



FRIEDRICH-SCHILLER-  
UNIVERSITÄT  
JENA

Ausarbeitung zum Versuch

# Festkörpereigenschaften bei tiefen Temperaturen

Martin Beyer und Vanessa Huth

Abgabe: 30. September 2020

Betreuer: Matthias Thürk

Bewertung und Ausarbeitung:

Protokollführung und Form:

Ergebnisse, Auswertung und Interpretation:

Bemerkungen und Hinweise des Betreuers:

## Inhaltsverzeichnis

<b>1 Aufgabenstellung</b>	<b>3</b>
1.1 Aufbau geeigneter Tieftemperaturmesstechnik . . . . .	3
1.2 Temperaturabhängiger Widerstandes eines Halbleiters . . . . .	3
1.3 Abkühlverhalten von Proben in kryogenen Flüssigkeiten . . . . .	3
1.4 Temperaturabhängigkeit der molaren Wärmekapazität fester Stoffe bei kryogenen Temperaturen . . . . .	3
<b>2 Grundlagen</b>	<b>4</b>
2.1 Eigenschaften von Halbleitern . . . . .	4
2.2 Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstandes . . . . .	5
2.3 Spezifische Wärmekapazität . . . . .	6
2.4 Erzeugung tiefer Temperaturen . . . . .	7
2.5 Bestimmung der Wärmekapazität . . . . .	10
2.5.1 Vermessen der Abkühlkurve . . . . .	10
2.5.2 Dual-Slope-Verfahren . . . . .	10
<b>3 Ergebnisse und Diskussion</b>	<b>11</b>
3.1 Wahl der geeigneten Tieftemperaturmesstechnik . . . . .	11
3.2 Bandlückenbestimmung eines dotierten Halbleiters . . . . .	14
3.3 Abkühlverhalten kryogener Flüssigkeiten . . . . .	15
3.3.1 Bestimmung der Wärmeübergangszahl . . . . .	16
3.3.2 Wärmeübergangszahl des Filmsiedens nach der Ähnlichkeitstheorie . . . . .	18
3.4 Bestimmung der molaren Wärmekapazität . . . . .	18
3.4.1 Bestimmung der Wärmekapazität mittels Abkühlkurve . . . . .	18
3.4.2 Bestimmung der Wärmekapazität mittels Dual-Slope-Methode . . . . .	21
<b>4 Zusammenfassung</b>	<b>23</b>

## 1 Aufgabenstellung

### 1.1 Aufbau geeigneter Tieftemperaturmesstechnik

Es werden Widerstandsthermometer Pt100 und Pt1000, sowie Siliziumdioden als Sekundärthermometer verwendet. Es soll die Anfangstemperatur an den Sensoren auf folgende Weisen vermessen werden:

1. Zweileiterschaltung mit Temperaturmessfunktion des Digitalvoltmeters (DVM), einmal ohne und einmal mit Kompensation des Messleitungswiderstandes.
2. Zweileiterschaltung mit Konstantstromquelle und Spannungsmessung mit DVM.
3. Vierleiterschaltung mit Konstantstromquelle und Spannungsmessung mit DVM.

Es werden die Vor- und Nachteile der betrachteten Verfahren diskutiert.

### 1.2 Temperaturabhängiger Widerstandes eines Halbleiters

1. Es wird eine Messschaltung zur Bestimmung des temperaturabhängigen Widerstandes und der Temperatur eines Gold-dotierten Germaniumhalbleiters aufgebaut.
2. Der Abkühlvorgang der Gifford-McMahon Kleinkältemaschine wird aufgenommen.
3. Es erfolgt eine Bestimmung der wirksamen Bandlücke zwischen Akzeptorniveau und Valenzelektronenband aus dem Verlauf von Widerstand über der Temperatur.

Der relative Widerstand wird logarithmisch als Funktion von  $1/T$  aufgetragen und die Wirkung von Dotierungen auf die Halbleitereigenschaften diskutiert.

### 1.3 Abkühlverhalten von Proben in kryogenen Flüssigkeiten

1. Es wird das Abkühlverhalten eines Kupferzyinders mit und ohne thermische Isolation untersucht.
2. Die Abkühlung der beiden Probenkörper in flüssigem Stickstoff wird realisiert.
3. Die Wärmeübergangszahl  $\alpha$  wird für das Blasen- und Filmsieden aus der Energiebilanz des Wärmeübergangs bestimmt.

Es wird die Frage beantwortet, warum die Wärmeübergangszahl  $\alpha$  für den thermisch isolierten Körper nicht bestimmt werden kann. Die ermittelten Werte werden mit bekannten Literaturwerten verglichen.

### 1.4 Temperaturabhängigkeit der molaren Wärmekapazität fester Stoffe bei kryogenen Temperaturen

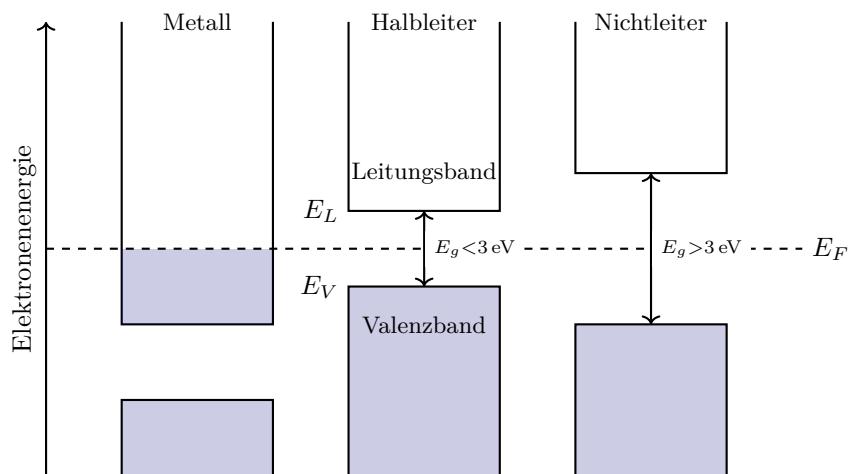
Es wird eine thermische Zyklierung der Probenkörper aus Kupfer und Blei realisiert und die molare Wärmekapazität für jeweils zwei Temperaturbereiche bestimmt.

## 2 Grundlagen

### 2.1 Eigenschaften von Halbleitern

Für einzelne Atome lassen sich mithilfe der SCHRÖDINGER-Gleichung diskrete Energieniveaus für die im Atom befindlichen Elektronen berechnen. Nähern sich zwei Atome einander an, dann verschieben sich die Energieniveaus aufgrund der elektrostatischen Wechselwirkung der vorhandenen Elektronen. Für einen Kristall mit einer Vielzahl an Atomen verschmieren schließlich die Energieniveaus zu sogenannten Energiebändern. Zwischen diesen treten verbotene Zonen elektrischer Zustände der Elektronen auf.

Das höchste, bei  $T = 0\text{ K}$  besetzte Energieband ist das Valenzband und das darüberliegende energiereichere Band wird Leitungsband genannt. Die Energiedifferenz zwischen Leitungsbandunterkante  $E_L$  und Valenzbandoberkante  $E_V$  ist die Bandlücke  $E_g$  und charakterisiert die Eigenschaften des Festkörpers. Je nach Größe der Bandlücke wird zwischen Nicht-, Halbleitern und Leitern (Metallen) unterschieden, wie Abbildung 2.1 zeigt.



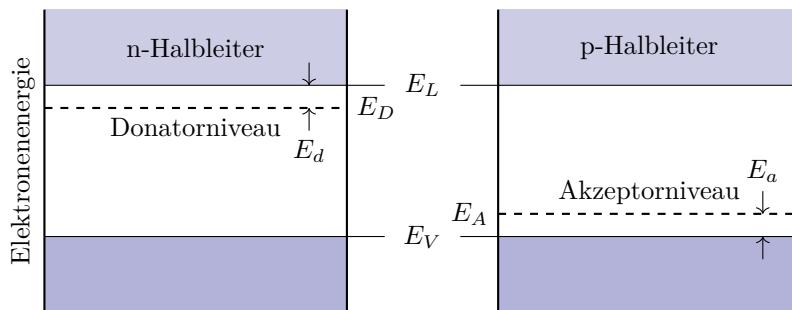
**Abbildung 2.1:** Bandschema von Metallen, Halbleitern und Nichtleitern. In blau sind die bei  $T = 0\text{ K}$  besetzten Zustände dargestellt.

Eine endliche Leitfähigkeit von Halbleitern kann erreicht werden, indem Elektronen die nötige Energie zugeführt wird, um die Bandlücke zu überwinden. Dies kann durch thermische Anregung  $E_{\text{th}} = k_B T$  geschehen, was bei Zimmertemperatur 25 meV entspricht. Dies reicht nicht aus, um Eigenleitung im typischen Halbleiter zu erzeugen.

Im realen Halbleiter treten immer Verunreinigungen durch Fremdatome auf, die die Leitfähigkeit erhöhen. Oft wird dieser Effekt gezielt durch das Einbringen von Dotieratomen genutzt. Das Dotieratom verdrängt dabei ein Atom aus dem Kristallgitter. Es lässt sich zwischen zwei Arten unterscheiden:

1. p-Dotierung: Ein Atom mit weniger Valenzelektronen wird eingebracht. Es entsteht ein Elektronenloch, was durch benachbarte Elektronen besetzt werden kann und einen Stromfluss erzeugt.
2. n-Dotierung: Ein Atom mit mehr Valenzelektronen wird eingebracht. Das zusätzliche Elektron ist schwächer gebunden und kann sich im Halbleiter frei bewegen.

Durch das Einbringen der Dotieratome verschiebt sich das Fermi-Niveau im Halbleiter. Dies zeigt Abbildung 2.2.



**Abbildung 2.2:** Störstellenniveaus im Halbleiter. Der Grundzustand  $E_D$  der Donatoren liegt knapp unterhalb der Leitungsbandskante. Die Ionisierungsenergie der Elektronen beträgt  $E_d$ . Der Grundzustand der Akzeptoren befindet sich knapp oberhalb der Valenzbandskante. Die Ionisierungsenergie der Löcher ist  $E_a$ . Abbildung nach [4].

