

Metallpulver
Ermittlung der Teilchengrößenverteilung durch
Schwerkraftsedimentation in einer Flüssigkeit und Messung
der Abschwächung
(ISO 10076:1991)

DIN
ISO 10076

ICS 77.160

Metallic powders — Determination of particle size distribution
by gravitational sedimentation in a liquid and attenuation
measurement (ISO 10076:1991)

Poudres métalliques — Détermination de la distribution
granulométrique par sédimentation par gravité dans un
liquide et mesure de l'atténuation (ISO 10076:1991)

Die Internationale Norm ISO 10076:1991 „Metallic powders — Determination of particle size distribution by gravitational sedimentation in a liquid and attenuation measurement“ ist unverändert in diese Deutsche Norm übernommen worden.

Nationales Vorwort

Die Internationale Norm ISO 10076:1991:1991 wurde vom ISO/TC 119 unter Beteiligung deutscher Fachleute des Normenausschusses Werkstofftechnologie — Pulvermetallurgie (NWT/AA PM2) erarbeitet.

Für die im Abschnitt 2 zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 3252 siehe DIN ISO 3252

ISO 3954 siehe DIN ISO 3954

Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise

DIN ISO 3252, *Pulvermetallurgie — Begriffe und Einteilung; Identisch mit ISO/DIS 3252:1993.*

DIN ISO 3954, *Pulver für die Pulvermetallurgie — Probenahme.*

Fortsetzung Seite 2 bis 16

Normenausschuss Werkstofftechnologie (NWT) — Pulvermetallurgie im DIN
Deutsches Institut für Normung e. V.

Deutsche Übersetzung

Metallpulver

Ermittlung der Teilchengrößenverteilung durch Schwerkraftsedimentation in einer Flüssigkeit und Messung der Abschwächung

Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist die weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedskörperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitgliedskörperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt. Die ISO arbeitet bei allen Angelegenheiten der elektrotechnischen Normung eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die von den Technischen Komitees verabschiedeten internationalen Norm-Entwürfe werden den Mitgliedskörperschaften zur Abstimmung vorgelegt. Die Veröffentlichung als Internationale Norm erfordert Zustimmung von mindestens 75 % der abstimmenden Mitgliedskörperschaften.

Die Internationale Norm ISO 10076 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 119 „Powder metallurgy“ erstellt.

Anhang A, B und C dieser Internationalen Norm dienen nur zur Information.

Einleitung

Das Sinkverhalten einer vorgegebenen Teilchenmasse im Schwerfeld, die in einer zu Beginn statischen Flüssigkeit dispergiert wurde, ist die Grundlage von weit verbreiteten Sedimentationsverfahren zur Ermittlung der Teilchengröße. Die Teilchengröße wird aus der Sinkgeschwindigkeit unter Verwendung der Stokesschen Gleichung ermittelt. Der so ermittelte Teilchendurchmesser, der Stokes-Durchmesser, ist der Durchmesser einer Kugel, die die gleiche Dichte und die gleiche Freifallgeschwindigkeit hat, wie das Pulverteilchen in einer Flüssigkeit mit vorgegebener Dichte und Viskosität. Die Teilchenkonzentration muss niedrig sein, damit eine wechselseitige Beeinflussung der Teilchen vernachlässigbar ist und die Reynolds-Zahl muss niedrig sein, damit die Bedingungen der Laminarströmung vorherrschen.

Die Überwachung der Teilchenkonzentration in einer bekannten Tiefe unterhalb der Oberfläche einer anfänglich homogenen Suspension ermöglicht die Berechnung der Teilchengrößenverteilung in Abhängigkeit von der gemessenen Oberfläche oder Masse.

In dieser Internationalen Norm werden zwei Abschwächungsverfahren zur Ermittlung der Teilchenkonzentration behandelt:

- Absorption von Lichtstrahlen;
- Absorption von Gammastrahlen.

Obwohl es sich dabei um indirekte Messungen handelt, werden diese Sedimentations-Abschwächungsverfahren in der Pulvermetallurgie häufig angewendet. Die so erhaltenen Ergebnisse sind reproduzierbar, sofern die vorgegebenen Bedingungen bei der Vorbereitung der Suspension und bei der Messung genau eingehalten werden.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt Verfahren zur Ermittlung der Teilchengrößenverteilung von Metallpulvern durch Messung der Abschwächung eines elektromagnetischen Strahls fest, der durch eine Suspension von sich durch Schwerkraft in einer Flüssigkeit absetzenden Teilchen projiziert wird.

