

Partikelgrößenanalyse Sedimentationsanalyse im Schwerfeld Pipette-Verfahren

DIN
66 115

Particle size analysis; sedimentation analysis in the gravitational field; pipette method

Ersatz für Ausgabe 11.73

Granulométrie; Analyse granulométrique par sédimentation par gravité; méthode de la pipette

Inhalt

	Seite		Seite
1 Anwendungsbereich und Zweck	1	8 Analysenbericht	5
2 Kurzbeschreibung und Bezeichnung des Verfahrens	1	9 Auswertebeispiel	5
3 Geräte	2	10 Formelzeichen	7
4 Ausmessen des Pipettegerätes	2	Zitierte Normen und andere Unterlagen	7
5 Zeitplan für die Entnahme der Proben	3	Weitere Normen	7
6 Vorbereitende Arbeiten	4	Frühere Ausgaben	8
7 Durchführung der Analyse	4	Änderungen	8

1 Anwendungsbereich und Zweck

Diese Norm gilt für das Verfahren zur Ermittlung der Verteilungssummenkurve (siehe DIN 66141) eines dispersen Feststoffes in einer Flüssigkeit mit dem Pipettegerät im Bereich des Sinkgeschwindigkeits-Äquivalentdurchmessers von etwa 1 bis etwa 250 µm.

2 Kurzbeschreibung und Bezeichnung des Verfahrens

2.1 Kurzbeschreibung

Das in Bild 1 dargestellte Pipettegerät (auch unter der Bezeichnung „Andreasen-Pipette“ [1] bekannt) besteht aus dem Sedimentationsgefäß und der Pipette zur Entnahme von Proben. Mit diesem Gerät ermittelt man die Feststoffmassenkonzentration einer Suspension in einer Meßebebene oberhalb des Bodens des Sedimentationsgefäßes. Die gemessene Konzentration ist dem gesuchten Durchgang D proportional. Man erhält also direkt die Verteilungssummenkurve in Abhängigkeit von der Sinkgeschwindigkeit w oder eines daraus berechneten Sinkgeschwindigkeits-Äquivalentdurchmessers x_w eines in einer ruhenden Flüssigkeit sedimentierenden dispersen Feststoffs [1], [2], [3], [4], [5] und [6].

Man entnimmt mittels der Pipette nach einem vorher festgelegten Zeitplan Proben des Suspensions-Volumens V aus der Meßebebene und bestimmt die darin enthaltene Feststoffmasse m beispielsweise nach Verdampfen der Sedimentationsflüssigkeit. Den Durchgang D berechnet man aus dem Verhältnis der Feststoffmassenkonzentration $C_m = m/V$ zur Zeit t und der Konzentration der homogenen Suspension $C_{m,0} = m_0/V_0$ (der sogenannten Bezugsprobe) zur Zeit $t = 0$:

$$D = \frac{C_m}{C_{m,0}} = \frac{m}{m_0} \frac{V_0}{V} \quad (1)$$

Wird – wie üblich – bei jeder Pipettierung das gleiche Suspensionsvolumen abgesaugt, so ist $V_0/V = 1$ und der Durchgang

$$D = \frac{m}{m_0} \quad (1a)$$

Bei bekanntem Pipettevolumen $V = V_0$ kann m_0 auch aus der bekannten Feststoffkonzentration $C_{m,0}$ der homogenen Suspension berechnet werden.

Der Durchgang wird entweder direkt in Abhängigkeit von der Sinkgeschwindigkeit w

$$w = h/t \quad (2)$$

h = Sedimentationshöhe (Abstand zwischen Suspensionsoberfläche und Meßebebene)

