

DIN ISO 22412

ICS 19.120

**Partikelgrößenanalyse –
Dynamische Lichtstreuung (DLS) (ISO 22412:2017)**

Particle size analysis –
Dynamic light scattering (DLS) (ISO 22412:2017)

Analyse granulométrique –
Dispersion lumineuse dynamique (DLD) (ISO 22412:2017)

Gesamtumfang 42 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort.....	4
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich.....	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Symbole und Einheiten.....	9
5 Kurzbeschreibung	10
6 Gerät.....	11
7 Prüfprobenvorbereitung.....	13
7.1 Allgemeines	13
7.2 Konzentrationsgrenzen.....	13
7.3 Prüfungen für die Eignung der Konzentration	14
8 Durchführung der Messung.....	15
9 Auswertung der Ergebnisse.....	17
9.1 Allgemeines	17
9.2 Korrelationsanalyse	17
9.2.1 Kumulanten-Verfahren	17
9.2.2 Verteilungsberechnungsalgorithmen	18
9.3 Frequenzanalyse.....	19
10 Systemqualifikation und Qualitätskontrolle.....	20
10.1 Systemqualifikation.....	20
10.2 Qualitätskontrolle der gemessenen Ergebnisse	21
10.3 Verfahrenspräzision und Messunsicherheit	21
11 Prüfbericht.....	22
Anhang A (informativ) Theoretischer Hintergrund	24
A.1 Korrelationsfunktionsanalyse.....	24
A.1.1 Autokorrelation und Kreuzkorrelation	24
A.1.2 Kumulantenanalyse.....	28
A.2 Frequenzanalyse.....	29
Anhang B (informativ) Leitfaden zu potentiellen Messungs-Artefakten und Möglichkeiten, ihren Einfluss zu minimieren.....	32
B.1 Allgemeines	32
B.2 Messungen von Suspensionen mit hoher Konzentration	32
B.2.1 Allgemeines	32
B.2.2 Mehrfachstreuung.....	32
B.2.3 Wechselwirkungen zwischen Partikeln	33
B.2.4 Begrenzte Diffusion	34
B.3 Sedimentation.....	34
B.4 Schwankungen in der Anzahl.....	34
B.5 Große Partikel/Staub.....	35
B.6 Verschiedene Diffusionsmethoden.....	35
B.7 Fluoreszenz.....	35

Anhang C (informativ) Online-Messungen.....	36
Anhang D (informativ) Empfehlungen für die Probenvorbereitung.....	37
D.1 Allgemeines	37
D.2 Filtration.....	37
D.2.1 Wasser	37
D.2.2 Organische Medien	38
D.3 Aufbereitung	38
D.3.1 Wasser	38
D.3.2 Organische Medien	38
D.4 Küvettenreinigung.....	38
D.4.1 Allgemeines	38
D.4.2 Reinigungsmittel und Wasser.....	38
D.4.3 Säure	39
D.5 Lösungs-/Suspensions-Vorbereitung	39
D.6 Vorbereitung einer Latexsuspension.....	40
Literaturhinweise.....	41
 Bilder	
Bild 1 — Typische optische Anordnung für DLS	11
Bild A.1 — Autokorrelationsfunktion (normalisiert)	24
Bild A.2 — Leistungsspektrum für verschiedene Partikelgrößen im heterodynem Modus.....	30
Bild A.3 — Leistungsspektrum logarithmischer Koordinaten	31
Bild B.1 — Auswirkung des Verhältnisses der mittleren Inter-Partikel-Distanz und des inversen Streuvektor-Betrags auf Diffusion	33

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 22412:2017 „Particle size analysis — Dynamic light scattering (DLS)“, die vom Technischen Komitee ISO/TC 24 „Particle characterization including sieving“, Unterkomitee SC 4 „Particle characterization“, dessen Sekretariat von JISC (Japan) gehalten wird, erarbeitet wurde.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 005-11-42 AA „Partikelmess-technik (SpA zu ISO/TC 24/SC 4)“ im DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau).

