

DIN EN 17289-3

ICS 13.040.30

Einsprüche bis 2019-04-01

Entwurf

**Charakterisierung von Schüttgütern –
Bestimmung einer größengewichteten Feinfraktion und des Anteils an
kristallinem Quarz –
Teil 3: Sedimentationsverfahren;
Deutsche und Englische Fassung prEN 17289-3:2019**

Characterization of bulk materials –
Determination of a sizeweighted fine fraction and crystalline silica content –
Part 3: Sedimentation method;
German and English version prEN 17289-3:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-02-01 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nasg@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Sicherheitstechnische Grundsätze (NASG), 10772 Berlin, Saatwinkler Damm 42/43, 13627 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 75 Seiten

DIN-Normenausschuss Sicherheitstechnische Grundsätze (NASG)
DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17289-3:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 137 „Bewertung der chemischen und biologischen Stoffbelastung am Arbeitsplatz“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NA 095-03-01-01 AK „Staub“ im DIN-Normenausschuss Sicherheitstechnische Grundsätze (NASG) verantwortlich.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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

ISO 11277 siehe DIN ISO 11277

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 11277, *Bodenbeschaffenheit — Bestimmung der Partikelgrößenverteilung in Mineralböden — Verfahren mittels Siebung und Sedimentation*

Charakterisierung von Schüttgütern — Bestimmung einer größengewichteten Feinfraktion und des Anteils an kristallinem Quarz — Teil 3: Sedimentationsverfahren

*Characterization of bulk materials — Determination of a sizeweighted fine fraction and crystalline silica content —
Part 3: Sedimentation method*

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9p

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Symbole und Abkürzungen	8
5 Annahmen	8
6 Bestimmung der SWFF und der SWFF _{CS} durch Sedimentation	9
6.1 Bestimmung der Sedimentationsdauer	9
6.2 Auswahl der Sedimentationsflüssigkeit	10
6.3 Probenvorbereitung, Sedimentation und Bestimmung der SWFF	11
6.4 Verwendung eines Dispergier- oder Entflockungsmittels	12
6.5 Bestimmung der SWFF und SWFF _{CS} von Phasengemischen mit unterschiedlichen Dichten	13
6.6 SWFF von Gemischen	13
6.7 SWFF _{CS} von Gemischen homogener Partikel	13
6.8 SWFF _{CS} von Gemischen heterogener Partikel	13
Anhang A (informativ) Separation der SWFF durch Sedimentation	15
A.1 Ableitung für die Berechnung der Sedimentationsparameter	15
A.1.1 Allgemeines	15
A.1.2 Integral von $R(D)$	16
A.1.3 Integral von $S(D)$	16
A.2 Berechnung der SWFF nach der Sedimentation	18
Anhang B (informativ) Bestimmung und Isolierung der größengewichteten Feinfraktion (SWFF) von Kaolinen und kaolinitischen Tonen durch Sedimentation	20
B.1 Allgemeines	20
B.2 Bereich der Anwendung	20
B.3 Ausrüstung und Verbrauchsmaterialien	20
B.4 Verfahren	21
B.4.1 Schritt 1	21
B.4.2 Schritt 2	21
B.4.3 Schritt 3	21
B.4.4 Schritt 4	22
B.4.5 Schritt 5	22
B.4.6 Schritt 6	22
B.4.7 Schritt 7	22
B.4.8 Schritt 8	23
B.5 Bilder	23
Anhang C (informativ) Andere Mineralien, die ähnlich wie Kaolin/kaolinitische Tone zur SWFF- und SWFF _{CS} -Bestimmung behandelt werden können	26
C.1 Allgemeines	26
C.2 Andalusit	26

C.2.1	Allgemeines	26
C.2.2	Sedimentationsverfahren.....	26
C.3	Glimmer	27
C.4	Vermiculit.....	27
C.5	Talk.....	28
C.5.1	Allgemeines	28
C.5.2	Tensid-/Dispergiermittel-Zubereitung.....	28
C.5.3	Sedimentationsverfahren.....	28
Anhang D (informativ) Bestimmung der größengewichteten Feinfraktion (SWFF) und SWFF_{CS}		
	von Diatomeenerde (DE) durch Sedimentation.....	29
D.1	Allgemeines	29
D.2	Kategorien von Diatomeenerde.....	29
D.3	Ausrüstung und Verbrauchsmaterialien	29
D.4	Verfahren.....	29
D.4.1	Bestimmung der Skelettdichte	29
D.4.2	Bestimmung des Porenvolumens und der intrapartikulären Porosität.....	30
D.4.3	Berechnung der effektiven Dichte	30
D.5	Bestimmung der SWFF durch Sedimentation	30
D.5.1	Vorbereiten der Probe.....	30
D.5.2	Bestimmung der Sedimentationsdauer	30
D.6	Bestimmung der SWFF _{CS}	31
D.7	Beispiel.....	31
Anhang E (informativ) Bestimmung der größengewichteten Feinfraktion (SWFF) von Feldspat		
	durch Sedimentation.....	32
E.1	Allgemeines	32
E.2	Bereich der Anwendung.....	32
E.3	Verbrauchsmaterialien	32
E.4	Verfahren.....	32
E.4.1	Allgemeines	32
E.4.2	Schritt 1	33
E.4.3	Schritt 2	33
E.4.4	Schritt 3	33
E.4.5	Schritt 4	34
E.4.6	Schritt 5	34
E.4.7	Schritt 6	34
	Literaturhinweise.....	36

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 17289-3:2019) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 137 „Bewertung der chemischen und biologischen Stoffbelastung am Arbeitsplatz“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Einleitung

In der Industrie für Industriemineralien wurde ein Verfahren zur Bestimmung der „größengewichteten relevanten Feinfraktion“ im Schüttgut entwickelt. Dieses Verfahren liefert den Anwendern die notwendigen Informationen und erlaubt ihnen, Schüttgüter durch Messung der Feinfraktion zu vergleichen, damit sie die sichersten Materialien auswählen können. Es wurde in der Industrie und von Instituten bisher unter dem Akronym SWeRF eingesetzt. EN 17289 (alle Teile) basiert auf diesem industriellen Verfahren und beschreibt die Analyseverfahren zur Bestimmung des Unterschieds zwischen Materialien mit grobem Quarz und feinem Quarz, z. B. Sand im Vergleich zu Mehl.

Da weitere Aktivitäten mit dem Material (absichtlich oder auf andere Art) die Partikelgrößenverteilung ändern können, kann sich auch die größengewichtete Feinfraktion ändern. Daher wird mit dem Verfahren (bezüglich Gewichts-Prozenten im Schüttgut) beides berichtet, der Gesamt-CS und die geschätzte größengewichtete Feinfraktion des CS.

