Physikalisches Praktikum für Fortgeschrittene **Version Oktober 2016**
2. Update November 2024

Versuch 4.3 Spezifische Wärme von Festkörpern

1 Vorausgesetzte Kenntnisse

Aufbau eines Kalorimeters, Temperaturmessung bei tiefen Temperaturen, Kalibrierung von Sensoren, PID Regelung, Klassisches Modell zur spezifischen Wärme, Anzahl Freiheitsgrade, Einstein- und Debye-Modell, Gittertheorie, Schwingungsmoden, Elektronenanteil zur spezifischen Wärme, Sommerfeld-Modell, spezifische Wärme an Phasenübergängen

2 Literatur

H. Ibach, H. Lüth: Festkörperphysik, Kap. 5 (Thermische Eigenschaften von Kristallgittern), Kap. 6.4 (Spezifische Wärme von Metallelektronen)

C. Kittel: Introduction to Solid State Physics, chapters on lattice vibrations, thermal properties, and heat capacity of the electron gas

R. Becker: Theorie der Wärme, Kap. V A. (Kalorische Eigenschaften fester Körper)

C. Kittel, H. Kroemer: Thermal Physics, chapters on phonons in solids and heat capacity of electron gas

Handbuch der Physik, Herausg. S. Flügge, Bd. VII/1, chapter on the specific heat of solids, Bd. XIV, chapter on low temperature heat capacity of solids

F.X. Eder: Moderne Messmethoden der Physik, Bd. 1 und 2 (Messanordnung)

F. Kohlrausch: Praktische Physik, Bd. 2, Kap. 6.7.2.1.2. (Vierpunktmethode)

3 Aufgabenstellung

Die spezifische Wärmekapazität von Festkörpern bei ausreichend hohen Temperaturen (materialabhängig) ist nahezu konstant und wird durch das Dulong-Petit'sche Gesetz beschrieben. Allerdings gilt das klassische Modell nicht mehr bei tiefen Temperaturen. Dieses Phänomen wird beispielhaft entweder am Metall Kupfer oder am Metall Niob (supraleitend unterhalb von 9,25 K)

im Temperaturbereich 2-300 K studiert. Unterhalb von ca. 10 K lassen sich so der phononische und elektronische Anteil zur spezifischen Wärme separieren. Die Messdaten werden mit einer Kombination der Modelle von Sommerfeld (Elektronen) und Debye (Phononen) angepasst. So lassen sich die Materialparameter Debye-Temperatur und Sommerfeld-Konstante extrahieren.

4 Aufbau des Versuchs

Der Aufbau des Kalorimeters ist schematisch in Abbildung 1 dargestellt. Dieser besteht aus einem Helium-Kryostaten mit Probeneinsatz, Temperatursensoren, Hochvakuumpumpstand und Heliumabgas-Armatur. Als Kühlmittel steht flüssiges Helium zur Verfügung, womit das System auf ca. 5 K (alternativ 2 K) abgekühlt werden kann (wie?). Es stehen insgesamt 4 Temperatursensoren, 2 Füllstandssensoren und 3 Heizkreise zur Verfügung, die alle mittels LabView Software ausgelesen bzw. geregelt werden.