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 9276-1	siehe DIN ISO 9276-1
ISO 9276-2	siehe DIN ISO 9276-2
ISO/IEC 17025	siehe DIN EN ISO/IEC 17025

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 9276-1, *Darstellung der Ergebnisse von Partikelgrößenanalysen — Teil 1: Grafische Darstellung*

DIN ISO 9276-2, *Darstellung der Ergebnisse von Partikelgrößenanalysen — Teil 2: Berechnung von mittleren Partikelgrößen/-durchmessern und Momenten aus Partikelgrößenverteilungen*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 24, *Particle characterization including sieving*, Unterkomitee SC 4, *Particle characterization* erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe von ISO 22412 ersetzt ISO 22412:2008 und ISO 13321:1996.

Einleitung

Die Partikelgrößenanalyse im Submikrometerbereich wird routinemäßig mit dem Verfahren der Dynamischen Lichtstreuung (DLS) durchgeführt, das die hydrodynamische Beweglichkeit der Partikel untersucht. Der Erfolg dieser Technik liegt vor allem darin, dass sie innerhalb weniger Minuten Schätzungen der mittleren Partikelgröße und der Größenverteilung liefert und dass benutzerfreundliche Geräte auf dem Markt verfügbar sind. Der korrekte Einsatz der Instrumente sowie die Interpretation der Ergebnisse erfordern jedoch bestimmte Vorkehrungen.

Für DLS wurden mehrere Verfahren entwickelt. Diese Verfahren können auf verschiedene Art und Weise klassifiziert werden:

- a) anhand des Unterschieds in der Datenerfassung (Autokorrelation, Kreuzkorrelation und Frequenzanalyse);
- b) anhand des Unterschieds der optischen Aufbauten (homodyner versus heterodyner Modus);
- c) anhand des Beobachtungswinkels.

Außerdem verwenden die Geräte unterschiedliche Laserquellen und ermöglichen oft die Anwendung verschiedener Datenanalyse-Algorithmen (z. B. Kumulantenanalyse, NNLS, CONTIN usw.).

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt die Anwendung der dynamischen Lichtstreuung (DLS) zur Messung der mittleren hydrodynamischen Partikelgröße und zur Messung der Größenverteilung von überwiegend submikrometergroßen Partikeln, Emulsionen oder feinen Bläschen, die in Flüssigkeiten dispergiert sind, fest. DLS wird auch als „quasielastische Lichtstreuung (QELS)“ und „Photonenkorrelationsspektroskopie (PCS)“ bezeichnet, obwohl PCS eigentlich eine der Messtechniken ist.

Dieses Dokument ist für die Messung eines großen Spektrums von verdünnten und konzentrierten Suspensionen anwendbar. Das Prinzip der dynamischen Lichtstreuung ist für eine konzentrierte Suspension dasselbe wie für eine verdünnte Suspension. Allerdings stellen konzentrierte Suspensionen besondere Anforderungen an den Aufbau der Geräte und die Spezifikation der Prüfprobenvorbereitung. Bei hohen Konzentrationen können Wechselwirkungen zwischen Partikeln und Mehrfachlichtstreuung vorherrschend werden und zu scheinbaren Partikelgrößen führen, die zwischen konzentrierten und verdünnten Suspensionen unterschiedlich sind.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 9276-1, *Representation of results of particle size analysis — Part 1: Graphical representation*

ISO 9276-2, *Representation of results of particle size analysis — Part 2: Calculation of average particle sizes/diameters and moments from particle size distributions*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>

— ISO Online Browsing Platform: unter <http://www.iso.org/obp>

3.1

Partikel

winziges Stück einer Substanz mit definierten physikalischen Grenzen

Anmerkung 1 zum Begriff: Eine physikalische Grenze kann auch als Schnittstelle beschrieben werden.

Anmerkung 2 zum Begriff: Ein Partikel kann sich als Einheit bewegen.

[QUELLE: ISO 26824:2013, 1.1, modifiziert]

3.2

mittlerer hydrodynamischer Durchmesser

$\bar{x}_{DLS}$

hydrodynamischer Durchmesser, der dem zentralen Wert der zugrundeliegenden Partikelgrößenverteilung entspricht

Anmerkung 1 zum Begriff: Der mittlere Partikeldurchmesser wird entweder direkt ohne Berechnung der Partikelgrößenverteilung festgelegt oder aus der errechneten intensitäts-, volumen- oder anzahlgewichteten Partikelgrößenverteilung oder aus ihrer angepassten (transformierten) Dichtefunktion berechnet. Die genaue Beschaffenheit des mittleren Partikeldurchmessers hängt vom Auswertungsalgorithmus ab.

