



Siebmaschine
AS 200 control



Partikelanalysator
CAMSIZER® P4

Microtrac Retsch GmbH
Retsch-Allee 1-5
D-42781 Haan

Telefon +49 21 04 / 23 33 - 300
Telefax +49 21 04 / 23 33 - 399

E-Mail info@microtrac.de
Internet www.microtrac.de

part of **VERDER**
scientific

Der einfache Weg zur Korrelation zwischen Siebanalyse und Dynamischer Bildanalyse

Dynamische Bildanalyse (DIA) etabliert sich in immer mehr Industrien und Laboratorien für die routinemäßige Bestimmung der Partikelgröße und Partikelform. Dieses Whitepaper beschreibt, wie und warum DIA die traditionelle Siebanalyse effektiv ersetzen kann und so dem Anwender neben höherem Informationsgehalt auch eine deutliche Arbeitserleichterung verschafft, ohne dass auf der Siebanalyse basierende Produktspezifikationen geändert werden müssen.

Siebanalyse ist nach wie vor eine Standardmethode zur Bestimmung von Partikelgrößenverteilungen von Pulvern und Granulaten. Sie ist kostengünstig und vermeintlich einfach in der Durchführung, jedoch fehleranfällig und mit einigen Ungenauigkeiten behaftet. Der Zeitaufwand von 15 – 30 Minuten pro Analyse (Einwaage, Rückwaage, Auswertung und Reinigung der Siebe) ist relativ hoch; der erzielte Informationsgehalt dabei eher gering, denn die Menge der Datenpunkte wird von der Anzahl der verwendeten Siebe bestimmt. DIA hingegen liefert üblicherweise innerhalb von 2 - 3 Minuten ein hochauflösendes Messergebnis, das zusätzlich noch die Form der Partikel erfasst und weitgehend automatisch erzeugt wird.

Leider gibt es, wie immer in der Partikelanalytik, systematische Unterschiede zwischen verschiedenen Messmethoden und die Ergebnisse weichen mehr oder weniger stark voneinander ab. Im Folgenden werden die Unterschiede für Siebanalyse und DIA für verschiedene Materialien diskutiert und Methoden vorgestellt, wie man mit einfachen Mitteln eine verlässliche Korrelation von DIA-Daten und Siebdaten herstellen kann.

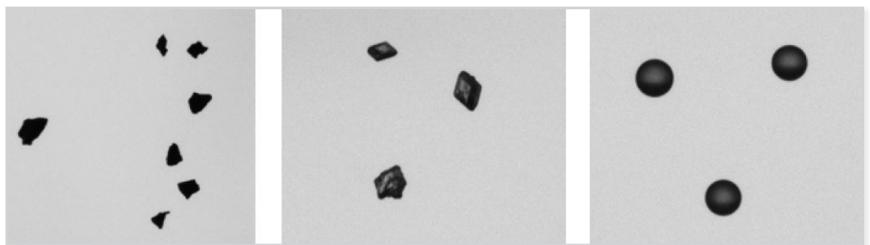
Messprinzipien von DIA und Siebanalyse

Das Messprinzip der dynamischen Bildanalyse ist denkbar einfach: ein Partikelstrom wird von einer starken LED-Lichtquelle beleuchtet und ein Kamerasystem erfasst die Partikel als Schattenprojektionen. Die Auswertung der Bilder geschieht im PC über eine leistungsstarke Software. Abb. 1 zeigt die beiden DIA-Systeme CAMSIZER P4 und CAMSIZER X2 von Microtrac MRB, die 60 bzw. bis zu 320 Bilder pro Sekunde in Echtzeit auswerten. So gelangt man innerhalb kürzester Zeit zu einer hochauflösenden Größenverteilung, basierend auf der Auswertung von Hunderttausenden oder Millionen von Einzelpartikeln (probenabhängig, je nach Größe und Menge der Partikel).



