

DIN ISO 13320



ICS 19.120

Einsprüche bis 2022-06-15

Entwurf**Partikelgrößenanalyse –
Laserbeugungsverfahren (ISO 13320:2020);
Text Deutsch und Englisch**

Particle size analysis –
Laser diffraction methods (ISO 13320:2020);
Text in German and English

Analyse granulométrique –
Méthodes par diffraction laser (ISO 13320:2020);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-04-15 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 nabau@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 Bauwesen (NABau), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 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 133 Seiten

DIN-Normenausschuss Bauwesen (NABau)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	5
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	6
Vorwort	7
Einleitung	8
1 Anwendungsbereich	9
2 Normative Verweisungen	9
3 Begriffe und Symbole	9
3.1 Begriffe	9
3.2 Symbole	15
4 Kurzbeschreibung	16
4.1 Allgemeines	16
4.2 Theorie	17
4.3 Typisches Gerät und optische Anordnung	17
4.4 Messzone	20
4.5 Anwendung und Probenpräsentation	20
4.6 Off-line-Messungen	20
4.7 In-line-Messungen	21
4.8 On-line-Messungen	21
4.9 At-line-Messungen	21
4.10 Streuung und Detektoren	21
5 Betriebsanforderungen und -abläufe	22
5.1 Gerätestandort	22
5.2 Dispergiertgas	22
5.3 Dispergierflüssigkeiten	22
5.4 Überprüfung, Vorbereitung, Dispergierung und Konzentration der Probe	22
5.4.1 Überprüfung der Probe	22
5.4.2 Vorbereitung	23
5.4.3 Dispergierung	23
5.4.4 Konzentration	23
5.5 Messung	24
5.5.1 Aufstellen des Gerätes und Blindwertmessung	24
5.5.2 Probenvorbereitung	25
5.5.3 Datenerfassung des Streumusters	25
5.5.4 Auswahl eines geeigneten optischen Modells	25
5.5.5 Umrechnung des Streumusters in die Partikelgrößenverteilung	25
5.5.6 Robustheit	26
5.6 Auflösung und Empfindlichkeit	26
5.6.1 Allgemeines	26
5.6.2 Auflösung	26
5.6.3 Empfindlichkeit und Variabilität des Ergebnisses	27
6 Genauigkeit, Wiederholpräzision und Gerätequalifizierung	27
6.1 Allgemeines	27
6.2 Genauigkeit	28
6.2.1 Einleitung	28
6.2.2 Genauigkeitsprüfung	28
6.3 Wiederholpräzision des Gerätes	29
6.3.1 Einleitung	29
6.3.2 Prüfung der Wiederholpräzision	29
6.4 Wiederholpräzision des Verfahrens	29
6.4.1 Einleitung	29
6.4.2 Prüfung der Wiederholpräzision des Verfahrens	29

6.5	Genauigkeit unter Zwischenbedingungen der Präzision	30
6.5.1	Allgemeines	30
6.5.2	Zwischenbedingungen der Präzision (allgemeine Prüfung)	30
7	Angabe der Ergebnisse im Bericht	31
7.1	Allgemeines	31
7.2	Probe	31
7.3	Dispergierung	31
7.4	Laserbeugungsmessung	32
7.5	Identifizierung des Analyselabors:	32
Anhang A (informativ) Theoretischer Hintergrund der Laserbeugung		33
A.1	Einleitung	33
A.2	Extinktion	34
A.3	Streuung	35
A.4	Lichtstreuungstheorien	35
A.5	Auswahl des Modells	37
A.6	Wellenlängenabhängigkeit und Polarisationsunterschied	44
A.7	Streumuster für Partikelgrößenverteilungen	46
A.8	Konzentration	47
A.9	Datenanalyse	49
A.10	Partikelform	49
Anhang B (informativ) Empfehlungen für Dispergierflüssigkeiten		51
Anhang C (informativ) Dispergierv Verfahren — Empfehlungen		52
C.1	Dispergierung in Gas	52
C.2	Dispergierung in flüssigen Medien	53
Anhang D (informativ) Gerätevorbereitung — Empfehlungen		54
D.1	Warmlaufen	54
D.2	Zustandsprüfung	54
D.3	Arbeitsbereich	54
D.4	Qualifizierung	54
D.5	Nassdispergierung	54
D.6	Trockendispergierung	54
D.7	Sprühnebel	55
D.8	Optisches Modell	55
Anhang E (informativ) Fehlerquellen und -diagnose		56
E.1	Probenahme und Probenvorbereitung	56
E.2	Fehler und systematische Abweichung von Quellen in Verbindung mit Partikeleigenschaften	56
E.3	Fehler durch das Verfahren	57
E.4	Fehlerdiagnose	57
Anhang F (informativ) Brechungsindex — Empfehlungen		59
F.1	Allgemeines	59
F.2	Referenzquellen für den Realteil des Brechungsindex n_p	59
F.3	Imaginärteil des Brechungsindex	60
F.4	Verfahren zur Abschätzung des Brechungsindex von Stoffgemischen	60
Anhang G (informativ) Robustheit und Stabilität der Laserbeugung		61
G.1	Robustheit	61
G.2	Stabilität	61
G.3	Untersuchung von Parametern	61
Anhang H (normativ) Zertifizierte Referenzmaterialien, Referenzmaterialien und Vergleichsparameter		65
H.1	Allgemeines	65
H.2	Allgemeine Anforderungen an Referenzmaterialien, die für Laserbeugung geeignet sind	66
H.2.1	Allgemeines	66
H.2.2	Breite der Größenverteilung	66
H.2.3	Seitenverhältnis, Form	66
H.2.4	Optische Eigenschaften, Brechungsindex	66
H.2.5	Rohdichte (Nassanwendung)	66

H.2.6	Stabilität (chemisch/mechanisch/Langzeit)	66
H.2.7	Dispergierbarkeit (Nassanwendung)	66
H.2.8	Dispergierbarkeit (Trockenanwendung)	66
H.2.9	Menge, Probenahme, Probenteilung	67
H.2.10	Dokumentation, Protokoll	67
H.2.11	Erforderliche Eigenschaftswerte	67
H.3	Verfahren zur Erzeugung weiterer rückführbarer Referenzeigenschaften für kugelförmige und nicht kugelförmige Referenzmaterialien unter Anwendung von Laserbeugungsgeräten	67
	Literaturhinweise	68

Bilder

Bild 1	— Optische Fourier-Anordnung	18
Bild 2	— Optische Fourier-Anordnung — Streuwinkel	18
Bild 3	— Umgekehrte optische Fourier-Anordnung	19
Bild 4	— Umgekehrte optische Fourier-Anordnung — Streuwinkel	19
Bild A.1	— Lichtstreuemuster für eine 5 µm-Kugel in Wasser	33
Bild A.2	— Extinktionseffizienzen im Verhältnis zur Partikelgröße und zum Brechungsindex (Mie-Modell, absorbierend)	38
Bild A.3	— Extinktionseffizienzen im Verhältnis zur Partikelgröße und zum Brechungsindex (Mie-Modell, transparent)	39
Bild A.4	— Vergleich der Streumuster absorbierender und nicht-absorbierender Partikel nach dem Fraunhofer- und dem Mie-Modell	40
Bild A.5	— Streuintensitätsmuster für einzelne Partikel im Verhältnis zur Größe (Mie-Modell)	41
Bild A.6	— Lichtintensitäts-Streumuster für gleiche Partikelvolumina im Verhältnis zur Größe (Mie-Modell)	42
Bild A.7	— Streumuster bei einer optimalen Detektorkonfiguration gegenüber der Partikelgröße für gleiche Volumina von Partikeln (Mie-Modell)	43
Bild A.8	— Streumuster bei einer optimalen Detektorkonfiguration gegenüber der Partikelgröße für gleiche Volumina von Partikeln (Fraunhofer-Modell)	44
Bild A.9	— Wellenlängenabhängigkeit der Extinktion bei gleichen Volumina verschiedener Partikelgrößen in Wasser	45
Bild A.10	— Polarisationsunterschied, aufgetragen gegenüber dem Streuwinkel. Partikelgröße von gleichem Volumen, für Licht mit Wellenlängen von a) 450 nm und b) 633 nm	46
Bild A.11	— Einfluss der Breite der Größenverteilung auf das Streumuster (log-normalverteilte Größenverteilungen um x_{50} von 10 µm)	47
Bild A.12	— Zusammenhang zwischen Partikelgröße und Konzentration und deren Einfluss auf die Abschattung (Mie-Berechnung)	48
Bild A.13	— Kreisförmige, rechteckige und unregelmäßige Partikel und deren Streumuster (simulierte Bilder)	50
Bild C.1	— Prozesse, die an der Trockendispergierung von Pulvern beteiligt sind	53
Bild G.1	— Risikofaktor für das Nassdispergierungsverfahren	62
Bild G.2	— Risikobewertung für Trockendispergierungsverfahren	63
Bild G.3	— Risikobewertung für Sprühnebel-Verfahren	63

Tabellen

Tabelle 1	— Parameter für die Berechnung der Grenزابweichungen	28
-----------	--	----

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 13320:2020, die vom Technischen Komitee ISO/TC 24 „Particle characterization including sieving“, Unterkomitee SC 4 „Particle characterization“ erarbeitet wurde, dessen Sekretariat von BSI (Vereinigtes Königreich) gehalten wird.

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

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:

IEC 60825-1	siehe	DIN EN 60825-1(VDE 0837-1)
ISO 3534-2	siehe	DIN ISO 3534-2
ISO 8130-13	siehe	DIN EN ISO 8130-13
ISO 9276-1	siehe	DIN ISO 9276-1
ISO 9276-2	siehe	DIN ISO 9276-2
ISO 14887	siehe	DIN ISO 14887
ISO 17034	siehe	DIN EN ISO 17034
ISO 80000-7	siehe	DIN EN ISO 80000-7
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025

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 EN 60825-1(VDE 0837-1), *Sicherheit von Lasereinrichtungen — Teil 1: Klassifizierung von Anlagen und Anforderungen*

DIN EN ISO 8130-13, *Pulverlacke — Teil 13: Teilchengrößenanalyse durch Laserbeugung*

DIN EN ISO 17034, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Referenzmaterialherstellern*

DIN EN ISO 80000-7, *Größen und Einheiten — Teil 7: Licht*

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

DIN ISO 3534-2, *Statistik — Begriffe und Formelzeichen — Teil 2: Angewandte Statistik*

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

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-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.

Für eine Erläuterung 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 24, *Particle characterization including sieving*, Unterkomitee SC 4, *Particle characterization* erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 13320:2009), die technisch überarbeitet wurde. Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- a) Protokolle für die Beurteilung der Genauigkeit und Qualifizierung von Geräten wurden neu entwickelt;
- b) neuer Anhang H (normativ) zur Nutzung von Referenzmaterialien wurde hinzugefügt;
- c) neue Beschreibungen für breitere Anwendungen, wie beispielsweise Off-line-, On-line-, In-line- und At-line-Anwendungen, wurden hinzugefügt;
- d) einige informative Teile wurden in neue Anhänge verschoben;
- e) geringfügige Überarbeitungen und Aktualisierungen wurden im gesamten Dokument vorgenommen.

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.

Einleitung

Das Laserbeugungsverfahren hat sich so weiterentwickelt, dass es zu einem vorherrschenden Verfahren für die Ermittlung von Partikelgrößenverteilungen (PSDs, en: particle size distributions) geworden ist. Der Erfolg des Verfahrens beruht auf der Tatsache, dass es bei einer Vielzahl von Partikelsystemen angewendet werden kann. Das Verfahren ist schnell und kann automatisiert werden, und es steht eine Vielzahl handelsüblicher Geräte zur Verfügung. Für die ordnungsgemäße Verwendung des Gerätes und die Auswertung der Ergebnisse ist dennoch die nötige Vorsicht gefordert.

Seit der ersten Veröffentlichung von ISO 13320-1:1999 hat das Verständnis der Lichtstreuung an verschiedenen Materialien und die Gestaltung von Geräten erhebliche Fortschritte gemacht. Dies zeigt sich insbesondere in der Fähigkeit, sehr feine Partikel zu messen. Daher wurde die Norm im Jahr 2009 durch die erste Ausgabe von ISO 13320 ersetzt; seitdem wurde das enthaltene Verfahren für ein vielfältigeres Anwendungsspektrum weiterentwickelt. Darüber hinaus sind in letzter Zeit nicht nur die Anforderungen an die Festlegung der Messgenauigkeit gestiegen, sondern auch bezüglich der Notwendigkeit einer Beurteilung der Genauigkeit und der Qualifizierung der Geräte durch die Anwender. Daher berücksichtigt das vorliegende Dokument die jüngsten Erkenntnisfortschritte.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument stellt eine Leitlinie für die Gerätequalifizierung und die Messung der Größenverteilung von Partikeln in vielen Zweiphasensystemen (z. B. Pulver, Sprühnebel, Aerosole, Suspensionen, Emulsionen und Gasblasen in Flüssigkeiten) durch die Analyse von deren lichtstreuenden Eigenschaften bereit. Die besonderen Anforderungen an die Partikelgrößenmessung spezifischer Materialien werden nicht behandelt.

Dieses Dokument ist für Partikelgrößen im Bereich von etwa 0,1 µm bis 3 mm anwendbar. Mit besonderer Geräteausstattung und unter besonderen Bedingungen kann der anwendbare Größenbereich auf über 3 mm und unter 0,1 µm ausgedehnt werden.

Bei kugelförmigen und nicht kugelförmigen Partikeln wird eine Größenverteilung angegeben, bei der das vorhergesagte Streumuster für die volumetrische Summe von kugelförmigen Partikeln dem gemessenen Streumuster entspricht. Dies ist dadurch bedingt, dass das Verfahren in seinem optischen Modell von einer kugelförmigen Partikelform ausgeht. Bei nicht kugelförmigen Partikeln unterscheidet sich die resultierende Partikelgrößenverteilung von der auf anderen physikalischen (Mess-)Prinzipien (z. B. Sedimentation, Sieben) basierenden Verfahren.

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 und Symbole

3.1 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 <http://www.electropedia.org/>

3.1.1

Absorption

Abschwächung der Intensität eines Lichtstrahls, die nicht auf Streuung zurückzuführen ist

3.1.2

Genauigkeit

Grad der Übereinstimmung zwischen einem Ermittlungsergebnis oder einem Messergebnis und dem wahren Wert

Anmerkung 1 zum Begriff: In der Praxis wird der wahre Wert durch den akzeptierten Bezugswert ersetzt.

Anmerkung 2 zum Begriff: Wenn der Ausdruck „Genauigkeit“ angewendet wird auf eine Reihe von Ermittlungsergebnissen oder Messergebnissen, umfasst er eine Kombination aus zufälligen Komponenten und einer Komponente für den gewöhnlichen systematischen Fehler oder die systematische Abweichung.

Anmerkung 3 zum Begriff: Genauigkeit bezieht sich auf eine Kombination aus Richtigkeit und Präzision.

[QUELLE: ISO 3534-2:2006, 3.3.1]

3.1.3

Seitenverhältnis

Verhältnis des kleinsten zum größten Feret-Durchmesser

Anmerkung 1 zum Begriff: Für nicht sehr gestreckte Partikel.

[QUELLE: ISO 26824:2013, 4.5]

3.1.4

zertifiziertes Referenzmaterial

CRM, en: certified reference material

Referenzmaterial (3.1.16), charakterisiert durch ein messtechnisch gültiges Verfahren für eine oder mehrere festgelegte Eigenschaften, versehen mit einem Referenzmaterial-Zertifikat, das den Wert für die festgelegte Eigenschaft, die zugeordnete Unsicherheit und eine Aussage zur messtechnischen Rückverfolgbarkeit angibt

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Konzept des Wertes umfasst eine nominale Eigenschaft oder ein qualitatives Attribut, wie eine Identität oder eine Reihenfolge. Unsicherheiten in Bezug auf solche Attribute können als Wahrscheinlichkeiten oder als Vertrauensniveaus angegeben werden.

