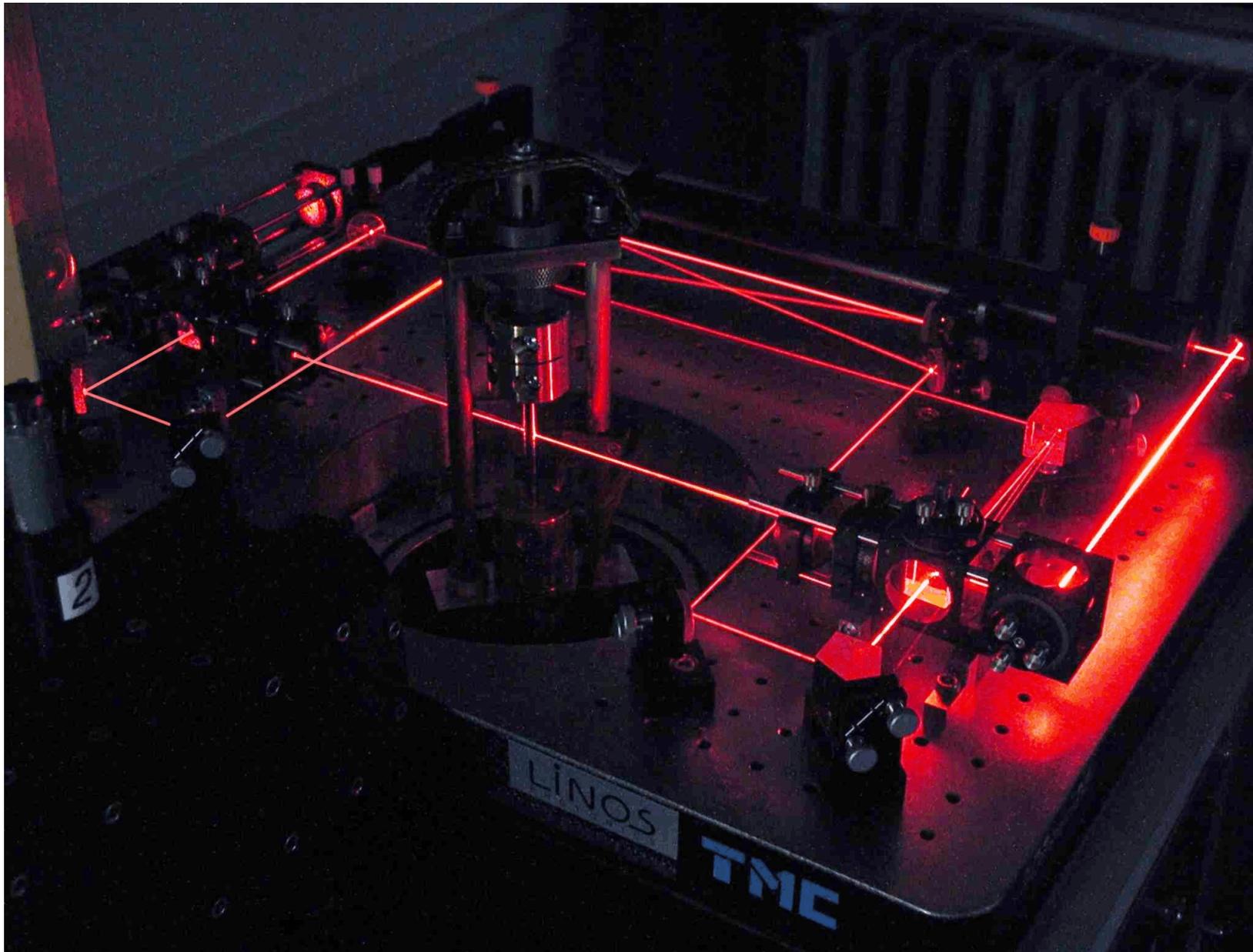


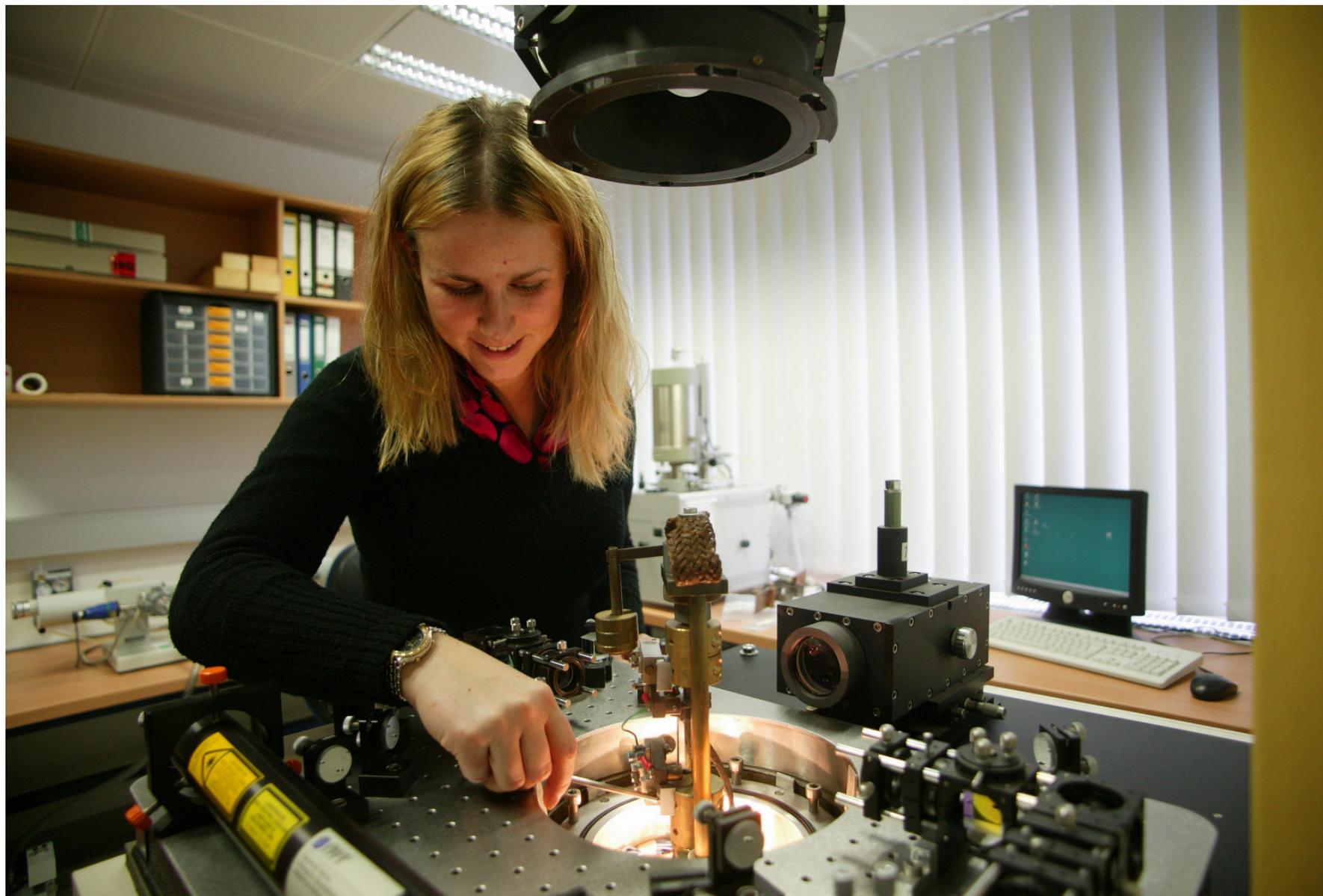
# **Siliziumeinkristalle als Referenzkörper in der