## 2.2 Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstandes

Für das Verständnis der elektrischen Eigenschaften und Widerstände im Festkörper ist das im vorherigen Abschnitt eingeführte Bändermodell notwendig. Im Halbleiter kann die Elektronendichte im Leitungsband  $n$  mithilfe einer FERMI-DIRAC-Verteilung beschrieben werden. Für Elektronenenergien  $E > 2k_B T$  kann dies durch eine MAXWELL-BOLTZMANN Verteilung genähert werden. Die Besetzungswhrscheinlichkeit ergibt sich dann zu [7]

$$n = n_0 \exp\left(-\frac{\Delta E}{k_B T}\right), \quad (2.1)$$

wobei  $\Delta E$  die Größe der Energielücke angibt, die für dotierte Halbleiter  $E_d$  oder  $E_a$  (siehe Abbildung 2.2) ist. Für eine konstante Elektronenmobilität  $\mu$  folgt für die elektrische Leitfähigkeit nach dem OHM'schen Gesetz [7]

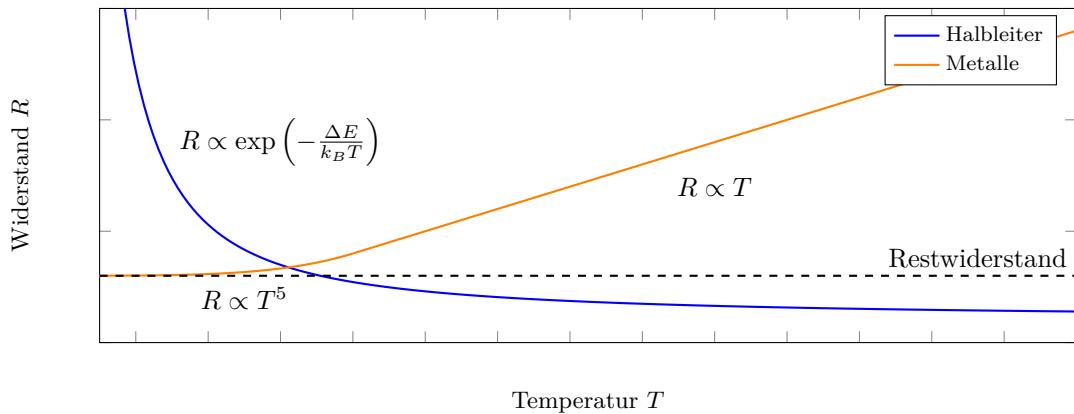
$$\sigma = \frac{j}{E} = n \cdot \mu \cdot e = \sigma_0 \exp\left(-\frac{\Delta E}{k_B T}\right). \quad (2.2)$$

Mit der Beziehung  $\sigma = 1/\rho \propto 1/R$  folgt

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_0} \exp\left(-\frac{\Delta E}{k_B T}\right) \Rightarrow \ln\left(\frac{R_0}{R}\right) = -\frac{\Delta E}{k_B} \frac{1}{T}. \quad (2.3)$$

Aus dem linearen Fit des Anstieges  $-\Delta E/k_B$  lässt sich die Bandlücke ablesen. Im Praktikum werden zur Messung Widerstandsthermometer wie Pt100 bzw. Pt1000 verwendet, welche bei  $T = 273\text{ K}$  einen Widerstand von  $100\Omega$  bzw.  $1000\Omega$  besitzen. Die Temperaturabhängigkeit dieser Stoffe ist genau dokumentiert. Somit lässt sich unter Voraussetzung, dass sich Thermometer und Probe im thermischen Gleichgewicht befinden, die Energielücke  $\Delta E$  im Halbleiter bestimmen.

In Metallen ist das Verhalten des Widerstands  $R$  anders. Für hohe Temperaturen wird der Elektronenfluss durch Streuung an Phononen verhindert, dessen Einfluss proportional zur Temperatur verläuft. Für tiefe Temperaturen dominiert die Streuung der Elektronen an Defekten im Metall, insgesamt ergibt sich eine  $T^5$ -Proportionalität. Für den Grenzfall  $T \rightarrow 0$  tritt nach der MATTHIESEN'schen Regel ein *Restwiderstand* auf, da die Streuung an Defekten temperaturunabhängig ist [4]. Der Restwiderstand unterscheidet Metalle von Supraleitern. Die Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstands für verschiedene Festkörper zeigt Abbildung 2.3.



**Abbildung 2.3:** Schematische Darstellung der Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstands für Metalle und Halbleiter.

### 2.3 Spezifische Wärmekapazität

Die spezifische Wärme wird in Festkörpern durch thermisch angeregte Phononen bestimmt. Im Experiment wird die spezifische Wärmekapazität bei konstantem Druck  $C_P$  gemessen, zur theoretischen Beschreibung eignet sich jedoch die Wärmekapazität bei konstantem Volumen

$$C_V = \left( \frac{\partial U}{\partial T} \right)_V. \quad (2.4)$$

Beide Größen können mithilfe der Kenntnis des linearen Ausdehnungskoeffizienten  $\alpha$  und der Kompressibilität  $\kappa$  in einander überführen

$$C_P - C_V = 9\alpha^2 \frac{VT}{\kappa}. \quad (2.5)$$

Im Gegensatz zu Gasen unterscheiden sich  $C_P$  und  $C_V$  in Festkörpern nur gering [4].

Die klassische Betrachtungsweise geht von  $3N$ -Schwingungsfreiheitsgraden der Atome im Festkörper aus, wodurch sich die innere Energie ergibt zu  $U = 3Nk_B T$ . Damit folgt für die spezifische Wärme

$$C_V = 3Nk_B \approx 25 \frac{\text{J}}{\text{mol K}}, \quad \text{Dulong-Petit-Gesetz.} \quad (2.6)$$

Dieser konstante Wert aller Festkörper gilt jedoch nur für hohe Temperaturen. Experimentell zeigt sich nämlich, dass für  $T \rightarrow 0$  die spezifische Wärme verschwindet  $C_V \rightarrow 0$ .

Die beobachtete starke Abnahme der spezifischen Wärmekapazität wurde 1907 von EINSTEIN erklärt. Er nahm an, dass die Atome als ungetaktete, harmonische Oszillatoren mit einheitlicher Eigenfrequenz  $\Omega$  aufgefasst werden können. Mithilfe der BOLTZMANN-Verteilung lässt sich die innere Energie der Oszillatoren berechnen, woraus für die spezifische Wärme folgt [1].

$$C_V = 3R \frac{\Theta^2}{T^2} \frac{\exp(\frac{\Theta}{T})}{\exp(\frac{\Theta}{T} - 1)^2}, \quad \Theta = \frac{\hbar\Omega}{k_B}. \quad (2.7)$$

Für hohe Temperaturen liefert diese Beziehung wieder das DULON-PETIT-Gesetz. Im Grenzfall kleiner Temperaturen zeigt sich trotzdem noch eine Abweichung von den experimentellen Ergebnissen. Es gilt

$$k_B T \ll \hbar\Omega \Rightarrow C_V \propto \frac{1}{T^2} \exp\left(-\frac{\Theta}{T}\right). \quad (2.8)$$

Der Verlauf der Wärmekapazität weicht von der beobachteten  $T^3$ -Proportionalität der Experimente ab.

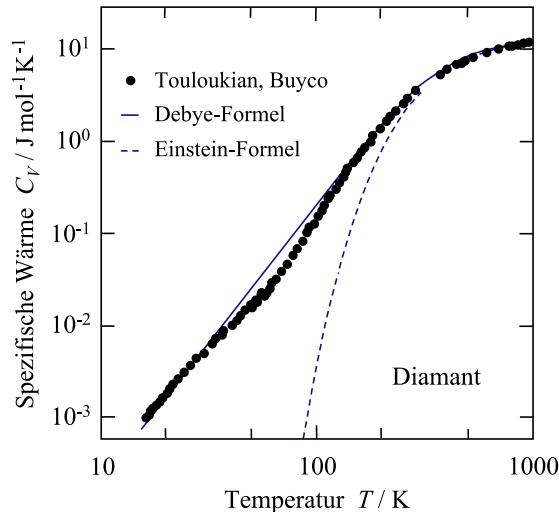
Mit der Einführung der Zustandsdichte und der BOSE-EINSTEIN-Verteilung konnte DEBYE einen Ausdruck für die innere Energie herleiten, woraus sich ein Integral für die spezifische Wärmekapazität ergibt

$$C_V = 9R \left( \frac{1}{\Theta_D} \right)^3 \int_0^{\Theta/T} \frac{\left( \frac{\hbar\Omega}{k_B T} \right)^2 \exp\left( \frac{\hbar\Omega}{k_B T} \right)}{(\exp\left( \frac{\hbar\Omega}{k_B T} \right) - 1)^2} \Omega^2 d\Omega \quad (2.9)$$

mit der DEBYE-Temperatur  $\Theta_D$ . Für kleine Temperaturen folgt daraus

$$C_V = \frac{12\pi^4}{5} R \left( \frac{T}{\Theta_D} \right)^3, \quad (2.10)$$

was mit den experimentellen Messungen der spezifischen Wärme für Festkörper übereinstimmt. Ein Vergleich der experimentellen Werte mit der Theorie von DEBYE und EINSTEIN zeigt Abbildung 2.4



**Abbildung 2.4:** Spezifische Wärme von Diamant in logarithmischer Darstellung [4]. (Messwerte: Y.S. Touloukian, Thermophysical properties of Matter, Band V)

## 2.4 Erzeugung tiefer Temperaturen

Zur Erzeugung kryogener Temperaturen im Labor werden Kleinkältemaschinen oder tiefstiedende Gase in Kryostaten verwendet. Beides findet im Versuch Anwendung, wobei als Kältemaschine die Gifford-McMahon Kältemaschine zum Einsatz kommt, deren Funktionsprinzip im Folgenden erläutert wird.

**Gifford-McMahon-Verfahren** Das Gifford McMahon Verfahren ist ein Prozess regenerativer Wärmeübertragung. Charakteristisch für diese Art von Kältemaschinen ist der Aufbau, der in Abbildung 2.5 dargestellt ist, bestehend aus einem Verdränger, einem Regenerator, einem kalten und einem warmen Arbeitsraum.

Das Schlüsselement ist der Regenerator, der ein Wärmespeicher mit großer Wärmekapazität und großer Wärmeübertragungsfläche ist und den warmen und kalten Arbeitsraum miteinander verbindet. An ihm liegt im Betriebszustand ein Temperaturgefälle  $T_W - T_C$  vor. Bewegt sich der Verdränger nach unten, strömt das Gas über den Regenerator, wo es sich abkühlt, in

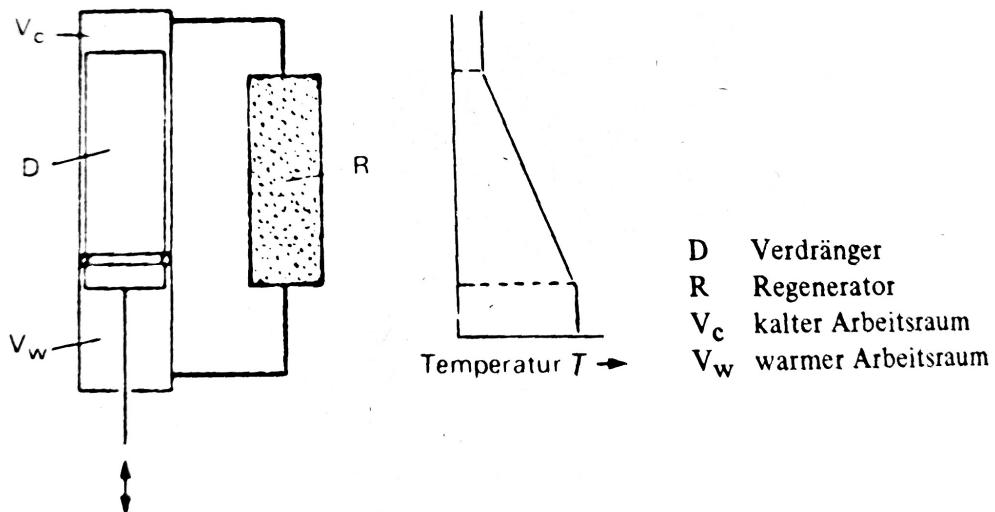


Abbildung 2.5: Schema eines Kälteprozesses mit regenerativer Wärmeübertragung [3].

den kalten Arbeitsraum. Durch die Abkühlung fällt der Druck im isochoren System. Wird der Verdränger nun aufwärts bewegt, wird das kalte Gas erneut über den Regenerator, wo es sich nun aufwärmst, in den warmen Arbeitsraum gedrückt. Durch die Erwärmung steigt der Druck. Es lässt sich zeigen, dass in diesem System  $\dot{Q} = 0$  gilt. Um  $\dot{Q} \neq 0$  zu erreichen, bedarf es der Aufbringung von Arbeit in Form von Druckvariationen, die gegenüber den Variationen der Verdrängerposition eine geeignete Phasenverschiebung  $\phi \neq 0$  oder  $\pi$  haben [3].

Je nach Realisierung dieser Druckänderung werden drei Prozesse unterschieden: der Stirling-Prozess, der Vuilleumier-Prozess sowie der Gifford-McMahon-Prozess. Beim Gifford-McMahon-Prozess wird die Druckvariation durch einen Kompressor erreicht. Dieser ist abwechselnd mit dessen Hoch- bzw. Niederdruckseite mit dem System verbunden und sorgt dabei für Druckvariationen durch die Variation des Gasinhaltes des Systems, wie in Abbildung 2.6 zu sehen ist.