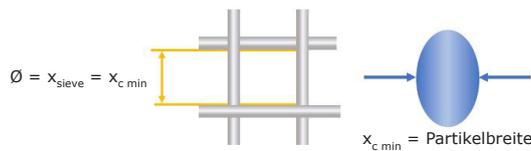
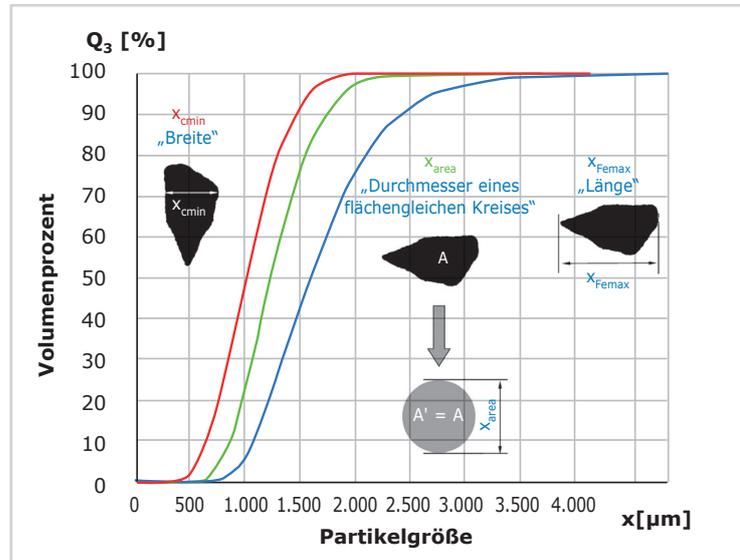
Abb. 1: Zwei moderne DIA Partikelanalysatoren - CAMSIZER P4 (links) und CAMSIZER X2 (rechts) von Microtrac MRB. Das P4 Modell eignet sich für die schnelle Analyse rieselfähiger Schüttgüter in einem Größenbereich von 20 μm bis 30 mm, das X2 Modell ist optimiert für feine, pulverförmige Probenmaterialien in einem Größenbereich von 0,8 μm bis 8 mm.

Einzelbildaufnahmen: Aktivkohle (links), Zuckerkristalle (Mitte), Expandierbares Polystyrol, EPS (rechts).



Die Partikelgröße ist nur für kugelförmige Partikel eindeutig definiert. An allen von diesem Zustand abweichenden Partikelformen ist es möglich, verschiedene Abmessungen zu definieren. Abb. 2 zeigt, wie an der 2-D Projektion eines Partikels die Breite ($x_{c\text{min}}$, kleinster Durchmesser), die Länge ($x_{\text{Fe max}}$, maximale Länge) oder der Durchmesser des flächengleichen Kreises (x_{area}) als „Größe“ definiert werden kann. Je nach verwendeter Größendefinition erhält man unterschiedliche Ergebnisse, die alle eine richtige Größenverteilung anzeigen, jedoch unterschiedlichen Informationsgehalt bieten. Anwender, die die Siebanalyse durch DIA ersetzen möchten, werden die Größendefinition $x_{c\text{min}}$ verwenden, denn bei der Siebanalyse fallen die Partikel bevorzugt mit ihrer kleinsten Projektionsfläche durch die Maschen, was ihrer Breite entspricht (Abb. 2).

Abb. 2: Größendefinitionen bei der dynamischen Bildanalyse. Der Parameter $x_{c\ min}$ (Partikelbreite) liefert die beste Vergleichbarkeit zur klassischen Siebanalyse

