

DYNAMISCHE BILDANALYSE

Partikelmessung von Pulvern,
Granulaten und Suspensionen
in einem Messbereich von
1 μm bis 30 mm





Sehr geehrte Leserinnen und Leser, sehr geehrte Kunden und Geschäftspartner,

jede Partikelanalysemethode hat ihre typischen Anwendungsbereiche, aber auch Vor- und Nachteile gegenüber anderen Verfahren. Im Rahmen dieser Sonderausgabe „Partikelmesstechnik“ des VERDER SCIENTIFIC Kundenmagazins „die probe“ wollen wir Ihnen das RETSCH TECHNOLOGY Produktspektrum für die Dynamische Bildanalyse (DIA) vorstellen und Ihnen gleichzeitig einen Überblick über die wichtigsten Messmethoden geben.

RETSCH TECHNOLOGY ist weltweit der einzige Anbieter, der Geräte für die DIA, Laserbeugung und Siebanalyse im Programm hat und über umfangreiches Know-how im Vergleich der Stärken und Schwächen jedes Verfahrens verfügt.

Neben dem bereits etablierten Partikelanalysator CAMSIZER XT freuen wir uns besonders, Ihnen in dieser Ausgabe die neue Generation des CAMSIZER vorstellen zu können: Der CAMSIZER P4 bietet schnellere Kameras mit höherer Auflösung, eine stärkere Lichtquelle und neue Softwarefeatures. Dadurch wird die Messung noch genauer und der Messbereich erweitert sich. Insbesondere für kleine Partikel bietet die höhere Auflösung eine präzisere Erkennung von Größe und Form.

Zum Abschluss stellen wir in einem Methodenvergleich die Stärken und Schwächen der verschiedenen Messverfahren gegenüber und hoffen, Ihnen damit eine wertvolle Entscheidungshilfe für Ihre individuelle Aufgabenstellung geben zu können.

Sprechen Sie uns an, wenn Sie die optimale Lösung für Ihre Partikelanalytik suchen!

Ihr

Dr. Jürgen Pankratz
Direktor VERDER SCIENTIFIC

Partikelch

mit Dynamischer Bildanalyse

Dynamische Bildanalyse (DIA) ist eine moderne, leistungsfähige Methode zur Charakterisierung von Partikelgröße und Partikelform von Pulvern, Granulaten und Suspensionen. Die optischen Analysatoren CAMSIZER P4 und CAMSIZER XT von RETSCH TECHNOLOGY arbeiten nach diesem Prinzip und decken dabei einen Messbereich von 1 µm bis 30 mm ab. Die Dynamische Bildanalyse wird in zahlreichen Industrien in der Qualitätskontrolle sowie in Forschung und Entwicklung eingesetzt und löst dabei konventionelle Methoden wie die Siebanalyse und die Laserbeugung ab.

HOCHAUFLÖSENDE GRÖSSEN- UND FORMBESTIMMUNG VON 1 µm – 30 mm

Gegenüber traditionellen Messverfahren wie Analysensiebung oder Laserbeugung bieten bildgebende Verfahren eine Reihe von Vorteilen. **Messungen werden direkt an jedem einzelnen Partikelabbild vorgenommen, wobei verschiedene Größen- und Formparameter mit hoher Detailgenauigkeit bestimmt werden.** Durch die Möglichkeit z. B. die Länge, Breite, Rundheit und Kantigkeit von Partikeln zu messen, ist der Informationsgehalt deutlich höher als bei alternativen Verfahren.

Analysatoren, die auf DIA basieren, bestehen aus einem optischen System mit Kameras, Objektiven und Lichtquellen sowie einer Probenzufuhr. Die Partikel werden zwischen Lichtquelle und Kamera hindurch bewegt und in der Bewegung von den Kameras als Schattenprojektionen erfasst. Voraussetzung hierfür ist ein genau abgestimmtes optisches System mit starken Lichtquellen und kurzen Belichtungszeiten und eine leistungsfähige Auswertesoftware – die Analysatoren der CAMSIZER-Serie nehmen mehr als 270 Bilder pro Sekunde auf, die in Echtzeit ausgewertet werden. Bei einer durchschnittlichen Messzeit von 2 bis 5 Minuten entspricht dies mehreren Millionen Einzelpartikeln.

PROBENMENGE

Für eine aussagekräftige Analyse muss eine signifikante, repräsentative Probenmenge untersucht werden. Diese ist abhängig von der Partikelgröße und der Breite der Korngrößenverteilung: je gröber das Material und je breiter die Verteilung, desto mehr Probe wird für eine aussagekräftige Analyse benötigt. Bei feinen Pulvern mit einer Partikelgröße im Bereich weniger Mikrometer sind die Ergebnisse bereits mit der Messung von nur einigen Milligramm durch die große Partikelanzahl statistisch gut abgesichert. Bei Kies, grob gebrochenem Erz oder Kohle benötigt man hingegen einige Kilogramm Material. Probenahme und Probenentteilung sind für die Repräsentativität genauso entscheidend wie die

Charakterisierung

MESSBEREICHE UNTERSCHIEDLICHER VERFAHREN

Partikelgröße	1 nm	1 µm	1 mm	1 m
Dynamische Bildanalyse				
CAMSIZER® P4			20 µm	30 mm
CAMSIZER® XT		1 µm	3 mm	
Statische Laserlichtstreuung				
LA-960	10 nm		5 mm	
Siebung				
Vibrationsiebmaschine AS 200			20 µm	125 mm
Luftstrahlsiebmaschine AS 200 jet			10 µm	4 mm
Statische Bildanalyse				
Mikroskop		600 nm	1 mm	

● Trockenmessung ● Nassmessung

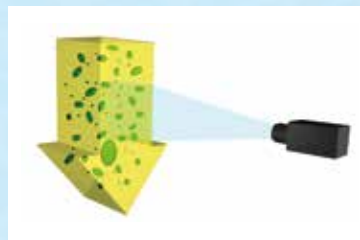
Analyse selbst und sollten mit der gleichen Sorgfalt durchgeführt werden. Die Verwendung von Probeteilern, z. B. Rotationsprobenteiler PT 100 (RETSCH), wird daher besonders bei breiten Verteilungen dringend empfohlen. Je größer die untersuchte Probenmenge, desto stabiler, belastbarer und wiederholbarer sind die Resultate. Im Vergleich zu anderen Partikelmessverfahren wie Laserbeugungsanalyse oder Statische Bildanalyse (Mikroskopie) wird bei der DIA in der Regel relativ viel Probe analysiert, was einen deutlichen Vorteil darstellt.

Vergleich statische und dynamische Bildanalyse



STATISCH (ISO 13322-1)

- Bilder werden von ruhenden Partikeln aufgenommen
- Hohe Auflösung > 0,5 µm
- Analyse von einigen 100 Partikeln (geringe Statistik)
- Begrenzter Messbereich < 1 mm
- Zeitaufwändig
- Partikel werden nur in einer Lage detektiert (2 Dimensionen)



DYNAMISCH (ISO 13322-2)

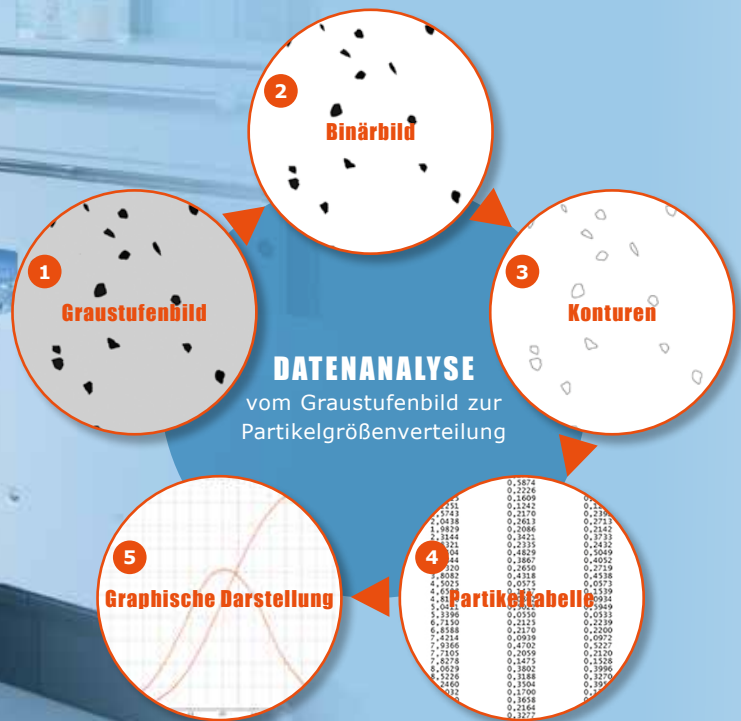
- Partikel werden in Bewegung relativ zu der Kamera aufgenommen
- Auflösung > 1µm
- Analyse von einigen Millionen Partikeln (exzellente Statistik)
- Großer Messbereich bis 30 mm
- Schnell
- Partikel werden in allen Orientierungen detektiert (3 Dimensionen)

Dynamische Bildanalyse

Vom Partikelbild zur Größenverteilung



Bei der dynamischen Bildanalyse werden Schattenprojektionen von Partikeln analysiert. CAMSIZER P4 und CAMSIZER XT wandeln die Graustufenbilder mit einem mehrstufigen Analysealgorithmus in Binärbilder um und bestimmen die genaue Kontur. Auf dieser Grundlage lassen sich alle Größen- und Formparameter messen. Die Werte der Einzelmessungen werden schon während der Analyse in 10.000 Größenklassen sortiert, was eine extrem hohe Auflösung der Ergebnisse ermöglicht.



