

## CHARAKTERISIERUNG EINER SIMULIERTEN KRISTALLISATION UNTER VERWENDUNG DER LASERGESTÜTZTEN MESSVERFAHREN FBRM UND 3D ORM SMF

### INTERPRETATION OF A SIMULATED CRYSTALLIZATION USING THE LASER BACKSCATTERING INSTRUMENTS FBRM AND 3D ORM SMF

**S. Peda, M.Sc.<sup>1</sup>, Prof. Dr.-Ing. C. Stollberg<sup>1</sup>, Prof. Dr.-Ing. habil. P. Ay<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> Hochschule Wismar – University of Applied Science, Technology, Business and Design  
Fakultät für Ingenieurwissenschaften  
Professur Verfahrenstechnik biogener Rohstoffe  
Inselstraße 12, 23999 Malchow/ Insel Poel, Germany  
Tel.: +49-38425-4278-36  
Fax: +49-38425-4278-22  
stefan.peda@hs-wismar.de

<sup>2</sup> Brandenburgische Technische Universität Cottbus  
Fakultät Umweltwissenschaften und Verfahrenstechnik  
Lehrstuhl Aufbereitungstechnik  
Siemens-Halske-Ring 8  
03046 Cottbus, Germany

Schlagworte: Kristallisation, Sehnenlängen, In-situ-Monitoring, FBRM, 3D ORM SMF  
Keywords: Crystallization, Chord length, In-situ Monitoring, FBRM, 3D ORM SMF

In Kristallisationsprozessen wirken sich die Keimbildung und das Kristallwachstum maßgeblich auf den Prozessverlauf aber vor allem auf die Qualität des Zielproduktes aus. Mit dem Grundgedanken der Echtzeitanalyse von Kristallisationskinetiken werden in diesem Beitrag die lasergestützten in-situ-Messverfahren Focused Beam Reflectance Measurement (FBRM) und 3-Fold Dynamical Optical Reflectance Measurement with Selective Multi Depth Focus (3D ORM SMF) am Beispiel eines heterogenen, partikulären Modellstoffgemisches miteinander verglichen. Die dabei erzielte, unterschiedliche gerätespezifische Abbildung der simulierten Keimbildung wird nachgewiesen.

#### 1. Einleitung

In der chemischen Industrie werden zunehmend höhere Anforderungen an die Aufbereitungstechniken komplexer, organischer Stoffgemische gestellt, um eine kostengünstige und effiziente Bereitstellung der Zielprodukte in notwendiger Qualität und Menge abzusichern. Für die optimale Verfahrensführung ist die prozessbegleitende Charakterisierung dispergierter, bewegter Partikeln ein entscheidender Parameter (Yu et. al., 2008). Im Hinblick auf das thermische Trennverfahren der Kristallisation ist die Verfolgung des Prozessverlaufs durch offline- und online-Messverfahren nur bedingt bzw. nicht möglich. Den grundlegenden Nachteil dieser Charakterisierungsprozesse bildet die Probennahme (Heath et. al., 2002; Ehrl et. al., 2002), wodurch Kristallbruch in ein System eingetragen und die sekundäre Keimbildung in einer übersättigten Lösung begünstigt werden. Unter Verwendung eines optischen in-situ-Lasermessverfahrens liegen die Vorteile vor allem in der kontinuierlichen Erfassung der Kristallgrößen sowohl bei niedrigen als auch bei hohen Feststoffkonzentrationen (> 30 Vol.-%)

und im Wegfall der Probennahme (Schwartz, 2009; Hobbel et. al., 1991). Hinsichtlich der Steuerung einer Batch-Kristallisation und der nachfolgenden mechanischen Abtrennung des Kristallisats von der Mutterlauge, ist die Zielstellung dieser Arbeit kleine Messobjekte am Beispiel einer simulierten Kristallisation durch die lasergestützten Messverfahren FBRM (Mettler Toledo) und 3D ORM SMF (Sequip GmbH) nachzuweisen bzw. zu charakterisieren.

## 2. Experimentelle Untersuchungen

### 2.1. Modellstoffsystem

Um eine Kristallisation mit Keimbildung und Kristallwachstum möglichst realistisch nachzubilden, wurde ein heterogenes, partikuläres Modellstoffgemisch bestehend aus feinen Siliciumdioxidpartikeln ( $\text{SiO}_2$ ) sowie feinen und groben Polyvinylchloridpartikeln (PVC) verwendet. In der dispersen Phase beschreiben die feinen Partikeln ( $\text{SiO}_2 + \text{PVC}$ ) die Kristallkeime während die groben Partikeln (PVC) das Kristallwachstum simulieren. Als umgebende bzw. kontinuierliche Phase wurde Ethanol mit dem Brechungsindex  $n_R=1,36$  verwendet (Malvern Instruments, 1997). Die Charakterisierung des Modellstoffgemisches und der Einzelsubstanzen ( $\text{SiO}_2$ , PVC) erfolgte durch die in-situ-Lasermessverfahren FBRM und 3D ORM SMF als auch durch den Laserbeuger Malvern Mastersizer MS1000. Die angewandten, stoffspezifischen Feststoffkonzentrationen ( $c$ ) für das jeweilige Messverfahren sind in Tab. 1 beschrieben. Mit dem Lichtmikroskop Leica DMRME wurde ergänzend die optische Visualisierung der Modellschubstanz PVC vorgenommen.