Konventionen wie in EN 481 beschrieben können als Eingabe für dieses Dokument verwendet werden. Die Ergebnisse dieses Dokuments beziehen sich jedoch nicht auf die alveolengängige Fraktion und können nicht für Messungen der Arbeitsplatzbelastung verwendet werden.

In EN 17289 (alle Teile) werden zwei Vorgehensweisen beschrieben, mit denen die größengewichtete Feinfraktion (SWFF) in Schüttgütern abgeschätzt werden kann. Beschrieben wird auch, wie die SWFF nach der Separation weiter analysiert werden kann, um den Gehalt an kristallinem Quarz (SWFF_{CS}) zu messen. Das Verfahren kann für den Vergleich der Feinfraktionen in verschiedenen Schüttgutproben verwendet werden. In EN 17289 (alle Teile) wird der Begriff Feinfraktion verwendet, um anzugeben, dass keine luftgetragenen Partikel analysiert werden, sondern der Anteil der Partikel in einem Schüttgut bewertet wird, die aufgrund von deren Partikelgröße ein Potenzial haben, alveolengängig zu sein, wenn sie in die Luft gelangen sollten.

Nach EN 17289 (alle Teile) ist es auch erlaubt, die größengewichtete Feinfraktion von kristallinem Quarz (SWFF_{CS}) in Schüttgütern als Massenanteil in Prozent zu bewerten, wenn die separierte Fraktion anschließend mit einem geeigneten Verfahren analysiert wird.

Bei einem Vergleich ähnlicher Schüttgüter, bei denen die Partikelgrößenverteilung die einzige Variable ist, kann die SWFF nützliche Informationen für die Materialauswahl liefern. Beispielsweise kann, von allen anderen Faktoren abgesehen, ein Schüttgut mit einem niedrigeren SWFF-Wert ein geringeres Risiko hinsichtlich einer möglichen Exposition im Beruf darstellen. Für die tatsächliche Exposition am Arbeitsplatz spielt die Handhabung usw. des Materials eine wesentliche Rolle.

Die Konzentrationen von alveolengängigem Staub oder alveolengängigem kristallinem Quarz (en: respirable crystalline silica, RCS) in der Luft am Arbeitsplatz, die von der Verarbeitung und Handhabung von Schüttgütern herrühren, hängen von vielen verschiedenen Faktoren ab und können nicht anhand von SWFF- oder SWFF_{CS}-Werten abgeschätzt werden. SWFF- und SWFF_{CS}-Werte sind nicht für die Beurteilung der Exposition im Beruf zu verwenden, da diese in keinem Zusammenhang mit der Exposition im Beruf stehen.

Die Bewertung von Schüttgütern mittels der SWFF ergänzt die Bestimmung des Staubungsverhaltens nach EN 15051-1 [1].

Der Unterschied zwischen EN 17289 (alle Teile) und EN 15051-1 besteht darin, dass die SWFF den Feinanteil in einem Schüttgut quantifiziert, während das Staubungsverhalten den alveolengängigen, thorakalen und einatembaren Staub quantifiziert, der nach einer bestimmten Aktivität aus dem Schüttgut in die Luft gelangt (das Staubungsverhalten charakterisiert das Material in Bezug auf die Arbeitsplatzatmosphäre beim Arbeiten mit dem Schüttgut).

EN 17289 *Charakterisierung von Schüttgütern — Bestimmung einer größengewichteten Feinfraktion und des Anteils an kristallinem Quarz* besteht aus den folgenden Teilen:

- *Teil 1: Allgemeine Information und Auswahl der Prüfverfahren*
- *Teil 2: Berechnungsverfahren*
- *Teil 3: Sedimentationsverfahren*

Teil 1 enthält Information zur Auswahl des am besten geeigneten Verfahrens sowie eine Anleitung zur Bestimmung von kristallinem Quarz. Ein Berechnungsverfahren auf Grundlage der Partikelgrößenverteilung ist in Teil 2 beschrieben. In Teil 3 wird ein Verfahren beschrieben, das die Sedimentation nutzt.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt die Bestimmung der größengewichteten Feinfraktion (SWFF) und der größengewichteten Feinfraktion von kristallinem Quarz (SWFF_{CS}) in Schüttgütern mit einem Sedimentationsverfahren fest, bei dem eine Flüssigkeits-Sedimentationstechnik eingesetzt wird.

Der Zweck dieses Dokuments besteht darin, Anwendern die Bewertung von Schüttgütern hinsichtlich deren größengewichteter Feinfraktion und des Gehalts an kristallinem Quarz zu ermöglichen.

Zur Probenvorbereitung und zur Bestimmung von kristallinem Quarz durch XRD und FT-IR siehe prEN 17289-1:2018.

In den Anhängen A bis E werden spezifische Verfahren zur Bewertung der SWFF für bestimmte Schüttgüter beschrieben.

Dieses Dokument gilt für Schüttgüter, die vollständig untersucht und validiert wurden. Die Kriterien für die Materialien sind in diesem Dokument und in prEN 17289-2:2018 beschrieben. Dazu gehören Industriemineralien, die kristallines Siliciumdioxid enthalten können, wie Quarz, Ton, Kaolin, Talk, Feldspat, Glimmer, Cristobalit, Vermiculit, Diatomeenerde, Baryt, Andalusit, Eisenerz, Chromit usw.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder deren 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).

EN 1540, *Exposition am Arbeitsplatz — Terminologie*

EN 481, *Arbeitsplatzatmosphäre — Festlegung der Teilchengrößenverteilung zur Messung luftgetragener Partikel*

prEN 17289-1:2019, *Charakterisierung von Schüttgütern — Bestimmung einer größengewichteten Feinfraktion und des Anteils an kristallinem Quarz — Teil 1: Allgemeine Information und Auswahl der Prüfverfahren*

prEN 17289-2:2019, *Charakterisierung von Schüttgütern — Bestimmung einer größengewichteten Feinfraktion und des Anteils an kristallinem Quarz — Teil 2: Berechnungsverfahren*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN 1540 und prEN 17289-1:2019.

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

- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

4 Symbole und Abkürzungen

CS	kristalliner Quarz (en: Cristalline Silica)
PSD	Partikelgrößenverteilung (en: Particle Size Distribution)
PSCD	kumulative Partikelgrößenverteilung (en: Particle Size Cumulative Distribution)
SWFF	größengewichtete Feinfraktion (en: Size Weighted Fine Fraction)
SWFF _{CS}	größengewichtete Feinfraktion von kristallinem Quarz (en: Size Weighted Fine Fraction of crystalline silica)

5 Annahmen

Das Sedimentationsverfahren basiert auf folgenden Annahmen:

- Die gesamte Flüssigkeit, die aus dem Sedimentationsgefäß extrahiert wird, kommt nur aus dem Raum über der Extraktionsdüse und nicht aus dem Raum unter der Extraktionsdüse. Ist dies nicht der Fall, führt dies zu einer höheren SWFF.
- Die Partikelgrößenverteilung des Schüttguts ist über den interessierenden Partikelgrößenbereich konstant, d. h. von 1 µm bis 12 µm (aerodynamisch).

