

Jahresbericht 2009 der Abteilung 7

In Schlagzeilen: Nachrichten aus der Abteilung

Grundlagen der Metrologie

Untersuchung von PMMA-Nanopartikeln mit Röntgenkleinwinkelstreuung

Nanopartikel gewinnen in vielen Bereichen rasant an Bedeutung und damit auch die rückführbare Bestimmung ihrer Größe. Dazu wird derzeit im PTB-Labor bei BESSY II mit einer am Helmholtz-Zentrum-Berlin (HZB) entwickelten Anlage die rückführbare Größenbestimmung von Nanopartikeln mit Röntgenkleinwinkelstreuung (*Small Angle X-ray Scattering*, SAXS) im Rahmen des europäischen *Joint Research Projects 'Traceable Characterization of Nanoparticles'* untersucht. Erste Messungen an PMMA-Nanopartikeln im Größenbereich von 100 nm bis 200 nm zeigten, dass mittlere Durchmesser mit relativen Messunsicherheiten von unter 1 % bestimmt werden konnten. Auch für binäre Partikelmischungen war die Größenbestimmung der Komponenten bereits erfolgreich.

(M. Krumrey, FB 7.1, michael.krumrey@ptb.de)

Quantitativer Vergleich von Streuexperimenten mit Monte-Carlo-Simulationen

Viele Anwendungen von Röntgenstrahlung in der Materialforschung nutzen Monte-Carlo-Programme zur Simulation der Wechselwirkung von Strahlung mit Materie. Zur quantitativen Überprüfung des weit verbreiteten Programmpaketes GEANT4 wurden am Wellenlängenschieberstrahlrohr bei BESSY II Messungen mit monochromatisierter Synchrotronstrahlung durchgeführt. Für Kupfer- und Goldfolien wurde die auftretende Rayleigh- und Comptonstreuung sowie die Fluoreszenz mit einem kalibrierten Detektionssystem sowohl winkelaufgelöst als auch für unterschiedliche Polarisationsrichtungen der einfallenden Strahlung untersucht. Experiment und Simulation zeigten eine gute Übereinstimmung, nur bei der Polarisationsabhängigkeit der Rayleighstreuung wurden signifikante Abweichungen zwischen Simulation und Experiment beobachtet.

(M. Krumrey, FB 7.1, michael.krumrey@ptb.de)

Atomare Fundamentalparameter für die Röntgenfluoreszenzanalyse

Am Plangittermonochromator-Strahlrohr für Undulatorstrahlung der PTB bei BESSY II wurden mittels einer hochauflösenden Spektrometereinheit atomare Fundamentalparameter für die quantitative Beschreibung der L-Fluoreszenzstrahlung von Nickel bestimmt. Die radiometrisch charakterisierte Spektrometereinheit erlaubt die wellenlängendispersive Bestimmung von Fundamentalparametern mit bisher nicht erreichten geringen relativen Unsicherheiten.

(B. Beckhoff, FB 7.1, burkhard.beckhoff@ptb.de)

Kalibrierung von Detektoren für Merkur-Mission

Für die ESA-Mission *BepiColombo* zum Planeten Merkur, deren Start für das Jahr 2013 geplant ist, werden im Max-Planck-Institut Halbleiterlabor (MPI HLL) hochauflösende Röntgendetektoren entwickelt. Die Module verfügen über 4000 Pixel auf einer Fläche von 3,6 cm² und sollen bei der Röntgenfluoreszenzanalyse der Merkuroberfläche eingesetzt werden. Jedes Pixel verfügt über einen Driftdetektor und einen speziellen Feldeffekt-Transistor. Prototypen dieser Detektormodule wurden im PTB-Labor bei BESSY II im Photonenenergiebereich von etwa 100 eV bis 15 keV mit monochromatischer Strahlung charakterisiert und mit undispergierter, berechenbarer Synchrotronstrahlung kalibriert.

Ein weiteres Instrument auf der *BepiColombo* Mission ist das „Mercury Thermal Infrared Spectrometer“ (MERTIS), dessen Aufgabe die Identifikation von felsbildenden Mineralien und die Messung der Oberflächentemperatur des Merkurs mit Hilfe von Infrarot-Spektroskopie ist. Zur Kalibrierung der Spektren werden mit einem rotierenden Spiegelsystem sequentiell das Spektrum eines Oberflächenstreifens vom Merkur, das Spektrum des „kalten“ Weltraums und Spektren zweier Schwarzkörperstrahler unterschiedlicher Temperatur aufgenommen. Der Aufbau der beiden Schwarzkörperstrahler MBB7 (700 K) und MBB3 (300 K) wurde durch Messungen der PTB in Zusammenarbeit mit einem Industrieunternehmen optimiert, so dass für den MBB3 ein sehr hoher Emissionsgrad von über 0.99 im Wellenlängenbereich von 5 µm bis 10 µm realisiert wurde.

