

DIN EN ISO 20427



ICS 87.060.10

Einsprüche bis 2024-06-19

Entwurf

**Pigmente und Füllstoffe –
Dispergiervverfahren zur sedimentativen Teilchengrößenbestimmung von
suspendierten Pigmenten oder Füllstoffen mit
Flüssigsedimentationsverfahren (ISO 20427:2023);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 20427:2024**

Pigments and extenders –

Dispersion procedure for sedimentation-based particle sizing of suspended pigment or extender with liquid sedimentation methods (ISO 20427:2023);

German and English version prEN ISO 20427:2024

Pigments et matières de charge –

Procédure de dispersion pour la granulométrie par sédimentation d'un pigment ou d'une charge en suspension à l'aide de méthodes de sédimentation en milieu liquide (ISO 20427:2023);

Version allemande et anglaise prEN ISO 20427:2024

Anwendungswarnvermerk

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-04-19 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil das beabsichtigte Dokument 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 npf@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 Pigmente und Füllstoffe (NPF), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 58 Seiten

DIN-Normenausschuss Pigmente und Füllstoffe (NPF)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 20427:2023 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 256 „Pigments, dyestuffs and extenders“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 298 „Pigmente und Füllstoffe“ als prEN ISO 20427:2024 übernommen, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 078-00-02 AA „Nanoeigenschaften von Pigmenten und Füllstoffen“ im DIN-Normenausschuss Pigmente und Füllstoffe (NPF).

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 Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 9276-1	siehe	DIN ISO 9276-1
ISO 14887	siehe	DIN ISO 14887
ISO 15528	siehe	DIN EN ISO 15528
ISO 18753:2017	siehe	DIN EN ISO 18753:2018-01
ISO 80004-1:2023	siehe	DIN EN ISO 80004-1:2023-12
ISO/TS 21362	siehe	DIN CEN ISO/TS 21362

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN CEN ISO/TS 21362, *Nanotechnologien — Analyse von Nanoobjekten mit Hilfe von Asymmetrischer-Fluss-Feldflussfraktionierung und zentrifugaler Feldflussfraktionierung*

DIN EN ISO 15528, *Beschichtungsstoffe und Rohstoffe für Beschichtungsstoffe — Probenahme*

DIN EN ISO 18753:2018-01, *Hochleistungskeramik — Bestimmung der absoluten Dichte keramischer Pulver mit einem Pyknometer (ISO 18753:2017); Deutsche Fassung EN ISO 18753:2017*

DIN EN ISO 80004-1:2023-12, *Nanotechnologien — Fachwörterverzeichnis — Teil 1: Kernbegriffe (ISO 80004-1:2023); Deutsche Fassung EN ISO 80004-1:2023*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

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

DIN ISO 14887, *Probenvorbereitung — Verfahren zur Dispergierung von Pulvern in Flüssigkeiten*

– Leerseite –

April 2024

prEN ISO 20427

**Pigmente und Füllstoffe – Dispergiervverfahren zur sedimentativen
Teilchengrößenbestimmung von suspendierten Pigmenten oder Füllstoffen mit
Flüssigsedimentationsverfahren (ISO 20427:2023)**

Pigments and extenders – Dispersion procedure for sedimentation-based particle sizing of suspended pigment or extender with liquid sedimentation methods (ISO 20427:2023)

Pigments et matières de charge – Procédure de dispersion pour la granulométrie par sédimentation d'un pigment ou d'une charge en suspension à l'aide de méthodes de sédimentation en milieu liquide (ISO 20427:2023)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Grundsätze der Dispergierung	8
4.1 Grundsätze der Ultraschall-Dispergierung	8
4.2 Grundsatz der Dispergierung mit Nassstrahlmühle	8
4.3 Grundsatz der Dispergierung mit Schüttler	9
5 Grundsätze der sedimentationsbasierten Verfahren für die Teilchengrößenanalyse	9
5.1 Sedimentationsanalyse nach Stokes	9
5.2 Scheibenzentrifugen	9
5.3 Küvettenzentrifugen	9
5.4 Sedimentationsverfahren im Schwerefeld	10
5.5 Zentrifugales Feld-Fluss-Fraktionierungsverfahren	10
6 Prüfgeräte	10
7 Einstellungen für die Dispergierung	13
7.1 Ultraschalldispergiervverfahren mit Ultraschallgerät mit Sonde	13
7.2 Ultraschalldispergiervverfahren mit Schallbad	14
7.3 Dispergiervverfahren mit Schüttler	15
8 Dispergiervverfahren	15
8.1 Allgemeines	15
8.2 Probenahme für die Dispergierung	15
8.3 Reagenzien	15
8.4 Empfehlungen für die Probenherstellung	16
9 Probenahme	16
10 Messung und Angabe der Ergebnisse	16
11 Prüfbericht	16
Anhang A (normativ) Verfahrensweise bei der Bestimmung der Energiezufuhr	18
A.1 Verfahrensweise bei der Bestimmung der Energiezufuhr bei der Beschallung	18
A.1.1 Verfahren	18
A.1.2 Datenauswertung	18
A.1.3 Annahmen	18
A.2 Verfahrensweise bei der Bestimmung der Energiezufuhr bei der Dispergierung mit Schüttler	19
A.2.1 Allgemeines	19
A.2.2 Durchführung	19
A.2.3 Datenauswertung	19
A.3 Protokoll für die Bestimmung der Energiezufuhr beim Nassmahlen	20
A.3.1 Durchführung	20
A.3.2 Datenauswertung	20
A.3.3 Annahmen	20
Anhang B (informativ) Grenzwerte für das Ultraschalldispergiervverfahren	22
Anhang C (informativ) Dispergiervverfahren für TiO ₂ -Pigmente	23
C.1 Dispergiervverfahren für TiO ₂ -Pigmente mittels Ultraschallsonde	23
C.2 Dispergiervverfahren für TiO ₂ -Pigmente mittels Schüttler	23
Anhang D (informativ) Dispergiervverfahren für CaCO ₃ mittels Nassmahlen	24
Anhang E (informativ) Dispergiervverfahren für Fe ₂ O ₃ mit Ultraschallsonde	25
Anhang F (informativ) Dispergiervverfahren für Pigmentruß	26
Anhang G (informativ) Allgemeines Verfahren für die Dispergierung von Pigmenten oder Füllstoffen	27