GRÖSSEN- UND FORMPARAMETER IN DER DIA

Bildgebende Verfahren bieten den entscheidenden Vorteil, verschiedene Größendefinitionen zu verwenden und so direkte Längen- und Formmessungen zu ermöglichen. Je nach Anwendung können unterschiedliche Größenparameter von Interesse sein. Werden beispielsweise „gestreckte“ Partikel wie Cellulosefasern, Katalysatorstäbchen, Kunststoffextrudate oder Reiskörner analysiert, ist die Länge der Partikel der maßgebliche Parameter. Strebt man dagegen eine Vergleichbarkeit zur Analysensiebung an, so stellt die Partikelbreite die „richtige“ Größe dar, da die Partikel sich auf dem Sieb so orientieren, dass sie mit ihrer kleinsten Projektionsfläche die Siebmaschen passieren. Partikelgrößenverteilungen können bei der DIA auf unterschiedlichen Größendefinitionen basieren. Der Parameter $x_{c,min}$ ist eine Definition der Partikelbreite, $x_{Fe,max}$ beschreibt die Länge. Dementsprechend ist das $x_{Fe,max}$ Ergebnis größer als $x_{c,min}$. Bei der Größendefinition x_{area} wird zu jedem Partikelbild der Durchmesser eines Kreises mit gleichem Flächeninhalt berechnet (siehe Abbildung 1, grüne Kurve).

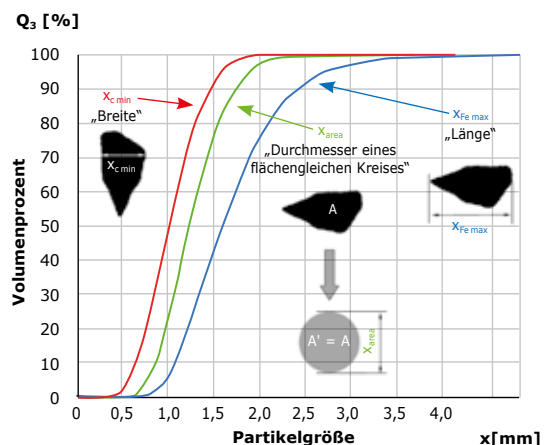


Abb. 1: Unterschiedliche Größendefinitionen der DIA

MESSBEREICH

Die Unter- und Obergrenzen des Messbereichs von Bildanalyse-Systemen sind durch verschiedene Faktoren festgelegt (siehe ISO 13322-1 und -2). Die Untergrenze wird über die Auflösung der Kameras definiert. Entscheidend dabei ist, welche kleinste Partikelgröße über die abbildende Optik noch auf einen einzelnen Pixel (= „Picture Element“) auf dem Kamera-Chip abgebildet werden kann. Der Abbildungsmaßstab wird durch Vermessung von Kalibrierobjekten mit genau definierten Abmessungen ermit-

telt. Das kleinste messbare Partikel schattet mindestens die Hälfte eines einzelnen Pixels auf dem Kamera-Chip ab und diese Größe wird üblicherweise als Nachweisgrenze bzw. untere Messbereichsgrenze angegeben.

Die Obergrenze des Messbereichs jedes DIA-Analysators wird durch das Messfeld der Kameras festgelegt.

Partikelprojektionen, die den Rand des Sichtfeldes berühren, müssen verworfen

werden, da die korrekte Größe des Partikels nicht ermittelbar ist (Abb. 3). Da große Partikel mit höherer Wahrscheinlichkeit den Bildrand berühren, werden sie dadurch in der Auswertung unterrepräsentiert. Bei den CAMSIZER-Systemen wird dies durch eine Randfehlerkorrektur nach ISO 13322-1 kompensiert, deren Algorithmus bewirkt, dass der Anteil der großen Partikel an der Gesamtmenge korrekt angegeben wird.

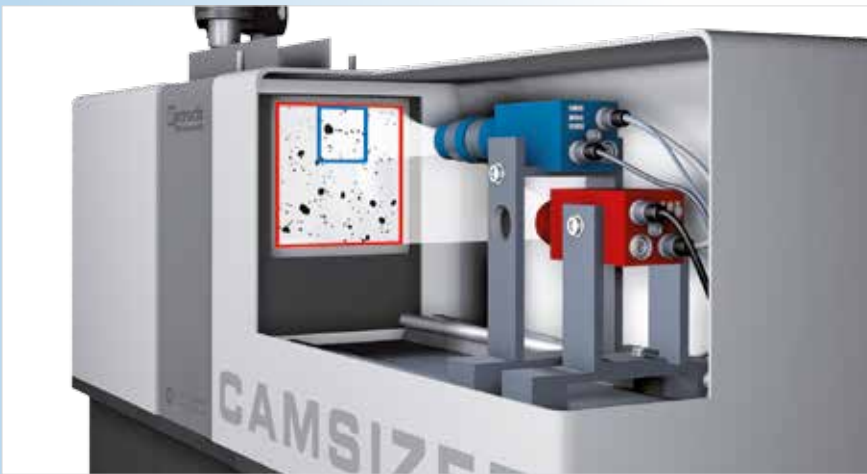


Abb. 2: Dual Camera Technology im CAMSIZER P4

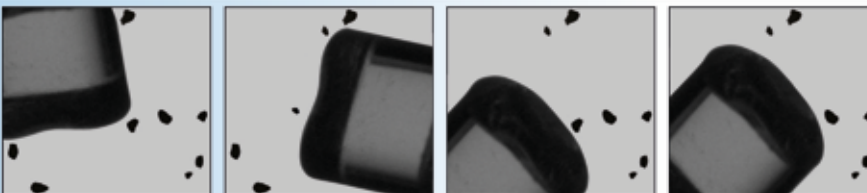


Abb. 3: Die obere Messbereichsgrenze für ein Kamerasystem ist bestimmt durch die Wahrscheinlichkeit große Partikel noch komplett im Bildfeld zu erfassen

Die Randfehlerkorrektur funktioniert zuverlässig bis zu einer Partikelgröße von ca. 1/3 des Gesichtsfeldes der Kamera. Größere Partikel lassen sich nur in Ausnahmefällen und mit sehr großen Probemengen sinnvoll messen.

DIA-Systeme sind mit heutigen Kamerasystemen auf einen eingeschränkten dynamischen Messbereich (ca. Faktor 50 zwischen kleinstem und größtem Partikel) begrenzt. Da die meisten Partikelverteilungen oder Produktpaletten jedoch einen deutlich größeren Bereich umfassen, werden oft Grobanteil oder Feinanteil nicht korrekt gemessen. Um breite Partikelgrößenverteilungen bildanalytisch richtig zu vermessen, müssten theoretisch mehrere Messungen mit unterschiedlichen Kameraauflösungen durchgeführt und diese

rechnerisch kombiniert werden. Bei den Geräten der CAMSIZER-Familie wird dieses Problem durch die **patentierte „Dual Camera Technology“** (Abb. 2) elegant gelöst: zwei Kameras mit unterschiedlichen Abbildungsmaßstäben erfassen gleichzeitig die Partikel. Eine Zoom-Kamera mit kleinem Gesichtsfeld bei hoher Auflösung und eine Basic-Kamera mit großem Gesichtsfeld bei geringerer Auflösung arbeiten über eine Software verknüpft zusammen und werten auch die Messung breiter Partikelgrößenverteilungen geschlossen aus. So lässt sich **mit nur einem Messdurchgang ein Größenbereich über mehr als drei Dekaden** abdecken und dabei eine sehr sichere Messstatistik erzeugen.

BREITEN-/LÄNGENVERHÄLTNISS

$$\frac{\chi_{c \min}}{\chi_{Fe \max}}$$

RUNDHEIT (SPHÄRIZITÄT)

$$\frac{4 \pi A}{U^2}$$

SYMMETRIE

$$\frac{1}{2} \left[1 + \min \left(\frac{r_1}{r_2} \right) \right]$$

KONVEXITÄT

$$\sqrt{\frac{A_{\text{real}}}{A_{\text{konvex}}}}$$

Abb. 4: Zusätzlich zu verschiedenen Größendefinitionen werden verschiedene Formparameter bestimmt, die Aussagen über die Produktqualität ermöglichen. Diese Abbildungen zeigen die wichtigsten Formparameter.

