

Die Bildverarbeitung von sehr schnellen Partikeln ermöglicht die Anwendung der leistungsfähigen (Trocken-)Dispergierung für Größen- und Formanalyse

Wolfgang Witt, Ulrich Köhler und Joachim List¹

¹ Sympatec GmbH, System-Partikel-Technik, Am Pulverhaus 1, D - 38678 Clausthal-Zellerfeld

ZUSAMMENFASSUNG

Die Bildanalyse ist bei der Form- und Größenanalyse von Partikeln weit verbreitet. Die Verwendung kommerziell erhältlicher Komponenten beschränkt diese Methode auf statische oder sich langsam bewegende Partikel. Angemessene Dispergiertechniken, die üblicher Weise die Partikel auf hohe Geschwindigkeiten beschleunigen (bis zu 100 m/s), sind nicht einsetzbar und werden häufig durch zeitaufwendige Bildverbesserungsalgorithmen ersetzt. Die geringe Bildrate führt zu kleinen, erfassten Partikelanzahlen und somit zu großen statistischen Fehlern.

Inzwischen sind leistungsfähige Dispergiersysteme bei der Partikelgrößenanalyse mittels Laserbeugung weitgehend etabliert. Es wurde daher ein neuer Bildverarbeitungssensor entwickelt, der die direkte Verwendung dieser Dispergierer ermöglicht. Er kombiniert eine innovative Lichtquelle mit Belichtungszeiten unter 1 ns mit einer adaptierbaren Optik zur perfekten Beleuchtung und eine Hochgeschwindigkeitskamera zur Erfassung von Partikeln im Bereich 1 bis 10,000 μm . Eine integrierte Bildvorverarbeitung ermöglicht in Kombination mit einer seriellen Gigabitverbindung zum Computer die Erfassung von bis zu 500 Bildern/Sekunde.

Zum ersten Mal ist es damit möglich, die Partikel direkt am Austritt eines etablierten und erprobten Trockendispergiersystems scharf abzubilden. Leistungsfähige Selektions- und Anzeigefunktionen der Partikel stehen zur Verfügung.

1 Einleitung

Für die Charakterisierung realer Partikel gewinnt die Partikelform mehr und mehr an Bedeutung. Die Bildanalyse (BA) kann hierbei wertvolle Dienste leisten.

Die Statische Bildanalyse (SBA) bezieht sich auf unbewegliche Partikel, z.B. auf einem Objektträger. Ihre Vorteile sind: Die Tiefenschärfe ϵ ist exakt definiert, was in einer hohen Auflösung für kleine Partikel resultiert; die Methode ist gut eingeführt und mit ISO 13322-1 standardisiert [1]. Allerdings kann diese Methode nur kleine Datenmengen bewältigen, die Partikel sind durch die Unterlage ausgerichtet, überlappende Partikel müssen durch zeitaufwendige Rechenalgorithmen separiert werden. Die winzige Probengröße bereitet massive Probleme bei der Probenahme, wodurch nur eine sehr niedrige statistische Relevanz der Ergebnisse erreicht wird.

Die Dynamische Bildanalyse (DBA) bildet einen Strom sich bewegender Partikel ab. Dieses vergrößert die Probengröße, die Partikel sind willkürlich orientiert und die Zahl der sich überlappenden Partikel ist reduziert. Wegen dieser Vorteile bieten zahlreiche Firmen Systeme an, die in Reflexion und Transmission, mit Nassdispergierung oder im freien Fall, mit Matrix- oder Zeilenkameras arbeiten. Deren gegenwärtigen Einschränkungen sind: Die Systeme mit freiem Fall erfordern gut rieselfähige Pulver, eine Trockendispergierung ist bisher nicht eingeführt; Systeme mit Nassdispergierung sind auf kleinste Probengrößen und langsame Partikel begrenzt. Allen gemein sind kleine Partikelanzahlen, die sich in schlechter

Statistik äußern. Diese Art von Instrumenten wird in ISO 13322-2 standardisiert [2].

2 KONZEPT

Ein optimales BA-System sollte die Vorteile der DBA mit einer wirksamen Dispergierung bei aussagekräftiger Statistik kombinieren.

