

DIN 51045-3**DIN**

ICS 17.200.10; 81.060.20

Ersatz für
DIN 51045-3:1976-10**Bestimmung der thermischen Längenänderung fester Körper –
Teil 3: Prüfung ungebrannter feinkeramischer Werkstoffe nach dem
Dilatometerverfahren**

Determination of linear thermal expansion of solids –
Part 3: Testing of non-fired fine ceramic materials using the dilatometer method

Détermination de la variation de longueur des solides sous l'effet de la température –
Partie 3: Essais des matériaux céramiques fine et non cuits par la méthode dilatométrique

Gesamtumfang 9 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Kurzbeschreibung	5
4 Geräte.....	5
5 Probenvorbereitung.....	5
6 Durchführung.....	6
7 Angabe der Ergebnisse.....	7
8 Präzision des Verfahrens.....	7
9 Prüfbericht.....	7
Anhang A (informativ) Ergebnisse der Ringversuche.....	8
Literaturhinweise	9

Tabelle

Tabelle A.1 — Präzisionsdaten in Abhängigkeit von der Prüftemperatur von ungebranntem Material für stranggepresste Fliesen und Platten nach DIN EN 14411, Gruppe A 1.....	8
---	---

Vorwort

Dieses Dokument (DIN 51045-3:2009-03) wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-02-57 AA „Ungeformte, dichte geformte und wärmedämmende feuerfeste Erzeugnisse und Werkstoffe“ des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Änderungen

Gegenüber DIN 51045-3:1976-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Zusätzliche Festlegungen zur Probekörperherstellung getroffen;
- b) Inhalt redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 51045-3: 1976-10

Einleitung

Die Längenänderung ist eine durch den Werkstoff gegebene Kenngröße, aus der Rückschlüsse auf das Ausdehnungsverhalten unter Wärmeeinwirkung bei der Verwendung gezogen werden können. Ferner ist es möglich, Informationen bezüglich der mineralogischen Zusammensetzung zu gewinnen.

Dieses Dokument basiert auf DIN 51045-1, in der die Grundregeln (Allgemeines, Begriffe, Anforderungen an die Geräte, Bestimmung von Abweichungen, Berichtigung, Auswertung, Begrenzung der Messgenauigkeit durch irreversible Strukturänderungen, Prüfbericht) zur Bestimmung der temperaturabhängigen Längenänderung von Festkörpern festgelegt sind.

Dilatometrische Messungen an ungebrannten keramischen Rohstoffen und feinkeramischen Werkstoffen werden zur Bestimmung des Ausdehnungsverhaltens beim Einsatz unter bestimmten Temperaturbedingungen durchgeführt. Dabei können reversible und irreversible Längenänderungen auftreten.

Die dilatometrisch gemessene Längenänderung ungebrannter keramischer Rohstoffe und feinkeramischer Werkstoffe ist die Summe der Längenänderungen, die durch thermische Dehnung, reversible Modifikationsänderungen und die irreversiblen Anteile der Längenänderung durch Stoffaustausch, Modifikationsänderung, Umkristallisation, Schmelzphasenbildung und Kristallisation entstehen.

Es liegen grundsätzlich andere Ausgangsbedingungen vor als bei der Prüfung gebrannter Werkstoffe.

Die Messwerte sind im hohen Maße abhängig von Inhomogenitäten des Werkstoffes oder des Rohstoffes und der Probekörper, von Auswirkungen der Probekörperherstellung und Einflüssen der Probenvorbehandlung, von Faktoren wie zum Beispiel Korngröße, Kornverteilung, Packungsdichte, Texturen, Porenvolumen, Vortrocknung. Außerdem überlagern sich die Dehnungs- Schwindungseffekte der einzelnen Mineralbestandteile. Halbquantitative bis quantitative Auswertungen der Mineralphasen sind deshalb nur begrenzt unter Vergleich mit Standardgemischen der enthaltenen Minerale möglich. Dabei ist zu berücksichtigen, dass die oben genannten Einflussfaktoren und Versuchsbedingungen konstant gehalten werden müssen.

In erster Linie dient die Aufnahme von Dilatometerkurven ungebrannter keramischer Rohstoffe und feinkeramischer Werkstoffe der Ermittlung der temperaturabhängigen relativen Längenänderung als technische Richtzahl.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung der Längenänderung von ungebrannten feinkeramischen Erzeugnissen in Abhängigkeit von der Temperatur mit Hilfe dilatometrischer Messungen fest.

Dieses Dokument gilt auch für keramische Rohstoffe.