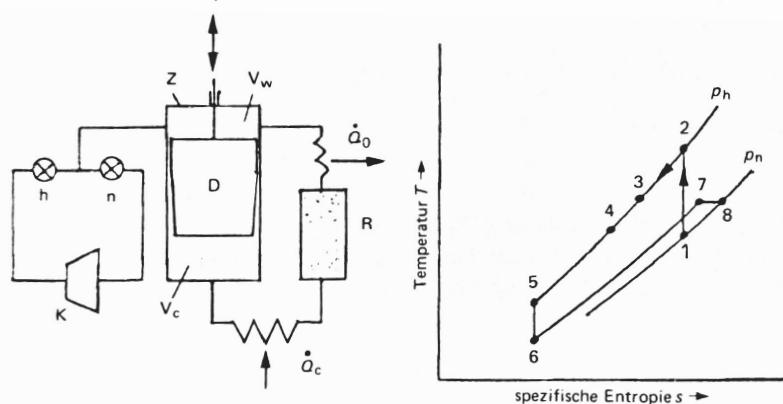


Bild 7-28. Gifford-McMahon-Prozeß, schematisch, und  $T, s$ -Diagramm.

Z Gehäuse  
D Verdränger  
 $V_w$  warmer Arbeitsraum  
 $V_c$  kalter Arbeitsraum

R Regenerator  
K Kompressor  
h Ventil auf der Hochdruckseite  
n Ventil auf der Niederdruckseite

Abbildung 2.6: Schema eines Gifford-McMahon Prozesses [3].

Wird beim Niederdruck  $p_n$  sowie einem in unterer Totpunktage befindlichen Verdränger gestartet, ergibt sich der in Abbildung 2.6 dargestellte Zyklus.

Über das Ventil auf der Hochdruckseite strömt Gas in den Arbeitsraum, wo es auf ein Druckgefälle trifft, und durch das nachfolgende Gas adiabatisch komprimiert wird, weshalb es zu einer Temperaturerhöhung kommt. Das Druckgefälle baut sich mit der Zeit ab, weshalb das später nachströmende Gas nicht mehr so stark erwärmt wird. Es kommt zu einer Durchmischung der Temperaturen, weshalb sich die anfängliche Temperatur im Laufe der Zeit noch absenkt (Zustand zwischen 3 und 4). Wird der Verdränger anschließend in die obere Totpunktage bewegt, strömt das Gas vom warmen in den kalten Arbeitsraum über den Regenerator, wo es abkühlt. Außerdem nimmt zunächst der Druck ab, weshalb weiteres Gas nachströmen kann und sich so die Temperatur am warmen Regeneratorende wieder auf  $T_3$  erhöht. Nun wird die Niederdruckseite des Kompressors angeschlossen. Als Folge strömt das Gas aus dem Regenerator aus, was zu einer Entspannung des Gases führt. Dabei schiebt das Gas das ausströmende Gas vor sich her, verrichtet damit Arbeit und kühlt sich selbst ab (Zustand 6). Das Äquivalent dieser Arbeit wird dem zu kühlenden Objekt entzogen. Anschließend kommt es noch zum Auslassen des Gases, wo der Verdränger wieder in die Ausgangslage zurückkehrt und dabei das Gas aus dem kalten in den warmen Arbeitsraum strömt, sich dabei über den Regenerator wieder erwärmt und durch das Druckgefälle in den Leitungen isenthalp entspannt.

**Sieden von kryogenen Flüssigkeiten** Wenn die Temperatur der wärmeabgebenden Oberfläche höher ist als die Siedetemperatur der Flüssigkeit bei dem herrschenden Druck, kommt es zum Sieden der Flüssigkeit. Dabei treten, je nach Temperaturdifferenz zwischen der wärmeabgebenden Oberfläche und der Flüssigkeit im Sättigungszustand, unterschiedliche Arten des Siedens auf. Bei geringer Temperaturdifferenz tritt Sieden durch die Entstehung von Keimen im Volumen, das sogenannte Blasensieden, auf. Bei größerer Temperaturdifferenz kommt es zum Filmsieden. Dazwischen tritt bei der Wärmestromdichte ein charakteristisches Übergangsgebiet auf. Zu sehen ist die Wärmestromdichte in Abhängigkeit der Temperaturdifferenz mit den unterschiedlichen Arten des Siedens in 2.7.

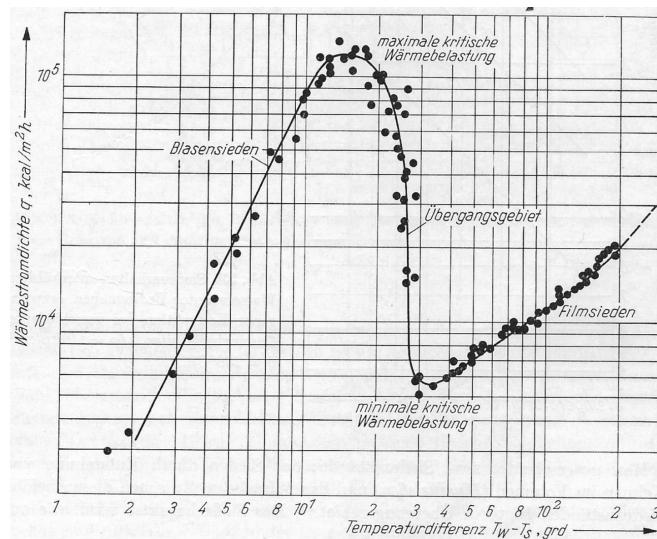


Abbildung 2.7: Verschiedene Siedezustände am Beispiel von Stickstoff [2].

Letztere bestimmt wesentlich die Abkühlgeschwindigkeit der Probe und wird durch die Wärmeübergangszahl  $\alpha$  charakterisiert. Für diese gilt der Zusammenhang

$$\dot{Q} = \alpha \cdot A \cdot \Delta T, \quad \dot{q} = \alpha \Delta T \quad (2.11)$$

Über jenen kann die Wärmestromdichte aus der Messung des Temperatur-Zeit-Verlaufs sowie dem ersten Hauptsatz der Thermodynamik ermittelt werden.

## 2.5 Bestimmung der Wärmekapazität

### 2.5.1 Vermessen der Abkühlkurve

Zur Bestimmung der Wärmekapazität wird eine Analogie zwischen Wärme- und Stromfluss herangezogen. Der Temperaturdifferenz zwischen Probenblock und Kaltkopf  $\Delta T$  entspricht der Potentialdifferenz  $\Delta U$ , das Analogon des durch die Probenheizung verursachten Wärmestroms  $\dot{Q}$  ist der Strom, die Probe dient als Wärmespeicher, was der Funktion eines Kondensators entspricht und die Probenhalterung, über die die Wärme abfließen kann, entspricht den thermischen Widerständen  $R_{th}$ . In dieser Analogie entspricht der Abkühlprozess dem Entladen eines Kondensators und kann deshalb (kühlst die Probe ohne angelegte Heizleistung ab) beschrieben werden durch

$$\Delta T = \Delta T_0 \exp\left(-\frac{t}{C \cdot R_{th}}\right) \quad \text{bzw.} \quad \ln \Delta T = \ln \Delta T_0 - \frac{1}{C \cdot R_{th}} t \quad (2.12)$$

bzw. wenn eine konstante Heizleistung angelegt wird, die dem Abkühlen entgegen wirkt, ausgedrückt werden durch

$$\Delta T - T_A = \Delta T_0 \exp\left(-\frac{t}{C \cdot R_{th}}\right) \quad \text{bzw.} \quad \ln \Delta T - T_A = \ln \Delta T_0 - \frac{1}{C \cdot R_{th}} t \quad (2.13)$$

So kann durch Plotten des Logarithmus naturalis der Temperaturdifferenz  $\Delta T$  bzw. der Temperaturdifferenz verringert um die Ausgleichstemperatur und Bestimmung des Anstieges mit bekanntem  $R_{th}$  die Wärmekapazität bestimmt werden.

Dabei ergibt sich  $R_{th}$  als

$$R_{th} = \frac{\Delta T_0}{\dot{Q}} \quad (2.14)$$

wobei  $\dot{Q}$  die Heizleistung ist, mit der die Probe beaufschlagt wird und  $T_0$  die Temperatur, die sich nach gewisser Temperatur einstellt.  $R_{th}$  bezieht sich im Experiment immer auf den vor dem Abkühlen eingestellten stabilen Zustand.

### 2.5.2 Dual-Slope-Verfahren

Eine weitere Möglichkeit die Wärmekapazität zu bestimmen, ist das Dual-Slope-Verfahren [6]. Hierbei werden der Heiz- sowie der Kühlvorgang einer Probe betrachtet. Bei der jeweils gleichen Temperatur lassen sich folgende Bilanzen aufstellen

$$C(T)\dot{T}^h(T) = \dot{Q}_{h,1}(T) - \dot{Q}_0(T) + \dot{Q}_P(T) \quad (2.15)$$

$$C(T)\dot{T}^c(T) = \dot{Q}_{h,2}(T) - \dot{Q}_0(T) + \dot{Q}_P(T). \quad (2.16)$$

Hier muss beachtet werden, dass sich im Falle eines Abkühlens ohne Restheizen,  $\dot{Q}_{h,2}$  zu Null ergibt.

Damit ergibt sich für die Wärmekapazität

$$C(T) = \frac{\dot{Q}_{h,1} - \dot{Q}_{h,2}}{\dot{T}_h - \dot{T}_c} \quad (2.17)$$

In der Auswertung kann also ein kleiner Bereich der Temperatur sowohl im Aufheiz-, als auch im Abkühlvorgang betrachtet werden, der so klein ist, dass angenommen werden kann, dass hier der Anstieg, also die Ableitung, einer Konstanten entspricht und damit  $\dot{T}_{h/c}$  berechnet werden.

### 3 Ergebnisse und Diskussion

#### 3.1 Wahl der geeigneten Tieftemperaturmesstechnik

Für die Messung tiefer Temperaturen ist die Wahl eines geeigneten Temperaturmessungsverfahrens wichtig. Im Versuch werden zur Bestimmung der Temperatur Widerstandsthermometer wie Pt100 und Pt1000 verwendet. Dabei handelt es sich um Platinwiderstände, deren Widerstand bei 273 K auf  $100\Omega$  bzw.  $1000\Omega$  liegt. Der Grund, warum Platin verwendet wird, liegt darin, dass es einerseits ein guter Wärmeleiter und ein edles Metall ist und andererseits in besonders reiner Form hergestellt werden kann, da sein Siedepunkt fern von denen anderer Metalle liegt.

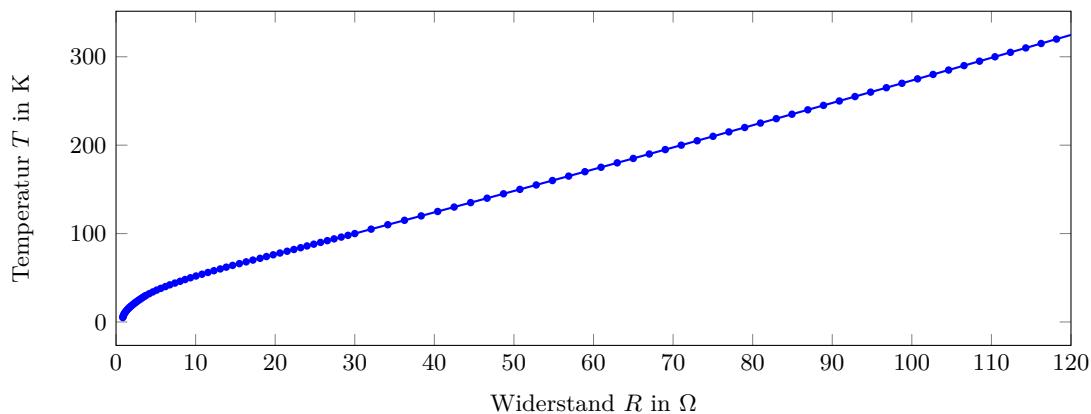
##### Temperaturmessung mit Digitalmultimeter

Zu Beginn wird die Anfangstemperatur an den Platinwiderständen direkt mit der Temperatureinstellung des Digitalvoltmeters (DVM) gemessen, welche in Tabelle 3.1 dargestellt ist.

