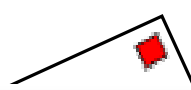


# Eine Studie zur **Messung** der *Feststoffdichte* an speziellen *Körpern*

## Manipulation des Ausdehnungskoeffizienten

Dichte und Wärmedehnung sind die *Beweger* von *Erde und Himmel* – das ist zwar sehr pathetisch, geradezu schwülstig, doch sind die Konvektionsströmungen der Magma, der Meere und in der Atmosphäre (abgesehen von oder auch mit der Corioliskraft) die *Aktoren der Plattentektonik und Meteorologie*. Aber auch in kleineren Räumen, den Portionen, mit welchen in Materialwissenschaften umgegangen wird, ist besonders die Wärmedehnung ein wichtiger Faktor. Bei Materialverbänden und bei Verkleben von Materialien, die Temperaturwechselbeständig sein sollen, ist die thermische Dehnung ein Problem. Denn die Materialien bewegen sich mit der Temperaturänderung gegeneinander, dann, wenn die Ausdehnungskoeffizienten verschieden sind. Die Verbundstellen werden belastet und verschleifen. Innerhalb homogener Materialien entstehen mechanische Spannungen, wenn die Temperatur zu rasch ändert und der Dehnungskoeffizient relativ groß ist. Gerade in der Mikroelektronik, wo sich Bauteile rasch aufheizen können, ist dies ein Problem. Thermischen Spannungen zerstören einfachere Glassorten bei Abschrecken - sie haben relativ hohe Ausdehnungskoeffizienten, wohingegen Quarzglas fast glühend in Wasser abgeschreckt werden kann, ohne dass es zerspringt. Es hat eben einen kleinen Temperaturkoeffizienten. Neben Korrosion, im Allgemeinen, ist ein weiterer Aspekt der

A small version of the 'imeter' logo is positioned at the top right of the contact information box.

©2006 imeter/MSB Breitwieser  
MessSysteme  
Tel. (+49)(0)821/706450

<http://www.imeter.de>

***imeter Anwendungen***

Diesem Anwendungsbeispiel ist der zur Messung automatisch erzeugte **imeter**-Prüfbericht begefügt. Die relative Ausführlichkeit ergibt sich aus der Forderung, dass die Variablen einer Messung dargestellt werden sollen und müssen (GxP). Variabel sind nicht nur die Messdaten selbst und deren Umstände sowie die Eigenschaften der Normale, sondern auch Abläufe und Handhabungen. Dazu verfügt **imeter** einerseits über eine Modelliersprache, um Mess- bzw. Steuerungsverfahren zu gestalten („was soll der Fall sein“) und andererseits über analytische Fähigkeiten, um zu bewerten, *was der Fall* ist und um darüber in Berichten Rückkopplung zu geben. - **imeter** befreit kostbare Arbeitszeit, indem es nicht nur das Messen/Steuern/Regeln, sondern auch die beurteilungsreife Darstellung und Dokumentation weitgehend automatisiert.

*Die Formatierungsvorgaben des Berichts bestimmen Art und Umfang der Informationsdarstellung. – Der Anwender (der Kunde oder wir) können jederzeit in die Lage versetzt werden, die Plausibilität und Validität einer Messung detailliert zu überprüfen.*

*Der **imeter**-Prüfbericht auf den folgenden Seiten enthält keine Erläuterungen (Prüfmittelüberwachung, alternative Einheiten u.a.) Bitte finden Sie Erläuterungen und zuschaltbare Features in einigen anderen, der in dieser Reihe geeigneten Beispiele.*

Wärmedehnung, die Maßhaltigkeit. Darum werden für kostbare Instrumente Materialien wie *Invar* oder *Zerodur* eingesetzt. Diese sind meistens recht teuer, nicht unbedingt einfach zu verarbeiten und werden daher nur für ausgesuchte Anwendungen eingesetzt.

Könnte eine Möglichkeit gefunden werden, schlichtere Werkstoffe, in ihrer Wärmedehnung zu manipulieren, dürften sich daraus neue, weitreichende Anwendungsmöglichkeiten erschließen. Sei es, indem verschiedene Stoffarten in Punkto Wärmedehnung kompatibel gemacht würden, oder indem die Wärmedehnung soweit *abgestellt* wird, dass Werkstoffe sich bei Temperaturänderung nicht mehr in sich verspannen und damit langlebiger werden, da sie weniger Alterungswirkungen erfahren.

