Thermochimica Acta, 40 (1980) 121–135 © Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam – Printed in Belgium

Messung der spezifischen Wärmekapazität elektrischer Leiter nach der Pulsmethode

E. Hanitzsch

Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig (B.R.D.)

Abstract

The construction of a pulse calorimeter is described. In the temperature range 400 K to 1500 K the specific heat, the electric resistivity, and the total hemispherical emittance can be measured simultaneously on electric conductors in the shape of a wire of about 3 mm in diameter. First measurements on pure nickel are presented.

Zusammenfassung

Es wird über eine Anlage zur simultanen Messung der spezifischen Wärmekapazität elektrischer Leiter, des spezifischen elektrischen Widerstands und des hemisphärischen Gesamtemissionsgrades nach der Pulsmethode im Temperaturbereich zwischen 400 und 1500 K berichtet. Messungen an reinem Nickel werden beschrieben.

Beschrieben wird eine Anlage zur Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität elektrischer Leiter nach der Pulsmethode. Damit sollen im Temperaturbereich von etwa 400 bis 1500 K die wahre spezifische Wärmekapazität c_p, der spezifische elektrische Widerstand *e* und der hemisphärische Gesamtemissionsgrad *E* gemessen werden. Die Methode selbst ^[1,2,3,4] ist seit einigen Jahren bekannt und wurde in letzter Zeit auch zur Schmelztemperaturbestimmung hochschmelzender Metalle ^[5] benutzt.

Ir dieser Arbeit wird über den gegenwärtigen Stand von Messungen an Nickel zur Überprüfung der Anlage berichtet.

Physikalische Grundlagen

Ein stabförmiger elektrischer Leiter mit kreisförmigem Querschnitt wird von einem Gleichstrom durchflossen. Um Konvektion und Wärmeleitung durch die umgebende Luft zu verhindern, wird die Meßkammer evakuiert.

Vorausgesetzt, daß Wärmestrom und elektrischer Strom nur eindimensional in Richtung der Stabachse x fließen und die thermische Ausdehnung vernachlässigbar klein ist, führt die Wärmeleistungsbilanz für einen grauen Strahler auf die Differentialgleichung:

$$c_{p} \cdot d \cdot A \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{I^{2}}{A} \cdot \rho + A \cdot \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right) - 2\pi r_{0} \varepsilon \sigma \cdot \left(T^{4} - T_{u}^{4} \right) - \tau \cdot I \cdot \frac{\partial T}{\partial x}$$
(1)

(x = Ortskoordinate in Längsrichtung des Stabes; t = Zeit; A = Querschnitt; r_o = Radius; $\lambda(T)$ = Wärmeleitfähigkeit;

 $\varrho(T) = \text{spezifischer elektrischer Widerstand}; \epsilon(T) = \text{hemisphä-rischer Gesamtemissionsgrad}; \sigma = \text{Stefan-Boltzmann-Konstante};$ $T(x,t) = \text{Probentemperatur}; T_u = \text{konstante Umgebung}^{\circ}\text{temperatur};$ $\tau(T) = \text{Thomson-Koeffizient}; c_p(T) = \text{spezifische Wärmekapazität};$

d = Dichte; I(t) = Stromstärke).

Es ist bekannt, daß die Temperaturverteilungskurve T(x) in der Nähc des Temperaturmaximums T_m eine Zone nahezu gleicher Temperatur aufweist, die umso ausgedehnter ist, je größer die Strahlungsverluste und der Quotient L/r_o sind (L = Länge des Leiters; r_o = Radius)⁶ Die für τ = O symmetrische Temperaturverteilungskurve T(x) wird durch den Thomson-Effekt zu einer asymmetrischen verzerrt.^[7]

Cleichung (1) wird auf ein kurzes Probenstück der Länge $x_2 - x_1$ angewandt, das in der Nähe des Temperaturmaximums liegt, so daß die Temperatur T(x,t) ~ T(t) näherungsweise ortsunabhängig ist und nur noch von der Zeit abhängt.

Damit wird $\partial T / \partial x \approx 0$ und der Thomsonanteil verschwindet.

