

Körnungen aus Elektrokorund und Siliciumcarbid

für Schleifkörper aus gebundenem Schleifmittel
und zum Spanen mit losem Korn
Prüfung der Mikrokörnungen F230 bis F1200

DIN
69 101
Teil 3

Grains of fused aluminium oxide and silicon carbide for bonded abrasive products and chip removal operations with loose abrasive grains; method of test of microgrits F230 to F1200

Grains en oxyde d'aluminium électro fondue et en carbure de silicium pour produits abrasifs agglomérés et pour enlèvement de copeaux avec grains non agglomérés; contrôle de la distribution granulométrique des micrograins F230 à F1200

Grundlage für diese Norm war der von der Fédération Européenne des Fabricants de Produits Abrasifs (FEPA) erstellte Standard 42-D - 1984 über Mikrokörnungen für Schleifkörper aus gebundenem Schleifmittel.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für die Prüfung der Mikrokörnungen F230 bis F1200 aus Elektrokorund und Siliciumcarbid nach DIN 69 101 Teil 1.

2 Prüfung durch Sedimentation

Die Prüfung der Mikrokörnungen F230 bis F1200 wird durch Sedimentation mit Hilfe eines Fotosedimentometers, z. B. des Eppendorf-Fotosedimentometers¹⁾ durchgeführt, wobei die Korngrößenverteilung der Probe ermittelt wird. Hierfür gibt es verschiedene Geräte, deren Prinzip darin besteht, daß die Licht- bzw. Röntgenstrahlaborption einer Suspension von Teilchen in einer Flüssigkeit gemessen wird.

Da sich die Teilchen in einer Suspension nach dem Stokes'schen Gesetz absetzen, nimmt die Absorption ab, während die Intensität der durch die Suspension durchgehenden Strahlung so lange zunimmt, bis alle Teilchen sedimentiert sind, d. h. die optische Dichte konstant bleibt.

Die Lichtintensität wird mittels einer Fozelle gemessen. Es gibt Geräte mit automatischen Schreibern, während bei anderen Geräten die Werte in bestimmten Intervallen abgelesen werden müssen. Zur Bestimmung der Korngrößenverteilung einer bestimmten Probe benötigt man

- die Dichte und die Viskosität des Sedimentationsmittels,
- die Dichte des zu prüfenden Schleifmittels,
- den Abstand zwischen der Oberfläche des Sedimentationsmittels und dem Lichtstrahl, durch den die Teilchen während der Prüfung fallen,
- die in bestimmten Zeitabständen gemessene Trübung der Flüssigkeit der Suspension.

Ermittelt werden zur Bestimmung der Korngrößenverteilung

- die theoretische Korngröße am 3%-Punkt der Korngrößenverteilungskurve (d_{33} -Wert)
- die theoretische Korngröße am 50%-Punkt der Korngrößenverteilungskurve (d_{50} -Wert)
- die theoretische Korngröße am 94%-Punkt der Korngrößenverteilungskurve (d_{94} -Wert)

Die zulässigen Werte sind in Tabelle 1 festgelegt.

¹⁾ Über die Bezugsquelle gibt Auskunft:

Normenausschuß Werkzeuge und Spannzeuge (FWS) im DIN, Kamekestraße 8, 5000 Köln 1

Die Bestimmung der Korngrößen mit anderen Meßgeräten als dem Eppendorf-Fotosedimentometer, z. B. mit dem Sedigraph 5000 D, mit dem Bound-Brook-Fotosedimentometer oder auch mit Geräten, die auf anderen Meßprinzipien beruhen, z. B. mit dem US-Sedimentometer, kann abweichende Werte liefern.

Umrechnungen von Meßwerten für einige Geräte siehe Beiblatt 1 zu DIN 69 101 Teil 3.

3 Bezeichnung des Prüfverfahrens

Die Bezeichnung des Prüfverfahrens für die Mikrokörnungen F230 bis F1200 lautet unter Angabe des Meßgerätes z. B.:

Prüfung DIN 69 101 - Mikro F-Eppendorf-Fotosedimentometer

oder

Prüfung DIN 69 101 - Mikro F - Sedigraph 5000 D

4 Prüfmittel

Als Basis des Prüfverfahrens dienen die Mikro-F-Mastergrits¹⁾.