Die Naturgesetze können natürlich nicht manipuliert werden. sind offenbar in der Materialforschung Möglichkeiten außer Acht gelassen. Nämlich solche abseits der molekularen Interpretationsebene – weiter in der Deutungsrichtung geometrischer Strukturierungen. Die geometrische Organisation ist allgemein und da nicht an die chemische Bindungsart gekoppelt auch nicht stoffgruppenspezifisch. - Ändert sich über eine sphärisch gewölbte Oberfläche der Ausdehnungskoeffizient und wirkt eine Temperaturänderung darauf ein, dann führt dies zu einer Kompression. Die thermische Dehnung wird als mechanische Spannung im Kompressionsmodul gespeichert. Solche Strukturen können im einfachen Fall ineinander stehende Röhren aus zwei Materialarten sein. Im Beispiel dieser Messung ist in eine Aluminiumröhre eine Teflonröhre mit H-Profil eingepresst. Die Wärmedehnung des Teflons ist wesentlich größer als die des Aluminiums. Die Dilatation des Gesamtkörpers bleibt hinter der des reinen Aluminiums zurück:



imeter/MSB, Augsburg am 26.04.06

## Feststoffdichte & Dilatation

**Titel:** Manipulation des Ausdehnungskoeffizienten

**Bemerkung:**

**Ergebnis:**  $\rho^{21,00^\circ\text{C}} = 2,1604\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ,  $\kappa = -103,7\cdot 10^{-6}\cdot\text{K}^{-1}$   
gemessen in Wasser, Augsburg, Dest.

## Bericht

### • Ermittelte Probandaten

(Dichte, Volumen und Koeffizienten sind für 21,00°C angegeben.)

<b>Dichte</b>	$\rho = 2,1604$	$\pm 0,0001$	<b>g/cm<sup>3</sup></b>	<b>60ppm</b>
<b>Temperaturkoef.</b> $^{-\Delta\rho/\Delta T}$	$k = -224$	$\pm 96$	<b>g/m<sup>3</sup>·K<sup>-1</sup></b>	<b>40%</b>
<b>Ausdehnungskoeff.</b>	$\kappa = -104$	$(\alpha = -35)$	<b>10<sup>-6</sup>·K<sup>-1</sup></b>	
<b>Volumen</b>	$V = 32,836$	$\pm 0,002$	<b>cm<sup>3</sup></b>	<b>50ppm</b>
<b>Masse</b>	$m = 70,9398$	$\pm 0,0002$	<b>g</b>	<b>3ppm</b>
<b>Wägewert</b>	$W = 70,9110$	$\pm 0,0002$	<b>g</b>	

Die Masse der Probe ist um 28,8mg größer als der Wägewert; materialbezogen beträgt der Unterschied 0,4‰.

Die Dichtangabe wurde aus dem Temperaturverlauf der Einzelergebnisse ermittelt, ebenso die Angaben zur Wärmedehnung. Die Standardabweichung der Schätzung im Bezug auf die Messwerte beträgt absolut  $5,87\cdot 10^{-5}\text{g/cm}^3$ , Grundlage ist die Regressionsgleichung:

