



Dissertation

Katharina Jasmin Lehrmann

Entwicklung von Sorptions- und Auftriebskörpern aus monokristallinem Silizium für die Kalibrierung von Massennormalen

ISSN 2941-1297
ISBN 978-3-944659-42-8

DOI 10.7795/110.20250314

Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Dissertationen

PTB-Diss-10

Braunschweig, März 2025

Katharina Jasmin Lehrmann

**Entwicklung von Sorptions- und Auftriebskörpern
aus monokristallinem Silizium für die Kalibrierung
von Massenormalen**

ISSN 2941-1297

ISBN 978-3-944659-42-8

DOI 10.7795/110.20250314

Empfohlene Zitierweise/recommended citation

Lehrmann, K., 2025. *Entwicklung von Sorptions- und Auftriebskörpern aus monokristallinem Silizium für die Kalibrierung von Massenormalen*. Dissertation, Technische Universität Braunschweig. Braunschweig: Physikalisch-Technische Bundesanstalt.
PTB-Bericht Diss-10. ISBN 978-3-944659-42-8.
Verfügbar unter: <https://doi.org/10.7795/110.20250314>

Herausgeber:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt
ISNI: 0000 0001 2186 1887

Presse und Öffentlichkeitsarbeit

Bundesallee 100
38116 Braunschweig

Telefon: (05 31) 592-93 21
Telefax: (05 31) 592-92 92
www.ptb.de

**Entwicklung von Sorptions- und Auftriebskörpern aus monokristallinem Silizium für
die Kalibrierung von Massenormalen**

Von der Fakultät für Maschinenbau
der Technischen Universität Braunschweig
zur Erlangung der Würde

einer Doktor-Ingenieurin (Dr.-Ing.)

genehmigte Dissertation

von: Katharina Jasmin Lehrmann

geboren in: Weinheim

eingereicht am: 26.06.2023

mündliche Prüfung am: 17.04.2024

Vorsitz: apl. Prof. Dr.-Ing. Michael Müller

Gutachter: Prof. Dr.-Ing. Rainer Tutsch

Gutachter: Dr.-Ing. Prof. h. c. Frank Härtig

Gutachter: Prof. mult. Dr.-Ing. Klaus-Dieter Sommer

2025

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin im Fachbereich Masse der Abteilung Mechanik und Akustik der Physikalischen-Technischen Bundesanstalt (PTB) in Braunschweig.

An erster Stelle möchte ich meinem Doktorvater, Herrn Prof. Dr.-Ing. Rainer Tutsch meinen tief empfundenen Dank aussprechen. Ihre Bereitschaft, diese Rolle auszufüllen, Ihre fachliche Expertise und Ihre freundliche Art waren während der gesamten Promotion stets inspirierend und von unschätzbarem Wert.

Besonders hervorheben möchte ich auch meinen Betreuer Herrn Dr.-Ing. Prof. h. c. Frank Härtig, der mich durch alle Höhen und Tiefen der Promotionszeit begleitet hat. Ihre kontinuierliche Motivation und Unterstützung bildeten das Fundament, auf dem ich aufbauen und wachsen konnte. Der fachliche Austausch mit Ihnen war ausschlaggebend für die Qualität meiner Arbeit und hat es mir ermöglicht immer wieder neue Perspektiven zur Problemlösung einzunehmen. Sichtbares Ergebnis dieser Kooperation war die erfolgreiche gemeinsame Patentanmeldung. Trotz Ihrer anspruchsvollen Funktion haben Sie sich stets die Zeit für wertvolle inhaltliche Diskussionen genommen, die für mich und den Fortschritt der Arbeit von unschätzbarem Wert waren.

Herrn Prof. mult. Dr.-Ing. Klaus-Dieter Sommer danke ich für den Zeitaufwand zur Erstellung des Gutachtens und die umfänglichen und fruchtbaren Diskussionen. Herrn apl. Prof. Dr.-Ing. Michael Müller danke ich für den freundlichen Vorsitz der Prüfungskommission.

Es ist mir ein Anliegen, neben den Kollegen des eigenen Fachbereichs auch Personen außerhalb desselben zu danken, mit deren technischer und wissenschaftlicher Unterstützung die Realisierung meiner Arbeit erst möglich wurde. Insbesondere zu nennen ist dabei Herr Dr.-Ing. Rudolf Meeß mit seiner wertvollen Expertise im Bereich der Siliziumbearbeitung, seiner Bereitschaft, Wissen zu teilen und der damit einhergehenden Geduld. Darüber hinaus bedanke ich mich bei allen beteiligten Kollegen des wissenschaftlichen Gerätebaus herausragend Herrn Stephan Metschke, für den sehr kollegialen Austausch. Durch die stets lösungsorientierte Vorgehensweise und das große Engagement aller Mitwirkenden konnte oftmals das Unmögliche möglich gemacht werden.

Herr Thomas Wiedenhöfer möchte ich für das äußerst detaillierte Lektorat danken. Deine sorgfältigen Anmerkungen haben dazu beigetragen, die Argumentation und den roten Faden der Dissertation noch weiter zu schärfen. Danke auch für die vielen erheiternden, nicht fachlichen Begegnungen als Quelle immer neuer Motivation. Frau Katja Rossignol möchte ich für die freundschaftliche Motivation und das sprachlich hervorragende Lektorat danken.

Mein tiefer Dank gebührt meinem Mann Nils, der mir den Rücken stärkte und mich schon immer aufzumuntern wusste. Ein eben solcher Dank geht an meine Schwiegereltern, allen voran meiner Schwiegermutter Karin. Durch euren unermüdlichen Einsatz konnte ich trotz aller Herausforderungen den Fokus behalten und die Promotion in der Kürze der Zeit abzuschließen. Herzlichen Dank dafür.

„Die beste Zeit ist immer jetzt“

Inhalt

Nomenklatur	I
Zielsetzung	1
Einleitung	2
1 Stand der Technik	4
1.1 Weitergabe der Masse nach Neudefinition des SI.....	4
1.2 Sorption und Auftrieb.....	5
1.3 Relevante Massekomparatoren.....	9
1.4 Reinigungsverfahren	11
1.5 Betrachtung existierender Transferkörper.....	12
1.6 Kupplungsvarianten.....	16
2 Aufbau und Funktionsweise von Transferkörpern.....	18
2.1 Taxometrie	18
2.2 Allgemeine Randbedingungen	19
2.3 Anforderungen an Transferkörper	21
3 Auslegung von Transferkörpern.....	22
3.1 Allgemeine numerische Betrachtung	22
3.2 Sorptionskörper	23
3.2.1 Auslegung eines Sorptionskörpers mit geometrisch gleichen Scheiben	23
3.2.2 Auslegung eines Sorptionskörpers mit spezieller Grundscheibe	24
3.3 Auftriebskörper	25
3.3.1 Auslegung eines Hohlkörpers.....	25
3.3.2 Auslegung eines Inlaykörpers	27
3.4 Duplexkörper.....	30
3.4.1 Auslegung eines Hantelkörpers.....	30
3.4.2 Auslegung eines 2-Scheibenkörpers.....	32
3.5 Auslegung verschiedener Fasengeometrien	32
3.5.1 Berechnungskorrekturen für gerade Fasen.....	32
3.5.2 Berechnungskorrekturen für radiale Fasen.....	35
3.5.3 Berechnungskorrekturen für Ausstiche	37
4 Auslegung einer Kupplung.....	38
4.1 Positionsberechnung und Anordnung von Kupplungskugeln	38
4.2 Berechnungskorrekturen für sphärische Distanzstücke.....	43
4.3 Kippstabilität	43
4.3.1 Theoretische Überlegungen.....	44
4.3.2 Experimentelle Untersuchung	45

4.3.3	Elastische Verformung und Spröbruchverhalten.....	47
4.4	Bestimmung der Spalthöhe	51
5	Ergebnisse zur Auslegung von Transferkörpern	52
5.1	Ergebnisse für Sorptionskörper mit identischen Scheiben	52
5.2	Ergebnis eines Sorptionskörpers mit spezieller Grundscheibe.....	54
5.3	Ergebnis eines Hohlkörpers.....	55
5.4	Ergebnis eines Inlaykörpers	56
5.5	Ergebnis eines Hantelkörpers	58
5.6	Ergebnis eines 2-Scheibenkörpers.....	58
5.7	Zusammenfassung der Ergebnisse	59
6	Fertigung und messtechnische Untersuchung der Transferkörper	60
6.1	Anforderungen und Motivation.....	60
6.2	Referenznormal – Siliziumkugel.....	61
6.2.1	Ermittlung der volumetrischen Formabweichung mittels Kugelinterferometer.....	62
6.2.1	Ermittlung der Masse unter Vakuum	63
6.3	Scheibenkörper und Kupplungskugeln.....	63
6.3.1	Ermittlung von Durchmesser und Höhe der Scheiben	65
6.3.2	Massebestimmung unter Vakuumbedingungen und in Luft.....	69
6.3.3	Lotverbindung der Kupplungskugeln.....	71
6.3.4	Oberflächeneinfluss durch Befestigung der Kupplungskugeln	74
6.4	Präzisionsbearbeitung und Montage des Hohlkörpers	76
6.5	Praktische Überprüfung der Handhabung für die gewählte Reinigungsmethode	78
7	Berechnung der Fertigungsgenauigkeit und der Messunsicherheit durch Monte-Carlo-Simulation	80
7.1	Bestimmung der Fertigungsgenauigkeit und der MU durch Simulation.....	80
7.2	Ergebnisse der Simulation.....	86
7.3	Validierung des Simulationsverfahrens.....	87
7.4	Abschätzung der MU für Längenmessungen zur Bestimmung der Masse im μg -Bereich ...	90
7.5	Motivation zur Ermittlung der MU auf Basis nomineller Werte.....	91
7.6	Betrachtungen spezieller Unsicherheitseinflüsse	92
7.7	Zusammenfassung und Ausblick.....	96
8	Zusammenfassung und Diskussion.....	97
	Literaturverzeichnis.....	100
	Abbildungsverzeichnis	109
	Tabellenverzeichnis	112

Nomenklatur

Sorptions- und Auftriebskörper werden in der vorliegenden Arbeit auch als Transferkörper bezeichnet. Diese Transferkörper sind aus Scheiben aufgebaut, welche durch Radius, Höhe, Anzahl erforderlicher Kupplungskugeln und Geometrie umlaufender Fasen charakterisiert sind. Die Kupplungskugeln sind zentrale Elemente einer patentierten statisch bestimmten Lagerung und gewährleisten als Distanzhalter eine definierte Spalthöhe zwischen den einzelnen Scheiben. In den nachstehenden Tabellen sind die verwendeten Variablen und Konstanten (Tabelle 0-1) sowie Indizes (Tabelle 0-2) zur Beschreibung der modellierten, ausgelegten und gefertigten Transferkörper zusammengestellt. Grundsätzlich entsprechen alle angegebenen Einheiten den Vorgaben der SI-Broschüre [BIPM19]. In Tabellen gemachte Angaben werden numerisch weiterverarbeitet und deren Einheiten werden ohne Präfixe dargestellt, um die Gefahr von Übertragungsfehlern zu reduzieren. Im Fließtext hingegen werden Präfixe verwendet, um auftretende Größenordnungen anschaulich darzustellen. Variablen, Konstanten und Indizes beziehen sich auf englischsprachige Begriffe.

Tabelle 0-1 Verwendete Variablen und Konstanten zur Beschreibung der Transferkörper

Variable/Konstante	Bezeichnung
a	Schenkelmaß einer Fase
A	Fläche
CTE	thermischer Ausdehnungskoeffizient
E	Elastizitätsmodul
E_n	Äquivalenzwert der normalisierten
F	Kraft
h	Höhe
k	Anzahl Kupplungskugeln
m	Masse
n	Anzahl
r	Radius
$ratio$	Verhältnis (zur Referenzkugel)
T	Temperatur
V	Volumen
w	konventioneller Wägewert
x	Beobachtungsgröße
α	(Fasen)Winkel
π	Kreiszahl
ρ	Dichte
σ	Normalspannung, Standardabweichung
φ	Winkel
ω	Abplattung

Tabelle 0-2 Verwendete Indizes zur Beschreibung der Transferkörpern

Index	Bezeichnung
act	aktuell
artefact	Transferkörper
b	Berührungspunkt
cent	Zentralbereich Hantelkörper
cha	Fase
corr	Korrektur
cpl	Kupplungskugel
crv	Eckrundung, Ausstich
cyl	Zylinder mit eingeschlossenem Kern
dup	Duplexkörper
dsc	Scheibe
edge	Randbereich Hantelkörper
eff	effektiv
gas	Hohlraum gasgefüllt
grd	Grundscheibe
hol	Hohlkörper
i	Parameter, Nominal, (Scheiben)Typ
ily	Inlaykörper
In	Indium
mat	Material
max	Maximum
mid	Mittelscheibe
min	Minimum
mod	modifiziert
pure	Si-Vollzylinder inkl. Korrekturen
red	reduziert
ref	Referenz
rou	kreisförmige Fase
Si	Silizium
sor	Sorptionsscheibenkörper
sph	(Silizium)Kugel
spl	Bauform eines Hantelkörpers
Ste	Stahl
tot	total, gesamt
top	Topscheibe
vac	Vakuum
W	Wolfram
wall	Wandstärke

In Abbildung 0-1 ist eine Scheibe inklusive zugehöriger Kupplungskugeln dargestellt. Weitere Details, wie z. B. spezielle Variablen und Indizes für Fasen, werden in Kapitel 3.5 separat erläutert.

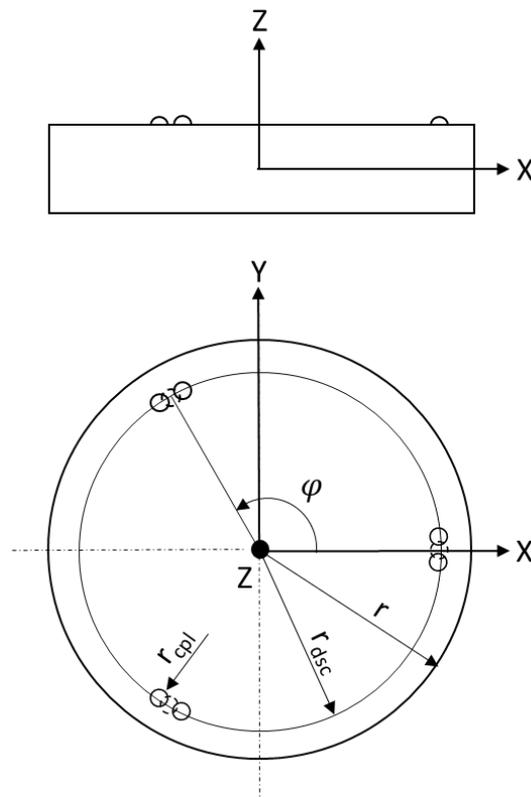


Abbildung 0-1 Schematische Darstellung einer Scheibe mit Kupplungskugeln mit Lage des Koordinatensystems, Seitenansicht (oben) und Draufsicht (unten)

Zielsetzung

In der vorliegenden Arbeit wird die Entwicklung, Fertigung und Charakterisierung von Transferkörpern zur Erfassung von Oberflächenbelegungen und Luftauftrieb, zur Korrektur systematischer Abweichungen bei der Kalibrierung von Massenormalen aus monokristallinem Silizium an Luft, behandelt. Zentraler Bestandteil ist die vollständige Auslegung aller dafür notwendigen Sorptions- und Luftauftriebskörper sowie das Aufstellen eines mathematisch-physikalischen Modells zur Ermittlung der GUM-konformen-Messunsicherheit [GUM108]. Hierfür wird ein Konzept zur Fertigung der Transferkörper erarbeitet, und die Machbarkeit ist durch die Herstellung eines ersten Prüfkörpers nachzuweisen.

Im Einzelnen sind folgende Vorgehen festgelegt:

- I. Erarbeitung einer Systematik (Taxometrie) für Sorptions- und Auftriebskörper aus monokristallinem natürlichem Silizium mit einer Nominalmasse von 1 kg
- II. Auslegung von mindestens zwei Sorptionskörpern mit numerisch gleicher Masse, gleichem Volumen und resultierend gleicher Dichte sowie möglichst großen Oberflächendifferenzen. Die Zugangs- und Messbedingungen gängiger Massekomparatoren sind zu berücksichtigen
- III. Auslegung von mindestens zwei Auftriebskörpern mit numerisch gleicher Masse und gleicher Oberfläche sowie möglichst großen Volumen- und Dichtenunterschieden. Die Zugangs- und Messbedingungen gängiger Massekomparatoren sind zu berücksichtigen
- IV. Realisierung von Bauformen für alle Transferkörper unter Berücksichtigung einer oberflächenschonenden Handhabung in Bezug auf Reinigung und Transport
- V. Darstellung und nachvollziehbare Herleitung aller Berechnungen
- VI. Beschaffung des Rohmaterials aus einer Herstellungsladung unter Berücksichtigung der Aufmaße für die Fertigung
- VII. Planung des Herstellungsprozesses unter Berücksichtigung der Herstellungsqualität von Maß-, Form- und Oberflächeneigenschaften
- VIII. Erstellung einer Messunsicherheitsbilanz für die relevanten Messgrößen Volumen und Oberfläche
- IX. Fertigung einer Referenz in Form einer monokristallinen Siliziumkugel mit Nominalmasse 1 kg
- X. Fertigung mindestens eines Transferkörpers

Einleitung

Die weltweit wichtigste Grundlage zur Darstellung aller physikalischen Größen und deren Beziehung untereinander ist das Internationale Einheitensystem (*Système International d'Unités*: SI) veröffentlicht in der SI-Broschüre des Bureau International des Poids et Mesures (BIPM) [BIPM19]. Verantwortlich hierfür zeichnen derzeit 64 Mitgliedstaaten und 36 assoziierte Staaten, die sich alle vier Jahre auf der Generalkonferenz für Maße und Gewichte General (Conference on Weights and Measures: CGPM) treffen, um neue oder erweiterte Möglichkeiten für eine verbesserte Messtechnik und Anpassungen des internationalen Einheitensystems zu diskutieren und festzulegen. Unter dem Motto „À tous les temps, à tous les peuples“ („Für alle Zeiten, für alle Menschen“) kam die Meterkonvention erstmals 1889 zusammen [Stoc16]. In den folgenden Jahren wurden die ersten international bindenden Definitionen für die Zeit, Vorsatzzeichen des Dezimalsystems sowie die Maßverkörperungen für die Länge, das Urmeter und für die Masse, der Internationale Kilogramm Prototyp (International Prototype of the Kilogram: IPK) [BIPM90] festgelegt.

Im Verlauf der Jahre wurden weitere Messgrößen eingegliedert. Es folgten 1954 mit der Festlegung für die Stromstärke die Einheit Ampere, für die Temperatur die Einheit Kelvin und für die Lichtstärke die Einheit Candela [BIPM54]. 1971 wurde die Einheit Mol für die Größe der Stoffmenge beschlossen [BIPM71]. Genauere Messverfahren führten fortwährend zu Änderungen bei der Darstellung der einzelnen Basiseinheiten.

Vergleichsmessungen zwischen dem IPK und seinen, aus der gleichen Materialcharge hergestellten, nationalen Kopien im Jahre 1991 ließen vermuten, dass das IPK seit seiner Einführung Masse in der Größenordnung von 50 µg verloren hat [Rich16]. Bis zum heutigen Tag konnte jedoch nicht eindeutig geklärt werden, ob sich die Kopien oder der IPK selbst verändert haben. Ein unbefriedigender Zustand, den die Meterkonvention ändern wollte, zumal die Standardabweichungen zur Weitergabe der Masse durch die Metrologieinstitute bei ca. 20 µg liegen. Vor diesem Hintergrund und weiteren Herausforderungen bei der Darstellung abgeleiteter Größen, beschloss die Generalkonferenz [BIPM14], das internationale Einheitensystem zu revidieren. Ziel war die Schaffung eines neuen, stabileren Systems. Statt auf Maßverkörperungen sollte das SI künftig rein auf Fundamentalkonstanten basieren. Zahlen, die im Geiste von 1889, für alle Zeiten unverändert und mit „unendlicher Genauigkeit“ bestehen bleiben.

Seit der Revision des SI am 20. Mai 2019 beziehen sich alle Einheiten auf sieben Fundamentalkonstanten, sogenannten „Defining Constants“ [BIPM18]. Das Kilogramm kann seither mittels der Fundamentalkonstanten, Planck-Konstante [Ste13], Lichtgeschwindigkeit und der Frequenz des ungestörten Hyperfeinübergangs des Grundzustands des Cäsium-Isotops 133 dargestellt werden.

Das revidierte SI hat zur Folge, dass sich die, jetzt auf Konstanten basierenden, Einheiten auf unterschiedliche Weise über Experimente darstellen lassen. Derzeit werden beispielsweise für das Kilogramm zwei Experimente anerkannt. Die sogenannte Kibble-Waage [Kibb14, Robi16] und die XRCD-Methode (X-Ray Crystal Density) [Kura17, Fuji16]. Die Kibble-Waage bezieht sich auf elektrische Größen, während die XRCD-Methode auf dem „Zählen“ von Atomen in

einer ultrapräzisen, monokristallinen Siliziumkugel aus hoch angereichertem ^{28}Si Isotop mit einer Nennmasse von 1 kg [Andr11, Bart17] basiert.

Als nationales Metrologieinstitut realisiert und hütet die Physikalisch-Technische Bundesanstalt, unter anderem, die nationalen Primärnormale für die Größe Masse. Hierfür stehen verschiedene ^{28}Si -Kugeln mit einer Nennmasse von 1 kg zur Verfügung. Seit der Revision des SI werden auch Sekundärnormale aus natürlichem Silizium auf dem Markt angeboten [Pres19, IHKP19]. Sie eignen sich insbesondere aufgrund der guten Oberflächeneigenschaften und ihrer hohen Langzeitstabilität. Die relative Masse-Messunsicherheit (Standardabweichung) mit ca. $3 \cdot 10^{-8}$ [Knop17] ist dabei nur geringfügig größer als die Messunsicherheiten von $2 \cdot 10^{-8}$ bestehender primärer Realisierungen. Darüber hinaus gibt es weitere Entwicklungen, mit denen künftig die Größe Masse mit Kugeln aus natürlichem Silizium über einen Dichtevergleich realisiert werden können [Lehr18]. Diese Entwicklungen sind von besonderer Bedeutung, da natürliches Silizium deutlich einfacher und preisgünstiger zu beschaffen ist als das hochangereicherte ^{28}Si der primären Realisierungen. Verwendung finden die $^{\text{nat}}\text{Si}$ -Massenormale insbesondere bei Metrologieinstituten und Kalibrierlaboratorien.

Die Weitergabe der Masse erfolgt aktuell in der Regel über Gebrauchsnormale aus Stahl. Die Kalibrierungen werden entweder in Massekomparatoren unter Vakuumbedingungen oder an Luft in druck- und temperaturstabilen Umgebungen durchgeführt. Bei der Rückführung von Silizium- auf Stahlnormale an Luft müssen aufgrund der unterschiedlichen Volumina und Oberflächen systematische Effekte ermittelt und korrigiert werden. Der Massezuwachs durch Oberflächenbelegungen wie Wasser oder Kohlenwasserstoffe wird über sogenannte Sorptionskörper ermittelt und kann so korrigiert werden. Unterschiedliche Auftriebskräfte werden durch spezielle Auftriebskörper bestimmt. Aufgrund der Eigenschaften wie Langzeitstabilität, guten Reinigungsmöglichkeiten und der sich vergleichbar ausprägenden Siliziumoxidschichten von ^{28}Si und $^{\text{nat}}\text{Si}$, ist der Einsatz von Sorptions- und Auftriebskörper aus Silizium besonders erstrebenswert. Neben bestimmten physikalischen Eigenschaften ist dabei eine Bauform zu realisieren, die auch eine einfache, sichere und reproduzierbare Handhabung gewährleistet.

1 Stand der Technik

1.1 Weitergabe der Masse nach Neudefinition des SI

Seit dem Inkrafttreten am 20. Mai 2019 basiert die Neudefinition des Kilogramm auf den definierenden Fundamentalkonstanten: der Planck-Konstante, der Lichtgeschwindigkeit und der Frequenz des ungestörten Hyperfeinübergangs des Grundzustands des Cäsium-Isotops 133. Bereits bei der Festlegung des finalen numerischen Werts für die Planck-Konstante 2017 durch die CODATA Task Group on Fundamental Constants [Newe18] empfahl das Consultative Committee for Mass and Related Quantities (CCM) die Weitergabe der Einheit über einen gemeinsamen internationalen Vergleichswert (consensus value) [BIPM17]. Dies ist erforderlich, da die geforderte maximale Abweichung der zugelassenen Experimente von 20 µg, unter Berücksichtigung ihrer zugeordneten Standardabweichungen, nicht übereinstimmen. Dieser Vergleichswert soll die Kontinuität bei der Weitergabe der Masse so lange aufrechterhalten, bis die systematischen Abweichungen zwischen den einzelnen Experimenten auf lange Zeit stabil unter den geforderten 20 µg liegen.

Auf der Basis eines ersten internationalen Schlüsselvergleichs (CCM.M-K8.2019) [BIPM20] legte die CCM Task Group on the Phases for the Dissemination of the kilogram following re-definition (CCM-TGPD-kg) den ersten consensus value für die Weitergabe der Einheit der Masse fest. Demnach muss seit 01. Februar 2021 die Standardunsicherheit ($k = 1$) von $2 \cdot 10^{-8}$ (entspricht 0,020 mg) für die Masse des Internationalen Kilogrammprototypen (1 kg - 0,002 mg) bezogen auf den internationalen Vergleichswert berücksichtigt werden [CCMN19, Stoc20].

Für die Weitergabe eignen sich aktuell zwei Methoden, über die grundsätzlich jedem Nationalen Metrologieinstitut (NMI) die Möglichkeit der Realisierung offensteht [Stoc17]. Über die XRCD-Methode ist die Weitergabe durch Siliziumkugeln möglich. Für eine Primärrealisierung sind hochgenaue Siliziumkugeln aus isotonenangereichertem ^{28}Si mit einer Nennmasse von 1 kg erforderlich. Eine besondere Herausforderung für die Fertigung solcher Kugeln ist dabei das Vermeiden amorpher Grenzschichten bei Formabweichungen von lediglich 10 nm. ^{28}Si -Kugeln zeichnen sich durch eine herausragende Langzeitstabilität ihrer Masse aus, da Fremdatome aufgrund der zugrundeliegenden Kristallstruktur nahezu nicht in die Oberfläche eindringen können und so ein ungewollter Massezuwachs minimiert wird. Darüber hinaus spielt die Reinheit des isotonenangereicherten Siliziums und die möglichst geringen „Verunreinigungen“ durch anderer Isotope wie ^{29}Si und ^{30}Si eine wichtige Rolle zur Minimierung sich ergebender Messunsicherheiten. Weitere Beiträge rühren her aus Gitterversetzungen oder Leerstellen und der genauen Bestimmung von Durchmesser, Form und Oberflächenbelegung. Kugeln aus monokristallinem Silizium können als Sekundärnormale unter atmosphärischen Bedingungen eingesetzt werden [Haer20]. Diese und weitere Gebrauchsnormale können in der Hierarchie der Weitergabe der Masse nachgeordnet eingesetzt werden.

1.2 Sorption und Auftrieb

Der Oberbegriff Sorption umfasst Oberflächeneinflüsse durch physikalische Vorgänge wie Adsorption, Desorption und Absorption. Als Adsorption wird die Anlagerung von Teilchen an einer Festkörperoberfläche, also der Aufnahme eines Stoffes im oberflächennächsten Volumenbereich beschrieben. Adsorptionsmechanismen können durch physikalische, chemische und elektrostatische oder polare Kräfte hervorgerufen werden [Jous13]. Dabei spielt stets die Oberflächenspannung des beteiligten Festkörpers eine entscheidende Rolle für deren Benetzungsfähigkeit und damit deren Adhäsionseigenschaften [Meng21]. Der gegenteilige Effekt, die Abgabe von Teilchen aus einer Oberfläche an die nächste Umgebung, wird Desorption genannt. Bei Absorptionsvorgängen stellt sich eine Balance zwischen den in der Gasphase gelösten Teilchen und dem oberflächennahen Volumenbereich des beteiligten Festkörpers ein.

Das thermodynamische Gleichgewicht stellt sich ein, wenn die Geschwindigkeit der Sorption gleich der Geschwindigkeit der Desorption ist und die chemischen Potentiale der beteiligten Phasen ausgeglichen sind.

Sorptionseffekte sind stark abhängig von der Reinheit der Oberflächen, der Rauheit, der Luftfeuchte und dem Material. Sie resultieren in erster Linie aus physi- und chemisorbierten Wasseranlagerungen [Seah94].

Die Affinitäten zur Bindung an einer Oberfläche werden typischerweise durch Langmuir- und Freundlich-Isotherme beschrieben. Hierbei basiert die Langmuir-Isotherme auf homogenen Affinitäten auf einer Oberfläche, wogegen die Freundlich-Isotherme von heterogenen Oberflächen mit variierenden Affinitäten für den Sorptionsprozess ausgeht.

Unter Vakuumbedingungen wird die Oberflächenschicht aus Wassermolekülen eines Körpers desorbiert. Sobald der Körper feuchter Luft ausgesetzt wird, bindet dieser erneut Wasserstoff aus der Luft [Bory12]. Die Änderung der Massendifferenz zwischen zwei Artefakten und deren bekannter, berechenbarer Oberflächendifferenz resultiert in entsprechenden Korrekturen für den Vakuum-Luft Transfer [Darm12]. Für einen Platin-Iridium Zylinder mit einer Nominalmasse von 1 kg kann somit auf eine Sorptionskorrektur von $2,3 \mu\text{g}$ mit einer Standardunsicherheit von $1,2 \mu\text{g}$ experimentell geschlossen werden [Bory17]. Verschiedene Einflussgrößen bei gravimetrischen Sorptionsbestimmungen werden von Balhorn, Mikhail und Massen [Balh85, Mikh83, Mass84] erläutert.

Bei Kalibrierungen an Luft müssen systematische Abweichungen herrührend aus unterschiedlichen Materialien der Normale und Umgebungseinflüssen erfasst und korrigiert werden. Letztere können beim Einsatz unter Vakuum größtenteils ausgeschlossen werden. Zur Erfassung der systematischen Abweichungen während der Messung werden Auftriebs- und Sorptionskörper eingesetzt [Davi16]. Eine alternative Möglichkeit zur Bestimmung der Luftdichte für Massevergleiche bietet die standardisierte CIPM-81 Formel. Die ermittelte Diskrepanz nach [Fang04] zwischen CIPM-81 Formel und auf Auftriebskörper basierter Methodik beträgt $8 \cdot 10^{-5} \text{ kg m}^{-3}$ ($7 \cdot 10^{-5}$). Weitere Methodenvergleiche sind bei [Davi00] und [BIPM10] erläutert.

Auftriebskörper sind notwendig, da beispielsweise aufgrund der unterschiedlichen Volumina von einem Referenzkörper aus Platin-Iridium zu einem Stahlnormal von 1 kg Nominalmasse eine auftriebsbedingte systematische Massedifferenz von ca. 96 mg ($\Delta V = 80 \text{ cm}^3$) resultiert. Noch größer ist der Einfluss des Auftriebs beim Vergleich einer Platin-Iridium Referenz zu einer Siliziumkugel von 1 kg Nominalmasse mit ca. 460 mg ($\Delta V = 380 \text{ cm}^3$). Der Auftrieb wiederum wird zum größten Teil durch Luftdruck, Temperatur, Luftfeuchtigkeit und CO_2 -Gehalt der Luft beeinflusst. [Bett07]

Untersuchungen von Auftriebs- und Sorptionseffekten schließen Massekalibrierungen in einem Komparator unter Vakuumbedingungen (10^{-6} mbar) ein. Hierdurch kann die Wiederholbarkeit von Messungen unter Vakuum zu Messungen an Luft mit der kleinsten Unsicherheit realisiert werden [NPLR13]. Die Verfahren zur Massebestimmung hoher Genauigkeiten (rel. Unsicherheit $< 1 \cdot 10^{-7}$) sind umfassend durch Kochsiek [Koch97] beschrieben. Die genauesten Massevergleiche einschließlich Luftauftriebskorrektur werden erzielt, wenn Massen im Substitutionsverfahren gemessen und die Massedifferenz unter 100 mg liegt [Schw06].

Im folgenden Abschnitt wird ein Messverfahren zur Bestimmung von Oberflächenbelegungen und darauffolgend ein Verfahren zur Erfassung der Luftauftriebskorrektur ausschließlich auf Basis nomineller Werte gezeigt. Korrekturen aufgrund von Fertigungsabweichungen der Masse, der Volumina oder der Oberflächengeometrien sind nicht Gegenstand der Arbeit und werden nicht näher beschrieben.

1. Verfahren zur Ermittlung der Oberflächenbelegung am Beispiel eines Sorptionskörpersatzes bestehend aus einem 3- und einem 8-Scheibenkörper (*sor3* und *sor8*) mit einer Nominalmasse von 1 kg und gleichen Volumina

Für beide Sorptionskörper werden zunächst die Massen in Vakuum *vac* und in Luft *air* bestimmt. In die Gesamtmasse eines 8-Scheibenkörpers *sor8* in Luft gehen Massenanteile verursacht durch Sorptionseffekte *sor* und Luftauftrieb *buo* mit ein.

$$m_{\text{tot}}^{\text{air,sor8}} = m_{\text{mat}}^{\text{air,sor8}} + m_{\text{sor}}^{\text{air,sor8}} - m_{\text{buo}}^{\text{air,sor8}} \quad (1)$$

Unter Vakuumbedingungen wirkt dagegen nur die Masse des Materials *mat* auf die Gewichtskraft eines 8-Scheibenkörpers:

$$m_{\text{mat}}^{\text{vac,sor8}} = m_{\text{mat}}^{\text{air,sor8}} \quad (2)$$

Die Gesamtmasse eines 3-Scheibenkörpers *sor3* in Luft kann analog zur ersten Gleichung beschrieben werden mit:

$$m_{\text{tot}}^{\text{air,sor3}} = m_{\text{mat}}^{\text{air,sor3}} + m_{\text{sor}}^{\text{air,sor3}} - m_{\text{buo}}^{\text{air,sor3}} \quad (3)$$

Analog zu Gleichung (2) gilt für die Masse des 3-Scheibenkörpers unter Vakuumbedingungen:

$$m_{\text{mat}}^{\text{vac,sor3}} = m_{\text{mat}}^{\text{air,sor3}} \quad (4)$$

Nach Subtraktion der Gleichungen (3) – (1) ergibt sich

$$\begin{aligned} \Delta m &= m_{\text{mat}}^{\text{air,sor3}} - m_{\text{mat}}^{\text{air,sor8}} + m_{\text{sor}}^{\text{air,sor3}} - m_{\text{sor}}^{\text{air,sor8}} - (m_{\text{buo}}^{\text{air,sor3}} - m_{\text{buo}}^{\text{air,sor8}}) \\ \Delta m &= \Delta m_{\text{mat}} + \Delta m_{\text{sor}} - \Delta m_{\text{buo}} \\ \Delta m &\approx \frac{\Delta m_{\text{sor}}}{A^{\text{sor8}} - A^{\text{sor3}}} \end{aligned} \quad (5)$$

darin sind

$$\Delta m_{\text{mat}} \approx 0$$

$$\Delta m_{\text{buo}} \approx 0$$

Bei der Subtraktion der beiden Transferkörper bleibt nur die Massendifferenz basierend auf den unterschiedlich großen Oberflächen des Sorptionskörpersatzes erhalten. Aufgrund gleicher Materialmasse und gleicher Volumina heben sich diese bei der Subtraktion auf. Somit lässt sich der Sorptionseinfluss durch die Massendifferenz der Oberflächenbelegung der in Luft gemessenen Sorptionskörper ($A^{\text{sor8}} - A^{\text{sor3}}$) in Luft beschreiben.

2. Verfahren zur Ermittlung der Luftauftriebskorrektur am Beispiel eines Auftriebskörpersatzes bestehend aus einem Hohlkörper und einem 2-Scheibenkörper (Duplexkörper) mit einer Nominalmasse von 1 kg und gleich großen Oberflächen

Für beide Satzpartner werden zunächst die Massen unter Vakuumbedingungen *vac* und in Luft *air* bestimmt. Die Gesamtmasse eines Auftriebskörpers vom Typ Hohlkörper *hol* in Luft kann durch Massebeiträge aus dem Material *mat*, Sorptionseffekten *sor* und Luftauftrieb *buo* wie folgt beschrieben werden:

$$m_{\text{mat}}^{\text{air,hol}} + m_{\text{sor}}^{\text{air,hol}} - m_{\text{buo}}^{\text{air,hol}} \quad (6)$$

Unter Vakuumbedingungen wirkt nur die Masse des Materials auf die Gewichtskraft eines Auftriebskörpers vom Typ Hohlkörper:

$$m_{\text{mat}}^{\text{vac,hol}} = m_{\text{mat}}^{\text{air,hol}} \quad (7)$$

Die Gesamtmasse eines 2-Scheibenkörpers (Duplexkörper) *dup* in Luft kann basierend auf Sorptionseffekten und Luftauftrieb beschrieben werden mit

$$m_{\text{mat}}^{\text{air,dup}} + m_{\text{sor}}^{\text{air,dup}} - m_{\text{buo}}^{\text{air,dup}} \quad (8)$$

Unter Vakuumbedingungen ergibt sich für die Masse eines 2-Scheibenkörpers

$$m_{\text{mat}}^{\text{vac,dup}} = m_{\text{mat}}^{\text{air,dup}}. \quad (9)$$

Nach Subtraktion der Gleichungen (8) – (6) ergibt sich

$$\begin{aligned} \Delta m &= m_{\text{mat}}^{\text{air,dup}} - m_{\text{mat}}^{\text{air,hol}} + m_{\text{sor}}^{\text{air,dup}} - m_{\text{sor}}^{\text{air,hol}} - (m_{\text{buo}}^{\text{air,dup}} - m_{\text{buo}}^{\text{air,hol}}) \\ \Delta m &= \Delta m_{\text{mat}} + \Delta m_{\text{sor}} - \Delta m_{\text{buo}} \\ \Delta m &\approx \frac{\Delta m_{\text{buo}}}{V^{\text{hol}} - V^{\text{dup}}} \end{aligned} \quad (10)$$

darin sind

$$\Delta m_{\text{mat}} \approx 0$$

$$\Delta m_{\text{sor}} \approx 0$$

Bei der Subtraktion nach Gleichung (10) bleibt nur die Massendifferenz basierend auf den unterschiedlich großen Volumina der Körper ($V^{\text{hol}} - V^{\text{dup}}$) erhalten. Die Massenanteile der Oberflächenbelegungen und des Materials heben sich gegeneinander auf.

1.3 Relevante Massekomparatoren

Zur Bestimmung von Massen mit höchster Genauigkeit werden Waagen eingesetzt, die als Komparatorwaagen oder Massekomparator bezeichnet werden. Das prinzipielle Wägeverfahren eines Massekomparators beruht auf Differenzwägungen nach dem Substitutionsverfahren, bei dem ein Massevergleich [Nate08] bei einer bestimmten Nennlast gegenüber einem Referenznormal (Massenormal) durchgeführt wird. Im Gegensatz zu Analysenwaagen [Schw06] bieten diese deutlich höhere Auflösungen (Teilezahl $n > 5 \cdot 10^7$) und werden vor allem in Referenzlaboratorien eingesetzt. Die höchsten Genauigkeitsanforderungen werden durch Massekomparatoren, sogenannten Prototypwaagen, die für den Masseanschluss von 1-kg-Hauptnormalen unter Vakuumbedingungen und genauer Bestimmung der Luftdichte mittels Auftriebskörpern konzipiert sind, erreicht [Pica02, Chun05, Fang04]. Eingesetzt werden diese neben dem Internationalen Büro für Maße und Gewichte (BIPM) von nationalen metrologischen Staatsinstituten, wie der Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), welche mit der Betreuung der nationalen Prototypen beauftragt sind [Koch97]. Die PTB verfügt über mehrere solcher Massekomparatoren, die auch als Prototypwaagen genutzt werden und auf den nationalen PtIr Kilogramm-Prototypen Nr. 55 zurückgeführt sind [Pica09, Mira14]. Folgende Komparatoren stehen zur Verfügung: Sartorius CCL1007 (Standardabweichung (typ.) $0,2 \mu\text{g}$) und Mettler-Toledo M_one (Standardabweichung (typ.) $0,4 \mu\text{g}$). Eingesetzt werden diese beiden Waagen (Höchstlast 1 kg) insbesondere für folgende Aufgaben [Bory23]:

- Anschluss der 1-kg-Hauptnormale der PTB an den nationale Kilogrammprototyp
- Ableitung der Masseskala im Bereich 100 g bis 1 kg
- Kalibrierung Massenormale 100 g / 200 g / 500 g / 1 kg
- Massebestimmung von Siliziumkugeln in Luft und im Vakuum

Für die vorliegende Arbeit wurden diese Komparatoren eingesetzt. Beide Komparatoren erreichen ihre genauesten Ergebnisse bei 1 kg, was für die durchgeführten Untersuchungen optimal ist.

Der Massekomparator Sartorius CCL1007 [Sart23] ist mit einem Vakuumtransfersystem ausgestattet. Hierdurch ist es möglich, eine Kugel unter Vakuumbedingungen zu weiteren Messgeräten z. B. Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) und Röntgenfluoreszenzanalyse (XRF) zu übergeben. Die im Komparator ermittelte Masse setzt sich zusammen aus der Gesamtmasse der Kugel inklusive ihrer Oxidschicht. Darüber hinaus werden mögliche Verunreinigungen der Oberfläche miterfasst. Die Charakterisierung der Oberflächenschichten erfolgt separat mit röntgenspektroskopischen Verfahren.

Abmessungen und Aufbau für den Einsatz in Komparatoren

Für die beschädigungsfreie Handhabung von Normalen und Transferkörpern sind abhängig vom verwendeten Komparator spezifische gerätespezifische Abmessungen einzuhalten. Grundsätzlich sollten die eingesetzten Körper rotationssymmetrisch aufgebaut sein und maximale Abmessungen nicht überschreiten. Kupplungen zwischen einzelnen Elementen sind stabil, z. B. über eine statisch bestimmte Sechspunktlagerung, auszuführen, so dass neben dem sicheren Halt auch ein Kippen durch überbestimmte Lagerung ausgeschlossen werden kann. Darüber hinaus sind die Verbindungselemente so anzuordnen, dass sie die Kräfte gleichverteilt übertragen und sich zudem beim Aufeinandersetzen selbstzentrierend gegeneinander positionieren. Dies gelingt durch die Konstruktion von symmetrisch verteilten Kugelpartnern, die die Scheiben in eine hoch reproduzierbare Lage zwingen. Im Folgenden sind diese Spezifikationen für die relevanten Komparatoren Sartorius CCL1007 und Mettler-Toledo M_one zusammengestellt.

Die in Tabelle 1-1 gezeigten geometrischen Maße sind für den Einsatz von Prüfkörpern im Komparator Sartorius CCL1007 mit automatischer Wechseinrichtung für bis zu acht Positionen zu berücksichtigen.

Tabelle 1-1 Begrenzende Abmessungen für die Verwendung von Prüfkörpern im Massekomparator Sartorius CCL1007

Körper	Abmessungen in m
Prüfkörper (Durchmesser x Höhe)	0,034 – 0,095 x 0,11
Durchmesserspanne für Siliziumkugeln	0,045 – 0,1

Die Positionierung eines Prüfkörpers erfolgt über eine Dreipunktauflage aus sogenannten Pistons, z. B. aus PEEK, wie in nachfolgender Abbildung an einer Siliziumkugel gezeigt.



Abbildung 1-1 Siliziumkugel auf Pistons im Massekomparator Sartorius CCL1007

Der Massekomparator Mettler-Toledo M_one [Mone23] verfügt ebenfalls über eine automatische Wechseinrichtung mit bis zu sechs Positionen (Abbildung 1-2). Die

Prototypwaage ist eingebaut in einem vakuumfesten Gehäuse. Für den Einsatz von Prüfkörpern sind die in Tabelle 1-2 dargestellten maximalen Abmessungen zu beachten.