Anmerkung 2 zum Begriff: Das Verfahren der Kumulanten liefert einen streulichtintensitätsgewichteten, harmonischen, mittleren Partikeldurchmesser, der manchmal als „Z-Average Diameter“ bezeichnet wird.

Anmerkung 3 zum Begriff: Arithmetische, geometrische und harmonische Mittelwerte können nach ISO 9276-2 aus der Partikelgrößenverteilung berechnet werden.

Anmerkung 4 zum Begriff: Mittelwerte, die aus den Dichtefunktionen (lineare Abszisse) und transformierten Dichtefunktionen (logarithmische Abszisse) berechnet werden, können sich signifikant unterscheiden (ISO 9276-1).

Anmerkung 5 zum Begriff: $\bar{x}_{DLS}$ hängt auch von der Partikelform und dem Streuvektor ab (und somit vom Beobachtungswinkel, der Laserwellenlänge und dem Brechungsindex des Suspensionsmediums).

3.3

Polydispersitätsindex

PI

dimensionsloses Maß für die Breite der Größenverteilung

Anmerkung 1 zum Begriff: Der PI hat üblicherweise Werte von unter 0,07 für eine monodisperse Prüfprobe eines kugelförmigen Partikels.

3.4

Streuolumen

Volumen, das durch die Schnittmenge des einfallenden Laserstrahls mit dem vom Detektor empfangenen Streulicht bestimmt wird

3.5

Streuintensität

Intensität des Lichts, das von den Partikeln im Streuvolumen gestreut wird

3.6

Zählrate

Photostrom

I_s

Anzahl der Photonen-Impulse je Zeiteinheit

Anmerkung 1 zum Begriff: Es ist auch ein Photodetektorstrom, der proportional zur Streuintensität ist, wie sie von einem Detektor gemessen wird.

3.7

Validierung

Nachweis mit Referenzmaterial, dass ein Messverfahren für alle Elemente seines Anwendungsbereichs akzeptabel ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Bewertung der Richtigkeit erfordert zertifiziertes Referenzmaterial.

3.8**Referenzmaterial****RM**

Material, das ausreichend homogen und bezüglich einer oder mehrerer festgelegter Eigenschaften stabil ist, und bei dem festgelegt wurde, dass es für seinen bestimmungsgemäßen Gebrauch in einem Messprozess geeignet ist

[QUELLE: ISO Guide 30:2015, 2.1.1, modifiziert]

3.9**zertifiziertes Referenzmaterial****ZRM**

Referenzmaterial, charakterisiert durch ein metrologisch gültiges Verfahren für eine oder mehrere festgelegte Eigenschaften, versehen mit einem Zertifikat, das den Wert für die festgelegte Eigenschaft, die zugeordnete Unsicherheit und eine Aussage zur metrologischen Rückverfolgbarkeit angibt

[QUELLE: ISO Guide 30:2015, 2.1.2, modifiziert]

3.10**Qualifikation**

Nachweis mit Referenzmaterial, dass ein Gerät in Übereinstimmung mit seiner Spezifikation arbeitet

4 Symbole und Einheiten

$C(f)$	normalisierte Verteilungsfunktion von Abklingraten oder charakteristischen Frequenzen	dimensionslos	
D_T	translatorischer Diffusionskoeffizient	Quadratmeter je Sekunde	m^2/s
D_c	kollektiver Diffusionskoeffizient	Quadratmeter je Sekunde	m^2/s
D_s	Selbst-Diffusionskoeffizient	Quadratmeter je Sekunde	m^2/s
f	Frequenz, $f = \omega / (2 \pi)$	Hertz	Hz
$g^{(1)}(\tau)$	normalisierte Korrelationsfunktion des elektrischen Felds	dimensionslos	
$G^{(2)}(\tau)$	Korrelationsfunktion der Streuintensität	beliebige Einheiten	
$G(\Gamma_j)$	normalisierte Verteilungsfunktion der individuellen Abklingrate Γ_j	beliebige Einheiten	
I_s	Streuintensität, Zählrate, Photostrom	beliebige Einheiten	
I_0	Intensität des einfallenden Lichts	beliebige Einheiten	
M	Anzahl der Stufen im Histogramm	dimensionslos	
n	Brechungsindex des Suspensionsmediums	dimensionslos	
$P(\omega)$	Leistungsspektrum	beliebige Einheiten	
PI	Polydispersitätsindex	dimensionslos	
$\Delta Q_{\text{int},i}$	nach der Intensität des Streulichts gewichtete Anzahl der Partikel im Größenanteil i , d. h. $x_{i-1} < x \leq x_i$	dimensionslos	
x	in diesem Dokument: hydrodynamischer Durchmesser eines Partikels	Nanometer	nm