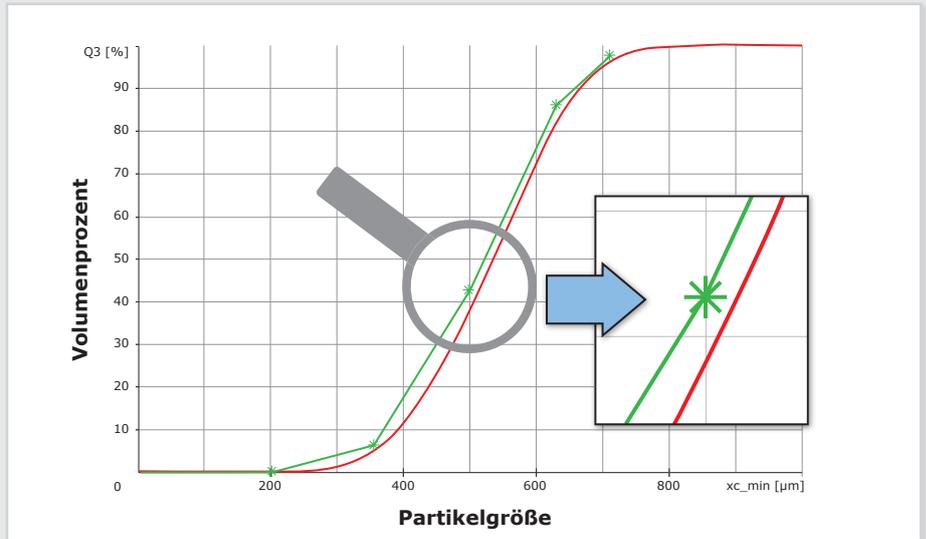


DIA und Siebanalyse von runden Partikeln

Betrachten wir zunächst ein vermeintlich einfaches Beispiel: nahezu runde Partikel, wie z. B. Pellets, die bei vielen Granulier- und Coatingprozessen entstehen, Glas-kugeln, EPS-Partikel, aber auch feine Metallpulver, wie sie im 3D-Druck verwendet werden. Hier würde man keine nennenswerten Unterschiede zwischen DIA und Siebanalyse erwarten. Dennoch zeigt das Messbeispiel in Abb. 3 einen Versatz zwischen dem Ergebnis des CAMSIZER P4 (Größendefinition $x_{c\ min}$) und der Siebung: die Siebanalyse liefert ein scheinbar feineres Ergebnis.

Um diesen Unterschied zu verstehen, muss man die Analysensiebe selbst betrachten. Drahtgewebesiebe werden nach der Norm ISO 3310-1 gefertigt und vor der Auslieferung mit einem optischen System überprüft. In der Norm ist festgelegt, wie stark für ein bestimmtes Sieb die reale Öffnungsweite der Maschen von der nominellen Maschenweite abweichen darf. Überprüft wird die mittlere Öffnungsweite für beide Webrichtungen (Kette & Schuss), die Standardabweichung und die größte vorhandene Masche. Für ein Sieb mit einer nominellen Maschenweite von 500 µm ergibt sich eine Toleranz von ± 16,2 µm für die mittlere reale Maschenweite. Der maximal zulässige Einzelwert beträgt sogar 580,5 µm! Die Konsequenz daraus ist, dass auch bei normgerechten Sieben üblicherweise eine signifikante Anzahl von Maschen vorhanden ist, die z. T. deutlich über der nominellen Öffnungsweite des Siebes liegen, selbst wenn der Mittelwert dieser nahe kommt. Dadurch können auch Partikel durch das Sieb gelangen, die eigentlich zurückgehalten werden sollten, sie werden also als kleiner klassifiziert als sie in Wahrheit sind! Dadurch ist das Siebergebnis im Vergleich zur CAMSIZER Analyse scheinbar feiner. Wie stark der Versatz ausfällt, hängt davon ab, wie weit die einzelnen Siebe von der nominellen Maschenweite abweichen.

Abb. 3: Siebanalyse (grüne *) und CAMSIZER P4 Ergebnis (rot) für runde Partikel, Summenkurve Q_3 . Der Versatz beträgt nur wenige Mikrometer und liegt innerhalb der Toleranz der Analysensiebe. Da es sich um eine enge Verteilung handelt (steiler Verlauf der Summenkurve), macht ein geringer Versatz von nur 15 μm hier schon fast 5 % im Q_3 Wert aus.