Tabelle 1-2 Maximale Abmessungen für den Einsatz von Prüfkörpern im Massekomparator Mettler-Toledo M_one

Körper	Abmessungen in m
maximaler Durchmesser	zylindrisch: 0,022 – 0,09 sphärisch: 0,04 – 0,1
maximale Höhe	0,1



Abbildung 1-2 Innenansicht in den Messraum und Position eines Massestücks auf Auflagepunkten im Massekomparator M_one

1.4 Reinigungsverfahren

Speziell für Siliziumkugeln gibt es eine effiziente Reinigungsmethode, um den geforderten Messunsicherheiten für die Darstellung und Weitergabe der Einheit Kilogramm zu entsprechen [Bett09]. Diese durch die PTB etablierte Methode wird vor allem zur Vorbereitung von Oberflächen-, Masse- und Volumenmessungen angewendet [Bart11, Pica11, Mart12, Mart15]. Sie basiert auf dem Waschen einer Kugel mit 2%iger Lösung eines pH-neutralen Reinigungskonzentrats (Deconex, OP 163) und dem anschließenden Spülen mit destilliertem Wasser und reinem Ethanol (96 %) [Chun16]. Verwendet werden puderfreie Nitrilhandschuhe sowie ein Dreibein, welches zuvor in gleicher Weise zu reinigen ist. Während der Prozedur wird die Kugel auf dem Dreibein platziert und jeder Prozessschritt mit einer 180° Drehung wiederholt. Empfohlen werden zur Reinigung lasergeschnittene Mikrofasertücher mit einer Mindestmaschendichte (900/cm²) in verschiedenen Größen. Die Eignung dieser Vorgehensweise wurde von Beyer [Beye20] für hochgenaue Messungen mit einer sehr guten Wiederholbarkeit, bezogen auf die Gesamtmasse einer Kugel (Standardabweichung 1,1 µg) sowie der Masse der Oberflächenschicht (Standardabweichung 1,8 µg), nachgewiesen

[Beye21]. Der Einfluss dieser Reinigungsmethode liegt im Rahmen der Messunsicherheit für gravimetrische Messungen und Oberflächenquantifizierung, und ist damit vernachlässigbar.

Früher wurden Transferkörper, unter anderem nach Schwartz [Schw93, Schw94], mit einem anderen Reinigungsverfahren behandelt: Dabei werden die Prüfkörper mit einem in Ethanol und Diethylether getränkten Leinengewebe gereinigt [Gira90]. Anschließend folgt eine Ultraschallreinigung in Ethanol für 15 min [Meck91]. In einem letzten Prozessschritt werden die Prüfkörper in einem Vakuumofen bei 50 Pa für 4 h getrocknet.

Picard und Fang [Pica04] beschreiben weitere materialspezifische Reinigungsmethoden. Für Prüfkörper aus Silizium oder Edelstahl wird eine zu Schwartz ähnliche Reinigung mit 50 % Diethylether und 50 % Ethanol beschrieben. Wichtig ist auch dabei die Verwendung spezieller fussel freier Tücher, mit denen unter mechanischer Reibung die Oberflächen gereinigt werden. Hierdurch werden üblicherweise Kohlenwasserstoff-Verunreinigungen entfernt.

Für Platin-Iridium Prüfkörper wird dagegen die Reinigungs- und Waschmethode des BIPM [Gira90] empfohlen. Dabei werden die Tücher durch spezielles Leder ersetzt und ein abschließender Dampfstrahl zum Waschen eingesetzt [Pica04].

Bei den drei letztgenannten Reinigungsverfahren sind Kratzer an den kristallinen Oberflächen von Siliziumkörpern zu erwarten, daher kamen diese für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen nicht in Frage.

1.5 Betrachtung existierender Transferkörper

Schwartz, 1993 (PTB)

Schwartz beschreibt Sorptionsartefakte, die aus sechzehn beziehungsweise acht Scheiben bestehen, die über Tragstäbe fest miteinander verbunden sind [Schw93]. Als Material werden zwei verschiedene Edelstähle gewählt, die für Gewichtsstücke der Klassen E1 (Stahl Werkstoffnummer 1.4539, im Folgenden als Stahl 1.4539 bezeichnet) und E2 (Stahl Werkstoffnummer 1.4305, im Folgenden als Stahl 1.4305 bezeichnet) verwendet werden [DIN170, DIN174]. Aufgrund der Materialanforderungen an mechanische Festigkeit, Dichte und Korrosionsbeständigkeit kommen nur austenitische Cr-Ni-Stähle zum Einsatz [EGRi74, OIML73]. Die Dichten der Werkstoffe sind im Mittel mit 7880 kg/m^3 (Stahl 1.4305) und 8040 kg/m^3 (Stahl 1.4539) angegeben.

Die Oberflächen weisen eine sechs- bzw. dreimal so große Oberfläche wie ein 1 kg Referenzgewicht mit $150,9 \text{ cm}^2$ (Stahl 1.4539) und 153 cm^2 (Stahl 1.4305) auf. Die Oberflächendifferenz des Sorptionskörpersatzes (Stahl 1.4539) beträgt $387,7 \text{ cm}^2$, bei einer Volumendifferenz von $0,1008 \text{ cm}^3$. Die Rauheit R_z wird mit $0,084 - 0,085 \text{ }\mu\text{m}$ angegeben. Der zweite Sorptionskörpersatz (Stahl 1.4305) erzielt eine Oberflächendifferenz von $386,7 \text{ cm}^2$, bei einer Volumendifferenz von $0,0047 \text{ cm}^3$. Die Rauheit R_z liegt im Bereich von $0,077 - 0,079 \text{ }\mu\text{m}$.

Die Prüfkörper, dargestellt in nachstehender Abbildung, sind jeweils als Scheibenstapel aufgebaut, der über Trägerstangen (Durchmesser 10 mm) fest miteinander verbunden ist. Die

jeweils oberste Scheibe wird als Justierscheibe, die unterste Scheibe des Stapels als Grundscheibe bezeichnet. Erstere dient dem Masseabgleich auf den Nennwert 1 kg mit einer Abweichung von maximal ± 2 mg. Beide genannten Scheibentypen haben eine etwas größere Höhe als die anderen Scheiben. Alle Scheiben besitzen einen Außendurchmesser von 57 mm und eine Höhe von 2,9 mm (Prüfkörper mit 16 Scheiben) bzw. 5,9 mm (Prüfkörper mit 8 Scheiben). Die Gesamthöhe von 85 mm ist auf die verwendeten Massekomparatoren angepasst. Die Spalthöhen zwischen den einzelnen Scheiben werden im Mittel auf 2,5 mm abgeschätzt.

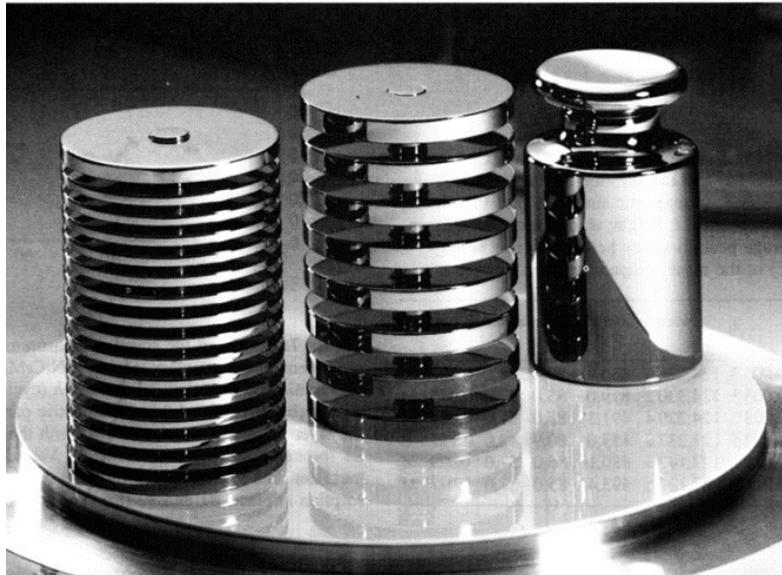


Abbildung 1-3 Satz aus einem 16-Scheiben-Sorptionskörper und einem 8-Scheiben-Sorptionskörper mit Nennmasse 1 kg neben einem 1 kg Stahlgewichtsstück (rechts) nach Schwartz [Schw93]

Der Zusammenbau erfolgt über Aufschrupfen. Hierfür wird ein Stangendurchmesser gewählt, der 10 – 25 μm größer ist als der Lochdurchmesser der einzelnen Scheiben. Bei einer Temperaturdifferenz von über ≥ 300 K werden die Scheiben auf die Trägerstange aufgeschrupft. Die Grundscheibe ist bereits fest mit der Trägerstange verbunden. Die Positionierung der einzelnen Scheiben erfolgt schrittweise über Distanzstücke von unten nach oben. Mit diesem Verfahren sind Kratzspuren, die kleine Rillen an der Trägerstange zurücklassen unausweichlich. Mit diesem Verfahren können Prüfkörper mit Nominalmasse 1 kg mit ausreichend großen Oberflächen für Sorptionsuntersuchungen für 1-kg-Gewichtsstücke der Klassen E1 und E2 hergestellt werden. Die Messergebnisse können auf Massenormale aus Edelstahl übertragen werden und die Messunsicherheit für Sorptionseinflüsse um ca. Faktor zehn verringern [Koch77]. Um für die Artefakte die gleichen Material- und Oberflächeneigenschaften wie für verwendete 1-kg-Stahlgewichte zu erhalten, wird mit der Vorbereitung und dem Polieren der Scheiben und Tragestäbe der gleiche Hersteller beauftragt.

Wie bei Schwartz [Schw93] bestehen konventionelle Transferkörper aus Stahl. Der Aufbau über fest miteinander verbundene Bauteile vermeidet zeitintensive Montagearbeiten, ist jedoch deutlich nachteilig für eine effektive Reinigung. Bei Beschädigung eines einzelnen Bauteils kann dieses nicht ausgetauscht werden.

Davidson et al., 2004 (NPL)

Das Consultative Committee for Mass and Related Quantities (CCM) beauftragte die Task Group 1 (TG1) mit dem Ziel, Massevergleiche in Vakuum mit einer minimalen kombinierten Standardunsicherheit durchzuführen [NPLR13]. Die untersuchten Sorptionskörper werden vom Pilotlabor des National Physical Laboratory (NPL) bereitgestellt. Insgesamt werden zwei Edelstahlartefakte, gezeigt in untenstehender Abbildung, untersucht [Davi10]. Diese weisen eine Nominalmasse von 1 kg auf und bestehen aus Edelstahlscheiben, die über lose Distanzstücke gestapelt sind. Die Distanzdrähte bestehen aus dem gleichen Edelstahl und haben Abmessungen von 10 mm Länge und 2 mm Durchmesser.

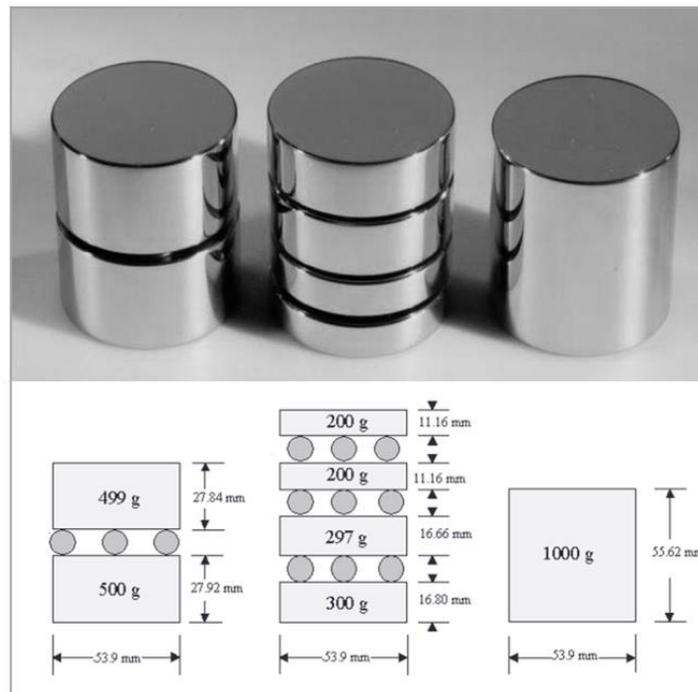


Abbildung 1-4 Verschiedene Sorptionskörper und rechts ein 1 kg Gewichtsstück (71DD) aus Edelstahl. Die Sorptionskörper sind über Distanzstücke mit mehreren Scheiben aufgebaut. Modifiziert nach [NPLR04]

Der erste Sorptionskörper besteht aus zwei Scheiben und drei Distanzstücken mit einer Oberfläche von $188,28 \text{ cm}^2$. Der zweite Sorptionskörperstapel mit einer Oberfläche von $285,38 \text{ cm}^2$ ist aus vier Scheiben und neun Distanzstücken aufgebaut. Die verwendete Referenz ist ein zylindrisches 1 kg Gewichtsstück (Bezeichnung 71DD) mit einer Oberfläche von $140,02 \text{ cm}^2$.

Die beschriebenen aus reversibel stapelbaren Scheiben aufgebauten Sorptionskörper sind für eine effektive Reinigung und Einsatz in Komparatoren geeignet. Die Lagerung über Distanzdrähte erfordert einen großen Zeitaufwand und viel Erfahrung bei der Montage, da die Stapel aufgrund der glatten Oberflächen leicht verrutschen. Dies kann ungewünschte Beschädigungen der Metalloberflächen verursachen.

Picard und Fang, 2004 (BIPM)

Picard und Fang [Pica04] beschreiben Sorptionskörper aus Platin-Iridium, Edelstahl und Silizium, welche in nachstehender Abbildung zu sehen sind.



Abbildung 1-5 Transferkörper für die Untersuchung zu Sorptionseffekten bestehend aus unterschiedlichen Materialien: Platin-Iridium (links), Edelstahl (mittig) und Silizium (rechts)

Aus Platin-Iridium wird ein spezielles Massestück mit 1 kg Nominalmasse gefertigt. Dieser als D14 bezeichnete Prüfkörper weist eine doppelt so große Oberfläche auf wie ein konventioneller Platin-Iridium Prototyp (Bezeichnung 691) mit gleicher Nominalmasse. Aufgebaut ist der Prüfkörper D14 aus einem Stapel aus vier Scheiben, die je über drei Edelstahlkugeln, die in eingearbeiteten Kegeln auf der Oberfläche der Scheiben positioniert sind, liegen. Die Oberfläche der Distanzkugeln entspricht dabei 0,02 % der Gesamtoberfläche des Prüfkörpers. Die Scheiben sind durch eine Diamantbearbeitung auf eine Rauheit R_q von $0,01 \mu\text{m}$ bis $0,1 \mu\text{m}$ eingestellt. Der Durchmesser der Scheiben beläuft sich auf 39 mm. Die Oberflächendifferenz zwischen den Körpern D14 und 691 beträgt etwa 78 cm^2 , bei einer Volumendifferenz von 90 mm^3 .

Ähnlich aufgebaut sind Prüfkörper (Bezeichnung D58) aus Edelstahl vom Typ X18M25W, dessen Hauptbestandteile Ni (15 %) und Cr (17 %) bilden. Anders als bei dem Prüfkörperstapel aus Platin-Iridium erfolgt die Lagerung hierbei nicht über Kugeln, sondern über gebogene Stäbe. Damit wird die schwierige Polierbearbeitung von Kegelflächen vermieden. Es wird eine Oberflächenrauheit von $R_q = 0,01 \mu\text{m}$ angestrebt. Der Durchmesser der Scheiben ist mit 54 mm angegeben. Es wird eine Oberflächendifferenz zwischen D58 und einem 1 kg Massestück von etwa 144 cm^2 bei einer Volumendifferenz von 14 mm^3 erreicht.

Des Weiteren wurden zwei Prüfkörper aus Silizium vorgestellt, die aus dem CSIRO National Measurement Laboratory (Australien) stammen. Die beiden Prüfkörper besitzen eine Masse von etwa 115 g und weichen in der Bauform deutlich von den beiden zuvor vorgestellten Artefakten aus Platin-Iridium und Edelstahl ab. Ein Prüfkörper besitzt die Form einer symmetrischen Bikonvexlinse. Der zweite Prüfkörper aus Silizium besteht aus zwei Plankonvexlinsen, die über drei Siliziumkugeln miteinander verbunden sind. Die Oberflächenrauheit liegt bei unter $R_q = 0,01 \mu\text{m}$. Es wird eine Oberflächendifferenz der beiden Prüfkörper von 42 cm^2 bei einer Volumendifferenz von annähernd 13 mm^3 erzielt.

Platin-Iridium Körper haben eine lange Tradition im Bereich nationaler Metrologieinstitute und sind mit einer Nominalmasse von einem Kilogramm optimal für den Einsatz in Komparatoren geeignet. Die Langzeitstabilität gegenüber monokristallinem Silizium zeigt jedoch größere Drifteffekte, da aufgrund amorpher Strukturen Fremdatome leicht eindringen und die Masse

verfälschen können. Dies führt beim Einsatz solcher Artefakte zur Notwendigkeit der Einhaltung kürzerer Rekalibrierungszeiträume.

Nachteilig für die Verwendung der beschriebenen Platin-Iridium Prüfkörper ist der Einsatz von materialverschiedenen Distanzkugeln mit abweichenden Oberflächeneigenschaften. Diese sind nur über Kegel in den Prüfkörpern positioniert, wodurch Kontaminationen an diesen Oberflächen nicht ausgeschlossen werden können. Die Sorptionseigenschaften der Kegelflächen sind im Gegensatz zu den freien Flächen unbekannt. Das Einsetzen der Kugeln kann zu Beschädigungen der Oberflächen führen. Die lose Lagerung in den Kegeln stellt keine minimale Punktberührung dar.

Für die beschriebenen Scheibenstapel aus Edelstahl, gelagert über Distanzdrähte, gelten die gleichen Vor- und Nachteile wie bereits bei Davidson et al. beschrieben.

Alle aufgeführten Prüfkörper aus Silizium weisen keine Nominalmasse von 1 kg auf und sind somit nur bedingt für Massekomparatoren zur Weitergabe der Einheit Kilogramm geeignet. Vorteilhaft ist die einheitliche Verwendung von Silizium mit vergleichbaren Oberflächeneigenschaften zu Siliziumkugeln. Die Fertigung und Messung von asphärischen Bauformen aus Silizium erfordern jedoch den Einsatz besonderer Herstellungstechnologien. Die Punktauflage über drei Siliziumkugeln ist vorteilhaft, durch den direkten Kontakt zu den Oberflächen können Beschädigungen jedoch nicht gänzlich ausgeschlossen werden. Für den Einsatz als Sorptionskörpersatz wird nur eine geringe Oberflächendifferenz erzielt.

1.6 Kupplungsvarianten

Zur Verbindung eines aus Scheiben aufgebauten Körpers existieren mehrere Lösungen. Grundsätzlich kann dabei zwischen fest verbundenen und trennbaren Scheibenstapeln unterschieden werden. Die fest verbundenen Varianten wie bei Schwartz [Schw93] beschrieben, verfügen über einen zentrisch angebrachten Dorn, auf dem die Scheiben untrennbar miteinander verbunden sind. Als untrennbare Körper sind sie sicher zu handhaben und daher am Markt für Ausführungsformen in Stahl verfügbar [Haef20]. Da die Spaltmaße zwischen Dorn und Scheibenbohrung gering sind, kann es bei der Montage zu Beschädigungen an der Oberfläche des Dorns kommen. Darüber hinaus sind Spalte zwischen Dorn und Scheiben nicht zu vermeiden und deren Einfluss auf die Sorptions- und Kontaminationseigenschaften sehr schwer abzuschätzen. Einer der größten Nachteile besteht darin, dass die Spalte zwischen den einzelnen Scheiben sehr schwer zu reinigen sind. Auch muss bei Beschädigung lediglich einer Scheibe der gesamte Transferkörper ersetzt werden.

Eine weitere Variante ermöglicht das reversible Stapeln von Scheiben mittels dünner Distanzdrähte wie von Picard und Fang [Pica04] und Davidson et al. [NPLR13] beschrieben. Sie eignen sich für alle gängigen Materialien wie Stahl, Platin-Iridium und Silizium. Ein wesentlicher Vorteil dieser Methode liegt darin, dass der zerlegbare Aufbau, bestehend aus Scheiben und Drähten, einfach zu reinigen ist und einzelne Elemente bei Beschädigungen ausgetauscht werden können. Dies führt zu sehr reproduzierbaren Ergebnissen mit Abweichungen im Bereich von wenigen μg . Ein wesentlicher Nachteil besteht in der Instabilität und aufwendigen Montage des Aufbaus. Dabei werden die Drähte von erfahrener

Bedienpersonal mit einer Pinzette auf der jeweils oben liegenden Scheibe platziert. Hierbei ist ein Verkratzen der Oberfläche zu vermeiden. Die Drähte müssen per Augenmaß so justiert werden, dass sie die wirkenden Kräfte möglichst gleichverteilt zwischen den einzelnen Scheiben übertragen. Gerade bei Materialien wie Silizium erfordert das Stapeln der einzelnen Scheiben viel Erfahrung, um ein Auseinanderfallen bzw. Abgleiten der Scheiben zu verhindern. Wegen ihrer Instabilität können die Stapel nur direkt im Komparator zusammengesetzt werden. Kippt ein Stapel, sind Oberflächenbeschädigungen an den Scheiben unausweichlich.

Die verwendeten Drähte führen zu einer überbestimmten Lagerung, deren Verhalten, z. B. durch Kippbewegungen unberechenbar ist. Aufgrund der aufgeführten negativen Aspekte existierender Scheibenkörper wird in der vorliegenden Arbeit ausschließlich eine neu entwickelte, vorteilhafte Lagerung mit sphärischen Distanzkugeln verwendet.

Grundsätzlich gewährleisteten Distanzelemente zwischen einzelnen Scheiben definierte Spaltabstände. Diese ermöglichen die Benetzung der Scheibenoberflächen innerhalb der Zwischenräume. Dabei ist die Spalthöhe groß genug zu wählen, um ein beschädigungsfreies Aufsetzen zu ermöglichen und gleichzeitig klein genug, um die Maximalhöhe eines Scheibenstapels nicht zu überschreiten.

2 Aufbau und Funktionsweise von Transferkörpern

2.1 Taxometrie

Transferkörper können für Massevergleichsmessungen eingesetzt werden. Messungen im Vakuum und unter atmosphärischen Bedingungen ermöglichen Rückschlüsse auf die Oberflächenbelegung durch Wasser oder Kohlenwasserstoffe und systematische Effekte aufgrund von Luftauftrieb.

Die Transferkörper werden in drei unterschiedliche Kategorien unterteilt: a) Sorptionskörper, b) Duplexkörper, c) Auftriebskörper. Es werden zwei Sorptionskörper und zwei Auftriebskörper jeweils als Satzpaar eingesetzt. Alle Prüfkörper besitzen die gleiche Nominalmasse und Oberflächenbeschaffenheit (insbesondere die Oberflächenrauheit betreffend) wie die Referenzkugel.

Für die Untersuchung und Korrektur von Sorptionseffekten werden Transferkörper benötigt, deren Gesamtoberflächen sich möglichst stark unterscheiden. Gleichzeitig müssen diese Körper eine möglichst identische Masse und Dichte haben. Beide Forderungen lassen sich durch scheibenförmige Aufbauten realisieren. In späteren Kapiteln werden Designs für 2-, 3- und einen 8-Scheibenkörper vorgestellt.

Zwei Varianten von Auftriebskörpern werden für die Bestimmung der (Luft-) Auftriebskorrektur eingesetzt. Anders als bei den Sorptionskörpern ist deren Nominalfläche gleich, ihre Dichte jedoch möglichst unterschiedlich. Eine möglichst große Volumendifferenz zwischen den Auftriebskörpern wird durch einen Körper mit Hohlraum (Hohlkörper) und einen Körper mit eingeschlossenem Kern eines dichteren Materials (Inlaykörper) erzielt.

Eine weitere Kategorie von Transferkörpern bilden sogenannte Duplexkörper. Diese können aufgrund ihrer Eigenschaften sowohl für die Ermittlung von Sorptionseffekten und auch Auftriebseffekten verwendet werden. Nominalmasse und Oberflächenstruktur gleichen allen anderen Körpern, einschließlich der Referenz. Duplexkörper weisen das gleiche Nominalvolumen wie Sorptionskörper bei einem Vielfachen der Oberfläche der Referenz auf.

Wie die Systematik in Abbildung 2-1 zeigt, beziehen sich alle im Folgenden diskutierten Transferkörper auf eine 1 kg Siliziumkugel als Referenznormal. Die Oberfläche der Referenzkugel stellt dabei die Minimaloberfläche dar. Der neu geschaffene Begriff Taxometrie setzt sich aus der Definition zur Einordnung in systematische Kategorien - Taxonomie - und dem Fachgebiet - Metrologie - zusammen.

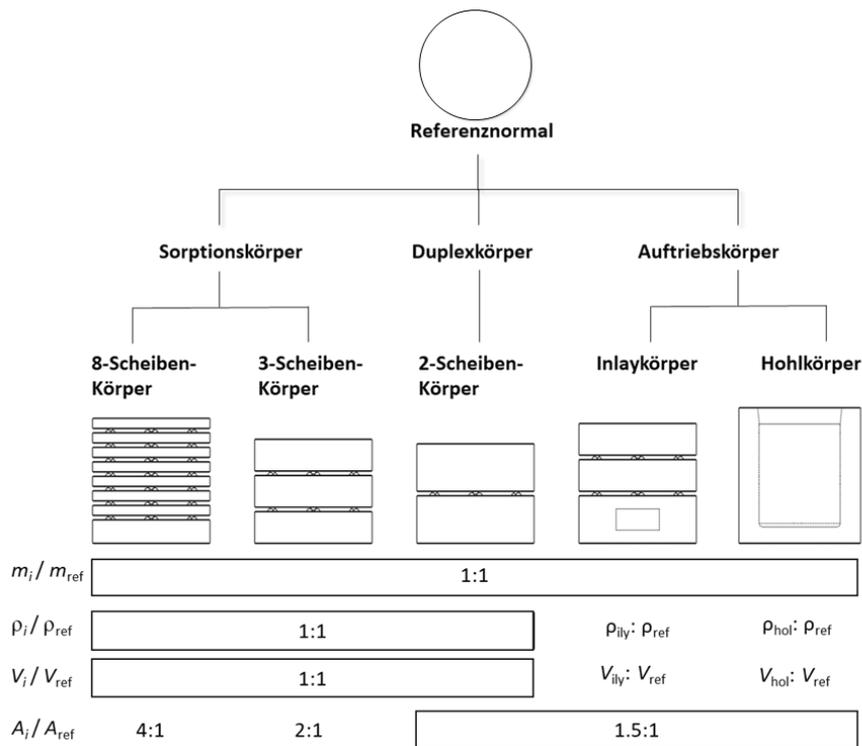


Abbildung 2-1 Taxometrie von Sorptions-, Duplex- und Auftriebskörpern zu einem Bezugsnormal. Verdeutlicht sind die nominellen Verhältnisse zwischen Masse, Dichte, Volumen und Oberfläche

2.2 Allgemeine Randbedingungen

Alle Transferkörper berücksichtigen die maximal nutzbare Messkammergröße, die durch die verwendeten Vakuummassekomparatoren vorgegeben ist. Der maximale Radius eines in die Messkammer positionierbaren Zylinders ergibt sich aus der Geometrie der Waagschalen mit 0,045 m. Die maximale nutzbare Höhe beträgt 0,105 m, diese wird jedoch aufgrund der Notwendigkeit von Reserven zur Handhabung von Transferkörpern im Komparator-messraumvolumen, auf eine maximale Höhe von 0,1 m begrenzt. Aufgrund der Aufnahmegeometrie ist eine minimale Scheibenhöhe von 0,015 m sinnvoll und möglich. Folgende Dichten werden bei den folgenden Auslegungen zugrunde gelegt: Silizium 2 328,8 kg/m³ [Epe20], Wolfram 19 250,0 kg/m³ [Gree88] und Luft 1,204 1 kg/m³ [Glae91, Pica08]. Die Oberflächenrauheit aller Körper soll, analog zum Referenznormal, im Bereich von $R_a = 10^{-9}$ m liegen. Die Geometrie der erforderlichen Fasen ist eben, mit einem Winkel von 45° und einem Schenkellaß von 0,000 5 m. Die anzustrebenden Oberflächen- und Volumenverhältnisse bezüglich des Referenznormals sind im Kapitel zur Taxometrie dargestellt. Die numerische Rechengenauigkeit wird mit 10^{-12} angenommen.

Für alle Transferkörper wird eine Basisgeometrie aus Scheibenkörpern verwendet, die die Entwicklung eines einheitlichen Berechnungsansatzes und eine vereinfachte Fertigung ermöglicht. Ein Transferkörper ist dabei aus mindestens einer Scheibe mit gerader umlaufender Fase aufgebaut. Ab einer Scheibenzahl von zwei wird der Transferkörper um eine Anzahl an sphärischen Distanzelementen, sogenannten Kupplungskugeln, ergänzt. Die Kupplungskugeln sind Verbindungselemente einer patentierten, statisch bestimmten und zerlegbaren

Sechspunktauflage, die im Rahmen der vorliegenden Arbeit entwickelt wurde [Lehr20]. Durch sie werden definierte Spalthöhen zwischen den einzelnen Scheiben realisiert. Mit der reproduzierbaren Zerlegbarkeit der Scheibenstapel wird darüber hinaus eine effiziente und vergleichbare Reinigung [Chun16] analog zur Referenz (Siliziumkugel) ermöglicht. Besteht ein Transferkörper aus mehr als einem Scheibenkörper, wird zwischen Kopf-, Mittel-, und Grundscheibe für den Scheibenstapel, wie in Abbildung 2-2 dargestellt, unterschieden. Aufgrund der Aufnahmegeometrie in Massekomparatoren weist die Grundscheibe eine Mindesthöhe auf, die von der Höhe der restlichen Scheiben verschieden sein kann.

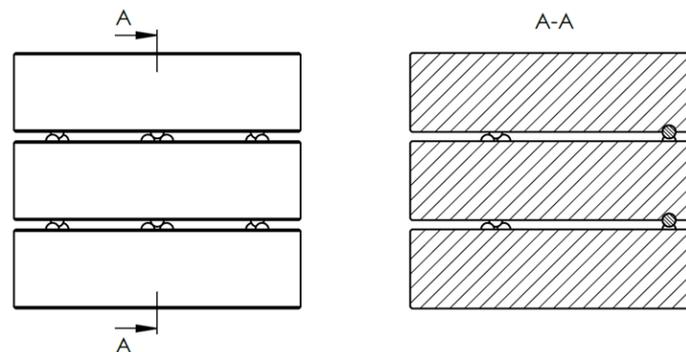


Abbildung 2-2 Allgemeiner Aufbau eines Transferkörpers aus Scheiben mit sphärischen Distanzstücken. Von oben nach unten: Kopf-, Mittel- und Grundscheibe

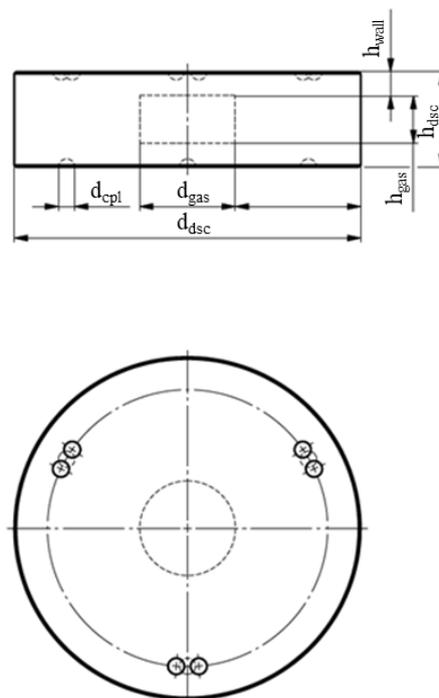


Abbildung 2-3 Schematische Darstellung einer Scheibe mit optionalem Hohlraum, Seitenansicht (oben), Draufsicht (unten)

Die Höhen und Radien einer Scheibe sind in Abbildung 2-3 dargestellt. Eine Scheibe kann aus homogenem Vollmaterial, einen evakuierten/gasgefüllten Hohlraum, oder einen Feststoffkern

mit einer abweichenden Dichte, aufgebaut sein. Die Position der Kupplungskugeln ist optional dargestellt.

2.3 Anforderungen an Transferkörper

Transferkörper ermöglichen die Korrektur systematischer Abweichungen und die Ermittlung und Korrektur des entsprechenden Messunsicherheitsbeitrags bei der Substitutionskalibrierung von Massenormalen unterschiedlicher Dichte [OIML04]. Ziel ist dabei die Berücksichtigung von Umgebungseinflüssen. Als Referenz dienen hochwertige 1 kg Siliziumkugeln. Übergreifend für alle Transferkörper sind die folgenden physikalischen Eigenschaften und Handhabungsbedingungen zu erfüllen:

- gleiche Nennmasse wie die Referenz
- gleiches Material und Oberflächenqualität wie die Referenz, natürliches monokristallines Silizium, möglichst ohne amorphe Oberflächen
- nominelle Oberflächenverhältnisse von Transferkörper zu Referenz sollen idealerweise ganzzahlig ausgelegt werden, da dies die anschauliche Beurteilung z. B. der Sorptionseffekte unterstützt
- geometrische Vorgaben der Messbereiche innerhalb der Massekomparatoren, variable Parameter: Anzahl, Höhe und Radius der Transferkörperscheiben
- praxisorientierte Bestückung unter Berücksichtigung der Aufnahmegeometrie (Mindesthöhe) innerhalb der Komparatoren, dies erfordert eine spezielle Auslegung der Grundscheibe
- einfache Zerlegbarkeit der Transferkörperscheiben für effiziente Reinigung und ggfs. Tausch beschädigter Scheiben
- statisch bestimmte Lagerung durch Kraftschluss der zu stapelnden Transferkörperscheiben
- hohe Kippstabilität der Transferkörperscheiben für Transport und Bestückung der Komparatoren

Die Transferkörper werden sowohl unter atmosphärischen Bedingungen als auch unter Vakuumbedingungen in Massekomparatoren eingesetzt.

3 Auslegung von Transferkörpern

3.1 Allgemeine numerische Betrachtung

Für alle Transferkörper gilt ein methodischer Berechnungsansatz, der Korrekturen zu Kupplungskugeln und Fasen gemäß [Lehr21] einschließt. Die in diesem Unterkapitel gezeigten Gleichungen sind eine Zusammenfassung der wichtigsten Berechnungsansätze und gelten für alle in der vorliegenden Arbeit behandelten Transferkörper. Die Herleitung der Berechnungen sind in den nachfolgenden Unterkapiteln detailliert beschrieben. Anmerkung: Grundlegende Gleichungen werden nicht mathematisch zusammengefasst, um ein einfaches Verständnis der theoretischen Zusammenhänge zu ermöglichen. Die Gesamtoberfläche A_{artefact} eines durch Stapelung von einer Anzahl n korrigierten Scheiben $A_{\text{dsc,red}}$ bestehenden Transferkörpers wird mit

$$A_{\text{artefact}} = n \cdot A_{\text{dsc,red}} = n \cdot (A_{\text{dsc}} + A_{\text{corr,cpl}} - A_{\text{corr,cha}}) \quad (11)$$

beschrieben. Hierbei werden die Oberflächen der Elemente aus Scheiben A_{dsc} , Kupplungskugeln $A_{\text{corr,cpl}}$ und Fasen $A_{\text{corr,cha}}$ berücksichtigt. Für die Korrekturterme $A_{\text{corr,cpl}}$ und $A_{\text{corr,cha}}$ (siehe auch Abbildung 3-2) gilt

$$A_{\text{corr,cpl}} = \frac{k}{2} \cdot 4\pi \cdot r_{\text{cpl}}^2 - k \cdot \pi \cdot r_{\text{cpl}}^2 \quad (12)$$

und

$$A_{\text{corr,cha}} = n_{\text{cha}} \cdot \left(-2\pi\sqrt{1 + (\tan \alpha)^2} \cdot \left(a \cdot r - \frac{a^2}{2} \right) + 2\pi \cdot r \cdot a + \pi \left(r^2 - \left(r - \frac{a}{\tan \alpha} \right)^2 \right) \right). \quad (13)$$

Analog zur Oberfläche eines Transferkörpers wird das Volumen V_{artefact} eines Transferkörpers aus dem korrigierten Volumen aller Scheiben $n \cdot V_{\text{dsc,red}}$ beziehungsweise der einzelnen Volumina aus Scheiben V_{dsc} , Kupplungskugeln $V_{\text{corr,cpl}}$ und Fasen $V_{\text{corr,cha}}$ erfasst.

$$V_{\text{artefact}} = n \cdot V_{\text{dsc,red}} = n \cdot (V_{\text{dsc}} + V_{\text{corr,cpl}} - V_{\text{corr,cha}}) \quad (14)$$

Die Korrekturterme $V_{\text{corr,cpl}}$ und $V_{\text{corr,cha}}$ werden beschrieben durch

$$V_{\text{corr,cpl}} = (n - 1) \cdot \frac{k}{2} \cdot \frac{4}{3}\pi \cdot r_{\text{cpl}}^3 \quad (15)$$

und

$$V_{\text{corr,cha}} = n_{\text{cha}} \cdot \left(\pi \cdot r^2 a - \pi \left(r^2 \cdot a + \frac{a^3}{3} \cdot (\tan \alpha)^2 - r \cdot a^2 \cdot \tan \alpha \right) \right). \quad (16)$$

Die Masse m_{artefact} eines Transferkörpers kann mittels des Volumens des Transferkörpers V_{artefact} und der zugehörigen Materialdichte (z. B. Silizium) ermittelt werden, deren Homogenität durch die Verwendung von monokristallinem Material angenommen werden kann:

$$m_{\text{artefact}} = \rho_{\text{Si}} \cdot V_{\text{artefact}} \quad (17)$$

3.2 Sorptionskörper

3.2.1 Auslegung eines Sorptionskörpers mit geometrisch gleichen Scheiben

Eine Sorptionskörperscheibe ist gekennzeichnet durch Radius, Höhe, Anzahl der Kupplungskugeln und Geometrie der umlaufenden Fase. In Abhängigkeit der Anzahl an Kupplungskugeln werden drei Varianten von Scheibentypen unterschieden: Grundscheibe *grd* mit sechs Kupplungskugeln, Mittelscheibe(n) *mid* mit neun Kupplungskugeln und Topscheibe „top“ mit drei Kupplungskugeln. Die Kugeln werden als Distanzelemente der neuartigen, patentierten Kupplung [Pate20] benötigt, und stellen eine definierte Spalthöhe bei statisch bestimmter Lagerung sicher.

Für die Gesamtfläche eines Sorptionskörpers mit identischen Scheibenhöhen gilt

$$A_{\text{Sor}} = A_{\text{grd}} + (n - 2) \cdot A_{\text{mid}} + A_{\text{top}} \quad (18)$$

Die Oberfläche eines Scheibentyps i (*grd*, *mid*, *top*) berechnet sich nach der allgemeinen Formel

$$A_i = A_{\text{dsc}} + A_{\text{corr,cpl}} - A_{\text{corr,cha}} \quad (19)$$

In der Gleichung (19) sind A_{dsc} die Fläche einer Scheibe, $A_{\text{corr,cpl}}$ die Flächenkorrektur aufgrund der Kupplungskugeln und $A_{\text{corr,cha}}$ die Flächenkorrektur durch umlaufende Fasen. Die Grundlage bildet die Fläche einer Scheibe nach

$$A_{\text{dsc}} = 2\pi \cdot r_{\text{dsc}} \cdot (r_{\text{dsc}} + h_{\text{dsc}}) \quad (20)$$

Die Auslegung des Volumens eines Sorptionskörpers mit identischen Scheiben erfolgt zunächst nach einem vereinfachten Ansatz ohne Berücksichtigung von Kupplungskugeln und Fasen. Hierdurch konzentriert sich die Auslegung der Scheiben lediglich auf die zu bestimmenden Parameter Höhe und Radius. Um diese vereinfachte Berechnung durchzuführen, wird das Volumen der Referenzkugel V_{sph} um das Volumen der Kupplungskugeln $V_{\text{corr,cpl}}$ aus (15) verringert und um das der Fasen $V_{\text{corr,cha}}$ aus (16) vergrößert. In nachstehender Gleichung ergibt sich das modifizierte Volumen der Referenzkugel $V_{\text{red,sph}}$ mit

$$V_{\text{red,sph}} = V_{\text{sph}} - V_{\text{corr,cpl}} + V_{\text{corr,cha}} \quad (21)$$

Hierbei wird das Volumen der Fasen für die vereinfachte Betrachtung addiert. Das Volumen der Referenz ergibt sich aus

$$V_{\text{sph}} = \frac{4}{3}\pi \cdot r_{\text{sph}}^3 \quad (22)$$

Durch das Volumen der Referenz kann der gesuchte Zusammenhang zwischen den Parametern Höhe und Radius einer Sorptionskörperscheibe wie folgt beschrieben werden:

$$h_{\text{dsc}} = \frac{V_{\text{red,sph}}}{n (\pi \cdot r_{\text{dsc}}^2)} \quad (23)$$

Das Oberflächenverhältnis „ratio“ des Sorptionskörpers zur Referenzkugel berechnet sich anschließend mit

$$ratio = \frac{A_{\text{sor}}(h_{\text{dsc}}, r_{\text{dsc}})}{A_{\text{sph}}} \quad (24)$$

und

$$A_{\text{sph}} = 4\pi \cdot r_{\text{sph}}^2. \quad (25)$$

Die gesuchten Parameter für Höhe und Radius lassen sich aus den, in ihrer Gesamtheit sehr komplexen, transzendenten Gleichungen nur durch numerische Verfahren, hier Newton-Verfahren [Bron80, Math12], bestimmen.

Für das Volumen eines Sorptionskörpers gilt

$$V_{\text{sor}} = V_{\text{red,sph}} + V_{\text{corr,cpl}} - V_{\text{corr,cha}}. \quad (26)$$

Analog gilt für die Masse eines Sorptionskörpers

$$m_{\text{sor}} = V_{\text{sor}} \cdot \rho_{\text{Si}}. \quad (27)$$

3.2.2 Auslegung eines Sorptionskörpers mit spezieller Grundscheibe

Der grundsätzliche Aufbau eines Sorptionskörpers besteht aus einem Stapel von beliebig vielen übereinander gesetzten Scheiben. Mit zunehmender Scheibenanzahl sinkt die Höhe der Einzelscheiben, so dass die vorgegebene Gesamtmasse eingehalten wird. Aus praktischen Gründen, z. B. zur Sicherstellung der Handhabbarkeit bei der Bestückung von Komparatoren, sollte die unterste Scheibe (Grundscheibe) eine Mindesthöhe nicht unterschreiten. Daher unterscheidet sich diese bei einer großen Scheibenanzahl von den restlichen Scheiben (Kopf- und Mittelscheiben), die in der Regel eine geringere Scheibenhöhe haben.

Zur einfacheren Bestückung eines Komparators durch zangenförmige Montagehilfen werden alle Scheiben mit einem einheitlichen Radius auszulegen. Die entsprechende Auslegung erfolgt iterativ. Als Startwert wird zunächst die Höhe der Grundscheibe vorgegeben. Diese orientiert sich an den Geometriemaßen des zuvor ausgelegten Sorptionskörpers mit identischen Scheiben. Damit sind die unveränderlichen Parameter für Masse, Volumen und Oberfläche der restlichen

Scheiben festgelegt. Unter Anwendung der Optimierungsberechnungen (wie für die Berechnung von identischen Scheiben) ergeben sich die gesuchten Parameter für Höhen und Radien der restlichen Scheiben. Im Ergebnis unterscheiden sich die Radien der Grundscheibe gegenüber den Radien von Kopf- und Mittelscheiben. Für den nächsten Iterationsschritt wird daher die Grundscheibe optimiert. Die Höhe bleibt unverändert, als Radius der Grundscheibe wird der Wert der restlichen Scheiben eingesetzt. Die Iterationen werden so lange durchgeführt, bis alle Scheiben mit dem gleichen Durchmesser mit einer gewählten numerischen Genauigkeit übereinstimmen.

