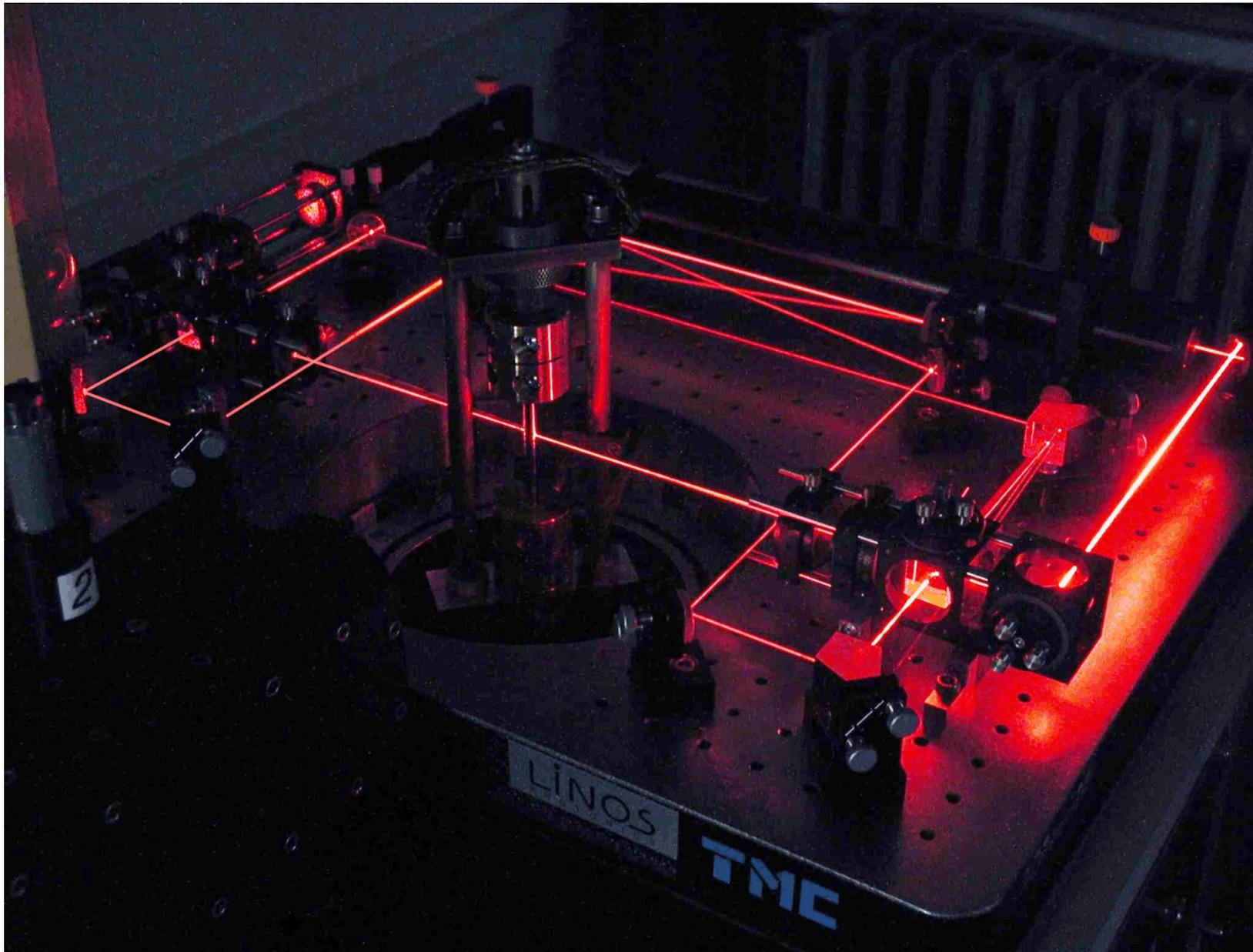


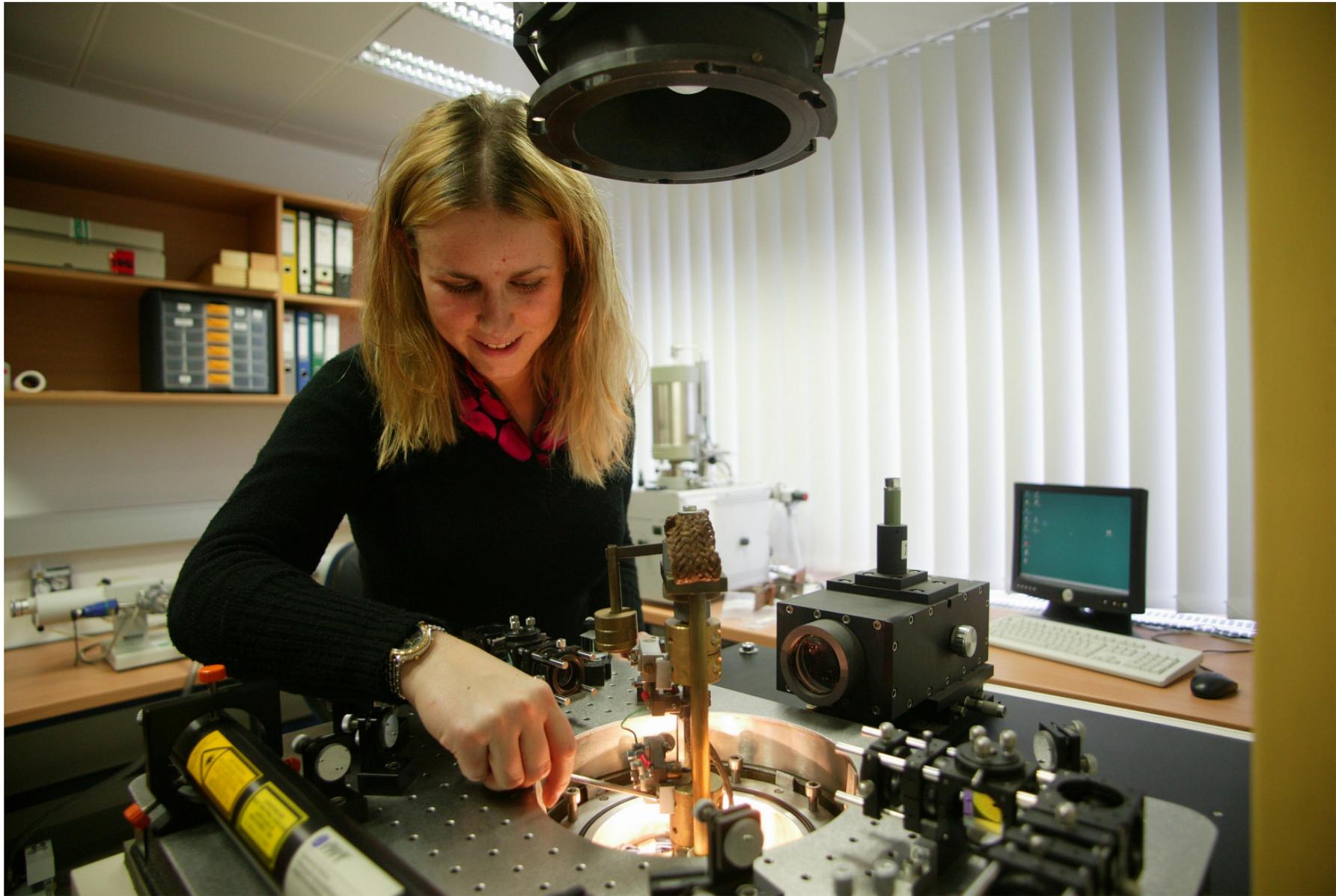
Siliziumeinkristalle als Referenzkörper in der Dilatometrie

E. Kaschnitz
Österreichisches Gießerei-Institut, Leoben

Dilatometrie – Messprinzipien

- Messung der thermischen Ausdehnung durch Veränderung des optischen Weges und Auswertung der Phasenbeziehung (Interferometrie);
 - Vorteil: Genauigkeit, Laserwellenlänge gut bekannt
 - Nachteil: Hoher Probenfertigungs- und Messaufwand
- Messung der thermischen Ausdehnung durch Überführung aus dem Ofenbereich mit Schubstange in einen linear variablen Differential-Transformator;
 - Vorteil: Einfache Proben, schnelle Messungen
 - Nachteil: Verminderte Genauigkeit, **Relativmessung**
- Andere Verfahren: Kapazitätsdilatometer, Heißmikroskopie, Röntgenschwächung, Röntgenbeugung usw.









