

**Fakultät für Physik und Astronomie**  
**Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg**

Bachelorarbeit  
im Studiengang Physik

vorgelegt von  
**Matthäus Krantz**  
aus Halle an der Saale

2011



# Dampfdruckmessungen von Siliziummonoxid

Diese Bachelorarbeit wurde ausgeführt von  
Matthäus Krantz  
am Kirchhoff-Institut für Physik  
unter der Betreuung von  
Frau Prof. Dr. Annemarie Pucci





## Dampfdruckmessungen von Siliziummonoxid

Die Dampfdruckeigenschaften von SiO sind ein wichtiger Bestandteil bei der Erklärung der Planetenentstehung in der Astronomie. Es befindet sich dort in den sog. protoplanetaren Scheiben. Dabei handelt es sich um eine Gasscheibe um einen Stern, aus der sich ein Planetensystem bilden kann. In dieser Arbeit wurde der Gleichgewichtsdampfdruck von Siliziummonoxid bestimmt. Unter Verwendung der Effusionsmethode nach Knudsen wurde dabei in einer UHV-Kammer der Dampfdruck in einem Temperaturbereich von 1100-1600K untersucht. Dazu wurde ein bereits vorhandener Aufbau modifiziert, um eine homogene Temperaturverteilung im Probenmaterial zu gewährleisten. Eine durchgeführte Referenzmessung mit Kupfer produzierte bereits bekannte Literaturwerte, wodurch die gewünschte Funktionsfähigkeit des verwendeten Aufbaus verifiziert wurde. Dadurch war man in der Lage, Dampfdruckmessungen von SiO durchzuführen.

## Studies of the vapour pressure of silicon monoxide

An important part for explaining the creation of planets are the vapor pressure properties of SiO. It is found in the so called protoplanetary discs. These are gas discs surrounding a star which hold the possibility of creating a planetary system. In this thesis, the equilibrium-vaporpressure of siloconmonoxide was determined. Using the Knudsen effusion-Method in an UHV-chamber, the vaporpressure was analyzed in a temperature region of 1100-1600K. For this, an already available Setup has been modified to guarantee a homogenous temperatur spreading inside the sample material. A reference measurement of Copper gave known literature data, whereby the desired functionality of the used setup was verified. Therefore, the vaporpressure measurement of SiO was made possible.



# Inhaltsverzeichnis

|          |  |           |
|----------|--|-----------|
| <b>1</b> | <b>Einleitung</b>                                  | <b>1</b>  |
| <b>2</b> | <b>Theoretische Grundlagen</b>                     | <b>2</b>  |
| 2.1      | Knudsen-Methode . . . . .                          | 2         |
| 2.2      | Clausingfaktor . . . . .                           | 3         |
| 2.3      | Berechnung des Gleichgewichtsdampfdrucks . . . . . | 4         |
| 2.4      | Thermodynamik . . . . .                            | 5         |
| <b>3</b> | <b>Experimentelle Grundlagen</b>                   | <b>7</b>  |
| 3.1      | UHV-Kammer . . . . .                               | 7         |
| 3.2      | Verdampfer . . . . .                               | 8         |
| 3.3      | Knudsenzelle . . . . .                             | 9         |
| 3.4      | Quarzwaage . . . . .                               | 10        |
| 3.5      | Filamentkonstruktion . . . . .                     | 11        |
| 3.6      | Temperatureichung . . . . .                        | 13        |
| <b>4</b> | <b>Ergebnisse</b>                                  | <b>15</b> |
| 4.1      | Dampfdruck von Kupfer . . . . .                    | 15        |
| 4.2      | Dampfdruck von Siliziumoxid . . . . .              | 19        |
| 4.3      | Fehlerbetrachtung . . . . .                        | 23        |
| <b>5</b> | <b>Zusammenfassung</b>                             | <b>24</b> |
|          | <b>Literatur</b>                                   | <b>25</b> |
| <b>6</b> | <b>Anhang</b>                                      | <b>26</b> |
| 6.1      | Bildergalerie . . . . .                            | 26        |
| 6.2      | Temperatureichung . . . . .                        | 27        |

# 1 Einleitung

In der Astronomie spielen Siliziumoxide eine wichtige Rolle. Zum Einen machen sie einen Großteil der interstellaren Masse aus. Sie sind ein wichtiger Bestandteil in protoplanetaren Scheiben, den Gas- und Staubwolken, die sich scheibenförmig um einen Stern sammeln, aus welchen sich dann ein Planetensystem bilden kann. Besonders in der Frühphase sind die Prozesse wie das Verdampfen und Kondensieren relevant, welches in dieser Arbeit untersucht wird. SiO ist dabei eine der am häufigsten vorkommenden Gasarten und man benötigt entsprechende Experimente, um Verdampfung und Kondensation nahe eines Sterns beschreiben zu können.

Bei dieser Arbeit handelt es sich um eine Fortsetzung der Dampfdruckmessungen von Steffen Wetzell [1] und Markus Klevenz [2]. Das Ziel war es zunächst, eine neue Filamentkonstruktion für den Elektronenstoßverdampfer zu bauen, welcher zuvor den Tiegel zu punktuell mit Elektronen beschossen hat, um eine homogene Temperatur im Proben Tiegel zu gewährleisten. Mit der neuen Konstruktion ließen sich dann Literaturdaten von Kupfer reproduzieren, was bisher nicht möglich war. Gleichzeitig hat man damit die gewünschte Funktionsfähigkeit des Aufbaus verifiziert, um im Anschluss den SiO-Gleichgewichtsdampfdruck neu bestimmen zu können.

Desweiteren werden relevante thermodynamische Größen bestimmt und mit Literaturdaten verglichen, was bei Kupfer als weitere Überprüfung der durchgeführten Messungen dient und bei Siliziummonoxid neue Vergleichswerte erzeugt.

## 2 Theoretische Grundlagen

In diesem Abschnitt wird kurz auf die für das Experiment benötigte Theorie eingegangen, wobei sich die Darstellung auf Wesentliches beschränkt. Ausführliche Herleitungen dazu findet man in der Arbeit von M. Klevenz [2], an welche die Darstellungen in diesem Kapitel angelehnt sind, da diese Arbeit eine Fortsetzung der dort durchgeführten Dampfdruckmessungen ist.

### 2.1 Knudsen-Methode

Bei einer Knudsenzelle, welche in Abb. 1 dargestellt ist, handelt es sich um einen kleinen Behälter, der aus einem thermisch stabilen Material besteht. Bringt man die Zelle auf eine Temperatur  $T$ , so wird sich mit der Zeit ein thermodynamisches Gleichgewicht zwischen der flüssigen bzw. festen Phase und der Gasphase des Probematerials einstellen. Die Anzahl der kondensierenden und verdampfenden Teilchen ist also im Idealfall identisch (siehe Abb. 3b):

$$N_{\text{cond}} = N_{\text{vap}} \quad (2.1)$$

Der dabei entstehende Druck wird Gleichgewichtsdampfdruck genannt und diesen gilt es zu bestimmen. Der Behälter im Experiment hat eine kleine Öffnung im Deckel (siehe Abb. 1) mit Fläche  $A_0$ . Durch diese Öffnung verlassen Teilchen den Tiegel und man erhält einen Massenverlust. Misst man diesen und verwendet die Deckelöffnung als effektive Probenoberfläche, so lässt sich aus der kinetischen Gastheorie der Gleichgewichtsdampfdruck berechnen. Zusätzlich benötigt man noch weitere Korrekturen [2, 1], welche den Massenverlust auch berücksichtigen. Ebenso stellt der Tiegel mit seiner Öffnung einen Widerstand dar und man muss von der Tiegelinnenwand reflektierte Teilchen in Betracht ziehen[1]. Damit erhält man folgende Formel für den Gleichgewichtsdampfdruck :

$$p_{eq} = \left[ 1 + \frac{W_0 A_0}{A} \left( \frac{1}{\alpha} + \frac{1}{W_A} - 2 \right) \right] \frac{1}{A_0 W_0} \frac{dm}{dt} \sqrt{\frac{2\pi k_B T}{m}} \quad (2.2)$$

$$= \left[ 1 + \frac{W_0 A_0}{A} \left( \frac{1}{\alpha} + \frac{1}{W_A} - 2 \right) \right] p_{\text{meas}} \quad (2.3)$$

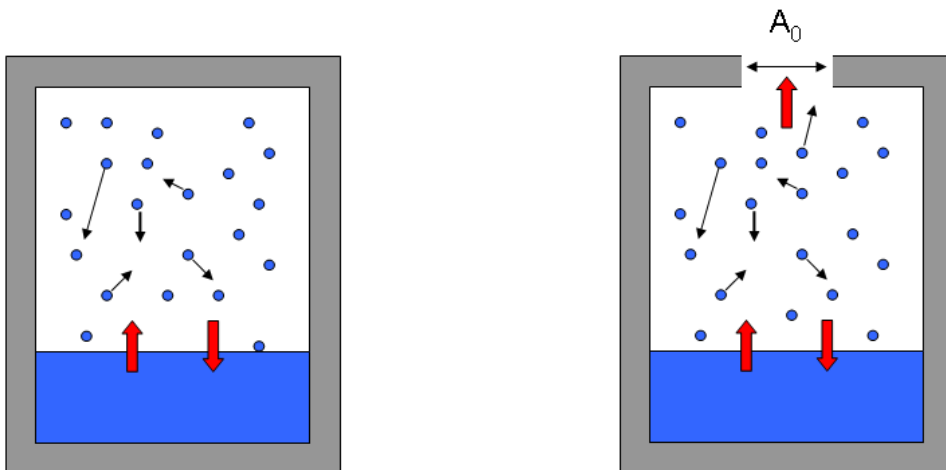


Abb. 1: links : Ideale Knudsenzelle, rechts : Verwendete Knudsenzelle mit Öffnung der Fläche  $A_0$  (Quelle:[1])

Dabei ist  $A$  die Probenoberfläche,  $W_0$  und  $W_A$  die Clausingfaktoren von Deckel und Tiegel, auf die später noch eingegangen wird (siehe Abschnitt 2.2).  $\alpha$  ist der materialspezifische Verdampfungskoeffizient, welcher zusammen mit  $p_{eq}$ , die Unbekannten der Gleichung bilden. Macht man mehrere Messungen mit verschiedenen Größen der Deckelöffnung, so lässt sich dieser durch ein lineares Gleichungssystem bestimmen.  $\frac{dm}{dt}$  ist die Massenänderung im Tiegel,  $T$  dessen Temperatur im Inneren und  $m$  die Masse der Gasteilchen.

