

DYNAMICKÁ ANALÝZA OBRAZU

Charakterizace prachových
částic, granulí a suspenzí v
rozmezí od 1 μm do 30 mm





Milí čtenáři, zákazníci a obchodní partneři,

Každá technika analýzy částic má své typické oblasti použití a každý typ má také výhody a nevýhody ve srovnání s jinými metodami. V tomto speciálním vydání zákaznického časopisu "the sample" firmy VERDER SCIENTIFIC představujeme produkt pro charakterizaci částic dynamickou analýzou obrazu firmy RETSCH TECHNOLOGY a poskytujeme přehled nejvýznamnějších měřících technik.

RETSCH TECHNOLOGY je jediným celosvětovým dodavatelem zařízení pro dynamickou analýzu obrazu, laserovou difrakci a síťovou analýzu a rozumí výhodám i nevýhodám každé metody.

Jsme potěšeni představit vám v tomto vydání novou generaci CAMSIZER: CAMSIZER P4 obsahuje rychlejší kamery s vysokým rozlišením, jasnější zdroj světla a nové vlastnosti softwaru. Tato vylepšení zvyšují přesnost měření, rozšiřují rozsah měření a poskytují vyšší rozlišení a přesnější analýzu velikosti a tvaru zejména malých částic.

V tomto čísle jsou také porovnány silné a slabé stránky rozdílných měřících metod, které vám poskytnou cenné rady při rozhodování o tom, která metoda je nejvýhodnější pro vaše individuální požadavky.

Pokud hledáte nejlepší řešení pro charakterizaci částic, kontaktujte nás!

Váš

Dr. Jürgen Pankratz
ŘEDITEL VERDER SCIENTIFIC

Charakteri

Dynamická analýza obrazu

Dynamická analýza obrazu (DAO) je moderní vysoce výkonná metoda pro charakterizaci velikosti a tvaru prachových částic, granulí a suspenzí. Na této technologii jsou založeny optické analyzátoři Retsch Technology CAMSIZER P4 a CAMSIZER XT, které pokrývají rozsah měření od 1 μm do 30 mm. Dynamická analýza obrazu je používána v mnoha průmyslových odvětvích pro kontrolu kvality a stejně tak i ve výzkumu a vývoji. Stále více nahrazuje zavedené metody, jako jsou laserová difrakce nebo síťová analýza.

VYSOKÉ ROZLIŠENÍ ANALÝZY VELIKOSTI A TVARU OD 1 MM – 30 MM

Zobrazovací techniky mají nespočet výhod proti tradičním metodám, jako jsou síťová analýza a laserová difrakce. **Měření se provádí u každé jednotlivé částice, což vede k detailnímu určení různých parametrů velikosti a tvaru částic.** Díky schopnosti analyzovat například délku, šířku, zaoblení nebo hranatost částic, poskytuje dynamická analýza obrazu mnohem více informací než alternativní metody.

Analyzátoři založené na dynamické analýze obrazu jsou obvykle vybaveny optickým systémem, který tvoří kamery, čočky objektivu, zdroj světla a systém podavače vzorku. Tyto částice jsou zachyceny pomocí kamer jako "stínová projekce", zatímco se pohybují mezi zdrojem světla a kamerou. Základním předpokladem je jemně vyladěný optický systém se silnými světelnými zdroji a krátkými expozičními časy a vysoce výkonný software - kamery těchto analyzátorů CAMSIZER zachytí více než 270 snímků za sekundu, které jsou vyhodnoceny v reálném čase. Průměrná doba měření je 2 až 5 min, což odpovídá několika milionům jednotlivých částic.

OBJEM VZORKU

K získání smysluplných výsledků analýzy je zapotřebí reprezentativního objemu vzorku. Ten závisí na velikosti částic a distribuční šířce - s rostoucí velikostí a šířkou se objem vzorku zvyšuje. Pro jemné prášky s velikostí částic několik mikrometrů stačí, vzhledem k velkému počtu částic, několik miligramů vzorku pro zajištění dostatečně spolehlivých výsledků. Pro měření šterku, rozdrčené rudy nebo uhlí je však zapotřebí několika kilogramů vzorku. Pro přesnost analýzy je nezbytný také důkladný odběr a dělení vzorků. Doporučeno je použití děličů vzorku (například Retsch PT 100 otočný dělič vzorků) a to zejména pro vzorky s širokou velikostí distribuce částic. Spolehlivost a opakovatelnost

izace částic

ROZSAHY MĚŘENÍ U RŮZNÝCH METOD

Velikost částic	1 nm	1 μm	1 mm	1 m
Dynamická analýza obrazu				
CAMSIZER® P4			20 μm	30 mm
CAMSIZER® XT		1 μm	3 mm	
Statický rozptyl laserového světla				
LA-960	10 nm		5 mm	
Sítová analýza				
Vibrační síťovací stroj AS 200			20 μm	125 mm
Air Jet síťovací stroj AS 200 jet			10 μm	4 mm
Statická obrazová analýza				
Mikroskop		600 nm	1 mm	

● Suché měření

○ Mokrý měření

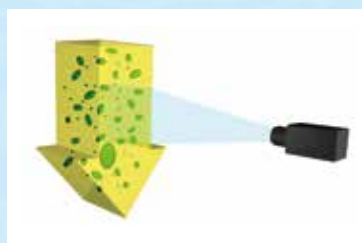
výsledků se zvyšuje s množstvím vzorku. Ve srovnání s jinými technikami pro měření částic, jako je například laserová difrakce nebo analýza statického obrazu (mikroskopie), analyzuje dynamická analýza obrazu obvykle relativně velké množství vzorku, což je jasnou výhodou této metody.

Srovnání statické analýzy a dynamické analýzy obrazu



STATICKÁ (ISO 13322-1)

- Částice se během měření nepohybují
- Vysoké rozlišení > 0.5 μm
- Analýza několika stovek částic (nerepresentativní vzorek)
- Omezený rozsah měření < 1 mm
- Časově náročné
- Částice jsou stabilně orientovány (2 dimenze)



DYNAMICKÁ (ISO 13322-2)

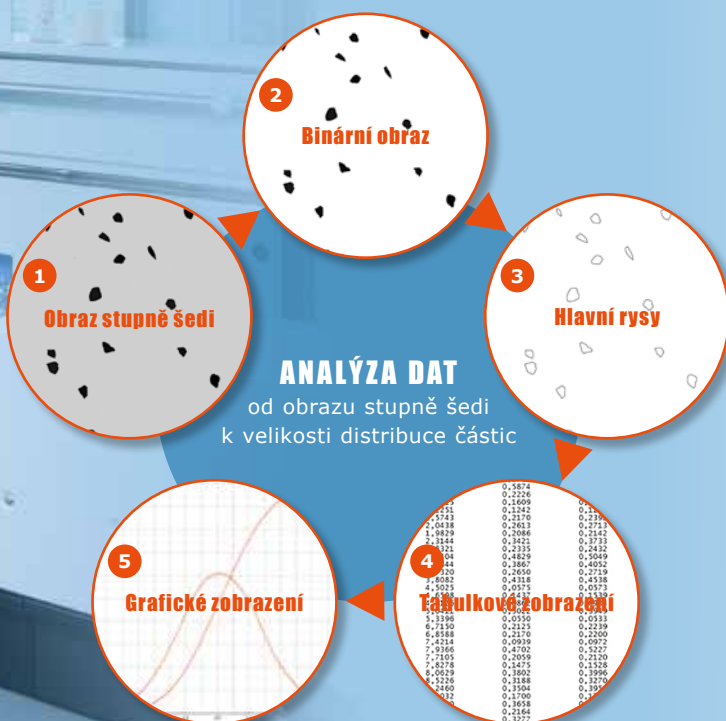
- Částice jsou zachyceny v pohybu kamerou
- Rozlišení > 1 μm
- Analýza několika milionů částic (representativní vzorek)
- Široký rozsah měření do 30 mm
- Rychlá
- Částice jsou měřené v nahodilých orientacích (3 dimenze)

DYNAMICKÁ ANALÝZA OBRAZU

Od obrazu částice k velikosti distribuce

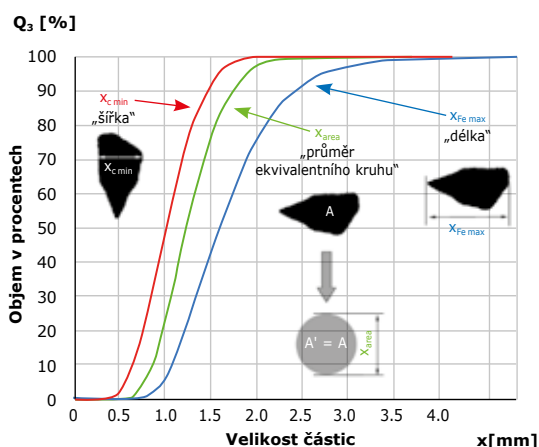


Dynamická analýza obrazu analyzuje stínovou projekci částic. Oba přístroje CAMSIZER P4 a CAMSIZER XT transformují obrazy ve stupních šedi přes několikastupňový algoritmus do binárních obrazů k určení přesných obrysů. Na tomto základě jsou měřeny všechny parametry velikosti a tvaru. Během měření jsou jednotlivé hodnoty přiřazeny do 10 000 velikostních tříd, které tak poskytují velmi vysoké rozlišení.



