

HOCHGESCHWINDIGKEITS-BILDANALYSE ZUR CHARAKTERISIERUNG VON PARTIKELGRÖSSE UND -FORM

Dr. rer. nat. Wolfgang Witt, Dr.-Ing. Ulrich Köhler, Dr.-Ing. Joachim List¹

¹ Sympatec GmbH, System-Partikel-Technik, Am Pulverhaus 1, 38678 Clausthal-Zellerfeld, wwitt@sympatec.com

Dynamische Bildanalyse, Partikelgrößenbestimmung, Partikelformbestimmung, Formparameter, statistische Relevanz

1 Einleitung

Die Partikelgröße ist für viele Produkte ein entscheidendes Qualitätsmerkmal. So geht man heute selbstverständlich im Haushalt davon aus, dass alle Salzkörner durch die Löcher im Salzstreuer passen, dass Waschmittel beim Einfüllen nicht stauben und dass der Kaffee, den wir uns aufgießen, immer die gleiche Qualität hat. Für den Kaffee gilt: Ist das Kaffeepulver zu grob, ist das Wasser zu schnell durchgelaufen und der Kaffee wird zu dünn, ist es zu fein, steht das Wasser zu lange auf dem Filterkuchen und der Kaffee wird zu stark. Entscheidend ist also die Partikelgrößenverteilung. Diese ist beim Mahlprozess des Naturproduktes Kaffee schwankend und muss daher kontrolliert und gegebenenfalls nachjustiert werden.

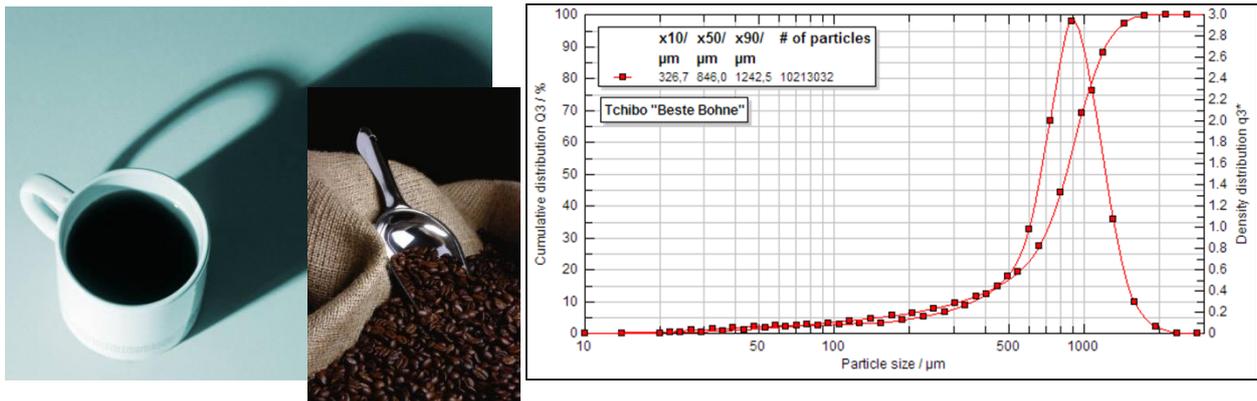


Abb. 1: Für den Brühvorgang des Kaffees spielt die Partikelgrößenverteilung des Kaffeepulvers eine entscheidende Rolle. Als Faustregel gilt: zu grob → zu dünn, zu fein → zu stark.

Heute kommen dafür überwiegend Messsysteme zum Einsatz, welche die Partikelgrößenverteilungen mittels Trockendispergierung und Laserbeugung hochgenau bestimmen. Dieses Verfahren kann nicht nur das ölige, flockige Material zuverlässig dispergieren, es gestattet auch die

große Probenmengen der üblichen Handelsverpackungen direkt zu vermessen, wodurch Probenmehrfehler vermieden werden.

Die Anforderungen an die Genauigkeit nehmen mit zunehmenden Automatisierungsgrad der Kaffeeautomaten noch zu. Heute müssen nicht nur die Partikelgrößenverteilungen aller Kaffee-Pads vergleichbar sein, auch die Form der Kaffeepartikel hat Einfluss. Für die Formerkennung bietet sich die Bildverarbeitung an. Aber kann man so große Mengen, wie etwa ein ganzes Pfund Kaffee, mit Bildverarbeitung messen?

2 Grundlagen

2.1 Statische vs. dynamische Bildanalyse

Bei der Bildanalyse unterscheidet man grundsätzlich zwischen statischer und dynamischer Bildanalyse. Die *Statische Bildanalyse* (SBA) ist z.B. aus der Mikroskopie bekannt und in der ISO 13322-1 [1] standardisiert. In unserem Fall würden dazu die Partikel auf einem Projektträger drapiert, deren Bild z.B. über eine Kamera erfasst und die Größen der einzelnen, statisch liegenden Partikel bestimmt. Der Vorteil dieser Methode besteht darin, dass sich die Partikel durch die Schwerkraft ausrichten. So lassen sich z.B. die Längenverhältnisse nadelförmiger Partikel gut damit messen. Die Partikel liegen dabei gut kontrolliert im Tiefenschärfebereich ε der abbildenden Optik. Nachteilig ist hier die sehr geringe Probemenge. In der Regel können nur einige 1000 Partikel pro Bild erfasst werden, wodurch die statistische Relevanz der Ergebnisse stark eingeschränkt wird. Auch ist die überlappungsfreie Platzierung der Partikel schwierig und somit die Auswertung erschwert.

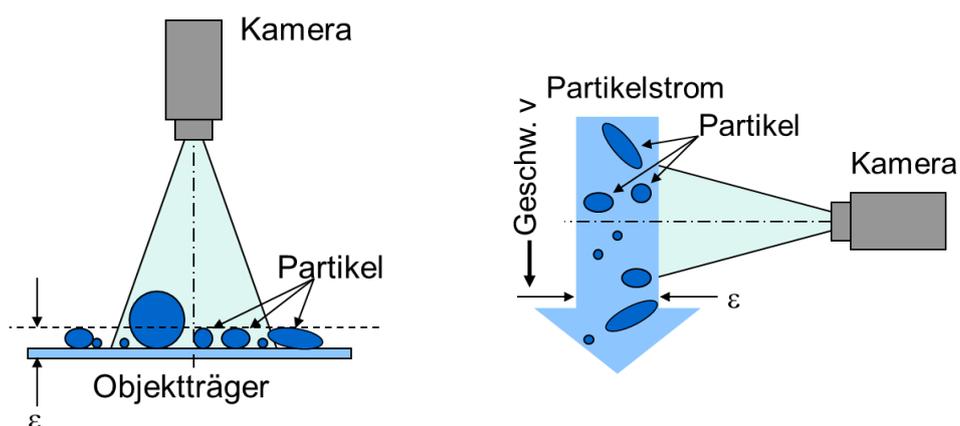


Abb. 2: Statische (links) und Dynamische (rechts) Bildanalyse.

Bei der *Dynamischen Bildanalyse* (DBA) werden die Partikel in oder auf einem Medium an einer fest positionierten Kamera vorbeigeführt. Durch geeignete Verdünnung können überlappende Partikel weitgehend vermieden werden. Es lassen sich wesentlich größere Probenmengen

erfassen, welches die statistische Relevanz der Ergebnisse deutlich verbessert. Die Ausrichtung der Partikel ist jedoch willkürlich, wenn sie nicht durch eine geeignete Strömungsführung erzwungen wird. Der abzubildende Tiefenschärfebereich ε ist in der Regel größer als bei der SBA und besonders im Feinen durch spezielle Führungen zu begrenzen. Dieses Verfahren ist durch die ISO 13322-2 [2] standardisiert.

Am gebräuchlichsten ist heute die 2-dimensionale Erfassung der Projektionsflächen der Partikel. Für die 3-dimensionale Bestimmung gibt es einige Lösungsansätze. Sie ist derzeit noch Gegenstand einiger weniger Forschungseinrichtungen.

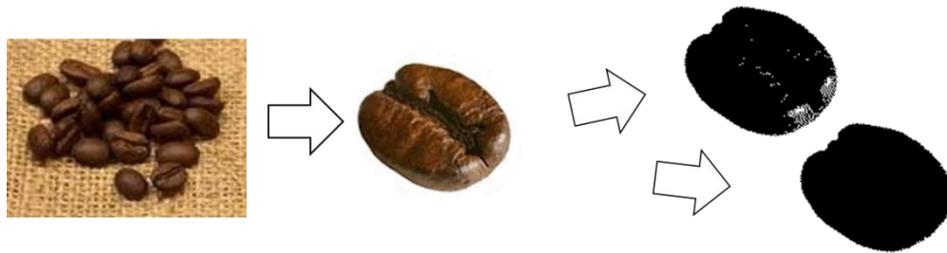


Abb. 3: Von den realen 3-dimensionalen Partikeln wird zunächst ein 2-dimensionales Farb- oder Graustufenbild aufgenommen, das zur Bestimmung der Partikelgröße und Form in ein Binärbild umgewandelt wird. Bei der Binarisierung können Löcher entstehen, welche die nachfolgende Auswertung beeinträchtigen können.

2.2 Anforderungen an die Bildaufnahme

Die Bestimmung der Partikelgrößenverteilungen (PGVs) mittels Laserbeugung kann in Kombination mit der Trockendispergierung auch große Probenmengen erfassen. Die Ergebnisse zeichnen sich durchweg durch eine hohe statistische Relevanz aus. Bei Messungen an probegeteilten Proben sind relative Standardabweichungen von $\sigma < 1\%$ heute üblich [3].

Will man solche Ergebnisse auf die Bildverarbeitung übertragen, sind sehr große Partikelanzahlen notwendig, da sich bei Anzahlstatistiken der relative Fehler der Partikelzahl pro Klasse reziprok zur Wurzel der Teilchenzahl verhält. Die Ergebnis-PGV wird häufig massen- oder volumenbezogen benötigt, um eine direkte Vergleichbarkeit mit anderen Messverfahren (Siebung, Laserbeugung etc.) zu ermöglichen. Solche $Q_3(x)$ -Verteilungen werden maßgeblich durch die Partikel am groben Ende der Verteilung beeinflusst, da die Masse mit der dritten Potenz der Partikelgröße wächst ($m \sim x^3$). Möchte man die Standardabweichung für die gesamte PGV unter 1% bringen, gilt dieses besonders für die größte Klasse [4], d.h. dort müssen mindestens 10.000 Partikel gemessen worden sein, denn:

$$\sigma = \frac{\sqrt{10.000}}{10.000} = \frac{100}{10.000} = 1\%$$

Für die Gesamtverteilung ergeben sich typisch zu messende Partikelanzahlen von $> 10^6$ Partikeln. Bei 10 bis 100 Partikeln pro Bild müssten also 10^4 bis 10^5 Bilder in kurzer Zeit vermessen werden. Bei den heute üblichen 30 Bildern pro Sekunde (fps) ergäben sich Messzeiten von bis zu 3.333 s, d.h. knapp einer Stunde. Es müssen also wesentlich höhere Bildraten zum Einsatz kommen, wie sie etwa heutige Hochgeschwindigkeitskameras liefern.

Die entstehende Datenmenge ist allerdings gewaltig. Schon eine 1 M-Pixel-Kamera liefert bei 100 fps und 8 Bit Auflösung 100 Mbyte/s, die aufgezeichnet und per Software analysiert werden müssen. Der Qualität der Bilder kommt dabei eine entscheidende Bedeutung zu, wenn man den Rechenaufwand für die Analyse in Grenzen halten will:

1. Die Partikel sollten sich nicht überlappen, um aufwändige Separationsalgorithmen zu vermeiden, d.h. die Partikel sollten optimal *dispergiert* sein.
2. Die Partikel sollten möglichst materialunabhängig mit hohem Kontrast abgebildet werden, um die Bestimmung der Partikelkanten zu vereinfachen.