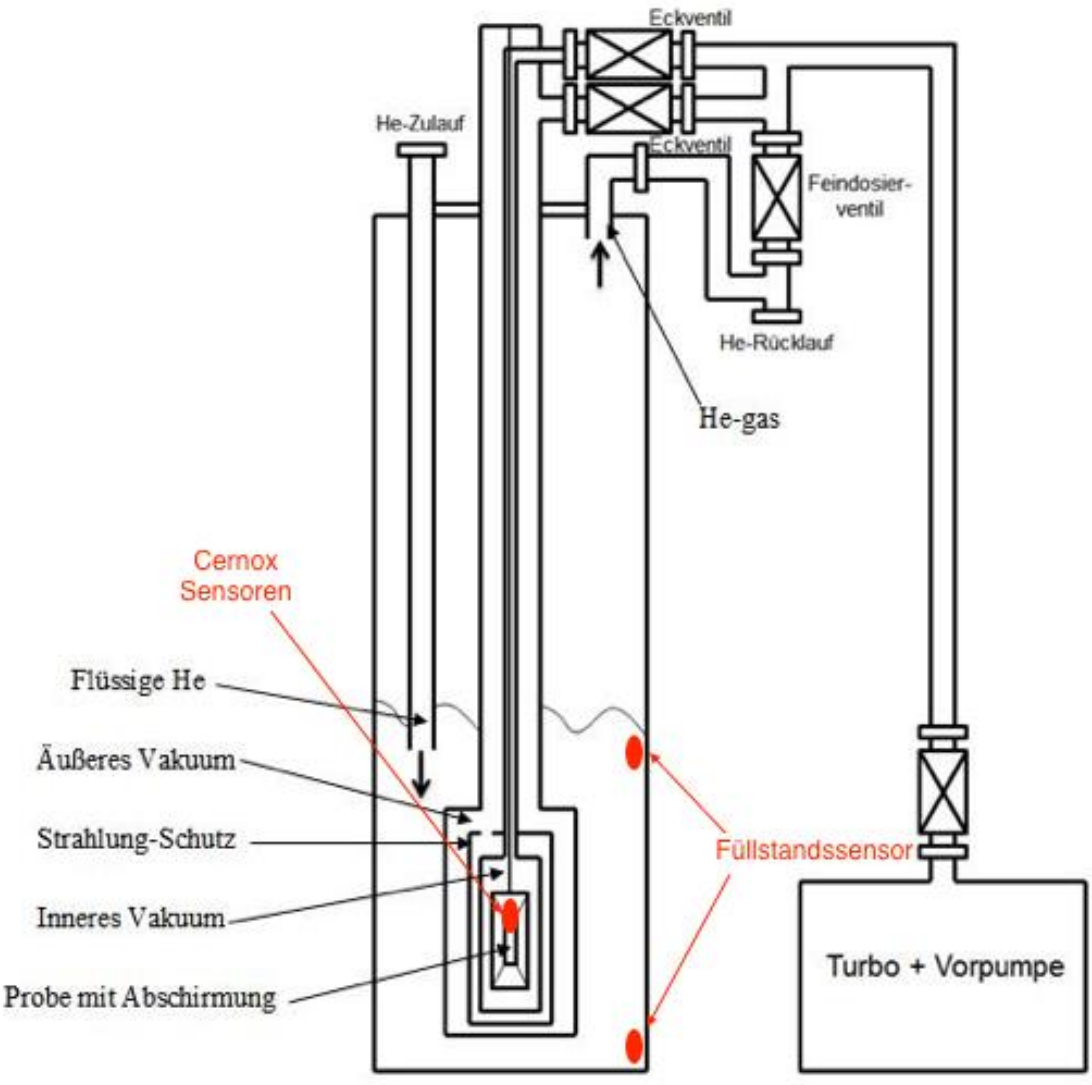


Abb. 1: Schematische Darstellung des Kalorimeters zur Messung der spezifische Wärme.

Abb. 2 zeigt verschiedene Fotos des Probeeinsatzes. An einem langen Spieß (Abb. 2a), der es zulässt, zwei unabhängige Isoliervakua zu erzeugen, werden von innen nach außen Probe (Abb. 2e), Strahlungsschild (Abb. 2c) und weitere Becher (Beispiel Abb. 2b) installiert. Die Kontaktstellen der elektrischen Durchführungen für die Temperatursensoren und die Heizkreise sind in Abb. 2d zu erkennen.



Abb. 2: Detailfotos des Probeeinsatzes mit (a) Probestab, (b) äußeres Strahlungsschild, (c) inneres Strahlungsschild, (d) elektrische Anschlüsse für Temperatursensoren und Heizkreise und (e) Kupfer-Probe, umwickelt mit dem Manganin-Heizdraht.

Informationen zur Probe und den Heizkreisen

Verschiedene Proben (Cu, Nb, Cr_2AlC) können untersucht werden. Der Betreuer hat diese vor dem Semester eingebaut, so dass Sie sich die Probe nicht aussuchen können. Die Probe besteht aus einem Zylinder, der mit einem Heizdraht umwickelt ist. Tablle 1 gibt einen Überblick über die Proben und weitere wichtige Parameter zur Auswertung.

Tabelle 1: Probendaten zur Messung der spezifischen Wärme.

Material	Durchmesser (mm)	Länge (mm)	Masse (g) ±0.02 g		Heizdraht	
Cu Reinheit 99.95%	20	40	Leermasse	103,77	Durchmesser	0.234 mm
			mit Sensor und Heizdraht	105,14	Länge	ca. 3179 mm
					Widerstand	30,8 Ohm (300 K)
					Material	Manganinlackdraht
Nb Reinheit 99.5%	10	45	Leermasse	29,6259	Durchmesser	0.234 mm
			mit Sensor und Heizdraht	30,2949	Länge	1470 mm
					Widerstand	14,24 Ohm (300 K)
					Material	Manganinlackdraht
Cr_2AlC MAX phase hexagonal structure	10.66	14,57	Leermasse	4,1344	Durchmesser	0.15
			mit Sensor und Heizdraht	4,5756	Länge	1200 mm
					Widerstand	28,9 Ohm (300 K)
					Material	Manganinlackdraht

Zum Aufheizen der Probe werden Manganinlackdrähte unterschiedlichen Durchmessers verwendet. Manganin zeichnet sich durch einen über weite Temperaturbereiche annähernd konstanten spezifischen elektrischen Widerstand aus. Warum ist das sinnvoll für dieses Experiment? In Abb. 3 werden alle drei Heizkreise gezeigt. Um Wärmestrahlung und Wärmeveruste über die Aufhängungen zu kompensieren bzw. zu minimieren stehen die Heizkreise 2 und 3 zur Verfügung, die um das innere Strahlungsschild bzw. um die Basisplatte gewickelt sind. Ihre Widerstände betragen ca. 157 Ω bzw. 75 Ω. Ziel ist es, das gesamte Kalorimeter so stets auf die Temperatur der Probe zu bringen, was durch eine PID Regelung (Was ist das?) realisiert wird.

