

Schnelle Analyse von Partikelform und -größe

Möchte man für pulverförmige Materialien nicht nur die Größe der Partikel bestimmen sondern auch etwas über ihre Form lernen, so bietet sich die Dynamische Bildanalyse an. Mit dem **Partikelmessgerät ANALYSETTE 28 ImageSizer** stellt die FRITSCH GmbH hierfür ein funktionales, preiswertes Gerät zur Verfügung, das sowohl Trocken-Messungen gut rieselfähiger Schüttgüter erlaubt, als auch Messungen in einer Nass-Dispergiereinheit unterstützt.

Das zugrunde liegende Messprinzip ist schnell erklärt: Ein Strom von Partikeln wird vor einem großflächigen LED-Blitz vorbeigeführt und die Partikel dabei im Gegenlicht von einer Digitalkamera in schneller Folge fotografiert. Der optische Aufbau ist also vergleichbar mit der Durchlicht-Mikroskopie, man erhält einen hohen Kontrast zwischen dem homogen ausgeleuchteten, hellen Hintergrund und den Licht abschattenden Partikeln. Sämtliche Bilder werden dann von einer Software analysiert und die jeweils ausgewählten Daten nach Abschluss der Messung angezeigt. Doch dazu später mehr.



Abb. 1: ANALYSETTE 28 ImageSizer zur Messung von Partikelform und -größe im weiten Messbereich von 5 μm – 20 mm

Verweilen wir zunächst bei dem optischen Aufbau: Wie bei jedem Mikroskop und jedem landläufigen Fotoapparat hängt die Größe des erzeugten Bildes auf der Netzhaut beziehungsweise auf dem Kamerasensor von der Vergrößerungsleistung des verwendeten Objektivs ab.

Für eine bestimmte Kombination aus Kamera und Objektiv ergeben sich aus der Vergrößerung und den Sensor-Kenngrößen (Gesamtgröße und Pixelgröße) die Grenzen des hiermit erfassbaren Größenbereichs. In der ANALYSETTE 28 ImageSizer arbeitet eine 5 Mega-Pixel Kamera mit einem 2/3-Zoll CMOS-Sensor. Die Pixelgröße liegt bei 3,45 μm , was in Kombination mit einer Objektivvergrößerung von beispielsweise 0,35-fach eine Objektgröße von etwa 10 μm je Pixel ergibt. Fordert man nun für die untere Messgrenze des Systems Partikelbilder von mindestens 8 x 8 Pixel, so erhält man eine untere Messgrenze von 80 μm . Durch ähnliche Überlegungen ergibt sich bei dieser Kombination die obere Messgrenze von rund 10 mm, d.h. man deckt mit dieser Kombination aus Kamera und Objektiv den Partikelgrößenbereich von wenigstens 80 bis 10000 μm ab.

Im bisher Gesagten gehen wir von einem festen Vergrößerungsfaktor aus. Dies ist bei normalen Kameraobjektiven jedoch nur möglich, wenn der Abstand Kamera zu Partikel immer identisch ist. Ändert sich der Abstand, so wird auch die detektierte Partikelgröße im gleichen Maß verfälscht. Da es in der Praxis meist ausgeschlossen ist, die Partikel in exakt einer Ebene an der Kamera vorbei zu führen, greift FRITSCH hier zu sogenannten telezentrischen Objektiven. Anders als bei konventionellen Kameraobjektiven hängt die Größe des auf dem Sensor erzeugten Bildes bei diesen nicht von dem Abstand zwischen Objekt und Kamera ab.

Insgesamt stehen sowohl für die Nass- und die Trockenmessung jeweils drei unterschiedliche Objektive für die ANALYSETTE 28 ImageSizer zur Verfügung, mit denen sich unterschiedliche Messbereiche abdecken lassen. Der Wechsel der Objektive erfolgt hierbei manuell, ist jedoch so einfach durchzuführen, dass er in kürzester Zeit erledigt ist.

Wie erkennt nun das Gerät Partikel? Vereinfacht gesagt erkennt die Software dunkle Bildbereiche als Partikel und helle als Hintergrund. Aber natürlich gibt es zwischen Hell und Dunkel zahlreiche Abstufungen: Die Anzahl der verfügbaren Graustufen der Kamera beträgt $2^8 = 256$ (d.h. der Dynamikumfang der Kamera beträgt 8 Bit). Vollständiges Weiß entspricht einem Wert von 255, Schwarz ist 0. In der Software wird nun eine Schwelle angegeben, die entscheidet, ob ein Pixel zum Hintergrund oder zu einem Partikel gehört. Für sehr spezielle Probensysteme, wie beispielweise transparente Glasperlen, lässt sich diese Schwelle leicht individuell anpassen.



