

DIN 66137-2



ICS 17.060

Entwurf

Einsprüche bis 2018-05-26
Vorgesehen als Ersatz für
DIN 66137-2:2004-12

Bestimmung der Dichte fester Stoffe – Teil 2: Gaspycnometrie

Determination of solid state density –
Part 2: Gaspycnometry

Détermination de la masse volumique solide –
Partie 2: Pycnométrie à gaz

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-01-26 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nabau@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau), 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 15 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Formelzeichen und Einheiten	4
5 Physikalische Grundlagen	5
6 Messdurchführung	6
6.1 Vorbehandlung und Prüfatmosphäre	6
6.2 Bestimmung der Probenmasse	6
6.3 Experimenteller Ablauf der gaspyknometrischen Messung	6
7 Auswertung	8
7.1 Allgemeines	8
7.2 V_S -Berechnung für Pyknometer mit der Messanordnung 1	8
7.3 V_S -Berechnung für Pyknometer mit der Messanordnung 2	8
7.4 Berechnung der Skelettdichte	8
8 Kalibrierung	9
8.1 Allgemeines	9
8.2 Kalibrierung eines Pyknometers mit der Messanordnung 1	9
8.3 Kalibrierung eines Pyknometers mit der Messanordnung 2	10
9 Analysenbericht	11
Anhang A (informativ) Einflüsse auf die Messung	12
A.1 Ungünstig gewählte Probenmenge	12
A.2 Volumenkalibrierung der Pyknometerkammern	12
A.3 Einfluss des atmosphärischen Druckes	12
A.4 Thermische Einflüsse und Druckstabilität	12
A.5 Einfluss von Feuchte und sorbierten Gasen	12
A.6 Undichtigkeiten der Apparatur	13
A.7 Hochdisperse Proben	13
Anhang B (informativ) Zusammenfassung der veränderten Symbole und Benennungen gegenüber DIN 66137-2:2004-12	14
Literaturhinweise	15

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NA 005-11-43 AA „Partikelmess technik; Porositäts- und Oberflächenmessverfahren; SpA zu ISO/TC 24/SC 4/WG 3“ im DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau) erarbeitet.

DIN 66137 *Bestimmung der Dichte fester Stoffe* besteht aus:

- Teil 1: Grundlagen
- Teil 2: Gaspyknometrie
- Teil 3: Gasauftriebsverfahren

Änderungen

Gegenüber DIN 66137-2:2004-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Redaktionelle sowie technische Überarbeitung und Erweiterung der Norm, u. a. durch Aufnahme der Begriffe Skelettvolumen und Skelettdichte;
- b) Anpassung der Formelzeichen und Verwendung von SI-Einheiten in Tabelle 1;
- c) Veränderung einiger Symbole und Benennungen in Anlehnung an ISO 12154:2014-04 (siehe Gegenüberstellung im informativem Anhang B.)

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung der Skelettdichte von kompakten oder dispersen Materialien beliebiger Probenform mittels eines Gasverdrängungspyknometers fest.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 66137-1, Bestimmung der Dichte fester Stoffe — Teil 1: Grundlagen

DIN 66160, Messen disperser Systeme — Begriffe

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN 66160.

4 Formelzeichen und Einheiten

Tabelle 1 — Formelzeichen und Einheiten

Formelzeichen	Benennung	SI-Einheit^a
ρ_F	Feststoffdichte	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$
ρ_S	Skelettdichte	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$
m	Probenmasse	kg
m_F	Feststoffmasse	kg
V_F	Feststoffvolumen	m^3
V_S	Skelettvolumen	m^3
V_{Po}	Volumen der offenen Poren	m^3
V_Z	Zwischenkornvolumen	m^3
V_{cell}	Probenkammervolumen	m^3
V_{ref}	Referenzkammervolumen	m^3
V_{cal}	Volumen der Kalibrierprobe	m^3
p_i	Pyknometerüberdruck i ($i = 1, 2, A1, A2, B1$ oder $B2$) ^b	Pa
p_0^*	absoluter Pyknometerdruck vor Beginn der Messung	Pa
p_i^*	absoluter Pyknometerdruck I ($i = 1, 2, A1, A2, B1$ oder $B2$)	Pa

