

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

210 979

Int.Cl.³

3(51)

G 01 N

3/00

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP G 01 N/ 2441 773

(22) 21.10.82

(44) 27.06.84

(71) siehe (72)

(72) SCHAAF, MICHAEL, DIPL.-KRIST.; MALLON, JOACHIM, DIPL.-PHYS.; DD;

(54) VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR ERMITTLUNG DER FESTIGKEIT FESTER STOFFE

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Ermittlung temperatur-, druck- und atmosphärenabhängiger Festigkeitswerte fester poröser Stoffe im Temperaturbereich von 20°C bis 1500°C. Die Erfindung ist in der Prüftechnik bei der Qualitätsbestimmung einsetzbar. Mit der Erfindung soll die Festigkeit unter praxisnahen Bedingungen ermittelt werden. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe gelöst, indem das zu untersuchende Probenstück in eine mit einer definierten Gasatmosphäre gefüllte Kammer, die sich in einem Ofen befindet, eingebracht wird. Anschließend wird das Probenstück mit einem bestimmten einstellbaren Anpreßdruck angebohrt und die Eindringtiefe des Bohrers in Abhängigkeit von der Zeit erfaßt. Die so entstandene Funktion gibt Auskunft über die Festigkeit und den homogenen Aufbau des Probematerials. Die Vorrichtung zur Realisierung des Verfahrens besteht aus einem Ofen mit einer definierbaren Gasatmosphäre füllbaren Kammer, einem Bohrer sowie einer Meßeinrichtung zur Erfassung der Eindringtiefe des Bohrers in Abhängigkeit von der Zeit.

Titel der Erfindung

Verfahren und Vorrichtung zur Ermittlung der Festigkeit fester Stoffe

Anwendungsgebiet der Erfindung

5 Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Ermittlung temperatur-, druck- und atmosphärenabhängiger Festigkeitswerte fester poröser Stoffe, insbesondere fester Brennstoffe wie Koks u. ä. sowie feuerfester Baustoffe im Temperaturbereich von 20 °C bis
10 1500 °C.

Die Erfindung ist somit in der Prüftechnik bei der Qualitätsbestimmung, insbesondere in der Industrie der festen Brennstoffe, der Feuerfestindustrie und bedingt in der Baustoffindustrie einsetzbar.

15 Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

An feste poröse Stoffe, wie z. B. feste Brennstoffe, insbesondere an Kokse, und an Feuerfestbaustoffe werden vom Einsatzgebiet abhängige, spezifische Anforderungen bezüglich der Festigkeitswerte gestellt. Je höher z. B.
20 die Koksfestigkeit, desto geringer ist die Gefahr der Zerkleinerung und des Anfalles an Unterkorn oder durch Abrieb entstandenen Koksgruses. So muß z. B. guter Gießereikoks nach Stückgröße klassiert und ausreichend fest sein.

Zur Zeit wird die Koksfestigkeit meist indirekt durch Bestimmung der Trommelfestigkeit ermittelt. Als Maß für die Festigkeit von Gießereikoks gelten die sogenannten M40-, M80- und M100-Werte nach dem Trommeln. Diese Werte sind jene Koksanteile, die nach der Prüfung auf einem Sieb von 40, 80 und 100 mm Lochdurchmesser zurückbleiben.

Eine zweite Möglichkeit, die Druck- und Abriebempfindlichkeit körniger Stoffe bei mechanischen Beanspruchungen zu bestimmen, wird in der DE-AS 27 01 152 beschrieben. Hier wird eine Menge eines körnigen Stoffes dichter Packung und definierter Kornfraktion schlagartig einer Gasdruckwelle hoher kinetischer Energie ausgesetzt. Dabei wird der körnige Stoff auf Druck und Reibung beansprucht. Zur Auswertung dieser Prüfung wird daran anschließend eine Siebanalyse durchgeführt.

In einer weiteren Erfindungsbeschreibung (DE-AS 23 04 375) wird ein Härteprüfgerät beschrieben, bei welchem ein an einer Spindel befestigter parabolisch geformter Eindringkörper unter der Wirkung eines konstanten Gewichtes in einen gegenüberliegenden Prüfkörper eindringt. Dabei arbeitet das Gewicht derart gegen ein geeichtes Federsystem, daß die auf den Prüfling wirkende Prüfkraft mit steigender Eindringtiefe linear abnimmt. Die Eindringtiefe wird elektronisch gemessen.

