



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

(19) **DD** (11) **276 918 A1**5(51) G 01 B 11/02
G 01 B 9/02

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP G 01 B / 302 707 7	(22)	13.05.87	(44)	14.03.90
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71) Martin-Luther-Universität Halle–Wittenberg, Halle, 4010, DD

(72) Arndt, Holm, Dr. Dipl.-Phys., Heichler, Winfried, Dr. Dipl.-Phys.; Leisering, Reinhard, Dipl.-Phys.; Schmidt, Günter, Prof. Dr. Dipl.-Phys., DD

(54) **Laserdilatometer zur Messung von Längenänderungen im Hochtemperaturbereich**

(55) absolute Längenänderungsmessung, optische Interferometeranordnung, Hochtemperaturbereich, Elektronenstoßheizung, mechanische Probenantastung

(57) Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Messung temperaturabhängiger absoluter Längenänderungen im Hochtemperaturbereich. Ziel der Erfindung ist es, die jedem mit mechanischer Probenantastung arbeitenden Dilatometer anhaftenden Gerätemulleffekte zu erfassen bzw. zu minimieren, die hohe Empfindlichkeit von optischen Interferometeranordnungen zur Anwendung zu bringen und mit geringstmöglichen elektrischen Leistungen für die Probenheizung auszukommen. Zu diesem Zweck wird die auf einer keramischen Unterlage stehende Probe mit den ungefähren Abmessungen $6 \times 6 \times 30$ mm durch einen vertikal beweglichen Abtaststempel angetastet (Fig. 1). Die durch die Längenänderung der Probe verursachte Verschiebung eines durch den Abtaststempel geführten Probenspiegels bezüglich eines Referenzspiegels wird mit Hilfe eines Vier- oder Zweistrahlinterferometers gemessen. Die vergleichsweise geringe elektrische Leistung bei Temperaturen um 2000°C wird durch Verwendung eines Elektronenstrahl-Ofens im Hochvakuum (10^{-5} Torr) erzielt, mit dem eine Energiefokussierung auf einen die Probe umschließenden hochschmelzenden und auf Hochspannung liegenden Metallzylinder erreicht wird.

Patentansprüche:

1. Laserdilatometer zur Messung von Längenänderungen im Hochtemperaturbereich unter Verwendung einer Vier- bzw. Zweistrahl-Interferometer-Vorrichtung, **gekennzeichnet dadurch**, daß es aus einer Probenhalterung, einer Abtastvorrichtung mit Probenspiegel, einem Referenzspiegel und einem steuerbaren Heizsystem besteht, wobei die Probenhalterung an thermostatisierten Säulen mit geringen Ausdehnungskoeffizienten, vorzugsweise Invarsäulen, befestigt ist, die Abtastvorrichtung aus einer die Probe berührenden Stempel und einer an den Säulen befestigten elastischen Aufhängung besteht, der Referenzspiegel ebenfalls an den Säulen befestigt ist und das steuerbare Heizsystem aus einer den Probenraum umschließenden Wolframkatode (4), Beschleunigungszyylinder (3) und auf Erdpotential befindlichen Abschirmzylinder (2) und zentrisch nach außen angeordneten Strahlungsschirmen (5) besteht und die gesamte Vorrichtung im Hochvakuum arbeitet.
2. Laserdilatometer entsprechend Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß zur Minimierung des Gerätenulleffektes im Hochtemperaturbereich der hochtemperaturfeste Probenspiegel durch die als Rohr ausgebildete Abtaststange (Fig. 3) unmittelbar auf die Probe gedrückt und in vertikaler Richtung geführt wird, daß eine hochtemperaturfeste polierte Probenunterlage als Referenzspiegel dient.
3. Laserdilatometer entsprechend Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß zur Ermittlung des Gerätenulleffektes im Höchsttemperaturbereich ($> 1500^{\circ}\text{C}$) bei außerhalb der Heizzone angeordnetem Proben- und Referenzspiegel die Messung an unterschiedlichen Probenlängen erfolgt.
4. Laserdilatometer nach Anspruch 1 und 2, **gekennzeichnet dadurch**, daß die elastische Aufhängung des Abtaststempels oder Abtastrohres durch drei um 120° versetzte spannbare Drahtschlaufen erfolgt, wobei diese in zwei horizontal unterschiedlichen Ebenenlagen vorgenommen wird.

