



## Partikelanalyse – zuverlässige, reproduzierbare Aussagen zu Form und Größe

Dr. Günther Croll

Fritsch GmbH

Bilder sind schön. Bilder sind intuitiv. Bilder sind aussagekräftig. Damit sind schon einige der wesentlichen Vorteile der Dynamischen Bildanalyse angerissen – wenn auch bei weitem nicht alle. Doch eines nach dem anderen.

Zwei immer wieder kehrende Aufgaben in der Partikelanalyse sind die Ermittlung der Partikelgrößenverteilung einer Probe und die Frage nach der Form der Partikel. Doch wie so oft ist die Auswahl des geeigneten Verfahrens zur Erfüllung dieser Aufgaben von zahlreichen Parametern abhängig. Und nicht immer gibt es eine eindeutige Antwort darauf, welches die beste Methode ist um alle Aspekte der gestellten Aufgabe möglichst vollständig und effizient abzudecken. Die Welt ist komplex.

Man muss sich also zunächst die wesentlichen Eigenheiten des zu untersuchenden Materials ansehen und weiter klar definieren, was genau die Analyse ergeben soll. Und der sicher wichtigste, zentrale Parameter ist hier schlicht die Größe der zu untersuchenden Partikel: Wenn diese eine Größe von nur wenigen Mikrometern und weniger haben, wird man zu anderen Methoden greifen als bei großen Brocken, die auch mal mehrere Millimeter groß sein können. Heute soll es hier genau um diese „Brocken“ gehen, den Bereich zwischen einigen Mikrometern und einigen Millimetern oder gar Zentimetern. Dies ist der Bereich, in dem lichtoptisch erfasste Bilder ihre Stärken ausspielen können.

### Dynamische Bildanalyse – Wie funktioniert das?

Die **ANALYSETTE 28 ImageSizer** der FRITSCHE GmbH liefert solche Bilder, eine ganze Flut an Bildern. Konkret bis zu etwa 75 Bilder pro Sekunde, und dies bei



Abb. 1: Partikelmessgerät ANALYSETTE 28 ImageSizer ideal für Produktions- und Qualitätskontrolle, Forschung, Entwicklung und im Labor

einer Bildauflösung von 5 Mega-Pixel. Erfasst werden diese Bilder während das Probenmaterial in der Fokusebenen an der Kameraoptik vorbeigeführt und gleichzeitig im Gegenlichtverfahren beleuchtet wird. Wie genau die Partikel an der Kamera vorbeitransportiert werden lässt sich auf verschiedene Arten realisieren. Im einfachsten Fall rieselt das Probenmaterial von einer Vibrations-Förderrinne und fällt kontinuierlich an der Kamera vorbei. Alternativ kann die Probe jedoch auch in eine Suspension überführt werden, die dann durch eine in der Fokusebene der Kameraoptik positionierte Messzelle gepumpt wird. Beide Verfahren haben ihre Vorzüge, aber auch ihre Limitierungen.

### Was macht man nun mit den erfassten Bildern?

Zunächst muss die Software jedes Partikel erkennen. Hierzu werden die Bereiche der Bilder gesucht, die dunkler als der Hintergrund sind; die Schatten der einzelnen Partikel. Man muss sich hierbei klar machen, dass die Kamera nicht nur entweder schwarze oder weiße Pixel liefert, sondern auch zahlreiche Grauwerte dazwischen. Und an den Partikelrändern erfolgt der Helligkeitsübergang von hell zu dunkel nicht schlagartig. Also muss festgelegt werden, ab welchem Grauwert ein Pixel als zum Partikel gehörend identifiziert wird. Es wird also

eine Schwelle eingeführt die alle Bilder in „Partikel“ und „Hintergrund“ aufteilt. Dieser Prozess wird Binarisierung genannt.

Hilfreich ist es übrigens, wenn mit Hilfe der Software auf den aufgenommenen Bildern angezeigt bekommt, wo genau diese Binarisierungsschwelle liegt. Damit erhält man ein wichtiges und hilfreiches Instrument um zu beurteilen, wie „vernünftig“ die Software einzelne Partikel erfasst.