ANMERKUNG Die nach diesem Dokument ermittelten Messergebnisse können von den Ergebnissen nach DIN EN 993-19 abweichen.

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 51045-1, *Bestimmung der thermischen Längenänderung fester Körper — Teil 1: Grundlagen*

DIN ISO 3310-1, *Analysensiebe — Technische Anforderungen und Prüfung — Teil 1: Analysensiebe mit Metalldrahtgewebe*

3 Kurzbeschreibung

Ein zylindrischer oder prismatischer Probekörper wird an Luft oder anderen gasförmigen Medien mit einer festgelegten einheitlichen Rate des Temperaturanstieges erhitzt. Die Längenänderung wird dilatometrisch fortlaufend gemessen, aufgezeichnet und als prozentuale Längenänderung in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt.

4 Geräte

Nach DIN 51045-1.

5 Probenvorbereitung

Es sind zylindrische bzw. prismatische Probekörper zu verwenden. Die Länge der Probekörper ist nach der Probekörperhalterung und der geforderten bzw. erreichbaren Messgenauigkeit des Dilatometers zu wählen.

Die Probekörper müssen aus den getrockneten, ungebrannten Prüfstücken herausgebohrt oder herausgesägt werden. Bei Rohstoffen und Massen ist die bei $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$ vorgetrocknete Probe auf $< 63 \mu\text{m}$ zu zerkleinern und bis zum vollständigen Durchgang über ein $63\text{-}\mu\text{m}$ -Sieb nach DIN ISO 3310-1 zu sieben. Betriebsfertige Massen müssen grundsätzlich so, wie sie in der Praxis verarbeitet werden, untersucht werden. Zur Herstellung der Probekörper ist ein geeignetes, der tatsächlichen Produktionsformgebung entsprechendes Herstellungsverfahren (wie Gießen, Strangpressen, Trockenpressen) zu wählen. Die während der Herstellung der Probekörper herrschenden Rahmenbedingungen müssen im Prüfbericht dokumentiert werden.

Für die Herstellung der Probekörper nach den im Folgenden genannten Verfahren a) bis c) sind mindestens anzugeben:

- a) für das Schlickerguss-Verfahren:
 - 1) Dichte der Suspension;
 - 2) Viskosität der Suspension;
 - 3) Art und Zugabemenge des verwendeten Elektrolyts;
 - 4) Scherbenbildungszeit;
 - 5) Suspensionstemperatur;

- b) für das Strangpressen:
- 1) Feuchtigkeit der Masse;
 - 2) Plastizität der Masse;
 - 3) Mundstücksgeometrie;
 - 4) Temperatur der extrudierten Masse;
- c) für das Trockenpressen:
- 1) maximaler Pressdruck;
 - 2) Anzahl der eingestellten Entlüftungshübe;
 - 3) Pressfeuchte der Masse.

Der zu erwartenden Richtungs- und Texturabhängigkeit der Messwerte ist bei der Entnahme und durch Hinweis im Prüfbericht Rechnung zu tragen. Falls nicht anders vereinbart, sind die Probekörper in Formgebungsrichtung des Prüfstückes zu entnehmen. Falls dies aus Gründen der Geometrie nicht möglich sein sollte, muss die exakte Lage des entnommenen Probekörpers im Prüfbericht angegeben oder mittels photographischer Dokumentation belegt werden. Beim Ausbohren oder Heraussägen der Probekörper sind Randpartien zu vermeiden.

Zur Herstellung von Probekörpern aus unplastischen Rohstoffen (z. B. Magertonen, Sanden, Sintermehlen, Feldspat) darf als Bindephase eine alkalifreie Methylcellulose mit einem Massenanteil von 0,2 % zugesetzt werden.

Die beiden Endflächen der Probekörper sind planparallel zueinander zu schleifen; sie müssen senkrecht zur Längsachse des Probekörpers stehen.

Die Probekörper sind bei $(40 \pm 5) ^\circ\text{C}$ in einem Wärmeschrank zu trocknen und dann in einem Exsikkator auf Raumtemperatur abzukühlen. Erfolgt die Trocknung bei einer höheren Temperatur, ist damit zu rechnen, dass bereits erste Dehydrierungsvorgänge im Rohstoff oder im feinkeramischen Werkstoff stattfinden und diese mit der nachfolgenden Dilatometermessung nicht mehr nachweisbar sind.

6 Durchführung

Zunächst muss die Messlänge l_0 des Probekörpers bei Raumtemperatur bestimmt werden.