**Tabelle 3.1:** Temperaturmessung der Raumtemperatur mithilfe von Pt100 und Pt1000 mithilfe eines Digitalmultimeters. Als Vergleich diente die Messung mit einem Quecksilberthermometer mit  $T = (22,5 \pm 0,2)^\circ\text{C}$ .

Widerstand	Kompensation	Temperatur
Pt100	0 $\Omega$	35,1 $^\circ\text{C}$
	4,9 $\Omega$	22,4 $^\circ\text{C}$
Pt1000	0 $\Omega$	23,1 $^\circ\text{C}$
	4,9 $\Omega$	21,9 $^\circ\text{C}$

Es wurde jeweils eine Messung mit und ohne Kompensation des Leitungswiderstandes durchgeführt. Die Kompensation kann als Zahlenwert in das Multimeter eingegeben werden. Die Zuleitungswiderstände führen jeweils zur Hälfte hin und weg vom Platinwiderstand. Es ergab sich für den linken  $R_1 = 5,1\Omega$  und  $R_2 = 4,7\Omega$  für den rechten Zuleitungswiderstand. Für die Kompensation wurde der gemittelte Wert verwendet. Da die Vermessung der Leitungswiderstände für den Pt1000 Widerstand nicht möglich war, wurde hier der gleiche Widerstandswert angenommen. Tabelle 3.1 zeigt deutlich den Unterschied der Platinwiderstände ohne Kompensationsmessung. Für Pt100 ergibt sich ohne Leitungskompensation ein viel zu großer Temperaturwert, während der Zuleitungswiderstand beim Pt1000 ein prozentual geringeren Einfluss hat und das Ergebnis kaum verfälscht.



**Abbildung 3.1:** Widerstandsabhängiger Temperaturverlauf des Pt100.

Im weiteren Verlauf des Versuchs wird zur Temperaturmessung eine Konstantstromquelle verwendet und der temperaturabhängige Widerstand indirekt durch eine Spannungsmessung ermittelt. Zur Umrechnung der Widerstände in eine Temperatur wurden die Kalibrierungsdaten

des Pt100 Sensors der Versuchsanleitung entnommen. Der Temperaturverlauf des Pt100 Sensors ist in Abbildung 3.1 dargestellt. Der Temperaturverlauf wurde zwischen den Literaturdaten interpoliert, damit beliebigen Widerständen im angegeben Bereich eine Temperatur zugeordnet werden kann.

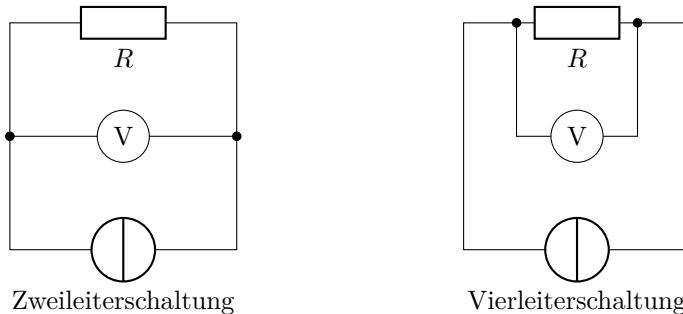
### Zweileiter- und Vierleiterschaltung

Für die Messung wurde eine regelbare Konstantstromquelle verwendet. Die Vermessung des Spannungsabfalls über den Widerstand erfolgt für beide Platinwiderstände jeweils in Zweileiter- und Vierleiterschaltung für drei verschiedene Ströme. Die Ergebnisse sind in Tabelle 3.2 dargestellt.

**Tabelle 3.2:** Bestimmung der Raumtemperatur durch Spannungsmessung mit dem Digitalmultimeter in Zweileiter- und Vierleiterschaltung für verschiedene Ströme.

Widerstand	Schaltung	$I$ [ $\mu\text{A}$ ]	$U$ [mV]	$R$ [ $\Omega$ ]	$T$ [K]	$\vartheta$ [ $^{\circ}\text{C}$ ]
Pt100	Zweileiter	100	11,328	113,33	307,4	34,3
		10	1,130	113,00	306,6	33,4
		5	0,567	113,40	307,6	34,5
	Vierleiter	100	10,862	108,86	295,9	22,8
		10	1,084	108,40	294,7	21,6
		5	0,545	109,00	296,3	23,1
Pt1000	Zweileiter	100	108,621	108,62	295,2	22,1
		10	10,8	108,00	293,7	20,5
		5	5,402	108,04	293,7	20,5

Es zeigt sich auch hier, dass die gemessene Temperatur des Pt100 in Zweileiterschaltung zu groß ist, was durch die endlichen Leitungswiderstände hervorgerufen wird. Wird die Schaltung jedoch als Vierleiterschaltung aufgebaut, kann das Problem der Leitungswiderstände umgangen werden. Einen Vergleich von Zwei- und Vierleiterschaltung zeigt Abbildung 3.2.



**Abbildung 3.2:** Zwei- und Vierleiterschaltung im Vergleich. Da die Abstände von den Messgeräten zu den Temperaturwiderständen in der Regel groß sind, sind Leitungswiderstände nicht vernachlässigbar. Bei der Vierleiterschaltung wird ein zusätzliches Leitungspaar verlegt, welches die Spannung kurz vor und hinter dem Widerstand abgreift. Aufgrund des viel größeren Widerstandes des Voltmeters gegenüber der Stromquelle, fließt in diesem Stromkreis fast kein Strom, was nahezu kein Spannungsabfall über der Leitung ergibt.

Für den Pt1000 Widerstand konnte aufgrund des Aufbaus keine Messung in Vierleiterschaltung durchgeführt werden. Allerdings sind hier die Auswirkungen des Leitungswiderstandes um das zehnfache geringer. Es zeigt sich, dass eine große Temperaturauflösung durch die Wahl eines größeren Stromes erzielt werden kann, da hierbei eine kleinere Spannungsänderung noch durch

das Digitalmultimeter aufgelöst werden kann. Jedoch steigt die Heizleistung  $P = IR^2$  linear mit der Stromstärke an. Für hohe Stromstärken heizt sich der Temperaturfühler auf und gerät mit der zu messenden Probe aus dem thermischen Gleichgewicht. Die Messung wird verfälscht. Zur Bestimmung des optimalen Stroms der Konstantstromquelle wird zunächst eine Überleitung durchgeführt, welche Temperaturauflösung gewünscht ist. Für die Messung wurde eine Auflösung von  $\Delta T = 0,1 \text{ K}$  angepeilt. Ein Vergleich mit den Kalibrierungsdaten zeigt, dass der lineare Anstieg des Widerstandes

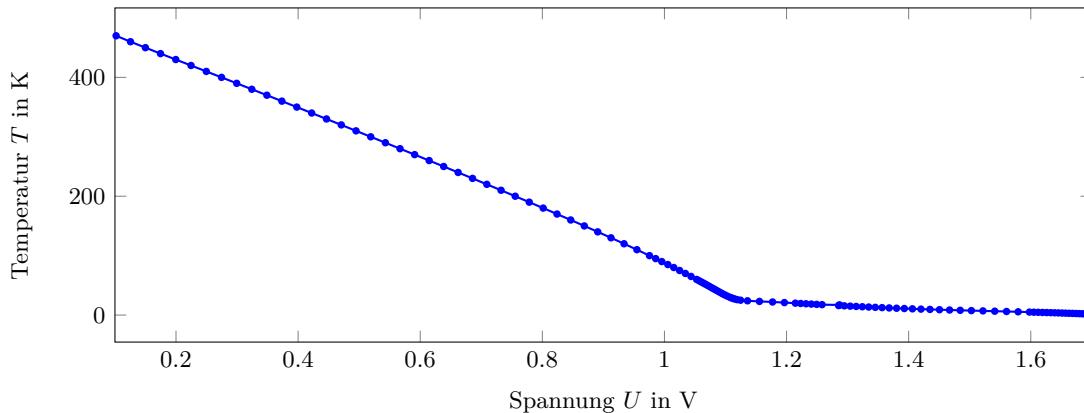
$$\frac{(100, 72 - 98, 76)\Omega}{(275 - 270)\text{K}} = 0,392 \frac{\Omega}{\text{K}} \quad (3.1)$$

entspricht. Für die gewünschte Temperaturauflösung ist somit eine Widerstandsauflösung von  $\Delta R = 0,04 \Omega$  nötig. Mit einer Spannungsauflösung des Multimeters von  $\Delta U = 1 \mu\text{V}$  ergibt sich ein Strom von

$$I = \frac{\Delta U}{\Delta R} = 25 \mu\text{A}. \quad (3.2)$$

### Temperaturmessung mit Siliziumdiode

Zur Messung des temperaturabhängigen Widerstandes einer Siliziumdiode wurde eine separate Gleichstromquelle mit  $I = 10 \mu\text{A}$  verwendet. Die Kalibrierungsdaten der Temperatur als Funktion der Spannung sind in Abbildung 3.3 dargestellt.



**Abbildung 3.3:** Spannungsabhängiger Temperaturverlauf der Siliziumdiode. Es handelt sich um aus der Versuchsanleitung entnommene Kalibrierungsdaten.

Bei der Messung ergaben sich die in Tabelle 3.3 dargestellten Ergebnisse.

**Tabelle 3.3:** Spannungsmessung an einer Siliziumdiode bei Raumtemperatur mithilfe eines Digitalmultimeters mit einer Messgenauigkeit von  $10 \mu\text{V}$ . Als Vergleich diente die Messung mit einem Quecksilberthermometer mit  $T = (22,5 \pm 0,2)^\circ\text{C}$ .

