

Materialwissenschaftliches Praktikum

Dichtemessung

Versuch MP 10

09-2023

Versuchsziel

Ziel dieses Versuches ist es, die Dichte unterschiedlicher Werkstoffe geometrisch sowie mit Tauchwägung (Archimedesprinzip) zu bestimmen, sowie die offene und geschlossene Porosität von Werkstoffen mittels der Auftriebsmethode zu bestimmen.

Grundlagen

Die Dichte (ρ) von Werkstoffen ergibt sich aus dem Verhältnis von Masse

(m) zu Volumen (V):

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (1)$$

Im Internationalen Einheitensystem ist die Einheit der Dichte kg/m^3 , am häufigsten wird die Einheit g/cm^3 benutzt – das entspricht der Angabe in g/ml . Teilweise findet man auch Angaben in kg/dm^3 .

Setzt man statt der Masse sein Gewicht (G) ein,

$$G = m \cdot g \quad (2)$$

(g = Erdbeschleunigung), so erhält man das spezifische Gewicht des Werkstoffs. Diese Größe findet aber heute fast keine Verwendung mehr. Da die Erdbeschleunigung ein wenig vom Ort auf der Erde abhängt, ist das spezifische Gewicht ortsabhängig.

Bei regelmäßig geordneten Werkstoffen wie kristallinen Materialien lässt sich die Dichte theoretisch aus den Gitterparametern der Einheitszelle (V_C : Volumen der Einheitszelle) und dem Atomgewicht (A) und der Anzahl der

Atome je Einheitszelle (n) berechnen. Die so errechnete Dichte eines Werkstoffs wird als theoretische Dichte bezeichnet.

$$\rho_{th} = \frac{n \cdot A}{V_C \cdot N_A} \quad (3)$$

Da jeder Werkstoff jedoch Fehler im Aufbau besitzt (null-dimensionale, eindimensionale, zweidimensionale, dreidimensionale) weicht die tatsächliche von der theoretischen Dichte ab. Bei amorphen Werkstoffen ist ein theoretischer Wert der Dichte wegen der fehlenden geometrischen Ordnung nicht berechenbar. Man benutzt daher i.a. die technologisch erreichbare Maximaldichte anstelle der theoretischen Dichte. Die Maximaldichte weicht bei kristallinen –schmelztechnologisch hergestellten - Werkstoffen meist kaum von der theoretischen ab.

Pulvertechnologisch hergestellte Werkstoffe jedoch, weisen meist noch eine gewisse Menge an Restporosität nach dem Sintern auf. Keramiken werden in der Regel pulvertechnologisch hergestellt, aber auch Metalle und Polymere werden für besondere Anwendungen auf diese Weise hergestellt. Prinzipiell wird bei diesem Verfahren von einem aus Pulver bestehenden vorverdichteten Körper ausgegangen. Bei dem Sinterprozess verbinden sich die einzelnen Pulverteilchen und so wird der Hohlraum verringert, welcher als Porosität bezeichnet wird. Hierbei kann grundsätzlich unterschieden werden, ob das Porenvolumen noch von der Oberfläche aus über Porenkanäle erreichbar ist, oder ob es von der Oberfläche getrennt geschlossen vorliegt (Offene und geschlossene Porosität). Bei diesen Werkstoffen bezieht man die erreichte Dichte auf die maximal erreichbare Dichte und gibt sie in Prozent an (%TD = Prozent der theoretischen Dichte).

Da die Dichte unmittelbar von der Anordnung und der Bindungsart der Atome abhängt ist es auch nicht verwunderlich, dass sich die Werkstoffklassen in ihrer Dichte unterscheiden. So haben Metalle im Allgemeinen eine höhere Dichte als Keramiken und diese wiederum eine höhere Dichte als Polymere. Die Dichte von Verbundwerkstoffen ergibt sich aus den Dichten der beteiligten Phasen und deren Volumenanteil.

Die Dichte aller festen, flüssigen und gasförmigen Stoffe ist abhängig von der Temperatur. Allgemein gilt: Je höher die Temperatur ist, desto niedriger ist die Dichte. Da sich Materialien bei Wärme ausdehnen, d. h. ihr Volumen zunimmt, nimmt die Dichte ab. Dieser Effekt ist bei Festkörpern weniger stark ausgeprägt als bei Flüssigkeiten, am stärksten macht er sich bei Gasen

bemerkbar. Die Dichteänderung für ein bestimmtes Temperaturintervall läßt sich mithilfe des Wärmeausdehnungskoeffizienten berechnen; er gibt die Volumenänderung eines Stoffes bezogen auf die Temperatur an.