2.1 Neuer Ansatz

Die Aufgabe besteht in der Kombination von einer wirksamen Dispergierung mit DBA. Da jedoch die Dispergierung den Partikeln Energie zuführt und dabei hohe Geschwindigkeiten erzeugt, müssen diese schnellen Partikel scharf abgebildet werden. Als Beispiel dient der Trockendispergierer RODOS [3], der zur Dispergierung Partikel-Partikel, Partikel-Wand und Zentrifugalkräfte als Folge von Geschwindigkeitsgradienten kombiniert. Er dispergiert nachweislich Partikel bis herab zu 0.1 μm und erzeugt einen Aerosolstrahl mit bis zu 100 m/s. Würde man ein Bild mit einer üblichen Blitzlampe aufnehmen, so ergäbe die Belichtungszeit τ von 100 μs eine Bewegungsunschärfe von bis zu 10 mm. Die beste gegenwärtig verfügbare Blitzlampe mit $\tau \approx 1 \mu\text{s}$ würde immer noch eine Bewegungsunschärfe von 100 μm erzeugen. Es ist daher eine Belichtungszeit von $\tau < 10 \text{ ns}$ erforderlich, um eine akzeptable Bewegungsunschärfe $< 1 \mu\text{m}$ zu erzielen.

Um eine repräsentative Probe mit guter statistischer Aussagekraft zu erhalten, muss eine große Zahl von Partikeln in kurzer Zeit erfasst werden. Da wir es hier mit Anzahlstatistik zu tun haben, erfordern 1% Genauigkeit 10,000 Partikel innerhalb einer

Größenklasse. Mit 10 Partikel pro Bild müssten somit 1000 Bilder in 40 s Messzeit bei 25 Bildern/Sekunde (B/s) erfasst werden. Für 30 gleichbesetzte Klassen würde dieses in einer inakzeptablen Messzeit von 1200 s oder 20 Minuten resultieren.

Eine Erhöhung der Bildrate auf 500 B/s und, der Anzahl der Partikel auf 30 pro Bild (aufgrund besserer Dispergierung) würde die Messzeit auf akzeptable 30 s reduzieren. Dieses würde jedoch zu extremen Datenmengen führen, z.B. zu 500 MByte/s für eine Kamera mit 1 Mpixel Auflösung bei 256 Grauwerten.

2.2 Optik

Scharfe Bilder sind die Voraussetzung dafür, um massive Bilddaten in kurzer Zeit verarbeiten zu können. Daher ist der Strahlengang mit Sorgfalt zu entwerfen.

Obwohl eine Auflichtbeleuchtung sehr realistische Bilder liefert, hängen die Reflexionen vom Material des Partikels ab und führen zu einer komplizierten und fehlerträchtige Bildanalyse. Die häufig verwendete Beleuchtungs-Box erzeugt ebenfalls Reflexionen an den Partikelrändern, die sich nur durch Verwendung einer kleinen Aperturblende reduzieren lassen. Dadurch werden dann jedoch hohe Lichtintensitäten notwendig.

Den besten Kontrast erzeugt eine rückwärtige Beleuchtung. Dennoch bildet selbst ein perfekter Parallelstrahl aufgrund der Beugung kein scharfes Abbild von kleinen Partikeln ab, wie Abb. 1 zeigt.

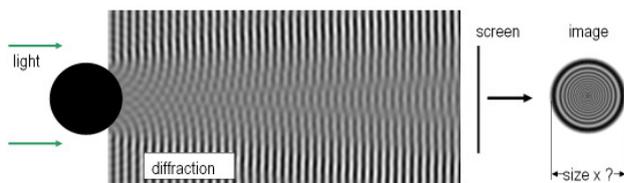


Abb. 1: Berechnetes Abbild eines Partikels, das ohne Abbildungsoptik durch einen perfekten Parallelstrahl beleuchtet wird.

