

Die magnetische Suszeptibilität von hochreinem Chrom zwischen 100 und 2000 °K

Von WOLF DIETER WEISS und RUDOLF KOHLHAAS

Institut für Theoretische Physik der Universität Köln,
Abteilung für Metallphysik

(Z. Naturforschg. 19 a, 1631–1632 [1964]; eingeg. am 23. Oktober 1964)

Die magnetische Suszeptibilität des Chroms wird stark verfälscht durch gasförmige Verunreinigungen. Besonders macht sich hier der nur schwer vermeidbare Sauerstoffgehalt unliebsam bemerkbar, wie LINGELBACH¹ gezeigt hat. Die handelsüblichen spektrographisch reinen Elektrolytchromsorten enthalten im allgemeinen Sauerstoff in der Größenordnung von 0,3 bis 0,5 Gew.-Proz. Mit einem von GREENAWAY² geschilderten speziellen elektrolytischen Herstellungsverfahren gelingt es jedoch, den Sauerstoffgehalt auf 0,03 Gew.-Proz. und weniger herunterzudrücken.

An solchem hochreinen Chrom ist der Temperaturverlauf der magnetischen Suszeptibilität in den letzten Jahren von LINGELBACH³, von COLLINGS, HEDGCOCK und SIDDIQI⁴ und von MUNDAY, PEPPER und STREET⁵ in dem Temperaturbereich zwischen 70 und 800 °K untersucht worden. Darüber hinaus existieren nur Meßwerte, die an mindestens um eine Zehnerpotenz sauerstoffreicherem Material gewonnen wurden. MCGUIRE und KRIESSMAN⁶ untersuchten den Temperaturbereich zwischen 290 und 1720 °K und TANIGUCHI, TEBBLE und WILLIAMS⁷ den Temperaturbereich zwischen 290 und 1620 °K. Ihre Proben enthielten jedoch 0,38 Gew.-Proz. bzw. 0,35 Gew.-Proz. O₂.

Daher wurde mit der von KOHLHAAS und LANGE⁸ an anderer Stelle beschriebenen Durchfahrmethode (von CANDELA und MUNDY⁹ auch THORPE-SENFTLE¹⁰-Methode genannt) die spezifische magnetische Suszeptibilität von hochreinem Chrom bei Raumtemperatur absolut bestimmt und danach relativ zwischen 100 und 2000 °K gemessen. Das polykristalline Probenmaterial wurde uns freundlicherweise von Herrn Dr. GREENAWAY (Aeronautical Research Laboratories, Melbourne) zur Verfügung gestellt. Es enthielt nach Angaben des Herstellers 0,0008% N₂ und 0,02% O₂; die metallischen Verunreinigungen waren sehr niedrig. Zum Vergleich stand noch eine sauerstoffreichere Chromsorte zur Verfügung, die von Johnson, Matthey & Co. geliefert worden war. Über Meßergebnisse an diesem Probenmaterial berichtet WEISS¹¹. Aus dem reinen

Chrom wurden zylinderförmige Proben hergestellt mit einer Masse zwischen 300 und 400 mg. Vor den Messungen wurde jede Probe zuerst auf etwa 1300 °K erhitzt und dort 30 min gehalten, um etwaige Spannungen auszugleichen. Die Hochtemperaturuntersuchungen wurden unter Argon als Schutzgas bei ungefähr 500 mm Hg Überdruck ausgeführt. Bei keinem Meßgang veränderte sich das Probengewicht um mehr als 1 mg.

Der Absolutwert bei 293 °K wurde mit einer Genauigkeit von $\pm 1,5\%$ bestimmt. Der Fehler der Relativmessungen beträgt $\pm 0,2\%$ von 100 bis 320 °K. Darüber steigt er von etwa $\pm 0,5\%$ bis etwa $\pm 1,5\%$ bei den höchsten Temperaturen an.

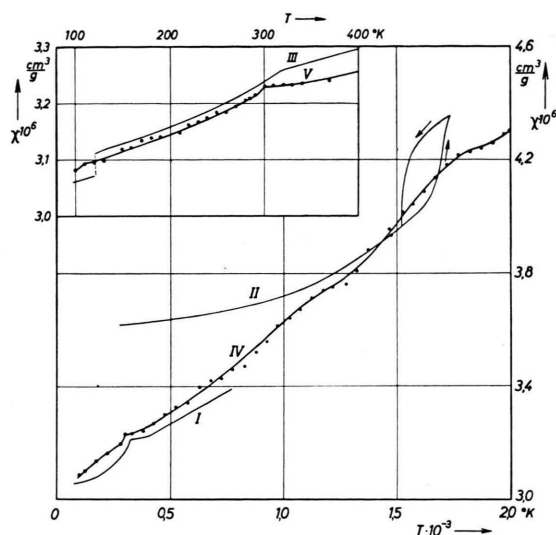


Abb. 1. Spezifische magnetische Suszeptibilität χ von Chrom in Abhängigkeit von der Temperatur T . Die römischen Ziffern bedeuten: I Messung von LINGELBACH³, II Messung A von MCGUIRE und KRIESSMAN⁶, III Messung von MUNDAY, PEPPER und STREET⁵, IV und V eigene Messung.