Die Oberfläche der Grundscheibe A_{grd} berechnet sich aus dem vorgegebenen Radius und der Mindesthöhe der Grundscheibe $h_{\text{grd}} \geq 0,015$ m, siehe Kapitel 2.2, mit den Korrekturfaktoren für Kupplungskugeln aus (12) und Fase einer Grundscheibe aus (13), nach

$$A_{\text{grd}} = 2\pi \cdot r_{\text{grd}} \cdot (r_{\text{grd}} + h_{\text{grd}}) + A_{\text{corr,cpl}} - A_{\text{corr,cha}} \quad (28)$$

Wie bei der allgemeinen Berechnung für Sorptionskörper wird für die vereinfachte Berechnung das Volumen der Referenzkugel nach (22) korrigiert. Für das Volumen einer Grundscheibe gilt

$$V_{\text{grd}} = \pi \cdot r_{\text{grd}}^2 \cdot h_{\text{grd}} + V_{\text{corr,cpl}} - V_{\text{corr,cha}} \quad (29)$$

Hieraus ergeben sich die gesuchten Parameter für Höhe und Radius der restlichen Scheiben. Das Volumen der über der Grundscheibe gelagerten Scheiben berechnet sich mit dem reduzierten Volumen der Referenz gemäß

$$V_{\text{red,sph}} = V_{\text{sph}} - V_{\text{grd}} - V_{\text{corr,cpl}} + V_{\text{corr,cha}} \quad (30)$$

Der gesuchte Zusammenhang zwischen den Parametern Höhe und Radius einer Scheibe ungleich der Grundscheibe wird beschrieben nach

$$h_{\text{dsc}} = \frac{V_{\text{red,sph}}}{(n-1) \cdot (\pi \cdot r_{\text{dsc}}^2)} \quad (31)$$

3.3 Auftriebskörper

3.3.1 Auslegung eines Hohlkörpers

Zur Auslegung des Hohlkörpers wird dieser grundsätzlich als hohle zylindrische Scheibe ausgelegt. Dabei ist der Radius des Hohlraums durch den Radius der Vollzylinderscheibe und eine technisch sinnvolle radiale Wandstärke mit 0,015 m vorgegeben. Darüber hinaus sind die in 2.2 und 2.3 formulierten allgemeinen Randbedingungen einzuhalten. Die Dichte des Hohlraums wird, sofern dieser nicht evakuiert ist, mit Luft gefüllt ausgelegt. Durch erste Abschätzungen wird das Oberflächenverhältnis zur Referenz auf das 1,5-fache festgelegt. Die Geometrie der umlaufenden Fasen soll identisch zu allen anderen Transferkörpern sein. Für die Berechnung eines Hohlkörpers sind Parameter zu Höhe des Hohlkörpers und Höhe sowie

Radius des Hohlraums zu ermitteln. Gleichungen, die einen ganzheitlichen Transferkörper von Typ Hohlkörper betreffen, werden mit $(m, V, A, r, h)_{\text{hol}}$ bezeichnet. Berechnungen, die sich auf den eingeschlossenen Hohlraum beziehen, werden mit $(m, V, A, r, h)_{\text{gas}}$ benannt.

Die Oberfläche des Hohlkörpers A_{hol} errechnet sich in Abhängigkeit der Oberfläche der Referenzkugel A_{sph} , der Oberfläche des Vollzylinderscheibe A_{dsc} und der Korrektur durch die Fase $A_{\text{corr,cha}}$ nach

$$A_{\text{hol}} = \text{ratio} \cdot A_{\text{sph}} = A_{\text{dsc}} - A_{\text{corr,cha}} \quad (32)$$

Anmerkung: Der Vollzylinder wird hier für einheitliche Indizes als Scheibe bezeichnet. Dessen Oberfläche wird analog zu Gleichung (19) beschrieben. Die Korrektur für die Oberfläche der Fasen erfolgt gemäß Gleichung (12). Die Höhe des Hohlkörpers h_{hol} ergibt sich mit

$$h_{\text{hol}} = \frac{\text{ratio} \cdot A_{\text{sph}} + A_{\text{corr,cha}}}{(2 \cdot \pi \cdot r_{\text{hol}})} - r_{\text{hol}} \quad (33)$$

Die Nennmasse des Hohlkörpers m_{hol} ist identisch mit der Nennmasse der Referenzkugel m_{sph} und abhängig von der Masse des Vollzylinders m_{dsc} , korrigiert um die Masse des Hohlraums $m_{\text{corr,gas}}$ und die Massereduktion $m_{\text{corr,cha}}$ bedingt durch die Fase nach

$$m_{\text{hol}} = m_{\text{sph}} = m_{\text{dsc}} - m_{\text{corr,cha}} - m_{\text{corr,gas}} \quad (34)$$

Die Masse des Vollzylinders m_{dsc} errechnet sich aus

$$m_{\text{dsc}} = \rho_{\text{dsc}} \cdot V_{\text{dsc}} \quad (35)$$

Das Volumen des Vollzylinders V_{dsc} ist beschrieben durch

$$V_{\text{dsc}} = \pi \cdot r_{\text{dsc}}^2 \cdot h_{\text{dsc}} \quad (36)$$

Die Korrektur der Masse der Fase errechnet sich nach

$$m_{\text{corr,cha}} = \rho_{\text{dsc}} \cdot V_{\text{corr,cha}} \quad (37)$$

mit der Volumenkorrektur der Fase aus Gleichung (15). Die Masse des Hohlraums $m_{\text{corr,gas}}$ ergibt sich gemäß

$$m_{\text{corr,gas}} = m_{\text{dsc}} - m_{\text{sph}} + m_{\text{corr,cha}} = (\rho_{\text{dsc}} - \rho_{\text{air}}) \cdot V_{\text{corr,gas}} \quad (38)$$

sowie das Volumen des Hohlraums $V_{\text{corr,gas}}$ mit

$$V_{\text{corr,gas}} = \pi \cdot r_{\text{gas}}^2 \cdot h_{\text{gas}} \quad (39)$$

Die Höhe des Hohlkörpers h_{hol} wird unter Verwendung eines minimierenden Anpassungsalgorithmus (Newtonsche Methode) bestimmt. Unter Berücksichtigung aller

Gleichungen zur Berechnung der Oberfläche und der Masse des Hohlzylinders, ergeben sich Höhe und Radius des Hohlkörpers aus

$$h_{\text{hol}} = \frac{m_{\text{dsc}} - m_{\text{sph}} - m_{\text{corr,cha}}}{(\rho_{\text{dsc}} - \rho_{\text{air}})r_{\text{hol}}^2 \cdot \pi} \quad (40)$$

und

$$r_{\text{hol}} = \sqrt{\frac{V_{\text{corr,gas}}}{\pi \cdot h_{\text{hol}}}} \quad (41)$$

Die effektive Dichte des Hohlkörpers $\rho_{\text{eff,hol}}$ wird durch

$$\rho_{\text{eff,hol}} = \frac{m_{\text{sph}}}{\pi \cdot r_{\text{hol}}^2 \cdot h_{\text{hol}} - V_{\text{corr,cha}}} \quad (42)$$

beschrieben.

3.3.2 Auslegung eines Inlaykörpers

Für einen Auftriebskörpersatz sind mindestens zwei Auftriebskörper mit möglichst großer Volumendifferenz zueinander zu berechnen und zu realisieren. Hierbei müssen sich die Massen und Oberflächen der beiden gesuchten Auftriebskörper gleichen. Zusätzlich sind die in 2.2 und 2.3 beschriebenen allgemeinen Randbedingungen einzuhalten. Im Aufbau basiert ein Inlaykörper auf einer zylindrischen Scheibe *cyl* mit einem eingeschlossenen Materialkern. Darüber wird eine beliebige Anzahl an Scheiben mittels der patentierten Kupplung [Pate20] gestapelt. Das Oberflächenverhältnis zwischen Scheiben und Zylinder, genannt *ratio*, wird für die nachstehende Berechnung anhand von Überschlagsrechnungen festgelegt, was die Berechnung vereinfacht, ohne gravierend an Genauigkeit zu verlieren. Grundsätzlich können auch beliebige andere Oberflächenverhältnisse festgelegt oder berechnet werden. Für die Bestimmung eines Inlaykörpers ist das Volumen, die effektive Dichte des Körpers, die Höhe des Zylinders und der aufliegenden Scheiben zu ermitteln. Als geeignetes Material für den Inlaykern wird aufgrund der hohen Dichte Wolfram gewählt.

Um die nachfolgenden multivariaten Gleichungen zu lösen, wird ein iteratives Verfahren entwickelt und angewandt. Die variable Größe für die Scheibenradien ist dabei durch die Messraumvolumina gängiger Komparatoren und einer fertigungstechnisch sinnvollen Schrittweite begrenzt. Um den Fertigungsaufwand gering und die Handhabbarkeit der Scheiben einfach zu gestalten, wird eine geringe Anzahl von Scheiben angestrebt.

Die zu ermittelnden Parameter werden in einem Variationsverfahren bestimmt. Dabei werden die Höhen der einzelnen Scheiben und des Zylinders, die Gesamthöhe des Inlaykörpers, das radiusabhängige Stabilitätskriterium $r_{\text{dsc}} \leq r_{\text{cyl}}$ für die Ausprägung der Radien, sowie zulässige Wandstärken des Zylinders variiert. Die Auswahl möglicher Lösungen erfolgt, wenn folgende weitere Nebenbedingungen, zusammengestellt in Tabelle 3-1, erfüllt sind.

Tabelle 3-1 Zulässige Variationsbreiten für das im Rahmen der Arbeit entwickelte Variationsverfahren zur Bestimmung geeigneter Varianten von Inlaykörpern

Bedingungen	Beschreibung
$h_{dsc,min} \leq h_{dsc} \leq h_{dsc,max}$	Höhe einer Scheibe
$h_{cyl,min} \leq h_{cyl} \leq h_{cyl,max}$	Höhe Zylinder
$n_{dsc} \cdot h_{dsc} + h_{cyl} \leq h_{ily,max}$	maximale Gesamthöhe Inlaykörper
$r_{dsc} \leq r_{cyl}$	Stabilitätskriterium
$r_{cyl,Si,wall,min} \leq r_{cyl,Si,wall}$	radiale Wandstärke Silizium
$h_{cyl,Si,wall,min} \leq h_{cyl,Si,wall}$	axiale Wandstärke Silizium

Die nominellen Oberflächen eines Auftriebskörpersatzes müssen so weit als möglich identisch sein. Besteht ein solches Satzpaar aus einem Inlaykörper und einem Hohlkörper, orientiert sich die Oberfläche des auszulegenden Inlaykörpers an der Oberfläche des Hohlkörpers gemäß

$$A_{ily} = A_{hol} \quad (43)$$

Für die Berechnung des Inlaykörpers wird das Verhältnis der Oberflächen aller Scheiben zum Zylinder des Inlaykörpers mit

$$ratio = \frac{A_{dsc}}{A_{cyl}} \quad (44)$$

beschrieben. Die Oberfläche A_{dsc} aller Scheiben hängt von der gegebenen Oberfläche der Referenz A_{ref} und dem Flächenverhältnis „ratio“ von Scheiben zu Zylinder ab. Daraus ergibt sich

$$A_{dsc} = A_{ref} \frac{ratio}{ratio + 1} - A_{corr,dsc,cpl} + A_{corr,dsc,cha} \quad (45)$$

worin die Korrekturen zur Oberfläche der Fasen $A_{corr,dsc,cha}$ und Kupplungskugeln $A_{corr,dsc,cpl}$ der Scheiben berücksichtigt sind. Analog berechnet sich die Oberfläche der zylindrischen Basis A_{cyl} nach

$$A_{cyl} = A_{ref} \frac{1}{ratio + 1} - A_{corr,cyl,cpl} + A_{corr,cyl,cha} \quad (46)$$

mit der Referenzfläche A_{ref} , dem Verhältnis „ratio“ von Scheiben zum Zylinder und der Korrekturterme für Fasen $A_{corr,cyl,cha}$ und Kupplungskugeln $A_{corr,cyl,cpl}$ des Zylinders. Die Höhe h_{dsc} einer auf dem Zylinder gestapelten Scheibe ergibt sich aus

$$h_{\text{dsc}} = \frac{\frac{A_{\text{dsc}}}{n_{\text{dsc}}} - 2\pi \cdot r_{\text{dsc}}^2}{2\pi r_{\text{dsc}}} \quad (47)$$

mit der Anzahl an Scheiben n_{dsc} und Radius der Scheibe(n) r_{dsc} . Die Höhe h_{cyl} eines Zylinders mit Radius r_{cyl} kann mit

$$h_{\text{cyl}} = \frac{A_{\text{cyl}} - 2\pi \cdot r_{\text{cyl}}^2}{2\pi r_{\text{cyl}}} \quad (48)$$

und der nach Gleichung (46) berechneten Oberfläche des Zylinders A_{cyl} berechnet werden. Die Berechnung der Gesamtmasse setzt sich zusammen aus der Masse der einzelnen Scheiben m_{dsc} und der Masse des Zylinders m_{cyl} . Für die Masse des Zylinders, der aus Silizium und einem Einlegekern aus Wolfram besteht, gilt mit der Referenzmasse m_{ref} und der Masse aller Scheiben m_{dsc}

$$m_{\text{cyl}} = m_{\text{ref}} - m_{\text{dsc}} \quad (49)$$

Für die weitere vereinfachte Berechnung werden die Massen der Fasen $m_{\text{corr,cha}}$ und Kupplungskugeln $m_{\text{corr,cpl}}$ zunächst vom Zylinder extrahiert. Daraus folgt die Masse des rein geometrischen Si-Zylinders $m_{\text{cyl,pure}}$ mit

$$m_{\text{cyl,pure}} = m_{\text{cyl}} - m_{\text{corr,cpl}} + m_{\text{corr,cha}} \quad (50)$$

Der Index *pure* verdeutlicht hierbei die vereinfachte Rechnung mit einem Vollzylinder aus reinem Silizium. Unter Berücksichtigung des Volumens des Zylinders $V_{\text{cyl,pure}}$ kann die Masse des Wolframkerns $m_{\text{cyl,W}}$ wie folgt

$$m_{\text{cyl,W}} = \frac{m_{\text{cyl,pure}} - \rho_{\text{Si}} \cdot V_{\text{cyl,pure}}}{\rho_{\text{W}} - \rho_{\text{Si}}} \cdot \rho_{\text{W}} \quad (51)$$

mit den Dichten für Silizium ρ_{Si} und Wolfram ρ_{W} beschrieben werden. Entsprechend

$$V_{\text{cyl,pure}} = V_{\text{cyl}} - V_{\text{corr,cyl,cpl}} + V_{\text{corr,cyl,cha}} \quad (52)$$

werden mit dem Wert des reduzierten Volumens $V_{\text{cyl,pure}}$ des Si-Zylinders die Volumenkorrekturen berücksichtigt, die sowohl durch die Kupplungskugeln $V_{\text{corr,cyl,cpl}}$ als auch durch die Fase $V_{\text{corr,cyl,cha}}$ beeinflusst werden. Aus Symmetriegründen werden die geometrischen Proportionen des umschließenden Siliziumzylinders r_{cyl} , h_{cyl} und des inneren Wolframkerns als identisch angenommen. Es gilt

$$\frac{r_{\text{cyl}}}{h_{\text{cyl}}} = \frac{r_{\text{cyl,W}}}{h_{\text{cyl,W}}} \quad (53)$$

Der Radius $r_{\text{cyl,W}}$ und die Höhe h_{cyl} des Wolframkerns sind gegeben durch

$$r_{\text{cyl,W}} = \sqrt[3]{\frac{V_{\text{cyl,W}} r_{\text{cyl}}}{\pi h_{\text{cyl}}}} \quad (54)$$

und

$$h_{\text{cyl,W}} = r_{\text{cyl,W}} \cdot \frac{r_{\text{cyl}}}{h_{\text{cyl}}}. \quad (55)$$

Die effektive Dichte des Inlaykörpers ρ_{ily} wird berechnet nach

$$\rho_{\text{ily}} = \frac{M_{\text{dsc}} + M_{\text{cyl,Si}} + M_{\text{cyl,W}}}{V_{\text{dsc}} + V_{\text{cyl}}}, \quad (56)$$

abgeleitet aus der Masse der Scheiben m_{dsc} und der Masse des Zylinders $m_{\text{cyl,W}}$, die sich mit dem eingelegten Wolframkern ergibt.

3.4 Duplexkörper

Die Besonderheit eines Duplexkörpers besteht darin, dass er sowohl als Auftriebs- als auch als Sorptionskörper eingesetzt werden kann. Hierfür hat ein Duplexkörper die gleiche Masse, das gleiche Volumen und somit die gleiche Dichte wie die Referenzkugel und alle anderen Transferkörper. Die Oberfläche dagegen richtet sich nach den Kriterien für Auftriebskörper und entspricht z. B. der eines entsprechenden Hohlkörpers. Für die Umsetzung sind verschiedene Varianten denkbar. In der Praxis hat sich der sogenannte Hantelkörper etabliert. In der vorliegenden Arbeit wird zusätzlich ein Variante bestehend aus zwei Scheiben berechnet.

3.4.1 Auslegung eines Hantelkörpers

Typische Hantelkörperbauformen (Abbildung 3-1) bestehen aus einem einzelnen monolithischen Bauteil. Hierbei wird ein Zentralzylinder von zwei koaxial angeordneten Randzylindern mit größeren Radien umgeben, wie in nachstehender Abbildung visualisiert.

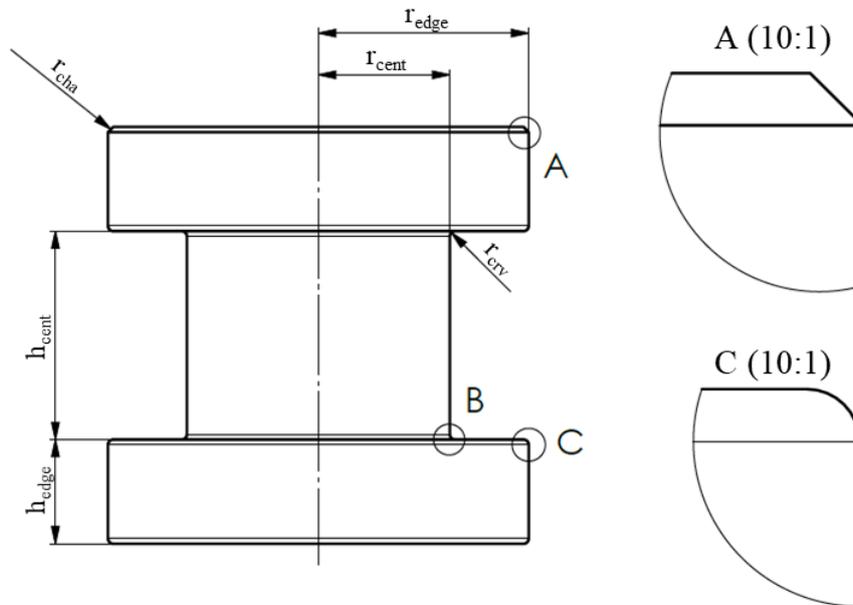


Abbildung 3-1 Darstellung eines monolithischen Hantelkörpers mit Fase *cha* und Ausstich *crv*, schematisch sind in den Ausschnitten A (gerade) und C (radial) mögliche Fasengeometrien abgebildet. Ausschnitt B zeigt die innenliegende Rundung, die in Abbildung 3-4 detailliert beschrieben wird

Für die iterativen Berechnungen zur Bestimmung der Radien und Höhen des Zentral- und der Randzylinder wird mit idealen Zylindern gerechnet. Dies erfordert die Angaben für Oberflächen und Volumina, um die Fasen und Eckrundungen abzuziehen. Die Reduzierung ist angebracht, da die numerischen Verfahren sonst keine stabilen Lösungen hervorgebracht haben. Hieraus folgt für die reduzierte Oberfläche

$$A_{\text{spl,red}} = A_{\text{hol}} + A_{\text{cha,corr}} - A_{\text{crv,corr}} \quad (57)$$

Das reduzierte Volumen ergibt sich nach

$$V_{\text{spl,red}} = \frac{4}{3} \pi r_{\text{sph}}^3 + V_{\text{cha,corr}} - V_{\text{crv,corr}} \quad (58)$$

Für die weiteren Berechnungen ist zudem das Höhenverhältnis von Zentral- zu Randzylindern im Verhältnis 2:1 festgelegt.

Die Parameter für die reduzierte Oberflächen werden über die Radien und höhenabhängigen Parameter beschrieben durch

$$A_{\text{spl,red}} = 2 \left(2\pi \cdot r_{\text{edge}}(r_{\text{edge}} + h_{\text{edge}}) \right) - 2\pi \cdot r_{\text{cent}}^2 + 2\pi \cdot r_{\text{cent}} \cdot h_{\text{cent}} \quad (59)$$

Analog die Beschreibung für die reduzierten Volumina gemäß

$$V_{\text{spl,red}} = 2\pi \cdot r_{\text{edge}}^2 \cdot h_{\text{edge}} + \pi \cdot r_{\text{cent}}^2 \cdot h_{\text{cent}} \quad (60)$$

Nach dem iterativen Bestimmen der gesuchten Radien (r_{edge} , r_{cent}) sowie der Scheibenhöhen (h_{edge} , h_{cent}) werden die effektiven Oberflächen und Volumina unter Berücksichtigung der Fasen und Eckrundungen berechnet.

$$A_{\text{spl}} = A_{\text{spl,red}} - A_{\text{cha,corr}} + A_{\text{crv,corr}} \quad (61)$$

$$V_{\text{spl}} = V_{\text{spl,red}} - V_{\text{cha,corr}} + V_{\text{crv,corr}} \quad (62)$$

$$M_{\text{spl}} = \rho \cdot V_{\text{spl}} - M_{\text{sph}} \quad (63)$$

Die so ermittelten Daten können auch zur Überprüfung der eingangs durchgeführten Berechnungen herangezogen werden.

3.4.2 Auslegung eines 2-Scheibenkörpers

Ein Duplexkörper kann sowohl als Sorptionskörper, als auch als Auftriebskörper eingesetzt werden. Die konventionelle Bauart ist hierbei häufig eine Zylinder- oder Hantelform. Demgegenüber besteht der im Rahmen dieser Arbeit entwickelte neuartige Duplexkörper aus aufeinander stapelbaren Scheiben. Neben einer einfacheren Fertigung kann der Duplexkörper im zerlegten Zustand so einfacher und gründlicher gereinigt werden und auch das Ersetzen eventuell beschädigter Scheiben ist möglich.

Bei der Auslegung orientiert sich der Duplexkörper an der Nominalmasse der Referenzkugel. Volumen und Dichte werden aus den theoretischen Werten der Sorptionskörper übernommen. Die Oberfläche orientiert sich am zuvor beschriebenen Hohlkörper. Da der Hohlkörper durch ein möglichst großes Volumen einen möglichst großen Auftrieb erzeugen soll ist dies eine zentrale Auslegungsbedingung auch für Duplexkörper. Ein Duplexkörper, aufgebaut aus zwei zylindrischen Scheiben, erreicht die geforderte maximale Volumendifferenz zum Hohlkörper.

Die Wahl den Duplexkörper als Scheibenstapel auszuführen hat auch den Vorteil, dass er sich nach dem gleichen Iterationsverfahren wie dem der Sorptionskörper berechnen lässt. Da der Duplexkörper auch nur aus identischen Scheiben besteht, ist eine gesonderte Berechnung für die Grundscheibe nicht erforderlich.

3.5 Auslegung verschiedener Fasengeometrien

3.5.1 Berechnungskorrekturen für gerade Fasen

Für die Ermittlung der geometrischen Parameter der Fase müssen die Differenzen für Oberfläche, Volumen und Masse zur oben betrachteten Scheibe berechnet werden. Die Oberflächenanpassung $A_{\text{corr,cha}}$ ist abhängig von den Oberflächen A_{shl} , A_{cha} und A_{mg} .

Nachstehende Abbildung zeigt einen Schnitt durch eine Scheibe mit umlaufender gerade Fase. Die Ringfläche A_{rng} , die Mantelfläche A_{shl} der nicht korrigierten Scheibe und die resultierende Fasenoberfläche A_{cha} unter dem Fasenwinkel α sind hervorgehoben.

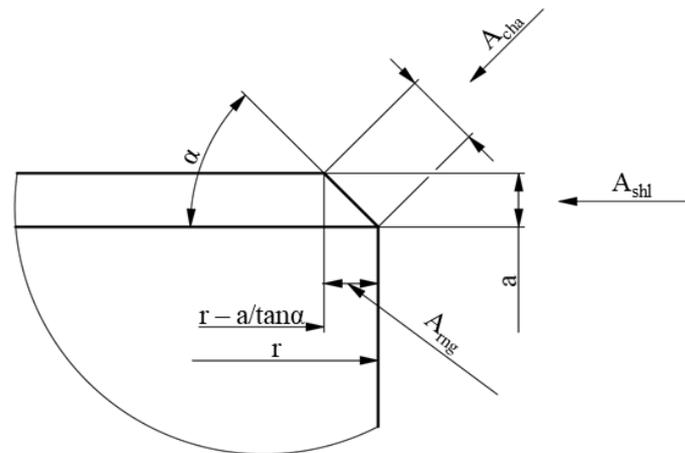


Abbildung 3-2 Schematischer Schnitt durch ein zylindrisches Objekt mit gerader umlaufender Fase

Hiernach gilt für die Anpassung einer Fasenoberfläche $A_{\text{corr,cha}}$

$$A_{\text{corr,cha}} = (A_{\text{rng}} + A_{\text{shl}} - A_{\text{cha}}) \quad (64)$$

Die Fläche A_{rng} eines Ringes auf der Oberseite einer Scheibe kann ausgedrückt werden als

$$A_{\text{rng}} = \pi \left(r^2 - \left(r - \frac{a}{\tan \alpha} \right)^2 \right) \quad (65)$$

Die Mantelfläche A_{shl} einer Scheibe aus Vollmaterial ohne Fase kann aus nachstehender Gleichung berechnet werden.

$$A_{\text{shl}} = 2\pi \cdot r \cdot a \quad (66)$$

Für die Oberflächenkorrektur einer Fase gilt der nachstehende allgemeine Ansatz zur Berechnung rotationssymmetrischer Körper [Pica04]

$$A_{\text{cha}} = 2\pi \int_0^a f(z) \sqrt{1 + (f'(z))^2} dz \quad (67)$$

Dabei beschreibt die Funktion $f(z)$ den mathematischen Querschnitt des Rotationskörpers mit gerader umlaufender Fase entsprechend

$$f(z) = r - z \cdot \tan \alpha \quad (68)$$

Daraus ergibt sich für die Beschreibung der Fasenoberfläche

$$A_{\text{cha}} = 2\pi \int_0^a (r - z \cdot \tan \alpha) \cdot \sqrt{1 + (\tan \alpha)^2} dz \quad (69)$$

Nachdem das Integral aufgelöst wurde, ergibt sich für die Berücksichtigung der Oberflächenänderungen durch die Fasen einer Scheibe $A_{\text{corr,cha}}$ in Abhängigkeit der Anzahl der Fasen n_{cha} ($n_{\text{cha}} = 0, 1, 2$) durch

$$A_{\text{corr,cha}} = n_{\text{cha}} \cdot \left(\begin{array}{l} -2\pi\sqrt{1 + (\tan \alpha)^2} \cdot \left(a \cdot r - \frac{a^2}{2} \right) + \\ 2\pi \cdot r \cdot a + \pi \left(r^2 - \left(r - \frac{a}{\tan \alpha} \right)^2 \right) \end{array} \right) \quad (70)$$

Die Anpassung des Volumens und der Masse der Fasen wird nach dem mathematischen Ansatz zur Berechnung eines Vierteltorus ermittelt. Die allgemeine Gleichung für die Berechnung des Volumens V eines Körpers, der durch Rotation um die z-Achse entsteht, ist gegeben durch

$$V = \pi \int_0^a (f(z))^2 dz \quad (71)$$

Die Volumen Anpassung resultiert aus der Differenz des Volumens der unkorrigierten Scheibe V_{dsc} , und des Volumens, das durch die Fase abgetragen wird, im folgenden Fasenvolumen $V_{\text{corr,cha}}$,

$$V_{\text{cha}} = V_{\text{dsc}} - V_{\text{corr,cha}} \quad (72)$$

Der detaillierte Zusammenhang dieser Korrektur ergibt sich wie folgt

$$V_{\text{corr,cha}} = \pi \int_0^a r^2 dz - \pi \int_0^a (r - z \cdot \tan \alpha)^2 dz \quad (73)$$

Nach dem Lösen der Integrale gilt für die Volumen Anpassung $V_{\text{corr,cha}}$:

$$V_{\text{corr,cha}} = n_{\text{cha}} \cdot \left(\pi \cdot r^2 a - \pi \left(r^2 \cdot a + \frac{a^3}{3} \cdot (\tan \alpha)^2 - r \cdot a^2 \cdot \tan \alpha \right) \right). \quad (74)$$

Unter der Annahme der bekannten und homogenen Dichte ρ_{Si} und der ermittelten Anpassung $V_{\text{corr,cha}}$ ergibt sich die Anpassung für die Masse $m_{\text{corr,cha}}$ durch die Fasen

$$m_{\text{corr,cha}} = \rho_{\text{Si}} \cdot V_{\text{corr,cha}} \quad (75)$$

3.5.2 Berechnungskorrekturen für radiale Fasen

Die Volumenkorrektur einer radialen Fase kann mittels der Gleichungen (76)–(79) in Gleichung (80) beschrieben werden. Abbildung 3-3 zeigt eine abgerundete Fase, die im Volumen ein Torussegment beschreibt.

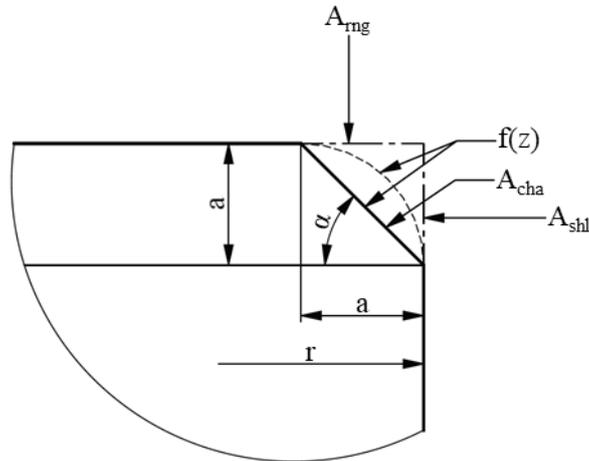


Abbildung 3-3 Schematischer Schnitt durch ein zylindrisches Objekt mit radialer umlaufender Fase

$$V_{\text{cyl}} = \pi \int_0^a r^2 dz = \pi \cdot r^2 \cdot a \quad (76)$$

$$V_{\text{red}} = \pi \int_0^a (f(z))^2 dz = \pi \cdot r^2 \cdot a \quad (77)$$

Zur einfacheren Lösung des Integrals erfolgt die Substitution $r_1 = r - a$

$$f(z) = (r - a) + \sqrt{a^2 - z^2} = r_1 + \sqrt{a^2 - z^2} \quad (78)$$

$$\begin{aligned} V_{\text{red}} &= \pi \int_0^a \left(r_1 + \sqrt{a^2 - z^2} \right)^2 dz \\ &= \frac{a}{6} \cdot \pi \left(4a^2 + 3r_1 (2r_1 + \pi \cdot a) \right) \\ &= \pi \cdot a \left(\frac{2}{3} a^2 + \frac{1}{2} r_1 (2r_1 + \pi \cdot a) \right) \\ &= \pi \cdot a \left(\frac{2}{3} a^2 + \frac{(r - a)}{2} (2(r - a) + \pi \cdot a) \right) \end{aligned} \quad (79)$$

Hieraus folgt die Volumenkorrektur einer kreisförmigen Fase *rou* nach

$$V_{\text{cha,rou,corr}} = n_{\text{dsc}} \cdot n_{\text{cha}} \left(\pi \cdot r^2 \cdot a - \pi \cdot a \left(\frac{2}{3} a^2 + \frac{(r-a)}{2} (2(r-a) + \pi \cdot a) \right) \right) \quad (80)$$

Die Korrektur der Oberfläche der radialen Fase ergibt mit

$$f(z) = r_1 + \sqrt{a^2 - z^2} \quad (81)$$

und

$$f'(z) = -\frac{z}{\sqrt{a^2 - z^2}} \quad (82)$$

nach Gleichung (83) wie folgt

$$A_{\text{cha,rou}} = 2\pi \int_0^a r_1 + \sqrt{a^2 - z^2} \cdot \sqrt{1 + \frac{z^2}{a^2 - z^2}} dz. \quad (83)$$

Mit einer ersten Nebenrechnung nach

$$\sqrt{1 + \frac{z^2}{a^2 - z^2}} = \sqrt{\frac{a^2 - z^2 + z^2}{a^2 - z^2}} = \sqrt{\frac{a^2}{a^2 - z^2}} = \frac{a}{\sqrt{a^2 - z^2}} \quad (84)$$

und Umstellung $A_{\text{cha,rou}}$ ergibt sich Gleichung (85)

$$\begin{aligned} A_{\text{cha,rou}} &= 2\pi \int_0^a r_1 + \sqrt{a^2 - z^2} \cdot \frac{a}{\sqrt{a^2 - z^2}} dz \\ &= 2\pi \int_0^a \frac{r_1 \cdot a}{\sqrt{a^2 - z^2}} dz + 2\pi \int_0^a a \cdot \frac{\sqrt{a^2 - z^2}}{\sqrt{a^2 - z^2}} dz \end{aligned} \quad (85)$$

Mit einer zweiten Nebenrechnung

$$2\pi \int_0^a \frac{r_1 \cdot a}{\sqrt{a^2 - z^2}} dz = 2\pi \cdot r_1 \cdot a \int_0^a \frac{1}{\sqrt{a^2 - z^2}} dz \quad (86)$$

Nach Bronstein und Semendjajew [Bron80] wird Gleichung (87) eingesetzt

$$\int_0^a \frac{1}{\sqrt{a^2 - z^2}} dz = \sin^{-1} \left(\frac{z}{a} \right) = \frac{\pi}{2}. \quad (87)$$

Anschließend ergibt sich für die Fläche der radialen Fase

$$A_{\text{cha,rou}} = \pi^2 \cdot r_1 \cdot a + 2 \cdot \pi \cdot a^2 \quad (88)$$

Mit den Gleichungen zu A_{mg} (65) und A_{shl} (66) berechnet sich die Flächenkorrektur zusammenfassend nach

$$A_{\text{cha,rou,corr}} = n_{\text{dsc}} \cdot n_{\text{cha}} \left((\pi(r^2 - (r - a)^2) + 2\pi \cdot r \cdot a - (\pi^2 \cdot r_1 \cdot a + 2\pi \cdot a^2)) \right) \quad (89)$$

Die Korrektur der Masse der radialen Fase errechnet sich anschließend mit V_{corr} .

3.5.3 Berechnungskorrekturen für Ausstiche

Eine innenliegende Rundung eines monolithischen Bauteils wird als Ausstich bezeichnet und ist in nachstehender Abbildung dargestellt.

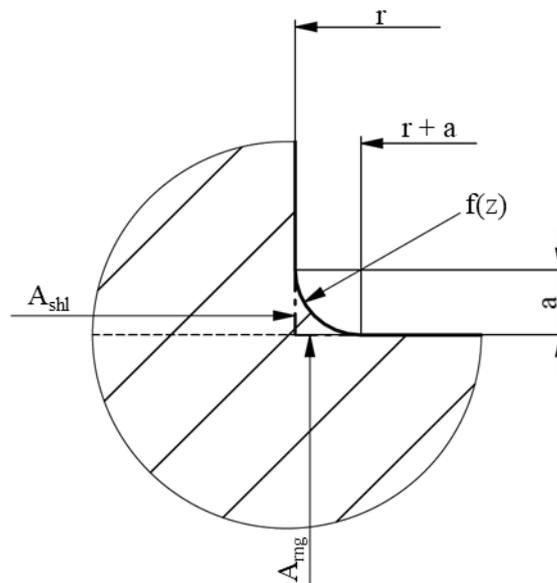


Abbildung 3-4 Schematischer Schnitt durch ein zylindrisches Objekt mit Ausstich

Für einen Ausstich kann das Volumen wie folgt berechnet werden:

$$V_{\text{crv,corr}} = n_{\text{cent}} (\pi \cdot A_{\text{cha}}(x_1) - A_{\text{cha}} \cdot \pi \cdot r_{\text{cent}}^2) \quad (90)$$

mit

$$x_1 = \frac{2 \cdot A_{\text{cha}}^2}{3} - \frac{1}{2} (A_{\text{cha}} + r_{\text{cent}}) \cdot (-2 (A_{\text{cha}} + r_{\text{cent}}) + \pi \cdot A_{\text{cha}}) \quad (91)$$

4 Auslegung einer Kupplung

Kugeln eignen sich in besonderer Weise als Kupplungselemente. Mit ihnen lässt sich eine statisch bestimmte, kipfstabile und zerlegbare Sechspunktlagerung realisieren [Pate14, Wiem19]. Aufgrund der sehr geringen plastischen Verformung des nahezu punktförmigen Kontakts können diese für die Berechnung der Sorptionseigenschaften vernachlässigt werden. Darüber hinaus existieren etablierte Fertigungsverfahren, die im gesuchten Bereich Kugeldurchmesser mit Abstufungen von wenigen Mikrometern und Formabweichungen im Bereich von $\pm 1 \mu\text{m}$ ermöglichen [Haus19]. Ebenso bedeutend ist, dass die Kugeln aus der gleichen Materialcharge und mit einer vergleichbaren Oberflächenqualität wie die verwendeten Siliziumscheiben hergestellt werden können. Es stehen mehrere Methoden zur Verfügung, um die Kugeln mit den Scheiben zu fixieren. Hier wird eine in Vorversuchen geprüfte Anordnung der Kugeln umgesetzt. Schließlich lassen sich Oberfläche und Volumen leicht errechnen.

4.1 Positionsberechnung und Anordnung von Kupplungskugeln

Eine Kupplung besteht aus zwei Scheiben, die achssymmetrisch und oberflächenparallel angeordnet sind. Die untere Scheibe wird als Grundscheibe *grd*, die obere Scheibe als Topscheibe *top* bezeichnet. Als Distanzelemente werden Kugeln verwendet, die als Halbkugeln aus den Scheiben herausragen.

Die Kugelpositionen werden in einem Koordinatensystem berechnet, dessen Ursprung in der Mitte einer Grundscheibe angeordnet ist. Die z-Achse verläuft positiv in Richtung der Topscheibe. Die einzelnen Kugeln bzw. Kugelpaare (bestehend aus mind. zwei Kugeln) werden winkelsymmetrisch um den Mittelpunkt einer Scheibe verteilt angeordnet. Dies hat den Vorteil, dass die Positionen von Grund- und Topscheibe in einem Koordinatensystem beschrieben und auch gefertigt werden können. Hierdurch lässt sich die Berechnung der Kontaktpunkte wesentlich vereinfachen.

Die Forderung einer lösbaren, statisch bestimmten Lagerung erfordert sechs Kontaktpunkte, die sich zwischen zwei Scheiben berühren. Durch die Wahl kugelförmiger Distanzstücke ergeben sich zwischen zwei Kupplungskugeln sechs Kugelpaare, die sich jeweils in einem Punkt berühren. Die geometrischen Zusammenhänge für die Kontaktpunkte zweier Kupplungskugeln, sowie deren Position werden nachfolgend beschrieben. Abbildung 4-1 zeigt einen Schnitt in der Seitenansicht durch zwei Scheiben mit den Anlagepunkten zweier sich berührender Kugeln. Der Ursprung des Koordinatensystems ist so gewählt, dass die x-, y-Ebene durch den Kontaktpunkt verläuft. In dieser symmetrischen Anordnung ist das die Spaltmitte, da die Azimutwinkel α der Kalottenkugeln 45° betragen.

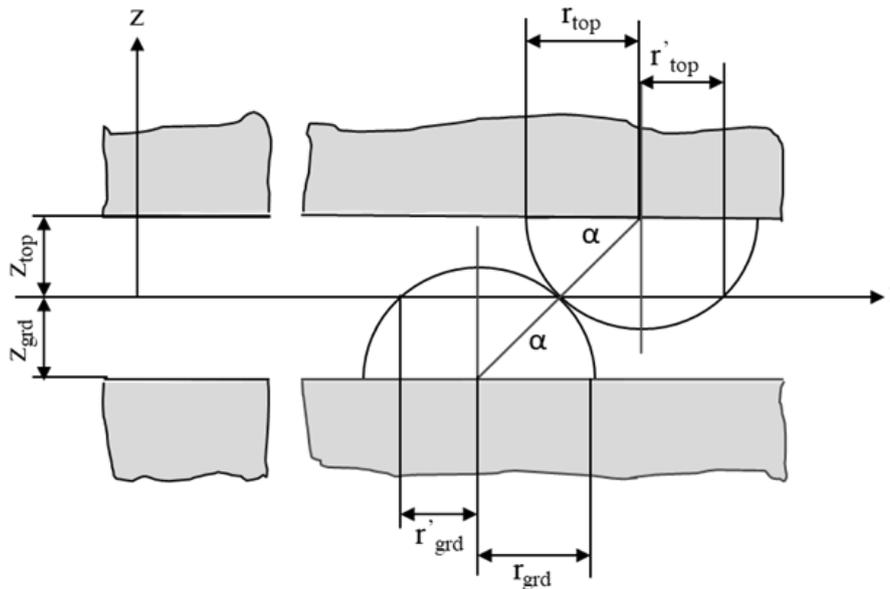


Abbildung 4-1 Berührungspunkt zweier Kupplungskugeln im Spalt zwischen zwei Scheiben

Die wirksamen Radien der Kupplungskugeln für die Grundscheibe r'_{grd} und der Topscheibe r'_{top} errechnen sich wie folgt

$$r'_{\text{grd}} = r_{\text{grd}} \cdot \cos \alpha \quad (92)$$

$$r'_{\text{top}} = r_{\text{top}} \cdot \cos \alpha \quad (93)$$

hierin sind

r_{grd} Radius einer Kupplungskugel an der Grundscheibe

r_{top} Radius einer Kupplungskugel an der Topscheibe

α Winkel am Berührungspunkt einer Kupplungskugel

Abbildung 4-2 zeigt die Position einer Kupplungskugel der Grundscheibe, die sich im Kontakt mit einer Kupplungskugel der zugehörigen Topscheibe befindet. Die Darstellung erfolgt in der x-, y-Ebene in Spaltmitte bei der Höhe $z = 0$.