Zu jedem Analysensieb kann der Hersteller ein Kalibrierzertifikat liefern, auf dem die realen Maschenweiten eingetragen sind (Abb. 4). Um Korrelation zwischen DIA und Siebung herzustellen, wird empfohlen, die realen Maschenweiten zu betrachten. Alternativ dazu kann für jedes Sieb ein konstanter Faktor ermittelt werden, der den Effekt der Maschenweite kompensiert, dieser muss aber neu bestimmt werden, wenn ein Sieb ausgetauscht wird. Bei derartigen Proben (runde Partikel, enge Verteilung) sind verschiedene Siebtürme aufgrund der Toleranzen nicht gut untereinander vergleichbar. Die DIA liefert hier genauere und besser reproduzierbare Ergebnisse.

Abb. 4: Auszug aus dem Kalibrierzertifikat eines 500 μm Analysensiebes. Die mittlere reale Maschenweite beträgt 513,8 μm bzw. 513,4 μm für die jeweilige Webrichtung. Die maximale Öffnungsweite beträgt 558,3 μm bzw. 530,3 μm . Dieses Sieb ist im Sinne der ISO 3310-1 in Ordnung, könnte aber runde Partikel bis ca. 530 μm passieren lassen.

Abnahmeprüfzeugnis nach EN 10204 3.1 (Kalibrierzertifikat) /
Inspection Certificate according to EN 10204 3.1 (Calibration Certificate)

Vermessung \Rightarrow 10mm mit vollautomatischem Bildspeichersystem. /
Measurement \Rightarrow 10mm with fully automatic video imaging system. /
Messraum \Rightarrow 10mm mit Messschieber. /
Measurement \Rightarrow 10mm with vernier.

Die für die Überprüfung der Siebbeigenschaften eingesetzten Messwerte unterliegen der Messunsicherheitsrechnung gemäß DIN ISO 9000 ff. /
The calibration of measuring instruments for mesh \Rightarrow 10mm is carried out according to the requirements of DIN ISO 9000 ff. /
Die Kalibrierung der Messgeräte für Gewebe \Rightarrow 10mm erfolgt mit dem Kalibrierzertifikat 43116 12 PTB Kalibrieren Objekte. /
The calibration of measuring equipment for mesh \Rightarrow 10mm is traceable to a calibration laboratory.

Die Messung des Siebes erfolgt mit dem Messschieber. /
The measurement of the sieve is carried out with the vernier. /
Die Siebe sind durch die Kalibrierung der Messgeräte nach dem Kalibrierzertifikat 43116 12 PTB Kalibrieren Objekte. /
The sieves are calibrated by the "Kalibrierzertifikat 43116 12 PTB Kalibrieren Objekte". /
Die Kalibrierung der Messgeräte für Gewebe \Rightarrow 10mm ist nach dem Kalibrierzertifikat 43116 12 PTB Kalibrieren Objekte. /
The calibration of measuring equipment for mesh \Rightarrow 10mm is traceable to a calibration laboratory.

Sieb-Identifikation / Sieve Identification	
Sieb Nr. / Sieve No.	14035303
Durchmesser / Diameter	200 mm
Drahtdurchmesser / Wire diameter (d)	315 μm
Nennöffnungsweite / Nominal aperture size (W)	500 μm
Toleranzen / Tolerances (μm)	
wy - 483,8	w* - 550,5
d - 30	d _{nom} - 315
d _{max} - 360	d _{min} - 270

Anzahl der gemessenen Öffnungen - Drahtdurchmesser / Number of measured apertures - Wire diameter
1370 / 1368

Legende / Glossary
* C konform / conform
* NC nicht konform / non conform

Ergebnis / Result
Dieses Sieb ist / This sieve is
* C * NC
mit der Norm / according to the standard
ISO 3310-1

Kette / Warp	Ergebnisse / Results (μm)
* C <input checked="" type="checkbox"/> * NC <input type="checkbox"/>	
W _{max}	530,3
W	513,8
σ_{rel}	7,3

