



## Ringversuch Laserbeugung: MICROTRAC 3x mit perfektem Ergebnis

### Ringversuch: Zielsetzung und Durchführung

Die Microtrac Labore in Haan (Deutschland), Osaka (Japan) und York (USA) haben im Jahr 2021 erfolgreich an einem Ringversuch der BAM (Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung) zum Thema "Bestimmung der Partikelgrößenverteilung von keramischen Pulvern mittels Laserstreulichtverfahren" teilgenommen. Ziel des Ringversuchs waren der Leistungsnachweis und die interne Qualitätssicherung für die teilnehmenden Labore. An dem Ringversuch nahmen insgesamt 45 Laboratorien in 17 Ländern teil. Messgeräte von 7 verschiedenen Herstellern kamen dabei zum Einsatz. Fünf Labore haben den Test nicht bestanden. 30 Labore erreichten eine Erfolgsquote von 100%, darunter alle drei MICROTRAC Standorte!

Dies bestätigt nicht nur hervorragende Gerät zu Gerät Vergleichbarkeit der MICROTRAC SYNC Analysatoren, sondern auch die Zuverlässigkeit der erzielten Ergebnisse. Bei den verwendeten SYNC Analysatoren handelte es sich um Geräte mit der Konfiguration 3R (mit drei roten Lasern).

Für den Ringversuch wurden 3 Proben von keramischen Pulvern von der BAM an die teilnehmenden Labore verschickt. Bezüglich Probenvorbereitung, Dispergierung und Auswertung wurden detaillierte Vorgaben gemacht, um größtmögliche Vergleichbarkeit zu erzielen. Die Ergebnisse in Form der Perzentilwerte  $d_{10}$ ,  $d_{50}$  und  $d_{90}$  wurden in elektronischer Form an die BAM übermittelt und dort mit statistischen Methoden ausgewertet. Jeder Versuchsteilnehmer erhielt einen detaillierten Abschlussbericht, in dem auch die Ergebnisse der anderen Labore in anonymisierter Form enthalten sind.

## Probenmaterial und Probenvorbereitung

Die folgenden drei Pulver wurden im Rahmen Ringversuch analysiert:

- Probe 1: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Korund)
- Probe 2: SiC
- Probe 3: BaTiO<sub>3</sub> (Bariumtitanat)

Die Analysen wurden in 3 mmol/l tetra-Natriumdiphosphatlösung durchgeführt. Jede Probe wurde in einem Becherglas vordispersiert und gemäß den Vorgaben der BAM mit einer externen Ultraschallsonde behandelt:

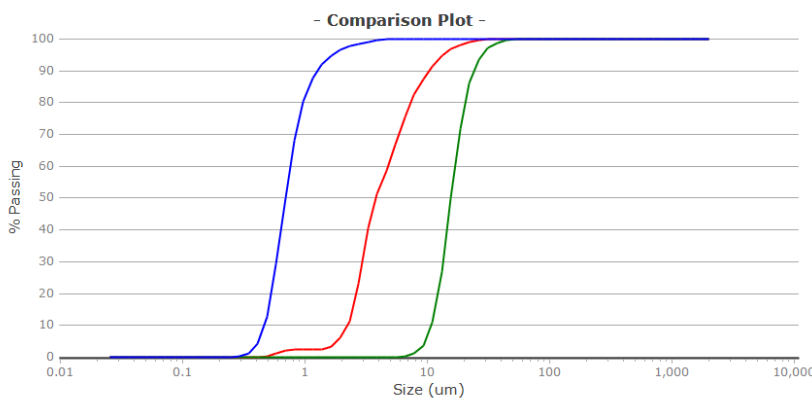
- Probe1: 5 Minuten
- Probe2: 1 Minute
- Probe 3: 11 Minuten

Es wurde jeweils so viel Probe in das Messgerät gegeben, bis eine ausreichende Konzentration für eine Analyse erreicht war. Dann wurden 5 Messungen (ohne Probenwechsel) durchgeführt und von den d10, d50 und d90 Werten jeweils die Mittelwerte aus den Einzelanalysen bestimmt. Diese Prozedur wurde für jeden Material sechsmal wiederholt, sodass insgesamt von jeder Probe 30 Einzelmessungen vorliegen.