Für T >> T_u darf wegen des T⁴-Gesetzes für die Strahlung der Wärmeleitungsterm gegenüber dem Strahlungsterm vernachlässigt werden, und man erhält durch Integration zwischen x_1 und x_2 :

$$m \cdot c_{p}(T) \cdot \left(\frac{dT}{dt}\right)_{I} = I \cdot U - S(T, T_{u})$$
⁽²⁾

mit m = d . A . $(x_2 - x_1)$, der Masse des Probenstücks; U(t), der Potentialdifferenz zwischen x_1 und x_2 und $S(T,T_u) = 2\pi r_0 \varepsilon \sigma$. . $(T^4 - T_u^4) \cdot (x_2 - x_1)$, dem Strahlungsterm.

Nach Abschalten des Stromes wird die Abkühlung beschrieben durch:

$$\mathbf{m} \cdot \mathbf{c}_{p}(T) \cdot \left(\frac{dT}{dt}\right)_{I=0} = -S(T, T_{u})$$
(3)

Durch Kombination der Gleichungen (2) und (3) und Ersetzen des Differantialquotienten durch den Differenzenquotienten ergibt sich für die spezifische Wärmekapazität:

$$c_{p}(T) = \frac{I \cdot U}{m \cdot \left[\left(\frac{\Delta T}{\Delta t}\right)_{I} - \left(\frac{\Delta T}{\Delta t}\right)_{I=0}\right]}$$
(4)

und für den hemisphärischen Gesamtemissionsgrad

$$\varepsilon(T) = \frac{I \cdot U}{1 - \left(\frac{\Delta T}{\Delta t}\right)_{I} / \left(\frac{\Delta T}{\Delta t}\right)_{I=0}} \cdot \frac{1}{2\pi r \sigma \cdot (x_{2} - x_{1}) \cdot (T^{4} - T_{u}^{4})}$$
(5)

Definitionsgemäß gilt für den spezifischen elektrischen Widerstand

$$\rho(\mathsf{T}) = \frac{\mathsf{U} \cdot \mathsf{A}}{\mathsf{I} \cdot (\mathsf{x}_2 - \mathsf{x}_1)} \tag{6}$$

Es ist zu beachter, daß sich alle Größen in den Gleichungen (4) bis (6) auf die gleiche Temperatur beziehen.

Der Übergang vom Differential- zum Differenzenquotienten ist zulässig, solange T eine stetige Funktion von t und entweder monoton steigend oder monoton fallend ist. Außer beim Messen in der Nähe des Curiepunktes ist diese Bedingung erfüllt. In der Nähe des Curiepunktes kann dieses Verfahren aber zu Fehlern führen, wenn 4T zu groß gewählt wird.

Versuchsanordnung

Abbildung 1 zeigt schematisch den Aufbau der Anlage.

Die von einem Rohr konstanter Temperatur T_{.,} umgebene Probe, ein Stab von 300 bis 800 mm Länge und etwa 3 mm Eurchmesser, befindet sich 1n einer wassergekühlten Vakuumapparatur.

Der untere Probenhalter ist fest, der obere zum Ausgleich der thermischen Ausdehnung beweglich angebracht. Ein Gegengewicht sorgt dafür, daß keine zusätzlichen Kräfte auf die Probe übertragen werden. Zur Messung von Thermospannung und Potentialdifferenz dienen mehrere im Abstand von ca. 25 mm über die Probe verteilte Pt-PtRh(10)-Thermoelemente von 0,1 mm Durchmesser. Beide Drähte eines jeden Thermoelements werden unter einem Stereomikroskop so positioniert, daß ihre Enden senkrecht zur Stabachse aufeinander zeigen, und dann getrennt angepunktet. Damit wird im stromlosen Zustand (I=O) die Thermospannung durch die tatsächliche Temperatur am Ort des Thermoelements bestimmt.



Abbildung 1 Aufbau der Meßanlage (schematisch)

Fließt ein Gleichstrom durch die Probe, dann setzt sich die am Thermoelement gemessene Spannung zusammen aus der Thermospannung E und einer Zusatzspannung ΔU . Diese Zusatzspannung tritt auf, weil die beiden Thermoelementschenkel i.a. nicht auf einer Äquipotentiallinie der Probe liegen, sondern um eine kleine Länge Δx versetzt sind. Zwischen den beiden Thermoelementschenkeln liegt daher ein kurzes Probenstück der Länge Δx mit dem elektrischen Widerstand $\Delta R(T)$. Δx und $\Delta R(T)$ können sowohl positiv als auch negativ sein und in stationären Messungen mit Umkehr der Stromrich-

124

tung bestimmt werden. Es gilt $\Delta U = I \cdot \Delta R$. Die Potentialdifferenz zwischen den Thermoelementen an den Orten x_1 und x_2 wird entweder zwischen den Pt-Schenkeln oder den PtRh-Schenkeln gemessen. Zur Stromerzeugung dient ein Transistornetzgerät, das konstante Gleichströme bis 220 A (± 1 . 10⁻⁶ min⁻¹) bei maximal 10 V liefert.