Schubstangendilatometrie – Referenzkörper

Zertifiziert:

- PTB und andere metrologische Institute bieten keine mehr an
- NIST SRM 731, 736 und 738 (Borsilikatglas, Kupfer und Austenit) nur bis max. 530° C – alle Hochtemperaturstandards sind ausgelaufen
- NMIJ nicht genau klar, was sie machen (vermutlich auch Si) – schwer beschaffbar

Nicht zertifiziert:

- CODATA (1985, 1997): Kupfer, Silizium, Wolfram, Aluminiumoxid
- DIN 51045-1 (2005): Korund, Aluminiumoxid, Platin, Kieselglas
- NETZSCH: Kieselglas, Aluminiumoxid und andere

Schubstangendilatometrie – Referenzkörper

CODATA:

- Kupfer: in hoher Reinheit (OHC) und preisgünstig beschaffbar, Temperatur bis 900°C (Rekristallisation, Sauerstoffempfindlichkeit?)
- Silizium: in hoher Reinheit als Einkristall beschaffbar, Temperatur bis über 1000°C
- Wolfram: bis 3400°C , Reinheit nicht allzu hoch, verschiedene Herstellrouten, daher Genauigkeit nicht so sicher
- Aluminiumoxid: anisotrop (ca. 10% Differenz), üblicherweise werden polykristalline Proben eingesetzt, mindere Genauigkeit, die m.E. zu optimistisch eingeschätzt wird

Schubstangendilatometrie – Referenzkörper

DIN 51045-1 (2005):

- **Korund: sehr hohe Genauigkeit ($\pm 0.75 \mu\text{m}$)*, jedoch:** „Als Referenzkörper ist ein aus der Schmelze gezogener Einkristall von Aluminiumoxid zu verwenden, dessen Stabachse mit der kristallographischen c-Achse des Korund einen Winkel von 59° bildet“
- **Aluminiumoxid: mindere Genauigkeit ($\pm 10 \mu\text{m}$)*, „polykristallines Produkt mit 99,5 % Al_2O_3 “**
- **Platin: gute Genauigkeit ($\pm 2 \mu\text{m}$)*, „Als Referenzkörper ist ein polykristallines Produkt mit 99,999 % Pt zu verwenden. Der Referenzkörper darf niemals über $1\,000^\circ\text{C}$ erhitzt werden“**
- **Kieselglas: sehr hohe Genauigkeit ($\pm 0.1 \mu\text{m}$)*, jedoch:** „Als Referenzkörper eignet sich reines, aus Bergkristall hergestelltes Kieselglas, das zuvor einer Standard-Temperung unterworfen wurde: Aufheizen bis $1\,100^\circ\text{C}$ mit Heizrate 1 K/min bis 10 K/min , 7 h Haltezeit bei $1\,100^\circ\text{C}$, und Abkühlen mit einer Kühlrate von $0,2\text{ K/min}$ auf 900°C . Wird die Temperatur von 900°C im Gebrauch überschritten, muss erneut bis 900°C mit $0,2\text{ K/min}$ abgekühlt werden“