Anmerkung 2 zum Begriff: Messtechnisch gültige Verfahren für die Herstellung und Zertifizierung von Referenzmaterialien werden unter anderem in ISO 17034 und ISO Guide 35 aufgeführt.

Anmerkung 3 zum Begriff: ISO Guide 31 gibt eine Anleitung zum Inhalt von Referenzmaterial-Zertifikaten.

Anmerkung 4 zum Begriff: ISO/IEC Guide 99:2007, 5.14 enthält eine analoge Definition.

[QUELLE: ISO Guide 35:2017, 3.2]

3.1.5

komplexer Brechungsindex

$\underline{n}_p$
Brechungsindex eines Partikels, bestehend aus einem Real- und einem Imaginär-(Absorptions-)teil

Anmerkung 1 zum Begriff: Der komplexe Brechungsindex eines Partikels kann mathematisch wie folgt angegeben werden:

$$\underline{n}_p = n_p - ik_p$$

Dabei ist

i die Quadratwurzel von -1 ;

k_p der positive Imaginär-(Absorptions-)teil des Brechungsindex eines Partikels;

n_p der positive Realteil des Brechungsindex eines Partikels.

Anmerkung 2 zum Begriff: Im Gegensatz zu ISO 80000-7 folgt dieses Dokument der Konvention, den Imaginärteil des Brechungsindex mit einem Minuszeichen zu versehen.

3.1.6

Entfaltung

<Laserbeugung> mathematisches Verfahren, mit dem die Größenverteilung eines Partikelsystems aus Messungen von dessen Streumuster abgeleitet wird

3.1.7

Beugung

<Partikelgrößenanalyse> Lichtstreuung um die Kontur eines Partikels, beobachtet in einem deutlichen Abstand (im „Fernfeld“)

3.1.8

äquivalenter Kugeldurchmesser

<Laserbeugung> ausgewiesene Partikelgröße, die sich auf eine Verteilung kugelförmiger Partikel bezieht, welche ein Streumuster erzeugt, das der bei der Messung beobachteten Lichtstreuungsverteilung entspricht

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Streumuster der kugelförmigen Partikel wird nach einem optischen Modell berechnet.

3.1.9

Extinktion

<Partikelgrößenanalyse> Schwächung eines Lichtstrahls beim Durchgang durch ein Medium aufgrund von Absorption und Streuung

3.1.10

Präzision unter Zwischenbedingungen

<Laserbeugung> Genauigkeit und Präzision unter *Zwischenbedingungen der Präzision* (3.1.11)

[QUELLE: ISO 3534-2:2006, 3.3.15, modifiziert– Anwendungsgebiet <Laserbeugung> wurde hinzugefügt.]

3.1.11

Zwischenbedingungen der Präzision

<Laserbeugung> Bedingungen, bei denen Ermittlungs- oder Messergebnisse bei verschiedenen Laserbeugungsgeräten und mit verschiedenen Bedienern erhalten werden, die das gleiche vorgeschriebene Verfahren anwenden

Anmerkung 1 zum Begriff: Es gibt vier Elemente der Betriebsbedingungen: Zeit, Kalibrierung, Bediener und Ausrüstung.

3.1.12

Mehrfachstreuung

aufeinanderfolgende Lichtstreuung an mehr als einem Partikel, die zu einem Streumuster führt, das nicht mehr der Summe der Muster aller Einzelpartikel entspricht

3.1.13

Abschattung

optische Konzentration

Anteil des einfallenden Lichtes, um den die Extinktion (Streuung und/oder Absorption) durch Teilchen geschwächt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Abschattung kann als prozentualer Anteil angegeben werden.

Anmerkung 2 zum Begriff: Bei der Angabe als Anteile, ergeben Abschattung und *Transmission* (3.1.29) zusammen eins.

[QUELLE: ISO 8130-13:2019, 3.1, modifiziert – die Worte „prozentualer Anteil“ und „während einer Laserbeugungsmessung“ wurden aufgrund des Zusammenhangs weggelassen.]

3.1.14

optisches Modell

theoretisches Modell, das für die Berechnung der Modellmatrix für optisch homogene und isotrope Kugeln verwendet wird, falls erforderlich, mit einem festgelegten komplexen Brechungsindex

BEISPIEL Fraunhofer Beugungsmodell, Mie-Streuungsmodell.

3.1.15

Präzision

Grad der Übereinstimmung zwischen voneinander unabhängigen Ergebnissen, die unter vorgegebenen Bedingungen ermittelt wurden

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Präzision hängt nur von der Verteilung der zufälligen Fehler ab. Sie bezieht sich nicht auf den wahren Wert oder den angegebenen Wert.

Anmerkung 2 zum Begriff: Als Maß für die Präzision wird im Allgemeinen die Unpräzision gewählt, die berechnet wird als Standardabweichung des Ermittlungsergebnisses oder des Messergebnisses. Eine kleinere Präzision äußert sich durch eine größere Standardabweichung.

Anmerkung 3 zum Begriff: Quantitative Maße für die Präzision hängen entscheidend von den vereinbarten Bedingungen ab. Wiederholbedingungen und Vergleichbedingungen sind besondere Sätze von äußerst genau vereinbarten Bedingungen.

[QUELLE: ISO 3534-2:2006, 3.3.4]

3.1.16

Referenzmaterial

RM, en: reference material

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

Anmerkung 1 zum Begriff: RM ist ein Oberbegriff.

Anmerkung 2 zum Begriff: Eigenschaften können quantitativ oder qualitativ sein, z. B. Identität von Substanzen oder Stoffen.

Anmerkung 3 zum Begriff: Der Gebrauch kann die Kalibrierung eines Messsystems, die Bewertung eines Messverfahrens, die Zuweisung von Werten zu anderen Materialien und die Qualitätssteuerung einschließen.

Anmerkung 4 zum Begriff: ISO/IEC Guide 99:2007 enthält eine analoge Definition, jedoch ist die Benennung „Messung“ (en: measurement) auf quantitative Werte beschränkt. Jedoch enthält ISO/IEC Guide 99:2007, 5.13, Anmerkung 3 (VIM) speziell qualitative Eigenschaften, die als „Nenneigenschaften“ bezeichnet werden.

[QUELLE: ISO Guide 35:2017, 3.1]

3.1.17

Reflexion

<Partikelgrößenanalyse> Änderung der Richtung einer Lichtwelle an einer Oberfläche ohne Änderung der Wellenlänge oder Frequenz

3.1.18

Brechung

Prozess, durch den sich die Richtung einer Strahlung infolge von Änderungen der Ausbreitungsgeschwindigkeit der Strahlung beim Durchgang durch ein optisch inhomogenes Medium oder beim Durchqueren einer Oberfläche, die verschiedene Medien trennt, ändert

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Prozess erfolgt gemäß dem Snellius-Gesetz:

$$n_m \sin \theta_m = n_p \sin \theta_p$$

Siehe 3.2 für die Festlegungen der Symbole.

3.1.19

relativer Brechungsindex

m_{rel}

Verhältnis des komplexen Brechungsindex eines Partikels zum Realteil (des Brechungsindex) des Dispersionsmediums

[QUELLE: ISO 24235:2007, 3.3, modifiziert – „absoluter Brechungsindex“ wurde durch „komplexer Brechungsindex“ ersetzt und „der Probe“ wurde durch „eines Partikels“ ersetzt.]

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei vielen Anwendungen ist das Medium transparent und somit hat sein Brechungsindex einen vernachlässigbaren Imaginärteil.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der relative Brechungsindex kann mathematisch wie folgt angegeben werden:

$$m_{\text{rel}} = \underline{n}_{\text{p}} / n_{\text{m}}$$

Dabei ist

n_{m} der reale Anteil des Brechungsindex des Mediums;

$\underline{n}_{\text{p}}$ der komplexe Brechungsindex eines Partikels.

Siehe *Einfachstreuung* (3.1.26).

3.1.20

Wiederholpräzision

Präzision unter *Wiederholbedingungen* (3.1.21)

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Wiederholpräzision kann zahlenmäßig ausgedrückt werden durch Merkmale für die Streuung der Ergebnisse.

[QUELLE: ISO 3534-2:2006, 3.3.5]

3.1.21

Wiederholbedingungen

Beobachtungsbedingungen, bei denen voneinander unabhängige Ergebnisse nach demselben Verfahren an identischen Untersuchungseinheiten in demselben Laboratorium von demselben Bearbeiter mit derselben Geräteausrüstung innerhalb einer kurzen Zeitspanne ermittelt werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Wiederholbedingungen umfassen:

- dasselbe Messverfahren oder Ermittlungsverfahren;
- denselben Bearbeiter;
- dieselbe Geräteausrüstung, die
 - unter denselben Bedingungen benutzt wird;
 - am selben Ort benutzt wird;
- die Wiederholung innerhalb einer kurzen Zeitspanne.

[QUELLE: ISO 3534-2:2006, 3.3.6]

3.1.22

Wiederholpräzision des Verfahrens

Grad der Übereinstimmung zwischen den Ergebnissen mehrerer Messungen einer bestimmten Eigenschaft in verschiedenen Teilproben einer Probe, die vom selben Bearbeiter unter Verwendung desselben Gerätes unter identischen Bedingungen innerhalb einer kurzen Zeitspanne durchgeführt werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Variabilität schließt die Variabilitäten des Verfahrens zur Entnahme von Teilproben, des entnommenen Materials insgesamt und des Gerätes ein.

3.1.23

Streuung

Änderung der Lichtausbreitung an der Grenzfläche von zwei Medien, die verschiedene optische Eigenschaften aufweisen

3.1.24

Streuwinkel

Winkel zwischen der optischen Achse des einfallenden Lichtstrahls und dem gestreuten Licht

3.1.25

Streumuster

Winkelmuster der Lichtintensität $I(\theta)$ oder räumliches Muster der Lichtintensität $I(r)$, das durch Streuung entsteht, oder die damit verbundenen Energiewerte unter Berücksichtigung der Empfindlichkeit und Geometrie der Detektorelemente

3.1.26

Einfachstreuung

Streuung, bei der der Beitrag eines einzelnen Elementes einer Partikelmenge zum Gesamtstreumuster unabhängig von den anderen Elementen der Menge bleibt

3.1.27

Single Shot

<Probe> für eine Analyse, für die der gesamte Inhalt eines Probenbehälters verwendet wird

3.1.28

Untersuchungsprobe

Probe, die vollständig für die Charakterisierung einer Eigenschaft verwendet wird

[QUELLE: ISO 14488:2007, 3.12]

3.1.29

Transmission

<Partikelgrößenanalyse> Anteil des einfallenden Lichts, das von den Partikeln ungeschwächt bleibt

Anmerkung 1 zum Begriff: Transmission kann als prozentualer Anteil angegeben werden.

Anmerkung 2 zum Begriff: Bei Angabe als Anteil, ergeben Abschattung (3.1.13) und Transmission zusammen eins.

3.1.30

wahrer Wert

Wert, welcher eine Größe oder quantitatives Merkmal charakterisiert und als der Zielwert der Messung entsprechend der Definition der Messung als „wahr“ gilt

Anmerkung 1 zum Begriff: Der wahre Wert ist ein theoretisches Konzept und kann im Allgemeinen nicht genau bekannt sein.

Anmerkung 2 zum Begriff: Für eine Erläuterung des Begriffs „Größe“ wird auf ISO 3534-2:2006 verwiesen.

3.1.31

Richtigkeit

Grad der Übereinstimmung zwischen dem mathematischen Erwartungswert eines Ermittlungsergebnisses oder eines Messergebnisses und einem wahren Wert

Anmerkung 1 zum Begriff: Als Maß für die Richtigkeit wird im Allgemeinen die systematische Abweichung gewählt.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Richtigkeit wird gelegentlich als „Genauigkeit des Mittelwertes“ bezeichnet. Dieser Sprachgebrauch wird nicht empfohlen.

Anmerkung 3 zum Begriff: In der Praxis wird der wahre Wert durch den akzeptierten Bezugswert ersetzt.

[QUELLE: ISO 3534-2:2006, 3.3.3]

3.2 Symbole

A_i	Extinktionseffizienz der Größenklasse i
C	Partikelkonzentration, Volumenanteil
CF	Erweiterungsfaktor, en: coverage factor
D^{NN1}	Partikeldurchmesser (x darf ebenfalls verwendet werden)
$D_{10,3}$	Partikeldurchmesser, der dem 10. Perzentil der Verteilungssumme der volumengewichteten Partikelgrößenverteilung entspricht
$D_{50,3}$	Median-Partikeldurchmesser, der dem 50. Perzentil der Verteilungssumme der volumengewichteten Partikelgrößenverteilung entspricht
$D_{90,3}$	Partikeldurchmesser, der dem 90. Perzentil der Verteilungssumme der volumengewichteten Partikelgrößenverteilung entspricht
$I(\theta)$	Winkelintensitätsverteilung von durch Partikel gestreutem Licht (Streumuster)
I_h	Intensität von horizontal polarisiertem Licht unter einem bestimmten Winkel
$I(r)$	räumliche Intensitätsverteilung von durch Partikel auf den Detektorelementen gestreutem Licht (vom Detektor gemessenes Streumuster)
I_v	Intensität von vertikal polarisiertem Licht unter einem bestimmten Winkel
J_1	Bessel-Funktion erster Ordnung und erster Art
k	Wellenzahl im Medium: $2\pi n_m/\lambda$
ik_p	Imaginär-(Absorptions-)teil des Brechungsindex eines Partikels
l_a	Abstand vom streuenden Objekt zum Detektor
l_b	bestrahlte Weglänge, die Partikel enthält
L_n	Vektor von Photoströmen ($i_1, i_2, \dots, i_n$)
m_{rel}	relativer, komplexer Brechungsindex eines Partikels zum Medium
M	Modellmatrix, die berechnete Detektorsignale je Volumeneinheit von Partikeln in allen Größenklassen enthält
n_m	Realteil des Brechungsindex eines Mediums
n_p	Realteil des Brechungsindex eines Partikels
$\underline{n}_p$	komplexer Brechungsindex eines Partikels
O	Abschattung ($1 - \text{Transmission}$)
r	radialer Abstand vom Brennpunkt in der Brennebene
u_p	Standardunsicherheit für den Parameter und den angegebenen Wert
u_{crm}	Standardunsicherheit des zertifizierten Wertes
u_{house}	Standardunsicherheit des Werts von unternehmensintern hergestelltem Referenzmaterial

U_{crm}	erweiterte Unsicherheit des zertifizierten Wertes
U_{house}	erweiterte Unsicherheit des Werts von unternehmensintern hergestelltem Referenzmaterial
U_{lim}	durch Berechnung festgelegte erweiterte Grenزابweichung
V_i	Volumengehalt der Größenklasse i
v	Geschwindigkeit der Partikel im Trockendispergierer
x	Partikelgröße (D darf ebenfalls verwendet werden)
x_i	geometrische mittlere Partikelgröße der Größenklasse i
$x_{10,3}$	Partikelgröße, die dem 10. Perzentil der Verteilungssumme der volumengewichteten Partikelgrößenverteilung entspricht
$x_{50,3}$	Median-Partikelgröße, die dem 50. Perzentil der Verteilungssumme der volumengewichteten Partikelgrößenverteilung entspricht
$x_{90,3}$	Partikelgröße, die dem 90. Perzentil der Verteilungssumme der volumengewichteten Partikelgrößenverteilung entspricht
$\bar{x}_{1,3}$	volumengewichtete mittlere Größe
α	dimensionsloser Größenparameter: $\pi x n_m / \lambda$
$\Delta Q_{3,i}$	Volumenanteil innerhalb der Größenklasse i
θ	Streuungswinkel in Bezug auf die Vorwärtsrichtung
θ_m	Winkel in Bezug auf die Senkrechte an der Grenzfläche für einen Lichtstrahl im Medium (siehe Definition 3.1.18)
θ_p	Winkel in Bezug auf die Senkrechte an der Grenzfläche für einen Lichtstrahl im Partikel (siehe Definition 3.1.18)
λ	Wellenlänge einer leuchtenden Lichtquelle im Vakuum
σ	Standardabweichung
ω	Winkelgeschwindigkeit

4 Kurzbeschreibung

4.1 Allgemeines

Das Laserbeugungs- oder -lichtstreuverfahren¹ für die Bestimmung von Partikelgrößenverteilungen, PSDs (en: particle size distributions), basiert auf dem Phänomen, dass die Winkelverteilung der Intensität von durch Partikel gestreutem Licht (Streumuster) von der Partikelgröße abhängt. Wenn die Streuung durch eine Wolke oder ein System von Partikeln erfolgt, hängt die Intensität der Streuung für jede beliebige gegebene Größenklasse von der Anzahl der Partikel und deren optischen Eigenschaften ab, die in dieser Größenklasse vorliegen [5] [20].

