



Kontrolle ist gut, Vertrauen ist besser!

Partikelgrößenanalyse mit Hilfe von Laserbeugung
von Stephan Röthele

Die Herausforderung der Partikelgrößenanalyse ist die qualitative und quantitative Erfassung eines dispers verteilten Kollektivs. Anders als bei Temperatur oder pH-Wert wird als Ergebnis nicht ein messbarer Einzelwert, sondern eine Verteilung von einem Minimum bis zu einem Maximum erwartet, die das Partikelkollektiv statistisch beschreibt.

Gegen alle Konkurrenzmethoden hat sich in den letzten 25 Jahren die Laserbeugung ein-drucksvoll durchgesetzt, nicht nur wegen der einfachen Bedienung und der breiten Ein-satzbarkeit für quasi alle Materialien von unter 0,1 µm bis in den Zentimeterbereich. Vor allem die qualitativen Merkmale wie verlässliche Reproduzierbarkeit, hohe Auflösung, kürzeste Analysenzeiten und nahezu wartungsfreier Betrieb lassen z.B. Sieb- und Sedimentations-verfahren mit Abstand hinter sich.

Auch im Aufbau gibt es sowohl den genauen, aber aufwendigeren Ansatz, im parallelen Laserstrahl zu messen und für verschiedene Messbereiche verschiedene Linsensysteme automatisiert einzusetzen, als auch den vermeintlich komfortableren Fullrange-Ansatz mit ausgedehntem Messbereich.

Unabhängig davon, ob das Messgerät in line im Prozessrohr oder off line im Labor die Produkt-qualität bestimmt, sollten die Ergebnisse iden-tisch und wiederholbar sein. Nur so kann ge-wonnene Partikelinformation wirklich zur Pro-zesskontrolle und als Liefergarantie eingesetzt werden. Damit die erreichbaren Messgenauig-keiten tatsächlich auf das Produkt bezogen wer-den können, müssen Probenahme, -zuführung und -dispargierung vor der Messung sicher-gestellt sein. Mit produktangepasster Disper-gierung läßt sich eine Analysendauer von unter einer Minute einschließlich Probenvorbereitung und Reinigungszyklus sowie der Schutz der Probe vor zusätzlichen Einflüssen erreichen.

Für Off-line Analysen im Labor werden Proben benötigt, die den gesamten Produktstrom repräsentieren. Hierfür sind neben der Proben-nahme auch die Umgebungsbedingungen ausschlaggebend. Bei instabilen (Zwischen-) Produkten können Druck, Temperatur, aber auch zeitlicher Abstand die Analysenergebnisse beeinflussen. Daher geht der Trend über die prozessnahe At-line-Vermessung hin zur In-line-Analyse direkt im Prozeßrohr oder -kessel.

Insbesondere bei trockenen Prozessen ist eine Zufallsklassierung z.B. im Prozessrohr unaus-weichlich, so dass hier die repräsentative Probenahme selbstverständlich sein sollte. Ist der Produktstrom zu groß, um komplett vermessen zu werden, kann eine Probe isoki-netisch mit einer kleinen Öffnung entnommen werden, die auf einer Spiralbahn den gesamten Rohrquerschnitt abfährt. So wird auch in Druck-rohren beliebiger Orientierung eine repräsen-tative Probe von bis hinunter zu 1/10000 des Gesamtstroms gewonnen.

Den Durchbruch erreichte die Laserbeugung im Laboreinsatz, weil sie ein absolut messen-des Verfahren ist und damit keine Produktpa-rameter für die Auswertung oder Erstellung der Analyse möglich bzw. notwendig sind. Da direkt das physikalische Phänomen der Licht-beugung an den Rändern der Probenpartikel genutzt wird, ist eine Gerätejustierung oder Kalibrierung vollständig entbehrlich. Mit ver-schiedenen Dispergiemodulen können Proben mit einem Gerät in Luft oder einem Trägergas, als Suspension oder Sprays vermessen werden. Alle Dispergiereparameter werden über die Be-dienungsebene eingestellt, für verschiedene Produkte können beispielsweise „Standard Operating Procedures“ (SOP) definiert werden, die jeweils den gesamten Ablauf der Messung von der Referenzmessung über die Probenzu-führung und Dispergierung bis hin zur Vermes-sung, Auswertung und Reinigung des Geräts steuern und identische Messbedingungen für Vergleichsproben sicherstellen helfen.