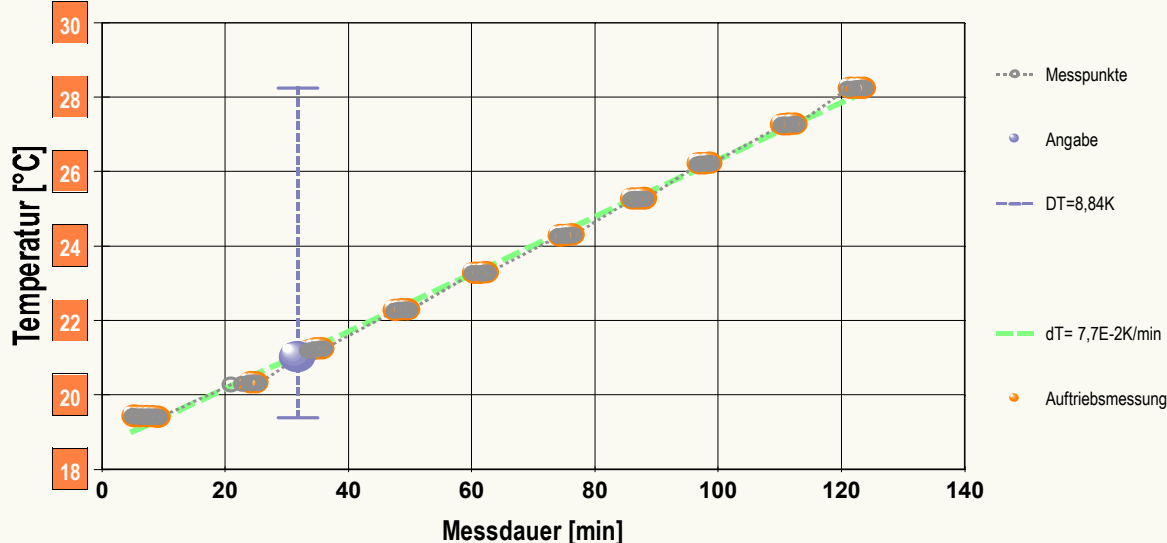
$$\rho(T) = f(\zeta[^\circ\text{C}]) = 2,1454 + 0,001284\cdot\zeta - 2,71\text{E}-5\cdot\zeta^2$$

Die Qualität der Schätzung, gemäß Korrelationskoeffizient,  $r^2=0,932$ , ist *ungenügend*. Da die Streuung kleiner ist, als die Fehlerschätzung, kann von einer formalen Richtigkeit der Messung ausgegangen werden. Die Temperaturkoeffizienten sind im Verlauf nicht konstant. Der Temperaturkoeffizient wurde aus einer Regression über die Differenzenquotienten ermittelt. Einzelheiten dazu folgen am Ende des Berichts.

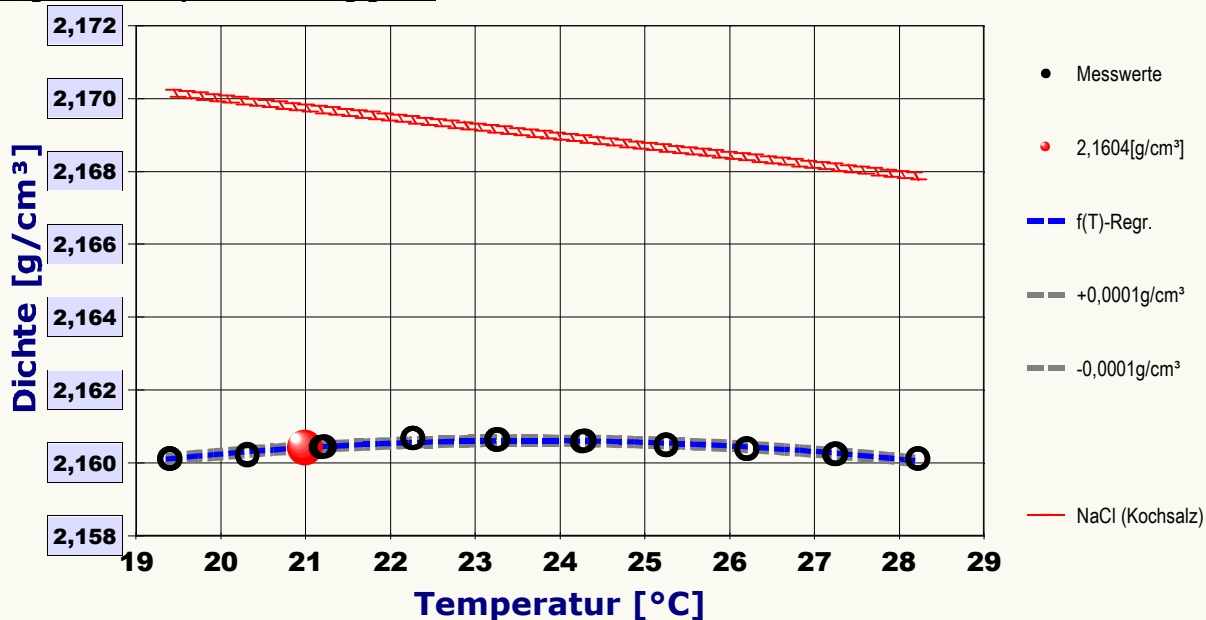
### • 32 Dichtemesswerte

gesamte Dauer 2,1 Stunden; stufig ansteigender Temperaturverlauf der Messwerte, zehn Temperierstufen; 0,97K Temperaturunterschied je Niveau und mit jeweils rund drei Messwerten besetzt.