PARAMETRY VELIKOSTI A TVARU DYNAMICKÉ ANALÝZY OBRAZU

Zobrazovací metody nabízejí zásadní výhodu v použití různých definic velikosti, což umožňuje přímé měření délky a tvaru. V závislosti na aplikaci mohou být předmětem zájmu řady parametrů velikosti. Pokud jsou například analyzovány protáhlé částice, jako jsou celulózová vlákna, katalytické tyče, plastové extrudáty nebo rýžová zrna, je délka částic významným parametrem. Pokud je však potřeba srovnat vzorek sítovou analýzou, je důraz kladen stejně tak na šířku částic jako na orientaci částic, umožňující částicím projít otvory síta s jejich nejmenší projekční oblastí. V dynamické analýze obrazu je velikost distribuce částic založena na různých definicích velikosti. Parametr $x_{c\ min}$ definuje šířku částic, $x_{Fe\ max}$ popisuje délku. V důsledku toho je výsledek $x_{Fe\ max}$ větší než $x_{c\ min}$. Definice velikosti x_{area} je založena na výpočtu kruhu s ekvivalentním povrchem každé částice (viz obr. 1, zelená křivka).



Obr. 1: Definice různé velikosti dynamické analýzy obrazu

ROZSAH MĚŘENÍ

Spodní a horní hranice rozsahu měření analýzy obrazu jsou určovány různými faktory (viz ISO 13322-1 a -2). Spodní hranice je definována rozlišením kamery. Rozhodujícím kritériem je nejmenší velikost částic, kterou optika může ještě reprodukovat na jeden pixel (= obrazový prvek) na čipu kamery. Stupnice reprodukovatelnosti se zjišťuje pomocí kalibračních objektů s přesně definovanými rozměry. Nejmenší měřitelné stíny částic, alespoň půl pixelu na čipu kamery a

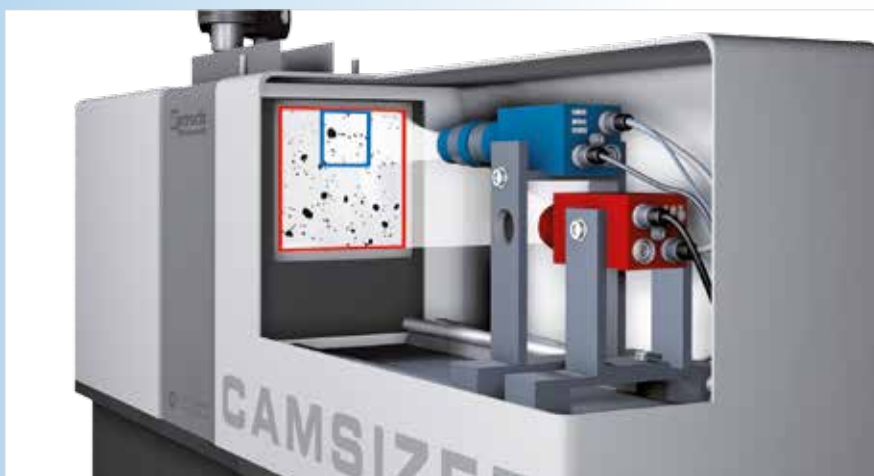
tato velikost jsou obvykle definovány jako detekční limit nebo dolní limit rozsahu měření.

Horní limit rozsahu měření analyzátoru dynamické analýzy obrazu je určen zorným polem kamer.

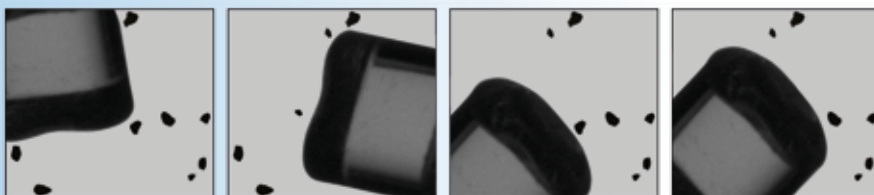
Částice, zobrazené na okraji zorného pole, musí být zamítnuty, protože není možné určit jejich správnou velikost (viz obr. 3). To vede k tomu, že nejsou větší

částice dostatečně zastoupeny, protože je více pravděpodobné, že budou umístěny v blízkosti okraje. Software CAMSIZER má algoritmus v souladu s normou ISO 13322-1, která kompenzuje tento efekt a zajišťuje, že procentuální podíl velkých částic je správně zastoupen.

Tato korekční funkce je spolehlivá až do velikosti částic 1/3 zorného pole kamery. Větší částice se mohou měřit smysluplným způsobem stěží a pouze tehdy, když



Obr. 2: Technologie dvojí kamery CAMSIZER P4



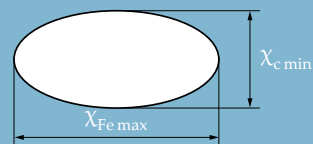
Obr. 3: Horní hranice rozsahu měření kamery je určena pravděpodobností, že jsou v zorném poli zcela viditelné velké částice.

je k dispozici velké množství vzorku. Systémy dynamické analýzy obrazu jsou obvykle omezeny dynamickým rozsahem velikosti - přibližně faktorem 50 mezi nejmenší a největší částicí. Většina distribucí částic a portfolia produktu zahrnují mnohem širší rozsah a buď hrubší nebo jemnější frakce nejsou dostatečně zastoupeny. Pro správné měření velikosti distribuce částic pomocí zobrazování by bylo teoreticky nutné provést různá měření s různým rozlišením kamery a aritmeticky zkombinovat tyto výsledky. Pro produkty CAMSIZER je tento problém řešen **patentovanou technologií dvojí kamery** (obr. 2): dvě kamery s různými

rozlišeními obrazu detekují částice současně. Kamera se zoomem s menším zorným polem a základní kamera s nižším rozlišením a s větším zorným polem jsou spojeny pomocí softwaru pro umožnění hodnocení velikosti distribuce částic v jednom měření. Proto je možné pokrýt velikost v rozmezí tří dekad a získat spolehlivá statistická měření.

POMĚR ŠÍŘKA/DÉLKA

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



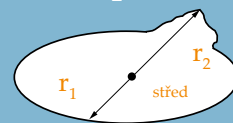
KRUHOVITOST (KULOVITOST)

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



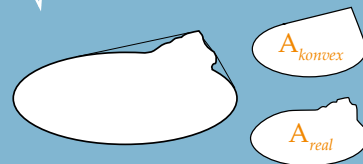
SOUMĚRNOST

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



KONVEXNOST

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



Obr. 4: Kromě různých definicí velikosti, mohou být pro hodnocení kvality produktu určeny různé parametry tvaru. Obrázek znázorňuje nejdůležitější parametry tvaru.