Schuss / Weft	Ergebnisse / Results (μm)
* C <input checked="" type="checkbox"/> * NC <input type="checkbox"/>	
W _{max}	558,3
W	513,4
σ_{rel}	19,1

Kontrolle der Drahtdurchmesser / Verification of the wire diameter
Kette / Warp d : 303,9 μm Schuss / Weft d : 316,7 μm * C * NC

Kommentare / Comments

DIA und Siebanalyse von nicht-sphärischen Partikeln

Je nach Partikelform treten bestimmte systematische Unterschiede zwischen DIA und Siebanalyse auf:

Eckige Partikel

Das Prinzip der Siebanalyse beruht darauf, dass die Partikel während des Siebprozesses sehr oft die Gelegenheit bekommen, sich in allen möglichen Orientierungen mit den Sieböffnungen zu vergleichen. Für würfelförmige Modellpartikel lässt sich bei der Siebung beobachten, dass die kleinstmögliche Öffnung, die sie passieren können, ihrer eigenen kleinsten Projektionsfläche entspricht (Abb. 5). Bei der Analysensiebung wird die Kantenlänge des Würfels als seine Größe bestimmt, es handelt sich also um eine Methode, bei der die Partikel in einer bestimmten Vorzugsrichtung charakterisiert werden. Dies ist bei der digitalen Bildanalyse nicht der Fall: hier werden die Partikel in völlig zufälliger Orientierung erfasst. Bestimmt man an den 2-D Projektionen der Modell-Würfel die Breite ($x_{c \min}$), so erhält man für einige Projektionen auch die Kantenlänge, also das gleiche Ergebnis wie bei der Siebung, i. d. R. aber größere Werte. Im Extremfall, wenn die Ecke des Würfels Richtung Kamera zeigt, ist die 2-D Projektion ein Sechseck dessen Breite gleich der Kantenlänge (d) x Wurzel 2 beträgt:

$$x_{c \min} = d \cdot \sqrt{2}$$

Das Bildanalyse-System kann dieses Partikel also bis zu 1,414-mal größer messen als das Sieb!

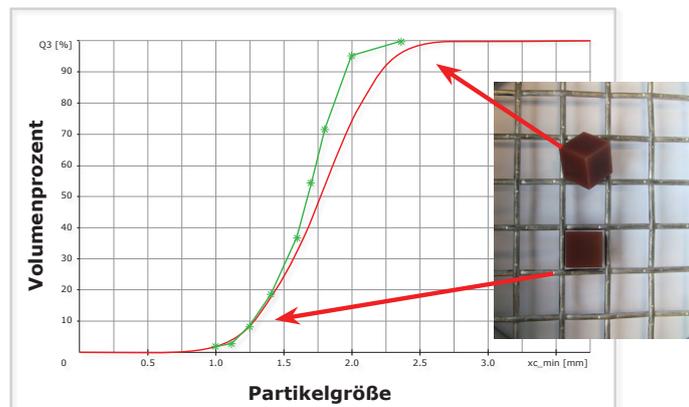


Abb. 5: Siebanalyse (grüne *) und CAMSIZER P4 Ergebnis (rot) für eckige, annähernd würfelförmige Partikel: Summenkurve Q_3 .

Aus diesem Grund ist bei realen Proben mit eckigen Partikeln die Korrelation zwischen Siebanalyse und DIA für die feinen Partikel in einer Verteilung oftmals gut, denn hier „sieht“ das DIA-Gerät die kleinen Projektionsflächen; für das obere Ende der Verteilung wird die Vergleichbarkeit schlechter, denn hier „sieht“ der Bildanalyser die großen Projektionsflächen und das Ergebnis ist größer als bei der Siebanalyse.