t = Sedimentationszeit

oder in Abhängigkeit eines daraus berechneten Sinkgeschwindigkeits-Äquivalentdurchmessers x_w dargestellt. Im allgemeinen berechnet man aus der gemessenen Sinkgeschwindigkeit den sogenannten Sinkgeschwindigkeits-Äquivalentdurchmesser x_w des kugelförmigen Partikels gleicher Sinkgeschwindigkeit und gleicher Dichte. x_w wird im Gültigkeitsbereich des Stokesschen Widerstandsgesetzes, d. h. bei Reynoldszahlen $Re \leq 0,25$ auch kurz Stokes-Durchmesser genannt. x_w ist eine der Sinkgeschwindigkeit äquivalente Rechengröße, die anhand nachfolgender Größengleichung aus der Sinkgeschwindigkeit w berechnet wird (siehe DIN 66111):

$$x_w^2 = \frac{18}{g} \frac{\eta}{\rho_s - \rho_f} w \quad (3)$$

unter der Voraussetzung

$$Re = \frac{w x_w \rho_f}{\eta} \leq 0,25 \quad (4)$$

Aus dieser Voraussetzung folgt für den größten Stokes-Durchmesser $x_{w,max}$ in µm:

$$x_{w,max} = \sqrt[3]{\frac{18 Re_{max}}{g} \frac{\eta^2}{\rho_f (\rho_s - \rho_f)}} = \sqrt[3]{\frac{4,5}{g} \frac{\eta^2}{\rho_f (\rho_s - \rho_f)}} \quad (5)$$

Fortsetzung Seite 2 bis 8

Normenausschuß Siebböden und Kornmessung (NASK) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.
Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, gestattet.

Statt Gleichung (3) wird vielfach folgende Zahlenwertgleichung verwendet, bei der die einzelnen Größen in den angegebenen Einheiten einzusetzen sind:

$$x_w = 17,5 \sqrt{\frac{\eta}{\rho_s - \rho_f}} \sqrt{\frac{h}{t}} \quad (6)$$

x_w in μm , η in $\text{mPa}\cdot\text{s}$, ρ_s , ρ_f in g/cm^3 , h in cm , t in min . Wird als Feinheitsmerkmal die Sinkgeschwindigkeit selbst verwendet, so sind die Feststoffdichte, die Dichte und die Viskosität der Sedimentationsflüssigkeit sowie die Versuchstemperatur anzugeben.

Bei Gemengen, die aus Partikeln unterschiedlicher Dichte zusammengesetzt sind, hat der Sinkgeschwindigkeits-Äquivalentdurchmesser nur einen formalen Wert.

2.2 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens zur Durchführung der Sedimentationsanalyse nach dem Pipette-Verfahren (P):

Verfahren DIN 66 115 – P

3 Geräte

a) Pipettegerät

Das Pipettegerät (siehe Bild 1) besteht aus einem Sedimentationsgefäß und einer Pipette.

Das Sedimentationsgefäß hat einen Innendurchmesser von mindestens 50 mm und eine über die gesamte Sedimentationshöhe zylindrische Innenwand. Am unteren Ende befindet sich ein breiter standfester Fuß, am oberen Ende ein Hülsenschliff HNS 29/32 nach DIN 12 242 Teil 1. Die