Das Intensitätsmuster hängt vom Abstand des Partikels zum Sensor ab. Es muss daher entweder der Sensor sehr dicht an das Partikel herangebracht werden, oder es ist eine Abbildungsoptik einzusetzen. Ein Standardobjektiv ist hierfür nicht geeignet: Wenn der Abstand des Objektes zur Linse variiert wird, sind die Bilder nicht mehr im Fokus und die Größe des Bildes variiert mit der Objektposition.

Ein optischer Aufbau nach Abb. 2 überwindet dieses Verhalten.

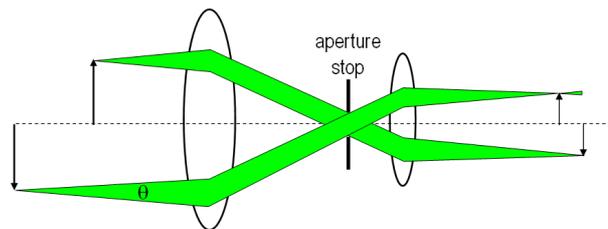


Abb. 2: Spezialobjektiv mit Aperturblende

Hierbei werden lediglich Strahlen parallel zur optischen Achse zur Abbildung verwendet und die Aperturblende kontrolliert den Aperturwinkel θ . Die Bildgröße hängt nunmehr nicht mehr von der Objektposition ab und das Bild ist weniger von einer Defokussierung beeinflusst. Selbst transparente Partikel werden mit hohem Kontrast abgebildet, da das gebrochene Licht ausgeblendet wird. Dies reduziert den Rechenaufwand stark.

3 Realisierung

3.1 Prinzipieller Aufbau

Der verwendete Aufbau ist in Abb. 3 dargestellt. Das Licht der Pulslichtquelle wird mit einem adaptierbaren Strahlaufweitungsmodul (ABU) aufgeweitet, welches einen parallelen Strahl liefert. Damit wird der durch das Dispergiermodul gelieferte Partikelstrom beleuchtet. Schließlich werden die Partikel über das abbildende Objektiv von einer Hochgeschwindigkeitskamera erfasst.

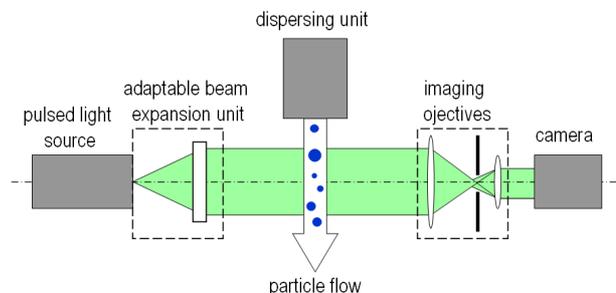


Abb. 3: Aufbau des neuen DBA-Systems

Mit dieser Anordnung können kleinste Aperturwinkel verwendet werden, was zu hohen Kontrasten führt. Die Aperturblende blockiert dabei nur das Streulicht und Licht, das zu großen Winkeln gebeugt oder gebrochen wurde. Sie hat keinen Einfluss auf die Helligkeit des Hintergrundes, so dass nur eine geringe Lichtenergie erforderlich ist. Die Tiefenschärfe ist nur durch Beugung begrenzt, wodurch sich große Arbeitsabstände realisieren lassen.

Die innovative Lichtquelle erzeugt stabile sichtbare Lichtpulse mit $\tau \approx 1$ ns bei einer Leistung von ungefähr 0.15 nJ/Puls. Die Wiederholrate ist von 1 bis 500 Hz einstellbar und auf die Hochgeschwindigkeits-CMOS-Kamera mit bis zu 500 B/s abgestimmt. Eine Bild besteht aus 1024 x 1024

Pixeln von $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ mit 256 Graustufen (8 Bit).

Die Objektive für die verschiedenen Vergrößerungen (2:1, 1:1, 1:3, 1:10 etc.) sind für die komfortable Auswahl per Software auf einem Karussell montiert. Das Strahlaufweitungsmodul (ABU) passt den Beleuchtungsstrahldurchmesser so an, dass die Lichtintensität an der Kamera nahezu unabhängig von der verwendeten Vergrößerung ist.

