

Partikelgrößenbestimmung mit der statischen Lichtstreuung

Dr. Günther Croll

FRITSCH GMBH, Mahlen und Messen, E-Mail: croll@fritsch-laser.com, Internet: www.fritsch-laser.de

Einleitung

Zahlreiche Eigenschaften von unterschiedlichsten Materialsystemen werden maßgeblich von der Partikelgrößenverteilung des zugrundeliegenden Rohmaterials beeinflusst. Dies können sowohl für einen Produktionsprozess relevante als auch für die Qualität des Endprodukts maßgebliche Kenngrößen sein. Die Feinheit eines pulverförmigen Materials beeinflusst maßgeblich Größen wie die Transportfähigkeit in Rohrleitungen und die Befüllbarkeit von Behältern, ebenso wie etwa die Lösungsgeschwindigkeit in Flüssigkeiten, die Festigkeit von Schüttungen, die Abscheidbarkeit in Filtern, die Haftkraft an fremden Oberflächen, das Adsorptionsvermögen oder die Restfeuchte und viele mehr. Über die Partikelgröße wird somit beispielsweise die Homogenität von Gemischen, die Verdruckbarkeit von Farben, das Geschmackempfinden von Schokolade, das Abbinde- und Trocknungsverhalten von Zement, die Aufnahmegeschwindigkeit von Arzneimitteln, die Festigkeit von Beton, die homogene Verteilbarkeit von Druckertoner und vieles mehr eingestellt.

Partikelgröße und Äquivalentdurchmesser

Eines der grundlegenden Probleme bei jeder Bestimmung der Partikelgröße ist die zunächst notwendige Definition der zu bestimmenden Größe selbst: Was genau ist eigentlich die Größe eines Partikels? Für genau kugelförmige Teilchen ist dies einfach. Jede beliebige Größenkennzahl einer Kugel hängt in einfacher und direkter Weise vom Durchmesser bzw. dem Radius der Kugel ab. Egal ob man am Volumen, der Querschnittsfläche oder der Oberfläche der Partikel interessiert ist, alle Kenngrößen lassen sich leicht und eindeutig aus dem Partikeldurchmesser errechnen.

In der Praxis trifft man jedoch meist nicht auf solch angenehme Verhältnisse, die Partikel denken in der Regel nicht daran, eine exakt sphärische Form anzunehmen. Sie sind üblicherweise kompliziert geformte, dreidimensionale Objekte. Eine Messung des Partikeldurchmessers mit einer beliebigen Messmethode liefert daher einen sogenannten Äquivalentdurchmesser, den Durchmesser einer Kugel, die mit dem jeweiligen Messverfahren dasselbe Ergebnis liefern würde. Was heißt nun dies? Verwendet man beispielsweise zur Partikelmessung ein Siebverfahren, so ist die gemessene Partikelgröße gegeben durch die Weite der meist quadratisch geformten Maschen. Ein längliches Teilchen kann auch dann noch durch ein Sieb fallen, wenn lediglich sein kleinster Durchmesser durch diese Masche hindurch passt. Man erhält somit als Äquivalenzdurchmesser den kleinsten Durchmesser der Partikel. Sehr dünne plättchenförmige Partikel können die Maschen sogar noch passieren, wenn etwa die Breite des Blättchens kleiner als die Diagonale der Maschen ist. Der Äquivalenzdurchmesser gibt also strenggenommen die zweitkleinste

Ausdehnung der Partikel an, die kleinste Ausdehnung wäre hier ja die Plättchendicke. Verwendet man als Messmethode die Sedimentation, so erhält man den sogenannten Stokes-Durchmesser, da bei der Auswertung der Messdaten die Stokes-Gleichung herangezogen wird und damit verbunden implizit einige Annahmen hinsichtlich der Teilchen getroffen werden, die nicht allgemeine Gültigkeit besitzen.