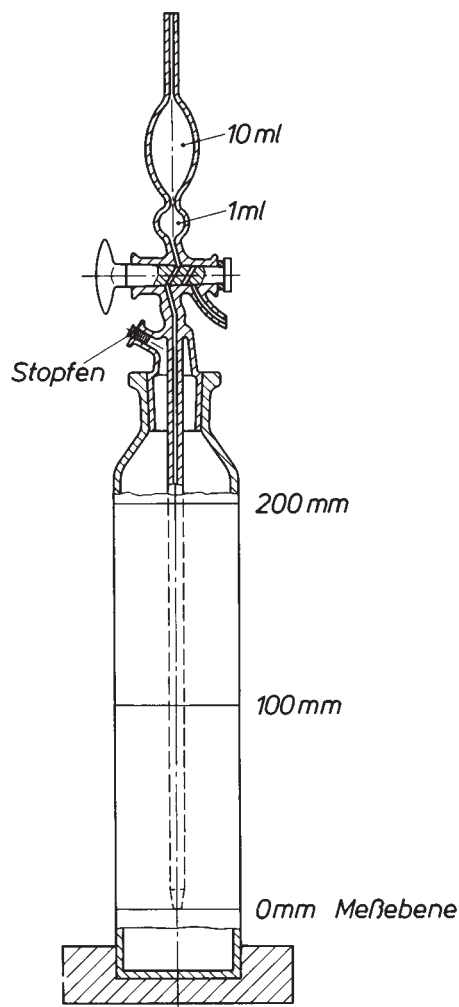


Bild 1. Pipettegerät

Standfläche des Fußes ist senkrecht zur Achse des Sedimentationsgefäßes. Auf dem Außenmantel sind wenigstens zwei rundum verlaufende Meßmarken angebracht, von denen sich die untere vorzugsweise 50 mm über dem inneren Gefäßboden, die obere $200 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$ (in Sonderausführungen höher oder tiefer) über der unteren Meßmarke befindet. Zwischen den Meßmarken kann zusätzlich eine Skale mit einer 5-mm- oder 10-mm-Teilung angebracht sein. Als Material für Sedimentationsgefäß wie Pipette kommt vorzugsweise Glas in Frage.

Für die Toleranzen der Pipette gilt sinngemäß DIN 12 690. Der olivenförmige Maßraum der Pipette hat einen Nenninhalt von 10 ml (bei kleineren Sedimentationshöhen als 10 cm von 5 ml) und ist durch einen Zweiweg-Hahn von Nenngröße 3 nach DIN 12 553 von der zentral in das Sedimentationsgefäß bis zur unteren Meßmarke reichenden Kapillare getrennt. Die Form des Maßraums ist wie in Bild 2 dargestellt auszuführen [6]. Er muß sowohl im unteren wie im oberen Teil einen allmählichen Übergang zu den Kapillaren aufweisen. Die Kapillare oberhalb des Maßraums hat einen Innendurchmesser von ungefähr 3,5 mm und wenigstens eine Meßmarke.

Es ist jedoch vorteilhaft, nach oben eine zusätzliche Skale von etwa 20 Teilstrichen in Millimeterteilung anzubringen. Unterhalb des eigentlichen Maßraums ist eine zweite Blase von ungefähr 1 ml Inhalt anzuordnen, um die nach jeder Pipettierung in der von der Ansaugöffnung bis zum Zweiweg-Hahn reichenden Kapillare zurückbleibende Suspension kurz vor der nachfolgenden Pipettierung entfernen zu können [6].