Aus dem Spannungsabfall an einem thermostatisierten Normalwiderstand ergibt sich die Stromstärke.

Ein Datenerfassungssystem gestattet es, die einzelnen Meßstellen nacheinander mit einer Frequenz von maximal 5 kHz abzufragen.

Für die Messung der Thermospannungen stehen die \pm 5 mV-Eingänge zur Verfügung. Sind diese Thermospannungen größer als 5 mV, werden konstante Gegenspannungen zugeschaltet.

Die \pm 50 mV- und \pm 500 mV-Eingänge dienen zur Messung von Stromstärke und Potentialdifferenz.

In Abbildung 2 sind einige Einzelheiten des Datenerfassungssystems wiedergegeben.



Abbildung 2 Datenerfassungssystem

Die zu messenden Spannungen werden von separaten Verstärkern verstärkt. Jeder Impuls des Taktgenerators bewirkt, daß der Analogmultiplexer auf die nächste Meßstelle umschaltet und löst eine Analog-Digitalwandlung aus. Die Daten gelangen dann über einen Digitalmultiplexer zu einem Zwischenspeicher und werden blockweise auf Magnetband geschrieben.

Das Steuergerät des kommerziellen Datenerfassungssystems wurde durch eine Zusatzelektronik^X erweitert, die es erlaubt, die einzelnen Meßstellen direkt zu adressieren und einen Digitalmultiplexer anzuschließen, so daß für bestimmte Kalibrierzwecke auch Digitalvoltmeterdaten mit aufgenommen werden können.

<u>Versuchscanc</u>

Zuerst wird die Gesamtmasse der Probe, ihre Länge L und der mittlere Radius r_o bestimmt. Die Probe wird dann zum Anpunkten der Thermoelemente und zur Abstandsmessung in einen Montagerahmen eingespannt, der auch den späteren Einbau in die Apparatur erleichtert.

Die Abstände zwischen allen Pt-Schenkeln und zwischen allen PtRh-Schenkeln lassen sich aus Spannungsmessungen bestimmen. Fließen durch die Probe konstante Ströme (I \leq 5 A), so können aus dem bekausten Abstand zweier auf die Probe aufgesetzter Schneiden, aus dem Spannungsabfall zwischen den Schneiden und aus den zwischen der einzelnen Thermoelementschenkeln gemessenen Spannungen die gesuchten Abstände berechnet werden.

Nach Einbau der Probe wird in Vorversuchen der Probenabschnitt gesucht, wo die Voraussetzung für Gleichung (4) bis (6) – daß die Probentemperatur keine Funktion des Ortes sein darf –, am besten erfüllt ist.

Eine Reihe stationärer Messungen bei unterschiedlichen Temperaturen mit Umkehr der Stromrichtung schließen sich an. Diese Messungen sind zur Bestimmung von Thermoelementkorrektionen erforderlich.

126

^XHerrn H.W. Krupke danke ich für den Bau und den Anschluß der Zusatzelektronik und des Digitalmultiplexers.

Die eigentliche Messung wird wie folgt ausgeführt: Nachdem sich ein stationärer Anfangszustand für O \leq I \leq 50 A eingestellt hat, werden Thermospannung, Stromstärke und Potentialdifferenz mit einem Digitalvoltmeter oder einem Kompensator zur Festlegung der Anfangswerte gemessen. Danach wird das Datenerfassungssystem gestartet und nach einigen Sekunden die Stromstärke plötzlich auf einen konstanten Wert zwischen 100 und 200 A erhöht. Ist nach 10 Sekunden bis 3 Minuten die gewünschte Maximaltemperatur erreicht, wird der Strom abgeschaltet und vom Datenerfassungssystem die Abkühlkurve aufgenommen.

Die Messung wird mit umgekehrter Stromrichtung wiederholt.