**Diagramm 'Temperaturverlauf und Ereignisse'**



**Diagramm 'Temperaturabhängigkeit'**



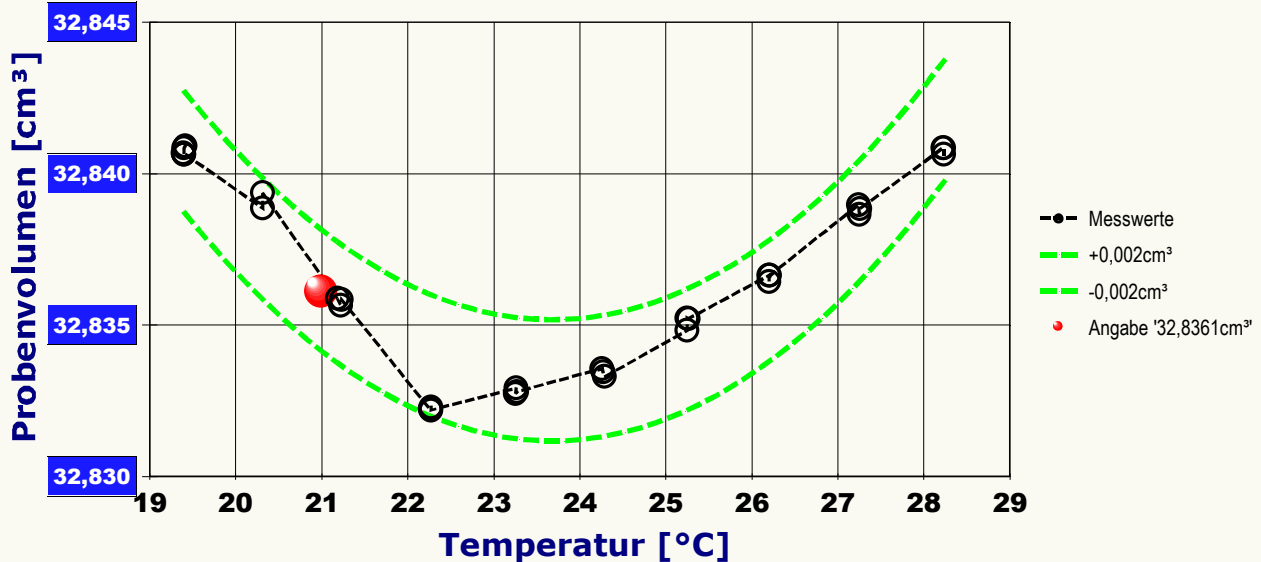
**Tabelle der Detaildaten:**

N°	Zeit	T	$\rho_{Fl}$	$\rho_{Probe}$	$V_{Probe}$	$\Delta t_{Akqu.}$	$\Delta T$	$\Delta \rho_{Probe}$	N
1.	5,4	19,41	0,998322	2,16010	32,8409	1,2	-	-	2
2.	6,4	19,40	0,998324	2,16011	32,8408	1,2	0,00	-6,8E-6	2
3.	7,3	19,40	0,998324	2,16012	32,8406	1,2	-	-	2
4.	8,3	19,40	0,998324	2,16012	32,8406	0,6	-	-	2
5.	9,2	19,39	0,998326	2,16012	32,8407	3,0	-	-	4
[6.	22,7	20,29	0,998141	2,14343	33,0963	2,4	-	-	3]*
7.	24,3	20,31	0,998137	2,16024	32,8389	1,2	-	-	2
8.	25,1	20,31	0,998137	2,16021	32,8394	1,8	0,00	-6,7E-6	3
9.	33,9	21,18	0,997951	2,16044	32,8359	1,2	-	-	2
10.	34,8	21,22	0,997942	2,16045	32,8357	4,2	0,00	-6,6E-6	5
11.	35,8	21,23	0,997940	2,16044	32,8358	3,6	-	-	4
12.	47,8	22,26	0,997709	2,16068	32,8322	1,2	-	-	2
13.	48,7	22,27	0,997707	2,16067	32,8323	1,2	-	-	2
14.	49,7	22,27	0,997707	2,16068	32,8322	0,6	-	-	2
15.	60,6	23,26	0,997474	2,16063	32,8329	1,2	0,00	6,8E-6	2
16.	61,5	23,25	0,997477	2,16064	32,8327	1,2	-	-	2
17.	62,5	23,27	0,997472	2,16064	32,8328	3,0	-	-	4
18.	74,4	24,26	0,997230	2,16059	32,8336	5,4	-	-	6