(M. Krumrey, FB 7.1, michael.krumrey@ptb.de, B. Gutschwager, FB 7.3, Berndt.Gutschwager@PTB.de)

Metrology Light Source (MLS):

Primäres Strahlernormal: Die MLS wurde im nahen Infrarot und Sichtbaren durch Vergleichsmessungen mit rückführbar auf ein Kryoradiometer kalibrierten Filterradiometern als primäres Strahlernormal weiter etabliert. Der Vergleich wurde bei verschiedenen Elektronenenergien durchgeführt und ergab jeweils eine Übereinstimmung im Rahmen der kombinierten relativen Unsicherheiten von besser als 5×10^{-3} .

(R. Klein, FB 7.2, roman.klein@ptb.de, D. Taubert FB 7.3, dieter.taubert@PTB.de)

Messung der Größe des Elektronenstrahls: Ein optisches Abbildungssystem zur Messung der Quellpunktsgröße und –lagestabilität des Elektronenstrahls in der MLS wurde aufgebaut und in Betrieb genommen. Dieses System erlaubt die Abbildung des Quellpunktes bei allen Betriebsparametern der MLS, also insbesondere auch bei kleinsten Strömen bis hin zu einem einzelnen gespeicherten Elektron.

(R. Klein, FB 7.2, roman.klein@ptb.de)

Charakterisierung eines Silizium-Drift-Detektors (SDD): Die berechenbare Strahlung der MLS wurde zur Charakterisierung der Nachweisempfindlichkeit eines SSD-Detektors eingesetzt. Darüber hinaus wurde die Linearität des Detektionssystems durch die kontrollierte Variation des Photonenflusses durch entsprechende Anpassung des Elektronenstroms untersucht.

(R. Klein, FB 7.2, roman.klein@ptb.de)

Charakterisierung eines VUV-Satellitenspektrometers: Die permanente Messung der solaren Einstrahlung im vakuum- und extrem-ultravioletten Spektralbereich erlaubt kurzfristige Vorhersagen über Sonnenstürme und solare Partikelschauer, die eine potenzielle Gefahr u. a. für Satelliten auf Erdumlaufbahnen darstellen. Für das Freiburger Fraunhofer-Institut für Physikalische Messtechnik wurde an der MLS ein robustes Photoemissions-Kugelspektrometer bezüglich seiner spektralen Empfindlichkeit charakterisiert, das durch seine einfache Konstruktion als Messgerät zum dauerhaften Einsatz auf Satelliten geeignet ist.

(A. Gottwald, FB 7.2, alexander.gottwald@ptb.de)

THz-Strahlrohr geht in Betrieb: Die MLS ist der erste Elektronenspeicherring weltweit, der für die Erzeugung von THz-Strahlung optimiert ist. Um die THz-Strahlung nutzbar zu machen, wurde eine für den langwelligen Spektralbereich optimierte Strahlführung aufgebaut und Anfang 2009 in Betrieb genommen. Die an diesem dedizierten THz-Strahlrohr zur Verfügung stehende Leistung ist im THz-Bereich um bis zu zwei Größenordnungen höher als an konventionellen Synchrotron-Infrarot-Strahlrohren. (R. Müller, FB 7.2, ralph.mueller@ptb.de)

Bestimmung von Strukturbreiten auf Halbleiterphotomasken mit EUV- Scatterometrie

Im Rahmen des CDur32-Projektes des BMBF wird die Nutzung von EUV- Scatterometrie für die Bestimmung von Strukturbreiten auf Halbleiterphotomasken weiterentwickelt. Dazu werden die im Rahmen des Vorläuferprojektes ABBILD für periodische Strukturen entwickelte FEM-Lösungen des ZUSE-Instituts Berlin und des WIAS mit statistischen Beschreibungen zur Erfassung von Rauheiten an den Linienstrukturen verbunden.

(F. Scholze, FB 7.2, frank.scholze@ptb.de)

Verringerung der Messunsicherheiten für die EUV-Reflektometrie

Mit der Entwicklung der EUV-Lithographie werden zunehmend Messungen an optischen Elementen für große numerische Aperturen und damit auch unter schrägem Einfall erforderlich. Dies stellt erhöhte Anforderungen an die Einstellgenauigkeit des Einfallswinkels und die Charakterisierung des Polarisationszustandes der Strahlung. Durch eine eingehende Untersuchung aller systematischen

Einflüsse, wie Fehlstellungen von Achsen des EUV-Reflektometers, konnte die Unsicherheit des Einfallswinkels bei nahezu senkrechtem Einfall von 0.02° auf 0.01° verringert werden. Die verbesserte Ausrichtung von Blenden bzgl. der Orbitalebene der Synchrotronstrahlung von BESSY II erhöhte den linearen Polarisationsgrad von 97 % auf 98.7 %.