<u>Auswertung</u>

Nach Abschluß einer Messung stehen folgende auf Magnetband gespeicherte Daten für die Computerauswertung zur Verfügung:

UAE	,(n);	n	= 1	,,	N	Spannung am Thermoelement (Aufheizphase)
U	(n);	n	= 1	,,	N	≈ Potentialdifferenz (Aufheizphase)
I	(n);	n	= 1	,,	N	= Stromstärke (Aufheizphase)
E	(k);	k	= 1	,,	к	= Thermospannung (Abkühlphase)

Die Zeit ergibt sich aus dem Feldindex n bzw. k und der Taktfrequenz F, da zu jedem Impuls des Taktgenerators ein Meßwert gehört. Werden pro Meßzyklus M Meßstellen abgefragt, so ist der Ausdruck n. M/F ein Maß für die Zeit.

Die Spannungen U_{aB} werden nach

 $E_{T} = U_{AB} + U \cdot \Delta R / R \tag{7}$

(mit AR= effektiver elektrischer Widerstand der Probe zwischen dem Pt- und dem PtRh-Schenkel des Thermoelements; R = elektrischer Widerstand des Probenabschnitts, über den die Potentialdifferenz U gemessen wurde) in Thermospannungen umgerechnet und die Thermospannungen nach einem Polynom ^[8] in Temperaturen.

 E_{I} (n); n = 1, ..., N = Thermospannung (Aufheizphase) T (n); n = 1, ..., N = Temperatur (Aufheizphase)

Zur Auswertung nach Gleichung (4) und (5) muß für jede Temperatur T(n) die Aufheizgeschwindigkeit ($\Delta T/\Delta t$), und die Abkühlgeschwindigkeit $(\Delta T/\Delta t)_{I=0}$ bekannt sein. Dazu müssen für die Abkühlkurve noch die Zeiten $t_0(n)$ bestimmt werden, zu denen die Thermospannung E₀ gleich der Thermospannung E₁(n) war.

 $t_o(n); n = n_1, ..., N (n_1 \ge 1) = Zeit, zu der <math>E_o = E_I(n)$ war. Für die Temperaturdifferenz JT wird eine untere Grenze ${}^{JT}min$ vorgegeben, so daß

$$\Delta T = T(n+\mu) - T(n-\mu) \ge \Delta T_{min}$$
(3)

ist.

Die Aufheizgeschwindigkeit für die Temperatur T(n) ergibt sich nach

$$\left(\frac{\Delta T}{\Delta t}\right)_{I} = \frac{T(n+\mu) - T(n-\mu)}{2 \cdot \mu \cdot M / F}$$
(9)

und die Abkühlgeschwindigkeit nach

$$\left(\frac{\Delta T}{\Delta t}\right)_{I=0} = \frac{T(n+\mu) - T(n-\mu)}{t_0(n+\mu) - t_0(n-\mu)}$$
(10)

Für jedes n wird μ unter Berücksichtigung von Gleichung (8) neu bestimmt.

Sind die Masse des Probenabschnitts m. der Radius der Probe r_o , der Abstand der Potentialdrähte $(x_2 - x_1)$ und die Umgebungstemperatur T_u bekannt, dann ergeben sich die spezifische Wärmekapazität c_p , der hemisphärische Gesamtemissionsgrad ϵ und der spezifische elektrische Widerstand ϱ aus den Meßdaten nach Gleichung (4) bis (6):

$$c_{p}(T(n)) = \frac{I(n) \cdot U(n)}{m \cdot [T(n+\mu) - T(n-\mu)] \cdot [\frac{F}{2\mu M} - \frac{1}{t_{0}(n+\mu) - t_{0}(n-\mu)}]}$$
(11)

$$\varepsilon(T(n)) = \frac{I(n) \cdot U(n)}{1 - \frac{F}{2\mu M \cdot [t_0(n+\mu) - t_0(n-\mu)]}} - \frac{1}{2\pi r_0 \sigma (x_2 - x_1) \cdot [T^4(n) - T_u^4]}$$
(12)

$$\rho(T(n)) = \frac{U(n) \cdot A}{I(n) \cdot (x_2 - x_1)}$$
(13)

(M = Anzahl der Meßstellen pro Meßzyklus; F = Taktfrequenz)

Vorläufige_Ergebnisse

Erste Messungen wurden an einer 500 mm langen NIckelprobe von etwa 3 mm Durchmesser ausgeführt, um die Leistungsfähigkeit der Anlage zu testen und geeignete Computerprogramme für die Auswertung zu erstellen.