G.1 Allgemeines 27

G.2 Ultraschallgerät mit Sonde 27

G.3 Ultraschallgerät mit Ultraschallbad 28

G.4 Dispergiergerät mit Schüttler 28

G.5 Nassmahlen 28

Literaturhinweise 30

Tabellen

Tabelle 1 — Beispiele für gegenwärtig erhältliche Messgeräte 12

Tabelle 2 — Beispiele für gegenwärtig erhältliche Messgeräte 13

Tabelle A.1 — Schütteldauer für die fünf Probenfläschchen 19

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 20427:2023 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 256 „Pigments, dyestuffs and extenders“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 298 „Pigmente und Füllstoffe“ als prEN ISO 20427:2024 übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 20427:2023 wurde von CEN als prEN ISO 20427:2024 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (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 Normungsthemen 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 Directives, 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 Directives, Teil 2, erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

ISO weist auf die Möglichkeit hin, dass die Anwendung dieses Dokuments mit der Verwendung eines oder mehrerer Patente verbunden sein kann. ISO bezieht jedoch in dieser Hinsicht keinerlei Stellung bezüglich Nachweis, Gültigkeit oder Anwendbarkeit jeglicher beanspruchten Patentrechte. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses Dokuments lag ISO keine Mitteilung über ein Patent bzw. mehrere Patente vor, welche/s zur Umsetzung dieses Dokuments erforderlich sein könnte/n. Anwender werden jedoch darauf hingewiesen, dass dies möglicherweise nicht der aktuelle Informationsstand ist. Dieser kann jedoch der Patentdatenbank unter www.iso.org/patents entnommen werden. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

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

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 256, *Pigments, dyestuffs and extenders*, erarbeitet.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Verfahren zur Probenherstellung für die Bestimmung der Größenverteilung einzelner Teilchen eines einzelnen Pigments oder Füllstoffs fest, die durch Anwendung eines genormten Dispersionsverfahrens mit Hilfe eines Ultraschallgerätes, Schüttlers oder einer Nassstrahlmühle in einer Flüssigkeit dispergiert werden.

Die beschriebenen Verfahren zur Probenherstellung sind für Messungen optimiert, die mit einem auf Sedimentation beruhenden Verfahren zur Größenbestimmung der Teilchen durchgeführt werden. Dieses Verfahren geht von der Migration von Teilchen durch die Schwerkraft oder Zentrifugalkräfte aus und erfordert einen Dichteunterschied zwischen den Teilchen und der Flüssigphase.

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 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 9276-1, *Representation of results of particle size analysis — Part 1: Graphical representation*

ISO 13317-1, *Determination of particle size distribution by gravitational liquid sedimentation methods — Part 1: General principles and guidelines*

ISO 13317-2, *Determination of particle size distribution by gravitational liquid sedimentation methods — Part 2: Fixed pipette method*

ISO 13317-3, *Determination of particle size distribution by gravitational liquid sedimentation methods — Part 3: X-ray gravitational technique*

ISO 13317-4, *Determination of particle size distribution by gravitational liquid sedimentation methods — Part 4: Balance method*

ISO 13318-1:2001, *Determination of particle size distribution by centrifugal liquid sedimentation methods — Part 1: General principles and guidelines*

ISO 13318-2, *Determination of particle size distribution by centrifugal liquid sedimentation methods — Part 2: Photocentrifuge method*