CAMSIZER® P4

Nová generace v dynamické analýze obrazu

CAMSIZER P4 je poslední generací osvědčeného systému CAMSIZER, který je s více než 1,000 instalacemi po celém světě jedním z nejvíce úspěšných přístrojů pro charakterizaci částic pomocí dynamické analýzy obrazu. CAMSIZER P4 nabízí komplexní charakterizaci velikosti a tvaru částic suchých, tekutých sypkých materiálů v rozmezí velikosti od 20 µm do 30 mm. Díky patentované technologii dvou kamer není zapotřebí žádných úprav rozsahu měření nebo hardwaru. Extrémně jasný světelný zdroj LED stroboskopu, krátká doba expozice a frekvence 60 snímků za sekundu, umožňují vysoké rozlišení snímků, které zajišťuje jednotnou kontrolu kvality. Typická doba měření je pouze 2 až 3 minuty! Vysoce výkonný software CAMSIZER určuje rychle a přesně obrovskou škálu parametrů velikostí a tvaru a dělá CAMSIZER P4 nepostradatelným nástrojem pro použití v oblasti výzkumu a vývoje a řízení kvality. Rutinní operace mohou být optimalizovány použitím autosampleru nebo integrováním analyzátoru do technologické linky.

Kromě osvědčených funkcí je čtvrtá generace CAMSIZER vybavena knihovnou částic CAMSIZER X-plorer pro ukládání a vyhodnocování jednotlivých obrázků, 3D bodových grafů a nových parametrů tvaru (hranatost).

TYPISCHE ANWENDUNGSBEISPIELE

- Brusiva
- Katalyzátory
- Chemikálie
- Uhlí/koks
- Káva
- Stavební materiály
- Umělá hnojiva
- Potrava
- Sklo/keramika
- Kovový prach/ silikon
- Pesticidy
- Farmaceutické výrobky
- Propanty
- Žáruvzdorné výrobky
- Propanty
- Sůl/cukr
- Písek
- Prací prášek
- Dřevní štěrka

Video produktu na
www.retsch.com/camsizerp4



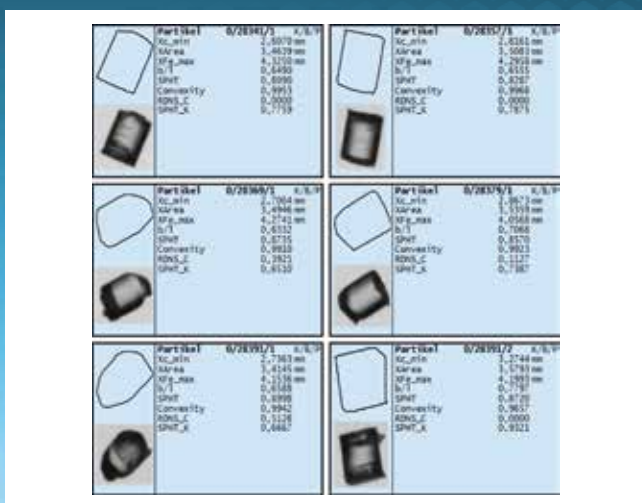
CAMSIZER P4 je čtvrtou generací produktové řady CAMSIZER. Základní vylepšení ve srovnání s předchozím modelem zahrnují:

- ▶ Jasnější světelný zdroj
- ▶ Větší hloubka ostrosti
- ▶ Knihovna částic CAMSIZER X-Plorer
- ▶ Lepší kontrast
- ▶ Rozšířený rozsah měření
- ▶ 3D bodový graf
- ▶ Vyšší rozlišení kamery
- ▶ Vylepšená analýza tvaru

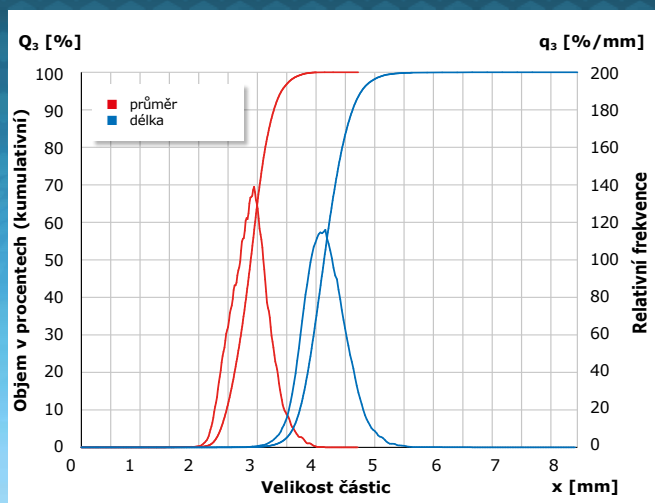
Nové možnosti

NOVĚ: KNIHOVNA ČÁSTIC CAMSIZER X-PLORER

Kromě vyhodnocení parametrů velikosti a tvaru v reálném čase umožňuje navíc nová datová struktura softwaru CAMSIZER ukládání velkých objemů obrazových dat přímo v knihovně částic.



Obr. 1: Ukázka CAMSIZER Xplorer: plastové extrudáty



Obr. 2: Samostatné měření průměru a délky s CAMSIZER P4

Vzhledem k rychlým rozhraním a zpracování dat, umožňuje CAMSIZER P4 zpracovat stovky tisíc částic za jedno měření. Parametry velikosti a tvaru každé částice je možné zobrazit samostatně. Výběrem vhodných filtrů mohou být jednotlivé druhy částic vybrány přímo a analyzovány odděleně, například šířka a délka částic plastového granulátu (obr. 2). Díky

HODNOCENÍ V REÁLNÉM ČASE

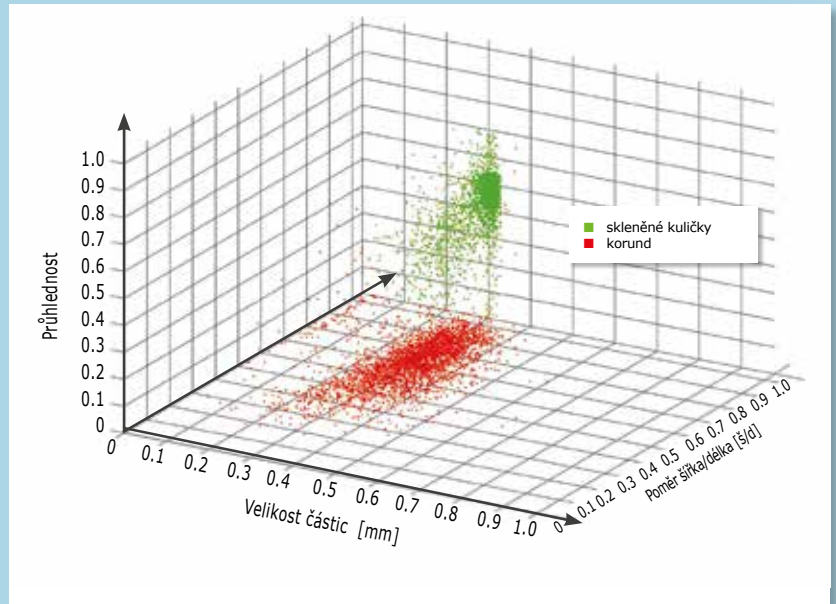
Zásadní výhodou CAMSIZER P4 je vyhodnocení výsledků v reálném čase. V průběhu měření je k dispozici grafický náhled, měřicí proces může být vizuálně kontrolován

jasnému homogennímu zdroji světla a větší hloubce ostrosti jsou spolehlivě zjistitelné a měřitelné dokonce i průhledné částice.

sledováním živých snímků. Software vyhodnocuje všechny snímky částic přímo v průběhu měření, zatímco v knihovně částic mohou být uloženy jednotlivé snímky.

NOVĚ: 3D CLOUD

Kromě známého dvourozměrného grafického zobrazení velikosti a tvaru částic, umožňuje software CAMSIZER X-plorer také trojrozměrné zobrazení (bodových grafů, 3D cloud), které ukazuje tři parametry v jednom obrázku. Každý bod diagramu (obr. 3), představuje jednu částici v databázi. Proto je možné rozlišit vzorky, které v dvourozměrném zobrazení nevykazují žádný rozdíl. Jednotlivé složky směsí jsou identifikovány rychleji a později je tak umožněno oddělení vyhodnocování různých populací částic. Příklad ukazuje směs reflexních skleněných kuliček (kulatých, průhledných) s korundovým protiskluzovým materiálem (nekulatý, neprůhledný).