$\bar{x}_{DLS}$	mittlerer hydrodynamischer Durchmesser	Nanometer	nm
$\bar{\Gamma}$	nach der Intensität des Streulichts gewichteter mittlerer Wert der Verteilungsfunktion der Abklingrate oder der charakteristischen Frequenz	reziproke Sekunden	s ⁻¹
Γ_{max}	maximale Abklingrate (Histogramm-Verfahren)	reziproke Sekunden	s ⁻¹
Γ_{min}	minimale Abklingrate (Histogramm-Verfahren)	reziproke Sekunden	s ⁻¹
η	Viskosität des Suspensionsmediums	Millipascalsekunden	mPa·s
θ	Streuwinkel	Grad	°
λ_0	Wellenlänge des Laserlichts im Vakuum	Nanometer	nm
μ_2	zweiter Kumulant der Verteilungsfunktion von Abklingraten oder charakteristischen Frequenzen	reziproke Quadratsekunden	s ⁻²
ρ	Partikeldichte	Gramm je Kubikzentimeter	g/cm ³
τ	Korrelationszeit	Sekunden	s
q	Betrag des Streuvektors	reziproke Nanometer	nm ⁻¹
φ	Partikelvolumenanteil	dimensionslos	
ω	Winkelfrequenz	Radiant je Sekunde	rad/s

5 Kurzbeschreibung

Als Ergebnis der Wechselwirkung mit den Molekülen der Suspensionsflüssigkeit befinden sich Partikel, die in einer Flüssigkeit suspendiert sind, in einer konstanten Brownschen Bewegung. Nach der Stokes-Einstein-Gleichung der Brownschen Bewegung [1] wird die Partikelbewegung von glatten Kugeln bei einer sehr geringen Konzentration durch die Viskosität und Temperatur der Suspensionsflüssigkeit sowie die Partikelgröße bestimmt. Somit kann die Partikelgröße durch die Messung der Partikelbewegung in einer Flüssigkeit, deren Temperatur und Viskosität bekannt sind, bestimmt werden.

Das DLS-Verfahren [2][3][4][5][6] untersucht die Partikelbewegung optisch. Die suspendierten Partikel werden mit einer kohärenten monochromatischen Lichtquelle angestrahlt. Das Streulicht von den sich bewegenden, suspendierten Partikeln hat eine von der zeitabhängigen Position hervorgerufene zeitabhängige Phase. Die zeitabhängige Phase des Streulichts kann entweder als zeitabhängige Phasenverschiebung oder als Spektralfrequenzverschiebung der zentralen Frequenz der Lichtquelle angesehen werden. Eine über die Zeit gemessene, zufällige Partikelbewegung bildet eine Verteilung der optischen Phasenverschiebungen oder der Spektralfrequenzverschiebungen. Diese Verschiebungen werden durch Vergleich bestimmt, entweder mit dem gesamten Streulicht (homodyne oder self-beating Methode) oder durch Verwendung eines Teils des einfallenden Lichts als Referenz (heterodyne Methode). Unabhängig vom Aufbau hängen die von den Partikeln empfangenen optischen Signale von der Streueffizienz der Partikel ab und werden somit nach Intensität gewichtet gestreut.

Die Sedimentation der Partikel legt in Abhängigkeit von ihrer Dichte eine Obergrenze für die Partikelgröße fest, die durch die Technik untersucht werden kann, üblicherweise ist die Obergrenze deutlich kleiner als 10 µm.