ISO 13318-3, *Determination of particle size distribution by centrifugal liquid sedimentation methods — Part 3: Centrifugal X-ray method*

ISO 15528, *Paints, varnishes and raw materials for paints and varnishes — Sampling*

ASTM D5965, *Standard Test Methods for Density of Coating Powders*

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:

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

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

3.1

Nanomaßstab

nanoskalig

Längenbereich von etwa 1 nm bis 100 nm

Anmerkung 1 zum Begriff: Eigenschaften, bei denen es sich nicht um Extrapolationen einer größeren Größe handelt, zeigen sich vorwiegend in diesem Größenbereich. Bei diesen Eigenschaften werden die Grenzwerte der Größen als Näherungswerte verstanden.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der untere Grenzwert in dieser Definition (etwa 1 nm) wird angegeben, um zu verhindern, dass einzelne Atome und kleine Atomgruppen als Nanoobjekte oder Elemente mit Nanostruktur bezeichnet werden, was angenommen werden kann, wenn kein unterer Grenzwert vorliegt.

[QUELLE: ISO 80004-1:2023, 3.1.1 — modifiziert, Anmerkung 1 und Anmerkung 2 zum Begriff wurden hinzugefügt.]

3.2

Nanoteilchen

Nanoobjekt mit allen Außenmaßen im *Nanomaßstab* (3.1), wobei sich die Längen der längsten und kürzesten Achsen des Nanoobjekts nicht wesentlich unterscheiden

Anmerkung 1 zum Begriff: Wenn sich die Maße wesentlich unterscheiden (üblicherweise um mehr als das Dreifache), können Begriffe wie Nanofaser oder Nanoplättchen gegenüber dem Begriff Nanoteilchen bevorzugt werden.

[QUELLE: ISO 80004-1:2023, 3.3.4, modifiziert — „wobei sich die Längen der längsten und kürzesten Achsen des Nanoobjekts nicht wesentlich unterscheiden“ wurde zu der Definition hinzugefügt.]

3.3

Agglomerat

Ansammlung von schwach oder mittelstark gebundenen Teilchen, in der die resultierende Oberfläche ähnlich der Summe der Oberflächen der einzelnen Bestandteile ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Die ein Agglomerat zusammenhaltenden Kräfte sind schwache Kräfte, z. B. Van-der-Waals-Kräfte oder einfache physikalische Verhakungen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Agglomerate werden auch als Sekundärteilchen bezeichnet und die Ausgangsteilchen werden als *Primärteilchen* (3.5) bezeichnet.

[QUELLE: ISO 80004-1:2023, 3.2.4]

3.4

Aggregat

Teilchen aus fest gebundenen oder verschmolzenen Teilchen, bei dem die resultierende Oberfläche wesentlich kleiner als die Summe der Oberflächen der einzelnen Bestandteile ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Die ein Aggregat zusammenhaltenden Kräfte sind starke Kräfte wie z. B. kovalente oder ionische Bindungen, oder solche, die auf Sintern oder komplexen physikalischen Verhakungen oder anderweitig kombinierten ehemaligen *Primärteilchen* (3.5) beruhen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Aggregate werden auch als Sekundärteilchen bezeichnet und die Ausgangsteilchen werden als *Primärteilchen* (3.5) bezeichnet.

[QUELLE: ISO 80004-1:2023, 3.2.5, modifiziert — „oder anderweitig kombinierten ehemaligen Primärteilchen“ wurde am Ende von Anmerkung 1 zum Begriff hinzugefügt.]

3.5

Primärteilchen

einzelnes Nanoobjekt mit mindestens einem der drei nanoskaligen Außenmaße

Anmerkung 1 zum Begriff: Wenn das Primärteilchen in kristalliner Form vorliegt, weist es bisweilen auch Zwillingskorn Grenzen auf.

3.6

Spinflüssigkeit

inerte Flüssigkeit, die vor der Probe in die Scheibe eines Scheibenzentrifugen-Photosedimentometers injiziert wird, um einen bestimmten radiusabhängigen Viskositätsgradienten für die Sedimentation zu bestimmen

Anmerkung 1 zum Begriff: In den meisten Fällen minimieren alkalische Bedingungen die Agglomeration von dispergierten Aggregaten.

3.7

Nassmahlen

Dispersionsverfahren für Teilchen in der Flüssigphase mit Hilfe der komplexen Scherkraft, die durch die turbulente Strömung in dem Kanal und Kavitation durch die plötzliche Druckänderung entsteht

Anmerkung 1 zum Begriff: Dieses Verfahren wird auch Hochdruckhomogenisatorverfahren genannt.