19.	75,5	24,27	0,997227	2,16060	32,8334	1,2	-	-	2
20.	76,4	24,29	0,997222	2,16060	32,8333	0,6	0,00	-6,6E-6	2
21.	86,2	25,25	0,996978	2,16050	32,8348	2,4	0,00	-6,7E-6	3
22.	87,3	25,25	0,996978	2,16048	32,8352	1,2	-	-	2
23.	88,1	25,26	0,996976	2,16048	32,8352	1,2	-	-	2
24.	97,1	26,20	0,996728	2,16038	32,8366	1,2	-	-	2
25.	97,9	26,20	0,996728	2,16040	32,8364	1,8	0,00	-7,3E-6	3
26.	98,7	26,21	0,996726	2,16038	32,8366	3,0	-	-	4
27.	110,6	27,24	0,996445	2,16023	32,8390	1,2	-	-	2
28.	111,5	27,25	0,996442	2,16025	32,8387	0,6	-	-	2
29.	112,5	27,26	0,996439	2,16024	32,8388	1,2	-	-	2
30.	121,4	28,22	0,996169	2,16011	32,8408	11,4	-	-	12
31.	122,8	28,23	0,996166	2,16011	32,8408	1,8	0,00	-6,2E-6	3
32.	123,7	28,23	0,996166	2,16012	32,8406	1,2	-	-	2

\*[Der Wert N° 6 wurde durch den Ausreißertest von den Ergebnissen ausgenommen.]

**Diagramm 'absolutes Volumen'**



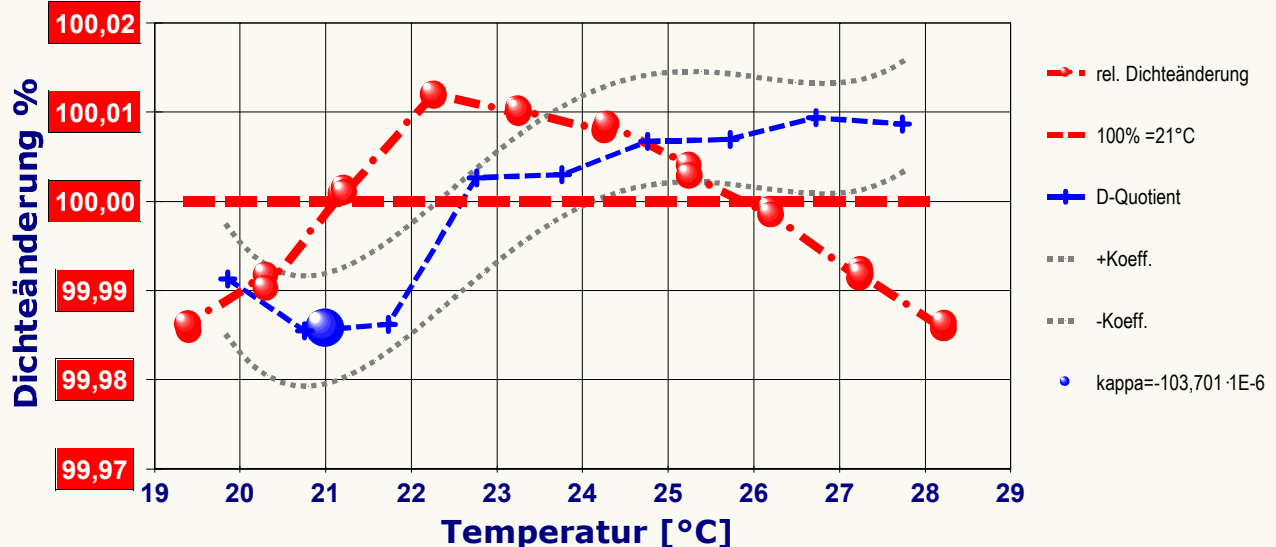
**• Thermische Volumenentwicklung**

Die Entwicklung des Probenvolumens mit der Temperatur wird durch die folgende Gleichung beschrieben:

$$V_T[\text{cm}^3] = f(\zeta[^\circ\text{C}]) = 33,0642 - 0,019518 \cdot \zeta + 4,122\text{E-}4 \cdot \zeta^2$$