## 2.2 Clausingfaktor

Die Wahrscheinlichkeit, dass ein Teilchen, welches von einem Gefäß in eine Röhre eindringt, diese auch durchquert, ist durch den Clausingfaktor  $W$  gegeben. Tiegel und Deckelöffnung stellen gerade solch eine Röhre da. Deren Durchquerung ist nicht automatisch der Fall, denn sie können an die Tiegelwand stoßen und zurück gestreut werden. Die Theorie dazu wurde 1932 von Clausing [3] hergeleitet. Das bedeutet, dass dieser Faktor von der Geometrie des verwendeten Tiegels abhängt und für jede Form neu berechnet werden muss, was in Abb. 2b verdeutlicht wird. Ebenso muss beachtet werden, dass sich durch die Art der Öffnung auch das Profil des Teilchenstrahls aus der Knudsenzelle verändert, was den gemessenen Massenbruchteil verändert. Ein dickerer Deckel, also eine längere Röhre, sorgt dafür, dass der Strahl stärker kollimiert wird. Die Theorie dazu wurde ebenfalls von Clausing [3] hergeleitet. Dies wird besonders wichtig, wenn die Ausrichtung des Tiegels nicht exakt ist und der Focus des

Teilchenstrahls nicht auf der Quarzwaage liegt. Ebenso kann man die Quarzwaage, auf die später noch eingegangen wird, nicht beliebig groß machen und man somit automatisch nur einen Bruchteil des tatsächlich verdampften Materials wiegt (siehe Abb. 2a). Für die Herleitung der benötigten Formeln zur Berechnung des Clausingfaktors, welche vom verwendeten MatLab-Programm durchgeführt wird, siehe [2].

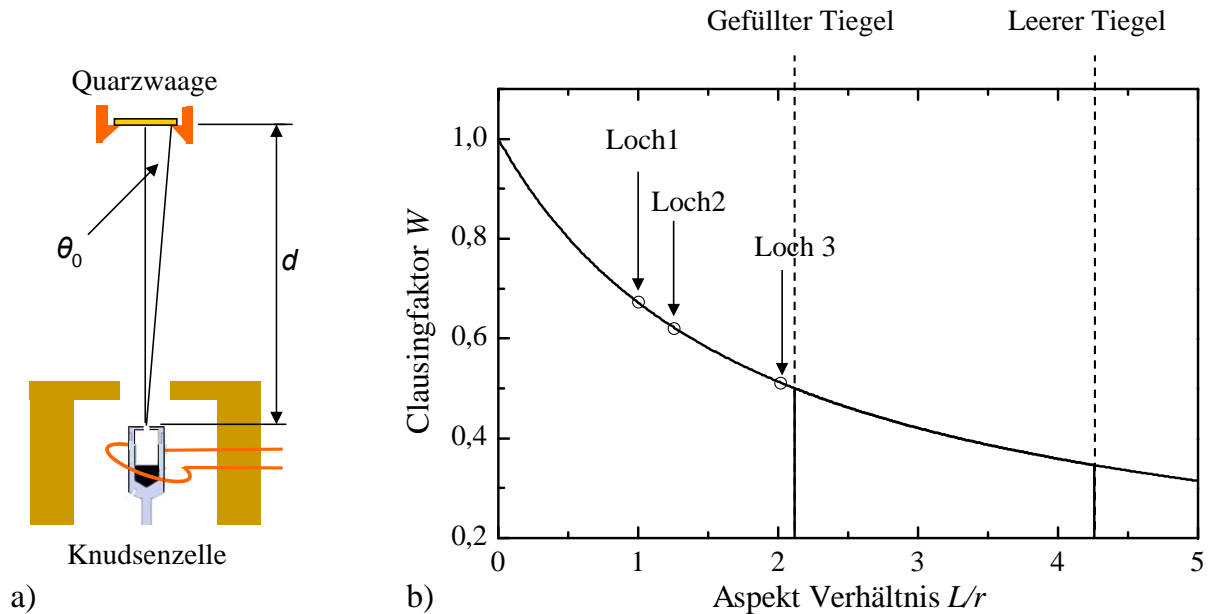


Abb. 2: a) Darstellung der Geometrie der Dampfdruckmessung mit  $\varphi = \arctan \frac{r_{\text{QCM}}}{a_2}$ , b) Veränderung des Clausingfaktors bei verschiedenen Tiegelgeometrien. Das Diagramm dient nur als Veranschaulichung, die eingezeichneten Werte haben keine Relevanz für diese Arbeit (Quelle:[2])

### 2.3 Berechnung des Gleichgewichtsdampfdrucks

Aus dem bisher Betrachteten lässt sich nun ein Zusammenhang zwischen den Messungen der Quarzwaage und dem Massenverlust des Tiegels berechnen. Dazu muss man in Betracht ziehen, dass die Quarzwaage nur Material in einem bestimmten Raumwinkel aufnimmt. Das bedeutet, dass man für die Berechnungen den Abstand von Tiegel zur Quarzwaage bestimmen muss, sowie den Radius von Letzterer, um den eingeschlossenen Winkel zu bestimmen. Es lässt sich folgende Formel für die Massenänderung am Tiegel herleiten[2, 1] :

$$\left( \frac{dm}{dt} \right) = \pi r^2 Q_{\text{QCM}} W_0 \quad (2.4)$$

Dabei ist  $Q_{\text{QCM}}$  die Massenänderungsrate auf der Quarzwaage und  $r$  der Abstand zwischen dieser und dem Tiegel. Die Formel ergibt sich unter der Annahme, dass sich die Quarzwaage bei  $\phi = 0^\circ$  befindet (siehe Abb. 2a), also keine Verkippung des Tiegels vorhanden ist. Man muss jedoch auch berücksichtigen, dass die Quarzwaage eine räumliche Ausdehnung besitzt, wodurch am Rand der Waage die Aufdampftrate geringer ist als im Zentrum, da die Teilchenintensität im Strahl für größer werdende Winkel  $\phi$  abnimmt. Des Weiteren muss man in Betracht ziehen, dass der Tiegel verkippen kann. Durch Vergleich von Gesamtmasse der Probe und Frequenz der Waage lässt sich dieser Fehler korrigieren. Eine Ungleichheit ist ein Hinweis für eine Verkippung des Tiegels, was zu Messfehlern führen würde. Um dies zu berücksichtigen, lässt sich ein Korrekturfaktor  $K$  herleiten [2], für den gilt:

$$K = \frac{\pi r^2 \rho_{\text{QCM, ges}} W_0}{m_{\text{Füllung}}} < 1 \quad (2.5)$$

Unter Berücksichtigung der betrachteten Korrekturen erhält man folgende Formel für den Gleichgewichtsdampfdruck:

$$p_{\text{eq}} = \left[ 1 + \frac{W_0 A_0}{A} \left( \frac{1}{\alpha} + \frac{1}{W_A} - 2 \right) \right] \frac{1}{A_0} \pi r^2 Q_{\text{QCM}} \sqrt{\frac{2\pi k_B T}{m}}. \quad (2.6)$$

$$= \left[ 1 + \frac{W_0 A_0}{A} \left( \frac{1}{\alpha} + \frac{1}{W_A} - 2 \right) \right] p_{\text{meas}} \quad (2.7)$$

## 2.4 Thermodynamik

Dieser Abschnitt dient der kurzen Erläuterung des Zusammenhangs zwischen dem gemessenen Gleichgewichtsdampfdruck  $p_{\text{eq}}$  und den damit verbundenen thermodynamischen Größen.

Beschrieben wird ersterer durch die Clausius-Clapeyron Gleichung [4]:

$$\ln p = \frac{\Delta H}{RT} + \text{const.} \quad (2.8)$$

Dabei ist  $\Delta H$  die Enthalpieänderung des Systems,  $R = 8,314$  die ideale Gaskonstante und  $T$  die Temperatur im Tiegel. Aus den Messungen kann man damit  $\Delta H$  bestimmen, wodurch sich gleichzeitig die Dampfdruckmessungen überprüfen lassen, was man als second law test bezeichnet. Eine Auftragung von  $\ln(p)$  gegen  $1/T$  muss nach



der Clausius-Clapeyron Gleichung (2.8) eine Gerade ergeben. Bei der Bestimmung von  $\Delta H$  ist zu beachten, dass es für unterschiedliche Phasenübergänge auch unterschiedliche Enthalpien gibt. Verdampft man eine Flüssigkeit, so handelt es sich um die Verdampfungsenthalpie  $\Delta H^{\text{verd}}$ , bei der Verdampfung eines Festkörpers (Sublimation) um die Sublimationsenthalpie  $\Delta H^{\text{subl}}$ , welche mit der Schmelzenthalpie  $\Delta H^{\text{schmelz}}$  in Zusammenhang stehen durch

$$\Delta H^{\text{verd}} = \Delta H^{\text{subl}} - \Delta H^{\text{schmelz}}. \quad (2.9)$$

Damit man die gemessenen Werte mit den Literaturdaten vergleichen kann, müssen diese auf die Standard-Enthalpie  $\Delta H_{298}$  bei  $T = 298\text{K}$  zurückgerechnet werden. Dafür gilt:

$$\Delta H_{298} = \Delta H_T - \int_{298\text{K}}^T \Delta c_p(T) dT \quad (2.10)$$

Die molaren Wärmekapazitäten  $\Delta c_p(T) = c_p^{\text{vapor}}(T) - c_p^{\text{solid}}(T)$  muss man dabei der Literatur entnehmen. Um die Dampfdruckkurve noch genauer beschreiben zu können, kann man für die Clausius-Clapeyron Gleichung noch zusätzliche Terme verwenden [5], wodurch die Einschränkung auf kleine Temperaturintervalle wegfällt.

$$\log(p) = -\frac{A}{T} + B + C \log T + D \cdot T + E \cdot T^2 \quad (2.11)$$

Die freien Parameter der Gleichung, welche die Dampfdruckkurven in 3a beschreibt, erhält man aus den Daten-Fits der gemessenen Werte.

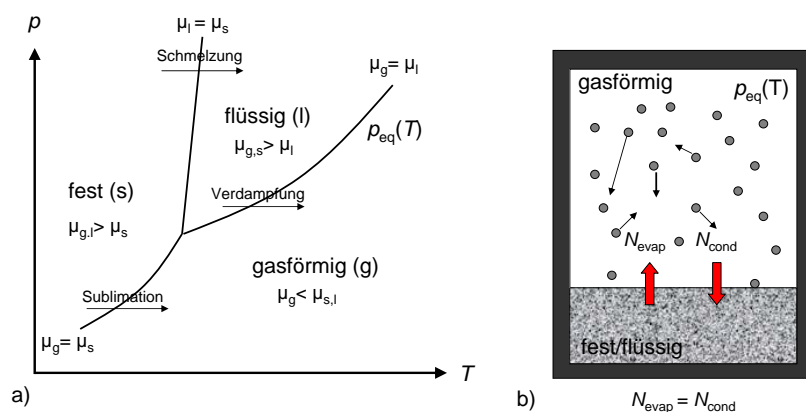


Abb. 3: a) Veranschaulichung der Dampfdruckkurven, b) Veranschaulichung des thermodynamischen Gleichgewichts in der Knudsenzelle (Quelle:[2]).

### 3 Experimentelle Grundlagen

In diesem Abschnitt wird auf die experimentellen Grundlagen des Versuchs eingegangen. Dazu gehört die Darstellung des Versuchsaufbaus, die Vorstellung der neu konstruierten Filamentheizung und den benötigten geometrischen Eigenschaften des Aufbaus. Des weiteren wird auf das experimentelle Vorgehen eingegangen, welches zur gewünschten Messung des SiO-Dampfdrucks führt.