Eine konstante Partikelgrößenverteilung ist eine PSD mit einer Funktion deren Ableitung konstant ist, siehe Gleichung (1).

$$PSD(D) = \frac{(D - B)}{(A - B)} \times 100 \quad (1)$$

Dabei ist

D	die Partikelgröße;
B	die minimale Partikelgröße;
A	die maximale Partikelgröße;

ANMERKUNG $B \leq D \leq A$. Ein Beispiel findet sich in Bild 1.

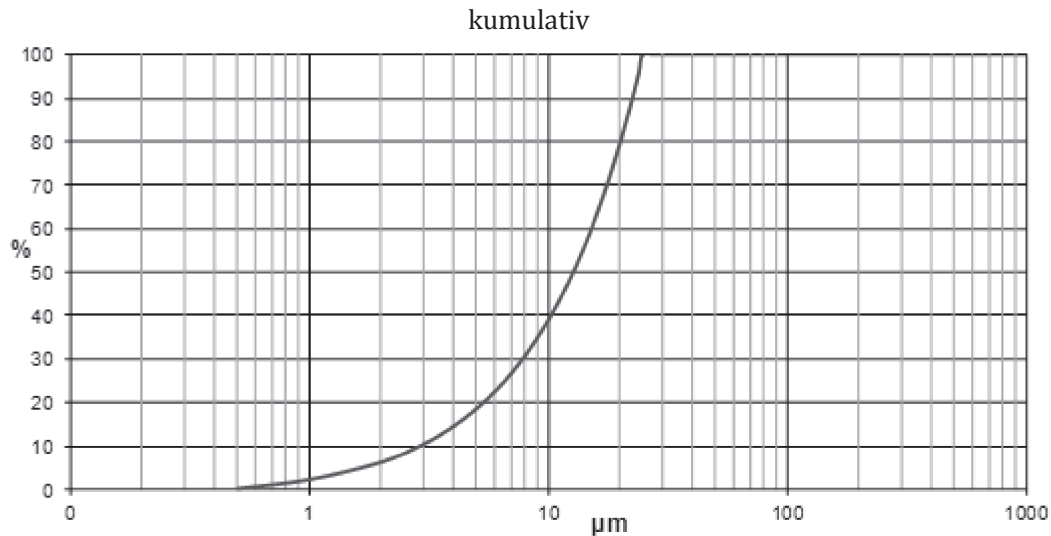


Bild 1 — Beispiel einer konstanten PSCD mit $A = 25 \mu\text{m}$ und $B = 0,5 \mu\text{m}$

- c) Die Partikelgrößenverteilung der Probe weist keinen mittleren Durchmesser (D_{50}) im Bereich von $6 \mu\text{m}$ und $12 \mu\text{m}$ (aerodynamisch) und eine zu schmale Verteilung auf. Die Verteilung wird als zu schmal angesehen, wenn die relative Weite der Verteilung weniger als 1,5 beträgt. Die relative Weite wird berechnet als $[(D_{90}-D_{10})/D_{50}]$. Falls die Probe eine schmale Größenverteilung aufweist, sollten die SWFF und die SWFF_{CS} aus der Partikelgrößenverteilung berechnet werden.
- d) Das Gesetz von Stokes gilt nur für Partikel, die sich in einem Medium mit niedriger Reynoldszahl absetzen. Die Geschwindigkeit eines Partikels, das sich in einem Medium absetzt, wird durch die Widerstandskraft begrenzt und hängt von der Reynoldszahl für dieses Partikel ab. Obwohl die Dichte von Flüssigkeiten viel höher ist, ist auch deren Viskosität höher, sodass am Ende die Differenz zwischen der Reynoldszahl eines Teilchens in Luft und z. B. in Wasser nur einen Faktor 5 beträgt. Und obwohl die Konstanten für die Berechnung des Widerstandsbeiwerts von Partikeln von der Reynoldszahl abhängen, ist die Schwankung der Reynoldszahl in diesem Bereich sehr gering und kann vernachlässigt werden. Daher wird angenommen, dass der dynamische Formfaktor in Luft und in Flüssigkeit identisch ist.
- e) Im Material von Interesse haben alle Partikel dieselbe bekannte Dichte.
- f) Die Teilprobe ist für das Material der Charge repräsentativ.

6 Bestimmung der SWFF und der SWFF_{CS} durch Sedimentation

6.1 Bestimmung der Sedimentationsdauer

Die Sedimentationszeit kann aus Gleichung (2) berechnet werden, die auf dem Gesetz von Stokes und der Konvention aus EN 481 basiert. Die Ableitung davon ist in Anhang C angegeben.

$$t = h \frac{18\eta}{(\rho_p - \rho_l)} \times \frac{(\rho_p / \rho_0)}{(3/2 \times I_R)^2} \quad (2)$$

Dabei ist

- t die Zeit in s, in der sich die größengewichtete Partikelfraktion des gesammelten Überstands dem nach der Konvention für die Probenahme für Feinstaub (siehe EN 481) gesammelten Anteil auf optimale Art nähert;
- h die Höhe der Säule der überstehenden Flüssigkeit, die nach der Zeit (t) extrahiert wird, in m;
- η die dynamische Viskosität der Flüssigkeit, in kg/m·s;
- g die Fallbeschleunigung, in m/s²;
- ρ_p die Dichte der festen Partikel, in kg/m³;
- ρ_l die Dichte des flüssigen Mediums, in kg/m³;
- ρ_0 die Einheitsdichte (1 000 kg/m³ [= 1 g/cm³]);
- IR ist das Integral der Konvention für die alveolengängige Fraktion: $4,281 \times 10^{-6}$ m.

Zur Bestimmung der SWFF einer Probe muss die Dichte dieser Probe verwendet werden für ρ_p . Bei der Bestimmung der SWFF_{CS} muss die Dichte des interessierenden kristallinen Quarz-Polymorphs (Quarz oder Cristobalit) verwendet werden.

Wenn der CS der einzige interessierende Bestandteil ist, muss die SWFF_{CS} verwendet werden. Für die SWFF_{CS} ist nur die Sedimentationsrate für die Quarzpartikel (Cristobalit usw.) relevant. Die Tatsache, dass die Sedimentationsdauer für andere Partikel nicht korrekt ist, ist unwichtig, da die SWFF_{CS} benötigt wird. Wenn die SWFF von Materialien mit einer anderen Dichte erforderlich ist, muss das Verfahren mit einer Sedimentationsdauer wiederholt werden, die nach Gleichung (1) mit der Dichte dieses Materials berechnet wird.