3 Konzeption

Die Vorüberlegungen führten zu einem neuartigen auf dynamischer Bildverarbeitung basierenden Messsystem, das auf der POWTECH/PARTEC 2004 in Nürnberg unter dem Handelsnamen QICPIC der Öffentlichkeit vorgestellt wurde [5]. Dabei kam zur Partikelvereinzelung erstmalig der für die Laserbeugung entwickelte, äußerst leistungsfähige und etablierte Trocken-Dispergierer RODOS [6] zum Einsatz.



Abb. 4: Seitenansicht des Trocken-Dispergierers RODOS, wie er für das Laserbeugungssystem HELOS gebräuchlich ist (links). Der vollständig dispergierte Aerosolstrahl passiert die Messzone und leuchtet im Laserlicht (rechts).

Dieser kombiniert zur Dispergierung Partikel-Partikel- und Partikel-Wandstöße sowie Zentrifugalkräfte aufgrund von Geschwindigkeitsgradienten in einer Scherströmung. Die zugeführte

Energie führt jedoch zu Partikelgeschwindigkeiten von bis zu 100 m/s, die bei üblichen Belichtungszeiten von $1/10.000 \text{ s} = 100 \mu\text{s}$ eine Bewegungsunschärfe von 10 mm zur Folge hätte.

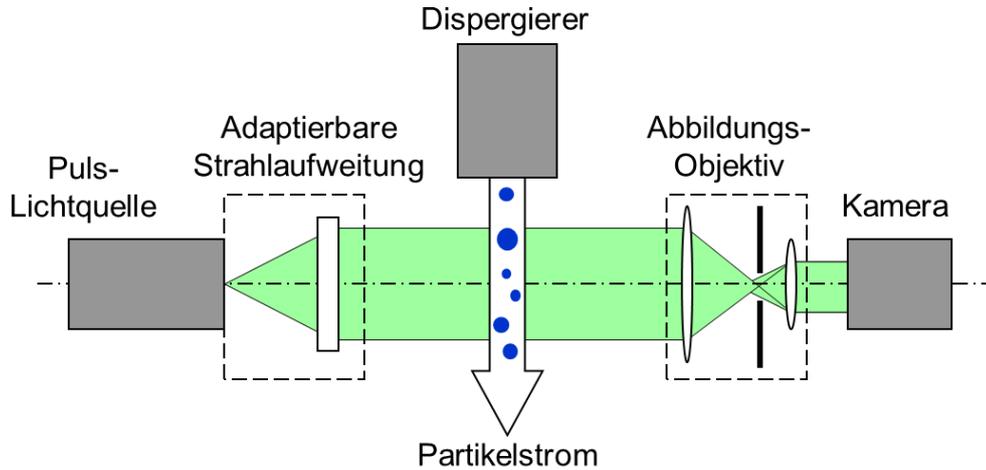


Abb. 5: Aufbau des dynamischen Bildanalyseystems QICPIC mit Pulslichtquelle, adaptierbarer Strahl-aufweitung, Dispergierer, Objektiv und Hochgeschwindigkeits-Kamera, wie es erstmals auf der POWTECH/ PARTEC 2004 vorgestellt wurde. Das System arbeitet mit doppelt telezentrischer Abbildung im Durchlicht.

3.1 Pulslichtquelle

Herzstück des Messsystems ist daher eine neuentwickelte *Pulslichtquelle*, die es gestattet, eine zur Belichtung eines Bildes ausreichende Lichtmenge (ca. 0.15 nJ/Puls) im sichtbaren Bereich bei 532 nm in weniger als 1 ns abzugeben. Die Pulslichtquelle ermöglicht einstellbare Repetitionsraten von 5 bis 500 Hz mit geringem Jitter und hoher Konstanz der Einzelpulsenergien. Partikel mit 100 m/s bewegen sich in 1 ns gerade einmal 100 nm weit. Die Bewegungsunschärfe liegt damit weit unter der optischen Auflösungsgrenze. Diese Lichtquelle gestattet auch bei hohen Partikelgeschwindigkeiten eine *quasi-statische* Bildanalyse.

3.2 Abbildung

Die Abbildung der Partikel erfolgt in Durchlicht, um für die Partikelgrößen und Formbestimmung einen möglichst hohen Kontrast zu erzielen. Zur Abbildung kommen verschiedene telezentrische Objektive mit unterschiedlichen Vergrößerungen zum Einsatz, die über ein Karussell vor die Kamera geschwenkt werden und den jeweiligen Messbereich definieren. Gegenüber einem normalen Objektiv bietet ein telezentrisches Objektiv den Vorteil, dass sich die Bildgröße nicht bei Veränderung des Abstandes der Objekte (der Partikel) zum Objektiv ändert. Dadurch wird eine präzise Größenbestimmung auch bei ausgedehnten Aerosolen und Suspensionen möglich.

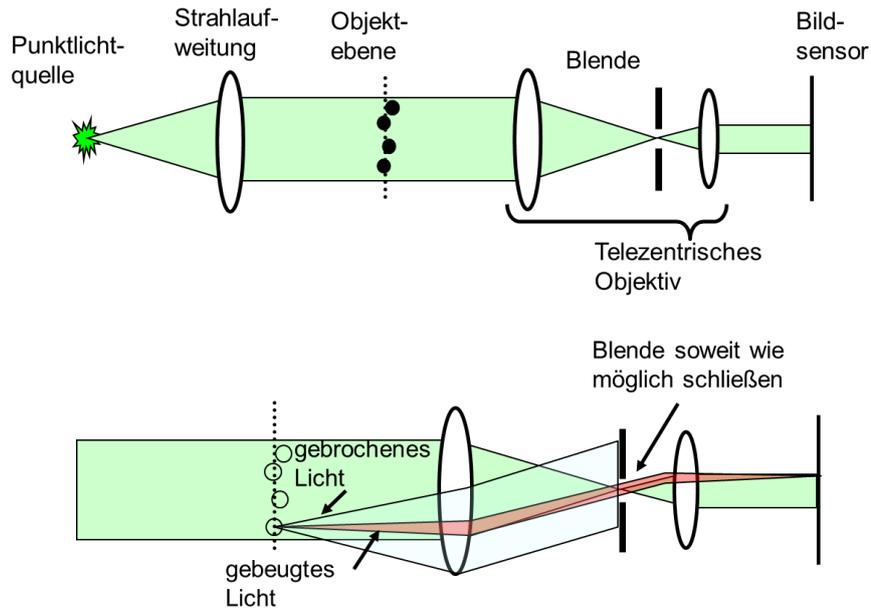


Abb. 6: Die telezentrische Beleuchtung in Kombination mit der telezentrischen Abbildung unterdrückt Licht, das nicht parallel zur optischen Achse ausgerichtet ist. Dadurch gelangen Streulicht, reflektiertes und in den Partikeln gebrochenes Licht nicht zur Kamera.

Zu dem gelangt durch die in der Brennebene eingesetzte Blende nur Licht zur Kamera, das sich parallel zur optischen Achse ausbreitet. Folgerichtig wird auch mit parallel zur optischen Achse ausgerichtetem Licht beleuchtet. Dadurch wird nicht nur der negative Einfluss von Streulicht auf den Bildkontrast weitgehend unterdrückt. Entscheidender ist, dass durch diese doppelt telezentrische Anordnung an den Partikeln reflektiertes oder in transparenten Partikeln gebrochenes Licht die Blende nicht mehr passieren kann, weshalb selbst kaum sichtbare, hochtransparente Partikel mit geringem Brechungsindexunterschied zur Umgebung, schwarz abgebildet werden. Durch diese Maßnahme wird der Kontrast erheblich gesteigert.

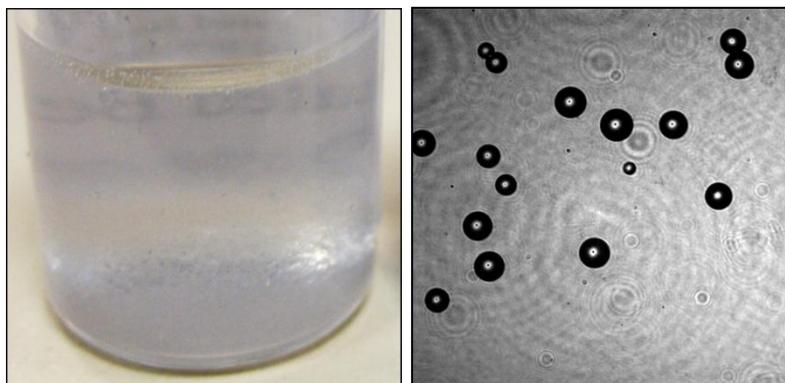


Abb. 7: Links: Hochtransparente, kugelförmige Gel-Partikel; rechts: Graustufenbild dieser Partikel, die aufgrund der telezentrischen Abbildung schwarz dargestellt werden. Lediglich Licht durch das Zentrum der Partikel durchdringt diese ohne Ablenkung. Es kann somit die Blende passieren und erzeugt eine hellen Lichtpunkt in der Partikelmittle.

Auch die doppelt telezentrische Abbildung unterliegt gewissen Limitierungen. So kann man die Blendenöffnung nicht beliebig klein machen, da jede Beschränkung des Fourier-Raumes bei der Rekonstruktion des Bildes zu einer Vergrößerung der Unschärfe führt. Es ist also ein geeigneter Kompromiss zwischen optimaler Unterdrückung von Störeinflüssen und optimaler Abbildung zu finden.

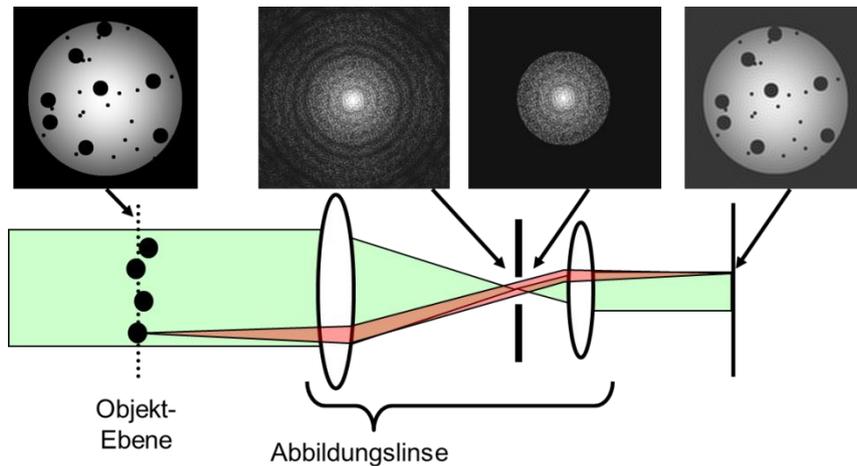


Abb. 8: Einfluss der Blende auf die Abbildungsqualität des telezentrischen Objektivs: Von links nach rechts; Originalbild - Beugungsbild erzeugt durch die erste Abbildungslinse - der äußere Bereich wird durch die Blende beschnitten – die Rücktransformation durch die zweite Linse zeigt die Partikel mit leichten ringförmigen Artefakten.

Auch lässt sich dadurch nicht die bereits aus der Mikroskopie bekannte Problematik überwinden, dass die mögliche Schärfentiefe mit zunehmender Vergrößerung stark abnimmt. Dadurch werden enge Küvetten an der unteren Messbereichsgrenze notwendig, will man unscharfe Partikel vermeiden. Zur Beurteilung des Auflösungsvermögens werden aufgedampfte Testmuster verwendet.

