

DIN ISO 14887

ICS 19.120

**Probenvorbereitung –
Verfahren zur Dispergierung von Pulvern in Flüssigkeiten
(ISO 14887:2000)**

Sample preparation –
Dispersing procedures for powders in liquids (ISO 14887:2000)

Préparation de l'échantillon –
Procédures pour la dispersion des poudres dans les liquides (ISO 14887:2000)

Gesamtumfang 32 Seiten

Normenausschuss Bauwesen (NABau) im DIN

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Symbole und Abkürzungen	7
5 Prüfung des trockenen Pulvers.....	8
5.1 Probennahme	8
5.2 Größenbereich der Zusammenballungen und der Partikel	8
5.3 Form und Oberflächenrauigkeit; ihre Änderungen mit der Partikelgröße	8
6 Auswahl einer Flüssigkeit und Dispergiertest.....	8
6.1 Auswahl einer Flüssigkeit.....	8
6.2 Herstellung einer Testpaste.....	9
6.3 Vorbereitung einer verdünnten Suspension.....	9
7 Prüfung der Dispergierung	9
7.1 Abschätzen des Under-grinding/Over-grinding	9
7.2 Abschätzen der Stabilität.....	10
7.2.1 Einführung	10
7.2.2 Anmerkungen zur lichtoptischen Mikroskopie.....	10
7.2.3 Anmerkungen zur Elektronenmikroskopie	11
7.3 Bewertung von Flockenbildungen	11
8 Ableitung möglicher Dispergiermittel.....	11
8.1 Benetzung des Feststoffes mit der Flüssigkeit	11
8.2 Allgemeine Prinzipien	12
8.3 Ladungsstabilisierung	12
8.3.1 Einführung.....	12
8.3.2 Oberflächen-Ionisierung	12
8.3.3 Differentielle Auflösung von Gitterionen	12
8.3.4 Adsorption von mehrfach geladenen Ionen (Polyelektrolyte)	13
8.3.5 Adsorption von grenzflächenaktiven Stoffen	13
8.4 Sterische Stabilisierung.....	13
8.5 Auswahlverfahren.....	14
8.5.1 Bestimmung der Feststoffkategorie	14
8.5.2 Bestimmung der Flüssigkeitskategorie	17
8.5.3 Bestimmung der Kategorie eines voraussichtlichen Dispergiermittels	18
8.5.4 Ermittlung der kommerziellen Quellen von Dispergiermitteln.....	19
9 Optimierung der Dispergiermethode	19
9.1 Einführung.....	19
9.2 Vergleich der Wirksamkeit der möglichen Dispergiermittel	19
9.3 Optimierung der Methoden zur Zerstörung von Zusammenballungen.....	20
9.3.1 Anmerkungen zur Ultraschallbehandlung	20
9.3.2 Handhabung der Wärmeentwicklung	20
9.3.3 Bestimmung der optimalen Energie	20
9.3.4 Dokumentieren der optimalen Dispergierbedingungen	21
9.4 Bestimmung der optimalen Menge an Dispergiermittel	21

10	Aufrechterhaltung der Suspensionsstabilität während der Probenbehandlung.....	22
10.1	Stabilität während der Verdünnung.....	22
10.2	Stabilität bei pH-Änderung	23
Anhang A	(informativ) Alternative Tests zur Suspensionsstabilität	24
A.1	Sedimentationsverhalten.....	24
A.2	Oberflächen-Ladungsdichte.....	24
A.3	Rheologie	25
A.4	Schwächung von Ultraschall oder elektrischen Impulsen.....	25
Anhang B	(informativ) Kommerzielle Dispergiermittel in verschiedenen	
	Dispergiermittel-Kategorien	26
Literaturhinweise		31

Nationales Vorwort

Diese Internationale Norm wurde im ISO/TC 24/SC 4 „Sizing by methods other than sieving“ erarbeitet. Der zuständige nationale Arbeitsausschuss ist der NA 005-11-42 AA „Partikelmessstechnik (Sp ISO/TC 24/SC 4)“ im Normenausschuss Bauwesen (NABau).