Zu jedem Mikro-F-Mastergrit gehört ein Zertifikat der Staatlichen Materialprüfungsanstalt Darmstadt (MPA) mit den Werten des 3%-, 50%- und 94%-Punktes, die mit dem Eppendorf-Fotosedimentometer ermittelt wurden. Mit Hilfe der Mastergrits werden die gemessenen Werte korrigiert.

5 Vorbereitung der Probe

Vor der Prüfung soll die Probe mindestens 10 Minuten bei $(600 \pm 20)^\circ\text{C}$ gegläht werden.

Zur Beseitigung von Agglomeraten empfiehlt sich die Behandlung der dispergierten Probe z. B. mit Ultraschall.

6 Durchführung der Prüfung

Es ist nach der Betriebsanleitung des verwendeten Meßgerätes zu verfahren.

7 Auswertung**7.1 Ermittlung der Korngrößenverteilung**

Das Prinzip der Auswertung der Meßergebnisse beruht darauf, daß der an den Mikro-F-Mastergrits der MPA Darmstadt in einem FEPA Ringversuch ermittelte Meßwert für den 50%-Punkt mit dem vom Anwender des Prüfverfahrens gefundenen Meßwert verglichen wird. Die gefundene Differenz wird zu den Meßwerten des 3%-, 50%- und 94%-Punktes der Probe vorzeichengebunden addiert.

Zitierte Normen und andere Unterlagen, Weitere Normen und andere Unterlagen sowie Internationale Patentklassifikation siehe Originalfassung der Norm

Fortsetzung Seite 2 bis 8

Es wird wie folgt verfahren:

- Zunächst bestimmt man den d_{s50} -Wert des Mikro-F-Mastergrits und berechnet die Differenz zu dem entsprechenden Wert auf dem Zertifikat der MPA Darmstadt.
- Sodann werden die d_{s3} -, d_{s50} - und d_{s94} -Werte der Probe gemessen und die vorher ermittelte zugehörigen Differenz addiert.
- Die korrigierten Meßergebnisse werden mit den Werten der Tabelle 1 verglichen.

Beispiel SiC F 240, für den d_{s50} -Wert:

Mastergrit (MG):

MG-Wert auf dem Zertifikat der MPA	44,9 μm
Gemessener MG-Wert	42,3 μm
Differenz	+ 2,6 μm

Probe:

Gemessener Wert	42,8 μm
Zu addieren sind	+ 2,6 μm
Korrigierter Wert der Probe	45,4 μm

Dieser Wert liegt nach Tabelle 1 innerhalb der Toleranzen des d_{s50} -Wertes für die Körnung F240.

7.2 Beurteilung der korrigierten Prüfergebnisse

Eine Probe entspricht dem Standard, wenn die korrigierten d_{s3} -, d_{s50} - und d_{s94} -Werte innerhalb der in Tabelle 1 angegebenen zulässigen Grenzen liegen.

Beim Nachprüfen von Meßergebnissen sind die meßtechnischen Streuungen zu berücksichtigen. Die Streuungen der Messungen – ermittelt aus den Standardabweichungen in einem FEPA-Ringversuch – sind in Tabelle 2 aufgeführt. Die Liefertoleranzen der Tabelle 1 sind um diese Werte zu erweitern.

Tabelle 1. Korngrößenverteilung der Mikrokörnungen F230 bis F1200

Körnungs-kurz-bezeichnung	d_{s3} -Wert max. μm	Mittlere Korngröße d_{s50} -Wert μm	d_{s94} -Wert min. μm
F230	82	53,0 $\pm$ 3,0	34
F240	70	44,5 $\pm$ 2,0	28
F280	59	36,5 $\pm$ 1,5	22
F320	49	29,2 $\pm$ 1,5	16,5
F360	40	22,8 $\pm$ 1,5	12
F400	32	17,3 $\pm$ 1,0	8
F500	25	12,8 $\pm$ 1,0	5
F600	19	9,3 $\pm$ 1,0	3
F800	14	6,5 $\pm$ 1,0	2
F1000	10	4,5 $\pm$ 0,8	1
F1200	7	3,0 $\pm$ 0,5	1 (bei 80%)

Die Werte gelten für die Messung mit einem Fotosedimentometer.