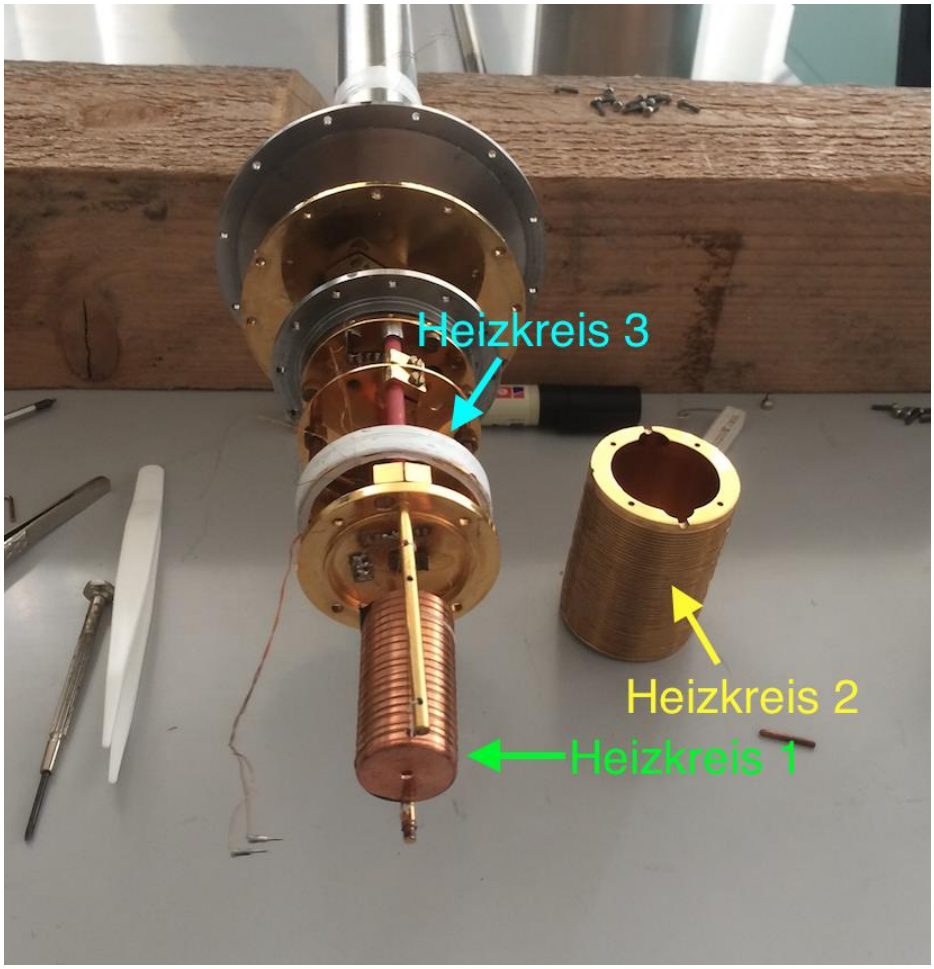


Abb. 3: Bezeichnung der drei Heizkreise an Probe, Strahlungsschild und Basisplatte. Um die Probe aufzuwärmen, sollte man für Heizkreis 1 eine geeignete Heizleistung vorgegeben. Die Heizkreise 2 und 3 werden durch eine PID-Regelschleife vom LabView Programm kontrolliert und sollen in etwa der Temperatur der Probe entsprechen.

5 Durchführung

Der Versuch wird mit Hilfe von mehreren LabVIEW-Programmen durchgeführt. Im Folgenden werden die einzelnen Durchführungsschritte und die zugehörigen Programme besprochen.

5.1 Kalibration der Temperatursensoren

Der Versuch ist nur sinnvoll durchführbar, wenn alle Sensoren die richtige Temperatur anzeigen. Daher müssen alle Sensoren vor dem eigentlichen Experiment kalibriert werden. Dies wird durch Aufzeichnen der Widerstands- bzw. Spannungswerte der Sensoren beim initialen Abkühlen des Experiments durchgeführt. Insgesamt werden 4 *Cernox*-Sensoren zur Temperaturmessung

verwendet. Dafür werden die Widerstände als Funktion der Zeit aufgenommen und dargestellt. Abb. 4a zeigt ein Beispiel der erfolgreichen Kalibrierung in log-log-Darstellung. Es ist ersichtlich, dass der Widerstand sich insbesondere bei tiefen Temperaturen sehr stark ändert, so dass eine sehr genaue Temperaturmessung möglich wird. Die eigentliche Kalibrierung wird dann an definierten Punkten durchgeführt wie in Abb. 4b gezeigt. Was zeichnet diese Punkte aus? Sie notieren sich also die Widerstandswerte an diesen Punkten. Nun lässt sich so eine Zuordnung der Widerstände zur jeweiligen Temperatur für jeden Sensor einzeln durchführen. Wir wählen hier eine sehr einfache Methode, indem wir jeweils zwei der vier Punkte in Abb. 4b durch eine Gerade im doppelt-logarithmischen Plot approximieren. Dies führt zu Fehlern, die jedoch recht klein sind (< 1 K) und nur in kleinen Temperaturintervallen auftreten.