Es erscheint notwendig, auf einige terminologische Probleme hinzuweisen. Zunächst ist offensichtlich, dass sich der englische und der deutsche Bedeutungsinhalt des Wortes „*dispersion*“ voneinander unterscheiden. Im Deutschen hat sich die übergeordnete Bezeichnung „*Dispersion*“ für Stoffsysteme mit einer festen dispersen Phase und einer flüssigen kontinuierlichen Phase bisher nicht allgemein durchgesetzt. Entsprechend der deutschen Begriffsnorm DIN 66160:1992-09 wird häufiger der Terminus „*dispersed System*“ verwendet und in Abhängigkeit vom Anwendungsfall von „*Suspension*“, „*Schlamm*“, „*Schlicker*“, „*Paste*“ usw. gesprochen.

Auch scheint der Begriff „*dispersion*“ international nicht scharf von der Herstellung und der Zustandsänderung eines dispersen Systems abgegrenzt zu sein. Im Deutschen ist dies jedoch durch die Termini „*Dispergieren/Dispergierung*“ eindeutig gegeben. Im Folgenden wird daher das (flüssige) disperse System immer als „*Suspension*“ bezeichnet und deren Herstellung und Behandlung als „*Dispergierung*“.

Schwierigkeiten entstehen auch im Umgang mit dem Begriff „*agglomerate*“, der in vorliegender Norm in Abgrenzung zu „*aggregate*“ zwar sehr scharf definiert wird, jedoch im gesamten Text nicht mehr erscheint. Mittlerweile sind für den Bereich der ISO in dem Dokument DIN CEN ISO/TS 27687:2008 die beiden Definitionen im hier verwendeten Sinn festgeschrieben. Der als Überbegriff verwendete Terminus „*clump*“ wird in der Übersetzung ebenfalls durchweg mit dem etwas umständlicheren und nicht genormten Begriff „*Zusammenballung*“ im übergeordneten Sinne verwendet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN [und/oder die DKE] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Probenvorbereitung — Verfahren zur Dispergierung von Pulvern in Flüssigkeiten

Einleitung

Die Bewertung der Partikelgrößenverteilung ist von entscheidender Bedeutung für Forschungsprojekte, Produktentwicklung, Prozesskontrolle, Qualitätskontrolle und andere technische Anwendungen, bei denen Partikelgrößeneffekte eine Rolle spielen. Farben, Tinten, gefüllte Kunststoffe, Erze, pharmazeutische, landwirtschaftliche und kosmetische Produkte sind in ihrer kommerziellen Produktion abhängig von einer genauen Partikelgrößenanalyse.

Ein übliches Pulver besteht in der Regel aus Zusammenballungen von Primärpartikeln, die durch mehr oder weniger starke Kräfte zusammengehalten werden. Die Größe dieser Zusammenballungen, die im Pulver nach der Benetzung in einer Flüssigkeit verbleiben, hängt z. T. davon ab, wie viel Energie für das Zerbrechen der Zusammenballungen aufgebracht wurde. Die meisten Partikelgrößen-Messmethoden detektieren die Zusammenballungen als große Partikel. Bei Vorhandensein von Zusammenballungen in unvollständig dispergierten Proben wird sich daher die gemessene Partikelgrößenverteilung gegenüber einer Messung bei vollständig zerstörten Zusammenballungen in den gröberen Partikelbereich verschieben. Eine Partikelgrößenanalyse ist nur dann sinnvoll, wenn die Probe so vorbehandelt wird, dass die Partikel in genau definiertem Dispergierzustand vorliegen, vorzugsweise in einem solchen, in dem die meisten Zusammenballungen vollständig desagglomeriert sind und in dem die Partikel während der erforderlichen Analysendauer weder reagglomerieren noch an den Wänden des Suspensionsgefäßes anhaften.

