die ICA ermöglicht oder erleichtert aber auch die Identifizierung der gesuchten Quellen. Hier kann neben der zeitlichen Entwicklung der ermit-

telten Quellfunktionen $s(t)$ auch die räumliche Verteilung der Quellen auf die Sensorpositionen hilfreich sein. Spiegelt sich darin etwa eine physikalisch leicht zu interpretierende Struktur, etwa eine bipolare Potentialverteilung, so kann dies auf eine lokal definierte Stromverteilung als Generator des EEG-Signals hinweisen.

Physikalische Modellierung des EKG und EEG

Für die weitere Analyse der so aufbereiteten Potentialverteilung werden zweckmäßigerweise physikalische Modelle eingesetzt. Wie schon oben erwähnt, ist es außerordentlich schwer, der Komplexität der elektrophysiologischen Gegebenheiten gerecht zu werden, sodass diese Modelle in der Regel recht unvollkommen sind. Die ersten Ansätze beschrieben die Generatoren als sogenannte Stromdipole. Das sind idealisierte Quellen, bei denen die gesamte Stromdichte auf einen Punkt konzentriert wird. Das umgebende Gewebe wurde als Halbraum für das EKG bzw. als Kugel für das EEG mit homogener isotroper elektrischer Leitfähigkeit angenähert. In der Folge wurden die Modelle zunehmend komplexer. Um die Volumenströme im umgebenden Gewebe besser zu erfassen, wurde der Halbraum mit Komponenten verschiedener Leitfähigkeiten versehen, z. B. für die Lunge oder die Knochen des Thorax. Die Modellierung des Kopfes wurde mit der Einführung eines mehrschaligen Modells verbessert.

Diese sogenannten Grenzflächenmodelle waren lange Zeit sehr beliebt, da sie sich ohne großen Aufwand rechnen lassen, indem man ein elegantes Verfahren nutzt, das den Einfluss der Grenzflächen zwischen den Kompartimenten auf die Volumenströme auf einfache Weise beschreibt. Auf der anderen Seite konnte man mit diesen

doch recht groben Vereinfachungen selten valide Ergebnisse erwarten. Mit der Weiterentwicklung der Rechentechnik wurde es in den letzten Jahren möglich, komplexere Modelle des Volumenleiters mit differenzierteren Leitfähigkeitsstrukturen zu entwickeln, die sogar die Anisotropie der elektrischen Leitfähigkeit einbeziehen.

Das Problem besteht heute eher darin, zuverlässige Informationen über die Leitfähigkeitsverteilung im lebenden Gewebe zu erhalten, die man in die aufwändige Rechentechnik einspeisen kann. Hierzu werden in der Regel magnetresonanztomographische Aufnahmen vom Patienten herangezogen, die die individuelle räumliche Struktur seines Kopfes bzw. Thorax wiedergeben. Diese Bilder müssen im Allgemeinen in einer separaten Sitzung aufgenommen werden, da die starken Magnetfelder des Tomographen über die Elektrodenkabel des bioelektrischen Messgeräts erhebliche Störpotentiale einspeisen. Erst in jüngster Zeit wurden Techniken für die Aufzeichnung von Potentialen in starken Magnetfeldern entwickelt, die diese Störeinflüsse auf ein tolerierbares Maß reduzieren.

Den verschiedenen so identifizierten Gewebelumina werden im nächsten Schritt Schätzwerte zu den Leitfähigkeiten zugeordnet und in die Rechnung eingesetzt. Mit diesem allerdings nicht unerheblichen Aufwand lässt sich schon ein näherungsweise zutreffendes Bild der elektrophysiologischen Verhältnisse entwerfen (Bild 5) [22].

Damit hat man eine Lösung des sogenannten Vorwärtsproblems, der Berechnung einer Potentialverteilung auf der Körperoberfläche bei gegebenen Quellen und Volumenleiter. Dies ist die Voraussetzung zur Analyse von EKG oder EEG-Messdaten, bei der man das inverse Problem zu lösen hat, d.h. die örtliche Verteilung eines oder mehrerer Quellen aus der gemessenen Potentialverteilung zu ermitteln. Hierzu werden Näherungsverfahren eingesetzt, bei denen Lösungen des Vorwärtsproblems iterativ variiert werden, bis eine hinreichende Übereinstimmung zwischen Vorwärtssimulation und Messdaten erreicht ist.

Mit diesem inversen Problem hatte sich schon Hermann Helmholtz in seinen frühen Jahren beschäftigt, natürlich noch ohne die Möglichkeiten heutiger Rechentechnik auch nur ahnen zu können [3]. Er kam damals aber aus theoretischen Überlegungen bereits zu dem Schluss, dass es zu diesem inversen Problem keine eindeutige Lösung gibt. Diese Einschränkung gilt auch heute noch, trotz der mess- und informationstechnischen Entwicklungen der seitdem vergangenen 160 Jahre.

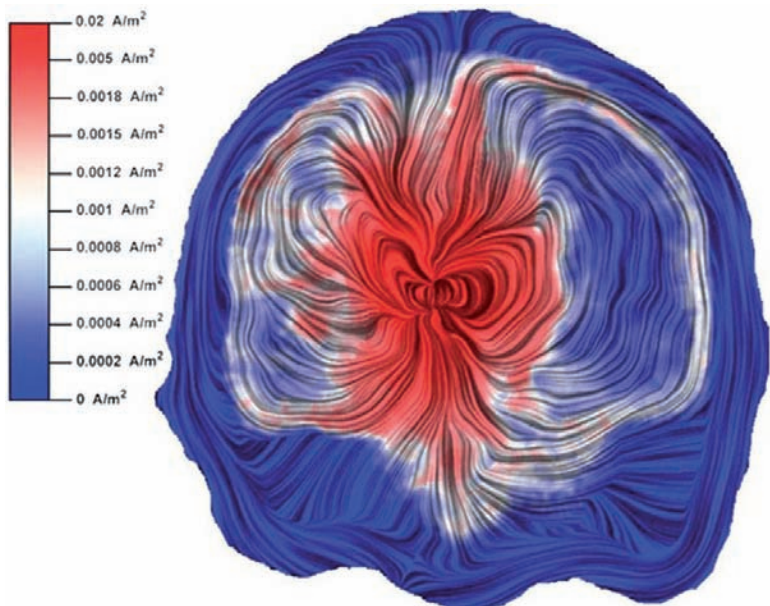


Bild 5: Darstellung der von einem dipolaren Generator im Gehirn erzeugten Stromdichteverteilung, wie sie mit einem Finite-Elemente-Modell unter Nutzung von MRT-Daten simuliert wurden [25].