(F. Scholze, FB 7.2, frank.scholze@ptb.de)

Filterradiometer für die PICARD-Forschungsmission kalibriert

An Bord des Mikrosatellits PICARD werden als Bestandteil des so genannten PREMOS-Moduls eine Reihe von Filterradiometern sein, die in der PTB kalibriert wurden. Sie dienen der Messung der totalen und der spektralen solaren Bestrahlungsstärke sowie deren zeitlicher Variation (PREMOS: Precision Monitoring of Solar Variability). Die Filterradiometer wurden im Physikalisch-Meteorologischen Observatorium Davos - World Radiation Center entwickelt. Durchgeführt wurden die Kalibrierungen am UV- und NIR-Kryoradiometer-Messplatz der PTB unter Einsatz einer einzigartigen Hochleistungsplasma-Strahlungsquelle mit der weltweit höchsten spektralen Strahlungsleistung im Bereich zwischen 200 nm und 300 nm. Die Rückführung der spektralen Bestrahlungsstärkeempfindlichkeit der Filterradiometer auf die SI-Einheiten ist wesentliche Voraussetzung für die zuverlässige Ermittlung von klimarelevanten Langzeitmessungen der solaren Strahlung.

(P. Meindl, FB 7.3, peter.meindl@ptb.de)

iMERA-Plus Projekt Quanten-Candela

Im Rahmen der iMERA-Plus-Forschungsinitiative beteiligen sich verschiedene Fachbereiche der PTB zusammen mit Partnern aus sechs europäischen Staatsinstituten am Projekt „Candela: Towards quantum-based photon standards“. Im Fachbereich Detektorradiometrie und Strahlungsthermometrie werden dazu die Eigenschaften neuartiger Silizium-Photodioden untersucht, um Aussagen über die Berechenbarkeit ihrer spektralen Empfindlichkeit und damit ihre Eignung als primäre Empfängernormale zu treffen. Hierzu wurden Messanlagen zur hochgenauen Bestimmung der Homogenität und Linearität der spektralen Empfindlichkeit von Photodioden bei Temperaturen bis hinunter zu 78 K und im Vakuum aufgebaut. Ein wesentlicher Bestandteil dieser Anlagen ist eine neu entwickelte, hochstabile Laserstrahlungsquelle, die eine Leistungsstabilität von besser 10^{-5} über mehr als eine Stunde aufweist.

(L. Werner, FB 7.3, lutz.werner@PTB.de)

Untersuchung neuer Primärthermometer im Tieftemperaturbereich

Thermometrie im Tieftemperaturbereich unterhalb von 1 K ist aufwändig und anspruchsvoll. Praktikable Primärthermometer können eine Alternative zu Sekundärthermometern darstellen, die an der Internationalen Temperaturskala PLTS-2000 kalibriert werden müssen. Primärthermometer auf Basis des Coulomb-Blockade Effektes gestatten die direkte Temperaturbestimmung über die Messung der differentiellen Leitfähigkeit an speziellen Anordnungen von Tunnelkontakten. Im Rahmen des EU-Projektes „European Microkelvin Collaboration“ und in Kooperation mit der Helsinki University of Technology wurden neuartige Coulomb-Blockade Thermometer (CBT) in einem weiten Temperaturbereich zwischen 0,008 K und 1 K untersucht und mit der PLTS-2000 verglichen. Erste Ergebnisse zeigen eine gute Übereinstimmung mit der PLTS-2000. Die Messungen gestatten erstmals eine gesicherte Überprüfung von Modellen zur Beschreibung der Elektron-Phonon-Wechselwirkung in den mikrostrukturierten Bauteilen, die bei der Modellierung der CBT angewendet werden.

(J. Engert, FB 7.4, jost.engert@ptb.de)

Präzisionsthermostat für das Boltzmann-Experiment

Für das im Rahmen des Boltzmann-Projektes neu aufzubauende Dielektrizitätskonstanten-Gasthermometer ist eine zuverlässige Temperaturumgebung in einem sehr großen Arbeitsvolumen (Durchmesser 500 mm, Höhe 750 mm) erforderlich. Dazu wurde ein großvolumiger Präzisionsthermostat, in dem die Vakuumkammer des Experimentes montiert werden soll, in Zusammenarbeit mit dem italienischen Staatsinstitut INRiM entwickelt und getestet. Die Größe der Vakuumkammer wird dadurch bestimmt, dass für die Reduzierung des Unsicherheitsbeitrages durch die effektive Kompressibilität bei der Bestimmung der Boltzmann-Konstante je zwei Zylinder- und Kreuzkondensatoren auf einer gemeinsamen Plattform am Wassertripelpunkt isotherm untergebracht werden müssen. Für dieses Arbeitsvolumen konnte die Zielstellung von 1 mK sowohl bezüglich der Temperaturstabilität als auch der Temperaturhomogenität bis zu einem Faktor fünf übertroffen werden.