Plattige und linsenförmige Partikel

Auch plättchen- oder linsenförmige Partikel treten mit ihrer kleinsten Projektionsfläche durch die Sieböffnungen. Allerdings können sie sich dabei diagonal in der Masche orientieren, so dass die Größe, die bei der Siebung ermittelt wird, ein Wert zwischen Dicke und Durchmesser der Linse ist. Bei zufälliger Orientierung in einem DIA-Gerät kann je nach Orientierung ein kleinerer Wert (Dicke) oder größerer Wert (Durchmesser) bestimmt werden. Dies führt dazu, dass beim Vergleich der Ergebnisse die Summenkurven sich kreuzen: dies ist typisch für plättchenförmige oder abgeplattete Partikel. DIA liefert dabei immer die breitere Verteilung.

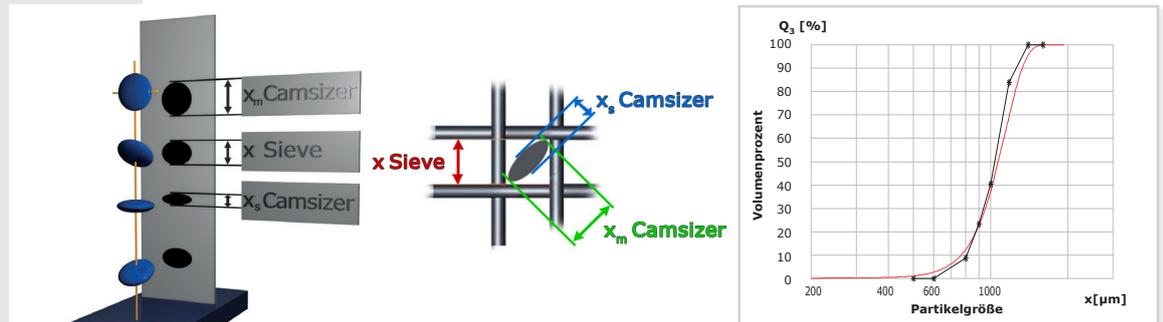


Abb. 6: Siebanalyse (schwarze *) und CAMSIZER P4 Ergebnis (rot) für abgeplattete Partikel: Summenkurve Q_3 . Die Partikel treten diagonal durch die Siebmaschen, der CAMSIZER detektiert kleinere und größere Projektionen, wodurch die ermittelte Verteilung breiter ist als bei der Siebung.

Einfluss der Verteilungsbreite und Siebanpassung

Aus den bisherigen Beobachtungen ergibt sich, dass ein einfacher „Formfaktor“, der die Größenverteilung um einen festen Betrag verschiebt und der oft in der Partikelmesstechnik angewandt wird, für eine verlässliche Korrelation nicht anwendbar ist. Besser geeignet ist der Ansatz, in Abhängigkeit von dem Q_3 -Wert verschiedene Faktoren einzuführen. Diese Methode muss allerdings scheitern, wenn die Verteilungsbreite der Probe sich ändert. Liegen bei den plättchenförmigen Partikeln wie im Beispiel (Abb. 6) in der Probe sowohl große als auch kleinere Linsen vor, so werden einige von den kleinen Linsen von dem DIA-System als „zu groß“ und einige von den großen Linsen als „zu klein“ charakterisiert, sodass die Unterschiede sich für breitere Verteilungen immer mehr aufheben. Bei engen Verteilungen muss immer stärker „angepasst“ werden, als bei breiten Verteilungen, um eine Korrelation herzustellen.

In der Praxis benötigen DIA-Nutzer, die sehr breite Verteilungen analysieren, oftmals überhaupt keine Anpassungsalgorithmen. Für alle anderen Fälle lässt sich mit einer relativ einfachen Methode die Korrelation für ein bestimmtes Probenmaterial herstellen. Der Bildanalysator misst eine Probe mit Partikeln, die für die Siebanalyse alle fast gleich groß sind. Diese lässt sich über die Aussiebung einer besonders engen Einzelfraktion herstellen. Der Auswertalgorithmus lernt anhand dieses Ergebnisses den elementaren Unterschied zwischen DIA und Siebung für die Partikel mit einer charakteristischen Form; Einflüsse der Verteilungsbreite auf das Ergebnis werden bei dieser Messung eliminiert. Diese Korrelation lässt sich dann auf beliebige Proben mit gleicher Partikelform und größerer Verteilungsbreite anwenden. Je enger die Fraktion dieser Anlernprobe (z. B. 600 µm – 630 µm oder 1,12 mm – 1,18 mm), desto besser funktioniert hinterher der Anpassungsalgorithmus.