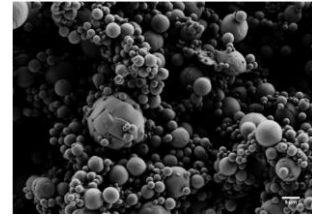
Die Auswertung erfolgte nach MIE-Theorie. Die Brechungsindizes wurden von der BAM vorgegeben.

	<b>Realteil (<math>\lambda = 663 \text{ nm}</math>)</b>	<b>Imaginärteil (<math>\lambda = 663 \text{ nm}</math>)</b>	<b>Partikelform</b>
<b>Probe 1</b>	1.766	0.001	Sphärisch
<b>Probe 2</b>	2.63	0.1	Irregulär
<b>Probe 3</b>	2.40	0.01	Irregulär

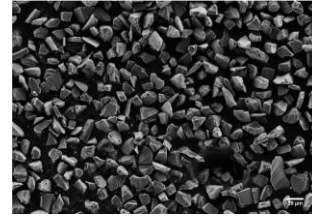
Zusätzlich wurden Angaben für blaues Licht ( $\lambda = 470 \text{ nm}$ ) gemacht. Bei der „Modified Mie“ Auswertung der Microtrac Analysatoren ist die Angabe des Imaginärteils nicht erforderlich, sondern lediglich die Angabe der Partikelform (sphärisch / irregulär).



Probe 1



Probe 2



Probe3

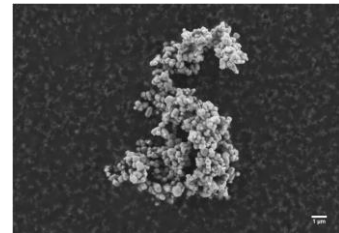


Abbildung 1: Partikelgrößenverteilungen von Probe 1 (rot), Probe 2 (grün) Probe 3 (blau). Rechts: Elektronenmikroskopische Aufnahmen der drei Materialien

## Ergebnisse der MICROTRAC Applikationslabore

Die Abbildungen zeigen die Ergebnisse der drei MICROTRAC Standorte für die Ringversuchsproben.

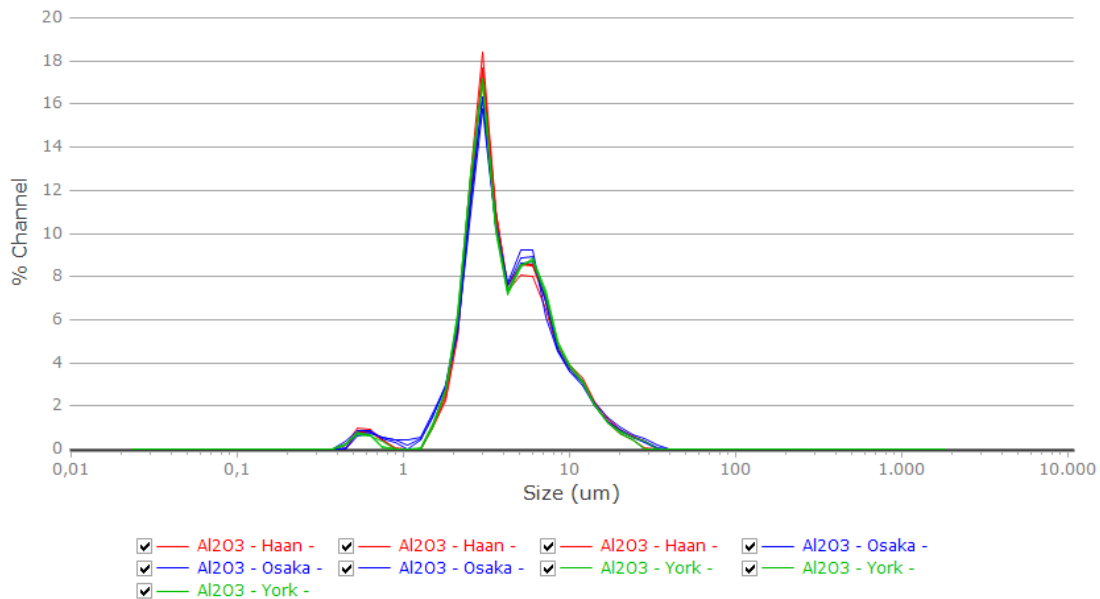


Abbildung 2: Ergebnisse der Probe 1 (Aluminiumoxid). Jeweils 3 Resultate der MICROTRAC Labore in Deutschland (rot), Japan (blau) und USA (grün).