Danach ist der Probekörper in das Dilatometer einzusetzen. Beim Einbau des Probekörpers ist darauf zu achten, dass dieser an der Halterung bzw. am Übertragungsstab fest anliegt und einem Druck von etwa 0,01 MPa bis 0,02 MPa ausgesetzt wird. Bei Prüfungen in höheren Temperaturbereichen muss einer Reaktion des Probekörpers mit der Halterung und dem Übertragungsstab vorgebeugt werden, zum Beispiel durch Zwischenlegen von Platinfolien oder Platinscheiben.

Der Probekörper ist mit einer maximalen Aufheizrate von 5 K/min zu erwärmen.

Wird bei der maximalen Aufheizrate von 5 K/min durch zeitabhängige, sich überlagernde reversible und irreversible Längenänderungen in bestimmten Temperaturbereichen die Auswertbarkeit der Messungen beeinträchtigt, muss die Aufheizrate auf 0,1 K/min bis 0,5 K/min reduziert werden.

In manchen Fällen, z. B. bei der Erkennung spezieller quellfähiger Tonminerale, darf, wenn erforderlich, die Probe auch ungetrocknet in das Dilatometer eingesetzt werden.

Die Längenänderung ist in Abhängigkeit von der Temperatur kontinuierlich aufzuzeichnen.

7 Angabe der Ergebnisse

Die Berechnung der Längenänderung ist nach DIN 51045-1 durchzuführen. Wird ein Probekörper mit nur reversibler Längenänderung geprüft, darf die Messunsicherheit durch Wiederholungsmessungen verringert werden. Andernfalls sind die in DIN 51045-1 angegebenen Möglichkeiten zu nutzen und bei der Berechnung entsprechend zu berücksichtigen.

8 Präzision des Verfahrens

In Tabelle A.1 sind die in einem Ringversuch ermittelten Kennwerte der Präzision des Verfahrens für die Bestimmung an einem ungebrannten Material für stranggepresste Fliesen und Platten nach DIN EN 14411, Gruppe A 1, mit 40 % Hartstoffanteil und 60 % Tonanteil aufgeführt.

Insgesamt wurden je in Tabelle A.1 ausgewiesener Temperatur 11 Einzelmessungen an je acht Geräten durchgeführt.

Werte der Längenänderung von Proben anderer Zusammensetzung als in Tabelle A.1 angegeben können von denen in Tabelle A.1 abweichen.

9 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss die Angaben nach DIN 51045-1 und die folgenden Angaben enthalten:

- a) Name des Prüflaboratoriums;
- b) Bezeichnung des Probekörpers;
- c) Hinweis auf dieses Dokument, d. h. „bestimmt nach DIN 51045-3“;
- d) Art der Probekörperherstellung nach Abschnitt 5 und gegebenenfalls Angaben zu anderen verwendeten Herstellungsverfahren der Probekörper;
- e) Lage des Probekörpers im Prüfstück;
- f) gegebenenfalls Hinweis auf Richtungs- und Texturabhängigkeit der Prüfergebnisse;
- g) gegebenenfalls Änderungen der Aufheizrate, Beanspruchung, Haltestufen und Haltedauer;
- h) jegliche Abweichung von diesem Dokument;
- i) Prüfdatum.

Anhang A (informativ)

Ergebnisse der Ringversuche

Tabelle A.1 — Präzisionsdaten in Abhängigkeit von der Prüftemperatur von ungebranntem Material für stranggepresste Fliesen und Platten nach DIN EN 14411, Gruppe A 1

Prüftemperatur °C	Gesamtmittelwert der relativen Längenänderung $\Delta l/l_0$ %	Vergleichsstandardabweichung der relativen Längenänderung s_R %
50	0,021 2	0,002 6
100	0,049 5	0,009 4
150	0,084 8	0,014 3
200	0,127 0	0,016 9
250	0,173 4	0,016 4
300	0,223 6	0,015 7
350	0,278 5	0,014 2
400	0,338 7	0,014 1
450	0,411 5	0,015 5
500	0,506 7	0,015 5
550	0,617 4	0,025 4
600	0,803 7	0,015 4
650	0,853 1	0,022 7
700	0,861 1	0,027 5
750	0,861 1	0,027 1
800	0,864 0	0,023 2
850	0,872 5	0,022 1
900	0,856 3	0,034 8
950	0,717 9	0,073 3
1 000	0,377 8	0,072 4

Literaturhinweise

DIN EN 993-19, *Prüfverfahren für dichte geformte feuerfeste Erzeugnisse — Teil 19: Bestimmung der Wärmeausdehnung nach einem Differentialverfahren*

DIN EN 14411, *Keramische Fliesen und Platten — Begriffe, Klassifizierung, Güteigenschaften und Kennzeichnung*