Hierzu 4 Seiten Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Messung von Längenänderungen von hochschmelzenden keramischen und metallischen Werkstoffen bis zu Temperaturen $\sim 2000^{\circ}\text{C}$ und einem Auflösungsvermögen von $\left(\frac{\Delta l}{l}\right) \approx 1 \cdot 10^{-5}$.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Dilatometer mit mechanischer Antastung der Probe arbeiten zum größten Teil auf dem Prinzip induktiver (z.B. DE-PS 2331 113) oder kapazitiver Wegaufnehmer (z.B. DE 2641575). Induktive Wegaufnehmer sind jedoch für Präzisionsmessungen wenig geeignet. Ein vielfach verwendetes Grundprinzip besteht darin, daß die Probe mechanisch angetastet wird, wobei sich die Längenänderung aus der Differenz der Dehnung des die eine Probenfläche berührenden inneren Abtaststempels und einem aus gleichem Material bestehenden äußeren Rohr, das mit seinem Abschlußende die andere gegenüberliegende Probenfläche berührt, ergibt. Der Grundgedanke dieser Methode besteht darin, daß sich die Eigendehnung des inneren und äußeren Rohres infolge gleicher Temperatur kompensiert, bis auf die Länge der Probe. Infolge der großen Länge dieser Übertragungselemente, diese beträgt bis zum 15fachen der Probenlänge, ist diese Forderung äußerst schwierig einzuhalten, da für das innere und äußere Übertragungsrohr völlig verschiedene Wärmeableitungs- und Strahlungsbedingungen herrschen, die sich außerdem von Abschnitt zu Abschnitt ändern. Bei Hochtemperaturdilatomern bis 2000°C verschärfen sich diese Nachteile, so daß immer Eichmessungen zusätzlich notwendig sind. Weiterhin ist nachteilig, daß immer nur eine relative Längenänderung bezüglich Quarz bzw. bei Temperaturen oberhalb 1200°C bezüglich Korund zu messen ist. Diese Nachteile bestehen auch in der nach DD-WP 151 023 bekannten Ausführung eines Laserdilatometers, welches jedoch maximal bis 1000°C arbeitet. Dieses hat allerdings den Vorteil einer höheren Meßgenauigkeit. Nach DD-WP 74 118 erfolgt für den Hochtemperaturbereich die Längenänderungsmessung mittels fotografischer Auswertung, die jedoch für temperaturabhängige Messungen sehr aufwendig und wenig präzise ist. Entscheidender Nachteil aller bekannten Hochtemperaturdilatomer ist der enorme elektrische Leistungsaufwand ($\sim 10\text{kW}$).

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die interferometrische Messung von Längenänderungen in einem großen Temperaturbereich bis annähernd 2000°C mit geringen elektrischen Leistungen und großem Auflösungsvermögen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung zu entwickeln, die die hohe Empfindlichkeit der Laserdilatometer auch für den Hochtemperaturbereich unter Verwendung geringer elektrischer Heizleistungen nutzbar macht. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch Verwendung einer geeigneten Interferometeranordnung und Elektronenstoßheizung mit mehreren Strahlungsschirmen im Hochvakuum gelöst. Damit werden Energieverluste durch Wärmeleitung und Wärmestrahlen unterdrückt. Die erfindungsgemäße Vorrichtung besteht aus einem extern angeordneten Vier- bzw. Zweistrahl-Interferometer bekannter Bauart, einer strahlungsisolierten Temperierkammer und einer darin befindlichen speziellen Probenhalterung mit Abtast-, Spiegel- und Heizvorrichtung.