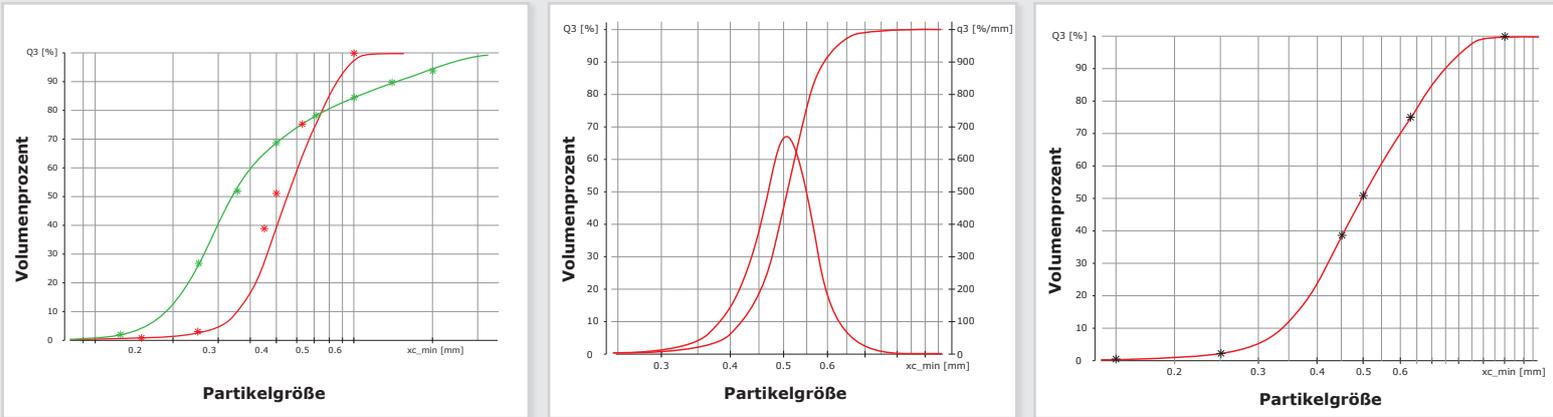
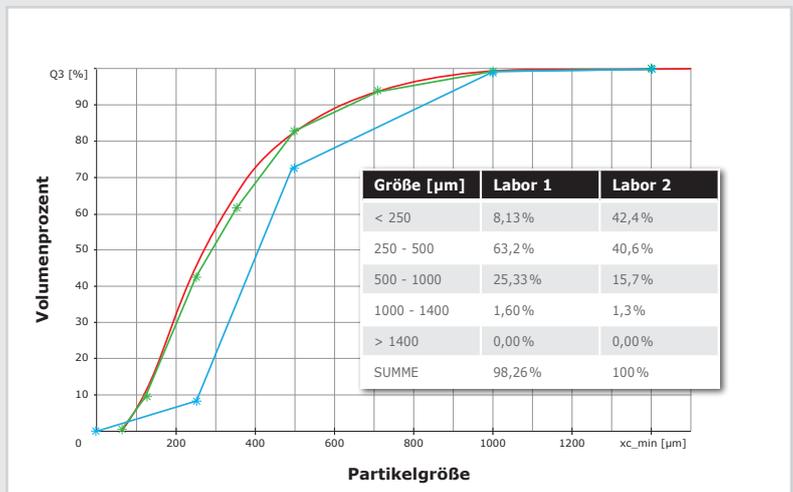