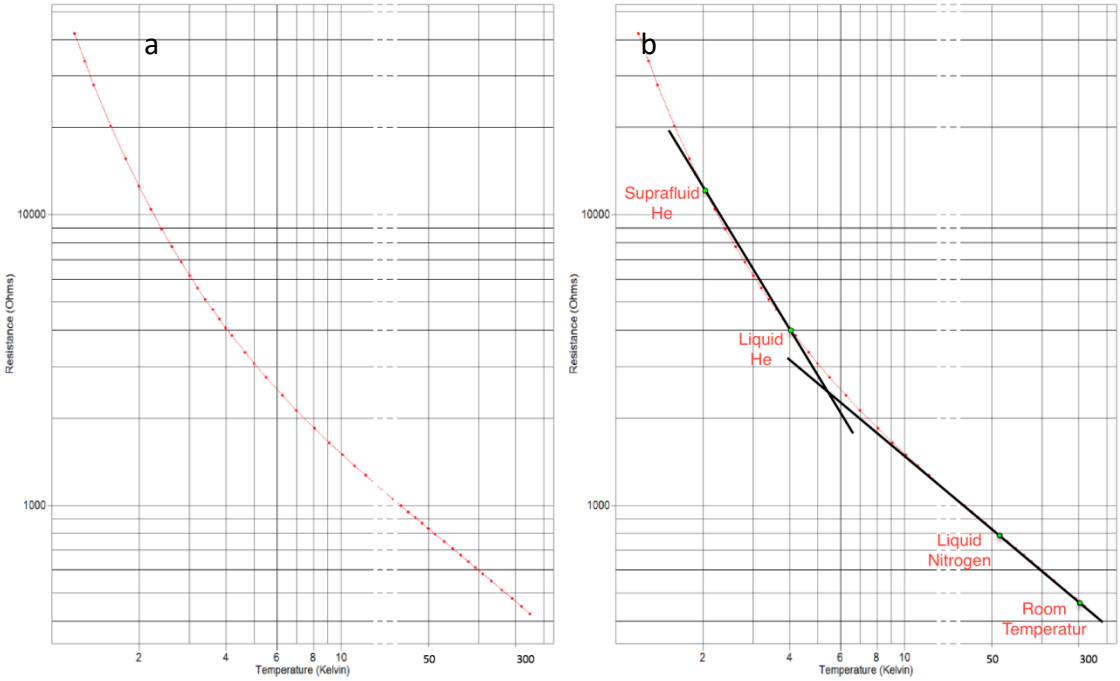


Abb. 4: a) Typische Kennlinie eines Cernox-Sensors und b) Kalibrierung durch vier geeignete Punkte.

Vor dem Abkühlen des Kryostaten starten Sie bitte das Labview Programm „Sensor Kalibration“. Das Programm nimmt den Widerstand als Funktion der Zeit auf. Das Frontpanel ist in Abb. 5 dargestellt und die Arbeitsschritte sind durchnummeriert.

Arbeitsschritte im Programm „Sensor Kalibration“

1. Vergewissern Sie sich zuerst, dass in Nr. 1 eine neue Datei vernünftig erzeugt oder ausgewählt wird.

2. Wählen Sie in Nr. 2 „VISA ressource name“ die Option „spez“, damit sich das Programm mit dem Lakeshore-Temperatur-Controller verbindet.
3. In Nr. 3 wählen Sie die Option „Sensor Unit“ aus, dann wird nach dem Programmstart der aktuelle Widerstand der Sensoren in Fenster Nr. 4 angezeigt.
4. In Nr. 5 werden beide Füllstandssensoren angezeigt, damit erkennt man den Füllstand des Heliums im Kryostaten.
5. Jetzt wird das Experiment mit flüssigem Helium abgekühlt und die Widerstandswerte werden aufgezeichnet und geplottet. Dies dauert ca. 2-3h.
6. Nach Erreichen der tiefsten Temperatur drücken Sie den „Stop“ Knopf, um das Programm zu beenden. In diesem Schritt werden auch die Daten in eine Datei geschrieben.

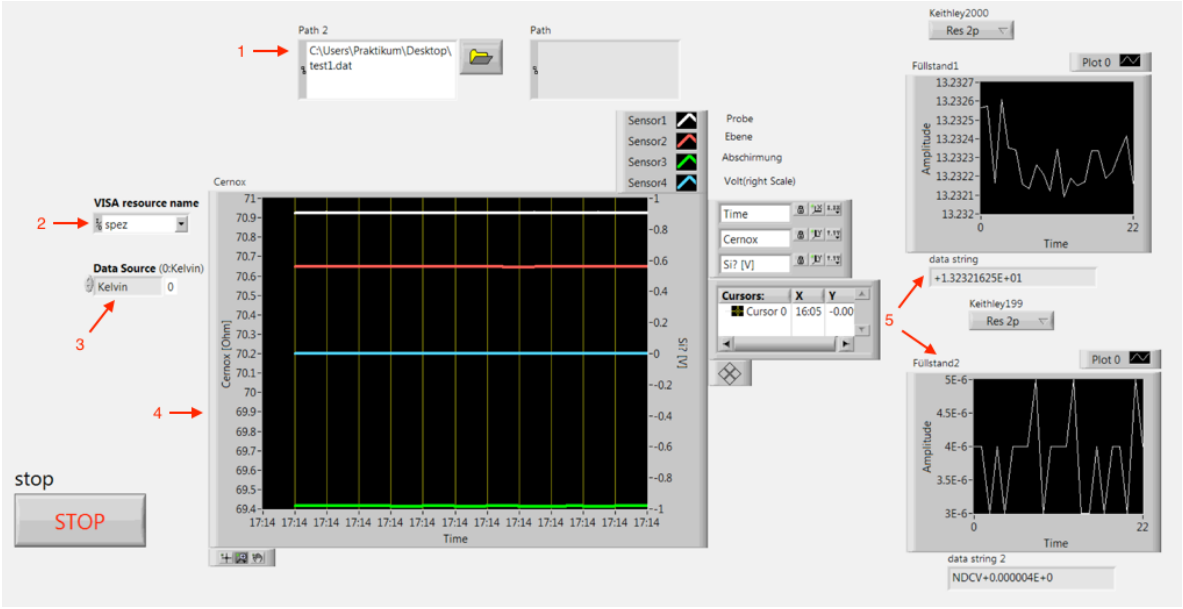


Abb. 5: Frontpanel des Labview Programms „Sensor Kalibration“.

