

## Korngrößenverteilungen: Dynamische Bildanalyse übertrifft Laserstreuung

*Jörg Westermann*

*Retsch Technology GmbH, Rheinische Strasse 43, Haan, Germany, [www.retsch.de](http://www.retsch.de)*

Für die Analyse von Korngrößenverteilungen im Bereich von 1 µm bis 1 mm hat sich die Laserbeugung als Routinemessverfahren in der Qualitätssicherung weltweit etabliert. Moderne Laserbeugungsgeräte überzeugen durch kurze Messzeiten, einfache Bedienbarkeit und reproduzierbare Ergebnisse, haben allerdings auch einige entscheidende Nachteile: Eine absolute Größemessung ist trotz Kalibrierung und Validierung der Geräte nicht möglich. Verschiedene Ringversuche haben gezeigt, dass die Ergebnisse sehr deutlich nicht nur vom Hersteller und Typ des Gerätes abhängen, sondern teilweise auch von der Software- und Gerätegeneration.

Weitere Einschränkungen des Laserstreuungsverfahrens sind die unbefriedigende Nachweiswahrscheinlichkeit für kleine Volumenanteile (Über- oder Unterkorn) von ca. 2-3 %, sowie die schlechte Auflösung für Partikel im Bereich einiger 100 µm bis mm. Obwohl Laserstreulichtgeräte Partikel von wenigen 10 nm detektieren können, stehen für den Bereich >1 mm nur sehr wenige Messkanäle zur Verfügung. Die Auflösung der Laseranalyse ist hier vergleichsweise schlecht, da mit zunehmender Partikelgröße die Beugungswinkel immer kleiner werden. Mehrmodale Verteilungen lassen sich mit dieser groben Einteilung nicht präzise vermessen, selbst Partikel mit einigen 100 µm Größenunterschied werden in dieselbe Messklasse eingeordnet.

Das komplexe, indirekte Messverfahren der Laserbeugung mit der komplizierten mathematischen Auswertung der Ergebnisse ist für viele Anwender eine „Black Box“. Die Auswahl der optimalen Parameter für die Auswertung erfordert viel Erfahrung, außerdem sind für die Interpretation der Ergebnisse oft Vorkenntnisse über die Beschaffenheit der Probe notwendig. Falsche Annahmen und Parameter führen zu reproduzierbaren, aber falschen Messergebnissen. Die statische Streulichtanalyse ist ein schnelles, in der Durchführung oft einfaches, in der Auswertung jedoch anspruchsvolles

Verfahren. Wünschenswert ist eine Messmethode, die die Eigenschaften der Partikel unmittelbar erfasst, zum Beispiel durch ein Foto des Partikels, und nicht über Umwege berechnet.



Seit kurzem ist mit dem CAMSIZER XT solch ein direktes, intuitiv verständliches Messverfahren auch für feine Pulver ab 1  $\mu\text{m}$  verfügbar. Die Dynamische Bildanalyse übertrifft die Laserbeugung beim Auflösungsvermögen und der Nachweisempfindlichkeit um mehr als den Faktor 10.

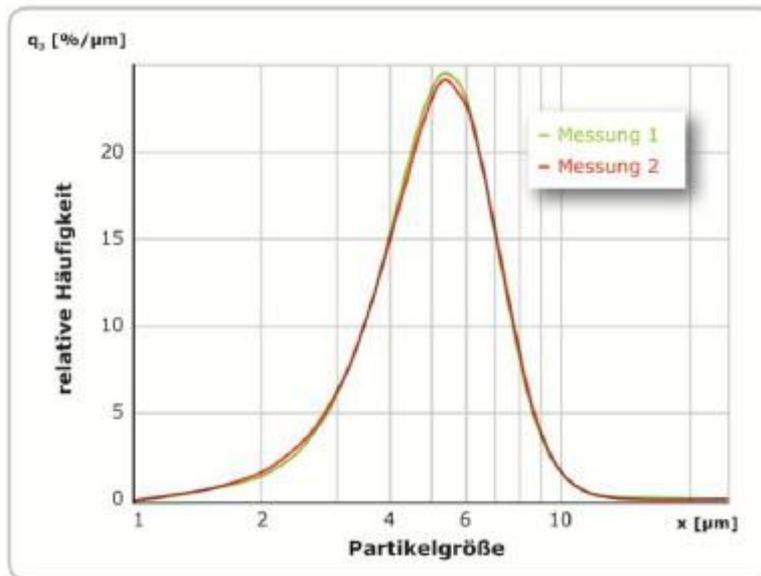


Abbildung 1: Messung von Siliziumcarbid mit einer Verteilungsbreite von 1-10  $\mu\text{m}$  und einem Mittelwert von 5  $\mu\text{m}$  (Trockendispersierung mit Druckluft). Mit dem neuen CAMSIZER XT können nun auch die Mikrokörnungen von Schleifmitteln hinsichtlich Größe und Form untersucht werden.