CAMSIZER® P4

Die neue Generation in der Dynamischen Bildanalyse

Der CAMSIZER P4 ist die neueste Generation des bewährten CAMSIZER-Systems, das mit mehr als 1000 installierten Geräten weltweit das erfolgreichste Gerät zur Partikelcharakterisierung mit dynamischer Bildanalyse ist. Der CAMSIZER P4 bietet eine umfassende Charakterisierung von Partikelgröße und -form für trockene, rieselfähige Schüttgüter im Bereich 20 µm bis 30 mm. Dank der patentierten Dual Camera Technologie entfallen Messbereichs- oder Hardwareanpassungen. Durch die extrem hellen LED Stroboskoplichtquellen mit kurzer Belichtungszeit und einer Bildaufnahmezeit von 60 Bildern pro Sekunde liefert der CAMSIZER P4 gestochen scharfe Partikelabbildungen und garantiert eine lückenlose Qualitätskontrolle bei einer Messzeit von typischerweise nur 2-3 Minuten! Die leistungsstarke CAMSIZER Software ermittelt schnell und präzise eine Vielzahl verschiedener Größen- und Formparameter und macht den CAMSIZER P4 daher zu einem wichtigen Werkzeug für Anwendungen im Bereich Forschung & Entwicklung und Qualitätskontrolle. Für den Routinebetrieb stehen ein AutoSampler oder eine Online-Anbindung zur Verfügung.

Zusätzlich zu allen bewährten CAMSIZER-Funktionen bietet die neue Generation die Partikelbibliothek CAMSIZER X-Plorer zur Archivierung und Auswertung von Einzelaufnahmen, 3D-Scatterplots sowie neue Formparameter (Kantigkeit).

TYPISCHE ANWENDUNGSBEISPIELE

- Baustoffe
- Chemikalien
- Düngemittel
- Feuerfestprodukte
- Glas/Keramik
- Holzspäne
- Kaffee
- Katalysatoren
- Kohle/Koks
- Kunststoffgranulate
- Lebensmittel
- Metallpulver/ Silizium
- Pflanzenschutzmittel
- Pharmazeutische Produkte
- Proppants
- Salz/Zucker
- Sand
- Schleifmittel
- Waschmittel



Der CAMSIZER P4 ist die neueste Generation der CAMSIZER Gerätefamilie. Wesentliche Verbesserungen im Vergleich zum Vorgängermodell beinhalten:

- ▶ Stärkere Lichtquelle
- ▶ Mehr Schärfentiefe
- ▶ Partikeldatenbank CAMSIZER X-Plorer
- ▶ Besserer Kontrast
- ▶ Erweiterter Messbereich
- ▶ 3D-Scatterplots
- ▶ Höhere Auflösung der Kameras
- ▶ Verbesserte Formanalyse

Neue Möglichkeiten

NEU: PARTIKELDATENBANK CAMSIZER X-PLORER

Zusätzlich zur Auswertung der Größen- und Formparameter in Echtzeit ermöglicht die neue Datenstruktur der CAMSIZER Software, große Mengen an Bildinformationen direkt in einer Partikeldatenbank abzuspeichern.

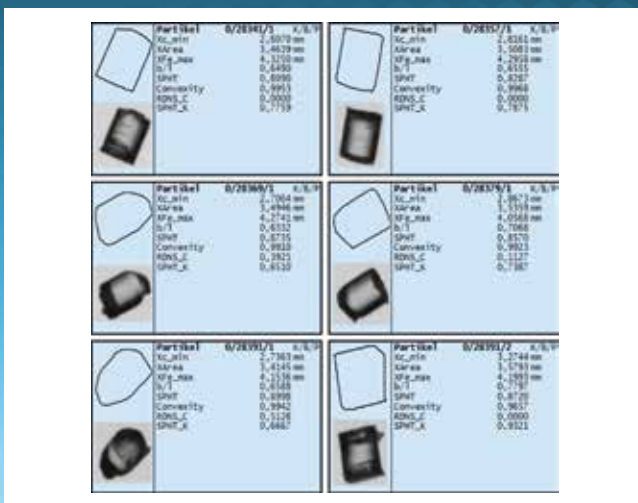


Abb. 1: Ausschnitte aus dem CAMSIZER X-Plorer am Beispiel von Kunststoffextrudaten

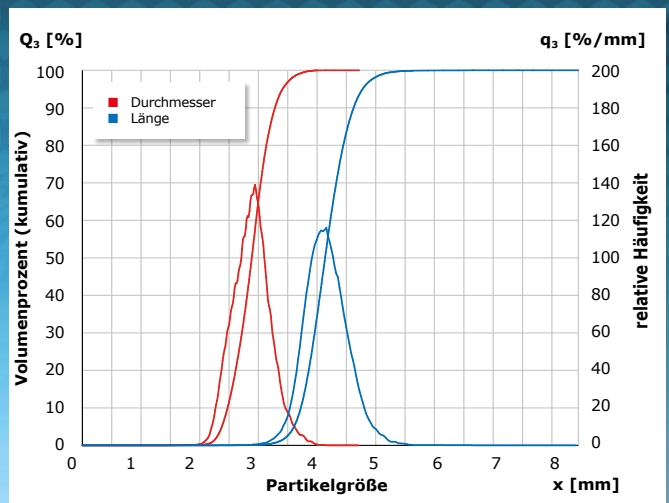


Abb. 2: Separate Bestimmung von Durchmesser und Länge mit dem CAMSIZER P4

Der CAMSIZER P4 bewältigt dank schneller Schnittstellen und hoher Datenverarbeitungsrate Hunderttausende von Partikeln pro Messung. Zu jedem Partikel können alle Größen- und Formparameter einzeln angezeigt werden. Durch die Wahl geeigneter Filter lassen sich bestimmte Partikelarten gezielt auswählen und getrennt analysieren. Für die

Kunststoffgranulate können beispielsweise Länge und Breite separat analysiert werden (Abb. 2). Dank der starken Lichtquelle und der hohen Schärfentiefe lassen sich auch transparente Partikel sicher detektieren und exakt vermessen.

AUSWERTUNG IN ECHTZEIT

Ein wesentlicher Vorteil des CAMSIZER P4 ist die Auswertung der Ergebnisse in Echtzeit. Bereits während der Messung ist eine grafische Voransicht verfügbar. Gleichzeitig lässt sich der Messvorgang auch durch die Betrachtung von

Live-Bildern visuell kontrollieren. Die Software wertet alle Partikelabbildungen während der Messung direkt aus, zusätzlich können Einzelaufnahmen in einer Partikelbibliothek archiviert werden.

NEU: 3D-CLOUD

Zusätzlich zur bekannten zweidimensionalen grafischen Darstellung von Kornform gegen Menge erlaubt die CAMSIZERX-Plorer Software auch dreidimensionale Darstellungen (Scattergramme, 3D-Clouds), d. h. es werden drei Messparameter gegeneinander dargestellt. Jeder Punkt im Diagramm (siehe Abb. 3) repräsentiert einen Partikel in der Datenbank. So lassen sich Proben voneinander unterscheiden, die in zweidimensionalen Graphen keine Unterschiede zeigen. Bei Mischungen werden die einzelnen Komponenten schneller und einfacher identifiziert. So können verschiedene Partikelpopulationen nachträglich auch getrennt ausgewertet werden. Das Beispiel zeigt eine Mischung aus Glas-Reflexperlen (rund, transparent) mit einem Griffmittel aus Korund (unrund, intransparent).

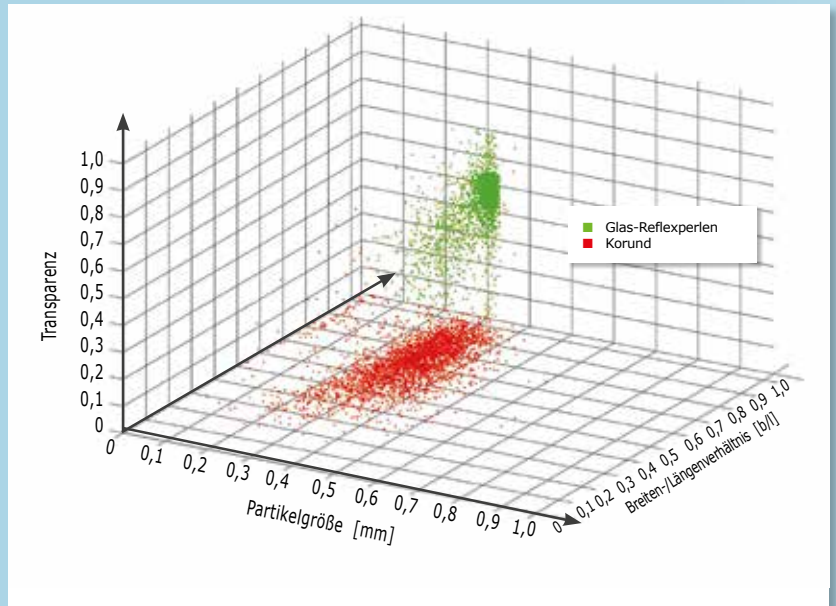


Abb. 3: Grafische Darstellung von 3 Messparametern Partikelgröße, Transparenz und Breiten-zu-Längen-Verhältnis einer Mischung aus Glaskugeln und Griffmitteln für Fahrbahnmarkierungen

NEU: ERWEITERTE FORMANALYSE

Dank hoher Schärfentiefe und exzellenter Auflösung eignet sich der CAMSIZER P4 hervorragend für die Analyse von komplexen Partikelformen. Ein neues Feature in der Software ermittelt die Rundheit bzw. "Eckigkeit" von Partikelabbildungen. Dabei wird der mittlere Radius aller Ecken ermittelt und durch den Radius des größten Inkreises geteilt (Abb. 4).