In der DE-OS 28 49 203 wird eine Vorrichtung zum Messen der Abriebfestigkeit von Materialien, insbesondere der Materialoberfläche, einer zu untersuchenden Probe dargestellt. Dabei wird ein mit Hilfe eines Motors angetriebenes, umlaufendes, mit Schleifmittel belegtes Reibrad an die Oberfläche der Probe gedrückt, wobei zwischen dem Reibrad und der Probe eine hin- und hergerichtete Relativbewegung erfolgt. Je größer der Abrieb der untersuchten Probe, desto geringer ist deren Festigkeit.

Die auf die genannten Art und Weisen ermittelten Festigkeitswerte charakterisieren die Festigkeiten der geprüften Stoffe nicht hinreichend genau. Diese Prüfmetho-
den und Vorrichtungen ermöglichen nur die Ermittlung von Festigkeitswerten unter Normalbedingungen, d. h. bei normalem Luftdruck in freier Atmosphäre.

Es ist nicht ohne weiteres möglich, aus den so ermittelten Ergebnissen auf das Festigkeitsverhalten unter in der Praxis auftretenden Bedingungen zu schließen. Desweiteren ist mit diesen Methoden und Vorrichtungen nur die Oberflächenhärte des Probekörpers zu bestimmen. Lediglich das Trommeln ermöglicht durch anschließende optische Betrachtung des zu prüfenden Materials einen Aufschluß über die Homogenität des geprüften Materials. Dabei ist jedoch kein konkreter Wert ermittelbar.

Zur Ermittlung der optimalen Einsatzmöglichkeiten fester Stoffe ist es notwendig, deren Festigkeitswerte unter Einsatzbedingungen, d. h. bei veränderten Druck- und Temperaturverhältnissen sowie bei geänderter Gasatmosphäre zu ermitteln.

Versuchsweise durchgeführte Heißtrommelungen brachten im praktischen Betrieb nicht die erwarteten Ergebnisse und sind außerdem mit einem sehr hohen technischen Aufwand verbunden.

25 Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung ist es, die Festigkeit und die Homogenität fester poröser Stoffe, insbesondere fester Brennstoffe, in einfacher Weise unter praxisnahen Bedingungen bestimmen zu können.

30 Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Bestimmung der Festigkeitskenn-

größen sowie der Homogenität fester poröser Stoffe unter verschiedenen, einstellbaren, praxisnahen, auf den zu prüfenden Stoff einwirkenden Bedingungen, wie Temperatur, Druck und Gaszusammensetzung zu entwickeln.

- 5 Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß das zu untersuchende Probenstück in einer Kammer auf einem Podest fixiert, anschließend in dieser Kammer einer bestimmten einstellbaren Temperatur und Gasatmosphäre ausgesetzt und mit einem bestimmten einstellbaren An-
- 10 preßdruck angebohrt wird, daß die Eindringtiefe des Bohrers in das Probenstück in Abhängigkeit von der Zeit erfaßt und das Ergebnis mathematisch-statistisch ausgewertet wird.

- Die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Realisierung des
- 15 Verfahrens besteht aus einem Ofen, in welchem eine mit einer definierten Gasatmosphäre füllbare Kammer angeordnet ist, einem Bohrgestänge mit einem dem zu prüfenden Material angepaßten Bohrer sowie einer Meßeinrichtung zur Erfassung der Eindringtiefe des Bohrers in Ab-
- 20 hängigkeit von der Zeit.

