

DIN 66137-3

ICS 17.060

Einsprüche bis 2017-04-02
Vorgesehen als Ersatz für
DIN 66137-3:2005-09

Entwurf

Bestimmung der Dichte fester Stoffe – Teil 3: Gasauftriebsverfahren

Determination of solid state density –
Part 3: Gas buoyancy method

Détermination de la masse volumique solide –
Partie 3: Méthode de buoyance à gaz

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-12-02 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 14 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich.....	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe und Formelzeichen	4
4 Physikalische Grundlagen des Messprinzips	5
5 Messdurchführung.....	7
5.1 Beschreibung der Messapparatur	7
5.2 Probenmenge.....	8
5.3 Probenvorbehandlung.....	8
5.4 Bestimmung der Probenmasse.....	8
5.5 Bestimmung des Skelettvolumens und Berechnung der Skelettdichte der Probe.....	8
5.5.1 Messdurchführung ohne Probe (Leermessung).....	8
5.5.2 Messdurchführung mit Probe	9
5.5.3 Auswertung.....	9
6 Sorptionsphänomene.....	9
7 Kalibrierung und Qualifizierung des Messverfahrens.....	10
8 Analysenbericht.....	10
Anhang A (informativ) Herleitung der Auswertgleichungen.....	11
Anhang B (informativ) Gasdichte von Helium in Abhängigkeit vom Druck	13
Literaturhinweise.....	14

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NA 005-01-43 AA „Partikelmesstechnik, 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 66137-3:2005-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Redaktionelle und technische Überarbeitung und Erweiterung der Norm, u. a. durch Aufnahme der Begriffe Skelettvolumen und Skelettdichte;
- b) Straffung des Anwendungsbereichs durch Neuordnung des zuvor zweiten und dritten Absatzes zu den Abschnitten 4 und 6;
- c) Verwendung von SI-Einheiten in Tabelle 1;
- d) Änderung des Titels von Abschnitt 6 zu „Sorptionsphänomene“ sowie Erweiterung des Abschnitts;
- e) Überarbeitung der Abbildungen;
- f) Straffung des Textes durch Veränderung der Gliederung, Korrektur von Schreibfehlern sowie Verlagerung der mathematischen Herleitungen in einen neu aufgenommenen informativen Anhang A;
- g) Angabe von Helium-Gasdichtewerten in Abhängigkeit vom Druck in einem ebenfalls neu aufgenommenen informativen Anhang B;
- h) Ergänzung des Literaturverzeichnisses.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein allgemeines Messverfahren zur Bestimmung der Skelettdichte von Pulvern und stückigen Festkörpern fest.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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 53803-1, *Probenahme — Statistische Grundlagen der Probenahme bei einfacher Aufteilung*

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

DIN 66160, *Messen disperser Systeme — Begriffe*

DIN ISO 9277, *Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Festkörpern mittels Gasadsorption — BET-Verfahren*

3 Begriffe und Formelzeichen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN 66160 und DIN 66137-1.

Tabelle 1 — Formelzeichen und Einheiten

Formelzeichen	Benennung	SI-Einheit ^a
a	Steigung der Regressionsgeraden der Messung mit Probe	m^3
a^*	Steigung der Regressionsgeraden der Leermessung	m^3
F	Betrag der verminderten Gewichtskraft der Probe	N
F_A	Betrag der Auftriebskraft	N
F_F	Betrag der Gewichtskraft der Probe	N
g	Erdbeschleunigung (9,81)	$\text{m} \cdot \text{s}^{-2}$
M	Molmasse des Messgases	$\text{kg} \cdot \text{mol}^{-1}$
m_F	Feststoffmasse der Probe	kg
m_W	Masse der beweglichen Waagenbauteile	kg
N	Anzahl der Messpunkte der Auftriebsmessung mit Probe	1^b
N^*	Anzahl der Messpunkte der Leermessung	1^b
P	Druck des Messgases	Pa
R	Universelle Gaskonstante (8,314 46)	$\text{J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1}$
T	Temperatur	K
V_S	Skelettvolumen der Probe	m^3
V_W	Volumen des Probengefäßes und der Waagenbauteile	m^3
$W(0)$	Anzeige der Mikrowaage bei eingebauter Probe im Vakuum	kg

Formelzeichen	Benennung	SI-Einheit ^a
$W(P)$	Anzeige der Mikrowaage bei eingebauter Probe und dem Druck P des Messgases	kg
$W^*(0)$	Anzeige der Mikrowaage ohne Probe im Vakuum	kg
$W^*(P)$	Anzeige der Mikrowaage ohne Probe beim Druck P des Messgases	kg
ρ_F	Feststoffdichte der Probe	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$
ρ_G	Dichte des Messgases	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$
ρ_S	Skelettdichte der Probe	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$

^a Für die Angabe von Stoffdaten und Analysenergebnissen (siehe Abschnitt 8) ist auch die Verwendung von abgeleiteten SI-Einheiten, wie z. B. cm^3 oder g, zulässig, so dass die Skelettdichte auch in $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ausgedrückt werden kann.

^b Nach ISO 80000-1:2009, 3.8, Anmerkung 3, ist die Einheit für eine Größe der Dimension eins (üblicherweise als dimensionslos bezeichnet) die Einheit eins, Formelzeichen 1

4 Physikalische Grundlagen des Messprinzips

Grundlage des Verfahrens ist die Bestimmung des gasverdrängenden Probenvolumens durch eine gravimetrische Messung des Auftriebes der Probe in einem gasförmigen Medium bekannter Dichte nach dem Prinzip von Archimedes [1].

Da ohne zusätzliche Untersuchungen im Allgemeinen nicht bekannt ist, ob das Probenmaterial abgeschlossene innere Hohlräume, wie z. B. geschlossene Poren usw., enthält, die für das Messgas unzugänglich sind, wird der mit dem hier beschriebenen Verfahren ermittelte Wert des Probenvolumens als Skelettvolumen V_S und der daraus berechnete Dichtewert als Skelettdichte ρ_S der Probe bezeichnet. Die gemessene Skelettdichte ist nur dann mit der Feststoffdichte ρ_F identisch, wenn alle inneren Hohlräume für das Messgas zugänglich sind.

Die Skelettdichte ρ_S eines Materials ist als Quotient aus der Probenmasse und seinem Skelettvolumen definiert:

$$\rho_S = \frac{m_F}{V_S} \quad (1)$$

Die Bestimmung des Skelettvolumens V_S in dieser Norm erfolgt über die Messung des Betrags F der verminderten Gewichtskraft der vom Messgas umgebenen Probe. Diese Gewichtskraftverminderung wird durch die Auftriebskraft mit dem Betrag F_A hervorgerufen, die der Gewichtskraft der Probe mit dem Betrag F_F entgegengesetzt gerichtet ist (siehe Bild 1). Es gilt

$$F = F_F - F_A \quad (2)$$

mit

$$F_F = m_F \cdot g \quad (3)$$