

Laser-Partikelmessgeräte zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilung

Dr. Günther Croll

Fritsch GmbH

Das zugrunde liegende Prinzip der Laser-Beugung ist sehr einfach: Beugung bzw. Streuung von Licht an einem Partikel erzeugt hinter dem Partikel eine winkelabhängige Intensitätsverteilung, die aus einem Ringsysteme mit hellen und dunklen Bereichen besteht. Je nach Partikelgröße sind die Abstände der hellen und dunklen Bereiche unterschiedlich groß, wobei kleine Partikel große Ringabstände erzeugen und große Partikel zu Intensitätsverteilungen mit eng benachbarten Ringen führen. Exakt berechnen lässt sich der Abstand der jeweiligen Ringe mit Hilfe der Mie-Theorie, wobei bei hinreichend großen Teilchendurchmessern auch die sogenannte Fraunhofer-Näherung verwendet werden kann.

Praktische Umsetzung

Bei der praktischen Umsetzung dieses Prinzips beleuchtet ein Laser-Strahl das meist durch eine Messzelle kontinuierlich hindurchtransportierte Probenmaterial. Ein im Strahlengang hinter der Messzelle positionierter Sensor detektiert dann winkelaufgelöst das durch die Partikel gebeugte bzw. gestreute Laserlicht. Durch einen speziellen optischen Aufbau der Geräte werden die Beugungsmuster aller in der Messzelle beleuchteten Partikel gleicher Größe auf das gleiche Ringsystem projiziert, d.h. sind mehrere Partikel der gleichen Größe vorhanden so nimmt die Intensität der zugehörigen Beugungsringe entsprechend zu.

Die meisten realen Proben weisen jedoch nicht nur eine einzelne Partikelgröße auf, sondern setzen sich aus Teilchen mit einem breiten Band unterschiedlicher Durchmesser zusammen. Daher kommt es jetzt zur Überlagerung von vielen verschiedenen Ringsystemen. Mit Hilfe eines geeigneten mathematischen Verfahrens werden diese Überlagerungen gewissermaßen entfaltet und man erhält als Ergebnis die Partikelgrößenverteilung.

Da der Sensor zur Vermessung der winkelabhängigen Streuintensität in einzelne Segmente bzw. Kanäle unterteilt ist, die jeweils einen bestimmten Winkelbereich abdecken, ist auch die resultierende Partikelgrößenverteilung nicht eine kontinuierliche Kurve sondern in einzelne Größenintervalle unterteilt. Die Breite der einzelnen Größenintervalle (auch Größenklassen genannt) nimmt hierbei mit steigender Partikelgröße logarithmisch zu, sodass bei einer logarithmischen Auftragung der Größenachse die einzelnen Größenklassen gleich breit erscheinen.

Bedeutung von Detektorelementen

Wie breit nun genau die einzelnen Größenklassen sind hängt von verschiedenen Faktoren ab. Der wichtigste hierbei ist die Winkelauflösung des Detektors, die direkt von der Anzahl der Detektorelemente, bzw. genauer gesagt von dem Verhältnis der Anzahl zu dem damit abgedeckten Partikelgrößenbereich abhängt. Wird beispielsweise ein Größenbereich von 0,1 bis 100µm mit 50 Detektorelementen abgedeckt, so lassen sich hieraus sinnvoll deutlich schmalere Größenklassen berechnen als würde mit der gleichen Anzahl von Detektorelementen einen Bereich von beispielsweise 0,1 bis 2000µm abgedeckt. Nun ist es grundsätzlich auch möglich aus wenigen Detektorelementen eine große Zahl von Größenklassenintervallen zu errechnen, doch ist dies physikalisch nicht sinnvoll und man erhält dadurch keine höhere Auflösung und keine zusätzliche Information. Daher ist ein wichtiger Faktor bei der Beurteilung eines Laser-Partikelmessgerätes die effektive Anzahl der Detektorelemente.

Dispergierparameter

Wie bereits erwähnt wird meist das Probenmaterial kontinuierlich durch eine Messzelle transportiert. Wichtig ist hierbei meist, dass die einzelnen Partikel separiert und nicht als Agglomerate vorliegen, weshalb das Probenmaterial zunächst vollständig dispergiert werden muss. Grundsätzlich unterscheidet man bei der Dispergierung zwischen Trocken- und Nass-Dispergierung. Bei der Trocken-Dispergierung wird das Probenmaterial in einem Luftstrom durch ein geeignetes Düsensystem beschleunigt. Durch die starken Druckschwankungen am Ausgang der Düse kommt es zu einer starken Verwirbelung des Materials was zu einem Aufbrechen zumindest der größeren Agglomerate führt. Bis zu welcher minimalen Partikelgröße ein solches Aufbrechen funktioniert hängt stark von dem untersuchten Material ab, da die Kräfte zwischen den einzelnen Partikeln sehr unterschiedlich sein können. Unter günstigen Bedingungen lässt sich die Trocken-Dispergierung bis knapp unter 1µm verwenden, eine Trockenmessung im Nanometer-Bereich ist jedoch im Normalfall nicht möglich. Weitaus besser lassen sich auch schwierige Proben mit der Nass-Dispergierung verarbeiten. Hierbei wird das Probenmaterial in einen geschlossenen Flüssigkeitskreislauf eingegeben (die typische Konzentration liegt je nach Material im Bereich von hundertstel bis zehntel Volumenprozent), in den üblicherweise zusätzlich ein Ultraschallgeber integriert ist, womit ausreichend Energie in die Agglomerate hineingepumpt werden kann, sodass auch Agglomerate aus deutlich kleineren Teilchen als bei der Trockenmessung noch dispergiert werden können. Grundsätzlich muss jedoch festgestellt wer-

den, dass bei vielen Proben die Wahl der geeigneten Dispergierparameter (Flüssigkeit, Ultraschall, Tensid etc.) die eigentliche Herausforderung bei der Messung der Partikelgrößenverteilung darstellt.