(T. Zandt, FB 7.4, thorsten.zandt@ptb.de)

Erste Messungen mit dem Dielektrizitätskonstanten-Gasthermometer im Bereich von 22 K bis 36 K

Mit der zweiten Generation des Dielektrizitätskonstanten-Gasthermometers (DCGT) wurde die bisherige thermodynamische Gasthermometer-Skala der PTB um Daten im Temperaturbereich zwischen 22 K und 36 K erweitert. Erstmals wurden an der PTB thermodynamische Temperaturen mit dem DCGT oberhalb von 27 K bestimmt. Dieser Temperaturbereich ist besonders wichtig, da dort bisher weltweit keine ausreichenden Daten vorliegen. Darüber hinaus konnten Werte für die Realgaseigenschaften von Helium-4 gewonnen und diese mit neuen theoretischen Werten verglichen werden. Diese Arbeiten sind der erste Schritt zur Bestimmung der Polarisierbarkeit von Neon im

Vergleich mit Helium-4. Aufgrund seiner höheren Polarisierbarkeit soll darauf aufbauend Neon neben Helium als Messgas zur Bestimmung der Boltzmann-Konstante am Wassertripelpunkt verwendet werden.

(Ch. Gaiser, FB 7.4, christof.gaiser@ptb.de)

Bessere Temperaturfixpunkte durch Zusammenarbeit zwischen PTB und BAM

Der Einfluss von Verunreinigungen auf die Phasenumwandlungstemperatur von Metallen ist der dominierende Unsicherheitsbeitrag bei der Darstellung und Weitergabe der Internationalen Temperaturskala von 1990. In einer Zusammenarbeit mit der Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung (BAM) ist es im Rahmen einer gemeinsamen Dissertation weltweit erstmalig gelungen, eine auf das Internationale Einheitensystem rückgeführte Spurenanalytik in den Fixpunktmaterialien Indium und Zink mit einer bisher nicht erreichten relativen Unsicherheit von nur 30 % aufzubauen. Dies ist eine entscheidende Voraussetzung für die Korrektur von Fixpunkttemperaturen und verringerte Unsicherheiten bei der Fixpunktdarstellung.

(S. Rudtsch, FB 7.4, steffen.rudtsch@ptb.de)

Neuer Chopper-Verstärker für elektrische Präzisionsmessungen

Das Nanovoltmeter N11 der Firma EM Electronics wird aufgrund seines niedrigen Rauschens häufig für elektrische Präzisionsmessungen in der Metrologie verwendet, besitzt aber eine geringe Bandbreite und zeigt störende Umschaltstromspitzen am Eingang. Für die in der PTB neu aufgebaute Kryostromkomparator-Messbrücke zur Widerstandskalibrierung wurde ein verbesserter Verstärker entwickelt, der zukünftig das Nanovoltmeter N11 ersetzen wird. Dieser Verstärker zeichnet sich durch eine deutlich erhöhte Messbandbreite von 300 Hz und einen wesentlich reduzierten Eingangsstörpegel aus. Das Spannungsrauschen ist mit $750 \text{ pV}/\sqrt{\text{Hz}}$ vergleichbar zum kommerziellen Nanovoltmeter, wogegen das Stromrauschen mit $70 \text{ fA}/\sqrt{\text{Hz}}$ deutlich niedriger ist. Die Grenzfrequenz des 1/f-Rauschens liegt unter 10 mHz. Der neue Verstärker soll im Rahmen einer Lizenzvereinbarung von der Firma Magnicon kommerziell vertrieben werden.

(Dietmar Drung, FB 7.5, dietmar.drung@ptb.de)

EU-Vorhaben „European Microkelvin Collaboration“ begonnen

Im April diesen Jahres hat das von der EU im Rahmen des 7. Rahmenprogramms geförderte, vierjährige Vorhaben „European Microkelvin Collaboration“ begonnen, das die in Europa vorhandene Infrastruktur zur Erzeugung und messtechnischen Nutzung ultra-tiefer Temperaturen weiter ausbauen und einer breiten Nutzung zuführen soll. Am Vorhaben sind 12 Projektpartner beteiligt, darunter 3 Partner, die ihre Einrichtungen anderen Nutzern zur Verfügung stellen und eine Spin-off Firma der Helsinki University of Technology. Die PTB Fachbereiche Temperatur sowie Kryo- und Vakuumphysik arbeiten in diesem Vorhaben an der Weiterentwicklung thermometrischer Methoden

für den Bereich ultratiefer Temperaturen und an der Entwicklung neuer Stromsensoren und Verstärker auf der Basis von SQUIDs.