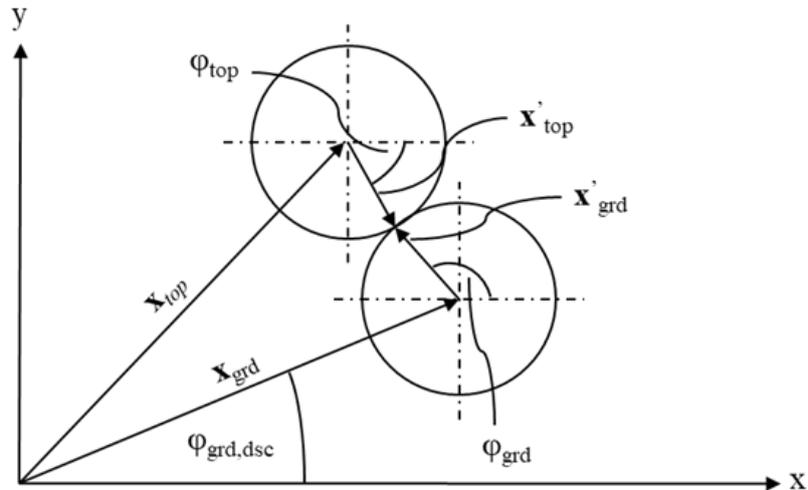


Abbildung 4-2 Kontakt zweier Kupplungskugeln in der x, y-Ebene

Die Berechnung der Kugelpositionen beginnt mit der Festlegung der Position der Kupplungskugel auf der Grundscheibe unter Berücksichtigung des Mindestabstandes zum Scheibenrand. Der Vektor \mathbf{x}_{grd} wird dabei wie folgt berechnet

$$\mathbf{x}_{\text{grd}} = \begin{pmatrix} x_{\text{grd}} \\ y_{\text{grd}} \\ z_{\text{grd}} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} r_{\text{grd}} \cdot \cos \varphi_{\text{grd,dsc}} \\ r_{\text{grd}} \cdot \sin \varphi_{\text{grd,dsc}} \\ z_{\text{grd}} \end{pmatrix}. \quad (94)$$

Hierin sind

- r_{grd} Radius zum Mittelpunkt der Kupplungskugel
- $\varphi_{\text{grd,dsc}}$ Winkelposition der Kupplungskugel
- z_{grd} z-Position der Kupplungskugelmittel (negativ)

Von dieser Position wird nun der relative Vektor \mathbf{x}'_{grd} berechnet. Er zeigt von der Mitte der Kupplungskugel der Grundscheibe auf den Berührungspunkt. Darin ist φ_{grd} der Richtungswinkel zum Berührungspunkt.

$$\mathbf{x}'_{\text{grd}} = \begin{pmatrix} r'_{\text{grd}} \cdot \cos \varphi_{\text{grd}} \\ r'_{\text{grd}} \cdot \sin \varphi_{\text{grd}} \\ 0 \end{pmatrix} \quad (95)$$

In ähnlicher Form berechnet sich der relative Vektor \mathbf{x}'_{top} vom Berührungspunkt zum Kugelmittelpunkt der Kupplungskugel der Topscheibe mit dem Richtungswinkel φ_{top} .

$$\mathbf{x}'_{\text{top}} = \begin{pmatrix} r'_{\text{top}} \cdot \cos \varphi_{\text{top}} \\ r'_{\text{top}} \cdot \sin \varphi_{\text{top}} \\ 0 \end{pmatrix} \quad (96)$$

Anmerkung: Dieser Vektor muss in den folgenden Berechnungen negativ eingesetzt werden.

Die Verknüpfung der Vektoren $\mathbf{x}_{\text{grd}} + \mathbf{x}'_{\text{grd}} - \mathbf{x}'_{\text{top}}$ wie die Berücksichtigung der Spaltweite führt auf die Koordinaten der Kupplungskugel der Topscheibe.

$$\mathbf{x}_{\text{top}} = \begin{pmatrix} x_{\text{grd}} + x'_{\text{grd}} - x'_{\text{top}} \\ y_{\text{grd}} + y'_{\text{grd}} - x'_{\text{top}} \\ z_{\text{top}} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} x_{\text{top}} \\ y_{\text{top}} \\ z_{\text{top}} \end{pmatrix} \quad (97)$$

und

$$\begin{pmatrix} x_{\text{top}} \\ y_{\text{top}} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} r'_{\text{top}} \cdot \cos \varphi_{\text{top}} \\ r'_{\text{top}} \cdot \sin \varphi_{\text{top}} \end{pmatrix} \quad (98)$$

Die Anordnung und radiale Positionierung der Kupplungskugeln sind wesentlich, um eine stabile Verbindung und eine sichere Handhabung einer Kupplungsverbindung zu gewährleisten. Die radiale Position der Kugeln wurde so gewählt, dass der Abstand von der Kugelmitte zum Rand einer Scheibe ca. 7 mm beträgt. Unter Berücksichtigung des Schenkelmaßes der 0,5 mm weiten Fasen lassen sich die Kalotten sicher fertigen, ohne ein Abplatzen des spröden Siliziums im Randbereich der Scheiben zu befürchten. Auf der anderen Seite sind die Kupplungskugeln gut sichtbar in einem Spalt zu erkennen. Dies ist vorteilhaft, da die Scheiben manuell aufeinandergestapelt werden und sich bei diesem Montagevorgang ausschließlich die Kugeln berühren sollen. Somit lassen sich Beschädigungen wie Kratzer an den Oberflächen der Scheiben vermeiden.

Das schonende Aufeinanderstapeln der einzelnen Scheiben ist sehr stark von der Anordnung der Kupplungskugeln abhängig. Vor diesem Hintergrund wurden vier verschiedene Kugelpositionen-Varianten gerechnet und Muster aus Aluminium gefertigt. Um die geeignetste Kugelanzordnung herauszufinden, wurden die Muster an neun Personen verteilt. Jede dieser Personen hatte die Aufgabe, die Kupplungskugeln so zu stapeln, dass eine Berührung der Oberfläche einer Scheibe vermieden wird. Bei diesen Versuchen konnte eindeutig Variante C als geeignetste Anordnung identifiziert werden. Diese und weitere erprobte Varianten (E, F und 1-2-3) für die Positionierung der Kupplungskugeln sind in nachstehender Schnittdarstellung gezeigt.

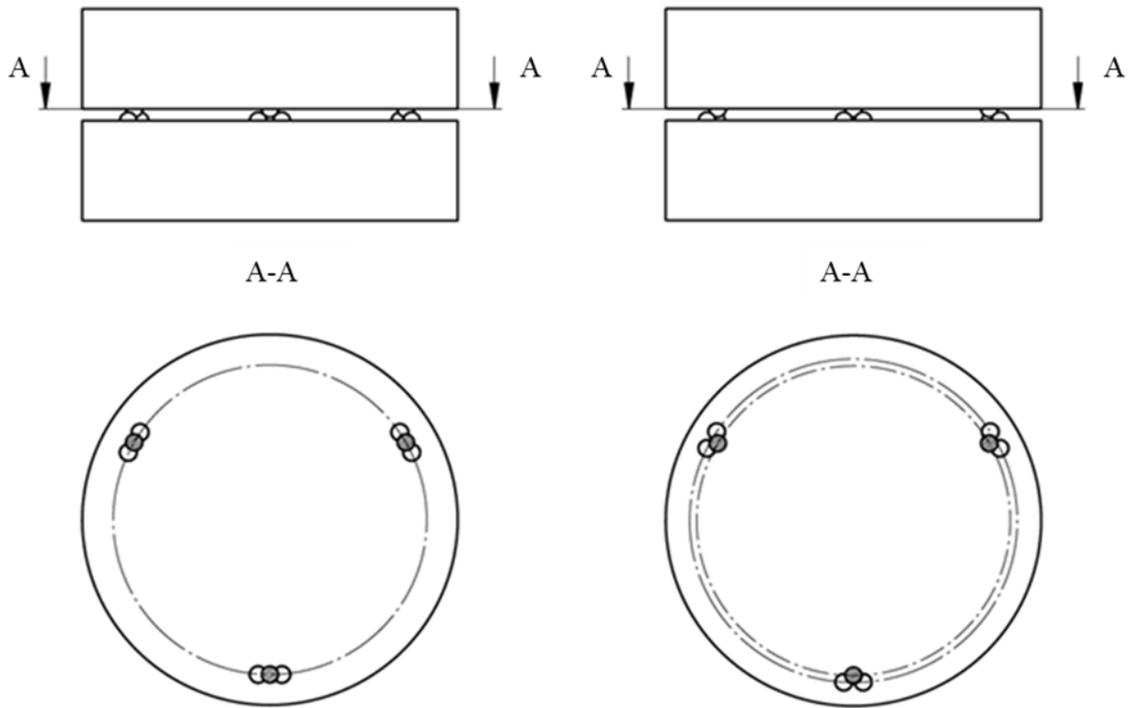


Abbildung 4-3 Positionierung von Kupplungskugeln nach Variante C (links) und Variante E (rechts)

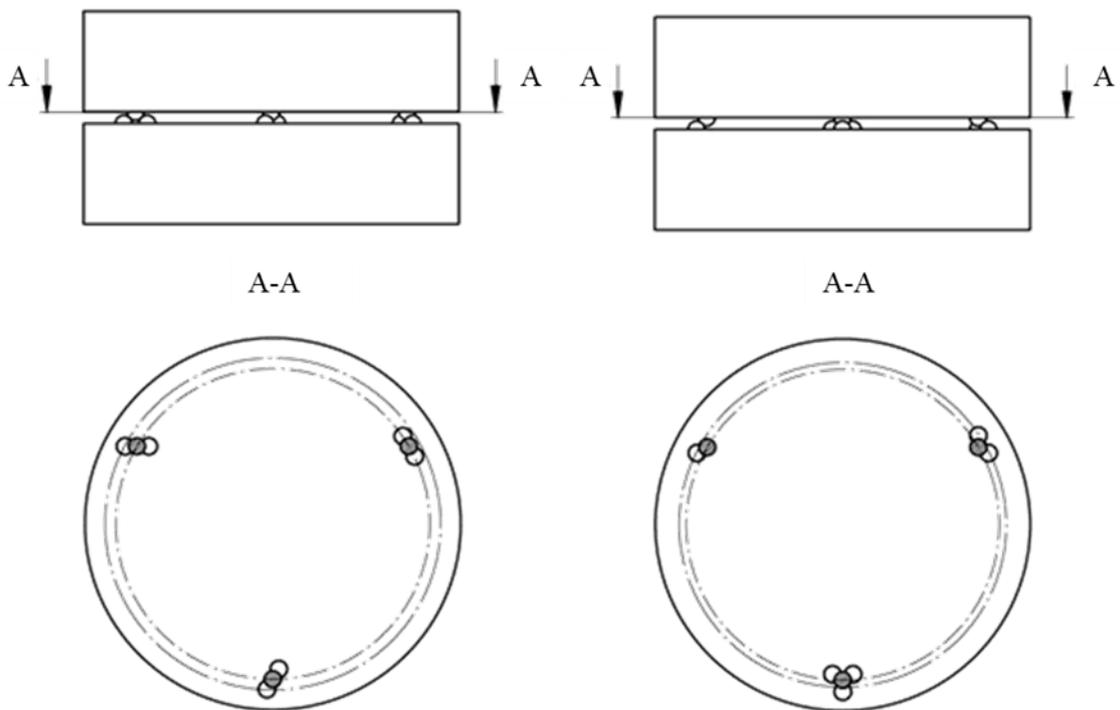


Abbildung 4-4 Positionierung von Kupplungskugeln nach Variante F (links) und Variante 1-2-3 (rechts)

4.2 Berechnungskorrekturen für sphärische Distanzstücke

Im Folgenden werden die notwendigen Anpassungen zu Oberfläche, Volumen und Masse, bedingt durch Kupplungskugeln erläutert. Kupplungskugeln werden auf der Ober- und Unterseite der Scheiben in einem Winkel β , z. B. 45° , zueinander platziert. Die Kugeln können mit einer Hemisphäre auf verschiedene Weise fest in einer Bohrung einer Scheibe verbunden werden. Hierfür können unter anderem hochstabile Bondverbindungen oder hochvakuumtauglicher Klebstoff eingesetzt werden.

In diesem Zusammenhang muss nur die obere Hälfte der Kupplungskugeln für die Korrektur von Masse und Oberfläche berücksichtigt werden. Die Oberflächenkorrektur $A_{\text{corr,cpl}}$ ergibt sich aus der sphärischen Fläche A_{cpl} . Die Fläche des Kreises A_{cir} , die von der Basis der Halbkugel verdeckt ist, muss jedoch wie folgt subtrahiert werden

$$A_{\text{corr,cpl}} = A_{\text{cpl}} - A_{\text{cir}}. \quad (99)$$

Unter Verwendung der Anzahl an Kupplungskugeln k erfolgt die Korrektur

$$A_{\text{corr,cpl}} = \frac{k}{2} \cdot 4\pi \cdot r_{\text{cpl}}^2 - k \cdot \pi \cdot r_{\text{cpl}}^2 \quad (100)$$

Die Volumenkorrektur über alle Kupplungskugeln $V_{\text{corr,cpl}}$ erfolgt unter Berücksichtigung der Anzahl an Scheiben n . Als Distanzelemente dienen polierte Siliziumkugeln mit einem Radius von 2 mm. Je nach Scheibentyp müssen unterschiedlich viele der kugelförmigen Distanzelemente k in die Berechnungen eingesetzt werden. Daraus ergibt sich die Gleichung für die Volumenkorrektur $V_{\text{corr,cpl}}$ nach

$$V_{\text{corr,cpl}} = (n - 1) \cdot \frac{k}{2} \cdot \frac{4}{3}\pi \cdot r_{\text{cpl}}^3. \quad (101)$$

Mit Kenntnis der Dichte ρ_{Si} und der berechneten Korrektur $V_{\text{corr,cpl}}$ erfolgt die Anpassung für die Masse der Distanzstücke $M_{\text{corr,cpl}}$ wie folgt

$$M_{\text{corr,cpl}} = \rho_{\text{Si}} \cdot V_{\text{corr,cpl}}. \quad (102)$$

4.3 Kippstabilität

Die Kippstabilität zerlegbarer Scheibenstapel ist von zentraler Bedeutung für deren Handhabbarkeit. Gegenüber bestehenden Lösungen können die im Rahmen der vorliegenden Arbeit entwickelten Scheiben schonend und leicht auch außerhalb eines Massekomparators übereinandergestapelt werden, um sie anschließend sicher im Komparator zu platzieren. In der Regel erfolgt dieses Einbringen manuell. Hierdurch kommt es zu leichtem Verkappen der Scheibenstapel sowie zu Beschleunigungseffekten, weswegen die einzelnen Scheiben möglichst stabil verbunden sein müssen. Das Aufbauen der Scheibenstapel kann durch eine entsprechende Mindeststärke der untersten Scheibe auch innerhalb eines Massekomparators

erfolgen. Darüber ist sicherzustellen, dass die Lage der Scheiben auch während der dynamischen Wägevorgänge stabil bleibt.

4.3.1 Theoretische Überlegungen

Die Kippstabilität zweier Scheiben, die über eine Kupplung mit statisch bestimmter Sechspunktelerung verbunden sind, ist im Wesentlichen von der Haftreibung der verwendeten Materialien und der Kraftflussrichtungen abhängig [Mems21]. Das Material der Kupplung und der Scheiben ist in dieser Arbeit mit natürlichem monokristallinem Silizium vorgegeben. Die Kraftflussrichtung hängt primär von den Kontaktpunkten ab, an denen sich die Kupplungskugeln berühren, sowie von der räumlichen Verteilung der sechs Kontaktpunkte selbst.

Mit einem sehr vereinfachten graphischen 2D Modell wurde untersucht, wie sich die Höhe des Scheibenstapels auf den maximalen Kippwinkel auswirkt. Die zugehörige Skizze ist in nachstehender Abbildung dargestellt.

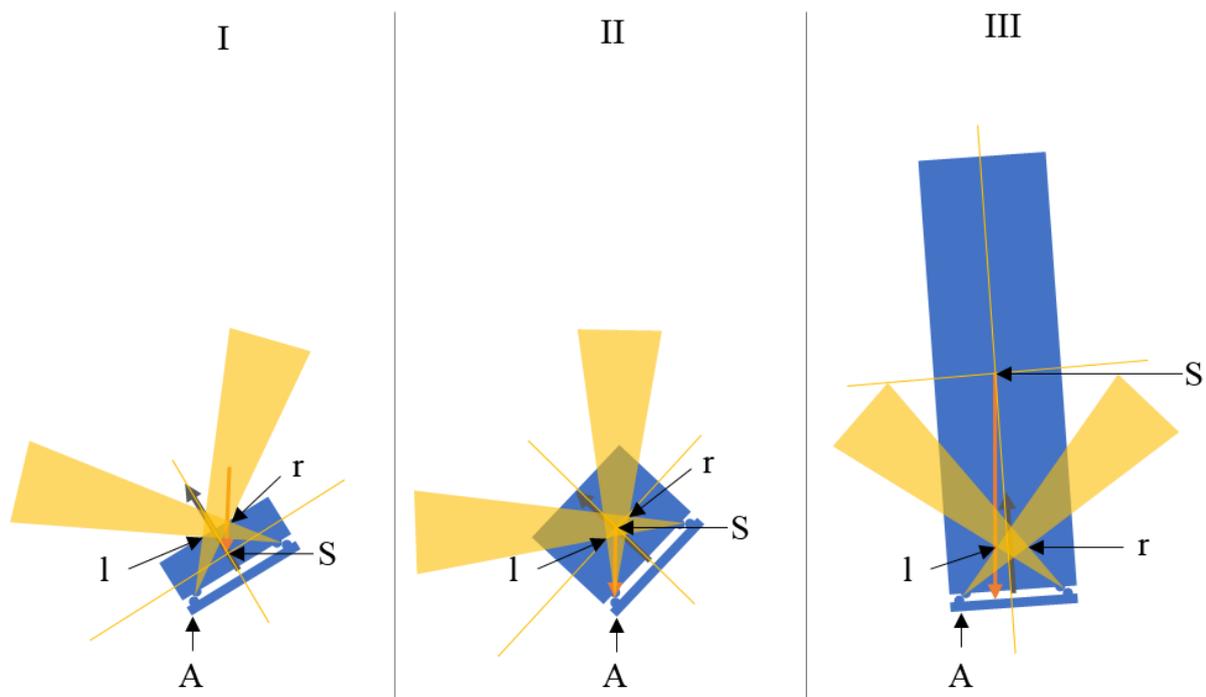


Abbildung 4-5 Schematische Darstellung von drei Stapelhöhen (I, II, III) mit Kontaktpunkt des Lagers A und Schwerpunkt S zur theoretischen Überlegung der Kippstabilität

Untersucht wurden drei Stapelhöhen: I niedrige Stapelhöhe, II mittlere Stapelhöhe und III große Stapelhöhe. Das Modell beruht auf der Betrachtung der Haftreibkegel, die in Abbildung 4-5 gelb dargestellt sind, sowie der Gefahr des Überkippens. Nach [Dubb97] wird ein Gleiten verhindert, wenn der linienflüchtige Verlauf der resultierenden Kraft (hier Schwerkraft) der oberen Scheibe innerhalb der Flächen der sich schneidenden Haftreibkegel befindet. Die resultierende Kraft ist in den Zeichnungen orange dargestellt. Die zu untersuchenden Grenzwerte befinden sich demnach an den Eckpunkten l (links) und r (rechts).

Zwischen Fall I und Fall II zeigt sich, dass mit wachsender Stapelhöhe der maximale Kippwinkel zunimmt. Der Grenzwert für Fall I wird erreicht, sobald der Kraftvektor durch den Eckpunkt r verläuft.

Fall II ist ein Spezialfall. Der Grenzwert wird erreicht, sobald der Kraftvektor sowohl durch den Schwerpunkt S als auch durch den Kontaktpunkt des Lagers A verläuft. Dies ist auch der indifferente Zustand. In dieser Lage balanciert der obere Stapel auf dem Kontaktpunkt des Lagers A . Eine größere Neigung würde trotz ausreichender Haftreibungskräfte zum Überkippen des oberen Stapels führen.

Nach Fall II wechselt der zu beobachtende relevante Eckpunkt für die Ermittlung des maximalen Kippwinkels von rechts r nach links l . Mit zunehmender Stapelhöhe verringert sich der zulässige Kippwinkel wieder.

4.3.2 Experimentelle Untersuchung

Der maximal zu erwartende Kippwinkel wird experimentell ermittelt. Um Beschädigungen an den Oberflächen der gefertigten Siliziumscheiben zu vermeiden, werden Scheiben aus Aluminium verwendet. Grundlage sind die geometrischen Abmessungen der oberen Scheiben des 8-Scheibenkörpers, da bei ihm aufgrund der theoretischen Vorüberlegungen die geringste Kippstabilität zu erwarten ist. Die dabei zum Einsatz kommenden Kupplungskugeln aus Silizium entstammen derselben Charge, wie die der verwendeten Sorptions- und Duplexkörper. Hierdurch wird gewährleistet, dass die realen Haftreibungswerte wirken.

In der untenstehenden Abbildung ist auf der linken Seite der Versuchsaufbau abgebildet. Er besteht im Wesentlichen aus einem Portal, einer beweglichen Platte und einem Seilzug. Am Portal ist eine Umlenkvorrichtung für den Seilzug angebracht, der mit der Platte verbunden ist. Die Platte liegt lose auf dem Versuchstisch und kann so über den Seilzug in ihrer Schräglage verändert werden. In ihrer Ausgangsstellung ist die Platte bereits um ca. 20° geneigt, so dass das Seil während des Anhebens der Plattenseite möglichst vertikal verläuft. Hierdurch werden laterale Kräfte klein gehalten, die möglicherweise zu einem Verschieben der Platte führen könnten. Die Seillänge wird mittels einer Kurbel verkürzt. Auf diese Weise wird der Kippwinkel kontinuierlich vergrößert. Auf der rechten Seite der Abbildung ist die untere Scheibe des Scheibenstapels dargestellt. Zu sehen sind die Positionen der Hauptkraftrichtung, in der die Scheibe auf der Platte manuell ausgerichtet wird. Hierdurch können die Kippversuche in verschiedenen Drehlagen durchgeführt werden. Darüber hinaus lässt sich der Einfluss der Lage der Kugelpartner der Kupplung zur Hauptkraftrichtung reproduzierbar ermitteln.

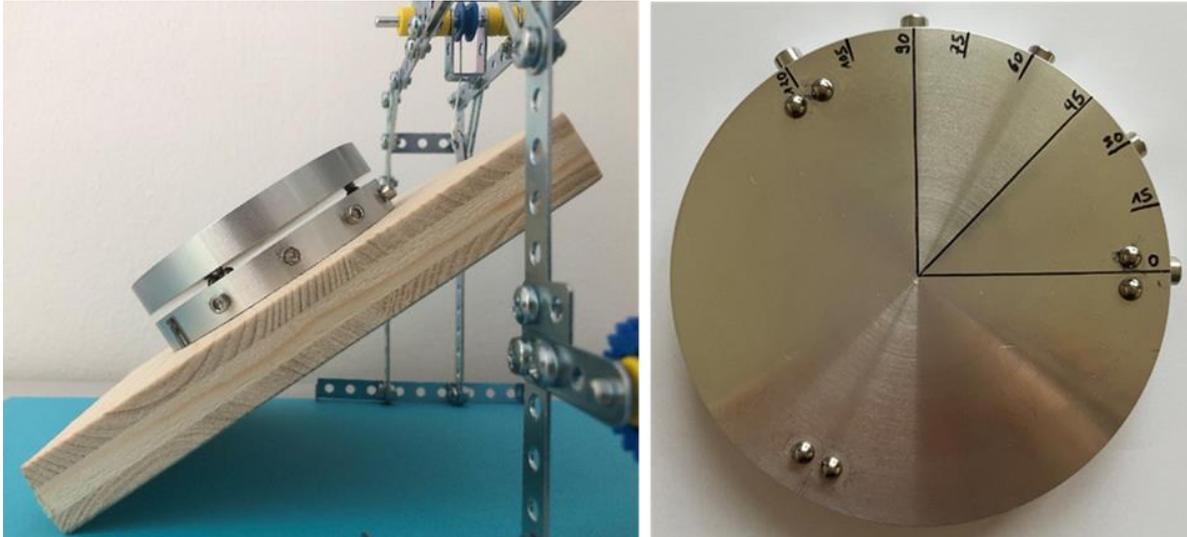


Abbildung 4-6 links: Versuchsaufbau für den Kippversuch; rechts: Scheibe mit Positionen (in Grad) der Hauptkraftrichtungen

Die Kippversuche werden für Drehpositionen der Scheiben in Abständen von 15° durchgeführt. Dabei wird ein Winkelbereich von 120° untersucht, da sich die Kugelpartner der zuvor (Kapitel 4.1) ermittelten Kugelpositionen nach Variante C um 120° drehsymmetrisch auf einer Scheibe befinden. Die Ergebnisse sind in nachstehender Tabelle dargestellt. Die Positionen bei 0° und 120° sind in ihrem Lastfall identisch, womit das Symmetrieverhalten nachgewiesen wird. In jeder Winkelstellung werden fünf Wiederholungsmessungen durchgeführt. Die Platte wird während der Versuchsdurchführung kontinuierlich angehoben, bis die obere Scheibe zu rutschen beginnt. Die Winkelstellung wird mit einem Hilfsmittel, großem Geodreieck, abgelesen. Die maximalen Abweichungen von 2° gegenüber den Mittelwerten der einzelnen Drehlagen sind auf ungleichmäßige Bewegungsabläufe zurückzuführen, die durch die manuelle Bedienung der Kurbel verursacht werden.

Die Ergebnisse bestätigen die erwarteten Unterschiede der Kippwinkel in Abhängigkeit der Hauptkraftrichtung. Die Mittelwerte der Kippwinkel der einzelnen Drehlagen variieren zwischen 36° und 45° . Die größten Kippwinkel mit $45,6^\circ$ bzw. $43,8^\circ$ werden in den Drehlagen 0° und 120° gemessen. Diese Charakteristik wird erwartet, da sich die Kräfte symmetrisch auf die Kugelpartner verteilen. In den anderen Drehlagen kommt es zu unterschiedlichen Kraftverläufen, in denen unterschiedlich große Momente in Bezug auf die Scheibenmitte entstehen, die zu einem seitlichen Gleiten führen. Die kleinsten Kippwinkel betragen dort etwa 36° , gemessen zwischen den Winkelstellungen von 30° bis 90° .

Tabelle 4-1 Ergebnisse der experimentellen Bestimmung der Kippstabilität in Abhängigkeit der gewählten Positionen (in Grad)

Nr	Pos. 0°	Pos. 15°	Pos. 30°	Pos. 45°	Pos. 60°	Pos. 75°	Pos. 90°	Pos. 105°	Pos. 120°
1	43	39	37	36	35	36	36	39	42
2	47	38	35	36	37	36	35	39	43
3	47	39	38	37	37	36	37	38	44
4	46	38	36	36	36	36	37	39	45
5	45	38	36	36	36	36	37	38	45
Ø	45,6	38,4	36,4	36,2	36,2	36	36,4	38,6	43,8

Die praktische Handhabung der Versuchskörper durch verschiedene Personen, bei denen Neigungen von über 10° und auch ruckartige Bewegungen angenommen werden können, bestätigen die theoretischen Ergebnisse. Da bei der praktischen Verwendung der Transferkörper mit Kippwinkeln unter 5° und geringen Beschleunigungen zu rechnen ist, kann davon ausgegangen werden, dass die entwickelten Kupplungsverbindungen eine ausreichende Form- und Verbindungsstabilität gewährleisten.

4.3.3 Elastische Verformung und Spröbruchverhalten

Die Punktberührungen der entwickelten Kupplung führen einerseits zu einer sehr vorteilhaften Bestimmung der Sorptionseigenschaften der Transferkörper, sie erzeugen andererseits aber gleichzeitig sehr hohe mechanische Belastung. Daher wurden in der vorliegenden Arbeit zwei wesentliche Materialeigenschaften untersucht, die Elastizitätsgrenze und die Robustheit gegenüber Spröbruch. Die Untersuchung der Elastizitätsgrenzen war notwendig, da die Materialbelastung mit kleiner werdendem Kugelradius, aufgrund der steigenden Hertzchen Pressung, signifikant zunimmt. Die Untersuchungen zum Spröbruchverhalten sind notwendig, da durch das Stapeln der Scheiben Stöße erzeugt werden können, die zunächst ein Abplatzen von der Siliziumkugeln befürchten ließen. Für beide Untersuchungen werden Belastungen zugrunde gelegt, die weit über den Belastungen im praktischen Umgang mit Transferkörpern liegen.

Elastische Verformung

Die elastische Verformung der Kupplungskugeln ergibt sich aus den Materialeigenschaften, den Kräften an den Kontaktpunkten zweier sich punktförmig berührender Kugeln und den gewählten Kugelradien. Grundlage ist die Verformung nach dem Hookeschen Gesetz [Hook78] und der davon abgeleiteten Berechnung der Hertzchen Abplattung [Dubb97].

Die Werte ergeben sich aus der Normalspannung σ , der einwirkenden Kraft F , dem Elastizitätsmodul E , und der Poissonzahl ν [Pois21, Mems21] mit folgender Gleichung:

$$\sigma = \frac{1}{\pi} \cdot \sqrt[3]{\frac{1,5 \cdot F \cdot E^2}{r^2 \cdot (1 - \nu^2)^2}} \quad (103)$$

Darin ist r der wirksame Radius, der sich aus den Radien der Kupplungskugeln errechnet. Da diese gleich groß sind ergibt sich für den wirksamen Radius

$$r = \frac{1}{\frac{1}{r_{\text{sph}}} + \frac{1}{r_{\text{sph}}}} \quad (104)$$

Für die Abplattung ω_0 an den Kontaktstellen gilt

$$\omega_0 = \sqrt[3]{\frac{2,25 \cdot (1 - \nu^2)^2 \cdot F^2}{E^2 \cdot r}} \quad (105)$$

Plastische Verformung tritt dann auf, wenn die maximal zulässige Spannung überschritten wird. Die Abplattung ω_0 der Kontaktfläche muss dabei im Vergleich zum Kugelradius klein sein.

Die Kupplungskugeln wurden aus dem gleichen Material wie die Transferkörper gefertigt. Für die Berechnung der Abplattung konnte der Hersteller keine Materialkennwerte bereitstellen, eigene Versuche zur Ermittlung der Materialeigenschaften wurden als zu aufwendig festgestellt. Daher wurden die Kennwerte für natürliches Silizium verschiedenen Literaturquellen entnommen [Kort21, Pois21, Mems21] und gegenübergestellt. Für die Berechnungen wurden anschließend die ungünstigsten Materialkennwerte aus Korth [Kort21] zugrunde gelegt. Darüber hinaus wurde eine Auflagemasse von zwei Kilogramm angesetzt, was der doppelten Maximallast im ruhenden Zustand entspricht.

Für die Berechnung wurden die folgenden Parameter zugrunde gelegt

Kugelradius r_{sph} :	2 mm
Elastizitätsmodul E :	$131 \cdot 10^9$ Pa
Maximalkraft F :	$2 \text{ kg} \cdot 9,81 \text{ m/s}^2$
Poissonzahl ν :	0,221

Die errechnete Normalspannung ergibt aufgerundet 2,6 GPa, dieser Wert entspricht ca. 3,2 % der zulässigen Normalspannung an der Elastizitätsgrenze von 80 GPa. Die Abplattung beträgt aufgerundet 0,004 mm und beträgt somit nur 0,2 % der verwendeten Kugelradien von 2 mm. Somit ist das Kriterium für die Stabilität der Kugeln erfüllt.

Robustheit gegenüber Sprödbruch

Beim Aufsetzen der Transferkörperscheiben kann es zwischen den Kupplungskugeln zu kleinen impulsartigen Stößen kommen. In einem entwickelten Stresstest wird daher die Robustheit der verwendeten Kupplungskugeln gegenüber Abplatzen untersucht. Hierzu wird eine standfeste Vorrichtung mit einer Edelstahlhülse bestückt, in der zwei Siliziumkugeln mit

einem Durchmesser von 4 mm übereinander angeordnet sind. Dabei besteht ein geringer Haftanschluss zwischen der Hülseninnenwand und den Kugeloberflächen. Dieser gewährleistet, dass während eines Experiments die Berührungspunkte unverändert in ihrer Lage und Position verharren. Die lichte Innenhöhe der Hülse mit 6,8 mm wird so gewählt, dass die obere Kugel mit 0,2 mm aus der Hülse herausragt.

Der Stresstest wird in zwei Varianten durchgeführt, wobei in der ersten Variante ein Fallversuch und in der zweiten Variante ein Aufsetzen untersucht wird.

Variante Fallversuch

Die Variante des Fallversuchs stellt extreme Bedingungen dar. Hierfür wird in senkrechter Anordnung ein 2 kg Massestück zwanzig Mal aus einer Höhe von ca. 1 cm auf die obere Kugel fallen gelassen. Insgesamt werden drei Versuchsreihen mit jeweils neuen Kugeln durchgeführt.

Im Ergebnis konnten bei zwei Versuchsreihen keine optisch erkennbaren Beschädigungen an den Kugeln festgestellt werden. Bei einer Versuchsreihe wurde die untere Kugel vollständig, die obere Kugel teilweise zerstört. Die außerordentliche Stabilität der Kugeln übertrifft hierbei deutlich die Erwartungen.

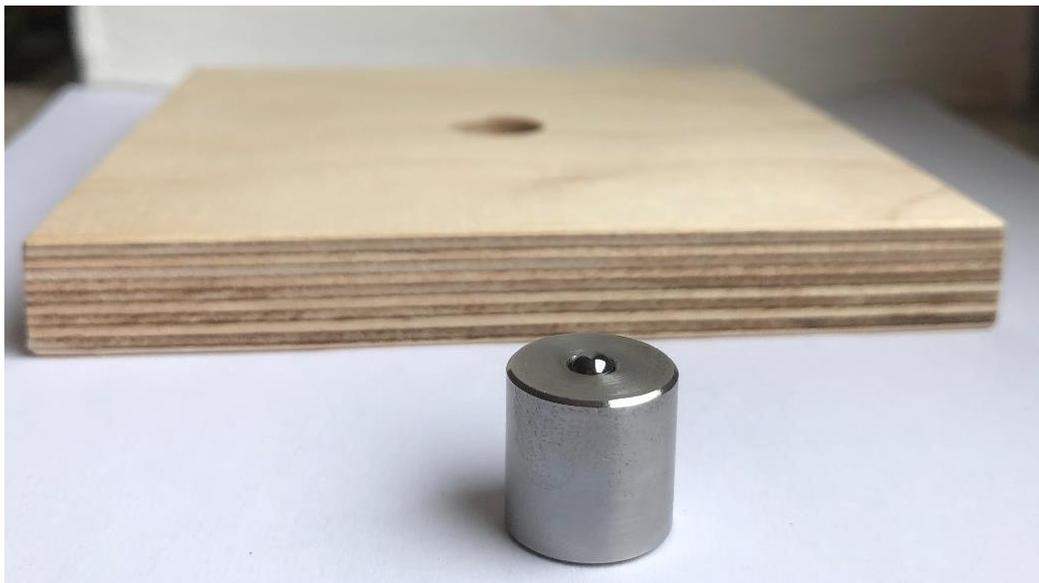


Abbildung 4-7 Aufbau Kugelstresstest: Variante Fallversuch mit Edelstahlhülse bestückt mit zwei übereinander gelagerten Kupplungskugeln und gegen seitliches Verrutschen stabilisierendes Holzbrett

Variante Aufsetzen

Für die praxisnahe Variante des Aufsetzens wird in senkrechter Anordnung ein 1 kg Massestück aus einer Höhe von ca. 1 cm auf die obere Kugel vollständig abgesetzt. Dabei werden zwei Versuchsreihen mit jeweils 50 Wiederholungen und unterschiedlichen Operatoren durchgeführt. Die gleiche Anordnung wird auch mit einem 2 kg Massestück und 20 Wiederholungen durchgeführt. Für alle Durchführungen wird jeweils ein neues Paar Siliziumkugeln verwendet.

Tabelle 4-2 Versuchsdurchführung der Variante Aufsetzen

Operator	Massestück	Wiederholungen	Ergebnis
A	1 kg	50	keine Beschädigungen ermittelbar
B	1 kg	50	keine Beschädigungen ermittelbar
A	2 kg	20	keine Beschädigungen ermittelbar

Die zuvor mit Filzmarker gekennzeichneten Kontaktstellen wurden mit 50facher Vergrößerung optisch (Alicona μ CMM, Fokusvariation) auf Beschädigungen untersucht. Hierbei zeigte sich in allen Versuchsreihen unabhängig von Operator, verwendetem Massestück oder Wiederholungsanzahl das gleiche Ergebnis. Auf keiner der verwendeten Kugeln waren plastische Beschädigungen auf den Oberflächen der Kontaktstellen zu erkennen. Die nachstehende Abbildung zeigt exemplarisch untersuchte Kontaktstellen. Die Auflösungen liegen vertikal bei ca. $0,02 \mu\text{m}$, lateral bei ca. $2 \mu\text{m}$.

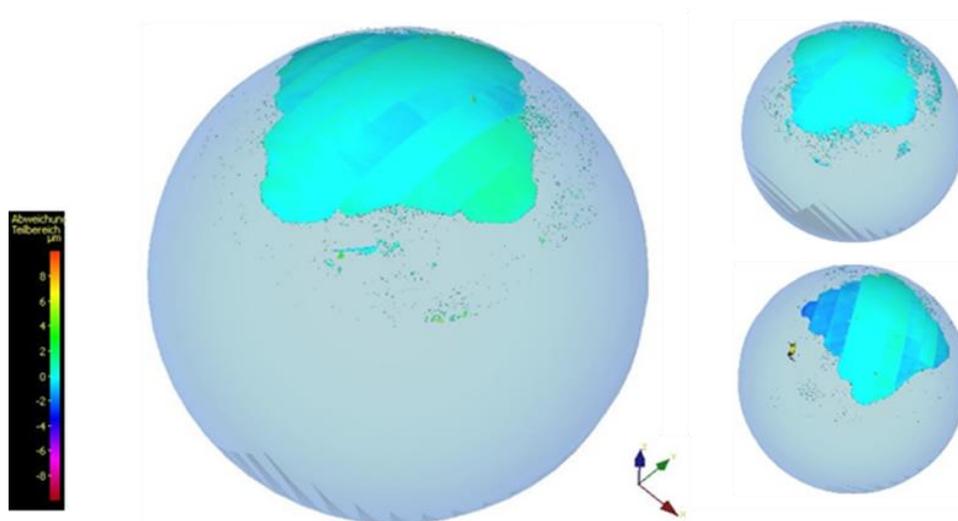


Abbildung 4-8 Variante Aufsetzen: Polregion der Kontaktpunkte nach Kugelstresstest. Es sind keine plastischen Beschädigungen erkennbar. Die streifenförmigen Artefakte basieren auf Stitching Fehlern.

In beiden Varianten des Stresstests, Fallversuch und Aufsetzen konnte die Eignung der Siliziumkugeln als Kupplungselemente nachgewiesen werden. Die Erwartungen an die Stabilität und das Sprödbruchverhalten der Kugeln wurde dabei in allen Versuchen übertroffen. Die verwendeten Massen und Kräfte übersteigen um ein Vielfaches die zu erwartenden Belastungen in der Praxis.

4.4 Bestimmung der Spalthöhe

Die Bestimmung der optimalen Spalthöhe ergibt sich aus der maximal zulässigen Gesamthöhe der Scheiben. Diese wiederum ist von der Messraumhöhe der Massekomparatoren abhängig. Somit stellt sich eher die Frage nach der minimalen Spalthöhe, die notwendig ist, um ein vergleichbares Sorptionsverhalten wie bei „offenen“ Körpern wie Kugel oder Zylinder zu erhalten. In der Literatur sind hierzu keine exakten Angaben zu ermitteln [Schw93]. Vor diesem Hintergrund wurde festgelegt, dass eine Mindesthöhe von 2 mm ausreichend ist, da sich die Oberflächen zweier Kupplungskugeln durch z. B. Van der Vals-Kräfte gegenseitig nicht beeinflussen.

Alle Kriterien, die für die Festlegung der Spalthöhe berücksichtigt werden, finden sich in der nachfolgenden Aufzählung:

- gleiches Material wie Transferkörperscheiben, um gleiche Sorptionseffekte zu gewährleisten
- minimale Spalthöhe, um die maximale Gesamthöhe des Transferkörpers nicht zu überschreiten
- kugelförmige Distanzkörper, dies führt zu einer minimalen Oberfläche der Kupplungselemente
- ausreichend großer Kugelradius, damit Druckspannung nicht zu plastischen Verformungen oder Sprödbruch führt (Hertzsche Pressung)
- optimale Auslegung der Berührungspunkte (Winkel 45°) sowie Kompromiss zwischen Haltekräften ($> 45^\circ$) und Vermeidung von Beschädigungen ($< 45^\circ$), um berührungsfreie und praxisgerechte Montage zu gewährleisten
- gleich große Kugeln, um wirtschaftliche Beschaffungs- und sichere Fertigungsprozesse zu gewährleisten
- geringer Spalt zwischen Kugel und Transferkörperscheibe, um ungewollte und schlecht abschätzbare Sorptionseffekte klein zu halten
- ausreichender Kugelradius, um einfache Fixiervorgänge der Kugeln auf Transferkörperscheiben zu ermöglichen
- als Nebenbedingung soll zur Vermeidung von Kratzern auf den Planflächen der Scheiben durch die eingelassenen Kupplungskugeln ein Sicherheitsabstand für die Montage der Scheibenstapel berücksichtigt werden.

Die allgemeine Berechnung der Spalthöhe h_{gap} ergibt sich mit den Radien der Kupplungskugeln, r_{sph1} und r_{sph2} mit

$$h_{\text{gap}} = (r_{\text{sph1}} + r_{\text{sph2}}) \cdot \sin 45^\circ \cdot \frac{\pi}{180} \quad (106)$$

Bei einem Radius von $r_{\text{sph1}} = r_{\text{sph2}} = 0,002$ m ergibt sich eine Spalthöhe h_{gap} von 0,002 828 m.

5 Ergebnisse zur Auslegung von Transferkörpern

5.1 Ergebnisse für Sorptionskörper mit identischen Scheiben

Es wurden insgesamt 63 Ausführungsvarianten für einen Sorptionskörper mit gleichen Scheiben ausgelegt und bezüglich der Erfüllung der in 2.2 und 2.3 festgelegten allgemeinen Randbedingungen bewertet. Insgesamt wurden Varianten für eine Anzahl von zwei bis zehn Scheiben und den jeweiligen ganz- oder halbzahligen Oberflächenverhältnissen von zwei bis fünf numerisch ermittelt. Dabei musste besonders die Abhängigkeit von Höhe und Radius der Scheiben berücksichtigt werden. Bei einem festgelegten Radius ergibt sich dabei eine, entsprechend Kapitel 3, berechenbare Anzahl übereinander zu stapelnder Scheiben. Die Ergebnisse werden nachfolgenden drei Kriterien:

- a) Scheibenradius $\leq 0,045$ m,
- b) Höhe einer Scheibe $\geq 0,015$ m und
- c) Gesamthöhe $< 0,1$ m

mit erfüllt (+) und nicht erfüllt (-) bewertet. Diese Bewertung gewährleistet eine optimale Handhabung und berücksichtigt die Einbauparameter zur Bestückung eines Komparators. In Tabelle 5-1 ist das Auslegungsergebnis für eine exemplarische Auswahl von Sorptionskörpern mit einer Anzahl von zwei bis fünf Scheiben und Oberflächenverhältnissen von zwei bis fünf dargestellt.

Tabelle 5-1 Bewertung von Ausführungsformen von Sorptionskörpern mit gleich großen Scheiben bezüglich Oberflächenverhältnis, Radius, Scheiben- und Gesamthöhe des Aufbaus. Die hervorgehobenen Varianten erfüllen alle Nebenbedingungen

Anzahl Scheiben	Ratio A_{sor}/A_{sph}	Radius Scheibe $\leq 0,045$ m	Höhe Scheibe $\geq 0,015$ m	Höhe gesamt $< 0,1$ m	Radius Scheibe in m	Höhe Scheibe in m	Höhe gesamt in m
2	2	-	+	+	0,056 450 8	0,021 445 4	0,045 719 2
	2,5	-	+	+	0,066 860 8	0,015 287 3	0,033 403 0
	4	-	-	+	0,089 524 8	0,008 526 8	0,019 882 0
	4,5	-	-	+	0,095 703 5	0,007 461 3	0,017 751 1
	5	-	-	+	0,101 464 0	0,006 638 2	0,016 104 8
3	2	+	+	+	0,043 411 4	0,024 170 7	0,078 169 0
	2,5	-	+	+	0,052 952 2	0,016 245 3	0,054 392 9
	4	-	-	+	0,072 279 6	0,008 719 0	0,031 813 8
	4,5	-	-	+	0,077 436 7	0,007 596 3	0,028 445 9
	5	-	-	+	0,082 224 2	0,006 737 5	0,025 869 4
4	2	+	+	-	0,035 329 9	0,027 364 6	0,117 944 0
	2,5	+	+	+	0,044 707 7	0,017 088 8	0,076 840 4
	4	-	-	+	0,062 092 4	0,008 859 3	0,043 922 4
	4,5	-	-	+	0,066 637 7	0,007 691 9	0,039 253 0
	5	-	-	+	0,070 842 1	0,006 806 0	0,035 709 3
5	2	+	+	-	0,029 410 5	0,031 584 6	0,169 237 0
	2,5	+	+	-	0,039 176 5	0,017 800 4	0,100 316 0
	4	-	-	+	0,055 243 5	0,008 952 0	0,056 073 6
	4,5	-	-	+	0,059 365 5	0,007 752 0	0,050 073 7
	5	-	-	+	0,063 166 7	0,006 847 1	0,045 549 1

Für die Ergebnisauswertung sollen neben den bereits genannten Randbedingungen und deren Gewichtung folgende Ziele berücksichtigt werden:

- I. möglichst geringe Gesamtanzahl an Scheiben, um eine maximale Kippstabilität nach [Kipp20] zu erzielen. Darüber hinaus wird durch eine geringe Scheibenanzahl die Zerlegbarkeit vereinfacht und die notwendige Zeit zur Bestückung im Komparatormessvolumen minimiert
- II. möglichst große Unterschiede der Flächenverhältnisse, um mit zwei geplanten Sorptionskörpern eine möglichst hohe Aussagekraft über die Wirkung von Sorptionseffekten bezüglich der Referenz darzustellen.
- III. möglichst geringe Gesamthöhe des Scheibenaufbaus, um eine sichere Handhabung zu gewährleisten

Aus obenstehender Tabelle ist zu entnehmen, dass je ein Sorptionskörper mit drei Scheiben und ein Sorptionskörper mit vier Scheiben (jeweils farblich hinterlegt) geeignete, alle Parameter erfüllende, Varianten darstellen. Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass der überwiegende Teil an Sorptionskörper-Varianten die zwingend einzuhaltenden Randbedingung

bezüglich Scheibenradius nicht erfüllt. Sorptionskörper mit weniger als drei Scheiben erfüllen darüber hinaus überwiegend auch nicht die Nebenbedingung bezüglich der Scheibenhöhe.

