

Partikelanalyse mit der Kamera

Dr. Günther Croll

FRITSCH GmbH

Möchte man für pulverförmige Materialien nicht nur die Größe der Partikel bestimmen sondern auch etwas über ihre Form lernen, so bietet sich die Dynamische Bildanalyse an. Mit dem **Partikelmessgerät ANALYSETTE 28 ImageSizer** stellt die FRITSCH GmbH hierfür ein funktionales, preiswertes Gerät zur Verfügung, das für trockene, gut rieselfähige Schüttgüter zur Anwendung kommt.

Messprinzip

Das zugrunde liegende Messprinzip ist schnell erklärt: Über eine regulierte Vibrations-Zuteilrinne wird das Probenmaterial direkt über einen Fallschacht gefördert, durch den es dann nach unten in einen Auffangbehälter fällt. Auf dem Weg nach unten wird der Partikelstrom von einem großflächigen LED-Feld geblitzt und von einer auf der gegenüberliegenden Seite angeordneten CCD Kamera in schneller Folge fotografiert. Der optische Aufbau ist also vergleichbar mit der Durchlicht-Mikroskopie, man erhält einen hohen Kontrast zwischen dem homogen ausgeleuchteten, hellen Hintergrund und den Licht abschattenden Partikeln. Sämtliche Bilder werden dann von einer Software analysiert und die jeweils ausgewählten Daten nach Abschluss der Messung angezeigt. Doch dazu später mehr.

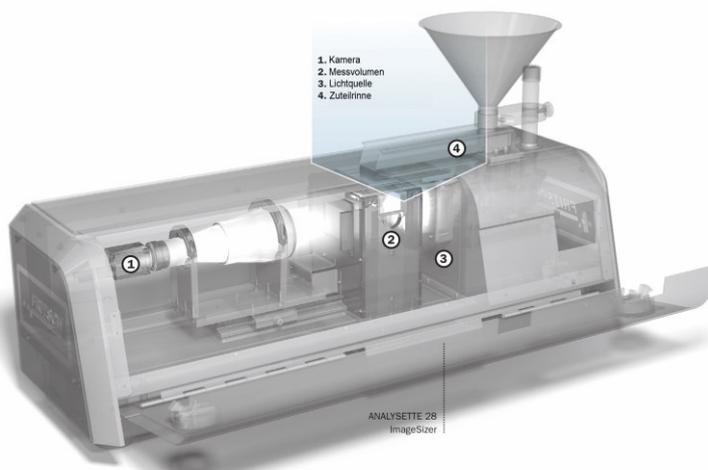


Abb. 1: Messprinzip Partikelmessgerät ANALYSETTE 28 ImageSizer

Optischer Aufbau

Verweilen wir zunächst bei dem optischen Aufbau: Wie bei jedem Mikroskop und jedem landläufigen Fotoapparat hängt die Größe des erzeugten Bildes auf der Netzhaut beziehungsweise auf dem Kamerasensor von der Vergrößerungsleistung des verwendeten Objektivs ab. Daneben sind natürlich auch



Abb. 2: Standard Objektiv

die Kenngrößen des bilderfassenden Kamerasensors für die Qualität der erzielbaren Ergebnisse wichtig. Wesentliche Parameter sind hier sowohl die Gesamtgröße des verbauten Sensors, die Pixelzahl und die maximal möglich Bildaufnahmezeit. Für eine bestimmte Kombination aus Kamera und Objektiv ergeben sich aus der Vergrößerung und den Sensordaten die Grenzen des hiermit erfassbaren Größenbereichs. In der

ANALYSETTE 28 ImageSizer arbeitet eine 5 Mega-Pixel Kamera mit einem 2/3-Zoll CCD-Sensor. Die Pixelgröße liegt bei $3,45 \times 3,45 \mu\text{m}$, was in Kombination mit einer Objektivvergrößerung von 0,184-fach eine Objektgröße von $18,75 \times 18,75 \mu\text{m}$ je Pixel ergibt. Fordert man nun für die untere Messgrenze des Systems Abbildungen von mindestens 8×8 Pixel, so erhält man eine untere Messgrenze von $150 \mu\text{m}$. Durch ähnliche Überlegungen ergibt sich bei dieser Kombination die obere Messgrenze von rund 20 mm , d.h. man deckt den Partikelgrößenbereich von $150 - 20000 \mu\text{m}$ mit einer Optik ab.

Insgesamt stehen vier unterschiedliche Objektive für die ANALYSETTE 28 ImageSizer zur Verfügung, mit denen sich unterschiedliche Messbereiche abdecken lassen. Das Objektiv mit der maximalen Vergrößerung liefert dann eine untere Messgrenze von $20 \mu\text{m}$.

