

# DIN ISO 13320:2022-12 (D)

## Partikelgrößenanalyse - Laserbeugungsverfahren (ISO 13320:2020)

---

Inhalt	Seite
Nationales Vorwort .....	6
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise .....	7
Vorwort .....	8
Einleitung .....	9
1 Anwendungsbereich.....	10
2 Normative Verweisungen .....	10
3 Begriffe und Symbole .....	10
3.1 Begriffe .....	10
3.2 Symbole .....	16
4 Kurzbeschreibung.....	18
4.1 Allgemeines .....	18
4.2 Theorie.....	18
4.3 Typisches Gerät und optische Anordnung .....	19
4.4 Messzone.....	21
4.5 Anwendung und Probenpräsentation .....	21
4.6 Off-line-Messungen .....	22
4.7 In-line-Messungen.....	22
4.8 On-line-Messungen .....	23
4.9 At-line-Messungen .....	23
4.10 Streuung und Detektoren .....	23
5 Betriebsanforderungen und -abläufe .....	23
5.1 Gerätestandort .....	23
5.2 Dispergiertgase .....	24
5.3 Dispergierflüssigkeiten .....	24
5.4 Überprüfung, Vorbereitung, Dispergierung und Konzentration der Probe.....	24
5.4.1 Überprüfung der Probe .....	24
5.4.2 Vorbereitung.....	24
5.4.3 Dispergierung.....	25
5.4.4 Konzentration.....	25
5.5 Messung.....	26
5.5.1 Aufstellen des Gerätes und Blindwertmessung.....	26
5.5.2 Probenvorbereitung.....	26
5.5.3 Datenerfassung des Streumusters .....	26
5.5.4 Auswahl eines geeigneten optischen Modells.....	27
5.5.5 Umrechnung des Streumusters in die Partikelgrößenverteilung.....	27
5.5.6 Robustheit .....	27
5.6 Auflösung und Empfindlichkeit .....	28
5.6.1 Allgemeines .....	28
5.6.2 Auflösung .....	28
5.6.3 Empfindlichkeit und Variabilität des Ergebnisses .....	28
6 Genauigkeit, Wiederholpräzision und Gerätequalifizierung.....	29
6.1 Allgemeines.....	29
6.2 Genauigkeit .....	30
6.2.1 Einleitung.....	30

6.2.2	Genauigkeitsprüfung .....	30
6.3	Wiederholpräzision des Gerätes.....	31
6.3.1	Einleitung.....	31
6.3.2	Prüfung der Wiederholpräzision .....	31
6.4	Wiederholpräzision des Verfahrens .....	31
6.4.1	Einleitung.....	31
6.4.2	Prüfung der Wiederholpräzision des Verfahrens .....	31
6.5	Genauigkeit unter Zwischenbedingungen der Präzision .....	32
6.5.1	Allgemeines.....	32
6.5.2	Zwischenbedingungen der Präzision (allgemeine Prüfung).....	32
7	Angabe der Ergebnisse im Bericht.....	33
7.1	Allgemeines.....	33
7.2	Probe .....	33
7.3	Dispergierung.....	33
7.4	Laserbeugungsmessung .....	34
7.5	Identifizierung des Analyselabors:.....	34
<b>Anhang A (informativ) Theoretischer Hintergrund der Laserbeugung.....</b>		<b>35</b>
A.1	Einleitung.....	35
A.2	Extinktion .....	36
A.3	Streuung.....	37
A.4	Lichtstreuungstheorien.....	37
A.5	Auswahl des Modells .....	40
A.6	Wellenlängenabhängigkeit und Polarisationsunterschied.....	45
A.7	Streumuster für Partikelgrößenverteilungen .....	47
A.8	Konzentration .....	48
A.9	Datenanalyse .....	50
A.10	Partikelform .....	50
<b>Anhang B (informativ) Empfehlungen für Dispergierflüssigkeiten .....</b>		<b>52</b>
<b>Anhang C (informativ) Dispergiervverfahren — Empfehlungen.....</b>		<b>53</b>
C.1	Dispergierung in Gas.....	53
C.2	Dispergierung in flüssigen Medien.....	54
<b>Anhang D (informativ) Gerätevorbereitung — Empfehlungen.....</b>		<b>55</b>
D.1	Warmlaufen .....	55
D.2	Zustandsprüfung .....	55
D.3	Arbeitsbereich.....	55
D.4	Qualifizierung.....	55
D.5	Nassdispergierung.....	55
D.6	Trockendispergierung.....	56
D.7	Sprühnebel .....	56
D.8	Optisches Modell .....	56
<b>Anhang E (informativ) Fehlerquellen und -diagnose.....</b>		<b>57</b>
E.1	Probenahme und Probenvorbereitung.....	57
E.2	Fehler und systematische Abweichung von Quellen in Verbindung mit Partikeleigenschaften.....	57
E.3	Fehler durch das Verfahren.....	58
E.4	Fehlerdiagnose.....	58
<b>Anhang F (informativ) Brechungsindex — Empfehlungen .....</b>		<b>60</b>
F.1	Allgemeines.....	60
F.2	Referenzquellen für den Realteil des Brechungsindex $n_p$ .....	60
F.3	Imaginärteil des Brechungsindex.....	61
F.4	Verfahren zur Abschätzung des Brechungsindex von Stoffgemischen.....	61
<b>Anhang G (informativ) Robustheit und Stabilität der Laserbeugung .....</b>		<b>62</b>
G.1	Robustheit .....	62
G.2	Stabilität.....	62