Ausblick

EKG und EEG haben sich seit den ersten Pioniermessungen im 19. Jahrhundert zu einem weitgehend standardisierten Routineverfahren für die medizinische Diagnostik und zu einem leistungsfähigen Werkzeug der medizinischen und physiologischen Forschung entwickelt. Wie insbesondere aus den vorangegangenen Absätzen deutlich wird, kann der Aufwand beträchtlich sein, den man aufbringen muss, um das Potential dieser Technik voll auszuschöpfen.

Das gilt auch und noch viel mehr für die jüngeren „Schwestern“ von EKG und EEG, die Magnetkardiographie (MKG) und die Magnetenzephalographie (MEG). Diese Techniken nutzen statt des Oberflächenpotentials das von den bioelektrischen Strömen an der Körperoberfläche erzeugte Magnetfeld, um Informationen über die elektrophysiologischen Vorgänge im Innern des Körpers zu gewinnen. Gemessen wird das Magnetfeld in der Regel mit sogenannten SQUIDs (Abkürzung für Superconducting Quantum Interference Device), hochempfindlichen Magnetfeldsensoren, die nur bei tiefen Temperaturen von wenigen Kelvin über dem absoluten Nullpunkt funktionsfähig sind [23].

Für den Betrieb eines MKG- oder MEG-Geräts ist also eine Kühlung der Sensoren mit flüssigem Helium mit einer aufwändigen thermischen Isolation von der Raumtemperatur der Umgebung nötig. Dies geschieht durch die Montage der SQUIDs in sogenannten Dewargefäßen, deren thermische Isolation es ermöglicht, die Sensoren in einem Abstand von wenigen Millimetern von der Körperoberfläche zu betreiben. Darüber hinaus ist es für MKG und MEG erforderlich, Störungen aus der Umgebung in einem erheblich stärkeren Maß abzuschirmen als es für die Messung des EKG oder EEG notwendig ist.

Aus diesem Grund sind MKG- und MEG-Geräte wesentlich teurer als entsprechende EKG- oder EEG-Geräte. Andererseits ist die Messung mit einem mehrkanaligen SQUID-System berührungsfrei und ohne großen Aufwand durchzuführen und gut zu reproduzieren. Die in diesem Aufsatz geschilderten Mess- und Auswerteverfahren für bioelektrische Signale lassen sich ohne weiteres auf biomagnetische Messdaten anwenden. Da das Magnetfeld durch die magnetische Suszeptibilität des Körpergewebes nur unwesentlich verzerrt wird, ist dabei die Modellierung der magnetischen Messdaten sogar etwas einfacher als die Simulation der Potentiale, was die inverse Rechnung zur Rekonstruktion des Stromfelds erleichtert.

Die Rekonstruktion des Stromfelds im Körper kann man als das ultimative Ziel einer bioelektrischen oder biomagnetischen Messung ansehen. Dafür sollte idealerweise ein anatomisches Bild der Leitfähigkeiten des Gewebes zur Verfügung

stehen, das möglichst gleichzeitig aufgenommen wird. Die starken Magnetfelder der konventionellen Magnetresonanztomographie vertragen sich jedoch nicht mit der hochempfindlichen bioelektrischen oder biomagnetischen Messtechnik.

Hier könnte ein neuer Ansatz Abhilfe schaffen. Vor kurzem wurde gezeigt, dass es auch in sehr kleinen Magnetfeldern möglich ist, Magnetresonanzbilder zu erzeugen [24]. Die Sensoren, mit denen die Signale für die Magnetresonanzbilder aufgezeichnet werden, sind dabei SQUIDs, dieselben SQUIDs mit denen sich auch ein MKG oder MEG aufzeichnen lässt. Wissenschaftler in Nordamerika, Asien und Europa (auch in der PTB) arbeiten heute daran, die beiden Messverfahren in einem Gerät zu kombinieren.

Literatur

- [1] C. Matteucci: Essai sur les phénomènes électriques des animaux, Paris, 1840
- [2] E. H. Du Bois-Reymond: Untersuchungen über Thierische Elektrizität, Berlin, 1848
- [3] H. Helmholtz, Ueber einige Gesetze der Vertheilung elektrischer Strome in körperlichen Leitern mit Anwendung auf die thierisch-elektrischen Versuche. Ann. Physik und Chemie (1853): 89: 211–233, 354–377
- [4] R. Caton: The electric currents of the brain. British Medical Journal (1875) 2:278
- [5] A. D. Waller: A demonstration on man of electromotive changes accompanying the heart's beat. J. Physiol. (1887) 8:229–234
- [6] W. Einthoven: Ueber die Form des menschlichen Electrocardiogramms. Pflüger, Archiv für die gesamte Physiologie des Menschen und der Thiere (1895) 60: 101–123, 1895
- [7] C. Ader: Sur un nouvel appareil enregistreur pour cables sousmarins. Compt. Rend. Acad. Sci. (1897) 124:1440–1442
- [8] W. Einthoven: Galvanometrische registratie van het menschelijk electrocardiogram. In: Rosenstein S. S. ed.: Herinneringsbundel. Eduard Ijdo, Leiden (1902), S. 101–106
- [9] W. Einthoven: The different forms of the human electrocardiogram and their signification. Lancet (1912) 1:853–861
- [10] R. Lux, C. Smith, R. Wyatt, J. Abildskov: Limited lead selection for estimating of Body Surface Potential Maps in Electrocardiography. (1978) 25:270–276
- [11] H. Berger: Über das Elektrenkephalogramm des Menschen. Arch. Psychiat. Nervenkr. 87 (1929), S. 527–570
- [12] H. H. Jasper: The ten-twenty electrode system of the International Federation. In: Electroencephalography and clinical neurophysiology. 10, (1958), S. 371–375