3.2 Datenverarbeitung

Die größte Herausforderung besteht in dem durch die Kamera erzeugten, extremen Datendurchsatz von bis zu 500 MBytes/s. Da ein handelsüblicher PC verwendet wird, ist der Engpass der PCI-Bus. Während der PC-interne Speicherbus Transferraten im GByte/s-Bereich aufweist, weist der PCI-Bus typischerweise nur 32 Bit auf und arbeitet mit 33 MHz. Daraus resultiert ein maximaler theoretischer Durchsatz von 128 MByte/s. Dieser Wert wird durch das Betriebssystem auf 60 MByte/s weiter reduziert.

So musste eine Echtzeit-Datenvorverarbeitung implementiert werden, die das Datenvolumen um mehr als den Faktor 10 reduziert. Modernste Signalverarbeitungs- und programmierbare-Logik-Designs kommen für die Bilderfassung, Hintergrund- und Schwellenverarbeitung und nachfolgende Binarisierung zum Einsatz, wodurch das Datenvolumen um den Faktor 8 reduziert wird. Eine nachgeschaltete binäre Kompression verringert die Datenmenge ohne Informationsverlust auf einen Gesamtkompressionsfaktor von 10 bis 100. Der Faktor ist proportional zur Zahl und Größe der Partikel im Bild.

Der verbleibende Datenstrom von bis zu 50 MBytes/s wird seriell über ein einzelnes verdrehtes Aderpaar auf ein speziell dafür ausgelegtes, Bus-Master-fähiges PCI-Interface in den PC mit Datenraten von 1,25 GBit/s übertragen.

3.3 Instrumentendesign

Wie aus den Abbildungen 4 und 5 hervorgeht, befindet sich die komplette Einheit in einem Edelstahl-tischgerät. Die Lichtquelle und das Strahlaufweitungsmodul befinden sich links, das Karussell mit den optischen Modulen und die Kamera rechts im Grundgerät.



Abb. 4: Aufbau des DBA-Systems QICPIC™ mit Trockendispergiergerät RODOS/L™ und Dosiereinheit VIBRI/L™



Abb. 5: Aufbau des DBA-Systems QICPIC™ mit Schwerkräftdispergierer GRADIS/L™ und Dosiereinheit VIBRI/L™

Die offene Messzone im Zentrum ermöglicht die Anpassung der verschiedenen Dispergiersysteme für Trocken- und Nassdispergierung oder die Untersuchung von Inhalatoren oder Sprays. Eingeführte Dispergiersysteme, z.B. die vom Laserbeugungs-partikelmessgerät HELOS™ können mit geringen Modifikationen verwendet werden.

4 BETRIEB & AUSWERTUNG

4.1 Software-Struktur

Der hohe Datendurchsatz von 5 bis 50 MBytes/s erfordert ein leistungsfähiges Datenmanagement. Dazu wurde auf Basis eines schnellen, kommerziell erhältlichen Datenbankmoduls (INTERBASE™) ein leistungsfähiger Datenbank-Server realisiert. Ein integrierter Anwendungs-Server übernimmt dabei die Speicherung und Recherche der Daten sowie die Protokollierung aller Messparameter.

Alle Anwendungsprogramme sind als Clients konzipiert und können zeitgleich parallel zum Server arbeiten. Die Software erfüllt vollständig die Anforderungen nach CFR 21 Rule 11, wie es für pharmazeutische Anwendungen gefordert ist.

4.2 Signaltest

Ein Signaltest-Fenster ermöglicht die Kontrolle der Bilder während und nach der Aufnahme. Da der vollständige Bilderstrom gespeichert wird, ist jedes einzelne Partikel aufrufbar. Abbildung 6 zeigt ein Bild in Kombination mit den Größen- und Formparametern eines speziellen Partikels.