Wenn auch eine „vollständige“ Dispergierung in Primärpartikeln sehr oft gewollt ist, so soll doch daran erinnert werden, dass in vielen Fällen die am besten nutzbare Information erhalten wird, wenn die Probe unvollständig dispergiert ist. Wenn beispielsweise ein Kunde schon im Produktionsprozess das Pulver bei so niedrigen Scherkräften in die Flüssigkeit einrührt, dass selbst mäßig starke Bindungskräfte in den Zusammenballungen nicht aufgebrochen werden, so sollte auch die Qualitätskontrolle bei diesem Kunden bei ähnlich niedrigen Scherkräften während der Probenvorbereitung und der Analyse stattfinden.

Vorhandene Verunreinigungen, verfügbare Vorrichtungen zur Desagglomeration, verwendete Methoden zur Partikelgrößenanalyse und die für den Test verfügbaren Dispergiermittel können von Standort zu Standort variieren. Aus diesen Gründen kann das Verfahren, das unter Verwendung der Richtlinien dieser Internationalen Norm an nur einem Standort entwickelt wurde, sich von dem Verfahren, das an einem anderen Standort für dasselbe Pulver entwickelt wurde, unterscheiden (aber genauso berechtigt und brauchbar sein).

Hinweise für weiterführende Studien, einschließlich Normen für die Bewertung einiger komplexerer Stoffsysteme werden im Literaturverzeichnis gegeben.

In Anhang A werden Schwierigkeiten diskutiert, die entstehen,

- wenn das Pulver einer Oberflächenbehandlung unterzogen wurde oder lösbare Bestandteile enthält,
- wenn die Flüssigkeit gelöste Ionen oder Polymere enthält,
- wenn das Dispergiermittel Nebenbestandteile enthält.

Anhang B enthält eine Zuordnung der kommerziellen Dispergiermittel zu verschiedenen Kategorien von Dispergiermitteln.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm wurde erarbeitet, um dem Fachpersonal der Partikelgrößenanalyse zu helfen, geeignete Suspensionen aus Pulver-Flüssigkeits-Kombinationen herzustellen, mit denen sie bislang keine Erfahrung haben. Diese Norm enthält Verfahren zur

- Benetzung eines Pulvers in einer Flüssigkeit,
- Desagglomeration von benetzten Zusammenballungen,
- Bestimmung, ob eine Lösungszusammensetzung geeignet ist, Reagglomeration zu verhindern,
- Auswahl von Dispergiermitteln, die eine Reagglomeration verhindern, und
- Bewertung der Stabilität einer Suspension in Hinblick auf Reagglomeration.

Diese Internationale Norm ist anwendbar im Partikelgrößenbereich von etwa 0,05 µm bis 100 µm. Sie befasst sich mit einer Reihe von Fragen zu den Eigenschaften von Pulvern und Flüssigkeiten. Die Antworten werden in Form von Tabellen behandelt, die den Benutzer befähigen, geeignete Dispergiermittel zur Dispersion von Pulver in einer Flüssigkeit auszuwählen.

Diese Internationale Norm bezieht sich nur auf die Vorbehandlung von einfachen, verdünnten Suspensionen für die Partikelgrößenanalyse, mit weniger als einem Feststoff-Volumenanteil von 1 %. Sie befasst sich nicht mit der Beschreibung von komplexen und hochkonzentrierten kommerziellen Produkten wie Farben, Tinten, Arzneimitteln, Herbiziden und Kunststoffmischungen.

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).

ISO 8213:1986, *Chemical products for industrial use — Sampling techniques — Solid chemical products in the form of particles varying from powders to coarse lumps*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Agglomerat

Zusammenballung von Partikeln, die lose zusammenhängen

Siehe **Flocke** (3.5).

3.2

Aggregat

Zusammenballung von starr zusammenhängenden Partikeln

ANMERKUNG Wegen der Verwirrung, die bei der Verwendung der obigen Begriffe herrscht, werden diese im Text nur sparsam benutzt.