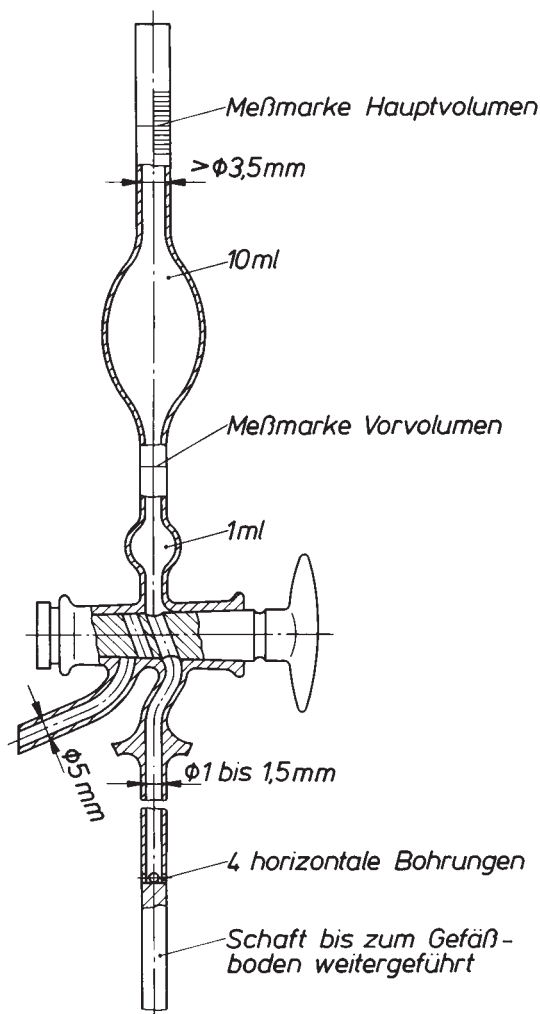


Bild 2. Pipette

Die in das Sedimentationsgefäß reichende Kapillare hat einen Innendurchmesser von 1 bis 1,5 mm und endet mit einer Toleranz von $\pm 0,2$ mm auf der Höhe der unteren Meßmarke. Sie kann auch bis zum Boden des Sedimentationsgefäßes reichen und ist dann mit 2 bis 4 seitlichen Ansaugöffnungen in der Meßebeine zu versehen. Vom Boden bis zur Unterkante der Ansaugöffnungen ist die Kapillare auszufüllen.

Am Zweiweg-Hahn befindet sich eine abgeknickte Auslaufkapillare von etwa 5 mm Innendurchmesser. Unterhalb des Zweiweg-Hahnes hat die Pipette ein Glasdom, der in einem Kegelschliff KNS 29/32 nach DIN 12 242 Teil 1 ausläuft und außerdem eine seitlich herausgeführte mit Hülssenschliff HNS 7/16 nach DIN 12 242 Teil 1 und Stopfen versehene Einfüllöffnung besitzt.

Sämtliche Kapillaren dürfen keine Verengungen besitzen. Pipette und Sedimentationsgefäß müssen vom Hersteller paarweise so gekennzeichnet sein, daß ein Vertauschen erkennbar ist.

Außer dem Pipettegerät werden zur Durchführung einer Partikelgrößenanalyse noch folgende Zusatzgeräte benötigt:

- b) Schütteltisch, Rührer oder Ultraschallgerät zum Dispergieren der Probe.
- c) Wasserbad, Thermostat oder temperaturkonstanter Raum (± 1 K). Die Meßtemperatur darf sich während der Analyse um nicht mehr als ± 1 K ändern, andernfalls sind Dichte- und Viskositätsänderung bei der Auswertung zu berücksichtigen. Die zeitliche Änderung der Temperatur der Suspension soll kleiner als $\pm 0,01$ K/min sein. Dies kann man durch ausreichend große Wasserbäder und/oder sorgfältige Einstellung des Thermostaten auf möglichst lange Heiz- und Kühlperioden erreichen.
- d) Je Pipettegerät etwa 20 numerierte Abdampfschalen DIN 12 336 – 70. Statt Abdampfschalen können auch Filtertiegel aus Glas oder weichmacherfreie Membranfilter mit einer den feinsten Partikeln angepaßten Porenweite verwendet werden.
- e) Gegebenenfalls eine Wasserstrahlpumpe zum Ansaugen der Proben.
- f) Uhr mit Sekundenanzeige.
- g) Vorrichtung zum vorsichtigen Verdampfen der Sedimentationsflüssigkeit bzw. eine Vakuumeinrichtung zum Filtrieren.
- h) Tiegel- oder Reagenzglaszange.
- i) Trocknungs- oder Vakuum-Trocknungsschrank mit geeignetem Temperaturbereich zum endgültigen Trocknen der Proben.
- j) Exsikkatoren zum Abkühlen der aus dem Trocknungsschrank kommenden Abdampfschalen.
- k) Analysenwaage mit einer Fehlergrenze von höchstens 0,1 mg. Für alle Wägungen ist dieselbe Waage zu verwenden.
- l) Becher mit etwa 50 ml Inhalt zum Spülen, Becher mit etwa 100 ml Inhalt zur Aufnahme der Vorvolumina.
- m) Spritzflasche mit Flüssigkeit zum Spülen, Spritzflasche mit Sedimentationsflüssigkeit (mit etwaigem Dispergiermittelzusatz) zum Auffüllen der Suspension bis zur oberen Meßmarke im Sedimentationsgefäß.

4 Ausmessen des Pipettegerätes

4.1 Maßraum und Vorvolumen

Die Volumina des Maßraums der Pipette und des in Bild 2 dargestellten Vorvolumens sind zu ermitteln.