(Thomas Schurig, FB 7.5, thomas.schurig@ptb.de)

Metrologie für die Wirtschaft

Röntgenspektrometrie an Nanostrukturen

Im Rahmen eines gemeinsamen Drittmittelprojektes mit der Bundesanstalt für Materialforschung (BAM) und einem Industriepartner wurde die für die Oberflächenkontaminationskontrolle etablierte Methode der quantitativen Totalreflexionsröntgenfluoreszenz weiterentwickelt, um auch die Analyse von partikelförmigen Kontaminationen zu ermöglichen. Dazu wurden an verschiedenen Strahlrohren der PTB bei BESSY II nanoskalige Strukturen bekannter Dimension bei verschiedenen Einfallswinkeln untersucht. Mit Hilfe gut charakterisierter Vergleichsproben ließen sich die durch die Oberflächenstruktur hervorgerufenen Effekte isolieren und gezielt studieren.

(B. Beckhoff, FB 7.1, burkhard.beckhoff@ptb.de)

Metrologie für die EUV-Lithographie

Die umfangreiche Unterstützung der europäischen Halbleiterindustrie bei der Entwicklung der Lithographie mit Strahlung einer Wellenlänge von 13,5 nm im extremen UV (EUV) wurde fortgesetzt. Insbesondere wurden Kollektorspiegel für eine neue Generation von EUV-Strahlungsquellen, die derzeit größten EUV-optischen Komponenten mit einem Durchmesser von 670 mm, charakterisiert. Mit den neuen Quellen konnte die EUV-Strahlungsleistung deutlich von 20 W auf 75 W erhöht werden.

(F. Scholze, FB 7.2, frank.scholze@ptb.de)

EUV-Photosensoren für die Lithographie

Für den Betrieb einer EUV- Belichtungsmaschine sind eine Vielzahl von optischen Sensoren im Spektralbereich des EUV notwendig zur Prozessüberwachung und Justage. Im Rahmen einer wissenschaftlichen Kooperation mit dem ASML und der TU Delft wurden Prototypen dieser Sensoren mit komplexen Filterschichten zur Einstellung der spektralen Empfindlichkeit bezüglich der Einhaltung dieser Spezifikationen und ihrer Stabilität unter EUV-Bestrahlung charakterisiert.

(F. Scholze, FB 7.2, frank.scholze@ptb.de)

Praktikabler Hochtemperaturofen entwickelt

Im Rahmen eines von der Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschung geförderten ProInno-Projektes wurde mit der KE Technologie GmbH in Stuttgart der Prototyp eines praktikablen Hochtemperaturofens entwickelt. Mit einer maximalen Betriebstemperatur von 3000 K und einem Durchmesser der strahlenden Öffnung von 50 mm ist dieser Ofen flexibel an die Anforderungen in industriellen aber auch wissenschaftlichen Hochtemperaturlaboratorien angepasst. Mit ihm können sowohl die modernen Metall-Kohlenstoff eutektischen Hochtemperaturfixpunkte in die industriennahe Rückführungskette eingebunden, als auch bildgebende Messsysteme für Temperatur- und Strahlung effizienter auf die internationale Temperaturskala zurückgeführt werden.

(K. Anhalt, FB 7.3, klaus.anhalt@ptb.de)

Entwicklung der dynamischen Hochtemperaturemissionsgradmessung gestartet

Gemeinsam mit der Netzsch Gerätebau GmbH ist die Entwicklung einer dynamischen Methode zur Messung thermophysikalischer Materialeigenschaften bei hohen Temperaturen gestartet. Mit dieser Methode soll die Messung und Rückführung wichtiger thermophysikalischer Materialparameter, insbesondere des Emissionsgrades, bei hohen Temperaturen ermöglicht werden. Das Projekt ist auf drei Jahre ausgelegt und soll im letzten Schritt Messungen bei Temperaturen bis über 3000 K ermöglichen.