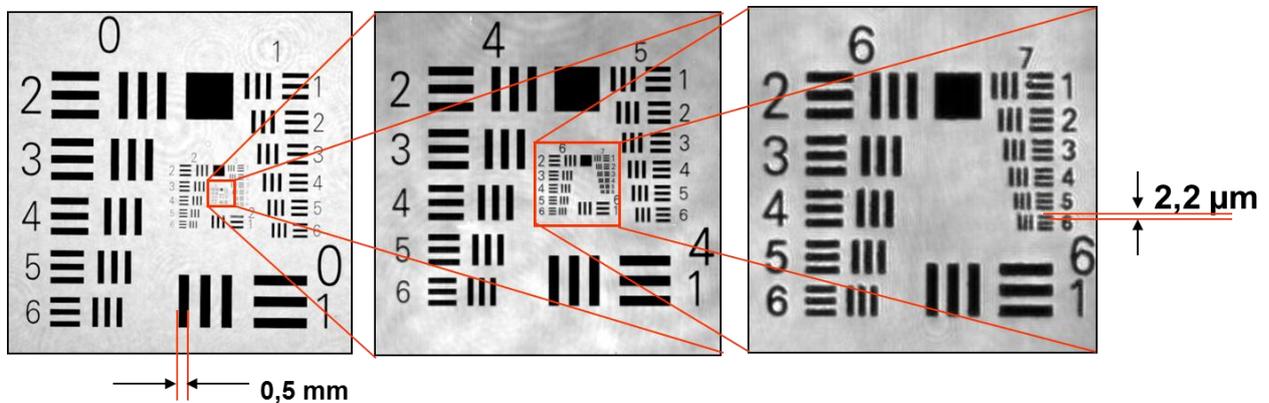


Abb. 9: Die Abbildung des Testmusters (USAF resolution target (positive pattern)) mit dem QICPIC M3-Objektiv zeigt, dass bei 10-facher Vergrößerung noch Strukturen unter $2,2\mu\text{m}$ aufgelöst werden können.

Der Tiefenschärfebereich ist an der Messbereichsuntergrenze so stark reduziert, dass enge Küvetten mit Spaltweiten von typisch 50 μm zum Einsatz kommen.

3.3 Adaptierbare Strahlaufweitung

Abhängig von der Vergrößerung der Objektive verändert sich die abgebildete Fläche. Bei konstanter Beleuchtung würde die Lichtmenge, die der Kamerasensor erhält, quadratisch mit der Vergrößerung abnehmen und betrüge bei 10-facher Vergrößerung gerade einmal 1% der ursprünglichen Lichtmenge. Die adaptierbare Strahlaufweitung kann den Durchmesser des Beleuchtungsstrahls stufenlos von 1 mm bis 45 mm an den jeweilig abgebildeten Objektbereich anpassen, wodurch die Lichtmenge auf der Kamera nahezu konstant bleibt.

3.4 Bilderfassung

Die Bilderfassung erfolgt mittels einer Video-Kamera, deren Bildaufnahme mit der Pulslichtquelle synchronisiert ist, um Doppelbelichtungen zu vermeiden. In der 2004 erstmals vorgestellten Generation des QICPIC kommt eine CMOS-Kamera zum Einsatz, die über 1024x1024 quadratische Pixel mit 10 μm Kantenlänge verfügt und bis zu 450 Bilder pro Sekunde (fps) mit 8 Bit Auflösung erfassen kann. Die Kamera erzeugt somit 450 Mbyte/s an Daten, ein Datenvolumen, das bei seiner Einführung die Möglichkeiten der damaligen PCs weit überstieg. So stellte insbesondere der PCI-Bus mit seinen 33 MHz Taktfrequenz bei 32 Bit Datenbreite entsprechend 128 Mbyte/s das Nadelöhr dar, welches den Datendurchsatz begrenzte. Als Ausweg blieb nur, wenn man die hohen Bildraten erreichen wollte, eine Datenreduktion bereits in der Kamera vorzunehmen. Durch den Einsatz sehr leistungsfähiger Signalprozessoren gelang es, die Hintergrundmittelwertbildung und -subtraktion, die Schwellwertberechnung, Binarisierung und verlustfreie Komprimierung in weniger als 2 ms entsprechend 450 fps zu implementieren und dadurch den Datenstrom auf etwa < 30 MByte/s zu begrenzen. Diese Daten wurden serialisiert und über ein proprietäres 1,25 GBit/s-Interface über eine Zweidrahtleitung einem speziellen PCI-Bus-Interface zugeführt, das über direkte Speicherzugriffe die Daten im PC abspeicherte, ohne dessen CPU nennenswert zu belasten.

Die heute verfügbaren PCs verfügen mit ihrem PCIe-Bus über ausreichende Bandbreiten, um auch große Datenmengen zu verarbeiten. Schon die 1.0/1.1-Version des PCIe erlaubt 2,5 G-Transfers/s pro Lane entsprechend 250 Mbyte/s. Bis zu 32 Lanes können kombiniert werden entsprechend 8000 MByte/s. Die aktuell verfügbaren PCIe 2.0-Versionen verdoppeln die Taktrate auf 2,5 GHz und damit nochmals den Datendurchsatz. Der Flaschenhals ist heute die Verbindung zur Kamera. Etablierte industrielle Lösungen, wie der CameraLink™ bringen es immerhin schon auf 680 MByte/s bei 8 bzw. 850 MByte/s bei 12 seriellen Verbindungen. Einen Ausweg

bietet das erstmals 2008 vorgestellte und 2010 standardisierte CoaXPress-Interface [7], das über 1 bis 4 75-Ohm-Koaxialkabel jeweils maximal 6,25 GBit/s bis zu 68 m weit übertragen kann. In der maximalen Ausbaustufe stehen daher 25 GBit/s entsprechend 3,125 GByte/s als Transferrate zur Verfügung. Die auf der POWTECH 2013 erstmals vorgestellte QICPIC/R-Generation verwendet CoaXPress und ermöglicht damit die Erweiterung der Hochgeschwindigkeitskamera von 1 MPixel auf 4 MPixel bei bis zu 500 fps, und das erstmals bei Übertragung der vollen Graubildinformation statt der zuvor verwendeten Binärbildübertragung. Da gemäß ISO-Standard über die Koaxialkabel auch die Stromversorgung der Kamera erfolgt und zudem ein 20,833 MBit/s Rückkanal vorgesehen ist, um Kamera-Parameter zu setzen und Erfassungsbereiche (Regions of Interest, ROIs) zu definieren, können zukünftige Kameragenerationen leichter an QICPIC/R adaptiert werden.

3.5 Bildverarbeitung

Die Auswertung der Bilder findet nunmehr ausschließlich im PC statt, wodurch leistungsfähigere Binarisierungsverfahren möglich wurden. Die binarisierten Daten werden verlustfrei komprimiert und mit den jeweiligen Messbedingungen bereits während der Messungen als „Filme“ in der WINDOX-Datenbank abgelegt. Dadurch ist es möglich, auch sehr lange Messzeiten mit mehr als 10^8 Partikeln zu realisieren. Da auch die Positionen gespeichert werden, lässt sich nicht nur das Abbild jedes einzelnen Partikel sondern auch deren Anordnung im Bild jederzeit rekonstruieren und zur Anzeige zu bringen.

4 Bildanalyse

Die eigentliche Bildanalyse findet auf Basis der in der Datenbank in den jeweiligen Filmen gespeicherten einzelnen Binärbilder statt. Die Ergebnisse werden ebenfalls in der Datenbank gespeichert und können in Form von Tabellen und Grafiken mit wählbaren Inhalten und definierbaren Layouts zu Anzeige gebracht werden. Für die Analyse steht eine ständig wachsende Anzahl von Auswertoptionen zur Verfügung. Derzeit sind folgende Auswertungen implementiert:

4.1 Partikelgröße

Die gebräuchlichste Definition der Partikelgröße ist der *projektionsflächengleiche Kreis*.

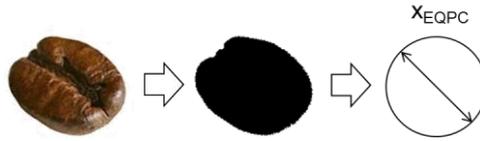


Abb. 10: Die Projektionsfläche A des Partikels und damit des flächengleichen Kreises wird bestimmt. Die Partikelgröße berechnet sich dann zu:

$$x_{EQPC} = \sqrt{\frac{4A}{\pi}}$$

Daneben haben sich die *Feret-Durchmesser* etabliert. Sie sind gleichermaßen die Längen, die man mit einer Schieblehre bestimmen würde. Es gibt mehrere Feret-Durchmesser: Der minimale, der maximale und der mittlere Feret-Durchmesser, z.B. bei Mittelung über 20 Winkel. Löcher im Inneren haben keinen Einfluss auf das Ergebnis.

Verbreitet ist auch das *umschließende Rechteck*. Hier werden maximales und minimales Rechteck unterschieden.

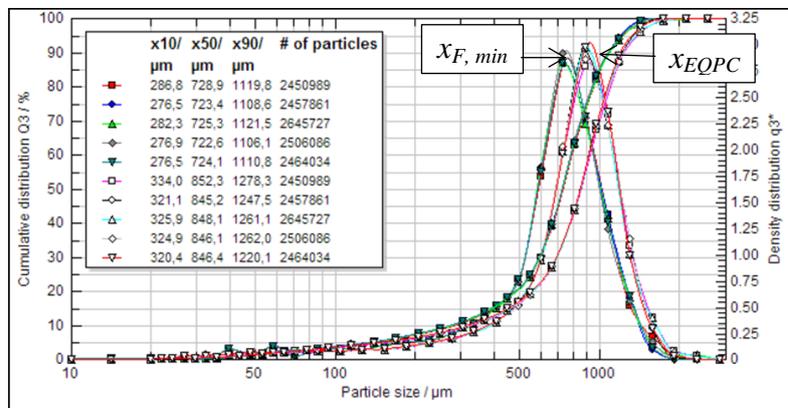
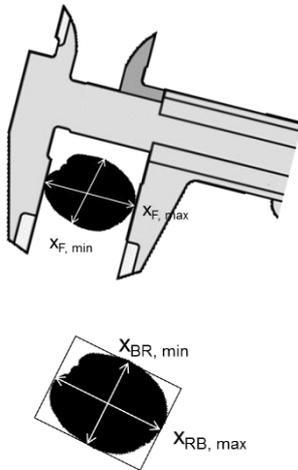


Abb. 11: Links oben ist die Definition zweier Durchmesser, des maximalen $x_{F,max}$ oder der minimalen $x_{F,min}$ Feret-Durchmessers dargestellt, links unten die Definition der beiden Größen des umschließenden Rechtecks; rechts ist als Beispiel eine QICPIC-Messungen dargestellt, die einmal als x_{EQPC} und einmal $x_{F,min}$ als minimaler Feret-Durchmesser für Kaffeepulver dargestellt.

4.2 Formparameter

Für die verschiedenen Applikationen wurde im Laufe der Zeit eine Vielzahl von Formparametern entwickelt. Die Definition der gebräuchlichsten wurde inzwischen durch die ISO standardisiert [8]. Ihr Wertebereich liegt einheitlich zwischen 0 und 1. Hierzu zählen das *Seitenverhältnis*, das sich über den Quotienten aus minimalem und maximalem Feret-Durchmesser definiert ist,

und die *Sphärizität*, die den Umfang des projektionsflächengleichen Kreises zum realen Umfang ins Verhältnis setzt.

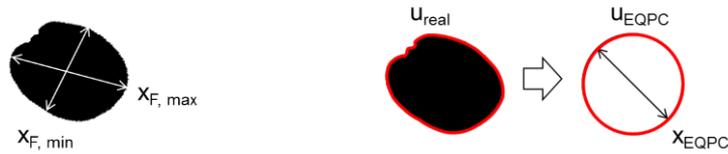


Abb. 12: Links zeigt die Definition des Seitenverhältnisses: $\psi_a = x_{F, \min} / x_{F, \max}$; rechts die Definition der Sphärizität: $\psi_s = u_{EQPC} / u_{real}$

Zu den komplexeren Formparametern zählen die Konvexität und die Elongation.

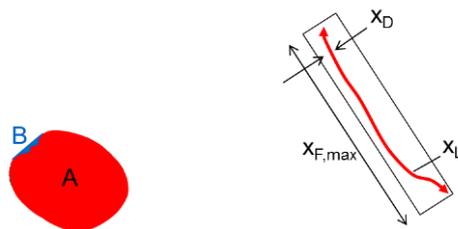


Abb. 13: Erläuterungen zu der Bestimmung von Konvexität (links) und Elongation (rechts).