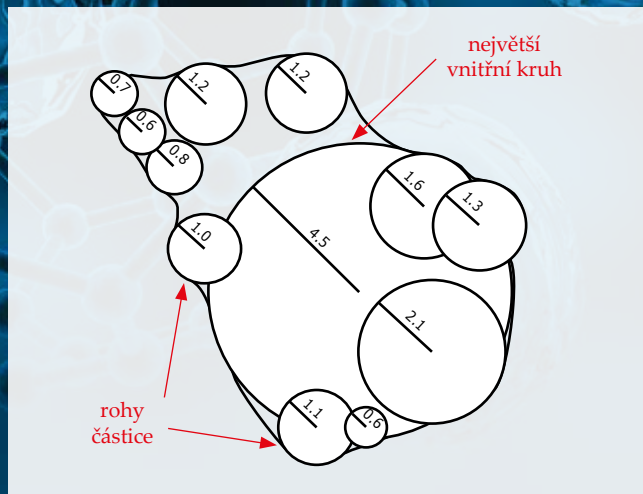


Obr. 3: Grafické zobrazení 3 parameterů – velikosti částic, průhlednosti a poměru šířky/délky – směs skleněných kuliček a protiskluzového materiálu

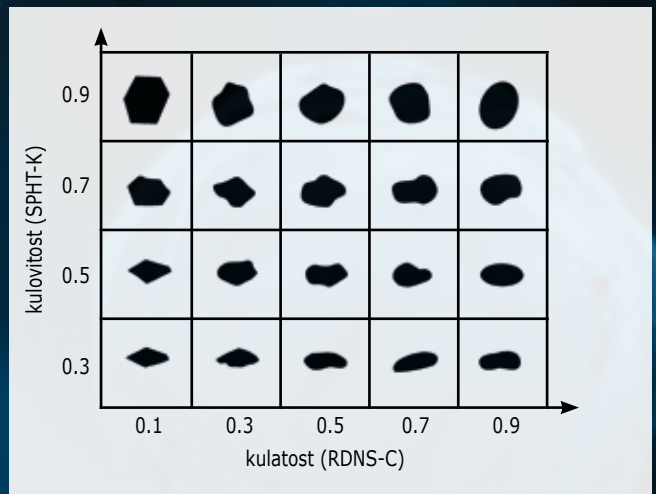
NOVĚ: ROZŠÍŘENÁ ANALÝZA TVARU

Díky velké hloubce ostroty a vynikajícímu rozlišení se CAMSIZER P4 ideálně hodí pro analýzu složitých tvarů částic. Nová vlastnost softwaru stanoví rohová zaoblení / hranatost částic na snímku výpočtem průměrného poloměru všech rohů a vydělí je poloměrem největšího vnitřního kruhu (viz obr. 4).

Tento parametr tvaru je zvláště vhodný pro charakterizaci materiálů pro něž je kulatost důležitou vlastností jako jsou například brusiva nebo speciální písky. Tradiční analýza tvaru podle Krumbeina a Slosse zahrnuje vyhodnocení pískových zrn pod mikroskopem a vizuální posouzení s pomocí tabulky (obr. 5). Nový algoritmus CAMSIZER P4 poskytuje shodné výsledky časově náročné ruční analýzy, které byly ověřeny ve stovkách testů. Navíc mají tyto výsledky lepší opakovatelnost a jsou nezávislé na jednotlivých vizuálních dojmech.



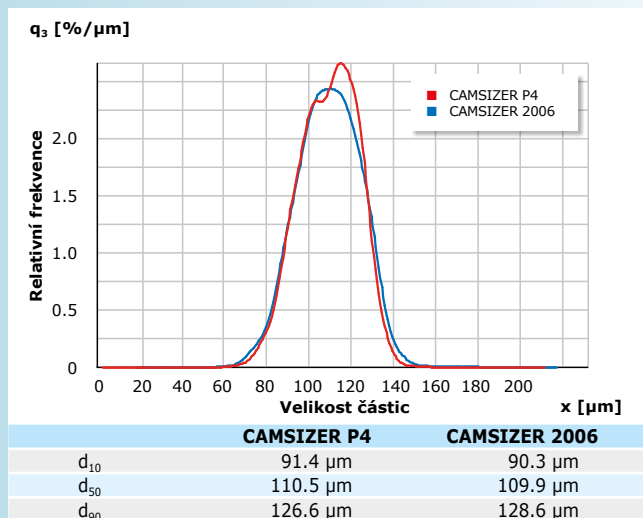
Obr. 4: "Rohové zaoblení" je střední poloměr všech rohů dělený poloměrem největšího vnitřního kruhu



Obr. 5: Tabulka pro vizuální hodnocení kulatosti a kulovitosti podle Krumbeina a Slosse

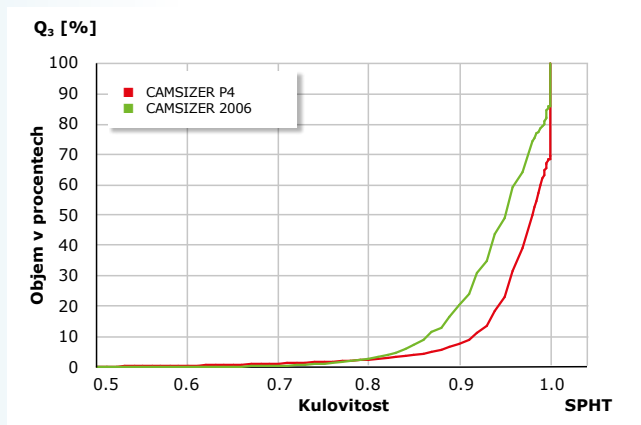
VYŠŠÍ ROZLIŠENÍ – PŘESNĚJŠÍ ANALÝZY

Vzorek jemných skleněných perliček (d50 = 110 μm) byl měřen na CAMSIZER P4 (červený vzorek) a na přístroji druhé generace CAMSIZER 2006 vzorek modrý. Vzorek vykazuje mírnou bimodalitu, kterou je CAMSIZER P4 schopný detekovat díky jeho vysokému rozlišení a vylepšené hloubce ostroty.



Obr. 6: Analýza skleněných perliček přístroji CAMSIZER P4 a CAMSIZER 2006. U přístroje CAMSIZER P4 je jasně viditelné lepší rozlišení.

Hodnoty průměrů d10, d50, d90 jsou pro oba modely CAMSIZER velmi podobné. S ohledem na tvar částic skleněných perliček (zde: kruhovitosť a kulovitosť) je CAMSIZER P4 schopen měřit vyšší hodnoty kruhovitosti.

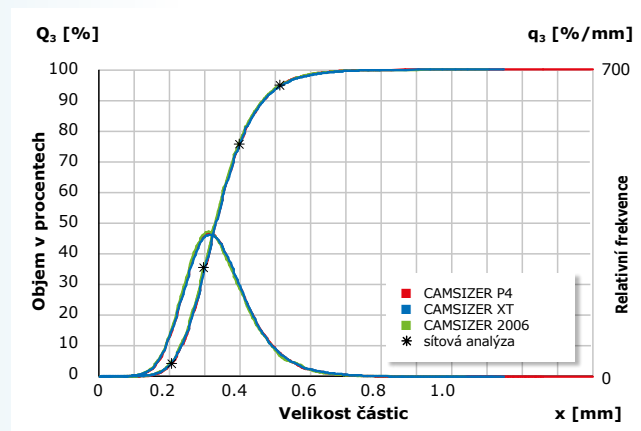


Obr. 7: Měření kulovitosti skleněných perliček přístrojem CAMSIZER P4 a předchozím modelem. Díky vylepšené optice poskytuje nová generace přístrojů přesnou analýzu tvaru dokonce i u velmi malých částic.

TŘI MODELY – JEDEN VÝSLEDEK MĚŘENÍ

CAMSIZER P4 a CAMSIZER XT používají stejný princip měření, ale liší se rozlišením, rozptylem a podáváním vzorku. Obrázek 8 ukazuje výsledek vzorku písku s širokou distribucí velikosti mezi 10 a 800 μm. Vzorek může být měřen přístrojem CAMSIZER P4 i CAMSIZER XT. Grafika porovnává výsledky CAMSIZER P4 s výsledky CAMSIZER XT a starší verzi CAMSIZER. Výsledky jsou srovnatelné a také odpovídají výsledkům získaným síťovou analýzou.