**Tab. 1:** Stoffkennwerte der dispersen Phase des Modellstoffsystems (D'Ans und Lax, 1998; Mark, 1998), \* idealer Konzentrationsbereich

Stoff	$C_{3D\ ORM\ SMF}$ $C_{FBRM}$ [kg/m <sup>3</sup> ]	$C_{Mastersizer}$ [kg/m <sup>3</sup> ]	$n_R$ [-]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	$\bar{x}_{PSD,[4,3]}$ [ $\mu\text{m}$ ]	Firma; Bezeichnung
Siliciumdioxid	6,08	0,30*	1,54-1,55	2,67	13,88	Quarzwerke GmbH; SF300
Polyvinylchlorid	14,18	0,68*	1,55	1,38	134,00	Solvay GmbH; Solvin 271PC

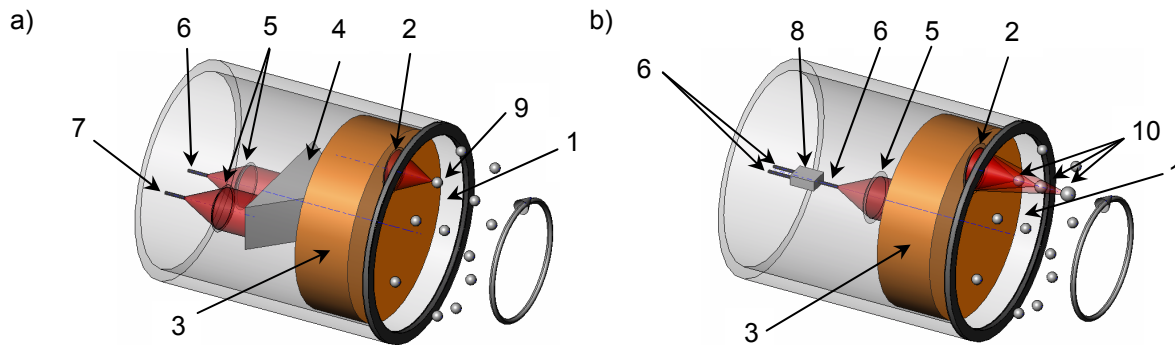
### 2.2. Messprinzipien

#### 2.2.1 In-situ-Lasermessverfahren

Das Messprinzip des eingesetzten FBRM D600L (Baujahr 11/2007) und 3D ORM SMF (Baujahr 08/2006) beruht auf dem physikalischen Effekt der Reflexion. Unter Einbringung eines Lichtstrahls in eine fluide Phase erfolgt an den Oberflächen und Kanten der darin befindlichen Messobjekte eine diffuse Reflexion von Lichtwellen (Kail et. al., 2007).

Ausgehend von der Steuerungseinheit, wird beim FBRM die Einkopplung eines 780 nm Laserlichtstrahls (Heath et. al., 2002) mit der Intensität von 0,9 mW über eine Singlemode-Faser in die fluide Phase realisiert (US 4 871 251, 1989). Unter Verwendung eines Strahlenteilers und eines rotierenden optischen Systems wird der eingehende Laserstrahl auf eine kreisförmige Bahn mit dem Durchmesser von 8,5 mm ausgelenkt (Heath et. al., 2002). Der stationäre Fokuspunkt befindet sich hierbei werkseitig innerhalb des Saphirfensters mit einer Distanz von -20  $\mu\text{m}$  zur Grenzfläche Messgerät-umgebendes Fluid (s. Abb. 1a). Trifft der fokussierte Laserlichtstrahl im fluiden Medium auf ein Messobjekt, folgt der Strahlengang des reflektierten Lichts dem des eingestrahlt Laserlichts und wird über eine Multimode-Faser

aus der Sonde ausgekoppelt (US 4 871 251, 1989; WO 2006/131181 A2, 2006; Sparks und Dobbs, 1993).