Die *Konvexität* ist definiert durch die beiden Flächenanteile A und B:

$$\psi_c = \frac{A}{A+B} = 1 - \frac{B}{A+B}$$

Die Elongation berechnet sich aus dem Quotienten des Faserdurchmessers x_D zur Faserlänge x_L . Ferner gibt es den Begriff der *Geradheit* (Straightness), der sich aus dem Quotienten des maximalen Feret-Durchmessers und der Faserlänge ergibt: $\psi_{sn} = x_{F, \max} / x_L$.

4.3 Analyse von Fasern

In den vorangehenden Definitionen der Formparameter wurden die Begriffe Faserlänge x_L und Faserdurchmesser x_D verwendet. Die Analyse von Fasern ist ein wichtiges Gebiet der Bildanalyse. Die nachfolgende Abbildung macht jedoch die Komplexität der Aufgabe deutlich. Die Fasern sind nämlich zur Analyse zunächst zu *dispergieren*.

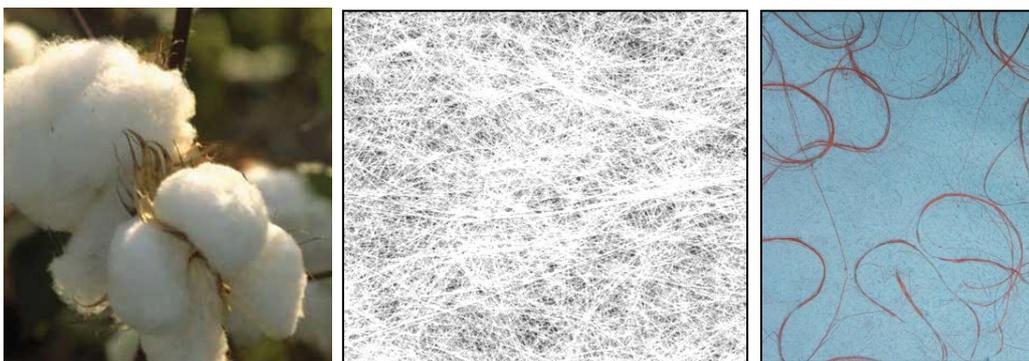


Abb. 14: Fasern in verschiedener Ausprägung: Baumwolle, Filz und Tierhaare, von links nach rechts.

Der nächste Schritt ist dann die *Skeletonisierung*, um die Mittellinie der Fasern zu ermitteln. Da Fasern sehr komplexe Topologien haben können, benötigt man leistungsfähige Skeletonisierungsalgorithmen, die einerseits die Originalsymmetrie wiedergeben, andererseits geschlossene Linien liefern. Ein leistungsfähiger Algorithmus wurde 2006 für den QICPIC implementiert [9]. Die Auswertung erfolgt in mehreren Stufen, wie im nächsten Abbild dargestellt ist.

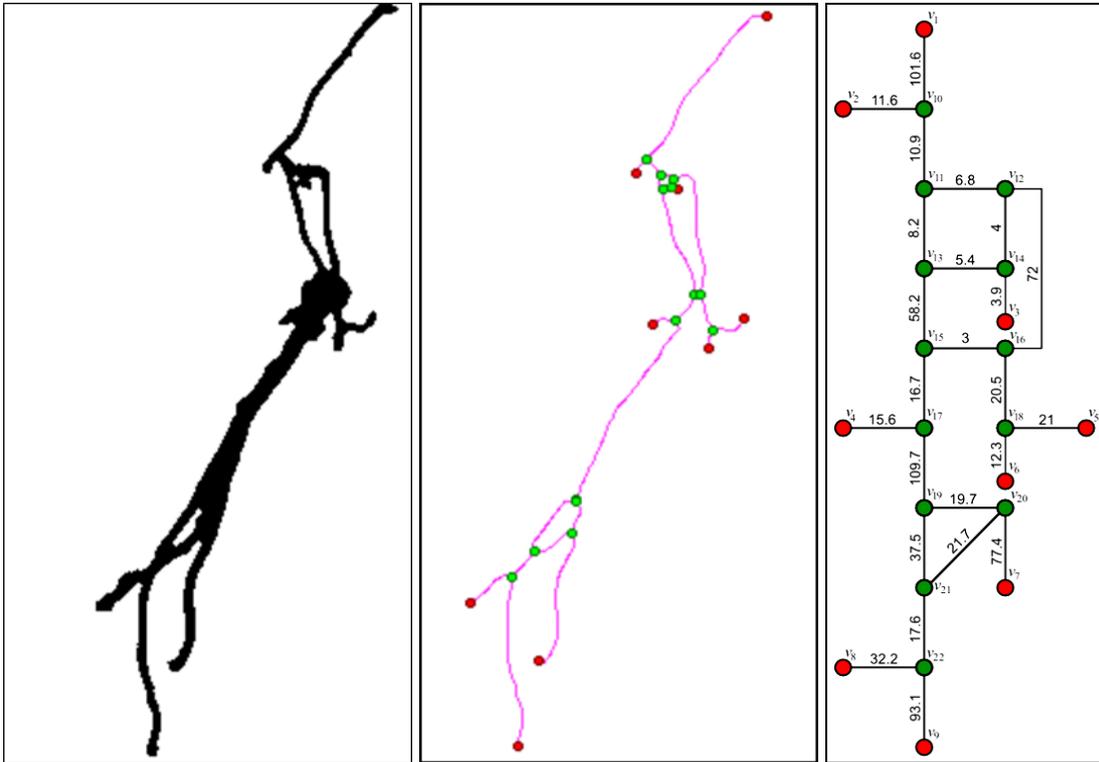


Abb. 15: Ausgehend von der Projektionsfläche der Faser (links) erfolgt die Skeletonisierung nach Ahmed & Ward, dann werden alle Endpunkte und Abzweigungen bestimmt, schließlich die Längen d_i zwischen den Punkten über Polygonzüge ermittelt (mitten) und das Faserskelett mittels des Dijkstra Algorithmus [9] in einen Graphen überführt (rechts). Die Zahlenangaben sind die jeweiligen Längen der Teilstücke in Mikrometer.

Die eigentliche Auswertung erfolgt dann mittels Graphentheorie, z.B. um den längsten Weg zwischen allen Endpunkten zu finden. Die Faserlänge x_L ist dann die kürzeste Verbindung zwischen den entferntesten Endpunkten. Die Faserdicke x_D ergibt sich aus dem Quotienten der Gesamtprojektionsfläche und der Summe aller Längen der Segmente d_i .

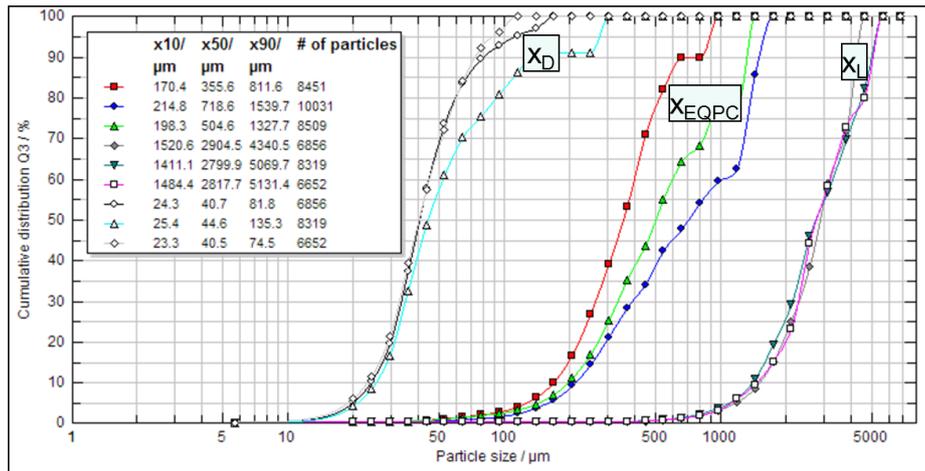


Abb. 16: Exemplarisch dargestellt sind die Volumenverteilungen $Q_3(x)$ für die verschiedenen Längenparameter x_D (Durchmesser der Fasern), x_{EQPC} (projektionsflächengleicher Kreisdurchmesser) und x_L (Länge der Fasern).

5 Ergebnisse am Beispiel von QICPIC

5.1 Lösungen für das Laborumfeld: QICPIC

Auf Basis der vorgestellten Konzeption wurde das Bildverarbeitungssystem QICPIC auf der AICHEMA 2003 erstmals präsentiert [4] und seitdem kontinuierlich weiterentwickelt. Neben der Trockendispergierung (RODOS und GRADIS) wurde auch die Nassdispergierung (MIXCEL, LIXELL, die Kombination von Trocken und Nassdispergierung (OASIS) in einem Gerät sowie eine Speziallösung für Fasern (FIBROS) implementiert. Der Messbereich wurde nach oben und unten erweitert und umfasst heute 0,5 µm bis 30.000 µm in mehreren Messbereichen auf Binärbildebene.

5.1.1 RODOS

Der Trockendispergierer RODOS gehörte neben dem Schwerkraftdispergierer GRADIS zu den ersten Dispergiersystemen, die 2003 mit dem QICPIC kombiniert wurden. Der QICPIC verfügt eine offene Messzone zur Aufnahme der verschiedenen Dispergiersysteme. Auf der linken Seite des Gehäuses befinden sich die Pulslichtquelle und die adaptierbare Strahlaufweitung, also gewissermaßen das „Blitzlicht“. Auf der rechten Seite finden sich der Objektiv-Revolver für die verschiedenen Messbereiche und die Hochgeschwindigkeitskamera samt der Mechanik, die das jeweilige Objektiv und die Kamera in die zugeordnete Messposition bringen.



Abb. 17: Links: Hochgeschwindigkeits-Bildanalyse-Sensor QICPIC mit Trockendispergierer RODOS und Vibrationsdosierer VIBRI (oben links). Die Partikel werden die Rinne entlang gefördert, fallen in den zylinderförmigen Trichter, passieren die Dispergierstrecke des RODOS; rechts: Blick in die geöffnete Messzone des RODOS. Die Partikel verlassen dispergiert den Injektor an der roten Spitze, werden von links mit 1 ns-Pulsen beleuchtet und von dem runden Objektiv rechts auf den Kamera-Chip innerhalb des QICPIC-Gehäuses abgebildet.

Die Dispergierwirkung ist exemplarisch im nachfolgenden Binärbild dargestellt.

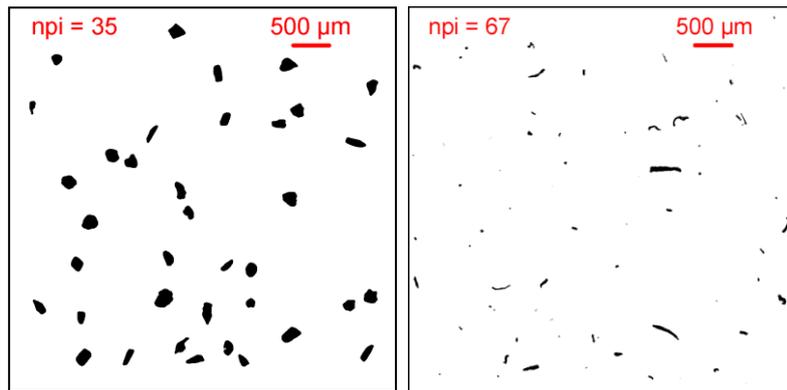


Abb. 18: Alle Partikel sind vollständig voneinander getrennt. Das gilt für SiC-Partikel ebenso (links) wie für schwieriger zu dispergierende Methylzellulosefasern (rechts), n_{pi} bezeichnet die Anzahl der Partikel im Bild.

Trotz der hohen Bilderfassungsrate gelingt es aufgrund der hohen Austrittsgeschwindigkeiten des RODOS nicht, alle Partikel zu erfassen. Über den gemessenen Volumenstrom \dot{V} und die Austrittsfläche A kann man die Austrittsgeschwindigkeit v_p mit etwa 70m/s abschätzen.