Dieser Formparameter eignet sich besonders für Materialien, bei denen die Rundheit eine entscheidende Rolle spielt wie Schleifmittel oder Spezialsande. Bei der Formbestimmung nach Krumbein und Sloss werden traditionell Sandkörner unter einem Mikroskop ausgewertet und gemäß der Tabelle (Abb. 5) visuell beurteilt. Der neue CAMSIZER P4 Algorithmus liefert identische Ergebnisse zur zeitaufwändigen manuellen Analyse. Dies wurde in umfangreichen Tests an Hunderten von Vergleichsproben verifiziert. Die CAMSIZER P4 Ergebnisse sind dabei besser wiederholbar und unabhängig von der visuellen Beurteilung durch den jeweiligen Anwender.

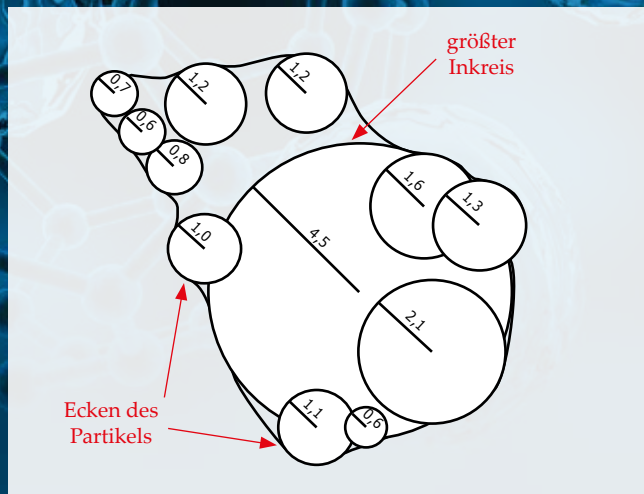


Abb. 4: Die „Eckigkeit“ ist der mittlere Radius aller Ecken geteilt durch den Radius des größten Inkreises

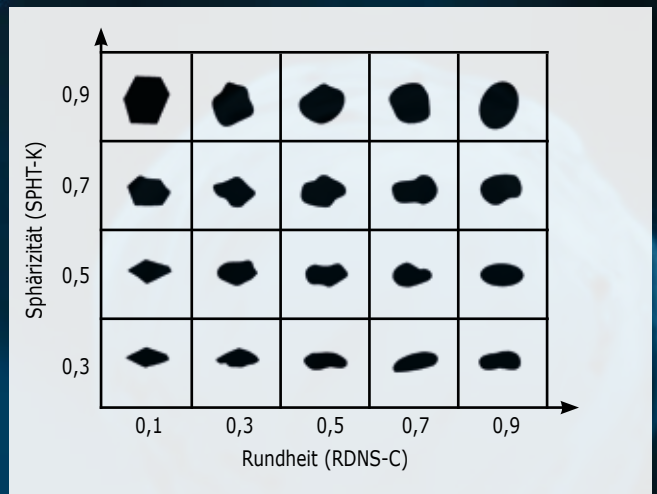


Abb. 5: Tabelle für die visuelle Auswertung von Rundheit und Sphärität nach Krumbein und Sloss

HÖHERE AUFLÖSUNG – GENAUERE ANALYSE

Eine Probe feiner Glasperlen ($d_{50} = 110 \mu\text{m}$) wurde im CAMSIZER P4 (rot) und im Vorgängermodell CAMSIZER 2006 (blau) vermessen. Die Probe weist eine leichte Bimodalität auf, die der CAMSIZER P4 dank der höheren Auflösung und verbesserten Schärfentiefe erkennen kann. Die Parameter d_{10} , d_{50} , d_{90} sind bei beiden CAMSIZER-Modellen dennoch sehr ähnlich.

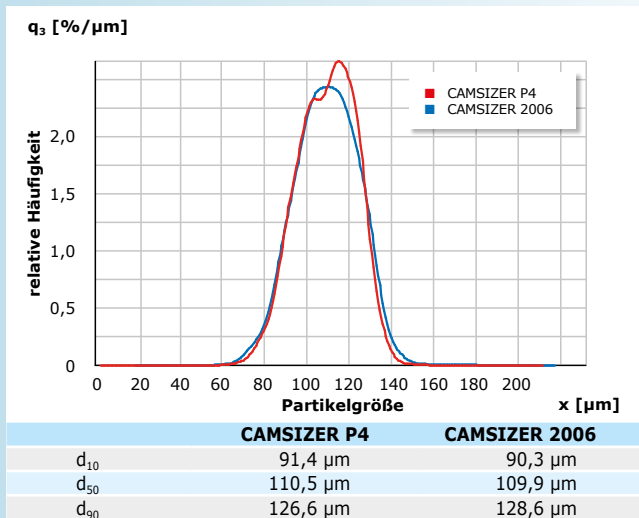


Abb. 6: Analyse von Glasperlen – CAMSIZER P4 und CAMSIZER 2006 im Vergleich. Die verbesserte Auflösung des CAMSIZER P4 ist deutlich sichtbar

Betrachtet man bei der Glasperlen-Probe die Partikelform (hier: Rundheit, SPHT), zeigt sich die besondere Stärke des CAMSIZER P4, der im Vergleich zum Vorgängermodell die erwarteten genaueren, und in diesem Falle höheren, Rundheitswerte ermittelt.

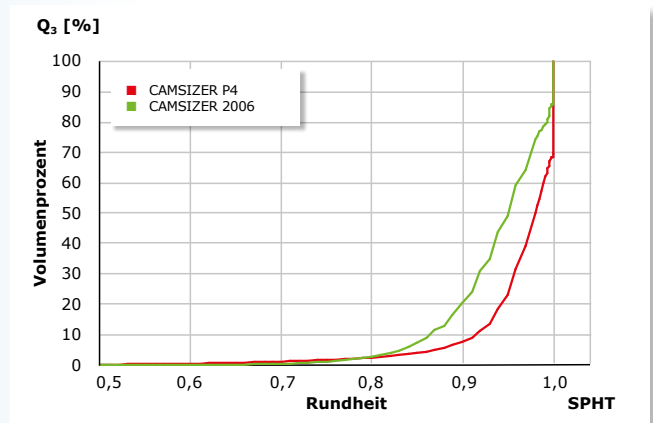
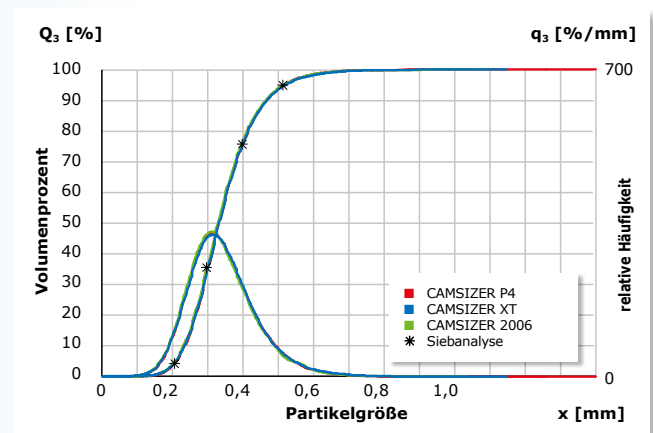


Abb. 7: Messung der Rundheit von Glasperlen mit dem CAMSIZER P4 und dem Vorgängermodell. Dank der verbesserten Optik liefert die neue Generation auch für sehr kleine Partikel eine präzise Kornformanalyse

DREI GERÄTE – EIN MESSERGEBNIS

CAMSIZER P4 und CAMSIZER XT arbeiten nach dem gleichen Messprinzip, unterscheiden sich aber in der Auflösung, Dispergierung und Probenzuführung. Abbildung 8 zeigt die Messergebnisse einer breit verteilten Sandprobe in einem Größenbereich von 100 – 800 μm . Die Probe ist sowohl mit dem CAMSIZER P4 als auch mit dem CAMSIZER XT messbar. Die Grafik vergleicht das Messergebnis des CAMSIZER P4 mit dem des CAMSIZER XT und einem älteren CAMSIZER-Modell. Die Resultate stimmen exakt überein und sind ebenfalls vergleichbar zu den Ergebnissen einer Siebanalyse.