Schaltung	$U$ [mV]	$T$ [K]	$\vartheta$ [ $^\circ\text{C}$ ]
Zweileiter	0,529 18	$295,73 \pm 0,01$	$22,58 \pm 0,01$
Vierleiter	0,529 16	$295,74 \pm 0,01$	$22,59 \pm 0,01$

Es zeigt sich, dass die Messwerte für beide Schaltungstypen beinahe identisch sind, was sich durch den großen Widerstand der Diode erklären lässt. Bei Raumtemperatur beträgt dieser

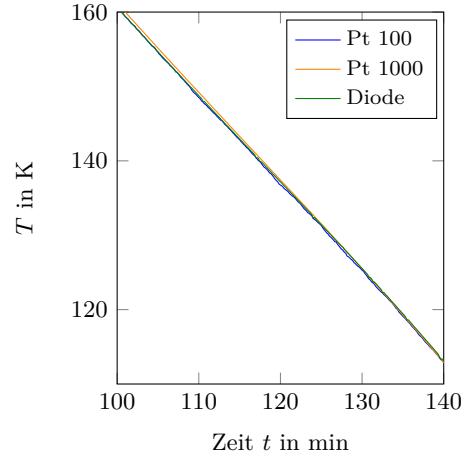
$$R = \frac{U}{I} = \frac{0,529\,18 \text{ V}}{10 \mu\text{A}} = 52,92 \text{ k}\Omega. \quad (3.3)$$

### 3.2 Bandlückenbestimmung eines dotierten Halbleiters

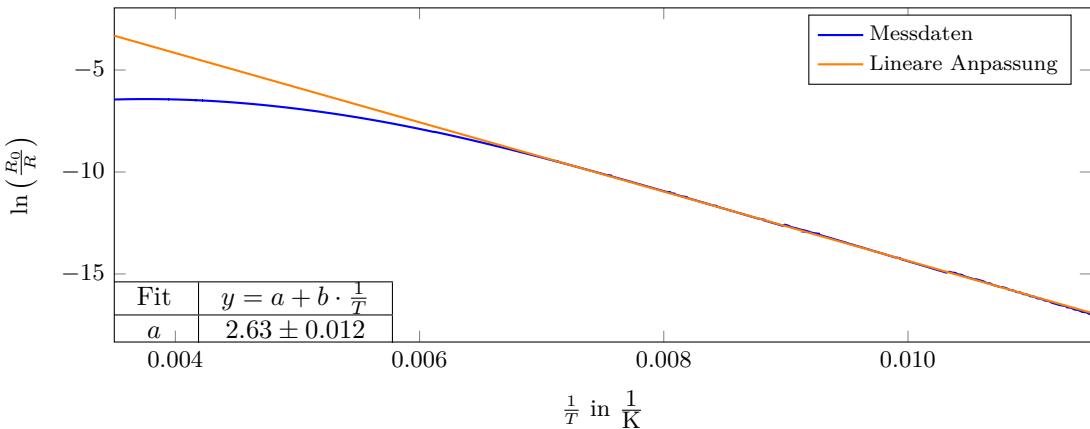
In diesem Versuchsteil wurde der temperaturabhängige Widerstand eines golddotierten Germaniumhalbleiters untersucht. Dieser weist, wie in Abschnitt 2.2 erläutert, eine exponentielle Abhängigkeit von der Temperatur auf. Der Halbleiter wurde in einem Zeitraum von 2,5 h kontinuierlich mithilfe einer Gifford-McMahon Kleinkältemaschine von Zimmertemperatur auf 80 K abgekühlt. Zur Aufzeichnung der Temperatur wurden ein Pt100 Widerstand in Vierleiterschaltung, ein Pt1000 Widerstand in Zweileiterschaltung und eine Siliziumdiode verwendet. Für die Datenauswertung wurde die Diode verwendet, da aufgrund der großen Änderung des Widerstands bei kryogenen Temperaturen die Temperaturbestimmung am genauesten erfolgt. Ein Vergleich der drei Temperaturbestimmungsarten in Abbildung 3.4 zeigt jedoch, dass alle drei Widerstandsthermometer fast identische Temperaturwerte liefern, die sich maximal um  $\pm 1$  K unterscheiden.

Die aufgenommenen Spannungswerte wurden mithilfe der in der Versuchsanleitung [7] gegebenen Kalibrierungstabelle (siehe Abbildung 3.3) in Temperaturen umgerechnet. Als Referenzwiderstand wurde  $R_0 = 1 \Omega$  gewählt.

Die Größe der Bandlücke lässt sich nun mithilfe von Gleichung (2.3) bestimmen. Dafür wird der natürliche Logarithmus  $\ln(R_0/R)$  über die inverse Temperatur  $1/T$  aufgetragen und eine lineare Funktion an die Messdaten angefittet, wie in Abbildung 3.5 dargestellt ist. Es ergibt sich nun für eine lineare Fitfunktion der Form  $y(x) = a + b \cdot x$



**Abb. 3.4:** Temperaturkurven verschiedener Messwiderstände.



**Abbildung 3.5:** Natürlicher Logarithmus des inversen Widerstandes über der inversen Temperatur mit  $R_0 = 1 \Omega$ . Im Bereich tieferer Temperaturen 80 K–150 K wurde eine lineare Anpassung durchgeführt.

$$\ln\left(\frac{R_0}{R}\right) = -\frac{\Delta E}{k_B} \frac{1}{T} \quad \Rightarrow \quad \Delta E = -b \cdot k_B. \quad (3.4)$$

Der lineare Anstieg, kann aus dem Fit abgelesen werden und es ergibt sich

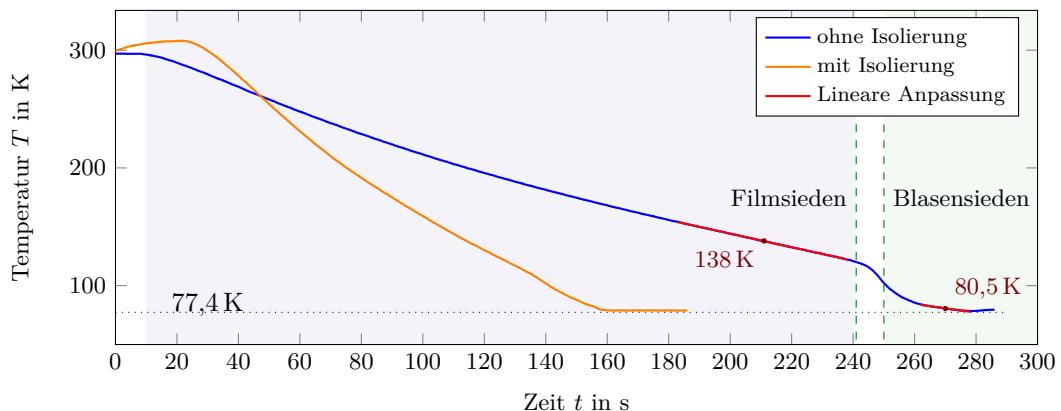
$$\Delta E = -(-1698,3 \pm 1,3) \text{ K} \cdot k_B = (0,1463 \pm 0,0001) \text{ eV}. \quad (3.5)$$

Da die Dotierung des Germaniums nicht genau bekannt ist, kann dieser Wert nicht mit der Literatur verglichen werden. Es lässt sich nur die Abschätzung treffen, dass die Bandlücke des dotierten Halbleiters unterhalb der von reinem Germanium liegt, welche bei  $T = 300\text{ K}$  die Größe  $E_g = 0,66\text{ eV}$  hat [4]. Die ermittelte Bandlücke ist nur ein Fünftel von der des reinen Germaniums. Dies lässt sich dadurch erklären, dass im Mangelhalbleiter das Akzeptorniveau knapp oberhalb des Valenzbandes liegt und Elektronen schon bei geringeren Energien in das Leitungsband gelangen können.

### 3.3 Abkühlverhalten kryogener Flüssigkeiten

Dieser Abschnitt beschäftigt sich mit dem Abkühlverhalten eines Kupferzylinders, welcher in flüssigen Stickstoff getaucht wird. Der zylindrische Probenkörper enthält in der Mitte einen Pt100 Widerstand, der als Temperaturfühler dient. Zur Messung der Temperatur, wird der Pt100 an eine Stromversorgung angeschlossen, bei welcher der Strom so eingestellt wurde, dass der Spannungsabfall über den Widerstand den Wert 10 V nicht übersteigt, weil der Analog-Digital-Wandler zur PC gestützten Aufnahme der Daten nur maximal diese Spannung akzeptiert. Da die Messung bei Raumtemperatur startet, wurde an der Stromquelle ein Wert von  $I = 68,46\text{ mA}$  eingestellt. Das aufgenommene Spannungssignal kann damit in einen Widerstand und anschließend eine Temperatur umgerechnet werden.

Die Abkühlung des Probenkörpers erfolgte auf zwei verschiedene Arten und Weisen. Zunächst wurde der Probenkörper ohne Isolierung in den Stickstoff getaucht und anschließend ein zweiter, identischer Probenkörper mit einer aus Papier bestehenden Isolierung. Die aufgenommenen Temperaturverläufe sind in Abbildung 3.6 dargestellt.



**Abbildung 3.6:** Zeitlicher Temperaturverlauf eines Kupferzylinders beim Eintauchen in flüssigen Stickstoff. Es sind zudem die Bereiche des Film- und Blasensiedens eingezeichnet. Dazwischen liegt ein Übergangsgebiet mit einer stark ansteigenden Wärmestromdichte. Für beide Siedevorgänge wurde mithilfe einer linearen Anpassung der Temperaturgradient bestimmt.

Der Temperaturverlauf des Probenkörpers mit Isolierung zeigt, dass der eingestellte Strom zu groß gewählt wurde, weil sich zu Beginn der Datenaufnahme (die Messung beginnt erst bei  $t = 25\text{ s}$ ) die Probe auf über  $300\text{ K}$  erwärmt. Die Platinwiderstand wird also durch den Stromfluss erwärmt und verfälscht die Messung, der qualitative Verlauf bleibt jedoch trotzdem erhalten.

Es zeigt sich, dass sich der Probenkörper mit Isolierschicht schneller abkühlt als der Kupferzylinder ohne Isoliermaterial. Trotz der isolierenden Wirkung des Papiermantels verläuft die Wärmeübertragung schneller. Diese zunächst widersprüchliche erscheinende Beobachtung lässt sich mithilfe des LEIDENFROST'schen Phänomens und dem damit verbundenen Filmsieden erklären. Ohne Papierschicht bildet sich auf der Oberfläche des Kupferzylinders aufgrund des großen Temperaturgefälles ein Gasfilm aus Stickstoff aus, der eine höhere isolierende Wirkung

als das Papier aufweist, weshalb dieser Siedevorgang als Filmsieden bezeichnet wird. Der Wärmeübergangskoeffizient  $\alpha$  liegt beim Filmsieden wesentlich niedriger als beim Blasensieden, wo ein direkter Kontakt der Flüssigkeit besteht, da beim Filmsieden der Wärmetransport hauptsächlich durch Strahlung anstatt durch Konvektion erfolgt. Der Grund, warum sich auf dem Papier kein Gasfilm ausbildet, liegt in der schlechten Wärmeleitfähigkeit des Papiers. Hier ergibt sich zwischen Papierinnenseite und -oberfläche ein großer Temperaturgradient. Die Temperatur auf der Papieroberfläche ist damit gering genug, damit das Filmsieden ausbleibt und direkt das Blasensieden (siehe Abschnitt 2.4) einsetzt.

Experimentell lässt sich der Umschlag zwischen Film- und Blasensieden nach 140 s nach Eintauchen des Probenkörpers beobachten, weil dort eine stark erhöhte Blasenbildung auftritt, da hier die Wärmestromdichte und somit die Menge des verdampften Stickstoffs besonders hoch ist.

Für den Kupferzyylinder mit Papierisolierung lässt sich keine Wärmeübergangszahl bestimmen, da aufgrund des großen Temperaturgradienten keine homogene Temperaturverteilung zustande kommt. Stattdessen finden zwei Wärmeübergänge statt, vom Kupfer zum Papier und anschließend zum Stickstoff.

### 3.3.1 Bestimmung der Wärmeübergangszahl

Zur Bestimmung der Wärmeübergangszahl nach (2.11) muss zunächst die Heizleistung  $\dot{Q}$  bestimmt werden. Diese ergibt sich nach dem ersten Hauptsatz der Thermodynamik zu

$$\dot{Q} = m_{\text{Cu}} C_{\text{Cu}} \frac{dT}{dt}, \quad (3.6)$$

wobei  $C_{\text{Cu}}$  die spezifische Wärmekapazität und  $m_{\text{Cu}}$  die Masse von Kupfer bezeichnen. Der Temperaturgradient lässt sich aus dem Anstieg der Temperaturkurve in Abbildung 3.6 gewinnen durch eine lineare Anpassung. Für das Film- und Blasensieden ergibt sich

$$\frac{dT}{dt} = (-0,3614 \pm 0,0055) \frac{\text{K}}{\text{s}} \quad (\text{Blasensieden}) \quad (3.7)$$

$$\frac{dT}{dt} = (-0,5762 \pm 0,0004) \frac{\text{K}}{\text{s}} \quad (\text{Filmsieden}). \quad (3.8)$$

Die Masse des Kupferzyinders kann mithilfe des Volumens und der Dichte  $\varrho = 8960 \text{ kg/m}^3$  [2] von Kupfer bestimmt werden. Mit einem Durchmesser  $d = (3,00 \pm 0,05) \text{ cm}$  und einer Höhe von  $h = (8,50 \pm 0,05) \text{ cm}$  ergibt sich eine Masse von

$$m = \varrho \cdot V = \varrho \frac{\pi d^2}{4} h = (0,539 \pm 0,018) \text{ kg}. \quad (3.9)$$

Ein Vergleich von (2.11) mit (3.6) ergibt sich

$$\alpha = \frac{\dot{Q}}{A(T_{\text{N}_2} - T_{\text{Cu}})} = \frac{m_{\text{Cu}} C_{\text{Cu}} \frac{dT}{dt}}{A(T_{\text{N}_2} - T_{\text{Cu}})}. \quad (3.10)$$

Die Oberfläche des Zylinders ergibt sich zu  $A = (94,3 \pm 5,3) \text{ cm}^2$ .