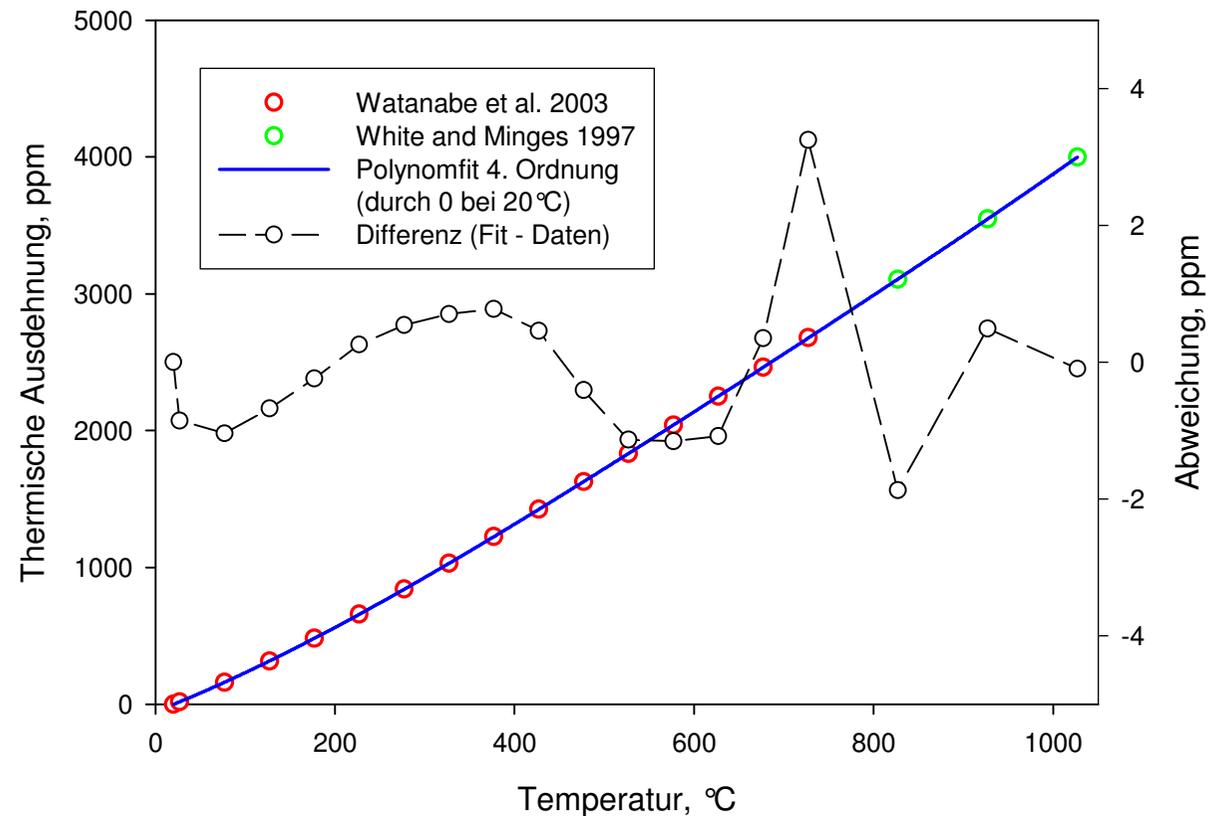
*Messunsicherheit (Vertrauensniveau = 95%), bezogen auf 25 mm Stablänge

Referenzkörper - Siliziumeinkristall

Siliziumeinkristalle:

- CODATA 1985, White and Mingos IJT 1997
- Watanabe et al. IJT 2004 - Daten unterscheiden sich etwas ab 600 K (bei 1000 K ca. 200 nm bezogen auf 25 mm Stablänge), nicht relevant für Schubstangendilatometrie
- Goodfellow Metals, Si 99.999 %, Einkristall Orientierung 100, 3 Stück, Durchmesser 5 mm, Länge 50 mm, EUR 600,--
- Bearbeitung: Institut für Funktionskeramik, Montanuniversität Leoben (herzlichen Dank!)

Referenzkörper - Siliziumeinkristall



Referenzkörper - Siliziumeinkristall

Bearbeitung der Siliziumeinkristalle:

- Grobes Ablängen mit der Diamanttrennsäge
- Zylindrischer Stahlblock, Durchmesser 100 mm, Höhe 50.00 mm
- Drei Bohrungen knapp kleiner als Siliziumstäbe
- Ahlen der Bohrungen bis Siliziumstäbe gerade hineinpassen
- Vermessen der Parallelität des Blocks und der Bohrungen
- Einbetten der Siliziumstäbe mit Wachs
- Eigentlicher Planschleifprozess
- Ausschmelzen des Wachses und Reinigung im Ultraschallbad

