

## Optisches Sondenmessverfahren zur Bestimmung von Partikelgröße und Partikelform

H. Rauh, D. Petrak und Th. Keutel

Institut für Mechanik , Professur Strömungsmechanik  
Technische Universität Chemnitz  
Reichenhainer Str.70, 09126 Chemnitz

### 1. Einleitung

Neben der Partikelgröße ist die Partikelform ein fundamentales Partikelmerkmal, das zur Charakterisierung der geometrischen Partikeleigenschaften herangezogen wird und in vielfältiger Weise das Partikelverhalten bestimmt. Die Partikelform beeinflusst Partikelpackungen hinsichtlich Packungsdichte, Porosität, Permeabilität, Kohäsion, und Fließverhalten, aber auch die Wechselwirkung zwischen Fluiden und Partikeln. Ein bekanntes Messverfahren ist ein Labormessverfahren, wobei die Partikelform aus der Bildanalyse des mit einer Matrixkamera aufgenommenen Partikelbildes gewonnen wird. Aus Sicht der Prozessmesstechnik partikelbeladener Prozesse ist es wünschenswert, direkt im Prozess die Partikeleigenschaften zu ermitteln und damit die Voraussetzung zu einer direkten Prozesssteuerung zu schaffen. Ziel des Projektes war die Konzeption und der Aufbau eines sogenannten in-line Messsystems zur prozessnahen Bestimmung der Partikelform und der Partikelgröße.

### 2. Messgröße Partikelform

Auf makroskopischer Ebene werden Formfaktoren definiert, die zur Partikelformcharakterisierung geeignet sind. Auf mikroskopischer Ebene benutzt man zur Beschreibung der Partikelumrandung die Fourieranalyse und fraktionäre Dimensionen. Die Formfaktoren bieten hierbei einen relativ einfachen messtechnischen Zugang.

Weit verbreitet ist die Sphärizität nach Wadell /1/:

$$\Psi = \Psi_{V,S}^2 = \frac{\rho x_V^2}{S} = \left( \frac{x_V}{x_S} \right)^2, \quad (1)$$

wobei  $x_V$  der Volumenäquivalentdurchmesser und  $x_S$  der Oberflächenäquivalentdurchmesser sind, die beide auf eine Kugel mit gleichen Eigenschaften bezogen werden. Für diese Äquivalentdurchmesser gilt:

$$x_V = \sqrt[3]{\frac{6V}{\rho}}, \quad x_S = \sqrt{\frac{S}{\rho}}, \quad (2)$$

wenn  $V$  und  $S$  die gemessenen Partikeleigenschaften Volumen  $V$  und Oberfläche  $S$  sind. Die Sphärizität kann damit als Verhältnis der Oberfläche der volumengleichen Kugel zur tatsächlichen Partikeloberfläche aufgefasst werden.

In Analogie zur Sphärizität wird die Kreisförmigkeit (circularity) des Partikelbildes als Verhältnis des Kreisumfangs des flächengleichen Kreises zum tatsächlichen Partikelumfang definiert. Aufgrund des gewählten Messprinzips wird im vorliegenden

Beitrag aus der gemessenen Projektionsfläche des Partikels die Kreisförmigkeit zur Formbestimmung benutzt. Da die Projektionsfläche des Partikels ermittelt wird, so stehen als Äquivalentdurchmesser der Durchmesser  $x_p$  des flächengleichen Kreises und der Durchmesser  $x_{pe}$  des umfanggleichen Kreises zur Verfügung /2/. Als Formfaktor Kreisförmigkeit bildet man dann das folgende Verhältnis:

$$\Psi_{p,pe} = \frac{px_p}{U_p} = \frac{px_p}{px_{pe}} = \frac{x_p}{x_{pe}} = \frac{2 \cdot \sqrt{p \cdot A_p}}{U_p} \leq 1. \quad (3)$$

Der Wert  $\Psi_{p,pe} = x_p/x_{pe}$  kann maximal 1 (Kreis) betragen. Je mehr die Partikelform von der Kreisform abweicht, um so kleiner wird der Formfaktor  $\Psi_{p,pe}$  (Tab. 1).