Die Dynamische Bildanalyse war bislang nur für trockene, rieselfähige Pulver und Granulate in einem Größenbereich  $>30 \mu\text{m}$  etabliert. Dank modernster Computer- und Kameratechnik können nun auch feinere Partikel scharf abgebildet und in Echtzeit ausgewertet werden. Dabei wird eine Auswertegeschwindigkeit von 275 Bildern pro Sekunde erreicht.

Auch im Messbereich ab 1  $\mu\text{m}$  bietet das Verfahren „Bildanalyse“ klare Vorteile: Durch die direkte Abbildung der Partikel mit extrem hochauflösenden Kameras kann ihre Größe und Form präzise bestimmt werden und das über mehrere Größenordnungen hinweg und mit deutlich höherer Auflösung als bei der Laserbeugung. Die folgenden Anwendungsbeispiele illustrieren diesen Sachverhalt.

### Sichere Bestimmung von Überkorn

Die Laserstreuung erfasst ein Partikelkollektiv, das Streusignal ist deshalb immer eine Mittelung über viele Partikel. Kleine Mengen an Über- oder Unterkorn verursachen nur eine minimale Änderung des Streulichtmusters und können daher nicht zuverlässig detektiert werden. Je nach Probenmaterial gilt ein Volumenanteil von ca. 2-3 % als absolute Nachweisgrenze. Die Bildverarbeitung wertet hingegen einzelne Partikel aus und detektiert, je nach Betriebsart, jedes

Partikel der Probe. Einige wenige Partikel in der Probe reichen für einen sicheren Nachweis aus, auch wenn diese nur weniger als 0.01 % der Probenmenge entsprechen. Dies eröffnet Anwendern völlig neue Perspektiven in der Charakterisierung disperser Materialien und eine verbesserte Qualität in der Produktionsüberwachung.

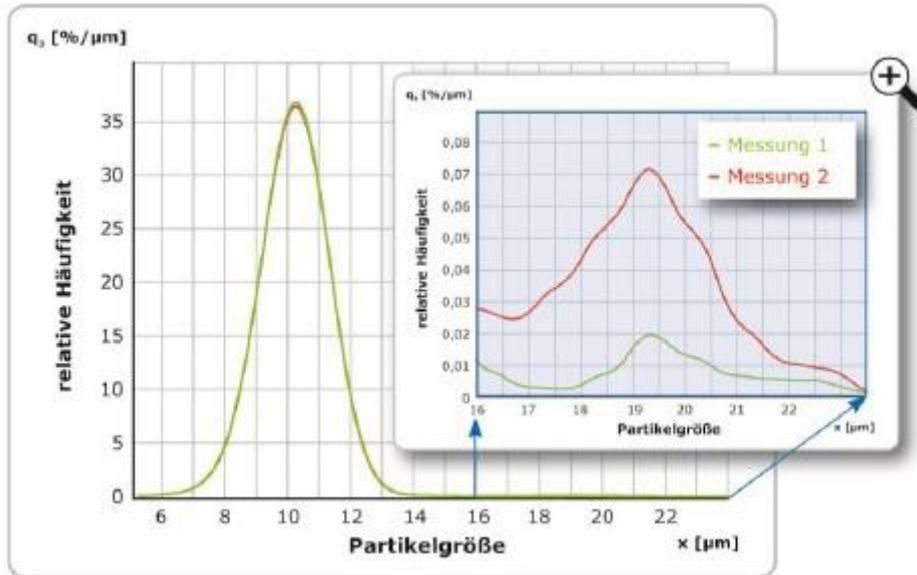


Abbildung 2: Detektion von Überkorn in einer Probe mit x50 von ca. 10 µm. Vergleich von 2 verschiedenen Proben mit unterschiedlichem Überkornanteil. Probe zwei (rot) enthält 0,2 % mehr Überkorn bei ca. 20 µm. Mit Laserbeugung ist es nicht möglich, diesen feinen Unterschied zwischen den Proben zu erfassen.