#### 3.1 UHV-Kammer

Bei der in diesem Experiment verwendeten UHV-Kammer handelt es sich um die Gleiche, die auch von S. Wetzel und M. Klevenz in ihren Arbeiten [1, 2] verwendet wurde. Zur Erzeugung des Vakuums wurde eine Turbomolekularpumpe mit Vorpumpe verwendet. Damit war man in der Lage, nach nächtlichem Ausheizen der Kammer bei 150°C, einen Druck von  $2 \cdot 10^{-10}$  mbar zu erreichen. An die Kammer angeflanscht (siehe Abb. 4) wurde ein Glühkathoden-Ionisationsvakuummeter zur Druckmessung, die benötigte Quarzwaage und der verwendete Verdampfer (siehe Abb. 5 rechts), auf den später noch eingegangen wird. Ebenso war eine Anschlussmöglichkeit für ein Thermoelement vorhanden, um eine Temperatureichung durchführen zu können.

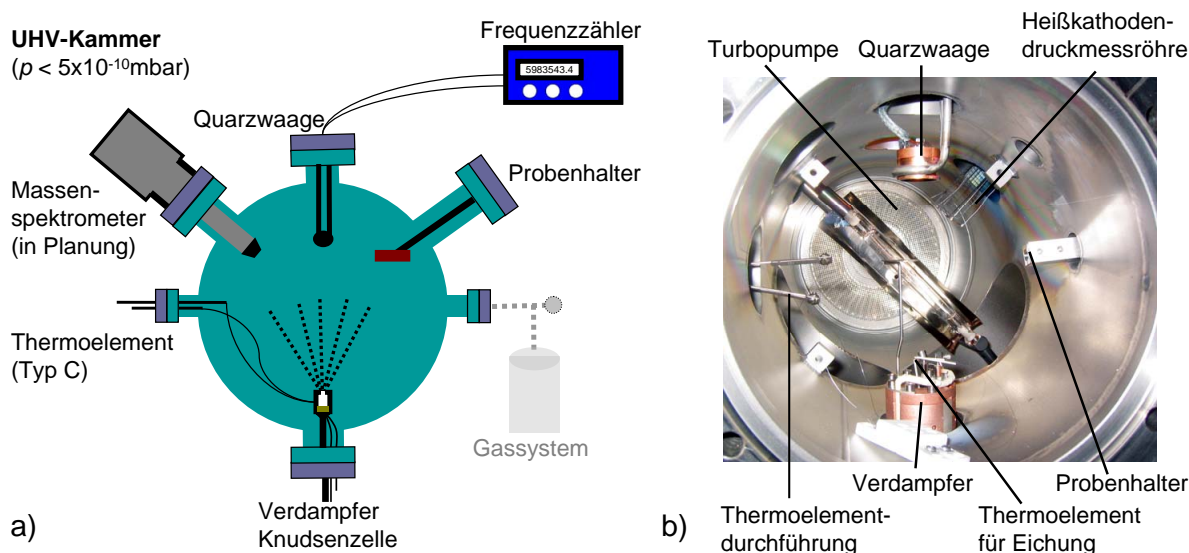


Abb. 4: a) : Schematischer Aufbau der UHV-Kammer, b) : Verwendete UHV-Kammer (Quelle:[2])

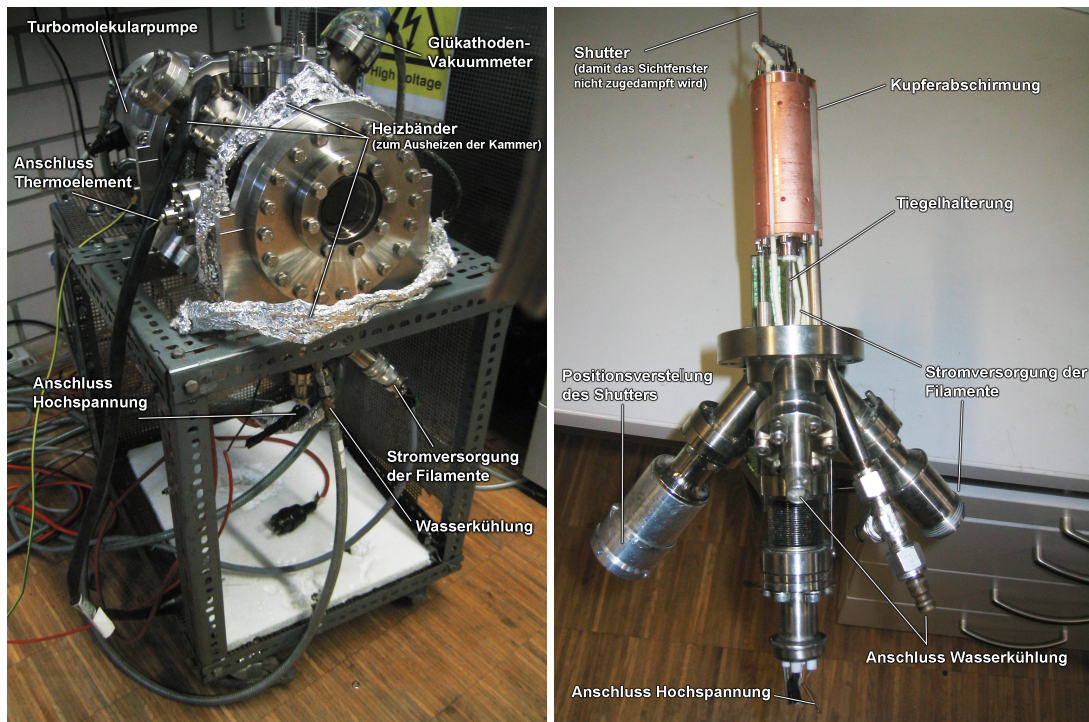


Abb. 5: Aussenansicht der verwendeten UHV-Kammer, sowie Darstellung des verwendeten Ofens in ausgebautem Zustand. Im Inneren der Kupferummantelung befindet sich die Filamentkonstruktion mit dem Tiegel in der Mitte.

### 3.2 Verdampfer

Um die benötigten Temperaturen von bis zu 1700K erzeugen zu können, wurde ein Elektronenstoßverdampfer (siehe Abb. 6) verwendet. Dabei wird an dem Tiegel eine Hochspannung angelegt, welche dafür sorgt, dass die vom Filament austretenden Elektronen auf den Tiegel per elektromagnetischer Anziehung beschleunigt werden, was zu einer konzentrierten Erwärmung führt. An dem Tiegel selber hat man damit die Leistung  $P = U_{HV} \cdot I$ , wobei  $U_{HV}$  die angelegte Hochspannung und  $I$  der Elektronenfluss zwischen Tiegel und Filamenten ist. Dadurch war man in der Lage, bei der Temperatureichung, auf die später noch eingegangen wird (siehe Abschnitt 3.6),  $T$  in Abhängigkeit von  $P$  zu messen. Die Leistung ließ sich durch einen in LabView integrierten PID-Regler automatisch steuern, wodurch mögliche Fehler durch Leistungsschwankungen vernachlässigbar wurden. Am Verdampfer selber befindet sich außen noch eine Schraube, mit der man die Lage des Tiegels nach oben oder unten verändern kann, damit eine zentrale Positionierung in der Filamentkonstruktion gewährleistet werden kann.

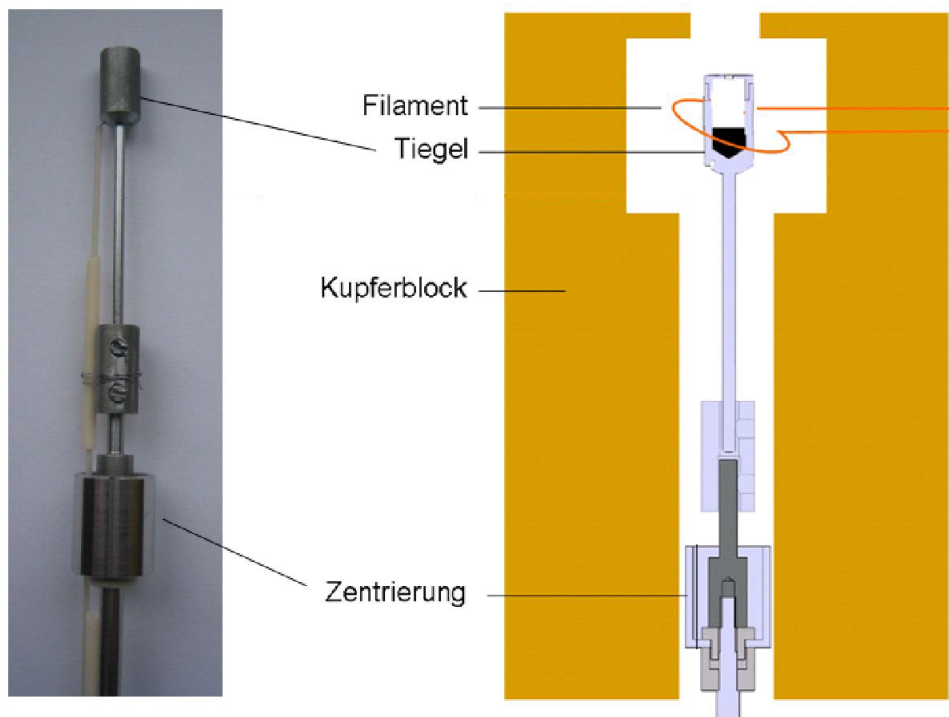


Abb. 6: Schematischer Aufbau des verwendeten Elektronenstoßverdampfers

### 3.3 Knudsenzelle

Bei der in diesem Experiment verwendete Knudsenzelle handelt es sich um einen größtenteils zylinderförmigen Behälter, welcher in Abb. 7 zu erkennen ist, mit einer kreisförmigen Öffnung im Deckel. Als Halterung dient ein Stiel, welcher in die untere Öffnung eingepresst wurde. Als Material wurde Tantal verwendet, da es zum Einen bei den benötigten Temperaturen nicht schmilzt und man es zum Anderen gut mechanisch bearbeiten kann. Ein weiterer Kandidat wäre Wolfram gewesen, welches jedoch nicht die zuletzt genannte Eigenschaft bietet. Das Ziel war es, die Dampfdruckmessungen mit verschiedenen Deckelöffnungen zu machen, um auch den Verdampfungskoeffizient  $\alpha$  zu bestimmen. Allerdings wurde bei den hohen Temperaturen der Deckel bei beiden vorhandenen Tiegeln mit der Zeit angebacken, wobei ein Tiegel, bei dem Versuch ihn zu öffnen, beschädigt wurde. Dadurch war ein Deckelwechsel nicht mehr möglich und es musste bei der Berechnung des Dampfdrucks auf Literaturwerte für  $\alpha$  zurückgegriffen werden. Dafür wird die Formel von Rocabois et al (1992)[6] verwendet :

$$\alpha(T) = 0,1687 - 2,909 \cdot 10^{-4}T + 1,373 \cdot 10^{-7}T^2 \quad (3.12)$$

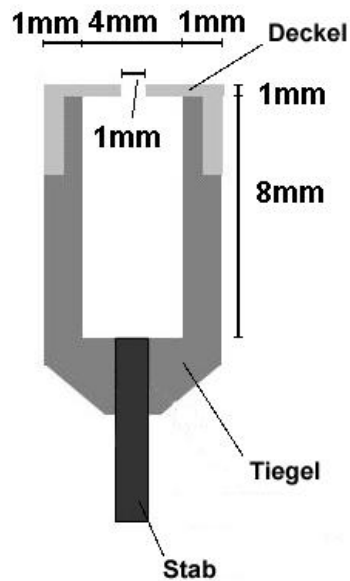


Abb. 7: Schematischer Aufbau der Knudsenzelle, sowie dessen geometrische Eigenschaften(Quelle:[2]).