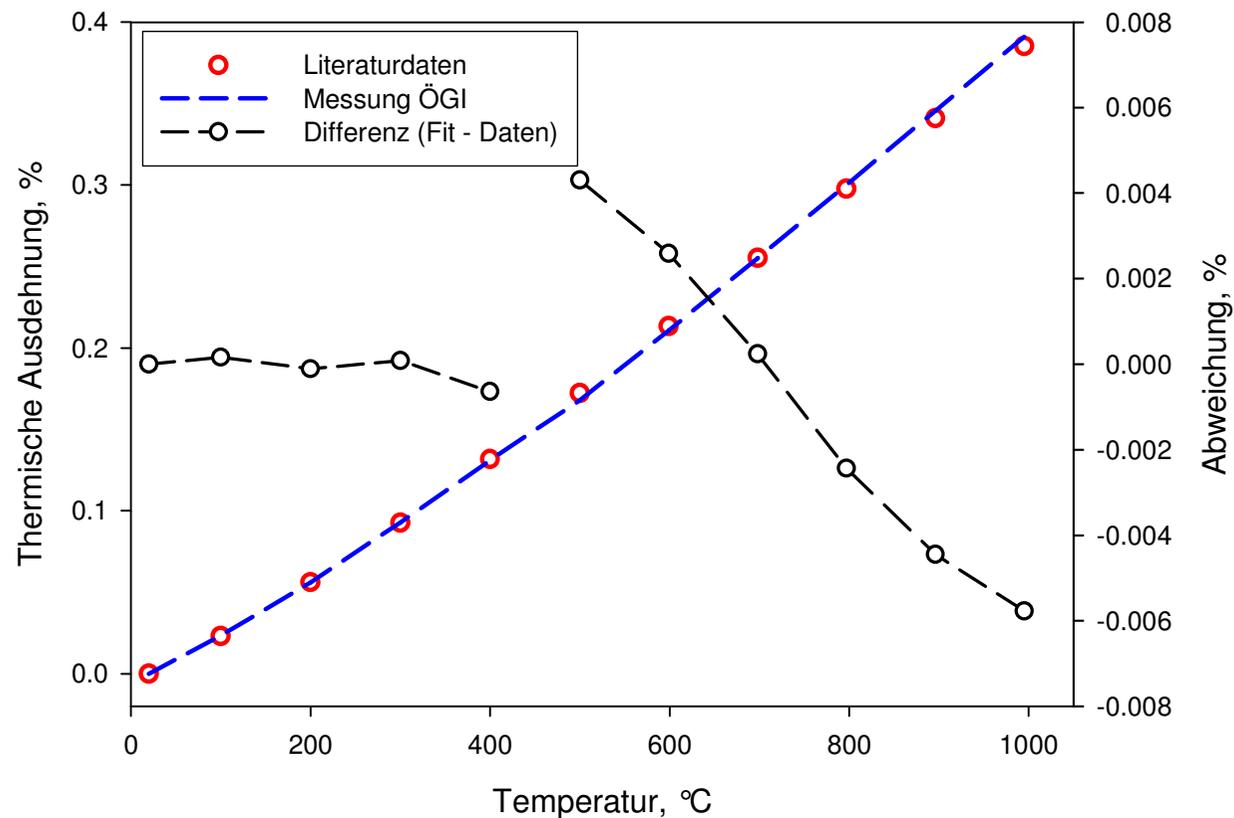
Referenzkörper - Siliziumeinkristall

Messung bzw. Überprüfung der Siliziumeinkristalle:

- Doppelschubstangendilatometer NETZSCH DIL402ES mit 2 Messteilen, statisch, jede Temperaturstufe eine Stunde gehalten
- Temperaturbereich RT bis 400° C:
 - Rohrprobenhalterung und Schubstangen aus Kieselglas
 - Vergleichsmessung zu NIST SRM 736 und 738 sowie Kieselglasstandards der Fa. NETZSCH
- Temperaturbereich 500° C bis 1000° C:
 - Rohrprobenhalterung und Schubstangen aus Aluminiumoxid
 - Vergleichsmessung zu Platinstandard der Fa. ÖGUSSA sowie Aluminiumoxidstandards der Fa. NETZSCH

„Katze beißt sich in den Schwanz!“

Referenzkörper - Siliziumeinkristall



Referenzkörper - Siliziumeinkristall

Vorteile Siliziumeinkristalle:

- Sehr gut definierter Herstellprozess, hohe Reinheit
- Einkristall, keine Anisotropie
- Gute Verfügbarkeit, vertretbare Kosten
- Ausdehnungsverhalten im Prozentbereich, in der Literatur genau beschrieben

Nachteile Siliziumeinkristalle:

- Aufwändige Probenpräparation
- nicht duktil, Kanten neigen zum Ausbrechen
- (Langzeitverhalten, Reaktion mit Sauerstoff)??