Die zu separierende Höhe h wird üblicherweise auf 0,1 m eingestellt, je nach Art der Probe können auch andere Höhen verwendet werden. In jedem Fall muss die Höhe h geringer als die Hälfte der Gesamthöhe H der Sedimentationsflüssigkeit im Messzylinder sein (siehe Schritt 7 in 5.3).

6.2 Auswahl der Sedimentationsflüssigkeit

Es muss eine geeignete Sedimentationsflüssigkeit ausgewählt werden, um die folgenden Anforderungen zu erfüllen:

- Die Partikel in der Probe müssen vollständig de-agglomert sein.
- Die Partikel in der Probe dürfen sich nicht auflösen, quellen oder zersetzen.
- Die Partikel in der Probe dürfen nicht reagieren.

ANMERKUNG 1 Wasser ist in den meisten Fällen eine geeignete Sedimentationsflüssigkeit.

ANMERKUNG 2 Falls erforderlich, kann ein Dispergiermittel oder ein Entflockungszusatz in geeigneten Mengen verwendet werden (siehe Anleitung in Anhang A).

6.3 Probenvorbereitung, Sedimentation und Bestimmung der SWFF

Um sicherzustellen, dass die Sedimentation richtig durchgeführt wird, sollte das Pipettenverfahren nach Andreasen, wie unter ISO 13317-2 [3] und BS 1377-2 [4] beschrieben, verwendet werden.

Zur Bestimmung des SWFF oder SWFF_{CS} einer Probe müssen die folgenden Schritte durchgeführt werden.

- a) Eine Probe des Materials von etwa 1,0 g wird genommen;
- b) Die Masse M der Probe wird mit einer Messunsicherheit von 0,001 g bestimmt;
- c) Die Probe wird in einem vorab gewogenen, trockenen und sauberen 100-ml-Becherglas in 50 ml Sedimentationsflüssigkeit verteilt. Die Masse des Becherglases muss ebenfalls mit einer Messunsicherheit von 0,001 g bestimmt werden (siehe auch ISO 13317-2);
- d) Die Probe wird in einem Ultraschallbad oder Schüttler behandelt, bis diese vollständig de-agglomeriert ist;

ANMERKUNG 1 Die De-agglomerationsdauer hängt von der Art des Materials ab, siehe Anhang A.

- e) Gegebenenfalls wird ein geeignetes Dispergiermittel oder Entflockungsmittel zugegeben, um zu verhindern, dass die Partikel ausflocken oder koagulieren. Die Verwendung dieses Produkts führt zu zusätzlichen Schritten, die in 6.4 beschrieben sind;
- f) Die dispergierte Probe wird in einen Messzylinder mit 250 ml Volumen gegossen. Das Probenglas mit der Sedimentationsflüssigkeit wird ausgespült, um sicherzustellen, dass keine Rückstände zurückbleiben. Der Messzylinder wird bis 250 ml mit Sedimentationsflüssigkeit gefüllt. Das offene Ende des Messzylinders wird dicht verschlossen und dessen Inhalt gründlich geschüttelt. Anschließend wird der Messzylinder bis 250 ml aufgefüllt und homogenisiert;

ANMERKUNG 2 Um eine ungehinderte Sedimentation der einzelnen Partikel sicherzustellen, beträgt das Volumen der Feststoffe maximal 0,2 % des Volumens der gesamten Flüssigkeit..

Für einige Mineralien kann es erforderlich sein, ein Kolbenrührgerät zu verwenden. Es wird bei fest stehendem Messzylinder durchgerührt. Anschließend wird der Kolben entfernt und der Messzylinder bis 250 ml aufgefüllt und homogenisiert.

- g) Der Messzylinder wird an einen Ort mit konstanter Temperatur gestellt, der frei von Einflüssen ist, die Strömungen in der Flüssigkeit verursachen könnten. Die konstante Temperatur kann durch Verwendung eines Wasserbads erreicht werden. Für die berechnete Zeit (t) wird Sedimentieren gelassen. Die Tiefe der Flüssigkeitssäule H (m) wird bestimmt;
- h) Nach der berechneten Zeit (t) wird eine Pipette in eine Einstecktiefe h unter die Oberfläche eingetaucht und das Volumen (V_f) des Überstandes über der Spitze der Pipette mit einem Siphon oder einer Pipette aus dem Messzylinder extrahiert und in das vorab gewogene Becherglas übergeführt.

Es wird sichergestellt, dass während der Verwendung der Pipette die Spitze der Pipette an der gleichen Stelle im Messzylinder verbleibt; die Pipette wird nicht tiefer eingesteckt, wenn der Füllstand sinkt;

ANMERKUNG 3 Das Anbringen einer Klammer an der Pipette und deren Befestigung am Rand des Messzylinders erleichtert, die Pipette an der richtigen Stelle zu halten.

- i) Das Becherglas wird mit dem Überstand auf eine Heizplatte gestellt, um die Flüssigkeit zu verdampfen, und es wird vorsichtig bis zur Austrocknung erhitzt. Anschließend wird das Becherglas für 1 h bei etwa 103 °C in den Ofen gestellt, in einen Exsikkator übergeführt und auf Umgebungstemperatur abkühlen gelassen;

- j) Das Becherglas wird mit einer Messunsicherheit von 0,001 g erneut gewogen und das Nachgewicht festgehalten. Die Masse m des Rückstands wird durch Subtrahieren des vorher gewogenen Bechers bestimmt (siehe Schritt 3);

ANMERKUNG 4 Der oben genannte Vorgang wird zunächst zweimal wiederholt, um die Wiederholpräzision des Sedimentationsverfahrens für die SWFF-Bestimmung zu überprüfen.

- k) Die SWFF der Probe wird nach Gleichung (3) ermittelt.

$$\text{SWFF}[\%] = \frac{H \times m}{h \times M} \times 100 \quad (3)$$

Dabei ist

- H die Höhe der gesamten Flüssigkeitssäule, die zur Sedimentation verwendet wird;
 h die Höhe, bis zu der der Überstand zum berechneten Zeitpunkt extrahiert wird;
 M die Gesamtmasse, die dispergiert wurde;
 m die Masse des Rückstands im extrahierten Überstand.

- l) Die SWFF_{CS} der Probe kann nach Gleichung (4) berechnet werden.

$$\text{SWFF}_{\text{CS}}[\%] = \frac{H \times m}{h \times M} \times \varphi_{\text{CS}} \times 100 \quad (4)$$

Dabei ist

- φ_{CS} der Massenanteil des CS im Überstand.

