

Zertifiziertes Referenzmaterial

BAM-D001

Partikelgrößenanalyse mit Laserstreulichtverfahren nach ISO 13320

Zertifizierte Werte

Durchgangswerte der Volumenverteilungs- summenkurve Q_3	Äquivalent- durchmesser ¹⁾ in μm	Unsicherheit U ²⁾ in μm
d ₁₀	7,02	0,25
d ₅₀	12,48	0,21
d ₉₀	20,8	1,1

¹⁾ gewichteter Mittelwert von 13 Laboratorien aus dem Zertifizierungsringversuch gemäß ISO 13320:2009

²⁾ nach den Richtlinien des Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (ISO/IEC Guide 98-3:2008) bestimmte erweiterte Unsicherheit (Faktor $k = 2$, entsprechend einem Vertrauensniveau von ca. 95 %)

Werte zur Information

Brechungsindex n_p ³⁾	2,645
Imaginärteil des Brechungsindex k_p (Absorption) ³⁾	0,1
Feststoffdichte ρ in g/cm^3	3,205

³⁾ für eine Wellenlänge von 633 nm

Die Gültigkeit dieses Zertifikats endet 5 Jahre nach Auslieferung.

Auslieferungsdatum:

Beschreibung des Materials

Es handelt sich um hexagonales Siliciumcarbid, das als Pulver in Glasflaschen mit Schraubdeckel mit jeweils 10 g Inhalt angeboten wird.

Empfohlener Einsatzbereich

Das zertifizierte Referenzmaterial BAM-D001 kann zur Verifizierung der mittels Laserstreulichtverfahren gemäß ISO 13320:2009 erhaltenen Analyseergebnisse eingesetzt werden.

Handhabung

Nassdispergierung

Das Pulver ist direkt vor der Messung nass zu dispergieren. Als Dispergiermittel wird eine 0,003 mol/l Tetranatriumdiphosphatlösung verwendet. Hierfür werden 0,798 g $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ in einem Liter destilliertem Wasser gelöst.

Ultraschallbehandlung

Eine Menge von ca. 0,3 g der Probe wird in ein Becherglas gegeben, in dem 80 ml der 0,003 mol/l $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ -Lösung vorgelegt wurden. Die Probe ist mittels Ultraschall(US)- Behandlung mindestens drei Minuten lang zu dispergieren. Dafür ist vorzugsweise ein leistungsstarker (externer) US-Desintegrator zu verwenden.

Nach der US-Behandlung soll die Suspensionen in einem Kaltwasserbad auf Raumtemperatur gekühlt und hierbei bis zur Durchführung der Messung mit einem Magnetrührer bewegt werden.

Durchführung der Messung

In der Dispergiereinheit des Messgerätes wird 0,003 mol/l $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ -Lösung vorgelegt und eine Hintergrundmessung durchgeführt. Danach entnimmt man mit einer Pipette die US-behandelte und gekühlte Suspension und gibt diese zu. Hierbei sind die Empfehlungen der Gerätehersteller für die Probenkonzentration in der Messzelle zu berücksichtigen. Während der Hintergrund- und Probenmessung soll die Suspension gerührt werden.

Insbesondere muss auf Blasenfreiheit der Suspension vor und während der Messung geachtet werden.

Die Berechnung der Partikelgrößenverteilung erfolgt nach Mie. Folgende optische Parameter sind für die Berechnung nach Mie zu verwenden:

Brechungsindex n_p : 2,645

Imaginärteil des Brechungsindex k_p (Absorption): 0,1

Brechungsindex n_m des Dispergiermediums (Wasser): 1,33

Außerdem sollte, wenn möglich, ein Berechnungsmodell angewendet werden, das eine *irreguläre* Partikelform berücksichtigt.

Die Feststoffdichte ρ des Materials, bestimmt mit He-Pyknometrie (DIN 66137-2:2004), beträgt $3,205 \text{ g/cm}^3$.

Vergleich eines Messergebnisses mit dem zertifizierten Wert

Zur Verifizierung eigener Messergebnisse unter Verwendung des Referenzmaterials BAM-D001 dient in Anlehnung an die Application Note 1 (Thomas Linsinger, EC, IRMM, 2005) ein Vergleich zwischen der ermittelten Differenz aus Messwert und zertifiziertem Wert (Δ_m) mit deren erweiterter Unsicherheit (U_Δ).

