

Überkornanalyse

Grenzen der Laserbeugung bei der Partikelgrößenanalyse?

Bild: Love the wind/stock.adobe.com



Bild 1: Darstellung der Mengen von 99 Gew.-% P3A (links) und 1 Gew.-% FH31 (rechts) zur Verdeutlichung des Anteils von 1 Gew.-% FH31 in einer Mischung mit P3A (FH31 und P3A sind Quarzsande). Bild: 3P Instruments

Experimente und Ergebnisse

Die für die Tests vorliegenden Proben der Quarzsande „P3A“ und „FH31“ sowie deren Mischungen wurden mithilfe eines „Bettersizer S3 Plus“-Geräts [3] in Standardkonfiguration (Dispergiereinheit BT-803) in Wasser gemessen. Die implementierte Hochgeschwindigkeits-CCD-Kamera des Messgerätes nimmt (gleichzeitig zur Bestimmung des Streulichtspektrums) Bilder von Partikeln größer als ca. 40 µm auf, die dann über einen intelligenten Algorithmus mit dem Laserbeugungsergebnis kombiniert die ex-

Wenige grobe Partikel in einer ansonsten deutlich feineren Probe stellen bei verschiedenen Anwendungen wie z. B. der Herstellung von Tintenstrahldruckpulvern oder Schleifmitteln ein Problem dar. Eine schnelle und zuverlässige, quantitative Detektion solcher Überkörner gestaltet sich mit herkömmlichen Verfahren wie beispielsweise der Laserbeugung [1] jedoch schwierig, da die wenigen großen Teilchen im gemessenen Streulichtspektrum und der anschließenden mathematischen Anpassungsprozedur statistisch unterrepräsentiert sind. In der resultierenden Partikelgrößenverteilungskurve sind sie dann überhaupt nicht oder nur in zu geringem Anteil vorhanden. Diese Aufgabenstellung kann durch eine synchrone Messung der Probe mit Laserbeugung und dynamischer Bildanalyse [2] gelöst werden, wie die folgenden Untersuchungen an verschiedenen Mischungen zweier Quarzpulver zeigen.

akte Partikelgrößenverteilung der Probe ergeben. Alle Proben wurden mit einem Standardverfahren (SOP, Details s. Tabelle 1) mindestens dreimal gemessen, und die Ergebnisse dieser Messungen wurden für jede Probe gemittelt.

Von beiden Pulvern wurden in einem Rollenmischer trocken Mischungen mit jeweils 0,5, 1,0, 1,5 und 2,0 Gew.-% FH31 in P3A hergestellt. Das Mengenverhältnis der beiden Quarzproben bei einem Anteil an FH31 von einem Gew.-% ist in Bild 1 gezeigt: Die Menge an FH31 entspricht nur wenigen Körnern.

Eine hilfreiche Funktion der Bettersizer-Software ist hier die Möglichkeit, aus dem Kombiverfahren die Einzelergebnisse (Laserbeugung und Bildanalyse) zu extrahieren. Die Ergebnisse der Laser- und Kombiresultate aus Tabelle 3 sind jeweils auf die gleiche Messung zurückzuführen.

Bild 2 zeigt die Histogramme der reinen Quarzproben P3A und FH31, die detaillierten Größen-

Beschallung	Rührgeschwindigkeit	Verdunkelung	Auswertemodell	Modus
50W, 60s vor Messung	1200 U/min	8 - 12%	Mie, 1,54-0,01i	Laserbeugung + CCD (X0.5), max. Feretdurchmesser, > 500 µm ¹

Tabelle 1: SOP für Mess- und Auswerteparameter aller Messungen. ¹Modus ist eine Kombimessung Laserbeugung und CCD-Kamera mit 0,5-fach-Objektiv (15-fache Vergrößerung), gewählter Äquivalentdurchmesser der Bildanalyse ist der maximale Feretdurchmesser, Fmax, Schwellwert (Teilchenberücksichtigung) ist 500 µm.

werte dazu finden sich in Tabelle 3.