Tab. 1 Kreisförmigkeit für verschiedene Partikelprojektionsflächen

	Kreis	Quadrat	Rechteck 1:2	Rechteck 1:5	Rechteck 1:10	gleichseit.Dreieck
$\Psi$	1	0,866	0,835	0,661	0,51	0,777

Diese Auswertemethode wird auch bei dem neu angebotenen Formmessgerät Sysmex FPIA-2100 von Malvern Instruments Ltd. angewandt. /3,4/ Die Projektionsfläche wird bei diesem Messgerät über eine CCD-Kamera mit Zoom-Objektiv und Stroboskopbeleuchtung ermittelt. Mit einer Pipette wird die geeignete Partikelkonzentration in der Flüssigkeit eingestellt. Die Suspension wird dann über eine Düse in eine laminare, enge Spaltströmung überführt, die von transparenten ebenen Wänden eingehüllt ist. Damit entsteht für die Kamera eine im Raum nahezu fixierte Objektebene. Die Ermittlung des Formparameters mittels Bildauswertung benötigt ca. 5-10 Minuten. Der Partikelgrößenbereich reicht von 0,7  $\mu\text{m}$  bis 160  $\mu\text{m}$ . Dieses Gerät ist als Laborgerät nicht für den In-line-Einsatz im Prozess geeignet.

### Messprinzip des optischen Sondenmessverfahrens

Die Ankopplung an den Prozess wird über eine optische Messsonde realisiert, die in den partikelbeladenen Prozess eingebracht wird. Die Messung der Partikelform und der Partikelgröße erfolgt am Einzelpartikel, das sich durch das Messvolumen der Messsonde hindurch bewegt. Das sich hier in horizontaler Richtung bewegende Partikel wird von einem parallelen Laserstrahl beleuchtet. Die Partikelschattenfläche, die bei paralleler Beleuchtung der zu der Beleuchtungsrichtung gehörenden Partikelprojektionsfläche entspricht, fällt nach Bild 1 auf zwei unterschiedlich konfigurierte Zeilen aus Lichtwellenleitern (LWL) .

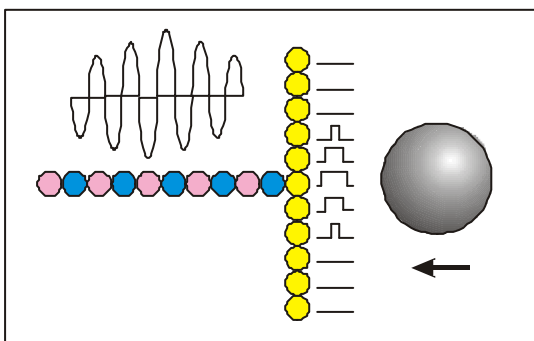


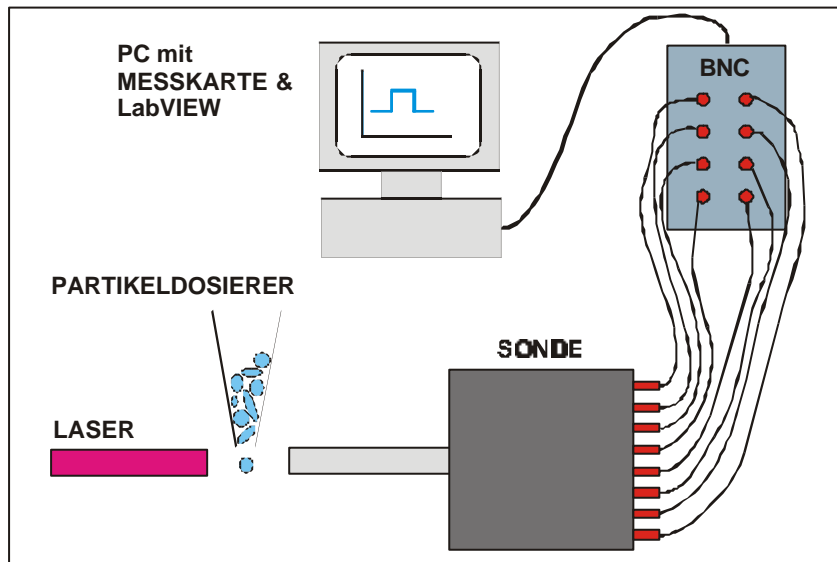
Bild 1. LWL-Konfiguration

Jeder LWL der vertikalen Zeile ist mit einem Photoempfänger (Photodiode) verbunden. Das Schattenbild des Partikels erzeugt bei Partikeldurchtritt eine Reihe von Impulsen, deren Breite von den entsprechenden Sehnenlängen in Partikelbewegungsrichtung und der Partikelgeschwindigkeit verursacht wird.