**Abb. 1:** Schematische Darstellung der lasergestützten Messverfahren **a) FBRM** und **b) 3D ORM SMF**: **1** = Saphirfenster, **2** = fokussierende Linse, **3** = rotierendes optisches System, **4** = Strahlenteiler mit Umlenkprismen, **5** = einkoppelnde Linse, **6** = Singlemode-Faser, **7** = Multimode-Faser, **8** = faseroptischer Koppler, **9** = feststehender Fokuspunkt, **10** = dynamischer Fokuspunkt

Im Gegensatz zum FBRM findet beim 3D ORM SMF-System ein Laserlichtstrahl mit der Intensität von  $10\text{ mW}$  Anwendung. Die Zuführung des Laserstrahls in die Messsonde ermöglicht eine  $4\text{ }\mu\text{m}$  Singlemode-Faser. Die Trennung der ein- und ausgehenden Signale wird durch einen faseroptischen Koppler erzielt (s. Abb. 1b). Als Folge der Rotation des optischen Systems und der dynamischen Fokusbildung erfolgt im fluiden Medium die Abbildung einer spiralförmigen Bahn des Durchmessers von  $8,5\text{ mm}$  (Schwartz, 2009). Die Auskoppulung der reflektierten Signale aus der Messsonde wird über die eingehende Singlemode-Faser realisiert. Der kleine Querschnitt einer solchen Faser gewährleistet, dass nur Partikeln in direkter bzw. in unmittelbarer Fokuspunktnähe erfasst werden (US 5 900 933, 1999; WO 2006/131181 A2, 2006).

Die reflektierten Signale werden im nachgeschalteten Photomultiplier des jeweiligen Messgerätes als Impulssprung über der Zeit wahrgenommen. Durch Multiplikation mit der einstellbaren Tangentialgeschwindigkeit der rotierenden Optik sind die Sehnenlängen ( $x_{CLD}$ ) der Messobjekte in Abhängigkeit des Schwellenwertes (Trigger) bestimmbar und werden einem Intervall ( $\Delta x_i$ ) zugeordnet.

### 2.2.2 Laserbeugung

Für die Partikelgrößenanalyse ( $x_{PSD}$ ) der Substanzen  $\text{SiO}_2$  und PVC sowie des Modellstoffgemisches wurde der Malvern Mastersizer MS1000 mit Nassdispergiereinheit verwendet (Baujahr 03/1991, Fraunhofer-Bereich). Trifft bei diesem Verfahren ein Bündel parallelen Laserlichts auf eine einzelne Kugel (ideale geometrische Form) in dem zu messenden Partikelkollektiv, entsteht eine Intensitätsverteilung. In der Brennebene einer nachgeschalteten Linse lässt sich diese Intensitätsverteilung im sog. Vorwärtsbereich der Streuung, d.h. unter relativ kleinen Streuwinkeln als Beugungsspektrum in Form konzentrischer Ringe verschiedener Intensität feststellen. Als Berechnungsgrundlage der Beugungsbilder dient die Fraunhofer-Näherung des Kirchhoffschen Beugungsintegrals (Stiess, 2009).

### 2.3. Versuchsdurchführung

Zur Gewährleistung gleicher Messbedingungen wurden das FBRM und der 3D ORM SMF gleichzeitig in einem Becherglas mit dem Anstellwinkel von  $30^\circ$  über dem Propellerrührer positioniert. Die Rührerdrehzahl betrug  $300\text{ min}^{-1}$ . Die Untersuchungen umfassten die Aufnahme der Sehnenlängenverteilungen ( $x_{CLD}$ ) des Modellstoffgemisches sowie der Einzelsubstanzen  $\text{SiO}_2$  und PVC. Abbruchkriterium der einzelnen Messungen war das Erreichen von

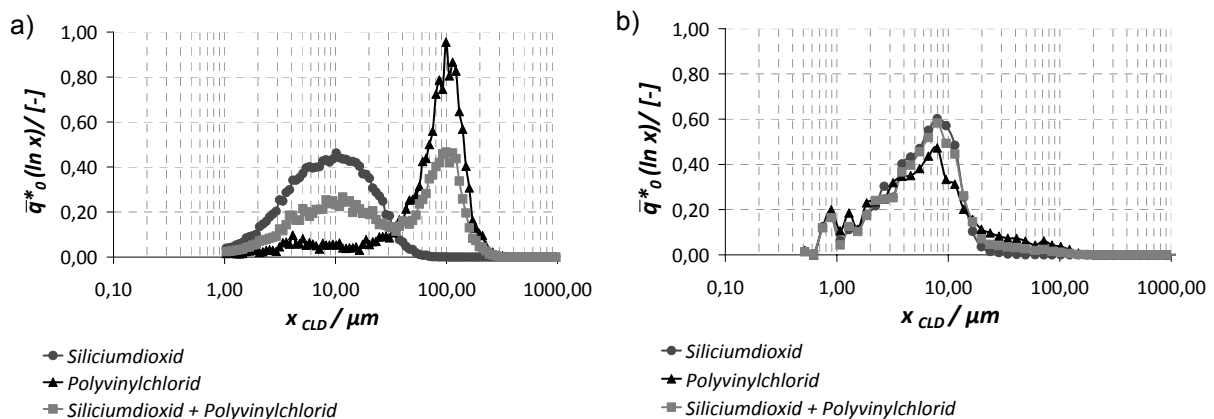
stationären Bedingungen. Die Tangentialgeschwindigkeit der rotierenden Optik betrug bei beiden Messgeräten 2 m/s. Als Schwellenwert wurde bei dem FBRM der Fine-Modus definiert, beim 3D ORM SMF lag diese Größe bei 30 von 100 %. Die Grundlage für die Ermittlung der Partikelgrößenverteilungen ( $x_{PSD}$ ) des Modellstoffgemisches als auch der getrennt vorliegenden Substanzen  $\text{SiO}_2$  und PVC bildete das softwarespezifische Berechnungsmodell Independent des Mastersizers MS1000. Zur Feststellung der Reproduzierbarkeit der Ergebnisse wurden die einzelnen Messungen dreifach durchgeführt.