Der Strahl einer monochromatischen Lichtquelle, bei der es sich üblicherweise um einen Laser handelt, durchstrahlt eine in einer angemessenen Konzentration in einer geeigneten Flüssigkeit oder einem geeigneten Gas dispergierte Untersuchungsprobe. Das von den Partikeln unter verschiedenen Winkeln gestreute Licht wird

N1 Anstelle von D wird in den anderen Normen des ISO/TC 24/SC 4 d oder x verwendet (siehe z. B. ISO 9276-1).

1 Frühe Geräte hatten eine sehr begrenzte Rechnerkapazität und waren auf die Anwendung eines Lasers mit Fraunhofer-Beugung beschränkt. Oftmals wurde eine Modellform der Partikelgrößenverteilung iteriert, um die Streuungsdaten einzupassen. Die Bezeichnung Laserbeugung wurde schnell zum vorherrschenden Deskriptor. Dies hat sich fortgesetzt, obwohl die Technik dahingehend vorangekommen ist, dass verschiedene Lichtquellen und technisch ausgereifere optische Theorien und Datenanalyse angewendet werden.

von einer Anordnung von Photodetektoren gemessen. Die numerischen Werte von jedem Detektor werden für die nachfolgende Analyse aufgezeichnet. Innerhalb bestimmter Grenzen, wie beispielsweise der Partikelkonzentration in der Messzone, ist das Streumuster eines Partikelensembles identisch mit der Summe der einzelnen Streumuster aller Partikel. Die theoretischen Streumuster von Partikel-Volumeneinheiten in ausgewählten Größenklassen werden für den Aufbau einer Matrix verwendet und zusammen mit einem mathematischen Verfahren genutzt, um das inverse Problem zu lösen, indem eine volumetrische Partikelgrößenverteilung (PSD) bereitgestellt wird, die iteriert wird, so dass sich die bestmögliche Anpassung an das gemessene Streumuster ergibt [18].

4.2 Theorie

Das theoretische Streumuster eines einzelnen kugelförmigen homogenen Partikels ist im Allgemeinen durch die Mie-Theorie gegeben [4]. Wenn das Partikel relativ groß (hinsichtlich des Größenparameters $\alpha = \pi \times n_m / \lambda > 10^{NN2}$) und lichtundurchlässig ist, ist die Theorie der Fraunhofer-Beugung nur für Kleinwinkel-Vorwärtsstreuung anwendbar [4] [5]. Die Fraunhofer-Näherung ist ein analytisches Verfahren, bei dem die optischen Eigenschaften des Materials nicht erforderlich sind.

Einige andere theoretische Näherungen sind für die numerische Realisierung der Mie-Theorie verfügbar, welche im Allgemeinen als optische Modelle bezeichnet werden. Es ist wichtig, ein passendes optisches Modell für das inverse Problem zu wählen, so dass sich eine angemessene Partikelgrößenverteilung ergibt.

Bei der Laserbeugung wird das Streumuster der vorhandenen Partikel aufgezeichnet. Dieses zusammengesetzte Muster wird in eine Größenverteilung von kugelförmigen Partikeln umgerechnet, die bei Anwendung eines geeigneten optischen Modells und einer entsprechenden Dateninversionsroutine das gleiche zusammengesetzte Streumuster ergeben würde. Daher stellt es eine Größenverteilung von laserbeugungsäquivalenten Kugeln bereit. Wenn die Untersuchungsprobe nicht kugelförmig ist, wird das gleiche Grundverfahren angewendet und die resultierende Größenverteilung gebildet. Daher ist es wahrscheinlich, dass sich Partikelgrößenverteilungen für nicht kugelförmige Partikel von anderen Verfahren der Partikelgrößenanalyse bei Messung des gleichen Materials unterscheiden. Die Einzelheiten der Theorie sind in Anhang A angegeben.

4.3 Typisches Gerät und optische Anordnung

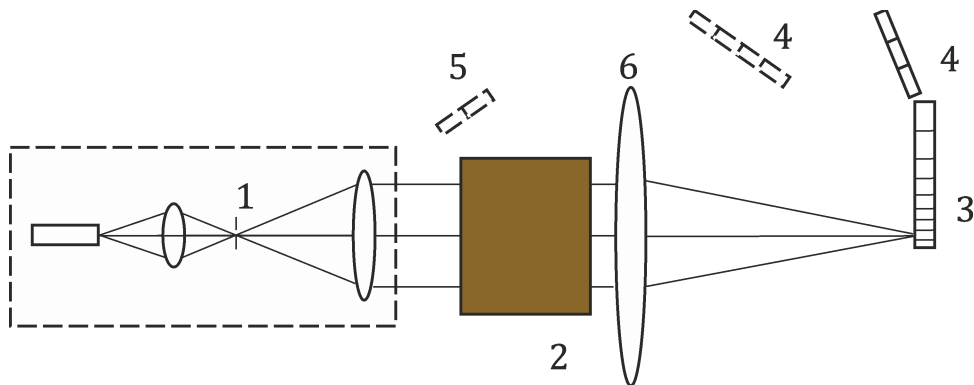
Das System besteht aus einer monochromatischen Lichtquelle, einer Probenzuführung, dem optischen System, Lichtdetektoren und einer Steuer- und Recheneinheit. Um den Messbereich bezüglich der Partikelgröße und deren Analyse zu erweitern, können mehrere Lichtquellen, zusätzliche Lichtdetektorsysteme und zugehörige optische Systeme verwendet werden.

Die Lichtquelle ist üblicherweise ein Laser oder eine andere Quelle mit schmalen Wellenlängenbereich, der/die einen monochromatischen Strahl erzeugt. Daran schließt sich eine Strahlaufweitungseinheit an, die einen erweiterten und annähernd idealen gaußverteilten Strahl zur Bestrahlung der dispergierten Partikel erzeugt. Der Lichtstrahl passiert die Messzone des optischen Systems.

Ein Rechner wird verwendet, um die Messung zu steuern, die Daten zu speichern und zu verarbeiten, und um das Inversionsproblem von den Daten der detektierten Signale in die Partikelgrößenverteilung zu lösen. Er darf einen automatisierten Gerätebetrieb bereitstellen.

Typische grafische Darstellungen des Aufbaus von Laserbeugungs-/streuungsgeräten sind in Bild 1 bis Bild 4 angegeben.

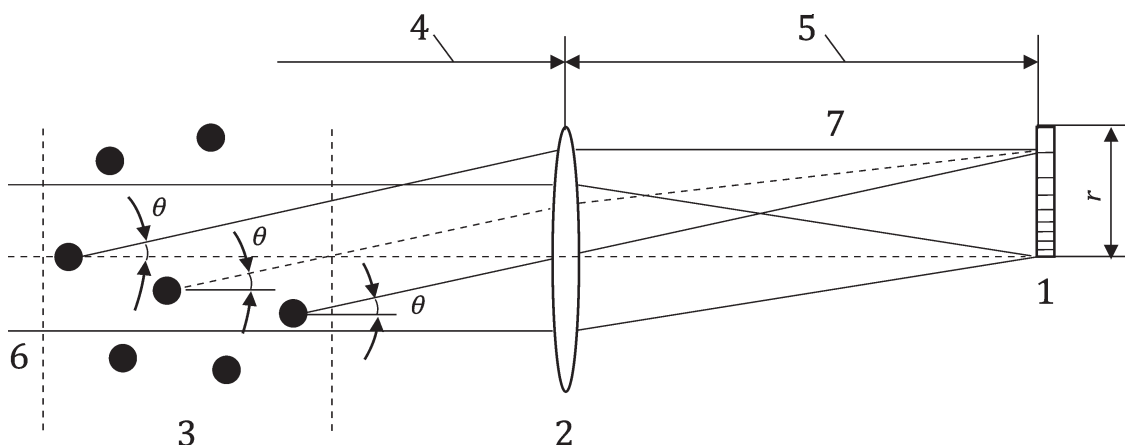
N2 Fehler in Referenzfassung. Die korrekte Formel lautet: $\alpha = \pi \times n_m / \lambda > 10$



Legende

- | | |
|---|--|
| 1 Lichtquellen-Baugruppe (mit einer oder mehreren Lichtquelle[n]) einschließlich Strahlaufweitung und Kollimation | 3 Vorwärtsstreuungsdetektor mit mehreren Elementen (mit Abschattungs-/Transmissionsdetektor) |
| 2 Messzone (für Einzelheiten siehe Bild 2) | 4 Weitwinkelstreuungsdetektor(en) |
| | 5 Rückstreuungsdetektor |
| | 6 Fourier-Linse |

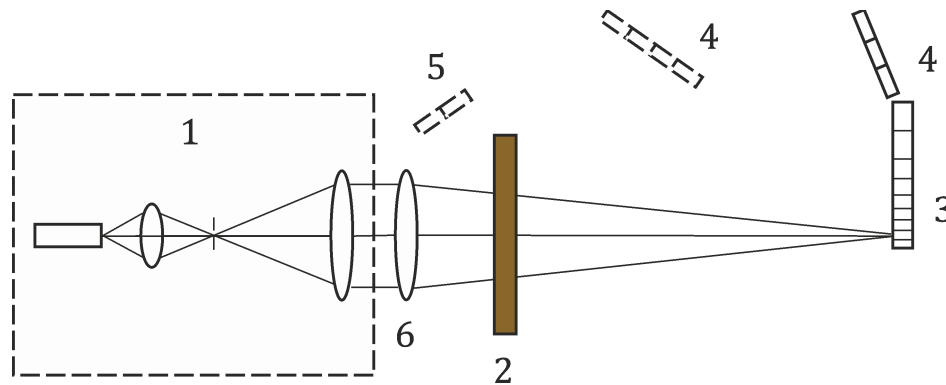
Bild 1 — Optische Fourier-Anordnung



Legende

- | | |
|---|------------------------------------|
| 1 Vorwärtsstreuungsdetektor mit mehreren Elementen (einschließlich Abschattungs-/Transmissionsdetektor) | 5 Brennweite |
| 2 Fourier-Linse | 6 einfallender Lichtstrahl |
| 3 Ensemble dispergierter Partikel | 7 Streulicht |
| 4 Arbeitsabstand innerhalb der Messzone | r Radius des Mehrelement-Detektors |
| | θ Streuwinkel |

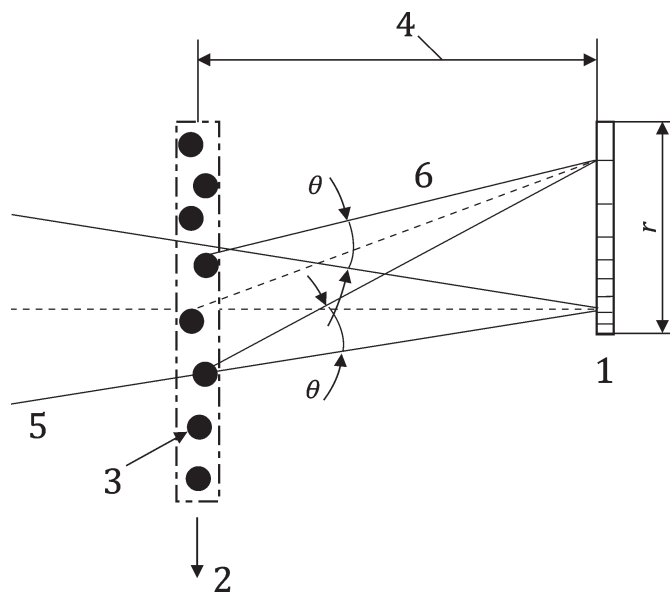
Bild 2 — Optische Fourier-Anordnung — Streuwinkel



Legende

- | | |
|--|--|
| 1 Lichtquellenanordnung (mit einer oder mehreren Lichtquelle[n]) einschließlich Strahlaufweitung und Kollimation | 3 Vorwärtsstreuungsdetektor mit mehreren Elementen (mit Abschattungs-/Transmissionsdetektor) |
| 2 Messzone (für Einzelheiten siehe Bild 4) | 4 Weitwinkelstreuungsdetektor(en) |
| | 5 Rückstreuungsdetektor |
| | 6 umgekehrte Fourier-Linse |

Bild 3 — Umgekehrte optische Fourier-Anordnung



Legende

- | | |
|---|--------------------------------------|
| 1 Vorwärtsstreuungsdetektor mit mehreren Elementen (einschließlich Abschattungs-/Transmissionsdetektor) | 5 einfallendes Licht |
| 2 Strom durch die Küvette für dispergierte Partikel | 6 Streulicht |
| 3 Partikel | r Radius des Mehrelement-Detektors |
| 4 Brennweite | θ Streuwinkel |

Bild 4 — Umgekehrte optische Fourier-Anordnung — Streuwinkel

4.4 Messzone

Die Positionen der beiden möglichen Messzonen sind in Bild 2 und Bild 4 dargestellt. Die optische Fourier-Anordnung ermöglicht innerhalb bestimmter Grenzen, dass die Partikel den Strahl in einem bezüglich der Laserachse breiten Bereich durchqueren. Im Gegensatz dazu müssen die Partikel bei der umgekehrten optischen Fourier-Anordnung innerhalb einer kurzen axialen Distanz zugeführt werden, falls es erforderlich ist, Fehler bei der Größenbestimmung zu vermeiden. Die Messzone muss in einem festgelegten Abstand vom Kleinwinkeldetektor angeordnet werden.

Eine im benötigten Umfang dispergierte Untersuchungsprobe, wird in einer angemessenen Konzentration in die Messzone gegeben. Die Streuungstheorien [20] zeigen, dass die Streuung von jedem Partikel kombiniert werden kann, wenn die Konzentration niedrig genug ist, so dass sich eine Einfachstreuung ergibt. Dafür ist zudem erforderlich, dass sich die Partikel frei zueinander bewegen. Es ist zudem notwendig, dass alle Partikel den Laserstrahl mit der gleichen Geschwindigkeit durchqueren, um die geschwindigkeitsbedingte systematische Abweichung zu vermeiden. Idealerweise sollte die gewählte Konzentration während der Messung ausreichend konstant bleiben.

4.5 Anwendung und Probenpräsentation

Das Laserbeugungs-/streuungsverfahren ist sowohl für nasse als auch trockene Systeme und ebenso für Off-line, On-line-, At-line- und In-line-Messungen anwendbar. Sprühnebel und Gasblasen in Flüssigkeiten können ebenfalls direkt gemessen werden, vorausgesetzt, ihre Konzentration ist auf einem angemessenen Niveau (siehe 5.4.4).

- a) Off-line; (Labor) eine Probe wird aus dem Prozess entnommen, wofür es erforderlich sein kann, diese auf eine Untersuchungsprobe zu reduzieren. Die Untersuchungsprobe wird dispergiert und manuell in die Messzone eingebracht, wodurch eine diskontinuierliche Messfolge entsteht, deren Betriebsparameter an das Produkt angepasst sind.
- b) At-line; (Labor) eine Untersuchungsprobe wird im Prozess oder prozessnah automatisch entnommen, dispergiert und in die Messzone eingebracht, wodurch eine diskontinuierliche Messfolge entsteht, deren Betriebsparameter höchstwahrscheinlich an das Produkt angepasst sind.
- c) On-line; (Prozess) eine Untersuchungsprobe wird automatisch dem Prozess entnommen und in die Messzone eingebracht. Eine quasi-kontinuierliche, auf prozessnahe Bedingungen abgestimmte Echtzeitmessung wird durchgeführt.
- d) In-line; (Prozess) eine Untersuchungsprobe bleibt während der Messung in der Prozessleitung, eine quasi-kontinuierliche Echtzeitmessung wird unter Prozessbedingungen durchgeführt.