Das gesamte System der Probenhalterung, Abtast- und Spiegelvorrichtung ist an drei thermostatisierten Säulen befestigt (Fig. 1), wodurch ein unkontrolliertes Verkippen des Proben- und Referenzspiegels bei hohen Temperaturen verhindert wird. Die Längenänderung der Probe wird übertragen auf einen die Probe berührenden Abtaststempel, der nur einen Freiheitsgrad der Bewegungsmöglichkeit hat. Durch ein von wenigen cm übereinander angeordnetes Paar von jeweils drei um 120° zueinander versetzten Drahtschlaufen (Fig. 1 und 2b) kann ein Freiheitsgrad in vertikaler Richtung realisiert werden. Für die Anordnung des Proben- und Referenzspiegels sind zwei Varianten in Abhängigkeit von der maximalen Endtemperatur und dem verwendeten Spiegelmateriale möglich:

1. Proben- und Referenzspiegel werden außerhalb der Heizzone angeordnet (Fig. 1). In diesem Fall würde die thermische Ausdehnung der Probenunterlage und des Abtaststempels einen zusätzlichen Gerätenulleffekt liefern, der durch eine Eichmessung entweder an einer bekannten Probe oder an einer mit reduzierter Länge ermittelt werden müßte (damit der Abtaststempel die gleichen Temperaturbedingungen vorfindet, müßte im letzteren Fall das gesamte Heiz- bzw. Abschirmsystem um die gleiche Länge reduziert werden).
2. Proben- und Referenzspiegel befinden sich innerhalb der Heizzone (Fig. 3). Bei Vorhandensein von hochtemperaturfesten Spiegeln kann der unerwünschte Gerätenulleffekt dadurch vermieden werden, daß der Proben- und Referenzstrahl unmittelbar die Ober- bzw. Unterseite der Probe antastet. In der vorliegenden Variante wird dies dadurch erreicht, daß das der Probe zugewandte Ende eines röhrenförmigen Abtaststempels (Fig. 3) durch den Spiegel abgeschlossen wird und die Probe auf den Referenzspiegel steht. Bei schlechter Spiegelreflektivität kann das Interferometer in der Zweistrahl-Variante verwendet werden (Fig. 3).

Das Heizsystem, das auf der Basis der bekannten Elektronenstoßheizung funktioniert, besteht aus einem die Probe umschließenden Metallzylinder, der auf Hochspannungspotential liegt, sowie einer nachfolgenden mehrgängigen Wolframspirale (Fig. 1). Die aus der Wolframkatode austretenden Elektronen werden auf den die Probe umhüllenden Metallzylinder beschleunigt, wodurch eine extreme Energiefokussierung in den Bereich der unmittelbaren Probenumgebung stattfindet. Mehrere Abschirmzylinder verhindern eine übermäßige Wärmeabstrahlung. Die Temperaturmessung erfolgt durch ein Thermoelement, welches an der Unterseite oder im Innern der Probe anliegt bzw. durch ein Pyrometer. Das Interferenzbild, welches durch die Dehnung eine Hell-Dunkel-Folge erfährt, wird photo-elektronisch ausgewertet.