- [13] G. D. Dawson: Cerebral responses to electrical stimulation of peripheral nerve in man. *Journal of Neurology, Neurosurgery and Psychiatry*, (1947) 10:134–140
- [14] G. D. Dawson: A summation technique for the detection of small evoked potentials. *Electroencephalography and Clinical Neurophysiology*(1954) 6: 65–84
- [15] H. Kornhuber, L. Deeke: Hirnpotentialänderungen beim Menschen vor und nach Willkürbewegungen, dargestellt mit Magnetbandspeicherung und Rückwärtsanalyse. *Pflügers Arch. Ges. Physiol.* (1964) 281:52
- [16] American Electroencephalographic Society Guideline nine: guidelines on evoked potentials *J. Clin. Neurophysiol* (1994) 11:40–73
- [17] G. Curio: 2004 Ultrafast EEG activities *Electroencephalography — Basic Principles, Clinical Applications, and Related Fields* ed E. Niedermeyer and F. Lopes da Silva (Philadelphia: Lippincott, Williams & Wilkins) pp. 495–504
- [18] J. Scheer, T. Sander, L. Trahms: The influence of amplifier, interface and biological noise on signal quality in high-resolution EEG. *Physiol Meas* (2006) 27:109–117
- [19] S. Mallat: A wavelet tour of signal processing: the sparse way, Academic Press, 1998
- [20] P. Comon: Independent Component Analysis: a new concept? *Signal Processing* (1994) 36:287–314
- [21] T. H. Sander, G. Wuebbeler, A. Lueschow, G. Curio, L. Trahms: Cardiac artifact subspace identification and elimination in cognitive MEG-data using time-delayed decorrelation, *IEEE Trans Biomed Eng* (2002) 4:345–354
- [22] J. Hauelsen, D. Tuch, C. Ramon, P. Schimpf, V. Wedeen, J. George, J. Belliveau: The influence of brain tissue anisotropy on human EEG and MEG. *NeuroImage* (2002) 15:159–166
- [23] J. Clarke, A. Braginski: *The SQUID Handbook*. Wiley, 2006
- [24] V. S. Zotev, A. N. Matlashov, P. L. Volegov, I. M. Savukov, M. A. Espy, J. C. Mosher, et al.: Microtesla MRI of the human brain combined with MEG. *J Magn Reson* (2008) 194:115–20
- [25] T. S. Sander, T. R. Knösche, A. Schlögl, F. Kohl, C. H. Wolters, J. Hauelsen, L. Trahms: Recent advances in modelling and analysis of bioelectric and biomagnetic sources, *Biomed Techn* (2010) 55:65–76

125 Jahre Forschung an und mit dem schwarzen Körper

Jörg Hollandt*

Der schwarze Körper

Bei einer Temperatur oberhalb des absoluten Nullpunkts (0 K) emittiert jeder Körper elektromagnetische Strahlung, die als Wärmestrahlung bezeichnet wird. Für einen beliebigen Körper lässt sich die emittierte Strahlungsleistung in ihrer Abhängigkeit von Richtung, Wellenlänge und Temperatur nur bei Kenntnis der Form und Materialeigenschaften des Körpers angeben. Bereits 1860 erkannte jedoch Gustav Kirchhoff durch grundlegende thermodynamische Betrachtungen, dass für einen Körper, der alle einfallende Strahlung vollständig absorbiert (Absorptionsgrad $\alpha = 1$), das Spektrum der emittierten Wärmestrahlung unabhängig von Form und Material des Körpers und nur noch eine Funktion der Wellenlänge und Temperatur ist [1]. Ein solcher ausgezeichnete Körper wird seit Kirchhoff als „schwarzer Körper“ bezeichnet.



Bild 1:
Historisches Strahlungsnormalsystem mit einer brennenden Hefner-Lampe für die Darstellung der Lichteinheit. „Speist man diese Lampe mit Amylacetat (von C. A. F. Kahlbaum in Berlin) und macht die Flamme gleich 40 mm, so erhält man das deutsche „Normallicht“, ein „Hefnerlicht“ oder eine „Hefnerkerze (HK)“ (Journal für Gas- und Wasserfach, 1889) [3].

Auf der Grundlage des 2. Hauptsatzes der Thermodynamik folgerte Kirchhoff, dass im thermischen Gleichgewicht für dieselbe Temperatur, Wellenlänge und Richtung der gerichtete spektrale Absorptionsgrad gleich dem gerichteten spektralen Emissionsgrad ist. Der spektrale Emissionsgrad beschreibt die Fähigkeit eines Körpers Wärmestrahlung zu emittieren. Für einen schwarzen Körper ist der spektrale Emissionsgrad somit gleich eins für alle Wellenlängen, und kein Körper gleicher Temperatur kann mehr Wärmestrahlung aussenden als ein schwarzer Körper.

Aufgrund der grundlegenden Entdeckungen von Gustav Kirchhoff wurde die Suche nach einer analytischen Beschreibung des Wärmestrahlungsspektrums des schwarzen Körpers zu der prominentesten Hausforderung der theoretischen Physik gegen Ende des 19. Jahrhunderts. Obwohl in den folgenden Jahren allgemeine Gesetzmäßigkeiten zu den Strahlungseigenschaften des schwarzen Körpers in Form des Stefan-Boltzmann-Gesetzes (1879/1884) und des Wien'schen Verschiebungsgesetzes (1893) hergeleitet werden konnten, blieben die Versuche, seine exakte spektrale Energieverteilung aus der Thermodynamik oder klassischen Statistik herzuleiten, erfolglos.

Nicht nur für die theoretische Physik rückte der schwarze Körper in das Zentrum des Interesses. Eine wesentliche Motivation für das Verständnis des schwarzen Strahlers war auch das wissenschaftliche und technische Bedürfnis der deutschen Beleuchtungs-, Wärme- und Gasindustrie, eine immer genauere Temperatur- und Strahlungsmessung anzustreben und eine absolute Temperaturskala und eine Lichteinheit zu schaffen [2]. Im Zusammenhang mit dem Übergang von Gaslampen zu elektrischer Beleuchtung in den großen Städten ging es um eine verbesserte absolute Basis zum Vergleich der Wirtschaftlichkeit verschiedener Lichtquellen. Ein neues Normal sollte die bisher verwendete Hefner-Lampe als technisch nicht mehr ausreichende Realisierung der Lichtstärke ersetzen (Bild 1).

* Dr. Jörg Hollandt,
Fachbereich „Detektorradiometrie und Strahlungsthermometrie“
E-Mail:
joerg.hollandt@ptb.de

Strahlungsthermometrie in der der PTR

Schon bald nach der Gründung der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt (PTR) als die weltweit erste nationale metrologische Forschungseinrichtung im Jahr 1887 wurde die exakte Messung der Strahlung schwarzer Körper zu einer wichtigen Aufgabe des Laboratoriums für Optik. Die mit dieser Aufgabe ganz wesentlich befassten Wissenschaftler der PTR waren Ferdinand Kurlbaum, Otto Lummer, Werner Pringsheim und Wilhelm Wien. Heinrich Rubens, der an der benachbarten Technischen Hochschule Charlottenburg arbeitete, unterstützte diese Arbeiten als Gast der Reichsanstalt.