3.3

Zusammenballung

Klumpen

Zusammenlagerung von Partikeln, die entweder starr verbunden sind oder lose zusammenhängen

3.4**kritische Mizell-Konzentration**

(en: critical micelle concentration)

CMC

Konzentration des Dispergiermittels, oberhalb der sich Mizellstrukturen bilden

3.5**Flocke**

Zusammenballung von Partikeln, die sehr lose zusammenhängen

Siehe **Agglomerat** (3.1).**3.6****Primärpartikel**

Einheiten, die in der Partikelgrößenanalyse gemessen werden sollen; im Allgemeinen schwerer zu zerbrechen als Zusammenballungen

3.7**Tyndall-Effekt**

Streuung des Lichts senkrecht zur Strahlrichtung bei Durchtritt durch eine Flüssigkeit, die Partikeln enthält

4 Symbole und Abkürzungen

Für die Zwecke dieser Internationalen Norm gelten folgende Symbole und Abkürzungen:

S_V	volumenspezifische Oberfläche eines Pulvers (in m^2/kg)
CMC	kritische Mizell-Konzentration (in mol/m^3)
IS	Ionenstärke (in mol/m^3) ^{N1)}
$M_{-1,3}$	vollständiges erstes Moment der Dichteverteilung des Partikelvolumens
PEO	polyethoxy = $(-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-)_n$
PPO	polyisopropoxy = $(-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{O}-)_n$
pH_{iso}	pH-Wert, bei dem das Zeta-Potential null ist für eine amphotere Oberfläche (d. h. bei niedrigerem pH positiv geladen und bei höheren pH negativ geladen)
pK_a	pH, bei dem die Hälfte der Wasserstoffionen der sauren Gruppen ionisiert ist
pK_b	pH, bei dem die Hälfte der Hydroxylionen der basischen Gruppen ionisiert ist
$\bar{q}_{3,i}$	Dichteverteilung des Partikelvolumens
x_i	Obergrenze des i -ten Partikelgrößen-Intervalls
μm	Mikrometer (= 10^{-6} m)
ζ	Zeta-Potential (in V)
®	eingetragener Handelsname

^{N1)} Nationale Fußnote: $\text{IS} = \frac{1}{2} \sum c_i z_i^2$ (NIST Special Publication 960-3)

5 Prüfung des trockenen Pulvers

5.1 Probennahme

Die Probenahme muss nach ISO 8213 durchgeführt werden, es sei denn, eine in einer nationalen Norm festgelegte Methode oder eine Übereinkunft zwischen dem Analytiker und seinem Kunden hat Vorrang. Die Probenvorbereitung muss stets einheitlich erfolgen, sodass wiederholte Probenvorbereitungen an Proben aus derselben Materialcharge (die vor der Probenentnahme oder der Probenteilung sorgfältig durchgemischt wurde) zu sehr gut vergleichbaren Ergebnissen führen.

5.2 Größenbereich der Zusammenballungen und der Partikel

Das trockene Pulver wird auf einen Objektträger gestreut und unter Verwendung eines Lichtmikroskops bei 200-facher bzw. einer anderen geeigneten Vergrößerung geprüft. Ein Deckglas wird über das Pulver gelegt und leicht mit einem Spatel dagegen geklopft (man vermeide dabei, das Deckglas zu zerbrechen). Es wird beobachtet, wie einfach es möglich ist, die Zusammenballungen zu zerstören. Näherungsweise wird die Größe der Zusammenballungen festgestellt, die bei dieser Behandlung nicht zerbrochen sind. Ist die Mehrzahl der Partikeln kleiner als 1 µm, dann wird ein Transmissions- oder Scanning-Elektronenmikroskop zur Beobachtung und Charakterisierung der Partikeln benutzt.