ANMERKUNG 5 Für eine detailliertere Beschreibung dieses Verfahrens für die besonderen Anwendungen auf Kaoline und kaolinitische Tone siehe Anhang B. Für die Bestimmung der SWFF und der SWFF_{CS} einiger anderer Mineralien (Andalusit, Glimmer, Vermiculit und Talk), die ähnlich wie Kaoline/kaolinitische Tone behandelt werden können, siehe Anhang C. Für die besondere Anwendung auf Diatomeenerde (DE) siehe Anhang D, und für die besondere Anwendung auf Feldspatprodukte siehe Anhang E.

ANMERKUNG 6 Für die Bestimmung von SWFF und SWFF_{CS} werden in der Regel unterschiedliche Sedimentationsdauern verwendet, siehe 6.5 und 6.6.

6.4 Verwendung eines Dispergier- oder Entflockungsmittels

Um verlässliche Ergebnisse aus der Sedimentationsprüfung zu erhalten, muss die Probe vollständig deagglomert sein. Gegebenenfalls muss ein geeignetes Dispergiermittel oder Entflockungsmittel zugegeben werden, um zu verhindern, dass die Partikel ausflocken oder koagulieren.

In diesem Fall muss ein Blindwertzylinder vorbereitet werden, in dem der Flüssigkeit nur das Dispergiermittel zugesetzt wird, um die Masse der Proben entsprechend dem hinzugefügten Zusatzstoff anzupassen. Es müssen außerdem drei Blindwert-Bechergläser vorbereitet werden. Diese Bechergläser müssen wie in den Schritten 3 und 4 in 5.3 beschrieben behandelt werden. Die Masse des Zusatzstoffrückstands wird bestimmt, indem der Mittelwert aus den Rückstandsmassen in den drei Blindwert-Bechergläsern gebildet wird. Dieser Massenmittelwert des Zusatzstoffrückstands wird von der Masse der Probe in Schritt 10 abgezogen.

Um sicherzustellen, dass es keine Störkomponenten gibt, muss jeder verwendete Zusatzstoff nach dem gleichen Verfahren (XRD/FTIR) für die Bestimmung des kristallinen Quarzes analysiert werden..

6.5 Bestimmung der SWFF und SWFF_{CS} von Phasengemischen mit unterschiedlichen Dichten

Einer der Parameter, die die Sedimentationsdauer bestimmen, ist die Partikeldichte. Wenn das Material aus mehreren Phasen mit unterschiedlichen Dichten besteht, ist es wichtig, die richtige Dichte zu wählen, da diese die Sedimentationsdauer beeinflusst. Es ist auch wichtig, zu wissen, ob die Partikel homogen sind oder ob diese aus mehreren Phasen bestehen.

6.6 SWFF von Gemischen

Die SWFF eines Materials wird anhand der Dichte dieses Materials bestimmt. Um die SWFF zu bestimmen, wird die Dichte der Probe mit einem Standardverfahren bestimmt, und diese wird zur Berechnung der Sedimentationsdauer verwendet. Es wird davon ausgegangen, dass alle Partikel ein identisches Massenverhältnis der Phasen, d. h. die gleiche Partikeldichte, aufweisen.

6.7 SWFF_{CS} von Gemischen homogener Partikel

Wenn die SWFF_{CS} einer Probe benötigt wird und die kristallinen Quarzpartikel frei sind, muss die Dichte des CS zur Berechnung der Sedimentationsdauer verwendet werden. Dies bedeutet, dass sich zu viel oder zu wenig der anderen Phase(n) aus der obersten Schicht absetzt, was jedoch keinen Einfluss auf das Ergebnis der SWFF_{CS} hat.

Beispielsweise muss in einer Quarz enthaltenden Feldspat-Probe die Dichte dieser Probe verwendet werden, um die SWFF zu berechnen.

Wenn jedoch die SWFF_{CS} erforderlich ist, muss die Dichte des CS, d. h. die Dichte von Quarz verwendet werden. Wenn sowohl SWFF als auch SWFF_{CS} erforderlich sind, muss die Sedimentation zweimal durchgeführt werden (einmal für jede Dichte).

6.8 SWFF_{CS} von Gemischen heterogener Partikel

Heterogene Partikel bestehen aus mehreren Phasen, und die Dichte jedes Partikels ist nicht mehr bekannt, da in fast allen Fällen das Verhältnis der Phasen in allen Partikeln unterschiedlich ist.

Für die SWFF_{CS} hängt die Auswahl der zu verwendenden Dichte davon ab, ob die Dichte der anderen Phase(n) höher oder niedriger ist als die von kristallinem Quarz.

Phasen höherer Dichte neben dem kristallinen Quarz erhöhen die Gesamtdichte eines Partikels, wodurch dieses sich schneller absetzt. Ganz ähnlich verringern Phasen mit geringerer Dichte neben dem kristallinen Quarz die Gesamtdichte eines Partikels, wodurch dieses langsamer sedimentiert.

Die SWFF_{CS} kann über- oder unterschätzt werden, wenn zur Berechnung der Sedimentationsdauer die falsche Dichte gewählt wird.

Die Dichte für die Berechnung der Sedimentationsdauer muss wie folgt gewählt werden:

- a) Falls die Dichte der anderen Phase(n) geringer ist, wodurch die Gesamtdichte des Partikels effektiv verringert wird, dann muss die Dichte von kristallinem Quarz zur Berechnung der Sedimentationsdauer verwendet werden. Dies führt zu einem geringfügig höheren Ergebnis für die SWFF_{CS};
- b) Falls die Dichte der anderen Phase(n) höher ist, wodurch die Gesamtdichte des Partikels effektiv erhöht wird, dann muss der Mittelwert aus den Dichten von kristallinem Quarz und den anderen Phasen zur Berechnung der Sedimentationsdauer verwendet werden. Der Grund, warum dieser Mittelwert der

Dichten verwendet wird ist, dass Partikel, die CS enthalten, eine CS-Fraktion im Bereich von 0 bis 1 enthalten können. Durch die Auswahl der mittleren Dichte haben einige Partikel eine zu hohe Dichte, während andere eine zu niedrige Dichte haben. Beim Dichte-Mittelwert wird dies jedoch herausgemittelt und Partikel, die aufgrund von deren (zu) hoher Dichte aus dem Überstand verschwinden, werden durch Partikel mit einer zu geringen Dichte, die im Überstand verbleiben, kompensiert. Es ist zu beachten, dass bei der Berechnung dieses Dichte-Mittelwerts das arithmetische Mittel verwendet werden muss. Es ist nicht erforderlich, die Berechnung entsprechend den Anteilen jeder Phase zu gewichten. Es ist zu erwarten, dass hierdurch die $SWFF_{CS}$ überschätzt wird. Ein Grund ist, dass neben heterogenen Partikeln üblicherweise auch eine Fraktion an homogenen CS-Partikeln vorhanden ist. Der andere Grund ist, dass, obwohl es ein Gleichgewicht zwischen „schwereren“, verschwundenen Partikeln und „leichteren“, übriggebliebenen Partikeln gibt, die leichteren Partikel mehr CS enthalten.