Abb. 8: Analyse einer Sandprobe – CAMSIZER P4, CAMSIZER XT, CAMSIZER 2006 und Siebung im Vergleich. Bei diesen breit verteilten, einfachen Proben sind die unterschiedlichen Auflösungen der Geräte nicht sichtbar



MAXIMALE REPRODUZIERBARKEIT

Die hervorragende Wiederholbarkeit der Messergebnisse unterstreicht die Zuverlässigkeit der dynamischen Bildanalyse. Im Beispiel wurden fünf Proben EPS (Expandierbares Polystyrol) mit dem CAMSIZER P4 gemessen. Die Messkurven liegen exakt aufeinander und die d_{10} , d_{50} und d_{90} -Werte in der Tabelle belegen die exzellente Wiederholbarkeit der Messungen.

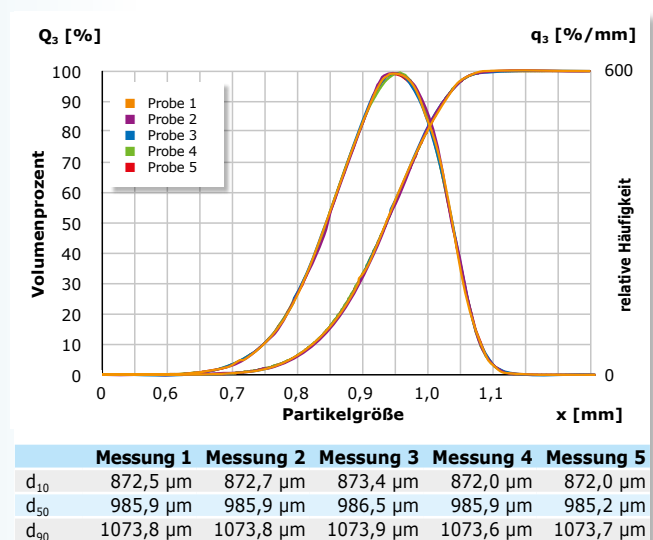
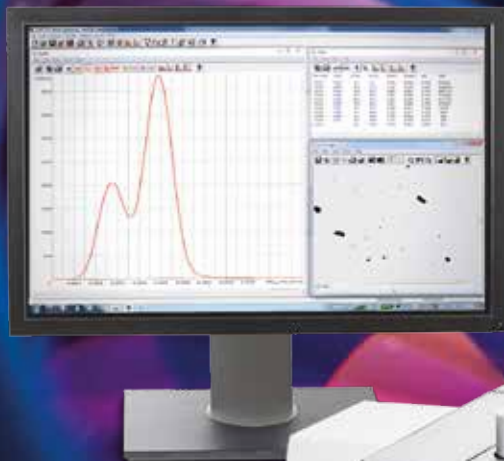


Abb. 9: Messung von 5 EPS Proben mit dem CAMSIZER P4 mit hervorragender Wiederholbarkeit der Ergebnisse

CAMSIZER® XT

Für die Charakterisierung feiner Pulver

Mit dem CAMSIZER XT lässt sich die Qualitätskontrolle feiner Pulver und Granulate deutlich verbessern: Genauere und schnellere Analysen von Korngröße und Kornform steigern die Qualität der Produkte, verringern Ausschuss und sparen Kosten.



Produktvideo auf
www.retsch.de/camsizerxt



Der CAMSIZER XT ist speziell für die Analyse feiner, zu Agglomeration neigender Pulver und Granulate entwickelt worden. Im Unterschied zum CAMSIZER P4 verfügt das CAMSIZER XT Modell über eine höhere Auflösung der Optik sowie zusätzliche Optionen in der Probenzuführung.

Feine Partikel neigen aufgrund stärkerer Wechselwirkungskräfte zwischen den Partikeln zur Agglomeration. In diesem Zustand lassen sich die geometrischen Abmessungen des einzelnen Partikels nur schwer erfassen. Bei der Zuführung einer Probe in die Messzone sollte daher bereits eine Vereinzelung (Dispergierung) der Partikel erfolgen. Beim CAMSIZER XT wird diese Möglichkeit durch die Verwendung

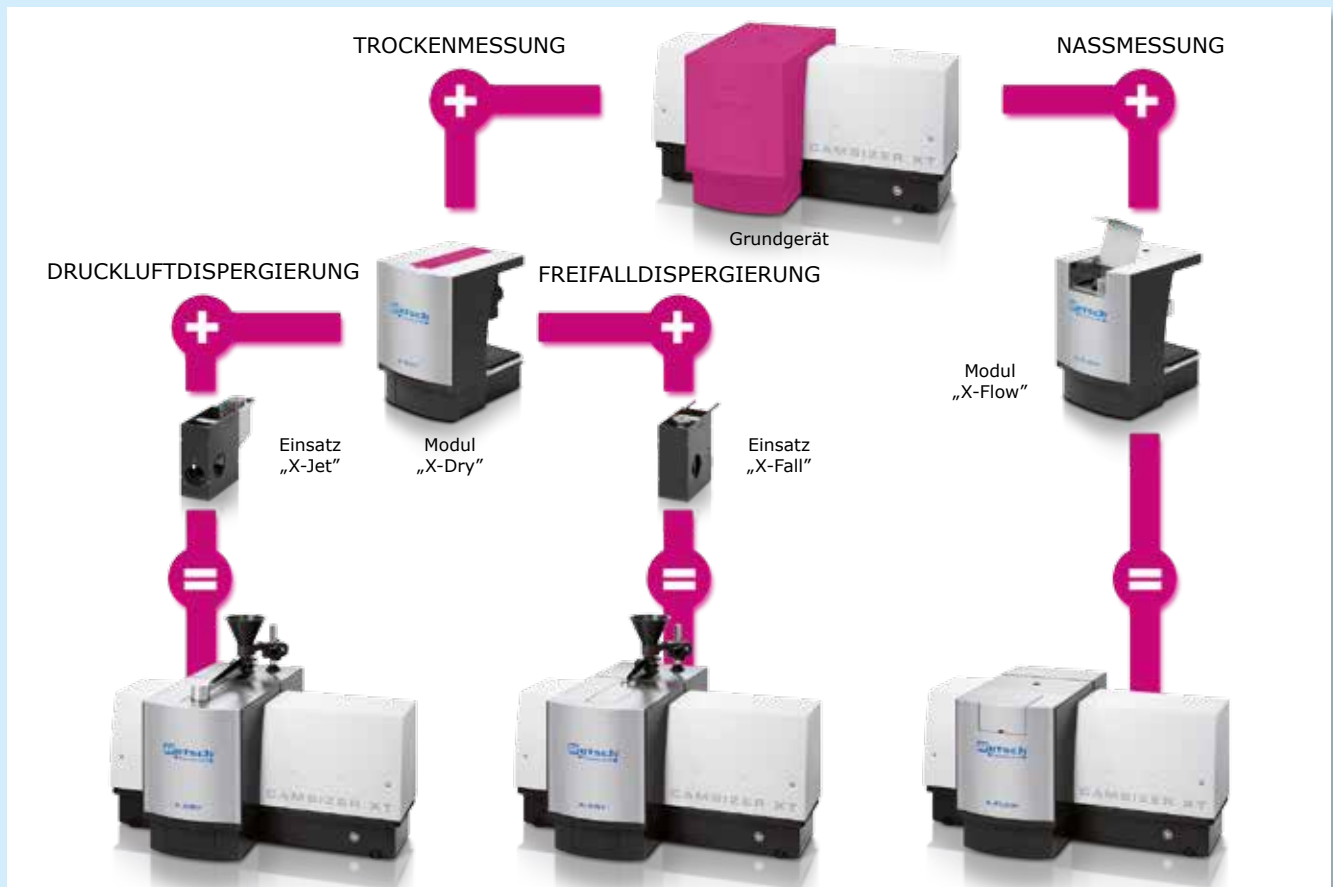
verschiedener Probenzuführmodule realisiert. Durch eine geeignete mechanische Beanspruchung der Agglomerate werden diese unmittelbar vor der Messung möglichst in ihre primären Partikel zerlegt. Bei empfindlichen Materialien liegt die Herausforderung darin, das Optimum zwischen der erwünschten Auflösung der Agglomerate und der unerwünschten Zerstörung der Einzelpartikel zu finden.

Der CAMSIZER XT bietet für die Dispergierung unterschiedliche Optionen an. Proben können z. B. im trockenen Zustand mit der Druckluftdispergierung oder im freien Fall vermessen werden. Bei der Druckluftdispergierung wird das Pulver mittels Druckluft in einer Dispergierdüse beschleunigt und die dabei auftretenden

Kräfte zerteilen die Agglomerate. Dabei kann die Intensität der Dispergierung über den einstellbaren Dispergierdruck (10 kPa – 460 kPa) der Charakteristik des jeweiligen Probenmaterials angepasst werden. Nichtagglomerierende, rieselfähige Proben können einfach im Freifall der Partikel ohne zusätzliche Beanspruchung gemessen werden. Auch Partikel in Flüssigkeiten (Suspensionen, Emulsionen) werden mit dem CAMSIZER XT analysiert. Eine Auflösung von Agglomeraten findet dort bei Bedarf mit Unterstützung durch Ultraschall statt. Das modulare Design des CAMSIZER XT macht den Wechsel zwischen allen Dispergiermethoden sehr komfortabel und einfach.

