

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
Anhang A (informativ) Theoretischer Hintergrund der Laserbeugung.....		35
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
Anhang B (informativ) Empfehlungen für Dispergierflüssigkeiten		52
Anhang C (informativ) Dispergierv Verfahren — Empfehlungen.....		53
C.1	Dispergierung in Gas.....	53
C.2	Dispergierung in flüssigen Medien.....	54
Anhang D (informativ) Gerätevorbereitung — Empfehlungen.....		55
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
Anhang E (informativ) Fehlerquellen und -diagnose.....		57
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
Anhang F (informativ) Brechungsindex — Empfehlungen		60
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
Anhang G (informativ) Robustheit und Stabilität der Laserbeugung		62
G.1	Robustheit	62
G.2	Stabilität.....	62

G.3	Untersuchung von Parametern.....	62
Anhang H (normativ) Zertifizierte Referenzmaterialien, Referenzmaterialien und Vergleichsparameter.....		
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

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