(S. Krenek, J. Hartmann, FB 7.3, stephan.krenek@ptb.de, juergen.hartmann@ptb.de)

Terahertz Kalibrierung überzeugt auch US-Laserhersteller

Die Strahlungsleistung eines kommerziellen Terahertz-Lasers, dem Herzstück eines neuen Messplatzes zur Bestimmung der spektralen Empfindlichkeit von Detektoren im Terahertz-Spektralgebiet, wurde erstmalig auf das Internationale Einheitensystem rückgeführt. Dies gelang bei 2,5 THz mit einem zuvor am PTB Kryoradiometer, dem Primärnormal für Leistungsmessung elektromagnetischer Strahlung, kalibrierten Transferempfänger. Damit ist dieser THz-Laser, ein Molekülgaslaser des US-Herstellers Coherent Inc., weltweit der erste Laser im praktischen Einsatz, dessen Ausgangsleistung von der PTB zuverlässig nachgewiesen worden ist.

(A. Steiger, FB 7.3, andreas.steiger@PTB.de)

Erfolgreiche nationale Fachtagung TEMPERATUR 2009

Am 24. und 25. Juni 2009 wurde die Tagung TEMPERATUR 2009 im Hermann-von-Helmholtz-Bau der PTB in Berlin ausgerichtet. Die TEMPERATUR hat sich im deutschsprachigen Raum als die wichtigste nationale Tagung zu Verfahren und Geräten der Temperatur- und Gasfeuchtemessung etabliert; sie wurde nach 1998, 2003 und 2006 zum vierten Mal in Folge an der PTB durchgeführt. Die große Zahl von 145 Teilnehmern mit über 50 % Beteiligung aus kleinen und mittelständigen Unternehmen zeigt die Aktualität der Fragestellungen. Schwerpunkte der Tagung waren diesmal

bildgebende Temperaturmessung und Emissionsgrad sowie Dünnschichtwiderstandsthermometer und der Einsatz von Fixpunkten in industriellen Kalibrierlaboratorien.

(S. Rudtsch, FB 7.4, steffen.rudtsch@ptb.de, J. Hollandt, FB 7.3, joerg.hollandt@ptb.de)

Ringvergleich mit Blockkalibratoren

Blockkalibratoren sind wichtige Messgeräte für in situ Temperaturkalibrierungen in der Industrie. Ein 2008/2009 durchgeführter DKD-Ringvergleich mit 17 DKD-Laboratorien bestätigte erstmals die breite Anwendbarkeit der DKD-Richtlinie DKD-R 5-4. Die Pilotlaborfunktion übernahm die PTB. Die Vergleichstemperaturen reichten von -24 °C bis zu 600 °C. Die Bestimmung wichtiger Eigenschaften der Blockkalibratoren gemäß der DKD-Richtlinie und die Vergleichsergebnisse selbst bestätigten die akkreditierten Messunsicherheiten in den DKD-Kalibrierlaboratorien, wiesen deren Kompetenz nach und sind eine wichtige Grundlage zur Verringerung von Messunsicherheiten.

(H.-G. Behnke, FB 7.4, heinz-guenther.behnke@ptb.de)

Neuentwurf IEC 60584 – Aufnahme der Typ A Thermoelement-Kennlinie

Die vom Komitee SC65B der IEC vorgeschlagene Aufnahme der Kennlinie für Typ A Thermoelemente auf Basis der russischen Norm GOST R 8.585-2001 in die Neufassung der Norm IEC 60584 erforderte internationale Vergleichsmessungen, an denen die PTB beteiligt war. Ein von der Firma Obninsk Thermoelectric Company Ltd. bereitgestelltes Typ A Thermoelement mit Saphirschutzrohr wurde bezüglich der thermoelektrischen Stabilität und Homogenität untersucht und an Fixpunkten der ITS-90 sowie an eutektischen Metall-Kohlenstoff Fixpunkten kalibriert. Die in der PTB und beim russischen Partner erzielten Ergebnisse stimmten im Temperaturbereich zwischen 1000 °C und 1850 °C innerhalb einer Unsicherheit von $\pm 0,5\%$ mit der GOST-Kennlinie überein. Um eine Entscheidung über die Aufnahme der Kennlinie in die neue Norm IEC 60584 zu treffen, sollen die Resultate der anderen Teilnehmer im nächsten Jahr auf einem Workshop präsentiert werden.