### 3. Ergebnisse

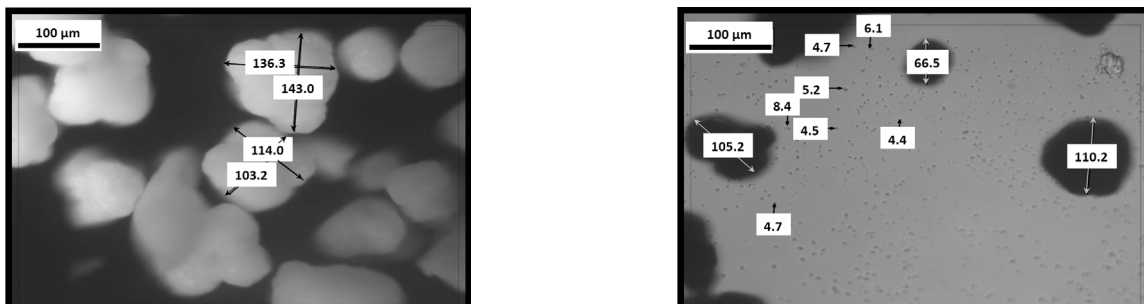
Die Grundlage für die graphische Darstellung der Modellsubstanzen stellt die anzahlbezogene Verteilungssumme ( $Q_0$ ) bzw. die gleichzusetzende Verteilungsart "Unweighted" des FBRM dar (O'Grady, 2006). Nach Gl. 1 ist die logarithmische Anzahlverteilungsdichte ( $\bar{q}_0^*(\ln x_{i-1}, \ln x_i)$ ) der Modellsubstanzen aus der relativen Menge ( $\Delta Q_0(x_{i-1}, x_i)$ ) und den Intervallgrenzen ( $x_{i-1}, x_i$ ) ermittelbar (DIN ISO 9276-1, 2004; Stieß, 2009).

$$\bar{q}_0^*(\ln x_{i-1}, \ln x_i) = \frac{\Delta Q_0(x_{i-1}, x_i)}{\ln(x_i / x_{i-1})} \quad (1)$$

Die Anzahlverteilungsdichte ( $\bar{q}_0^*(\ln x)$ ) des reinen PVC in Abb. 2a zeigt, dass die Partikel von 1-20  $\mu\text{m}$  durch das FBRM nicht in der nach Abb. 3 zu erwartenden Konzentration dargestellt werden. Prozentual ergibt sich beim FBRM ein Anteil dieser Fraktion von 13,30 % des gesamten Partikelgrößenbereichs.