G.3	Untersuchung von Parametern.....	62
<b>Anhang H (normativ) Zertifizierte Referenzmaterialien, Referenzmaterialien und Vergleichsparameter.....</b>		
H.1	Allgemeines.....	66
H.2	Allgemeine Anforderungen an Referenzmaterialien, die für Laserbeugung geeignet sind.....	67
H.2.1	Allgemeines.....	67
H.2.2	Breite der Größenverteilung.....	67
H.2.3	Seitenverhältnis, Form.....	67
H.2.4	Optische Eigenschaften, Brechungsindex.....	67
H.2.5	Rohdichte (Nassanwendung).....	67
H.2.6	Stabilität (chemisch/mechanisch/Langzeit).....	67
H.2.7	Dispergierbarkeit (Nassanwendung).....	68
H.2.8	Dispergierbarkeit (Trockenanwendung).....	68
H.2.9	Menge, Probenahme, Probenteilung.....	68
H.2.10	Dokumentation, Protokoll.....	68
H.2.11	Erforderliche Eigenschaftswerte.....	68
H.3	Verfahren zur Erzeugung weiterer rückführbarer Referenzeigenschaften für kugelförmige und nicht kugelförmige Referenzmaterialien unter Anwendung von Laserbeugungsgeräten.....	68
Literaturhinweise.....		70

## **Bilder**

Bild 1	— Optische Fourier-Anordnung.....	19
Bild 2	— Optische Fourier-Anordnung — Streuwinkel.....	20
Bild 3	— Umgekehrte optische Fourier-Anordnung.....	20
Bild 4	— Umgekehrte optische Fourier-Anordnung — Streuwinkel.....	21
Bild A.1	— Lichtstremuster für eine 5 µm-Kugel in Wasser.....	35
Bild A.2	— Extinktionseffizienzen im Verhältnis zur Partikelgröße und zum Brechungsindex (Mie-Modell, absorbierend).....	40
Bild A.3	— Extinktionseffizienzen im Verhältnis zur Partikelgröße und zum Brechungsindex (Mie-Modell, transparent).....	41
Bild A.4	— Vergleich der Stremuster absorbierender und nicht-absorbierender Partikel nach dem Fraunhofer- und dem Mie-Modell.....	42
Bild A.5	— Streuintensitätsmuster für einzelne Partikel im Verhältnis zur Größe (Mie-Modell).....	43
Bild A.6	— Lichtintensitäts-Stremuster für gleiche Partikelvolumina im Verhältnis zur Größe (Mie-Modell).....	44
Bild A.7	— Stremuster bei einer optimalen Detektorkonfiguration gegenüber der Partikelgröße für gleiche Volumina von Partikeln (Mie-Modell).....	45
Bild A.8	— Stremuster bei einer optimalen Detektorkonfiguration gegenüber der Partikelgröße für gleiche Volumina von Partikeln (Fraunhofer-Modell).....	45
Bild A.9	— Wellenlängenabhängigkeit der Extinktion bei gleichen Volumina verschiedener Partikelgrößen in Wasser.....	46

<b>Bild A.10 — Polarisationsunterschied, aufgetragen gegenüber dem Streuwinkel. Partikelgröße von gleichem Volumen, für Licht mit Wellenlängen von a) 450 nm und b) 633 nm.....</b>	<b>47</b>
<b>Bild A.11 — Einfluss der Breite der Größenverteilung auf das Streumuster (log-normalverteilte Größenverteilungen um <math>x_{50}</math> von 10 <math>\mu\text{m}</math>) .....</b>	<b>48</b>
<b>Bild A.12 — Zusammenhang zwischen Partikelgröße und Konzentration und deren Einfluss auf die Abschattung (Mie-Berechnung).....</b>	<b>49</b>
<b>Bild A.13 — Kreisförmige, rechteckige und unregelmäßige Partikel und deren Streumuster (simulierte Bilder) .....</b>	<b>51</b>
<b>Bild C.1 — Prozesse, die an der Trockendispergierung von Pulvern beteiligt sind.....</b>	<b>54</b>
<b>Bild G.1 — Risikofaktor für das Nassdispergierungsverfahren.....</b>	<b>63</b>
<b>Bild G.2 — Risikobewertung für Trockendispergierungsverfahren.....</b>	<b>64</b>
<b>Bild G.3 — Risikobewertung für Sprühnebel-Verfahren .....</b>	<b>64</b>
 <b>Tabellen</b>	
<b>Tabelle 1 — Parameter für die Berechnung der Grenzabweichungen.....</b>	<b>30</b>