Die spezifische Wärmekapazität von Kupfer wurde an einem ausgewählten Punkt jeweils fürs Film- und Blasensieden berechnet (siehe Abbildung 3.6). Dabei wird eine Tabelle aus [2, S.353] für die spezifische Wärme in Abhängigkeit von  $\Theta/T$  genutzt. Die spezifische Wärmekapazität bei den beiden Temperaturen zeigt Tabelle 3.4.

Mithilfe des Siedepunkts von Stickstoff bei  $T_{\text{N}_2} = 77,4 \text{ K}$  ergibt sich für die Wärmeübergangszahl  $\alpha$  nach (3.10)

$$\alpha_{\text{FS,exp.}} = (169 \pm 14) \frac{\text{W}}{\text{m}^2 \text{K}} \quad (3.11)$$

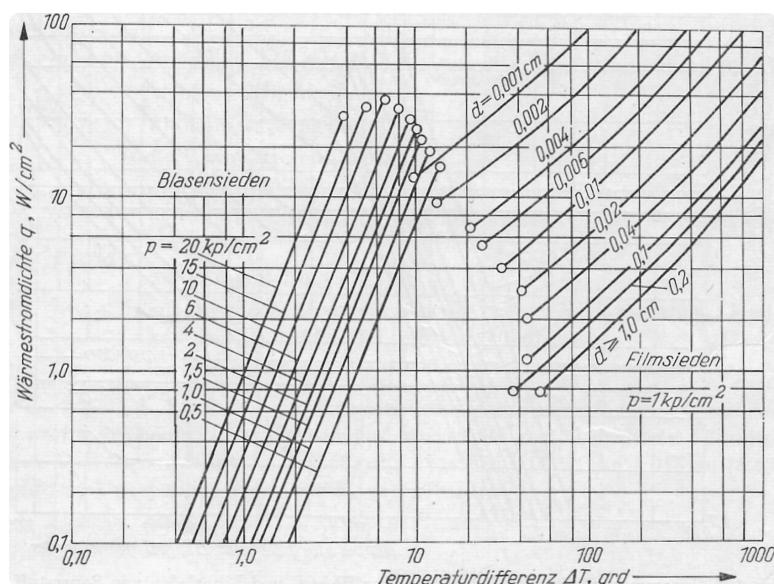
$$\alpha_{\text{BS,exp.}} = (1394 \pm 97) \frac{\text{W}}{\text{m}^2 \text{K}} \quad (3.12)$$

**Tabelle 3.4:** Bestimmung der Wärmekapazität des Kupfers bei verschiedenen Temperaturen. Zur Umrechnung in die masseabhängige Wärmekapazität wurde durch die molare Masse von Kupfer  $M_{\text{Cu}} = 63,55 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$  geteilt.

	$T [\text{K}]$	$C_V [\frac{\text{cal}}{\text{mol K}}]$	$C_V [\frac{\text{J}}{\text{kg K}}]$
Filmsieden	138	4.74	312.1
Blasensieden	80.5	3.18	209.4

Die großen Fehlerbereiche ergeben sich aufgrund der nur recht ungenau bestimmten Masse des Kupferzyinders und der Oberfläche. Weitere mögliche Fehler durch die Wärmekapazität wurden nicht berücksichtigt. Es wurde zudem die Annahme getroffen, dass der Zylinder vollständig aus Kupfer besteht, jedoch befindet sich innerhalb noch der Pt100 Widerstand.

Mit der Literatur [2] lässt sich eine Vergleichsrechnung durchführen. Ein Vergleich mit Abbildung 3.7 ergibt einen Ausdruck für die Wärmestromdichte für das Film- und Blasensieden.



**Abbildung 3.7:** Zusammengefasste Ergebnisse des Blasen- und Filmsiedens von Stickstoff im großen Volumen ( $d$  = Durchmesser des Heizers) [2, S.230].

Für das Filmsieden ergibt sich mit  $d = 3 \text{ cm} > 1 \text{ cm}$  und einer Temperaturdifferenz von  $(60 \pm 1) \text{ K}$  eine Wärmestromdichte von  $\dot{q} = (0,85 \pm 0,05) \text{ W/cm}^2$ . Für das Blasensieden ergibt sich bei Normaldruck<sup>1</sup>  $p \approx 1 \text{ kp/cm}^2$  und einer Temperaturdifferenz von  $(3,0 \pm 0,2) \text{ K}$  eine Wärmestromdichte von  $\dot{q} = (0,30 \pm 0,05) \frac{\text{W}}{\text{cm}^2}$ . Somit lässt sich nach (2.11) die Wärmeübergangszahl schreiben als

$$\alpha_{\text{FS,Theorie}} = (141 \pm 10) \frac{\text{W}}{\text{m}^2 \text{K}} \quad (3.13)$$

$$\alpha_{\text{BS,Theorie}} = (1000 \pm 170) \frac{\text{W}}{\text{m}^2 \text{K}}. \quad (3.14)$$

Es zeigt sich, dass die Fehlerbereich der Messung für das Filmsieden mit der Theorie übereinstimmen, beim Blasensieden jedoch nicht. Dies lässt sich durch die grobe Abschätzung des experimentellen Messfehlers unter Vernachlässigung des Fehlers der Wärmekapazität begründen.

<sup>1</sup>Das Kilopond ist eine veraltete Einheit der Kraft.  $1 \text{ kp} = 9,807 \text{ N}$

### 3.3.2 Wärmeübergangszahl des Filmsiedens nach der Ähnlichkeitstheorie

Die Wärmeübertragung beim Filmsieden erfolgt ebenfalls durch Strahlung. Dabei lässt sich das Filmsieden eines verflüssigten Gases an der äußeren Oberfläche eines horizontalen Zylinders durch folgende Gleichung beschreiben [2]:

$$\frac{\alpha d}{\lambda_m} = 0.62 \left[ \frac{d^3 \varrho_m (\varrho_{fl} - \varrho_m) g \cdot l_d}{\lambda_m \eta_m \Delta T} \left( 1 + 0.4 \frac{c_{p,m} \Delta T}{l_d} \right)^2 \right]^{\frac{1}{4}}. \quad (3.15)$$

Für den Temperaturunterschied wurde  $\Delta T = (138 - 77.4)\text{K} = 60.6\text{ K}$  angenommen. Die weiteren von Stickstoff erforderlichen Größen sind mit der Fallbeschleunigung in Tabelle 3.5 zusammengefasst.

**Tabelle 3.5:** Größen für die Bestimmung der Wärmeübergangszahl. Der Index  $m$  weist darauf hin, dass für die charakteristischen Größen des Gases die mittlere Temperatur  $\frac{1}{2}(T_{Cu} + T_{N_2}) = 107,7\text{ K}$  verwendet wird.

Größe		Wert	Quelle
Dichte von $N_2(g)$	$\varrho_m$	$3,24 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$	[5]
Dichte von $N_2(l)$	$\varrho_{fl}$	$810,6 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$	[5]
Wärmeleitfähigkeit von $N_2(g)$	$\lambda_m$	$10,1 \cdot 10^{-3} \frac{\text{W}}{\text{mK}}$	[5]
Dynamische Viskosität von $N_2(g)$	$\eta_m$	$7,48 \cdot 10^{-6} \frac{\text{kg}}{\text{m s}}$	[5]
Verdampfungswärme $N_2$	$l_d$	$47,073 \frac{\text{cal}}{\text{g}}$	[2]
Fallbeschleunigung	$g$	$9,81 \frac{\text{m}}{\text{s}^2}$	
Spezifische Wärme $N_2(g)$	$c_{p,m}$	$1064 \frac{\text{J}}{\text{kg K}}$	[5]

Werden alle Größe in Gleichung (3.15) eingesetzt, ergibt sich umgestellt nach der Wärmeübergangszahl  $\alpha$

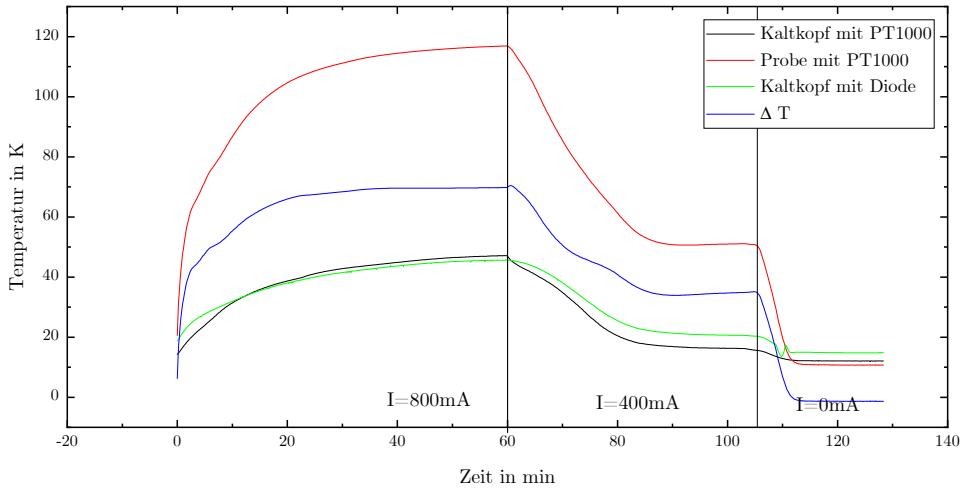
$$\alpha = (92,3 \pm 4,5) \frac{\text{W}}{\text{m}^2 \text{K}}. \quad (3.16)$$

Zur Fehlerabschätzung wurden nur mögliche Fehler der Temperaturmessung  $\Delta T$  und Durchmesserbestimmung beachtet und die Größen in Tabelle 3.5 als fehlerlos angenommen. Es zeigt sich, dass der Messwert für die Übergangszahl des Filmsiedens zwischen den berechneten Werten nach dem Ähnlichkeitsmodell und Abbildung 3.7 liegt. Allerdings lässt sich durch das Modell das reale Experiment nicht vollständig beschreiben, da ebenfalls der Einfluss des Befestigungsstabs vernachlässigt wird und von einem idealen Kupferzylinder ausgegangen wird.