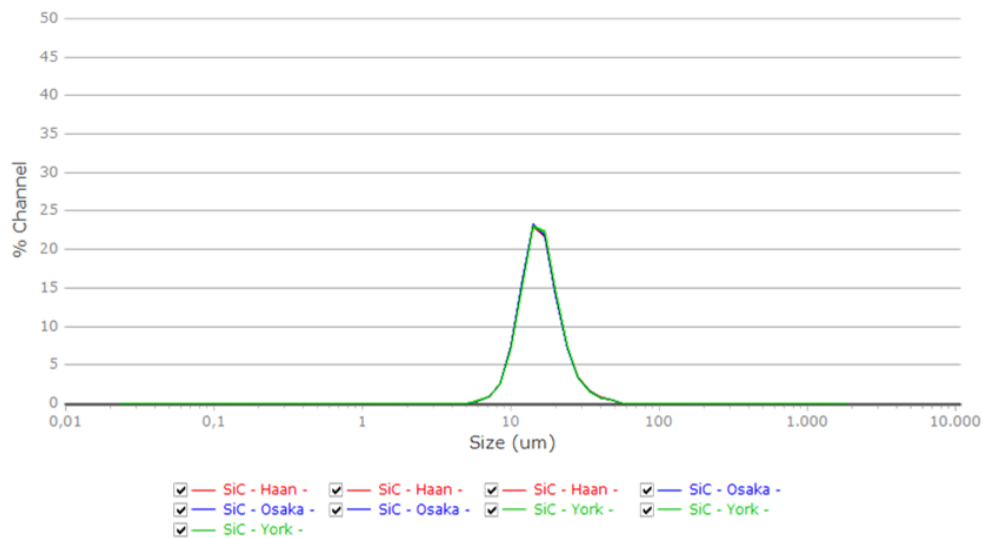


Abbildung 3: Ergebnisse der Probe 2 (Siliziumcarbid). Jeweils 3 Resultate der MICROTRAC Labore in Deutschland (rot), Japan (blau) und USA (grün).

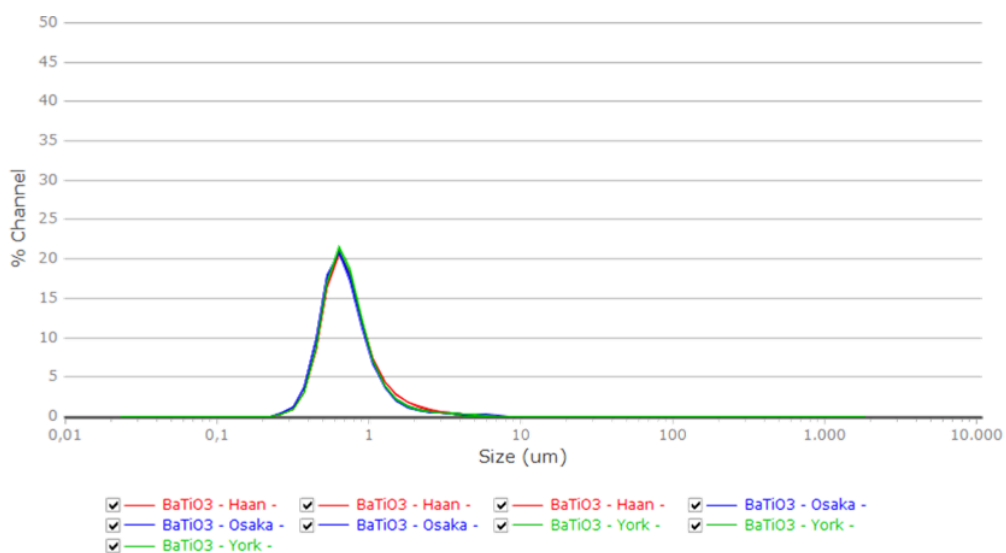


Abbildung 4: Ergebnisse der Probe 3 (Bariumtitanat). Jeweils 3 Resultate der MICROTRAC Labore in Deutschland (rot), Japan (blau) und USA (grün).