Ist die Binarisierung erfolgt, werden aus den gewonnenen Umrisse zahlreiche Parameter für jedes erfasste Partikel ermittelt. Im Unterschied zu vielen anderen Messverfahren hat man hier die Auswahl: Bei unregelmäßig geformten Partikeln muss man sich zunächst über die zu verwendende Definition der Partikelgröße Gedanken machen. Die ImageSizing-Software (ISS) von FRITSCHE bietet hier ein breites Spektrum von Möglichkeiten an. Vergleiche von Verteilungsgrafiken, die verschiedene Definitionen der Partikelgröße verwenden, sind dann schnell und flexibel möglich (Abbildung 2).

### Was können Sie über die Form der einzelnen Partikel erfahren?

Neben der Bestimmung der Partikelgrößenverteilung liegt bei Dynamischen Bildanalyse natürlich ein Schwerpunkt auf der Formerkennung. Wie stark weichen die Partikel der untersuchten Probe von der idealen Kugelform ab? Welches Breite-zu-Längen-Verhältnis liegt bei dem Material vor? Unterscheiden sich grobe Partikel grundlegend in ihrer Form von feineren Anteilen? Dies sind nur einige mögliche Fragestellungen, deren Untersuchung ein bilderfassendes System erlaubt.

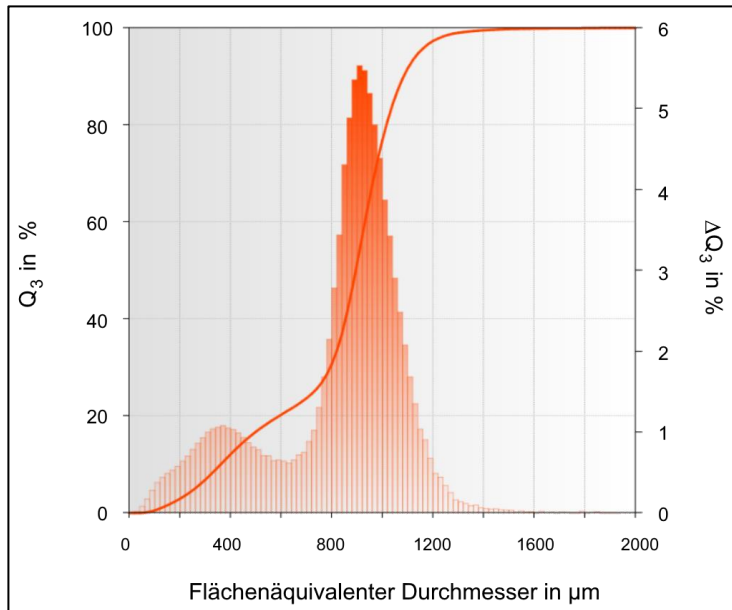


Abb. 2: Partikelgrößenverteilung eines Polymergranulats. Als Größenparameter ist der flächenäquivalente Durchmesser gewählt, d.h. der Durchmesser eines Kreises, dessen Fläche gleich dem Partikelquerschnitt ist.

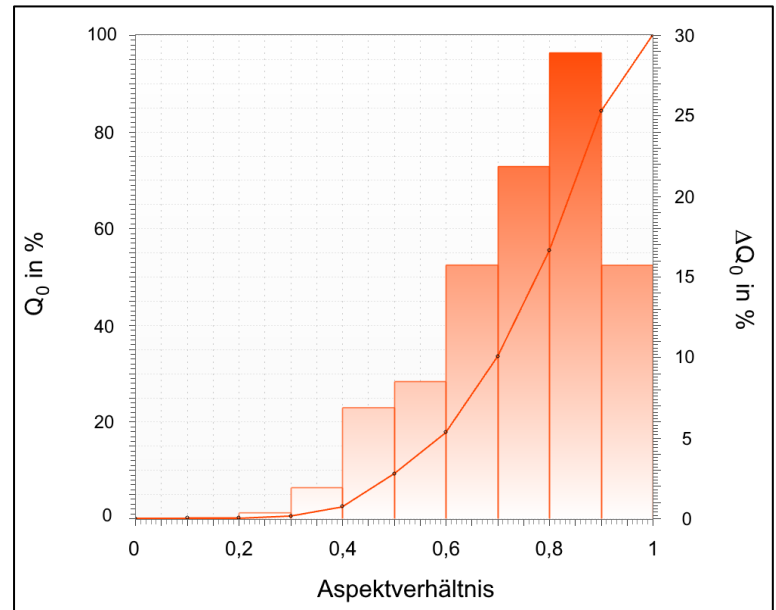


Abb. 3: Verteilung des Aspektverhältnisses einmal als Summenkurve (durchgezogene Linie) und einmal als Dichteverteilung (Balken) aufgetragen. Man beachte den Index „0“, der auf eine Anzahlverteilung hinweist.