DLS wurde für statische Suspensionen entwickelt. Wenn orthogonale Achsen für den Durchfluss und die Beobachtung verwendet werden, dürfen fließende Proben unter Umständen gemessen werden, wenn das Verfahren ordnungsgemäß validiert wurde (siehe Anhang C).

Unterschiedliche Arten der Diffusion, der Partikel-Wechselwirkung, der Mehrfachstreuung und Fluoreszenz können den sichtbaren Partikel-Durchmesser, der mit dem DLS-Experiment berechnet wurde, signifikant beeinflussen. Anhang B sollte hierzu beachtet werden.

6 Gerät

Ein typisches Gerät besteht aus den folgenden Bestandteilen:

6.1 Laser, emittiert kohärentes, monochromatisches Licht, das mit seiner elektrischen Feldkomponente senkrecht zu der von den einfallenden, detektierten Strahlen erzeugten Fläche polarisiert wird (vertikale Polarisation). Es dürfen alle Arten von Lasern verwendet werden, z. B. Gaslaser (Helium-Neon-Laser, Argon-Ionen-Laser), Festkörperlaser, diodengepumpte Festkörperlaser (DPSS, en: diode-pumped solid-state laser) und Laserdioden.

6.2 Optiken, Linsen und Einrichtungen, die verwendet werden, um das einfallende Laserlicht auf ein Streuvolumen zu fokussieren und Streulicht nachzuweisen. Es werden häufig Lichtleitfasern als Teil des Nachweissystems und als lichtliefernde Optik verwendet.

Die Verwendung einer kohärenten optischen Referenz ermöglicht es, die Interferenz zwischen dem Streulicht und der Referenz zu verwenden, um die Frequenzverschiebung des Streulichts zu messen. Häufig werden zwei Referenzierungsverfahren verwendet, die in Bild 1 a) und Bild 1 b) dargestellt werden.

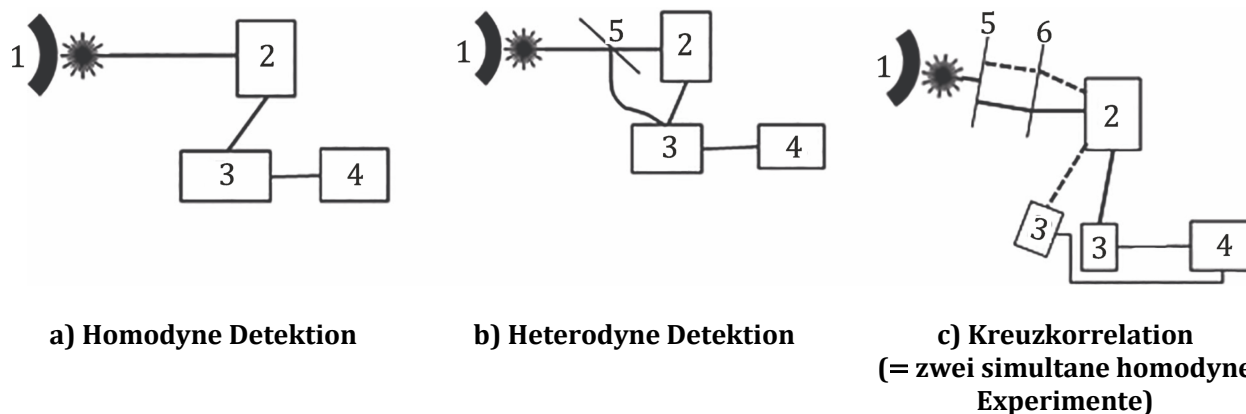


Bild 1 — Typische optische Anordnung für DLS

- Bei einer homodynen Detektion (auch als „Self-beating-Methode“ bezeichnet) [Bild 1 a)] erhält man durch die Vermengung des gesamten erfassten Streulichts am optischen Detektor die Referenz für die Frequenz- oder Phasendifferenz-Messung.
- Bei einer heterodynen Detektion [Bild 1 b)] wird das Streulicht mit einem Teil des einfallenden Lichts vermischt. Das einfallende Licht, das nicht verschoben wird, dient als Referenz für die Frequenz- oder Phasendifferenz-Messung.

ANMERKUNG Bei DLS bedeutet „heterodyn“ eine Vermischung des Streulichts mit Nicht-Streulicht derselben Quelle. Diese Konvention unterscheidet sich z. B. von der Verwendung in der optischen Interferometrie.