In weiterer Ausgestaltung der Erfindung weist die Vorrichtung folgende Merkmale auf:

- die mit einer Gasatmosphäre füllbare Kammer besteht aus einem hitzebeständigen Material und weist Öffnungen für den Bohrer und einen Temperaturmeßfühler auf;
- 25 - mittig im Boden und im Deckel des Ofens ist je eine Bohrung für die Gaszuführung bzw. für den Bohrer vorgesehen;
- mittig im Ofenraum ist ein von der Kammer umgebenes mit Gasöffnungen versehenes Podest zur Aufnahme und
- 30 Fixierung des Probekörpers angeordnet;
- die Meßeinrichtung besteht aus einem Halbleiterwegaufnehmer, der über ein Stativ und einen Justierarm

sowie mittels eines Zentrierelementes mittig über dem Bohrgestänge einrichtbar ist;

- zum Antrieb des Bohrers ist seitlich ein Synchronmotor angeordnet;
- 5 - am Bohrgestänge ist eine Einrichtung zur Veränderung des Anpreßdruckes des Bohrers angeordnet.

Gegenüber den bekannten Verfahren hat das erfindungsgemäße Verfahren den Vorteil, die Festigkeit fester poröser Stoffe unter praxisnahen Bedingungen ermitteln zu können. Desweiteren läßt sich die Homogenität der Materialfestigkeit problemlos ermitteln.

Ausführungsbeispiel

Die erfindungsgemäße Vorrichtung soll nachstehend an Hand mehrerer Zeichnungen und Kurven näher erläutert werden.

Es zeigen:

Fig. 1: Schematische Darstellung der Vorderansicht der Vorrichtung

Fig. 2: Vergrößerte Darstellung des Probenbereiches

20 Fig. 3: Vergrößerte Darstellung der Registriereinheit

Fig. 4: Festigkeitskennkurve des Koks A

Fig. 5: Festigkeitskennkurve des Koks B

Zwischen dem Ofengestänge 1 befindet sich der Ofenkörper, der aus dem Ofenmantel 2 und einer feuerfesten Auskleidung 3 besteht. In unmittelbarer Nähe der zylindrischen Ofeninnenwandung sind Heizelemente 4 installiert. Mit den aus SiC bestehenden Heizstäben können im Ofeninnenraum 5 Temperaturen bis 1500 °C erreicht werden. Zur Messung der Prüftemperaturen in unmittelbarer Proben- bzw. Heizelementennähe ist seitlich am Ofen ein Thermoelement 6 angeordnet, welches über eine Führung 7

in der Kammer 8 bis zum Probenkörper vorgeschoben werden kann. Der Boden und der Deckel 9 des Ofens weisen mittig je eine Öffnung auf. In der Bodenöffnung ist der Gaszuführungsstutzen 10 eingelassen. Durch die Öffnung
5 im Ofendeckel wird das Bohrgestänge 11 geführt. Im Ofeninnenraum 5 ist mittig ein Podest 12 zur Aufnahme und Fixierung des Probekörpers 14 angeordnet, welches mit Gasöffnungen 13 versehen ist. Diese Öffnungen sind so angeordnet, daß bei mittiger Anordnung des Podestes
10 12 im Ofeninnenraum 5 eine Verbindung mit dem Gaszuführungsstutzen 10 hergestellt ist. Die Fixierung des Probekörpers 14 in dem Podest 12 erfolgt mittels eines durch ein gewichtserhöhendes Mittel beschwerten Zylinders 29, in welchem der Probekörper mittels mehrerer
15 Schrauben arretiert wird.

Das Podest 12 einschließlich des Probekörpers 14 ist von einer Kammer 8 umgeben, die aus einem hitzebeständigen Material besteht. Dieser Kammer 8 wird eine definierte Gasatmosphäre zugeführt und in dieser aufrecht-
20 erhalten.

Zur Durchführung des Bohrgestänges durch die Kammer 8 weist diese an ihrer Oberseite ebenfalls eine Öffnung auf.

Oberhalb des Ofens ist ein von dem Ofengestänge 1 getragenes Hitzeschutzschild 15 angeordnet. Dieses weist in seiner Mitte zur Durchführung des Bohrgestänges 11 ebenfalls eine Öffnung auf.
25

Zur Aufnahme des Antriebes und der Meßeinrichtung ist oberhalb des Hitzeschutzschildes 15 ein ebenfalls vom Ofengestänge 1 getragenes Trägerelement 16 angeordnet. Der Antrieb des Bohrgestänges 11 besteht aus einem Synchronmotor 17 und einem Kettentrieb 19. Zur Aufnahme der Drehbewegung ist am Bohrgestänge 11 ein Zahnrad 18 befestigt. Dieses Zahnrad 18 ist am Bohrgestänge 11
30

vertikal verschiebbar. Durch einen in eine Nut 27 greifenden Stift wird ein Verdrehen gegenüber dem Bohrgestänge verhindert.