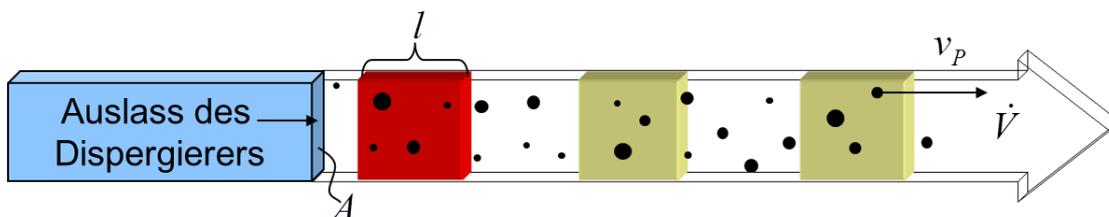


Abb. 19: Schematische Darstellung zur Berechnung des erfassten Probenanteils bei der Trockendispergierung mittels RODOS..

$$v_p = \frac{\dot{V}}{A} = \frac{3.9l/s}{4 \cdot 14mm^2} \approx 70m/s$$

$$v_f = f \cdot l = 400Hz \cdot 2 \cdot 10^{-2}m = 8m/s$$

$$m_Q = \frac{v_f}{v_p} \cdot m = 11,4\% \cdot 25g = 2.85g$$

Mit einem 2:1-(Object/Bild)-Objektiv mit einer abgebildeten Fläche von 2 cm x 2 cm und einer Bildfolgefrequenz von z.B. 400 Hz erreicht man eine Bildabdeckungsgeschwindigkeit von 8 m/s. Die dazwischen austretenden Partikel werden nicht erfasst. Die erfasste Probenmasse m_Q bestimmt sich über das Verhältnis der beiden Geschwindigkeiten zu 11,4%. Bei 25 g Aufgabemasse werden somit 2,85 g erfasst. Das System arbeitet also wie ein hochpräziser, optischer Probeteiler und gestattet es, sehr große Probenmengen repräsentativ zu vermessen.

Die so erfassten Partikel werden jedes für sich in der Datenbank gespeichert und können jederzeit als Einzelbild, Film oder Partikelgalerie zur Anzeige gebracht werden. Dabei besteht die Möglichkeit, die Ausgabe nach diversen Kriterien zu filtern.

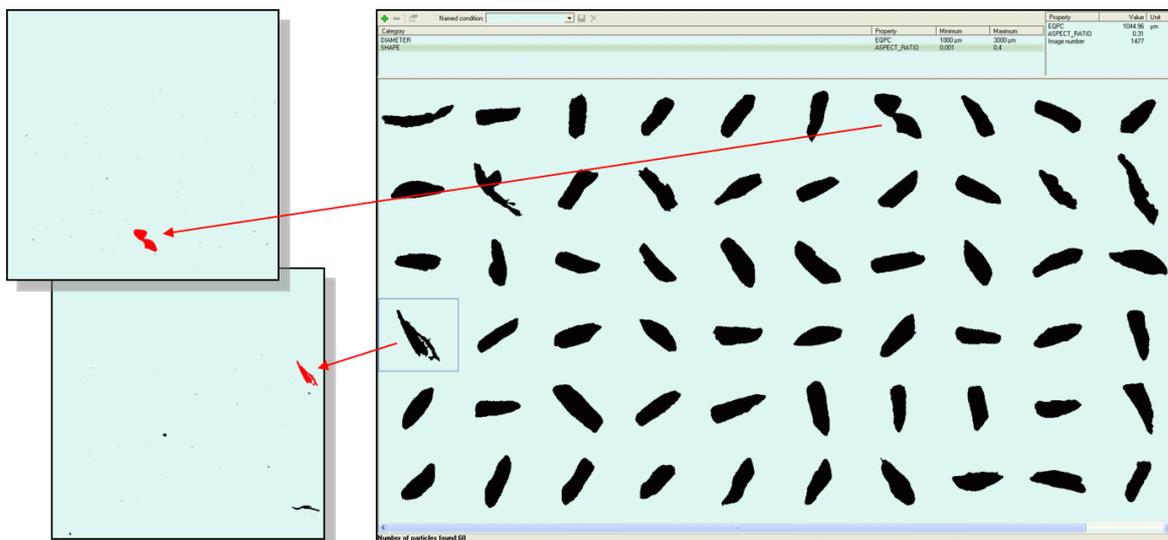


Abb. 20: Beispiel einer Galerie-Ausgabe: Angezeigt werden nur Partikel mit $1000\mu m < x_{EQPC} < 3000\mu m$ und einem Seitenverhältnis ψ_s innerhalb von 0,001 bis 0,4, d.h. alle großen Flocken des Kaffeepulvers werden dargestellt. Links sind die zugehörigen Bilder während der Bilderfassung dargestellt.

Im vorliegenden Fall wurden in 2.464.034 Partikeln gerade einmal 60 Flocken gefunden. Die WINDOX-Software gestattet es, über einen Doppelklick auf ein einzelnes Partikel ein Fenster zu öffnen, welches das Bild mit dem entsprechenden Partikel zum Zeitpunkt der Messaufnahme zeigt. Die Wahrscheinlichkeit, dass es sich bei dem oberen Partikel um zwei sich überlagernde Partikel handelt, ist bei der hohen Partikelanzahl und geringen Flockenanzahl sehr gering. Die Partikelsegmente hängen also noch zusammen.

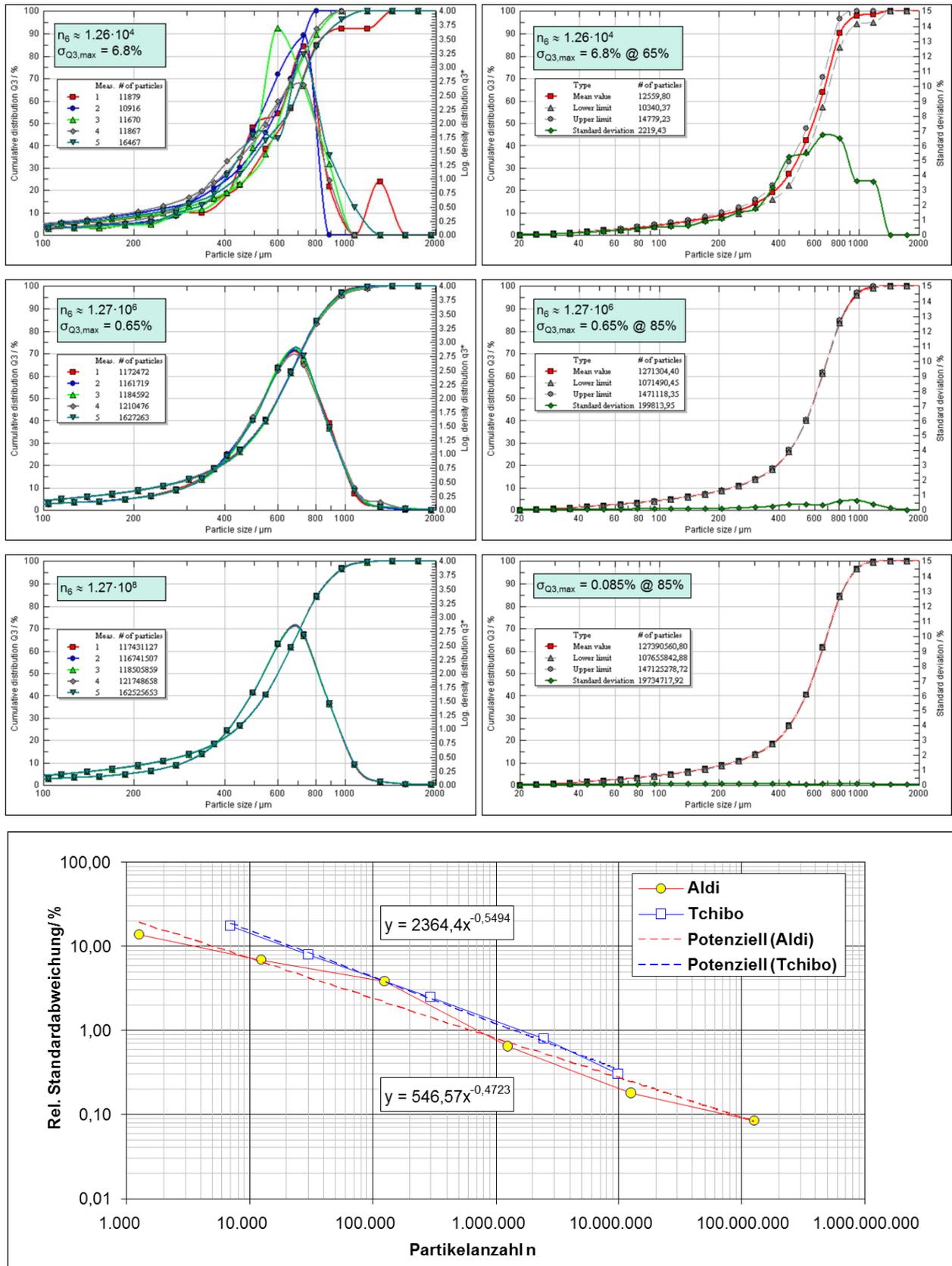


Abb. 21: Dargestellt sind jeweils 6 aufeinanderfolgende Messreihen mit unterschiedlichen Partikelanzahlen (links) sowie deren Mittelwerte und Standardabweichungen rechts. Unten ist die Standardabweichung als Funktion der Partikelanzahl für zwei verschiedene Kaffeesorten dargestellt. Es zeigt sich die prognostizierte Abhängigkeit der rel. Standardabweichung σ von der Wurzel der Partikelanzahl n : $\sigma \sim 1/\sqrt{n}$.

Die Bildfolgefrequenz gestattet es, in kurzen Zeiten große Probenmengen und damit hohe Partikelanzahlen zu vermessen. Die Ergebnisse dieser Analyse sind in Abb. 21 dargestellt. Dabei wurde die Partikelanzahl von Zeile zu Zeile jeweils um den Faktor 100 erhöht. Danach zeigt sich, dass bei $1,26 \cdot 10^4$ Partikeln die maximale relative Standardabweichung von $Q_3(x)$ bei etwa 6,8% liegt. Sie reduziert sich bei etwa 10^6 Partikeln auf 0,65% und erreicht damit die von der Laserbeugung bekannte Größenordnung. Bei $1,27 \cdot 10^8$ sinkt sie sogar auf 0,085%. Die Reziprozität der relativen Standardabweichung σ von der Wurzel der Partikelanzahl n wird dadurch bestätigt. Es gilt:

$$\sigma_{Q_3, \max} \approx \frac{1}{\sqrt{n}}$$

Bei 10^8 Partikeln wurde etwa 500 g Kaffee vermessen. Die Messzeit betrug bei 450 fps dafür etwa 30 Minuten.

Auch bei der Bestimmung der Formparameter spielt die Partikelanzahl eine gewichtige Rolle. Die Formparameter lassen sich als Verteilung (hier $Q_3(\psi_s)$) über dem Seitenverhältnis ψ_s darstellen oder als Funktion der Partikelgröße $\psi_s(x)$.