4 Grundsätze der Dispergierung

4.1 Grundsätze der Ultraschall-Dispergierung

Ein piezoelektrisches keramisches Material wird von einem angelegten elektrischen Wechselfeld angeregt, sodass es sich mit Ultraschallfrequenz im Bereich zwischen 15 kHz und 80 kHz und mehr periodisch ausdehnt und zusammenzieht. Diese Bewegung verursacht akustische Wellen, die sich durch die Dispersion ausbreiten und Kavitationsblasen erzeugen. Die Implosion dieser Kavitationsblasen führt lokal zu starken thermischen Effekten und Scherkräften, die für das Aufbrechen der Agglomerate und selbst Aggregate verantwortlich sind.

Die Energiedichte der Beschallung, die Temperatur und die Konzentration des Teilchenvolumens der Dispersion sind kritische Parameter der Beschallung, deren vorgegebenen Werte streng eingehalten werden sollten.

Neben Ultraschallbädern (US-Bädern) mit Sonde gibt es auch umgekehrte Ultraschall-Cup-Horn-Ultraschallgeräte und sogenannte Vial-Tweeter. Ultraschallbäder, Cup-Horn-Dispergiergeräte und Vial-Tweeter sind als indirekte Dispergiergeräte bekannt, bei denen die Schallenergie durch die Behälterwand eingebracht wird. Die Bestimmung der eingebrachten Energie dieser Dispergierer ist weitaus schwieriger als bei der Beschallung mit Sonde, es kommt jedoch zu weniger Kontamination [9].

4.2 Grundsatz der Dispergierung mit Nassstrahlmühle

Das Verfahren mit Nassstrahlmühle ist ein Nassmahlverfahren zum Desintegrieren von Agglomeraten pulverförmiger Proben in einer Flüssigkeit. Bei diesem Verfahren werden in einem flüssigen Medium suspendierte Teilchen mit hohem Druck durch einen engen Kanal gedrückt. Die Suspension der Teilchen wird anschließend durch die komplexe Scherkraft verstärkt, die von der turbulenten Strömung in dem Kanal erzeugt wird. Darüber hinaus erzeugt der hohe Druck in dem engen Kanal die Kavitationsblasen durch die plötzliche Druckänderung. Das Platzen der Kavitationsblasen führt zur Dispergierung der pulverförmigen Proben in der Flüssigphase, so wie es auch bei dem Ultraschallverfahren der Fall ist. Der Vorteil dieses Dispergiervorgangs besteht darin, dass es im Gegensatz zu dem Verfahren mit Ultraschall-Homogenisator Suspensionen mit geringer Kontamination ergibt. Der Druckbereich ist der wichtige Faktor zur Dispergierung der pulverförmigen Proben in der Flüssigphase. Üblicherweise liegt der Druckbereich zwischen 80 MPa und 245 MPa [10] [11].

4.3 Grundsatz der Dispergierung mit Schüttler

Das Schüttelgerät sollte wie eine Platte mit Halterungen für die Flaschen aus Polyethylen hoher Dichte (HDPE, en: high-density polyethylene) ausgeführt sein (siehe Anhang B). Eine erfolgreiche Dispersion wird dann erreicht, wenn die Schüttelbewegung der Platte vertikal von hinten nach vorn mit einer Vibrationsamplitude von mindestens 32 mm und einer Frequenz von 660 Hz erfolgt.

Wichtige Aspekte sind:

- die Hinzugabe von Mahlkugeln in hoher Anzahl;
- die Grenzen der Teilchendisersion: Agglomerate/Aggregate < 100 µm in einer Flüssigkeit (viskoses Medium);
- die Bewegung der Mahlkugeln mittels einer sich drehenden, schleudernden und/oder zweidimensionalen Vibrationsbewegung des Behälters/Gefäßes;
- die beim Hindurchdrücken der Flüssigkeit zwischen den aufeinanderprallenden Mahlkugeln und durch Impulswechsel durch Kollisionen von Agglomeraten mit den Mahlkugeln auf die Agglomerate aufgetragenen Scher- und Dehnspannungen [12] [13].

5 Grundsätze der sedimentationsbasierten Verfahren für die Teilchengrößenanalyse

5.1 Sedimentationsanalyse nach Stokes

Für alle in diesem Dokument angeführten sedimentationsbasierten Verfahren zur Teilchengrößenbestimmung wird die Sedimentationsanalyse von Dispersionen nach Stokes angewendet. ISO 13318-1:2001, 4.1, beschreibt ausführlich das allgemeine Verfahren und die Berechnungen, die zum Bestimmen der Teilchengrößenverteilung von dispergierten Teilchen angewendet werden.

5.2 Scheibenzentrifugen

Die Teilchen setzen sich in einer optisch klaren, sich drehenden Scheibe ab. Wenn sich die Teilchen dem äußeren Rand der sich drehenden Scheibe nähern, blocken/streuen sie einen Teil eines Licht- oder Röntgenstrahls, der durch die Scheibe gesendet wird. Die Veränderung der Lichtintensität muss ununterbrochen aufgezeichnet werden und mit Hilfe der Betriebssoftware nach ISO 13318-1 in eine Teilchengrößenverteilung umgerechnet werden.