Partikelcharakterisierung

Wie erkennt nun das Gerät Partikel? Eigentlich ganz einfach: Die Anzahl der verfügbaren Graustufen der Kamera beträgt $2^8 = 256$ (d.h. der Dynamikumfang der Kamera beträgt 8 Bit). Vollständiges Weiß entspricht einem Wert von 255, Schwarz ist 0. In der Software wird nun eine Schwelle angegeben, bei der entschieden wird, ob ein Pixel zum Hintergrund oder zu einem Partikel gehört. Solange die Abbildung der Partikel durch das optische System Bilder mit scharfen Übergängen zwischen Schwarz und Weiß erzeugt, ist die Wahl dieses Schwellwertes wenig kritisch. Befinden sich aber zunehmend viele Partikel außerhalb des Fokusbereiches der verwendeten Optik beobachtet man einen deutlichen Einfluss dieses Parameters auf die Resultate.

Schärfentiefe

Hier nun kommt ein weiterer Parameter des optischen Systems zum Tragen, die Schärfentiefe. Sie beschreibt den Entfernungsbereich, innerhalb dessen ein Partikel hinlänglich scharf abgebildet wird. Grundsätzlich ist es nun so, dass die Schärfentiefe mit steigender Objektivvergrößerung abnimmt. Man

kennt dies vielleicht aus eigener Erfahrung von der Mikroskopie: Bei großen Vergrößerungen wird es zunehmend schwer, ein wohl fokussiertes Bild zu erzeugen. Dies führt dann dazu, dass Teilchen, die nicht genau in der Fokusebene an der Kamera vorbei fallen als mehr oder minder unscharfe Kleckse in den Bildern erscheinen. Die Software muss nun entscheiden, welche Teilchen noch hinreichend gut abgebildet werden um zur Auswertung herangezogen zu werden und wo genau der Rand der Partikel liegt. Werden Objektive mit unterschiedlicher Vergrößerung verwendet, kann dies zu Problemen führen.

Bildaufnahmerate

Neben Schärfentiefe, Sensor- und Pixelgröße ist auch die Bildaufnahmerate ein nicht ganz unwichtiger Faktor, wenn er auch für die meisten Anwendungen nicht die zentrale Rolle spielt. Die Bildaufnahmerate wird üblicherweise in ‚frames per second‘, fps, angegeben. Die CCD-Kamera des ImageSizers liefert bis zu 30 fps. Bei solch hohen Bildraten werden innerhalb kürzester Zeit enorm große Datenmengen erzeugt, was entsprechende Anforderungen an die Computerhardware zur Bewältigung der Messaufgabe stellt. Möchte man zudem eine große Probenmenge vollständig vermessen, so führt dies leicht zu nur noch schwer beherrschbaren Datenmengen und zu enormen Messzeiten, da die Probenvorschubgeschwindigkeit – also wieviel Material pro Minute gefördert werden kann – sich nur in engen Grenzen erhöhen lässt: Die Überlagerung zweier Partikelbilder, die zufällig auf der gleichen Sichtlinie an der Kamera vorbei fallen, soll so gering wie möglich gehalten werden.

Auf der anderen Seite muss jedoch auch beachtet werden, dass ein wesentliches Kriterium für die Genauigkeit einer Messung die Gesamtzahl der erfassten und ausgewerteten Partikel darstellt. Ist diese zu klein, so sinkt die statistische Aussagekraft der Daten speziell für die Partikelgrößen, die nicht so oft vorkommen.

Aus der Praxis

In der Praxis gilt es also abzuwägen: Ausreichend viel Material muss verwendet werden um zuverlässige Messungen zu erlauben. Aber nicht zu viel, um nicht unnötige Zeit, Rechenleistung und Speicherplatz zu vergeuden. Wichtig zu wissen ist dann auch, dass speziell Proben mit einer weiteren Partikelgrößenspanne sich während der Förderung auf der Vibrationsrinne leicht entmischen können, sodass es ratsam ist, immer das gesamte Probenvolumen zu vermessen. Möchte man die angesprochenen Probleme einer zu großen Analyse-

menge vermeiden, sollte hier eine möglichst gute Probenteilung vorgenommen werden. Hierzu kann beispielsweise ein FRITSCH Rotations-Kegelprobenteiler LABORETTE 27 verwendet werden, der eine größere Gesamtmenge in ausreichend kleine Einzelproben mit jeweils identischem, repräsentativem Partikelgrößenspektrum zerlegt.