Die Variante eines Sorptionskörpers mit drei Scheiben und einem Flächenverhältnis von 2,5 erfüllt die Bedingungen Gesamthöhe und Höhe einer Scheibe betreffend, weicht jedoch vom geforderten Scheibenradius ab. Ein Sorptionskörper mit vier Scheiben und einem Flächenverhältnis von 2,0 überschreitet die verfügbare Gesamthöhe. Berechnete Varianten für eine Anzahl von fünf Scheiben, die den geforderten Scheibenradius einhalten, überschreiten aufgrund der Korrelation von Höhe und Radius die gesamtzulässige Gesamthöhe ebenfalls. In der Umkehr erfüllen Varianten, die die geforderte Gesamthöhe einhalten, weitgehend nicht den einzuhaltenden Scheibenradius. Grundsätzlich eignen sich Sorptionskörper mit zunehmender Anzahl an Scheiben (> 5) durch die geringeren Scheibenhöhen und resultierender größerer Gesamthöhen aufgrund der schlechteren Kippstabilität nur bedingt in der Praxis.

Es zeigt sich, dass für eine möglichst geringe Anzahl an Scheiben ein Sorptionskörper mit drei gleich großen Scheiben und einem Flächenverhältnis von zwei bezogen auf die Referenzkugel alle genannten Kriterien am besten erfüllt. Ein derartiger Sorptionskörper mit einer Oberfläche von $0,055\ 050\ 3\ \text{m}^2$ kann zusammen mit einem Sorptionskörper mit spezieller Grundscheibe und mit einer möglichst großen Oberflächendifferenz für einen Sorptionskörpersatz verwendet werden.

Wird die Nebenbedingung der Mindesthöhe für die Aufnahme im Komparator berücksichtigt, zeigt sich, dass Sorptionskörper mit mehr als vier gleich großen Scheiben zu keinen ausreichenden Höhen für die sichere Handhabung führt. Daher wurden im Rahmen der Arbeit Sorptionskörper entwickelt, deren Grundscheibe die erforderliche Mindesthöhe erfüllen.

5.2 Ergebnis eines Sorptionskörpers mit spezieller Grundscheibe

Basierend auf den Auslegungen für Sorptionskörper mit gleichen Scheiben wird mit zusätzlichen Iterationsschritten ein Sorptionskörper mit möglichst großem Flächenverhältnis ermittelt. Dabei zeigen die vorangegangenen Ergebnisse, dass mit einem Sorptionskörper mit mindestens sieben Scheiben ein Flächenverhältnis von vier erzielt werden kann. Ein einheitlicher Radius für alle Scheiben wirkt sich günstig für eine verwendete Montagehilfe und die Handhabbarkeit im Allgemeinen aus. In einem Optimierungsverfahren wurden der Radius einer Grundscheibe und die Radien der darauf gelagerten Scheiben iterativ berechnet.

In nachstehender Tabelle ist das numerisch ermittelte Ergebnis zur Auslegung von Sorptionskörpern mit zwei verschiedenen Scheibenhöhen dargestellt. Die getrennt berechnete Grundscheibe ist einer Anzahl $(n - 1)$ gleich großer Scheiben gegenübergestellt.

Tabelle 5-2 Ausführungsform eines Sorptionskörpers mit spezieller Grundscheibe und darüberliegenden weiteren Scheiben identischer Höhen

Scheibe	Radius einer Scheibe in m	Höhe einer Scheibe in m
Grundscheibe (1)	0,042 063	0,024 000
Scheiben (2-8)	0,042 063	0,007 579
Gesamthöhe in m		0,096 852

Es zeigt sich, dass Sorptionskörper mit sechs oder weniger identischen Scheiben plus einer Grundscheibe den geometrischen Begrenzungen des Komparatorraums nicht genügen. Steigt die Scheibenanzahl über acht, ergeben sich sehr viele Einzelscheiben, die anzahlbedingt die Kippstabilität negativ beeinflussen. Zudem müssten Einzelscheiben mit sehr geringer Stärke ($< 0,006$ m) gefertigt werden, bei korreliert sinkendem Radius und steigender Gesamthöhe.

Zusammenfassend erfüllen nur Sorptionskörper mit insgesamt sieben bzw. acht Scheiben alle notwendigen Kriterien. Dies entspricht sieben gleich großen Scheiben plus einer geometrisch (in der Höhe) abweichenden Grundscheibe bei einer erzielten Gesamtoberfläche von $0,110\ 100\ 5\ \text{m}^2$ und einem Flächenverhältnis von vier bezogen auf die Referenzkugel.

5.3 Ergebnis eines Hohlkörpers

Die Auswahl eines geeigneten Hohlkörpers als Bestandteil eines Auftriebskörpersatzes zusammen mit dem neu entwickelten Inlaykörper erfordert eine möglichst große Volumendifferenz zum Satzpartner, weshalb ein luftgefüllter Hohlkörper gewählt wurde. Alternativ wäre ein evakuierter Hohlkörper möglich. Die Masse des Hohlkörpers ist wie bei allen Transferkörpern durch die Masse der Referenzkugel vorgegeben. Das Volumen hingegen muss maximal gegenüber der Referenz sein. Das Oberflächenverhältnis zur Referenz hingegen ist festgelegt. Darüber hinaus sind die Dichte des Siliziums, fertigungsbedingte Fasen und die Einbaumaße eines Massekomparators für die Auslegung des Radius des Hohlzylinders zu berücksichtigen. Das Ergebnis der Auslegung wurde über ein mehrstufiges Iterationsverfahren für die Höhen und Radien des Hohlzylinders und den eingeschlossenen Hohlraum erzielt. Die Oberfläche des Hohlkörpers gleicht der Oberfläche des zuvor ausgelegten Inlaykörpers mit $0,041\ 287\ 7\ \text{m}^2$ und erfüllt somit die Anforderungen für die Bildung eines Auftriebskörpersatzes. Die Masse beider Körper beträgt nominell jeweils 1 kg. Die Auslegung eines Hohlkörpers, der darüber hinaus die zu erfüllenden Randbedingungen aus Kapitel 2.2 erfüllt, ist in nachstehender Tabelle dargestellt.

Tabelle 5-3 Ergebnis für angepasste Parameter für einen Hohlkörper, der zusammen mit einem Inlaykörper für einen Satz an Auftriebskörpern verwendet werden kann

Iterativ bestimmte Parameter	Wert	Einheit
Volumen Hohlkörper	0,000 646 4	m ³
effektive Dichte	1 547,11	kg/m ³
Radius Hohlkörper	0,045 000 0	m
Höhe Hohlkörper	0,101 613 0	m
Höhe Hohlraum	0,076 773 7	m
radiale Wandstärke	0,015 000 0	m
axiale Wandstärke	0,012 419 9	m

Die gezeigten Ergebnisse führen zu einer Volumendifferenz von ca. 0,000 315 m³ zwischen dem berechneten Inlaykörper und dem ermittelten Hohlkörper, der ein Volumen von 0,000 646 4 m³ aufweist. Die effektive Dichte des Hohlkörpers beträgt 1 547,11 kg/m³. Die erforderliche Wandstärke des Hohlkörpers wird eingehalten. Mit einem Radius von 0,045 m weist der Hohlkörper den durch die Komparatoren vorgegebenen Maximalradius auf, so dass auch die mit dem Radius stark korrelierte maximale Gesamthöhe eingehalten wird.

5.4 Ergebnis eines Inlaykörpers

Die Parameter für die Höhe und den Radius der Scheiben und des Zylinders wurden numerisch durch einen minimierenden Anpassungsalgorithmus (Newtonsche Methode) über eine Berechnung in Mathematica [Math12] bestimmt. Als geeignetes Material für den eingeschlossenen Kern mit möglichst großer Dichte wurde Wolfram gewählt. Die zu erfüllenden Randbedingungen aus Kapitel 2.2 werden eingehalten, wenn bei minimaler Gesamtanzahl an Scheiben diese und der Zylinder den gleichen Radius haben. Für das Ergebnis der Auslegung wurde eine radiale Wandstärke von > 0,01 m berücksichtigt. In Summe wurden 1 690 Iterationsläufe durchgeführt und ausgewertet. Nachstehende Tabelle zeigt eine gefundene Lösung für den entworfenen Inlaykörper, welche alle Nebenbedingungen erfüllt.

Tabelle 5-4 Modellparameter für einen Inlaykörper mit eingeschlossenem Wolframkern bei identischen Radien von verwendeten Scheiben und Zylinder von 0,034 m

Iterativ bestimmte Parameter	Wert	Einheit
Volumen Inlaykörper	0,000 330 6	m ³
Masse Wolframkern	0,261 420	kg
Masse Silizium	0,738 580	kg
Anzahl Scheiben	2	-
Gesamthöhe	0,096 689 8	m
Höhe (einer) Scheibe	0,030 187 1	m
Höhe Zylinder	0,030 658 8	m
Höhe Wolframkern	0,015 204 4	m
Radius Wolframkern	0,016 861 4	m
radiale Wandstärke Si-Zylinder	0,017 138 6	m
axiale Wandstärke Si-Zylinder	0,007 727 2	m

Die Lösung für einen Inlaykörper mit einheitlichen Radien von 0,034 m ist in vorstehender Tabelle dargestellt. Die Oberfläche des Inlaykörpers beträgt identisch zum Hohlkörper 0,041 287 7 m². Der berechnete Inlaykörper weist ein Volumen von 0,000 330 6 m³ und eine effektive Dichte von 3024,78 kg/m³ auf. Die ermittelten Parameter, insbesondere Radius und Höhe, der Siliziumbauteile und des Wolframkerns können als Grundlage für eine künftige Fertigung dienen.

5.5 Ergebnis eines Hantelkörpers

Wird die Bauform eines monolithischen Hantelkörpers für die Konstruktion eines Duplexkörpers gewählt ergibt sich folgende iterativ bestimmte Lösung, die alle Nebenbedingungen erfüllt.

Tabelle 5-5 Ergebnis eines Duplexkörpers in Hantelform

Iterativ bestimmte Parameter	Wert	Einheit
Volumen Hantelkörper	0,000 429 35	m ³
Masse Hantelkörper	1	kg
Oberfläche Hantelkörper	0,041 284 1	m ²
Gesamthöhe	0,088 112 5	m
Höhe einer Randscheibe	0,025 512 7	m
Radius einer Randscheibe	0,045	m
Höhe der Zentralscheibe	0,037 087 1	m
Radius der Zentralscheibe	0,03	m

Da die Herstellung als Silizium-Monolith nicht mit der erforderlichen Oberflächenqualität gewährleistet werden kann und die Herstellung der nötigen Ausstiche technisch nicht in der geforderten Qualität umzusetzen war, wurde diese Bauform nicht weiterverfolgt. Darüber hinaus hätten veränderte Oberflächeneigenschaften ein schlechteres Reinigungsergebnis zur Folge gehabt und ggfs. ein abweichendes Reinigungsverfahren zur Referenz erfordert.

5.6 Ergebnis eines 2-Scheibenkörpers

Die gewählte Bauform eines Duplexkörpers gleicht dem Aufbau eines Sorptionskörpers aus identischen Scheiben. Mit einer Masse von 1 kg und einer Oberfläche von 0,041 287 7 m² werden die Voraussetzungen für einen Transferkörper identisch zu den zuvor ausgelegten Auftriebskörpern Hohlkörper und Inlaykörper erzielt. Das Volumen des Duplexkörpers wird mit 0,000 429 4 m³ ermittelt. Damit ergibt sich eine Volumendifferenz zum Hohlkörper von 0,000 216 2 m³ und eine Differenz von 0,000 098 8 m³ zum Inlaykörper. Im Aufbau ergibt sich für den berechneten Duplexkörper ein Stapel aus zwei identischen Scheiben. Eine Scheibe wird dabei durch einen Radius von 0,039 769 8 m und eine Höhe von 0,043 207 1 m charakterisiert. Die Gesamthöhe des Stapels der beiden Scheiben beträgt 0,089 242 7 m.

5.7 Zusammenfassung der Ergebnisse

Ziel war es, Transferkörper aus natürlichem monokristallinem Silizium mit einer Nominalmasse von 1 kg für hochwertige Massenormale aus Silizium zu entwickeln und auszulegen. Mit dem methodisch entwickelten Berechnungsansatz sowie den zugehörigen Optimierungsverfahren wurden zwei Sorptions-, ein Duplex- und zwei Auftriebskörper ausgelegt. Alle Prüfkörper, bis auf den Hohlkörper, bestehen aus einzelnen demontierbaren Scheiben, die statisch bestimmt übereinandergestapelt werden können. Das Design ist dabei auf die optimale Handhabbarkeit bei der Bestückung von Massekomparatoren ausgelegt. In den Berechnungen wurde die patentierte Kupplung mit halbkugelförmigen Kontaktelementen, sowie eine einheitliche Fasengeometrie für alle Scheiben und Zylinder berücksichtigt.

Vorteilhaft ist, dass die Gleichungen leicht auf Transferkörper aus anderen Materialien und für andere Referenzmassen übertragen werden können. Im Gegensatz zu herkömmlichen Maßverkörperungen aus Stahl können die neu konzipierten Transferkörper identisch zu hochwertigen Referenznormalen aus Silizium effizient und schonend gereinigt werden.

Die berechneten Sorptionskörper haben im Vergleich zur Referenzkugel zwei- bzw. viermal so große Oberflächen. Für den ausgelegten Sorptionskörpersatz werden untereinander Oberflächendifferenzen von $0,055\ 05\ \text{m}^2$ (8-Scheibenkörper zu 3-Scheibenkörper) erzielt. Wird der entwickelte Duplexkörper als Sorptionskörper für einen Transferkörpersatz verwendet, ergeben sich weitere Oberflächendifferenzen von $0,013\ 76\ \text{m}^2$ (3-Scheibenkörper zu Duplexkörper) sowie $0,068\ 81\ \text{m}^2$ (8-Scheibenkörper zu Duplexkörper).

Insgesamt wurden Auftriebskörpersätze mit Volumendifferenzen von $0,000\ 098\ 8\ \text{m}^3$ (Duplexkörper zu Inlaykörper) und $0,000\ 216\ 2\ \text{m}^3$ (Hohlkörper zu Duplexkörper) sowie $0,000\ 315\ 0\ \text{m}^3$ (Hohlkörper zu Inlaykörper) realisiert. Dies entspricht dem 0,8- bzw. 1,5-fachen des Referenzvolumens einer Siliziumkugel. Das kleine Volumen des Inlaykörpers und der daraus resultierende besonders geringe Luftauftrieb wurden durch eine Kombination aus Scheiben und einem Zylinder aus Silizium mit einem Wolframkern im Inneren erreicht. Mit diesem neuartigen Prüfkörper lassen sich Auftriebseffekte aufgrund der großen Dichteunterschiede gegenüber einem Hohlkörper genauer bestimmen. Das große Volumen des Transferkörpers vom Typ Hohlkörper wurde durch einen luftgefüllten Hohlraum erzielt. Der durch den Hohlraum erreichte große Auftrieb könnte durch einen evakuierten, statt gasgefüllten, Hohlraum noch gesteigert werden. Die Deformation eines evakuierten Hohlkörpers unter Atmosphärendruck muss hierbei ausgeschlossen werden.

6 Fertigung und messtechnische Untersuchung der Transferkörper

6.1 Anforderungen und Motivation

Das Ausgangsmaterial für die Fertigung aller in dieser Arbeit betrachteten geometrischen Körper entstammte einer gemeinsamen Materialcharge aus natürlichem monokristallinem Silizium. Hierdurch werden einheitliche Materialeigenschaften sichergestellt. Die Dichte des Siliziums wurde hydrostatisch bei 20 °C mit $2\,328,8 \text{ kg/m}^3 \pm 1,3 \text{ kg/m}^3$ ermittelt [Epe20]. Das Volumen wurde mit $0,000\,006\,2 \text{ m}^3 \pm 3 \cdot 10^{-9} \text{ m}^3$ bestimmt. Als Volumenausdehnungskoeffizient für die Materialprobe wurde ein Wert von $0,000\,007\,7 \text{ K}^{-1}$ zugrunde gelegt. Angegebene Unsicherheiten beziehen sich auf ein Vertrauensniveau von 95 %.

Im Vorfeld der Fertigung wurden Fragestellungen zu erforderlichen Fertigungstoleranzen, geeigneten Fertigungsverfahren sowie sinnvollen Fertigungsschritte betreffend untersucht. Anhand der in dieser Arbeit entwickelten Berechnungsmodelle konnte mittels einer Monte-Carlo-Simulation berechnet werden (siehe Kapitel 7), dass die erforderlichen Fertigungsgenauigkeiten im Subnanometerbereich liegen müssen, um eine angestrebte Standardmessunsicherheit von 10^{-8} kg/kg für die Masse, basierend auf den Unsicherheiten der korrelierten Größen Oberfläche, Dichte und Volumen, ermitteln zu können. Erfahrungen bei der Fertigung von Siliziumkugeln aus ^{28}Si [Meeß15, Nico14], zeigten, dass dies einen erheblichen materiellen, personellen und zeitintensiven Prozess von mehreren Jahren bis Jahrzehnte erfordern würde. Zudem bestünde ein hohes Realisierungsrisiko. Vor diesem Hintergrund wurde eine alternative Strategie zur Festlegung der erforderlichen zulässigen Fertigungstoleranzen festgelegt. Der Ansatz bestand darin, Prozesse und Geräte mit erfahrenen Fertigungstechnologen so auszuwählen, dass möglichst geringe Maßabweichungen zu erwarten waren. In Abstimmung mit diesem Expertenteam wurden die Toleranzen für die Längenabweichungen einheitlich auf 0,1 mm festgelegt. Dies stellt die mit den aktuellen Technologien sinnvoll zu erreichende Größe dar.

Die Fertigung von Halbzeugen erfolgte durch externe auf Siliziumbearbeitung spezialisierte Partner [Haus19, Holm20]. Dies beinhaltete die Fertigung von Scheiben und einem Hohlzylinder. Die wesentlichen, einzuhaltenden Anforderungen waren vorgegebene Längenmaße wie Durchmesser und Höhe der einzelnen Komponenten, Formabweichungen wie Ebenheit und Zylindrizität, geringe Oberflächenrauigkeiten sowie die Vermeidung amorpher Grenzschichten. Genauere Angaben über die Fertigungsprozesse können in dieser Arbeit nicht dargestellt werden, da die Hersteller keinen Einblick in die zu ihrem Know-How gehörenden Fertigungstechnologien und Fertigungsschritte zuließen.

Der Fokus lag bei der Fertigung auf den zu erzielenden minimalen Formabweichungen, so dass die gefertigten Bauteile später hinreichend genau messtechnisch charakterisiert und in Anschluss daran Abweichungen numerisch kompensiert werden konnten. Betrachtet wurden die Ebenheit der Stirn- und Grundflächen der zylindrischen Körper sowie die Zylindrizität der zugehörigen Mantelflächen. Als kritisch wurden die Polierverfahren eingestuft. Diese sind notwendig, um glatte Oberflächen mit möglichst geringen amorphen Grenzschichten und

geringer Rauheit zu erzeugen. Von Polierprozessen ist bekannt, dass sie aufgrund inhomogener Polierkräfte, die zu Randbereichen stetig zunehmen, zur Ausformung balliger Oberflächen oder elliptischer Kantenformen führen. Um dies zu vermeiden, wurden die applizierten Polierkräfte auf ein Minimum begrenzt.

Die Kanten der Zylinder wurden als ebene Fasen mit einem Fasenwinkel von 45° konstruiert. Die ursprünglich favorisierten runden Fasen wurden aufgrund der spröden Materialeigenschaften und der im Polierprozess schwer einzuhaltenden Maß- und Formabweichungen der Radien verworfen.

Aus den Gesprächen mit den Fertigungsexperten resultierte darüber hinaus, dass die Fertigung eines monolithischen Hantelkörpers verworfen wurde. Grund hierfür war die schwierige Bearbeitung der Ausstiche, die beim Übergang zwischen dem innen liegenden Zylinder und den äußeren Zylindern zu fertigen gewesen wären, sowie der erforderlichen Aufspannung während der Fertigung und des Polierprozesses. Dies hatte zur Folge, dass eine Alternative zu dem ursprünglich vorgesehenen Hantelkörper, wie sie in der Industrie Anwendung findet, entwickelt wurde. Nach der Festlegung der Fertigungsschritte wurden die Abmessungen der Körper neu berechnet. Die Daten wurden den Fertigungsmaschinen mit einer Genauigkeit von 10^{-9} mm übergeben, so dass die numerische Genauigkeit zu keinen signifikanten Abweichungen bei numerischen Berechnungen führen und vernachlässigt werden konnte.

Die Präzisionsbearbeitung der Rohlinge zu Fertigteilen erfolgte durch den wissenschaftlichen Gerätebau der PTB. In einer Eingangskontrolle wurden die polierten Oberflächen der Halbzeuge auf Beschädigungen untersucht. Die Ebenheit der polierten Stirnflächen der Scheiben wurden mittels Fokusvariation, entsprechend EN ISO Norm 25178, überprüft. Das gewählte Messsystem eignet sich dabei besonders gut für stark reflektierende Oberflächen und weist hohe Genauigkeiten bei Auflösungen bis zu 10 nm vertikal auf [Link20, Bruk22]. Alle untersuchten Oberflächen entsprachen den erforderlichen Qualitätsanforderungen.

Die im Folgenden beschriebenen Fertigungsschritte vom Rohling zum Fertigteil, sowie deren Charakterisierung erfolgten durch die PTB.

6.2 Referenznormal – Siliziumkugel

Als Referenznormal wurde eine Siliziumkugel mit einer Nennmasse von 1 kg aus der identischen Rohmaterialcharge wie alle weiteren Körper dieser Arbeit durch den wissenschaftlichen Gerätebau gefertigt. Besondere Herausforderungen an die Fertigung stellt dabei die geforderte monokristalline Struktur bis in die Randschichten und damit die Vermeidung amorpher Grenzschichten. Hierfür stand ein Herstellungsverfahren für Kugeln [Pate17, IHKT19] mit erzielbaren extrem geringen Formabweichungen von ca. 10 – 50 nm zur Verfügung, welches im Rahmen der Neudefinition der SI-Einheit Kilogramm entwickelt worden war und weltweit führend ist. Die wichtigsten Prozessschritte zur Herstellung einer Kugel sind in nachstehender Abbildung dargestellt [Meeß15].



Abbildung 6-1 Mehrstufige Prozesskette zur Herstellung einer Kugel. Von links nach rechts: Schneiden, Drehen, Läppen, Polieren. Modifiziert [Meeß15]

Die entwickelte Fertigungsmaschine [Pate17] gewährleistet die anspruchsvolle Polierbearbeitung einer Kugel. Der Tetraederaufbau der Maschine ermöglicht die Bearbeitung einer Kugel mit vier gleichzeitig rotierenden Polierwerkzeugen bei größtmöglicher Überdeckung von Kugeloberfläche und Werkzeugeingriffsfläche. Während der finalen Läpp- und Polierschritte wurde die Formabweichung mit einer neuartigen interferometrischen Messeinrichtung auf Großkreisen der Siliziumkugel fertigungsbegleitend geprüft [Meeß21, Pate18]. Mit einer Messgenauigkeit von wenigen Nanometern konnte hierdurch eine iterative Fertigung erfolgen.

6.2.1 Ermittlung der volumetrischen Formabweichung mittels Kugelinterferometer

Die volumetrische Formabweichung der gefertigten Siliziumkugel wurde mittels Kugelinterferometer bestimmt [Nico16]. Die Messung ergab für die gefertigte Kugel eine Formabweichung mit einem peak-to-valley Wert von ca. 36 nm mit einer Unsicherheit von 1 nm ($k = 1$ für den Radius). Das ermittelte Topografiemessergebnis der Siliziumkugel ist in nachstehender Graphik dargestellt. Erkennbar ist dabei neben den farbkodierten Formabweichungen auch die zugrundeliegende Kristallstruktur. [Kuhn21]

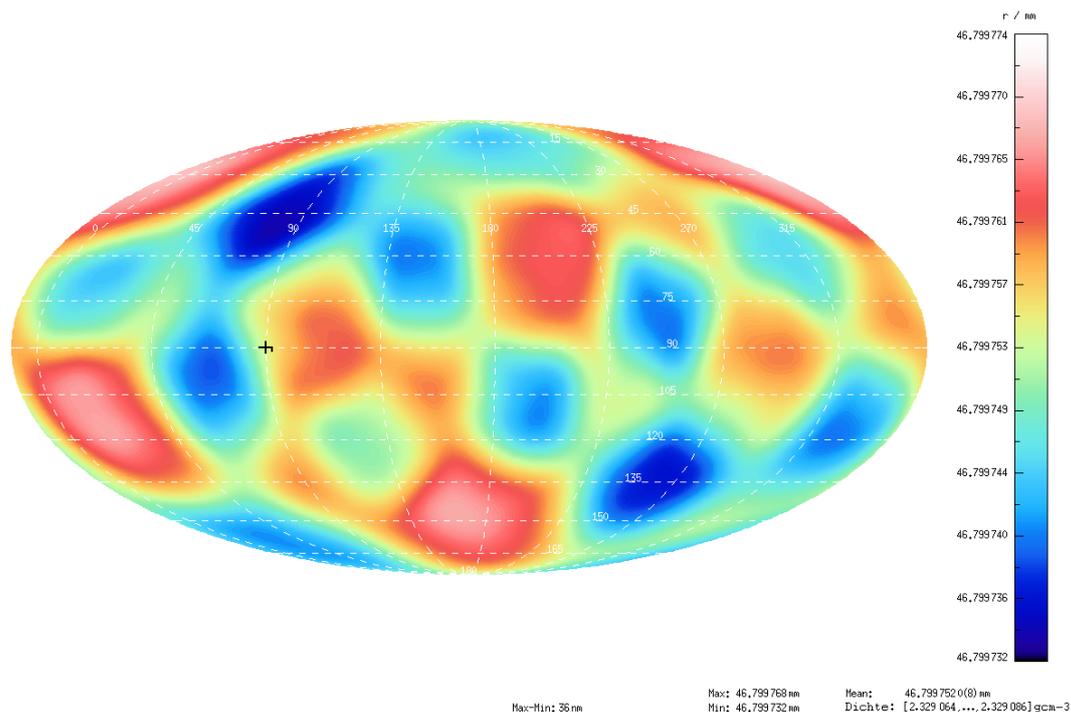


Abbildung 6-2 Topografie der gefertigten Siliziumkugel mit peak-to-valley Wert von ca. 36 nm.
Anmerkung: Die Markierung auf der Kugel dient nur virtuell für die verwendete Auswertesoftware

6.2.1 Ermittlung der Masse unter Vakuum

Die Bestimmung der Masse erfolgte durch Vergleich mit einer auf die Bezugsnormale der PTB rückgeführten sekundären Si-Kugel (Sm14) nach der Substitutionsmethode und unter Vakuumbedingungen. Für die Rückführung der Masse der Referenzkugel (Sm14) im Vakuum auf die Masse der Bezugsnormale der PTB in Luft wurden Sorptionskörper und ein Platin-Iridium-TransfERNormal verwendet. Die Massebestimmung wurde unter Vakuumbedingungen von $5,8 \cdot 10^{-5}$ bis $6,6 \cdot 10^{-5}$ mbar mit einer erweiterten relativen Messunsicherheit ($k = 2$) von 50 % der Umgebungsbedingungen ausgeführt [Bory22].

Die erweiterte Messunsicherheit wurde aus Unsicherheitsanteilen der verwendeten Normale ($U(N) = 0,044$ mg ($k = 2$)) und den durchgeführten Wägungen ($U(mw) = 0,000 12$ mg ($k = 2$)) berechnet. Eine Abschätzung über Langzeitveränderungen (Drift) ist in der Unsicherheitsangabe nicht enthalten. Abschließend wurde die Masse der Siliziumkugel unter den genannten Vakuumbedingungen mit 1 000, 006 8 g bei einer Unsicherheit ($k = 2$) von 1,0 mg bestimmt [Bory22].

6.3 Scheibenkörper und Kupplungskugeln

Die für die Kupplung verwendeten monokristallinen Siliziumkugeln sind aus dem chargengleichen Material wie alle anderen Bauteile, die im Rahmen der vorliegenden Arbeit gefertigt wurden. Die Fertigung der Präzisionskugeln (Mikroqualität-Spezifikation gem. DIN ISO 10110-11) mit 4,0 mm Durchmesser und einer Fertigungsgenauigkeit von $\pm 0,001$ mm

erfolgte durch einen externen Dienstleister entsprechend der Vorgaben aus den in dieser Arbeit durchgeführten theoretischen Betrachtungen [Haus19].

Die Endbearbeitung der Scheibenkörper fokussierte sich auf das Ziel der optimalen Durchmesser der Kalottenbohrungen zur Fixierung der Kupplungskugeln. Hierbei waren drei Rahmenbedingungen zu erfüllen:

- die Kupplungskugeln müssen so mit den Scheiben verbunden sein, dass sie beim Aufeinandersetzen der Scheiben oder beim Reinigen positionsstabil bleiben
- die Kupplungskugeln müssen idealerweise als Halbkugel aus den Scheiben herausragen, um den rechnerischen Vorgaben zur Oberflächenfestlegung zu entsprechen
- die von außen sichtbare Oberfläche des Lots (Naht), mit der die Kugeln fixiert werden sollten, müssen möglichst gering und konzentrisch sein, um störende Absorptionseffekte klein zu halten und den daraus resultierenden Oberflächeneinfluss bezüglich Sorption leichter berechnen zu können

Gerade die letzte Forderung führt dazu, dass bei der Kalottenbohrung auf eine Fase verzichtet wurde. Aufgrund des spröden Siliziummaterials hätte sonst nicht ausgeschlossen werden können, dass es bei der Fertigung an den Rändern zu unerwünschten Ausbrüchen kommt. Diesbezüglich wurden separate Untersuchungen zu entsprechenden Bohrungen durch eine externe Firma und die PTB durchgeführt. Die externe Firma verfügte über keinen geeigneten Prozess, um die Bohrungen ohne größere Ausbrüche fasenfrei zu fertigen. Es wären ringförmige Fasen mit Radiusanteilen von mehr als 2 mm entstanden. Dies hätte aufgrund schwer zu ermittelnden Sorptionseigenschaften zu einer deutlich größeren Gesamtmessunsicherheit geführt. Um diese nachteiligen Effekte zu umgehen, wurde in der PTB ein Fertigungsverfahren weiterentwickelt und erprobt, mit dem Ziel, fasenfreie Kalottenbohrungen herzustellen. Für die Fertigung wurden folgende zu betrachtende Kriterien festgelegt:

- ausbrucharme, fasenfreie Ränder
- Haftgrundvorbereitung
- Rauheit der gebohrten Kalottenoberflächen
- Geometrie der Bohrungen für positionsgenaue Justierung der Kugel

Zunächst konnten die Fertigungsprozesse durch Fräsen mit einem einschneidigen monokristallinen Diamanten so gesteuert werden, dass signifikante Ausbrüche größer als 200 μm vermieden wurden. Hierfür wurden die Schnittparameter (Drehzahl = 42 000 1/min, Vorschub in x, y = 50 mm/min, Vorschub in z = 15 mm/min) des Radienfräasers (r = 1 mm, monokristalliner Diamant) empirisch optimiert.

Weiterhin wurde der Verschleiß des Werkzeugs und damit die Maßhaltigkeit der geforderten Bohrungen untersucht. Die mit einem Koordinatenmessgerät (Mahr Einachstiefentaster (30 mm lang, Spitzeneinsatz 904H, 0,3 mm Radius)) untersuchten Bohrungen zeigten, dass durch den geringen Verschleiß die Sphärizität lediglich um 2 - 3 μm abweicht.

Um Kontaminationen in der Bohrung, wie beispielsweise kleine Späne, zu entfernen wurden die Siliziumflächen mit Aceton gereinigt.

Um die Hafteigenschaften des zur Kugelbefestigung erforderlichen Lots zu optimieren, wurden Bohrungen mit angerauter und polierter Muldenoberfläche untersucht. Manuell durchgeführte Belastungstests ergaben, dass Oberflächen mit einer Rauheit von ca. $R_a = 100 \text{ nm}$, die beste Oberflächenvorbereitung darstellen.

Für eine zentrierte Lage der Kugeln wurde die Geometrie der Kalottenbohrung geändert. Um eine gleichbleibende Höhenlage der Kugeln zu gewährleisten, wurde statt eines Kugelpols als tiefstem Punkt dort eine Ebene erzeugt. Hierdurch kann eingestellt werden, dass alle Kugeln mit einer Hemisphäre aus der Bohrung herausragen. Darüber hinaus konnten die Kalottenbohrungen wie gefordert ohne umlaufende Fase und mit Ausbrüchen von im Mittel lediglich $0,05 \text{ mm}$ ausgeführt werden. Nachstehende Abbildung zeigt exemplarisch eine Kalottenbohrung mit charakteristischen Ausbrüchen und ohne umlaufende Fase, aufgenommen mit einem digitalen Mikroskop (Leica DVM6).

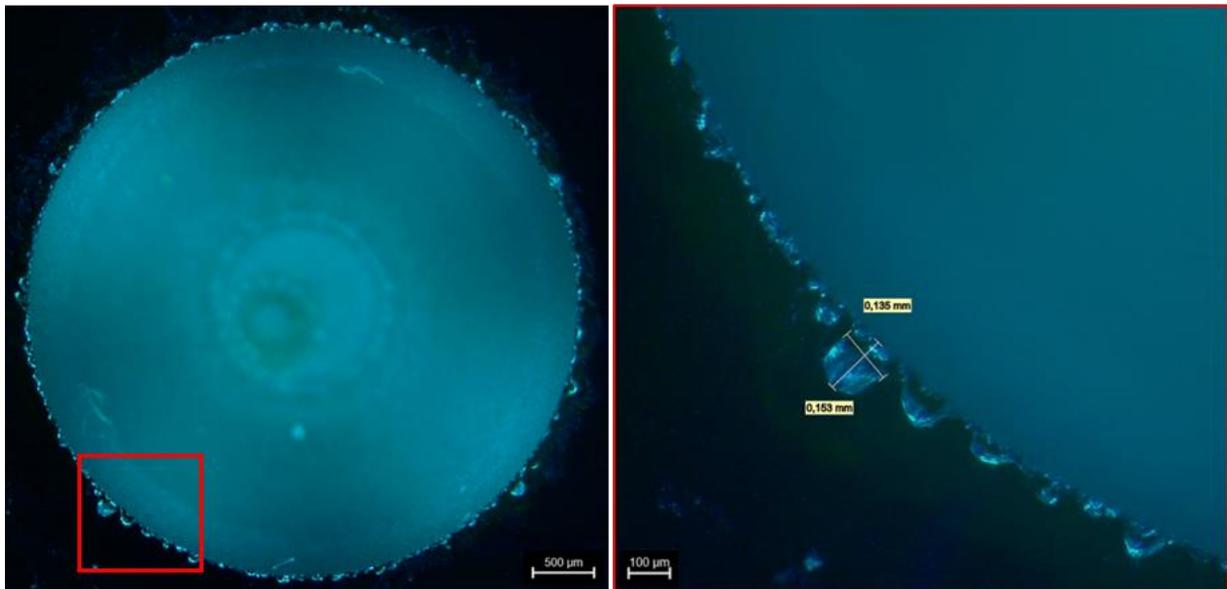


Abbildung 6-3 Beispielhafte Kalottenbohrung mit charakteristischen Ausbrüchen ohne Fase

6.3.1 Ermittlung von Durchmesser und Höhe der Scheiben

Die Durchmesser und Höhen der Scheiben des gefertigten 2-Scheibenkörpers wurden über ein rückgeführtes Koordinatenmessgerät (KMG) sowie über ein weiteres Koordinatenmessgerät mit röntgencomputertomographischem Sensor (CT) ermittelt.

Messung mit taktilen Koordinatenmessgerät

Die Messungen zur Bestimmung der mittleren Scheibendurchmesser und der mittleren Abstände zwischen den Stirnseiten einer Scheibe wurden auf einem rückgeführten Koordinatenmessgerät vom Typ LEITZ Infinity durchgeführt [Hirs23]. Zur Verifizierung der Abstandswerte und zur Ermittlung der Messunsicherheit wurde ein Parallelendmaß mit dem Kalibrierzeichen 50812 PTB 20 und nominaler Länge von 50 mm gemessen. Die Verifizierung

der Durchmessermessung erfolgte über einen kalibrierten Prüfdorn, mit dem Kalibrierzeichen 50710 PTB 17 und einem nominalen Durchmesser von 100 mm. Eine Scheibe wurde, wie in nachstehender Abbildung an der Topscheibe des 2-Scheibenkörpers gezeigt, plan auf einem PVC-Ring positioniert und mittels Unterdruck fixiert.



Abbildung 6-4 Aufbau zur Messung von Durchmesser und Höhe einer Scheibe mit Leitz Infinity. Links ist der kalibrierte Prüfdorn, mittig das kalibrierte Parallelendmaß und rechts die zu untersuchende Scheibe auf einem PVC-Block zu sehen

Die beiden Stirnflächen jeder Scheibe wurden mit zwei horizontalen gegenüberliegenden Tastern (Hanteltaster), mit Tastkugeldurchmessern von 8 mm gemessen. Mit jedem Taster wurden dabei 18 gleichmäßig über die Fläche verteilte Antastpunkte auf jeder Hälfte der Scheibenoberfläche erfasst. Aus diesen 36 Antastungen wurden zwei gegenüberliegende Ebenen berechnet, deren mittlerer Abstand als Scheibenhöhe weiterverwendet wurde.

Der Scheibendurchmesser wurde mit einem Taster mit einem Kugeldurchmesser von 8 mm und einer Antastkraft von 0,17 N gemessen. Die Messung erfolgte mit je 36 Punkten radiusäquidistant in vier Kreisschnitten, die in den Abständen von 10, 20, 30 und 40 mm zur Bezugsfläche lagen. Die Durchmesser und deren Formabweichungen wurden nach der Methode der kleinsten Abstandsquadrate berechnet. Die in nachstehender Tabelle angegebenen Durchmesser ergaben sich aus den Mittelwerten von fünf Wiederholungsmessungen der vier Kreisschnitte. Die mittlere Temperatur betrug während der Messungen 20,3 °C. Die Ergebnisse sind auf 20 °C bezogen. Zur Korrektur wurde der thermische Ausdehnungskoeffizient $7,7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ verwandt.

Die Ergebnisse für einen 2-Scheibenkörper werden in Tabelle 6-1 gezeigt.

Tabelle 6-1 Ergebnisse zur Messung von mittleren Durchmessern und mittleren Abständen für einen 2-Scheibenkörper mittels KMG

Bezeichnung	Maß in m (Topscheibe)	Maß in m (Grundscheibe)
mittlerer Durchmesser	0,079 574 2	0,079 576 6
mittlere Kreisformabweichung	0,000 007	0,000 006
mittlerer Abstand	0,043 202 1	0,043 196 0
Parallelität	0,000 204	0,000 218
mittlere Formabweichung der oberen Ebene	0,000 010	0,000 004
mittlere Formabweichung der unteren Ebene	0,000 005	0,000 004

Die erweiterte Messunsicherheit beträgt für die Durchmesser $0,8 \mu\text{m}$ und für die Abstände $0,7 \mu\text{m}$. Die Ermittlung der Messunsicherheit erfolgte gemäß dem „Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM), Supplement 1“ (JCGM101:2008) und ISO/TS 15530-4:2008 „Evaluating task-specific measurement uncertainty using simulation“ unter Anwendung des Verfahrens des Virtuellen Koordinatenmessgeräts (VCMM).

Der Vergleich der ermittelten Messwerte mit den Sollwerten ist in nachstehender Tabelle dargestellt. Dabei weicht der mittlere gemessene Scheibenradius gegenüber dem nominellen Scheibenradius um $\text{ca. } 0,018 \pm 0,008 \text{ mm}$ ab. Die mittlere gemessene Scheibenhöhe weicht sogar nur um $0,008 \pm 0,007 \text{ mm}$ von der nominellen Scheibenhöhe ab. Dies ist auch unter Berücksichtigung der erweiterten Messunsicherheit ($k = 2$) deutlich kleiner als die angenommene Fertigungstoleranz von $0,03 \text{ mm}$, welche im Vorfeld mit dem Lieferanten vereinbart war.

Tabelle 6-2 Abgleich zwischen gemessenen Scheibenparametern und Sollwerten

Art	Soll	Ist (Mittelwert)	Differenz
Scheibenradius in m	0,039 769 8	0,039 787 7	0,000 017 9
Scheibenhöhe in m	0,043 207	0,0421 999	0,000 008 1

Alle Angaben zu Ebenheit und Formabweichungen können in zukünftigen Arbeiten zur Ermittlung der Messunsicherheit der Oberflächen- und Volumenparameter verwendet werden. Darauf aufbauend können die Messunsicherheiten für die Sorptions- und Auftriebseffekte bestimmt werden. Für die Berechnung eignen sich die hier entwickelten Ansätze mittels Monte-Carlo-Verfahren. Notwendige Voraussetzungen für diese Berechnungen sind die Fertigung und die geometrische Charakterisierung aller Transferkörper.

Messung mittels Computertomographie

Die Messungen zur Bestimmung der mittleren Durchmesser, der mittleren Abstände zwischen den Stirnseiten und der Gesamtvolumen (einschließlich der Kupplungskugeln) wurden auf einem Koordinatenmessgerät mit röntgencomputertomographischem Sensor (CT) Typ: Nikon MCT 225 durchgeführt [Borg23]. Die Datenauswertung erfolgte mit der Software VGStudioMax 2023.03. Die Scheiben wurden einzeln mit Hilfestellung von Legosteinen ca. 35° geneigt zur CT-Rotationsachse platziert (Abbildung 6-5). Durchgeführt wurden fünf Wiederholungsmessungen je Scheibe. Die Positionierung mit Plastikelementen wurde gewählt, da diese aufgrund ihrer geringen Dichte die Messergebnisse allenfalls vernachlässigbar beeinflussen.