Die horizontale LWL-Zeile stellt ein Differenzgitter dar, bei dem die LWL alternierend mit zwei Photodioden gekoppelt sind, die elektrisch in Differenz geschaltet sind. Bei der Bewegung des Partikelschattenbildes über das LWL-Differenzgitter wird am Ausgang des Differenzverstärkers ein Burst erzeugt, dessen Frequenz der Partikelgeschwindigkeit proportional ist. Bei Voraussetzung einer konstanten Partikelgeschwindigkeit längs der Länge der horizontalen LWL-Zeile und in Kenntnis der Geometrie der vertikalen LWL-Zeile können dann aus der zeitlichen Breite der Impulssignale die Partikelprojektionsfläche  $A_p$  und deren Umfang  $U_p$  bestimmt werden. Der Formparameter  $\Psi_{p,pe}$  ergibt sich dann als dimensionslose Größe aus dem Verhältnis zwischen dem Äquivalentdurchmesser  $x_p$  des flächengleichen Kreises zu dem Äquivalentdurchmesser  $x_{pe}$  des umfanggleichen Kreises:

### Messaufbau

In Bild 2 ist der Messaufbau schematisch dargestellt. Für die erste Ausführung war es hinsichtlich der Anwendung zweckmäßig, ein modulares System aufzubauen. Nach Vorgabe der optisch-mechanischen Daten wurde der Messaufbau von der Fa. Parsum GmbH /5/ angefertigt.



Beleuchtung und Messsonde bestehen aus getrennten Baueinheiten, die zueinander justiert werden müssen. Für die Beleuchtung wurde ein Laserdiodensystem eingesetzt, das einen rechteckförmigen Strahlquerschnitt besitzt ( $\lambda = 650 \text{ nm}$ ,  $4,5 \text{ mW}$ ).

Bild 2. Schematische Darstellung des Messaufbaus

Im zylinderförmigen Messrohr aus Edelstahl (Länge 150 mm, Durchmesser 6 mm) sind alle Lichtwellenleiter untergebracht. Als Lichtwellenleiter wurde einheitlich eine Multimode Quarz/Quarz/Polyimid-Faser mit den Kern/Mantel/Schutz-Abmessungen  $64/70/78 \mu\text{m}$  und der Apertur  $NA = 0,22$  gewählt. Das Differenz-Ortsfilter wurde in Wickeltechnik hergestellt und besitzt bei je 6 LWL pro Ortsfilter eine Gitterkonstante von  $170,1 \mu\text{m}$  mit einer Standardabweichung von 1,2 %. Für die LWL-Zeile der Sehnängenmessung wurden insgesamt 11 einzelne LWL eingesetzt. Damit ergeben sich insgesamt 13 LWL, die über SMA-Stecker mit den Empfänger-Photodioden verbunden sind. Beide LWZ-Zeilen wurden unter einem Winkel von  $90^\circ$  zueinander angeordnet. Die Analogelektronik besteht aus 9 einzelnen Verstärkern und einem Differenzverstärker. LWL-Verteilerbox, SMA-Stecker und Leiterplatten sind in einem Kunststoffgehäuse IP65 untergebracht, das 10 BNC-Signalausgänge, eine An-

schlussbuchse für die Laserdioden-Stromversorgung und eine Anschlussbuchse für ein Steckernetzteil besitzt.

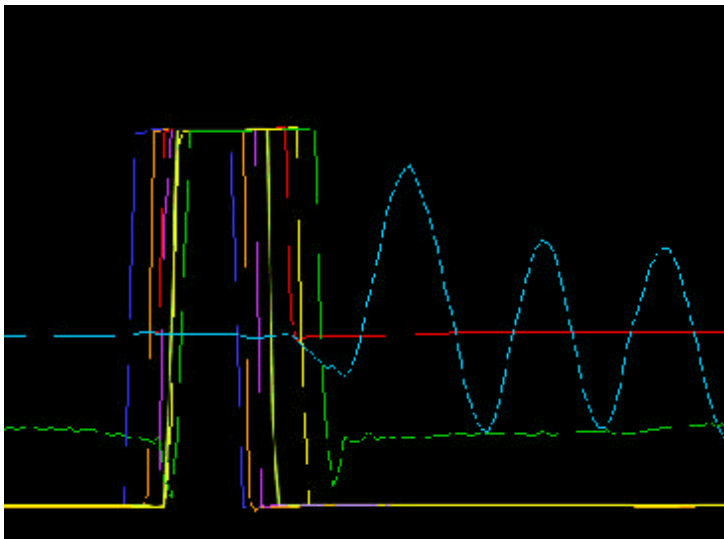
Über ein BNC-Board von National Instruments mit 8 BNC-Eingängen und einem 68-poligen Steckverbinder werden 7 Sehnenlängensignale und ein Geschwindigkeitssignal der PC-Messkarte PCI-MIO-16E-1 von National Instruments zugeführt. Die Messkarte besitzt eine Summenabtastrate von 1,25MS/s, so daß pro Kanal ca. 156 kHz Samplingfrequenz zur Verfügung stehen. Die Partikelgeschwindigkeit ist damit bis ca. 5 m/s erfassbar. Der Abtastfehler bei der Sehnenlängenmessung beträgt jetzt 6,4  $\mu$ s, dem ein Abtastfehler der Sehnenlängenmessung von 32  $\mu$ m bei einer Partikelgeschwindigkeit von 5 m/s entspricht.

