

Ergebnisse eines Ringversuchs zur Partikelgrößenbestimmung von Feinstpulvern mittels Lasergranulometrie

Petra Kuchenbecker, Marion Gemeinert, Torsten Rabe
 Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin

Ziel: Vergleichsprüfung polydispenser keramischer Pulver mit Unterschieden hinsichtlich Partikelgröße, Kornform und optischen Eigenschaften

Basis: Versuchsprogramm: ISO / IEC Guide 43/1
 statistische Auswertung: DIN ISO 5725-2
 vereinheitlichtes Messverfahren: ISO 13320-1

Durchführung: Prüfprogramm mit aufgeteilten Proben zur Bestimmung der Präzision; die zugewiesenen Werte (Sollwerte) ergeben sich aus den Messergebnissen der Teilnehmer

Teilnehmer: 31 Teilnehmer aus 3 Ländern mit 12 verschiedenen Messgerätetypen von 6 Herstellern (Beckman-Coulter, Cilas, Fritsch, Leeds & Northrup, Malvern, Sympatec)

Hersteller	Verschüsselungsnummer	Anzahl der Teilnehmer im RV	Anzahl der Gerätetypen im RV
A	1**	11	4
B	2**	8	2
C	3**	5	2
D	4**	3	2
E	5**	2	1
F	6**	2	1

Prüfobjekte: 3 kommerzielle Pulver
 Korund (D_{50} ca. $0,3 \mu\text{m}$)
 Quarz (D_{50} ca. $3,7 \mu\text{m}$)
 Glaskugeln (Ballotini) (D_{50} ca. $35 \mu\text{m}$)

Probenteilung: mittels Rotationskegelprobenteiler und Rüttelrinne

Prüfung der Homogenität: mittels Varianzanalyse an jeweils 10 Proben

Arbeitsanweisung: mit Angaben zur
 - Dispergierung (Art und Konzentration des Dispergierhilfsmittels, Probenkonzentration, Ultraschallbehandlung)
 - Durchführung der Messung (je 6 Messungen mit Neuansatz)
 - Auswertung (Probe 1 und 2 nach Mie unter Verwendung vorgegebener optischer Kennwerte; Probe 3 nach Fraunhofer-Näherung)
 - Protokollierung (D_{10} , D_{50} , D_{90})

statistische Auswertung: gemäß DIN ISO 5725-2 mittels Cochran- und Grubbs-Test

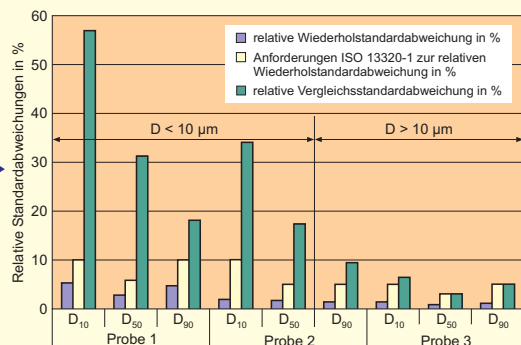
ermittelte Präzisionsdaten:

Wiederholstandardabweichung: Maß für die Wiederholbarkeit der Messergebnisse innerhalb der Labore, ermittelt als gewichteter geometrischer Mittelwert über alle Labore (\rightarrow Reproduzierbarkeit)

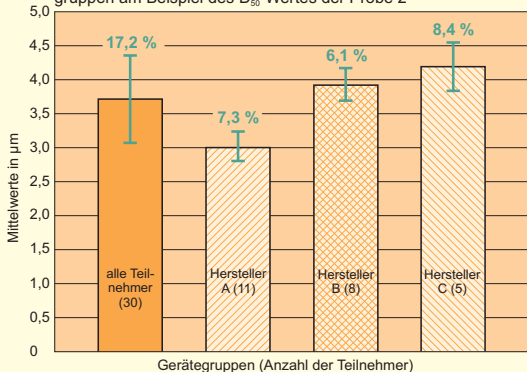
Vergleichsstandardabweichung: Schätzwert für die Streuung des Verfahrens insgesamt; schließt die Abweichung zwischen den Laboren ein

Ergebnisse:

	Probe 1 (Al_2O_3)			Probe 2 (SiO_2)			Probe 3 (Glas)		
	D_{10}	D_{50}	D_{90}	D_{10}	D_{50}	D_{90}	D_{10}	D_{50}	D_{90}
Gesamt-Mittelwert in μm	0,1668	0,3460	0,7752	0,8440	3,7078	10,3659	22,3917	35,7316	51,0201
Wiederholstandardabweichung s_{rel} in %	0,0086	0,0099	0,0365	0,0159	0,0627	0,1425	0,3377	0,2872	0,5546
Relative Wiederholstandardabweichung s_{rel} in %	5,18	2,87	4,70	1,88	1,69	1,38	1,51	0,80	1,09
Anforderungen ISO 13320-1 an s_{rel} in %	10,0	6,0	10,0	10,0	6,0	5,0	5,0	3,0	5,0
Vergleichsstandardabweichung s_{rel} in μm	0,0947	0,1085	0,1415	0,2866	0,6367	0,9743	1,4492	1,1007	2,5388
Relative Vergleichsstandardabweichung s_{rel} in %	56,81	31,36	18,25	33,95	17,17	9,40	6,47	3,08	4,98



Mittelwerte und Verfahrensstreuung für verschiedene Gerätegruppen am Beispiel des D_{50} -Wertes der Probe 2



Zusammenfassung:

Der Ringversuch „Lasergranulometrie an keramischen Feinstpulvern“ zeigte die gute Reproduzierbarkeit der Messergebnisse und die Kompetenz der teilnehmenden 31 Laboratorien. Es gab nur sehr wenige statistische Ausreißer unter den übermittelten Messdaten und die Anforderungen der ISO 13320-1 an die Wiederholstreuung (Reproduzierbarkeit) wurden erfüllt. Im Größenbereich, der mittels Fraunhofer-Näherung ausgewertet werden konnte, war auch die Verfahrensstreuung gering und damit die Vergleichbarkeit der Ergebnisse unterschiedlicher Geräte gegeben. Anders dagegen im Bereich $D < 10 \mu\text{m}$: hier traten z. T. sehr große Abweichungen auf, wobei auch geräte- und probenabhängige Ursachen nachgewiesen wurden. Aussagen zur Richtigkeit der erzielten Gesamt-Mittelwerte konnten nicht getroffen werden, da es sich bei den Prüfobjekten nicht um zertifizierte Referenzmaterialien handelte. Während die Eignung der Lasergranulometrie auch im Mie-Bereich für Relativmessungen sehr gut ist, können die mit Geräten unterschiedlicher Hersteller ermittelten Ergebnisse stark differieren.