1892 entwickelten Kurlbaum und Lummer das elektrische Substitutionsradiometer zur quantitativen Messung elektromagnetischer Strahlung [4]. Sein Messprinzip, bei dem die einfallende Strahlung vollständig absorbiert und in Wärme umgewandelt wird, um diese dann durch eine äquivalente elektrische Heizleistung zu substituieren, war für die Vermessung der Wärmestrahlung unbedingte Voraussetzung. Unabhängig von ihm wurde es fast zeitgleich auch von Knut Angström, dem Sohn von Anders Jonas Angström, erfunden. Noch immer werden elektrische Substitutionsradiometer als thermische Empfänger mit geringster Messunsicherheit zur absoluten Strahlungsmessung eingesetzt. Bei Temperaturen des flüssigen Heliums (4 K) erreichen Substitutionsradiometer an der PTB als Primärnormale zur Messung der optischen Strahlungsleistung heute relative Messunsicherheiten von $1 \cdot 10^{-4}$.

Auch bei der praktischen Erzeugung der Wärmestrahlung eines schwarzen Körpers beschränkten die PTR-Physiker Wien und Lummer neue Wege, indem sie 1895 isotherme Hohlräume als Strahlungsquellen vorschlugen [5]. Sie griffen damit eine Idee auf, die bereits Kirchhoff geäußert hatte, aber wieder in Vergessenheit geraten war. Nach Kirchhoff sollte die Wärmestrahlung innerhalb eines isothermen Hohlraums exakt der Strahlung eines schwarzen Körpers entsprechen. Um die Strahlung zu beobachten, muss allerdings eine kleine Öffnung in den Hohlraum eingebracht werden. Solange die Öffnung sehr klein gegen die Fläche des Hohlraums ist, wird ein Lichtstrahl, der

in den Hohlraum fällt, viele Reflektionen an den Wänden des Hohlraums durchlaufen und schließlich vollständig absorbiert werden. Die einzige Strahlung die den Hohlraum verlässt, ist somit die in dem Hohlraum erzeugte Wärmestrahlung eines schwarzen Körpers (Bild 2).

Erste Hohlraumstrahler an der PTR wurden mit Hilfe von flüssiger Luft, Eis, Dampf siedendem Wasser und Salpeterbädern über einen Temperaturbereich von $-180 \text{ }^\circ\text{C}$ bis $700 \text{ }^\circ\text{C}$ betrieben. Untersuchungen an diesen Strahlern führten Wien 1896 zur Formulierung eines nach ihm benannten Strahlungsgesetzes, von dem man für wenige Jahre glaubte, dass es die Wärmestrahlung richtig beschreiben würde [6]. In den folgenden drei Jahren entwickelten Lummer und Kurlbaum einen elektrisch geheizten Hohlraumstrahler mit dem sie Temperaturstrahlung bis etwa $1600 \text{ }^\circ\text{C}$ erzeugen konnten (Bild 3) [7]. Genaue Messungen von Lummer und Pringsheim zur absoluten spektralen Energieverteilung an diesem Strahler zeigten, bei höheren Temperaturen und größeren Wellenlängen als den bisher gemessenen, Abweichungen zum Wien'schen Strahlungsgesetz (Bild 4) [8]. Die zunächst bis zu Wellenlängen von $6 \text{ } \mu\text{m}$ durchgeführten Messungen wurden von ihnen deshalb in der Folge bis auf $18 \text{ } \mu\text{m}$ ausgedehnt. Sie konnten auf diese Weise Abweichungen des Wien'schen Strahlungsgesetzes von den Messergebnissen von bis zu 50 % beobachten [9]. 1900 benutzen Rubens und Kurlbaum die Reststrahlenmethode um bei noch größeren Wellenlängen nun eindeutig nachzuweisen, dass es mit zunehmender Temperatur immer deutlichere Abweichungen des Wien'schen Strahlungsgesetzes von den gemessenen Werten gab [10]. Das Ergebnis dieser Messungen berichtete Rubens persönlich Max Planck, der als Professor für theoretische Physik an der Friedrich-Wilhelms-Universität in Berlin die Nachfolge Kirchhoffs angetreten hatte und sich mit der Theorie schwarzer Körper befasste. Noch am selben Tag, dem 7. Oktober 1900, fand Planck empirisch eine Formulierung des Strahlungsgesetzes für den schwarzen Körper, die in Übereinstimmung mit allen Messungen der PTR war. Am 19. Oktober präsentierte er dieses Ergebnis auf einer Sitzung der Deutschen Physikalischen Gesellschaft im Anschluss an einen Vortrag von

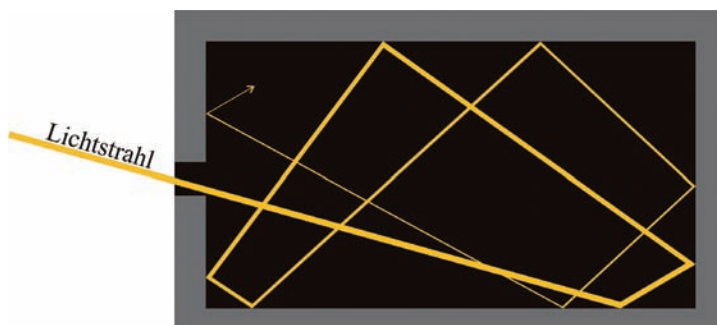


Bild 2:
Schematische Darstellung der Realisierung eines schwarzen Körpers durch einen Hohlraum mit isothermen Wänden und kleiner Öffnung. „Wenn ein Raum von Körpern gleicher Temperatur umschlossen ist und durch diesen Körper keine Strahlen hindurch dringen können, so ist ein jedes Strahlenbündel im Innern des Raumes seiner Qualität und Intensität nach gerade so beschaffen, als ob es von einem vollkommen schwarzen Körper derselben Temperatur herkäme, ist also unabhängig von der Beschaffenheit und Gestalt der Körper und nur durch die Temperatur bedingt.“ (Kirchhoff, 1860).