Abb. 1 zeigt den gemessenen Temperaturverlauf der magnetischen Suszeptibilität des Chroms zusammen mit der Meßkurve von MCGUIRE und KRIESSMAN⁶ und der Messung von LINGELBACH³. Oberhalb Raumtemperatur erfolgte die Messung kontinuierlich. Die eingetragenen Meßpunkte repräsentieren in diesem Falle Stellen, an denen die vom Schreiber aufgezeichnete Kurve aus-

¹ R. LINGELBACH, Z. Phys. Chem., N.F. 5, 273 [1955].

² H. T. GREENAWAY, J. Inst. Metals 83, 121 [1954/55].

³ R. LINGELBACH, Z. Phys. Chem., N.F. 14, 1 [1958].

⁴ E. W. COLLINGS, F. T. HEDGCOCK u. A. SIDDIQI, Phil. Mag. 6, 155 [1961].

⁵ B. C. MUNDAY, A. R. PEPPER u. R. STREET, Brit. J. Appl. Phys. 15, 611 [1964].

⁶ T. R. MCGUIRE u. C. J. KRIESSMAN, Phys. Rev. 85, 452 [1952].

⁷ S. TANIGUCHI, R. S. TEBBLE u. D. E. G. WILLIAMS, Proc. Roy. Soc., Lond. A 265, 502 [1962].

⁸ R. KOHLHAAS u. H. LANGE, Z. Angew. Phys. 17, 448 [1964].

⁹ G. A. CANDELA u. R. E. MUNDY, I. R. E. Trans. Instr. I-11, 106 [1962]; s. a. Rev. Sci. Instrum. 32, 1056 [1961].

¹⁰ A. THORPE u. F. E. SENFTLE, Rev. Sci. Instrum. 30, 1006 [1959].

¹¹ W. D. WEISS, Diplomarbeit, Köln 1964.



$T\text{ }^{\circ}\text{K}$	$\chi \cdot 10^6 \text{ cm}^3/\text{g}$	$T\text{ }^{\circ}\text{K}$	$\chi \cdot 10^6 \text{ cm}^3/\text{g}$
100	3,082	1070	3,67
150	3,121	1120	3,71
200	3,148	1170	3,74
250	3,185	1220	3,75
290	3,210	1270	3,76
320	3,23	1320	3,81
370	3,24	1370	3,88
420	3,27	1420	3,90
470	3,30	1470	3,93
520	3,32	1520	4,02
570	3,34	1570	4,05
620	3,40	1620	4,09
670	3,42	1670	4,14
720	3,43	1720	4,18
770	3,46	1770	4,22
820	3,47	1820	4,23
870	3,52	1870	4,24
920	3,56	1920	4,26
970	3,61	1970	4,29
1020	3,64	2020	4,32

Tab. 1. Spezifische magnetische Suszeptibilität χ von hochreinem Chrom (vgl. Abb. 1).

Die Wärmeleitfähigkeit des reinen Eisens am Curie-Punkt

Von FRIEDHELM RICHTER und RUDOLF KOHLHAAS

Institut für Theoretische Physik der Universität Köln,
Abteilung für Metallphysik

(Z. Naturforsch. **19 a**, 1632—1634 [1964]; eingeg. am 14. November 1964)

Das Verhalten des reinen Eisens am CURIE-Punkt wurde durch die Messung der Wärmeleitfähigkeit und der elektrischen Leitfähigkeit untersucht.

Das thermische Meßverfahren beruht auf der Radial- oder Zylindermethode, die auf EUCKEN und WARRENTRUPP¹ zurückgeht und in späterer Zeit von KRAINER² und POWELL³ weiterentwickelt worden ist.