5.3 Form und Oberflächenrauigkeit; ihre Änderungen mit der Partikelgröße

Es wird festgestellt, ob die Oberflächen der Primärpartikeln sphärisch oder kristallin, glatt oder rau, porös oder nicht porös sind. Es wird ermittelt, ob alle Partikelgrößen die gleiche Morphologie haben. Wenn die Partikeln sehr rau oder porös sind, ist die experimentelle Bestimmung der volumenspezifischen Oberfläche (in m²/kg) zu veranlassen. Ist der experimentell ermittelte Wert groß im Vergleich zu der Oberfläche, die für glatte Kugeln aus der Partikelgrößenverteilung berechnet wurde, dann kann für die Stabilisierung der Suspension eine wesentlich größere Menge an Dispergiermittel erforderlich werden als bei sphärischen, nicht porösen Partikeln mit ähnlicher Größenverteilung.

ANMERKUNG Die volumenspezifische Oberfläche berechnet sich aus

$$S_V = 6M_{-1,3} \text{ (ISO 9276-2, Gleichung (35))}$$

mit

$$M_{-1,3} = \sum_{i=1}^n q_{3,i} \ln \frac{x_i}{x_{i-1}} \text{ (ISO 9276-2, Gleichung (31)).}$$

6 Auswahl einer Flüssigkeit und Dispergiertest

6.1 Auswahl einer Flüssigkeit

Der Partikelgrößen-Analytiker muss zunächst die Flüssigkeiten auflisten, die üblicherweise zur Feststoff-dispergierung für die ausgewählte Methode der Partikelgrößenanalyse benutzt werden, und dann diejenigen von der Liste streichen, die den folgenden Kriterien nicht genügen:

- Bei Sedimentationsmethoden muss die Flüssigphase eine Dichte haben, die sich von der des Feststoffs so weit unterscheidet, dass die Methode angewendet werden kann.
- Bei Streulichtmethoden muss die Flüssigphase (bei der verwendeten Wellenlänge) eine Brechzahl haben, die sich von der des Feststoffs so weit unterscheidet, dass die Methode angewendet werden kann.
- Die Reaktivität der Flüssigphase mit dem Feststoff muss vernachlässigbar sein.
- Die Flüssigphase darf kein Quellen oder Schrumpfen der Partikeln von mehr als 5 % im Durchmesser verursachen.

- Die Lösbarkeit des Feststoffs in der Flüssigkeit muss weniger als 5 g Feststoff je Kilogramm Flüssigkeit betragen.

ANMERKUNG 1 Dies dient der Minimierung der Ostwald-Reifung, die zu Veränderungen in der Partikelgrößenverteilung während der Messdauer führen kann.

- Die Lösbarkeit des Feststoffs in der Flüssigkeit muss sich mit der Temperatur um weniger als 0,1 mg/l je Kelvin ändern, oder aber die Temperatur wird während der Präparation und der Durchführung der Analyse so weit konstant gehalten, dass eine Änderung von 0,5 mg/l nicht überschritten wird.

ANMERKUNG 2 Wenn die Partikelgrößenanalyse 10 mg Feststoff je Liter Flüssigkeit erfordert, dann bewirkt eine Temperaturerhöhung von 5 K (durch eine Ultraschallsonde oder durch die Wärme des Messinstruments) eine Auflösung von 1 mg oder 10 % des Pulvers.

6.2 Herstellung einer Testpaste

Zwei Tropfen (oder 0,1 g) der Flüssigkeit werden auf eine geätzte Glasplatte (mattiertes Glas) gegeben und mit einer annähernd gleich großen Pulvermenge vermischt. Dazu wird das Pulver auf die Flüssigkeitsoberfläche gestreut und durch kreisförmige Bewegungen eines 10 mm breiten Spatels unter leichtem Druck (etwa dem eines 1-kg-Wägestück entsprechend) eingerührt. Ziel ist es, alle Pulveroberflächen zu benetzen und alle Zusammenballungen in Primärpartikeln zu zerlegen. Die hohe Feststoffkonzentration führt zu sehr engen Partikelabständen, was die Kollisionen zwischen den Zusammenballungen und ihr Aufbrechen in Primärpartikeln begünstigt. Dieser Zustand unterstützt aber auch die Flockenbildung, außer wenn die Partikeln sich gegenseitig abstoßen.