Nickel ist dafür besonders geeignet, da eine Reihe zuverlässiger c_p -Messungen ^[9,10] vorliegen und weil die c_p (T)-Kurve am Curiepunkt ein charakteristisches Maximum aufweist.

Wie die Messungen und auch die anschließende Fehlerdiskussion zeiger, ist es mit dem zur Zeit vorhandenen Meßsystem nur möglich, die mittlere spezifische Wärmekapazität über Temperaturintervalle $\Delta T \ge 5$ K zu bestimmen, da sonst die Streuung der c_p -Werte ± 2 % übersteigen würde.

In Abbildung 3 sind für eine Messung die nach Gleichung (8) bestimmte Aufheizgeschwindigkeit (obere Kurve) und das (-50)fache der nach Gleichung (9) bestimmten Abkühlgeschwindigkeit (untere Kurve) dargestellt.

Für zwei Messungen mit umgekehrter Stromrichtung sind in Abb.4 die nach Gleichung (11) berechneten c_p -Werte wiedergegeben. In Abbildung 5 sind die zur Kontrolle berechneten $\epsilon(T)$ -Werte für die gleichen Messungen dargestellt.



Abbildung 3 Aufheizgeschwindigkeit und das (-50)Fache der Abkühlgeschwindigkeit in K.s⁻¹ für I = 183 A als Funktion der Probentemperatur





Die c $_p$ -Werte streuen um <u>+</u> (1 bis 2) %. Das Maximum am Curiepunkt ist deutlich zu erkennen. Da aber zur Bestimmung der Aufheiz- und



Abbildung 5 Memisphärischer Gesamtemissionsgrad von Nickel als Funktion der Temperatur (2 Messungen mit umgekehrter Stromrichtung)

Abkühlgeschwindigkeit ⊿T ≽ 5 K sein mußte, ist das gefundene Maximum zu klein.

Abbildung 6 zeigt den gemessenen spezifischen elektrischen Widerstand als Funktion der Temperatur.



Abbildung 6 Spezifischer elektrischer Widerstand von Nickel als Funktion der Temperatur (2 Messungen mit umgekehrter Stromrichtung)

Die beiden Messungen unterscheiden sich um weniger als 1 %. Im Rahmen der zu erwartenden Fehler stimmen die Ergebnisse gut mit den Literaturwerten [9, 10] überein.

Fehlerguellen

Fehler des Messystems

Die Auflösung des zur Zeit benutzten Meßsystems beträgt für die Thermospannung 6,1 . 10^{-4} mV, für die Potentialdifferenz 6,1 . 10^{-2} mV und für die Stromstärke 5 . 10^{-2} A. Hinzu kommt noch der Linearitätsfehler des Meßsystems von 0,08 %.

Radiale Temperaturverteilung

Die radiale Temperaturverteilung innerhalb der Prole dahm näherungsweise wiedergegeben werden durch die Lösung der zeitunabhängigen Differentialgleichung für einen unendlich langen Zylinder, der von einem Gleichstrom durchflossen wird:

$$T(\mathbf{r}) \approx T_{s} + \frac{I \cdot U}{A \cdot (x_{2} - x_{1}) \cdot 4\lambda} - (r_{0}^{2} - r^{2})$$
(14)

(mit 2 r_0 = Probendurchmesser; T_s = Oberflächentemperatur). Für die untersuchte Nickelprobe bedeutet das z.B., daß die Temperatur in der Stabmitte T(r = 0) = 601,57 K ist, wenn die Oberflächentemperatur T_s = 600 K beträgt. Die über den Probenquerschnitt gemittelte Temperatur berechnet sich zu 600,78 K. Bei 800 K beträgt die Differenz zwischen der mittleren Temperatur und der Oberflächentemperatur etwa 1 K.

Dieser Fehler wirkt sich auf die Absolutbestimmung der Temperatur aus und hat insbesondere in der Nähe des Curiepunktes einen Einfluß auf die Genauigkeit von c_n und ρ .