5 Der Synchronmotor 17 gewährleistet eine konstante Drehbewegung des Bohrgestänges 11. Eine am Bohrgestänge 11 angeordnete Feststellbuchse 20 dient zur Begrenzung der maximalen Eindringtiefe des Bohrers 21 in den Probekörper 14.

10 Ein Zentrierelement 22 begrenzt das Bohrgestänge 11 nach oben. Zur Aufnahme der Meßgröße, d. h. der Eindringtiefe des Bohrers 21 in Abhängigkeit von der Zeit, dient ein Halbleiterwegaufnehmer 23, der mittels eines Stativs 24 und eines Justierarmes 25 auf dem Trägerelement 16 befestigt ist. Mit Hilfe des Zentrierelementes 22 und des
15 Justierarmes 25 ist der Meßfühler 28 des Halbleiterwegaufnehmers 23 mittig über dem Bohrgestänge 11 einrichtbar. Das Bohrgestänge 11 dient gleichzeitig als Meßgestänge.

20 Zwischen dem Hitzeschutzschild 15 und dem Trägerelement 16 ist eine in Bezug zum Bohr- bzw. Meßgestänge 11 stationäre Gewichtsauflageplatte 26 angeordnet. Durch diese kann der Anpreßdruck des Bohrers 21 auf den Probekörper 14 verändert werden.

25 Die zur Ermittlung von Festigkeitskenngrößen fester poröser Stoffe unter bestimmten Temperaturen und Preßdrücken sowie einer frei gewählten Gasatmosphäre erforderlichen Verfahrensschritte werden nachstehend näher beschrieben und an zwei Beispielen demonstriert.

30 Die Probenvorbereitung beginnt mit der Auswahl eines repräsentativen Probestückes aus einer vorliegenden Materialmenge. Dieses Probestück wird mittels mehrerer Schrauben in einem Zylinder arretiert. Danach wird dieser mit einem gewichtserhöhenden Mittel gefüllt, um die notwendige Stabilität während des Meßvorganges zu ge-

währleisten. Das so zur Messung vorbereitete Podest mit Probekörper wird nunmehr mittig in den Ofeninnenraum eingesetzt. Bei Bedarf erfolgt dann noch das ebenfalls mittige Einbringen der für Messungen unter definierter Gasatmosphäre gedachten Kammer in den Ofeninnenraum über das dort bereits stationierte Podest mit Probestück.

Nachdem die Meßapparatur in die Ausgangsstellung gebracht worden ist, die Temperatur, die Gasatmosphäre und der Anpreßdruck eingestellt worden sind, wird das Bohrgestänge mit dem Bohrer mit Hilfe des Synchronmotors in Drehbewegung gesetzt. Die Eindringtiefe des Bohrers in den Probekörper in Abhängigkeit von der Zeit wird dabei vom Halbleiterwegaufnehmer erfaßt. Dieser gibt ein diesem Vorgang proportionales elektrisches Signal ab und ermöglicht so die graphische Aufzeichnung der Eindringtiefe des Bohrers in Abhängigkeit von der Zeit.

Für die Eindringtiefe des Bohrers in Abhängigkeit von der Zeit ergibt sich eine Kurvenfunktion des Typs

$$y(x) = a + bx$$

Voraussetzung für eine Wertung der Meßergebnisse einer beliebigen Probe ist die Bestimmung der Funktion

$y_N = a_N + b_N x$ einer Normprobe unter analogen definierten Versuchsbedingungen und die Ermittlung des Anstieges b_N dieser Geraden als Normanstieg.

Der Regressionskoeffizient b_N gibt an, wie sich die Eindringtiefe des Bohrers im Mittel pro Zeiteinheit ändert. Je größer der Regressionskoeffizient ist, desto schneller dringt der Bohrer in das Probestück ein, d. h. desto weicher ist das Material.