Dieser Ansatz stellt sicher, dass das $SWFF_{CS}$ -Ergebnis immer gleich oder höher als die tatsächliche $SWFF_{CS}$ ist.

BEISPIEL 1 Feldspat (der eine geringere Dichte als Quarz hat). In einer Probe aus Feldspat haben Partikel, die aus Quarz und Feldspat bestehen, eine geringere Dichte als Quarz. Zur Berechnung der Sedimentationsdauer wird die Dichte von Quarz verwendet. Diese Partikel werden sich langsamer absetzen als berechnet, und das $SWFF_{CS}$ -Ergebnis wird höher sein als die tatsächliche $SWFF_{CS}$ (d. h. zu hoch geschätzt).

BEISPIEL 2 Eisenerz (das eine höhere Dichte als Quarz hat). Für die Berechnung der Sedimentationsdauer wird $3\,950\text{ kg/m}^3$ (der Mittelwert aus $5\,250$ für Hämatit und $2\,650$ für Quarz) verwendet.

Anhang A (informativ)

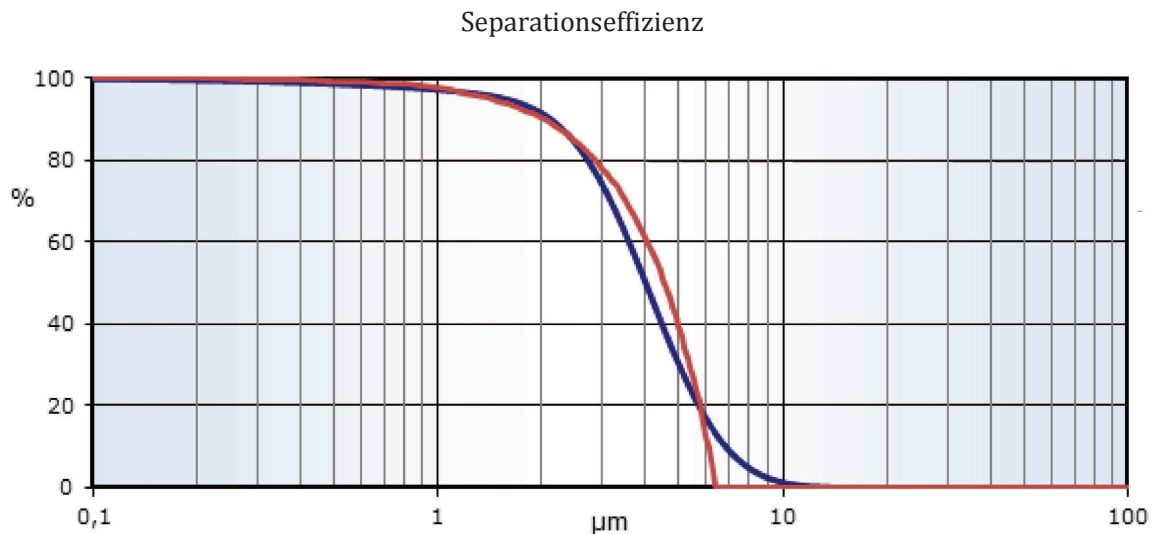
Separation der SWFF durch Sedimentation

A.1 Ableitung für die Berechnung der Sedimentationsparameter

A.1.1 Allgemeines

Die Wahrscheinlichkeit, dass ein eingeatmetes Partikel die Alveolen der Lunge erreicht, ist in EN 481 durch die Konvention über die alveolengängige Fraktion einschließlich des Inhalationsfaktors angegeben. Diese Separation der alveolengängigen Partikel ist eine Funktion des aerodynamischen Durchmessers mit abnehmender Wahrscheinlichkeit bei zunehmendem Durchmesser.

Um die SWFF zu separieren, wird eine Probe in einer Flüssigkeit verteilt und zum Absetzen stehen gelassen. Nach einer berechneten Zeit wird das obere Volumen bis zu einer bestimmten Tiefe entnommen. Da sich größere Partikel schneller absetzen als kleinere, wird dies zu einer Trennung zwischen groben und feinen Partikeln geführt haben. Durch die Wahl des richtigen Zeitpunktes und der richtigen Tiefe nähert sich die Separation durch Sedimentation der Konvention über die alveolengängige Fraktion (siehe Bild A.1).



Legende

- Konvention über die alveolengängige Fraktion $R(D)$
- Sedimentation $S(D)$

Bild A.1 — Diagramm der Separationseffizienzen der Konvention über die alveolengängige Fraktion und der Sedimentation

Sowohl die Konvention über die alveolengängige Fraktion als auch die Separation durch Sedimentation sind Wahrscheinlichkeitsfunktionen. $R(D)$ beschreibt die Wahrscheinlichkeit, dass ein Partikel in die Alveolen eintritt (siehe EN 481), und $S(D)$ beschreibt die Wahrscheinlichkeit, dass ein Partikel in der Schwebe verbleibt. Die SWFF wird bestimmt, indem die Parameter für die Sedimentation so gewählt werden, dass die Summe aller Wahrscheinlichkeiten für alle Durchmesser sowohl für die Konvention über die alveolengängige Fraktion als auch für die Sedimentation gleich ist. Dies geschieht durch Gleichsetzen der Integrale beider Funktionen nach Gleichung (A.1).

$$\int_{D=0}^{D=\infty} R(D) dD = \int_{D=0}^{D=D_{max}} S(D) dD \quad (A.1)$$

A.1.2 Integral von $R(D)$

Nach EN 481 ist die Probenahme der alveolengängigen Fraktion von Partikeln mit aerodynamischem Durchmesser (D_{ae}) der Prozentsatz E_R der einatembaren Fraktion E_I .

E_I ist gegeben als $50(1 + e^{(-0,06D)})$;

E_R ist als kumulative Lognormalverteilung mit geometrischem Durchmesser von $4,25 \mu\text{m}$ und einer geometrischen Standardabweichung von 1,5 gegeben.