Während der Einführung jedes der vorstehenden Verfahren müssen eine Materialüberprüfung und Vorabuntersuchung durchgeführt werden, um festzustellen, ob geeignete Werte hinsichtlich der Probenkonzentration, des Dispergierungszustands, des Widerstands gegen optische Verschmutzung und weitere Parameter erreicht werden, um das gewünschte Ergebnis der Partikelgrößenanalyse sicherzustellen.

4.6 Off-line-Messungen

Bei einer Off-line-Messung von nassen Systemen wird die Untersuchungsprobe in einem geeigneten transparenten flüssigen Medium dispergiert, und zu einer optischen (Proben)-Zelle transportiert, in der die Messzone gebildet wird. (Siehe Anhang B) Bei der Off-line-Messung werden Dispergiermittel (Netzmittel; Stabilisierungsmittel) und/oder mechanische Kräfte (Schütteln; Ultraschall-Anwendung) zur Desagglomerierung der Partikel und Stabilisierung der Dispersion angewendet. Oftmals wird ein Rückführsystem verwendet, welches aus einer optischen Zelle, einem Probenbad (mit Schütteln und/oder Ultraschall-Anwendung), einer Pumpe und einem Schlauch besteht. Für Partikel mit sehr geringer Sedimentationsgeschwindigkeit ist auch eine Zelle mit geringem Volumen und begrenzter Rührgeschwindigkeit anwendbar. Zellen mit geringem Volumen sollten vorsichtig angewendet werden, da das sehr kleine Volumen der Untersuchungsprobe, das zur Erzeugung einer Einfachstreuung erforderlich ist, unter die Mindestanforderung an die Untersuchungsprobe fallen kann.

Im Falle einer Off-line-Messung von trockenen Pulversystemen werden Partikel von einem Trockenpulverdosierer und einem Dispergierer in Aerosole umgewandelt, bevor sie in die Messzone eingebracht werden. Der aerosolierte Partikelstrom wird entweder durch die Messzone geblasen oder gesaugt. Es wird bevorzugt, dass die Konzentration von aerosoliertem Pulver während der Mittelung des Streulichts konstant bleibt.

Dispergierte Trockenpulver können auch on-line oder in-line gemessen werden. Sprühnebel werden gewöhnlich in-line gemessen. Für eine repräsentative Analyse der Partikelgrößenverteilung ist es erforderlich, dass sich der Pulverstrahl nicht entmischt. Alternativ kann der Grad der Entmischung durch Analyse verschiedener Abschnitte des Pulverstrahls gemessen werden. Die Partikelkonzentration sollte jederzeit innerhalb der Konzentrationsgrenzen für Einfachstreuung bleiben, ausreichend stabil sein, und alle Partikelgrößen sollten die Messzone mit der gleichen Geschwindigkeit durchqueren, um eine systematische Abweichung der Geschwindigkeit zu vermeiden.

4.7 In-line-Messungen

Bei In-line-Messungen werden Partikel in einem fließenden Strom direkt innerhalb des Prozesses vom Laserstrahl bestrahlt. In diesem Fall sollte die gemessene Probe für den gesamten Strom repräsentativ sein, die Partikelkonzentration sollte in einem angemessenen Bereich liegen, und jegliche Schwankung der Konzentration während einer Einzelmessung sollte innerhalb annehmbarer Grenzen liegen. Die Partikel liegen so vor, wie sie hergestellt wurden und dürfen aggregiert sein. Die von einer der optischen Anordnungen gebildete Messzone ist begrenzt. Der Einfluss einer möglichen Mehrfachstreuung sollte zusammen mit der Streuung von Partikeln, die vom Laserstrahl bestrahlt werden, aber von außerhalb der Messzone liegen, beurteilt werden. Es ist wichtig, jegliche Einflüsse einer Beleuchtung von außen oder einer Reflexion des Lasers an den Oberflächen optischer Teile innerhalb der Geräte zu vermeiden. Derartige Einflüsse können auf ein Mindestmaß verringert werden, indem der ohne Partikel gemessene Hintergrund vom gemessenen Streumuster, wenn Partikel vorhanden sind, subtrahiert wird. Bei derartigen Subtraktionsverfahren ist es stets wichtig, das Signal-Rausch-Verhältnis (SRV) zu bestätigen. (Bei einigen In-line-Anordnungen ist eine routinemäßige Subtraktion des Hintergrunds nicht immer möglich).

4.8 On-line-Messungen

Bei On-line-Messungen wird eine Untersuchungsprobe automatisch aus dem Prozess entnommen. Dies erfolgt oftmals mit einer auf den Prozess abgestimmten, spezifischen Anordnung. Die Betriebsbedingungen ähneln denen beim In-line-Verfahren, lassen jedoch eine stärkere Beeinflussung der Messumgebung zu. Zusätzliche Verfahren zur weiteren Dispergierung der Partikel dürfen angewendet werden. Die Messfolge darf unterbrochen werden, um eine optische Reinigung oder sonstige Instandhaltungsmaßnahmen zu ermöglichen.

4.9 At-line-Messungen

Bei At-line-Systemen wird das optische Messsystem neben einem Prozess angeordnet. Dies ermöglicht die betrieblichen Anordnungen wie bei der Off-line-Anordnung, birgt aber ein gewisses Risiko der Verunreinigung durch die örtliche Umgebung. Um dies auf ein Minimum zu reduzieren, sollten Maßnahmen mit häufigeren Überprüfungen ergriffen werden, um zu verifizieren, dass das Gerät weiterhin gebrauchstauglich bleibt. (Siehe Anhang D).

4.10 Streuung und Detektoren

Die Wechselwirkung des einfallenden Lichtstrahls mit dem Ensemble dispergierter Partikel führt zu einem Streumuster gekennzeichnet durch die winkelabhängige Variation der Streulichtintensität. Die Erkennung des Streumusters erfolgt durch mehrere Fotodioden und/oder Pixelmatrix-Detektoren. Für den Bereich der Kleinwinkel-Vorwärtsstreuung wird oftmals ein Mehrelement-Siliziumdetektor verwendet. Diese Elemente werden konzentrisch angeordnet, oftmals mit einem Radius, der proportional zum Abstand von der Mitte ist. Die Anzahl der Detektoren, deren Positionen oder optischen (Erfassungs)-Winkel sollten so eingestellt werden, dass der geforderte Partikelgrößenbereich und die geforderte Auflösung der Messungen erfüllt werden. Der Streuwinkel der Partikel wird in Bezug auf die Achse des einfallenden monochromatischen Strahls gemessen. Für Partikel, die in einer Flüssigkeit suspendiert sind, muss die Wirkung der Messzelle in die Abschätzung des Streuwinkels einbezogen werden. Das Streumuster ist eine stetige Funktion der

Lichtintensität in Bezug auf den Winkel. Die Intensität, die auf jeden Detektor entfällt, wird in Energie umgewandelt, die von der Detektorfläche und dessen Quantenwirkungsgrad abhängig ist. Die Eingabe für die anschließende Datenverarbeitung umfasst eine diskrete Menge elektrischer Signale, deren Winkel- und Erfassungseigenschaften bekannt sind oder kalibriert wurden [42].

Oftmals wird ein zentraler Detektor so eingestellt, dass er die Intensität des transmittierten Lichts misst. Dadurch wird ein Maß für die optische Konzentration oder Abschattung nach einer Berechnung bereitgestellt. Bei einigen Geräten weist das zentrale Element eine spezielle Geometrie auf, um die Detektoren automatisch durch Bewegungen der Detektoren oder der Linse neu zu zentrieren oder neu zu fokussieren.

5 Betriebsanforderungen und -abläufe

5.1 Gerätestandort

Das Gerät sollte in einer sauberen Umgebung angeordnet werden, die frei von übermäßigem elektrischen Rauschen, mechanischen Schwingungen und Temperaturschwankungen ist, und in der weder direkte Sonneneinstrahlung noch Luftströmungen vorliegen. Der Wirkbereich sollte örtlichen Gesundheits- und Sicherheitsanforderungen entsprechen. Das Gerät sollte entweder über eine interne starre optische Bank verfügen oder auf einem starren Tisch oder einer starren Bank montiert werden, um eine Neuausrichtung in häufigen Abständen zu vermeiden.

WARNUNG — Die Strahlung von Geräten, die mit einem Laser ausgestattet sind, kann zu bleibenden Augenschäden führen. Niemals in den direkten Weg des Laserstrahls oder dessen Reflexionen schauen. Blockieren des Laserstrahls mit reflektierenden Oberflächen vermeiden. Siehe IEC 60825-1 bezüglich Sicherheitsmaßnahmen bei Laserstrahlung.

5.2 Dispergiertgase

Für Trockendispergierungs- und Sprühnebelanwendungen kann ein verdichtetes Gas verwendet werden. Falls verwendet, ist es entscheidend, dass dieses frei von Öl, Wasser und Partikeln ist und auf Raumtemperatur gebracht wurde. Um dies zu erreichen, ist ein Trockner mit einem Filter und Warnsystem erforderlich. Bei Sprühnebelanwendungen kann die Verdunstung der Flüssigkeit zu Messartefakten bei den Partikelgrößenergebnissen führen. Jedes zum Absaugen der Partikel verwendete Vakuumgerät sollte in ausreichender Entfernung zur Messzone angeordnet werden, so dass der Ausstoß heißer Luft nicht die Messzone stört. Zugluft sollte vermieden werden, um instabile Partikelströme oder Temperaturschwankungen innerhalb der Messzone zu verhindern. (Siehe C.1).

5.3 Dispergierflüssigkeiten

Jede geeignete optisch transparente Flüssigkeit mit bekanntem Brechungsindex darf verwendet werden. Somit steht eine Vielzahl von Flüssigkeiten für die Vorbereitung von Flüssigdispersionen von Pulvern zur Verfügung. Anhang B enthält Angaben zu Dispergierflüssigkeiten.

Falls eine organische Flüssigkeit für die Dispersion verwendet wird, werden Gesundheits- und Sicherheitsmaßnahmen befolgt. Bei Verwendung von Flüssigkeiten mit einem hohen Dampfdruck wird eine Abdeckung für das Ultraschallbad verwendet, um die Bildung gefährlicher Dampfkonzentrationen zu verhindern. Die Verdunstung flüchtiger organischer Flüssigkeiten kann zu einer solch starken Abkühlung führen, dass der Brechungsindex in dem flüssigen Medium schwankt, wodurch wiederum Messartefakte bei den Ergebnissen für die Partikelgröße eingebracht werden können.

5.4 Überprüfung, Vorbereitung, Dispergierung und Konzentration der Probe

5.4.1 Überprüfung der Probe

Das zu analysierende Material wird durch eine Sichtprüfung oder mithilfe eines Mikroskops überprüft, um: a) den Größenbereich und die Partikelform abzuschätzen; und b) zu kontrollieren, ob die Partikel angemessen dispergiert wurden oder eine weitere Behandlung erforderlich ist.

Die von einer Untersuchungsprobe gemessene Größenverteilung ist nur dann für eine Materialcharge gültig, wenn die Probe für diese Charge repräsentativ ist und angemessen dispergiert wurde. Siehe Anhang C.

Es ist schwierig, mit bloßem Auge zu überprüfen, ob eine Partikelsuspension vollständig dispergiert ist. Jede Überprüfung mithilfe eines Mikroskops sollte an einem Suspensionstropfen ohne Verwendung eines Deckglases durchgeführt werden. Derartige Überprüfungen sind sehr subjektiv, nicht endgültig, aber in vielen Fällen hilfreich.

5.4.2 Vorbereitung

Es wird eine repräsentative Untersuchungsprobe mit geeignetem Volumen für die Messung vorbereitet, indem ein angemessenes Probenteilungsverfahren angewendet wird, z. B. ein rotierender Riffelteiler (siehe ISO 14488).

Sehr kleine Untersuchungsproben können aus einer gut durchmischten Paste von Partikeln in einer Flüssigkeit entnommen werden. Die Konsistenz der Paste verringert dann Entmischungsfehler auf ein Mindestmaß. Die Pasten werden durch tropfenweise Zugabe von Dispergierhilfsmittel zu der Probe hergestellt, während sie mit einem Spatel durchmischt werden. Die Konsistenz der Paste ist gut, wenn sie der von Honig oder Zahnpasta entspricht. Wenn die Paste versehentlich zu flüssig wird, darf sie nicht verwendet werden, und es muss eine neue Zubereitung veranlasst werden.

Wenn die maximale Größe den Messbereich überschreitet, wird das Material, welches zu grob ist, z. B. durch Vorsieben, entfernt. In diesem Fall wird die entfernte Menge/der entfernte prozentuale Anteil ermittelt und im Bericht angegeben.

Sprühnebel, Aerosole und Gasblasen in einer Flüssigkeit werden üblicherweise direkt gemessen, vorausgesetzt, ihre Konzentration ist auf einem angemessenen Niveau (siehe D.1 bis D.7), da eine Probenahme oder Verdünnung ohne Änderung der Partikelgrößenverteilung im Allgemeinen sehr schwierig ist. Falls Tröpfchen in ruhende Luft gesprüht werden, dann bremsen die kleinen Tröpfchen schneller ab als die großen, was zu einer möglichen systematischen Abweichung der Geschwindigkeit führt. Daher ist es vorzuziehen, in einen geeigneten, sich bewegenden Luftstrom hineinzusprühen, der auf den des Sprühnebels abgestimmt ist. Auch die Möglichkeit einer Verdunstung von Tropfen sollte in Betracht gezogen werden, da dies zu erheblichen Fehlern führen kann, insbesondere bei Tropfen im Sub-Mikrometerbereich. Eine schnelle Verdunstung derartiger Tropfen verringert deren Größe oder führt sogar dazu, dass sie verschwinden. Darüber hinaus können Messartefakte in der Größenverteilung aufgrund eines sich ändernden Brechungsindex um die Tröpfchen, welcher durch den sich entwickelnden Dampf und die Temperaturabnahme während der Verdampfung entstehen, auftreten.

5.4.3 Dispergierung

Trockenpulver dürfen entweder in Luft oder in einer Flüssigkeit dispergiert werden. Das Dispergiervfahren sollte dem Zweck der Messung angepasst werden, z. B. muss entschieden werden, ob Agglomerate detektiert oder zu Primärpartikeln dispergiert werden sollten. Siehe Anhang C.

Die Transportbedingungen für die Partikel durch die Messzone sollten ebenfalls berücksichtigt werden. Ein angemessener Strom sollte angewendet werden, um sicherzustellen, dass Partikel aller Größen die Messzone mit ähnlicher Geschwindigkeit passieren, um eine systematische Abweichung der Geschwindigkeit im Ergebnis zu vermeiden. Partikel mit einem geringen Seitenverhältnis neigen dazu, bevorzugte Orientierungen bei den in der Messzelle vorliegenden Strömungsbedingungen zu zeigen. Selbst bei turbulenten Bedingungen kann es sein, dass ihre Orientierung nicht vollkommen zufällig ist. In Anhang A wird die Tatsache diskutiert, dass verschiedene Orientierungen nicht kugelförmige Partikel zu verschiedenen Streumustern und somit zu verschiedenen im Bericht angegebenen Ergebnissen der Größenanalyse führen.