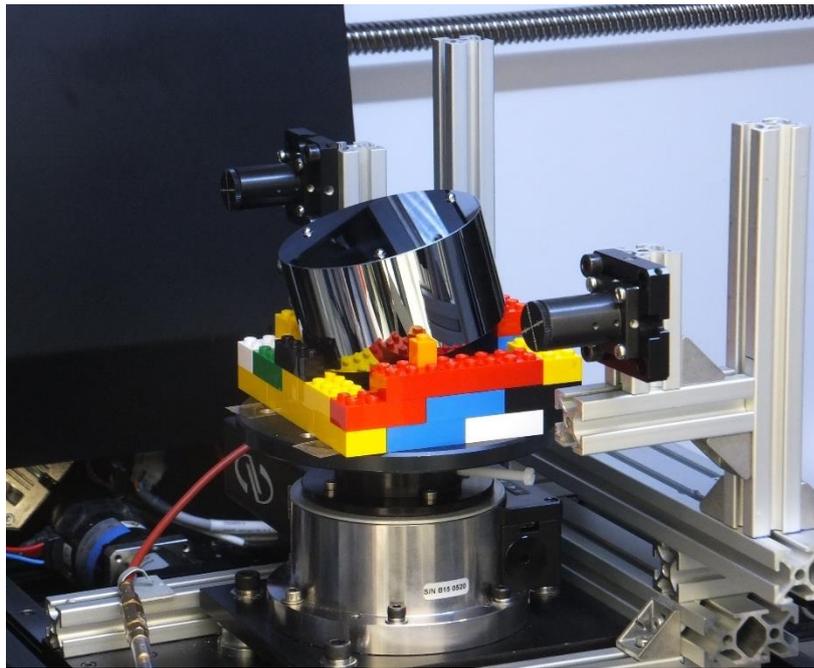


Abbildung 6-5 Positionierung der Topscheibe des untersuchten 2-Scheibenkörpers im CT-Koordinatenmessgerät

Zur Berechnung der Scheibendurchmesser wurden jeweils ein Zylinder in 1800 gleichmäßig auf den Mantelflächen verteilte Antastpunkte eingepasst. Auf den Stirnflächen der Scheiben wurden 1000 gleichmäßig verteilte Antastpunkte ermittelt. In die Antastpunkte einer jeden Seite wurden Ebenen eingepasst und die mittleren Abstände der sich ergebenden gegenüberliegenden Ebenen berechnet. Sowohl Zylinderdurchmesser als auch Ebenen wurden nach der Methode der kleinsten Abstandsquadrate optimiert eingepasst. Das Volumen wurde als Gesamtvolumen durch die Auswertesoftware VGStudioMax berechnet (einschließlich der Kupplungskugeln). Hierbei wurde die Funktion einer adaptiven Oberflächenfindung eingesetzt.

Die CT-Messungen wurden durch rückgeführte Messungen der Zylinder mit einem taktilen Koordinatenmessgerät (KMG) des Typs LEITZ Infinity auf die Einheit Meter rückgeführt. Die verwendeten CT-Messparameter sind in Tabelle 6-3 dargestellt. Die mittlere Temperatur betrug während der Messungen 20,0 °C. Die Ergebnisse sind somit auf 20 °C bezogen. Nachfolgende Tabelle 6-4 listet die ermittelten Ergebnisse für den untersuchten 2-Scheibenkörper auf.

Tabelle 6-3 Verwendete CT-Messparameter

Parameter	Wert	Einheit
Spannung	215 000	V
Strom	0,000 080	A
Leistung	17,2	W
Filtermaterial	Sn	-
Filterdicke	0,001	m
Projektionszahl	1 800	-
Integrationszeit	4	s
Scan-Zeit	7 200	s

Tabelle 6-4 Ergebnisse zur Messung von mittleren Durchmessern und mittleren Abstand für einen 2-Scheibenkörper mittels KMG mit CT

Bezeichnung	Messwert (Topscheibe)	erweiterte Messunsicherheit	Messwert (Grundscheibe)	erweiterte Messunsicherheit
mittlerer Durchmesser in m	0,079 570	0,01	0,079 568	0,01
mittlerer Abstand in m	0,043 205	0,01	0,043 201	0,018
Volumen gesamt in m ³	0,000 214 800	100	0,000 214 829	120

Vergleich der Messergebnisse

Sowohl die taktile Messung als auch die volumetrische Messung zeigten im Rahmen ihrer angegebenen erweiterten Messunsicherheit übereinstimmende Ergebnisse. Dabei zeigte sich, dass die Maßhaltigkeit gegenüber den nominellen Werten bei den Scheibenradien und -höhen eingehalten wurde. Die größten Abweichungen waren bei den Scheibenhöhen zu beobachten. Diese lagen im Bereich von 0,02 mm und damit deutlich unter der geforderten Fertigungsgenauigkeit von 0,1 mm.

6.3.2 Massebestimmung unter Vakuumbedingungen und in Luft

Die Massebestimmung des gefertigten 2-Scheibenkörpers erfolgte durch Vergleich mit einer auf die Bezugsnormale der PTB rückgeführten Si-Kugel (Sm14) nach der Substitutionsmethode unter Vakuumbedingungen und in Luft. Für die Rückführung der Masse der Referenzkugel (Sm14) im Vakuum auf die Masse der Bezugsnormale der PTB in Luft wurden Sorptionskörper und ein Platin-Iridium-Transfornormal verwendet [Haem23].

Messergebnisse in Luft

Die Massebestimmung an Luft wurde unter folgenden Umgebungsbedingungen durchgeführt:

Tabelle 6-5 Umgebungsbedingungen für Bestimmung der Masse eines 2-Scheibenkörpers an Luft

Parameter	von	bis	Unsicherheit (k = 2)
Temperatur in °C	21,55	21,59	0,20
rel. Luftfeuchte in %	39,7	42,2	1,0
Luftdruck in mbar	1 017,36	1 018,07	0,20

Das Volumen des 2-Scheibenkörpers wurde für 20 °C mit 429 629 mm³ und einer Unsicherheit (k = 2) 220 mm³ berechnet.

Die Masse in Luft wurde mit 1 001,286 2 g bei einer Unsicherheit (k = 2) von 0,000 5 g errechnet. Der konventionelle Wägewert wurde mit 1 000,920 8 g und einer Messunsicherheit (k = 2) von 0,000 5 g bestimmt.

Messergebnisse unter Vakuumbedingungen

Die Massebestimmung wurde unter in Tabelle 6-6 aufgeführten Vakuumbedingungen durchgeführt.

Tabelle 6-6 Umgebungsbedingungen für Bestimmung der Masse eines 2-Scheibenkörpers im Vakuum

Parameter	von	bis	rel. Unsicherheit (k = 2)
Luftdruck in mbar	1,2 · 10 ⁻⁴	2,4 · 10 ⁻⁴	50 %

Die Masse des 2-Scheibenkörpers wurde mit 1 001,286 41 g mit einer Messunsicherheit (k = 2) von 0,000 15 g ermittelt. Die Werte zur Ermittlung der drei Massewerte: Masse in Vakuum, Masse in Luft und konventioneller Wägewert wurden vom Masselabor der PTB unter Verwendung des Volumenwertes aus der durchgeführten Computertomographie Messung [Borg23] ermittelt.

Zu deutlich genaueren Ergebnissen kommt man bei Verwendung des kalibrierten Dichtewertes. Hierbei wird über den archimedischen Ansatz das Volumen des 2-Scheibenkörpers wie folgt berechnet

$$V = \frac{m}{\rho} \quad (107)$$

mit den bekannten Werten:

$$m = 1,001\,286\,41 \text{ kg}$$

$$\rho_{\text{Si}} = 2\,328,8 \text{ kg/m}^3$$

ergibt für das Volumen

$$V = 0,000\ 429\ 958\ 094\ \text{m}^3$$

Mit diesem Wert lassen sich die Angaben des konventionellen Wägewertes w des Prüfberichtes nach [OIML28] wie folgt korrigieren

$$w = m_{\text{vac}} = \frac{1 - \frac{\rho_{\text{air}}}{\rho_{\text{Si}}}}{1 - \frac{\rho_{\text{air}}}{\rho_{\text{Ste}}}} \quad (108)$$

Der korrigierte konventionelle Wägewert beträgt $w = 1,000\ 920\ 388\ 4\ \text{kg}$. Hierin sind nach Festlegung der OIML

$$\rho_{\text{air}} = 1,2\ \text{kg/m}^3$$

$$\rho_{\text{Ste}} = 8\ 000\ \text{kg/m}^3.$$

Der Wert des konventionellen Wägewertes ist damit um ca. 400 μg genauer angebbbar als bei der vorstehenden Ermittlung. Im nächsten Schritt (109) lässt sich die aktuelle Luftdichte berechnen

$$\rho_{\text{air,act}} = \rho_{\text{air}} - \frac{m_{\text{Si,vac}} - m_{\text{Si,air}}}{\rho_{\text{Si}}} \quad (109)$$

Der Wert ergibt sich rechnerisch mit $\rho_{\text{air,act}} = 1,199\ 999\ \text{kg/m}^3$.

Das Ergebnis zeigt, dass sich die errechnete Luftdichte nur marginal von dem nominellen Wert aus der Literatur unterscheidet. Ursache hierfür sind die sehr konstanten, vergleichbaren Messbedingungen von Temperatur, Luftdruck und Luftfeuchte. Der berechnete Wert der Luftdichte kann nun als Grundlage für die Kalibrierung von Gewichtsstücken unterschiedlicher Dichte genutzt werden, da die systematischen Effekte des Luftauftriebs zum Zeitpunkt der Messung korrigiert werden können. Einflüsse aus Oberflächenablagerungen können dagegen erst berücksichtigt werden, sobald weitere Auftriebskörper fertiggestellt sind.

6.3.3 Lotverbindung der Kupplungskugeln

In einer frühen Entwicklungsphase wurde bereits eine Lotverbindung zur Befestigung der Kupplungskugeln festgelegt, da diese für ausreichend Halt sorgen und gegenüber Klebstoffverbindungen unter Vakuumbedingungen nicht ausgasen und so die Messkammer der Komparatoren verunreinigungsfrei bleibt. Zudem war zu erwarten, dass Lotverbindungen zu einer längeren Haltbarkeit der Bauteile führen würden. Neben der oben erwähnten optimalen Spaltbreite und Position der Kupplungskugeln war ein dritter wichtiger Aspekt die Auswahl eines für die Aufgabe und herrschenden Umgebungsbedingungen geeigneten Lots.

Ein beauftragter Dienstleister erprobte zunächst das Verbindung mittels Bonden mit zwei im Schmelzpunkt unterschiedlichen Loten [Liec20]. Eingesetzt wurden ein als *Superbond* bezeichnetes Lot mit einem Schmelzpunkt von 230 °C und ein weiteres, in seiner Zusammensetzung unbekanntes Lot, mit einem Schmelzpunkt von ca. 160 °C. Im Verlauf des Prozesses wurden zunächst in eine Seite einer Scheibe Kugeln mittels *Superbond* eingelötet

und in einem zweiten Prozessschritt die andere Seite mit Kugeln mittels des zweiten Lots bestückt. Dadurch, dass zunächst das bei höheren Temperaturen schmelzende Lot eingesetzt wurde, wurde sichergestellt, dass diese Nähte sich durch die Temperatur, eingebracht durch den Lötprozess auf der gegenüberliegenden Seite, nicht wieder lösen würden. Im Ergebnis erwies sich die Bondverbindung jedoch als instabil. Des Weiteren konnte die erforderliche Oberflächenqualität der sichtbaren Nahtstelle nicht erreicht werden und die Kugeln waren nicht zentrisch und gleich tief in den Bohrungen positioniert.

Auf Grundlage der Erkenntnisse aus den praktischen Untersuchungen des beauftragten Dienstleisters, wurden weitere Versuche in der PTB durchgeführt, um das Benetzungs- und Fließverhalten unterschiedlicher Lote auf polierten Siliziumoberflächen zu untersuchen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 6-7 zusammengefasst dargestellt.

Tabelle 6-7 Untersuchte Lote und deren Fließverhalten/Benetzung auf Si-Wafern, aufsteigend nach Schmelztemperatur

Lot	Schmelztemperatur	Fließverhalten/Benetzung
52In48Sn	118 °C	+
97In3Ag	146 °C	++
100In	156 °C	+++
95Sn3.5Ag1.5In	218 °C	+
80Au20Sn	280 °C	+

Obwohl die Zusammensetzung des Lotes mit dem geringeren Schmelzpunkt unbekannt ist, kann auf eine Indium-Verbindung geschlossen werden, da dessen Schmelzpunkt bei 157 °C liegt. Eine Literaturrecherche ergab, dass reines Indium seit langem für Dichtungen im Ultrahochvakuumbereich Verwendung findet [Hoch03]. Erste Untersuchungen zu Indiumdichtungen wurden bereits 1954 von Belser [Bels54] und Turner et al. [Turn62] und besonders den Einsatz von O-Ringen aus Indium von Turkington et al. [Turk84] beschrieben. Die Materialstärke des verwendeten reinen Indiums wurde mehrfach mit 0,5 mm angegeben und von Kaufmann et al. [Kauf12] mit einem Heliumlecktest für den Hochvakuum Einsatz mittels Massenspektrometer nachgewiesen. Dabei erzeugt Indium aufgrund des geringen Elastizitätsmoduls (10,5 GPa) [Merk08] eine Druckdichtung. Weiterhin zeigen sich polierte Oberflächen der Vakuumkomponenten zusammen mit Indium O-Ringen als zuverlässige Dichtung [Kauf12].

Das Benetzungs- und Fließverhalten wurde an fünf unterschiedlichen Loten mit Schmelzpunkten zwischen 118 °C und 280 °C untersucht. Ziel war es, ein Lot mit einem niedrigen Schmelzpunkt bei gleichzeitig guten Fließ- und Benetzungseigenschaften auf Siliziumoberflächen zu finden. Hierfür wurden die Lote zwischen zwei Si-Wafern bis nahe an die jeweilige Schmelztemperatur erhitzt. Die beste Benetzungsfähigkeit für die Anwendungen ohne mechanische Belastung, da diese beim geplanten Einsatz als sehr gering angenommen werden können, wurde mit 100In Lot (Reinheit 99,995 %) erzielt [Indi21]. Lote mit niedrigeren oder höheren Schmelzpunkten zeigten keine optimale Benetzung der Si-Wafer. Als Alternative

zu 100In kam lediglich 97In3Ag in Frage, welches einen geringeren Schmelzpunkt und Viskosität besitzt, und gut für Verbindungen für Verbindungen mit mechanischer Belastung geeignet scheint.

Ein weiterer Vorteil von 100In ist, dass das Material bereits bei Raumtemperatur gut walzbar und sehr gut tiefziehfähig ist. Diese Eigenschaft unterstützt den positiv verstärkenden Effekt des Kaltverschweißens der Fügepartner. Vorteilhaft beim Kaltverschweißen ist, dass vorhandene Oxidschichten die Benetzungs- und Hafteigenschaften weniger stark beeinflussen. Daher wurde entschieden 100In als vorgeformtes Blech in den Kalottenbohrungen auszulegen bevor Kupplungskugeln eingebracht werden. Als reines Element oder als Legierung ist Indium für sein gutes Benetzungsverhalten von Oxiden bekannt [Kauf12, Turk84].

Die optimale Materialstärke für die Verwendung von Indium wurde experimentell ermittelt. Für den besten Formschluss ist besonders das gezielte Vorformen der Kalottenbohrungen wichtig, so dass der errechnete Spaltabstand zwischen Kugeln und aufliegenden Siliziumscheiben möglichst genau erreicht wird. Gewalztes Indiumblech zeigte bei einer Stärke von ca. 0,3 mm die besten Formeigenschaften. Bei Materialstärken von unter 0,1 mm wird Indium zu weich für die mechanische Bearbeitung und lässt sich daher nicht mehr problemlos von einer Walze lösen. Materialstärken ab 0,5 – 0,6 mm haben den Nachteil, dass das Material seine Tiefziehfähigkeit verliert. Das gewalzte und vorgeformte Indium wird zur besseren Haftvorbereitung mit Aceton gereinigt und in 10 %iger Salzsäure angeätzt.

Pro Kalottenbohrung werden in erster Näherung etwa $40,11 \text{ mg} \pm 3 \text{ } \mu\text{g}$ 100In eingebracht [Meeß22].

Nachdem die Kupplungskugeln durch Löten mittels Indium mit einer Scheibe verbunden worden waren, wurde die Haltbarkeit der Verbindungen überprüft. Zum einen betraf dies den Test der Vakuumtauglichkeit für 48 Stunden bei $5 \cdot 10^{-6}$ mbar und zum anderen die Unempfindlichkeit gegenüber der Reinigung mittels Ultraschallbad bei zwei unterschiedlichen Frequenzen (135 Hz und 35 Hz), was für zweimal 30 Sekunden geprüft wurde. In beiden Untersuchungen zeigte sich keine Auswirkung auf die Lotverbindung und den festen Sitz der Kupplungskugeln.

In Abbildung 6-6 sind beispielhaft die zentrisch in den Bohrungen eingelassenen Kupplungskugeln mit umliegender Indiumnaht des gefertigten 3-Scheibenkörpers zu sehen. Die darauffolgende Abbildung 6-7 zeigt die CT-Aufnahme des gefertigten 2-Scheibenkörpers im Schnitt durch ein Kupplungspaar. Zu erkennen ist der erforderliche gleichmäßige Abschluss des eingesetzten Indiums um die in der Abbildung im Schnitt dargestellten Kupplungskugeln.



Abbildung 6-6 Eingelassene Kupplungskugeln und sichtbare Indiumringflächen, Grundscheibe des gefertigten Sorptionskörpers (3-Scheibenkörper)

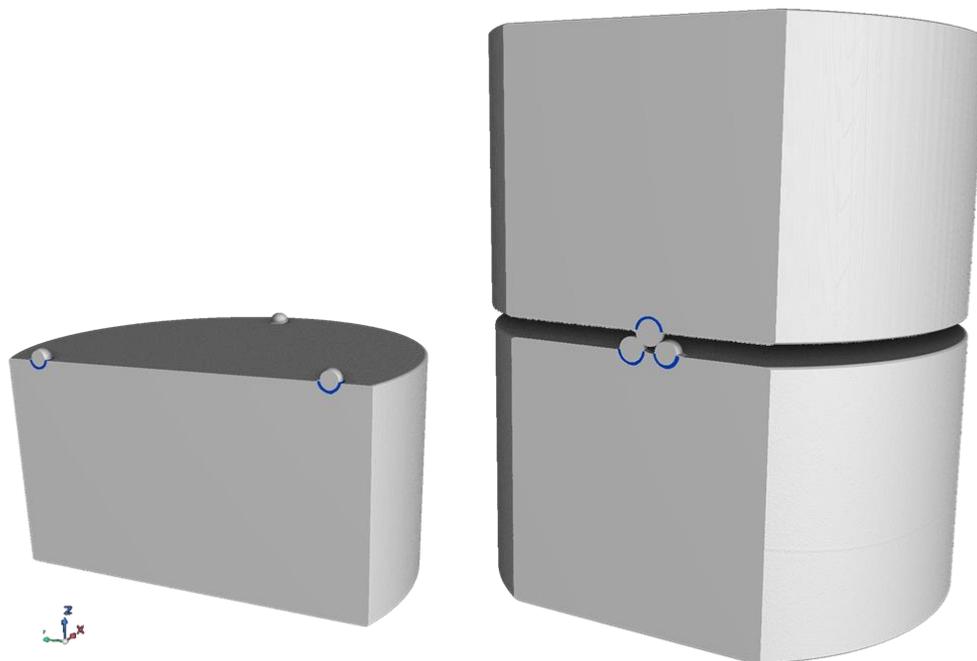


Abbildung 6-7 CT-Aufnahme des gefertigten 2-Scheibenkörpers mit Schnitt durch Kupplungskugeln und farblich hervorgehobenen Indiumblechen, links: Topscheibe mit Schnitt durch zwei Kupplungskugeln, rechts: gestapelte Topscheibe auf Grundscheibe mit Kupplungspartnern (CT Parameter siehe Kap. 6.3.1)

6.3.4 Oberflächeneinfluss durch Befestigung der Kupplungskugeln

Die Kupplungskugeln wurden mit einer vakuumtauglichen Indiumverbindung auf den Siliziumscheiben befestigt. Da die sichtbare Oberfläche des Indiums (Indiumring) nur einen geringen Anteil der Gesamtoberfläche des Sorptionskörpers ausmacht und sich die Sorptionseigenschaften von Indium, als metallischem Material, nur gering von Silizium unterscheiden, war von nur unwesentlichen Einflüssen herrührend aus der sichtbaren

Lotoberfläche auszugehen. Um dies zu quantifizieren wurde ermittelt, wieviel Prozent der Oberfläche der verschiedenen Sorptionskörper aus Indium besteht. Grundlegend für die Berechnung ist die Gesamtoberfläche A_{Sor} des Sorptionskörpers. Mit der Anzahl von neun Kupplungskugeln für jede Kupplung, der Ringbreite Δr und der Anzahl Kupplungsscheiben n errechnet sich die Oberfläche des Indiumrings nach Gleichung

$$A_{\text{In}} = 9 \cdot (n - 1) \cdot (\pi(r + \Delta r)^2 - \pi r^2) \quad (110)$$

Der prozentuale Anteil p errechnet sich nach

$$p = \frac{A_{\text{In}} \cdot 100}{A_{\text{Sor}}} \quad (111)$$

Die nachfolgenden Zahlen für die Oberflächen sind aus dem Kapitel zur Auslegung der Sorptionskörper übernommen. Untersucht wurden Ringbreiten zwischen 0 mm und 1 mm. In nachstehender Abbildung sind die Ergebnisse für einen 2-, 3- und 8-Scheiben Sorptionskörper dargestellt.

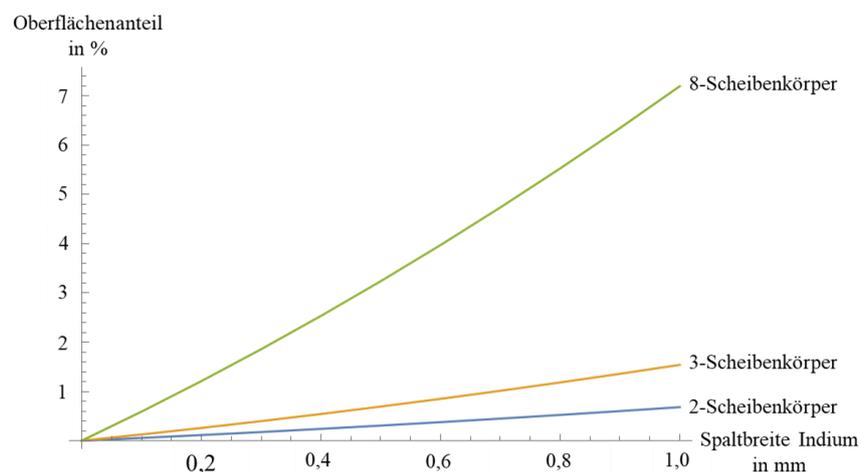


Abbildung 6-8 Prozentualer Anteil der Indiumoberflächen auf die Gesamtoberflächen mit 2-, 3-, und 8-Scheiben Sorptionskörper in Abhängigkeit der Breite des Indiumspalts

Die Ergebnisse zeigen, dass der prozentuale Anteil des 2-Scheibenkörpers am geringsten ist. Mit zunehmender Scheibenanzahl und zunehmender Ringfläche wird der leicht progressive Verlauf der Oberflächenverhältnisse ungünstiger. Hierfür gibt es zwei Erklärungen. Zunächst bedeutet eine geringe Anzahl an Scheiben auch eine geringe Anzahl an Kupplungskugeln, zudem werden die Transferkörperscheiben mit weniger Scheiben höher und besitzen bei vergleichbaren Radien deutlich größere Mantelflächen je Scheibe. Fertigungsversuche haben gezeigt, dass die Ringbreite des Indiums bei ca. 0,3 mm liegt.

Weiterhin wurde untersucht, wie deutlich sich die Sorptionseigenschaften von Indiumoxid und Siliziumoxid auf die Messunsicherheitsberechnungen auswirken. Hierzu wurden zwei pessimistische Annahmen getroffen. Annahme 1 geht davon aus, dass die Ringbreite um $\pm 0,1$ mm variiert. Annahme 2 geht davon aus, dass sich die Oberflächeneigenschaften der

beiden metallischen Oxidverbindungen um ca. 10 % unterscheiden. Beide Annahmen werden als Rechteckverteilungen angenommen. Hieraus ergibt sich eine analytische Darstellung für die Berechnung der Messunsicherheit für einen Erweiterungsfaktor von $k = 2$ zu:

$$U_{Dr}(k = 2) = 2 \cdot \frac{\sqrt{3}}{6} (p_{0,4} - p_{0,2}) \cdot 0,1 \text{ mm} \quad (112)$$

Hierin sind $p_{0,4}$ die prozentualen Anteile der Indiumoberfläche bei einer Ringbreite von 4 mm und $p_{0,2}$ die prozentualen Anteile der Indiumoberfläche bei einer Ringbreite von 2 mm.

Tabelle 6-8 Prozentualer Anteil der Indiumoberfläche an der Gesamtoberfläche der 2-, 3-, und 8-Scheibenkörper sowie die prozentuale Sensitivität der Sorptionseigenschaften zwischen Indium und Silizium

Anzahl Scheiben	Oberflächen- anteil in %	Sorptionseigenschaften		
		Sensitivität in %	Spanne Sensitivität in %	U (k = 2) in %
2	0,18	0,018	0,012	0,007 275
3	0,39	0,039	0,028	0,016 369
8	1,86	0,189	0,132	0,076 387

Mit ca. 2 % ist der Anteil der Indiumoberfläche an der Gesamtoberfläche des 8-Scheibenkörpers hoch. Diese Anteile nehmen mit abnehmender Scheibenanzahl deutlich ab. Wichtiger ist jedoch die Frage, wie sich die Sorptionseigenschaften auf die Messunsicherheit der Masseanteile auswirken.

Die Untersuchung zeigt, dass die Messunsicherheit der Sorptionseigenschaften trotz der pessimistischen Annahmen unter einem Prozent bleibt. Diese Abschätzungen decken sich mit den Werten von [Schw93]. Wegen der zu erwartenden geringen Auswirkungen auf die Messergebnisse können diese Einflüsse daher für die weiteren Betrachtungen vernachlässigt werden.

6.4 Präzisionsbearbeitung und Montage des Hohlkörpers

Spezielles Augenmerk lag auf der bestmöglichen Halbzeugfertigung des Hohlkörpers. Neben den Geometrieparametern wurde parallel auch die Masseentwicklung überwacht. Für die Massekontrolle wurde dem Fertigungspartner eine kalibrierte Siliziumkugel mit der Nennmasse 1 kg und eine Präzisionswaage (Sartorius MSE 22035-100-DE) zur Verfügung gestellt.

Die Bauteile des Hohlkörpers (Hohlzylinder und Deckel) wurden zunächst mit einer Nennmasse von 1 kg gefertigt. In mehreren Iterationsschritten wurde die Geometrie des Deckels für eine bestmögliche Haftverbindung mit 100In Lot angepasst. Dieses Lot wurde zuvor bereits für die Befestigung von Kupplungskugeln und Scheiben erprobt. Die Masse des Deckels wurde anschließend um die abgeschätzte Masse an eingebrachten Indium verringert. Hierfür wurde die Höhe des Deckels verringert und für die Verbesserung der Lotverbindung

eine 45 °-Fase eingearbeitet. Die Ergebnisse der einzelnen Prozessschritte sind in Abbildung 6-9 dargestellt.

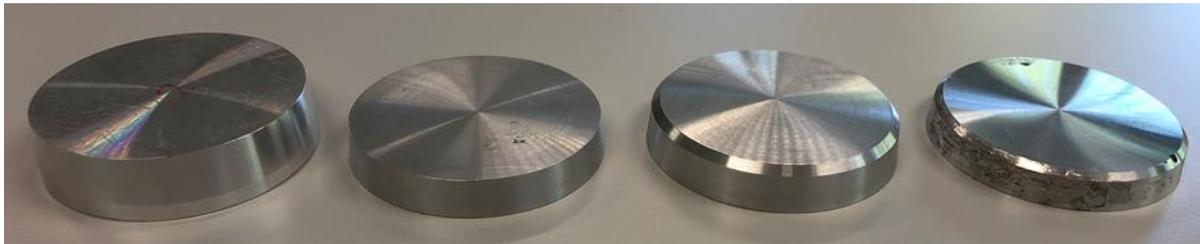


Abbildung 6-9 Evolution des Deckels für eine optimale Verbindung des Hohlzylinders. Von links nach rechts in die Verringerung der Höhe sowie eine eingearbeitete Fase zu erkennen

Die anschließende Verbindung der Bauteile erfolgte in einer Kombination aus Kaltverschweißen und Schmelzvorgang unter Vakuumbedingungen.

Die Abbildung 6-10 zeigt die Aufhängung des Hohlzylinders an Stahldrahtlitzen [Eres22] in einer Hochvakuumkammer. Senkrecht unter dem Hohlzylinder ist der Deckel auf einer Heizplatte positioniert. Zur seitlichen Stabilisierung bei der Absenkung des Hohlzylinders sind vier Kunststoffzapfen auf Höhe des Deckels angebracht. Nachdem der Deckel mit der erforderlichen Menge an gewalztem Indium ummantelt worden war, wurde der Hohlzylinder im Vakuum ($1 \cdot 10^{-5}$ mbar) auf den Deckel abgesenkt. Aufgrund der konischen Geometrie drückte der Deckel sich während der Heizphase zentrisch in den Hohlzylinder.

Das aufgeschmolzene Lot wurde primär in den Hohlraum des Hohlzylinders gedrückt und sammelt sich in der umlaufenden Fase der Deckelinnenseite. An der Außenseite des Deckels entstand ein ebener Abschluss des Indiumrings, da der Hohlzylinder mit seiner Deckelseite, wie in Abbildung 6-10 dargestellt, direkt auf der Heizplatte aufliegt und so ein seitliches Auslaufen des Indiums verhindert wird.

Für eine gleichmäßige Wärmeverteilung wurde der Hohlzylinder mit einem einseitig selbstklebenden Polyimid-Heizelement [Ther17] umwickelt. Der Temperaturverlauf wurde über Temperaturfühler sowohl auf dem Hohlzylinder als auch am Tisch der Heizplatte überwacht. Nach der Heizphase dauerte es etwa 15 min, in denen das Lot erstarrt und der Hohlzylinder fest mit dem Deckel verbunden war.



Abbildung 6-10 Aufbau zur Montage von Hohlzylinder und Deckel in einer Hochvakuumkammer. Zu sehen ist der aufgehängte Hohlzylinder über dem auf einer Heizplatte positionierten Deckel

Anschließend wurde die Gasdichtigkeit des Hohlkörpers mittels eines mit Wasser gefüllten Exsikkators überprüft. Die Evakuierung erfolgte dabei über eine angeschlossene Vakuumpumpe. Bei einem gasdichten Hohlkörper sollte keine Blasenbildung zu erkennen sein.

Wären bei dieser Überprüfung Gasblasen aufgestiegen hätte der Hohlkörper erneut abgedichtet werden müssen. Hierfür wurde vorsorglich ein Belüftungszugang in Form einer Kanüle zwischen Indiumblech und Deckel vorgesehen. Durch diesen Notfallzugang hätte ein potenzieller Druckaufbau im Inneren vermieden und der Hohlkörper auf einer Heizplatte erneut erhitzt werden können, bis das Indium sich verflüssigt und der Deckel abgenommen werden könnte.

6.5 Praktische Überprüfung der Handhabung für die gewählte Reinigungsmethode

Die Reinigung aller in dieser Arbeit beschriebenen Transferkörper erfolgt nach der etablierten Reinigungsmethode für Siliziumkugeln (Kapitel 1.4). Für die Reinigung einer Siliziumkugel werden Dreibeine mit PEEK-Auflageflächen verwendet. In einer praktischen Überprüfung wurde die Unbedenklichkeit für die Nutzung bei den geplanten Untersuchungen nachgewiesen. Dabei zeigte sich die Lagerung der Scheiben auf einem Dreibein als sicher und geeignet. Die Reinigung der Kupplungskugeln und Indium-Oberflächen konnten ohne weiterführende Maßnahmen sicher durchgeführt werden. Nachstehende Abbildung zeigt die zwei zentrale Prozessschritte der verwendeten Reinigungsmethode.



Abbildung 6-11 Praktische Überprüfung der Reinigungsmethode mit gefertigtem 2-Scheibenkörper. Links: Reinigung mit speziellem Tuch getränkt mit Reinigungslösung, rechts: Überspülen der auf einem Dreibein gelagerten Grundscheibe des 2-Scheibenkörpers mit destilliertem Wasser

7 Berechnung der Fertigungsgenauigkeit und der Messunsicherheit durch Monte-Carlo-Simulation

Die Berechnung der Fertigungsgenauigkeit und der Messunsicherheit (MU) für die maßgeblichen Messgrößen Masse, Oberfläche und Volumen aller Transferkörper erfolgte durch Einsatz eines Monte-Carlo-Verfahrens (MC-Verfahren) nach den Vorgaben des GUM Supplement 1 [JCGM08]. Im Gegensatz zur Durchführung einer analytischen Messunsicherheitsbetrachtung entsprechend GUM [GUM108], lassen sich durch Simulationsverfahren Korrelationen vollständig und vergleichsweise einfach bestimmen. Unterschieden werden bekannte und unbekannte systematische, sowie zufällige Abweichungen. Zu den bekannten systematischen Abweichungen zählen Effekte, die beispielsweise auftreten, wenn bei einer Messung von der Standardtemperatur [ISO116] abgewichen wird, sofern dies einen Einfluss auf das Messergebnis hat. Unbekannte systematische Abweichungen werden verursacht durch immer in der gleichen Weise wirkende Effekte, die aber noch nicht verstanden oder quantifizierbar bekannt sind. Hierzu gehören beispielsweise die Zunahme von Oberflächenkontaminationen nach der letzten Reinigung [Beye20] oder Temperaturverläufe, die während eines bestimmten Zeitraums auftreten. Zufällige Abweichungen sind unvorhersagbare Streuungen der Messergebnisse, wie sie beispielsweise bei, um systematische Effekte korrigierten, Wiederholungsmessungen auftreten. Wichtig ist, dass alle Eingangsgrößen auf SI-Einheiten rückgeführt werden. Nur so lassen sich Abweichungen einfach miteinander vergleichen. Nach den Vorgaben der OIML [OIML04] und den Untersuchungen von Härtig [Haer12] sind bekannte systematische Abweichungen der Messergebnisse zu korrigieren und nicht der Messunsicherheit zuzuordnen.

7.1 Bestimmung der Fertigungsgenauigkeit und der MU durch Simulation

Die Bestimmung einer Fertigungsgenauigkeit bzw. einer Messunsicherheit durch numerische Simulation lässt sich als virtuelles Experiment beschreiben. In Analogie zum realen Experiment beeinflussen dabei variierende Einflüsse innerhalb einer Messreihe die zu ermittelnden Messgrößen. Grundlage für die Simulation, z. B. Monte-Carlo-basiert, bildet ein mathematisch-physikalisches Modell der Bestimmung einer bestimmten Messgröße unter Berücksichtigung der Variation aller signifikanten Einflussgrößen.

Gegenüber der Aufstellung einer klassischen, analytischen Messunsicherheitsbilanz nach OIML [OIML04] hat das Simulationsverfahren nach dem GUM Supplement 1 [JCGM08] erhebliche Vorteile, was sich bei der Simulation für Transferkörper im besonderen Maße bei den zu beobachtenden Größen Masse, Volumen und Oberfläche auswirkt und im Folgenden beschrieben wird.

Grund sind die komplexen nichtlinearen Gleichungen zur Beschreibung der Messgrößen Oberfläche Gleichung (11), Volumen Gleichung (14) und Masse Gleichung (17), mit denen die einzelnen Transferkörper unter Berücksichtigung der Fasen und Kupplungskugeln analytisch beschrieben werden. So entfallen für die Berechnung die notwendigen Ableitungen, wie sie zur Bestimmung von Sensitivitätskoeffizienten notwendig sind. Korrelationen zwischen den Messgrößen werden über die Gleichungen des mathematischen Modells auf einfache Weise

berücksichtigt. Ergebnis ist eine realitätsnahe Häufigkeitsverteilung (probability density function: PDF), mit der sich ein Überdeckungsintervall, dessen Grenzen und der Erweiterungsfaktor berechnen lassen. Der schematische Ablauf einer Simulation ist in Analogie zu [JCGM08] in Abbildung 7-1 dargestellt.

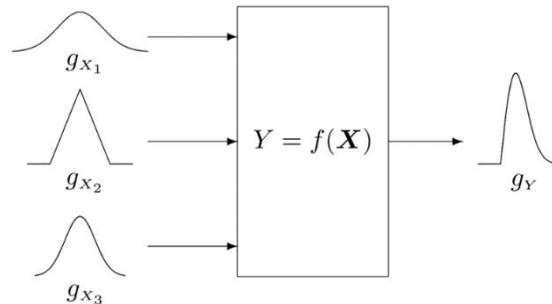


Abbildung 7-1 Veranschaulichung der Verteilungen für $n = 3$ unabhängige Eingangsgrößen X mit den entsprechenden Streuungen g_{x_n} , GUM JCGM 101:2008, modifiziert

Hierbei ist Y die gesuchte Messgröße, die sich aus dem mathematischen Modell $f(X)$ unter Verwendung der Eingangsgrößen X berechnen lässt. Bei jedem Simulationslauf werden die Eingangsgrößen anhand ihrer zugrundeliegenden PDF g_{x_1}, \dots, g_{x_3} zufällig gewürfelt. Die gesuchte Messgröße erhält dadurch eine individuelle und oftmals asymmetrische PDF g_y .

Für die Messgrößen Masse und Volumen lassen sich durch die Simulation die erzielbaren Fertigungsgenauigkeiten berechnen. Als Eingangsgrößen für die Geometrieparameter der Scheiben inklusive der Fasen und Kupplungskugeln können die vom Hersteller angegebenen Fertigungstoleranzen, da es sich um ein Intervall mit Ober- und Untergrenze handelt, als gleichverteilt angenommen werden.

Die Messunsicherheit für die Messgröße Oberfläche lässt sich aus den Kalibrierwerten geometrischer Messungen berechnen. Die Eingangsgrößen der Scheiben und Fasen werden dabei als normalverteilt angenommen. Die Kupplungskugeln selbst werden nicht gemessen. Ihre Eingangsgrößen ergeben sich aus den Herstellertoleranzangaben und werden daher als gleichverteilt angenommen.

Für alle drei gesuchten Messgrößen kann die Materialdichte aus vorliegenden Kalibrierwerten als normalverteilt angenommen werden. Die Variation der Temperatur während der Fertigung oder der Messung kann als gleichverteilt angenommen werden.

Tabelle 7-1 gibt einen Überblick über die Verteilungsfunktionen der zu berücksichtigenden Eingangsgrößen.

Tabelle 7-1 Verteilungsfunktionen und Standardabweichung der Eingangsgrößen für eine Masse von 1 kg

Eingangsgröße	Fertigung		Messung	
	Std. Abweichung	Verteilungsfunktion	Std. Abweichung	Verteilungsfunktion
Scheibenradius d_r in m	10^{-4}	gleichverteilt	$0,8/2 \cdot 10^{-6}$	normalverteilt
Scheibenhöhe d_h in m	10^{-4}	gleichverteilt	$0,8/2 \cdot 10^{-6}$	normalverteilt
Kupplungskugeln r_{cal} in m	$0,5 \cdot 10^{-6}$	gleichverteilt	$0,5 \cdot 10^{-6}$	gleichverteilt
Fase Schenkelmaß a_{cha} in m	$0,5 \cdot 10^{-4}$	gleichverteilt	$0,5 \cdot 10^{-6}$	normalverteilt
Fasenwinkel α in Grad	$\pi/180 \cdot 0,5$	gleichverteilt	$0,1 \cdot \pi/180 \cdot 0,5$	normalverteilt
Temperatur T in °C	2,0	gleichverteilt	0,2	gleichverteilt
Materialdichte ρ in kg/m³	$0,5 \cdot 1,3^*$ $0,5 \cdot 2,0^{**}$	normalverteilt	$0,5 \cdot 1,3^*$ $0,5 \cdot 2,0^{**}$	normalverteilt

*gültig für Siliziumdichte von 8-Scheibenkörper, 3-Scheibenkörper, 2-Scheibenkörper
**gültig für effektive Dichte von 3-Scheiben-Inlaykörper, Hohlkörper

Der Ablauf einer MC-Simulation ist in Abbildung 7-2 dargestellt. Die erforderlichen Programme wurden in der Programmiersprache Mathematica Version 12 [Math12] geschrieben, die für die Durchführung der Berechnungen qualifizierte Funktionen bereitstellt.

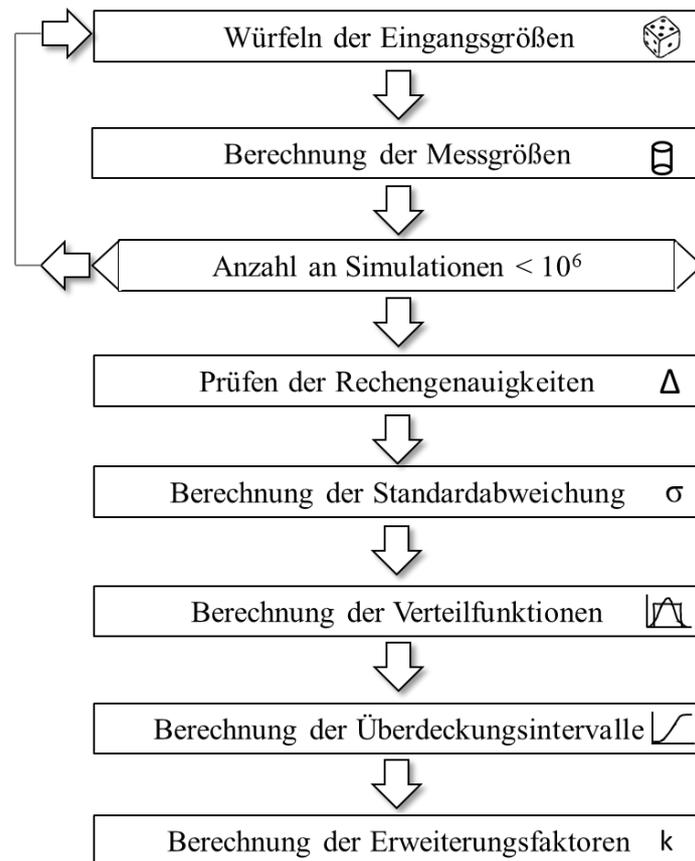


Abbildung 7-2 Ablaufplan einer MC-Simulation zur Ermittlung der Fertigungsgenauigkeit bzw. Messunsicherheit

Vor jedem Simulationsdurchlauf müssen zunächst Werte der Eingangsgrößen unter Berücksichtigung ihrer Häufigkeitsdichteverteilung gewürfelt werden. Bei Gleichverteilungen sind die unteren und oberen Bereichsgrenzen für die Funktion *RandomReal*[] anzugeben. Bei normalverteilten Eingangsgrößen sind für die Funktion *RandomVariate*[*NormalDistribution*[]] die Eingaben der Standardabweichung erforderlich [Math12].

Im nächsten Simulationsschritt können die Messgrößen für Masse, Volumen und Oberfläche berechnet und deren Werte zur späteren statistischen Auswertung gespeichert werden.

Entsprechend der Empfehlungen des GUM Supplement 1 [JCGM08] sind 10^6 Simulationsdurchläufe durchzuführen. In einem weiteren Schritt kann die Zuverlässigkeit der Ergebnisse überprüft werden. Grundlage sind Empfehlungen, die auch für adaptive Abbruchkriterien eingesetzt werden [West79]. Hierbei wird die Änderung der letzten beiden zweifachen Standardabweichungen zugrunde gelegt. Unterschreitet diese mit zunehmender Anzahl an Simulationen die gewünschte Fertigungsgenauigkeit bzw. Messgenauigkeit, so wird angenommen, dass genügend Simulationen durchgeführt wurden.

Die erforderliche Mindestgenauigkeit für das adaptive Abbruchkriterium δ ergibt sich aus nachfolgender Gleichung [JCGM08]

$$\delta = \frac{1}{2} \cdot 10^{-l}. \quad (113)$$

l entspricht hierin der Anzahl an Nachkommastellen für die gewünschte Fertigungsgenauigkeit bzw. Messunsicherheit.