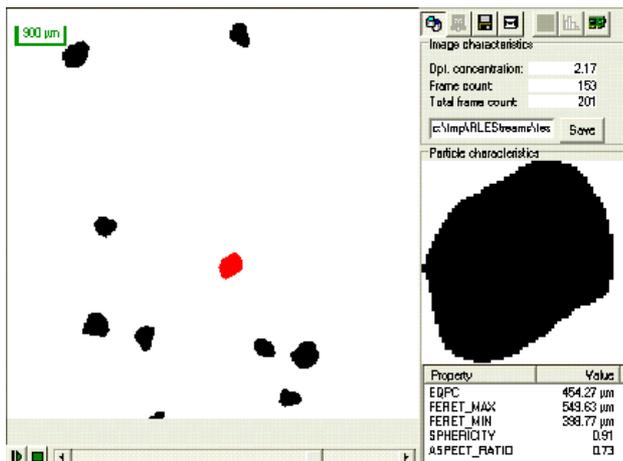


Abb. 6: Das Signaltest-Fenster zeigt den Bilderstrom der Partikel.

4.3 Auswertung

Alle Partikel im Bilderstrom sind indiziert und ihre Größe und Formparameter werden berechnet. Der flächengleiche Kreis (EQPC), Feret-Durchmesser (max., min., Durchschnitt, 90° zu max. oder min.), Länge und Breite des minimal umschließenden Rechtecks, Sehnenlänge (vertikal, horizontal, max., min, 90° zu max. oder min., Durchschnitt) werden berechnet, sofern angewählt. Die Partikel werden in 10.000 internen Größenklassen klassifiziert und gespeichert. Dies erlaubt eine spätere Änderung des Auswertungsmodus oder der benutzer-spezifischen Klasseneinteilungen ohne Verlust von Information (auch wenn die Bildstromdaten gelöscht wurden). Der Formfaktor und/oder die Sphärizität werden für die Formcharakterisierung verwendet.

5 ERGEBNISSE

5.1 Partikelgröße

Alle Partikelgrößenverteilungen, z.B. der EQPC, können grafisch oder tabellarisch als Zahl, Länge, Bereich oder Volumenverteilung dargestellt werden.

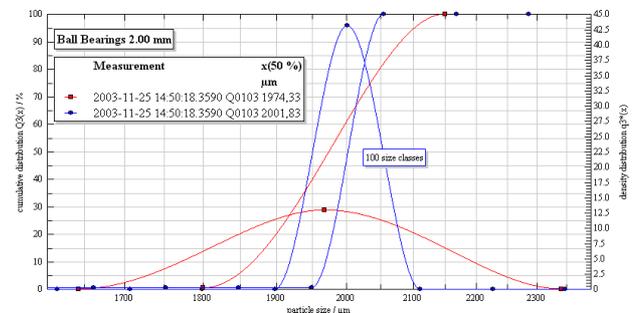


Abb. 7: Größenverteilungen $Q_3(x)$ and $q_3^*(x)$ für Kugellagerkugeln mit 2000 µm Nominaldurchmesser mit 31 Größenklassen (Quadrate) und 100 Größenklassen (Kreise)

5.2 Partikelform

Die Formparameter Formfaktor oder Sphärizität werden als Verteilungsfunktion oder als Funktion der Partikelgröße dargestellt.

5.3 Partikelgalerie

Vom Bilderdatenstrom kann eine Bildergalerie individueller Partikel entsprechend benutzerdefinierter Regeln erzeugt werden. Abb. 8 zeigt eine Selektion von Partikeln mit $100 \mu\text{m} < \text{EQPC} < 1000 \mu\text{m}$ und Formfaktor < 0.4 .

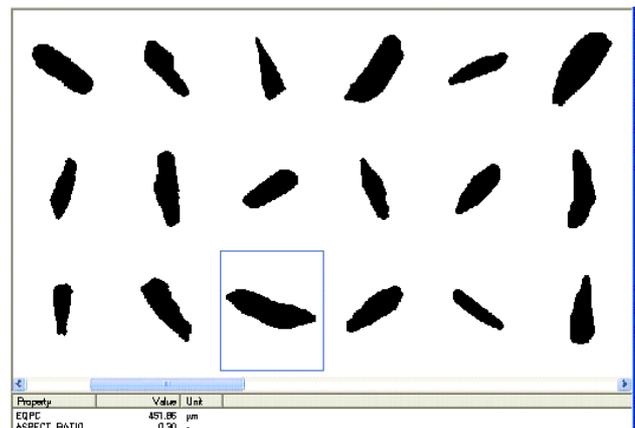


Abb. 8: "Partikelgalerie" von SiC-Partikeln, die Parameter des markierten Partikels sind in der Fußzeile angezeigt

Diese Funktion kann verwendet werden, um "die Nadel im Heuhaufen" zu finden. Ein markiertes individuelles Partikel aus der Partikelgalerie kann auf das jeweilige Foto im Bilderdatenstrom zurückverfolgt und markiert werden.