Zur Kalibration wird für jeden Sensor eine eigene Kalibriertabelle log(Ohm)(T) in den Lakeshore-Controller eingespeichert. Die Kalibration wird mit den unter angegebenen Schritten durchgeführt. Um die spezifische Kennlinie jedes einzelnen Sensors zu bestimmen, werden die Widerstände am λ-Punkt des Heliums, die Temperatur des flüssigen Heliums und Stickstoffs (in Abhängigkeit vom Luftdruck) und Raumtemperatur in ein LabView Programm eingegeben. Siehe Abb. 6. Die Kalibrationsdatei für die einzelnen Sensoren besteht aus einer Tabelle mit $\log(R_i)(\log(T_i))$, die durch das LabView Programm erzeugt wird. Die Geraden zur Interpolation werden anhand der 4 individuell bestimmten Punkte ausgerechnet. Um die Kalibrationsdaten zu erzeugen, wird das Labview-Programm „Temperaturtabelle erzeugen“ benutzt. In Abb. 6 ist das Frontpanel gezeigt.

Arbeitsschritte im Programm „Temperaturtabelle erzeugen“

1. Im Fenster Nr. 1 werden Verzeichnis und Datei definiert.
2. In Nr. 2 werden die gemessenen vier Temperaturen und Widerstandswerte für einen Sensor eingetragen.
3. In Nr. 4 wird die gewünschte Anzahl der Punkte für die Geraden in dieser Darstellung definiert.
4. Klicken Sie die „Start“ Knopf zweimal, um das Programm **zweimal** auszuführen.
5. Die erzeugten Daten werden graphisch dargestellt (Nr. 5) und die entsprechende Steigung und y-Abschnitt werden in Nr. 3 angegeben. Auch werden die Daten in die Datei geschrieben.

Diese Art der Kalibration ist sehr einfach, aber mit kleinen Fehlern behaftet. Wie lässt sich dies verbessern?

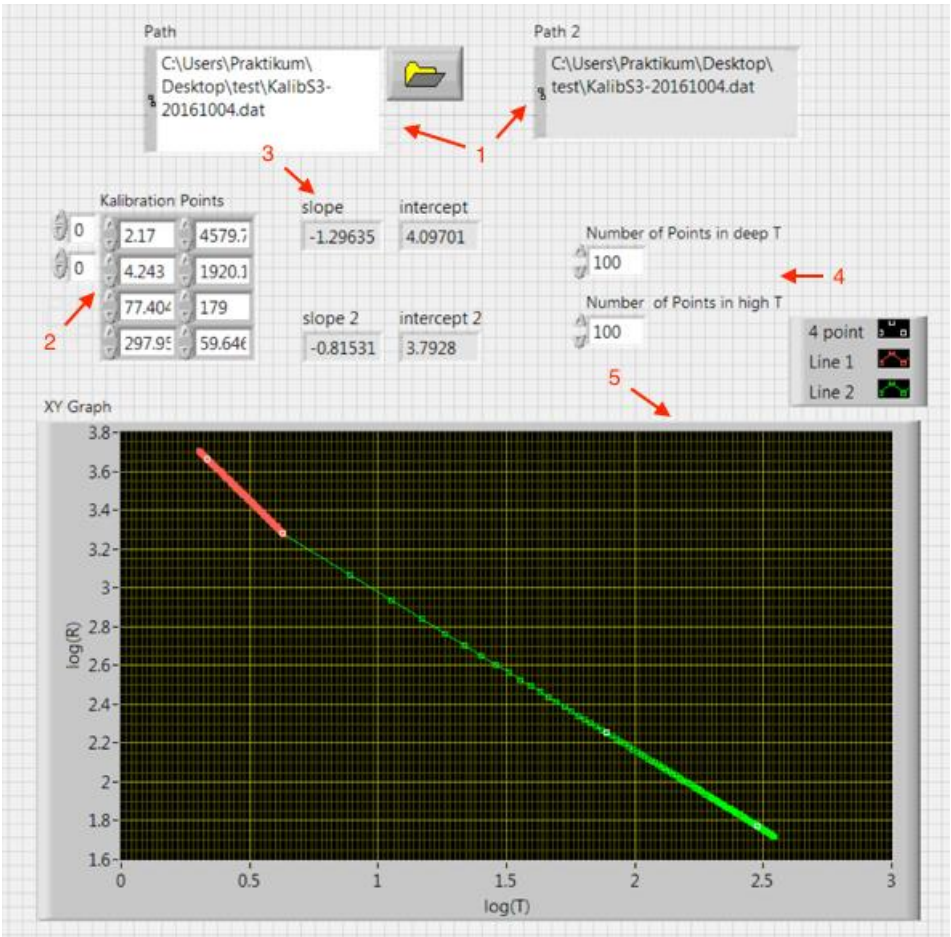


Abb. 6: Frontpanel des Labview Programms “Temperaturtabelle erzeugen“.