### 3.4 Quarzwaage

Eine Quarzwaage ist im Wesentlichen ein sehr dünner Quarzkristall, auf dem auf Vorder- und Rückseite Elektroden aufgedampft sind (siehe Abb. 8). Über den piezoelektrischen Effekt lässt er sich dann zu mechanischen Schwingungen anregen. Die Resonanzfrequenz ist abhängig von seiner Gesamtmasse. Wird nun zusätzliche Masse aufgedampft, so verändert sich die Resonanzfrequenz. Diese wird per Frequenzzähler gemessen, woraus sich dann die aufgedampfte Masse berechnen lässt. Es gilt:

$$\Delta f_q = -C_f \frac{\Delta m}{F} \quad (3.13)$$

Dabei ist  $F$  die Fläche der Quarzplatte und  $C_f$  eine materialabhängige Konstante. Das hier verwendete Schwingquarz hat eine Frequenz von c.a. 6MHz, was zu einem

$$C_f = 8,13 \text{MHz} \frac{\text{m}^2}{\text{kg}} \quad (3.14)$$

führt. Damit ergibt sich für die Massenänderung :

$$\Delta\varphi = \frac{\Delta m}{F} = 12,3 \cdot 10^{-9} \frac{\text{g}}{\text{cm}^2\text{Hz}} \Delta f_q \quad (3.15)$$

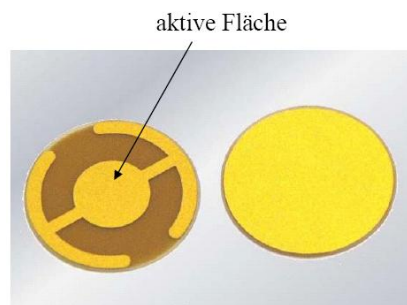


Abb. 8: Verwendeters Schwingquarz. Gut zu sehen sind die aufgedampften Goldelektroden

Der im Experiment verwendete Frequenzzähler zeigt Schwankungen erst in einem Bereich von 0,01Hz. Dies bedeutet, dass man Massenänderungen von  $12,3 \cdot 10^{-12} \text{g/cm}^2$  detektieren kann. Zu beachten ist, dass die Frequenz des Schwingquarzes linear von der Temperatur abhängt. Deshalb ist es unumgänglich, die Quarzwaage auf einer konstanten Temperatur zu halten, um Fehler bei den Messungen zu verhindern. Dies wird in diesem Experiment durch eine separate Wasserkühlung realisiert.

### 3.5 Filamentkonstruktion

In der vorherigen Arbeit ergab sich das Problem, dass sich im Tiegel ein Temperaturgradient bildete und das Probematerial nicht überall die gleiche Temperatur hatte. Der Grund dafür war zum Einen, dass die verwendete Filamentkonstruktion zu punktuell Elektronen an den Tiegel übertrug und zum Anderen, dass der Halterungsstiel des Tiegels die Wärme an der Unterseite abgeführt hat und der Deckel nicht ausreichend geheizt wurde. Um dies zu verhindern, wurde eine neue Filamentheizung konstruiert, die in Abb. 9 zu sehen ist, welche sich über die gesamte Länge des Tiegels erstreckt. Dadurch ergab sich eine gleichmäßige Bestrahlung des Tiegels mit Elektronen. Ebenso wurde dadurch der Stiel mit geheizt, sodass sich, zumindest in der Theorie, der Temperaturgradient erst weiter unten einstellt und sich im Tiegel dadurch eine homogene Temperatur ergibt. Bei der Heizung wurde an dem Kupferdeckel eine Tantal-Halterung für 4 Filamente angebracht, welche in der hauseigenen



Werkstatt aus Tantalblech hergestellt wurde. Bei den Filamenten, welche aus Wolfram selber gewickelt wurden, wurde darauf geachtet, dass alle die gleiche Anzahl an Windungen haben. Der Grund dafür ist die notwendige Reproduzierbarkeit beim Austausch defekter Filamente zu gewährleisten. Die Anbringung erfolgte per Hand mit einem Punktschweißgerät. Das bedeutete natürlich, dass neue Filamente im Fall einer Beschädigung nicht an die exakt identischen Positionen gebracht werden konnten. Allerdings sind die Abweichungen so klein, dass man dies nicht als Fehlerquelle betrachten muss.

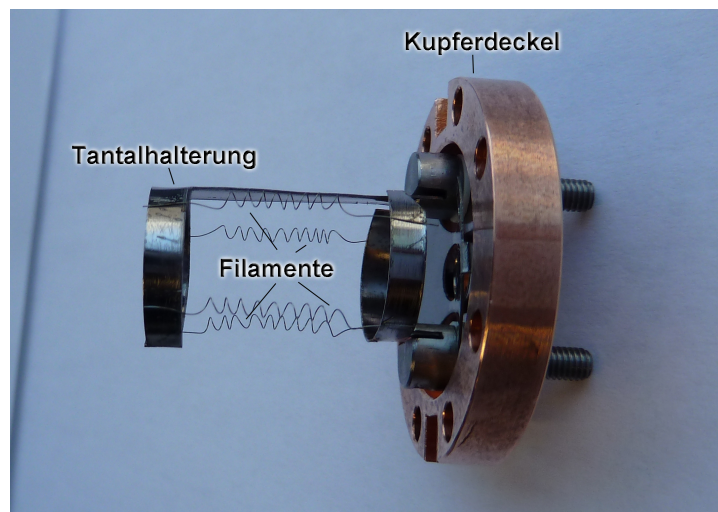


Abb. 9: Neue Filamentkonstruktion: Zu erkennen sind die vier Filamente, angebracht an der Tantal-Halterung. Die Drähte sind an der runden Halterung in  $90^\circ$ -Abständen angebracht, um die Bestrahlung mit Elektronen so homogen wie möglich zu machen.

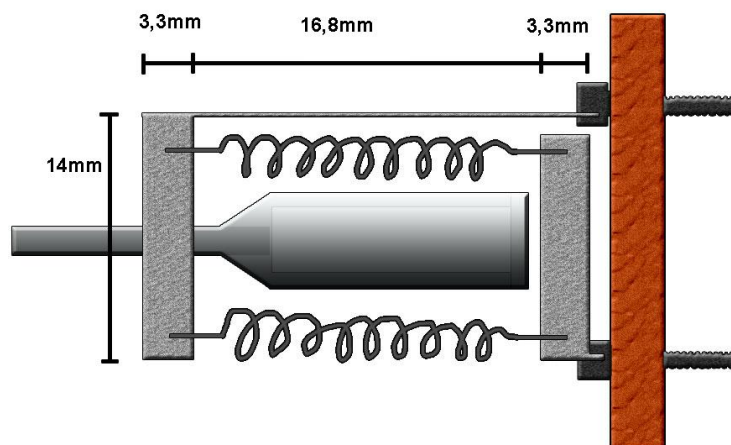


Abb. 10: Schematische Darstellung der Filamentkonstruktion

### 3.6 Temperatureichung

Eine Messung der Temperatur während den Dampfdruckmessungen hat sich als schwierig erwiesen, da ein außen angebrachtes Thermoelement nicht die benötigte Temperatur im Tiegel Inneren messen kann, weshalb es nötig war, eine Temperatureichung durch zu führen. Dazu wurde der Tiegel mit Wolframpulver befüllt und zur Temperaturmessung ein Typ-C Thermoelement verwendet, welches durch die Deckelöffnung eingeführt wurde, sodass der Thermokontakt am Pulver vorhanden war. Der Tiegel, und somit auch das Thermoelement, liegen auf Hochspannung. Deshalb ist man gezwungen, um die Thermospannung per A/D-Karte auslesen zu können, diese von der Hochspannung zu trennen. Dies geschah durch einen Opto-Koppler, welcher die Thermospannung von einigen mV gleichzeitig um den Faktor 200 verstärkte. Anhand einer Eichentabelle wurden die gemessenen Spannungen direkt per Computer in die dazugehörige Temperatur umgerechnet. Als Referenztemperatur verwendete man hier Eiswasser ( $T = 0^{\circ}\text{C}$ ) in einem Styroporbehälter, was in Abb. 11 schematisch dargestellt ist, da dies durch genügend Eiswürfel sehr leicht und stabil zu realisieren war. Für die Eichung selber wurde die Leistung im Bereich von  $P = 3 - 40\text{W}$  in  $\Delta P = 0,5\text{W}$  Schritten durchfahren, wobei der vorhandene Druck in der Kammer dabei immer im mess-relevanten Bereich von  $10^{-9}\text{mbar}$  gehalten wurde. Um die Tem-

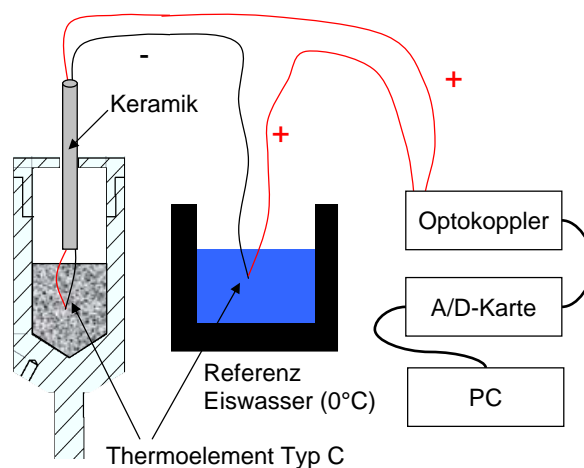


Abb. 11: Schematische Darstellung des Aufbaus für die durchgeführte Temperatureichung. Das Eiswasser wurde in einem Styropor-Behälter aufbewahrt (Quelle:[2]).

peratureichung zu überprüfen, wurde diese anhand des Kupferschmelzpunkts verifiziert, was Abb. 12 verdeutlicht. Dabei hat man den Tiegel mit reinem Kupferpulver befüllt und den relevanten Leistungsbereich in  $0,1\text{W}$ -Schritten hochgefahren. Das Erreichen des Schmelzpunktes hat sich in den Messdaten durch einen plötzlichen und



kurzen Anstieg des Kammerdrucks um eine Größenordnung gezeigt. Ebenso konnte dies durch das Sichtfenster in der Kammer mit dem bloßen Auge beobachtet werden, da in die Deckelöffnung ein Kupferdraht gesteckt wurde, welcher dann geschmolzen und im Tiegel verschwunden ist (siehe Bildergalerie 6.2). Bei dieser Eichung traf man bei  $P = 10,4\text{W}$  den Schmelzpunkt von  $T = 1084^\circ\text{C}$ , welches auch der tatsächliche Kupferschmelzpunkt ist.