Abb. 7 links: Partikelgrößenanalyse von einer breit (grün) und einer eng (rot) verteilten Sandprobe. CAMSIZER P4 Messergebnis, Siebanalyse jeweils als *. Bei der breit verteilten Probe ist die Übereinstimmung gut. Bei der roten Kurve beobachtet man den typischen Versatz. Mitte: CAMSIZER P4 Analyse einer Einzelfraktion 450 µm – 500 µm. Hier treten die systematischen Unterschiede aufgrund der Partikelform besonders deutlich hervor. Dieses Material eignet sich als Anlernprobe zur Erstellung einer Korrelationsfunktion. Mit dieser Korrelation lässt sich das Ergebnis der Gesamtprobe an die Siebung anpassen (Grafik rechts).

Abb. 8: Beispiel für eine fehlerhafte Siebanalyse. Messergebnisse von einer feinen Sandprobe CAMSIZER P4 (rot). Siebergebnisse aus zwei verschiedenen Laboren: Labor 1 (blaue *), Labor 2 (grüne *). Das Ergebnis von Labor 1 ist deutlich größer als das von Labor 2 und das DIA-Ergebnis. Aufgrund einer zu hohen Einwaage sind das 250 µm und 500 µm Sieb überladen, so dass kleine Partikel nicht durch die Maschen treten können. Außerdem ist bei Labor 1 die Summe der Fraktionen deutlich < 100 % (Siebverlust!). Das Siebergebnis von Labor 2 ist korrekt und passt gut zum Resultat der DIA.



In diesem Kontext sollte erwähnt werden, dass sich Ergebnisse aus der DIA nicht sinnvoll an fehlerhafte Siebergebnisse anpassen lassen. Zunächst muss also sichergestellt werden, dass die Siebanalyse normgerecht durchgeführt wurde und die verwendeten Messmittel sich in einwandfreiem Zustand befinden. Verschlissene oder gar beschädigte Siebe sind zu ersetzen. Die Analysensiebung muss so lange fortgesetzt werden, bis auf allen Sieben Massenkonstanz erreicht ist. Ein häufiger Fehler bei der Siebanalyse ist die Aufgabe zu großer Probenmengen. Die Siebe werden dadurch überladen, Maschen durch Klemmkörner blockiert und kleine Partikel am Durchtritt durch das Sieb gehindert (Abb. 8). Manche Anwender sparen sich die Prozentrechnung, indem sie immer 100 g verwenden, denn dann ist bei der Auswertung immer „Gramm gleich Prozent“. 100 g kann für viele feine oder eng verteilte Proben aber schon deutlich zu viel Material sein.

Ein weiterer Nachteil: Bei der Einwaage einer bestimmten Menge entsteht keine repräsentative Teilprobe, bei breiten Verteilungen ist dieser Fehler durch Segregation im Schüttgut besonders dramatisch. Besser ist es, einen Probesteiler zu verwenden und die gesamte Teilprobe der Siebung zuzuführen. Zu Vergleichszwecken sollte idealerweise die exakt gleiche Teilprobe zuvor mit DIA analysiert werden.

Fazit

Dynamische Bildanalyse ist eine hochpräzise und zuverlässige Methode zur Charakterisierung der Partikelgröße und Partikelform von Schüttgütern. Im Vergleich zur traditionellen Siebanalyse bietet die DIA eine wesentliche Arbeitserleichterung und deutlich höheren Probendurchsatz sowie wertvolle Zusatzinformationen über das vorliegende Probenmaterial. Dank ausgefeilter materialspezifischer Korrelationsalgorithmen ist es möglich, Ergebnisse zu erzielen, die mit der Siebanalyse sehr genau und sehr zuverlässig übereinstimmen. Allerdings sollten bei der Interpretation der Ergebnisse auch die Limitierungen der Siebanalyse berücksichtigt werden.

CAMSIZER Dual Camera Technologie