Wie in Bild 3 zu sehen ist, ist bereits bei einem geringen Gewichtsanteil von nur 0,5 Gew.-% FH31 ein kleiner Peak um 500 µm in der kombinierten Messung sichtbar, der die übergroßen Partikel repräsentiert, die durch Laserbeugung allein nicht effizient aufgelöst werden. Während sich die charakteristischen Werte wie D10, D50 und D90 zwischen beiden Experimenten nicht ändern, ist beim D100-Wert ein deutlicher Anstieg von 277 µm bei der Laserbeugung auf 539 µm beim kombinierten Testergebnis zu verzeichnen. Eine Erhöhung des FH31-Anteils auf ein Gew.-% führt zum gleichen Ergebnis, wobei der D100 auf 538 µm ansteigt (siehe Tabelle 3).

Tabelle 2 gibt einen Überblick über die fünf größten von der CCD-Kamera erfassten Partikel für die Probe P3A+0,5%FH31 sowie über einige ausgewählte charakteristische Partikelformparameter, die von der Software berechnet wurden. Es zeigt sich, dass genau ein fotografiertes Teilchen innerhalb des in Tabelle 1 festgelegten Modus ($F_{max} > 500 \mu\text{m}$) in die Verteilung implementiert werden, nämlich Nr. 1. Bei der Kombination der beiden optischen Messverfahren werden die Ergebnisse der Bildanalyse mit der Anzahl der erfassten Partikel gewichtet. Zusätzlich wird die Partikelgrößenverteilung als Volumenverteilung (Q3) angegeben, wobei einige wenige große Partikel aufgrund ihres größeren Volumens einen größeren Einfluss auf die Verteilung haben.

Der Unterschied zwischen dem D100-Wert der kombinierten Messung aus Tabelle 3 (539 µm) und dem F_{max} -Wert der Bildanalyse in Tabelle 2 (556,5 µm) resultiert daraus, dass der D100-Wert aus einer kumulativen, geglätteten Gesamtkurve bestimmt wird,

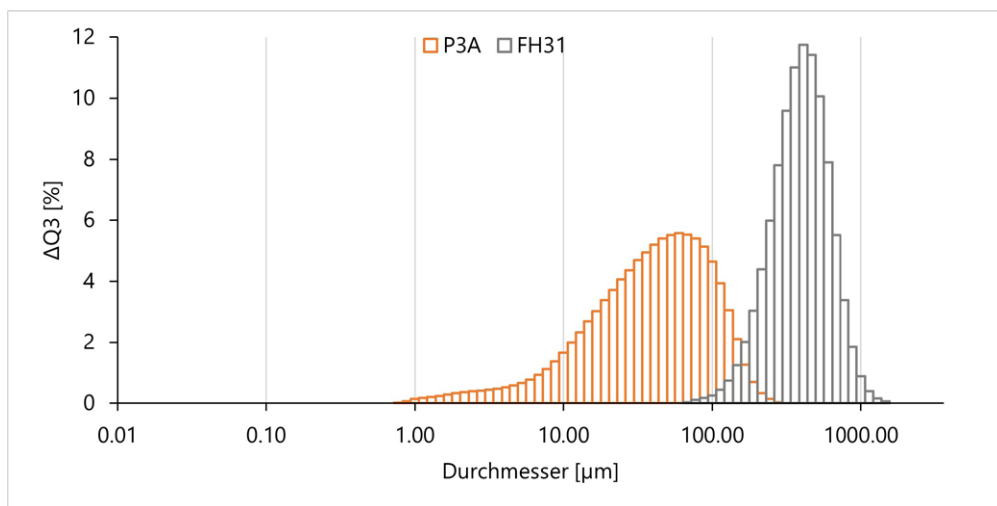


Bild 2: Histogramme der Partikelgrößenverteilung der reinen Quarzproben P3A und FH31 (Kombiverfahren). Bild: 3P Instruments