5.4.4 Konzentration

Die Partikelkonzentration in der Messzone sollte hoch genug sein, um ein angemessenes Signal zu erzeugen (oder mit anderen Worten, um ein annehmbares Signal-Rausch-Verhältnis in Bezug auf die Präzision zu erreichen), wobei sie jedoch auch niedrig genug sein sollte, um sicherzustellen, dass die Mehrfachstreuung für das

Partikelgrößenergebnis unwesentlich ist. In Literaturhinweis [20] wird das Einsetzen der Mehrfachstreuung damit verbunden, dass der mittlere Zentrumsabstand der Partikel unter das Dreifache ihres Durchmessers fällt. Da die Partikelanzahl proportional zu D^{-3} für die gleiche Volumenkonzentration zunimmt, weisen die kleinsten Partikel die höchste Anzahl je Volumeneinheit auf. Daraus folgt, dass die kleinsten Größen in jeder Verteilung das Einsetzen von Mehrfachstreuung aufgrund ihrer möglichen unmittelbaren Nähe bestimmen.

Die Wirkung von Mehrfachstreuung besteht im Allgemeinen in einer Vergrößerung der Streuwinkel und somit in einer Verschiebung der Größenverteilungsergebnisse hin zu kleineren Größen. Ein genauer Konzentrationsbereich kann nicht angegeben werden, da dieser eine Funktion der Partikelgröße, der Breite der Partikelgrößenverteilung, der Breite des Laserstrahls und der Weglänge der dispergierten Partikel in der Messzone ist. Als Anhaltspunkt kann gesagt werden, dass die typische volumetrische Konzentration für die Analyse von 1 µm-Partikeln etwa 0,002 % beträgt – für die Messung in einer Zelle mit einer Weglänge von 2 mm – während die Konzentration für 100 µm-Partikel etwa 0,2 % betragen könnte. Für zusätzliche Angaben werden die Unterlagen zum Gerät herangezogen. Als Orientierungshilfe kann der gemessene Wert der Abschattung oder Transmission dienen, der für die vorstehenden Beispiele etwa 5 % bzw. 25 % (Transmission 95 % bis 75 %) beträgt. Im Allgemeinen dominiert der Anteil kleiner Partikel in einer Größenverteilung in der oberen Konzentrationsgrenze. Wenn alle Partikel größer als 100 µm sind, dann kann eine Abschattung von bis zu 30 % keine Mehrfachstreuung verursachen. Um angemessene Grenzwerte für die Abschattung sicherzustellen, werden Partikelgrößenmessungen bei verschiedenen Konzentrationsgraden für das Material von Interesse durchgeführt und Verschiebungen in der Verteilung überwacht. Anhang A (siehe A.8) stellt einige Angaben hinsichtlich der Beziehung zwischen der Partikelkonzentration, der Partikelgröße und der Abschattung bereit.

5.5 Messung

Eine typische Messung einer Partikelgrößenverteilung mittels Laserbeugung umfasst die folgenden Schritte.

VORSICHT — Vor Beginn und während jeder Messung werden die im Gerätehandbuch enthaltenen Anweisungen sorgfältig befolgt. Es wird zudem empfohlen, die in Anhang D festgelegten Vorsichtsmaßnahmen zu befolgen.

- a) Aufstellen des Gerätes, Bestätigen der optischen Ausrichtung und Durchführung einer Referenzmessung, um die Hintergrundstreuung festzustellen.
- b) Bestimmung der Parameter des zu messenden Probenmaterials. Diese schließen den für die Analyse erforderlichen Brechungsindex, die Partikeldichte, um Einstellungen für den Partikeltransport zu erleichtern, sowie die Löslichkeit ein, um die Wahl des flüssigen Dispergiermittels zu unterstützen.
- c) Probenvorbereitung und Einbringung in die Messzone.
- d) Datenerfassung, um die Signatur des Streumusters festzustellen.
- e) Auswahl eines geeigneten optischen Modells.
- f) Umrechnung des Streumusters in die Partikelgrößenverteilung.

5.5.1 Aufstellen des Gerätes und Blindwertmessung

Nach der Auswahl des geeigneten Partikelgrößenbereiches und der ordnungsgemäßen optischen Ausrichtung, und nachdem eine angemessene Warmlaufphase des Gerätes zugelassen wurde, wird eine Blindwertmessung unmittelbar vor der Messung der Untersuchungsprobe durchgeführt, bei der ein partikelfreies Dispersionsmedium unter den gleichen Gerätebedingungen verwendet wird, die auch bei der Messung der Untersuchungsprobe anzuwenden sind. Diese Hintergrundsignale werden später von den Detektorsignalen, die von der Messung des interessierenden Materials stammen, subtrahiert.

5.5.2 Probenvorbereitung

Für Nassanwendungen wird eine Untersuchungsprobe unter Bezugnahme auf D.5 vorbereitet. Es wird sichergestellt, dass die Probe für die Charge des Produkts innerhalb eines angegebenen Vertrauensbereichs repräsentativ ist. Die Menge der Untersuchungsprobe sollte mindestens der für die Präzision erforderlichen Mindestmenge entsprechen. Die Dispergierungsbedingungen sollten zur vollständigen Desagglomeration ohne Zerkleinerung und zu einer ausreichend niedrigen Konzentration führen, um eine Einfachstreuung sicherzustellen.

5.5.3 Datenerfassung des Streumusters

Es wird eine Messdauer für die Datenerfassung zugelassen, die ausreicht, um die Untersuchungsprobe statistisch angemessen darzustellen. Daher wird die Auswirkung der verstrichenen Messdauer auf das Ergebnis der Größenanalyse überprüft. Für jedes Detektorelement wird ein mittleres Signal berechnet, mitunter zusammen mit dessen Standardabweichung. Netto-Signale dürfen durch Subtraktion der Hintergrundsignale berechnet werden. Die Stärke des Signals von jedem Detektorelement hängt von der Detektionsfläche, der Lichtintensität und dem Quantenwirkungsgrad ab. Die Koordinaten (Größe und Position) der Detektorelemente bestimmen zusammen mit der Brennweite der Linse den Bereich der Streuwinkel für jedes Element. Im Allgemeinen werden all diese Faktoren im Werk festgelegt und im Rechner gespeichert. Die meisten Geräte messen auch die Leistung des zentralen Laserstrahls. Der anteilige Unterschied zwischen dieser Messung, wenn eine dispergierte Untersuchungsprobe vorhanden ist, und der Blindwertmessung des Hintergrunds ist in Form eines Wertes für die Abschattung oder Transmission gegeben, welcher ein Richtwert für die Gesamtmenge des Lichts ist, das von den dispergierten Partikeln gestreut oder absorbiert wird, und somit auf die Partikelkonzentration hinweist.

5.5.4 Auswahl eines geeigneten optischen Modells

Meistens wird entweder die Mie-Theorie oder die Fraunhofer-Näherung für die Berechnung einer Streuungsmatrix angewendet, welche das Signal an jedem Detektorelement je Volumeneinheit der Partikel in bestimmten Größenklassen darstellt. Die Wahl hängt vom Größenbereich der zu messenden Partikel, von deren optischen Eigenschaften und der Anwendung ab (siehe Anhang A). Andere Lichtstreuungstheorien dürfen für die Berechnung dieser Streuungsmatrix angewendet werden; jedoch ist dies unüblich.

Bei Anwendung der Mie-Theorie sollten die Brechungsindizes der Partikel und des Mediums (siehe Anhang F) oder deren Verhältnis festgestellt und in das Gerät eingegeben werden, um die Berechnung der Modellmatrix zu ermöglichen [18].

Aus praktischen Gründen sind die Werte des imaginären Teils des Brechungsindex (etwa $-0,01i$ bis $-0,03i$) erforderlich, um der Oberflächenrauigkeit transparenter Partikel Rechnung zu tragen, bei denen etwas Licht zufällig gestreut wird.

Um die Mie-Theorie oder die Fraunhofer-Näherung angemessen anzuwenden, wird ein gutes Verständnis des Einflusses des komplexen Brechungsindex der Lichtstreuung von Partikeln dringend empfohlen. Eine ungeeignete Auswahl des optischen Modells oder der Werte des Brechungsindex kann zu einer beträchtlichen systematischen Abweichung der sich ergebenden Partikelgrößenverteilung führen. Diese systematische Abweichung wird oft beobachtet, wenn den Größenklassen am unteren Ende der Größenverteilung ungeeignete Materialmengen zugeschrieben werden.

Um rückführbare Ergebnisse zu erhalten, ist es entscheidend, die Brechungsindex-Werte wie im Bericht angegeben zu verwenden.

5.5.5 Umrechnung des Streumusters in die Partikelgrößenverteilung

Dieser Entfaltungsschritt ist die Umkehrung der Berechnung eines Streumusters für eine bestimmte Partikelgrößenverteilung. Zu diesem Zweck wurden mehrere mathematische Algorithmen entwickelt (siehe [4] [6] [18] [30] [32] [33] [37]). Diese enthalten eine gewisse Gewichtung von Abweichungen zwischen gemessenen und berechneten Streumustern (z. B. kleinste Quadrate) und einige Bedingungen hinsichtlich der Kurve der Größenverteilung. Diese Bedingungen schränken das endgültige Partikelgrößenresultat auf Werte für

die Menge in jeder Größenklasse, die entweder positiv oder null sind, ein, und begrenzen die Unterschiede zwischen den Mengen in nachfolgenden Größenklassen. Ein Verfahren (siehe [6]) wendet die beobachteten Schwankungen der Detektorsignale an, um eine angemessene Gewichtung dieser Daten einzubringen und die Vertrauensbereiche für die Partikelgrößenverteilung zu berechnen.

5.5.6 Robustheit

Es wird empfohlen, dass nach der Festlegung eines Messverfahrens für ein spezifisches Material Robustheitsprüfungen durchgeführt werden sollten, um zu vermeiden, dass möglicherweise ein Satz von Parametern gewählt wird, der dazu führt, dass die Messung anfällig für kleinere Fehler oder Änderungen bleibt, die beträchtliche und unerwartete Änderungen des Endergebnisses hervorrufen. (Siehe Anhang G) [1].

5.6 Auflösung und Empfindlichkeit

5.6.1 Allgemeines

Die Auflösung der Partikelgrößenverteilung beschreibt die Fähigkeit eines Messgerätes, sinnvoll zwischen nah beieinanderliegenden Partikelgrößen zu unterscheiden.

Daher ermöglicht eine höhere Auflösung eine einfachere Unterscheidung zwischen Partikeln verschiedener Größe und lässt eine Bestimmung der Breite der Partikelgrößenverteilung ohne systematische Abweichung zu.

Die Empfindlichkeit der Partikelgrößenverteilung beschreibt die Fähigkeit eines Messgerätes, sinnvoll zwischen kleinen Änderungen der Partikelmengen in einer bestimmten Größenklasse zu unterscheiden.

Daher ermöglicht eine höhere Empfindlichkeit eine bessere Vergleichbarkeit von Mischverhältnissen und die Unterscheidung kleiner Mengen großer Partikel am oberen Ende und kleiner Partikel am unteren Ende der Partikelgrößenverteilung.

Jedoch hängen sowohl die Auflösung bzw. auch die Empfindlichkeit stark von den folgenden Faktoren ab:

- a) Anzahl, Position, Geometrie und Fläche der Detektorelemente;
- b) Anzahl, Breite und Art der Erzeugung der Größenklassen der Partikelgrößenverteilung;
- c) Anwendung des geeigneten optischen Modells;
- d) Feinstruktur im gemessenen Streumuster, insbesondere bei engen Partikelgrößenverteilungen;
- e) tatsächlicher Größenbereich und tatsächliche Verteilungsbreite des Partikelmaterials;
- f) mögliche Auswirkungen einer Glättung und Regulierung, die auf die Intensitätssignale und/oder das Entfaltungsverfahren bei der Beurteilung angewendet werden;
- g) Signal-Rausch-Verhältnis usw.

All diese Faktoren haben einen wesentlichen Einfluss auf die Auflösung und Empfindlichkeit. Daher gibt es keinen einfachen Weg, Verfahren und Maßnahmen zu beschreiben, die für die Auflösung und Empfindlichkeit benötigt werden. Wenn Geräte im Sinne der vorstehend aufgeführten Faktoren vergleichbar sind, dürfen tatsächliche Werte für die Auflösung und Empfindlichkeit unter Verwendung von Gemischen mit bekannter Zusammensetzung, z. B. für Qualitätssteuerungszwecke, bestimmt werden.

5.6.2 Auflösung

Aufgrund der Lichtstreuungssignatur, die durch ein Ensemble von Partikelgrößen entsteht, und durch die Notwendigkeit, eine Matrixinversion durchzuführen, die auf Werte von null und auf positive Werte beschränkt ist, ist die Auflösung des Verfahrens begrenzt. Die erreichbare Auflösung wird auch vom Partikelgrößenbe-

reich und den optischen Eigenschaften des gemessenen Materials beeinflusst. Unter günstigen Umständen können Partikel, die in der Größe durch einen Faktor von 2 getrennt werden, teilweise über den mittleren Größenbereich getrennt werden. Die Auflösung ist bei der größten Größe durch den räumlichen Streuwinkel begrenzt, aufgrund der endlich kleinen optischen Detektoren. Die Auflösung der kleinsten Größe ist durch die sehr schwachen Streuungseigenschaften von Partikeln dieser Größen begrenzt.

5.6.3 Empfindlichkeit und Variabilität des Ergebnisses

In diesem Zusammenhang bezieht sich Empfindlichkeit auf die Fähigkeit des Laserbeugungsmessgerätes, kleine Änderungen sowohl der Größe als auch der Menge zu unterscheiden oder zu erkennen. Infolge der Streuungsmerkmale verschiedener Größen von Partikeln, gepaart mit Begrenzungen sowohl der Anzahl als auch des Winkelbereiches einiger Detektoren, sowie durch die Begrenzungen der Dateninversionsphase, ist die Empfindlichkeit über den Bereich der erfassten Partikelgrößen keineswegs einheitlich.

Die größten Partikel sind in jeder Verteilung nur in geringer Zahl vorhanden. Um eine Unsicherheit in den höheren Perzentilen der Verteilung zu vermeiden, sollte die Mindestmasse der Untersuchungsprobe berücksichtigt werden [29] [40].

Die Messung einer feinen Partikelverteilung kann durch die gelegentliche Verunreinigung durch große Blasen oder große Partikel beeinträchtigt werden. Dies könnte im Hinblick auf die starken Streuungseigenschaften großer Partikel als unglückliche Empfindlichkeit angesehen werden. Gleichermassen kann, da sehr kleine Partikel schwach streuen, die Empfindlichkeit gegenüber ihrem Vorhandensein erheblich verringert werden, wenn polydisperse Partikelgrößenverteilungen vorliegen, die größere Partikel enthalten. Es ist nicht realistisch, diese Wirkungen sehr konkret anzugeben, da sie in Abhängigkeit vom Größenbereich, den optischen Eigenschaften, dem Grad der Polydispersität, der Partikelform und der Partikelkonzentration schwanken.

6 Genauigkeit, Wiederholpräzision und Gerätequalifizierung

6.1 Allgemeines

Vor Beginn einer in diesem Unterabschnitt festgelegten Prüfung sollte der Bediener das Messprotokoll und die Empfehlungen von Abschnitt 5 und in Anhang D und Anhang H geprüft haben. Im Allgemeinen dürfen die Prüfungen sowohl bei flüssigen als auch trockenen Dispersionen angewendet werden. Eine Prüfung der Wiederholpräzision des Gerätes gilt nicht grundsätzlich für trockene Dispersionen, da die Partikel nicht rückgeführt werden und verschiedene Teilproben von Single-Shot-Proben verwendet werden können.

Jedoch dürfen wiederholte Trockenmessungen der gleichen Probe unter Anwendung eines Schwerkraftdispersion-Zubehörs, das mit einer Vorkehrung zur Gesamtprobenerfassung ausgestattet ist, und gemeinsam mit vollkommen frei fließenden und nicht kohäsiven Referenzmaterialien verwendet wird, in 6.3 angewendet werden. Das gleiche Schwerkraftverfahren darf angewendet werden, um die in 6.2 festgelegte Genauigkeitsprüfung unter Anwendung eines zertifizierten Referenzmaterials zu erfüllen.