Statt der Bestimmung der lokalen Teilchenkonzentration durch optische Trübung muss bei bestimmten Messgeräten die Röntgenstrahlenabsorption nach ISO 13318-3 angewendet werden, deren Vorteil in der direkten Abhängigkeit von der Teilchenmasse besteht.

5.3 Küvettenzentrifugen

Eine Küvettenzentrifuge ist eine spezielle Zentrifuge für Analysezwecke, die die Teilchenkonzentration an einer oder mehreren radialen Positionen in der sich drehenden Sedimentationsküvette unmittelbar misst.

Die räumlich und zeitlich aufgelöste Extinktion des ausgesendeten Lichtes über die gesamte Länge der Probe beispielsweise ermöglicht die Analyse der Verteilung der Teilchen- und Tröpfchengeschwindigkeit bei Aufräumungs- und Sedimentationserscheinungen, ohne dass Daten zum Material benötigt werden. Darüber hinaus wird mit diesem Verfahren auch die Teilchengrößenbestimmung nach ISO 13318-2 durchgeführt.

Die Zentrifugalgeschwindigkeit dieser Messgeräte liegt üblicherweise zwischen 50 min^{-1} und $60\,000 \text{ min}^{-1}$. Messgeräte mit einer Zentrifugalgeschwindigkeit von weniger als $10\,000 \text{ min}^{-1}$ werden üblicherweise als Küvettenzentrifugen bezeichnet. Geräte, die eine Drehgeschwindigkeit von mehr als $10\,000 \text{ min}^{-1}$ erreichen

können, werden als Ultrazentrifugen bezeichnet. Bei Zentrifugalgeschwindigkeiten von mehr als $6\,000\text{ min}^{-1}$ ist die Bestimmung der Teilchengröße auf $1\text{ }\mu\text{m}$ oder weniger beschränkt.

5.4 Sedimentationsverfahren im Schwerefeld

Die Schwerefeld-Sedimentation in Flüssigkeiten muss unter Anwendung von vier unterschiedlichen Verfahren umgesetzt werden: Pipett-Verfahren nach ISO 13317-2, Röntgenverfahren im Schwerefeld nach ISO 13317-3, Nullmethode nach ISO 13317-4 und Photosedimentation im Schwerefeld.

Bei der Nullmethode sowie dem Pipett-Verfahren nach ISO 13317-2 ist auf Grund der Beschränkungen der angewendeten Detektionsmechanismen eine Auflösung von unter $1\text{ }\mu\text{m}$ von entscheidender Bedeutung. Die Röntgensedimentation ist jedoch von der Vibrationsisolation und der Detektorqualität abhängig. Sie können ähnlich wie die Photosedimentation eine Auflösung von 100 nm umsetzen.

Deshalb ist in diesem Dokument lediglich die Röntgensedimentation in Flüssigkeiten nach ISO 13317-1 und ISO 13317-3 enthalten.

Die Konzentration einer dispergierten Probe wird durch Dämpfung eines Röntgenstrahls gemessen. Ein stabiles, schmales, monochromatisches, kollimiertes Röntgenstrahlenbündel durchquert eine Suspension der Probe und wird in einem bekannten Abstand von der Oberfläche der Probenzelle detektiert. Die Probenzelle ist während der Dauer der Analyse vollständig mit der Probensuspension gefüllt. Die Sedimentationshöhe, bei der die Teilchenkonzentration bestimmt wird, darf während der Analyse verringert werden, um eine schnellere Analyse im Vergleich zu einer Analyse, bei der jegliche Messungen auf derselben Höhe vorgenommen werden, zu erreichen. Die bei einer bestimmten Sedimentationshöhe vorliegende Summe des prozentualen Massenanteils der Probe wird kontinuierlich bestimmt. Die Dämpfung des Röntgenstrahls auf der bekannten Höhe wird mit der Dämpfung in der Suspensionsflüssigkeit sowie mit der Dämpfung in der homogen dispergierten Probe in der Flüssigkeit verglichen. Die Dämpfung des durchtretenden Röntgenstrahlenbündels ist proportional zu der Masse des Pulvers in dem Strahlenbündel.