Weiterhin werden die Standardabweichungen benötigt, die sich anhand der Messwerte aus der Funktion *StandardDeviation[]* oder nach

$$\sigma_n = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}. \quad (114)$$

errechnen lassen. Die Differenz zweier aufeinander folgender Standardabweichungen ergibt sich aus

$$\Delta\sigma = 2|\sigma_n - \sigma_{n-1}| \quad (115)$$

Die Simulation erzeugt ein vertrauenswürdigen Ergebnis, wenn die Bedingung

$$\Delta\sigma \leq \delta \quad (116)$$

erfüllt ist.

Für die ermittelte Masse lässt sich beispielsweise eine Standardabweichung im Bereich von 10^{-8} kg ansetzen. Dieser Wert entspricht der Genauigkeit heutiger Realisierungen für ein Massennormal mit der Nominalmasse von 1 kg [BIPM19]. Für die Mindestgenauigkeit der Simulation ergibt sich daher ein Wert von etwa $0,5 \cdot 10^{-8}$ kg.

Als Ergebnis aller Simulationen ergibt sich eine Verteilung über alle ermittelten Werte. Vorteil der Simulation ist hierbei, dass eine realitätsnahe Darstellung der oftmals asymmetrischen Verteilung erstellt wird. Gefordert ist eine Überdeckung von 95 %. Die Funktion *EmpiricalDistribution[]* berechnet hierzu aus den vorliegenden Werten eine Approximationsfunktion zur Beschreibung einer Häufigkeitsverteilung. Anschließend werden die Bereichsgrenzen der unteren und oberen je 2,5 % des Überdeckungsbereiches über die Funktion *Quantile []* berechnet [Math12].

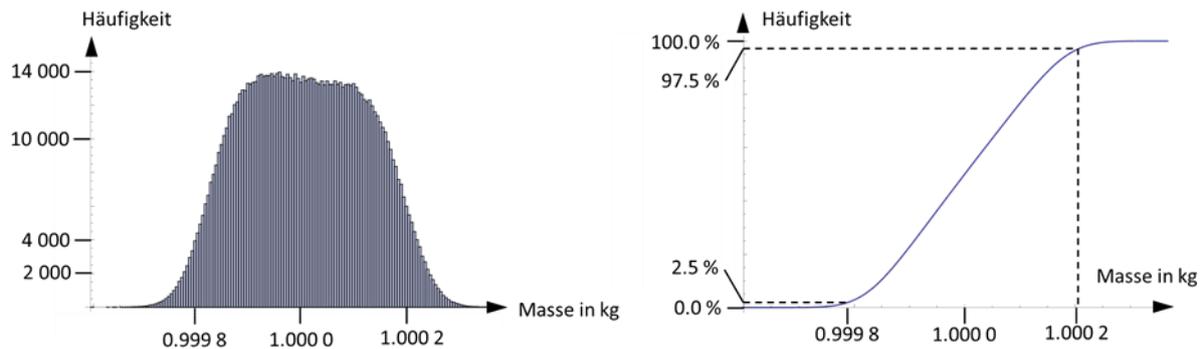


Abbildung 7-3 Häufigkeitsverteilung (links) und Verteilungsfunktion (rechts)

In Abbildung 7-3 sind eine Häufigkeitsverteilung und eine Verteilungsfunktion dargestellt. Die asymmetrische Häufigkeitsverteilung weist im mittleren Teil ein Plateau auf. Zum Rande hin entspricht die Funktion einer Normalverteilung. Über die Verteilungsfunktion können die Grenzwerte identifiziert werden, in denen die Werte zwischen 2,5 % und 97,5 % liegen. Diese Grenzwerte sind Grundlage für die Berechnung des Überdeckungsbereiches, in dem 95 % aller Messwerte liegen.

Im letzten Schritt erfolgt die Berechnung des Erweiterungsfaktors k aus den Bereichsgrenzen des Überdeckungsintervalls und aus der Standardabweichung, dargestellt am Beispiel für die Masse

$$k = \frac{m_{\text{high}} - m_{\text{low}}}{2 \cdot \sigma_m} \quad (117)$$

Am Beispiel der ermittelten Masse der Transferkörper ergaben sich folgende Werte

Tabelle 7-2 Ermittelte Werte durch beispielhafte Masse der Transferkörper

Standardabweichung σ	0,000 115 978 kg
Minimalwert der Simulation m_{low}	0,999 596 565 kg
Grenzwert bei 2,5 % $m_{2,5}$	0,999 796 086 kg
Grenzwert bei 97,5 % $m_{97,5}$	1,000 210 541 kg
Maximalwert der Simulation m_{high}	1,000 381 496 kg
Erweiterungsfaktor k	1,79

7.2 Ergebnisse der Simulation

Nachfolgend werden die geometrische Auslegung der Transferkörper sowie die Ergebnisse der Messunsicherheitsberechnungen für Masse, Volumen und Oberfläche vorgestellt. Zunächst zeigt Tabelle 7-3 die Steuerung der Eingangsparameter als Grundlage der Monte-Carlo-Simulation.

Tabelle 7-3 Eingangsparameter aus Zwischenergebnissen der geometrischen Parameter für Monte-Carlo-Simulation

Transferkörper	Anzahl Scheiben	Anzahl Kupplungskugeln	Radius in m	Höhe in m	Dichte in kg/m ³
8-Scheibenkörper Auflagescheiben	8	63	0,042 391 211 39	0,008 709 822 23	2 328,8
8-Scheibenkörper Grundscheibe			0,042 391 211 44	0,015	
3-Scheibenkörper Duplexkörper	3	18	0,043 414 7	0,024 167 1	
Inlaykörper Auflagescheiben	2	9	0,039 769 761 44	0,043 207 117 07	
Inlaykörper Grundscheibe	3	18	0,034	0,030 187 050 25	3 024,78
Hohlkörper	1	0	0,045	0,030 658 832 15	
				0,101 613	1 547,11

Folgende Parameter [Mazu05, Bart09] sind über alle Berechnungen als konstant anzusehen:

Radius der Kupplungskugeln = 0,002 m

Schenkelmaß der Fasen = 0,000 5 m

Fasenwinkel = 45°

Thermischer Ausdehnungskoeffizient (CTE) = 10⁻⁶ m

In den angeführten Beispielen werden nominelle Geometrieparameter für Scheibenradius, Scheibenhöhe und Durchmesser der Kupplungskugeln eingesetzt. Tabelle 7-4 zeigt die Ergebnisse der Simulationen mit Standardabweichung σ , die, um Rundungsfehler zu vermeiden, mit einer höheren rechnerischen Stellenanzahl angegeben wird, erweiterter Messunsicherheit von 95 %, U_{95} , und zugehörigem Erweiterungsfaktor k für Transferkörper aus natürlichem Silizium mit einer Nominalmasse von 1 kg.

Tabelle 7-4 Ergebnisse der Monte-Carlo-Simulation für Masse, Volumen und Oberfläche der einzelnen Transferkörper

Transferkörper	Masse in kg $\sigma/U_{95}/k$	Volumen in m³ $\sigma/U_{95}/k$	Oberfläche in m² $\sigma/U_{95}/k$
8-Scheibenkörper	$m = 1,000$	$V = 0,000\ 429$	$A = 0,110\ 101$
	$\sigma = 0,006\ 65$	$\sigma = 0,000\ 002\ 86$	$\sigma = 0,000\ 003\ 55$
	$U_{95} = 0,024$	$U_{95} = 0,000\ 010$	$U_{95} = 0,000\ 013$
	$k = 1,82$	$k = 1,82$	$k = 1,96$
3-Scheibenkörper	$m = 1,000$	$V = 0,000\ 429\ 4$	$A = 0,055\ 050\ 2$
	$\sigma = 0,003\ 57$	$\sigma = 0,000\ 001\ 534$	$\sigma = 0,000\ 001\ 423$
	$U_{95} = 0,013$	$U_{95} = 0,000\ 005\ 8$	$U_{95} = 0,000\ 005\ 6$
	$k = 1,90$	$k = 1,90$	$k = 1,96$
2-Scheibenkörper	$m = 1,000$	$V = 0,000\ 429\ 4$	$A = 0,041\ 287\ 7$
	$\sigma = 0,003\ 20$	$\sigma = 0,000\ 001\ 374$	$\sigma = 0,000\ 000\ 934$
	$U_{95} = 0,012$	$U_{95} = 0,000\ 005\ 0$	$U_{95} = 0,000\ 003\ 7$
	$k = 1,82$	$k = 1,82$	$k = 1,96$
Inlaykörper	$m = 1,000$	$V = 0,000\ 330\ 7$	$A = 0,041\ 086\ 1$
	$\sigma = 0,003\ 89$	$\sigma = 0,000\ 001\ 287$	$\sigma = 0,000\ 001\ 165$
	$U_{95} = 0,014$	$U_{95} = 0,000\ 004\ 8$	$U_{95} = 0,000\ 004\ 6$
	$k = 1,85$	$k = 1,85$	$k = 1,96$
Hohlkörper	$m = 1,000\ 0$	$V = 0,000\ 646\ 4$	$A = 0,041\ 287\ 7$
	$\sigma = 0,002\ 629$	$\sigma = 0,000\ 001\ 699$	$\sigma = 0,000\ 000\ 624$
	$U_{95} = 0,009\ 0$	$U_{95} = 0,000\ 005\ 8$	$U_{95} = 0,000\ 002\ 4$
	$k = 1,71$	$k = 1,71$	$k = 1,96$

7.3 Validierung des Simulationsverfahrens

Eine Validierungsstrategie zur Bestimmung der Messunsicherheit ist ein zentraler und unverzichtbarer Bestandteil eines Simulationsverfahrens. Dieses muss geeignet sein die korrekte mathematisch-physikalische Modellierung eines Messprozesses sowie die vollständige Erfassung und richtige Abschätzung der Einflussparameter sowie deren zugeordnete Wahrscheinlichkeitsdichtefunktionen zu bestätigen. Dabei darf die Berechnung der Messunsicherheit in keinem Fall den Wert, der bei der Validierungsmessung ermittelt wurde, unterschreiten. Auf der anderen Seite führt eine deutlich zu groß abgeschätzte Messunsicherheit ebenfalls zu einem unklaren Ergebnis, auch wenn diese auf einer vermeintlich sicheren Seite liegt.

Bekannterweise wird für die Validierung ein zweites vollkommen unabhängiges Verfahren gewählt, mit dem die Messgrößen sowie deren zugeordnete Fertigungstoleranzen bzw. Messunsicherheiten ermittelt werden [BIPM19, Woeg99]. Dabei sind die Messbedingungen so

zu wählen, dass diese vollständig innerhalb der spezifizierten Eingabewerte liegen. Eine Vergleichsmessung kann somit als Stichprobe angesehen werden, die innerhalb der angegebenen Spezifikationen liegt. Im Zweifel können auch weitere Messungen mit variierenden Rahmenbedingungen durchgeführt werden.

In Analogie zu Vergleichsmessungen werden die Ergebnisse durch die Berechnung eines Äquivalenzwertes, auch E_n -Faktor [Haer12, DINE10] genannt, bewertet. Nach Gleichung (118) ist die Vergleichbarkeit gewährleistet, wenn die Differenz zwischen der Beobachtungsgröße und dem Referenzwert innerhalb der zugeordneten erweiterten Messunsicherheiten liegt. Der Betrag des Äquivalenzwertes muss hierzu kleiner gleich eins sein. Der E_n -Faktor bezieht sich dabei auf ein Überdeckungsintervall von 95 %. Hier zeigt sich die Stärke von Simulationsverfahren. Der Überdeckungsbereich für die Beobachtungsgröße wird realitätsnah aus der vorhandenen Verteilung ermittelt. Im Gegensatz dazu wird der Referenzwert näherungsweise als ideale Normalverteilung angenommen.

$$|E_n| = \left| \frac{x_i - x_{ref}}{\sqrt{U_{i,95}^2 + U_{ref,95}^2}} \right| \leq 1 \quad (118)$$

- E_n Äquivalenzwert der normalisierten Abweichung, auch E_n -Faktor
- x_i Beobachtungsgröße
- x_{ref} Referenzwert
- $U_{i,95}$ erweiterte Messunsicherheit der Beobachtungsgröße für ein Überdeckungsintervall von 95 %
- $U_{ref,95}$ erweiterte Messunsicherheit des Referenzwerts für ein Überdeckungsintervall von 95 %

Die Messunsicherheit der gefertigten Transferkörper kann z. B. einfach durch Wägung validiert werden. Dies wird im Folgenden an dem 8-Scheibenkörper gezeigt. Seine Masse wird zunächst durch das Simulationsverfahren errechnet. Eingangsgrößen sind die Messergebnisse der Scheibenradien und Scheibenhöhen aus der Koordinatenmesstechnik. Die Werte für die Kalottenkugeln stammen aus den Herstellerangaben, die Dichte sowie der Ausdehnungskoeffizient aus Kalibrierwerten und die Temperaturschwankungen aus den verwendeten rückgeführten Thermometern. Die Ergebnisse werden in diesem Beispiel einer Wägung mit Massen der Genauigkeitsklasse F1 [Glae91] gegenübergestellt.

Eingangswerte für die Simulation sind

$$r = 0,042\ 39\ (0,000\ 10)\ \text{m}$$

$$h = 0,008\ 71\ (0,000\ 10)\ \text{m}$$

$$r_{\text{cpl}} = 0,002\ 000\ (0,000\ 001)\ \text{m}$$

$$a_{cha} = 0,000\ 50\ (0,000\ 10)\ \text{m}$$

$$\alpha_{cha} = 45^\circ$$

$$\rho = 2\ 328,8\ \text{kg/m}^3$$

$$T = 19,8\ ^\circ\text{C} - 20,2\ ^\circ\text{C}$$

$$CTE = 10^{-6}\ \text{m}$$

Der simulierte 8-Scheibenprüfkörper hat die Masse von 1 kg. Aus der Simulation ergab sich eine Standardabweichung von 0,000 046 kg.

Verglichen werden diese Werte gegen einen (in diesem Beispiel fiktiven) Wägeprozess, dessen Massewert mit 1,000 089 kg angenommen wird. Der Wert aus der Simulation beträgt 1,000 000 kg. Für die gewählte Waage werden zur Abschätzung deren Messunsicherheit die Bereichsgrenzen von Klasse F1 Gewichtsstücken angenommen. Hierbei darf die Bereichsfehlergrenze (Maximum Permissible Error: MPE) von $\pm 5\ \text{mg}$ nicht überschritten werden. Dieser MPE-Wert wird als gleichverteilt angenommen. Nach [OIML04] kann durch den Faktor von $1/\sqrt{3}$ ein adäquater Wert für eine Messunsicherheit ($k = 2$) berechnet werden. Die zugehörige Standardabweichung ergibt sich dann durch weitere Division durch zwei.

Für die nachfolgende Berechnung kann der Simulationsprozess als Referenz genommen werden. So ergibt sich für die einzusetzenden Werte

$$m_{ref} = 1,000\ 089\ \text{kg}$$

$$m_i = 1,000\ 000\ \text{kg}$$

$$u_{ref} = 1/\sqrt{3}/2 \cdot 0,000\ 005\ \text{kg} = 0,000\ 001\ 4\ \text{kg}$$

$$u_i = 0,000\ 046\ \text{kg}$$

Als Ergebnis erhält man einen E_n -Wert von

$$E_n(k = 2) = 0,97 < 1 \quad (119)$$

Nach [Haer12, Woeg99] sind die beiden Werte übereinstimmend, wenn der E_n -Wert kleiner eins ist. Mit diesem E_n -Wert ist das Vertrauen in die Simulation hergestellt. Grundsätzlich gilt, dass mit kleiner werdendem E_n -Wert Simulation und Stichprobe einer realen Messung näher aneinander liegen.

Die Validierung des Volumens kann analog durch einen Vergleich mit einer realen Volumenmessung z. B. durch hydrostatische Wägung durchgeführt werden.

Deutlich aufwändiger wäre eine Validierung der Oberfläche. Hierzu müssten geeignete Verfahren aus dem Bereich der taktilen und oder optischen 2D/3D Längenmesstechnik angewandt werden, um signifikante Formabweichungen bei den Scheibenflächen oder den Kupplungskugeln zu identifizieren. Die Fertigungsverfahren weisen jedoch eine so hohe Stabilität und Genauigkeit auf, dass hierzu lediglich eine Scheibe überprüft werden müsste. Ein signifikanter Einfluss durch Rauheiten kann aufgrund der polierten Oberflächen ebenso

ausgeschlossen werden. Indirekt zeigt die Validierung aus den Massevergleichen, ob die Abschätzung der Messunsicherheit für die Flächen zuverlässig ist.

7.4 Abschätzung der MU für Längenmessungen zur Bestimmung der Masse im μg -Bereich

Die numerische Simulation findet auch Verwendung, um die Größen erforderlicher Eingabeparameter zu ermitteln, damit notwendige Fertigungstoleranzen bzw. gewünschte Messunsicherheiten eines Messobjektes oder eines Fertigungs- bzw. Messverfahrens erreicht werden können. In diesem Abschnitt wird beispielhaft untersucht, welche Eingangsparameter eines 8-Scheiben Transferkörpers notwendig wären, um seine Masse mit einer relativen Messunsicherheit von ca. 10^{-8} zu erreichen.

Dass die Masse sich mit einer relativen Messunsicherheit von ca. 10^{-8} über geometrische Messungen bestimmen lässt, ist seit der Neudefinition des internationalen Einheitensystems *Système international d'unités* (SI) [BIPM19] etabliert. Grundlage sind monokristalline Siliziumkugeln aus isopenangereichertem Silizium ^{28}Si [Fuji16]. Hierzu wird die Anzahl der Atome bestimmt, die sich in einer ca. 1 kg schweren Kugel mit Formabweichungen im Nanometerbereich befinden. Die Anzahl der Atome wird dabei rechnerisch aus dem Volumen und der Kenntnis des Atomgitters bestimmt. Die Oberflächentopografie und der Durchmesser sind neben weiteren Einflussfaktoren weitere Parameter, auf die hier nicht eingegangen wird. Die Geometrieparameter werden mit einem speziellen Kugelinterferometer (KIF) ermittelt. Die Messunsicherheit der Geometrieparameter liegt dabei im Bereich von ca. 10^{-10} m.

Im Nachfolgenden wird das entwickelte Simulationsverfahren genutzt, um eine grobe Einschätzung zu bekommen, ob es mit heutigen Standardverfahren möglich ist, die Masse eines Transferkörpers durch geometrische Messungen zu ermitteln. Im Gegensatz zur Realisierung der ^{28}Si -Kugeln, soll hier die Masse eines Transferkörpers aus den Parametern Volumen, Dichte und Umgebungsbedingungen berechnet werden. Einflussgrößen, wie Formabweichung der Scheiben, Oberflächenbelegung durch eine Siliziumoxidschicht und weitere, werden bei dieser Überschlagsrechnung vernachlässigt. Die Simulationen werden dabei an einem 8-Scheibenkörper durchgeführt. Für die Temperaturschwankungen um $20\text{ }^\circ\text{C}$ wurde eine Streuung von $10^{-3}\text{ }^\circ\text{C}$ angenommen. Die Messunsicherheit für die Bestimmung der Dichte wird mit $0,5\text{ kg/m}^3$ angesetzt.

Die Simulationsergebnisse zeigen, dass alle Geometrieparameter mit einer Standardabweichung für die Längen (Durchmesser und Höhen) von 10^{-11} m und die Winkel mit einer Genauigkeit von 10^{-4} Grad gemessen werden müssten, um eine Masse mit einer Standardabweichung von ca. $3 \cdot 10^{-9}$ kg zu erreichen. Diese Untersuchung lässt erkennen, dass es derzeit keine Möglichkeit gibt, die Masse aus geometrischen Messungen, bei gleichzeitig hohen Anforderungen an die resultierende Unsicherheit, zu ermitteln.

7.5 Motivation zur Ermittlung der MU auf Basis nomineller Werte

Die Simulation erlaubt in vielen Fällen die Messunsicherheit eines Messobjektes oder eines Messverfahrens bereits während der Planungsphase zuverlässig abzuschätzen [Haer09]. Voraussetzung ist, dass die Bereichsgrenzen und Standardabweichungen der Eingangsparameter bekannt sind. Auch das wird wieder für die Massebestimmung am 8-Scheibenkörper gezeigt. Variiert wurden dabei die Geometrieparameter, da die Komponente ihrer Messunsicherheit mit ca. 90 % in das Ergebnis einfließt. Für die Untersuchungen wurden dabei die Geometrieparameter für alle Höhen und Durchmesser kontinuierlich bis zum fünffachen ihrer Toleranz geändert. Dies entspricht also einem Fertigungsfehler, der um den Faktor sechs größer ist als die angegebene Fertigungstoleranz. Die erzielten Ergebnisse sind in Tabelle 7-5 zusammengefasst dargestellt

Tabelle 7-5 Einfluss von Fertigungsabweichungen auf die Masse und die zu ermittelnde Messunsicherheit eines 8-Scheibenkörpers

Aufmaß in m	Toleranz in %	Masse in kg	Standardabweichung in kg
0	100	1,000 000	0,000 046
0,1 · 10⁻⁶	200	1,015 282	
0,2 · 10⁻⁶	300	1,030 675	
0,3 · 10⁻⁶	400	1,046 179	
0,4 · 10⁻⁶	500	1,061 794	0,000 047
0,5 · 10⁻⁶	600	1,077 522	

Die Untersuchungen zeigen, dass sich die Masse des Transferkörpers durch das rechnerisch aufgebrauchte Aufmaß im Bereich von 10^{-2} kg signifikant erhöht. Interessant ist dabei, dass die Messunsicherheit, die mit zwei signifikanten Stellen im Bereich von 10^{-6} kg angegeben wird, sich selbst dann nicht ändert, wenn sich die „Fertigungsfehler“ um 400 % gegenüber der angegebenen Toleranz vergrößern. Anders ausgedrückt, auch wenn sich die Geometrieabweichungen gegenüber der getroffenen Annahme der Fertigungsgenauigkeit signifikant ändern, bleibt die Standardabweichung zur Ermittlung der Masse quasi unverändert. Diese Eigenschaft ist leicht verständlich, da sich die Standardabweichung eines Messgerätes, wie eines Koordinaten- oder Formmessgerätes, nicht signifikant ändert, wenn sich die geometrischen Abmaße nur im Bereich von 10^{-6} m ändern. Weiterhin sei angemerkt, dass grundsätzlich nur die erste signifikante Stelle für die Angabe einer Standardabweichung relevant ist. Die zweite signifikante Stelle wird nur angegeben, um Tendenzen aufzuzeigen. Daraus folgt unmittelbar, dass die Abweichungen der Abmaße noch deutlich größer abweichen könnten, ohne den Wert der Standardabweichung zu verfälschen.

Legt man diese Erkenntnis zugrunde, zeigt sich, dass sich bei Fertigungsverfahren, deren Fertigungstoleranzen zuverlässig angegeben werden, die Fertigungsgenauigkeit aus den nominellen Werten der Transferkörper final angeben lässt. Die realen Werte führen zu den gleichen Ergebnissen.

7.6 Betrachtungen spezieller Unsicherheitseinflüsse

Der entwickelte Digitale Metrologische Zwilling (D-MT) [Haer22] eignet sich auch für die theoretische Analyse zur Abschätzung von Fertigungsabweichungen an den geometrischen Bauteilen sowie für die Bestimmung individueller Messunsicherheitsbeiträge für Masse, Volumen und Dichte.

Untersucht wurden drei Fälle:

- I. notwendige Anforderung an die Fertigungs- und Messgenauigkeit zur Herstellung und zum Einsatz von TransfERNormalen mit einer Massegenauigkeit im Bereich weniger Mikrogramm
- II. erzielbare Fertigungsgenauigkeit, die mit vorhandenen Fertigungstechnologien und Messverfahren zu erwarten ist
- III. prozentualer Einfluss der Einflussgrößen

Die Untersuchungen wurden exemplarisch am 8-Scheibenkörper durchgeführt. Dieser Transferkörper eignet sich in besonderer Weise, da durch die Vielzahl der Scheiben die größten Fertigungs- und Messunsicherheitsabweichungen erwartet werden. Hieraus kann direkt eine Worst-Case-Abschätzung für alle weiteren Sorptions- und Auftriebskörper abgeleitet werden. Die Angaben zur Geometrie, wie Scheibenhöhen, Scheibendurchmesser, Fasen und Kupplungskugeln entsprechenden Daten aus dem Kapitel zur Auslegung. Jede Simulation wurde mit 1 Mio. Simulationsläufen durchgeführt.

Im I. Fall wurde untersucht, ob sich ein 8-Scheibenkörper von 1 kg Nominalmasse mit einer Genauigkeit von wenigen Mikrogramm fertigen lässt. Für diesen Fall läge die Messunsicherheit im Bereich der Realisierung der heutigen primären Massennormale aus Silizium. Dies würde idealerweise die Bestimmung systematischer Effekte der Oberflächenbelegung und des Auftriebs ohne weitere Korrekturrechnungen ermöglichen.

Für diese Untersuchung wurden alle Eingangswerte von Fertigung, Messung, Dichte, Temperatur und Ausdehnungskoeffizient iterativ so verkleinert, bis für die Streuung der Masseparameter wenige Mikrogramm erreicht wurden. Eine Lösung möglicher Eingangssparameter ist in Tabelle 7-6 aufgelistet.

Tabelle 7-6 Fall I: Eingangswerte für Fertigung, Messung und Materialeigenschaften zur Fertigung und Messung eines 8-Scheibenkörpers mit einer Genauigkeit von wenigen Mikrogramm

Einflussgröße	Standardabweichung	Verteilung
Messgerät in m	$\pm 0,000\ 000\ 000\ 1$	Normalverteilung
Fertigung in m	$\pm 0,000\ 000\ 000\ 1$	Gleichverteilung
Temperatur in K	$\pm 0,000\ 01$	Gleichverteilung
CTE in 1/K	$\pm 0,000\ 002\ 6$	Gleichverteilung
Dichte kg/m³	$\pm 0,000\ 05$	Gleichverteilung

Mit den oben genannten Eingangswerten wurden folgende Parameter für die Masse errechnet.

Tabelle 7-7 Fall I: Begleitende Parameter für die Massebestimmung

System. Abweichung in kg	- 0,000 000 000 011
Streuung in kg	0,000 000 0153

Die Ergebnisse zeigen auch eine systematische Abweichung, die zur Vollständigkeit mit aufgeführt wird. Diese liegt jedoch im Bereich weniger Nanogramm und kann daher problemlos vernachlässigt werden. Wichtig ist die errechnete Streuung von ca. 15 µg. Diese liegt, wie angestrebt, im Bereich der Standardabweichung nationaler Massenormale. Die Ergebnisse zeigen, dass weder mit vorhandenen Fertigungsverfahren noch mit den vorhandenen Messmöglichkeiten ein 8-Scheibenkörper mit einer Masseabweichung im Bereich weniger Mikrogramm gefertigt werden kann.

Im II. Fall wurde untersucht, welche Abweichungen für Masse, Volumen und Oberflächen eines 8-Scheibenkörpers zu erwarten sind. Grundlage der Untersuchungen waren die Angaben über die erwarteten Fertigungstoleranzen durch die beteiligten Hersteller. In die Überlegungen wurden auch die zu erwartenden Messunsicherheiten des Messprozesses mit aufgenommen, da durch sie die Fertigungsabweichungen ermittelt werden. Zur Vereinfachung der Eingangsparameter wurde für alle Fertigungsschritte nur die größte zu erwartende Fertigungstoleranz angegeben. Gleiches gilt für die Angabe der zu erwartenden Messunsicherheiten der Messungen. Die Temperatur wurde mit einer gleichverteilten Streuung von 2 °C angenommen, um damit die schlechteren Temperaturbedingungen während der Fertigung und auch Temperatureinträge in das Silizium während des Fertigungsprozesses zu berücksichtigen. Damit wurde bewusst in Kauf genommen, dass die Genauigkeit der Ergebnisse als leicht zu groß abgeschätzt wird. Die Einflussgrößen und angenommenen Verteilungen sind in Tabelle 7-8 angegeben. Da die Materialeigenschaften nur von geringer Bedeutung sind, wie später gezeigt wird, wurden sie in den Untersuchungen nicht berücksichtigt.

Tabelle 7-8 Fall II: Erwartete Einflussgrößen durch Fertigungstoleranzen und Messunsicherheit des Messprozesses für einen 8-Scheibenkörper

Einflussgröße	Standardabweichung	Verteilung
Messgerät in m	± 0,000 02	Normalverteilung
Fertigung in m	± 0,000 03	Gleichverteilung
Temperaturschwankung in K	± 2	Gleichverteilung
CTE in 1/K	± 0,000 002 6	Gleichverteilung

Die Ergebnisse für die Größen Masse, Volumen und Oberfläche sind in Tabelle 7-9 dargestellt. Wiedergegeben werden die zu erwarteten Absolutwerte, die davon abgeleiteten systematischen Abweichungen sowie die Streuungen und deren errechnete Erweiterungsfaktoren.

Tabelle 7-9 Fall II: Zu erwartende Abweichungen und Absolutwerte aufgrund von Fertigungstoleranzen und Messunsicherheit des Messprozesses für einen 8-Scheibenkörper

	Absolutwert	Systematische Abweichung	Standardabweichung	k-Faktor
Masse in kg	0,999 995 757	- 0,000 004 243	0,006 178 571	1,96
Volumen in m³	0,000 428 013	- 0,000 000 004	0,000 002 644	1,95
Oberfläche in m²	0,114 793 363	- 0,000 000 165	0,000 252 516	1,95

Die Ergebnisse aus der Simulationsrechnung zeigen für die Masse eine systematische Abweichung von ca. 4 mg und eine Standardabweichung von 6 g. Vor diesem Hintergrund ist auch zu erwarten, dass die Werte erheblich von den nominellen Werten abweichen. Wichtig sind die nachfolgenden Untersuchungen, die Aufschluss darüber geben sollen, mit welcher Messunsicherheit ein gefertigter 8-Scheibenkörper gemessen werden kann.

Der III. Fall untersucht die zu erwartende Messunsicherheit bei einem gefertigten 8-Scheibenkörper. Darüber hinaus wurde ermittelt, wie sich die einzelnen Einflussgrößen auf die Größen Masse, Volumen und Dichte auswirken. In Tabelle 7-10 sind die relevanten Eingangsgrößen aufgelistet.

Tabelle 7-10 Fall III: Einflussgrößen mit zu erwartenden Abweichungen für einen gefertigten 8-Scheibenkörper

Einflussgröße	Standardabweichung	Verteilung
Messgerät in m	± 0,000 02	Normalverteilung
Temperaturschwankung in K	± 0,5	Gleichverteilung
CTE in 1/K	± 0,000 002 6	Gleichverteilung
Dichte in kg/m³	± 0,000 05	Gleichverteilung

Der Einfluss der Fertigungsabweichung bleibt bei diesen Betrachtungen unberücksichtigt, da diese als systematische Abweichungen erfasst und korrigiert werden kann.

Tabelle 7-11 zeigt die Auswirkungen der Einflussgrößen für die Masse. Der Haupteinfluss mit nahezu 100 % kommt, mit überraschender Dominanz, aus dem Messgerät. Die systematischen Abweichungen liegen im Bereich von 3 mg. Wesentlich größer ist die Streuung, die im Bereich von ± 6 g liegt. Diese Ergebnisse zeigen, dass die Genauigkeit der geometrischen Messung nicht ausreicht, um die Masse auch nur annähernd genau zu bestimmen. Im Vergleich zur Messunsicherheit, die bei der Massebestimmungen mit Komparatoren erreicht wird, liegt diese um fünf Größenordnungen höher.

Anhand der Tabelle 7-11 wurde geprüft, inwieweit die Korrelationen der einzelnen Einflussgrößen auf das Gesamtergebnis (alle simuliert) wirken. Hierzu wurde ein Simulationsdurchlauf durchgeführt, in dem alle Einflussgrößen aktiv geschaltet waren. Parallel hierzu wurden alle Einflussgrößen nach klassischem Verfahren als unkorrelierte Größen

quadratisch addiert, um so die zusammengesetzte Messunsicherheit zu berechnen (alle gerechnet). Ein Vergleich der beiden Standardabweichungen, mit einer Differenz im Milligrammbereich, ergab eine prozentuale Übereinstimmung von ca. 0,07 %. Hieraus kann geschlossen werden, dass Korrelationen keinen signifikanten Einfluss ausüben.

Tabelle 7-11 Auswirkung der Einflussgrößen auf die Standardabweichung der Masse

Einflussgröße	Absolutwert in kg	system. Abweichung in kg	Standardabweichung in kg	Einfluss in %	k- Faktor
Messgerät	1,000 002 994	0,000 002 993	0,006 014 372	99,98	1,65
Temperatur + CTE	1,000 005 395	0,000 005 394	0,000 090 293	0,02	1,96
Dichte	1,000 005 533 0	0,000 005 533	0,000 000 006	0,00	1,96
alle simuliert		0,000 013 921	0,006 010 429		1,82
alle gerechnet			0,006 015 050		

Tabelle 7-12 und Tabelle 7-13 zeigen die Auswirkungen der Einflussgrößen auf die zu untersuchenden Größen Volumen und Oberfläche. In ihrem Verhalten und in ihrer Bewertung unterscheiden sie sich nur marginal zu den Untersuchungen der oben diskutierten Masse. Daher wird auf eine Wiederholung der Diskussion verzichtet.

Tabelle 7-12 Auswirkung der Einflussgrößen auf die Standardabweichung des Volumens

Einflussgröße	Absolutwert in m³	system. Abweichung in m³	Standardabweichung in m³	Einfluss in %	k- Faktor
Messgerät	0,000 428 016	- 0,000 000 001	0,000 002 574	99,98	1,65
Temperatur + CTE	0,000 428 016	- 0,000 000 005	0,000 000 038	0,02	1,96
Dichte	0,000 428 016	0,000 000 000	0,000 000 000	0,00	1,96
alle simuliert			0,000 002 572		1,82
alle gerechnet			0,000 002 612		

Tabelle 7-13 Auswirkung der Einflussgrößen auf die Standardabweichung der Oberfläche

Einflussgröße	Absolutwert in m²	system. Abweichung in m²	Standardabweichung in m²	Einfluss in %	k- Faktor
KMG	0,114 793 795	0,000 000 160	0,000 245 521	99,98	1,65
Temperatur + CTE	0,114 793 795	0,000 000 007	0,000 003 683	0,02	1,96
Dichte	0,114 793 795	0,000 000 000	0,000 000 000	0,00	1,96
alle simuliert			0,000 249 205		1,82
alle gerechnet			0,000 245 446		

7.7 Zusammenfassung und Ausblick

Mit einer Monte-Carlo-Simulation nach GUM Supplement 1 [JCGM08] wurde die zu erwartende Unsicherheit aus der Fertigung für die Messgrößen Masse und Volumen sowie die Messunsicherheit für die Oberfläche von Transferkörpern abgeschätzt. Verwendung finden die Ergebnisse bei der Bestimmung systematischer Abweichungen von Sorptions-, Duplex- und Auftriebskörpern. Diese werden bei der Kalibrierung von Massenormalen unterschiedlicher Materialien eingesetzt. Grundlage für das Monte-Carlo-Verfahren bildete die analytische Beschreibung der Transferkörpergeometrie. Eingangswerte für die Simulationen der fünf Transferkörper aus natürlichem Silizium mit einer Nominalmasse von 1 kg sind dabei die Geometrieparameter, Materialeigenschaften und Umgebungsbedingungen. Im Beitrag wurde zudem dargestellt, wie sich die Ergebnisse validieren lassen. Als Maß der Zuverlässigkeit wurden die Berechnungsvorschriften zur Bestimmung des E_n -Wertes, wie er aus Vergleichsmessungen bekannt ist, verwendet. Darüber hinaus wurde gezeigt, dass die Simulation auch dazu genutzt werden kann, bei vorgegebener Standardabweichung mögliche Anforderungen an Fertigungsprozesse zu untersuchen. Weitere Untersuchungen zeigten, dass die Messunsicherheit bei bekannter Fertigungsabweichung bereits nach abgeschlossener Konstruktion zuverlässig ermittelt werden kann. Schließlich zeigten die Untersuchungen auch, dass das MC Verfahren genutzt werden kann, um systematische Abweichungen bei den untersuchten Prozessen zu ermitteln.

Neben den umfassenden theoretischen Betrachtungen und Untersuchungen wurden im Rahmen der vorliegenden Arbeit vier Körper gefertigt, die jetzt der PTB einsatzbereit zur Verfügung stehen. Darunter ein vollständiger Sorptionskörpersatz (3- und 8-Scheibenkörper) und ein Duplexkörper, der sowohl als weiterer Sorptionskörper, oder als Auftriebskörper verwendet werden kann. Des Weiteren wurde als Referenz eine Siliziumkugel mit einer Nominalmasse von 1 kg gefertigt und charakterisiert. Nach der Fertigstellung des Auftriebskörpers vom Typ Hohlkörper werden alle Transferkörper geometrisch gemessen, die Genauigkeit der Fertigungsabweichungen für Masse und Volumen sowie die Messunsicherheit für die Oberfläche auf der Basis realer Werte neu simuliert. Anschließend soll die Zuverlässigkeit der Ergebnisse anhand der beschriebenen Verfahren validiert und bestätigt werden.

8 Zusammenfassung und Diskussion

Ziel der Arbeit war die Entwicklung neuartiger Sorptions- und Auftriebskörpern aus monokristallinem Silizium zur Ermittlung und Korrektur systematischer Effekte, herrührend aus Oberflächenbelegung und Luftauftrieb, wie sie beispielsweise bei der hochgenauen Massekalibrierungen isotonenreicherter Kugeln aus monokristallinem ^{28}Si mit einer Nennmasse von 1 kg benötigt werden.

Grundlage der durchgeführten fundamentalen Neugestaltung dieser Transferkörper war die Entwicklung einer zum Patent angemeldeten [Pate20] funktionsoptimierten statisch bestimmten Sechspunkt-Kupplung, so dass die Transferkörper als zerlegbare Scheibenkörper gestaltet werden konnten. Der hierdurch mögliche Aufbau garantiert neben einem reproduzierbaren Scheibenabstand auch die Zugänglichkeit aller Oberflächen für eine einfache und effiziente Reinigung, was in praktischen Untersuchungen nachgewiesen werden konnte. Darüber hinaus konnte die Stabilität von nach dieser Methode zusammengesetzten Scheibenkörpern, sowie die Kippstabilität für einen 2-Scheibenkörper für Neigungswinkel von über 30° , experimentell bestätigt werden [Kipp20]. Die sichere Handhabung bei der Bestückung von Massekomparatoren wird hiermit gewährleistet.

Ein wesentlicher Aspekt der Arbeit bestand in der optimalen Auslegung der Transferkörper. Für alle Körper wurde eine Nominalmasse von 1 kg zugrunde gelegt. Als Sorptionskörper wurden Stapel aus zwei bis acht Scheiben ausgelegt und berechnet. Entsprechend der Vorgaben besitzen diese gleiche Nominalvolumen und Nominaldichte wie die zu untersuchenden Kugel-Massenormale, bei gleichzeitig großen Unterschieden der nominalen Oberfläche. Dies ermöglicht die Bestimmung und Korrektur der Wirkung systematischer Effekte, herrührend aus der Oberflächenbelegung – z. B. von Wasseranlagerungen –, bei Kalibrierungen unter atmosphärischen Bedingungen.

Ein anderer zentraler Aspekt war der Entwurf von geeigneten Auftriebskörpern. Diese Körper haben im Vergleich untereinander und im Vergleich zu weiteren Auftriebskörpern eine identische nominelle Oberfläche, bei möglichst unterschiedlicher Dichte und Volumen. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden ein Hohl- und ein Inlaykörper entwickelt, die dieses Prinzip in idealer Weise verwirklichen. Der Inlaykörper wurde dabei als 2-Scheibenkörper aus Silizium mit einem weiteren Zylinder mit eingeschlossenem Wolframkern konzipiert. Obwohl hierbei die Herstellung deutlich aufwändiger als bei vergleichbaren monomaterialigen Scheibenkörper ist erfüllt ein derartiger Körper die Anforderungen an Auftriebskörper in deutlich größerem Maße, da eine viel größere Auftriebsdifferenz realisiert werden kann.

Eine interessante Kombination beider Transferkörperarten stellen die beiden im Rahmen der Arbeit berechneten Duplexkörper dar. Diese können sowohl als Sorptionskörper oder auch als Auftriebskörper eingesetzt werden. In ihrer Ausführungsform besitzen sie das Nominalvolumen der Sorptionskörper, sowie die nominelle Oberfläche der Auftriebskörper. Eine Betrachtung der in der Industrie gebräuchlichen Hantelkörper wurde durchgeführt, aber aufgrund der schlechten Fertigungs- und Reinigungseigenschaften zugunsten einer optimierten Neuentwicklung verworfen. Entstanden ist so ein 2-Scheibenkörper, aufgebaut wie die beschriebenen Sorptionskörper.

Neben den zentralen Forderungen für die Nominalgrößen Masse, Volumen, Oberfläche und Dichte, wurden für die Auslegung der Transferkörper noch weitere Nebenbedingungen berücksichtigt. Im Vordergrund standen dabei die Messbedingungen sowie die Messraumgeometrie gängiger Massekomparatoren. Basierend hierauf wurden Grenzwerte für Scheibendurchmesser und Scheibenhöhe festgelegt. Insbesondere die Mindesthöhe der Grundscheibe spielte hier eine entscheidende Rolle, da diese die kollisionsfreie Einbringung der Transferkörper in das Messvolumen des Komparators bestimmt. Darüber hinaus wurde die Spalthöhe zu 0,002 828 m optimiert, so dass die Scheiben gestapelt werden können, ohne deren Oberflächen zu beschädigen, während die Anlagpunkte der Kupplungskugeln unter einem Winkel von 45° in Kontakt stehen.

Umfangreiche Untersuchungen zur Befestigung der Kupplungskugeln ergaben, dass diese idealerweise mit reinem Indium stabil und vakuumtauglich mit den Scheiben verbunden werden können.

Für die geometrische Auslegung der Transferkörper wurden umfangreiche analytische Betrachtungen durchgeführt. Die wesentlichen Herleitungen sind in der Arbeit aufgeführt. Besonders herausfordernd gestaltete sich die differentialgeometrische Beschreibung der geraden und radialen Fasen, die aufgrund der ausbruchsfreien Kantenverarbeitung notwendig waren, sowie in der analytischen Modellierung des Inlaykörpers.

Mögliche Varianten von Transferkörpern wurden mit Hilfe eines in Mathematica erstellten Iterationsalgorithmus berechnet und optimiert. Grundlage war dabei ein Nelder-Mead Einpassverfahren. Insgesamt mussten dabei 13 unterschiedliche Parameter berücksichtigt werden. Über die verfahrensbedingt vorgegebenen Randbedingungen Masse, Volumen, Oberfläche und Dichte hinaus mussten Grenzwertbedingungen wie maximaler Messraumdurchmesser und maximale Messraumhöhe eingehalten werden. Variiert werden konnten die Anzahl der Scheiben, der Scheibendurchmesser und die Scheibenhöhe. Durchmesser der Kupplungskugeln, Schenkelmaß der Fase, Fasenradius und Spalthöhe wurden für die Berechnungen fest vorgegeben. Aus den so iterativ ermittelten Lösungen wurden die ausgewählt, die, entsprechend den vorgegebenen Anforderungen, gegeneinander größtmögliche Volumen- bzw. Oberflächendifferenzen aufwiesen und deren Scheiben eine Mindesthöhe von 0,008 m nicht unterschritten. Auf diese Weise wurden für die gesuchten Sorptionskörper ein 3-Scheiben- und ein 8-Scheibenkörper festgelegt, zwei Duplexkörper mit den Bauformen aus 2-Scheibenkörper und Hantelkörper, sowie Auftriebskörper als Hohlkörper und Inlaykörper.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden eine Referenzkugel aus Silizium, ein Duplexkörper (2-Scheibenkörper) und ein vollständiger Sorptionskörpersatz (3-Scheiben- und 8-Scheibenkörper) gefertigt.