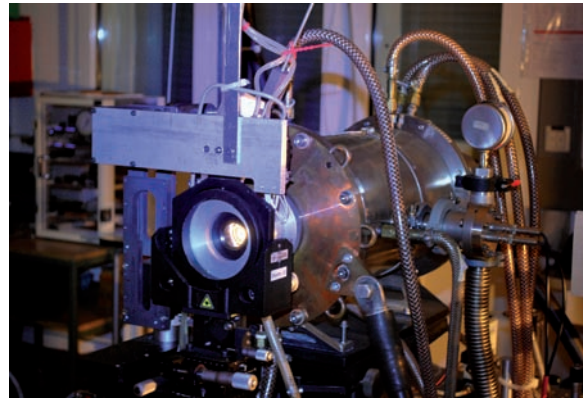
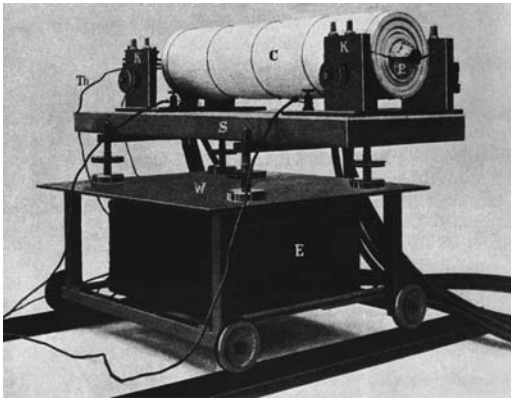
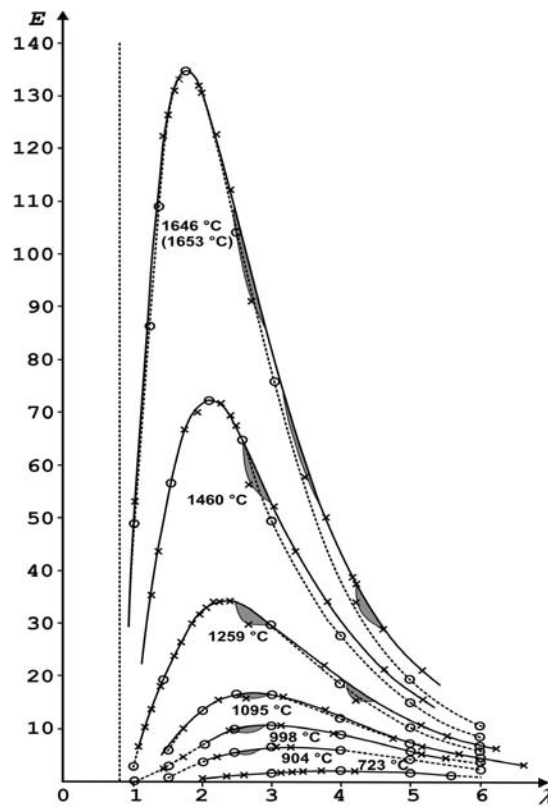


Bild 3:

Links: Der „elektrisch geglühte“ schwarze Körper von Lummer und Kurlbaum mit dem Temperaturen von etwa 1600 °C erreicht werden konnten. Der Hohlraum bestand aus einem Heizmantel aus Platinblech mit einem eingeschlossenen Rohr „aus schwer schmelzbarer Masse“ der Kgl. Porzellanmanufaktur in Charlottenburg. Die Temperaturmessung erfolgte über ein Thermoelement [3]. Rechts: Ein moderner Hochtemperatur-Hohlraumstrahler der PTB mit dem Temperaturen von 3000 °C erreicht werden. Der Hohlraum besteht aus pyrolytischem Graphit. Die Temperaturmessung erfolgt optisch durch absolut kalibrierte Strahlungsempfänger [12].

Bild 4:

Absolute Messungen zur spektralen Energieverteilung von Lummer und Pringsheim am elektrisch geheizten schwarzen Körper über einen Spektralbereich von 1 μm bis 6 μm . Die gestrichelte Linie wurde nach dem Wien'schen Strahlungsgesetz berechnet. Die durchgezogene Linie stellt das Ergebnis der Messungen dar, die bei hohen Temperaturen und größer werdender Wellenlänge zunehmend vom Wien'schen Strahlungsgesetz abweichen, sich jedoch in guter Übereinstimmung mit dem Planck'schen Strahlungsgesetz zeigten [nach 3].



Kurlbaum [11]. Die von Planck vorgestellte Gleichung zur korrekten Beschreibung der Wärmestrahlung enthielt zu diesem Zeitpunkt noch zwei unbestimmte Konstanten.

In den folgenden zwei Monaten gelang Planck eine theoretische Herleitung seiner Gleichung. Dazu verwendete er die von Ludwig Boltzmann eingeführte und von ihm bisher abgelehnte atomistisch-wahrscheinlichkeitstheoretische Beschreibung der Entropie. Wie bereits bei seiner strengen Herleitung des Wien'schen Strahlungsgesetzes übertrug er das 1889 von Heinrich Hertz

eingeführte Konzept des harmonischen Oszillators zur Beschreibung der Emission und Absorption elektromagnetischer Strahlung auf die Wärmestrahlung des schwarzen Körpers. In „einem Akt der Verzweiflung“ erlaubte Planck nur bestimmte (diskrete) Energiezustände. Am 14. Dezember 1900 stellte Planck seine Herleitung des Strahlungsgesetzes auf der Sitzung der Deutschen Physikalischen Gesellschaft in Berlin vor [13]. Diese Veranstaltung gilt heute als „Geburtsstunde der Quantenmechanik“, wiewohl zum damaligen Zeitpunkt weder Planck selbst noch seinen Zuhö-

ern die Tragweite seiner Entdeckung des Wirkungsquantums bewusst war. Sehr schnell sollte dann aber in den folgenden Jahren durch Arbeiten von Albert Einstein und Paul Ehrenfest deutlich werden, dass Planck eine neue Physik eingeleitet hatte, die Naturwissenschaften und Philosophie grundlegend veränderte.

Das so hergeleitete und heute nach ihm benannte Planck'sche Strahlungsgesetz enthält neben der Abhängigkeit von Temperatur und Wellenlänge noch drei Naturkonstanten, die Lichtgeschwindigkeit c , die Boltzmann-Konstante k und das Planck'sche Wirkungsquantum h .

$$L_\lambda = \frac{2hc^2}{\lambda^5} \cdot \frac{1}{\exp\left(\frac{hc}{k\lambda T}\right) - 1}$$

In der oben dargestellten Formulierung des Planck'schen Strahlungsgesetzes beschreibt L_λ die spektrale Strahldichte des schwarzen Körpers im Vakuum. Die spektrale Strahldichte mit der Einheit $\text{W nm}^{-1} \text{m}^{-2} \text{sr}^{-1}$ ist die abgestrahlte spektrale Strahlungsleistung normiert auf die Fläche des strahlenden Körpers und den Raumwinkel, in den die Abstrahlung erfolgt.

Nachdem ein vollständiges theoretisches Verständnis der Wärmestrahlung erreicht worden war, blieb es über viele Jahre eine wichtige Aufgabe der PTR, praktischen Nutzen für die Temperatur- und Strahlungsmessung aus der Strahlung des schwarzen Körpers zu ziehen. Die auf schwarzen Körpern beruhende Temperaturmessung erreichte um 1900 bereits Temperaturen von über 2000 °C und ging damit weit über die bisher ausschließlich auf der Thermodynamik von Gasen beruhende Temperaturmessung hinaus [14]. Die optische Pyrometrie, die heute als Strahlungsthermometrie bezeichnet wird, wurde zu einer präzisen Methode der berührungslosen Temperaturmessung in Wissenschaft und Technik entwickelt.