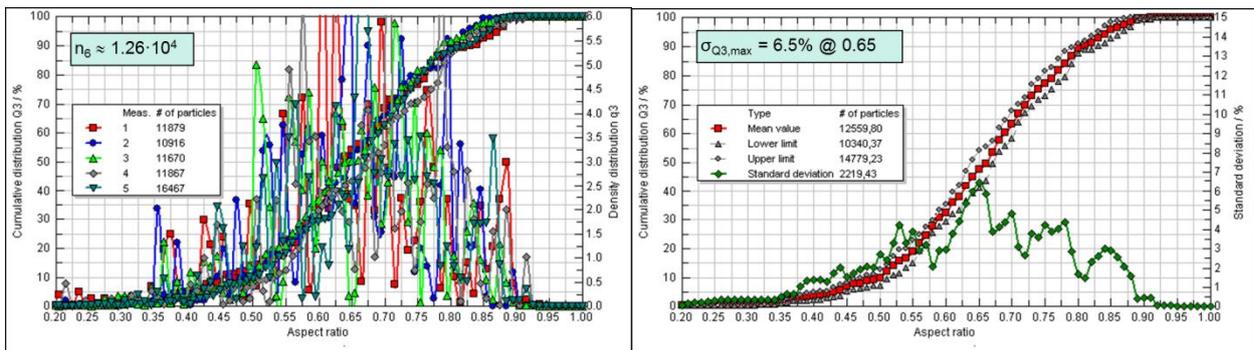


Abb. 22: Links zeigt die Darstellung der Volumenverteilung Q_3 des Seitenverhältnisses ψ_s von Kaffeepulver, rechts die zugehörige rel. Standardabweichung. Auch hier erhält man bei $1,26 \cdot 10^4$ Partikeln Werte für σ von 6,5%.

Erhöht man die Partikelanzahl drastisch, ergeben sich, wie zuvor, glatte Kurven, wenn auch mit einzelnen Spitzen. Diese Spitzen entstehen durch die quadratische Form der Pixel der Kamera und lassen sich einzelnen bevorzugten Pixelclustern zuordnen.

Hier zeigt sich, dass die Berechnung der Formparameter aus digitalen Bildern eine Mindestanzahl von Pixel erfordert. Sie liegt beim Seitenverhältnis ψ_s bei etwa 5 bis 7 Pixeln. Anderenfalls entstehen, anhängig vom verwendeten Algorithmus, durch die Geometrie der Pixel Artefakte.

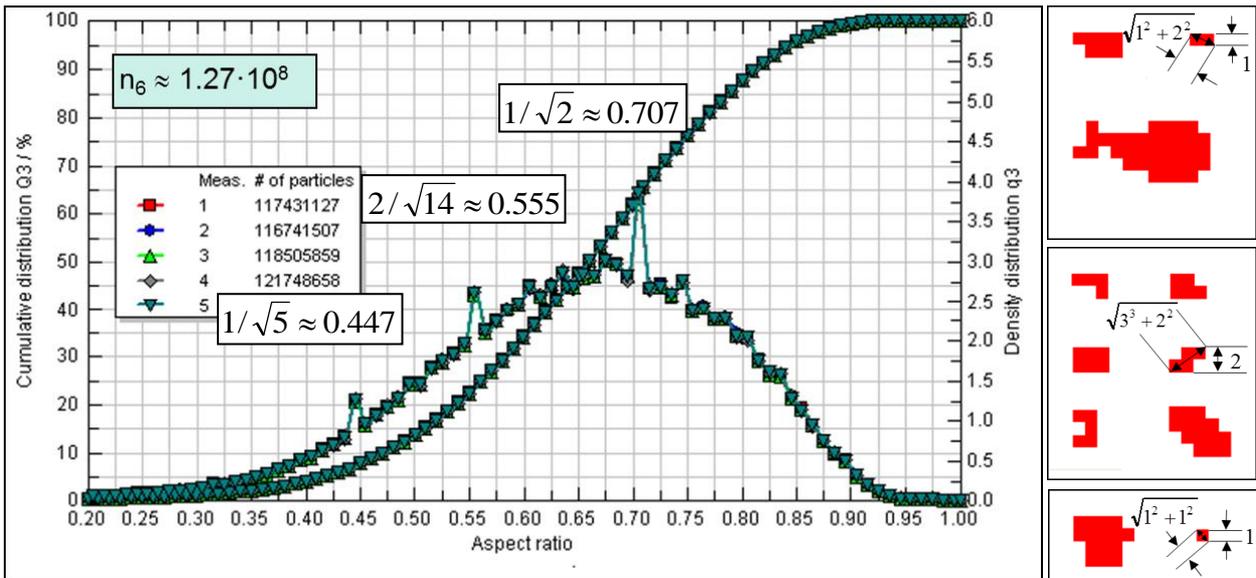


Abb. 23: Links die Darstellung der Volumenverteilung Q_3 des Seitenverhältnisses ψ_s von Kaffeepulver für mehr als 10^8 Partikel, rechts die zugehörigen Cluster.

5.1.2 GRADIS

Für schonend zu dispergierende Partikel wurde der Schwerkraftdispergierer GRADIS entwickelt. Er eignet sich für gut rieselfähige Partikel bis etwa 20 mm (Fasern bis 30 mm). Der Fallschacht ist mit einer Prallflächenkaskade ausgestattet. Die Austrittsöffnung kann durch Aufsätze an die Tiefenschärfeanforderungen der jeweiligen Messbereiche angepasst werden. Eine laminare Hüllströmung sorgt für saubere Optiken.

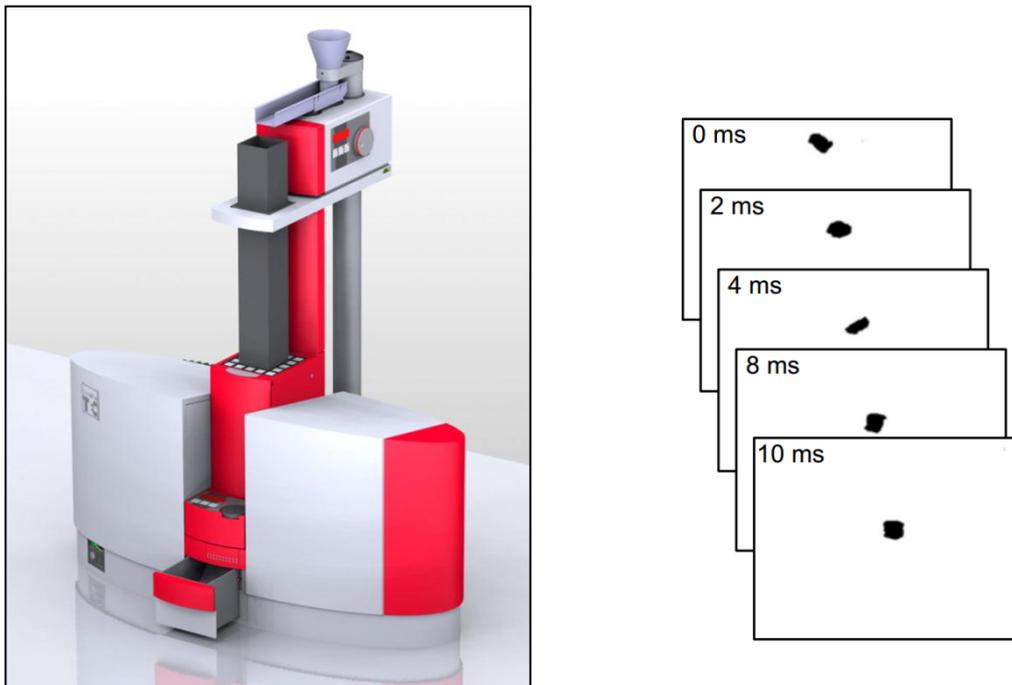


Abb. 24: Links: QICPIC mit GRADIS, unter ist die optional erhältliche Schublade (950 ml) zum Auffangen der Partikel zu sehen. Die Dosierung übernimmt der oben angebrachte Vibrationsdosierer VIBRI; links 5 aufeinanderfolgende Aufnahmen eines einzelnen fallenden Partikels.

Aufgrund der geringen Sinkgeschwindigkeit von etwa 2 m/s passieren die Partikel die Messzone nur langsam. Bei großen Messbereichen und hohen Bilderfassungsraten besteht die Möglichkeit, die einzelnen Partikel auch mehrfach zu vermessen und so verschiedene Ansichten ein und desselben Partikels von verschiedenen Richtungen zu erhalten.

5.1.3 FIBROS

FIBROS wurde speziell für die Dispergierung von Fasern entwickelt. Er sitzt quasi als Dosierer oben auf einem verkürzten Fallschachtdispergierer GRADIS (ohne Kaskaden). Seine einzigartige Dispergierwirkung für Fasern entsteht durch die Kombination einer rotierenden Bürste mit Karde, einem Standardlaborsieb, das von unten aus einer rotierenden Düse mit Druckluft angeblasen wird und einer schonenden Absaugung der dispergierten Partikel durch den GRADIS.

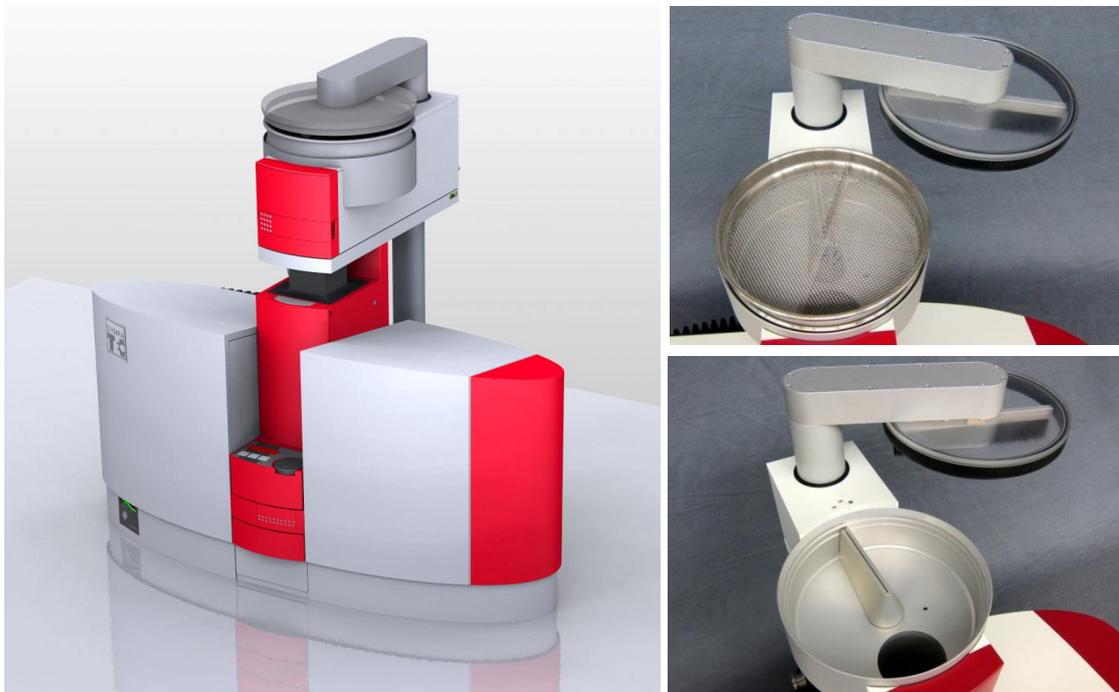


Abb. 25: Links zeigt die Ansicht des QICPIC mit dem Faserdispergierer FIBROS in der Messzone; rechts oben wurde der luftdicht abschließende Deckel zur Seite geschwenkt – man sieht die rotierende Bürste unter dem Deckel, die Nagelreihe der Karde sowie das Laborsieb, durch das die dispergierten Partikel gelangen müssen; rechts unten ist der rotierende Düsenpalt und die Absaugöffnung des GRADIS-Fallschachtes zu sehen.

Bürste, Karde und Siebmaschenweite, können manuell, die Drücke und Winkelgeschwindigkeiten von Bürste und Düse per Software den jeweiligen Applikationen angepasst werden. Eine mögliche Aufgabenstellung für den FIBROS war die Dispergierung der nachfolgend dargestellten groben Holzwolle.



Abb. 26: Links das Aufgabegut (Holzwolle), rechts ein Binärbild der mit FIBROS dispergierten Fasern.