Die Verifizierung von Laserbeugungseinheiten, die für Sprühnebelmessungen erstellt wurden, erfordert ein anderes Protokoll, da keine Referenz-Sprühnebel zur Verfügung stehen. Wenn eine Durchflussmesszelle oder ein Trockendispersionssystem hinzugefügt werden kann, dann darf eine Prüfung der Genauigkeit wie in 6.2 beschrieben, durchgeführt werden. Alternativ darf eine Referenz-Fotomaske [19], die vollständig mittels einer Laserbeugungseinheit charakterisiert wurde, welche die Genauigkeitsprüfung nach 6.2 bestanden hat, zur Ermittlung der Präzision unter Zwischenbedingungen verwendet werden.

Für die Anwendung dieses Dokumentes werden beide häufig gebrauchten Terminologien „Momentenmethode“ und „Momentenverhältnis“ für jeden beschriebenen Parameter verwendet.

Der Gesamtwert der mit jedem Parameter verbundenen Unsicherheit, der als endgültiger Grenzwert für Annahme/Zurückweisung verwendet wird, muss nach Gleichung (1) berechnet werden (siehe H.1 bis H.3):

$$U_{\text{lim}} = \pm CF \cdot \sqrt{u_{\text{crm}}^2 + u_{\text{p}}^2} \quad (1)$$

Dabei sind U_{lim} die Annahmegrenzwerte für die Prüfung in 6.2 und in 6.5.

Die Anforderungen an annehmbare Werte für die Unsicherheit des Gerätes u_p bei einem Laserbeugungssystem sowie der Wert für den Erweiterungsfaktor CF sind in Tabelle 1 angegeben. Der Term u_{crm} ist in der Dokumentation des zertifizierten Referenzmaterials angegeben. Der Wert des Erweiterungsfaktors CF ist gewöhnlich eine Zahl zwischen 2 und 3 und muss von Anwendern auf der Grundlage des gewünschten Vertrauensniveaus gewählt werden, was zu dokumentieren ist.

Tabelle 1 — Parameter für die Berechnung der Grenزابweichungen

Geforderte Parameter	Bezeichnung	Größte zulässige Unsicherheit des Gerätes u_p	Erweiterungsfaktor CF
10. Perzentil	$D_{10,3}$ oder $x_{10,3}$	2 %	2–3
50. Perzentil	$D_{50,3}$ oder $x_{50,3}$	1,5 %	2–3
90. Perzentil	$D_{90,3}$ oder $x_{90,3}$	2,5 %	2–3

6.2 Genauigkeit

6.2.1 Einleitung

Zertifizierte Referenzmaterialien mit durch Laserbeugung nach H.1 bis H.3 zugewiesenen Werten, für die das Laserbeugungsverfahren anwendbar ist, müssen für die Qualifizierung des Systems (OQ: Funktionsqualifizierung [en: operation qualification], PQ: Leistungsqualifizierung [en: performance qualification]) [41] [42] und für die Prüfung der Genauigkeit unter Anwendung des Verfahrens zur Nass- oder Trockendispergierung verwendet werden.

Beim Trockendispergierungsverfahren wird eine große Probenmenge je Prüfung eingesetzt. Um die Kosten für den erhöhten Referenzmaterialverbrauch zu mildern, darf unternehmensintern hergestelltes Referenzmaterial, das nach dem in H.1 bis einschließlich H.3 festgelegten Verfahren zertifiziert wurde, für die Prüfung der Genauigkeit des Trockendispergierungsverfahrens verwendet werden.

Die Grenزابweichungen müssen für die Parameter $D_{10,3}$ oder $x_{10,3}$; $D_{50,3}$ oder $x_{50,3}$; $D_{90,3}$ oder $x_{90,3}$ nach der Gleichung $U_{\text{lim}} = \pm CF \cdot \sqrt{u_{\text{crm}}^2 + u_p^2}$ berechnet werden, wobei die Werte für u_{crm} aus der Dokumentation des zertifizierten Referenzmaterials und die Werte für CF und u_p aus Tabelle 1 entnommen werden.

6.2.2 Genauigkeitsprüfung

Mindestens 3 gesonderte Untersuchungsproben müssen gemessen werden, 5 gesonderte Untersuchungsproben werden bevorzugt. Jede Prüfung muss mit einer angemessenen Probenkonzentration und Signalintegrationsdauer durchgeführt werden, um eine ausreichende Anzahl zu analysierender Partikel zu ermöglichen (siehe ISO 14488).

Der Wert der mittleren kumulativen Volumenverteilung aus den 3 Prüfungen oder 5 Prüfungen im geforderten Perzentil darf nicht die vorberechneten Grenزابweichungen U_{lim} für jeden der Parameter $D_{10,3}$ oder $x_{10,3}$; $D_{50,3}$ oder $x_{50,3}$; $D_{90,3}$ oder $x_{90,3}$ überschreiten.

Im Falle der Nichterfüllung der Anforderungen dieser Prüfung sollten alle Aspekte des vom Bediener angewendeten Messverfahrens und die des Gerätes eingehend untersucht werden.

6.3 Wiederholpräzision des Gerätes

6.3.1 Einleitung

Beim Nassdispergierungsverfahren wird diese Prüfung unter Anwendung eines Gerätes, durch einen einzigen Bediener und mit der gleichen dispergierten Probe durchgeführt. Ausschließlich für das Trockendispergierungsverfahren kann die in 6.4 beschriebene Wiederholpräzision des Verfahrens für diese Prüfung verwendet werden. Ordnungsgemäß entnommene Trockenproben, die korrekt in Teilproben geteilt wurden, mit einer sehr geringen Variabilität von Probe zu Probe, sollten ebenfalls die Anforderungen an die Grenzabweichungen in diesem Unterabschnitt erfüllen.

Jedes Material, das entweder kugelförmig oder von „begrenzter Form“ (en: limited shape) ist, jedoch den Anforderungen von Anhang H entspricht, darf für diese Prüfung verwendet werden.

6.3.2 Prüfung der Wiederholpräzision

Es werden mindestens 6 aufeinanderfolgende Messungen innerhalb einer kurzen Zeitspanne mit der gleichen dispergierten Untersuchungssprobe bei einer angemessenen Probenkonzentration und Signalintegrationsdauer durchgeführt, um eine ausreichende Anzahl zu analysierender Partikel zu ermöglichen (siehe ISO 14488) [8].

Die Mittelwerte von $D_{10,3}$ oder $x_{10,3}$; $D_{50,3}$ oder $x_{50,3}$ und $D_{90,3}$ oder $x_{90,3}$ aus den 6 Messungen müssen berechnet werden.

- a) Der im Bericht angegebene Wert der kumulativen Volumenverteilung von jeder Prüfung im 10. Perzentil, $D_{10,3}$ oder $x_{10,3}$, darf vom Mittelwert der 6 gemessenen Ergebniswerte um nicht mehr als ± 2 % abweichen.
- b) Der im Bericht angegebene Wert der kumulativen Volumenverteilung von jeder Prüfung im 50. Perzentil, $D_{50,3}$ oder $x_{50,3}$, darf vom Mittelwert der 6 gemessenen Ergebniswerte um nicht mehr als $\pm 1,5$ % abweichen.
- c) Der im Bericht angegebene Wert der kumulativen Volumenverteilung von jeder Prüfung im 90. Perzentil, $D_{90,3}$ oder $x_{90,3}$, darf vom Mittelwert der 6 gemessenen Ergebniswerte um nicht mehr als ± 3 % abweichen.

Im Falle der Nichterfüllung der Anforderungen dieser Prüfung sollten alle Aspekte des vom Bediener angewendeten Messverfahrens und die des Gerätes eingehend untersucht werden.

6.4 Wiederholpräzision des Verfahrens

6.4.1 Einleitung

Diese Prüfung wird mit einem Gerät durch einen einzigen Bediener unter Verwendung verschiedener Teilproben der gleichen Probe durchgeführt. Sie ist sowohl für das Nass- als auch das Trockendispergierungsverfahren anwendbar. Diese Art der Wiederholpräzision schließt die Variabilität aufgrund der Probenahme und Dispergierung ein. Jedoch sollte in allen Fällen das schriftliche Messprotokoll befolgt werden, das mit Berücksichtigung der Empfehlungen von Abschnitt 5 erstellt wurde.

Jedes Material, das entweder kugelförmig oder von „begrenzter Form“ (en: limited shape) ist, jedoch den Anforderungen von H.2 entspricht, darf für diese Prüfung verwendet werden.

6.4.2 Prüfung der Wiederholpräzision des Verfahrens

Mindestens sechs aufeinanderfolgende Messungen werden mit den dispergierten Single-Shot-Untersuchungsproben durchgeführt. Jede Prüfung muss mit einer angemessenen Probenkonzentration und Signalintegrationsdauer durchgeführt werden, um eine ausreichende Anzahl zu analysierender Partikel zu ermöglichen (siehe ISO 14488).

Die Mittelwerte von $D_{10,3}$ oder $x_{10,3}$; $D_{50,3}$ oder $x_{50,3}$ und $D_{90,3}$ oder $x_{90,3}$ aus den 6 Messungen müssen berechnet werden.

- a) Der im Bericht angegebene Wert der kumulativen Volumenverteilung von jeder Prüfung im 10. Perzentil, $D_{10,3}$ oder $x_{10,3}$, darf vom Mittelwert der 6 gemessenen Ergebniswerte um nicht mehr als ± 3 % abweichen.
- b) Der im Bericht angegebene Wert der kumulativen Volumenverteilung von jeder Prüfung im 50. Perzentil, $D_{50,3}$ oder $x_{50,3}$, darf vom Mittelwert der 6 gemessenen Ergebniswerte um nicht mehr als $\pm 2,5$ % abweichen.
- c) Der im Bericht angegebene Wert der kumulativen Volumenverteilung von jeder Prüfung im 90. Perzentil, $D_{90,3}$ oder $x_{90,3}$, darf vom Mittelwert der 6 gemessenen Ergebniswerte um nicht mehr als ± 4 % abweichen.

Im Falle der Nichterfüllung der Anforderungen dieser Prüfung sollten alle Aspekte des vom Bediener angewendeten Messverfahrens und die des Gerätes eingehend untersucht werden.

6.5 Genauigkeit unter Zwischenbedingungen der Präzision

6.5.1 Allgemeines

Die nachstehend beschriebenen Prüfungen erlauben einen Vergleich eines großen Bereichs von Geräten, die über ähnliche Eigenschaften verfügen, sowie Bedienern mit unterschiedlichem Ausbildungsstand hinsichtlich eines unternehmensintern hergestellten Materials, das vorzugsweise die Anforderungen von H.2 erfüllt und in Übereinstimmung mit dem in H.3 festgelegten Protokoll charakterisiert wurde. Jedoch sollte in allen Fällen das schriftliche Messprotokoll befolgt werden, das in Zusammenhang mit den Empfehlungen von Abschnitt 5 entworfen werden sollte. Dieses Protokoll sollte eine angemessene Probenkonzentration und Signalintegrationsdauer beschreiben, um eine ausreichende Anzahl zu analysierender Partikel zu ermöglichen (siehe ISO 14488).

Dem unternehmensintern charakterisierten Material müssen die Werte der spezifizierten Eigenschaft und der damit verbundenen Standardunsicherheiten u_{house} beigelegt werden, die für die Annahmeprüfung in diesem Unterabschnitt erforderlich sind, wie auch ein Messverfahren, das alle experimentellen Einzelheiten für seine Anwendung bei der Laserbeugungsmessung beschreibt.

6.5.2 Zwischenbedingungen der Präzision (allgemeine Prüfung)

Für diese Prüfung wird ein „unternehmensintern hergestelltes“ Referenzmaterial verwendet, das bei mehreren ähnlichen Laserbeugungsgeräten charakterisiert wurde („verschiedene Laboratorien“) durch verschiedene Bediener unter Anwendung des gleichen vorgeschriebenen Verfahrens. Dieses unternehmensintern hergestellte Material darf dann verwendet werden, um die Leistung von Laserbeugungseinheiten der gleichen Art nach dem nachstehend beschriebenen Verfahren zu qualifizieren. Da die gleiche Art von Geräten für die Charakterisierung des unternehmensintern hergestellten Materials verwendet wird, sind Unterschiede von Geräten und Verfahren bereits in den mit dem charakterisierten Material verbundenen Unsicherheiten enthalten. Daher ist u_p nicht wie in 6.2 für die Berechnung von U_{lim} erforderlich. Die Grenzabweichungen sind durch die erweiterte Unsicherheit U_{house} von u_{house} gegeben

$$U_{\text{lim}} = \pm U_{\text{house}} = \pm CF \cdot u_{\text{house}} \quad (2)$$

wobei ein Erweiterungsfaktor von $CF = 3$ gewählt werden sollte, um nicht 5 % der beteiligten Geräte auszuschließen.

Mindestens 3 gesonderte Untersuchungsproben müssen gemessen werden, 5 gesonderte Untersuchungsproben werden bevorzugt.

Jede Prüfung muss mit einer angemessenen Probenkonzentration und Signalintegrationsdauer durchgeführt werden, um eine ausreichende Anzahl zu analysierender Partikel zu ermöglichen (siehe ISO 14488).

Der Wert der mittleren kumulativen Volumenverteilung aus den 3 Prüfungen oder 5 Prüfungen im geforderten Perzentil darf nicht die vorberechneten Grenzwerte U_{lim} für jeden der Parameter $D_{10,3}$ oder $x_{10,3}$, $D_{50,3}$ oder $x_{50,3}$ und $D_{90,3}$ oder $x_{90,3}$ überschreiten.

Im Falle der Nichterfüllung der Anforderungen dieser Prüfung sollten alle Aspekte des vom Bediener angewendeten Messverfahrens und die des Gerätes eingehend untersucht werden.

7 Angabe der Ergebnisse im Bericht

7.1 Allgemeines

Die Angabe der Ergebnisse im Bericht erfolgt nach ISO 9276-1 und ISO 9276-2. Darüber hinaus sollten die in diesem Abschnitt aufgeführten Angaben in Form eines schriftlichen Protokolls verfügbar sein oder so angegeben werden, dass die Messungen ohne Weiteres von verschiedenen Bedienern in verschiedenen Laboratorien wiederholt werden können.

Infolge von Problemen bei der Probenahme sowie aufgrund von Einschränkungen der Laserbeugung ist es wahrscheinlich, dass charakteristische Größenwerte unter $D_{5,3}$ oder $x_{5,3}$ und über $D_{95,3}$ oder $x_{95,3}$ für eine zusätzliche Unsicherheit und einen systematischen Fehler anfällig sind. Die Angabe eines Werts für $D_{100,3}$ oder $x_{100,3}$ oder einer Anzahlverteilung durch Laserbeugung darf nicht zugelassen werden.

Der Ergebnisbericht sollte einige oder alle der folgenden Angaben enthalten: Mit * gekennzeichnete Angaben sind vorgeschrieben.

7.2 Probe

- a) vollständige Probenidentifizierung, wie z. B. Chemikaliertyp, Chargennummer und/oder Ort oder beides, Datum und Zeitpunkt der Probenahme usw.;
- b) Verfahren der Probenahme, d. h. Probenahmeverfahren und Probenteilungsverfahren;
- c) Vorbehandlung der Probe (freigestellt), z. B. Vorsieben, Art und Bedingungen;
- d) Menge der Probe;
- e) Datum der Analyse. *

7.3 Dispergierung

bei Trockendispergierung:

- a) Spezielle Einzelheiten der Dispergiereinrichtung, z. B. Durchmesser des Zuführschlauches, Primärdruck;
- b) Art der Dosierungs-/Zuführeinrichtung;
- c) Dosierrate;
- d) Dispergierdruck;

Bei Nassdispergierung:

- e) Dispergierflüssigkeit: Identifizierung, Volumen und, falls erforderlich, Temperatur;
- f) Dispergiermittel: Art und Konzentration;
- g) Ultraschallbehandlung: Art des Gerätes, Frequenz (Energie), Dauer und Pause vor Beginn der Messung;

- h) Pumpen- und Rührergeschwindigkeit;*
- i) Länge des optischen Weges.