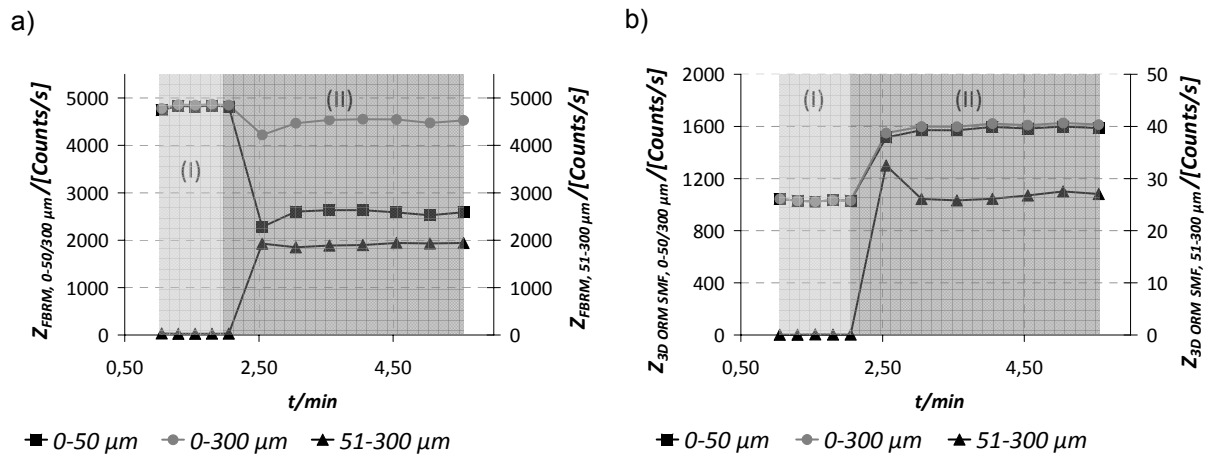


**Abb. 2:** Anzahlverteilungsdichten ( $\bar{q}_{0,i}^*(\ln x)$ ) des Siliciumdioxids, Polyvinylchlorids und des Modellstoffgemischs a) des FBRM und b) des 3D ORM SMF



**Abb. 3:** Mikroskopische Aufnahmen (trocken) des Polyvinylchlorids bei 20-facher Vergrößerung in zwei unterschiedlichen Bildebenen, aufgenommen mit dem Lichtmikroskop Leica DMRME

Im Gegensatz dazu wird durch den 3D ORM SMF ein Anteil von 88,97 % nachgewiesen. Ausgehend von der Anzahlverteilungsdichte des Stoffgemischs ( $\text{SiO}_2 + \text{PVC}$ ), zeigt der 3D ORM SMF infolge des dominierenden Anteils feiner  $\text{SiO}_2$ - und PVC-Partikeln in Abb. 2b eine Annäherung an die Anzahlverteilungsdichte des reinen  $\text{SiO}_2$  und stellt die Fraktion 1-20  $\mu\text{m}$  mit 95,15 % dar. Resultierend aus der schlechteren Auflösung des Feinanteils der Modellmischung wird dieses Charakteristikum des Partikelkollektivs durch das FBRM in abgeschwächter Form abgebildet (s. Abb. 2a). Der Anteil der Fraktion 1-20  $\mu\text{m}$  beträgt 42,31 % (Fokusposition -20  $\mu\text{m}$ ). Die Ursache für die verminderte Darstellung des Feinanteils der Modellmischung beim FBRM ist die nach der Zugabe des PVC stattfindende Abnahme der Zählrate ( $Z$ ) im Partikelgrößenbereich von 0-50  $\mu\text{m}$  (s. Abb. 4a). Eine mögliche Sättigung des kreisförmigen Messkreises durch die groben Partikeln kann zur schlechteren Detektion der feinen  $\text{SiO}_2$ - und PVC-Partikeln führen. Durch die manuelle Verstellung der Fokusposition im Bereich von -80 bis +300  $\mu\text{m}$  wird ein max. Anteil der Fraktion 1-20  $\mu\text{m}$  mit 47,84 % bei der Fokusposition +40  $\mu\text{m}$  erreicht. Eine Zunahme der Zählraten ( $Z$ ) im feinen und groben Partikelgrößenbereich ist hingegen durch den 3D ORM SMF in Abb. 4b zu verzeichnen.



**Abb. 4:** Zählraten ( $Z$ ) in Abhängigkeit von der Feststoffkonzentration und –art **a)** des FBRM und **b)** des 3D ORM SMF: **I** = Siliciumdioxid ( $c = 6,08 \text{ kg/m}^3$ ), **II** = Siliciumdioxid ( $c = 6,08 \text{ kg/m}^3$ ) + Polyvinylchlorid ( $c = 14,18 \text{ kg/m}^3$ )