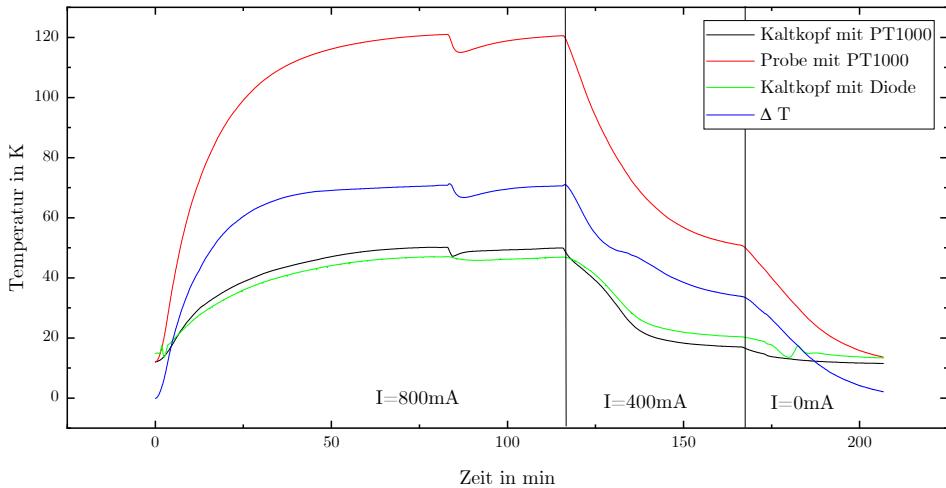
## 3.4 Bestimmung der molaren Wärmekapazität

### 3.4.1 Bestimmung der Wärmekapazität mittels Abkühlkurve

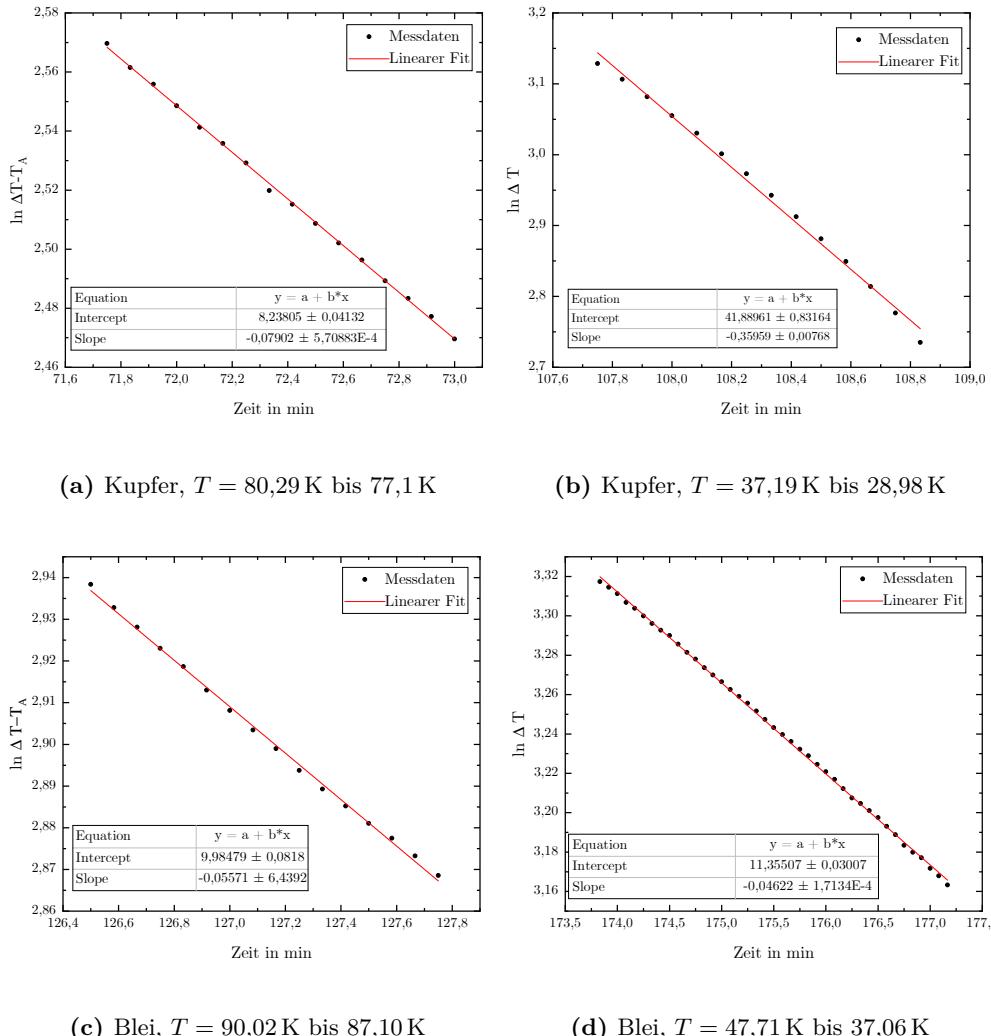
Um mit den Methoden aus Abschnitt 2.5.1 sowie 2.5.2 beschrieben vorgehen zu können, wird eine Aufheizungs- und Abkühlungskurve aufgenommen. Die Probe wird dabei zunächst mit 800 mA geheizt, hat sich hier ein Gleichgewicht eingestellt, wird diese mit 400 mA geheizt und anschließend wird kein Heizen mehr vorgenommen. Die Probe wird mit einem PT1000 in Zweileiterschaltung gemessen. Zusätzlich wird der Kaltkopf als Referenz sowohl mit PT1000 als auch mit Diode gemessen. Dabei wurden jeweils die Widerstände bzw die Spannung gemessen, aus denen dann durch die angegebenen Kalibrierungskurven die Temperaturen gewonnen werden können. Diese Graphen sind für Kupfer und Blei jeweils in Abbildung 3.8 zu sehen. Zusätzlich ist hier noch die Temperaturdifferenz zwischen Probe und Kaltkopf, die wie eingangs disuktiert entscheidend für die Auswertung ist, dargestellt.



(a) Temperaturkurve von Kupfer.

(b) Temperaturkurve von Blei. Zur Zeit  $t = 85$  min wurde kurzzeitig der Strom abgestellt um eine Überprüfung der Leitungswiderstände durchzuführen. Anschließend musste weitere 40 min bis zur Sättigung geheizt werden.**Abbildung 3.8:** Aufheiz- und Abkühlungskurven von Kupfer und Blei. Geheizt wurde in den jeweiligen Abschnitten jeweils mit den angegebenen Strömen.

Aus diesen Kurven wird nun in jedem der zwei letzten Bereiche ein Temperaturausschnitt der Probe betrachtet und in diesem jeweils der logarithmus naturalis der Temperaturdifferenz verringert um die Ausgleichstemperatur ( $\text{Cu}: 35,1 \text{ K}$ ,  $\text{Pb}: 33,8 \text{ K}$ ) für den Bereich 400 mA bzw. der logarithmus naturalis der Differenz im Bereich 0 A über der Zeit geplottet. Dies ist in Abbildung 3.9 dargestellt. Es wird darauf geachtet, jeweils einen Bereich in der Mitte des Abfalls der Probentemperatur auszuwählen, um Randeffekte zu vermeiden, sowie unter Beachtung der Temperaturabhängigkeit der Wärmekapazität nur kleine Temperaturbereiche zu wählen.



**Abbildung 3.9:**  $\ln \Delta T$  bzw.  $\ln (\Delta T - T_A)$  für die beiden unterschiedlichen Proben bei jeweils unterschiedlichen Temperaturbereichen.

Aus den ermittelten Anstiegen kann nach den Überlegungen in Abschnitt 2.5.1 beschrieben, die Wärmekapazität über

$$C = \frac{1}{R_{th} \cdot b} \quad (3.17)$$

wobei  $b$  der jeweilige Anstieg ist, bestimmt werden. Um  $R_{th}$  zu bestimmen, wird  $\dot{Q}$  sowie  $\Delta T_0$  benötigt.  $\Delta T_0$  wird aus dem jeweiligen vorherigen stabilen (Ausgleichs-) Zustand als Differenz zwischen Ausgleichstemperatur der Probe minus Ausgleichstemperatur Kaltkopf bestimmt. Um  $\dot{Q}$  zu bestimmen werden die jeweiligen Widerstände sowie die Zuleitungswiderstände vermessen.  $\dot{Q}$  ergibt sich dann aus

$$\dot{Q} = U \cdot I = (R_{ges} - R_{th}) \cdot I^2 \quad (3.18)$$

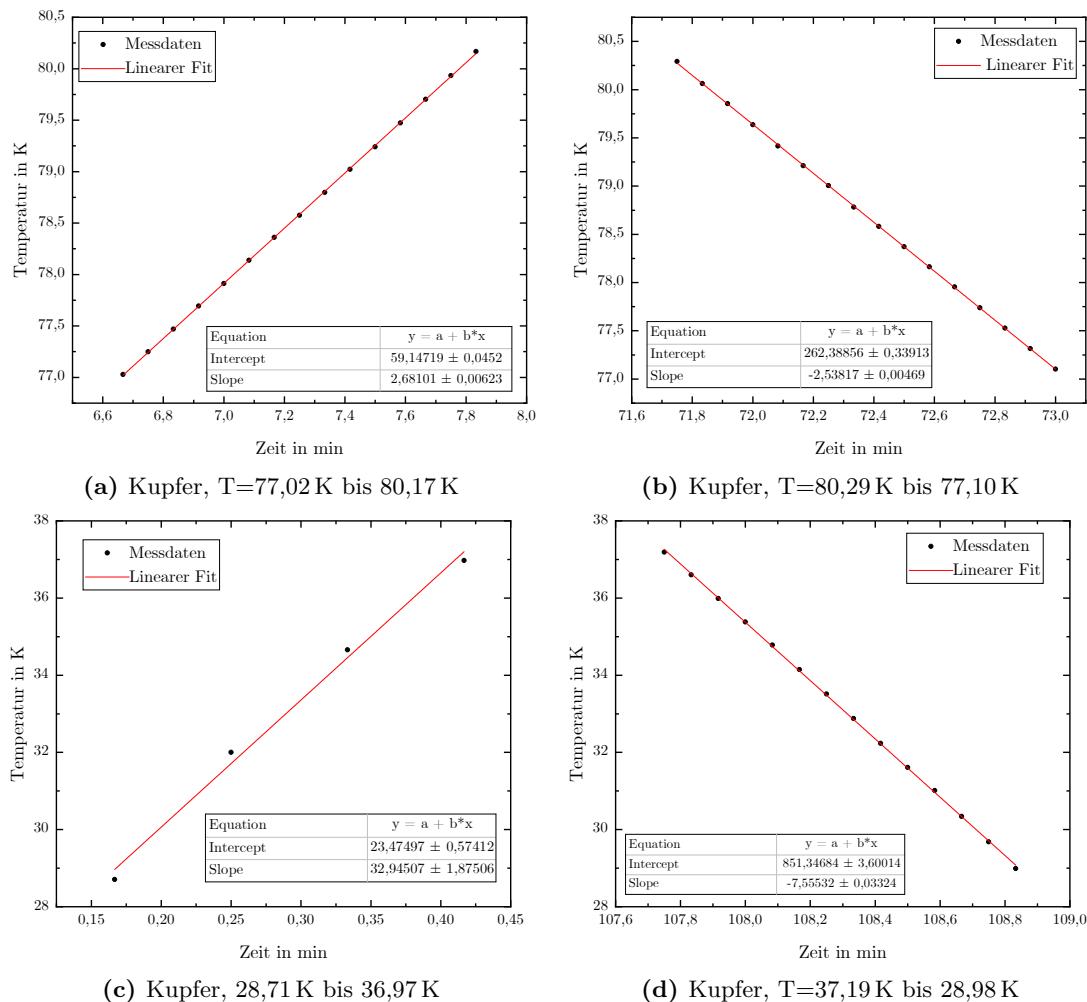
Auch hier wird sich auf den vor der jeweiligen Abkühlung eingestellten Gleichgewichtszustand bezogen. (z. B.  $I = 800\text{ mA}$  zur Berechnung von  $R_{th}$  für den Bereich  $I = 400\text{ mA}$ ) Die sich wie oben beschrieben ergebenden Werte sind in folgender Tabelle 3.6 zusammengefasst.

**Tabelle 3.6:** In der Tabelle werden alle Werte, die zur Berechnung der molaren Wärmekapazität benötigt werden, zusammengefasst. Dabei ist der Anstieg  $b$  bereits in  $\frac{1}{\text{s}}$  umgerechnet.