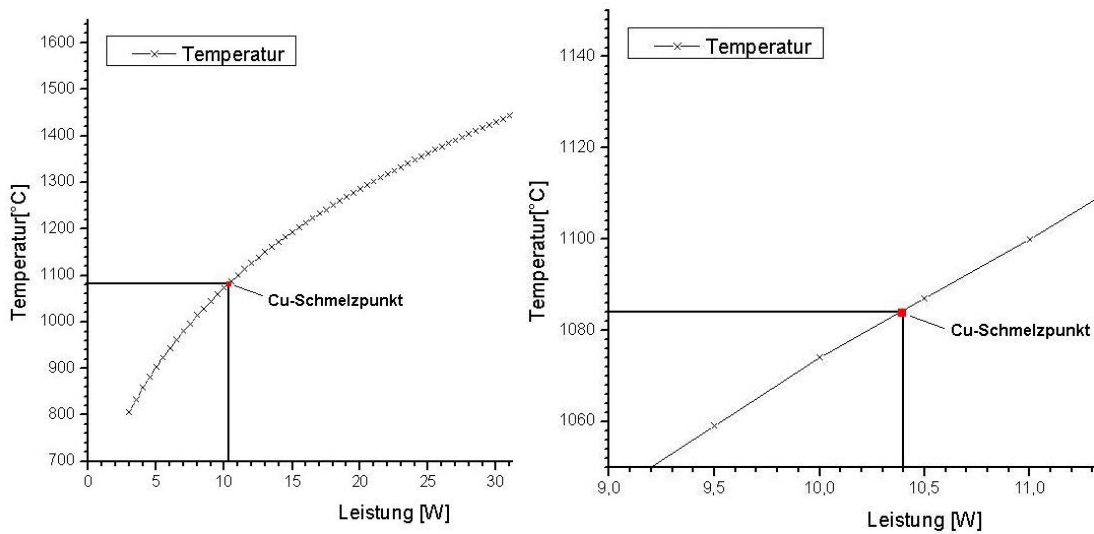


Abb. 12: Ausschnitt der durchgeführten Temperatureichung mit eingezeichnetem gemessenen Cu-Schmelzpunkt. Es ergibt sich eine Übereinstimmung von Literatur und Experiment.

## 4 Ergebnisse

In diesem Abschnitt werden die gemessenen Gleichgewichtsdampfdrücke betrachtet. Zunächst wird dabei auf die Messung von Kupfer eingegangen. Dafür sind bereits Literaturwerte vorhanden, an denen man die Funktionsfähigkeit der Messapparatur überprüfen kann. Bei bisherigen Messungen [2] ergaben sich hier Diskrepanzen, wodurch eine Temperaturkorrektur durchgeführt werden musste (siehe Abb. 13). Es wird sich zeigen, dass dies nun nicht notwendig ist, da die Messung die bestehenden Literaturdaten reproduziert hat (siehe Abb. 14). Des Weiteren wird auf die Messung des SiO-Dampfdrucks eingegangen und mit bisherigen Messungen und Literaturdaten verglichen. Ebenso wird eine Fehlerbetrachtung durchgeführt, um die Größe des Messfehlers abschätzen zu können. Zur Berechnung des Gleichgewichtsdampfdrucks wurden die bereits vorhandenen MatLab-Programme verwendet. In diesen werden mögliche Fehlerquellen (siehe Abschnitt 2.3) vorab berücksichtigt, welche die Verkipfung des Tiegels im Ofen, sowie die Änderung der Füllhöhe im Tiegel während den Messungen darstellen. Des Weiteren wird für jede Temperatur das entsprechende  $\alpha$  verwendet, um genaue Werte zu erhalten. Dies gilt jedoch nur für SiO, da man bei Kupfer, als wohlbekanntes Metall, mit  $\alpha = 1$  rechnen kann.

### 4.1 Dampfdruck von Kupfer

Bei der Dampfdruckmessung von Kupfer wurden die feste und flüssige Phase getrennt untersucht, wie in Abb. 14 zu sehen ist. Dafür hat man den Tiegel mit Kupferpulver auf eine Höhe von 7mm aufgefüllt und wie bei allen Messungen die UHV-Kammer, den Ofen und das Glühkathodenvakuummeter ausgeheizt bzw. ausgegast. Der Druck während den Messungen wurde im  $10^{-9}$ mbar-Bereich gehalten, wobei auch Messreihen wegen zu hohem Druck verworfen wurden. Es ergaben sich zwei relevante Messungen für Kupfer in der festen Phase und eine Messung in der Flüssigen. Um den Tiegel für weitere Messungen vorzubereiten, wurde dieser im Anschluss bei  $\sim 1650$ K ausgeheizt. Die Steuerung der Messungen erfolgte per LabView-Programm. In diesem wurden alle relevanten Messdaten in regelmäßigen Abständen von  $\sim 2$  Sekunden gespeichert. Dazu gehören die vorhandene Leistung am Tiegel, der Kammerdruck und die Massenänderung und Frequenz der Quarzwaage. Zusätzlich konnte man die Messung per PID-Regler für die Leistung automatisch durchführen, wodurch die Schwankungen dessen vernachlässigbar wurden. Aus den Daten in Abb.

14 ist zu erkennen, dass die gemessenen Dampfdrücke gut mit den vorhandenen Literaturwerten übereinstimmen. Dies zeigt, dass die neue Filamentkonstruktion den Temperaturgradienten im Tiegel beseitigen konnte und nun die gewünschte Funktionsfähigkeit des Aufbaues gegeben ist. Deshalb ist es auch nicht nötig, eine Temperaturkorrektur wie in [2] durchzuführen, anders als bei den bisherigen Messungen, bei denen die Dampfdruckwerte deutlich über den Literaturdaten liegen, wie in Abb. 13 zu erkennen ist. Betrachtet man die Daten in Abb. 14 genauer, so erkennt man eine Linearität der Messwerte für den Bereich gesamten Bereich. Bei den Daten für  $T \geq 1525\text{K}$  sollte man jedoch vorsichtig sein, da hier die mittlere freie Weglänge der Teilchen bereits größer wird als die Dimensionen des Tiegels, wodurch die theoretischen Überlegungen nicht mehr gültig sind. Bei der vorherigen Arbeit ergaben sich dort deutlich sichtbare Abweichung zur Linearität, wie in Abb. 13 zu erkennen ist. Für  $T \leq 1358\text{K}$  ergeben sich stärkere Abweichungen zur Linearität, je geringer der gemessene Druck ist. Dies verhält sich analog zu den bisherigen Messungen (siehe Abb. 14 rechts). Der Grund für diese Abweichungen können minimale Temperaturschwankungen der Quarzwaage sein, welche sich besonders bei niedrigen Aufdampfpraten bemerkbar machen.

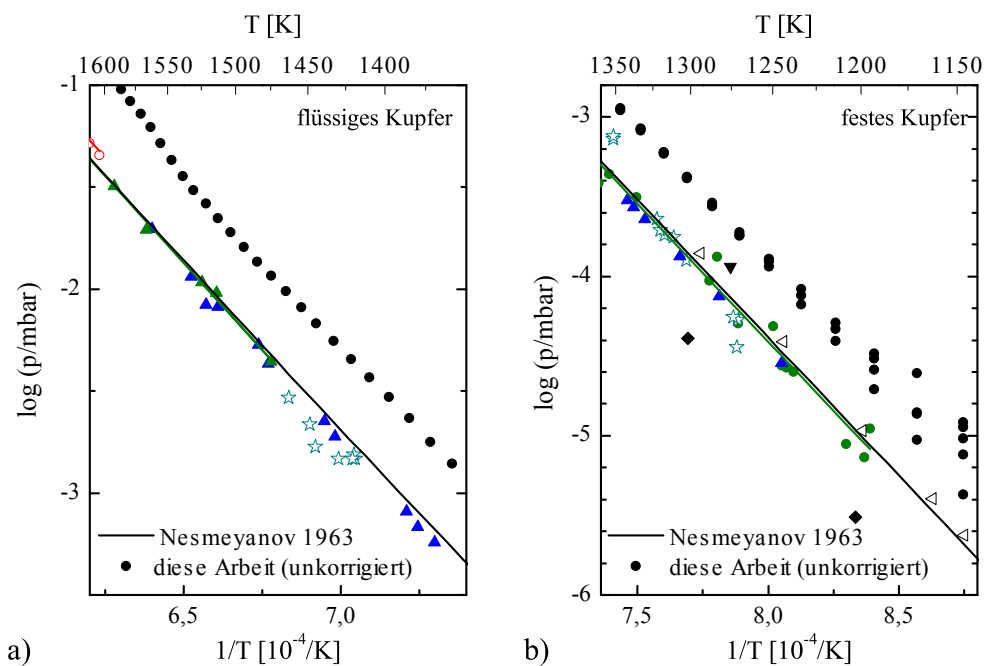


Abb. 13: Alte Messungen: Dampfdruckdiagramme für flüssiges (links) und festes (rechts) Kupfer aus [2]. Es ist zu erkennen, dass die damaligen gemessenen Werte (schwarze Punkte) deutlich über den Literaturdaten[7, 8] liegen, was eine Temperaturkorrektur nötig machte.

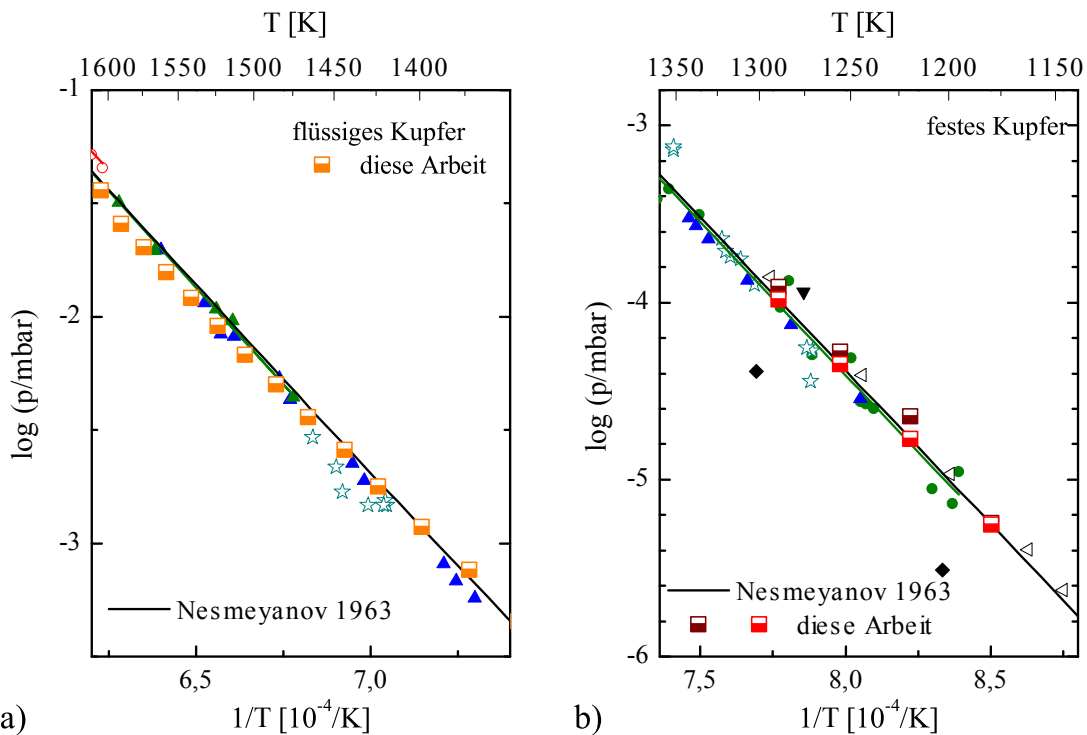


Abb. 14: Neue Messungen: Dampfdruckdiagramme für flüssiges (links) und festes (rechts) Kupfer aus dieser Arbeit (halb gefüllte Vierecke). Man erkennt eine gute Übereinstimmung mit den Literaturdaten[7, 8], was eine Temperaturkorrektur unnötig macht. Ebenso sind bei festem Kupfer zwei Messungen bei minimal unterschiedlichem Druck vorhanden.