Abb. 2: verschiedene telezentrische Objektive unterschiedliche Messbereiche

Hier kommt ein weiterer Parameter des optischen Systems zum Tragen, die Schärfentiefe. Sie beschreibt den Entfernungsbereich, innerhalb dessen ein Partikel hinlänglich scharf abgebildet wird. Grundsätzlich ist es nun so, dass die Schärfentiefe eines Objektivs mit steigender Vergrößerung abnimmt. Man kennt dies vielleicht aus eigener Erfahrung von der Mikroskopie: Mit steigender Vergrößerung wird es zunehmend schwieriger, ein wohl fokussiertest Bild zu erzeugen. Dies führt dann dazu, dass die Ränder von Teilchen, die nicht genau in der Fokusebene an der Kamera vorbei fallen einen allmählichen Übergang von Schwarz zu Weiß zeigen. Die Software kann nun anhand dieses Übergangs entscheiden, welche Teilchen noch hinreichend gut abgebildet werden um zur Auswertung herangezogen zu werden.

Neben Schärfentiefe, Sensor- und Pixelgröße ist auch die Bildaufnahmezeit, üblicherweise in „frames per second“ (fps) angegeben, ein nicht ganz unwichtiger Faktor, wenn er auch für die meisten Anwendungen nicht die zentrale Rolle spielt. Die Kamera des ImageSizers liefert bis zu 75 fps. Bei solch hohen Bildraten werden innerhalb kürzester Zeit enorm große Datenmengen erzeugt, was entsprechende Anforderungen an die Computerhardware zur Bewältigung der Messaufgabe stellt. Möchte man beispielsweise bei der Trockenmessung eine große Probenmenge vollständig vermessen und sämtliche Bilder archivieren, so führt dies leicht zu nur noch schwer beherrschbaren Datenmengen. Diese lässt sich jedoch leicht reduzieren, wenn man nicht sämtliche während der Messung erfassten und zur Ergebnisermittlung auch verwendeten Bilder dauerhaft abspeichert. Allerdings kann man sich dann später nicht mehr jedes einzelne Teilchen ansehen, was bei Routinemessungen jedoch auch nicht notwendig ist.

Spätestens an dieser Stelle kommt dann die Frage auf: Wieviel muss man denn eigentlich messen? Wie zu erwarten lässt sich dies nicht pauschal beantworten, es hängt stark von der jeweiligen Probe und der mit der Messung verknüpften Fragestellung zusammen. Man kann jedoch sagen, dass für die meisten Aufgaben einige Zehn- bis einige Hunderttausend Partikel ausreichend sind, bei großen Partikeln im höheren Millimeterbereich eventuell auch weniger. Bei der benötigten Probenmenge muss man nun noch unterscheiden zwischen einer Trocken- und einer Nass-Messung.

Bei einer Trocken-Messung wird das Probenmaterial über einen Trichter und eine Vibrations-Zuteilrinne kontinuierlich der Messung zugeführt, wobei sich die Probenvorschub-geschwindigkeit – also wieviel Material pro Minute gefördert werden kann – nur in engen Grenzen erhöhen lässt: Die Überlagerung zweier Partikelbilder, die zufällig auf der gleichen Sichtlinie an der Kamera vorbei fallen, soll so gering wie möglich gehalten werden. Bei diesem Verfahren steht jedes Probenpartikel nur einmal der Analyse zur Verfügung, und es sollte speziell bei Proben mit einer weiten Partikelgrößenspanne möglichst immer die gesamte in das Fördersystem eingegebene Probenmenge abgearbeitet werden, um eine Beeinflussung des Ergebnisses durch eventuelle Segregationstendenzen zu vermeiden. Mit der Trocken-Messung lassen sich Partikel von ca. 20 µm bis etwa 20 mm vermessen.



Abb. 3: ANALYSETTE 28 ImageSizer zur Trocken-Messung von Partikelform und -größe Pulvern und Schüttgütern

In der Praxis gilt es also abzuwägen: Ausreichend viel Material muss verwendet werden um statistisch zuverlässige Messungen zu erlauben. Aber nicht zu viel, um nicht unnötig Zeit und Speicherplatz zu vergeuden. Möchte man die Probleme einer zu großen Analysemenge vermeiden, sollte hier eine möglichst gute Probenteilung vorgenommen werden. Hierzu kann beispielsweise ein FRITSCH Rotations-Kegelprobenteiler LABORETTE 27 verwendet werden, der eine größere Gesamtmenge in ausreichend kleine Einzelproben mit jeweils identischem, repräsentativem Partikelgrößenspektrum zerlegt.

Bei der Nass-Messung ist eine gute Probenteilung meist sogar noch wichtiger als bei der Trocken-Messung. Ein geschlossener Flüssigkeitskreislauf mit einem variablen Flüssigkeitsvolumen zwischen 150 ml und 500 ml wird hierbei kontinuierlich durch eine Messzelle gepumpt, die benötigte Probenmenge ist daher meist deutlich geringer als bei der Trocken-Messung. Bei der Nass-Messung wird natürlich die obere Messgrenze durch die Geometrie der Messzelle bestimmt. Mit der Nass-Dispergiereinheit der ANALYSETTE 28 ImageSizer lassen sich Partikel von ca. 5 µm bis etwa 3 mm vermessen.