Die Korrelation ist, wie bei der Dichte, ungenügend ( $r^2 = 0,932$ ), die Standardabweichung der Gleichung gegen die Messwerte beträgt absolut  $8,47\text{E-}04\text{cm}^3$  und relativ 26ppm. In diesem Fall wurde die unerwartet große Streuung dazu verwendet, die Unsicherheit der Volumenangabe über diese Standardabweichung ( $k=2$ ) festzulegen. (vgl. Diagramm *absolutes Volumen*.) Die Fehlerangabe des Volumens wird sonst, analytisch, aus der Fehlerfortpflanzung ermittelt. Auf jedenfall besteht hier **Klärungsbedarf!**

**Diagramm 'relative Dichteänderung'**



## • Thermodilatation

Für die Analyse wurden die Einzelwerte in jeweiligen Temperaturniveaus zu insgesamt zehn Gruppen zusammengefasst. Aus den daraus erhaltenen neun Differenzenquotienten ( $^{-\Delta\rho/\Delta T}$ ) wird eine Regression 4. Ordnung gebildet. -- Im Diagramm 'relative Dichteänderung' sind die Differenzenwerte, skaliert über die relative Dichteänderung, eingezeichnet und mit dem Fehlerbereich umfasst. Dieser Bereich ist über die Unsicherheit des Temperaturkoeffizienten bestimmt ( $\pm 95,9\text{g/m}^3\cdot\text{K}^{-1}$ ), die selbst aus der Standardabweichung der Differenziale ermittelt und gesetzt wurde ( $k=2$ ). -- Die Extremwerte der Temperaturkoeffizienten, wie in 'relative Dichteänderung' eingetragen, reichen von  $-228\text{g/m}^3\cdot\text{K}^{-1}$  bei  $20,8^\circ\text{C}$  bis  $143\text{g/m}^3\cdot\text{K}^{-1}$  bei  $26,7^\circ\text{C}$ . Die Maximal- und Minimumwerte des kubischen thermischen und isobaren Ausdehnungskoeffizienten ( $\kappa$ ) betragen:

$$\begin{array}{lcl} 20,8^\circ\text{C} & : & \kappa = -105,5\cdot 10^{-6}\text{K}^{-1} \quad (\alpha \sim -35,2) \\ 26,7^\circ\text{C} & : & \kappa = 66,2\cdot 10^{-6}\text{K}^{-1} \quad (\alpha \sim 22,1) \end{array}$$

## • Auswertungshinweise

Messflüssigkeit 'Wasser, Augsburg, Dest.', Temperatur/Dichte-Daten wurden aus der Referenzdatenbank entnommen. Die Unsicherheit des Zahlenwertes der Flüssigkeitsdichte wurde individuell zur Messung angegeben. Die Flüssigkeitsdichte,  $\rho_{\text{Fl.}}$ , wurde demnach gemäß folgender Bestimmungsgleichung zur Temperatur berechnet:

$$\rho_{\text{Fl.}} = f(\zeta[^\circ\text{C}]) = (99983557.6 + 6766.661\cdot\zeta - 901.5886\cdot\zeta^2 + 9.517959\cdot\zeta^3 - 0.1000876\cdot\zeta^4 + 5.54\text{E-}4\cdot\zeta^5) / 1\text{E}8,$$

Unsicherheit  $\pm 5\cdot 10^{-6}\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ .

## • Technik

Einsatz einer variablen Prüfkörperaufhängung. Zur Probenbefestigung wurden  $0,2538\text{g}$  in der Messung untertauchendes Befestigungsmaterial mit der Dichte  $18,7\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$  bei  $25^\circ\text{C}$  - mit dem kubischen Ausdehnungskoeffizienten  $12,9\cdot 10^{-6}\text{K}^{-1}$  - berücksichtigt. In der angewandten Patentmethode, dem Meniskuseliminierverfahren, wurde der Aufhängungsquerschnitt mit  $0,0314\text{mm}^2$  angegeben. Über den Niveau-Unterschied von durchweg  $3,903\text{mm}$  zwischen Bezugskraft- und Auftriebskraft-Messung ergibt sich ein Beitrag von  $0,12\text{mm}^3$  ( $\sim$  Mikroliter), um den der Volumenauftrieb korrigiert wird. Das Gewicht von Prüfkörper und Halterung (gesamt  $71,1648\text{g}$ ) wurde im Datenblatt angegeben.