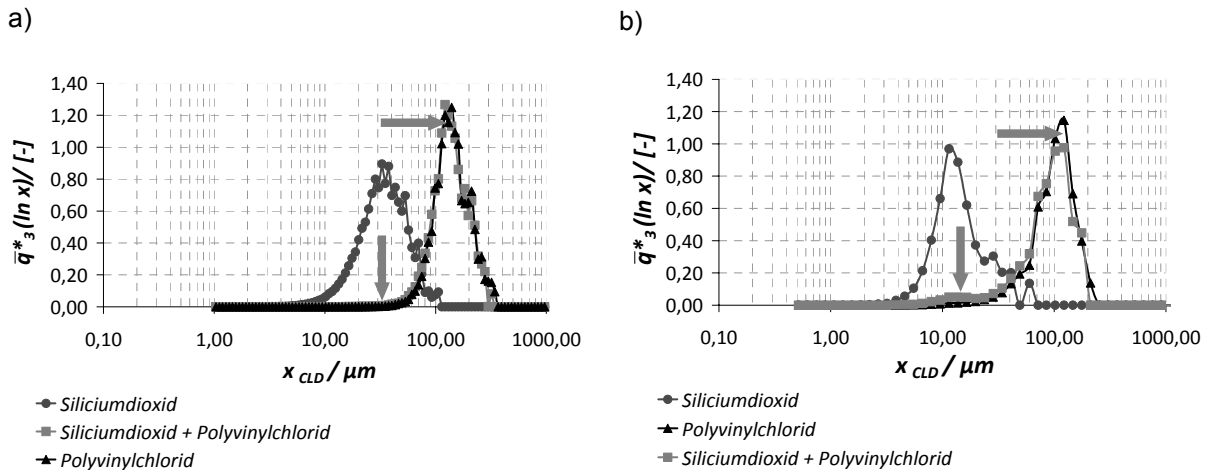
Zur Darstellung der Volumenabhängigkeit der Partikeln ist aus der linearen Anzahlverteilungsdichte ( $\bar{q}_0(x_{i-1}, x_i)$ ) nach Gl. 2 und unter Verwendung von Gl. 3 die lineare Volumenverteilungsdichte ( $\bar{q}_3(x_{i-1}, x_i)$ ) bestimmbar, wobei  $\bar{x}_i$  die mittlere Partikelgröße eines  $i$ -ten Intervalls kennzeichnet.

$$\bar{q}_0(x_{i-1}, x_i) = \frac{\Delta Q_0(x_{i-1}, x_i)}{\Delta x_i} \quad (2)$$

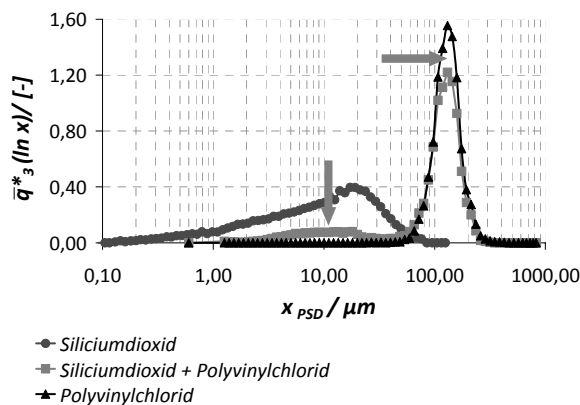
$$\bar{q}_3(x_{i-1}, x_i) = \frac{\bar{x}_i^3 \cdot \bar{q}_0(x_{i-1}, x_i)}{\sum_{i=1}^n \bar{x}_i^3 \cdot \bar{q}_0(x_{i-1}, x_i) \cdot \Delta x_i} \quad (3)$$

Aus der linearen Verteilungsdichte ( $\bar{q}_3(x_{i-1}, x_i)$ ) erfolgt analog zu Gl. 1 die Ermittlung der logarithmischen Volumenverteilungsdichte ( $\bar{q}_3(\ln x_{i-1}, \ln x_i)$ ). Basierend auf diesem Berechnungsmodell kann die Übereinstimmung der rechnerischen Ergebnisse mit der softwarespezifischen Volumenverteilung ( $r = 3$ ) des 3D ORM SMF und der Verteilungsart ‘Cube Weight’ ( $r = 3$ ) des FBRM-Systems dargelegt werden.

Durch die Transformation der Mengenart wird die annähernde Übereinstimmung der Volumenverteilungsdichte des reinen PVC mit der Verteilungsdichte des Stoffgemisches nachgewiesen (s. Abb. 5a). Der Feinanteil des Modellstoffgemisches wird durch das FBRM dementsprechend nur in relativ geringem Umfang gewichtet. Ein abweichender Kurvenverlauf ist hingegen in Abb. 5b und Abb. 6 festzustellen, der auf die Berücksichtigung des volumetrischen Anteils der feinen Partikeln zurückzuführen ist. Die bessere Volumenabhängigkeit der feinen Partikeln wird durch den 3D ORM SMF und Mastersizer beschrieben.