Für das vorstehend dargestellte Faserknäuel ergeben sich mit QICPIC und FIBROS folgende Ergebnisse:

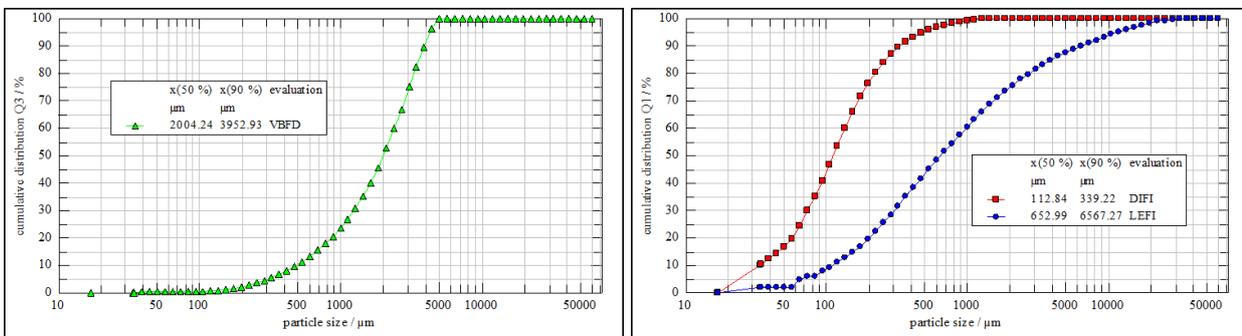


Abb. 27: Links die Volumenverteilung $Q_3(x)$ als Funktion des volumenbasierten Faserdurchmessers. Die mittlere Fasergröße (x_{50}) liegt bei 20 μm . Rechts die zugehörige Faserlängen- ($LEFI=x_L$) und -durchmesserverteilung ($DIFI=x_D$).

Trotz der geringen Partikelanzahl ergeben sich glatte, gute reproduzierbare Kurven.

5.1.4 MIXCEL

Die MIXCEL ist ein neuartiges Nassdispergiersystem, welches insbesondere für die Bedürfnisse der Bildverarbeitung entwickelt wurde. Die Dispergierung wird durch einen US-Wandler mit einstellbarer Leistung unterstützt. Die integrierte Hochleistungszentrifugalpumpe der MIXCEL versorgt auch engste Küvetten selbst bei hoher Viskosität mit ausreichendem Volumenstrom. Eine spezielle Rühreranordnung sorgt für optimale Durchmischung selbst bei Partikeln bis 3 mm Durchmesser und hoher Dichte. Dadurch werden neben der Partikelgröße auch die Mengenanteile von Mischungen mit breitverteilten Proben mit hoher Präzision wiedergegeben.

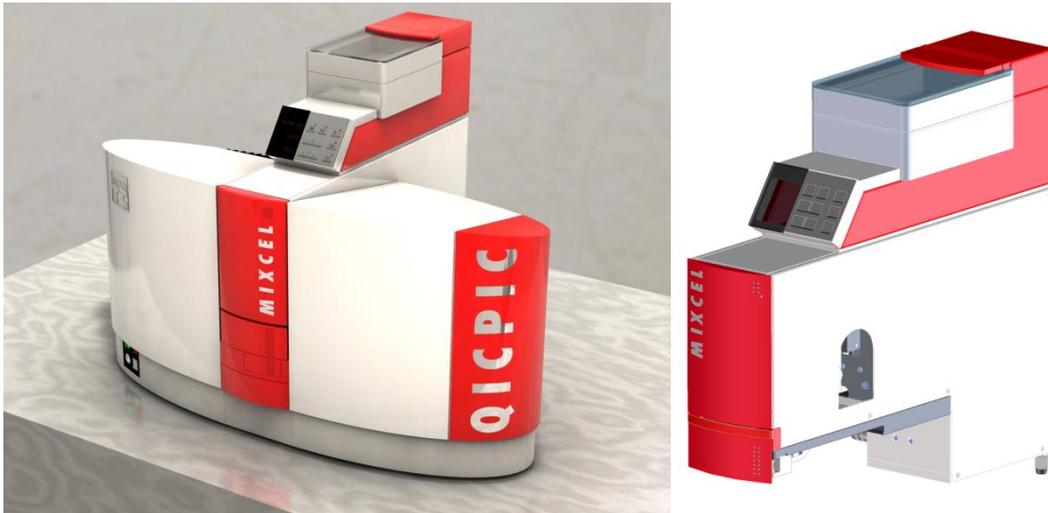


Abb. 28: Links der universelle Nassdispersierer MIXCEL integriert im QICPIC; rechts: Seitenansicht auf die MIXCEL mit 500 ml / 1000 ml Becken (oben) und Anzeige und Bedieneinheit.

Für die verschiedenen Messbereiche sind Küvetten mit Spaltweiten von 30 μm bis 6 mm verfügbar. Der Küvetten-Typ wird drahtlos über ein funkbasierendes Identifikationssystem (RFID) erfasst. Das System verfügt über einen Auto-Fokus, um jeweils die Partikel mit optimaler Schärfe abbilden zu können. Halb- und vollautomatischer Betrieb, Kühlung und Heizung sowie spezielle Dichtungssätze machen dieses Nassdispersiersystem universell einsetzbar.

5.1.5 LIXELL

Bei der LIXELL handelt es sich um eine vielseitig einsetzbare Durchflussküvette, die über externe genormte Anschlüsse flexibel an verschiedenste Applikationen angepasst werden kann. Wie bei der MIXCEL stehen Küvetten mit verschiedenen Spaltbreiten zur Verfügung, so dass ein Messbereich von 1 μm bis 10 mm abgedeckt werden kann. Der Küvettentyp wird ebenfalls mittels RFID automatisch erkannt.



Abb. 29: Links QICPIC mit integrierter LIXELL; rechts Anschlussoptionen (z.B. per Spritze) und Ansicht der fahrbaren Durchflussküvette, einsetzbar bis 3 bar und bis zu 80°C.

Die Küvetten sind entlang der optischen Achse verfahrbar, so dass optimale Schärfe per Software eingestellt werden kann.

5.1.6 OASIS

OASIS kombiniert den Trockendispergierer RODOS mit dem Nassdispergierer SUCELL. Die Umschaltung erfolgt manuell oder per Software, so dass dies die bevorzugte Lösung ist, wenn häufig trockene und nasse Applikationen wechseln. Die SUCELL verfügt über Rührer und eine schonende Schlauchpumpe. Die Dispergierung wird durch einen US-Wandler mit einstellbarer Leistung unterstützt. Wie bei den anderen Nassdispergierern stehen Küvetten verschiedener Spaltbreite zur Verfügung, die über RFID identifiziert werden. Eine Auto-Focus-Funktion ist ebenfalls integriert. Das System kann vollautomatisch, z.B. in automatisierten Labors, betrieben werden. Für die SUCELL steht optional eine Small-Volume-Einheit mit 60 ml-Fassungsvermögen zur Verfügung.



Abb. 30: Links: QICPIC mit Trocken – und Nassdispergiererkombination OASIS. Auf dem RODOS steht der Vibrationsdosierer VIBRI. Rechts: Draufsicht auf das 400 ml Becken mit den Rührern im aufgeklappten Deckel.

5.2 Lösungen für das Prozessumfeld

Die vorgestellte Hochgeschwindigkeits-Bildanalyse nach dem QICPIC-Prinzip wurde auch zur Partikelgrößen und Formanalyse für das Prozessumfeld adaptiert. Dabei wurden sowohl die Trocken-, als auch die Nassdispergierung realisiert [10].

5.2.1 PICTOS und PICTIS

Diese beiden Systeme kombinieren die QICPIC-Technologie mit dem Trockendispergierer RODOS (PICTOS) oder dem Schwerkraftdispergierer GRADIS (PICTIS). Das Gehäuse wurde den Erfordernissen des Prozessumfelds angepasst.

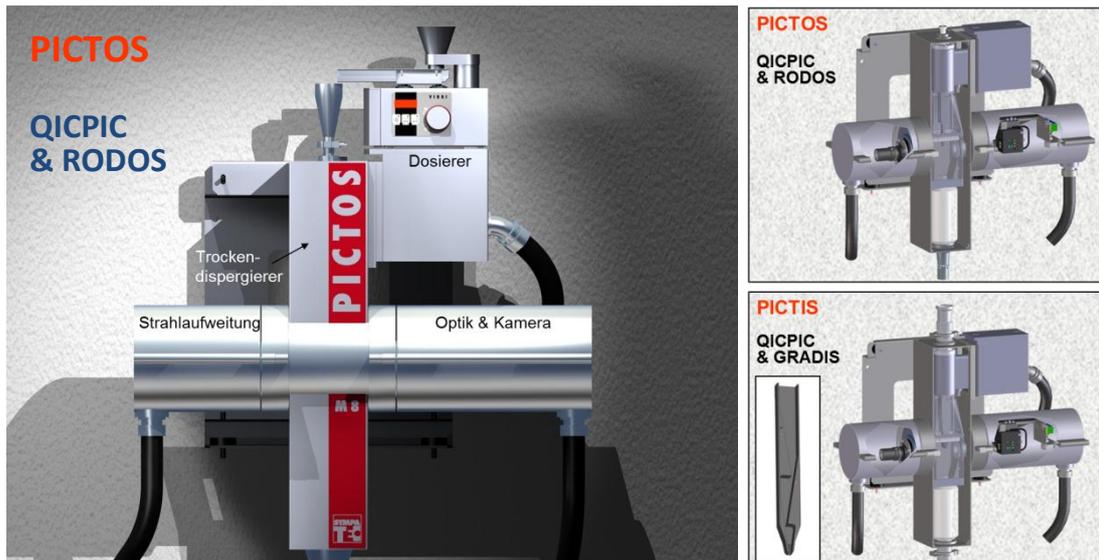


Abb. 31: Das Bild links stellt den PICTOS in Wandmontage mit Aufgabetrichter und Vibrationsförderer VIBRI dar. Das Bild rechts oben zeigt die Schnittzeichnungen von PICTOS mit Strahlaufweitung, Dispersierer und Kameramodul; rechts unten die Anordnung für den PICTIS sowie die Prallflächenkaskaden des GRADIS-Fallschachtes.

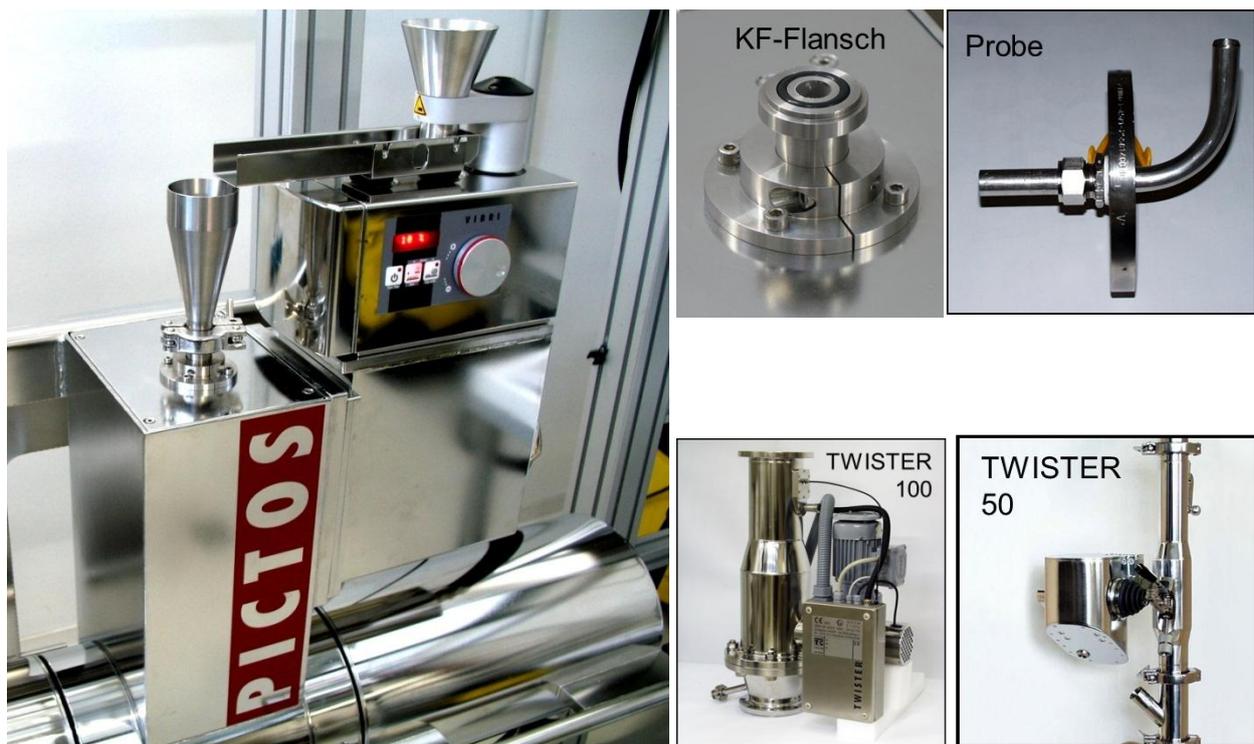


Abb. 32: Das Bild links zeigt den PICTOS mit dem Vibrationsdosierer VIBRI, rechts sind einige verschiedene Probenehmer dargestellt, die über den KF-Flansch verbunden werden. Den TWISTER gibt es für Rohrdurchmesser von 50 mm bis 660 mm.