Aus einem vakuumerschmolzenen reinen Eisen mit 0,007% C, 0,00% Si, 0,00% Mn, 0,008% P, 0,004% S, 0,005% Al_{oxyd}, 0,007% Al_{ges}, 0,002% N_{ges} und 0,012% O wurden Probenscheiben mit 63 mm Außendurchmesser und einer Höhe von 10, 20 und 30 mm herausgearbeitet. In der Mitte sind die Scheiben mit einer Bohrung von 10 mm Durchmesser versehen, in die das Heizelement zur Erzeugung des radialen Temperaturgradienten Aufnahme findet. Die eigentliche Probenscheibe wird nach oben und unten durch mehrere Scheiben aus dem gleichen Material, jedoch gegeneinander durch einen temperaturbeständigen Filz isoliert, fortgesetzt. Den Abschluß bilden in beiden Richtungen je sechs 3 cm dicke Scheiben aus dem keramischen Werkstoff Ergon. An acht symmetrisch zueinan-

gewertet wurde. Der Verlauf ist überall stetig. An keiner Stelle zeigt sich ein stärkerer Anstieg mit Temperaturhysterese, der wie bei McGUIRE und KRIESSMAN auf eine Phasenumwandlung hindeuten könnte; die hier gezeigte Kurve ist noch bei den hohen Temperaturen reversibel.

Der Ausschnitt in Abbildung 1 gibt den Verlauf zwischen 100 und 320 °K genauer wieder. In diesem Temperaturbereich wurde die Kurve punktweise gewonnen. Deutlich prägt sich bei 303 °K der NÉEL-Punkt in einem Knick aus. Bei 120 °K zeigt sich in den eigenen Messungen dagegen kein Sprung, wie ihn MUNDAY und Mitarbeiter⁵ gefunden haben, deren Messung zum Vergleich eingezeichnet wurde.

Tab. 1 gibt die eigenen Meßwerte in dem gesamten untersuchten Temperaturbereich wieder.

Herrn Prof. Dr. HEINRICH LANGE danken wir recht herzlich für die stete Förderung dieser Arbeit. Herrn Dr. H. T. GREENAWAY von den Aeronautical Research Laboratories in Melbourne sind wir sehr verpflichtet für die freundliche Überlassung des Probenmaterials.

der liegenden Stellen wird die Temperatur bestimmt. Die gleichzeitige Messung der elektrischen Leitfähigkeit an einer 1 mm dicken Probenscheibe ermöglicht Aussagen über das Verhalten der LORENZ-Zahl.

Um eine kontinuierliche Messung im Bereich der Phasenumwandlung zu ermöglichen, wurde ein elektronischer Mehrkanal-Spannungsschreiber mit einer Punktfolge von 1 Meßpunkt pro 3 sec eingesetzt. Die Temperaturänderungen lagen zwischen 0,05 und 0,1 °C/min, so daß noch eine quasistationäre Messung möglich war. Um den Einfluß von latenter Wärme und anderer Störmöglichkeiten zu begegnen, wurde zunächst eine Null-effektmessung ohne Gradientenheizung mit sonst gleichen Bedingungen aufgenommen. Weitere Einzelheiten im Versuchsaufbau und in der Durchführung der Messung sind der Arbeit von RICHTER⁴ zu entnehmen.

Das Verhalten der Wärmeleitfähigkeit zwischen 740 und 800 °C ist in Abb. 1 aufgezeichnet. Zur Übersichtlichkeit ist nur ein Bruchteil der Schreibermeßpunkte übertragen worden. Danach fällt beim Aufheizen die Wärmeleitfähigkeit bei 760 °C um etwa 6%, steigt dann steil innerhalb 2 bis 3 °C um mehr als 12% an, um schließlich bei etwa 768 innerhalb 10 °C auf den verlängerten ursprünglichen Verlauf abzufallen. Die gleiche Kurve wird innerhalb der Streubreite beim Abkühlen durchlaufen. Die auftretende Temperaturhysterese lag dabei unter 1 °C. Definiert man wie üblich den Wendepunkt der Kurve als CURIE-Punkt, so erhält man einen Zahlenwert von 766 °C. Der gleichzeitig gemessene elektrische Widerstand ermöglicht die Bestimmung der LORENZ-Zahl $L = \lambda \rho / T$ (λ gemessene Wärmeleit-

¹ A. EUCKEN u. H. WARRENTRUPP, Z. Techn. Phys. **16**, 99 [1935].

² H. KRAINER, Z. Techn. Phys. **8**, 281 [1936].

³ R. W. POWELL, Proc. Phys. Soc., Lond. **51**, 407 [1939].

⁴ F. RICHTER, Dissertation, Universität Köln 1964; siehe auch: F. RICHTER u. R. KOHLHAAS, Arch. Eisenhüttenwes., demnächst.