5.5 Zentrifugales Feld-Fluss-Fraktionierungsverfahren

Die Feld-Fluss-Fraktionierung ist ein strömungsbasiertes Trennverfahren. Die zentrifugale Feld-Fluss-Fraktionierung (CF3, en: centrifugal field-flow fractionation) ist ein Trennverfahren, bei dem senkrecht zu einem Kanal mit rundem Querschnitt ein Zentrifugalfeld erzeugt wird, das sich um seine Achse dreht, um die Trennung der Teilchengrößen innerhalb der Grenzwerte von 10 nm und $50\text{ }\mu\text{m}$ zu erreichen. Bei diesem Verfahren hängt die Trennung von einer Kombination aus Größe und effektiver Teilchendichte ab, was bedeutet, dass der anwendbare Größenbereich von der effektiven Teilchendichte abhängt und durch diese begrenzt ist. Bei CF3 strömen die mobile Phase und der Analyt längs durch den Kanal. Der Kanal ist so ausgeführt, dass entlang seiner Länge die Trennung der Probenbestandteile erfolgt, wodurch es zu unterschiedlichen Zeitpunkten zur Elution der Bestandteile kommt. Der Kanal ist mit seinem großen Längenverhältnis so ausgeführt, dass er unter üblichen Betriebsbedingungen eine parabolische oder annähernd parabolische laminare Strömung zwischen zwei unendlichen Ebenen erzeugt. Die Fraktionierung wird auf der Grundlage des Strömungsgeschwindigkeitsprofils während der Durchströmung des Kanals erreicht, nach der die mobile Phase, die abgetrennte Bestandteile enthält, in Detektoren in der Strömungslinie und/oder einen Fraktionssammler für die Analyse außerhalb der Linie austritt. Zu den üblichen für die Analyse von Pigmenten und Füllstoffen verwendeten Detektoren zählen u. a. Absorptionsdetektoren für ultraviolettes und sichtbares Licht (UV/Vis), Fluoreszenzdetektoren, Mehrwinkellichtstreuungsdetektoren (MALS, en: multi-angle light scattering), dynamische Lichtstreuungsdetektoren (DLS) und Elementdetektoren wie das Massenspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS). Die kombinierte Analyse der Detektoren zur Größenbestimmung und Konzentrationsbewertung sowie die Analyse zur Größenbestimmung wurden unter Anwendung dieses Verfahrens nach ISO/TS 21362 durchgeführt.

6 Prüfgeräte

Es werden die üblichen Laborgeräte zusammen mit Folgendem verwendet:

6.1 Gerät für die Ultraschalldispersion

6.1.1 Ultraschallgerät mit Sonde, mit einer Leistung von mindestens 100 W und einer Frequenz von 10 kHz bis 100 kHz.

Diese Art Ultraschallgerät hat sich als wirksames Mittel zum Dispergieren von Teilchenmaterial in flüssigen Dispersionen von Agglomeraten zu diskreten Primärteilchen oder/und Aggregaten erwiesen. Die Temperatur der Dispersion während der Beschallung sollte möglichst niedrig, etwa um die Raumtemperatur, gehalten werden, um die Bedingungen für hinreichend stabile Dispergiermittel zu erhalten.

6.1.2 Ultraschallbad, mit einer Leistung von mindestens 50 W und einer Frequenz von 10 kHz bis 100 kHz.

6.2 Gerät für die Dispergierung durch Nassmahlen

Das Gerät zum Nassmahlen ist so ausgeführt, dass es das einem Druck von höchstens 245 MPa ausgesetzte Material dispergiert, zerkleinert und emulgiert und dessen Oberfläche verändert [14] [15]. Dieses Gerät besteht aus unterschiedlichen Bauteilen, die jeweils einen Hochspannungsbereich und Ultrahochdruckbereich enthalten. In der Nassstrahlmühle wird die von dem Druckverstärker dem Druck ausgesetzte Pulversuspension in die Kammer des Gerätes geleitet und durch die Düse in der Kammer beschleunigt, sodass die Dispersionen miteinander kollidieren, um die Mikronisierung zu erreichen. Der maximale Strahldruck hängt von dem Durchmesser der Düse ab. Die typischen Werte des Düsendurchmessers liegen zwischen 0,05 mm und 0,15 mm. Um zu verhindern, dass die Düse verstopft, können Materialien mit einem Teilchendurchmesser, der kleiner ist als der Düsendurchmesser, verwendet werden. Es wird empfohlen, dass der maximale Teilchendurchmesser kleiner ist als die Hälfte des Düsendurchmessers. Das Gerät sollte mit einem Leckagesensor ausgestattet sein. Wenn ein Austreten von Flüssigkeit aus dem Hochdruckzylinder festgestellt wird, unterbricht das Gerät den Mahlvorgang. Die typische zu verarbeitende Menge beträgt etwa 0,1 l/min und die verwendbaren Lösemittel für dieses System sind sowohl organische als auch wässrige Lösemittel. Es wird jedoch empfohlen, grundsätzlich Wasser als Lösemittel zu verwenden; die Verwendung organischer Lösemittel wie Aceton, Alkohol oder Säure kann sich auf die Dichtungen der Nassstrahlmühle auswirken.

WARNUNG — Ein Nichtbeachten der Sicherheitsmaßnahmen sowie eine unsachgemäße Bedienung oder ein unsachgemäßer Betrieb können schwere oder kleinere Verletzungen sowie auch Beschädigungen des Gerätes oder anderen Gegenständen zur Folge haben.