- Bei einem Kreuzkorrelationsaufbau [Bild 1 c)] werden zwei homodyne Streumessungen simultan so durchgeführt, dass die beiden Streuvektoren und Streuvolumen gleich sind, aber die dazugehörigen Wellenvektoren nicht übereinstimmen. Diese beiden Laserstrahlen erzeugen zwei korrelierte Fluktuationsmuster. Die Korrelation ist nicht perfekt, da auf der einen Seite beide Detektoren Licht vom anderen Streuexperiment erfassen und auf der anderen Seite Mehrfachstreulicht des ankommenden Laserstrahls komplett unkorreliert ist. Die beiden Einflüsse des Mehrfachstreulichts auf das Detektorsignal tragen allerdings nicht zum zeitabhängigen Signal bei, sondern zu einem erhöhten Hintergrund.

6.3 Prüfprobenhalter, der es ermöglicht, die Fluktuation der Probentemperatur innerhalb von $\pm 0,3$ °C zu kontrollieren. Auch wenn eine genaue Kenntnis der Probentemperatur zur Evaluierung erforderlich ist, ist es nicht nötig, die Temperatur auf einen bestimmten Wert einzustellen.

6.4 Photodetektor, mit einer Ausgabe, die proportional zur Intensität des erfassten Streulichts ist. Üblicherweise wird eine Fotomultipliierröhre oder eine (Avalanche-)Fotodiode verwendet. Die Detektoren können in jedem beliebigen Winkel aufgestellt werden. Die Datenerfassung kann linear oder logarithmisch erfolgen.

6.5 Signalverarbeitungseinheit, die in der Lage ist, das Intensitätssignal des zeitabhängigen Streulichts aufzunehmen und die Autokorrelationsfunktion, die Kreuzkorrelationsfunktion oder das Leistungsspektrum des Eingangssignals auszugeben. Diese Korrelation kann über Hardware- und/oder Software-Korrelatoren erfolgen, die linear, logarithmisch oder mit einem Mix aus beidem arbeiten.

Die Ausgabe, die sich aus den beiden Methoden ergibt, enthält eine Verteilung von charakteristischen Frequenzen oder zeitabhängigen Phasen, die repräsentativ für die Partikelgröße der suspendierten Partikel ist. Zur Photodetektion gehört eine Wahrscheinlichkeitsverteilung der Photonenankunftszeiten, was bedeutet, dass ein schwankendes Signal erhalten wird, auch wenn die Intensität des einfallenden Lichts konstant ist. Die Intensität der ankommenden Photonen zu verschiedenen Zeitintervallen überlagert dieses bereits schwankende Signal. Bei der Korrelationsanalyse ist das nicht-korrelierte Signal konstant, während das Signal, das zu den lichtstreuenden Partikeln gehört, exponentiell abklingt. Bei der Spektrumanalyse ist das nicht-korrelierte Signal ähnlich einem DC- oder Nullfrequenz-Ausdruck, der nicht aufgezeichnet wird. Die zeitabhängige Komponente wird analysiert, um die Partikelgrößenverteilung mithilfe der DLS-Theorie zu bestimmen.

6.6 Rechner, der in der Lage ist, Signale zu verarbeiten, um die Partikelgröße und/oder Partikelgrößenverteilung zu erhalten. Einige Rechner übernehmen auch die Aufgabe der Signalverarbeitungseinheit.

- Durch die Auswertung über die Autokorrelationsfunktion kann ein mittlerer Durchmesser ohne Bestimmung der Partikelgrößenverteilung bestimmt werden, die Bestimmung der Verteilung ist aber auch möglich.
- Die Auswertung über die Frequenzverteilung bestimmt die Partikelgrößenverteilung unter Verwendung des Leistungsspektrums des Signals.
- Durch die Auswertung über die Photonen-Kreuzkorrelation können die Effekte von der Mehrfachstreuung quantifiziert/minimiert werden und so der nützliche Konzentrationsbereich auf höhere Konzentrationen vergrößert werden (allerdings kann der Effekt der Wechselwirkung zwischen den Partikeln nicht beseitigt werden). Der Nachteil dieses Verfahrens ist, dass es einen komplexeren optischen Aufbau benötigt.