Ausführungsbeispiel

Entsprechend Fig. 1 und Fig. 2a steht die Probe 1 zentrisch auf der keramischen (oder Quarz-) Unterlage 11, die auf drei Unterstützungspunkten 7 aufliegt. Die Probe ist zum Zweck der elektrischen Abschirmung des zur Temperaturmessung im Innern der Probe befindlichen Thermoelements (W-Re [3/25]) 18 von einem auf Erdpotential liegenden Tantalzylinder 2 umgeben, an dem ein zweites Thermoelement 19 zur Steuerung der Heizleistung angepunktet ist. Ein zweiter nachfolgender Zylinder 3 befindet sich auf Hochspannungspotential (+ 1500V) bezüglich der spiralförmig um die Zylinder angeordneten Wolframkatode 4. Dieses System einer Elektronenstoßheizung ist von mehreren konzentrischen, allseitig abschließenden Strahlungsschirmen 5, 6 umgeben. Die Probe wird durch einen Quarzstempel (bzw. Korund) 8 mechanisch angetastet, wobei der Antastdruck durch eine Kippvorrichtung 16 variiert werden kann. Das System der Justier Vorrichtung 10 mit Drahtschlaufenhalterung 9 für den Abtaststempel ist genau wie die Unterstützungspunkte 7 mit verstellbarer Klemmvorrichtung an den gekühlten Invarsäulen 14 befestigt. Am oberen Ende von 8 befindet sich der Probenspiegel 13. Die thermostatisierte Unterlage des Referenzspiegels 12 ist mit einer Klemmvorrichtung 15 an der Invarsäule 14 befestigt. Mit einer Kippvorrichtung 16 kann das Eigengewicht des Stempels kompensiert werden. Das gesamte System befindet sich in einem Rezipienten, wobei die Laserstrahlen durch ein vakuumdichtes Fenster 17 in das Innere gelangen. Mit den Strahlen einer Vier- bzw. Zweistrahl-Interferometeranordnung bekannter Bauart (DDR Patent Arndt, Weichert, Hergert) hoher Auflösung 20 wird der Referenz- und Probenspiegel angetastet. Ein elektronisches Auswertesystem 21 (z. B. G. Jäger, R. Grundwald, M. Laubstein) registriert die durchlaufenden Interferenzstreifen.