Temperaturverteilung in Richtung der Probenachse

Wir gehen dazu auf die Differentialgleichung (1) zurück und integrieren sie zwischen x_1 und x_2 unter der Voraussetzung, daß der Thomsonanteil weiterhin vernachlässigt werden darf. Anstelle von Gleichung (2) ergibt sich jetzt:

$$\mathbf{m} \cdot \mathbf{c}_{p}^{*}(\mathsf{T}) \cdot \left(\frac{\Delta \mathsf{T}}{\Delta \mathsf{t}}\right)_{I} = \mathbf{I} \cdot \mathsf{U} + \mathsf{A} \cdot \left[\left(\lambda \frac{\Delta \mathsf{T}}{\Delta \mathsf{x}}\right)_{\mathsf{x}_{2}} - \left(\lambda \frac{\Delta \mathsf{T}}{\Delta \mathsf{x}}\right)_{\mathsf{x}_{1}}\right]_{I} - \mathsf{S}(\mathsf{T},\mathsf{T}_{\mathsf{u}}) \tag{15}$$

und statt Gleichung (3):

$$\mathbf{m} \cdot \mathbf{c}_{p}^{*}(\mathsf{T}) \cdot \left(\frac{\Delta \mathsf{T}}{\Delta \mathsf{t}}\right)_{\mathsf{I}=0} = \mathsf{A} \cdot \left[\left(\lambda \frac{\Delta \mathsf{T}}{\Delta \mathsf{x}} \right)_{\mathsf{x}_{2}} - \left(\lambda \frac{\Delta \mathsf{T}}{\Delta \mathsf{x}} \right)_{\mathsf{x}_{1}} \right]_{\mathsf{I}=0} - \mathsf{S}(\mathsf{T},\mathsf{T}_{\mathsf{u}}) \tag{16}$$

mit $S(T,T_u) = 2 \pi \cdot r_0 \epsilon \sigma \cdot (T^4 - T_u^4) \cdot (x_2 - x_1)$ Durch Kombination der beiden Gleichungen erhält man für c_p^{\bullet}

$$c_{p}^{*}(T) = \frac{I \cdot U + A \cdot \left[\left(\lambda \frac{\Delta T}{\Delta x} \right)_{x_{2}}^{} - \left(\lambda \frac{\Delta T}{\Delta x} \right)_{x_{1}} \right]_{I}^{} - A \cdot \left[\left(\lambda \frac{\Delta T}{\Delta x} \right)_{x_{2}}^{} - \left(\lambda \frac{\Delta T}{\Delta x} \right)_{x_{1}} \right]_{I=0}^{}}{m \cdot \left[\left(\frac{\Delta T}{\Delta t} \right)_{I}^{} - \left(\frac{\Delta T}{\Delta t} \right)_{I=0}^{} \right]}$$
(17)

Der relative Fehler bei Nichtberücksichtigung der Wärmeleitung in x-Richtung ergibt sich, wenn c_p durch Gleichung (4) bestimmt ist:

$$\frac{c_{p}^{*}-c_{p}}{c_{p}} = \frac{A}{I \cdot U} \cdot \left[\left[\left(\lambda \frac{\Delta T}{\Delta x} \right)_{x_{2}} - \left(\lambda \frac{\Delta T}{\Delta x} \right)_{x_{1}} \right]_{I} - \left[\left(\lambda \frac{\Delta T}{\Delta x} \right)_{x_{2}} - \left(\lambda \frac{\Delta T}{\Delta x} \right)_{x_{1}} \right]_{I=0} \right]$$
(18)

Gesamtfehler

Der Gesamtfehler ergibt sich aus den Einzelfehlern der Meßgrößen Thermospannung E, Potentialdifferenz U und Stromstärke I, aus den Fehlern der geometrischen Größen wie Probenradius r_0 , Querschnitt A Abstand $x_2 - x_1$ und dem Fehler, mit dem die Masse m zwischen x_1 und x_2 bestimmt wurde.

Die Fehler von E, U und I werden primär durch die Auflösung (\pm 6,1 . 10⁻⁴ mV für E; \pm 6,1 . 10⁻² mV für U; \pm 5 . 10⁻² A für I) und die Nichtlinearität des Meßsystems (\pm 0,08 %) bestimmt, während die Fehler der berechneten Größen T, c_p, ϵ , ρ zusätzlich davon abhängen, wie gut die Voraussetzungen zur Herleitung der Gleichungen (4) bis (6) erfüllt sind (eindimensionale Behandlung; Ortsunabhängigkeit der Probentemperatur; die Umgebungstemperatur muß räumlich und zeitlich konstant sein).