Abb. 4: ANALYSETTE 28 ImageSizer zur Nass-Messung von Partikelform und -größe von Suspensionen und Emulsionen

Was fängt man nun mit all den aufgenommenen Bildern an?

Zunächst lässt sich natürlich die Partikelgröße bestimmen. Allerdings hat man hier dann schon die Qual der Wahl: Denn während beispielsweise bei der Statischen Lichtstreuung nur ein Wert für den Partikeldurchmesser angegeben wird, bietet ein abbildendes Verfahren natürlich unterschiedliche Möglichkeiten, den Durchmesser eines meist unregelmäßig geformten Partikels zu definieren. Beispiele hierfür können sein der flächenäquivalente Durchmesser (das ist der Durchmesser einer Kugel, deren Querschnitt die gleiche Fläche aufweist wie das ausgewertete Teilchen), der aus dem Teilchenumfang berechnete Durchmesser oder der sogenannte Feret-Durchmesser, bei dem zwei parallel Geraden an gegenüberliegende Seiten eines Partikels so angelegt werden, dass sie jeweils das Teilchen berühren aber an keiner Stelle der Partikelrand durchkreuzen.



Ein wesentlicher Vorteil der Dynamischen Bildanalyse liegt natürlich in der Möglichkeit, neben der reinen Bestimmung des Durchmessers auch Informationen zur Geometrie der Partikel zu erhalten. Als einer der einfachsten Formparameter sei hier das Aspektverhältnis genannt, das sich als Quotient aus minimalem zu maximalem Feret-Durchmesser ergibt.

Mit der ImageSizing-Software ISS der ANALYSETTE 28 ist es möglich, schnell und einfach Verteilungen und Korrelationen nahezu beliebiger Kombinationen von Partikelkenngrößen zu erzeugen. Ob dies nun eine einfache Größenverteilung ist oder der Zusammenhang zwischen der Partikelgröße und dem Aspekt-Verhältnis. In einer Cloud-Darstellung lassen sich speziell solche Korrelationen einfach und schnell grafisch darstellen. Jedes analysierte Teilchen wird hier als Punkt dargestellt, dessen Koordinaten in der Cloud von den Werten der für die jeweils gewählten Parameter abhängt. Speziell bei neuen Probenmaterialien und der Untersuchung von Problemfällen ist hier ein Feature der Cloud besonders hilfreich: Klickt man auf den Punkt eines ausgewählten Teilchens, so öffnet sich das zugehörige Bild.

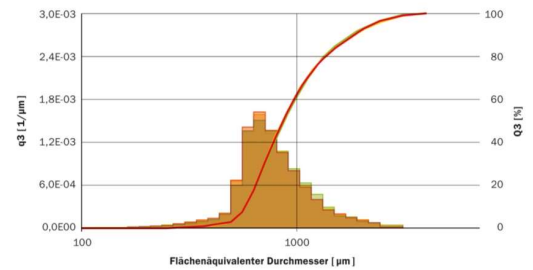


Abb. 5: Sichere Reproduzierbarkeit durch pixelgenaue Auswertung

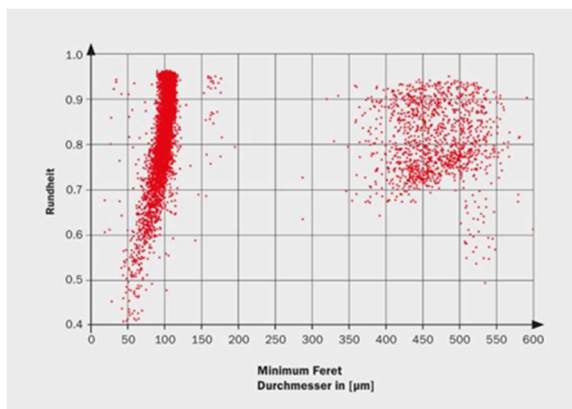


Abb. 6: Minimum Feret - Durchmesser in [µm]

Parameter	Value
Area	109440
Contour Half Area [µm²]	114837
Contour Half Area [µm²]	109440
Circle Fit Diameter	372.3
Circle Half Area Equivalent Diameter [µm]	372.3
Convex Half Area Equivalent Diameter [µm]	362.5
Perimeter Equivalent Diameter [µm]	429.9
Ellipse M	0.882
Ellipse Aspect Ratio	383.5
Minor Ellipse Area [µm²]	361.2
Major Ellipse Area [µm²]	656
Aspect Ratio	615.4
Minimum Feret Diameter [µm]	364.6
Maximum Feret Diameter [µm]	0.763
Image	0.882
Major Feret Diameter [µm]	0.951
Minor Feret Diameter [µm]	1208.1
Perimeter [µm]	1247.5

Abb. 7: Einzelbildanalysen aus der Bildergalerie

Autor: Dr. Günther Crolly, Produkt-Manager Partikelmessgeräte, Fritsch GmbH • Mahlen und Messen,
E-Mail: crolly@fritsch.de, Tel. 06784 70 138