### Präzisere Partikelgrößenmessung dank Formerkennung

Die Laserbeugung nimmt vereinfachend alle Partikel als rund an. Die reale, von Kugeln abweichende Partikelform, ändert zwar das Streulichtmuster, diese Änderung kann jedoch von der Software nicht eindeutig auf eine bestimmte Form- und Größenverteilung zurückgerechnet werden. Länge und Breite der Partikel können nicht unterschieden werden, gehen aber beide in die Berechnung der „Partikelgröße“ ein. Die Partikelgrößenverteilung wird daher oft breiter berechnet, als sie tatsächlich ist und mit schlechterer Auflösung.

Wenn man hingegen mit der Dynamischen Bildverarbeitung die Partikel analysiert, kann man Länge, Breite und Äquivalentdurchmesser (1) getrennt bestimmen (Abbildung 3). Man kann also aus einer Messung mehrere Größenverteilungen erhalten, je nachdem welche Größendefinition betrachtet wird.

(1) Größe des Partikels bedeutet hier, dass der Durchmesser eines Kreises mit gleichem Flächeninhalt wie das Partikelbild als Partikelgröße  $x_{Area}$  definiert wird.

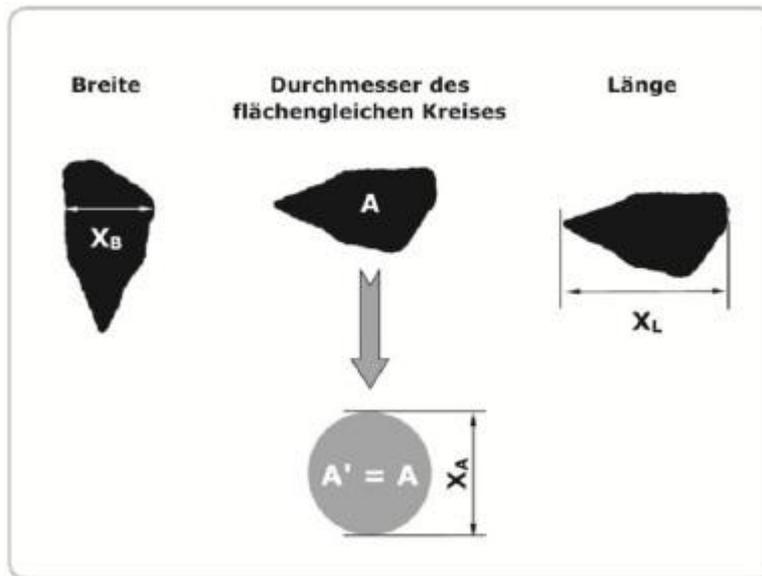


Abbildung 3: Schematische Darstellung der Länge  $x_L$ , der Breite  $x_B$  und des Durchmessers  $x_A$

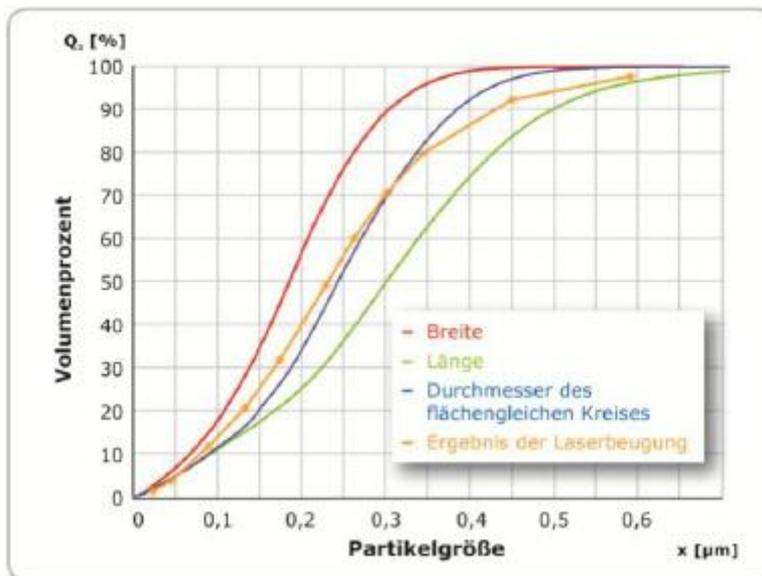


Abbildung 4: Die digitale Bildverarbeitung ermittelt die Größenverteilung anhand der Partikelbreite ( $x_B$  rot), dem Äquivalentdurchmesser ( $x_A$  blau) und der Partikellänge ( $x_L$  grün). Das Ergebnis der Laserbeugung ist die **orangefarbene** Kurve. Die Ergebnisse der Bildverarbeitung sind detaillierter und besser aufgelöst. Durch Siebung und Mikroskopie lässt sich die Richtigkeit der Bildverarbeitung eindrucksvoll bestätigen.