6.7 Gerätestandort, in einer sauberen Umgebung, frei von starkem Elektroräuschen und mechanischer Vibration und nicht direktem Sonnenlicht ausgesetzt. Wenn organische Flüssigkeiten als Suspensionsmedium verwendet werden, müssen die lokalen Gesundheits- und Sicherheitsanforderungen beachtet und der Raum gut belüftet werden. Das Gerät muss auf einem feststehenden Tisch oder Arbeitsbank platziert werden, damit das optische System nicht wiederholt neu ausgerichtet werden muss.

WARNUNG — DLS-Geräte sind mit einem Laser niedriger oder mittlerer Leistung ausgestattet, dessen Strahlung dauerhafte Augenschädigungen verursachen kann. Es darf nie direkt in den Laserstrahl oder seine Reflexionen geblickt werden. Es muss sichergestellt werden, dass der eingeschaltete Laserstrahl auf seinem Weg nicht auf hochgradig reflektierende Oberflächen trifft. Lokale Sicherheitsvorschriften zum Umgang mit Laserstrahlen sind zu beachten.

7 Prüfprobenvorbereitung

7.1 Allgemeines

Die Prüfproben sollten aus gut dispergierten Partikeln in einem flüssigen Medium bestehen. Dispergierverfahren wie Ultraschallbehandlung, Filtration usw. können das Ergebnis beeinflussen und müssen deswegen angegeben werden. Die Suspensionsflüssigkeit muss

- a) bei der Laserwellenlänge ausreichend transparent (nicht absorbierend) und nicht fluoreszierend sein,
- b) frei von partikelförmiger Kontamination sein,
- c) das Partikelmaterial nicht auflösen, aufquellen oder koagulieren lassen,
- d) einen bekannten Brechungsindex haben, der von dem des Partikelmaterials ausreichend abweicht,
- e) einen bekannten Viskositätswert innerhalb von $\pm 2\%$ über dem zu verwendenden Betriebstemperaturbereich haben, und

ANMERKUNG Da $\bar{x}_{DLS}$ direkt proportional zu η ist, wird die Unsicherheit von $\bar{x}_{DLS}$ immer größer sein als die Unsicherheit von η .

- f) den Anleitungen des Geräts für die niedrige Hintergrundstreuung entsprechen.

(Dies kann durch Messung der Zählrate für das Suspensionsmedium allein und die Dunkelzählung ohne vorhandene Probe oder Lösemittel geprüft werden. Ersteres sollte mindestens eine Größenordnung unter der Probe liegen, und letzteres sollte innerhalb des empfohlenen Bereichs für das Gerät liegen.)

Eine unzureichende Kompression der Doppelschicht kann einen signifikanten Einfluss auf den hydrodynamischen Durchmesser haben. Ein Medium mit ausreichend großer Ionenstärke, um die elektrische oder diffuse Doppelschicht zu komprimieren, kann die Übereinstimmung der Ergebnisse aus dem DLS und dem Elektronenmikroskop verbessern. Eine Leitfähigkeit von 1 mS/cm reicht üblicherweise aus, um dies für den hydrodynamischen Durchmesser und dem durch Mikroskop-Technik erhaltenen zu erreichen, insbesondere bei kleinen Partikeln.

Wasser wird häufig als Suspensionsmedium verwendet. Es wird die Verwendung von frisch deionisiertem und gefiltertem Wasser (Porengröße 0,2 μm) empfohlen. Eine geringe Menge ionischen Additivs (z. B. NaCl mit einer Konzentration von 10 mmol/l = 0,6 g/l) darf solchen Proben hinzugefügt werden, um die Dicke der Doppelschicht zu reduzieren. Allerdings müssen Vorsichtsmaßnahmen getroffen werden, damit eine solche Anpassung der Ionenstärke die Probe nicht instabil macht oder das Additiv mit der Probe reagiert (z. B. Chlor- mit Silber-Ionen).

7.2 Konzentrationsgrenzen

Die untere Konzentrationsgrenze des Arbeitsbereichs des DLS wird, neben anderen Faktoren wie der Partikelgröße, der Detektorsensibilität usw. durch die Anzahl der Partikel bestimmt, die im Streuvolumen vorhanden sind.