Modulares Design für optimale Messbedingungen

Der CAMSIZER XT bietet mit dem modularen System „X-Change“ drei alternative Dispergierprinzipien an, so dass für jedes Probenmaterial das bestmögliche Verfahren gewählt werden kann.



DRUCKLUFTDISPERGIERUNG MIT „X-JET“

Typischer Messbereich von 1 µm bis 1,5 mm

Die Dispergierung, d. h. Vereinzelung der Partikel beim Durchgang durch das Messfeld, ist die wesentliche Voraussetzung für die richtige Messung der Einzelpartikel. Mit dem bequem per Software einstellbaren Druck können mit dem „X-Jet“-Einsatz für jedes Material die optimalen Dispergier- und Messbedingungen gefunden werden. Mit der Methode der Dynamischen Bildanalyse kann man über die Messung der Partikelform Agglomerate bzw. zerbrochene Partikel erkennen und so den Druck optimal einstellen. Nach der Messung wird die Probe in einem Staubsauger aufgefangen. Bei der Druckluftdispergierung werden die Partikel auf bis zu 50 m/s beschleunigt. Dank extrem kurzer Belichtungszeiten ist die Vermessung selbst von Partikeln < 5 µm möglich. Mit den neuen optionalen Dispergierdüsen können auch Partikel deutlich größer als 1,5 mm dispergiert werden.

FREIFALLDISPERGIERUNG MIT „X-FALL“

Typischer Messbereich von 10 µm bis 3 mm

Rieselfähige, nicht agglomerierende Probenmaterialien können mit dem „X-Fall“-Einsatz vermessen werden. Die Partikel fallen von der Förderinne nur durch die Schwerkraft beschleunigt und vereinzelt durch das Messfeld der beiden Kameras. Dank der vergleichsweise niedrigen Geschwindigkeit der Partikel, des großen Messfeldes und der hohen Bildrate ist die Nachweiswahrscheinlichkeit auch für größere Partikel von z. B. 3 mm sehr hoch. Einzelne grobe Partikel in der Probe reichen deshalb oft zum sicheren, reproduzierbaren Nachweis aus. Das Probenmaterial wird nach der Messung in einer Schublade aufgefangen und steht ohne Materialverlust oder Kontamination für weitere Messungen zur Verfügung. Optional ist eine Erweiterung des Messbereichs auf 8 mm möglich.

NASSDISPERGIERUNG MIT „X-FLOW“

Typischer Messbereich von 1 µm bis 600 µm

Mit dem Nassmodul „X-Flow“ können Proben von 1 µm bis ca. 600 µm in Suspension oder Emulsion vermessen werden. Ein Vorteil des „X-Flow“ Moduls ist die geringe benötigte Probenmenge. Schon eine geringe Partikelkonzentration im Dispergiermedium von z. B. 20 mg/l reicht aus, um in kurzer Messzeit von 1 Minute ausreichend viele Partikel für ein reproduzierbares Ergebnis zu detektieren. Der Messbereich des „X-Flow“-Moduls beginnt ab 1 µm. Mit diesem Modul kann der CAMSIZER XT größere Partikel mit geringerer Dichte auch noch weit über 1 mm problemlos vermessen, da Partikel aufgrund des geringen Dichteunterschieds im Dispergiermedium in der Schwebelage gehalten werden können. Dies ist auch deshalb so gut möglich, da die Standardnasszelle eine Küvettenweite von 4 mm aufweist. Agglomerate können zusätzlich durch den integrierten Ultraschallgeber aufgebrochen werden.

Applikationsvielfalt

SCHLEIFMITTEL: SICHERE DETEKTION VON ÜBERKORN

Bei Schleifmitteln unterscheidet man zwischen Mikro- und Makrokörnungen, wobei die Grenze bei einer mittleren Partikelgröße von ca. 60 µm liegt. Schleifmittel sind mineralische Werkstoffe von großer Härte, wie z. B. Korund, Quarz, Granat, Siliciumcarbid, Bornitrid oder Diamant und können industriell hergestellt oder aus natürlichen Vorkommen gewonnen werden. Bei Schleifmittelkörnungen

ist es entscheidend, möglichst enge Korngrößenverteilungen ohne störendes Überkorn zu verwenden, um eine gleichmäßige Abtragung des bearbeiteten Werkstücks ohne Riefen zu gewährleisten. Auch die Partikelform ist ein Qualitätskriterium, da je nach Schleifmittelverwendung eher spitziges oder eher blockiges Korn vorteilhaft ist.

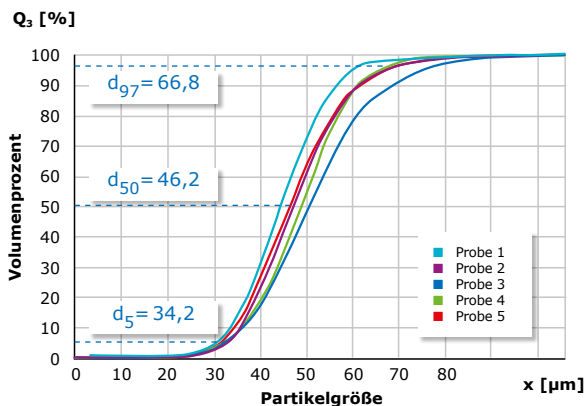


Abb. 1: Größenverteilung von Schleifmittelproben 5 unterschiedlicher Hersteller

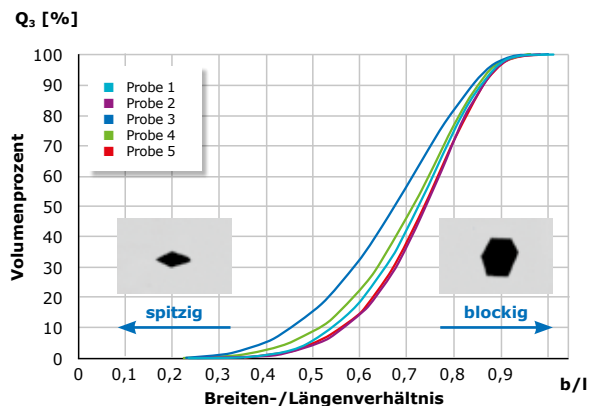
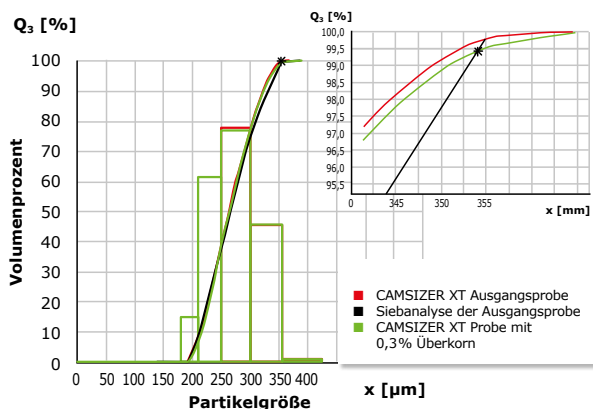


Abb. 2: Breiten-/Längenverhältnis der Schleifmittelproben

Abbildung 1 zeigt die Größenverteilungen von 5 Schleifmittelproben (P320 Macrogrit) 5 unterschiedlicher Hersteller. Laut FEPA-Norm sollte der d_{50} -Wert dieser Körnung bei $46,2 \mu\text{m} \pm 1,5 \mu\text{m}$ liegen, der d_{97} -Wert bei maximal $66,8 \mu\text{m}$ und der d_5 bei mindestens $34,2 \mu\text{m}$. Die Ergebnisse der CAMSIZER XT Messungen bei 50 kPa Dispergierdruck zeigen, dass die Proben 1 und 3 deutlich außerhalb der Spezifikationen liegen.

Auch in der Partikelform unterscheiden sich die fünf Schleifmittelproben deutlich. In Abbildung 2 das Breiten-/Längenverhältnis als Q_3 -Verteilung dargestellt. Je weiter links die Kurve verläuft, desto länglicher bzw. spitziger ist das Material.



Für Schleifmittel ist die sichere Erkennung von Überkorn ein entscheidender Vorteil. Abbildung 3 zeigt die Messung einer Probe der Körnung P60 (d_{50} ca. $260 \mu\text{m}$). Die rote Kurve repräsentiert das Ergebnis der Analyse mit dem CAMSIZER XT, die schwarze Linie bzw. der obere schwarze Punkt in der Vergrößerung gibt das entsprechende Ergebnis der Analysensiebung wieder. Nach Zumischen von 0,3% Grobkorn in die Partikelprobe ergab sich die grüne Kurve. Der CAMSIZER XT erfasst bereits diese geringe Menge (nur wenige Körner in der gesamten Probe) absolut zuverlässig.