Bitte vergewissern Sie sich, dass die Dateien für jeden T-Sensor richtig gespeichert und identifiziert werden. Danach können Sie das Programm „Daten schreiben“ öffnen, um die Tabelle in den *Lakeshore*-Controller zu überspielen. In Abb. 7 ist das Frontpanel mit den Arbeitsschritten dargestellt.

Arbeitsschritte im Programm „Daten schreiben“

1. Wählen Sie in Nr. 1 die Datei, die in Programm “Temperatur Tabelle erzeugen“ erzeugt wurde.
2. Tragen Sie in Bereich Nr. 3 jeweils die Parameter für die Sensoren ein. Bitte achten Sie darauf, dass die Kurven in die Speichernummern 26-29 (Curve) gespeichert werden.
3. In Fenster “Curve Data Format„ und „Coefficient“ können Sie anhand des Sensortyps eine vernünftige Option auswählen.
4. Zum Übertragen der Daten an den Lakeshore-Controller werden zunächst alle laufenden LabView Programme beendet und dann dieses Programm gestartet.

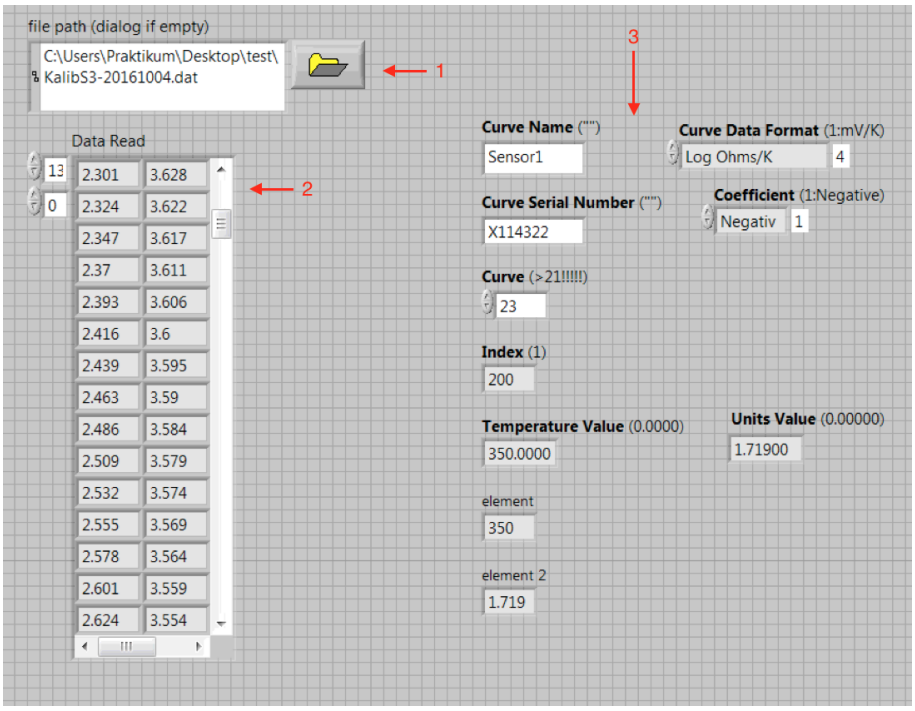


Abb. 7: Frontpanel des Programms „Daten schreiben“.

5.2 Einstellen der Heizfunktion und Messung

Nach den obigen Schritten sind nun alle Temperatursensoren kalibriert und Sie können mit dem Betreuer am Lakeshore-Controller die angezeigten Einheiten in Kelvin ändern. Die Temperatur der Probe liegt jetzt irgendwo unterhalb von 10 K und wir verringern diese weiter. Nach dem Füllen des Kryostaten lässt sich durch Abpumpen (optional) die Temperatur weiter erniedrigen. Nun kann durch starten des „Messprogramm“ die eigentliche Messung gestartet werden. Das entsprechende Frontpanel ist in Abb. 8 dargestellt.

Vor dem Start des Programms sollten die Parameter in Nr. 1 und Nr. 2 eingestellt werden. In Nr. 3 werden die Temperaturen aller T-Sensoren angezeigt. Nr. 4 sind die Schalter für die 3 Heizkreise. In

den Reitern Nr. 5 werden Information zu den Heizkreisen „loop 1/2/3“ angezeigt und Parameter eingestellt bzw. angepasst. In Reiter „Table“ wird die Messvorschrift definiert.