WARNUNG — Das Gerät nicht oberhalb der Siedetemperatur des Lösemittels betreiben. Ein plötzliches Abblasen des Materials oder Lösemittels auf Grund von unter hohem Druck stehendem Dampf als Folge von Stoßeinwirkung oder Beschädigungen des Gerätes kann Verletzungen verursachen.

Siehe Anhang D für ein Beispiel für ein detailliertes Verfahren der Dispergierung durch Nassmahlen sowie eine ausführliche Beschreibung der Energieabschätzung.

6.3 Schüttelgerät für die Dispergierung, wie der Disperser DAS¹.

6.4 Analysenwaage, mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg.

6.5 Becherglas, passend zur Größe des Schallgerätes, 50 cm³ bis 300 cm³, hohe Form.

6.6 Magnetrührer mit Rührstab

6.7 Spritzen, 1 cm³, 2 cm³, 10 cm³ und 20 cm³ oder besser entsprechende Pipetten.

6.8 Gekühltes Bad

6.9 Detektionssysteme zur Teilchengrößenmessung für die Sedimentation in Flüssigkeiten

1 Disperser DAS ist ein Beispiel für ein geeignetes im Handel erhältliches Produkt. Diese Angabe dient zur Unterrichtung der Personen, die dieses Dokument anwenden, und bedeutet keine Anerkennung des genannten Produkts durch ISO.

Tabelle 1 und Tabelle 2 enthalten Beispiele für zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses Dokumentes erhältliche Messgeräte für die Sedimentation in Flüssigkeiten.

Tabelle 1 — Beispiele für gegenwärtig erhältliche Messgeräte

Art	Photozentrifuge		Röntgen- zentrifuge		Analytische Ultrazentrifuge
	Scheiben- zentrifuge	Küvetten- zentrifuge	Scheiben- zentrifuge		Küvetten- zentrifuge
Wellenlänge	405 nm oder 470 nm oder 650 nm	Mehrere Wellenlängen 405 nm bis 870 nm	Vom Gerätehersteller bereitstellende Daten		Optisch Mehrere Wellenlängen oder Xenonlicht
Beschleunigungs- bereich am Boden Nicht bevorzugt: Drehzahl	600 min ⁻¹ bis 24 000 min ⁻¹	500 min ⁻¹ bis 4 000 min ⁻¹ 5-fache bis 2 300-fache Erd- beschleunigung (am Boden der Zelle)	600 min ⁻¹ bis 18 000 min ⁻¹		(Mitte der Zelle) 1 000 min ⁻¹ bis 60 000 min ⁻¹
Art der Detektion	Licht-Extinktion in Abhängigkeit von der Zeit	Licht-Extinktion in Abhängigkeit von der Zeit und Lage	Röntgenstrah- len-Extinktion in Abhängigkeit von der Zeit		Licht-Extinktion oder Brechzahl in Abhängigkeit von der Zeit
Probenvolumen	100 µl bis 400 µl	100 µl bis 2 000 µl	100 µl bis 400 µl		350 µl bis 400 µl
Typische Proben- konzentration (Volumenanteil)	0,01 % bis 10 % (Volumenanteil)	0,01 % bis 20 % (Volumenanteil)	0,1 % bis 30 %		0,01 % bis 1 % (Massenanteil)
Volumen der Spinflüssigkeit	10 ml bis 20 ml	—	10 ml bis 40 ml		—
Anzahl der Prüfmuster	1	bis 12	1		bis 14
Probenbehälter	Scheibenrotor	Einwegzellen oder wieder- verwendbare Zellen	Scheibenrotor		Wieder- verwendbare Zellen
Temperatur- regelung	Nein	4 °C bis 60 °C (±0,5 °C)	Nein		0 °C bis 40 °C (±0,5 °C)
Bereich der Partikelgröße	5 µm bis 50 nm	500 µm bis 50 nm	5 µm bis 50 nm		800 nm bis 2 nm

Tabelle 2 — Beispiele für gegenwärtig erhältliche Messgeräte

Art	Küvetten-sedimentation mit Röntgenstrahlen – bewegliche Küvette	Sedimentation mit Nullmethode	Küvetten-sedimentation mit Röntgenstrahlen	CF3
Prüfverfahren nach	ISO 13317-3	ISO 13317-4	ISO 13317-3	ISO/TS 21362
Wellenlänge/ Anregungsenergie	0,138 nm / 1,442 · 10 ⁻¹⁵ J (9 keV)		0,071 nm / 2,801 · 10 ⁻¹⁵ J (17,48 keV)	Optisch Mehrere Wellenlängen verfügbar
Beschleunigungsbereich am Boden Nicht bevorzugt: Drehzahl	—	—	—	0 min ⁻¹ bis 12 000 min ⁻¹
Art der Detektion	Röntgenstrahlen-Extinktion in Abhängigkeit von der Zeit	Rechnerische Detektion unter Verwendung einer handelsüblichen Waage	Röntgenstrahlen-Extinktion in Abhängigkeit von der Zeit und Lage mit STEP-Technologie (STEP: orts- und zeitaufgelöste Extinktionsprofile (en: space- and time-resolved extinction profiles))	Lichtstreuung UV/Vis-Absorption Brechzahl Fluoreszenz ICP-MS
Probenvolumen	80 ml	1 l	0,2 ml bis 1,6 ml	20 µl bis 100 µl
Mindeste Probenkonzentration als Massen- oder Volumenanteil	2,5 %, abhängig von der Massendichte	2,5 %, abhängig von der Dichte	2 %, abhängig von der Massendichte	Abhängig von den Proben
Anzahl der Proben	1	1	1	1
Probenbehälter	Becherglas	Glaszylinder	Küvette, unterschiedliche Materialien	Strömungskanal
Temperaturregelung	Ja	Nein	Nein	Nein
Bereich der Partikelgröße	1 mm bis 100 nm	1 mm bis 5 µm	1 mm bis 200 nm	40 µm bis 10 nm