(F. Edler, FB 7.4, frank.edler@ptb.de)

Materialkompatibilitätsuntersuchungen im Hochtemperaturbereich

Viele Anwendungen von Thermoelementen erfordern eine Ausdehnung des Temperaturbereichs. Dazu wurden in einer Argonatmosphäre bei Temperaturen zwischen 1750 °C und 1850 °C in einem Hochtemperaturofen Alterungstests von Aluminiumoxid-Rohren mit unterschiedlichen Oxidkeramik-Beschichtungen im Kontakt mit Kohlenstoff durchgeführt. Ziel war es, durch die aufgetragenen Schutzschichten Reduktionsreaktionen des Aluminiumoxids zu vermeiden. Es zeigte sich, dass keine der untersuchten Schichten eine thermische und chemische Beständigkeit aufwies, um einen Reduktionsschutz zu gewährleisten. Die gemessene elektrische Leitfähigkeit der Oberflächen der beschichteten Rohre zeigte, dass ZrO₂ und Aluminiumtitanat-Schichten jeweils zu ihren elementaren

Metallen reduziert wurden, während Cr₂O₃ Schichten nach den Alterungstests mechanisch vollständig zerstört waren. Weitere Untersuchungen nicht-oxidischer Beschichtungen sind geplant.

(F. Edler, FB 7.4, frank.edler@ptb.de)

Messung thermischer Energie in Kraftwerken.

Die Messung thermischer Energie ist wesentlich für die Steuerung von Kraftwerken. Gegenwärtig weisen die dabei verwendeten Durchfluss-Sensoren aufgrund mangelnder Kalibriermöglichkeiten Messunsicherheiten im Prozentbereich auf. Daher investiert die PTB in eine Messanlage, mit der Durchfluss-Sensoren bei Durchflüssen mit Medientemperaturen bis 230 °C untersucht werden können, um gemeinsam mit den vorhandenen Messmöglichkeiten, mit deren Hilfe Sensoren auch bei großen Durchflüssen bis 2000 m³/h charakterisiert werden können, eine Methode der Rückführung für in Kraftwerken eingesetzten Durchfluss-Sensoren zu entwickeln. Ziel ist es, die Messunsicherheit der Sensoren unter Prozessbedingungen festzustellen und auf diese Weise das bisherige suboptimale Regelungsverhalten von Kraftwerken zu verbessern. Aktuelle Studien gehen davon aus, dass so der Wirkungsgrad der Kraftwerke um rd. 2 % gesteigert werden kann.

(T. Lederer, FB 7.6, thomas.lederer@PTB.de)

Erste Ergebnisse bei der laseroptischen Durchflussmessung mit Ganzfeldverfahren

Die laseroptische Durchflussmessung für den Einsatz in Heizkraftwerken und in Fernwärmeübergabestationen wurde in den vergangenen Jahren mit Erfolg vorangetrieben. Messprinzip hierbei ist, den Volumenstrom durch die direkte Integration des gemessenen Geschwindigkeitsprofils der Rohrströmung zu ermitteln. Die zugrunde gelegte Messmethode war dabei die Laser-Doppler-Velocimetry. Ein Nachteil dieses Verfahrens ist die lange Messzeit von einigen Stunden, da das Geschwindigkeitsprofil Punkt für Punkt abgetastet werden muss. Aktuelle Versuche mit einem laseroptischen Ganzfeldmessverfahren, der Particle-Image-Velocimetry, zeigten viel versprechende Ergebnisse: Das Geschwindigkeitsprofil kann innerhalb weniger Minuten aufgenommen werden und die Messunsicherheit für die Bestimmung des Volumenstroms liegt nach bisherigen Erkenntnissen bei ungefähr 1%.

(T. Lederer, FB 7.6, thomas.lederer@PTB.de)

Internationale Angelegenheiten

Erster bilateraler Vergleich der Röntgenlaserradiometrie

Am neuen EUV-Freie-Elektronen-Laser (EUV-FEL) des japanischen Beschleunigerzentrums *Spring8* wurde ein bilateraler Detektorvergleich zwischen der PTB und dem *National Institute of Advanced Industrial Science and Technology* (AIST, Japan) durchgeführt. Der Nachweis der Laserstrahlung mit Wellenlängen zwischen 50 nm und 60 nm erfolgte mit Hilfe eines elektrisch kalibrierten

Kryoradiometers des AIST und mit einem Gas-Monitor-Detektor (GMD). Der GMD ist eine gemeinsame Entwicklung der PTB, des Deutschen Elektronen-Synchrotrons (DESY) in Hamburg und des Ioffe-Instituts St. Petersburg und wurde zuvor an der *Metrology Light Source* (MLS) der PTB mit Synchrotronstrahlung ebenfalls gegen ein Kryoradiometer kalibriert. Das Ergebnis des Vergleichs - eine Übereinstimmung innerhalb von 3 % bei einer kombinierten relativen Standardmessunsicherheit von 4 % - bedeutet eine Validierung der Photonendiagnostik am weltweit ersten EUV-FEL *FLASH* in Hamburg, die auf GMDs basiert und in den letzten Jahren im Rahmen der PTB-DESY-Ioffe-Kooperation entwickelt wurde.