Im Leichtbau – etwa in der Luft und Raumfahrt – werden hohe Festigkeiten und hohe Steifigkeiten bei möglichst geringem Gewicht angestrebt. Um hier verschiedene Werkstoffe mit einander vergleichen zu können, werden die entsprechenden mechanischen Kennwerte auf die jeweilige Dichte des Werkstoffs bezogen und als spezifische Festigkeit bzw. spezifische Steifigkeit bezeichnet. So erlangen z. B. faserverstärkte Polymere ein Vielfaches der spezifischen Kennwerte von Stahl.

Im Gegensatz zu Verbundwerkstoffen ist bei Stoffgemischen wie sie in Zustandsdiagrammen dargestellt sind kein linearer Zusammenhang zu den Gewichts- oder Atomkonzentrationen gegeben.

Das Prinzip des Archimedes:

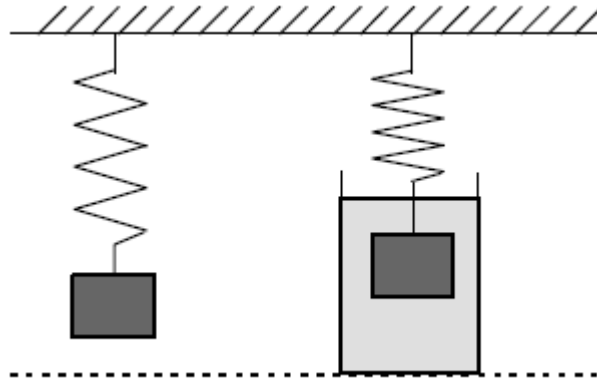
Will man Materialdichten bestimmen, so benötigt man Masse und das Volumen der Probe.

Die Bestimmung der Masse kann direkt mit Hilfe einer Waage vorgenommen werden.

Die Bestimmung des Volumens kann im allgemeinen nicht direkt erfolgen, Ausnahmen sind geringe Anforderungen an die Genauigkeit und das Vorliegen einfacher geometrischer Körper, wie z. B. Würfel, Quader oder Zylinder, deren Volumen leicht aus den Kantenlängen bzw. Höhe und Durchmesser berechnet werden kann.

Auf Grund der Schwierigkeiten bei der genauen Bestimmung des Volumens insbesondere eines unregelmäßig geformten Körpers, geht man bei verschiedenen Verfahren zur Dichtebestimmung einen „Umweg“. Man arbeitet auf der Grundlage des Prinzip des Archimedes, das die Beziehung zwischen Kräften (oder Massen), Volumina und Dichten von in Flüssigkeit eingetauchten Festkörpern beschreibt:

Aus dem täglichen Leben ist bekannt, daß Körper in Wasser leichter erscheinen als in Luft.

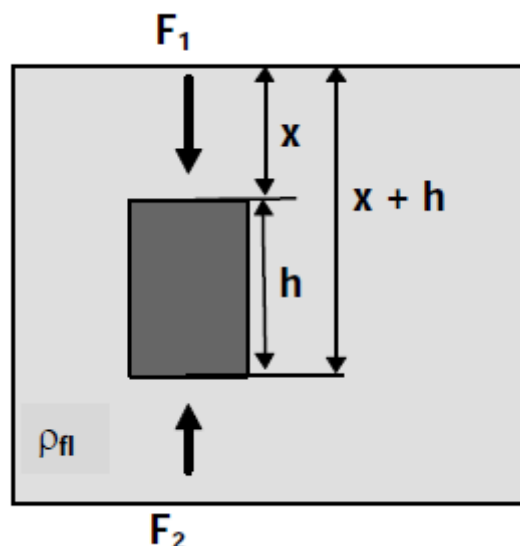


Auf einen in eine Flüssigkeit getauchten Körper wirken von allen Seiten Kräfte infolge des hydrostatischen Druckes. Die Kräfte in waagerechter Richtung sind entgegengesetzt gleich, d. h. sie heben sich gegenseitig auf. In senkrechter Richtung nimmt der Druck – je tiefer man unter die Flüssigkeitsoberfläche kommt – immer weiter zu. Der Druck, der in einer Flüssigkeitsebene von der darüberliegenden Flüssigkeitsschicht hervorgerufen wird, wird Schweredruck genannt. Er wird aus der Dichte der Flüssigkeit, der Höhe der Flüssigkeitssäule und der Fallbeschleunigung berechnet:

$$p = \rho_{fl} \cdot g \cdot h \quad (4)$$

Entsprechend ist die Kraft, die auf eine Fläche A in der Tiefe h wirkt:

$$F = \rho_{fl} \cdot g \cdot h \cdot A \quad (5)$$



Auf die Oberfläche eines vollständig in eine Flüssigkeit eingetauchten Körpers mit der Grundfläche A wirkt infolge des Schweredruckes auf die Oberseite die Kraft F_1 . Auf die Unterseite wirkt die Kraft F_2 . Die resultierende