Strahlungsthermometrie in der PTB

Für nahezu ein Jahrhundert war der Hochtemperatur-Hohlraumstrahler, aufbauend auf den richtungsweisenden Arbeiten von Lummer und

Kurlbaum, das einzige primäre Strahlungsnormale zur Darstellung und Weitergabe von Temperatur und Strahlung, bis in den achtziger Jahren des 20. Jahrhunderts mit dem Elektronenspeicherring ein neues, zweites primäres Strahlungsnormale entwickelt wurde [15]. Der Hohlraumstrahler dient noch heute zur Darstellung und Weitergabe der Hochtemperatur-Skala, der radiometrischen Größen vom ultravioletten bis in den infraroten Spektralbereich und der photometrischen Größen. Erst kürzlich wurde in der PTB ein Hohlraumstrahler entwickelt, der es sogar erlaubt, Strahlungsmessungen im sehr langwelligen Spektralbereich der THz-Strahlung (30 μm bis 1500 μm) durchzuführen [16]. Auch diese Arbeiten stehen in der Tradition der PTR, so hatten schon Rubens und Kurlbaum durch Reststrahlenreflektion an Natriumchloridkristallen schmalbandige Strahlung bei der Wellenlänge 51,2 μm (5,86 THz) erzeugt, um die Abweichungen des Wien'schen und die Richtigkeit des Planck'schen Strahlungsgesetzes nachzuweisen [10].

Im Fachbereich „Detektorradiometrie und Strahlungsthermometrie“ kann mit Hilfe von Präzisions-Hohlraumstrahlern Schwarzkörperstrahlung bei jeder Temperatur in einem Temperaturbereich von -170 °C bis 3000 °C erzeugt werden [12]. Dabei werden bei der Kalibrierung von Strahlungsthermometern Standardmessunsicherheiten von 70 mK am Silbererstarungspunkt (etwa 962 °C) und 700 mK bei 3000 °C erreicht. Die PTB kann damit alle Messunsicherheitsanforderungen erfüllen, die an die Strahlungsthermometrie als schnelle berührungslose Methode der Temperaturmessung zur modernen Produktionsüberwachung und -steuerung, z. B. in der Metall-, Glas- und Kunststoffverarbeitung, gestellt werden. Durch die Weiterentwicklung der Infrarot-Strahlungsthermometrie können immer niedrigere Temperaturen berührungslos gemessen werden, sodass beispielsweise auch in der Medizin und Lebensmittellagerung zunehmend Temperaturen über die Wärmestrahlung gemessen werden. Auch für diesen Anwendungsbereich existieren spezielle Hohlraumstrahler in der PTB, um die Messungen mit kleiner Messunsicherheit auf die Internationale Temperaturskala rückzuführen (Bild 5).

Eine neue Herausforderung für die Temperaturmessung auf der Grundlage des schwarzen Körpers sind heute weltraumgestützte Temperaturmessungen mit sehr hoher Auflösung an Erdoberfläche und Erdatmosphäre über lange Zeiträume und große Flächen. Sie dienen zur präzisen Überwachung möglicher Klimaänderungen und sind auch wichtige Eingangsdaten für Klimamodellrechnungen. In der PTB wurde daher ein Messplatz entwickelt, der es erlaubt, Erdfernerkundungsinstrumentierungen auf der Grundlage von Hohlraumstrahlung unter Vakuum und in gekühl-

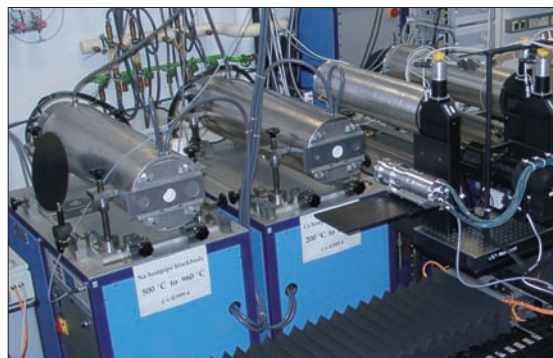


Bild 5: Wärmrohr-Hohlraumstrahler an der PTB als Temperaturnormale für die Infrarot-Strahlungsthermometrie

ter Umgebung, also unter anwendungsnahen Bedingungen, zu kalibrieren [17]. Dieser Messplatz ermöglicht es damit, thermometrische und radiometrische Messungen der Erdfernerkundung auf das Internationale Einheitensystem rückzuführen und so ausreichend genaue und langzeitstabile Messungen für klimarelevante Untersuchungen durchzuführen.

Nicht nur in der Erdfernerkundung sondern auch in der industriellen Prozesssteuerung wird die bildgebende Temperaturmessung immer wichtiger. Das von Kurlbaum noch als einzelner Empfänger eingesetzte Bolometer wird heute lithografisch als Sensorarray mit typisch 12 000 bis 310 000 Einzelbolometern von $25 \mu\text{m} \times 25 \mu\text{m}$ Einzelsensorgroße hergestellt und als eine Schlüsselkomponente in immer preiswertere Thermografiekameras integriert. Der Einsatz solcher Kameras in der Prozessüberwachung, Instandhaltung und Sicherheitstechnik nimmt schnell zu. Die PTB trägt diesen neuen Entwicklungen in der berührungslosen Temperaturmessung Rechnung, indem zur Zeit großflächige Temperaturstrahler, die nicht mehr als Hohlraumstrahler sondern als Strahler mit einer strukturierten und geschwärzten Oberfläche arbeiten, für ihre Eignung zur Thermografiekamerakalibrierung untersucht und charakterisiert werden. Messplätze in der PTB, die es erlauben den Emissionsgrad von Oberflächen zu messen [18], werden eingesetzt, um neben dem Hohlraumstrahler als dem nahezu perfekten schwarzen Körper auch große Flächenstrahler für die thermografische Metrologie zu charakterisieren. In der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt existiert damit eine ununterbrochene 125-jährige Geschichte zur Arbeit an und mit der Strahlung des schwarzen Körpers.