Die gefertigte Siliziumkugel, die als Referenznormal zu den entwickelten Transferkörpern fungiert, wurde kugelinterferometrisch charakterisiert. Dabei konnte eine hervorragend geringe Formabweichung von ca. 36 nm bei einer Unsicherheit von lediglich 1 nm ($k = 2$) festgestellt werden. Die Masse der Kugel wurde unter Vakuumbedingungen durch Vergleich mit einer

rückgeführten Siliziumkugel (Sm14) zu 1 000,006 8 g bei einer Unsicherheit ($k = 2$) von 1,0 mg bestimmt.

Die Bestimmung der Masse des Duplexkörpers (2-Scheibenkörper) erfolgte ebenfalls durch Vergleich mit einer auf die Bezugsnormale der PTB rückgeführten Si-Kugel (Sm14) nach der Substitutionsmethode unter Vakuumbedingungen und in Luft. Die Masse in Luft wurde mit 1 001,286 2 g bei einer Unsicherheit ($k = 2$) von 0,5 mg ermittelt. Der konventionelle Wägewert wurde mit 1 000,920 8 g mit einer Unsicherheit ($k = 2$) von 0,5 mg angegeben. Das Volumen des 2-Scheibenkörpers ergab sich daraus mit 429 629 mm³ und einer Unsicherheit von ($k = 2$) 220 mm³. Die Bestimmung der Masse des Transferkörpers im Vakuum (10^{-4}) wurde auf die Masse der Referenzkugel (Sm14) zurückgeführt und mit 1 001,286 41 g bei einer Unsicherheit ($k = 2$) von 0,15 mg ermittelt.

Die Ermittlung der Durchmesser und Höhen der Scheiben des 2-Scheibenkörpers erfolgten mittels eines taktilen Koordinatenmessgeräts und Computertomographie. Der mittlere gemessene Scheibendurchmesser weicht hierbei gegenüber dem nominellen Scheibendurchmesser um ca. $0,018 \pm 0,008$ mm ab. Die mittlere gemessene Scheibenhöhe weicht nur um $0,008 \pm 0,007$ mm gegenüber der nominellen Scheibenhöhe ab. Sowohl die taktile Messung als auch die volumetrische Messung zeigen im Rahmen ihrer angegebenen erweiterten Messunsicherheit übereinstimmende Ergebnisse. Die Maßhaltigkeit gegenüber den nominellen Werten für Scheibenradien und Scheibenhöhe werden eingehalten und sind deutlich besser als die erwartete Fertigungsabweichungen von 0,03 mm.

Zur Berechnung der Messunsicherheiten wurden für die Transferkörper Digitale Metrologische Zwillinge erstellt und eingesetzt. Basierend auf einem Monte-Carlo-Verfahren konnte zunächst ermittelt werden, dass die Fertigungs- und Messgenauigkeiten nicht ausreichen, Transferkörper mit einer Masse von 1 kg im Messunsicherheitsbereich von wenigen Milligramm zu fertigen. Weitere Simulationsdurchläufe errechneten aufgabenspezifische Messunsicherheiten aller Transferkörper für die Größen: Masse, Volumen und Oberfläche. Messunsicherheitsbilanzen wurden ermittelt für: systematische Abweichungen, zufällige Abweichungen, Erweiterungsfaktoren und zugehörige Überdeckungsintervalle. Weitere Untersuchungen ergaben auch die Messunsicherheitsanteile der dominanten Einflussfaktoren von Temperatur und Ausdehnungskoeffizient, Dichte, Fertigung sowie geometrischer Messtechnik.

Vorarbeiten zu dieser Dissertation wurden 2019 mit dem *Technologietransferpreis der IHK Braunschweig* [IHKT19, IHKP19] und im darauffolgenden Jahr mit dem *Seifriz Preis 2020 - Bundesweiter Transferpreis für Innovationen* [Hand20, Seif20] ausgezeichnet. Die Preisträger setzten sich jeweils aus einem Team der PTB und mittelständischen Kooperationspartnern zusammen. Die im Rahmen der vorliegenden Arbeit erstellte Veröffentlichung *Simulated measurement-uncertainty determination for mass-standard calibration via transfer artefacts* wurde mit dem *Young Excellent Paper Award 2021* durch das International Program Committee of IMEKO World Congress 2021 geehrt [IMEK21].

Literaturverzeichnis

- [Andr11] B. Andreas et al., Determination of the Avogadro constant by counting the atoms in a ^{28}Si crystal, *Phys. Rev. Lett.* 106 030801, 2011
- [Balh85] R. Balhorn, M. Mecke, R. Probst, R. Schwartz, Bestimmung von 1-kg-Massenormalen mit einem hydrostatischen Wägeverfahren, *PTB-Mitteilungen* 95, S. 250-259, 1985
- [Bart09] G. Bartl, A. Nicolaus, E. Kessler, R. Schödel, P. Becker, The coefficient of thermal expansion of highly enriched ^{28}Si , *Metrologia* 46 416, 2009
- [Bart11] G. Bartl, H. Bettin, M. Krystek, T. Mai, A. Nicolaus, A. Peter, Volume determination of the Avogadro spheres of highly enriched ^{28}Si with a spherical Fizeau interferometer, *Metrologia* 48, 96-103, doi: 10.1088/0026-1394/48/2/S12, 2011
- [Bart17] G. Bartl et al., A new ^{28}Si single crystal: counting the atoms for the new kilogram definition *Metrologia* 54, S. 693, 2017
- [Bels54] R. B. Belsler, A technique of soldering to thin metal films. *Review of Scientific Instruments* 25(2), 180-183, 1954
- [Bett07] H. Bettin, H. Toth, Verringerung der Messunsicherheit bei der Volumenbestimmung von Auftriebskörpern zur experimentellen Luftdichtebestimmung, *PTB News*, Dezember 2007
- [Bett09] H. Bettin, D. Schiel, M. Vogtmann, H. Niemann, Cleaning of silicon density standards, *Proceedings XIX IMEKO World Congress:179–181*, 2009
- [Beye20] E. Beyer, M. Borys, M. Mecke, M. Kolbe, Investigation of a cleaning procedure for silicon spheres used in the realization and dissemination of the redefined kilogram via combined spectroscopic and gravimetric measurements, *Int. J. Metrol. Qual. Eng.* 11:18, doi: 10.1051/ijmqe/2020016, 2020
- [Beye21] E. Beyer, Oberflächenquantifizierung von Siliziumkugeln für die Neudefinition und Realisierung des Kilogramm mit röntgenspektroskopischen Methoden, Dissertation, Fakultät für Maschinenwesen der Technischen Universität Dresden, 2021
- [BIPM10] Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), Comparison of density measurements carried out by the PTB and the BIPM on a 1.02 kg cylinder of platinum-iridium, BIPM: C. Goyon, R. S. Davis, PTB: H. Bettin, H. Toth, *Rapport BIPM-2010/10*, September 2010
- [BIPM14] Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), Resolution 1 of the 25th CGPM (2014), On the future revision of the International System of Units, the SI, 2014
- [BIPM17] Report of the 16th meeting of the CCM Recommendation G1 (2017) for a new definition of the kilogram in 2018, www.bipm.org, 2017, 2017, Zugriff 13.12.2022

- [BIPM18] Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), Resolutions of the 26th meeting of the CGPM (2018), System of Units, the SI, 2018
- [BIPM19] Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), SI Brochure: The International System of Units (SI), 9th edition, 2019
- [BIPM20] Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), Report on the CCM key comparison of kilogram realizations CCM.M-K8.2019, Final report, 16. Oktober 2020
- [BIPM54] Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), Resolution 6 of the 10th CGPM. Practical system of units, 1954
- [BIPM71] Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), Resolution 3 of the 14th CGPM, SI unit of amount of substance (mole), 1971
- [BIPM90] Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), Resolution of the 1st CGPM 1889, Sanction of the international prototypes of the metre and the kilogram, S. 34 1890,
- [Borg23] U. Neuschäfer-Rube, F. Borges de Oliveira, PTB Prüfbericht, Ermittlung mittlerer Durchmesser und mittlerer Abstände eines 2-Scheibenkörpers aus monokristallinen Silizium auf einem Koordinatenmessgerät mit röntgencomputertomographischem Sensor (CT), Prüfzeitraum 17.01.- 19.01.2023
- [Bory12] M. Borys, R. Schwartz, A. Reichmuth, R. Nater, Fundamentals of Mass Determination, ISBN 978-3-642-11936-1, doi: 10.1007/978-3-642-11937-8, Springer Verlag Berlin Heidelberg, 2012
- [Bory17] M. Borys, PTB News Nov. 2017, Mass determination of two new ²⁸Si spheres in vacuum in preparation of the redefinition of the kilogram, 2017
- [Bory22] M. Borys, Bericht Massebestimmung unter Vakuum Kugel *DissLehrmann*, Geschäftszeichen 1.11-22 026, 15.07.2022
- [Bory23] M. Borys, Massekomparatoren der PTB, Arbeitsgruppe 1.11, Prüf- und Kalibriereinrichtungen, www.ptb.de/cms/de/ptb/fachabteilungen/abt1/fb-11/ag-111/pruef-und-kalibriereinrichtungen/massekomparatoren.html, Zugriff 03.01.2023
- [Bron80] I. N. Bronstein, K. A. Semendjajew, Taschenbuch der Mathematik, Kap. 7.1, S. 782 f, 19. Auflage, Harri Deutsch Thun, ISBN 3 87 144 492 8, 1980
- [Bruk22] Bruker Alicona, Technologie Fokus-Variation, www.alicon.com/de/unsere-technologie/fokus-variation/, Zugriff 2022-11-06
- [CCMN19] Consultative Committee for Mass and Related Quantities: CCM detailed note on the dissemination process after the redefinition of the kilogram, Approved at the 17th CCM meeting, www.bipm.org/documents/20126/41489673/CCM_Note-on-dissemination-after-redefinition.pdf/3743d0d0-d8cc-325c-3219-547a6ea47a47, 16-17 Mai 2019
- [Chun05] J. W. Chung, M. Borys, M. Firlus, W. G. Lee, R. Schwartz, Bilateral Comparison of Buoyancy Artefacts between PTB and KRISS, 19th Int. Conf. on Force, Mass & Torque (IMEKO TC 3), Cairo, S. 26.1-26.6, 2005

- [Chun16] J. W. Chung, V. Görlitz, M. Vogtmann, E. Beyer, F. Härtig, The PTB Cleaning Procedure for Silicon Spheres, Version 1.01, Juni 2016
- [Darm12] U. Darmaa, J. W. Chung, S. Lee, S. N. Park, Determination of adsorption layers on silicon artifacts using mass comparison, IMEKO WC 2012
- [Davi00] S. Davidson, Air density measurement for mass calibration, Measurement, XVI IMEKO World Congress, Wien, Österreich, September 25-28, <https://www.imeko.org/publications/wc-2000/IMEKO-WC-2000-TC3-P064.pdf>, 2000
- [Davi10] S. Davidson, Determination of the effect of transfer between vacuum and air on mass standards of platinum–iridium and stainless steel, Metrologia 47 487, doi: 10.1088/0026-1394/47/4/015, 2010
- [Davi16] S. Davidson et al., Air-vacuum transfer; establishing traceability to the new kilogram, Metrologia 53, A95, 2016
- [DIN170] DIN 17007, Blatt 2, Werkstoffnummer, Stahl, Beuth, Berlin, 1961
- [DIN174] DIN 17440, Nichtrostende Stähle, Beuth, Berlin, 1985
- [DINE10] DIN EN ISO/IEC 17043:2010-05 Annex B.3, 2010
- [Dubb97] Hrsg. von W. Beitz, K.-H. Grote, Dubbel, Taschenbuch für den Maschinenbau, 19. Auflage, Springer Verlag, Kapitel Haftung und Reibung B15, ISBN 13 978-3540624677, 1997
- [EGRi74] EG-Richtlinie 74/148/EWG, Wägestücke von 1 mg bis 50 kg von höheren Genauigkeitsklassen als der mittleren Genauigkeit, Abl. EG Nr. L84, 3-7, 1974
- [Eppe20] D. Eppers, Interne Dichtemessung mittels hydrostatischer Wägung bei 20 °C, Mai 2020
- [Eres22] Eres, Nr. 223 Diamant Stahldrahtlitze, AS-Feinstseile GmbH, Harpstedter Str. 13, 27755 Delmenhorst, 2022
- [Fang04] H. Fang, A. Picard, Mass Comparisons Using Air Buoyancy Artefacts, Metrologia 41, S. 330-332, 2004
- [Fuji16] K. Fujii, H. Bettin, P. Becker, E. Massa, O. Rienitz, A. Pramann, A. Nicolaus, N. Kuramoto, I. Busch, M. Borys, Realization of the kilogram by the XRCD method. Metrologia 53, A19-A45. doi: 10.1088/0026-1394/53/5/A19, 2016
- [Gira90] G. Girard, The Washing and Cleaning of Kilogram, Prototypes at the BZPM, Sevres, BIPM, 1990
- [Glae91] M. Gläser, R. Schwartz, M. Mecke, Experimental determination of air density using a 1 kg mass comparator in vacuum, Metrologia 28, 45–50, 1991
- [Gree88] N. Greenwood, A. Earnshaw, Chemie der Elemente, Edition 1, VCH, Weinheim, ISBN 3-527-26169-9, S. 1291, 1988
- [GUM108] Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM), GUM 1995 with minor corrections, JCGM 100:2008, www.bipm.org/en/committees/jc/jcgm/publications, 2008

- [Haef20] Häfner Gewichte GmbH, Produkt-Portfolio Edelstahl Scheibengewichte, www.haefner-gewichte.de, Zugriff November 2020
- [Haem23] M. Borys, M. Hämpke, PTB Bericht, Massebestimmung eines Silizium-Sorptionskörpers, rückgeführt auf Si-Kugel (Sm14) nach der Substitutionsmethode unter Vakuumbedingungen und in Luft, Geschäftszeichen 1.11-23-007, 02.02.2023
- [Haer09] F. Härtig, M. Krystek, Correct treatment of systematic errors in the evaluation of measurement uncertainty, Proceedings of ISMTII-2009, Volume 1, St. Petersburg, S 1-106 ff, Russland, 2009
- [Haer12] F. Härtig, H. Bosse, M. Krystek, Recommendations for unified rules for key comparison evaluation, 11 th International Symposium of Measurement Technology and Intelligent Instruments (ISMTII), Jul. 1-5, Eal-P7 Z Eal Interlaboratory Comparisons, 2012
- [Haer20] F. Härtig, D. Knopf, K. Lehrmann, Das Kilogramm im neuen SI, *tm – Technisches Messen*, 87(4): 237–247, doi: 10.1515/teme-2019-0154, 2020
- [Haer22] F. Härtig, D. Heißelmann, K. Kniel, C. Elster, G. Wübbeler; Digital metrological twins, eingereichte Veröffentlichung 11/2022
- [Hand20] Deutsche Handwerks Zeitung, Die Wirtschaftszeitung für den Mittelstand, Die rundesten Kugeln gehen von Oberrot aus in die ganze Welt, Preisträger der Kooperation von Häfner Gewichte GmbH, PTB Braunschweig und J. Hauser GmbH & Co KG, 23.Oktober 2020
- [Haus19] J. Hauser GmbH & Co. KG, www.hauser-optik.de, Steinstraße 4 a, 35606 Solms, 2019
- [Hirs23] J. Hirsch, K. Hierse, PTB Prüfbericht, Ermittlung mittlerer Durchmesser und mittlerer Abstände eines 2-Scheibenkörpers aus monokristallinen Silizium, Prüfzeitraum 02.12.-14.12.2022
- [Hoch03] U. Hochuli, P. Haldemann, Indium Sealing Techniques, *Review of Scientific Instruments* 43, 1088; doi: 10.1063/1.1685850, submitted 1972, published online 2003
- [Holm20] Siliciumbearbeitung Andrea Holm GmbH, www.holmsilicon.de, Gigerenz 1, 84367 Tann, 2020
- [Hook78] R. Hooke, *De Potentia Restitutiva, or of Spring Explaining the Power of Springing Bodies*, London, 1678
- [IHKP19] Verleihung des 35. Technologietransferpreises der IHK Braunschweig, Nachricht Nr. 4581282, www.ihk.de/braunschweig/beratung-und-service/innovation/technologietransferpreis/technologietransferpreis-2019-4581282, 12.09.2022
- [IHKT19] Technologie Transfer-Preis der IHK Braunschweig, PTB beteiligte Personen: F. Härtig, K. Lehrmann, R. Meeß, Th. Wiedenhöfer, 2019

- [IMEK21] K. Lehrmann, F. Härtig, R. Tutsch, Simulated measurement-uncertainty determination for mass-standard calibration via transfer artefacts, Auszeichnung mit Young Excellent Paper Award durch das International Program Committee of IMEKO 2021, IMEKO XXIII WC 2021, Japan, 03.Sept. 2021
- [Indi21] Haines & Maassen, Indium 99,995 %, Charge 21-4348, Ursprung China, Analyse 23.07.2021
- [ISO116] ISO 1:2016, Geometrical product specifications (GPS), Standard reference temperature for the specification of geometrical and dimensional properties. Iso.org., 15. September 2016
- [JCGM08] Evaluation of measurement data, Supplement 1 to the Guide to the expression of uncertainty in measurement - Propagation of distributions using a Monte Carlo method, JCGM 101:2008, 2008, www.bipm.org/en/committees/jc/jcgm/publications
- [Jous13] K. Jousten, M. Wutz, H. Adam, W. Walcher, Handbuch Vakuumtechnik, Theorie und Praxis, Kap. Sorption und Desorption, 9783322999474, 2013
- [Kauf12] D. Kaufmann, T. Collath, M.T. Baig, P. Kaufmann, E. Asenwar, M. Johanning, C. Wunderlich, Thick-film technology for ultra-high vacuum interfaces of micro-structured traps, Appl Phys B, 107:935–943, doi: 10.1007/s00340-012-4951-7, 2012
- [Kibb14] B. Kibble, I. Robinson, Principles of a new generation of simplified and accurate Watt balances, Metrologia 51, S.132-S.139, 2014
- [Kipp20] K. Lehrmann, Interne experimentelle Kippstabilitätsuntersuchung mit variabler Stapelung von unterschiedlich angeordneten sphärischen Distanzstücken, Mai 2020
- [Knop17] D. Knopf, Th. Wiedenhöfer, K. Bauer, F. Härtig, Dissemination of the Planck-Kilogram, 59th Ilmenau Scientific Colloquium, Technische Universität Ilmenau, URN: urn:nbn:de:gbv:ilm1-2017iwk-118:4, 11.-15. September 2017
- [Koch77] M. Kochsiek, H₂O-Adsorptionsschichten an Oberflächen von Massennormalen, PTB-Mitteilung 87, S. 478-485, 1977
- [Koch97] M. Kochsiek, M. Gläser, Massebestimmung, ISBN 3-527-29352-3, VCG, 1997
- [Kort21] www.korth.de/material/detail/Silizium, Zugriff 2021
- [Kuhn21] E. Kuhn, Interne Kugelinterferometrische Messung, 15.03.2021
- [Kura17] N. Kuramoto, S. Mizushima, L. Zhang, K. Fujita, Y. Azuma, A. Kurokawa, S. Okubo, H. Inaba, K. Fujii, Determination of the Avogadro constant by the XRCD method using a ²⁸Si-enriched sphere, Metrologia 54 S.716–S. 729, doi: 10.1088/1681-7575/aa77d1, 2017
- [Lehr18] K. Lehrmann, D. Knopf, F. Härtig, Status of the realization and dissemination of the unit kilogram via silicon spheres, in: 2018 Conference on Precision Electromagnetic Measurements (CPEM 2018), Piscataway, NJ: IEEE. 1-2. ISBN 978-1-5386-0974-3, doi:10.1109/cpem.2018.8501162, 2018

- [Lehr20] K. Lehrmann, R. Tutsch, F. Härtig, Design of sorption and buoyancy artefacts made of silicon, IMEKO TC 3, International Conference, Cavtat-Dubrovnik, Croatia, 2020
- [Lehr21] K. Lehrmann, F. Härtig, R. Tutsch, Numerische Simulation zur Bestimmung der Messunsicherheit für die Kalibrierung von Massennormalen durch Transferkörper, *tm - Technisches Messen*, 88(2): S. 90 –S. 102, doi: 10.1515/teme-2020-0089, 2021
- [Liec20] SPM AG, Semiconductor parts and materials, www.spm.li, Benderer Str. 29, 9494 Schaan, Liechtenstein, 2020
- [Link20] Interne Gesprächsnotizen mit A. Linkogel zur Messung der Ebenheit stark reflektierender Oberflächen, 2020-2022
- [Mart12] K. Marti, P. Fuchs, S. Russi, Cleaning of mass standards: a comparison of new and old techniques, *Metrologia* 49, S. 628 – S. 634, doi: 10.1088/0026-1394/49/6/628, 2012
- [Mart15] K. Marti, P. Fuchs, S. Russi, Traceability of mass II: a study of procedures and materials, *Metrologia* 52, S. 89 – S.103, 2015
- [Mass84] C. H. Massen, E. Robens, J. A Poulis, T. Gast, Disturbances in Weighing – Part I: *Thermochim. Acta* 82, S. 43-50, 1984; Part II: *Thermochim. Acta* 103, S. 39-44, 1986
- [Math12] Mathematica Version 12.0, 8. Mai 2021
- [Mazu05] A. V. Mazur, L. P. Stepanova, Influence of temperature on the coefficient of thermal expansion of monocrystals of silicon, *Materials Science*, Vol. 41, No. 4, S. 86 – S. 92, 17. März 2005
- [Meck91] M. Mecke, M. Gläser, *PTB-Mitteilungen*, 101, 265-267, 1991
- [Meeß15] R. Meeß, G. Hinzmann, A. Lück, Improved manufacturing process chain for silicon spheres, Euspen, Leuven, Belgium, 2015
- [Meeß21] R. Meeß, D. Dontsov, E. Langlotz, Interferometric device for the in-process measurement of diameter variation for the manufacturing of ultraprecise spheres, *Measurement Science and Technology* 32, 074004, 2021
- [Meeß22] Interne Untersuchung an fünf Kugeln mit Indium versetzt, verwendete Waage Sartorius SE 2, November 2022
- [Mems21] Poissonzahl und Materialeigenschaften von Silizium, www.mems-net.org/material/siliconsibulk/, Zugriff 2021
- [Meng21] R. Dahlmann, E. Haberstroh, G. Menges, *Menges Werkstoffkunde Kunststoffe*, Kap. 12 Stofftransportvorgänge, 9783446460867, 2021
- [Merk08] M. Merkel, K.-H. Thomas, *Taschenbuch der Werkstoffe*, 7th edn., Carl Hanser, Munich, 2008
- [Mikh83] R. S. Mikhail, E. Robens, *Microstructure and Thermal Analysis of Solid Surfaces*; Wiley Heyden, Chichester, 1983

- [Mira14] E. Mirandés, P. Barat, M. Stock, M. Milton, Calibration campaign against the international prototype of the kilogram in anticipation of the redefinition of the kilogram, part II: evolution of the BIPM as-maintained mass unit from the 3rd periodic verification to 2014, *Metrologia* 53:1204–1214. doi: 10.1088/0026-1394/53/5/1204, 2016
- [Mone23] Mettler Toledo, Vakuummassekomparator, M_one, www.mt.com/de/de/home/products/Laboratory_Weighing_Solutions/mass-comparators/vacuum-comparators.html, Zugriff 20.01.2023
- [Nate08] R. Nater, A. Reichmuth, R. Schwartz, M. Borys, P. Zervos, *Wägelexikon, Leitfaden wägetechnischer Begriffe*, ISBN 978-3-540-75908-9, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2008
- [Newe18] D. B. Newell et al, The CODATA 2017 values of h, e, k, and NA for the revision of the SI, *Metrologia* 55, L13–16, 2018
- [Nico14] A. Nicolaus, R. Meeß, G. Bartl, New Avogadro spheres for the redefinition of the kilogram, *Key Engineering Materials*, ISSN 1662-9795, Vol. 613, S. 17 – S. 25, doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.613.17, 2014
- [Nico16] A. Nicolaus, G. Bartl, Spherical interferometry for the characterization of precision spheres, *Surface Topography: Metrology and Properties*, 4, 3, 034007-1, 034007-7, 2016, doi:10.1088/2051-672X/4/3/034007
- [NPLR04] S. Davidson, S. Brown, J. Berry, National Physical Laboratory, NPL Report CMAM 88, A report on the potential reduction in uncertainty from traceable comparisons of platinum-iridium and stainless steel kilogram mass standards in vacuum, ISSN 1369-6785, 2004
- [NPLR13] J. Berry, M. Borys, S. Davidson, M. Firlus, P. Fuchs, S. Kaçmaz, A. Malengo, N. Medina, P. Meury, A. Picard, National Physical Laboratory, NPL REPORT ENG 46, Report on the CCM WG G1 pilot comparison to measure water vapour sorption on stainless steel mass standards, ISSN 1754-2987, November 2013
- [OIML04] OIML 2004 Recommendation R111-1 Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M1–2, M2, M2–3 and M3, Paris, France: BIML, 2004
- [OIML28] OIML D 28, Conventional value of the result of weighing in air, D 28 was previously published as OIML R 33, 2004
- [OIML73] OIML-Recommendation No. 20, Weights of Accuracy Classes E1, E2, F1, F2, M1 from 50 kg to 1 mg, OIML, Paris, 1. Auflage, 1973
- [Pate14] PTB; Erfinder F. Härtig, J. Hirsch, M. Stein, H. Lin, *Präzisionsaufnahme, interne Erfindungsmeldung*, 0454218DE1, 2014
- [Pate17] G. Hinzmann, R. Meeß, A. Lück, M. Müller, DE 10 2015 110 712 A1 2017.01.05, Maschine zum Herstellen von Kugeln, Kugel und Verfahren zum Herstellen einer Kugel, Offenlegungstag: 05.01.2017
- [Pate18] R. Meeß, H. Drösemeyer, DE 10 2017 106 184 A1 2018.09.27, Verfahren zum Messen einer Formabweichung einer Kugel und Kugel-Messvorrichtung dafür, Offenlegungstag: 27.09.2018

- [Pate20] Patent Aktenzeichen 10 2020 124 804.0, Sorptionskörpersatz und Massennormalsatz, angemeldet 23. September 2020
- [Pica02] A. Picard, H. Fang, Three Methods of Determining the density of Moist Air during Mass Comparisons, *Metrologia* 39, S. 31 - S. 40, 2002
- [Pica04] A. Picard, H. Fang, Methods to determine water vapour sorption on mass standards, *Metrologia* 41, S. 333 - 339, PII: S0026-1394(04)81130-7, doi:10.1088/0026-1394/41/4/016, 2004
- [Pica08] A. Picard et al., Revised formula for the density of moist air (CIPM-2007), *Metrologia* 45, 149, doi:10.1088/0026-1394/45/2/004, 2008
- [Pica09] A. Picard, N. Bignell, M. Borys, S. Downes, S. Mizushima, Mass comparison of the 1 kg silicon sphere AVO#3 traceable to the International Prototype K. *Metrologia* 46, S. 1 - 10, doi: 10.1088/0026-1394/46/1/001, 2009
- [Pica11] A. Picard, P. Barat, M. Borys, M. Firlus, S. Mizushima, State-of-the-art mass determination of ^{28}Si spheres for the Avogadro project, *Metrologia* 48, S. 112 - 119, 2011
- [Pois21] Poisson-Tabelle, Silizium, www.amesweb.info/Materials/Poissons-Ratio-Metals.aspx, Zugriff 2021
- [Pres19] PTB Presseinfo, Technologietransferpreis der IHK Braunschweig geht in die PTB, Das neue Kilogramm: in Braunschweig erdacht, von deutschen Firmen in die Welt gebracht, Preisträger: R. Meeß, T. Wiedenhöfer, F. Härtig, K. Lehrmann, 8. November 2019
- [Rich16] P. Richard, H. Fang, R. Davis, Foundation for the redefinition of the kilogram, *Metrologia* 53, A6-A11, doi: 10.1088/0026-1394/53/5/A6, 2016
- [Robi16] I. Robinson, S. Schlamming, The Watt or Kibble balance: a technique for implementing the new SI definition of the unit of mass, *Metrologia* 53, A46-A74, doi: 10.1088/0026-1394/53/5/A46, 2016
- [Sart23] Sartorius, Mass Metrology Brochure, CCL1007, S. 28 ff, www.sartorius.com/download/739690/mass-comparators-brochure-en-l-sartorius-pdf-data.pdf, Zugriff 20.01.2023
- [Schw06] R. Schwartz, M. Borys, F. Scholz, Leitfaden für Massebestimmungen hoher Genauigkeit, PTB Bericht MA 80, Braunschweig, ISBN-10 3-86509-591-7, Oktober 2006
- [Schw93] R. Schwartz, Untersuchung des Sorptionseinflusses bei Massebestimmungen hoher Genauigkeit durch Wägung und durch Ellipsometrie unter kontrollierten Umgebungsbedingungen, Kap. 3.4.2, S. 80, PTB-MA-29, ISBN 3-89429-325-X, Braunschweig, Mai 1993
- [Schw94] R. Schwartz, M. Glaeser, Procedures for cleaning stainless steel weights, investigated by mass comparison and ellipsometry, *Measurement Science and Technology*, Volume 5, Number 12, *Meas. Sci. Technol.* 5 1429, doi: 10.1088/0957-0233/5/12/002, 1994

- [Seah94] M. P. Seah, J. H. Qiu, P. J. Cumpson, J. E. Castle, Stability of Reference Masses II: The Effect of Environment and Cleaning Methods on the Surface of Stainless Steel and Allied Materials, *Metrologia* 31, S. 93 – 108, 1994
- [Seif20] PTB-Presseinfo, Erneuter Technologietransferpreis für die rundesten Kugeln der Welt, PTB -Team: A. Lück, F. Härtig, K. Lehrmann, R. Meeß, Th. Wiedenhöfer, 02.10.2020
- [Steil13] R. Steiner, History and progress on accurate measurements of the Planck constant, *Rep. Prog. Phys.* 76 016101, *Rep. Prog. Phys.* 76 016101, doi: 10.1088/0034-4885/76/1/016101, 2013
- [Stoc16] M. Stock, R. S. Davis, P. Barat, A brief history of the unit of mass: continuity of successive definitions of the kilogram; *Metrologia* 53 A12, doi: 10.1088/0026-1394/53/5/A12; 2016
- [Stoc17] M. Stock, S. Davidson, H. Fang, M. Milton, E. de Mirandes, P. Richard, C. Sutton, Maintaining and disseminating the kilogram following its redefinition, *Metrologia* 54 S.99 – S.107, 2017
- [Stoc20] M. Stock, S. Davidson: Report on the Calculation of the CCM Consensus Value for the Kilogram 2020, www.bipm.org/documents/20126/48512025/Report+on+calculation+of+consensus+value+2020/cf6aba9a-ddaf-0a63-f3d4-5f146e6e28f1, 2020
- [Ther17] Thermo Technologies, Datenblatt Polyimid Heizelement, (L x B) 300 x 100 mm, 230 V/ 305 W, Artikelnummer 3646100, 2017
- [Turk84] R. R. Turkington, R. F. Harris-Lowe, Note on the design of simple indium O-ring Seals, *Review of Scientific Instruments* 55, 803, doi.org/10.1063/1.1137806, 1984
- [Turn62] J. A. Turner, R. M. Pickard, G. R. Hoffman, Ultra-high vacuum system, *Journal of Scientific Instruments*, *J. Sci. Instrum.* Volume 39 26, 1962
- [West79] D. H. D. West, Updating Mean and Variance Estimates, An Improved Method, *Communication of the ACM*, Vol. 22, Nr. 9, 1979
- [Wiem19] A.- K. Wiemann, M. Stein, K. Kniel, Traceable metrology for large involute gears, *Precision Engineering*, Volume 55, Pages 330-338, doi: 10.1016/j.precisioneng.2018.10.001, 2019
- [Woeg99] W. Wöger, Remarks on the En-criterion used in measurement comparisons, *PTB-Mitteilungen* 109, 1/99, 1999

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 0-1 Schematische Darstellung einer Scheibe mit Kupplungskugeln.....	III
Abbildung 1-1 Siliziumkugel auf Pistons im Massekomparator Sartorius CCL1007.....	10
Abbildung 1-2 Innenansicht in den Messraum und Position eines Massestücks auf Auflagepunkten im Massekomparator M_one.....	11
Abbildung 1-3 Satz aus einem 16-Scheiben-Sorptionskörper und einem 8-Scheiben-Sorptionskörper mit Nennmasse 1 kg neben einem 1 kg Stahlgewichtsstück (rechts) nach Schwartz [Schw93].....	13
Abbildung 1-4 Verschiedene Sorptionskörper und rechts ein 1 kg Gewichtsstück (71DD) aus Edelstahl. Die Sorptionskörper sind über Distanzstücke mit mehreren Scheiben aufgebaut. Modifiziert nach [NPLR04].....	14
Abbildung 1-5 Transferkörper für die Untersuchung zu Sorptionseffekten bestehend aus unterschiedlichen Materialien: Platin-Iridium (links), Edelstahl (mittig) und Silizium (rechts).....	15
Abbildung 2-1 Taxometrie von Sorptions-, Duplex- und Auftriebskörpern zu einem Bezugsnormal. Verdeutlicht sind die nominellen Verhältnisse zwischen Masse, Dichte, Volumen und Oberfläche.....	19
Abbildung 2-2 Allgemeiner Aufbau eines Transferkörpers aus Scheiben mit sphärischen Distanzstücken. Von oben nach unten: Kopf-, Mittel- und Grundscheibe.....	20
Abbildung 2-3 Schematische Darstellung einer Scheibe mit optionalem Hohlraum.....	20
Abbildung 3-1 Darstellung eines monolithischen Hantelkörpers mit Fase cha und Ausstich crv, schematisch sind in den Ausschnitten A (gerade) und C (radial) mögliche Fasengeometrien abgebildet. Ausschnitt B zeigt die innenliegende Rundung, die in Abbildung 3-4 detailliert beschrieben wird.....	31
Abbildung 3-2 Schematischer Schnitt durch ein zylindrisches Objekt mit gerader umlaufender Fase.....	33
Abbildung 3-3 Schematischer Schnitt durch ein zylindrisches Objekt mit radialer umlaufender Fase.....	35
Abbildung 3-4 Schematischer Schnitt durch ein zylindrisches Objekt mit Ausstich.....	37
Abbildung 4-1 Berührungspunkt zweier Kupplungskugeln im Spalt zwischen zwei Scheiben.....	39
Abbildung 4-3 Positionierung von Kupplungskugeln nach Variante C (links) und Variante E (rechts).....	42
Abbildung 4-4 Positionierung von Kupplungskugeln nach Variante F (links) und Variante 1-2-3 (rechts).....	42

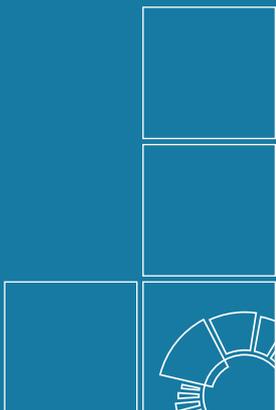
Abbildung 4-5 Schematische Darstellung von drei Stapelhöhen (I, II, III) mit Kontaktpunkt des Lagers A und Schwerpunkt S zur theoretischen Überlegung der Kippstabilität.....	44
Abbildung 4-6 links: Versuchsaufbau für den Kippversuch; rechts: Scheibe mit Positionen (in Grad) der Hauptkraftrichtungen.....	46
Abbildung 4-7 Aufbau Kugelstresstest: Variante Fallversuch mit Edelstahlhülse bestückt mit zwei übereinander gelagerten Kupplungskugeln und gegen seitliches Verrutschen stabilisierendes Holzbrett.....	49
Abbildung 4-8 Variante Aufsetzen: Polregion der Kontaktpunkte nach Kugelstresstest. Es sind keine plastischen Beschädigungen erkennbar.....	50
Abbildung 6-1 Mehrstufige Prozesskette zur Herstellung einer Kugel. Von links nach rechts: Schneiden, Drehen, Läppen, Polieren. Modifiziert [Meeß15].....	62
Abbildung 6-2 Topografie der gefertigten Siliziumkugel mit peak-to-valley Wert von ca. 36 nm. Anmerkung: Die Markierung auf der Kugel dient nur virtuell für die verwendete Auswertesoftware.....	63
Abbildung 6-3 Beispielhafte Kalottenbohrung mit charakteristischen Ausbrüchen ohne Fase.....	65
Abbildung 6-4 Aufbau zur Messung von Durchmesser und Höhe einer Scheibe mit Leitz Infinity. Links ist der kalibrierte Prüfdorn, mittig das kalibrierte Parallelendmaß und rechts die zu untersuchende Scheibe auf einem PVC-Block zu sehen.....	66
Abbildung 6-5 Positionierung der Topscheibe des untersuchten 2-Scheibenkörpers im CT-Koordinatenmessgerät.....	68
Abbildung 6-6 Eingelassene Kupplungskugeln und sichtbare Indiumringflächen, Grundscheibe des gefertigten Sorptionskörpers (3-Scheibenkörper).....	74
Abbildung 6-7 CT-Aufnahme des gefertigten 2-Scheibenkörpers mit Schnitt durch Kupplungskugeln und farblich hervorgehobenen Indiumblechen, links: Topscheibe mit Schnitt durch zwei Kupplungskugeln, rechts: gestapelte Topscheibe auf Grundscheibe mit Kupplungspartnern (CT Parameter siehe Kap. 6.3.1).....	74
Abbildung 6-8 Prozentualer Anteil der Indiumoberflächen auf die Gesamtoberflächen mit 2-, 3-, und 8-Scheiben Sorptionskörper in Abhängigkeit der Breite des Indiumspalts.....	75
Abbildung 6-9 Evolution des Deckels für eine optimale Verbindung des Hohlzylinders. Von links nach rechts in die Verringerung der Höhe sowie eine eingearbeitete Fase zu erkennen.....	77
Abbildung 6-10 Aufbau zur Montage von Hohlzylinder und Deckel in einer Hochvakuumkammer. Zu sehen ist der aufgehängte Hohlzylinder über dem auf einer Heizplatte positionierten Deckel.....	78
Abbildung 6-11 Praktische Überprüfung der Reinigungsmethode mit gefertigtem 2-Scheibenkörper. Links: Reinigung mit speziellem Tuch getränkt mit Reinigungslösung, rechts: Überspülen der auf einem Dreibein gelagerten Grundscheibe des 2-Scheibenkörpers mit destilliertem Wasser.....	79

Abbildung 7-1 Veranschaulichung der Verteilungen für $n = 3$ unabhängige Eingangsgrößen X mit den entsprechenden Streuungen g_{xn} , GUM JCGM 101:2008, modifiziert.....	81
Abbildung 7-2 Ablaufplan einer MC-Simulation zur Ermittlung der Fertigungsgenauigkeit bzw. Messunsicherheit.....	83
Abbildung 7-3 Häufigkeitsverteilung (links) und Verteilungsfunktion (rechts).....	85

Tabellenverzeichnis

Tabelle 0-1 Verwendete Variablen und Konstanten zur Beschreibung der Transferkörper.....	I
Tabelle 0-2 Verwendete Indizes zur Beschreibung der Transferkörpern.....	II
Tabelle 1-1 Begrenzende Abmessungen für die Verwendung von Prüfkörpern im Massekomparator Sartorius CCL1007.....	10
Tabelle 1-2 Maximale Abmessungen für den Einsatz von Prüfkörpern im Massekomparator Mettler-Toledo M_one.....	11
Tabelle 3-1 Zulässige Variationsbreiten für das im Rahmen der Arbeit entwickelte Variationsverfahren zur Bestimmung geeigneter Varianten von Inlaykörpern.....	28
Tabelle 4-1 Ergebnisse der experimentellen Bestimmung der Kippstabilität in Abhängigkeit der gewählten Positionen (in Grad).....	47
Tabelle 4-2 Versuchsdurchführung der Variante Aufsetzen.....	50
Tabelle 5-1 Bewertung von Ausführungsformen von Sorptionskörpern mit gleich großen Scheiben bezüglich Oberflächenverhältnis, Radius, Scheiben- und Gesamthöhe des Aufbaus. Die hervorgehobenen Varianten erfüllen alle Nebenbedingungen.....	53
Tabelle 5-2 Ausführungsform eines Sorptionskörpers mit spezieller Grundscheibe und darüberliegenden weiteren Scheiben.....	55
Tabelle 5-3 Ergebnis für angepasste Parameter für einen Hohlkörper, der zusammen mit einem Inlaykörper für einen Satz an Auftriebskörpern verwendet werden kann.....	56
Tabelle 5-4 Modellparameter für einen Inlaykörper mit eingeschlossenem Wolframkern bei identischen Radien von verwendeten Scheiben und Zylinder von 0,034 m.....	57
Tabelle 5-5 Ergebnis eines Duplexkörpers in Hantelform.....	58
Tabelle 6-1 Ergebnisse zur Messung von mittleren Durchmessern und mittleren Abständen für einen 2-Scheibenkörper mittels KMG.....	67
Tabelle 6-2 Abgleich zwischen gemessenen Scheibenparametern und Sollwerten.....	67
Tabelle 6-3 Verwendete CT-Messparameter.....	69
Tabelle 6-4 Ergebnisse zur Messung von mittleren Durchmessern und mittleren Abstand für einen 2-Scheibenkörper mittels KMG mit CT.....	69
Tabelle 6-5 Umgebungsbedingungen für Bestimmung der Masse eines 2-Scheibenkörpers an Luft.....	70
Tabelle 6-6 Umgebungsbedingungen für Bestimmung der Masse eines 2-Scheibenkörpers im Vakuum.....	70
Tabelle 6-7 Untersuchte Lote und deren Fließverhalten/Benetzung auf Si-Wafern, aufsteigend nach Schmelztemperatur.....	72

Tabelle 6-8 Prozentualer Anteil der Indiumoberfläche an der Gesamtoberfläche der 2-, 3-, und 8-Scheibenkörper sowie die prozentuale Sensitivität der Sorptionseigenschaften zwischen Indium und Silizium.....	76
Tabelle 7-1 Verteilungsfunktionen und Standardabweichung der Eingangsgrößen für eine Masse von 1 kg.....	82
Tabelle 7-2 Ermittelte Werte durch beispielhafte Masse der Transferkörper.....	85
Tabelle 7-3 Eingangsparameter aus Zwischenergebnissen der geometrischen Parameter für Monte-Carlo-Simulation.....	86
Tabelle 7-4 Ergebnisse der Monte-Carlo-Simulation für Masse, Volumen und Oberfläche der einzelnen Transferkörper.....	87
Tabelle 7-5 Einfluss von Fertigungsabweichungen auf die Masse und die zu ermittelnde Messunsicherheit eines 8-Scheibenkörpers.....	91
Tabelle 7-6 Fall I: Eingangswerte für Fertigung, Messung und Materialeigenschaften zur Fertigung und Messung eines 8-Scheibenkörpers mit einer Genauigkeit von wenigen Mikrogramm.....	92
Tabelle 7-7 Fall I: Begleitende Parameter für die Massebestimmung.....	93
Tabelle 7-8 Fall II: Erwartete Einflussgrößen durch Fertigungstoleranzen und Messunsicherheit des Messprozesses für einen 8-Scheibenkörper.....	93
Tabelle 7-9 Fall II: Zu erwartende Abweichungen und Absolutwerte aufgrund von Fertigungstoleranzen und Messunsicherheit des Messprozesses für einen 8-Scheibenkörper.....	94
Tabelle 7-10 Fall III: Einflussgrößen mit zu erwartenden Abweichungen für einen gefertigten 8-Scheibenkörper.....	94
Tabelle 7-11 Auswirkung der Einflussgrößen auf die Standardabweichung der Masse.....	95
Tabelle 7-12 Auswirkung der Einflussgrößen auf die Standardabweichung des Volumens.....	95
Tabelle 7-13 Auswirkung der Einflussgrößen auf die Standardabweichung der Oberfläche.....	96



Herausgeber:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt

ISNI: 0000 0001 2186 1887

Presse und Öffentlichkeitsarbeit

Bundesallee 100

38116 Braunschweig

Telefon: (05 31) 592-93 21

Telefax: (05 31) 592-92 92

www.ptb.de