Das Signalanalyseprogramm wurde unter LabVIEW 6.0 entwickelt und enthält Signalkriterien zur sicheren Erfassung des Einzelpartikels. Dazu zählen die Erkennung eines Einzelpartikels, die Bestimmung der Impulsbreiten und Impulsstartzeiten der 7 Sehnenlängensignale und die Bestimmung der Partikelgeschwindigkeit aus der Burstfrequenz. Das Ergebnisprotokoll enthält die folgenden Daten: Messzeit und Messparameter, die Mittelwerte für Kreisförmigkeit, Projektionsfläche und äquivalenter Durchmesser  $x_p$ , sowie für jedes Einzelpartikel die Werte Partikelumfang U, Partikelprojektionsfläche A, Kreisförmigkeit  $\Psi$ , Partikelgeschwindigkeit v, längste Sehne  $x_{max}$ , äquivalenter Partikeldurchmesser  $x_p$ .

### Ergebnisse

Das Messsystem wurde im Labor an verschiedenen Partikelformen erprobt, wobei Partikel im Bereich 100  $\mu$ m - 800  $\mu$ m untersucht wurden.

Der erste Schritt zur Programmüberprüfung bestand in der Messung von Partikeln mit bekannter Kreisförmigkeit nach Gleichung (3) und fester Orientierung im Raum. Realisiert wurde dieser erste Schritt mit rechteckförmigen Partikeln in Form von Drähten im Durchmesserbereich von 0,125 mm bis 0,5 mm. Die feste Orientierung im Raum ergab sich dadurch, daß die Drähte am Rand einer drehbaren Scheibe von 100 mm Durchmesser befestigt wurden. Bild 3 zeigt ein typisches Messsignal.



Dargestellt sind 7 Sehnenlängensignale in unterschiedlicher Farbcodierung. Diese Sehnenlängensignale besitzen unterschiedliche Impulsbreiten und unterschiedliche Startzeiten. Das Geschwindigkeitssignal ist im Bild nicht vollständig dargestellt.

Bild 3. 8 Messsignale  $U(t)$  eines rechteckförmigen Partikels (Draht, befestigt am Scheibenumfang): 7 Sehnenlängensignale und ein Geschwindigkeitssignal

In Tabelle 2 sind die Messergebnisse der Drahtmessungen zusammengefasst. Zum Vergleich wurden die Drahtdurchmesser  $d_{\text{mikroskop}}$  mikroskopisch bestimmt. Der jeweilige Drahtdurchmesser ist eine Rechtecklänge, während sich die andere Rechtecklänge aus dem maximalen Abstand der LWL der Sehnenlängenzeile ergibt. Aus diesen Daten lässt sich dann der Formparameter Kreisförmigkeit berechnen und mit dem gemessenen Wert vergleichen. Es zeigt sich die zunehmende Unsicherheit in den Messdaten mit abnehmender Partikelgröße bzw. abnehmendem Drahtdurchmesser.