Abb. 3: Der CAMSIZER XT erfasst auch geringe Mengen Überkorn (grüne Kurve) sehr zuverlässig und liefert optional identische Ergebnisse zur Siebanalyse

MILCHPULVER: EFFEKTIVE DISPERGIERUNG MIT DRUCKLUFT

Substanzen wie Babynahrung oder Getränkepulver werden im Produktionsprozess granuliert. Dabei wird aus den Primärpartikeln durch Agglomeration eine gewünschte Korngrößenverteilung eingestellt und gleichzeitig werden die Komponenten homogenisiert. Dank der effektiven Druckluftdispargierung lassen sich stark agglomerierte Substanzen, wie z.B. Milchpulver, zuverlässig analysieren. Die kleinsten Primärpartikel haben in diesem Beispiel eine Größe von 10 µm. Abbildung 4 zeigt Messungen eines Milchpulvers mit unterschiedlichen Dispergierdrücken. Mit zunehmendem Druck werden die Agglomerate stärker aufgebrochen und das Ergebnis wird feiner, was auch durch die Betrachtung automatisch aufgenommener Partikelfotos bestätigt werden kann. So lassen sich neben der Größe der Primärpartikel auch verschiedene Agglomerationszustände charakterisieren, die die Stabilität des Instantpulvers für die Lagerung, den Transport und die Endverarbeitung durch den Kunden widerspiegeln.

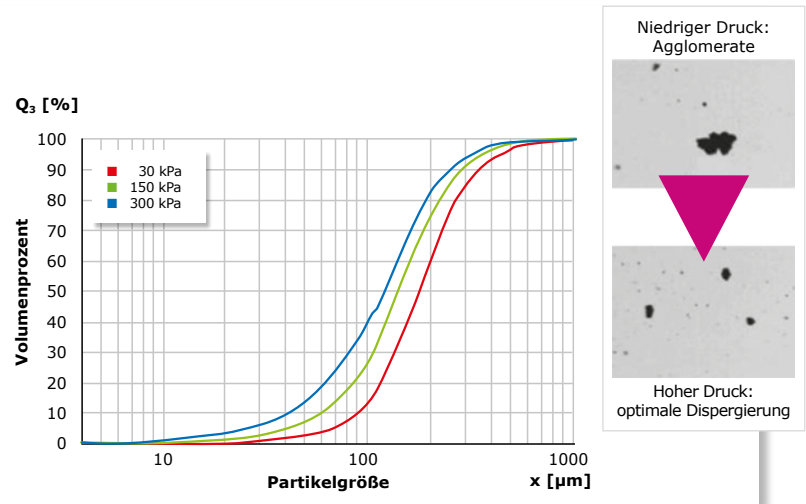


Abb. 4: Messung von Milchpulver mit dem CAMSIZER XT bei unterschiedlichen Dispergierdrücken. Mit zunehmendem Druck werden die Ergebnisse feiner

STÄRKE: AUF DIE FORM KOMMT ES AN

Stärkepulver ist ein häufig eingesetzter Füllstoff, der z.B. in der Papierherstellung oder in der Pharmazie verwendet wird. Das Messbeispiel zeigt sehr ähnliche Größenverteilungen von zwei verschiedenen Stärkepulvern, der d_{50} -Wert (Median) ist sogar identisch. Bei der Partikelform, in diesem

Fall im Breiten-/Längenverhältnis, zeigen sich jedoch große Unterschiede. Während die aus Fasern bestehende Probe (blaue Kurve) niedrige b/l Werte aufweist, enthält die Vergleichsprobe (rote Kurve) kompakte, isometrische Körner mit deutlich höheren b/l Werten.

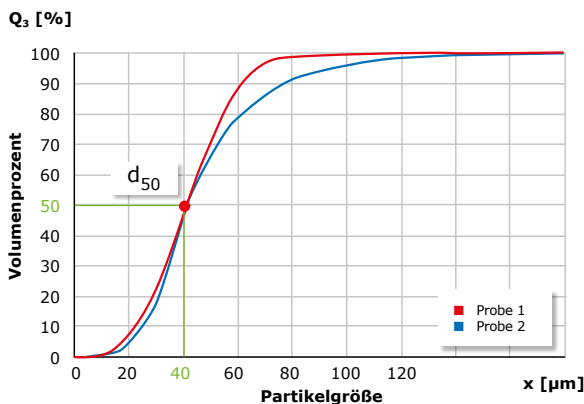


Abb. 5a: Größenverteilung von zwei verschiedenen Stärkepulvern

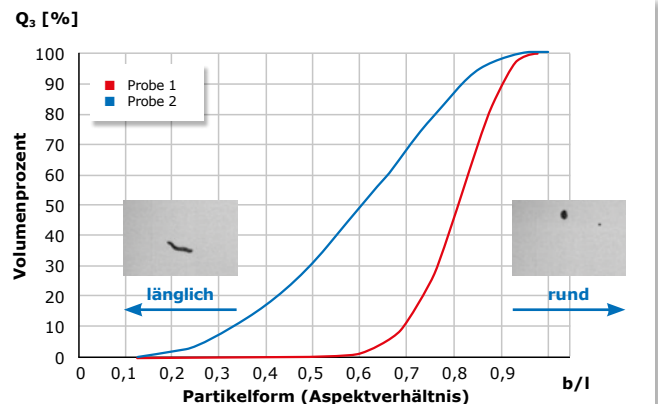


Abb. 5b: Das Breiten-/Längenverhältnis fällt bei den Stärkeproben sehr unterschiedlich aus

Methodenvergleich Partikelanalyse

Dynamische Bildanalyse (DIA) | Laserlichtstreuung | Siebanalyse



Dynamische Bildanalyse (DIA)
CAMSIZER®XT

Laserlichtstreuung
LA-960

Siebmaschine
AS 200 control

Dynamische Bildanalyse (DIA = Dynamic Image Analysis), statische Laserlichtstreuung (SLS, auch Laserbeugung) und Analysensiebung sind die am häufigsten genutzten Methoden zur Partikelgrößenmessung. Jedes Verfahren deckt einen charakteristischen Größenbereich ab, in dem Messungen möglich sind (siehe auch Tabelle auf S. 3). Diese drei Methoden können zwar Partikel in einem gemeinsamen Größenbereich von 10 µm – 3 mm messen, liefern aber bei Analyse derselben Probe oft deutlich abweichende Ergebnisse. Da die DIA als einzige Methode mehrere unterschiedliche Größenparameter und auch gleichzeitig die Kornform auswerten kann, ist es hiermit möglich, die Vergleichbarkeit zu anderen Methoden herzustellen.

DYNAMISCHE BILDANALYSE VERSUS SIEBANALYSE

Der wichtigste Unterschied zwischen DIA und Siebung besteht darin, dass bei der Bildanalyse die Partikel in zufälliger Orientierung vermessen werden. Bei der Siebung bewegen sie sich so lange auf dem Siebgewebe bis sie in einer bestimmten Orientierung mit ihrer kleinsten Projektionsfläche durch die Maschen fallen. Bei der Bildanalyse sollte man daher für eine Vergleichbarkeit mit der Siebanalyse die Größendefinition „Partikelbreite“ betrachten, da diese auch bei der Sieba-

analyse bestimmt wird. Bei kugelförmigen oder ellipsoiden Partikeln (z.B. Reiskörner) sind die Resultate 1:1 vergleichbar. Betrachtet man linsenförmige Körper als Modell-Beispiel für plattige Partikelformen, werden Unterschiede zwischen der Siebanalyse und der DIA deutlich. Je nach zufälliger Lage des Partikels während der Aufnahme, können mit DIA größere (= breitere) oder kleinere (= schmalere) Durchmesser gemessen werden (Abb. 1). Bei der Siebung wird aber der tatsächliche

Linsendurchmesser immer um bis zu 30% kleiner gemessen. Dies bewirkt kornformabhängig systematische Unterschiede zwischen den Messergebnissen von CAMSIZER und Siebanalyse. Da CAMSIZER P4 und CAMSIZER XT auch die Partikelform messen, lassen sich diese Unterschiede über eine Funktion in der Software einfach anpassen, so dass sich mit den CAMSIZER-Geräten kompatible Ergebnisse zur Siebanalyse erzeugen lassen.

