

Prüfung von Pigmenten
und anderen pulverförmigen oder granulierten Erzeugnissen

Bestimmung des Stampfvolumens und der Stampfdichte

DIN
53 194

Testing of pigments and other powdered or granulated materials;
determination of tamped volume and tamped apparent density

Zusammenhang mit den von der International Organization for Standardization (ISO) herausgegebenen Empfehlungen ISO/R 787-1970 und ISO/R 1068-1969, siehe Erläuterungen.

1. Zweck und Anwendung

Das Verfahren nach dieser Norm dient zur Bestimmung des Stampfvolumens und der Stampfdichte von Pulvern und Granulaten, z. B. von Pigmenten¹⁾, Füllstoffen, Rußen oder pulverförmigen Kunststoffen. Das Stampfvolumen und die Stampfdichte hängen wesentlich von der Dichte, Teilchenform und Teilchengröße ab und erlauben Schlüsse z. B. auf die erforderliche Größe von Verpackungen sowie die Gleichmäßigkeit von Lieferungen. Welche der Eigenschaften bestimmt werden soll, ist zu vereinbaren.

2. Begriffe

2.1. Das Stampfvolumen eines pulverförmigen oder granulierten Erzeugnisses ist nach dieser Norm das Volumen in cm^3 , das 1 g des Erzeugnisses nach dem Stampfen im Stampfvolumeter unter festgelegten Bedingungen einnimmt.

2.2. Die Stampfdichte eines pulverförmigen oder granulierten Erzeugnisses ist nach dieser Norm die Masse in g, die 1 cm^3 des Erzeugnisses nach dem Stampfen im Stampfvolumeter unter festgelegten Bedingungen einnimmt.

3. Probenahme

Aus dem zu prüfenden Erzeugnis wird nach DIN 53 205 eine Endprobe entnommen, die für zwei Bestimmungen ausreicht (etwa 500 cm^3).

4. Geräte

4.1. Exsikkator mit Kieselgel als Trockenmittel.

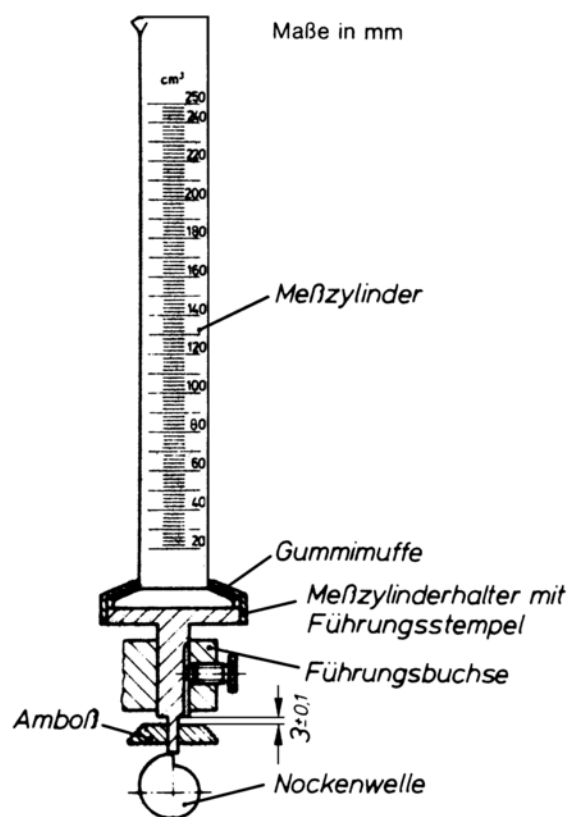
4.2. Sieb von 200 mm Durchmesser mit Drahtsiebboden 0,5 nach DIN 4188 Blatt 1.

4.3. Stampfvolumeter^{2) 3)}, das folgenden Anforderungen entspricht (siehe hierzu die Prinzipskizze):

- 250- cm^3 -Meßzylinder, Gewicht $220 \text{ g} \pm 40 \text{ g}$. Falls notwendig, darf ein Meßzylinder mit einem anderen Gewicht verwendet werden. Das Gesamtgewicht von Meßzylinder und Meßzylinderhalter muß aber $670 \text{ g} \pm 45 \text{ g}$ betragen.
- Meßzylinderhalter mit Führungstempel, Gewicht $450 \text{ g} \pm 5 \text{ g}$.
- Nockenwelle, deren Nocken einmal je Umdrehung den Führungstempel mit Meßzylinderhalter und Meßzylinder anhebt. Drehzahl der Nockenwelle (250 ± 15)/min.
- Amboß, auf den der angehobene Führungstempel aus einer Höhe von $3 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ herabfällt.
- Zählwerk für Anzahl der Stampfungen (Umdrehungen der Nockenwelle)

f) Führungsbuchse zur möglichst reibungslosen Führung des Führungstempels.