Tab.2. Vergleich zwischen den Messungen der Drahtstärken mittels Messmikroskop und Sondenmesssystem sowie Vergleich zwischen berechneten und gemessenen Formfaktoren

$d_{\text{mikroskop}} / \text{mm}$	$d_{\text{programm}} / \text{mm}$	$\Psi_{\text{berechnet}}$	$\Psi_{\text{programm}}$	$\Delta d / \%$	$\Delta \Psi / \%$
0,125	0,172	0,675	0,691	27,3	2,3
0,140	0,130	0,700	0,661	-7,7	-5,9
0,220	0,264	0,790	0,799	16,7	1,1
0,280	0,278	0,830	0,811	-0,7	-2,3
0,500	0,508	0,884	0,868	1,6	-1,8

50 Einzelmessungen am bzw. 0,5 mm starken Draht zeigen folgendes Ergebnis:

$$v = 1,092 \text{ m/s} \pm 1,1 \%$$

$$U = 2,076 \text{ mm} \pm 0,4 \%$$

$$x_{\text{max}} = d_{\text{programm}} = 0,508 \text{ mm} \pm 0,4 \%$$

$$x_p = 0,574 \text{ mm} \pm 0,4 \%$$

$$A = 0,259 \text{ mm}^2 \pm 0,9 \%$$

$$\Psi = 0,868 \pm 0,06 \%$$

Die Bilder 4 bis 7 zeigen die ausgewählten Häufigkeitsverteilungen für  $v$ ,  $A$ ,  $U$  und  $\Psi$ .

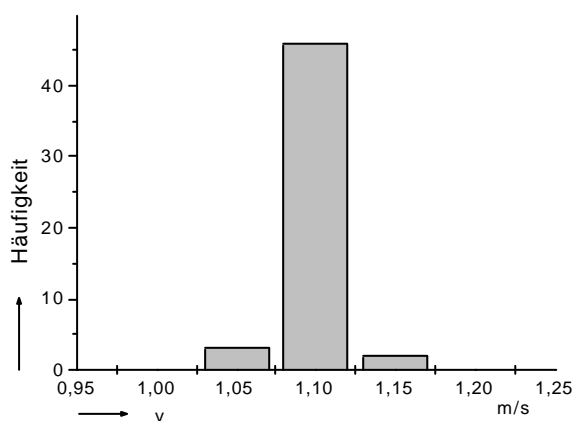


Bild 4. Häufigkeitsverteilung für 50 Messungen der Geschwindigkeit eines 0,5 mm dicken Drahtes

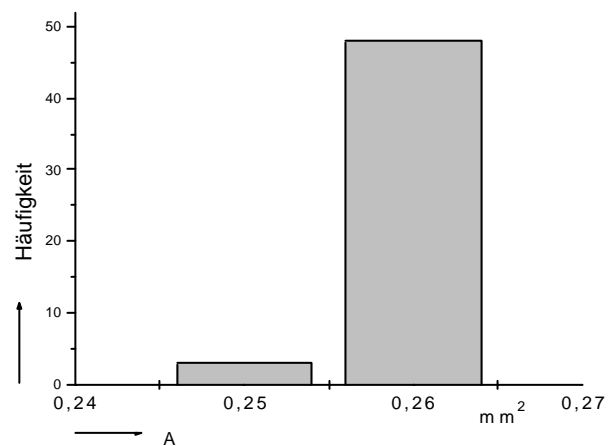


Bild 5. Häufigkeitsverteilung für 50 Messungen der „Partikel“fläche eines 0,5 mm dicken Drahtes

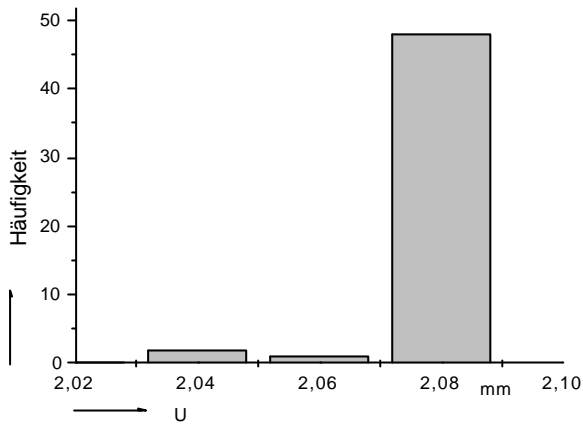


Bild 6. Häufigkeitsverteilung für 50 Messungen des „Partikel“umfangs eines 0,5 mm dicken Drahtes