Für den Korrelationskoeffizienten r gilt als Norm $r = 1$, wobei dieser Wert einen ideal homogen aufgebauten Probekörper charakterisiert, bei dem während des Meßvorganges

keine Festigkeitsänderungen im Probekörper auftreten.

Liegt ein inhomogener Probekörper vor, so ist der Korrelationskoeffizient $r < 1$, d. h. es existiert kein ideal linearer Zusammenhang zwischen der Eindringtiefe des Bohrers und der Zeit.

Über die Bestimmung des zur Gleichung zugehörigen Korrelationskoeffizienten r kann demnach eine Aussage über die die Festigkeit der Probe beeinflussende Homogenität des Aufbaus des Probekörpers getroffen werden.

Zur operativen Bestimmung von Festigkeitsparametern unter gegebenen Versuchsbedingungen kann der graphische Vergleich zwischen den Kurven und den zugehörigen Streubändern der Normprobe und des Prüfkörpers herangezogen werden.

Mittels der erfindungsgemäßen Lösung wurden zwei verschiedene Gießereikokssorten unter gleichen Prüfbedingungen getestet. Von beiden Kokssorten waren die in Tabelle 1 dargestellten und mit herkömmlichen Verfahren ermittelten Festigkeitskennwerte bekannt (ermittelt bei Raumtemperatur und Normalatmosphäre).

Tabelle 1: Bekannte Kenngrößen beider Kokse

Kenngröße	Koks A	Koks B
M40-Wert	90 %	71 %
M10-Wert	6 %	11 %
Rohdichte	1,1 g/cm ³	1,0 g/cm ³

Tabelle 2: Nach der erfindungsgemäßen Lösung ermittelte Kennwerte

Kenngröße	Koks A	Koks B
$y = a + bx$	$y=28,8-0,077 x$	$y=33,5-0,201 x$
5 Regressionskoeffizient b	0,077	0,201
Korrelationskoeffizient r	0,999	0,984
Reststreuung SR	0,39	2,01
10 t-Wert	132,2	23,0

Aus Tabelle 1 ist ersichtlich, daß nach den im Trommelversuch bestimmten Kennwerten M40 und M10 der Koks A bessere Festigkeiten aufweist als der Koks B. Im praktischen Schmelzbetrieb wurden bei Einsatz des Kokses A im Kupolofen bessere Schmelzergebnisse erzielt als bei Einsatz des Kokses B.

Die in Tabelle 2 und in den Fig. 4 und 5 dargestellten Kurvenfunktionen des Typs $y = a + bx$ ergeben eine gleichlautende Aussage.

20 Der mathematisch-statistisch berechnete Regressionskoeffizient b des Kokses A liegt mit 0,077 eindeutig niedriger als der Regressionskoeffizient b des Kokses B mit $b = 0,201$, womit ebenfalls die höhere Festigkeit des Kokses A gegenüber dem Koks B dokumentiert wird.

25 Aus den vorliegenden Korrelationskoeffizienten $r_A = 0,999$ und $r_B = 0,984$ kann in Übereinstimmung mit den Ergebnissen der optischen Prüfung die Feststellung getroffen werden, daß der Koks A wesentlich homogener aufgebaut ist als der Koks B.

30 Dieses Ergebnis schlägt sich auch in der mathematisch-statistisch bestimmten Reststreuung von $SR_A = 0,39$ und $SR_B = 2,01$ nieder.