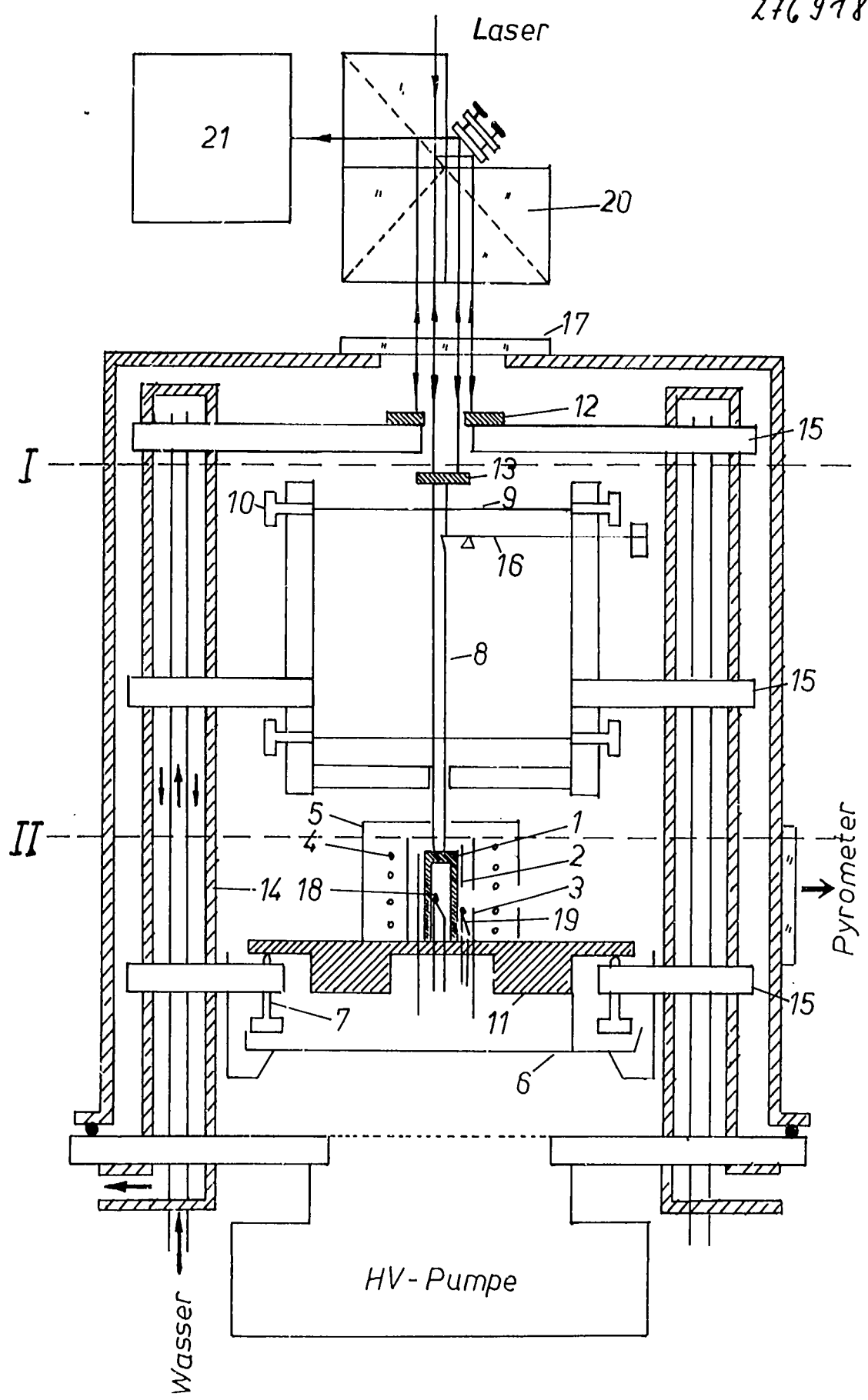


Fig. 1