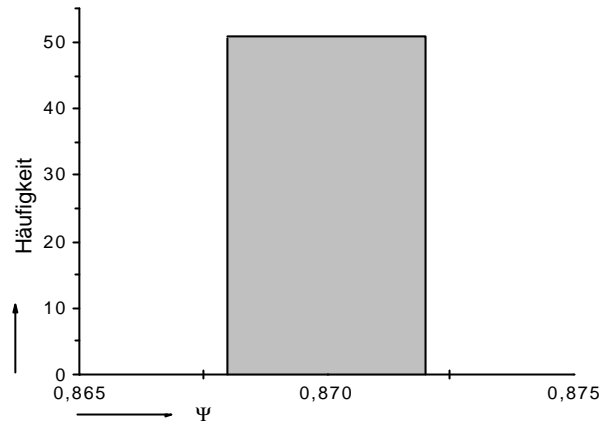


Bild 7. Häufigkeitsverteilung für 50 Messungen der „Partikel“kreisförmigkeit eines 0,5 mm dicken Drahtes

Das Verfahren wurde anhand unterschiedlicher Prüfpartikel untersucht. Beispielhaft zeigen die Bilder 8-9 Ergebnisse der Messung an gesinterten Metalloxidpartikeln.

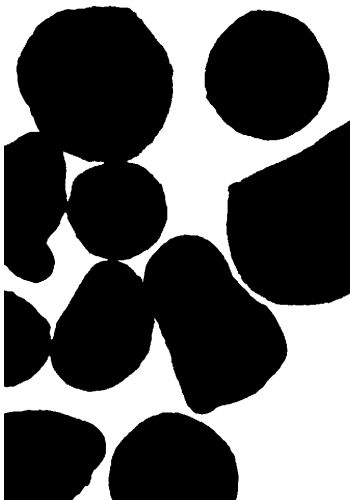


Bild 8. Untersuchte Metalloxidpartikel

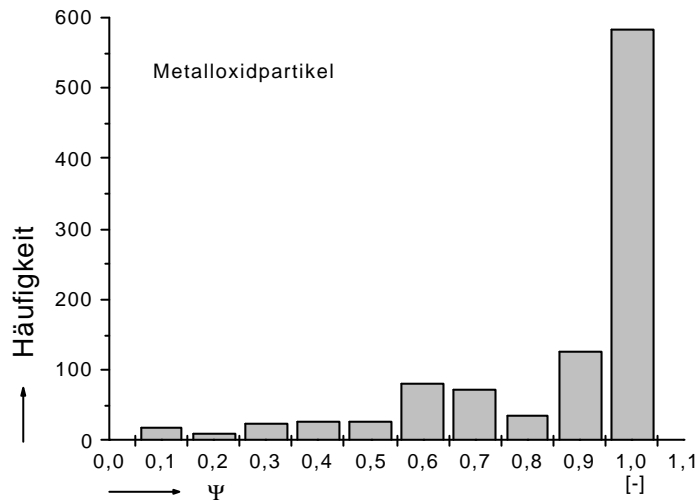


Bild 9. Häufigkeitsverteilung des Formparameters für 1000 Metalloxidpartikel

**Zusammenfassung**

Auf Basis eines faseroptischen Sondenmessverfahrens ist eine Bestimmung des Partikelmerkmals Kreisförmigkeit gegeben, das für ein Einzelpartikel aus den Messgrößen Partikelprojektionsfläche und Umfang der Partikelprojektionsfläche abgeleitet wird. Das Verfahren wurde anhand unterschiedlicher Testpartikel mit Abmessungen im Bereich 150 μm - 800 μm im Labor erprobt. Die prozentualen Abweichungen des Formparameters von bekannten Formparametern betragen im Mittel 2,7 % und maximal ca. 6 %. Perspektivisch sollte eine Eignung des Verfahrens als in-line Verfahren in der Prozessmesstechnik gegeben sein.

**Danksagung**

Die Autoren danken der Deutschen Bundesstiftung Umwelt für die Förderung dieser Arbeit im Rahmen des Projektes AZ 12379.

**Literatur**

/1/ F. Löffler, J. Raasch: Grundlagen der Mechanischen Verfahrenstechnik. Verlag F. Vieweg & Sohn, Braunschweig/Wiesbaden, 1992.

/2/ H. Rumpf: Mechanische Verfahrenstechnik. Hanser Verlag München/Wien, 1975.

/3/ <http://www.malvern.co.uk/Laboratory/fpiaapps.htm>: Sysmex , FPIA-2100, Circularity.

/4/ Malvern Instruments Ltd.: Neues Gerät zur Bestimmung der Partikelform. Schüttgut, 7, 2001, 3.

/5/ Parsum GmbH: Dokumentation zur Messsonde Partikelform, Chemnitz, 2000.