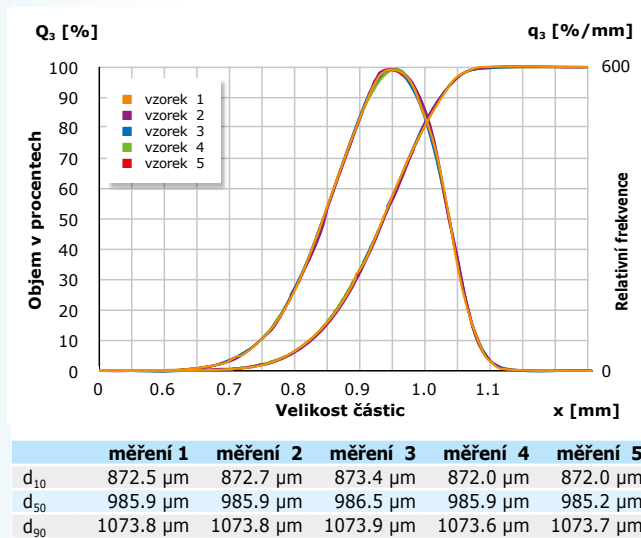
Obr. 8: Analýza vzorku písku přístroji CAMSIZER P4, CAMSIZER XT, CAMSIZER 2006 a síťová analýza. Měření jednoduchých vzorků s širokou velikostí distribuce neodráží různá rozlišení



MAXIMÁLNÍ REPRODUKOVATELNOST

Vynikající opakovatelnost výsledků měření potvrzuje spolehlivost dynamické analýzy obrazu. Příklad ukazuje měření 5 vzorků EPS (pěnového polystyrenu) přístrojem CAMSIZER P4. Křivky jsou identické hodnoty průměrů d10, d50 a D90 jasně dokumentují reprodukovatelnost měření.

Obr. 9: Měření 5 vzorků EPS přístrojem CAMSIZER P4 s výbornou opakovatelností výsledků

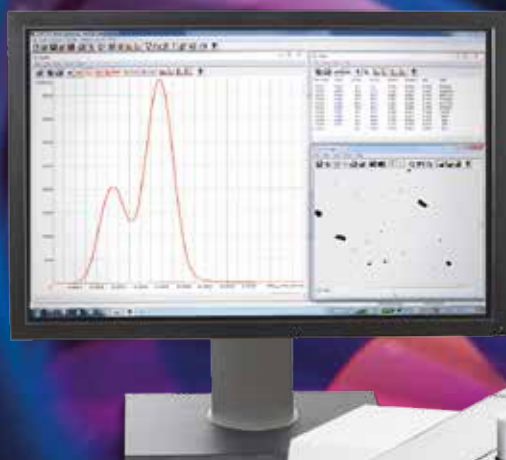




CAMSIZER® XT

Pro charakterizaci jemných prášků

CAMSIZER XT může podstatně zlepšit kontrolu jakosti jemných prášků: Přesnější a rychlejší analýza velikosti a tvaru částic přispívá ke zlepšení kvality výrobků, snížení počtu zmetků a tím vede k ušetření nákladů.



Video produktu na
www.retsch.com/camsizerxt



CAMSIZER XT je navržen speciálně pro analýzu jemných prášků a granulí, které mají tendenci k aglomeraci. Ve srovnání s CAMSIZER P4 nabízí model CAMSIZER XT optiku s vyšším rozlišením a také další možnosti podávání vzorku.

Vzhledem k silným vzájemně působícím silám mezi částicemi mají velmi jemné částice tendenci k aglomeraci, což ztěžuje zjištění rozměrů jednotlivých částic. Proto by částice měly být dostatečně dispergovány při průchodu oblastí měření. CAMSIZER XT nabízí různé moduly pro podávání vzorku, které zajistí dokonalou disperzi částic. Aglomeráty jsou před analýzou rozděleny na primární částice pomocí odpovídající mechanické

sily. Zvláště u citlivých materiálů je výzvou najít způsob, jak rozdružit aglomeráty bez porušení jednotlivých částic.

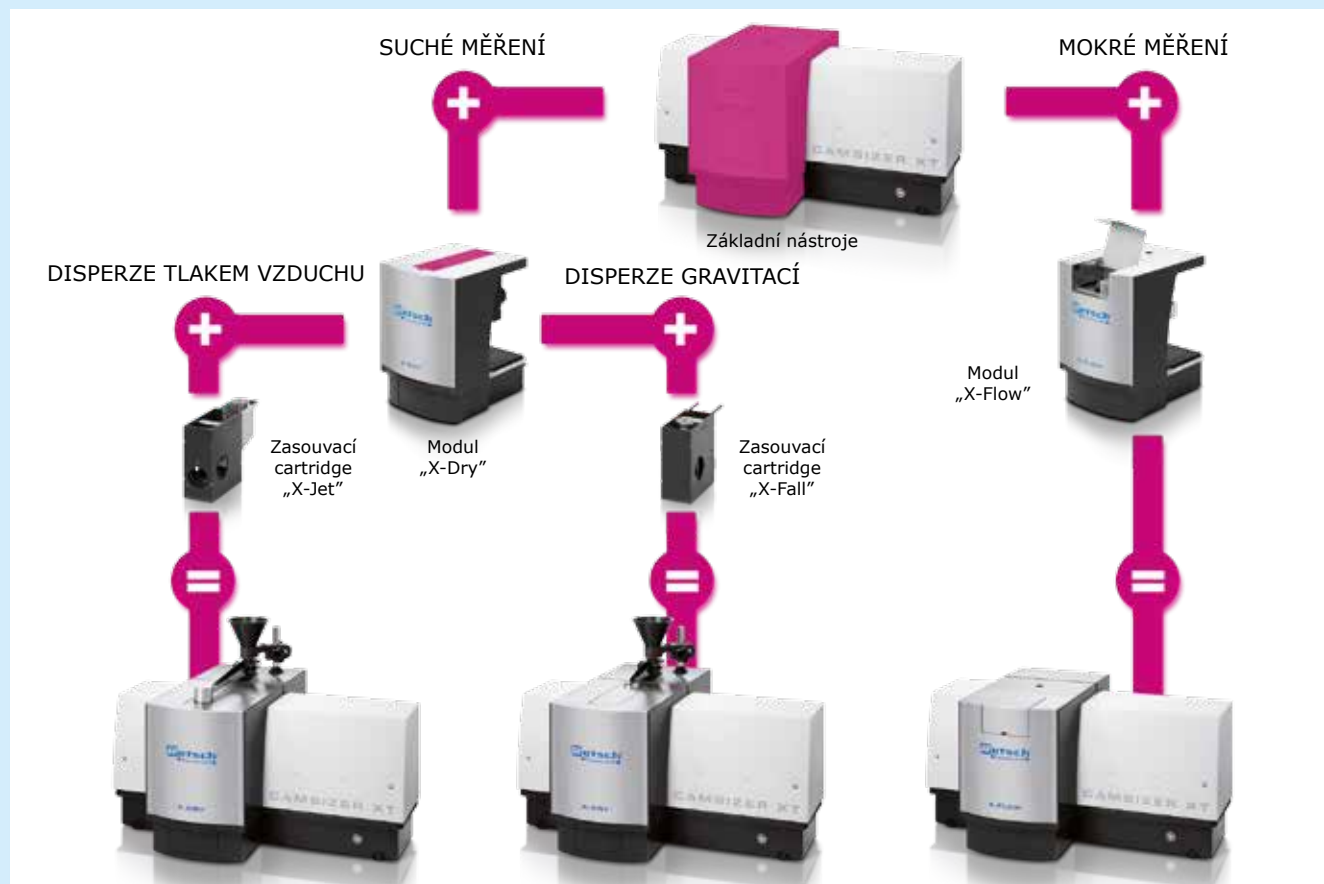
CAMSIZER XT nabízí různé možnosti disperze. Suché vzorky jsou rozptýleny gravitací nebo tlakem vzduchu, kdy jsou aglomeráty prášku zrychlením v disperzní trysce za pomoci stlačeného vzduchu a výsledné smykové síly rozpuštěny. Proměnnou geometrií trysky a možností plynule nastavit tlak disperze mezi 10 kPa a 460 kPa je umožněno přizpůsobit se požadavkům vzorku materiálu.