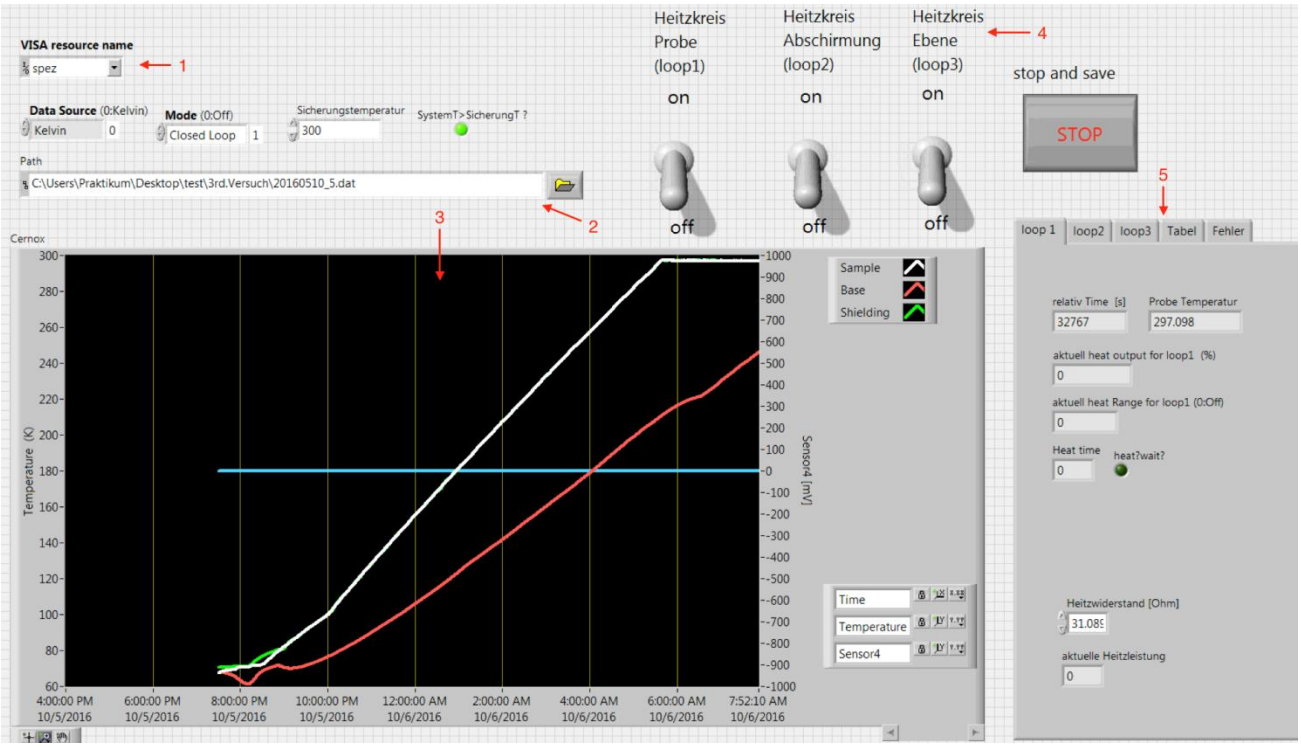


Abb. 8: Frontpanel des „Messprogramms“. Die Messungen sind recht langwierig und laufen automatisch innerhalb von 8-48 h ab, je nachdem, wie Sie Ihre Heizvorschrift gewählt haben.

Einstellen der Heizschritte

Das Messprogramm heizt die Probe in Stufen auf. Dieses diskontinuierliche Heizen hat den Vorteil, dass die spezifische Wärme bei jeder Temperatur recht genau bestimmt werden kann. Jedoch ist kein Kalorimeter perfekt von der Außenwelt (Wärmebad) abgeschirmt. In diesem Experiment müssen wir also die Heizleistung entsprechend anpassen, so dass nicht zu kleine T-Schritte gemacht werden, andererseits wiederum so langsam, dass nach jedem Heizschritt das thermodynamische Gleichgewicht erreicht wird. Den besten Kompromiss findet man durch die Kombination von erwarteter (berechneter) spezifischer Wärme als Funktion der Temperatur und der Reaktionszeit des Kalorimeters (durch Ausprobieren).

Dazu besorgen Sie sich vor dem Versuch eine Messung typische Messung aus der Literatur (z.B. für Cu), am besten in den Einheiten J/mol·K, oder Sie berechnen das Debye-Modell für die Debye-Temperatur von Kupfer oder Niob.

Mit diesem Graphen lässt sich dann leicht bestimmen, welche Heizleistung benötigt wird, um die Probe bei der gegebenen Temperatur zum Beispiel um 1 K aufzuheizen. Dies testen wir dann bei

tiefen Temperaturen. Wegen der sich stark ändernden spezifischen Wärme müssen jedoch verschiedene Bereiche festgelegt werden, um das Experiment optimal durchzuführen. Abb. 9 zeigt die Tabelle, um die Heizvorschrift festzulegen. Diese Tabelle soll den gesamten Temperaturbereich 2-300 K umfassen.