Die Abweichungen zwischen der realen Partikelform und der idealisierten Kugelform, die der Laserbeugung zugrunde gelegt sind, werden in der nachfolgenden Darstellung deutlich. Kugeln haben ein  $b/l$  Verhältnis von 1,0. Fast alle Partikel in dieser Probe haben hingegen ein  $b/l$  Verhältnis  $< 0,9$ , sind also deutlich unrund. Die Messung der Kornform mit der Dynamischen Bildanalyse führt somit zu einem besseren Verständnis der Qualität der Probe.

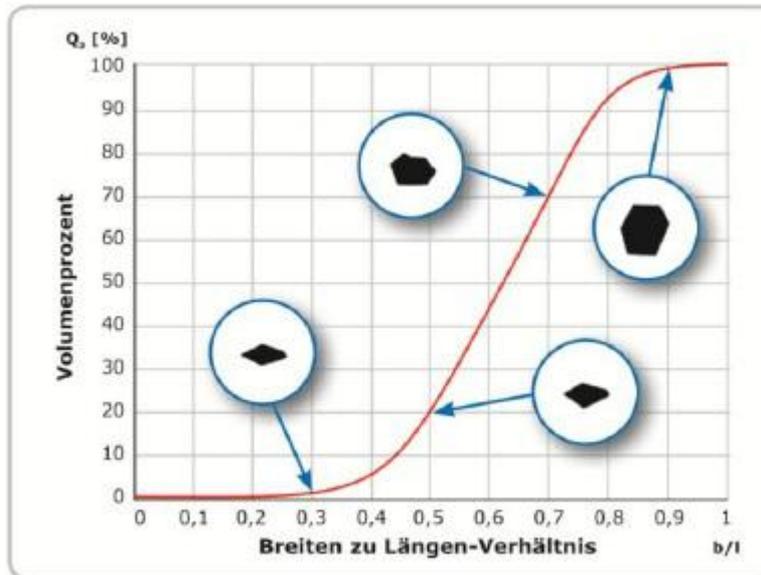


Abbildung 5: Kornformerkennung mit Digitaler Bildverarbeitung. Das Beispiel zeigt ein Breiten-zu-Längenverhältnis ( $b/l$ ) der Probe aus Abbildung 4. 20 % der Partikel sind doppelt so lang wie breit, ca. 1 % der Partikel sind sogar dreimal so lang wie breit.

Genau wie bei der Laserstreuung müssen natürlich auch bei der dynamischen Bildverarbeitung die Partikel im Messfenster vereinzelt werden, damit diese als einzelne Partikel vermessen werden können. Agglomerate oder zusammenhaftende Partikelgruppen täuschen größere Partikel vor. Bei beiden Messmethoden werden daher die Partikel in einem Druckluftstrahl dispergiert oder alternativ in einer Flüssigkeit. Die Parameter der Dispergierung müssen so einstellbar sein, dass stark agglomerierende Partikelgruppen aufgebrochen werden, ohne dabei die Primärpartikel zu zerstören. Die Dynamische Bildverarbeitung gibt zusätzlich Auskunft darüber, wie gut und effektiv diese Dispergierungen arbeiten, da die Partikel-Projektionen als Bilder jederzeit verfügbar sind.