Um die thermodynamischen Größen zu erhalten, werden die Daten nun noch an die Clausius-Clapeyron Gleichung (2.8) gefittet (siehe Abb. 15). Aus der Steigung der resultierenden Gerade für die Funktion  $\ln(p) = \frac{A}{T} + B$  erhält man nach Kapitel 2.4 die Verdampfungs- bzw. Sublimationsenthalpie von Kupfer, sowie eine Funktion, mit der sich die Messdaten beschreiben lassen.

$$\begin{aligned}
 c_p^{\text{fest}} \left[ \frac{\text{J}}{\text{Kmol}} \right] &= 4,2373 + 6,7157t - 7,4696t^2 + 3,3394t^3 + 0,01639/t^2 \\
 c_p^{\text{flüssig}} \left[ \frac{\text{J}}{\text{Kmol}} \right] &= 32,8445 \\
 c_p^{\text{gas}} \left[ \frac{\text{J}}{\text{Kmol}} \right] &= 23,97 + 4,6t + 1,67t^2
 \end{aligned}
 \tag{4.16}$$

Für die Dampfdruckkurven erhält man aus diesen Fits folgende Parameter:

$$T < T_{\text{Schmelzpunkt}} : \quad A = -33985 \quad B = 17,4558$$

$$T > T_{\text{Schmelzpunkt}} : \quad A = -35199 \quad B = 18,4138$$

Um daraus die Standard-Enthalpien nach Gleichung 2.10 zu berechnen, wurden für  $\Delta c_p$  die Formeln 4.16 verwendet, wobei dort  $t=T/1000$  gilt. Für die Standard-Enthalpien ergibt sich  $\Delta H_{298}^{\text{subl}} = 314,6 \pm 2,7 \frac{\text{kJ}}{\text{mol}}$  und  $\Delta H_{298}^{\text{verd}} = 294,3 \pm 3,2 \frac{\text{kJ}}{\text{mol}}$ . In Tabelle 3 sind die Werte noch einmal zu finden, zusammen mit den bisher verfügbaren Literaturdaten.

Tab. 1: Vergleich der Enthalpien dieser Arbeit mit den verfügbaren Literaturdaten.

| Sublimationsenthalpie<br>$\Delta H_{298}^{\text{subl}}$ in $\frac{\text{kJ}}{\text{mol}}$ | Verdampfungsenthalpie<br>$\Delta H_{298}^{\text{verd}}$ in $\frac{\text{kJ}}{\text{mol}}$ | Schmelzenthalpie<br>$\Delta H_{298}^{\text{schmelz}}$ in $\frac{\text{kJ}}{\text{mol}}$ | Referenz     |
|---|---|---|--------------|
| $314,6 \pm 2,7$   | $294,3 \pm 3,2$   | $20,3 \pm 4,2$  | diese Arbeit |
| $342,2 \pm 3,1$   | $324,5 \pm 1,6$   | $17,7 \pm 3,5$  | [2]          |
| 337,4   | -   | 11,86   | [5]          |
| 337,6   | -   | 13,14   | [9]          |
| 338,5   | -   | -   | [7]          |
| 338,9   | -   | -   | [10]         |
| 339,3   | -   | 13,05   | [11]         |

Vergleicht man die berechneten Enthalpien mit den Literaturwerten, so sind deutliche Abweichungen zu erkennen. Nur der Wert der Schmelzenthalpie stimmt innerhalb der Fehlertoleranzen mit dem Wert aus [2] überein. Es ergeben sich Abweichungen von bis zu 7,3%. Zu beachten ist allerdings, dass es sich bei dem angegebenen Fehler um den aus den Daten-Fits handelt. Aus der Fehlerbetrachtung in Kapitel 4.3 wird jedoch ersichtlich, dass man den relativen Fehler des Dampfdrucks mit 3% abschätzen kann. Dadurch vergrößert sich auch der Fehler des Parameters A. Dies hat zur Folge, dass sich der Fehler von  $\Delta H$  fast verdreifachen wird. Dadurch ergibt sich per Gauß'sche Fehlerfortpflanzung ein  $\Delta H_{298}^{\text{schmelz}} = 20,3 \pm 12,5 \frac{\text{kJ}}{\text{mol}}$ . Durch den großen Fehler von 61,5% stimmen nun immerhin alle Werte für die Schmelzenthalpie innerhalb des Fehlers überein.

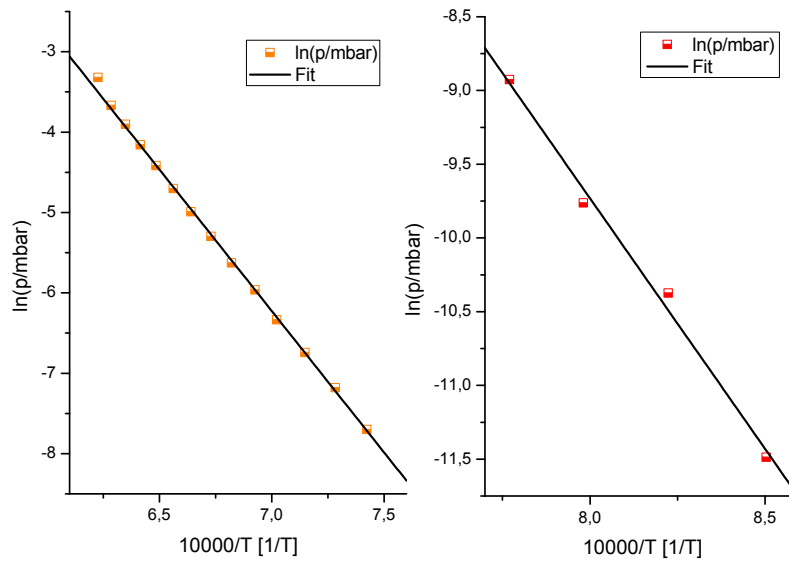


Abb. 15: Lineare Fits der logarithmisch aufgetragenen Dampfdruckdaten für Kupfer zur Bestimmung der entsprechenden Enthalpien, a) flüssiges Kupfer, b) festes Kupfer

## 4.2 Dampfdruck von Siliziumoxid

Im untersuchten Temperaturbereich existiert kein Übergang von fest zu flüssig für SiO, daher konnte der gesamte Temperaturbereich direkt durchfahren werden. Die Füllhöhe des Tiegels betrug dabei 3,4mm. Dies genügte, da SiO nicht so schnell verdampft wie Kupfer. Da die Kupfermessung gute Literaturwerte produzierte, benötigt man auch hier keine Temperaturkorrektur, sodass die gemessenen Werte direkt verwendet werden können. In Abb. 16 ist zu erkennen, dass die gemessenen Drücke unter den zuvor in [2] Bestimmten liegen. Dies zeigt, dass die dort durchgeführten Temperaturkorrekturen in die richtige Richtung gehen, jedoch nicht weit genug. Vergleicht man die Messwerte mit den vorhandenen Literaturdaten, welche in Abb. 17 zu erkennen sind, so sieht man, dass der bisher niedrigste Gleichgewichtsdampfdruck gemessen wurde. Des weiteren zeigt sich, dass die Steigung der Geraden die der Literaturdaten sehr ähnelt und man sie als parallel-verschoben bezeichnen kann. Dies ist ein weiteres Indiz für Funktionsfähigkeit des verwendeten Aufbaus. Die Fit-Funktion, welche die Dampfdruckkurve der Mittelwerte der Messungen beschreibt, ist durch folgende Gleichung gegeben:

$$\log(p_{\text{eq}})[\text{mbar}] = -18273 \cdot \frac{1}{T} + 10.6257 \quad (4.17)$$

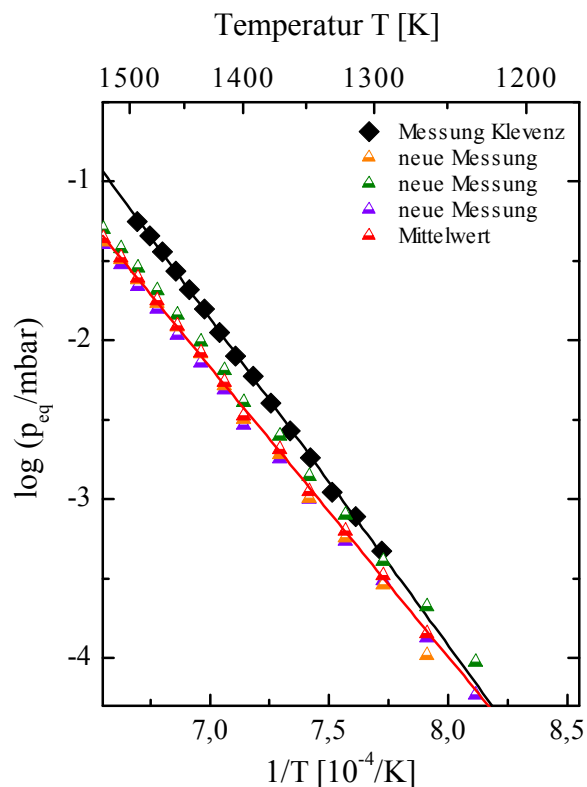


Abb. 16: Vergleich der neuen Messungen mit den Bisherigen [2]. Es ist zu erkennen, dass alle aktuellen Drücke unter den damals gemessenen liegen. Die drei neuen Messungen wurden für minimal unterschiedliche Drücke durchgeführt.

$$\begin{aligned}
 c_p^{\text{fest}} \left[ \frac{\text{J}}{\text{Kmol}} \right] &= 58,7534 + 10,279t - 0,1313t^2 + 0,0252t^3 - 0,025601/t^2 \\
 c_p^{\text{gas}} \left[ \frac{\text{J}}{\text{Kmol}} \right] &= 35,69893 + 1,731252t - 0,509348t^2 + 0,059404t^3 - 1,248055/t^2
 \end{aligned}
 \tag{4.18}$$

Analog wie bei Kupfer werden die Parameter der Dampfdruckkurve  $\ln(p) = \frac{A}{T} + B$  aus dem Linear-Fit (siehe Abb. 18) der logarithmischen Auftragung der Messwerte bestimmt. Für die Dampfdruckkurve ergeben sich aus dem Fit folgende Parameter:

$$A = -42374 \quad B = 24,6765$$

Daraus erhält man für die Sublimationsenthalpie  $\Delta H_{1360}^{\text{subl}} = 352,3 \pm 1,9 \frac{\text{kJ}}{\text{mol}}$  und für die Standard-Enthalpie  $\Delta H_{298}^{\text{subl}} = 390,4 \pm 1,9 \frac{\text{kJ}}{\text{mol}}$ . Für die Berechnung der Daten nach Gleichung 2.10 wurden die Formeln 4.18 für  $\Delta c_p$  von [5] verwendet, wobei auch hier

$t=T/1000$  gilt. Zur Übersicht der Messwerte und der bereits vorhandenen Literaturdaten sind diese in Tabelle 2 aufgelistet.