(M. Richter, FB 7.1, mathias.richter@ptb.de)

Abschluss des CCPR-Pilotvergleichs für spektrale Empfindlichkeit im EUV

Der von der PTB geleitete CCPR-Pilotvergleich zur spektralen Empfindlichkeit im Spektralbereich von 11,5 nm bis 20 nm (EUV) zwischen dem NIST, dem NMIJ und der PTB wurde erfolgreich abgeschlossen und damit die internationale Vergleichbarkeit der Messungen der spektralen Empfindlichkeit im Spektralbereich des EUV durch alle in diesem Bereich tätigen NMIs sichergestellt. Auf dieser Grundlage wurde vom CCPR die Durchführung eines Schlüsselvergleichs (CCPR K2.d) für den Spektralbereich 10 nm bis 200 nm ab 2019 beschlossen.

(F. Scholze, FB 7.2, frank.scholze@ptb.de)

PTB Skala der spektralen Empfindlichkeit wird international

Im Rahmen dreier Kooperationsvereinbarungen mit den nationalen Metrologieinstituten aus Frankreich, Russland und China stellt die PTB kalibrierte Strahlungsempfänger mit der Skala der spektralen Empfindlichkeit im Wellenlängenbereich von 400 nm bis 1000 nm zur Verfügung. Mit diesen Empfängern wird es den genannten nationalen Metrologieinstituten ermöglicht, eine auf die PTB zurückgeführte absolute Kalibrierung der spektralen Empfindlichkeit von Filterradiometern durchzuführen. Damit können diese Institute kurzfristig thermodynamische Temperaturmessungen, z.B. zur Bestimmung der Schmelzpunkte von Metall-Kohlenstoff Eutektika, durchführen.

(L. Werner, J. Hartmann, FB 7.3, lutz.werner@ptb.de, juergen.hartmann@ptb.de)

Arbeitsgruppe des Internationalen Komitees für Thermometrie untersucht den Stand der Messung thermodynamischer Temperaturen

Nach der Neudefinition des Kelvin werden Temperaturmessungen in einigen Temperaturbereichen zunehmend mit so genannten Primärthermometern durchgeführt werden, die direkt thermodynamische Temperaturen bestimmen. Für diese Thermometer ist keine Kalibrierung an der Temperaturskala ITS-90 erforderlich. Zur Gewährleistung der Einheitlichkeit des Messwesens sind daher die Differenzen zwischen den thermodynamisch bestimmten und den nach der ITS-90 gemessenen Temperaturen festzustellen. Eine Arbeitsgruppe des Internationalen Komitees für Thermometrie (CCT WG4) hat

dazu unter der Leitung der PTB alle verfügbaren Daten der letzten 30 Jahre kritisch bewertet und eine Empfehlung für diese Differenzen mit fundierten Unsicherheitsangaben herausgegeben.

(J. Fischer, FB 7.4, joachim.fischer@ptb.de)

Vierter Internationaler Workshop zur Bestimmung der Boltzmann-Konstante

In der Tradition der vorangegangenen Workshops zum Boltzmann-Projekt, die 2005 und 2006 in der PTB und 2008 am LNE-INM/CNAM in Paris stattfanden, lud in diesem Jahr das INRiM in Turin zum vierten Workshop ein. In 22 Fachvorträgen wurden die Fortschritte bei der Präzisionsbestimmung der Boltzmann-Konstante mit unterschiedlichen Methoden einschließlich der Dielektrizitätskonstanten-Gasthermometrie in der PTB vorgestellt. Im Hinblick auf die Neudefinition der Basiseinheit Kelvin über die Festlegung des Wertes der Boltzmann-Konstante stand die Aufstellung fundierter Unsicherheitsbudgets für die genauesten Methoden im Mittelpunkt, um die notwendigen Voraussetzungen für die Bewertung der Ergebnisse durch CODATA zu schaffen. Hierbei wurden wichtige Erkenntnisse über die zu erwartenden Leistungsgrenzen herausgearbeitet. Im Anschluss an den Workshop wurde für das internationale, von der EU im 7. Rahmenprogramm in erheblichem Umfang geförderte iMERA-Plus Boltzmann-Projekt Halbzeitbilanz gezogen. Die Fortschritte wurden auch in einer Arbeitsgruppe des Internationalen Komitees für Thermometrie (CCT TG-SI) diskutiert. Bisher zeichnet sich ab, dass alle beteiligten Methoden Ende 2010 hochwertige Ergebnisse liefern werden, jedoch reichen die Unsicherheiten für die Neudefinition des Kelvin noch nicht aus.

(J. Fischer, Ch. Gaiser, FB 7.4, christof.gaiser@ptb.de)