Tabelle 2. Zulässige Abweichungen durch die meßtechnisch bedingte Streuung

Körnungs-kurz-bezeichnung	Zulässige Abweichungen für den		
	d_{s3} -Wert μm	d_{s50} -Wert μm	d_{s94} -Wert μm
F230	+ 3,5	$\pm$ 2,5	- 1,5
F240			
F280	+ 2,5	$\pm$ 1,5	- 0,8
F320			
F360			
F400	+ 2,0	$\pm$ 1,0	- 0,5
F500			
F600			
F800	+ 1,5	$\pm$ 0,5	- 0,4
F1000			
F1200			

Anhang A

Eppendorf-Fotosedimentometer, Technische Beschreibung, Meßverfahren

A.1 Anwendungsbereich

Dieser Anhang A beschreibt die Anwendung des Eppendorf-Fotosedimentometers für die Prüfung der Mikrokörnungen F230 bis F1200 aus Elektrokorund und Siliciumcarbid zur Verwendung:

- für Schleifkörper aus gebundenem Schleifmittel,
- zum Spanen mit losem Korn.

A.2 Prüfgerät

Das Eppendorf-Photometer 1101 M wird zusammen mit dem Sedimentationszusatz 1551 zur Prüfung von Mikrokörnungen verwendet¹⁾.

Das Eppendorf-Fotosedimentometer besteht im wesentlichen aus:

- einem lichtdurchlässigen Sedimentationsbehälter (zylindrische Meßküvette) mit einem Wassermantel, der durch einen Thermostaten auf $(20 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ gehalten wird,
- einer Lichtquelle, von der aus ein Lichtstrahl durch den Sedimentationsbehälter auf eine fotoelektrische Zelle fällt,
- einem Galvanometer, das die Intensität des auf die Fotozelle fallenden Lichtes und damit die Lichtabsorption im Sedimentationsbehälter zu jedem Zeitpunkt der Messung anzeigt,
- einer Vorrichtung zur Höhenverstellung des Sedimentationsbehälters gegenüber dem Lichtstrahl, so daß sich eine Sedimentationshöhe bis maximal 10,0 cm ergeben kann.

Den grundsätzlichen Aufbau des Sedimentationszusatzes 1551 zum Eppendorf-Photometer zeigt Bild A.1.

A.3 Prüfmittel

A.3.1 Sedimentationsmittel

Als Sedimentationsmittel werden destilliertes Wasser mit einer Leitfähigkeit $\leq 5 \mu\text{S}$ oder Wasser-1,2-Ethandiol-(Ethylenglycol-)Gemische verwendet. Teilweise enthalten diese Flüssigkeiten einen Zusatz von Tetranatriumdiphosphat ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$) als Dispersionsmittel.

Das Sedimentationsmittel und die Konzentration des Dispersionsmittels für die verschiedenen Korngrößen von Elektrokorund und Siliciumcarbid sind in Tabelle 1 angegeben.

Für die Genauigkeit der späteren Messung ist entscheidend, daß die Gemische die in Tabelle A.1 vorgeschriebenen Viskositäten aufweisen.

A.3.2 Einstellen des Sedimentationsmittels

Die Viskosität des Wasser-1,2-Ethandiol-Sedimentationsmittels wird mit Hilfe eines Viskosimeters durch Verändern des Wasserzusatzes genau eingestellt. Empfohlen wird das Ubbelohde-Viskosimeter (KPG-Ausführung mit hängendem Kugelniveau, Kapillare Nr 1, Konstante $K = 0,01$)¹⁾.

Die zulässigen Abweichungen der Viskositätswerte nach Tabelle A.1 darf höchstens $\pm 0,1 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ betragen.

A.4 Vorbereitung der Probe

Vor der Prüfung soll die Probe mindestens 10 Minuten bei $(600 \pm 20)^\circ\text{C}$ gegläut werden.

Zur Beseitigung von Agglomeraten empfiehlt sich die Behandlung der dispergierten Probe z. B. mittels Ultraschall.