Das Spiel des Führungstempels in der Führungsbuchse soll so bemessen sein, daß einerseits der Führungstempel mit Meßzylinder möglichst reibungslos fällt, und daß andererseits noch eine gute Führung erreicht wird (kein zu großes Spiel).



Prinzipskizze des Stampfvolumeters

1) Begriff Pigment siehe DIN 55 943

2) Über Bezugsquellen erteilt der Fachnormenausschuß Pigmente und Füllstoffe im DNA, 1 Berlin 30, Burggrafenstraße 4-7, Auskunft.

3) Vgl. z. B. Becker, E. A.: Eine neue Apparatur zur Bestimmung des Stampfvolumens von pulverförmigen Stoffen. Farben-Ztg. Bd. 38 (1933) S. 1685, siehe ferner Wilborn, F.: Physikalische und technologische Prüfverfahren für Lacke und ihre Rohstoffe, Verlag Berliner Union, Stuttgart 1953.

Fortsetzung Seite 2
Erläuterungen Seite 2

Fachnormenausschuß Pigmente und Füllstoffe (FNP) im Deutschen Normenausschuß (DNA)

Fachnormenausschuß Kunststoffe (FNK) im DNA

Fachnormenausschuß Materialprüfung (FNM) im DNA

Anmerkung: Bei ausgeführten Stampfvolumetern hat sich ein Spiel zwischen Führungstempel und Führungsbuchse von $0,05 \text{ mm} \pm 0,01 \text{ mm}$ bewährt. Der Führungstempel soll nicht geschmiert werden, damit nicht durch Verwendung verschieden zäher oder alternder Öle unterschiedliche Reibungsverhältnisse auftreten können.

4.4. Waage mit einem Skalenwert von $0,1 \text{ g}$

4.5. Wärmeschrank für eine Temperatur von $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$

5. Durchführung

5.1. Die nach Abschnitt 3 entnommene Probe wird in dünner Schicht bei $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$ zwei Stunden lang getrocknet, anschließend auf Raumtemperatur in einem Exsikkator abgekühlt und durch ein Sieb nach Abschnitt 4.2 gegeben. Nach Vereinbarung kann das Trocknen oder das Sieben oder die gesamte Vorbehandlung wegfallen, z. B. bei der Prüfung von hochdispersen Kieselsäuren und pulverförmigen Kunststoffen. Bei der Prüfung von Granulaten fällt das Sieben weg.

5.2. Etwa 200 cm^3 der nach Abschnitt 5.1 behandelten Probe werden in den Meßzylinder des Stampfvolumeters (nach Abschnitt 4.3) so eingefüllt, daß keine Hohlräume verbleiben und die Oberfläche der Probe waagrecht ist. Beim Einfüllen der Probe hält man zweckmäßig den Meßzylinder in geneigter Lage und dreht ihn. Durch vorsichtiges Hin- und Herneigen wird die Oberfläche der Probe zum Schluß waagrecht eingestellt. Die Masse der eingefüllten Probe wird auf $0,5 \text{ g}$ bestimmt (Einwaage E).

Bei Stoffen mit einer sehr geringen Einwaage wie z. B. pulverförmigen Rußen und hochdispersen Kieselsäuren wird die Masse auf $0,1 \text{ g}$ genau bestimmt.

Der Meßzylinder mit der Probe wird in den Meßzylinderhalter des Stampfvolumeters (nach Abschnitt 4.3) fest eingesetzt und 1250 mal gestampft. Das Volumen der gestampften Probe wird an der Skale des Meßzylinders auf 1 cm^3 abgelesen.

Anmerkung: Sollte sich die Oberfläche der Probe beim Stampfen geneigt haben, so bereitet es keine Schwierigkeiten, die Ablesung auf 1 cm^3 zu schätzen.