Literatur

- [1] G. Kirchhoff: Zusammenhang von Emission und Absorption von Licht und Wärme. *Ann. Phys. Chem.* **109**, (1860), 275–301
- [2] D. Cahan: *Meister der Messung*. Wiley-VCH, Weinheim, 1992
- [3] Müller-Pouillet: *Lehrbuch der Physik*, 2. Band – 3. Buch: Die Lehre von der strahlenden Energie (Optik) von Otto Lummer, Braunschweig, 1909
- [4] O. Lummer, F. Kurlbaum: Ueber die Herstellung eines Flächenbolometers. *Zeitschrift für Instrumentenkunde* **12**, (1892), 81–89
- [5] W. Wien, O. Lummer: Methode zur Prüfung des Strahlungsgesetzes absolut schwarzer Körper. *Ann. Phys.* **292**, (1895), 451–456
- [6] W. Wien: Über die Energievertheilung im Emissionsspectrum eines schwarzen Körpers. *Ann. Phys.* **294**, (1896), 662–669
- [7] O. Lummer, F. Kurlbaum: Der electrisch geglühte absolut schwarze Körper und seine Temperaturmessung. *VPGB* **17**, (1898), 106–111
- [8] O. Lummer, E. Pringsheim: Energievertheilung im Spectrum des schwarzen Körpers und des blanken Platins. *VhDPG* **1**, (1899), 215–235
- [9] O. Lummer, E. Pringsheim: Über die Strahlung des schwarzen Körpers für lange Wellen. *VhDPG* **2**, (1900), 163–180.
- [10] H. Rubens, F. Kurlbaum: Anwendung der Methode der Reststrahlen zur Prüfung des Strahlungsgesetzes. *Ann. Phys.* **309** (IV,4), (1901), 649–666
- [11] M. Planck: Über eine Verbesserung der Wienschen Spectralgleichung. *VhDPG* **2**, (1900), 202–204
- [12] J. Hollandt, R. Friedrich, B. Gutschwager, D. R. Taubert, J. Hartmann: High-accuracy radiation thermometry at the National Metrology Institute of Germany, the PTB. *High Temperatures – High Pressures* **35/36**, (2003/2004), 379–415
- [13] M. Planck: Zur Theorie des Gesetzes der Energieverteilung im Normalspektrum. *VhDPG* **2**, (1900), 237–245
- [14] O. Lummer, E. Pringsheim: Die strahlungstheoretische Temperaturskala und ihre Verwirklichung bis 2300 abs. *VhDPG* **5**, (1903), 3–13.
- [15] J. Hollandt, J. Seidel, R. Klein, G. Ulm, A. Migdall, M. Ware: Primary Sources for use in Radiometry. *Experimental Methods in the Physical Sciences* Vol. **41**, Optical Radiometry, Eds. A. C. Parr, R. U. Datla, J. L. Gardner, (2005), 213–290
- [16] B. Gutschwager, C. Monte, H. Delsim-Hashemi, O. Grimm, J. Hollandt: Calculable blackbody radiation as a source for the determination of the spectral responsivity of THz detectors. *Metrologia* **46**, (2009), 165–169
- [17] C. Monte, B. Gutschwager, S. P. Morozova, J. Hollandt: Radiation Thermometry and Emissivity Measurements under Vacuum at the PTB. *Int. J. Thermophys.* **30**, (2009), 203–219
- [18] C. Monte, J. Hollandt: The measurement of directional spectral emissivity in the temperature range from 80 °C to 500 °C at the Physikalisch-Technische Bundesanstalt. *High Temperatures – High Pressures* **39**, (2010), 151–164



Verbesserte Topografiemessung großer Flächen

Die Messung der Topografie optischer Tische und anderer großer technischer Oberflächen wird nun noch präziser und schneller. Durch die Anwendung eines Winkeldifferenzverfahrens mit mechanischer Ankopplung können hierzu Autokollimatoren auch in Werkstattumgebungen benutzt werden. Gegenüber üblichen Verfahren mit Neigungswaagen ergeben sich systembedingt kürzere Einschwingzeiten. Die Messintervalle können deutlich verkürzt werden. Die Detektion mittels eines Autokollimators lässt außerdem eine Steigerung der Genauigkeit erwarten.

Technische Beschreibung

Optische Tische wurden bislang oft unter Verwendung von Neigungswaagen vermessen. Hierbei treten relativ lange Wartezeiten aufgrund der Auspendelung des Messinstrumentes auf.

Bei dem opto-mechanischen Verfahren der PTB werden kleine Spiegel mit ihrer Rückseite an die zu prüfende Fläche angepresst. Messwerte sind Winkeldifferenzen, die durch einen Autokollimator und eine entsprechende Auswertesoftware bestimmt werden. Durch Verschieben der Einheit können komplette Topografien von optischen Tischen oder technischen Oberflächen erzeugt werden, die der Qualitätssicherung dienen bzw. eine Nacharbeitung an Fehlstellen ermöglichen. Durch die hohen Genauigkeiten der Autokollimatoren ist das Verfahren geeignet, die Messunsicherheit gegenüber bisherigen Methoden zu reduzieren.

Der gegenwärtige Prototyp ist ca. 30 cm hoch; eine Miniaturisierung ist jederzeit möglich

Anwendung

Große technische Oberflächen können mit einem manuell geführten Gerät überprüft werden. Beispielsweise können optische Tische bis in den μm -Bereich auf Planität überprüft werden. Das Verfahren bedarf keiner reflektierenden Oberfläche.

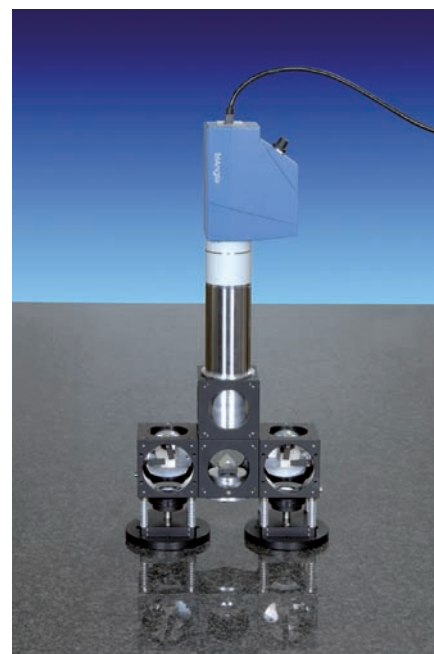
Wirtschaftliche Bedeutung

Sehr einfache manuelle und kleine Messgeräte ermöglichen zukünftig die Prüfung großer planer technischer Oberflächen.

Das Verfahren ist aus einer nanometeregenauen, patentierten Technologie zur Messung optischer Planflächen abgeleitet.

Entwicklungsstand

Messungen in der PTB mit dem Prototypen beweisen das Potential und die Leistungsfähigkeit des neuen Systems. Für das Verfahren wurde unter DE 19842190 C1 das Patent erteilt.



Mit dem neuen Messsystem können Topografien planer Flächen unter Werkstattbedingungen genau vermessen werden.