6.3 Vorbereitung einer verdünnten Suspension

Eine verdünnte Suspension (etwa ein Feststoff-Massenanteil von 4 %) wird hergestellt, indem in die konzentrierte Paste ein paar Tropfen Flüssigkeit mit dem Spatel eingerührt werden und dies so lange wiederholt wird, bis etwa 50 Tropfen (2,5 g) Flüssigkeit zugesetzt sind. Diese Menge sollte ausreichend für eine Prüfung unter dem Mikroskop sein. Falls für andere Testmethoden größere Flüssigkeitsmengen zugegeben werden müssen, dann muss der Analytiker den Anweisungen in 7.2 folgen.

7 Prüfung der Dispergierung

7.1 Abschätzen des Under-grinding/Over-grinding

Die verdünnte Suspension wird mit einem Lichtmikroskop (für Partikel größer als 1 µm) oder einem Elektronenmikroskop (für Partikel kleiner als 1 µm) geprüft. Für das Lichtmikroskop ist eine 200-fache Vergrößerung zu verwenden und im Durchlicht zu arbeiten.

Es wird festgestellt, ob die ursprünglich in dem trockenen Pulver vorhandenen Zusammenballungen während der Herstellung der Paste und der verdünnten Suspension vollständig zerstört wurden. Wenn das nicht der Fall ist (Under-grinding), muss der Analytiker eine neue Suspension unter Anwendung von Ultraschall (siehe 9.2) herstellen und diese wie oben beschrieben beobachten. Wenn nötig, muss die zugeführte Energie so weit erhöht werden, bis eine Zerstörung aller Zusammenballungen, d. h. eine vollständige Dispergierung erreicht ist.

Andererseits ist festzustellen, welcher Anteil der Primärpartikeln während der Herstellung der Paste und der verdünnten Suspension zerbrochen wurde^{N2)}. Liegt dieser Anteil über 5 % (Over-grinding), so muss der Analytiker eine neue Suspension durch einfaches Einrühren des Feststoffs in die Flüssigkeit herstellen. Wenn erforderlich, muss er die Prozedur bei erhöhtem Energieeintrag so lange wiederholen, bis er eine vollständige Dispergierung, jedoch mit einem Bruchanteil der Primärpartikel von weniger als 5 % erreicht hat (siehe 9.2).

N2) Nationale Fußnote: Anzahlanteile.

Die Bedingungen, bei denen Under-grinding bzw. Over-grinding vermieden wird, sind zu notieren und bei der Herstellung von Suspensionen zu verwenden, die für die Bewertung einer optimalen Zerstörung der Zusammenballungen nach 7.2 benötigt werden.

7.2 Abschätzen der Stabilität

7.2.1 Einführung

Wenn die Suspensionsflüssigkeit eine Viskosität kleiner als $10 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ hat und die Partikeln gut dispergiert sind, zeigt sich eine scheinbar zufällige Bewegung sehr kleiner Partikeln innerhalb des Gesichtsfeldes des Mikroskops. An Partikeln im Bereich von $1 \mu\text{m}$ bis $5 \mu\text{m}$ kann man diesen Effekt am besten beobachten. Man beachte: Selbst wenn der Feststoff vorwiegend aus gröberen Partikeln besteht, so wird man im Bereich $1 \mu\text{m}$ bis $5 \mu\text{m}$ wahrscheinlich immer einige wenige Partikeln antreffen, welche anzeigen, ob die Suspension stabil ist oder nicht. Wenn die Partikeln kleiner als $1 \mu\text{m}$ sind, müssen einige andere Bewertungsmethoden angewendet werden, wie z. B. rheologische Messungen an einer Suspension mit einem Feststoff-Volumenanteil von 10 % bei Schergeschwindigkeiten zwischen $0,1 \text{ s}^{-1}$ und 100 s^{-1} . Dabei wird sichtbar, ob die gemessenen Fließkurven eine Hysterese (als Anzeichen von Strukturbildungs- und -zerfallsprozessen) ausbilden oder nicht (in welchem Fall die Suspension stabil ist).