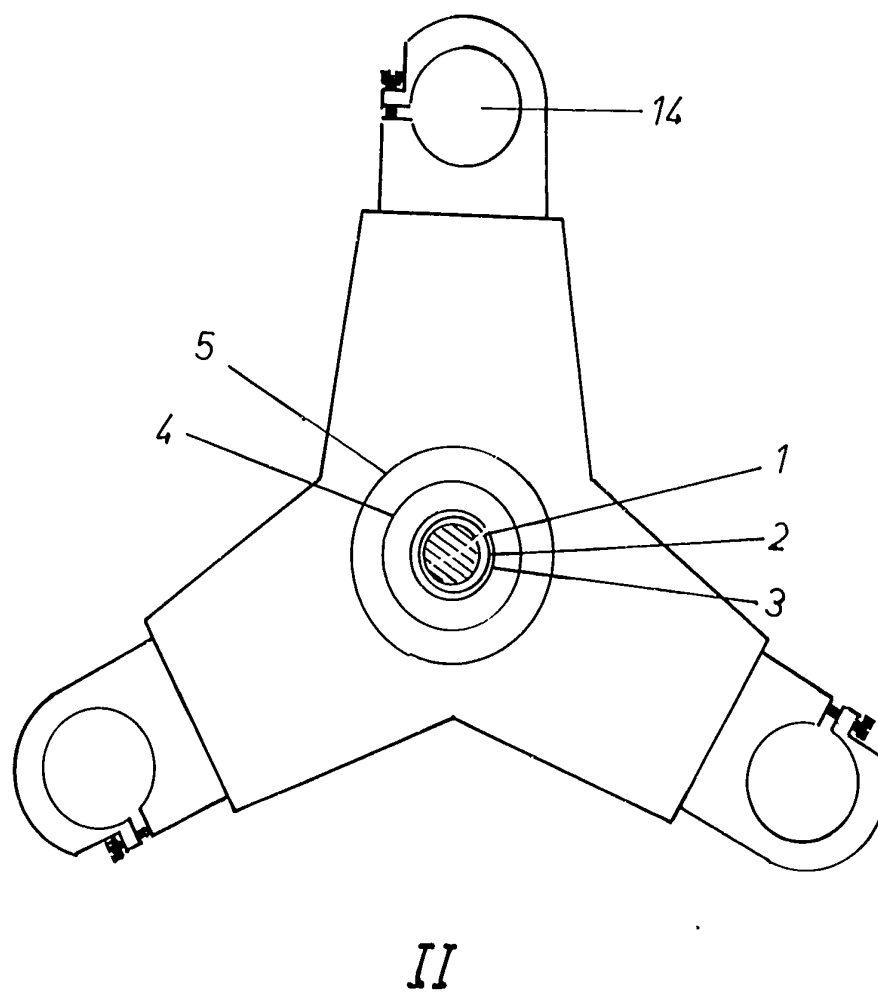


Fig. 2a

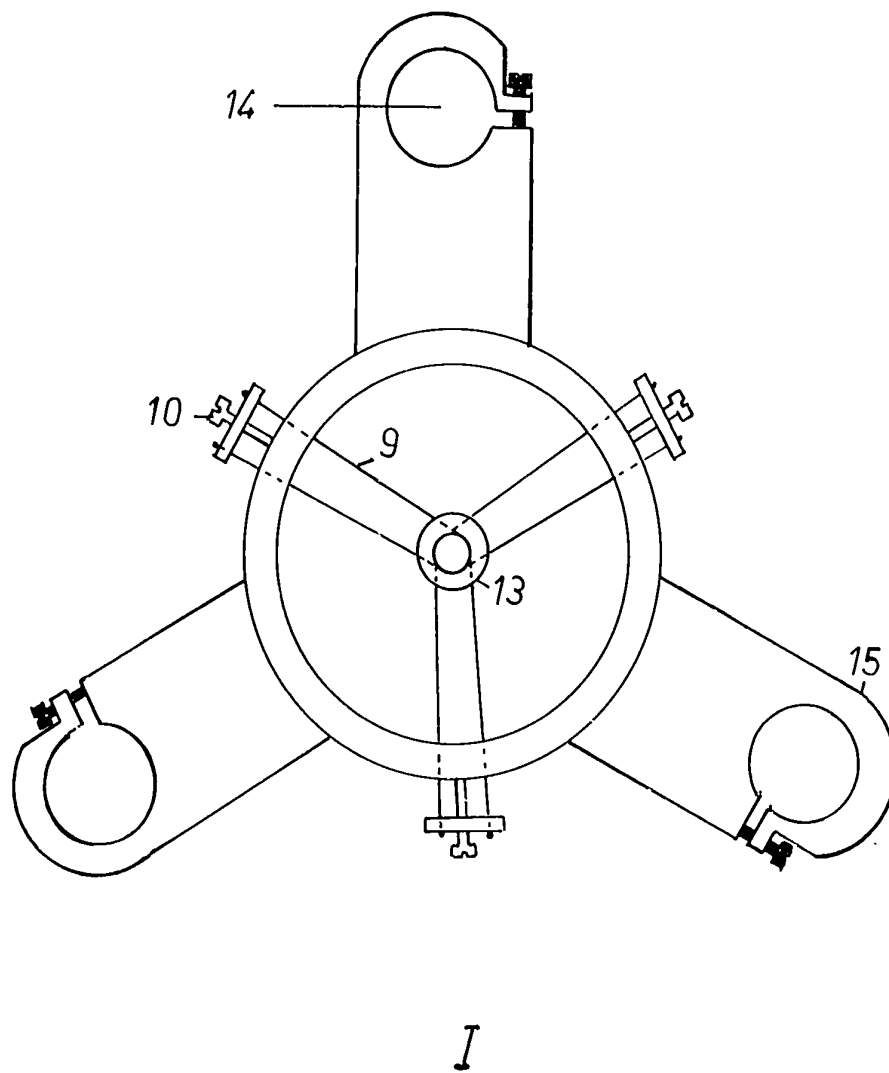