Die Versorgung erfolgt über eine separate Control-Box mit Schutzart IP56. Sie enthält alle erforderlichen Komponenten einschließlich eines Embedded-PC, der die Steuerung und Messwert-erfassung übernimmt. Dieser ist über Netzwerk mit der Datenbank und dem externen Auswerte-

rechner verbunden (Beide können einen PC gemeinsam nutzen). Zur Visualisierung und Kommunikation mit dem Prozessleitsystem stehen alle gängigen Schnittstellen zu Verfügung.

Über den KF-Flansch an der PICTOS/Oberseite können, wie in Abb. 32 dargestellt, verschieden Probenahmesysteme angeschlossen werden: Das Portfolio erstreckt sich von einer einfachen Hakensonden über rückspülbare Drehsonden bis hin zu repräsentativen Probenehmern, deren Probenahmefinger den gesamten Rohrquerschnitt auf einer Spiralbahn abfahren [11], [12]. Alle Systeme sind optional auch in Good Manufacturing Practice (GMP)-Ausführung erhältlich.

Als Beispiel für eine solche Anwendung dient das in Abb. 33 beschriebene System, das einen PICTOS mit 5 repräsentativen Probenehmern TWISTER kombiniert, die im Minutentakt zyklisch Proben nehmen, diese vermessen, hinsichtlich Partikelgröße und Form analysieren und die Ergebnisse der 5 Strecken gemeinsam auf einem hochauflösenden Prozessmonitor darstellen. Um die hohe Geschwindigkeit zu erreichen, wurden separate PCs für die Messwerterfassung, Steuerung, Datenbank und Auswertung vorgesehen. Die Ergebnisse können in Echtzeit netzwerkweit visualisiert werden.



Abb. 33: Das Bild zeigte einen PICTOS in der Endmontage samt Versorgungseinheit (zweite Box von links), der zyklisch mit Proben von drei TWISTER 150 und zwei TWISTER 100 versorgt wird.

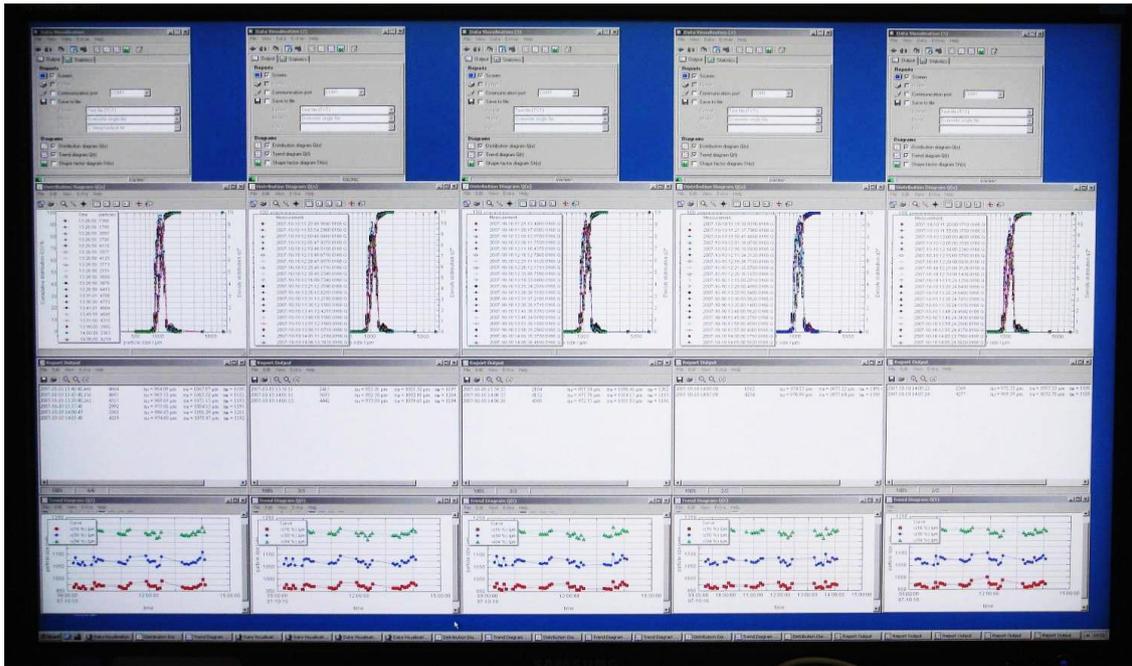


Abb. 34: Anzeige der Ergebnisse der 5 Prozess-Strecken nebeneinander auf einem hochauflösenden Prozessmonitor. Dargestellt werden die PGVs, einige Kenngrößen sowie die Trends dieser Größen.

Das wöchentliche Datenvolumen beträgt etwa 1 TByte. Es kann parallel zum laufenden Prozess gesichert werden.

5.2.2 PICCELL

Für den Bereich der Bildverarbeitung mit Nassdispersion im Prozess wurde die PICCELL entwickelt [13]. Sie entspricht der Kombination von QICPIC mit LIXELL und verfügt wie die LIXELL über verschiedene Durchflussküvetten mit auto-Fokus-Funktion. Die Druckbeständigkeit der Küvetten wurde auf 10 bar erhöht. Die Versorgungseinheit ist ansonsten identisch zu PICTOS und PICTIS.



Abb. 35: Links: PICCELL in schematischer Darstellung, rechts mit abgenommener Frontklappe. Die verfahrbare Durchflussküvette ist jeweils im Zentrum zu sehen.

Der Anschluss an den Prozess erfolgt über Flansche oben und unten am Gehäuse. Für den Probentransport stehen verschiedene prozesstaugliche Pumpen und Verdünnungseinheiten zur Konzentrationsanpassung zur Verfügung.

6 Zusammenfassung

Die Hochgeschwindigkeitsbildanalyse (HBA) zur Partikelgrößen- und Formanalyse hat sich seit ihrer Einführung in 2003 zu einem leistungsfähigen Werkzeug entwickelt. Heute deckt sie einen Größenbereich von etwa 0,5 µm bis 30.000 µm ab. Die hohe Effizienz der trockenen und nassen Dispergierung in Kombination mit einer quasi-statischen doppelt telezentrischen und damit kontrastreichen Bilderfassung bei Bildraten von bis zu 500 fps ermöglichen eine bisher für die Bildverarbeitung unbekannt Qualität und statistische Relevanz der Ergebnisse, die denen der etablierten Laserbeugung nicht nachstehen. Sie liefert jedoch zusätzlich zur Größenverteilung auch die Forminformation. Alle Ergebnisse sind auch für das jeweilige Einzelpartikel und Bild verfügbar. Die HBA ist eine absolute Methode und liefert im Labor- und Prozessumfeld direkt auf das Urmeter rückführbare Ergebnisse.

Zum Aufbrühen der eingangs erwähnten Tasse Kaffee benötigt man etwa 2 g Kaffeepulver. Mit der hier vorgestellten Technologie kann man jedes einzelne Korn bildlich erfassen und für die Qualitätssicherung in seiner Größe und Form überwachen.

7 Ausblick

Der bevorstehende Übergang in die damit verbundene Erweiterung von der Binärbildübertragung zur Grauwertbildübertragung und der gleichzeitigen Vervierfachung der Pixelzahl wird der nächste große Schritt. Dabei ist absehbar, dass bereits in wenigen Jahren Kameras mit mehr als 10 MPixel und bis zu 100 MPixel zur Verfügung stehen werden, die durch ausgefeilte Algorithmen bei der Behandlung von definierbaren Erfassungsbereichen (ROIs) dem Anwender die Wahl zwischen einem großen Partikelgrößenbereich $[x_{\min}, x_{\max}]$ einerseits oder einer hohen Bildfolgefrequenz andererseits ermöglichen werden - so wie es die jeweilige Applikation erfordern wird.

Der anhaltende Trend zu immer leistungsfähigeren Rechnersystemen wird es möglich machen, dass auch diese gewaltigen Datenmengen in vertretbarer Zeit analysiert und ausgewertet werden können. Neue Auswertemethoden, wie etwa die Umrechnung von Bilddaten in Beugungsdaten und Ausgabe eines Laserbeugungs-Äquivalentdurchmessers [14] oder die Rekonstruktion unscharfer Bilder werden mit vertretbaren Rechenzeiten möglich werden. Das alles wird die Bedeutung der Hochgeschwindigkeitsbildanalyse bei der Partikelgrößen- und -formanalyse weiter verstärken.

8 Literatur

- [1] ISO 13322-1:2004, *Static Image Analysis Methods*
- [2] ISO 13322-2:2006, *Dynamic Image Analysis Methods*
- [3] W. Witt, U. Köhler, J. List, T. Stübinger, J. Jordan, *Partikelgrößenanalyse mit absoluter Genauigkeit*, Fraunhofer ICT, *Symposium Produktgestaltung in der Partikeltechnologie*, 2011
- [4] W. Witt, U. Köhler, J. List, *Experiences with Dry Dispersion and High-Speed Image Analysis for Size and Shape Characterisation*, Particulate Systems Analysis, 2005
- [5] W. Witt, U. Köhler, J. List, *Direct Imaging of Very Fast Particles Opens the Application of the Powerful (Dry) Dispersion for Size and Shape Characterization*, PARTEC 2004, Nürnberg, 2004.
- [6] K. Leschonski, S. Röthele, U. Menzel, *A Special Feeder for Diffraction Pattern Analysis of Dry Powders*, Part. Charact., 1, 161-166 (1984)
- [7] CoaXPress, *The Next Generation of Digital Interface*, www.coaxpress.com, 2008
- [8] ISO 9376-6:2008, *Descriptive and Quantitative Representation of Particle Shape and Morphology*
- [9] W. Witt, U. Köhler, J. List, O. Rutsch, *High-Speed Image Analysis and Dispersion for Size and Shape Characterisation of Fibres*, 5th World Congress of Particle Technology 2006, Orlando, 2006
- [10] W. Witt, U. Köhler, J. List, *Possibilities of Dynamic Image Analysis in the Laboratory and Process Environment*, PSA 2008, Stratford-upon-Avon, September 2008
- [11] W. Witt, S. Röthele, *In-line Laser Diffraction with Innovative Sampling*, PARTEC 1998, Nürnberg, 1998
- [12] W. Witt, M. Heuer, M. Schaller, *In-line Particle Sizing for Process Control in New Dimensions*, Particulate Systems Analysis 2003, Harrogate, UK, 2003
- [13] W. Witt, A. Pankewitz, *Particle Size and Shape Analysis in the (wet) Process Environment*, Colloquium "Grinding and Dispersing with Stirred Media Mills", 2007, Braunschweig
- [14] U. Köhler, T. Stübinger, W. Witt, *Laser Diffraction Results from Image Analysis Data*, WCPT6 Nuremberg, April 2010