Die Ergebnisse in EN 481 werden in Prozent angegeben, aber da stattdessen die Fraktion benötigt wird, werden diese durch 100 geteilt. Die Funktion $R(D)$ wird dann:

$$R(D_{ae}) = (E_I \times E_R) / 100 \quad (A.2)$$

Das Integral von $R(D_{ae})$ kann nicht analytisch gelöst werden, kann aber numerisch bestimmt werden, und dieses Integral (für aerodynamische Partikel mit Einheitsdichte [1 g/cm^3]) ist:

$$\int_{D_{ae}=0}^{D=\infty} R(D_{ae}) dD_{ae} = 4,281(\mu\text{m}) = 4,281 \times 10^{-6}(\text{m}) \quad (A.3)$$

Unter Verwendung des Gesetzes von Stokes wird das Integral für Partikel mit der Dichte ρ_p zu:

$$\int_{D=0}^{D=\infty} R(D) dD = \frac{4,281 \times 10^{-6}}{\sqrt{\rho_p / \rho_0}} (\text{m}) \quad (A.4)$$

Dabei ist

ρ_p die Dichte der Partikel, in kg/m^3 ;

ρ_0 die Einheitsdichte ($1\,000 \text{ kg/m}^3 [= 1 \text{ g/cm}^3]$).

A.1.3 Integral von $S(D)$

Nach dem Gesetz von Stokes ist die Sedimentationsseparationsfunktion für eine feste Zeit quadratisch und kann dargestellt werden als

$$S(D) = 1 - C D^2 \quad (A.5)$$

wobei C von mehreren Faktoren abhängig, jedoch während der Sedimentation konstant ist.

$$\int_{D=0}^{D=D_{max}} S(D) dD = \int_{D=0}^{D=D_{max}} (1 - C D^2) dD \quad (A.6)$$

$$= \left[D - \frac{1}{3} C D^3 \right]_0^{D_{max}} \quad (A.7)$$

$$= D_{max} - \frac{1}{3} C D_{max}^3 \quad (A.8)$$

Für den speziellen Fall von D_{max} (siehe Bild A.1) ist die Wahrscheinlichkeit null:

$$S(D_{max}) = 1 - C D_{max}^2 = 0 \quad (A.9)$$

$$C = \frac{1}{D_{max}^2} \quad (A.10)$$

Die Kombination von (8) und (10) ergibt:

$$\int S(D) dD = D_{max} - \frac{1}{3} \frac{1}{D_{max}^2} D_{max}^3 \quad (A.11)$$

$$= D_{max} - \frac{1}{3} D_{max} \quad (A.12)$$

$$= \frac{2}{3} D_{max} \quad (A.13)$$

Gleichsetzen der Integrale ergibt:

$$\int R(D) dD = \int S(D) dD \quad (A.14)$$

$$\frac{4,281 \times 10^{-6}}{\sqrt{\rho_p / \rho_0}} = \frac{2}{3} D_{max} \quad (A.15)$$

$$D_{max} = \frac{3/2 \times 4,281 \times 10^{-6}}{\sqrt{\rho_p / \rho_0}} \quad (A.16)$$

Für die Separation der SWFF durch Sedimentation wird eine Probe in einer Flüssigkeit dispergiert und für eine bestimmte Zeit (t) absetzen gelassen, danach wird das obere Volumen bis zur Tiefe (h) entnommen. Das größte Partikel in diesem Volumen hat einen aerodynamischen Durchmesser von D_{max} . Dies bedeutet:

$$h = v_{(D_{max})} \times t \quad (A.17)$$

wofür $v_{(D_{max})}$ die Absetzgeschwindigkeit eines Partikels mit dem Durchmesser D_{max} ist.

Nach dem Gesetz von Stokes gilt:

$$v_{(D_{max})} = D_{max}^2 \times \frac{(\rho_p - \rho_l)g}{18\eta} t \quad (A.18)$$

Dabei ist

ρ_l die Dichte der Flüssigkeit, in kg/m^3 .

Mit Gleichung (A.17) und (A.18) gilt:

$$h = \left(\frac{3/2 \times 4,281 \times 10^{-6}}{\sqrt{\rho_p/\rho_0}} \right)^2 \times \frac{(\rho_p - \rho_l)g}{18\eta} t \quad (\text{A.19})$$

Mit dieser Gleichung kann die Tiefe (h) berechnet werden, bis zu der das Volumen nach einer bestimmten Sedimentationsdauer entnommen werden muss. Wenn dagegen eine feste Tiefe gewählt wird, kann die Sedimentationsdauer berechnet werden als:

$$t = h \frac{18\eta}{(\rho_p - \rho_l)g} \times \frac{(\rho_p/\rho_0)}{(3/2 \times 4,281 \times 10^{-6})^2} \quad (\text{A.20})$$

Die Sedimentationsdauer wird an dem Punkt bestimmt, an dem das Integral der Funktion $R(D)$ gleich dem der Sedimentation ist [siehe Gleichung (1)]. Die Funktion $R(D)$ unterscheidet sich jedoch von $S(D)$ dadurch, dass der Sammelwirkungsgrad für die Sedimentation nur genau dem entspricht, was bei einer konstanten Größenverteilung nach EN 481 erwartet werden kann. In der Praxis sind die Unterschiede klein und akzeptabel. Nur im Fall einer schmalen Größenverteilung (mit einem D_{50} [aerodynamisch] im Bereich von $6 \mu\text{m}$ bis $12 \mu\text{m}$) kann die Differenz zu groß werden. Da die geometrische Standardabweichung der Größenverteilung jedoch größer als 1,7 ist oder die relative Weite $(D_{90}-D_{10}/D_{50})$ größer als 1,5 ist, ist die Differenz zwischen Sedimentation und EN 481 kleiner als 1 %.

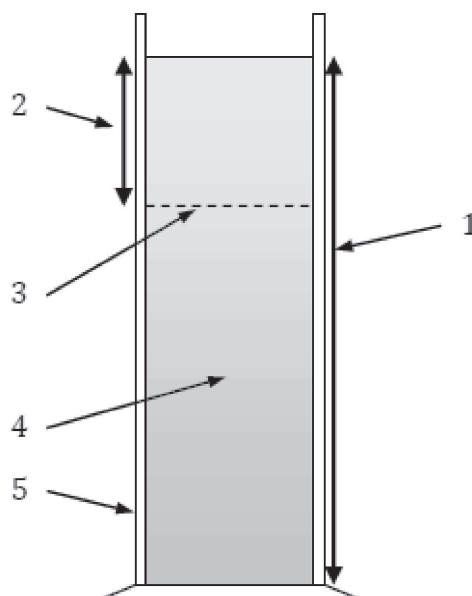
A.2 Berechnung der SWFF nach der Sedimentation

Die SWFF einer Probe wird berechnet als:

$$FF[\%] = \frac{H}{h} \times \frac{m}{M} \times 100 \quad (\text{A.21})$$

Dabei ist

- H die Höhe der gesamten Flüssigkeitssäule, die zur Sedimentation verwendet wird;
- h die Höhe, bis zu der der Überstand zum berechneten Zeitpunkt extrahiert wird;
- m die Gesamtmasse, die dispergiert wurde;
- m die Masse des Rückstands im extrahierten Überstand.