Dilatometrie**

**E. Kaschnitz**  
**Österreichisches Gießerei-Institut, Leoben**

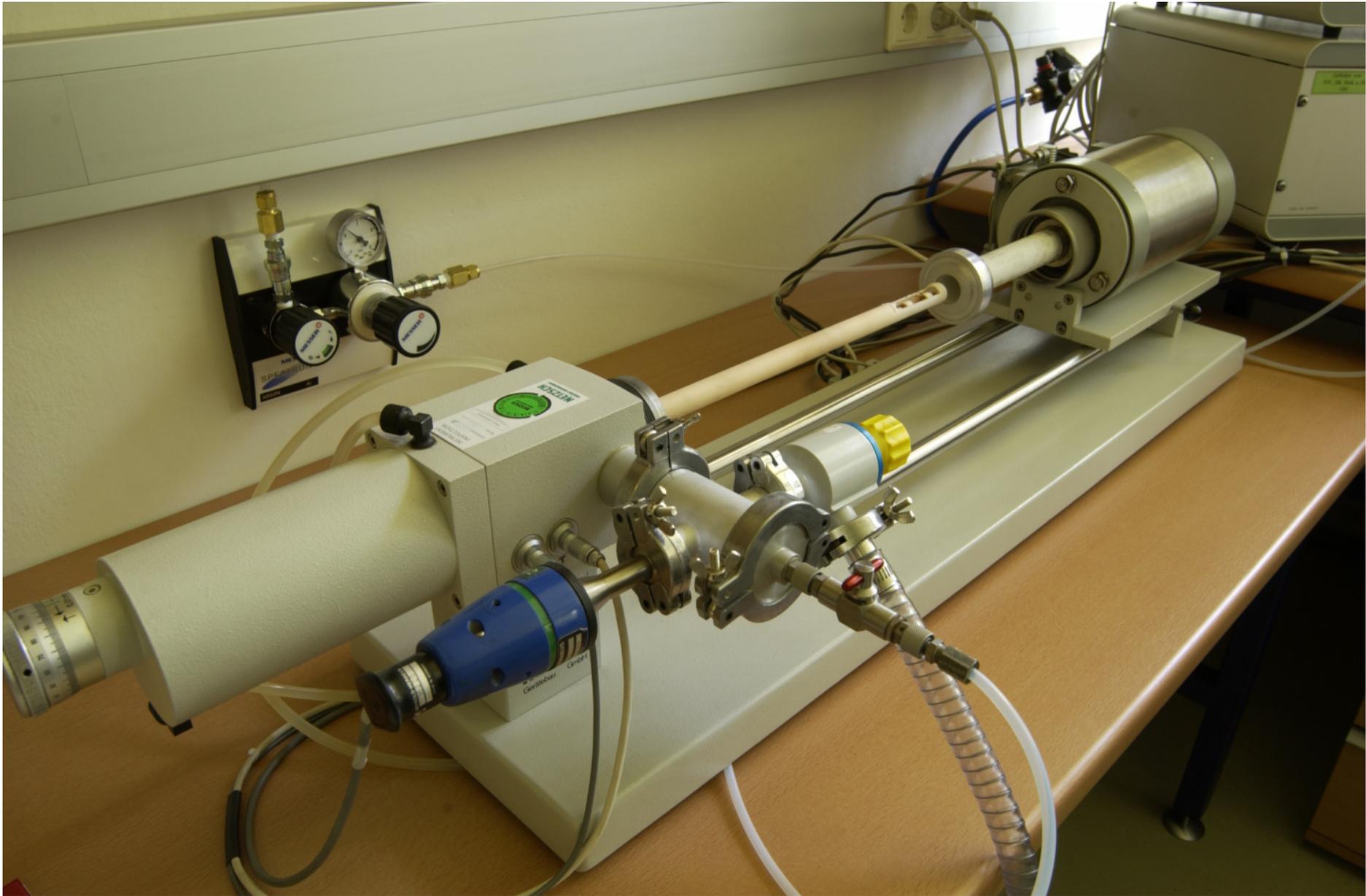
# Dilatometrie – Messprinzipien

- 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  $900^{\circ}\text{C}$  (Rekristallisation, Sauerstoffempfindlichkeit?)