## • Datenbankvergleiche

1. NaCl (Kochsalz) <sup>1</sup>	2,17	0,4%	[Lit. ABCC(rho), & TBK(alpha)]
2. PTFE, Teflon <sup>2</sup>	2,17	0,4%	
3. FEP/PFA <sup>2</sup>	2,15	0,5%	
4. Glas, Quarz <sup>1</sup>	2,2	1,8%	
5. Analcim <sup>2</sup>	2,2	1,8%	SF weiss, nmG, MH 5-6
6. Desmin <sup>2</sup>	2,2	1,8%	SF weiss, nmG, MH 3-4
7. Chabasit <sup>2</sup>	2,1	2,8%	SF weiss, nmG, MH 4-5
8. Kainit <sup>2</sup>	2,1	2,8%	SF weiss, nmG, MH 2-3
9. Steinsalz <sup>1</sup>	2,1	2,8%	SF weiss, nmG, MH 1-2
10. Schwefel, orthorhombisch <sup>2</sup>	2,067 (25°C)	4,3%	
11. Schwefel <sup>2</sup>	2	7,4%	SF weiss, nmG, MH 1-2
12. Sylvin <sup>2</sup>	2	7,4%	SF weiss, nmG, MH 1-2

<sup>1</sup>: Für  $21,00^\circ\text{C}$  berechneter Referenzwert, <sup>2</sup>: Tabellierter Referenzwert.  
(Auswahl nur aus Referenzdaten, Stand 26.04.06)

In diesem Bericht werden nicht alle verfügbaren Diagramme ausgegeben. Sie können die Ausgabe der Grafiken durch Aktivierung der entsprechenden "Checkboxes" (unter der Registerkarte "Optionen") bewirken.

**Nicht angezeigte Charts:** Mit Diagramm 3, "Dichte-Zeitverlauf", werden Messwerte in zeitlicher Form angezeigt. Bei isothermen Bedingungen und längeren Messzyklen können Verläufe beobachtet werden, die die Stabilität der Probe oder der Messbedingungen zur Anzeige bringen.

**Berichtseinstellungen - aktivierte Ausgabeeinstellungen:** Datenbankvorschläge anzeigen, Detaillierte Ergebnisse, Allgemeine Angaben, Vergleichsanalyse, formatierte Tabellen, Berichtseinstellungen.

**Beschränkte Informationsausgabe durch negierte Optionen:** Erläuterungstexte, alternative Einheiten, Zusatzinformationen, Bearbeitungshinweise, Audit-Trail, Prüfmittelüberwachung, Online-Protokoll, Status und Ausführungshinweise, Authentifizierungen werden nicht angezeigt.

<000007249>

(Die Angabe für „ $\alpha$ “ gilt in diesem Fall natürlich nicht)

Wie aus dem Protokoll hervorgeht, handelte es sich um einen makroskopischen Körper. Die Wärmedehnung zwischen  $20$  und  $22^\circ\text{C}$  ist negativ. Über die gesamte Spanne von nahezu  $10\text{K}$  ergibt sich eine Nullausdehnung. Solche Körper mögen für sehr spezielle Anwendungen verwendbar sein. Die eigentliche Bedeutung sollte darin bestehen, solche Körper als Kompensationsmittel in Werkstoffen zu verwenden. Denkt man sich hier verkleinerte Strukturen, bis hin zu entsprechenden *Nano-tubes*, z.B. in einer Sintermetallmatrix, dann kann die Wärmedehnung des Matrixmaterials durch die Kompensationskörper aufgenommen werden, so dass über den *Werkstoff* eine entsprechend manipulierte Wärmedehnung herzustellen ist. Die Dilatation ist fallweise kleinräumig kompensiert. -- Wir würden uns freuen, träfe diese Flaschenpost - denn andersöffentlich sind die Ergebnisse bisher nicht verbreitet - auf Interesse.

Michael Breitwieser, Morellstrasse 6, D-86159 Augsburg

Tel. (+49)(0)821/706450, Fax (0)821/7473489

<http://www.imeter.de>