Vorteile

- große Flächen präzise messbar
- für nichtreflektierende, technische Oberflächen
- keine Wartezeiten wie bei mechanischen Messtechniken
- zur Qualitätssicherung optischer Tische

Dr. Michael Schulz
Arbeitsgruppe Form- und
Wellenfrontmetrologie
Telefon: +49 531 592-4210
E-Mail:
michael.schulz@ptb.de

www.technologietransfer.ptb.de

Angebot Nr.: 0012



Bild 1:
Geringstmögliches Rauschen durch selektierte Feldeffekttransistoren



Bild 2:
Prototyp des Verstärkers

Vorteile

- ultra-rauscharm
- in vielen Anwendungen der Tieftemperatur-Physik und Metrologie einsetzbar

Dr. Günther Ramm
Arbeitsgruppe Verhältnismessungen und Abtastverfahren
Telefon: +49 531 592-2190
E-Mail:
guenther.ramm@ptb.de

www.technologietransfer.ptb.de

Angebot Nr.: 0290

Ultra-rauscharmer Vorverstärker

Messungen mit minimalen Unsicherheiten? Kein Problem mit dem ultrarauscharmen Vorverstärker der PTB. Die Auflösung beim Vergleich von Impedanz-Normalen kann deutlich verbessert werden. Besonders interessant: Die Anforderungen sind individuell auf den jeweiligen Messprozess abstimmbar.

Technische Beschreibung

Rauscharme Vorverstärker werden in allen präzisen Wechselstrombrücken benötigt. Zur Reduktion dieses Rauscheinflusses wurde ein ultra-rauscharmer Vorverstärker entwickelt. Er zeichnet sich durch die Parallelschaltung mehrerer, selektierter Feldeffekttransistoren am Eingang aus, die geringstmögliche Rauschstrom- und spannungswerte besitzen.

Darüber hinaus wird bei der Eingangsstufe ein Schaltungsaufbau verwendet, der neben einer stabilen Ruhestromerzeugung der Eingangstransistoren auch deren Drainwiderstand dynamisch vergrößert. Damit erfolgt eine optimale Rauschanpassung der Vorstufe an die Hauptstufe, wodurch geringstmögliche Rauschdaten gewährleistet werden können. Ein optimiertes Rückkopplungsnetzwerk stellt eine stabile Verstärkung ein.

Anwendung

Dieses neuartige Schaltungskonzept führt zu der bisher nicht erreichten Kombination von einer Eingangsrauschspannung unter 0,5 nV und einem Eingangsrauschstrom unter 5 fA bei einer Eingangsimpedanz von 1 GΩ parallel zu etwa 100 pF (angegeben für eine Rauschbandbreite von 1 Hz bei 1 kHz Messfrequenz).

Wirtschaftliche Bedeutung

Das Verfahren ist bei der Messung kleinster AC-Spannungen einsetzbar, wie es z. B. bei der Kalibrierung von Impedanzen mit Quanten-Hall-Widerständen erforderlich ist. Zudem führt das Verfahren speziell in Bereichen, in denen kleinste Messsignale im Rauschen detektiert werden müssen, zu deutlich verbesserten Ergebnissen. Es ist daher besonders im Bereich der Forschung und Entwicklung interessant.

Anwendungen sind auch im Bereich nationaler Metrologieinstitute zu finden, die ihre Messergebnisse und Kalibrierwerte in die Industrie transferieren.

Entwicklungsstand

Erste Prototypen des ultra-rauscharmen Vorverstärkers befinden sich erfolgreich in der PTB im Einsatz und beweisen die Zuverlässigkeit und Genauigkeit des neuartigen Schaltungskonzepts.

Lizenzen für die Nutzung des neuen Systems sind verfügbar.

Taktile Mikrotaster

Mikrokoordinatenmessgeräte können heute kleinste Zahnräder, Einspritzdüsen oder Mikrokanäle für die Biochemie mit Messunsicherheiten im Bereich deutlich unter $0,5 \mu\text{m}$ vermessen. Der in der PTB entwickelte taktile Mikrotaster basiert auf einem lithografischen, silizium-basierten Verfahren, welches zu einem verbesserten Antastsystem führt. Die Anforderungen an Reproduzierbarkeit und definierter Steifigkeit des Mikrotasters sind dabei hoch.

Technische Beschreibung

Die PTB entwickelt 3D-Mikrotaster für die Oberflächenmesstechnik von Mikrostrukturen. Dabei wurden bisherige Tastergeometrien entscheidend verändert. Insbesondere erreicht das neue Design des Mikrotasters eine relativ große Steifigkeit.

Mit der damit verbundenen hohen Resonanzfrequenz wirken sich Schwingungen, angeregt durch die Bewegungen der Koordinatenmessmaschine, kaum auf den Taster aus. Durch die große Steifigkeit führen kleine Auslenkungen schon zu einem großen Ausgangssignal und damit zu einem guten Signal-Rausch-Verhältnis. Zusätzlich ist die Steifigkeit des Systems isotrop. Das heißt, in allen drei Raumrichtungen ist es auf einen gleichmäßigen Wert von $6000\text{--}8000 \text{ N/m}$ eingestellt. Hierdurch lässt sich die Auflösung entscheidend steigern.

Die Mikrotaster können in einer neuartigen Wechseinrichtung auf den Tastköpfen sehr einfach ausgewechselt werden und bestechen somit durch kurze Rüstzeiten. Die Bauteile sind hoch präzise, aber aufgrund der einfachen Herstellung zu geringen Kosten austauschbar.

Anwendung

Der taktile Mikrotaster ist für Koordinatenmessgeräte für die Mikrosystemtechnik mit Antastelementen im Mikrometerbereich geeignet. Einsatz findet er bei der Vermessung von kleinsten Zahnrädern, Einspritzdüsen oder Mikrokanälen für die Biochemie.

Wirtschaftliche Bedeutung

Der Mikrotaster ermöglicht in der Qualitätskontrolle zahlreicher Branchen, wie z. B. Medizintechnik, Maschinenbau sowie Produktionstechnik, die schnelle und kostengünstige Erfassung von Oberflächenparametern. Somit sind Produktivitätssteigerungen in einzelnen Bereichen möglich.

Entwicklungsstand

Der taktile Mikrotaster ist als Prototyp in der PTB verfügbar. Die hierzu passenden, ebenfalls lithografisch hergestellten Mikroprüfkörper mit Rauigkeiten im Nanometerbereich sind jetzt auch mit Kalibrierdaten erhältlich.



Abbildung des taktilen Mikrotasters

Vorteile

- isotrope Steifigkeit in allen drei Raumrichtungen
- preiswerte Herstellung
- erhöhtes Signal-Rausch-Verhältnis
- kurze Rüstzeiten

Dr. Sebastian Bütetisch
Arbeitsgruppe
Rastersondenmetrologie
Telefon: +49 531 592-5119
E-Mail:
sebastian.buetefisch@ptb.de

www.technologietransfer.ptb.de

Angebot Nr.: 7016