- Silizium: in hoher Reinheit als Einkristall beschaffbar, Temperatur bis über  $1000^{\circ}\text{C}$
- Wolfram: bis  $3400^{\circ}\text{C}$ , 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  $59^\circ$  bildet“
- **Aluminiumoxid: mindere Genauigkeit ( $\pm 10 \mu\text{m}$ )\*, „polykristallines Produkt mit 99,5 %  $\text{Al}_2\text{O}_3$ “**
- **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  $1\text{ K/min}$  bis  $10\text{ K/min}$ , 7 h Haltezeit bei  $1\,100^\circ\text{C}$ , und Abkühlen mit einer Kühlrate von  $0,2\text{ K/min}$  auf  $900^\circ\text{C}$ . Wird die Temperatur von  $900^\circ\text{C}$  im Gebrauch überschritten, muss erneut bis  $900^\circ\text{C}$  mit  $0,2\text{ K/min}$  abgekühlt werden“

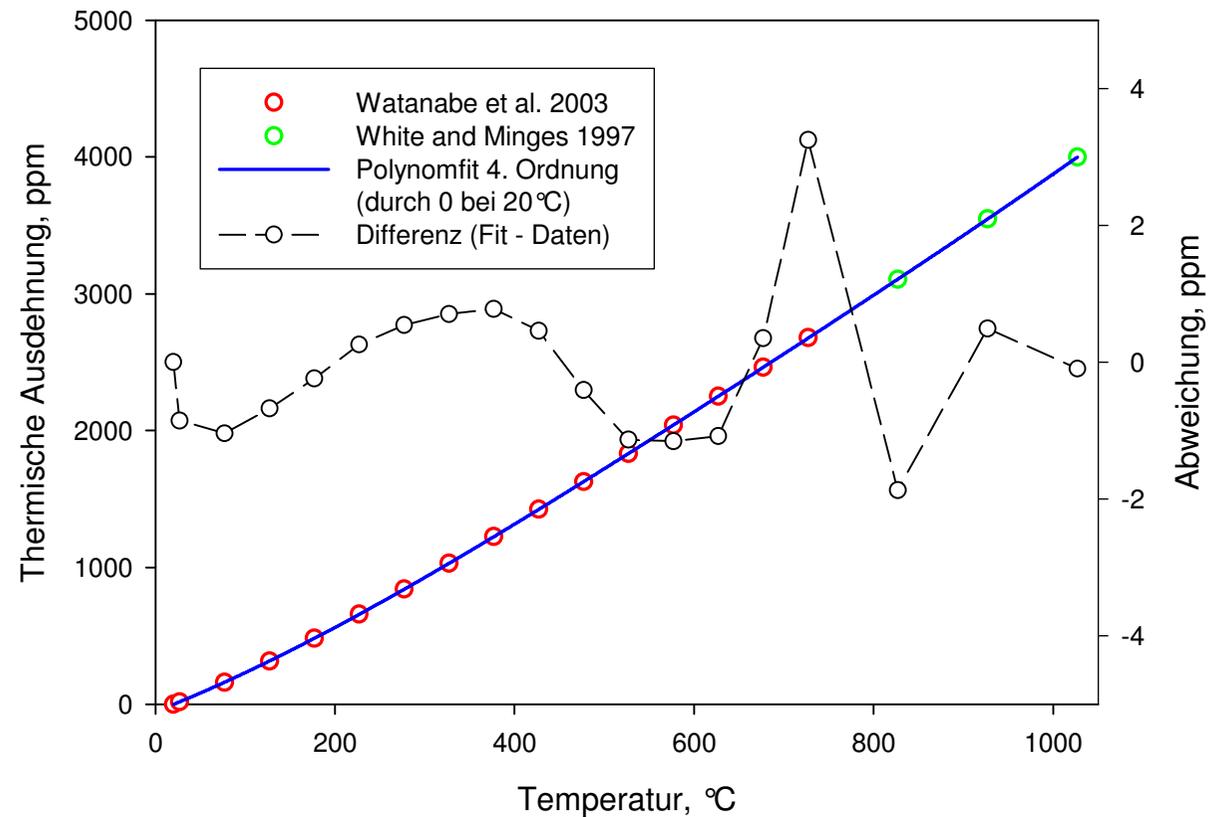
\*Messunsicherheit (Vertrauensniveau = 95%), bezogen auf 25 mm Stablänge

# 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

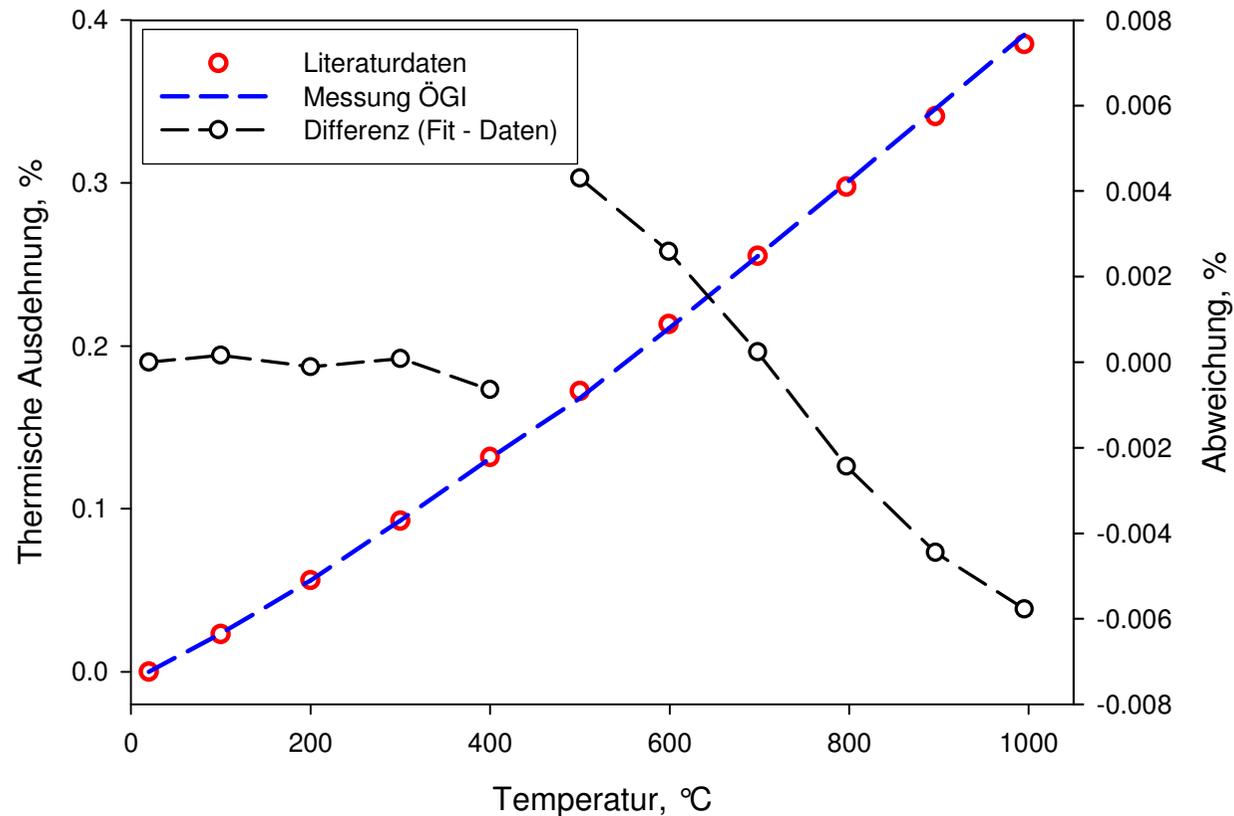
# Referenzkörper - Siliziumeinkristall

## 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)??