**Abb. 5:** Volumenverteilungsdichten ( $\bar{q}_{3,i}^*(\ln x)$ ) des Siliciumdioxids, Polyvinylchlorids und des Modellstoffgemischs **a)** des FBRM und **b)** des 3D ORM SMF mit Kennzeichnung der Volumenabhängigkeit feiner Partikeln



**Abb. 6:** Volumenverteilungsdichte ( $\bar{q}_{3,i}^*(\ln x)$ ) des Siliciumdioxids, Polyvinylchlorids und des Modellstoffgemischs mit Kennzeichnung der Volumenabhängigkeit feiner Partikeln, aufgenommen mit dem Mastersizer MS1000

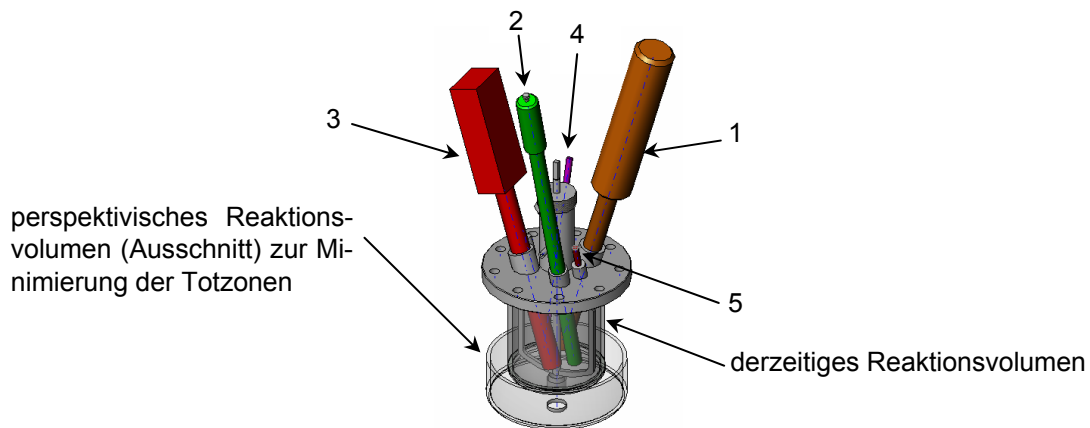
Durch Umrechnung der im Abschnitt 2.1 aufgeführten arithmetischen mittleren Partikelgröße ( $\bar{x}_{PSD,[4,3]}$ ) der homogenen Substanzen SiO<sub>2</sub> und PVC in die arithmetische mittlere Sehnenlänge ( $x_{CLD,[3,2]}$ ), kann die bessere Korrelation der Verteilungsart "Square Weight" ( $r = 2$ ) des FBRM-Systems zu diesen Kennwerten und zur Volumenverteilung ( $r = 3$ ) des 3D ORM SMF-Systems festgestellt werden (Heath et. al., 2002; Kempkes et. al., 2008; Wynn, 2003; Yu und Erickson, 2008)

#### 4. Schlussfolgerung

Am Beispiel des Modellstoffsystems, bestehend aus feinen und groben Partikeln, wurde eine Batch-Kristallisation simuliert. Der Schwerpunkt der Untersuchungen lag auf der Identifizierung feiner Partikeln, die in einer real ablaufenden Kristallisation den Kristallkeimen entsprechen würden. Es zeigte sich, dass die in-situ-Lasermessverfahren 3D ORM SMF und das FBRM die primäre und sekundäre Keimbildung in einem übersättigten System qualitativ erfassen können. Eine quantitative Bewertung der Keimbildung im Kristallisationsprozess ist hingegen nur durch den 3D ORM SMF gegeben.

#### 5. Ausblick

Die in-situ-Kristallgrößenerfassung (Pos. 1 u. 2) sowie die optische Betrachtung der Morphologie entstehender Kristalle (Pos. 3) führen im Kristallisationsbehälter der Abb. 7 im Bereich der Messsonden zur Ausbildung von Totzonen. In weiterführenden Untersuchungen sollen diese strömungsarmen Bereiche charakterisiert werden, um Rückschlüsse auf das effektive und minimal notwendige Reaktionsvolumen zu erhalten.



**Abb. 7:** Kristallisationsbehälter mit Darstellung der Messgeräteanordnung: 1 = 3D ORM SMF, 2 = FBRM, 3 = Particle Image Analyser (Mikroskopie) 4 = Temperaturfühler, 5 = Druckluftanschluss

Darüber hinaus wird am Beispiel der Gewinnung von Pflanzeninhaltsstoffen die Auswirkung der Oberflächenbeschaffenheit und Orientierung der entstehenden Kristalle in der Messebene auf die zeitabhängigen Größenverteilungen ( $Q_r, \bar{q}_r^*$ ) näher betrachtet. Hierfür findet ein 3D ORM SMF-System mit Multi Capture Signal Analysis (Rohsignalanalyse) Verwendung.