Beide Abhängigkeiten sind entsprechend dem t-Test statistisch höchst signifikant.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Ermittlung der Festigkeit fester Stoffe, dadurch gekennzeichnet, daß das zu untersuchende Probenstück in einer Kammer in einem Podest fixiert, 5
anschließend in dieser Kammer einer bestimmten einstellbaren Temperatur und Gasatmosphäre ausgesetzt und mit einem bestimmten einstellbaren Anpreßdruck angebohrt wird, daß die Eindringtiefe des Bohrers in das Probenstück in Abhängigkeit von der Zeit erfaßt 10
und das Ergebnis mathematisch-statistisch ausgewertet wird.
2. Vorrichtung zur Realisierung des Verfahrens nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß diese aus einem Ofen, in welchem eine mit einer definierbaren Gasatmosphäre füllbare Kammer angeordnet ist, einem 15
Dohrgestänge mit einem dem zu prüfenden Material angepaßten Bohrer sowie einer Meßeinrichtung zur Erfassung der Eindringtiefe des Bohrers in Abhängigkeit von der Zeit besteht.
- 20 3. Vorrichtung nach Punkt 2, dadurch gekennzeichnet, daß die mit einer definierten Gasatmosphäre füllbare Kammer aus einem hitzebeständigen Material besteht, in welchem Öffnungen für den Bohrer und einen Temperaturmeßfühler vorhanden sind.
- 25 4. Vorrichtung nach Punkt 2, dadurch gekennzeichnet, daß mittig im Boden und im Deckel des Ofens je eine Bohrung für die Gaszuführung bzw. für den Bohrer vorgesehen ist.
- 30 5. Vorrichtung nach Punkt 2, dadurch gekennzeichnet, daß mittig im Ofenraum ein von der Kammer umgebenes mit Gasöffnungen versehenes Podest zur Aufnahme und Fixierung des Probekörpers angeordnet ist.

- 5 6. Vorrichtung nach Punkt 2, dadurch gekennzeichnet,
daß die Meßeinrichtung aus einem Halbleiterwegauf-
nehmer besteht, der über ein Stativ und einen Ju-
stierarm sowie mittels eines Zentriergliedes mittig
über dem Bohrgestänge einrichtbar ist.
7. Vorrichtung nach Punkt 2, dadurch gekennzeichnet,
daß zum Antrieb des Bohrers seitlich ein Synchron-
motor angeordnet ist.
- 10 8. Vorrichtung nach Punkt 2, dadurch gekennzeichnet,
daß am Bohrgestänge eine Einrichtung zur Verände-
rung des Anpreßdruckes des Bohrers angeordnet ist.