## Auswertung durch die BAM

Da es sich bei den analysierten Proben nicht um zertifizierte Referenzmaterialien (CRM) handelt, entspricht der Ringversuch einem Vergleich der Teilnehmer unter „intermediate precision conditions“ (Zwischenbedingungen der Präzision), wie in der ISO 13320:2020 in Punkt 6.5 beschrieben. Aus den Daten der teilnehmenden Labore wurde für jedes Merkmal (d10, d50 und d90 jeder Probe) ein zugewiesener Mittelwert und eine (Soll-)Standardabweichung berechnet. Hiermit wurden die Ergebnisse der teilnehmenden Labore verglichen und bewertet.

Probe	Merkmal	Zugew. Mittelwert [ $\mu\text{m}$ ]	Standardabw. [ $\mu\text{m}$ ]
P1 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	D10	2,103	0,229
P1 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	D50	4,296	0,391
P1 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	D90	9,561	1,180
P2 (SiC)	D10	10,321	0,467
P2 (SiC)	D50	15,545	0,231
P2 (SiC)	D90	23,160	0,832
P3 ( $\text{BaTiO}_3$ )	D10	0,468	0,085
P3 ( $\text{BaTiO}_3$ )	D50	0,805	0,169
P3 ( $\text{BaTiO}_3$ )	D90	1,536	0,431

Aus den jeweils sechs Messwerten d10, d50, d90 jeder Probe (die jeweils auf 5 Wiederholungsmessungen der gleichen Teilprobe basieren), wurde ein Gesamt-Mittelwert für jedes Teilnehmende Labor berechnet. Im nächsten Schritt wurde ein Z-Score ermittelt, wobei es sich um die Differenz aus dem Labormittelwert und dem zugewiesenen Mittelwert, geteilt durch die Sollstandardabweichung handelt. Wenn dieser Z-Score zwischen -3 und +3 liegt, bewegt sich das Messergebnis innerhalb der zulässigen Toleranzen. Z-Scores  $>+3$  oder  $<-3$  stehen für unzulässige Abweichungen. Z-Scores, deren Betrag  $>2$  ist, stellen ein Warnsignal dar, sind aber noch innerhalb der zulässigen Toleranzen.

$$Z - \text{Score} = \frac{\text{Labormittelwert} - \text{zugew. Mittelwert}}{\text{Sollstandardabweichung}}$$

Die Tabelle zeigt für die Labormittelwerte aller drei Standorte die zugehörigen Z-Scores.

Probe	Merkmal	Deutschland		Japan		USA	
		Ergebnis	Z-Score	Ergebnis	Z-Score	Ergebnis	Z-Score
P1 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	D10 [ $\mu\text{m}$ ]	2,258	0,68	2,119	0,07	2,228	0,55
P1 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	D50 [ $\mu\text{m}$ ]	3,772	-1,34	3,805	-1,26	3,745	-1,41
P1 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	D90 [ $\mu\text{m}$ ]	10,203	0,54	10,163	0,51	9,895	0,28
P2 (SiC)	D10 [ $\mu\text{m}$ ]	10,773	0,97	10,787	1,00	10,837	1,10
P2 (SiC)	D50 [ $\mu\text{m}$ ]	15,557	0,05	15,497	-0,21	15,637	0,40
P2 (SiC)	D90 [ $\mu\text{m}$ ]	23,703	0,65	23,507	0,42	23,615	0,55
P3 ( $\text{BaTiO}_3$ )	D10 [ $\mu\text{m}$ ]	0,467	-0,01	0,451	-0,2	0,464	-0,04
P3 ( $\text{BaTiO}_3$ )	D50 [ $\mu\text{m}$ ]	0,688	-0,69	0,667	-0,81	0,678	-0,75
P3 ( $\text{BaTiO}_3$ )	D90 [ $\mu\text{m}$ ]	1,253	-0,66	1,131	-0,94	1,168	-0,85

## Zusammenfassung

Alle drei MICROTRAC Applikationslabore haben den Ringversuch der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung mit 100 % bestanden. Für jedes betrachtete Merkmal lag der Betrag des **Z-Score unter 2**, was für ein hervorragendes Ergebnis spricht. Dies unterstreicht die Zuverlässigkeit und Leistungsfähigkeit der MICROTRAC SYNC Laserbeugungsanalytoren.

## Referenzen:

1. P. Kuchenbecker, F. Lindemann: Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Fachbereich 5.5: "Ergebnisbericht zum Ringversuch PT LS BAM-5.5-2021 Bestimmung von Partikelgrößenverteilungen von keramischen Pulvern mittels Laserstreuungverfahren"