GW5 Dichtemessung

Kraft, die auf den Körper wirkt, ergibt sich aus der Differenz dieser beiden Kräfte:

$$F_{res} = F_2 - F_1 = [A \cdot (x + h) \cdot \rho_{fl} \cdot g] - [A \cdot (x) \cdot \rho_{fl} \cdot g] \quad (6)$$

$$F_{res} = A \cdot h \cdot \rho_{fl} \cdot g \quad (7)$$

Das Produkt aus Grundfläche und Höhe des Körpers entspricht dem Volumen dieses Körpers. Gleichzeitig entspricht dieses Volumen dem der verdrängten Flüssigkeitsmenge.

$$F_{res} = V_{fl} \cdot \rho_{fl} \cdot g$$

Sie wird Auftriebskraft oder kurz Auftrieb (engl. buoyancy) genannt und enthält direkt den Wert für das gesuchte Volumen.

Die Betrachtung der Kräfteverhältnisse auf den eingetauchten Festkörper und das durch ihn verdrängte Flüssigkeitselement zeigt: In senkrechter Richtung wirkt auf den Körper die nach unten gerichtete Gewichtskraft, außerdem die nach oben gerichtete Auftriebskraft. Die resultierende Kraft ergibt sich aus der Differenz dieser beiden Kräfte.

Der Auftrieb entsteht also aufgrund der Druckverhältnisse in einer Flüssigkeit. Die Auftriebskraft ist der Gewichtskraft eines in eine Flüssigkeit eingetauchten Körpers entgegengesetzt. Daraus erklärt sich, daß Körper in einer Flüssigkeit leichter erscheinen als in Luft. In Abhängigkeit vom Verhältnis der Gewichtskraft des Körpers zur Auftriebskraft kann der eingetauchte Körper in der Flüssigkeit zu Boden sinken, schweben oder schwimmen.

Wenn man einen Festkörper vollständig in eine Flüssigkeit eintaucht, ist durch die Versuchsanordnung gegeben, daß das Volumen des Festkörpers gleich dem Volumen der verdrängten Flüssigkeitsmenge ist. Unter dieser Voraussetzung läßt sich der folgende allgemeine Zusammenhang zwischen den Dichten und Massen von Flüssigkeit und Festkörper herleiten, in der das Volumen nicht mehr explizit enthalten ist:

$$\rho_s = \rho_{fl} \frac{m_s}{m_{fl}} \quad (8)$$

Man kann also die Volumenmessung ersetzen durch einfach und genau durchzuführende Massebestimmungen.

Man muß grundsätzlich zwischen zwei hydrostatischen Wägeverfahren unterscheiden. In Abhängigkeit von der Versuchsanordnung haben die jeweils von der Waage angezeigten Meßwerte eine andere Bedeutung: Bei der Auftriebsmethode wird das um den Auftrieb verringerte Gewicht des Festkörpers in der Flüssigkeit ermittelt, bei der Verdrängungsmethode wird das Gewicht bzw. die Masse der verdrängten Flüssigkeitsmenge direkt bestimmt. In diesem Praktikumsversuch wird nur die Auftriebsmethode verwendet.

Bei der Auftriebsmethode mißt man das scheinbare Gewicht eines Körpers in einer Flüssigkeit, d. h. das Gewicht vermindert um die Auftriebskraft, und berechnet daraus und aus dem Gewicht in Luft die gesuchte Dichte.

$$\rho_s = \rho_{fl} \frac{m_{air}}{m_{air} - m_{fl}} \quad (9)$$

Bestimmung der offenen Porosität:

Die Bestimmung der offenen Porosität der gesinterten Proben wird mit dem Wassereindringverfahren nach DIN EN 623 Teil 2 vorgenommen. Das Prinzip beruht darauf, dass ein poröser Körper eine Massenzunahme erfährt, wenn seine von außen zugängliche Poren mit Flüssigkeit gefüllt werden.