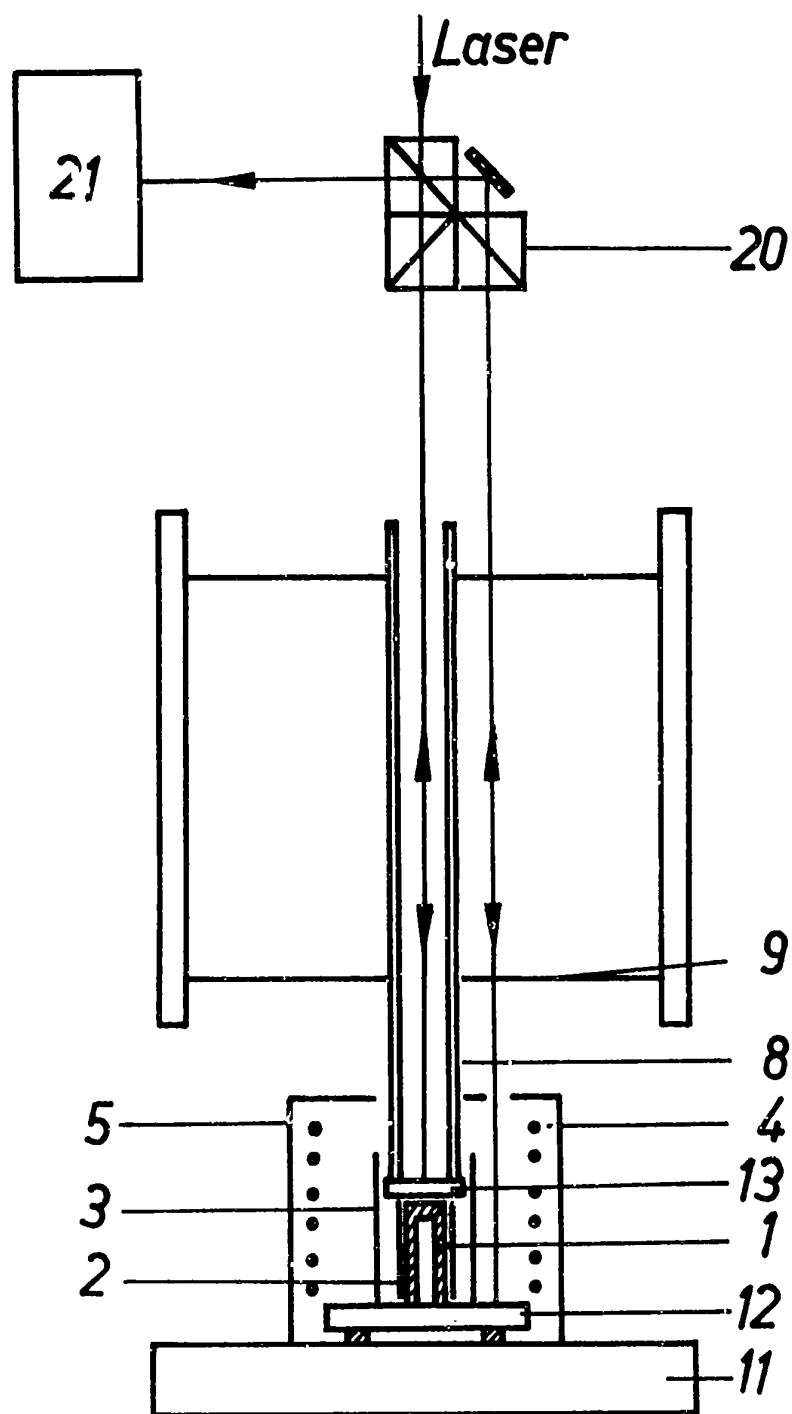


Fig. 2b

*Fig. 3*