A.5 Durchführung der Prüfung

A.5.1 Einstellen des Nullpunktes

Zunächst wird der Hebel mit der Bezeichnung „Lichtweg“ auf „gesperrt“ gestellt. Dann wird die Lichtmarke mit der Rändelschraube „Lichtmarkenkorrektur“ so geregelt, daß sie auf der Skala genau im Nullpunkt am linken Skalenende steht.

A.5.2 Einstellen und Korrektur des Leerwertes

Die Meßküvette wird mit der reinen Sedimentationsflüssigkeit mindestens zur Hälfte gefüllt und so in die Halterung eingesetzt, daß der obere Metallrand auf 10,0 der Höhenskala an der Küvettenwandung steht. Sodann wird der Hebel mit der Bezeichnung „Lichtweg“ auf „offen“ gestellt. Der Lichtstrahl muß nunmehr durch das klare Sedimentationsmittel führen und darf durch die Oberfläche der Flüssigkeit nicht behindert sein.

Mittels des Knopfes „Abgleich rechtes Skalenende“ wird bei geöffnetem Lichtweg der mittlere Strich des Lichtmarkenzeigers auf die Stellung 0 (oben) bzw. 100 (unten) eingestellt.

Analog erfolgt die Einstellung am linken Skalenende. Hier wird die Einstellung auf ∞ (oben) bzw. 0 (unten) mittels des Knopfes „Abgleich linkes Skalenende“ bei gesperrtem Lichtweg durchgeführt. Eine Nachkorrektur der Einstellung am rechten und linken Skalenende ist notwendig. Die Stellung des Stufenschalters der Lichtmarkenkorrektur wird als Leerwert aufgezeichnet. Die Meßküvette wird mit der Sedimentationsflüssigkeit bis zur Höhe der oberen Markierung gefüllt. Der Leerwert wird kontrolliert.

A.5.3 Messung

Es wird eine so große Menge der zu prüfenden Körnung (dispergierten Probe) in die Meßküvette gegeben, daß man nach dem vorsichtigen Umschütteln eine anfängliche Extinktion von 1,3 bis 1,7 erhält. Bläschenbildung ist zu vermeiden. Die Meßküvette wird nach dem Verschließen mit einem Gummistopfen mindestens 10 Minuten lang im durch Thermostat gesteuerten Wasserumlauf auf $(20 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ temperiert.

Vor Beginn der Messung wird der Inhalt der Meßküvette 2 Minuten lang durch Drehen um 180° nach rechts und links (10mal in der Minute – nicht schütteln!) homogenisiert. Auch hierbei ist Bläschenbildung zu vermeiden.

Dann wird die Meßküvette in das Gerät eingesetzt, und die Messung kann beginnen.

Die Extinktionswerte werden zu den in der ersten Spalte der Tabelle A.2 angegebenen Zeiten abgelesen und registriert. Je nach der Korngrößenverteilung der Probe wird die Extinktion eine bestimmte Zeitspanne nahezu konstant bleiben. Geringe Schwankungen um 0,01 Extinktionseinheiten von Meßpunkt zu Meßpunkt können vernachlässigt werden. Der eigentliche Sedimentationsbeginn bei Schleifmittelkörnungen wird an der steigenden Lichtintensität festgestellt.

A.6 Auswertung

Die nachfolgende Berechnungsmethode, die sich vom Stokes'schen und Lambert-Beer'schen Gesetz ableiten läßt, ergibt bei gut klassierten Körnungen zufriedenstellende Resultate.

Danach ist die Masse einer Kornfraktion proportional dem Produkt aus der Extinktionsdifferenz zwischen zwei zeitlich aufeinanderfolgenden Messungen und dem Durchmesser der Teilchen.

Tabelle A.2 enthält in Spalte 1 die Zeiten für die Ablesungen und in Spalte 2 die zugehörigen Sedimentationshöhen.

Die Spalten 3 bis 8 enthalten die nach dem Stokes'schen Gesetz berechneten Korngrößen, die diesen Zeiten und Sedimentationshöhen für Elektrokorund und Siliciumcarbid und für jedes der drei Sedimentationsmittel entsprechen.

¹⁾ Siehe Seite 1