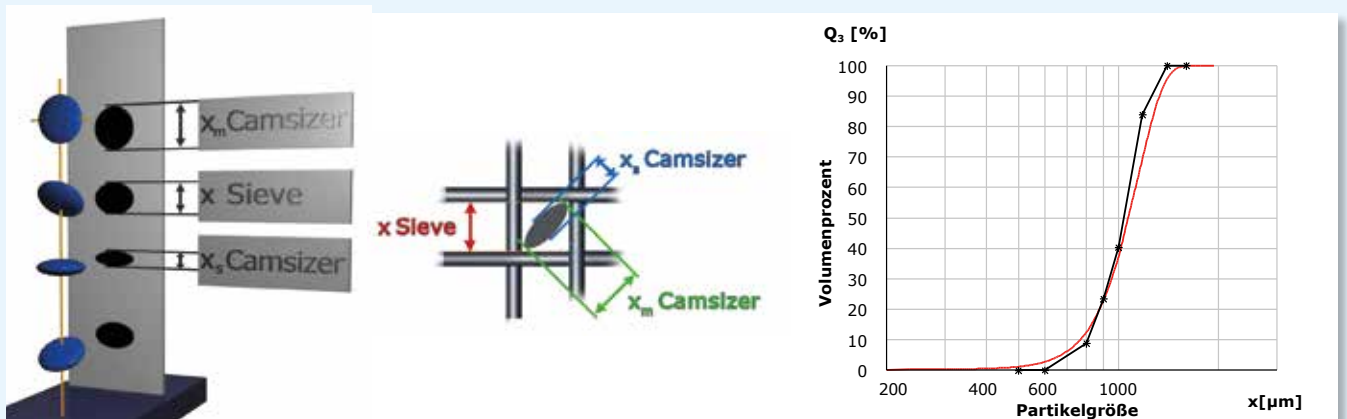


Abb. 1: Modellbetrachtung für die Messung von linsenförmigen Partikeln mit Siebanalyse und DIA. Die Linse fällt diagonal durch die kleinstmögliche Siebmasche. Die DIA „sieht“ die Linse je nach Orientierung größer oder kleiner. Es resultieren unterschiedliche Partikelgrößenverteilungen: die rote Kurve zeigt die Ergebnisse mit DIA, die schwarzen Punkte repräsentieren die Siebanalyse. Mit der Siebanpassungsfunktion der CAMSIZER-Software ist es möglich, identische Ergebnisse zur Siebanalyse zu erhalten. Spezifikationen, die auf der Analysensiebung aufbauen, können so bei einem Systemwechsel beibehalten werden.

DYNAMISCHE BILDANALYSE VERSUS STATISCHE LASERLICHTSTREUUNG

Bei der statischen Laserstreulichtanalyse, auch Laserbeugung genannt, werden Partikelgrößen indirekt gemessen, indem Intensitätsverteilungen von an Partikeln gestreutem Laserlicht in verschiedenen Winkeln detektiert und auf eine Partikelgrößenverteilung zurückgerechnet werden. **Alle Streulichtverfahren gehen von der Annahme aus, dass kugelförmige Partikel vorliegen. Dies führt häufig zu einer breiteren Partikelgrößenverteilung als bei anderen Verfahren,** da bei der Laserbeugung nicht zwischen Länge und Breite des Partikels unterschieden werden kann.

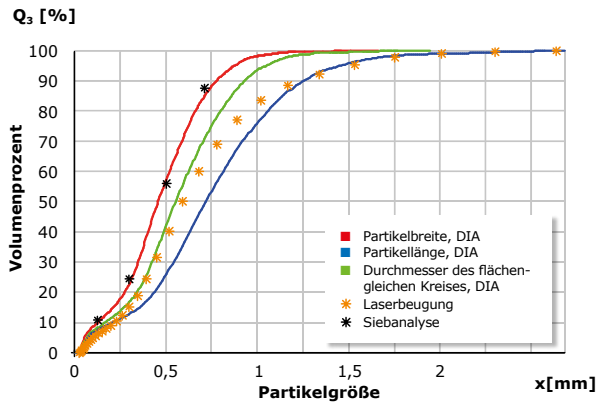


Abb. 2: Messung einer Probe Kaffeepulver mit verschiedenen Analysemethoden

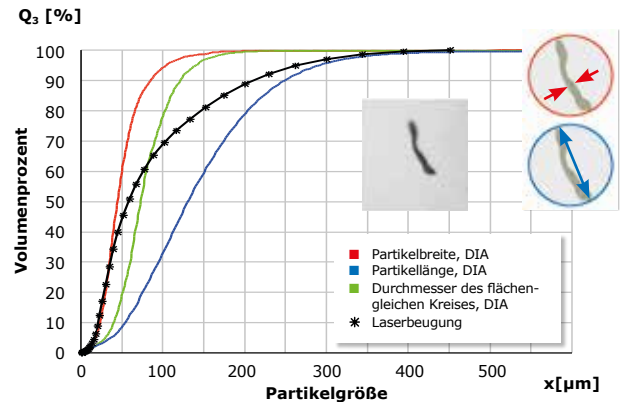


Abb. 3: Messung einer Probe Cellulosefasern mit dem CAMSIZER XT (Bildanalyse) und Laserbeugung

Abbildung 2 zeigt die Vergleichbarkeit zwischen DIA, SLS, und Siebanalyse am Beispiel einer Kaffeeprobe. Die Siebanalyse liefert das feinste Ergebnis, die Breitenmessung des CAMSIZER XT bietet ein identisches Resultat. Mit der Laserstreulichtanalyse ist keine Vergleichbarkeit zur Siebung möglich; das Ergebnis ist jedoch im Wesentlichen dem Durchmesser eines flächengleichen Kreises (x_{area}) der Bildanalyse vergleichbar. Allerdings gehen alle möglichen Partikeldimensionen in das Streulichtergebnis ein, die dann auf Basis der Annahme der Kugelform in „Äquivalentdurchmesser“ umgerechnet werden. Dies führt dazu, dass die SLS fast immer breitere Verteilungen liefert als die DIA.

Dies wird in Abbildung 3 noch deutlicher. Hier wurde eine Probe Cellulosefasern mit dem CAMSIZER XT und einem Laserbeugungsgerät vermessen. Während die Bildanalyse zwischen Faserdicke und Länge unterscheidet, ist das SLS Ergebnis eine Mischung aus Länge und Breite und zeigt einen kontinuierlichen Übergang. Die Messkurve läuft zunächst parallel zu der Breitenmessung mit DIA und nähert sich dann der Faserlänge an. Die Dynamische Bildanalyse kann Faserlänge und -durchmesser gesondert bestimmen.

MESSMETHODEN IM VERGLEICH

Die Tabelle zeigt die Stärken der gängigsten Partikelanalysemethoden. Es wird deutlich, dass die Dynamische Bildanalyse den anderen Verfahren in vielen Bereichen überlegen ist.

Leistungsmerkmal	Dynamische Bildanalyse z. B. CAMSIZER®	Statische Bildanalyse z. B. Mikroskop	Laserstreulichtanalyse z. B. Horiba LA-960	Siebanalyse
Reproduzierbarkeit und Wiederholbarkeit	++	+	++	+
Hohe Auflösung für schmale Verteilungen	++	++	+	+
Messung breiter Verteilungen	++	+	+	+
Partikelformanalyse	++	++	○	○
Sichere Detektion von Überkorn	++	+	+	++
Messgeschwindigkeit, Messdauer	+	+	++	+
Messung von mehrmodalen Verteilungen / Mischungen	++	+	+	+
Information über Zusammensetzung (z. B. über Spektroskopie, Raman etc.)	○	++	○	○
Investitionskosten	hoch	hoch	hoch	niedrig
Arbeitsaufwand	niedrig	hoch	niedrig	hoch

++ hervorragend geeignet
 + gut geeignet
 + bedingt geeignet
 ○ nicht möglich

RETSCH TECHNOLOGY

Spezialisten für Partikelmesstechnik

Innovative Technik für die Partikelcharakterisierung und Qualitätssicherung anwenderfreundlich zu gestalten, das ist die Kernkompetenz von RETSCH TECHNOLOGY.

Die Produktpalette für Geräte zur optischen Partikelcharakterisierung deckt einen Größenbereich von 0,3 nm bis 30 mm ab. Auf der Basis verschiedener Messtechniken können wichtige Analysen der Partikelgröße und Partikelform in Suspensionen, Emulsionen, kolloidalen Systemen, Pulvern, Granulaten und Schüttgütern durchgeführt werden.

Zusammen mit unserer Schwesterfirma Retsch GmbH bieten wir Ihnen auch ein umfangreiches Produktspektrum zur Probenvorbereitung (Vermahlung, Probenteilung) sowie zur Analysensiebung an.



RETSCH TECHNOLOGY
veranstaltet regelmäßig

SEMINARE

www.retsch-technology.de/termine

Auf unserer Webseite
finden Sie aktuelle
Termine.

PERSÖNLICHE BERATUNG

RETSCH TECHNOLOGY steht Ihnen mit individueller Beratung in Deutschland, Österreich und der Schweiz sowie über ein Netz von Vertretungen weltweit jederzeit zur Verfügung.

GERÄTEVORFÜHRUNGEN

Selbstverständlich führen wir in unserem Applikationslabor oder bei Ihnen vor Ort Produktpräsentationen durch. Hierfür setzen Sie sich bitte mit unserem Vertriebsteam in Verbindung.

CARBOLITE
IGERO 30-3000°C

CARBOLITE

ELTRA

Retsch

Retsch
TECHNOLOGY

VERDER
scientific

Als Teil der VERDER-Gruppe setzt der Geschäftsbereich VERDER SCIENTIFIC Maßstäbe in der Entwicklung, Fertigung und dem Vertrieb von Labor- und Analysegeräten. Diese kommen in den Bereichen Qualitätskontrolle, Forschung und Entwicklung für die Probenvorbereitung und Analytik von Feststoffen zum Einsatz.