Die Probe wird in Stufen von je 1250 Stampfungen weiter gestampft, bis der Unterschied des Volumens nach zwei aufeinanderfolgenden Stufen kleiner als 2% , bezogen auf den höheren Wert, ist. Das Volumen nach der letzten Stampfung dient zur Berechnung des Stampfvolumens und der Stampfdichte.

6. Auswertung

6.1. Stampfvolumen

Das Stampfvolumen in cm^3/g ist:

$$\text{Stampfvolumen} = \frac{V}{E}$$

Hierin bedeuten:

E Einwaage in g

V Volumen der Probe in cm^3 nach der letzten Stampfung

6.2. Stampfdichte

Die Stampfdichte in g/cm^3 ist:

$$\text{Stampfdichte} = \frac{E}{V}$$

Hierin bedeuten:

E Einwaage in g

V Volumen der Probe in cm^3 nach der letzten Stampfung

7. Prüfbericht

Im Prüfbericht sind unter Hinweis auf diese Norm anzugeben:

Art und Bezeichnung des Erzeugnisses

Art der Vorbehandlung der Probe

Stampfvolumen in cm^3/g und/oder

Stampfdichte in g/cm^3 , auf mindestens zwei wertanzeigende Ziffern

Einzelwerte

Mittelwert

Von der Norm abweichende Prüfbedingungen,

z. B. Anzahl der Stampfungen

Prüfdatum.

Erläuterungen

Die vorliegende Norm wurde vom Arbeitsausschuß 10 „Prüfverfahren und Kennwerte für Pigmente“ des Fachnormenausschusses Pigmente und Füllstoffe im DNA ausgearbeitet.

Sie entspricht bei der Bestimmung des Stampfvolumens der ISO-Empfehlung ISO/R 787-1970 „General methods of test for pigments. Part XI. Determination of tamped volume“ – „Méthodes générales d'essai de pigments. Partie XI. Détermination du volume après tassement“ – „Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente. Teil XI. Bestimmung des Stampfvolumens“ mit dem Zusatz, daß außer Pigmenten auch andere pulverförmige und granulierten Produkte nach dieser Norm geprüft werden dürfen. Außerdem wird in der ISO-Empfehlung das Stampfvolumen auf 100 g Pigment bezogen, wodurch der erhaltene Wert um den Faktor 100 größer wird als der nach dieser Norm ermittelte Wert. Bei der Bestimmung der Stampfdichte entspricht die Norm der ISO-Empfehlung ISO/R 1068 „Plastics. PVC resins. Determination of the apparent bulk density“ – „Matières plastiques. Résines de polychlorure de vinyle. Détermination de la masse volumique apparente du produit tassé“ – „Kunststoffe. PVC-Harze Bestimmung der Stampfdichte“ mit der Änderung, daß die ISO-Empfehlung sich nur auf PVC-Harze bezieht, die Einwaage mit 100 g festgelegt ist und zusätzlich Maße für den Meßzylinder festgelegt sind.

Neben der Bestimmung der Stampfdichte und des Stampfvolumens wird bisweilen noch die Angabe der Schüttdichte bzw. des Schüttvolumens gewünscht. Die Schüttdichte bzw. das Schüttvolumen eines pulverförmigen Stoffes, z. B. eines Pigmentes, stellen aber in dem hier angesprochenen Fall der Lager- und Verpackungsvolumen keine charakteristischen Eigenschaften dar, da sie von äußeren Einflüssen wie Transport und Lagerung abhängen und nicht als reproduzierbar meßbare Größe oder Eigenschaft eines pulverförmigen Stoffes anzusehen sind. Für andere Anwendungsbereiche als Pigmente und Füllstoffe können die Schüttdichte bzw. das Schüttvolumen durchaus reproduzierbare und praxisgerechte Meßgrößen darstellen (siehe DIN 53 468 „Prüfung von Kunststoffen; Bestimmung der Schüttdichte von Formmassen“).

Das Stampfvolumen sowie das Schüttvolumen werden in cm^3/g angegeben. Es handelt sich somit nicht um reine Volumenangaben, sondern auf spezielle Gewichtsangaben bezogene Volumen. Für das Stampfvolumen wurden nur diejenigen Gewichte, Maße, Drehzahlen usw. festgelegt, die den Stampfvorgang und damit die Werte der Stampfvolumen beeinflussen, während alle weiteren technischen Einzelheiten, z. B. die Art des Antriebes, bewußt nicht festgelegt wurden und ihre Wahl den Apparatebau-Firmen überlassen bleiben soll.