	Cu 1. Bereich	Cu 2. Bereich	Pb 1. Bereich	Pb 2. Bereich
Temperatur	80,29 K-77,1 K	37,19 K-29,98 K	90,02 K-87,10 K	41,71 K - 37,06 K
Anstieg $b$ in $\frac{1}{\text{s}}$	0,00131	0,00600	0,000929	0,00077
$\dot{Q}$ in W	2,15	0,48	2,15	0,48
$\Delta T_0$ in K	69,8	34,8	70,4	33,7
$R_{th}$ in $\frac{\text{K}}{\text{W}}$	32,4591	72,7425	32,7368	70,4062
$C_v$ in $\frac{\text{J}}{\text{molK}}$	23,39	2,29	32,90	18,44

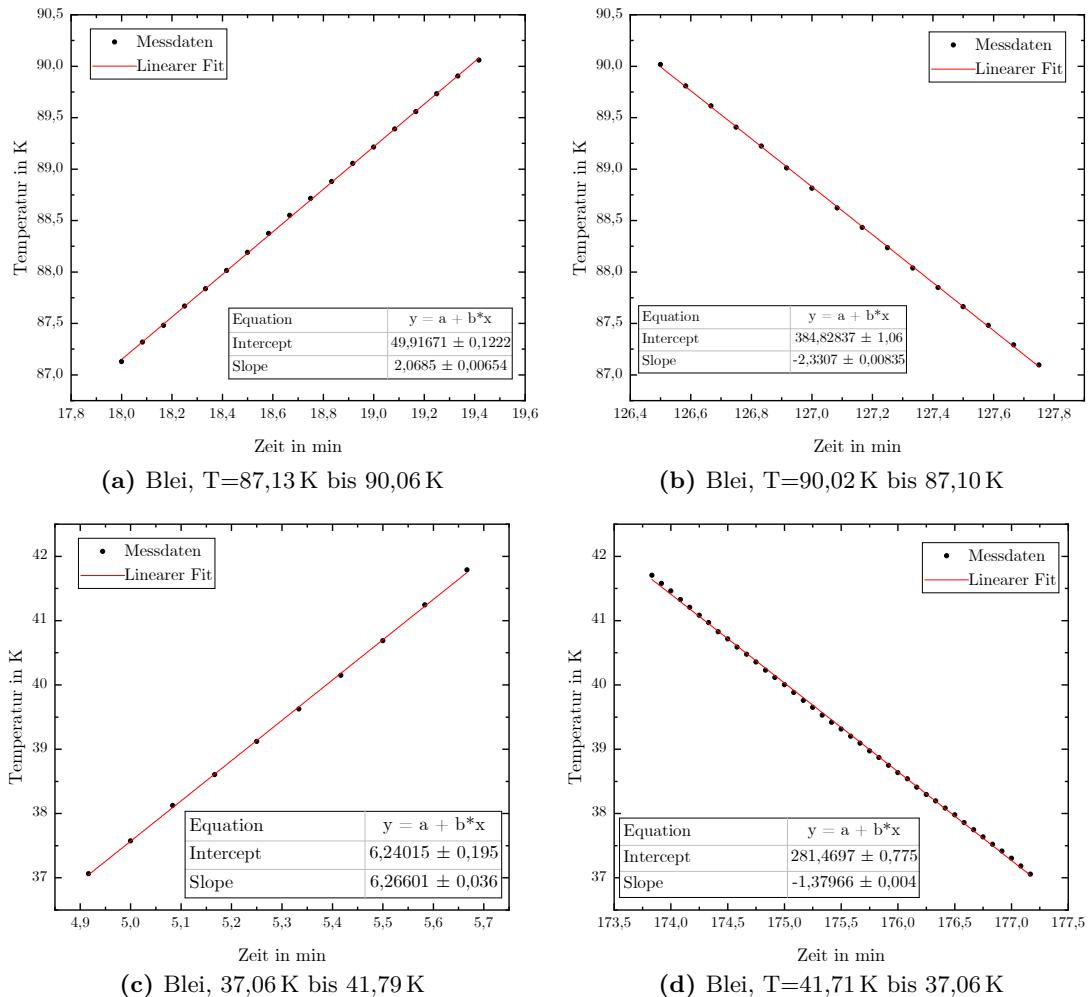
### 3.4.2 Bestimmung der Wärmekapazität mittels Dual-Slope-Methode

Eine andere Methode zur Bestimmung der Wärmekapazität wurde in Abschnitt 2.5.2 beschrieben. Sie beruht auf dem Paper von RIEGEL [6].



**Abbildung 3.10:** Die zur Ermittlung der Wärmekapazität mit Dual-Slope-Methode bestimmten Anstiege der Temperatur für Kupfer.

An der dort vorgestellten Methode muss lediglich berücksichtigt werden, dass im Bereich der 400 mV auch im Kühlbereich weiterhin eine Heizleistung vorliegt. Dieser Umstand ist bei der in Gleichung (2.17) angegebenen Formel bereits berücksichtigt. Für den Bereich der 0 mA wird die zweite Heizleistung auf Null gesetzt. Wird dies beachtet, ist keine weitere Messung für die Bestimmung der Wärmekapazität mit diesem Verfahren im Vergleich zum vorherigen nötig. Zur besseren Vergleichbarkeit der Ergebnisse werden die gleichen Temperaturbereiche betrachtet. Hierfür wird die Heizleistung wie zuvor berechnet und die Änderung der Temperatur durch einen Fit im linearen Bereich errechnet.



**Abbildung 3.11:** Die zur Ermittlung der Wärmekapazität mit Dual-Slope-Methode bestimmten Anstiege der Temperatur für Blei.

Mit den so erhaltenen Werten lässt sich jetzt nach Gleichung (2.17) die Wärmekapazität berechnen. Die dafür nötigen Werte sowie die Ergebnisse sind in Tabelle 3.7 zusammengefasst.

Die ausgerechnete Wärmekapazität entspricht in allen Fällen der molaren Wärmekapazität, da die Probenmenge genau ein Mol betrug.

Vorteile des Dual-Slope-Verfahrens werden an den Ergebnissen für die Wärmekapazität deutlich. Das Dual Slope Verfahren liefert genauere Werte für die Wärmekapazität. Gleichzeitig ist der Aufwand der Messung geringer, da hier kein Referenzsignal des Kaltkopfes benötigt wird, sowie weniger Auswerteaufwand betrieben werden muss. Negativ ist hierbei jedoch anzuführen, dass der Kaltkopf, da er nicht in die Auswertung eingeht, konstant zu halten ist und etwaige Abweichungen nicht berücksichtigt werden. Außerdem wurden in der Auswertung Bereiche aus-

**Tabelle 3.7:** Berechnete Werte für die Wärmekapazität verschiedener Stoffe mit  $n = 1 \text{ mol}$ . Für die Theorieerwerte wurde das Integral (2.9) ausgewertet mit  $\Theta_{\text{Kupfer}} = 310 \text{ K}$  und  $\Theta_{\text{Blei}} = 88 \text{ K}$  nach [2].

	Cu 1. Bereich	Cu 2. Bereich	Pb 1. Bereich	Pb 2. Bereich
Temperaturbereich	77,02 K–80,17 K 80,29 K–77,10 K	28,71 K–36,97 K 37,19 K–28,98 K	87,13 K–90,06 K 90,02 K–87,10 K	37,06 K–41,79 K 41,71 K–37,06 K
$\dot{T}_C$ in $\frac{\text{K}}{\text{s}}$	-0,0423	-0,1259	-0,0388	-0,0230
$\dot{T}_H$ in $\frac{\text{K}}{\text{s}}$	0,0447	0,5491	0,0345	0,1044
$C_v$ in $\frac{\text{J}}{\text{mol K}}$	19,22	3,19	22,80	16,88
Theorie in $\frac{\text{J}}{\text{mol K}}$	12,4–13,0	1,6–3,1	23,7–23,8	19,1–20,2

gewählt, wo der Anstieg der Temperatur einen linearen Verlauf zeigt. Deshalb war es möglich hier auch größere Temperaturbereiche, d. h. also mehr Messpunkte zu berücksichtigen, was zu einem kleineren Fehler führt. In stark nicht linearen Gebieten, wo nur sehr kleine Ausschnitte benutzt werden können, wird das Dual-Slope Verfahren stärker fehleranfällig sein. Ein Vorteil ist jedoch, dass sich hier gut auf kleine Temperaturen bezogen werden kann, was in Anbetracht der Temperaturabhängigkeit der Wärmekapazität einen deutlichen Vorteil darstellt.

## 4 Zusammenfassung

Im Versuch wurden die Grundlagen der Festkörpereigenschaften Leitfähigkeit und spezifische Wärmekapazität bei kryogenen Temperaturen erarbeitet. Es wurden verschiedene Methoden der widerstandsabhängigen Messung mit Platinwiderständen und Dioden charakterisiert und ein geeignetes Temperaturmessverfahren ausgewählt. Dabei ergibt sich ein Vorteil der Vierleitermessung, bei welche auftretende Leitungswiderstände kompensiert werden können. Der Pt1000 Widerstand ist bei möglicherweise auftretenden Leitungswiderständen dem Pt100 vorzuziehen. Bei kryogenen Temperaturen eignet sich insbesondere die Temperaturmessung der Diode, da hier der Widerstand stark temperaturabhängig ist und Veränderungen leichter detektierbar sind.

Mithilfe einer Gifford-McMahon Kleinkältemaschine wurde ein golddotierter Germaniumhalbleiter abgekühlt und die Bandlücke bestimmt. Dabei konnte die Existenz eines in der Nähe des Valenzbandes liegenden Akzeptorniveaus gezeigt werden. Unter Verwendung von flüssigen Stickstoff wurde ein Kupferzyylinder von Raumtemperatur abgekühlt und das zeitliche Verhalten mit und ohne Isolierung gemessen. Dabei konnten die charakteristischen Siedebereiche, das Film- und Blasensieden beobachtet werden, wobei das Filmsieden bei der Umantelung mit Papier nicht auftrat. Für beide Siedebereiche wurde ein Wert für die Wärmeübergangszahl ermittelt, welche sowohl mit Literaturdaten, als auch der Ähnlichkeitstheorie verglichen wurden. Dabei lag der ermittelte Wert zwischen den beiden theoretischen Vergleichswerten.

Über einen Zeitraum von drei Stunden wurden für zwei Proben aus Kupfer und Blei jeweils Aufheizungs- und Abkühlungskurven aufgenommen. Damit konnte die spezifische Wärmekapazität für zwei charakteristische Temperaturbereiche bestimmt werden. Hierfür wurde eine Betrachtung der Heizleistung und des thermischen Widerstandes zur Bestimmung der Wärmekapazität genutzt und ein zweites Verfahren, die Dual-Slope-Methode, angewendet. Für beide Verfahren ergaben sich Werte, die im Bereich der theoretischen Werte nach den Vorhersagen von DEBYE liegen.

## Literatur

- [1] Wolfgang Demtröder. *Experimentalphysik 3: Atome, Moleküle und Festkörper*. Springer-Verlag, 2016.
- [2] W.G. Fastowski. *Kryophysik*. Akademie-Verlag Berlin, 1970.
- [3] Hartmut Frey, René A Haefer, and Franz Xaver Eder. *Tieftemperaturtechnologie*. VDI-Verlag Düsseldorf, 1981.
- [4] Siegfried Hunklinger. *Festkörperphysik*. Oldenbourg Verlag, 2009.
- [5] Wolfram Research, Inc. Wolfram|alpha knowledgebase, 2020.
- [6] S Riegel and G Weber. A dual-slope method for specific heat measurements. *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, 19(10):790, 1986.
- [7] Matthias Thürk. *Festkörpereigenschaften tiefer Temperaturen*. Friedrich-Schiller-Universität Jena, 2017.