Anforderungen an das Messsystem

Es gibt Laserbeugungssysteme, für die die von der DIN/ISO 13320 angegebenen Genauigkei-ten von 3 - 5 % Maximalabweichung zwischen zwei Messungen eine echte Herausforderung darstellen. Will man Genauigkeiten von weni-ger als 1 % Abweichung erreichen, muss man einen gewissen Aufwand treiben. Auf die Ergebnisqualität bei der Laserbeugungsanalyse hat jede Komponente des Messgeräts Einfluß, vom Detektor bis hin zur Dispergierqualität.

Technische Daten Laserbeugung

Messbereich:	0,1 µm - 8750 µm
Auflösung:	31 Klassen
Reproduzierbarkeit:	Standardabweichung < 0,3 % (geteilte Probe mit demselben Mess-system)
Standardabweichung:	< 1 % (geteilte Probe mit verschie-denen Systemen)
Auswertung:	Fraunhofer (parame-terfrei) optional Mie (Brechungsindex und Absorptionskoeffizient erforder-lich, nur für kugel-förmige Partikel eines Materials mit glatter Oberfläche!)
Applikationen:	Aerodispersionen (trockene Pulver), Suspensionen, Sprays
Einsatz:	off-, at-, on- uMnd in-line

Der Autor

Dipl.-Ing. Stephan Röthele ist Geschäftsführer der

System-Partikel-Technik
Sympatec GmbH
Burgstätter Str. 6
D-38678 Clausthal-Zellerfeld
Tel. +49 (0)53 2317 17 22 0
Fax: +49 (0)53 2317 17 22 9
E-mail: sales@sympatec.com

Achema: Stand 5.1 G27-G31



Mit dem MYTOS & TWISTER wird eine gute Vergleichbarkeit zu Off-line Analysen gewährleistet. Erreicht wird dies durch die integrierte repräsentative Probennahme und die leistungsfähige Trockendispersion. Damit lässt sich erstmals eine in line gewonnene Partikelgrößenverteilung im Labor verifizieren und direkt als Produktspezifikation verwenden.

Bessere Partikel mit leistungsfähiger Analyse

Als Qualitätsmerkmal eines Produkts wurde die Partikelgrößenverteilung bis vor kurzem nur im Nachhinein ermittelt. Doch die zeitnahe Ermittlung der Partikelgröße erlaubt eine direkte Rückkopplung noch während der Produktion, beispielsweise die Steuerung von Mahl-, Klassierungs- oder Granulationsprozessen. Damit kann nicht nur

die Produktqualität punktgenau gesteuert werden, so daß Fehlchargen und Reklamationen vermieden werden. Auch Verschleiß und Energieverbrauch werden reduziert und der Durchsatz der Anlagen erhöht.

Weil diese grundsätzlichen Erwägungen inzwischen in Investitionsentscheidungen umschlagen, bieten die Systeme zur Partikelgrößenanalyse ein breiteres Einsatzspektrum bis hin zu echten in-line Lösungen. Auch bei solchen Investitionen sind Amortisationszeiten von unter einem Jahr gegeben. Messergebnisse sind aussagekräftig, wenn sie wiederholbar und nicht geräte- oder ortsabhängig sind. Nur wenige Partikelgrößenanalysensysteme sind mit gleichen Proben in der Lage, nicht nur wiederholt, sondern auch auf baugleichen Systemen dieselben Ergebnisse zu liefern. Gerade das ist aber für Unternehmen mit international verteilten Kapazitäten notwendig.