7.4 Laserbeugungsmessung

- a) Gerätetyp und -nummer;*
- b) Softwareversion;
- c) Volumen der Dispergiereinheit;
- d) angewendete optische Anordnung (z. B. Brennweite der Linse);
- e) Datum und Zeitpunkt der letzten Ausrichtung;
- f) Datum der letzten Qualifizierungsprüfung;*
- g) Datum und Zeitpunkt der Messung;
- h) optische Konzentration/Abschattung;*
- i) Auslöseschwellen für Start-/Stopp-Bedingungen (sofern angewendet);
- j) Schwellenwert für die Erfassung gültiger Daten (sofern angewendet);
- k) Art des angewendeten Lichtstreuungsmodells;*
- l) Real- und Imaginärteil des komplexen Brechungsindex, falls die Mie-Theorie angewendet wird;*
- m) Realteil des Brechungsindex des verwendeten Fluids, falls die Mie-Theorie angewendet wird;*
- n) (freigestellt) Anpassungsparameter, die sich aus der Entfaltung ergeben (z. B. Logarithmus-Differenz, Chi-Quadrat, Prozent Residuum);
- o) Einstellungen des Ultraschallgerätes und Dauer der Ultraschallbehandlung;*
- p) Einstellungen von Pumpe und Rührer;*
- q) angewendeter Grad der Abschattung/Transmission. *

7.5 Identifizierung des Analyselabors:

- a) Name und Anschrift des Laboratoriums;
- b) Name oder Initialen des Bedieners. *

Anhang A (informativ)

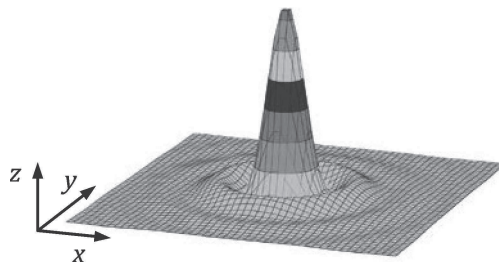
Theoretischer Hintergrund der Laserbeugung

A.1 Einleitung

Laserbeugungsmessungen werden von vier Arten der Wechselwirkung zwischen dem einfallenden Licht und dem Partikel beeinflusst [5]:

- Beugung an der Kontur des Partikels;
- Reflexion an der Grenze eines Partikels, sowohl an der äußeren als auch der inneren Oberfläche des Partikels;
- Brechung an der Grenze eines Partikels vom Medium zum Partikel und umgekehrt;
- Absorption im Partikel.

Diese Wechselwirkungen führen zu Überlagerungserscheinungen, welche ein charakteristisches Muster des gestreuten Lichts verursachen. Sowohl das Streumuster als auch die Extinktion hängen von der Größe, Form und den optischen Eigenschaften (Brechungsindex) des Partikels ab. Somit bilden sie die Grundlage für die Partikelgrößenanalyse mittels Laserbeugung.



Legende

- x Detektor, x-Achse
- y Detektor, y-Achse
- z relative Intensität

Brechungsindex des Mediums, $n_{\text{H}_2\text{O}} = 1,33$; Wellenlänge $\lambda = 633 \text{ nm}$.

Der Brechungsindex des Partikels ist gegeben durch $n_p = 1,59 - 0,0i$.

ANMERKUNG Der Mittelpunkt der Detektorfläche entspricht null Grad. Die Detektorelemente korrelieren mit dem Winkel.

Bild A.1 — Lichtstreuemuster für eine 5 µm-Kugel in Wasser

Als Beispiel ist in Bild A.1 das Streumuster einer 5 µm-Kugel in Wasser angegeben. Es zeigt deutlich die Eigenschaften des Streumusters einzelner Partikel:

- die höchste Intensität tritt bei einem Winkel von null Grad (Vorwärtsrichtung) auf und die Intensität nimmt zu größeren Streuwinkeln hin allmählich ab;
- es gibt große Unterschiede bei den Lichtintensitäten, mit charakteristischen Höchst- und Mindestwerten bei verschiedenen Winkeln in Bezug zur Partikelgröße;

- das Streumuster kugelförmiger Partikel ist kreissymmetrisch – eine solche Symmetrie liegt in den Mustern unregelmäßiger Partikel mit einer einzigen Orientierung nicht vor;
- die charakteristischen Streumuster bilden die Grundlage für die Anwendung des Laserbeugungsverfahrens zur Messung der Partikelgröße. Bei der Laserbeugung wird eine Partikelgrößenverteilung für ein Partikelkollektiv, das eine Messzone durchquert, gebildet. Daher muss das von einem einzigen kugelförmigen Partikel gestreute Licht auf ein Partikelkollektiv ausgedehnt werden. Dies ist unter der Voraussetzung möglich, dass:
 - a) jedes Partikel als unabhängige Einheit streut, d. h. dass es keine wesentliche Mehrfachstreuung gibt, was bedeutet, dass die Partikelkonzentration gering sein sollte; und
 - b) es keine optische Interferenz zwischen den gestreuten Strahlungen verschiedener Partikel gibt; dies ist erfüllt, wenn alle Partikel sich in Bezug zueinander zufällig bewegen und wenn das Gesamtstreumuster viele Male gemessen wird.

A.2 Extinktion

Bei Partikeln, die im Vergleich zur Wellenlänge, mit der sie bestrahlt werden, sehr groß sind, entspricht die Menge des vom einfallenden Strahl gelöschten Lichts dem Doppelten der Lichtmenge, die auf den geometrischen Querschnitt des Partikels einfällt. Dies ist der Fall, wenn die Extinktion in einem beträchtlichen Abstand vom Partikel, dem sogenannten „Fernfeld“ gemessen wird.

Literaturhinweis [20] enthält eine Erklärung für das scheinbare Paradoxon eines Faktors von zwei. Literaturhinweis [20] kommt zu dem Schluss, dass eine Lichteinheit aus dem einfallenden Strahl durch den geometrischen Querschnitt durch Absorption oder Reflexion entfernt wird und dass eine ebenso große Menge durch Beugung daraus entfernt wird, vorausgesetzt, die Beobachtung erfolgt in großem Abstand (im „Fernfeld“). Dies bedeutet, dass die Extinktionseffizienz, angegeben als Verhältnis des Extinktionsquerschnitts zum geometrischen Querschnitt, für diese großen Partikel gleich 2 ist.

Wenn die Wellenlänge der Bestrahlung im Vergleich zur Größe des Partikels nicht mehr als klein betrachtet werden kann, entspricht die abgeschattete Lichtmenge nicht mehr dem doppelten geometrischen Querschnitt des Partikels, wie in Bild A.2 dargestellt.

Im Allgemeinen hängt die von einem Partikel in einem Lichtstrahl abgeschattete Lichtmenge ab von:

- a) der Größe und Form des Partikels (Streuquerschnitt);
- b) dem Brechungsindex in Bezug auf das Medium, in dem das Partikel eingebettet ist;
- c) der Wellenlänge der Bestrahlungsquelle.

Der Wert des Brechungsindex eines Partikels ($\underline{n}_p = n_p - ik_p$) ist eine komplexe Zahl mit einem realen Term, n_p , und einem imaginären Term, ik_p .

BEISPIEL Polystyrol-„Latex“-Partikel haben $\underline{n}_p = 1,59 - 0,0i$, $\lambda = 633$ nm. Der imaginäre Teil von null gibt an, dass sie nicht absorbierend sind. Das weiße milchige Aussehen konzentrierter Suspensionen ist auf einen Grad von Mehrfachstreuung bei allen sichtbaren Wellenlängen zurückzuführen.

Der Absorptionskoeffizient k_p wird üblicherweise als positive Zahl bereitgestellt, das negative Vorzeichen ist in der Definition von $\underline{n}_p$ enthalten. Der Brechungsindex nicht absorbierender Dispersionsmedien enthält nur einen realen Teil.

Einige Informationen zu Werten des Brechungsindex sind in Anhang F enthalten. Der Realteil kann durch direkte Messung nach einem von mehreren Verfahren festgestellt werden. Der Imaginärteil wird häufiger empirisch ermittelt.

Der Imaginärteil könnte als scheinbare Absorption betrachtet werden, wenn Lichtenergie in Wärme umgewandelt wird. Zudem kann etwas Licht durchaus an unregelmäßigen Innenflächen eines Partikels verloren gehen, aufgrund der Totalreflexion an der Innenfläche. Dies darf ebenfalls in den Imaginärteil des Brechungsindex durch einen scheinbaren Wert von k_p von etwa 0,01 bis 0,03 einbezogen werden.

Die Vereinfachung, dass sich k_p ausschließlich auf Absorption bezieht, kann bei einigen Materialien irreführend sein. Die Gültigkeit der Annahme eines kleinen Wertes für k_p , um eine scheinbare Absorption für das entsprechende Materialsystem zu erklären, wird überprüft; die Verwendung eines scheinbaren k_p muss eindeutig im Messbericht angegeben werden.

A.3 Streuung

Die Menge des gestreuten Lichts geht von den Grenzen oder Gradienten des Brechungsindex aus. Daher ist der relative Brechungsindex m_{rel} des Partikels und des Dispergiermediums entscheidend bei der Bestimmung der gestreuten Lichtmenge, die auftritt. Wenn Partikel und Medium den gleichen Brechungsindex aufweisen, werden sie als brechungsindexangepasst bezeichnet und es tritt keine Streuung auf.

Bei der Laserbeugung ist das Verständnis, wie Licht von Partikeln gestreut wird, entscheidend für die Bestimmung der Partikelgröße und -menge. Genutzt wird:

- a) die Winkelabhängigkeit;
- b) die Amplitudenabhängigkeit;
- c) die Wellenabhängigkeit;
- d) der Einfluss der Polarisierung.

Diese Eigenschaften werden mitunter getrennt betrachtet und manchmal in Kombination zusammen mit dem Einfluss, den die Ausrüstung auf sie hat.

Die Menge des von großen kugelförmigen Partikeln gestreuten Lichts ist proportional zu deren geometrischem Querschnitt.

Die Verwendung der genauen Streuung von Kollektiven unregelmäßig geformter Partikel muss jedoch in Gänze erfolgen, weshalb eine gewisse Vereinfachung erforderlich ist.

Die Eigenschaft der Kugel wird genutzt, da es sich um eine Form handelt, die vollständig durch einen einzigen Wert charakterisiert werden kann, d. h. durch den Durchmesser der Kugel. Derzeit aktuelle Laserbeugungsgeräte geben ihre Größenverteilungen auf der Grundlage von Streumustern an, die für Kugeln abgeleitet wurden. Die laserbeugungsäquivalenten Kugelwerte für unregelmäßige Partikel sind *nicht* mit denen anderer Verfahren vergleichbar. Jedes unregelmäßig geformte Partikel kann in verschiedenen Orientierungen auftreten und demzufolge mit verschiedenen Querschnitten, die unterschiedliche Streuungsmerkmale haben. Folglich ist das Messergebnis eine Verteilung von kugelförmigen Partikeln, die zu dem Licht „passt“, das von den „unregelmäßig geformten Objekten“ gestreut wird.

ANMERKUNG ISO 9276-2 übernimmt die Konvention, dass der Durchmesser der äquivalenten Kugel als x oder D beschrieben wird.

Bei großen Partikeln nimmt das gestreute Licht proportional zu x^2 zu. Bei Partikeln, die sehr viel kleiner als die Wellenlänge sind (üblicherweise $x < \lambda/10$; dem Rayleigh-Bereich), ist das gestreute Licht proportional zu x^6 .

A.4 Lichtstreuungstheorien

Siehe [4] [5] [18] [20] [30] [42].

Die Auswertung von Laserbeugungs„spektren“ für Partikelgrößenverteilungen hängt von zwei wesentlichen Arbeitsschritten ab. Der erste erfordert, dass mathematische Modelle darüber erstellt werden, wie homogene Partikel Licht streuen. Der zweite beinhaltet die Entfaltung des gemessenen Streumusters in eine Partikelgrößenverteilung.

Licht ist eine elektromagnetische Welle mit den elektrischen und magnetischen Vektoren im Winkel von 90 Grad zueinander. Der Einfluss dieser beiden Vektoren wird in den Termen $S_1(\theta)$ und $S_2(\theta)$ angegeben.

Die Winkelintensitätsverteilung von polarisiertem Licht, das an einem einzelnen optisch homogenen kugelförmigen Partikel gestreut wird, $I(\theta)$, kann beschrieben werden als

$$I(\theta) = \frac{I_0}{2k^2 l_a^2} \{ [S_1(\theta)]^2 + [S_2(\theta)]^2 \} \quad (\text{A.1})$$

Dabei ist/sind

k die Wellenzahl im Medium;

l_a der Abstand vom streuenden Objekt zum Detektor;

I_0 die Intensität des einfallenden polarisierten Lichts;

$S_1(\theta), S_2(\theta)$ dimensionslose komplexe Funktionen, die in der allgemeinen Streutheorie festgelegt sind und die Änderung der Amplitude senkrecht bzw. parallel zur Streuebene beschreiben, in Abhängigkeit vom Winkel θ in Bezug auf die Vorwärtsrichtung.

Die Fraunhofer-Näherung war das erste optische Modell, das für Partikelgrößenmessungen angewendet wurde. Diese wurde durch Betrachtung der Fraktion einer ebenen Welle mit bekannter Wellenlänge formuliert, die durch eine Apertur in einer dünnen Metallplatte hindurchging. Nach dem Prinzip von Babinet [20] kann gezeigt werden, dass die gleiche Streuungssignatur mit einer vollkommen lichtundurchlässigen Scheibe des gleichen Durchmessers erhalten wird. Für ihre gegenwärtige Anwendung wird Folgendes angenommen:

Der Vorteil der Fraunhofer-Näherung besteht darin, dass sie relativ einfach ist. Sie erfordert keine Kenntnis der optischen Eigenschaften des Materials. Deshalb wird sie oftmals für Produkte angewendet, deren optische Eigenschaften unbekannt sind oder schwanken, oder bei denen es sich um Gemische verschiedener Materialien handelt. In der Praxis gilt die Fraunhofer-Näherung für große Partikel (Durchmesser wesentlich größer als die Wellenlänge des Lichts, oder $\alpha \gg 1$). Für kleine Partikel (d. h. über die Fraunhofer-Näherung hinaus) ist es entscheidend, die optischen Eigenschaften des Materials zu kennen, um Fehler bei der Vorhersage der Partikelgröße zu vermeiden. Unter der Annahme, dass Beugung die einzige Streuungskomponente ist, wird davon ausgegangen, dass $S_1(\theta)$ und $S_2(\theta)$ gleich sind, und Gleichung (A.2) kann formuliert werden.

$$I(\theta) = \frac{I_0}{k^2 l_a^2} \alpha^4 \left[\frac{J_1(\alpha \sin \theta)}{\alpha \sin \theta} \right]^2 \quad (\text{A.2})$$

Dabei ist

α ein dimensionsloser Größenparameter, $\alpha = \pi x n_m / \lambda$;

J_1 die Bessel-Funktion der ersten Art erster Ordnung.

ANMERKUNG Ein zusätzlicher Faktor von $(1 + \cos^2 \theta)/2$ wird oftmals auf der rechten Seite von Gleichung (A.2) hinzugefügt, um diese für größere Winkel zu erweitern.

