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 Dispergiergase 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) Dispergierverfahren — 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 Brechungsindexes n_p ... 60
F.3 Imaginärteil des Brechungsindexes ... 61
F.4 Verfahren zur Abschätzung des Brechungsindexes 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 ... 66
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 — Lichtstreumuster 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 Streumuster 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-Streumuster für gleiche Partikelvolumina im Verhältnis zur Größe (Mie-Modell) ... 44

Bild A.7 — Streumuster bei einer optimalen Detektorkonfiguration gegenüber der Partikelgröße für gleiche Volumina von Partikeln (Mie-Modell) ... 45

Bild A.8 — Streumuster 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