Legende

- | | | | |
|---|-------------------------------------|---|-------------------------------------|
| 1 | Höhe der gesamten Flüssigkeitssäule | 4 | Flüssigkeit mit dispergierter Probe |
| 2 | Höhe des Überstands | 5 | Messzylinder |
| 3 | Extraktionsniveau | | |

Bild A.2 — Variablen für die SWFF-Berechnung

Anhang B (informativ)

Bestimmung und Isolierung der größengewichteten Feinfraktion (SWFF) von Kaolinen und kaolinitischen Tonen durch Sedimentation

B.1 Allgemeines

Dieser Anhang beschreibt ein ergänzendes Verfahren für Unternehmen zur Bestimmung und Isolierung der größengewichteten Feinfraktion (SWFF) von Kaolinen und kaolinitischen Tonen, basierend auf den allgemeinen Anweisungen zur Bestimmung der SWFF durch Sedimentation nach Abschnitt 6.

Das in diesem Anhang beschriebene Verfahren ist kein Ersatz für diese Vorgehensweise, ist aber insofern ergänzend, als dass eine detailliertere Spezifikation für eine bestimmte Anwendung des Verfahrens enthalten ist. Im Wesentlichen wird das allgemeine Verfahren „hochskaliert“, so dass eine ausreichende Feinfraktion für die anschließende quantitative mineralogische Analyse durch Röntgen-Pulverdiffraktion erhalten werden kann.

B.2 Bereich der Anwendung

Das Verfahren gilt für die meisten Kaoline und kaolinitischen Tone und kann für andere grob- bis feinkörnige Materialien angepasst werden, für die Wasser im Allgemeinen ein gutes Medium zur Separation durch Sedimentation ist.

Wasser ist ein geeignetes Separationsmedium, sofern die folgenden Bedingungen erfüllt sind:

- die Partikel in der Probe sind vollständig deagglomeriert;
- die Partikel in der Probe lösen sich nicht auf, quellen nicht und zersetzen sich nicht;
- die Partikel in der Probe reagieren nicht.

Das Verfahren ist daher nicht besonders geeignet für Mineralien vom Bentonittyp oder für Kaoline/kaolinitische Tone, die signifikante Bentonite oder andere quellende Mineralien enthalten.

B.3 Ausrüstung und Verbrauchsmaterialien

Dieses Verfahren erfordert Standardlaborgeräte und einige zusätzliche Ausrüstungsgegenstände, wie nachfolgend beschrieben.

B.3.1 Bechergläser, (vorzugsweise aus Glas) oder ähnliche Behälter mit etwa 3 l Volumen.

B.3.2 Büchner-Saugflasche, (vorzugsweise aus Glas) mit mehr als 2 l Volumen und Implosionsschutz.

B.3.3 Wasserbad, mit Temperaturregelung auf $\pm 1^\circ\text{C}$ zur Aufnahme der 3-l-Bechergläser (ein Bad, das drei bis vier Becher fasst, stellt einen guten Kompromiss zwischen zu viel Platzverbrauch und Beeinträchtigung des Probendurchsatzes dar).

B.3.4 Siphonschlauch, wie beschrieben und in Bild B.1 bis Bild B.3 dargestellt (alternativ kann auch ein gekrümmter Siphon aus Glas verwendet werden).

B.3.5 entmineralisiertes (deionisiertes) Wasser.

B.3.6 Analysenwaage, mit einer Fehlergrenze von 0,001 g.

B.3.7 Ultraschallbad oder Schüttler.

B.3.8 Exsikkator.

B.3.9 Ofen, mit Temperaturregelung zum Einhalten von $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

B.3.10 Büchnertrichter, Flasche und Trichter zur Filtration der Feinfraktion.

B.3.11 Filterpapiere, mit langsamer Geschwindigkeit und verstärktem, hohem Rückhaltevermögen (feinkristallin).

B.3.12 Filtereinheit, geeignet für die Verwendung mit gemischten Celluloseester-Filtermembranen

B.3.13 Filtermembranen, gemischte Celluloseester-Filtermembranen, 0,8 μm (oder feiner).

B.3.14 Verdunstungsbecken.

B.3.15 Dispergiermittel, z. B. Natriumhexametaphosphat (Calgon), Natriumpolyacrylat.

B.3.16 Natriumkarbonatlösung, verdünnt, etwa 10 % Volumenkonzentration, für die pH-Einstellung

B.3.17 Schwefelsäure, verdünnt, etwa 10 % Volumenkonzentration, für die pH-Einstellung.

B.4 Verfahren

B.4.1 Schritt 1

Auf einer sauberen und trockenen Schale oder Wägeschale werden etwa 40 g des zu analysierenden Probenmaterials mit einer Messunsicherheit von etwa 0,001 g abgewogen. Das Gewicht wird für die Berechnung festgehalten.

Um ein genaues Wägen zu ermöglichen, sollte die zu prüfende Probe idealerweise getrocknet/frei von Feuchtigkeit sein. Falls es jedoch nicht möglich/gewünscht ist, die Probe vorher zu trocknen, kann, sofern der Feuchtigkeitsgehalt bekannt ist, ein äquivalentes „Trockengewicht“ bestimmt werden.

B.4.2 Schritt 2

Etwa 300 ml deionisiertes Wasser wird in ein sauberes 600-ml-Becherglas gegeben (idealerweise Wasser, das in einem Becherglas im Wasserbad auf 25 °C vorgewärmt wurde), und anschließend wird ein geeignetes Dispergiermittel zugegeben, falls gewünscht, in einer für den Typ-/Partikelgrößenbereich des zu sedimentierenden Minerals geeigneten Dosierung. Die optimale Dosierung des Dispergiermittels hängt von der Partikelgrößenverteilung (Oberfläche) des zu prüfenden Materials ab. Die feineren Materialien (mit größerer Oberfläche) erfordern eine höhere Dosierung des Dispergiermittels. Typischerweise sollte für Kaoline eine Dispergiermitteldosierung im Bereich von 0,1 % bis 0,3 % Massenanteil bezogen auf die äquivalente Trockenmasse ausreichen. Zum Beispiel wären etwa 6 g (ml) Dispergiermittel von 1 % Massenanteil auf 40 g Trockenmasse Kaolin gleichwertig mit 0,15 % Massenanteil des aktiven Dispergiermittels.

B.4.3 Schritt 3

Das vorgewogene Probenmaterial wird vorsichtig dem Wasser/Dispergiermittel hinzugegeben und es wird vorsichtig gemischt, bis dieses vollständig durchtränkt ist. Entweder durch Bürsten oder durch Auswaschen mit deionisiertem Wasser wird sichergestellt, dass die gesamte Probe in das Gemisch gegeben wurde. Die vollständige Vermischung der Probe kann dann durch die Verwendung einer Ultraschallsonde oder das