Hierzu 5 Seiten Zeichnungen

Fig. 2

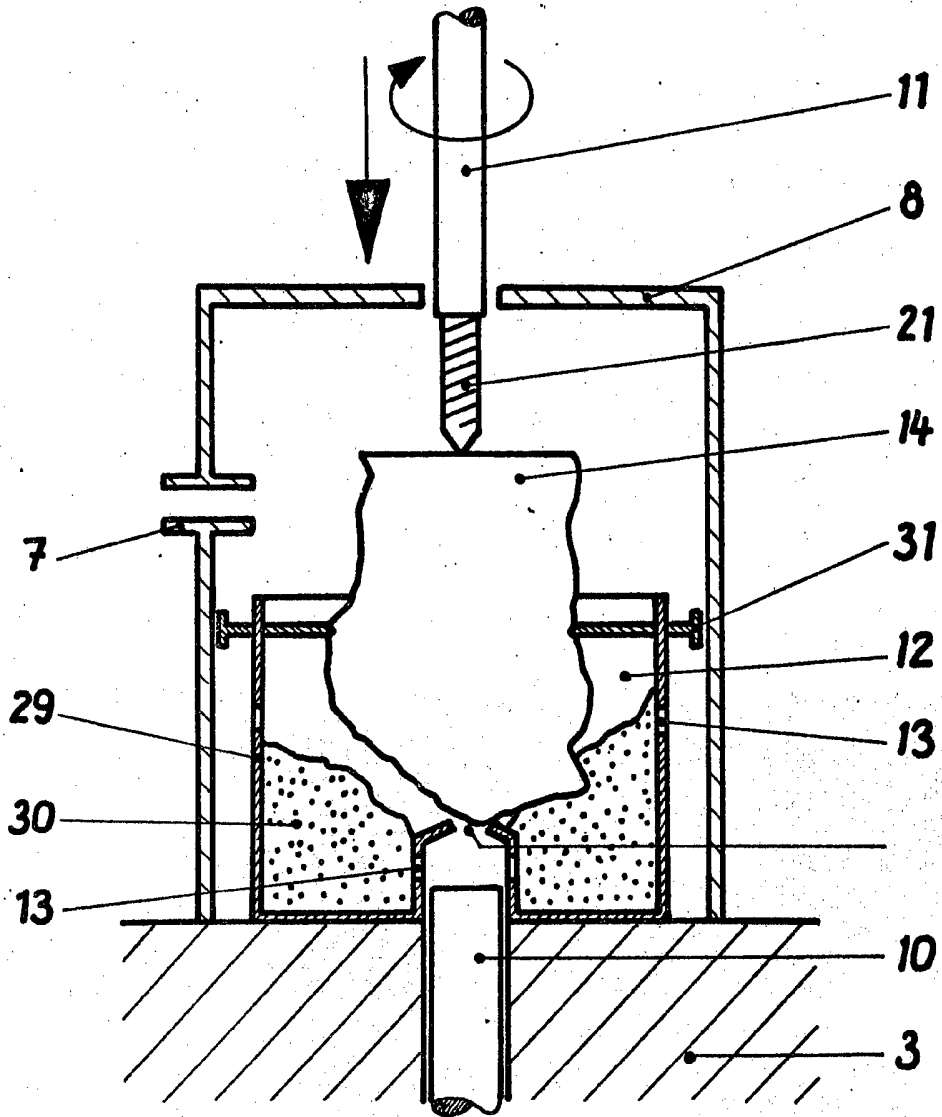
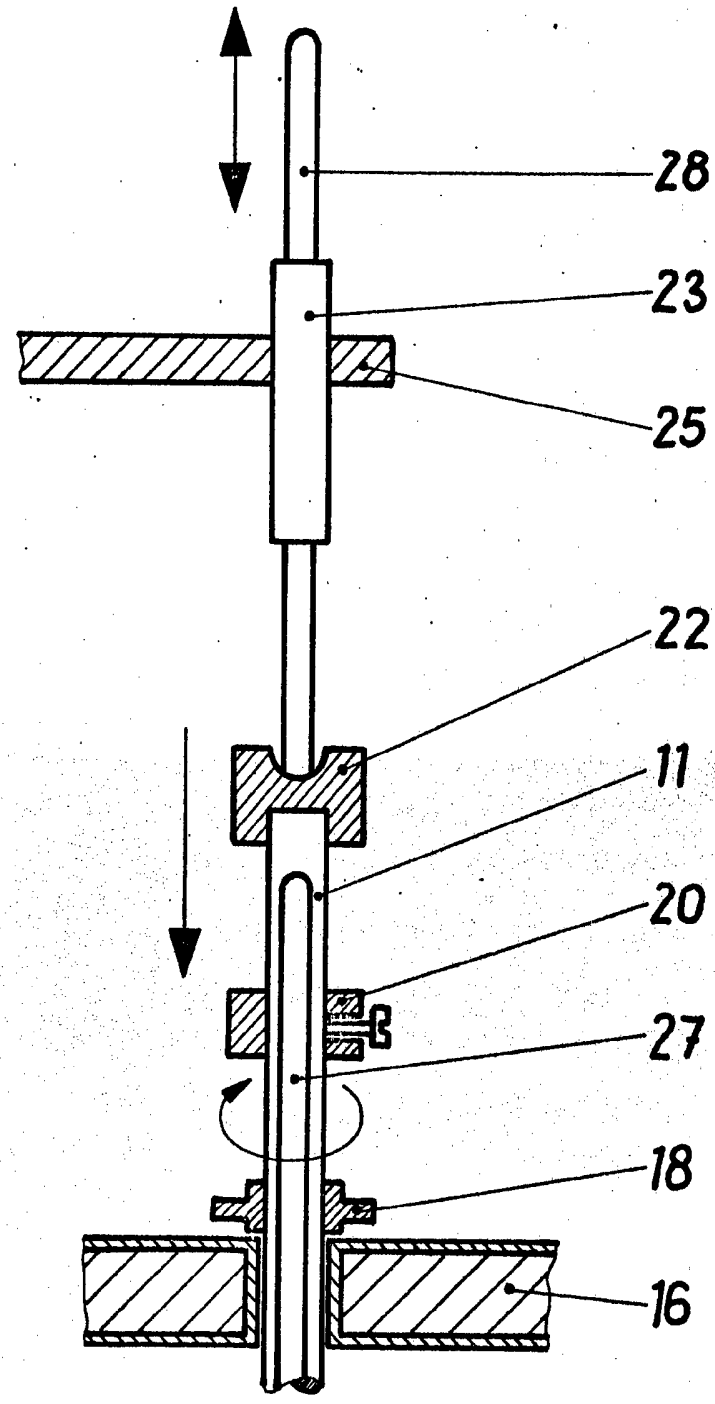