Tekuté, nespékavé vzorky jsou jednoduše měřeny ve volném pádu bez další disperze. CAMSIZER XT také analyzuje částice v kapalinách (suspenze, emulze),

kde lze v případě potřeby aglomeráty rozptýlit pomocí ultrazvuku. Modulární konstrukce analyzátoru umožňuje snadné a pohodlné přepínání mezi různými možnostmi rozptýlu.

Modulární konstrukce pro optimální podmínky měření

Systém CAMSIZER XT's "X-Change" nabízí tři alternativní disperzní metody, což umožňuje výběr optimálního způsobu disperze pro každý typ vzorku.



DISPERZE TLAKEM VZDUCHU S „X-JET“

Rozsah měření
od 1 μm do 1.5 mm

Disperze (tj. separace částic při jejich průchodu oblastí měření) je zásadním předpokladem pro správné měření jednotlivých částic. Díky možnosti flexibilního nastavení tlaku ze zasouvací cartridge "X-Jet", mohou být materiály měřeny za optimálních podmínek. S metodou dynamické analýzy obrazu používané přístrojem CAMSIZER XT, je možné detekovat rozbité částice a aglomeráty pomocí analýzy tvaru částic a potom nastavit tlak na požadovanou hodnotu. Vzorek se po měření shromažďuje ve vysavači. Pokud je třeba vzorek materiálu vrátit k další analýze je k dispozici volitelný cyklon. Tlak vzduchu při disperzi urychluje částice až na 50 m / sec. Díky extrémně krátkému času expozice je možné měřit částic <5 mikronů. Nové volitelné disperzní trysky umožní rovněž disperzi částic podstatně větších než 1,5 mm.

DISPERZE GRAVITACÍ S „X-FALL“

Rozsah měření
od 10 μm do 3 mm

Tekuté, neaglomerovatelné vzorky mohou být analyzovány pomocí zásuvné cartridge "X-Fall". V tomto režimu padají částice, urychlené pouze gravitací, ze žlábků přes zorné pole obou kamer. Díky nízké rychlosti částic, velkému zornému poli a vysoké snímkové frekvenci je detekční účinnost velmi vysoká, a to i pro větší částice. Často pouze několik hrubších částic ve vzorku (např. 3 mm) je dostačujících pro spolehlivé a reprodukovatelné měření. Po měření padá vzorek materiálu do sběrného boxu a je bez ztráty nebo kontaminace k dispozici pro další analýzy. K dispozici jako volitelný je měřicí rozsah, který je rozšířen až na 8mm.

MOKRÁ DISPERZE S „X-FLOW“

Rozsah měření
od 1 μm do 600 μm

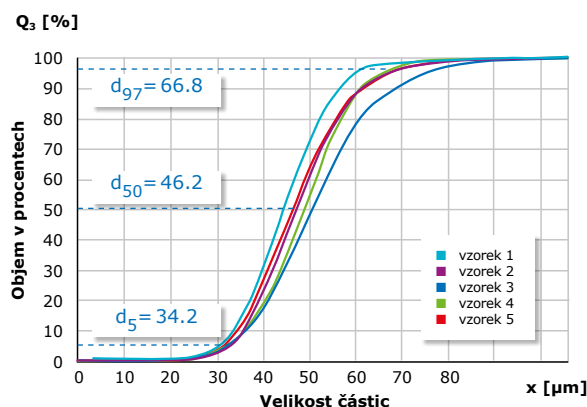
Mokrý modul "X-Flow" analyzuje vzorky v rozsahu 1 až 600 mikrometrů v suspenzích nebo emulzích. Výhodou tohoto modulu je, že lze použít malý objem vzorku. Nízká koncentrace částic v disperzním médiu, jako je například 20 mg / l, je již dostatečná pro získání reprodukovatelného výsledku během 1 minuty. Rozsah měření modulu "X-Flow" začíná na 1 mikrometru. S tímto modulem analyzuje přístroj CAMSIZER XT bez problémů také částice mnohem větší než 1 mm a s nízkou hustotou, protože částice jsou zadržovány v disperzním médiu. To je umožněno také díky tomu, že květa standardní měřicí buňky je 4 mm široká. Případné aglomeráty mohou být odděleny pomocí integrované ultrazvukové sondy.

Rozsah aplikace

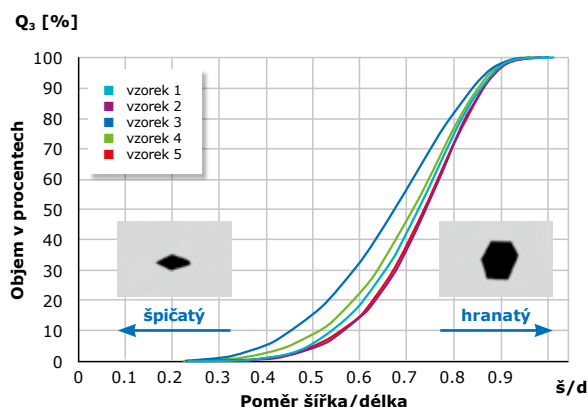
BRUSIVA: SPOLEHLIVÁ DETEKCE NADROZMĚRNÝCH ZRN

Zrna brusiv se dělí do velikostí makro a mikro, střední velikost částic je přibližně 60 μm. Brusné materiály se skládají z velmi tvrdých minerálů jako je korund, křemen, granát, karbid křemíku, nitrid boru nebo diamant, které mohou být vyráběny průmyslově, nebo získávány z přírodních zdrojů. Úzká velikost distribuce částic bez velkých zrn je důležitá pro zajištění rovnoměrného obrušování povrchů

bez zanechání škrábanců. Kritériem kvality je také tvar částic. V závislosti na typu a použití brusiva je obecně preferován špičatý nebo hranatý tvar.



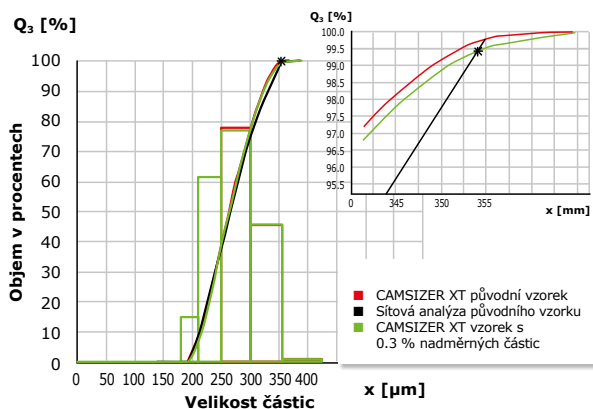
Obr. 1: Velikost distribuce částic 5 vzorků brusiva různých výrobců



Obr. 2: Poměr šířka/délka vzorků brusiva

Graf 1 ukazuje velikost distribuce 5 brusných vzorků (P320 Macrogrit) z 5 různých výrobců. Specifikace těchto zrnitostí by podle FEPA měla být: $d_{50} = 46.2 \pm 1.5 \mu\text{m}$; d_{97} max. 66.8 μm; d_5 min 34.2 μm. Výsledky měření na CAMSIZER XT s disperzí tlakovým vzduchem při 50 kPa ukazují, že vzorky 1 a 2 jednoznačně neodpovídají specifikaci.

Těchto 5 vzorků má také velmi různé tvary částic. Obrázek 2 ukazuje poměr šířky / délky k distribuci Q3. Čím více průběh křivky ubíhá vlevo, tím je tvar částic protáhlejší a špičatější.