Wenn eine ebene Welle mit einem kugelförmigen Partikel wechselwirkt, kann ein Teil der Welle durch das Partikel hindurchtreten, was mit Lichtbrechung einhergeht, wenn sich sein Brechungsindex von dem des umgebenden Mediums unterscheidet. Unter diesen Bedingungen sind die in der Mie-Theorie festgelegten dimensionslosen komplexen Funktionen für das Fernfeld wie folgt:

1908 beschrieb Gustav Mie die Lichtstreuungseigenschaften homogener Kugeln mit bekannten optischen Eigenschaften, die von einer unendlichen ebenen Welle bekannter Wellenlänge bestrahlt werden, indem er die Maxwell-Gleichungen für festgelegte Grenzbedingungen löste. Auf diese Weise löste er die komplexen Funktionen $S_1(\theta)$ und $S_2(\theta)$. Die Mie-Theorie bietet eine exakte Lösung, die für Kugeln aller Größen gültig ist [4] [5] [18] [20]. Bei der Anwendung dieser Theorie wird angenommen, dass:

- a) alle Partikel optisch homogen, isotrop und kugelförmig sind (obwohl einige besondere oder regelmäßige Formen ebenfalls betrachtet werden können, z.B. beschichtete Kugeln);
- b) das Partikel von einer ebenen Welle bekannter Wellenlänge bestrahlt wird;
- c) sowohl der Realteil als auch der Imaginärteil des Brechungsindex des Partikels und der des Mediums, in dem das Partikel dispergiert ist, bekannt sind;
- d) die Partikel keine Oberflächenladungen und keine Oberflächenströme aufweisen.

Das Streumuster von Partikeln kann über die vollen 360° vorhergesagt werden, zusammen mit der Amplituden-, Wellenlängen- und Polarisationsabhängigkeit der Streuung. Computeralgorithmen wurden entwickelt [4], um die Berechnung dieser Funktionen und somit von $I(\theta)$ zu ermöglichen.

Um diese Theorie vollumfänglich anzuwenden, müssen die optischen Eigenschaften des Systems bekannt sein, d. h. der komplexe Brechungsindex (einschließlich sowohl des Realteils als auch des Imaginärteils) des Partikels und der (reale) Brechungsindex des Dispergiermediums. Es sollte beachtet werden, dass dieses Wissen möglicherweise nicht ohne Weiteres verfügbar ist, insbesondere der Imaginär-(Absorptions-)teil. Dieser imaginäre Teil hängt oftmals stark von der Wellenlänge des Lichts ab und wird oft als endlicher Wert angegeben, um die spezifische Oberflächenstruktur der Partikel, z. B. Oberflächenrauigkeit, zu berücksichtigen. (Siehe Anhang G).

$S_1(\theta)$ und $S_2(\theta)$ sind gegeben als

$$S_1(\theta) = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2n+1}{n(n+1)} [a_n \pi_n(\cos \theta) + b_n \tau_n(\cos \theta)] \quad (\text{A.3})$$

$$S_2(\theta) = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2n+1}{n(n+1)} [a_n \tau_n(\cos \theta) + b_n \pi_n(\cos \theta)] \quad (\text{A.4})$$

Glücklicherweise wurden die komplexe Gleichung (A.3) und die komplexe Gleichung (A.4) in Open-Source-Software codiert, die über eine Suche im Internet verfügbar ist, und Mie-Berechnungsmöglichkeiten ergibt.

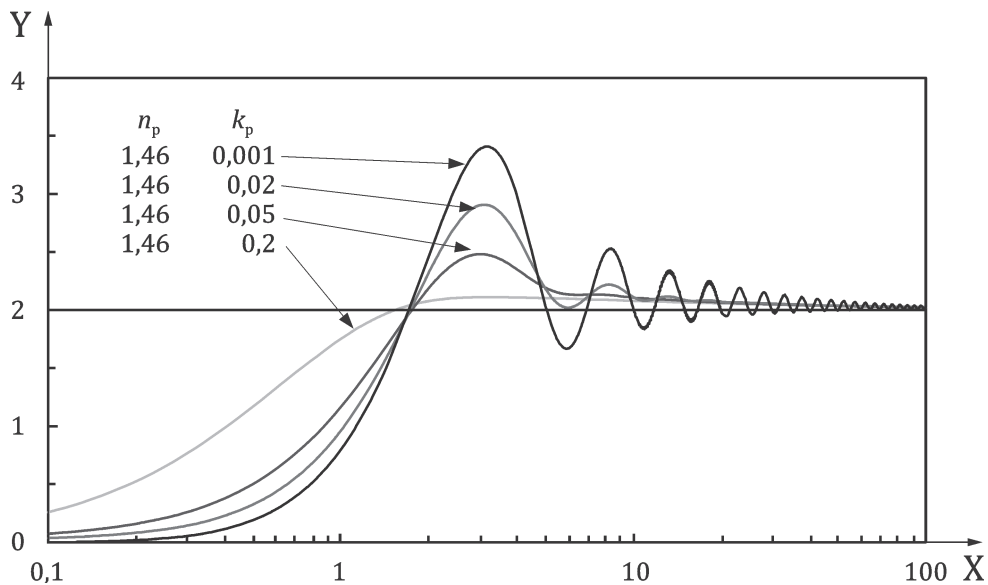
A.5 Auswahl des Modells

Bei modernen Geräten kann entweder das Mie- oder das Fraunhofermodell (geräteabhängig) vom Bediener für die Berechnung der Größe kugelförmiger Partikel angewendet werden. Wie vorstehend angegeben, unterscheiden sich die beiden Theorien grundsätzlich hinsichtlich mittlerer und kleiner Partikel. Es ist nötig, die optischen Eigenschaften des zu messenden Materials zu kennen, um die Auswahl eines angemessenen optischen Modells zu ermöglichen. Bei den meisten Partikeln, die größer als etwa $50 \mu\text{m}$ sind und einen relativen Brechungsindex von mehr als 1,2 aufweisen, ist es möglicherweise nicht nötig, die optischen Eigenschaften zu kennen, da die Mie-Theorie und die Fraunhofer-Näherung ähnliche Ergebnisse ergeben.

Die Mie-Theorie bietet eine exakte Lösung für das vollständige Streumuster, die für Kugeln aller Größen gültig ist, vorausgesetzt, diese sind homogen und isotrop und ihre optischen Eigenschaften sind bekannt. Außerdem kann auch die Amplituden-, Wellenlängen- und Polarisationsabhängigkeit der Streuung berechnet werden.

Bei der Fraunhofer-Näherung ist es erforderlich, dass Partikel im Vergleich zur Wellenlänge des Lichts groß und/oder lichtundurchlässig sind. Sie nutzt keinerlei Kenntnisse über die optischen Eigenschaften des Materials. Ihre Anwendung ist auf die enge Vorwärtsrichtung beschränkt (kleine Streuwinkel). Darüber hinaus prognostiziert sie weder Polarisation, noch berücksichtigt sie die Lichttransmission durch das Partikel.

Bild A.2 und Bild A.3 vergleichen die Extinktionseffizienzen entsprechend dem Mie- und dem Fraunhofer-Modell sowohl für transparente als auch absorbierende Partikel.



Legende

X Partikelgröße (μm)

Y Extinktionseffizienz (-)

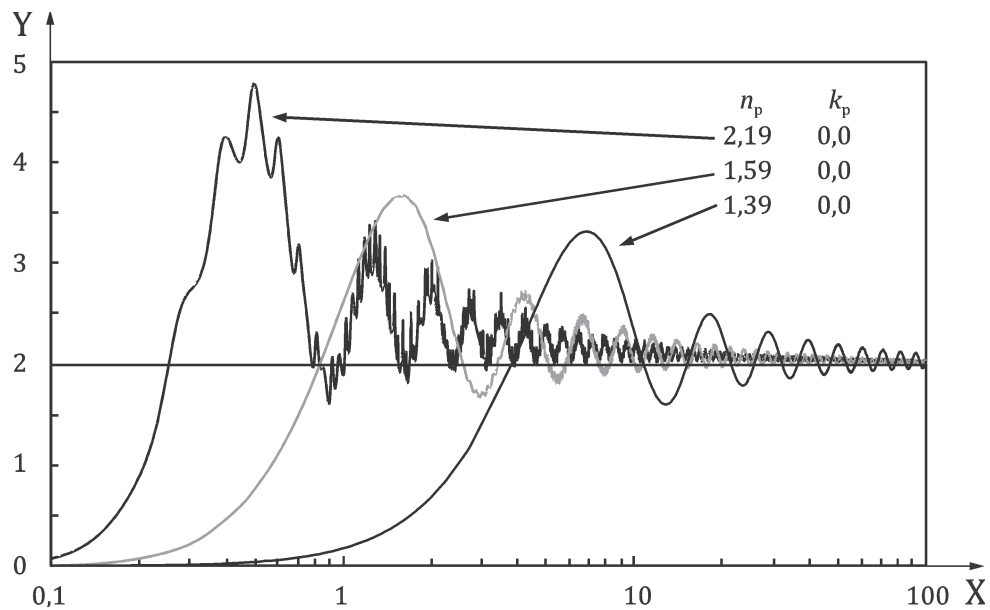
n_p Realteil des Brechungsindex

k_p Koeffizient des Imaginärteils des Brechungsindex

Brechungsindex des Mediums, $n_{H_2O} = 1,33$; Wellenlänge $\lambda = 633$ nm. Der komplexe Brechungsindex ist gegeben durch $\underline{n}_p = n_p - ik_p$.

ANMERKUNG Die Fraunhofer-Theorie nimmt eine Extinktionseffizienz von 2 für alle Partikelgrößen an.

**Bild A.2 — Extinktionseffizienzen im Verhältnis zur Partikelgröße und zum Brechungsindex
(Mie-Modell, absorbierend)**



Legende

X Partikelgröße (μm)

Y Extinktionseffizienz (-)

n_p Realteil des Brechungsindexes

k_p Koeffizient des Imaginärteils des Brechungsindexes

Brechungsindex des Mediums, $n_{H_2O} = 1,33$; Wellenlänge $\lambda = 633$ nm. Der komplexe Brechungsindex ist gegeben durch $\underline{n}_p = n_p - ik_p$.

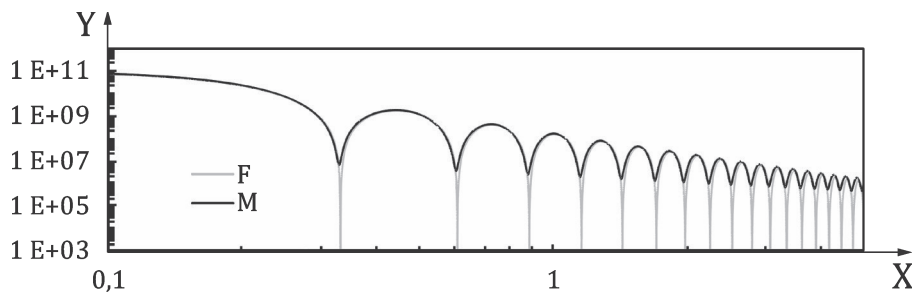
ANMERKUNG Die Fraunhofer-Theorie nimmt eine Extinktionseffizienz von 2 für alle Partikelgrößen an.

**Bild A.3 — Extinktionseffizienzen im Verhältnis zur Partikelgröße und zum Brechungsindex
(Mie-Modell, transparent)**

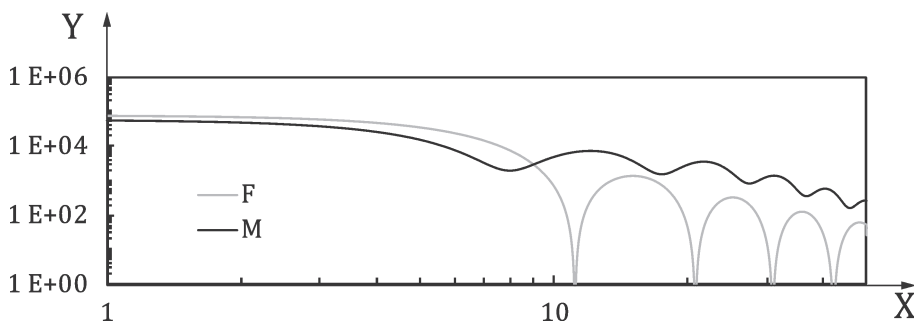
Bild A.2 und Bild A.3 zeigen eine gute Übereinstimmung zwischen der Mie- und der Fraunhofer-Theorie bei transparenten Partikeln, die größer als etwa 50 μm sind und bei lichtundurchlässigen Partikeln ($k_p > 0,2$), die größer als etwa 2 μm sind. Es wird angemerkt, dass die Fraunhofer-Theorie eine Extinktionseffizienz von 2 für alle Partikelgrößen annimmt. Im Bereich von 2 μm bis 50 μm hängt die Übereinstimmung vom relativen Realteil und vom Imaginärteil des Brechungsindex ab. Wo beide Theorien nicht übereinstimmen, zeigt die Mie-Theorie starke Schwankungen, die bei der Extinktionseffizienz im Größenbereich von unter etwa 50 μm vorhanden sind (Größe hängt vom komplexen Brechungsindex ab). Beide Bilder zeigen auch eine rasche Abnahme der Extinktionseffizienz im Sub-Mikrometerbereich.

Bild A.2 und Bild A.3 veranschaulichen, dass bei Partikeln, die kleiner sind als etwa 50 μm, der Fehler bezüglich der prognostizierten Partikelmenge von den optischen Eigenschaften des gemessenen Materials abhängt.

Die Streumuster zeigen ähnliche Regionen mit Übereinstimmung und Nichtübereinstimmung zwischen den beiden Theorien hinsichtlich Partikelgröße und Brechungsindex. Bild A.4 vergleicht die Prognosen nach Mie und Fraunhofer bezüglich der Streumuster für Partikel mit einer Größe von 100 μm (lichtundurchlässig) und 3 μm (transparent).



a) $x = 100 \mu\text{m}, \underline{n}_p = 1,59 - 2,0i$



b) $x = 3,0 \mu\text{m}, \underline{n}_p = 1,59 - 0,0i$

Legende

- X Winkel (Grad)
- Y relative Intensität (-)
- F Fraunhofer-Modell
- M Mie-Modell

Brechungsindex des Mediums, $n_{\text{H}_2\text{O}} = 1,33$; Wellenlänge $\lambda = 633 \text{ nm}$.

Bild A.4 — Vergleich der Streumuster absorbierender und nicht-absorbierender Partikel nach dem Fraunhofer- und dem Mie-Modell

Die Wahl zwischen den beiden Modellen darf von der Betrachtung der Partikelgröße, des realen Brechungsindex und der Absorption (Imaginärteil des Brechungsindex) geleitet werden. Falls alle Partikel in der Größenverteilung größer sind als etwa $50 \mu\text{m}$, dann führen die Fraunhofer-Näherung und die Mie-Theorie zu sehr ähnlichen Ergebnissen. Bei Partikeln im Größenbereich von $2 \mu\text{m}$ bis $50 \mu\text{m}$ hängt der Grad der Übereinstimmung zwischen den beiden Theorien stark von den Werten des komplexen Brechungsindex ab. Eine gute Übereinstimmung wird gewöhnlich bei lichtundurchlässigen Partikeln erzielt, bei transparenten Partikeln hingegen werden verschiedene Ergebnisse erhalten. Bei kleineren Partikeln bietet die Mie-Theorie eine gute allgemeine Lösung. In allen Fällen, bei denen die Mie-Theorie angewendet wird, ist es nötig, gute Werte für die optischen Eigenschaften des betreffenden Materials bereitzustellen. Möglicherweise sind einige Untersuchungen oder weitere Messungen erforderlich.

Als Leitlinie dafür, welches theoretische Modell das realistischere ist, kann, zusammen mit einer Bestätigung der angewendeten optischen Eigenschaften, ein Vergleich der anhand der Größenverteilungsdaten berechneten Konzentration mit der wahren Konzentration dienen. Eine große Abweichung deutet darauf hin, dass entweder das optische Modell oder der angewendete Brechungsindex nicht korrekt ist. Darüber hinaus können weitere Verfahren (z. B. Mikroskopie oder Sedimentation) angewendet werden, um zu überprüfen, ob ein wesentlicher Anteil kleiner Partikel vorhanden ist. Es wird jedoch angemerkt, dass eine sehr große Anzahl kleiner Partikel erforderlich ist, damit sich ein signifikantes Volumen ergibt, im Vergleich zu einem einzelnen großen Partikel und umgekehrt.