#### Formelzeichen

$c$	$\text{kg/m}^3$	Feststoffkonzentration
$n_R$	-	Brechungsindex
$Q$	-	Verteilungssumme
$\Delta Q$	-	Differenz zweier Werte der Verteilungssumme, relative Menge
$\bar{q}$	$1/\mu\text{m}$	mittlere Verteilungsdichte
$\bar{q}^*$	-	mittlere Verteilungsdichte mit logarithmischer Abszisse
$x_{CLD}$	$\mu\text{m}$	Sehnenlänge
$x_{PSD}$	$\mu\text{m}$	Partikelgröße
$\bar{x}_{CLD,[3,2]}$	$\mu\text{m}$	volumenbezogene, arithmetische mittlere Sehnenlänge
$\bar{x}_{PSD,[4,3]}$	$\mu\text{m}$	volumenbezogene, arithmetische mittlere Partikelgröße

$\bar{x}_i$	$\mu\text{m}$	mittlere Partikelgröße/Sehnenlänge
$x_i$	$\mu\text{m}$	Obergrenze eines Intervalls
$x_{i-1}$	$\mu\text{m}$	Untergrenze eines Intervalls
$\Delta x_i$	$\mu\text{m}$	Intervallbreite
Z	Counts/s	Zählrate

### Griechische Symbole

$\rho$	Dichte
--------	--------

### Indices

0	Anzahl	$i$	Intervall
3	Volumen	$r$	Mengenart

### Literatur

- D'Ans, J., Lax, E., 1998:** "Taschenbuch für Chemiker und Physiker", 4. Auflage, Band 3, Springer Verlag, Berlin Heidelberg 1998
- Ehrl, L., Soos, M, Morbidelli, M., 2002:** "Sizing Polydisperse Dispersions by Focused Beam Reflectance and Small Angle Static Light Scattering", Part. Part. Syst. Charact. 2002, Vol. 23 (6), S. 438-447
- Heath, A. R., Fawell, P. D., Bahri, P. A., Swift, J. D., 2002:** "Estimating Average Particle Size by Focused Beam Reflectance Measurement (FBRM)", Part. Part. Syst. Charact. 2002, Vol. 19 (2), S. 84-95
- Hobbel, E. F., Davies, R., Foster, W., Allen, T., Butler, L. E., Waters, E. R., Smith, J. T., Sylvester, R. W., 1991:** "Modern Methods of On-Line Size Analysis for Particulate Process Streams", Part. Part. Syst. Charact. 1991, Vol. 8 (1-4), S. 29-34
- Kail, N., Briesen, W., Marquardt, W., 2007:** "Advanced Geometrical Modeling of Focused Beam Reflectance Measurements (FBRM)", Part. Part. Syst. Charact. 2007, Vol. 24 (3), S. 184-192
- Kempkes, M, Eggers, J, Mazotti, M., 2008:** "Measurement of particle size and shape by FBRM and in-situ microscopy", Chem. Eng. Sci. 2008, Vol. 63 (19), S. 4656-4675
- Malvern Instruments, 1997:** "Sample Dispersions & Refractive Index Guide", Malvern Instruments Ltd., Worcestershire (UK) 1997
- Mark, J. E., 1998:** "Polymer Data Handbook", First Edition, Oxford University Press, Oxford 1998
- Norm DIN ISO 9276-1, 2004:** "Darstellung der Ergebnisse von Partikelgrößenanalysen - Teil 1: Graphische Darstellung"
- O'Grady, D., 2006:** "Online Particle Size PAT Using FBRM", CVG Conference, Toronto 2006
- Schutzrecht US 4 871 251, 1989:** "Apparatus and Method for Particle Analysis"
- Schutzrecht US 5 900 933, 1999:** "Apparatus for Measuring Particle Dimensions in Fluids"
- Schutzrecht WO 2006/131181 A2, 2006:** "Adaptive Signalinterpretation für FBRM-Messgeräte"
- Schwartz, F. H., 2009:** "Produktunterlagen Live Particle Sizer", S&E GmbH, Düsseldorf 2009
- Sparks, R. G., Dobbs, C. L., 1993:** "The Use of Laser Backscatter Instrumentation for the On-line Measurement of Particle Size Distribution of Emulsions", Part. Part. Syst. Charact. 1993, Vol. 10 (5), S. 279-289
- Stiess, M., 2009:** "Mechanische Verfahrenstechnik – Partikeltechnologie 1", 3. Auflage, Springer Verlag, Berlin Heidelberg New York, 2009
- Wynn, E. J. W., 2003:** "Relationship between particle-size and chord-length distribution in focused beam reflectance measurement: stability of direct inversion and weighting", Powder Technol. 2003, Vol. 133 (1-3), S. 125-133
- Yu, Z. Q., Chow, P. S., Tan, R. B. H., 2008:** "Interpretation of Focused Beam Reflectance Measurement (FBRM) Data via Simulated Crystallization", Org. Process Res. Dev. 2008, Vol. 12 (4), S. 646-654
- Yu, W., Erickson, K., 2008:** "Chord length characterization using focused beam reflectance measurement probe – methodologies and pitfalls", Powder Technol. 2008, Vol. 185 (1), S. 24-30