Dabei kann folgendermaßen vorgegangen werden:

Zunächst wird die absolute Differenz zwischen dem Messwert und dem zertifizierten Wert berechnet:

$$\Delta_m = |d_m - d_{\text{CRM}}|$$

d_mMesswert

d_{CRM}zertifizierter Wert

Dann wird die Unsicherheit von Δ_m bestimmt:

$$u_{\Delta} = \sqrt{u_m^2 + u_{CRM}^2}$$

u_{Δ} kombinierte Unsicherheit des Messergebnisses und des zertifizierten Wertes

u_mUnsicherheit des Messergebnisses

u_{CRM}Unsicherheit des zertifizierten Wertes

Die Unsicherheit des zertifizierten Wertes ergibt sich aus der auf dem Zertifikat angegebenen erweiterten Unsicherheit U geteilt durch den Faktor $k = 2$.

Die Unsicherheit des Messergebnisses kann näherungsweise durch die aus dem Zertifizierungsringversuch gewonnene Vergleichstandardabweichung ausgedrückt werden und weist folgende Beträge auf (zugrundeliegende Daten vgl. Anlage 3 zum Zertifizierungsbericht):

d_{10} -Wert: $u_m = 0,4 \mu\text{m}$

d_{50} -Wert: $u_m = 0,28 \mu\text{m}$

d_{90} -Wert: $u_m = 1,7 \mu\text{m}$

Die kombinierte Unsicherheit wird nun noch mit dem Faktor $k = 2$ multipliziert, was einem Vertrauensniveau von etwa 95 % entspricht.

$$U_{\Delta} = 2 \times u_{\Delta}$$

Zur Bewertung der Leistungsfähigkeit wird Δ_m mit U_{Δ} verglichen. Wenn $\Delta_m \leq U_{\Delta}$, dann besteht keine signifikante Differenz zwischen dem Messergebnis und dem zertifizierten Wert.

Transport und Lagerung

Die Probe muss trocken gelagert werden.

Beteiligte Laboratorien

Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme IKTS, Dresden

H. C. Starck GmbH, Laufenburg

H. C. Starck Ceramics GmbH & Co. KG, Selb

Ivoclar-Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein

K+S-Forschungsinstitut, Heringen/ Werra

Nabaltec AG, Schwandorf

Retsch Technology GmbH, Haan

TU Bergakademie Freiberg, Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Aufbereitungstechnik

TU Clausthal, Institut für Nichtmetallische Werkstoffe, Bindemittel und Baustoffe

Voestalpine Stahl GmbH, Linz, Österreich

W. Haldenwanger, Technische Keramik GmbH & Co. KG, Waldkraiburg

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, FB 5.4 und 5.5, Berlin

Literatur

Zertifizierungsbericht BAM-D001 (P. Kuchenbecker, M. Gemeinert, BAM, Februar 2012)
www.bam.de

Leitfaden für die Entwicklung von BAM-Referenzmaterialien (BAM, 2010)
www.bam.de/pdf/service/referenzmaterialien/bam_rm_leitfaden.pdf

ISO 13320:2009: Particle size analysis — Laser diffraction methods

ISO Guide 35:2006: Reference Materials – General and statistical principles for certification

ISO/IEC Guide 98-3:2008: Uncertainty of measurement – Part 3:
Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM)

Application Note 1 (T. Linsinger, EC, IRMM, 2005)
http://www.bam.de/de/fachthemen/referenzmaterialien/referenzmaterialien_medien/erm_application_note_1_ge.pdf

Akzeptiert als BAM-ZRM am 15. Mai 2012

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

Prof. Dr. P. Dolabella Portella
Leiter der Abteilung 5
Werkstofftechnik

Dr. T. Rabe
i.V. Leiter des Fachbereichs 5.5
Technische Keramik

Verkauf dieses Referenzmaterials:

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

Richard-Willstätter-Straße 11, 12489 Berlin

Tel: 030 8104 2061

E-Mail: sales.crm@bam.de

Fax: 030 8104 1117

Internet: www.webshop.bam.de