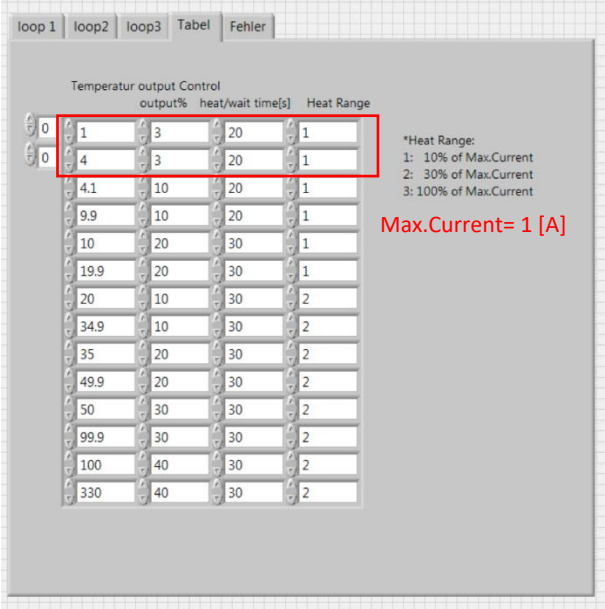


Abb. 9: Tabelle für die Heizvorschrift im Experiment. Beispielsweise heizen wir hier zwischen 1 K und 4 K mit 3% in Heizbereich 1 (=10% von 1 A) für 20 s. Danach wird 20 s nicht geheizt, so dass das thermodynamische Gleichgewicht erreicht wird, wonach der nächste Heizschritt folgt.

Ein Heizintervall lässt sich durch zwei Zeilen definieren (siehe Abb. 9). Dabei müssen die Werte (Output%, Heat/Wait time, Heat Range) in beiden Zeilen gleich sein und die T-Werte dürfen nicht überlappen. In der ersten Spalte werden die verschiedenen Temperaturintervalle definiert. In der zweiten Spalte werden die Prozentwerte des maximalen Stroms angegeben, in der dritten Spalte wird die Heizzeit/Wartezeit vorgegeben. Der *Lakeshore*-Controller hat drei Bereiche, die man mit dem „Heat Range“ Parameter auswählt (siehe Abb. 9). Zum Beispiel für den rot markierten Bereich in Abb. 9 wird also mit dem Strom $1[A] * 10\% * 3\% = 0.003\ [A]$ geheizt.
Nach dem Erstellen der Tabelle wird das Experiment mit dem Heizkreis Probe begonnen. Sobald die Temperaturdifferenz zwischen Probe und Abschirmung mehr als ca. 2 K beträgt, muss mit dem entsprechenden Heizkreis die Temperatur nachgeführt werden. Ab ca. 15-20 K wird dann der dritte Heizkreis hinzugeschaltet. Das System wird dann automatisch so lange laufen bis die maximale Temperatur erreicht wird. Das gesamte Experiment dauert 8-48 h, je nach den Einstellungen in der Heiztabelle. Die Heizkreise für die Abschirmung und die Ebene werden durch den PID-Controller

stets im Sekundentakt automatisch auf die Probentemperatur aktualisiert, so dass idealerweise der gesamte Kryostat auf die Temperatur der Probe gebracht wird.

6 Auswertung

1. Plotten Sie c_P (T) in den Einheiten **J/mol·K** und **K.**
2. Sie bestimmen im Experiment c_P. Rechnen Sie dies in c_V um. Wie groß ist der Unterschied?
3. Passen Sie die Kombination aus Debye- und Sommerfeld-Modell an Ihre Daten an. Welche Debye-Temperatur und Sommerfeld-Konstante erhalten Sie? Vergleichen Sie dies mit experimentellen Werten aus der Literatur.
4. Plotten Sie c_V/T als Funktion von T^2. Bei tiefen Temperaturen ergibt sich eine Gerade. Fitten Sie diese und berechnen Sie daraus erneut Debye-Temperatur und Sommerfeld-Konstante.
5. Diskutieren Sie mögliche Abweichungen der beiden Berechnungen in unterschiedlichen Temperaturintervallen und vergleichen Sie mit der Literatur.
6. Diskutieren Sie systematische Fehler, die im Experiment auftreten.

7 Fragen zur Selbstkontrolle

1. Wie erhält man bei klassischer Betrachtungsweise einen Ausdruck für die spez. Wärme c_v?
2. Erläutern Sie die Vorstellungen über den Festkörper im quantenmechanischen Bild des Einstein-Modells.
3. Worin besteht der Unterschied zwischen dem Einstein- und dem Debye-Modell?
4. Was versteht man im Debye-Modell unter der Abschneidefrequenz ω_D und der Debye-Temperatur Θ_D?
5. Bis zu welcher reduzierten Temperatur T/Θ_D gilt im Debye-Modell näherungsweise das T^3 Gesetz?
6. Was versteht man unter dem Spektrum der Eigenschwingungen eines Kristalls?
7. Geben Sie $\omega(k)$ für eine lineare Kette an.
8. Wie unterscheiden sich die 1- und 3-dimensionalen Zustandsdichten im Einstein-, im Debye-Modell und in der Gittertheorie?
9. Was ist ein Phonon?
10. Was versteht man unter akustischen bzw. optischen Zweigen des Gitterspektrums? Wie viele Zweige eines jeden Typs gibt es?

11. Leiten Sie einen Ausdruck für die Wärmekapazität des Elektronengases her. Wie wirkt sie sich bei diesem Versuch aus?
12. Warum befindet sich die Probe im Vakuum?
13. Welche Funktion hat der beheizbare Abschirmbecher? Welche Energieverluste können bei der Durchführung des Versuches trotzdem auftreten?
14. Welche Vorteile bietet die Vierpunkt-Messmethode bei der Bestimmung der Heizleistung?
15. Warum nutzt man Materialien wie Manganin, dessen spezifischer Widerstand kaum ändert zwischen 2 und 300 K, als Heizdraht?