Die Verfahren sind nur dann geeignet, wenn die Stokessche Gleichung anwendbar ist, d. h. wenn die Laminarströmung einer Reynoldszahl $\leq 0,25$ entspricht, und bei Teilchen, deren Sinkgeschwindigkeit nicht durch die Brownsche Molekularbewegung beeinflusst wird. Daher sind sie für alle Metallpulver, einschließlich Hartmetallpulver, geeignet, die Teilchen im Größenbereich $1\mu\text{m}$ bis $100\mu\text{m}$ enthalten. Sie sollten jedoch nicht angewendet werden für:

- a) Pulver, deren Teilchenform nicht gleichachsig ist, d. h. flittrige oder faserige Pulver, sofern dies nicht besonders vereinbart wurde;
- b) Pulver, die Gemische sind;
- c) Pulver, die Schmierstoffe oder Bindemittel enthalten;
- d) Pulver, die nicht in einer Flüssigkeit dispergiert werden können.

Durch diese Vorgaben wird die Größe der durch ein Sedimentationsverfahren zu prüfenden Teilchen nach oben und nach unten eingegrenzt (siehe 5.1).

Wenn das Größte in der Probe enthaltene Teilchen diese Grenze überschreitet, muss die Viskosität der Flüssigkeit erhöht werden, um diese Anforderung zu erfüllen.

Das Stokessche Gesetz kann als gültig angesehen werden bei einer Anfangskonzentration des Pulvers in der Flüssigkeit bis 0,5 % Volumenanteil. In einigen Fällen ergeben höhere Konzentrationen bis 1 % Volumenanteil auch noch korrekte Ergebnisse, jedoch sind für jeden Werkstoff Gültigkeitsprüfungen erforderlich.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil der vorliegenden Internationalen Norm sind. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieser Internationalen Norm waren die angegebenen Ausgaben gültig. Alle normativen Dokumente unterliegen der Überarbeitung. Vertragspartner, deren Vereinbarungen auf dieser Internationalen Norm basieren, werden gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, ob die jeweils neuesten Ausgaben der im Folgenden genannten Normen angewendet werden können. Die Mitglieder von IEC und ISO führen Verzeichnisse der gegenwärtig gültigen Internationalen Normen.

ISO 3252:1982, *Powder metallurgy — Vocabulary*.

ISO 3954:1977, *Powders for powder metallurgical purposes — Sampling*.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Internationalen Norm gelten die folgenden Begriffe:

3.1

Stokes-Durchmesser

Durchmesser einer Kugel, die die gleiche Dichte und die gleiche Freifallgeschwindigkeit hat, wie ein Pulverteilchen in einer Flüssigkeit mit vorgegebener Dichte und Viskosität

3.2

effektive Dichte

Verhältnis von Pulvermasse und Volumen, wie durch Dichtemessung ermittelt

3.3

Sedimentationshöhe

senkrechter Abstand zwischen der Oberfläche der Suspension und der Messebene der Feststoffkonzentration

3.4

kumulative Massenuntergröße

Masse aller Teilchen, deren Stokes-Durchmesser kleiner als ein vorgegebener Wert ist; sie wird als Gesamtmassenanteil der Teilchen in % ausgedrückt

3.5

Massenanteil

Masse aller Teilchen, deren Stokes-Durchmesser zwischen zwei vorgegebenen Werten liegt; dieser Massenanteil wird als Prozentsatz der Teilchen-Gesamtmasse ausgedrückt

3.6

Leerwertintensität

Intensität des austretenden Lichtstrahls, wenn das Sedimentationsgefäß mit klarer Flüssigkeit gefüllt ist