Für die vorliegenden Messungen sind die wichtigsten Teilfehler abgeschätzt und zusammen mit den Gesamtfehlern in der folgenden Tabelle zusammengestellt:

	Fehler von ∆T	Nicht- linearität	Vernach der War (radial)	lässigung meleitung (x-Richtung)	Geometrie. Masse	Gesamt- feiler
	<u>+</u> (1 bis 2) %	<u>+</u> 0,16 %	<u>+</u> 0,1 🕻	<u>+</u> 0.4 %	<u>+</u> 0.6 °	$\pm (2 \text{ bis } 3, 5)^{-1}$
Р Е	<u>+</u> (2 bis 4) %	<u>+</u> 0,25 %			<u>+</u> 0.4 🗄	<u>+(3 bis 5)</u> 7
ę		<u>+</u> 0,16 %	<u>+</u> 0.1 🗄	<u>+</u> 0.4 ~	<u>+</u> 0.67	<u>+</u> 1.3 ~

Bedingt durch die begrenzte Auflösung des Meßsystems sind die Temperaturdifferenzen JT zur Berechnung der Aufheiz- und Abkühlgeschindigkeiten um + (0,05 bis 0,1)K unsicher.

Damit der Fehler von JT \pm 2 % nicht übersteigt, muß dT > 5 K sein. Die Zeitdifferenz Jt kann als fehlerfrei betrachtet werden, da die sie bestimmende Taktfrequenz auf \pm 1 . 10⁻⁶ stabil ist.

Der Fehler von c wird im untersuchten Temperaturbereich hauptsächlich durch den Fehler der Aufheizgeschwindigkeit hervorgerufen.

Zur Berechnung des hemisphärischen Gesamtemissionsgrades & muß der Quotient aus Aufheiz- und Abkühlgeschwindigkeit gebildet werden, deshalb geht der Fehler von AT zweifach ein.

Dem Leiter des Laboratoriums für Wärmetechnik der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt, Herrn Dr. K. H. Bode, danke ich für die Anregung dieser Arbeit und sein stetes förderndes Interesse.

- 1) R.E. Taylor, R.A. Finch, J.Less Common Metals, 1964, 6, 283
- T.G. Collie, M.Barisoni, D.L.McElroy, C.R. Brooks, High Temp. High Press., 1969, <u>1</u>, 167
- 3) A. Cezairliyan et al., J.Res.Nat.Bur.Stand., 1971, 75 C, 7
- A. Cezairliyan, F.Righini, J.Res.Nat.Bur.Stand., 1974, <u>78 A</u>, 509
- 5) A. Cezairliyan, C.W. Becket, Rev.Int.Hautes Temper. et Réfract., 1970, 7, 382
- 6) K.H.Bode, P.Spindler, High Temp. High Press., 1972, 4, 261
- 7) K.H.Bode, E.Hanitzsch, Rev.Int.Htes Temp..et Réfract., 1975, 12, 86
- Thermocouple Reference Tables based on the IPTS-68, NBS Monograph 125, 1974
- 9) H. Moser, Physik. Z., 1936, <u>37</u>, 737
- 10) M. Braun, Dissertation, Köln 1964

134

Α	=	Probenquerschnitt
с _р (Т)	=	spezifische Wärmekapazität
ď	=	Dichte
Е	=	Thermospannung
F	=	Taktfrequenz
I(t)	=	Stromstärke
k	=	Feldindex
к	=	Anzahl der während der Abkühlphase auf Magnet- band gespeicherten Thermospannungswerte
М	=	Anzahl der Meßstellen pro Meßzyklus
n	=	Feldindex
N	=	Anzahl der währen? de: Aufheizphase für jede Meßstelle gespeicherten Daten
ro	=	Probenradius
R(T)	=	elektrischer Widerstand der Probe zwischen ^x 1 ^{und x} 2
S(T,T ₁)	=	Strahlung
t	=	Zeit
T(x,t)	=	Probentemperatur
т _u	=	Umgebungstemperatur
U(t)	=	Potentialdifferenz zwischen x ₁ und x ₂
U _{AB}	=	Spannung am Thermoelement (Aufheizphase)
x	=	Ortskoordinate parallel zur Probenachse
$x_2 - x_1$	=	Länge des Probenstücks, an dem gemessen wird
⊿R (T)	=	effektiver elektrischer Widerstand der Probe zwischen den Thermoelementschenkeln
ε(Τ)	=	hemisphärischer Gesamtemissionsgrad
λ(T)	=	Wärmeleitfähigkeit
Q (T)	=	spezifischer elektrischer Widerstand
σ	=	Stefan Boltzmann-Konstarte
r(T)	=	Thomson-Koeffizient