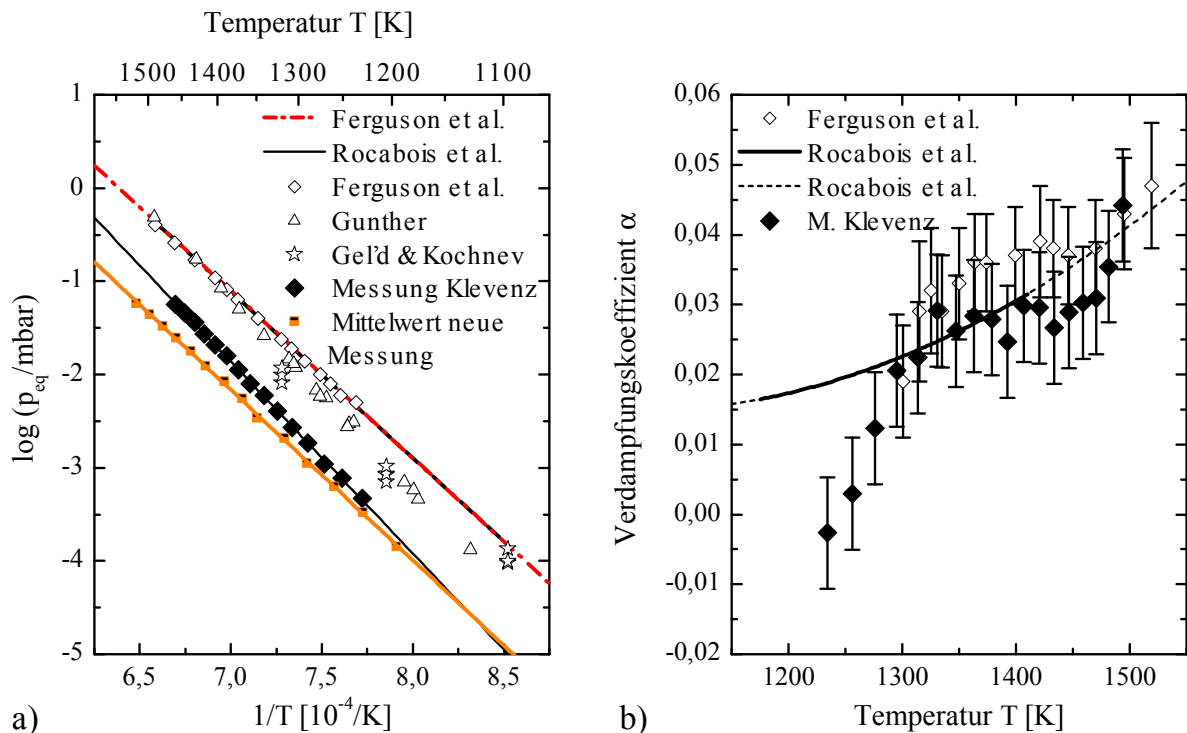


Abb. 17: a) Vergleich des Mittelwerts der neuen Messung mit der bisherigen Messung und den Literaturwerten [12, 6, 13], b) Vergleich des in [2] bestimmten Verdampfungskoeffizienten mit den Literaturwerten [6, 13].

Vergleicht man hier den berechneten Wert mit den Literaturdaten für  $\Delta H_{298}^{\text{subl}}$ , so ist ebenfalls eine deutliche Abweichung zu erkennen. Analog zu der Standard-Enthalpie für SiO aus [2] liegt der Enthalpie-Wert dieser Arbeit deutlich über den älteren Literaturdaten und es ergibt sich eine Abweichung von bis zu 15,6%. Zu beachten ist hier auch wieder, dass es sich bei dem angegebenen Fehler um den aus dem Daten-Fit handelt. Die Berücksichtigung der Fehlerabschätzung aus Kapitel 4.3 erhöht hier den resultierenden Fehler sogar um fast das Vierfache. Leider würde sich dadurch immer noch keine Übereinstimmung mit den anderen Werten innerhalb der Fehlertoleranzen ergeben. Die Abweichung zu höheren Werten könnte man dadurch erklären, dass die hier und in [2] verwendete Methode zur Bestimmung des Dampfdrucks deutlich schneller ist, als die der anderen zu den Literaturdaten gehörenden Methoden. Da-



durch wird die Umwandlung von SiO zu SiO<sub>2</sub>, welche bereits bei Raumtemperatur statt findet, besser verhindert. Dies bedeutet, dass mögliches Siliziumdioxid im Probenbehälter die Messungen der Literaturdaten verfälscht haben könnte, während in [2] und in dieser Arbeit diese Möglichkeit auf Grund der Messgeschwindigkeit ausgeschlossen werden kann.

Tab. 2: Übersicht der Messwerte und Literaturdaten zur Sublimationsenthalpie  $\Delta H_{298}^{subl}$  in  $\frac{kJ}{mol}$  von Siliziummonoxid.

|                        | $\Delta H_{298}^{subl}$ in $\frac{kJ}{mol}$ | Referenz |
|------------------------|---|----------|
| Diese Arbeit           | $390,4 \pm 2,8$                             | -        |
| M. Klevenz             | $406,6 \pm 2,4$                             | [2]      |
| Kubaschewski           | $329,2 \pm 25$                              | [14]     |
| Rocabois <i>et al.</i> | $360,0 \pm 4$                               | [6]      |
| Ferguson <i>et al.</i> | $351 \pm 11^a$ und $359,1 \pm 2,0^b$        | [13]     |

<sup>a</sup>Second-Law-Bestimmung.

<sup>b</sup>Third-Law-Bestimmung.

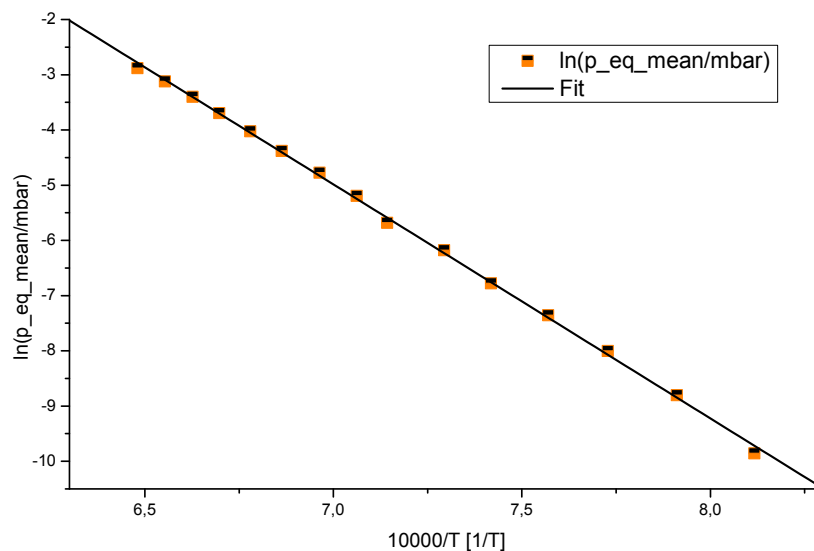


Abb. 18: Linearer Fit der logarithmischen Auftragung des SiO-Dampfdrucks zur Bestimmung der Sublimationsenthalpie.

### 4.3 Fehlerbetrachtung

Eine exakte Fehlerabschätzung erhält man über die Gauß'sche Fehlerfortpflanzung. Dies ist jedoch nicht von Nöten, da eine grobe Fehlerabschätzung durchgeführt werden soll. Gegenüber der Arbeit von M. Klevenz [2] sind keine Fehlerquellen hinzu gekommen oder weggefallen. Daher ergibt sich hier der Fehler analog zu:

$$\left(\frac{\Delta p_{meas}}{p_{meas}}\right) = \sqrt{\left(\frac{1}{2} \frac{\Delta T}{T}\right)^2 + \left(\frac{\Delta A_0}{A_0}\right)^2 + \left(\frac{\Delta W_0}{W_0}\right)^2} \quad (4.19)$$

Alle anderen Fehler wurden entweder im MatLab-Programm berücksichtigt, oder können wegen Geringfügigkeit vernachlässigt werden. Dazu gehört der Fehler von  $\rho_{QCM,ges}$ , der Fehler von  $\dot{\rho}_{QCM}$ , sowie der Fehler von  $m_{Füllung}$ . Letzteres ließ sich per Präzisionswaage auf  $10^{-4}$ g genau bestimmen, während die Dichteänderungen dank dem Frequenzzähler ebenfalls sehr exakt bestimmt werden konnten, wie in Kapitel 3.4 bereits erläutert wurde. Zusammen würden diese drei Faktoren einen Fehler von maximal 1% beitragen. Es ergeben sich folgende relevante Fehlergrößen :

$$\frac{\Delta T}{T} \approx 1\% \quad \frac{\Delta A_0}{A_0} \approx 2\% \quad \frac{\Delta W_0}{W_0} \approx 2\%$$

Dies ergibt einen relativen Fehler für den gemessenen Gleichgewichtsdampfdruck von

$$\left(\frac{\Delta p_{meas}}{p_{meas}}\right) \leq 3\%.$$

Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurde dieser jedoch nicht in den Diagrammen implementiert.

## 5 Zusammenfassung

In dieser Arbeit, welche eine Fortführung von vorherigen Messungen [2] darstellt, wurde der Gleichgewichtsdampfdruck von Siliziummonoxid anhand der Effusionsmethode nach Knudsen bestimmt. Das Ziel war es, die damals auftretenden Probleme mit der Filamentkonstruktion des UHV-Aufbaus zu beseitigen, um damit Dampfdruckmessungen von SiO durchzuführen.