Statische Laserbeugung

Betrachten wir nun etwas genauer die Partikelgrößenbestimmung mit Hilfe der Laserstreuung, genauer gesagt der statischen Lichtstreuung. Fällt Licht auf ein kleines Partikel, so erhält man wegen der Wellennatur des Lichtes nicht ein scharf abgegrenztes Schattenbild, sondern eine von der Wellenlänge des verwendeten Lichtes und der Teilchengröße abhängige Lichtintensität auch weit außerhalb des geometrischen Schattens. Um die Auswertung dieser Intensitätsverteilung nicht allzu kompliziert zu gestalten, verwendet man zur Beleuchtung der Partikel üblicherweise einen Laser, da somit nur eine einzige Wellenlänge in die Berechnungen eingeht. Der Zusammenhang zwischen der gemessenen Streuintensität und der Partikelgröße ergibt sich aus der sogenannten Mie-Theorie. Für ausreichend große Teilchendurchmesser kann auch die Fraunhofer-Näherung herangezogen werden, die für diesen Fall aus der Mie-Theorie hervorgeht. Als Ergebnis liefert die Theorie ein Muster von hellen und dunklen Ringen um das Streuzentrum herum, deren Weite mit abnehmender Partikelgröße zunimmt. Mit anderen Worten: ein kleines Partikel erzeugt ein System weit auseinander liegender Ringe, ein großes jedoch Ringe mit geringem Abstand. Der typische abdeckbare Messbereich eines Laser Particle Sizers, der auf der statischen Lichtstreuung basiert, liegt im Bereich von deutlich unter $0,1\mu\text{m}$ bis zu etwa zwei Millimetern. Da die Streutheorie streng nur für sphärische Teilchen gilt, liefert die Laserstreuung als Endergebnis den Äquivalenzdurchmesser einer Kugel gleicher Streuintensitätsverteilung.

Der grundsätzliche Aufbau von Geräten für die Laserstreuung ist stets gleich: Ein Laserstrahl durchstrahlt das zu messende Teilchenkollektiv und das gestreute Licht wird von einem dahinterstehenden, in ringförmige Messkanäle unterteilten Detektor erfasst.

Bei der mittlerweile weit verbreiteten inversen Fourier-Anordnung (Abbildung 1) wird der Laserstrahl bereits vor der Messzelle durch die Fourierlinse geschickt, so dass der nun konvergente Lichtstrahl das Partikelensemble durchläuft und das

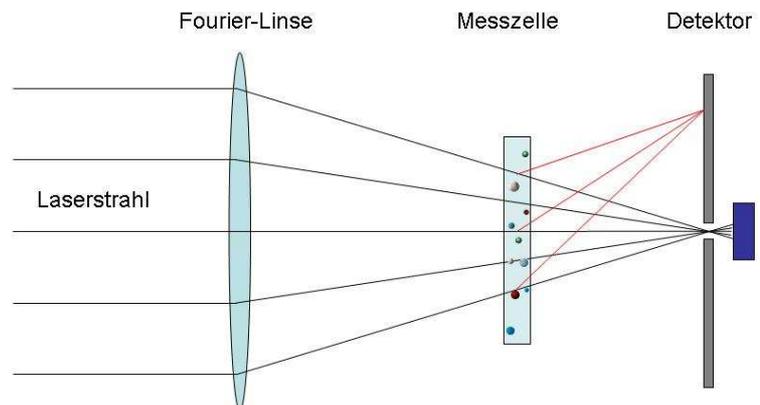


Abbildung 1: Aufbau der inversen Fourier-Optik

gestreute Licht ohne weitere Linsen auf dem Detektor fokussiert wird. Der Hauptvorteil des inversen Fourier-Aufbaus liegt in der Möglichkeit, auch größere Streuwinkel und sogar rückwärts gestreutes Licht zu detektieren, was speziell bei der Untersuchung von sehr kleinen Partikeln wichtig ist.

Verschiebt man nun die Position der Messzelle in dem konvergenten Laserstrahl, so erhält man eine elegante Lösung zur Vermessung einer großen Spanne der Teilchendurchmesser. Dieses Verfahren der verschiebbaren Messzelle wurde von der FRITSCH GmbH patentiert und findet in den Geräten der ANALYSETTE 22 Serie Anwendung. Da sich mit diesem System der Messbereich gewissermaßen an das zu untersuchende Probenmaterial anpassen lässt, wird der interessierende Bereich des Beugungsbildes immer mit der optimalen Winkelauflösung des Detektors vermessen, was für die Partikelgrößen-



auflösung von wesentlicher Bedeutung ist. Betrachtet man beispielsweise den Intensitätsverlauf von zwei kugelförmigen Partikeln mit einem Durchmesser von 30 μm bzw. 33 μm , so erhält man den in Abbildung 2 dargestellten Verlauf. Man erkennt, dass bereits dieser vergleichsweise große Unterschied einen Detektor erfordert, der über eine ausreichende Anzahl von Messkanälen verfügt um eine ausreichende Auflösung der Intensitätskurve zu ermöglichen.