5.4 Benutzerdefinierte Auswertungen

Diese Funktion ermöglicht die Auswertung von Größe und Form für Partikel, die einer Kombination definierter Regeln entsprechen (z.B. wie bei der Partikelgalerie). Es ist z.B. möglich, die Größenverteilungen von Mischungskomponenten zu berechnen, sofern sie sich in Größe oder Form unterscheiden. Zusätzlich können Kugellagerkugeln für in-situ-Kalibrierungen verwendet werden, indem man sie der Probe beimischt und dann die Auswertung ausschließlich auf perfekte Kugeln begrenzt.

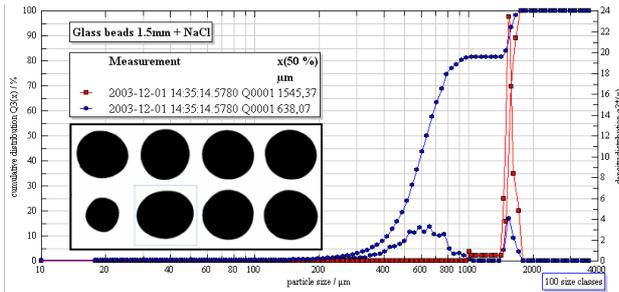


Abb. 9: Mischung von Glaskugeln und NaCl. Selektion von Partikeln mit EQPC > 1000 µm und Sphärizität > 0,9

Abb. 9 extrahiert z.B. sphärische Glaskugeln vom kubischen Kochsalz und berechnet ausschließlich die Größenverteilung für die Kugeln (Quadrate).

6 SCHLUSSFOLGERUNG

Es wurde ein neues Analysesystem für Partikelgröße und -form entwickelt, das erstmals dynamische Bildanalyse im Bereich von 1 µm to 10 mm mit den bewährten Trocken- und Nassdispergiersystemen kombiniert. Dieses wurde durch die Neuentwicklung einer Pulslichtquelle ermöglicht, deren kurze Belichtungszeit von etwa 1 ns scharfe Aufnahmen auch schnellster Partikel erlaubt. Zusätzlich garantiert die hohe Aufnahmerate von bis zu 500 Bildern pro Sekunde große Partikelzahlen mit hoher statistischer Aussagekraft der Ergebnisse.

Die effektive Datenkompression ohne Informationsverlust erlaubt rückwirkende Modifikationen der Auswertung und der Darstellung. Verschiedene unterschiedliche Größen- und Formfaktoren können verwendet werden. Leistungsmerkmale, wie die Partikelgalerie und die Auswertung benutzerdefinierter Fraktionen sind wirksame Werkzeuge für die Untersuchung spezieller Partikeleigenschaften. Die Verwendung einer sehr schnellen Datenbank in Verbindung mit einer Client-Server-Architektur der Software ermöglichen es, sehr große Datenvolumina zu verarbeiten und unterschiedliche Analysesysteme, die mit Laserbeugung, Ultraschall-extinktion und Photonenkreuzkorrelation arbeiten, zeitgleich zu betreiben.

LITERATURHINWEISE

- [1] ISO, DIS 13322-1, Particle Size Analysis - Image Analysis Methods, Part 1: Static Image Analysis, to be published, (Aug. 2004)
- [2] ISO, CD 13222-2, Particle Size Analysis - Image Analysis Methods, Part 2: Dynamic Image Analysis, to be published (Dec. 2005)
- [3] K. Leschonski, S. Röthele, U. Menzel, Entwicklung und Einsatz einer trockenen Dosier-Dispergier-einheit ...; Part. Charact., 1, 161-166 (1984)