

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:

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

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)

http://www.rm-certificates.bam.de/de/rm-certificates_media/rm_cert_particle_size/bam_d001rep.pdf

Leitfaden für die Entwicklung von BAM-Referenzmaterialien (BAM, 2010)

http://www.bam.de/de/fachthemen/referenzmaterialien/referenzmaterialien_medien/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

Certified Reference Material

BAM-D001

Particle Size Distribution by Laser Diffraction Methods
according to ISO 13320

Certified Values

Specific Particle Diameter Corresponding to the Cumulative Undersize Volume Distribution Q3	Equivalent Spherical Diameter ¹⁾ in μm	Uncertainty U ²⁾ in μm
d_{10}	7.02	0.25
d_{50}	12.48	0.21
d_{90}	20.8	1.1

¹⁾ The certified value is the weighted mean of 13 laboratory means which participated in the interlaboratory comparison for certification according to ISO 13320:2009.

²⁾ Estimated expanded uncertainty U with a coverage factor of $k = 2$, corresponding to a level of confidence of about 95 %, as defined in the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (ISO/IEC Guide 98-3:2008).

Values for Information

Refractive index n_p ³⁾	2.645
Imaginary part k_p of particles' refractive index (absorption) ³⁾	0.1
Density ρ in g/cm^3	3.205

³⁾ Wavelength: 633 nm

This certificate is valid for a period of five years beginning with the dispatch of the reference material from BAM.

Date of Dispatch:

Material Description

A unit of BAM-D001 consists of a single glass bottle containing at least 10 g of hexagonal silicon carbide powder.

Intended Use

The certified reference material BAM-D001 is intended for checking instruments and the verification of analytical results determined by laser diffraction methods according to ISO 13320.

Handling

Wet dispersion

The powder has to be dispersed in a liquid. Therefore a 0.003 mol/L tetrasodiumdiphosphate solution should be used. 0.798 g $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ have to be dissolved in 1 L distilled water to produce this solution.

Ultrasonic treatment

Approximately 0.3 g of the powder has to be stirred in 80 ml of the 0.003 mol/L $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ -solution. The suspension has to be treated by ultrasound for at least three minutes. Preferably a high performing external ultrasound disintegrator should be used.

After ultrasonic treatment the suspension has to be cooled at room temperature in a cold water quench and must be stirred by a magnetic agitator until the measurement will be started.

Measurement

0.003 mol/L $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ solution has to be given into the dispersion unit of the measuring device. Then a background measurement has to be performed.

After background measurement a small amount of the cooled dispersed suspension has to be taken by a pipette and added to the dispersion unit. The sample concentration of the solution has to be selected according to the recommendation of the measuring device manufacturer. The suspension has to be agitated during background and sample measurements.

It is important to avoid bubbles in the suspension during the measurements.

Mie theory should be used for the calculation of the particle size distribution. The following optical parameters have to be used for the calculation procedure:

refractive index n_p :	2.645
imaginary part of the refractive index k_p (absorption):	0.1
refractive index n_m of the dispersion liquid (water):	1.33

If possible, a calculation model regarding the irregular shape of the particles should be used.

The density ρ of the material, measured by Helium pycnometry (DIN 66137-2:2004), is 3.205 g/cm^3 .

Comparison of a measured result with the certified values

The verification of results by use of the reference material BAM-D001 should be performed according to Application Note 1 (Thomas Linsinger, EC, IRMM, 2005). Therefore a comparison of the difference of the measured value and the certified value (Δ_m) with the expanded uncertainty (U_Δ) should be used as follows:

At first the absolute value of difference of the measured value and the certified value has to be calculated:

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

d_mmeasured value

d_{CRM}certified value

Secondly, the uncertainty of Δ_m has to be calculated:

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

u_{Δ} combined uncertainty of the measured value and the certified value

u_muncertainty of the measured value

u_{CRM}uncertainty of the certified value

The uncertainty of the certified value is calculated by dividing the expanded uncertainty U , shown at the certificate, by the factor $k = 2$.

The uncertainty of the measured value can be expressed approximately by use of the reproducibility standard deviation which was determined by the interlaboratory comparison for the certification (for data base cp. attachment 3 of the certification report BAM-D001):

d₁₀-value: $u_m = 0.4 \mu\text{m}$

d₅₀-value: $u_m = 0.28 \mu\text{m}$

d₉₀-value: $u_m = 1.7 \mu\text{m}$

The calculated combined uncertainty has to be multiplied by the factor $k = 2$. The result correlates to a confidence level of approx. 95 %.

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

In a final step Δ_m has to be compared with U_{Δ} to evaluate the performance of the measurement. There is no significant difference between the measured value and the certified value if $\Delta_m \leq U_{\Delta}$.

Transport und Storage

The material has to be stored in a dry atmosphere.

Participating Laboratories

Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme IKTS, Dresden, Germany

H. C. Starck GmbH, Laufenburg, Germany

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

Ivoclar-Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein

K+S-Forschungsinstitut, Heringen/ Werra, Germany

Nabaltec AG, Schwandorf, Germany

Retsch Technology GmbH, Haan, Germany

TU Bergakademie Freiberg, Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Aufbereitungstechnik, Germany

TU Clausthal, Institut für Nichtmetallische Werkstoffe, Bindemittel und Baustoffe, Germany

Voestalpine Stahl GmbH, Linz, Austria

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

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

References

Zertifizierungsbericht BAM-D001 (P. Kuchenbecker, M. Gemeinert, BAM, February 2012)

http://www.rm-certificates.bam.de/de/rm-certificates_media/rm_cert_particle_size/bam_d001rep.pdf

Guidelines for the Production of BAM Reference Materials (BAM, 2010)

http://www.bam.de/en/fachthemen/referenzmaterialien/referenzmaterialien_medien/bam_rm_guidelines.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/en/fachthemen/referenzmaterialien/referenzmaterialien_medien/erm_application_note_1_en.pdf

Accepted as BAM-CRM on May 15, 2012

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

Prof. Dr. P. Dolabella Portella
Head of Department 5
Materials Engineering

Dr. T. Rabe
p.p. Head of Division 5.5
Advanced Technical Ceramics

This reference material is provided by:

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

Richard-Willstätter-Straße 11, D-12489 Berlin, Germany

Phone: +49 30 8104 2061

E-mail: sales.crm@bam.de

Fax: +49 30 8104 1117

Internet: www.webshop.bam.de