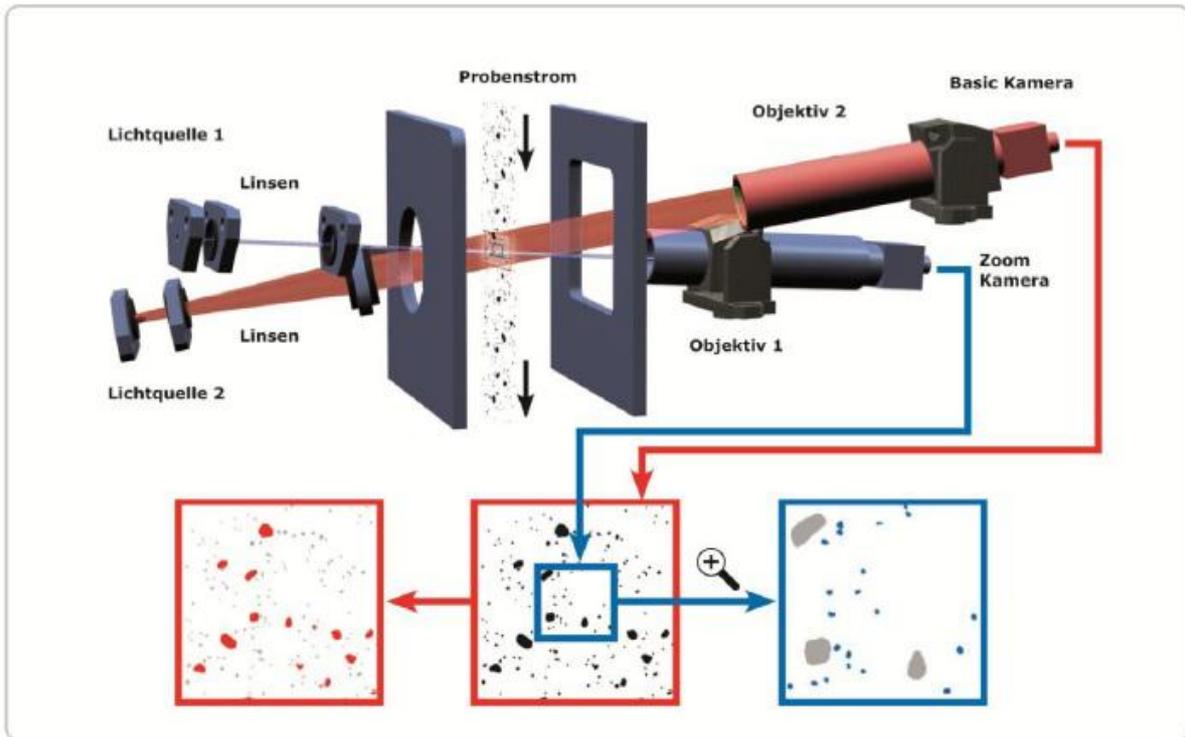
Für Partikel kleiner als  $1 \mu\text{m}$  bleibt die Laserlichtstreuung nach wie vor konkurrenzlos. Die Bildanalyse mit sichtbarem Licht stößt hier an ihre physikalische Grenze: Sobald die Teilchengröße ungefähr der Wellenlänge des Lichts entspricht, lassen sich die Partikel nicht mehr scharf abbilden.

## Zusammenfassung

Die Dynamische Bildverarbeitung ist seit kurzem im Messbereich ab  $1 \mu\text{m}$  aufwärts verfügbar, der bisher der Laserbeugung vorbehalten war. Das neue Verfahren bietet auch hier die Vorteile, die es bereits bei gröberen Partikeln bewiesen hat: Sichere Erkennung von Überkorn, hohe Auflösung und gute Reproduzierbarkeit der Korngrößenverteilungen, Informationen über die Kornform, sowie einfaches Handling, kurze Messzeiten und intuitives Messprinzip. Diese Vorteile sind dank verbesserter Kamertechnik und optimierter Auswertalgorithmen jetzt auch routinemäßig nutzbar. Indirekte Methoden mit eingeschränkter Genauigkeit, wie die Laserbeugung, aber auch

aufwendige optische Verfahren mit schlechter Statistik, wie beispielsweise die Mikroskopie, geraten dadurch zunehmend unter Druck.

### Das Messprinzip der Digitalen Dynamischen Bildanalyse



Bei der Dynamischen Bildverarbeitung bewegen sich die Partikel mit Hilfe von Schwerkraft, Druckluft oder Flüssigkeitsströmung durch ein Messfenster. Dabei werden sie von der einen Seite mit einer Lichtquelle beleuchtet und von der anderen Seite mit einer Kamera abgebildet. Die Software wertet dann die Schattenprojektionen der Partikel aus, um die Korngrößenverteilung aller Partikel der Probe in kurzer Zeit zu bestimmen. In Echtzeit werden dabei pro Bild einige hundert Partikel ausgewertet, bei mehr als 275 Bildern pro Sekunde.

Der maximale dynamische Messbereich, also der Unterschied zwischen dem kleinsten und dem größten detektierbaren Partikel, kann durch den Einsatz von 2 aufeinander abgestimmten Kameras entscheidend erweitert werden. Eine Kamera erfasst dabei mit hoher Auflösung in einem kleinen Messfenster bevorzugt die kleinen Partikel. Die andere Kamera arbeitet mit niedrigerer Auflösung, erfasst dafür aber ein großes Messfenster mit vielen, größeren Partikeln gleichzeitig und ermöglicht so eine schnelle Messung mit guter Statistik.