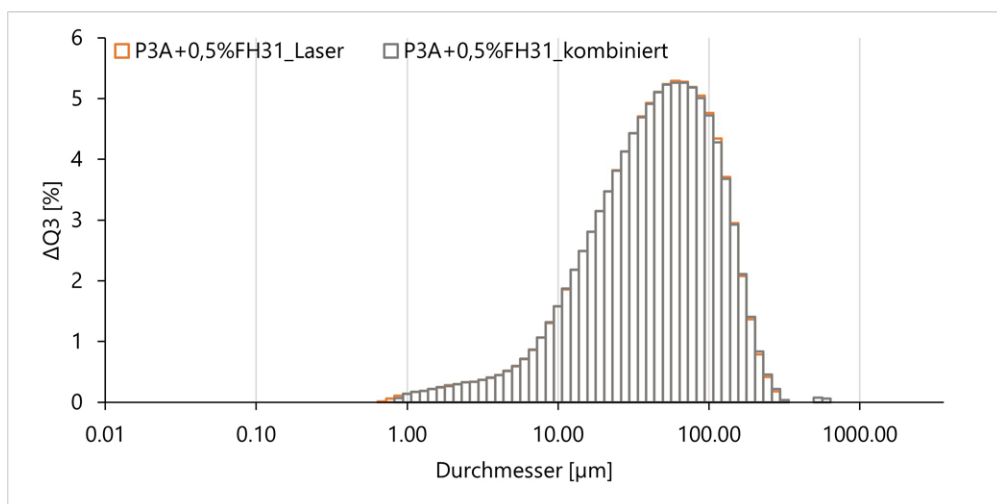


Bild 3: Partikelgrößenverteilung von 0,5 Gew.-% FH31 in P3A, bestimmt durch ein kombiniertes (grau) und das extrahierte Laserbeugungsexperiment (orange). Bild: 3P Instruments

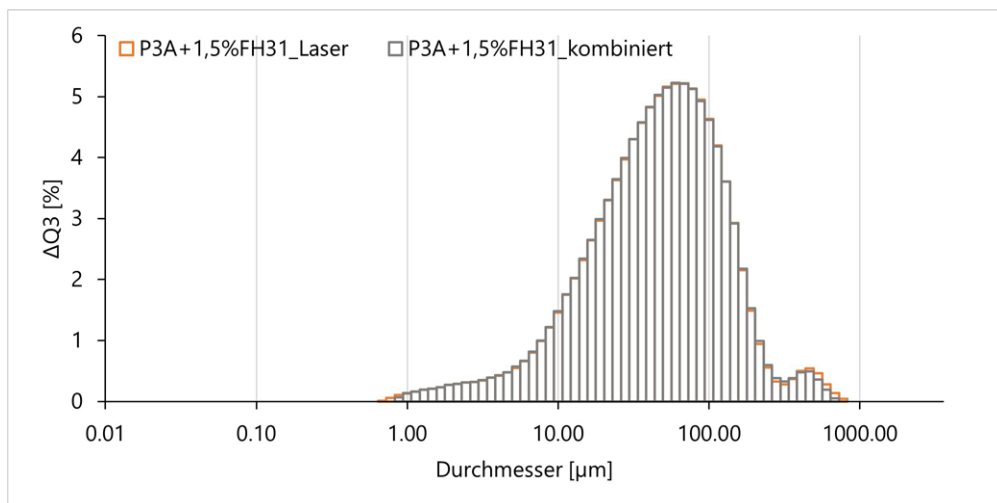


Bild 4: Partikelgrößenverteilung von 1,5 Gew.-% FH31 in P3A, bestimmt durch ein kombiniertes (grau) und das extrahierte Laserbeugungsexperiment (orange). Bild: 3P Instruments