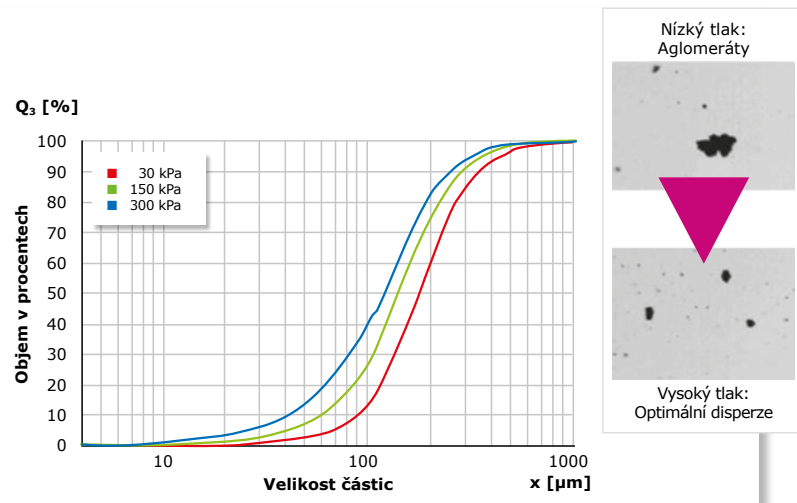


Pro kontrolu kvality brusiva je nezbytná spolehlivá detekce nadrozměrných zrn. Obrázek 3 znázorňuje měření vzorku se zrnitostí P60 (d_{50} přibl. 260 μm). Červená křivka představuje výsledek analýzy přístroje CAMSIZER XT, černá linka resp. černá tečka ve zvětšeném grafu označuje síťovou analýzu. Zelená křivka ukazuje výsledek měření po přidání 0,3% nadměrných do původního vzorku. I toto malé množství těchto několika zrn ve vzorku je spolehlivě detekováno přístrojem CAMSIZER XT.

Obr. 3: CAMSIZER XT spolehlivě rozpozná malé množství nadrozměrných zrn (zelená křivka) a případně poskytuje shodné výsledky se síťovou analýzou.

SUŠENÉ MLÉKO: EFEKTIVNÍ DISPERZE TLAKEM VZDUCHU

Látky, jako je dětská výživa nebo nápojové prášky se v průběhu výrobního procesu granulují. Požadované velikosti částic se dosahuje aglomerací primárních částic během homogenizace složek. Díky efektivní disperzi tlakem vzduchu mohou být i silně aglomerované látky, jako je sušené mléko, spolehlivě analyzovány. V tomto příkladě je velikost nejmenší primární částice pouze 10 mikrometrů. Obrázek 4 znázorňuje měření sušeného mléka pomocí různých disperzních tlaků. S rostoucím tlakem se aglomeráty snadněji se rozpadají a velikost výsledných částic je menší, což je potvrzeno při pohledu na snímky částic, které jsou automaticky pořízeny. Proto je možné určit nejen velikost primárních částic, ale také charakterizovat různé stupně aglomerace, které odrážejí stabilitu instantního prášku pro skladování, přepravu a konečné zpracování.

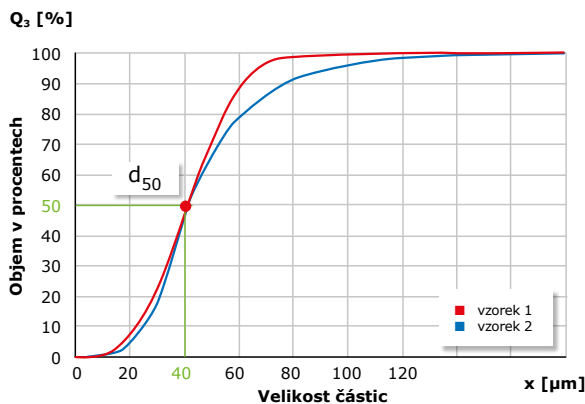


Obr. 4: Měření sušeného mléka na CAMSIZER XT s použitím různých disperzních tlaků

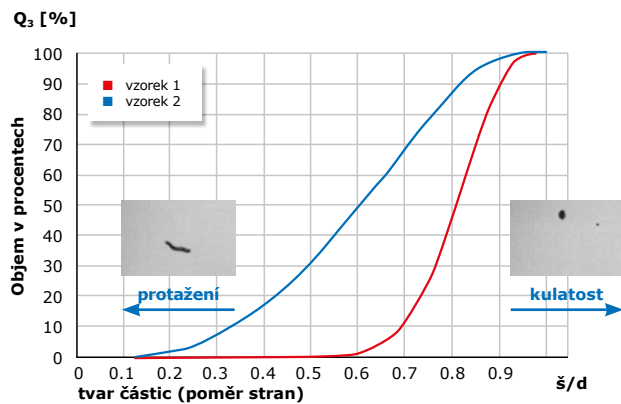
ŠKROB: TVAR JE NA ČEM ZÁLEŽÍ

Škrobový prášek je výplňový materiál používaný například při výrobě papíru nebo pro farmaceutickou výrobu. Příklad ukazuje velmi podobné velikosti distribuce dvou různých škrobových prášků, hodnota d_{50} (medián) je dokonce stejná. Nicméně jsou v tomto případě tvar částic a poměr šířka / délka

velmi odlišné. Vlákniť vzorek (modrý) ukazuje nízké hodnoty \bar{S} / \bar{D} , zatímco srovnávací vzorek (červený) obsahuje kompaktní, izometrická zrna s podstatně vyššími hodnotami \bar{S} / \bar{D} .



Obr. 5a: Velikost distribuce dvou odlišných škrobových prášků



Obr. 5b: Poměr šířka/délka je u dvou vzorků velmi rozdílná

Srovnání metod analýzy částic

Dynamická analýza obrazu | Laserová difrakce |
Sítová analýza



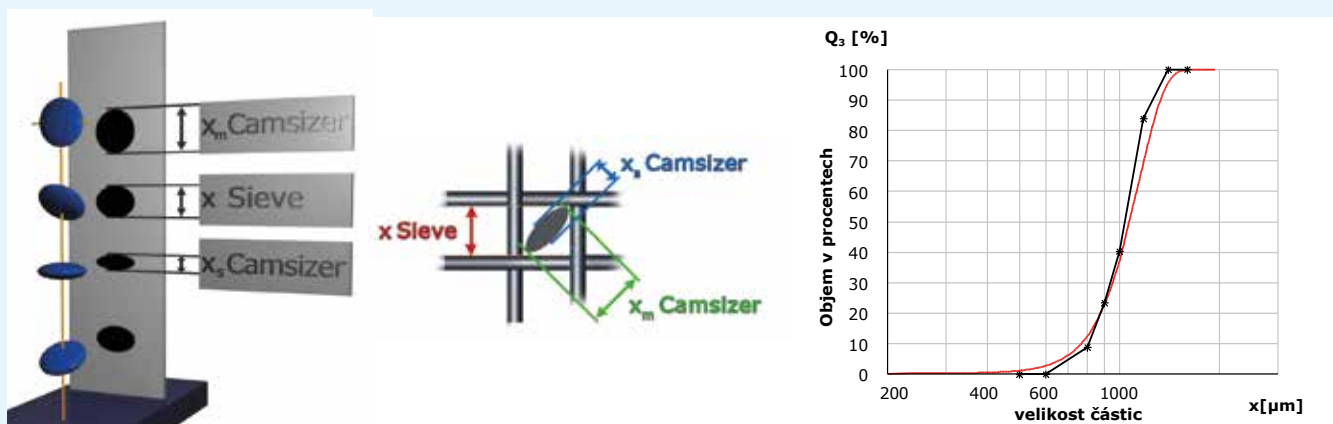
Mezi nejčastější metody pro stanovení velikosti částic patří dynamická analýza obrazu, statický rozptyl laserového světla (SLS, také nazývaný laserová difrakce) a sítová analýza. Každá metoda zahrnuje charakteristický rozsah velikostí v němž je měření možné (viz tabulka na straně 3). Ve třech zde uvedených způsobech jsou ve všech měřeních použity částice v rozsahu od 10 μm do 3 mm. Nicméně se výsledky po měření stejného vzorku mohou značně lišit. Dynamická analýza obrazu (DAO) je jediná metoda, která umožňuje analýzu různých parametrů velikosti částic a současně tvaru zrn a je možno porovnávat výsledky s jinými metodami.