3.7

Suspensionsintensität

Intensität des austretenden Lichtstrahls während der Sedimentation

4 Symbole

Tabelle 1 — Bedeutung der im Text verwendeten Symbole

Symbole	Bedeutung	Einheit	Bemerkungen
<i>Sedimentationssystem</i>			
g	Beschleunigung aufgrund der Schwerkraft	m/s^2	$g = 9,81 \text{ m/s}^2$ Länge des Lichtstrahlen- oder Gammastrahlenganges durch die Sedimentation
L	Absorptionslänge	m	
h	Sedimentationshöhe	m	
c_0	Anfangskonzentration	kg/m^3	
c	Konzentration	kg/m^3	
ϱ_1	Dichte der Flüssigkeit	kg/m^3	
ϱ_e	Effektive Dichte des Pulvers	kg/m^3	
η	Viskosität der Flüssigkeit	$\frac{\text{N} \cdot \text{s}}{\text{m}^2}$	
<i>Messung</i>			
I_0	Leerwertintensität		
I	Suspensionsintensität		
D	Optische Dichte		
K_m	Extinktionskoeffizient		
A_w	Massenprojektionsfläche der Teilchen in Zufallsausrichtung	m^2/kg	
S_w	Massenspezifische Oberfläche des Pulvers	m^2/kg	
μ_a	Massenabsorptionskoeffizient der im Pulver vorhandenen Atome		
t	Sedimentationszeit	s	
d_{st}	Stokes-Durchmesser	m	

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Symbole	Bedeutung	Einheit	Bemerkungen
ΔM	Teilchenmasse zwischen zwei vorgegebenen Durchmessern	kg	
q	Massenanteil	%	$q = \frac{\Delta M}{\sum_{d=0}^{d=d_m} \Delta M} \cdot 100$
Q	Kumulative Massenuntergröße	%	$Q = \frac{\sum_{d=0}^{d=d_{st}} \Delta M}{\sum_{d=0}^{d=d_m} \Delta M} \cdot 100$
d_m	Stokes-Durchmesser des größten in der Suspension vorhandenen Teilchens	m	

5 Prinzip

Parallele Licht- oder Gammastrahlen werden horizontal in einer bekannten Tiefe h unter der Oberfläche durch eine Suspension eines in einer Flüssigkeit dispergierten Pulvers geleitet (siehe Bild 1).

Wird vorausgesetzt, dass die Suspension ursprünglich homogen ist mit einer Konzentration c_0 zu einer Zeit $t = 0$, und wird dann ein Absinken der Teilchen unter Schwerkraft ermöglicht, so wird anfänglich die Anzahl der von der Ebene des Strahls nach unten absinkenden Pulverteilchen durch die Anzahl der von oben herabsinkenden Teilchen ausgeglichen und es wird keine Änderung der Konzentration verzeichnet. Wenn das größte an der Suspensionsoberfläche vorhandene Teilchen (Durchmesser d_m) von der Oberfläche zur Messebene abgesunken ist, wird kein ähnliches Teilchen mehr zur Messebene absinken, um es zu ersetzen, und dann beginnt die Abnahme der Konzentration auf dieser Ebene. Daher ist die Konzentration c der bei Tiefe h und zu einer Zeit t vorhandenen Teilchen die Konzentration von Teilchen kleiner als d_{st} ; dabei wird d_{st} durch die Stokessche Gleichung durch das Verhältnis zwischen dem Stokes-Durchmesser d_{st} und der Sinkgeschwindigkeit $v = h/t$ angegeben.

$$d_{st} = \frac{\sqrt{18 \cdot \eta \cdot h}}{(\rho_e - \rho_1) \cdot g t} \quad (1)$$

Der Mechanismus der Strahlabschwächung ist für sichtbares Licht und für Gammastrahlen unterschiedlich. Bei sichtbarem Licht besteht ein indirektes Verhältnis zwischen der Oberfläche des Pulvers und deren optischer Dichte. Bei Gammastrahlen ist die gemessene Konzentration direkt proportional zur kumulativen Massenuntergröße Q .

5.1 Grenzmaß

Die Reynoldszahl wird bestimmt als

$$R_e = \frac{\rho_1 \cdot v \cdot d_{st}}{\eta} \quad (2)$$

Aus den Gleichungen (1) und (2) und unter der Voraussetzung $R_e < 0,25$ ergibt sich das Größengrenzmaß

$$(d_{st})_{\max} = \sqrt[3]{\frac{4,5 \cdot \eta^2}{\rho_1 \cdot g \cdot (\rho_e - \rho_1)}}$$

Für Bronze ($\rho_e = 8900 \text{ kg/m}^3$), die in Wasser sedimentiert ($\eta = 0,001 \text{ Ns/m}^2$, $\rho_1 = 1000 \text{ kg/m}^3$), ist zum Beispiel das obere Teilchengrößen-Grenzmaß etwa $40 \mu\text{m}$.