Ebenso ändert sich der Auftrieb bezogen auf die theoretische Dichte des Materials, wenn geschlossene Poren vorhanden sind. Um die Porosität errechnen zu können werden die Trockenmasse (m_1), die Auftriebsmasse (m_2) und die Feuchtmasse (m_3) mit einer Präzisionswaage ermittelt.

Die offene Porosität (P_{op}) errechnet sich folgendermaßen:

$$P_{Op} = \frac{m_3 - m_1}{m_3 - m_2} \quad (10)$$

Für Poren größer als ca. 200µm ist das Verfahren nicht mehr anwendbar, da dann die Kapillarkräfte so klein sind, dass das Infiltrationsfluidum nicht mehr in den Poren gehalten werden kann.

Versuchsdurchführung

Bestimmen Sie die Dichte verschiedener Proben zunächst geometrisch. Ermitteln Sie die Masse dazu mit Hilfe einer Laborwaage, das Volumen wird aus der Probenabmessung errechnet. Zur Bestimmung der Probenabmessungen stehen Lineal und Messschieber zur Verfügung. Die geometrischen Maße sind mehrfach zu nehmen! Bestimmen Sie die Dichte der Proben anschließend mit Hilfe der Tauchwägung. Dazu wird das Dichtebestimmungsset YDK 01 der Firma Sartorius verwendet. Zunächst wird das Probengewicht in Luft bestimmt. Als zweiter Schritt wird der Auftrieb bestimmt. Aus beiden Größen kann anschließend die Dichte berechnet werden. Weiterhin soll an einigen Proben die offene Porosität bestimmt werden. Dazu wird zunächst das Probenmasse in Luft bestimmt. Anschließend wird die Probe evakuiert und im evakuierten Zustand in ein Wasserglas befördert. Die Probe wird anschließend vorsichtig entnommen und die Auftriebsmasse bestimmt. Die Probe wird entnommen und Wasserreste mit Hilfe eines feuchten Tuches entfernt. Anschließend kann die Feuchtmasse bestimmt werden.

Auswertung

Das Praktikum ist mit einem Protokoll, welches Grundlagen, Versuchsdurchführung, Ergebnisse und Diskussion beinhaltet, abzuschließen. Die beiden verschieden bestimmten Dichten aller Proben sind zu errechnen und miteinander zu vergleichen. Die Genauigkeit der beiden Verfahren ist zu diskutieren, weiterhin sind für die Dichtebestimmung mittels Tauchwägung Fehlerrechnungen durchzuführen. Desweiteren sollen die offenen Porositäten für die untersuchten Proben berechnet werden, die Fehlerquellen sind zu benennen und in ihrem Einfluss auf das Ergebniss abzuschätzen.

Literatur

- [1] Callister, William D.: Fundamentals of Materials Science and Engineering. John Wiley & Sons, Inc.
- [2] Sartorius AG: Betriebsanleitung Sartorius YDK 01. Sartorius AG Göttingen
- [3] Sartorius AG: Handbuch wägetechnischer Applikationen Teil 1. Sartorius AG Göttingen

GW5 Dichtemessung

Fragen:

- Definieren Sie folgende Begriffe: Dichte, spezifisches Gewicht, spezifische Steifigkeit, spezifische Festigkeit, theoretische Dichte, offene Porosität, geschlossene Porosität!
- Berechnen Sie die theoretische Dichte von Nickel (FCC) und Niob (BCC) jeweils bei 20°C!
- Erklären Sie das Prinzip des Archimedes!
- Welche potentiellen Fehlerquellen sind bei der Auftriebsmethode vorhanden und müssten in Gleichung 8 korrigiert werden?
- Nennen Sie alternative Verfahren zur Dichtebestimmung von Werkstoffen!
- Nennen und erklären Sie ein Verfahren zur Bestimmung der offenen Porosität von Werkstoffen!

Zusatzaufgabe zu Praktikum GW1: Dichtemessung

Bestimmen Sie mittels Bildauswertung anhand der u.a. Bilder den Flächenanteil der Kohlenstofffasern mit Faserrichtung senkrecht zur Bildebene. Extrapolieren Sie den 3D Volumenanteil indem Sie berücksichtigen, dass es sich um ein biaxiales Gewebe handelt. Berechnen Sie die mittlere Dichte des faserverstärkten Kunststoffbauteils. (Dichte Kohlefasern: $1,8 \text{ g/cm}^3$, Dichte Epoxidharz: $1,2 \text{ g/cm}^3$)