DYNAMICKÁ ANALÝZA OBRAZU VERSUS SÍTOVÁ ANALÝZA

Zásadní rozdíl mezi Dynamickou analýzou obrazu a sítovou analýzou spočívá v tom, že obrazová analýza měří částice v náhodné orientaci. Při prosévání se částice pohybují na sítu, dokud nepropadnou v konkrétní orientaci s jejich nejmenší projekční plochu skrze otvory síta. Proto při porovnání výsledků dynamické analýzy obrazu a sítové analýzy by měla být za parametr považována "šířka částice", protože ta je také stanovena

sítovou analýzou. Výsledky pro kulovité nebo elipsoidní částice (např. zrna rýže) jsou více či méně totožné; pokud jde o lentikulární částice jako příkladný vzor pro ploché částice, jsou rozdíly mezi sítovou analýzou a dynamickou analýzou obrazu zřejmé. V závislosti na poloze náhodné částice v případě pořízení snímku kamerou, jsou měřeny větší (= širší) nebo menší (= užší) průměry (viz obr. 1). Výsledky sítové analýzy však vždy uka-

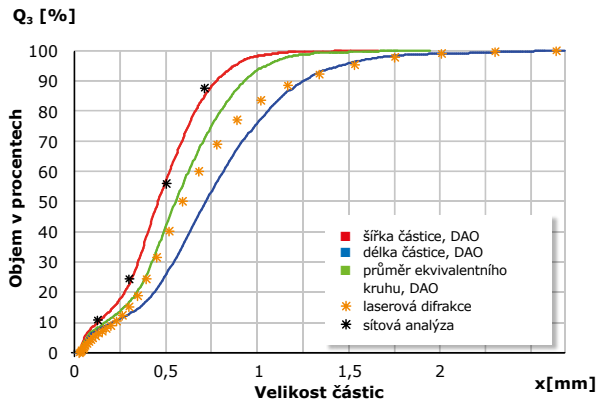
zují o 30% menší průměr lentikulární částic. To vede k systematickým rozdílům mezi výsledky sítové analýzy a dynamické analýzy obrazu v závislosti na tvaru částic. Přístroje CAMSIZER XT a CAMSIZER P4 také měří tvar částice, tyto rozdíly však mohou být snadno kompenzovány funkcí softwaru, čímž se získají výsledky, které jsou kompatibilní s těmi ze sítové analýzy.



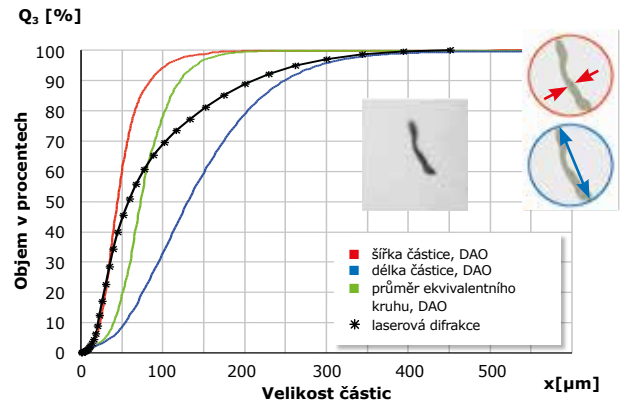
Obr 1: Model měření lentikulárních částic sítovou analýzou a dynamickou analýzou obrazu. Čočky padají diagonálně skrz nejmenší možné otvory síta. Dynamická analýza obrazu "vidí" čočku větší nebo menší v závislosti na její orientaci. To vede k různé velikosti distribuce částic: červená křivka znázorňuje výsledek dynamické analýzy obrazu, černé tečky představují výsledky sítové analýzy. Pomocí sítové korelační funkce softwaru CAMSIZER je možné získat identické výsledky se sítovou analýzou. To umožňuje uchování specifikací na základě sítové analýzy i po změně systému.

DYNAMICKÁ ANALÝZA OBRAZU VERSUS ANALÝZA STATICKÉHO ROZPTYLU LASEROVÉHO SVĚTLA

Analýzou statického laserového světla, také nazývanou laserová difrakce, se měří velikost částic nepřímo, detekcí rozdělení intenzity distribuce laserového světla rozptýleného částicemi v různých úhlech. Ty jsou základem pro výpočet velikosti distribuce částic. **Metody laserové difrakce jsou založeny na předpokladu, že všechny částice jsou kulovité, takže není možné rozlišit šířku a délku částice.** To má často za následek širší velikost distribuce částic než je tomu u jiných analytických metod.



Obr. 2: Analýza vzorku kávy různými metodami



Obr. 3: Analýza celulókových vláken přístrojem CAMSIZER XT (DAO) a laserovou difrakcí

Obrázek 2 znázorňuje porovnání mezi SLS, DAO a sítovou analýzou na vzorku mleté kávy. Sítová analýza poskytuje ty nejlepší výsledky a měření šířky částic s CAMSIZER® XT se velmi přibližuje k tomuto výsledku. Neexistuje žádné srovnání mezi sítovou analýzou a laserovou difrakcí; výsledek získaný SLS odpovídá zhruba parametru xarea (průměr ekvivalentní kružnice). Různé měřené rozměry částic jsou přičítány zaobleným částicím. Proto SLS vždy poskytuje širší velikost distribuce než obrazové analýzy.

To je ještě více zřejmé z obrázku 3, který znázorňuje srovnání měření celulókových vláken. Zatímco DAO rozlišuje mezi tloušťkou a délkou vláken, SLS toho není schopna. Křivka měření laserové difrakce nejprve běží paralelně se šířkou měření DAO (červená) a poté se přibližuje k "délce vlákna" (modrá). Dynamická analýza obrazu je schopna určit šířku a délku samostatně.

SROVNÁNÍ TECHNIK MĚŘENÍ

Tato tabulka ukazuje silné stránky nejčastějších metod analýzy částic. Dynamická analýza obrazu je v mnoha oblastech lepší než jiné techniky.

Vlastnosti výkonu	Dynamická analýza obrazu např. CAMSIZER®	Statická obrazová analýza např. Mikroskop	Laserová difrakce např. Horiba LA-960	Sítová analýza
Reprodukovatelnost a opakovatelnost	++	+	++	+
Vysoké rozlišení pro úzkou distribuci	++	++	+	+
Měření širokých distribucí	++	+	+	+
Analýza tvaru částic	++	++	○	○
Spolehlivá detekce nadrozměrných zrn	++	+	+	++
Rychlost a čas měření	+	+	++	+
Analýza multimodálních distribucí/směsí	++	+	+	+
Informace o složení (např. pomocí spektroskopie, Raman atd.)	○	++	○	○
Investice	vysoké	vysoké	vysoké	nízké
Provozní náklady (vstupy práce)	nízké	vysoké	nízké	vysoké

++ Velmi vhodný
 + Vhodný
 + Vhodné v omezené míře
 ○ Nevhodný

RETSCH TECHNOLOGY

Specialisté v technice měření částic

Retsch Technology klade důraz na kombinaci inovativních technologií pro charakterizaci částic a maximálního provozního pohodlí.

Řada produktů pro optickou analýzu částic pokrývá rozsah měření v rozmezí od 0,3 nm do 30 mm. Analýzy velikosti a tvaru částic v suspenzích, emulzích, koloidních soustavách, prášcích, granulích a sypkých materiálech mohou být provedeny na základě různých měřících technik.

Dohromady se sesterskou společností Retsch GmbH nabízíme kompletní výběr produktů pro přípravu vzorků (mletí, dělení vzorků, analytické prosévání).

Navštivte naše
webové stránky a
prohlédněte si

www.retsch-technology.com

brožury,
video a zprávy
o aplikacích



POSOBNÍ KONZULTACE A PŘEDVEDENÍ PRODUKTŮ

RETSCH TECHNOLOGY pracuje s globální sítí distributorů, kteří poskytují odborné znalosti a podporu. Rádi vám předvedeme naše zařízení ve vlastní aplikační laboratoři nebo přímo u vás. Pro další informace jednoduše kontaktujte náš obchodní tým.

CARBOLITE
IGERO 30-3000°C

CARBOLITE

ELTRA

Retsch

Retsch
TECHNOLOGY

VERDER
scientific

Jako součást VERDER Group, obchodní divize VERDER SCIENTIFIC stanovuje standardy v oblasti vývoje, výroby a prodeje laboratorního a analytického vybavení. Tyto nástroje jsou používány v oblastech kontroly kvality, výzkumu a vývoje pro přípravu vzorku a analýzu pevných látek.