Variable Dispergiermöglichkeiten

Daher ist bei modernen Laser-Partikelmessgeräten die Flexibilität der Dispergiermöglichkeiten von zentraler Bedeutung. Beispielsweise bietet die Nass-Dispergiereinheit des neuesten Modells der ANALYSETTE 22 der Firma FRITSCH GmbH, die [MicroTec plus](#), die Möglichkeit neben der Pumpengeschwindigkeit auch die Ultraschallintensität zu regeln. Zudem kann zwischen drei unterschiedlichen Befüllungsgraden des Flüssigkeitskreislaufes gewählt werden und die verwendeten Materialien – Edelstahl, Glas, Viton und Teflon – lassen auch die Verwendung der gängigsten organischen Lösungsmittel zu. Das Gesamtsystem ist modular aufgebaut, einer Messeinheit wird die passende Dispergiereinheit beigelegt.



Durch den gefalteten Strahlengang und die Verwendung sowohl eines grünen als auch eines infraroten Lasers erhält man einen sehr weiten Messbereich (0,08 bis 2000µm) bei trotzdem sehr kompakten Abmessungen. Besonderer Wert wird auf die Flexibilität der Steuer- software gelegt, mit der auch komplexe Dispergieraufgaben gelöst werden können.

Messbeispiel

Die 1. Abbildung zeigt als Messbeispiel die Summenkurve für drei unterschiedliche Milchprodukte. Hierzu wurde jeweils eine geringe Menge des Probenmaterials in den Flüssigkeitskreislauf gegeben und eine vorgegebenen Zeit mit Ultraschall behandelt. Deutlich zu erkennen liegen die feinsten Partikel bei der homogenisierten Milch vor, während die Sahne erheblich größere Fetttröpfchen aufweist.

Abbildung 2 zeigt Messungen von vier unterschiedlichen Schokoladenproben, zwei Vollmilchschokoladen und zwei Sorten mit hohem Kakaoanteil. Die Vollmilchschokolade zeigt hierbei die deutlich größeren Partikeldurchmesser und weiter zeigt das höherpreisige Produkt (schwarze)

eine etwas feinere Partikelgrößenverteilung als die günstigere Vollmilchschokolade, was sich in einem etwas weicheren Mundgefühl niederschlägt. Auch bei der bitteren Schokolade zeigt sich ein deutlicher Unterschied: Eine Schokolade mit 99% Kakaoanteil (rot) ist nochmals deutlich feiner als eine mit 70% Kakaoanteil.

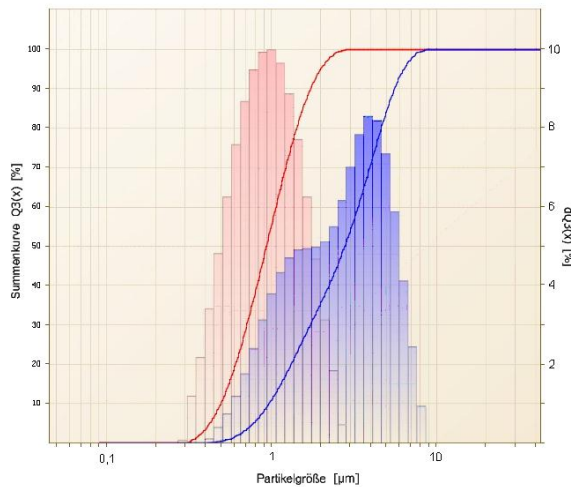


Abb. 1 Partikelgrößenverteilung von homogenisierter Milch (rot) und Sahne (blau) gemessen mit einer ANALYSETTE 22 MicroTec plus.

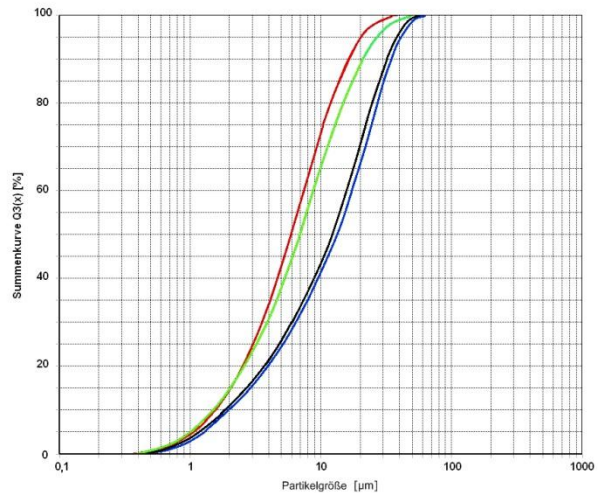


Abb. 2 Gemessene Summenkurven von vier unterschiedliche Schokoladensorten gemessen mit einer ANALYSETTE 22 NanoTec. Wichtig bei Messungen mit Schokolade ist die Verwendung eines geeigneten Lösungsmittels, da ansonsten die Messzellen zu schnell verschmutzen und die Reproduzierbarkeit der Messungen deutlich leidet.