Um den Dampfdruck zu messen, wurde die in früheren Messungen bereits genutzte UHV-Kammer verwendet. Zur Bestimmung des Drucks wird etwas Probematerial in eine Knudsenzelle, ein kleiner zylinderförmiger Behälter mit Loch im Deckel, gegeben. Die Zelle wird per Elektronenstoßverdampfer erhitzt und der Strahl der durch das Loch austretenden Probeteilchen wird zur Massenbestimmung auf eine Quarzwaage gerichtet. Aus vorheriger Arbeit ergab sich das Problem, dass die Filamentkonstruktion Elektronen zu punktuell an den Verdampfer abgegeben hat, sodass im Tiegel ein Temperaturgradient entstand, welcher eine homogene Temperaturverteilung in der Knudsenzelle verhinderte. Dies führte zu Abweichungen gegenüber den Literaturdaten bei der Messung mit dem Referenzmaterial Kupfer, wodurch sich folglich auch keine exakten Werte für SiO erzeugen ließen, wobei es zu letzterem noch Diskrepanzen bzgl. den Literaturdaten gibt. Durch den Bau einer neuen Filamentkonstruktion, welche den kompletten Tiegel umgibt, konnte dieses Problem erfolgreich behoben werden, wodurch sich bei der Kupfermessung die Literaturwerte reproduzieren ließen. Dadurch hat man die gewünschte Funktionsfähigkeit des Messaufbaus verifizieren können.

Die Messwerte mit Kupfer liegen im Bereich der bisher vorhandenen Literaturdaten, während man für SiO mit dem Aufbau dann den bisher niedrigsten gemessenen Gleichgewichtsdampfdruck erhielt. Der bei den Messungen vorhandene Druck in der UHV-Kammer befand sich im niedrigen  $10^{-9}$ mbar-Bereich bei der Kupfermessung und im mittleren  $10^{-10}$ mbar-Bereich bei der SiO-Messung. Der untersuchte Temperaturbereich ging von  $\sim 1100\text{K}$  bis  $\sim 1600\text{K}$ , wobei man theoretisch Temperaturen bis  $2500\text{K}$  Erreichen kann. Leider war man wegen technischen Schwierigkeiten nicht in der Lage, den Verdampfungskoeffizienten  $\alpha$  zu bestimmen, sondern musste hier auf Literaturdaten zurückgreifen. Es gilt nun noch, mit der hier vorgestellten Methode  $\alpha$  zu bestimmen, um dadurch weitere Vergleichswerte zu erzeugen zu können.

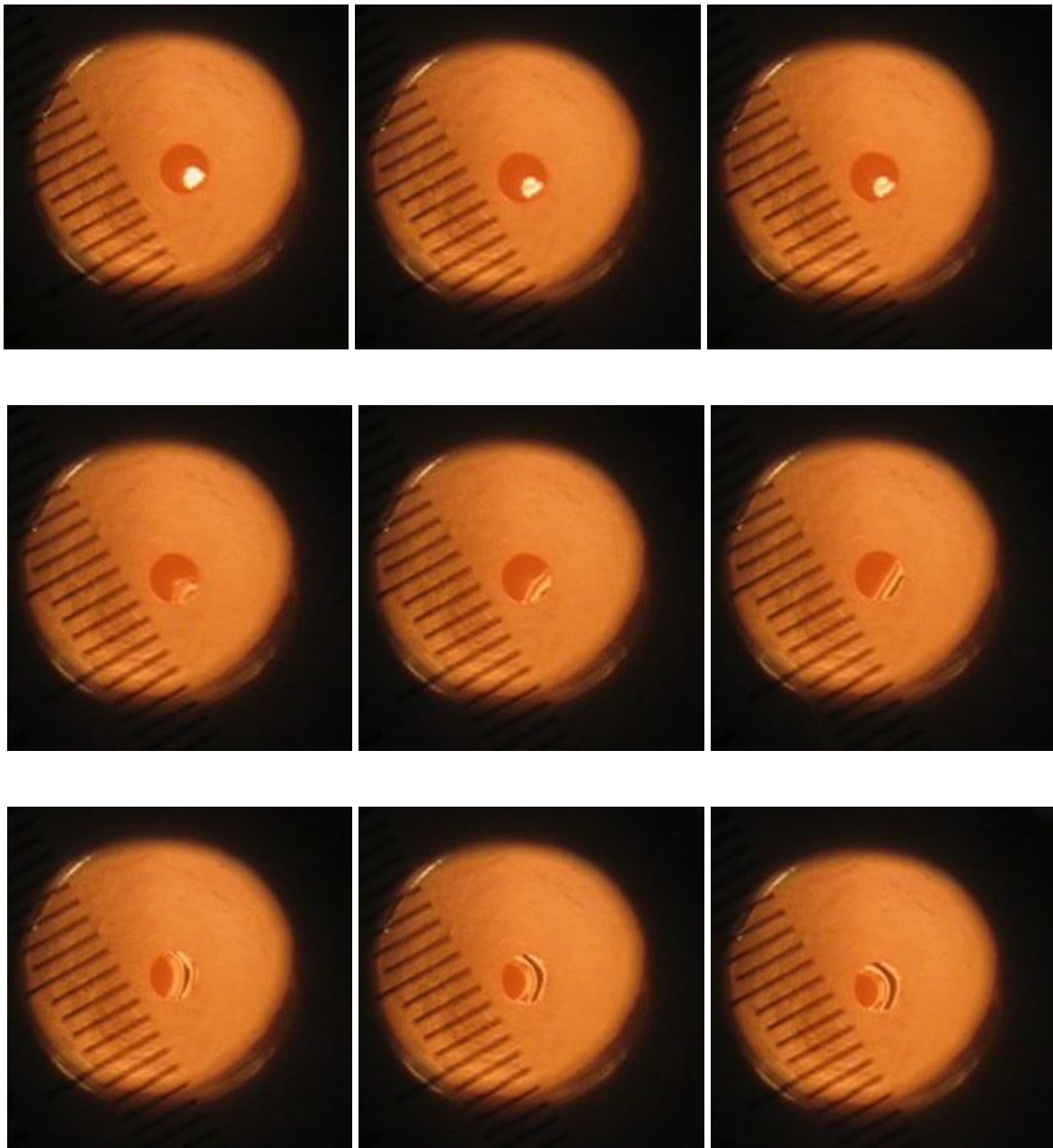
## Literatur

- [1] WETZEL, S.: *Dampfdruckmessungen und infrarotspektroskopische Untersuchung der Kondensation und des Temperns von Siliziummonoxid*. Diplomarbeit, Universität Heidelberg, 2008.
- [2] KLEVENZ, MARKUS: *Infrarot-Spektroskopie und Dampfdruckmessungen bei an Siliziummonoxid, Siliziumdioxid und Forsterit*. 2009.
- [3] CLAUSING, P.: *Über die Strömung sehr verdünnter Gase durch Röhren von beliebiger Länge*. Ann. Phys., 404:961–989, 1932.
- [4] FLIESSBACH, T.: *Statistische Physik*. Spektrum Akademischer Verlag, 1999.
- [5] CHASE, M.W., JR.: *NIST-JANAF Thermochemical Tables, Fourth Edition*. J. Phys. Chem. Ref. Data, Monograph 9, 1998.
- [6] ROCABOIS, P., C. CHATILLON und C. BERNARD: *Vapour pressure and evaporation coefficient of SiO (amorphous) and SiO<sub>2</sub>(s) + Si(s) mixtures by the multiple Knudsen cell mass spectrometric method*. Revue internationale des hautes temperatures et des refractaires, 28:37–48, 1992.
- [7] NESMEYANOV, A. N.: *Vapour pressure of the chemical elements*. Elsevier Publishing Company, 1963.
- [8] MCCORMACK, J. M., J. R. MYERS und R. K. SAXER: *Vapor Pressure of Liquid Copper*. J. Chem. Eng. Data, 10(4):319–321, 1965.
- [9] COX, J. D., D. D. WAGMAN und V. A. MEDVEDEV: *CODATA Key Values for Thermodynamics*. Hemisphere Publishing Corp., New York, 1989.
- [10] HONIG, R. E.: *Review*. a Technical Journal, 28:195, 1957.
- [11] STULL, D. R. und G. C. SINKE: *Thermodynamic properties of the elements, Advances in chemistry series, No.18*. American Chemical Society, Washington, 1956.
- [12] GUNTHER, K. G.: *On the measurement of the vapor pressure and evaporation rate of glass-forming substances*. Glastechn. Ber., 31:9–15, 1958.
- [13] FERGUSON, F. T. und J. A. NUTH: *Vapor Pressure of Silicon Monoxide*. J. Chem. Eng. Data, 53(12):2824–2832, 2008.
- [14] KUBASCHEWSKI, O., C.B. ALCOCK und P.J. SPENCER: *Materials Thermochemistry*. Pergamon Press Ltd., 1993.

## 6 Anhang

### 6.1 Bildergalerie

Als Anhang befindet sich noch eine Bildergalerie zur Veranschaulichung der Untersuchung des Kupferschmelzpunktes anhand des eingesteckten Drahts im Tiegel. Die gezeigte Bilderserie erstreckt sich auf nur c.a. 2 Sekunden in Echtzeit. Man erkennt, wie der Draht in der Mitte zunächst dunkler wird und sich dann verflüssigt.



## 6.2 Temperatureichung

Tab. 3: Daten der durchgeführten Temperatureichung.

| Leistung P [W] | Temperatur T [K] | Leistung P [W] | Temperatur T [K] |
|----------------|------------------|----------------|------------------|
| 3,0            | 1079             | 18,5           | 1533             |
| 3,5            | 1106             | 19,0           | 1542             |
| 4,0            | 1132             | 19,5           | 1550             |
| 4,5            | 1154             | 20,0           | 1559             |
| 5,0            | 1176             | 21,5           | 1567             |
| 5,5            | 1196             | 22,0           | 1575             |
| 6              | 1216             | 22,5           | 1583             |
| 6,5            | 1235             | 23,0           | 1591             |
| 7,0            | 1253             | 23,5           | 1598             |
| 7,5            | 1268             | 24,0           | 1606             |
| 8,0            | 1287             | 24,5           | 1614             |
| 8,5            | 1301             | 25,0           | 1621             |
| 9,0            | 1317             | 25,5           | 1628             |
| 9,5            | 1332             | 26,0           | 1636             |
| 10,0           | 1347             | 26,5           | 1643             |
| 10,5           | 1360             | 27,0           | 1650             |
| 11,0           | 1373             | 27,5           | 1657             |
| 11,5           | 1387             | 28,0           | 1663             |
| 12,0           | 1399             | 28,5           | 1670             |
| 12,5           | 1411             | 29,0           | 1677             |
| 13,0           | 1424             | 29,5           | 1684             |
| 13,5           | 1434             | 30,0           | 1691             |
| 14,0           | 1444             | 31,5           | 1696             |
| 14,5           | 1456             | 32,0           | 1703             |
| 15,0           | 1466             | 32,5           | 1710             |
| 15,5           | 1476             | 33,0           | 1716             |
| 16,0           | 1486             | 33,5           | 1721             |
| 16,5           | 1496             | 34,0           | 1728             |
| 17,0           | 1506             | 34,5           | 1734             |
| 17,5           | 1514             | 35,0           | 1740             |
| 18,0           | 1524             | 35,5           | 1746             |