Auswertung

Was fängt man nun mit all den aufgenommenen Bildern an? Zunächst lässt sich natürlich die Partikelgröße bestimmen. Allerdings hat man hier dann schon die Qual der Wahl: Denn während beispielsweise bei der Statischen Lichtstreuung nur ein Wert für den Partikeldurchmesser angegeben wird, bietet ein abbildendes Verfahren natürlich unterschiedliche Möglichkeiten, den Durchmesser eines meist unregelmäßig geformten Partikels zu definieren. Beispiele hierfür können sein: der flächenäquivalente Durchmesser (das ist der Durchmesser einer Kugel, deren Querschnitt die gleiche Fläche aufweist wie das ausgewertete Teilchen), der aus dem Teilchenumfang berechnete Durch-

messer oder der sogenannte Feret-Durchmesser, bei dem zwei parallel Geraden an gegenüberliegende Seiten eines Partikels so angelegt werden, dass sie jeweils das Teilchen berühren aber an keiner Stelle der Partikelrand durchkreuzen.

Ein wesentlicher Vorteil der Dynamischen Bildanalyse liegt natürlich in der Möglichkeit, neben der reinen Bestimmung des Durchmessers auch Informationen zur Geometrie der Partikel zu erhalten. Als einer der einfachsten Form-Parameter sei hier das Aspektverhältnis genannt, das sich als Quotient aus minimalem zu maximalem Feret-Durchmesser ergibt.

Mit der ImageSizing-Software ISS der ANALYSETTE 28 ist es möglich, Verteilungen und Korrelationen nahezu beliebiger Kombinationen von Partikelkenngrößen zu erzeugen. Ob dies nun eine einfache Größenverteilung ist oder der Zusammenhang zwischen der Partikelgröße und dem Aspekt-Verhältnis. In einer Cloud-Darstellung lassen sich speziell

solche Korrelationen einfach und schnell grafisch darstellen. Jedes analysierte Teilchen wird hier als Punkt dargestellt, dessen Koordinaten in der Cloud von den Werten der für die jeweils gewählten Parameter abhängt.

Applikation

Und wo lässt sich all dies jetzt anwenden? Generell immer dann, wenn Partikel vermessen werden, die zunächst sich mit dem verwendeten Messbereich erfassen lassen und die nicht agglomerieren oder an der Förderrinne festkleben. D.h. sämtliche gut rieselfähige, trockene und fettfreie Pulver.

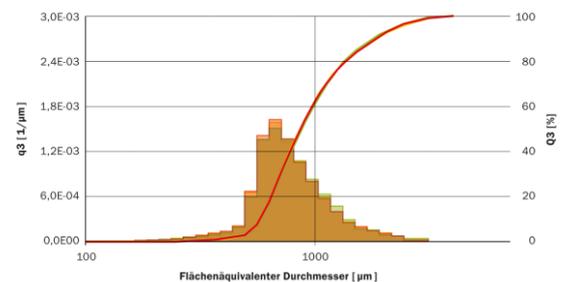


Abb. 3: Sichere Reproduzierbarkeit durch pixelgenaue Auswertung

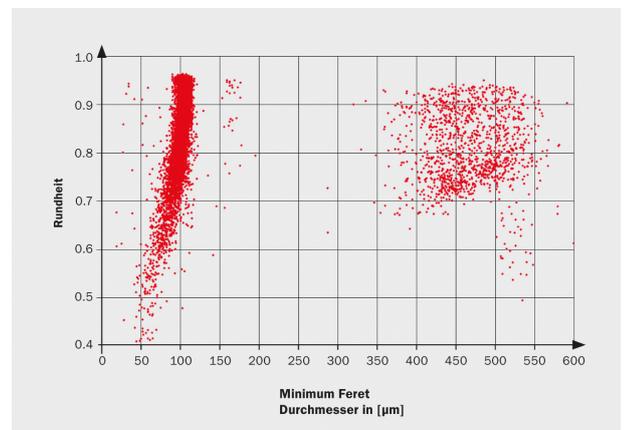


Abb. 4: Minimum Feret - Durchmesser in [µm]

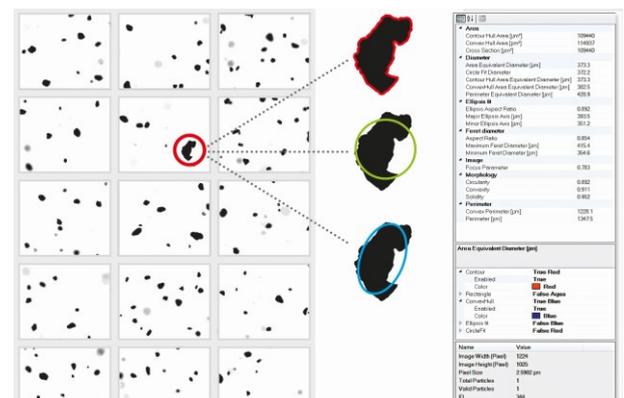


Abb. 5: Einzelbildanalysen aus der Bildergalerie