Die verdünnte Suspension wird unter dem Lichtmikroskop betrachtet. Es wird festgestellt, was geschieht, wenn zwei Partikeln sehr nahe zusammenkommen, und die Beobachtungen werden bewertet. Die Stabilität ist gut, wenn sich die beiden Partikeln voneinander abstoßen, ohne dass sie in Kontakt kommen. Die Stabilität liegt im Grenzbereich, wenn die Partikeln nach der Kollision kurze Zeit aneinander haften, bevor sie sich wieder trennen. Die Stabilität ist schlecht, wenn die Partikeln nach der Kollision in Kontakt bleiben und eine permanente Flocke bilden. Ist die Stabilität gut, so ist keine weitere Zugabe eines Dispergiermittels erforderlich. Liegt die Stabilität im Grenzbereich oder ist sie schlecht, dann müssen entweder die Lösungsbedingungen (pH-Wert) verändert oder ein stabilisierendes Dispergiermittel zugegeben werden.

Weitere Methoden zur Bewertung der Suspension sind in Anhang A zusammengestellt. Falls die Mikroskopie und die anderen Verfahren nicht möglich sind, dann kann die Partikelgrößenanalyse selbst zur Beurteilung der Stabilität herangezogen werden. Liegt eine Serie von Analysen, die über einige Stunden hinweg angefertigt wurden, innerhalb der Reproduzierbarkeit des Gerätes^{N3)} (die mit einer stabilen Suspension ermittelt wurde), dann kann man die untersuchte Suspension ebenfalls als stabil betrachten.

7.2.2 Anmerkungen zur lichtoptischen Mikroskopie

Die lichtoptische Mikroskopie ist der einfachste und wirksamste Weg, den Grad der Desagglomeration und der Stabilität von Suspensionen zu charakterisieren, die Partikeln größer $1 \mu\text{m}$ enthalten. Es ist zu beachten, dass Partikeln mit einer Brechzahl nahe dem der Flüssigphase keinen hinreichenden Kontrast für eine Beobachtung unter dem Lichtmikroskop ergeben. Bei Feststoffkonzentrationen von einigen wenigen Prozent werden gut dispergierte Partikeln als separate Elemente wahrgenommen. Wenn man das Deckglas seitlich über die Oberfläche des Objektträgers zieht, lässt sich feststellen, ob die Partikeln sich als einzelne Individuen bewegen oder in einem festen Verband. Es ist ferner zu beobachten, ob Partikeln unter etwa $5 \mu\text{m}$ „Brownsche Bewegung“ zeigen, d. h. eine regellose Bewegung aufgrund des Ungleichgewichts der Partikelkollisionen mit den Molekülen der umgebenden Flüssigkeit ausführen.

Partikeln kleiner als die Grenze der optischen Auflösung ($0,3 \mu\text{m}$) erscheinen als Lichtpunkte, wenn sie im Dunkelfeld seitlich beleuchtet werden („Ultramikroskopie“). Obwohl die Größe des Lichtpunkts unbestimmt ist, kann die Größe der für den Lichtpunkt verantwortlichen Partikel aus seiner Brownschen Bewegung abgeschätzt werden: je intensiver sich der Lichtpunkt bewegt, umso kleiner ist das ihn erzeugende Partikel. Die Größe der kleinsten mit diesem Verfahren detektierbaren Partikeln hängt von ihrer Streulichtintensität ab. Partikeln aus Titandioxid oder Metall können mit diesem Verfahren bis zu einer Größe von etwa $0,02 \mu\text{m}$ noch beobachtet werden, für Öltröpfchen liegt die Grenze bei etwa $0,1 \mu\text{m}$.

^{N3)} Nationale Fußnote: Die Reproduzierbarkeit ist die Standardabweichung einer nicht genannten Anzahl von Messungen der gleichen Probe z. B. nach verschiedener Zeit (NIST Special Publication 960-1).