Bei der Darstellung der Formparameter einer untersuchten Materialprobe stehen nun in der ImageSizing-Software zwei verschiedene Möglichkeiten zur Verfügung:

Für einen ausgewählten Formparameter, z.B. das sogenannte Aspektverhältnis (Breite-zu-Länge), kann eine Verteilung analog zu einer Partikelgrößenverteilung erzeugt werden – an Stelle einer Partikelgröße wird auf der Abszisse das Aspektverhältnis aufgetragen. Der Ordinatenwert der Ergebniskurve zeigt dann wie üblich den relativen Anteil entweder der Partikel an, die ein Aspektverhältnis kleiner als der jeweilige Abszissenwert besitzen (durchgezogene Linie in Abbildung 3, linke Y-Achse) oder den Anteil innerhalb eines bestimmten Aspektverhältnis-Intervalls (in Abbildung 3 als Balken dargestellt, rechte Y-Achse). Damit erhält man einen schnellen, kompakten Überblick bezüglich des ausgewählten Formparameters.

Bei welchen Partikelgrößen jedoch möglicherweise bestimmte Werte des Aspektverhältnisses bevorzugt auftreten, ob beispielsweise große Partikel eher dazu neigen, von der perfekten Kugelform abzuweichen als kleinere, lässt sich mit dieser Darstellung nicht erkennen. Hier ist die Darstellung der

Daten in einer 2D- oder gar 3D-Cloud hilfreich.

Beispielhaft ist in Abbildung 4 die gleiche Messung nochmals als 2D-Cloud dargestellt. Hierbei erzeugt jedes gemessene Partikel einen Datenpunkt bei dem der y-Wert durch das Aspektverhältnis gegeben ist, während für den x-Wert der flächenäquivalente Durchmesser gewählt wurde. Für die x-Achse kann natürlich auch jeder andere Größenparameter oder auch ein weiterer Formparameter herangezogen werden.

Man erkennt deutlich, dass für dieses Beispiel die kleineren Partikel häufiger von der Kugelform abweichen als die größeren. Man erkennt aber auch einen Bereich um etwa 750 µm Partikelgröße, bei dem auch gehäuft Partikel mit kleinerem Aspektverhältnis auftreten.

#### Fazit

Kommen wir zurück zu der anfänglich gemachten Feststellung: Bilder sind schön. Bilder sind intuitiv. Bilder sind aussagekräftig. Dies beschreibt griffig den großen Charme des Verfahrens.

Bei vielen anderen Techniken zur Partikelgrößenbestimmung hat man es fast schon mit einem Black-Box-Ansatz zu tun. Man wirft eine Probe hinein, Daten werden teilweise in fast mystischer Art und Weise erzeugt und ein Ergebnis liegt am Ende im Ausgabeschacht. Ein tieferes Verständnis ist zwar meist möglich, doch mit erheblichem Aufwand verbunden.

Anders hier: Man kann sich die Bilder der Probe ansehen und sich daraus das Ergebnis erklären.

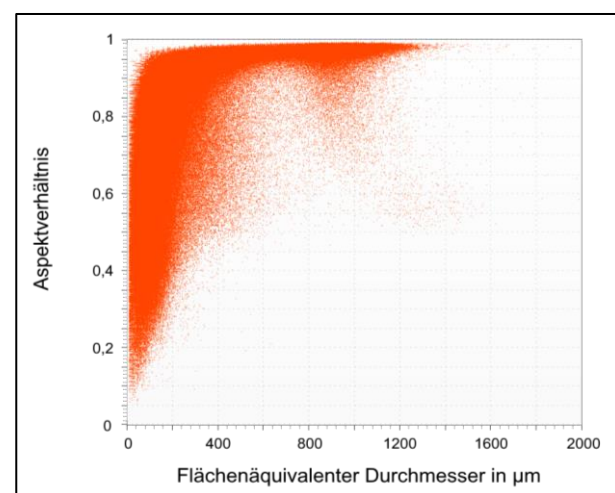


Abb. 4: 2D-Cloud-Darstellung des Aspektverhältnisses über der Partikelgröße