Formelzeichen	Benennung	SI-Einheit ^a
p_1	Gleichgewichtsüberdruck vor der Expansion ^b	Pa
p_2	Gleichgewichtsüberdruck nach der Expansion ^b	Pa
p_{A1}	Gleichgewichtsüberdruck vor der Expansion (Kalibrierschritt A) ^b	Pa
p_{A2}	Gleichgewichtsüberdruck nach der Expansion (Kalibrierschritt A) ^b	Pa
p_{B1}	Gleichgewichtsüberdruck vor der Expansion (Kalibrierschritt B) ^b	Pa
p_{B2}	Gleichgewichtsüberdruck nach der Expansion (Kalibrierschritt B) ^b	Pa
$\Delta m/m$	Auflösung der Waage zur Probenmassebestimmung	kg · kg ⁻¹
^a Für die Angabe von Stoffdaten und Analysenergebnissen ist auch die Verwendung von abgeleiteten SI-Einheiten, wie z. B. nm, cm ³ oder g, zulässig. ^b Die Überdruckwerte p_i sind definiert als Differenz zwischen den jeweiligen Absolutdruckwerten p_i^* und dem absoluten Pyknometerdruck p_0^* vor Beginn der Messung, d. h. $p_i = p_i^* - p_0^*$ (siehe 5.3 und 6.1)		

5 Physikalische Grundlagen

Dieses Dichtebestimmungsverfahren beruht darauf, dass nur das kompakte Festkörperskelett mit dem Volumen V_S einer Materialprobe für das Messgas gasverdrängend ist, nicht aber die weiteren eventuell zusätzlich vorhandenen Volumenanteile des Gesamtprobenvolumens, in die das Messgas ungehindert eindringen kann (Volumen V_{p0} von offenen, d. h. von außen zugänglichen Poren sowie das Zwischenkornvolumen V_Z im Falle einer dispersen Probe). Zur Ermittlung des Skelettvolumens V_S der Probe wird ein isothermes Gasexpansionsexperiment einer konstanten Messgasmenge in einem Gaspyknometer mit zwei kalibrierten Teilvolumina, die über ein Absperrventil miteinander verbunden sind, durchgeführt. Danach wird das Skelettvolumen V_S der in einem der Teilvolumina befindlichen Probe aus den gemessenen Druckveränderungen auf der Grundlage der Zustandsgleichung der idealen Gase berechnet. Da isotherm gearbeitet wird, reduziert sich die Gasgleichung bei der Auswertung (siehe Abschnitt 7) auf den Spezialfall des Gesetzes von Boyle und Mariotte.

Das Analysengas ausreichender Reinheit darf mit der Feststoffprobe weder reagieren noch an dieser adsorbiert werden. Deshalb wird für die meisten Anwendungsfälle Helium als Analysengas verwendet. Ein weiterer Grund für die bevorzugte Verwendung von Helium für die Gaspyknometrie ist seine Fähigkeit, selbst in kleinste Poren oder andere Hohlräume eines Materials einzudringen.

ANMERKUNG 1 Aufgrund von Durchdringungs- und Absorptionseffekten verschiedener Gase an bestimmten Materialien kann es zu fehlerhaften Bestimmungen der Skelettdichte kommen. In diesen Fällen kann die Verwendung alternativer Inertgase, wie Stickstoff, Argon oder auch trockener Luft, sinnvoll sein.

Zur Feststellung der Feststoffmasse m_F , die mit der Probenmasse m identisch ist, da eventuell vorhandene geschlossene Poren keinen Massebeitrag liefern, muss eine Wägung der Probe durchgeführt werden.

Die Skelettdichte ρ_S ergibt sich nach DIN 66137-1 als Quotient aus der Probenmasse und dem Skelettvolumen (siehe Gleichung (3) in 7.4).