Fig. 3



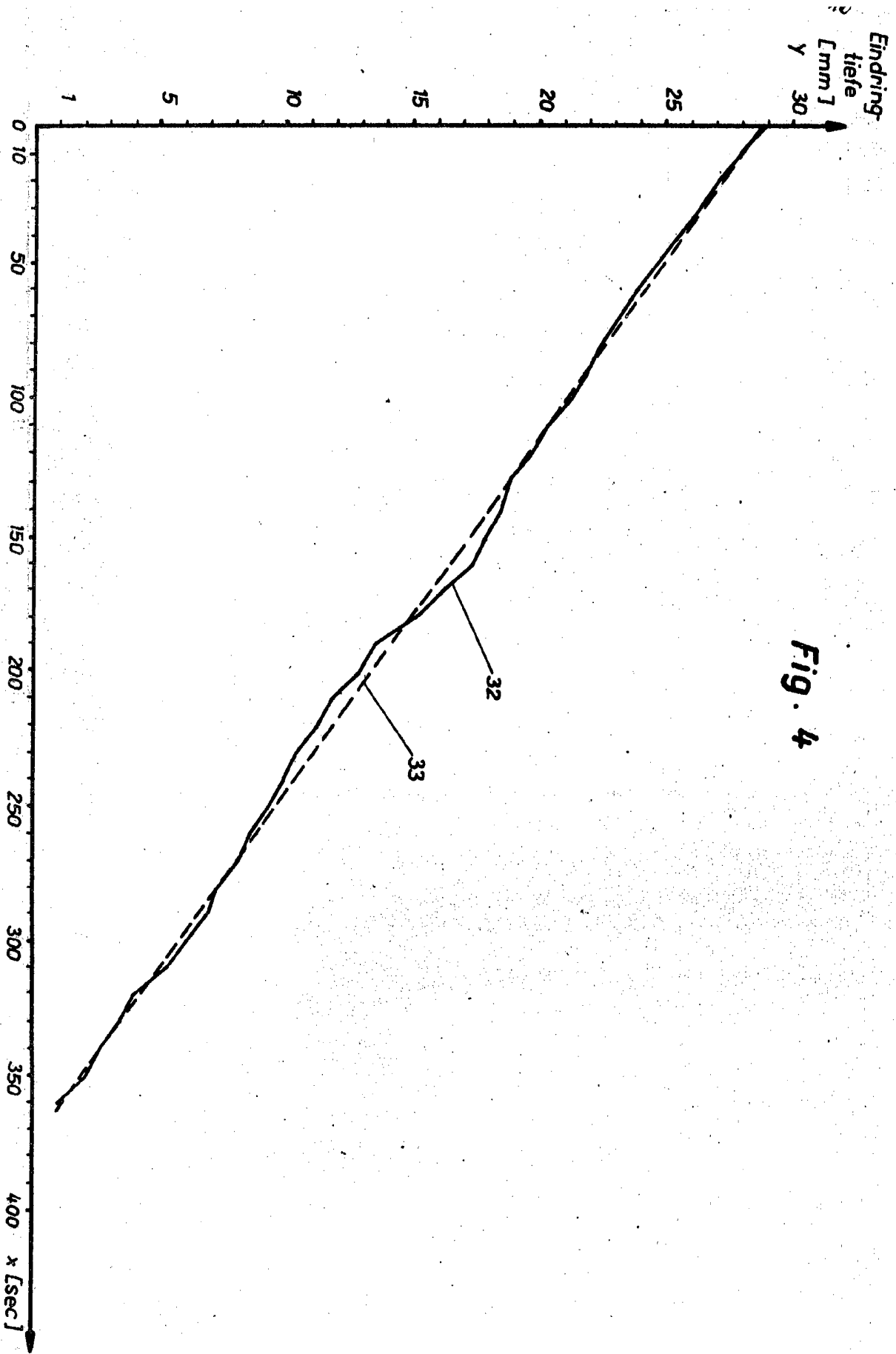


Fig. 4

Fig. 5