Nr.	CE-Durchmesser [µm]	Länge [µm]	Breite [µm]	L/D	Zirkularität	Fmax [µm]	Fmin [µm]
1	486,7	504,3	485,4	1,039	0,903	556,5	479,1
2	394	405	390	1,038	0,903	439,3	387,7
3	331,2	345	330	1,045	0,894	358,8	330
4	306	394,4	235,4	1,675	0,876	394,9	235,4
5	280,6	345	240	1,437	0,847	376,3	235,9

Tabelle 2: Einige charakteristische Partikelformparameter (gemäß [4]) der fünf größten Partikel, sortiert nach CE-Durchmesser (CE = Circle equivalent).

wohingegen der Fmax-Wert einen Äquivalentdurchmesser, echt gemessen an einem Einzelpartikel, darstellt.

Bei weiterer Erhöhung der Überkornpartikel FH31 in der Mischung auf 1,5 Gew.-% ist zu erkennen, dass der Grobpeak auch von der Laserbeugung besser aufgelöst werden kann (Bild 4). Trotzdem sind die Ergebnisse der reinen Laserbeugung und der Kombimesung nicht ganz identisch im Grobbereich: Das größte mit der CCD-Kamera detektierte Teilchen hat einen Fmax-Wert von 587,4 µm, der D100-Wert der kombinierten Kurve liegt dabei (glättungsbedingt und aufgrund der Klassendarstellung der Verteilung) bei 614,2 µm. Die Laserbeugung zeigt jedoch einen D100 von 698,5 µm, also deutlich gröber. Demzufolge führt die Kombination mit der Bildanalyse zu einem genaueren Ergebnis, hier korrigiert zu kleineren Durchmessern. Die Verwendung einer Probe mit zwei Gew.-% FH31 in P3A führte zu denselben Ergebnissen.

Fazit

Die Laserbeugung ist eine leistungsfähige Methode zur schnellen Messung der Partikelgröße über einen breiten Größenbereich. Sie stößt jedoch an ihre Grenzen, wenn es darum geht, geringe Volumenanteile von Überkörnern zu bestimmen. In diesem Fall kann die Kombination von Laserbeugung mit dynamischer Bildanalyse eine sinnvolle Lösung sein. Wie an dem beschriebenen Beispiel zweier Quarzsande (grob und fein) gezeigt, kann

diese Aufgabe mit einem Gerät, das Laserbeugung und dynamische Bildanalyse vereint, gelöst werden.

Literatur

- [1] ISO 13320:2020 Particle size analysis – Laser diffraction methods
- [2] ISO 13322-2:2006 Particle size analysis – Image analysis methods - Part 2: Dynamic image analysis methods
- [3] Partikelwelt Ausgabe 19, S. 4-8, 3P Instruments (<https://www.3p-instruments.com/wp-content/uploads/PDF/partikelwelt/PW-19/Partikelwelt-19.pdf>)
- [4] ISO 9276-6:2008 Darstellung der Ergebnisse von Partikelgrößenanalysen: Deskriptive und quantitative Darstellung der Form und Morphologie von Partikeln

AUTOREN

Dr. Alex Spieß, Düsseldorf

Dr. Christian Oetzel, Odelzhausen

3P Instruments GmbH & Co. KG, Odelzhausen

Tel.: 08134/9324-0

info@3p-instruments.com

www.3p-instruments.com

Probe	D10 [µm]	D50 [µm]	D90 [µm]	D100 [µm]
P3A	9,1	38,8	103	242,3
FH31	197,5	364	609,5	1354
P3A+0.5%FH31, Laser	9,7	42	117,5	277,3
P3A+0.5%FH31, kombiniert	9,7	42,1	118,8	539
P3A+1%FH31, Laser	9,9	43,7	120,9	315,5
P3A+1%FH31, kombiniert	9,9	43,7	122,1	537,7
P3A+1.5%FH31, Laser	10,2	44,6	132,5	698,5
P3A+1.5%FH31, kombiniert	10,2	44,4	131,7	614,2

Tabelle 3: Übersicht über die charakteristischen Partikelgrößenwerte aller besprochenen Proben.