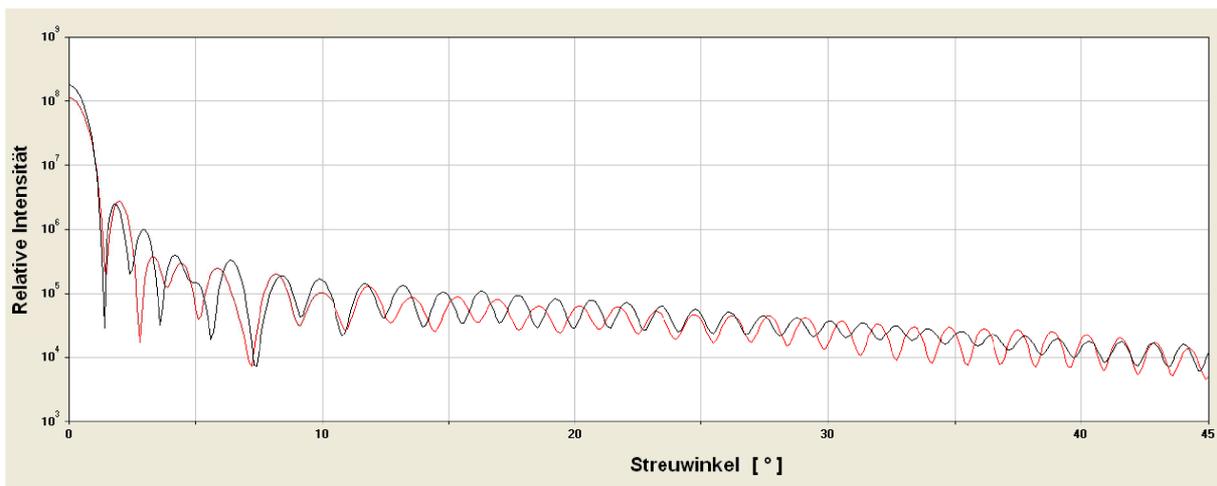


Abbildung 2: Streuintensität für rotes Licht für kugelförmige Teilchen mit einem Durchmesser von 30 μm (rot) bzw. 33 μm (schwarz). Zur Berechnung wurde die Mie-Theorie verwendet.

Dispergierung

Die Messung einer Partikelgrößenverteilung lässt sich nur durchführen, wenn die Partikel einzeln und ausreichend weit voneinander getrennt im Umgebungsmedium vorliegen. Agglomerate, die sich aus mehreren Partikeln zusammensetzen und größere Partikel vortäuschen, müssen im Allgemeinen vor der Messung dispergiert werden. Um also dem optischen Messsystem ein Partikelensemble geeigneter Dichte zur Verfügung zu stellen, wird mit einer Dispergiereinheit das Material so aufbereitet, dass vorliegende Agglomerate möglichst vollständig zerlegt werden. Man unterscheidet hier grundsätzlich sogenannte Trocken-Dispergiereinheiten, bei denen ein Pulver direkt durch ein Düsensystem in die Messzelle eingeblasen wird, und Nass-Dispergiereinheiten, bei denen das zu messende Material – hier kann es sich dann auch um eine Emulsion handeln – in einen geschlossenen Flüssigkeitskreislauf eingebracht wird, in den zur Unterstützung der Dispergierung üblicherweise Ultraschallenergie eingekoppelt werden kann.

Die fachgerechte und an das jeweilige Probensystem angepasste Dispergierung stellt in vielen Fällen die größte Herausforderung bei der Partikelgrößenbestimmung dar. Arbeitet man beispielsweise mit einer Trocken-Dispergiereinheit, die zur Steigerung der Dispergiereffizienz mit sogenannten Prallflächen arbeitet, auf die das zu untersuchende Ausgangsmaterial mit Hilfe eines Druckluftstrahls beschleunigt wird, so muss die Geschwindigkeit des Luftstrahls für die jeweilige Probe geeignet sein. Bei zu niedriger Geschwindigkeit werden Agglomerate nicht vollständig zerlegt, während es bei zu hoher Geschwindigkeit -je nach Probenmaterial- bereits zu einer Zerkleinerung des Primärkorns kommen kann.

Auch bei der Nass-Dispergierung muss zur Erzeugung eines stabilen Partikelensembles auf zahlreiche Faktoren geachtet werden: die Teilchenoberfläche muss vollständig von der verwendeten Flüssigkeit benetzt werden, Agglomerate müssen – meist durch Verwendung eines Rührers und von Ultraschall – zerlegt und die so erzeugten dispergierten Partikel stabilisiert werden, um eine erneute Agglomeration zu verhindern. Um all dies zu erreichen kann es bei kritischen Proben notwendig sein, umfangreiche Versuche durchzuführen, bei denen unterschiedliche Dispergierhilfsmittel und auch unterschiedliche Vorgehensweisen getestet werden.

Wurden jedoch die richtigen Parameter gefunden, so stellt die Laserstreuung eine schnelle und unkomplizierte Messmethode zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilung in einem weiten Größenbereich mit einer hervorragenden Reproduzierbarkeit und einer großen Flexibilität hinsichtlich der zu untersuchenden Materialien dar.