Man gibt in das gesäuberte und getrocknete Pipettegerät eine kleine Menge destillierten Wassers und füllt das Vor-

volumen bzw. den Maßraum durch Hochsaugen des Wassers bis zur jeweiligen Meßmarke. Das Wasser läßt man in eine tarierte Abdampfschale auslaufen und bläst das in der Auslaufkapillare und im Maßraum bzw. dem Vorvolumen noch haftende Wasser heraus. Die Abdampfschale wird sofort gewogen. Aus der Masse des Wassers wird das Volumen berechnet. Die Messung ist mehrfach zu wiederholen und der Mittelwert zu notieren. Die Messung kann auch mit Quecksilber durchgeführt werden.

4.2 Sedimentationshöhe

Die Sedimentationshöhe verringert sich mit jeder Pipettierung. Diese Höhenabnahme ist ebenfalls vor Beginn einer Analyse experimentell festzustellen. Man befestigt dazu auf der Außenseite des Sedimentationsgefäßes einen Maßstab mit einer Teilung von 0,5 mm und liest die Sedimentationshöhe nach jeder Pipettierung ab. Auch diese Messung ist mehrfach zu wiederholen. Die Mittelwerte zusammengehöriger Meßpunkte sind zu notieren. Die Höhenabnahme kann bei kalibrierten Gefäßen auch berechnet werden.

Da die Höhenabnahme von der Größe des Maßraumes der Pipette und dem Durchmesser des Sedimentationsgefäßes abhängt, gilt jede Messung nur für zusammengehörige Pipetten und Gefäße.

4.3 Inhalt des Sedimentationsgefäßes

Das Fassungsvermögen des Sedimentationsgefäßes bei eingesetzter Pipette ist mit einer Genauigkeit von 1 ml festzustellen. Man füllt dazu beispielsweise das lotrecht aufgestellte Sedimentationsgefäß bis 10 mm unter die obere Meßmarke mit destilliertem Wasser, setzt die Pipette mit auf Ansaugstellung stehendem Zweiweg-Hahn ein und füllt mit einer Spritzflasche durch den Seitentubus (mit Hülssenschliff HNS 7/16 nach DIN 12 242 Teil 1) bis zur 200-mm- bzw. 100-mm-Marke auf. Das Gerät wird gewogen, das Taragewicht abgezogen und das Volumen der eingefüllten Flüssigkeit berechnet.

5 Zeitplan für die Entnahme der Proben

Die Proben werden aus der Meßebeine nach bestimmten Zeiten entnommen, die man für gegebene Sedimentationshöhen h und Sinkgeschwindigkeits-Äquivalentdurchmesser x_w aus den Gleichungen (3) oder (6) vorausberechnen kann:

$$t = \frac{18}{g} \cdot \frac{\eta}{\rho_s - \rho_f} \cdot \frac{h}{x_w^2} \quad (7)$$

oder

$$t = 3,06 \cdot 10^2 \cdot \frac{\eta}{\rho_s - \rho_f} \cdot \frac{h}{x_w^2} \quad (8)$$

wobei man die Sedimentationszeit t in min erhält, wenn die Viskosität η in mPa·s, die Dichten ρ_s und ρ_f in g/cm³, die Sedimentationshöhe h in cm und der Durchmesser x_w in μ m eingesetzt werden. Gleichung (7) dagegen ist eine Grö-Bengleichung ($g = 981$ cm/s²).

Da bei der graphischen Darstellung im allgemeinen eine logarithmisch geteilte Abszissenachse verwendet wird, sollte man eine geometrische Stufung der Äquivalentdurchmesser beispielsweise nach einer Normzahlreihe anstreben, um bei der Auftragung gleiche Abstände der Meßpunkte zu erhalten. Die verwendete Normzahlreihe nach DIN 823 Teil 1 ist dem zu untersuchenden Bereich der Sinkgeschwindigkeit bzw. des Äquivalentdurchmessers anzupassen. Ihre Stufung sollte so ausgewählt werden, daß wenigstens 10 Meßpunkte über den Verlauf der Durchgangskurve Auskunft geben. Sollte der Verlauf des Sink-