7 Einstellungen für die Dispergierung

7.1 Ultraschalldispergiervverfahren mit Ultraschallgerät mit Sonde

Ultraschallquellen ohne Sonde werden nicht empfohlen und können auf Grund der grundsätzlichen Schwierigkeiten bei der Kalibrierung der Energiezufuhr zu falschen Ergebnissen führen.

Das übliche Verfahren ist folgendes:

- das Becherglas je nach dessen Größe mit einer entsprechenden Masse an Wasser füllen;
- das Becherglas in den Isolierschaum stellen;
- die Ultraschallsonde und das Thermometer mit kurzer Ansprechzeit in das Wasser einführen;
- die Sonde sollte bis in die Tiefe eingetaucht werden, in der später die Dispergierung stattfindet;
- so lange warten, bis sich das thermische Gleichgewicht eingestellt hat;
- die Anfangstemperatur sollte in einem kleinen festgelegten Bereich liegen (z. B. zwischen 20 °C und 25 °C);
- den Ultraschallvorgang beginnen.

Es ist wichtig, die Temperatur konstant zu halten. Eine Kühlung wird empfohlen.

Es ist wichtig, die richtige Energiedichte anzuwenden, um die Teilchenprobe aufzuschließen. Bei einer zu niedrigen Einstellung der Energiedichte können Agglomerate zurückbleiben. Wenn die Energiedichte zu hoch ist, kann es zur Zerstörung des piezokeramischen Schallelementes und Kontamination der Dispersion mit Nanoteilchen kommen. Ferner kann es zur Zerstörung des Teilchenmaterials kommen, wenn zu hohe Energien genutzt werden. In einigen Fällen kann das behandelte Material seine Pigment- oder Füllstoffeigenschaften verlieren, wenn die eingesetzte Energiedichte zu hoch ist.

Die Abschätzung des Energieeinsatzes muss nach Anhang A berechnet werden.

7.2 Ultraschalldispergierverfahren mit Schallbad

Es ist wichtig, die richtige Energiedichte anzuwenden, um die Teilchenprobe aufzuschließen. Bei einer zu niedrigen Einstellung der Energie können Agglomerate zurückbleiben. Ferner kann es zur Zerstörung des Teilchenmaterials kommen, wenn zu hohe Energien genutzt werden. In einigen Fällen kann das behandelte Material bei einer zu hohen eingesetzten Energie seine Pigment- oder Füllstoffeigenschaften verlieren.

Die Abschätzung der Energiedichte ähnlich zu dem im Anhang A festgelegten Verfahren für Ultraschallgeräte mit Sonde durchführen. Die Erwärmung des gesamten Bades gemeinsam mit dem Becherglas berücksichtigen. Bei schwachen Ultraschallgeräten die Beschallungsdauer verlängern, bis Temperaturänderungen messbar sind.

Das Verfahren ist dem Verfahren der Ultraschalldispersion mit Hilfe eines Ultraschallgerätes mit Sonde (7.1) ähnlich, mit der Ausnahme, dass das Becherglas in ein Ultraschallbad gestellt wird:

- je nach Art des Pigments oder Füllstoffs 0,1 % bis 1,0 % (Massenanteil) in ein hohes Becherglas mit einem Volumen von 50 cm³ bis 300 cm³, das von der Größe des Ultraschallbades abhängig ist, einwiegen;
- das Becherglas je nach Größe des Becherglases mit einer entsprechenden Masse an Wasser füllen;
- das Becherglas in ein gekühltes Bad stellen, um eine Erwärmung auf über 40 °C zu verhindern. Der obere Grenzwert der Temperatur muss in Abhängigkeit von den Pigment- oder Füllstoffarten festgelegt werden;
- auf das thermische Gleichgewicht warten;
- die Anfangstemperatur sollte in einem kleinen festgelegten Bereich liegen (z. B. zwischen 20 °C und 25 °C);
- den Ultraschallvorgang beginnen.