

Laser-Beugung: Eine moderne Meßmethode zur  
off- und on-line-Qualitätskontrolle \*

---

Heinz Naumann (Vortragender), Dr. Ulrich Menzel, Stephan Röthele °

1. Einleitung

In der Lebensmitteltechnik kommt der Qualitätskontrolle als elementarer Schritt bei der Verwirklichung der Qualitätssicherung traditionell eine herausgehobene Bedeutung zu. Im Vergleich zu anderen Industriebranchen haben hier quantitative Methoden erschwerend mit der Objektivierungserwartung subjektiven, individuellen Geschmacksempfindens zu rechnen. Unabhängig von der Akzeptanz und Umsetzbarkeit in diesem menschlichen Umfeld ist Qualitätssicherung aber unverzichtbare Voraussetzung, um aus den eingesetzten Rohstoffen bei der Durchführung technologisch moderner Verfahren hochwertige Nahrungs- und Genußmittel nicht nur zuverlässig, sondern auch kostengünstig herstellen zu können.

Im Themenkreis "Meßmethoden" ist unser spezielles Anliegen die Ermittlung der Eigenschaftsfunktion disperser, d.h. fein verteilt vorliegender Rohstoffe und Produkte, also deren Größenverteilung.

In unserem Vortrag wollen wir zeigen, welchen Beitrag die Laserbeugung als moderne Meßmethode zur schnellen Bestimmung von Partikelgrößenverteilungen leisten kann.

---

\* Erweiterte Fassung des gleichlautenden Vortrags bei der "Schoko-Technik '87" Internationale ZDS-Fachtagung SIC-17, 14.-16.12.87, Solingen-Gräfrath

---

° SYMPATEC

System-Partikel-Technik GmbH, Technisches Büro Clausthal

## 2. Laserbeugung

Die sogenannte Laserbeugung als Methode zur Partikelgrößenmessung wird seit ca. 15 Jahren erfolgreich angewendet und erfreut sich wegen der damit erreichbaren Vorteile auch bei für Partikelmessungen vorher noch nicht gekannten Investitionsvolumina zunehmender Akzeptanz und mittlerweile weltweiter Verbreitung.

Die Entdeckung der physikalischen Grundlagen reicht ins letzte Jahrhundert zurück und ist untrennbar mit dem Physiker Fraunhofer verbunden.

Aber erst mit der Entwicklung des Lasers, einer energiereichen kohärenten Lichtquelle sowie mit der Verfügbarkeit von großflächigen, lichtempfindlichen Halbleitern und leistungsfähigen Microcomputern waren vor jetzt knapp 20 Jahren auch alle technischen Voraussetzungen zur Verwirklichung der Fraunhoferschen Beugungserkenntnisse gegeben.

Laserbeugung gehört zu den optischen Verfahren, bei denen die beobachtbaren Effekte genutzt werden, wenn Licht auf die Oberfläche eines Partikels, das heißt auf die Grenzfläche zweier optisch unterschiedlicher Medien trifft.

Diese Wechselwirkungen werden durch Streuung und Absorption beschrieben. Die Schwächung der einfallenden Lichtwellen durch beide Effekte ist als Extinktion bekannt. Beugung ist der Teil des Streulichts, der neben Reflexion und Brechung entsteht. Fraunhofersche Beugung beschreibt den Beugungsanteil in Vorwärtsrichtung.

## 2.1 Meßprinzip

### Abb. 1: Anordnung zur Messung Fraunhoferscher Beugungserscheinungen

Im ersten Bild ist die einfache optische Anordnung zur Erzeugung der die Größenformation enthaltenden Beugungserscheinungen zu sehen /1/. Der einfallende Laserlichtstrahl durchdringt das Partikelsystem, das, wie wir später noch ausführlicher sehen werden, als trockener Freistrahls oder geschlossener Suspensionsstrom in jeweils geringer Volumen-, aber nennenswerter optischer Konzentration den Meßquerschnitt ausfüllt.

Die an den Partikeln entstehenden Beugungseffekte werden mittels einer Linse auf die Brennebene im Abstand  $f$  abgebildet. Der vereinfachte Strahlengang in der Vorwärtskeule des gebeugten Laserstrahls zeigt, daß Beugungserscheinungen aus dem gesamten Meßquerschnitt an einem Punkt bzw. radialsymmetrisch auf einen Ring abgebildet werden. Allerdings ist vorausgesetzt, daß die beugungsauslösenden Partikel dabei alle die identisch gleiche Größe haben. Dann entsteht in der Brennebene eine radialsymmetrische Intensitätsverteilung der gezeigten Art, deren charakteristischer Verlauf im Zentrum des Laserstrahls ein extremes Maximum aufweist und nach außen schnell abklingt. Dabei durchläuft die Intensitätskurve einen ständigen Wechsel von Minima und Maxima, die sich in der Brennebene als abwechselnde und nach außen schwächer werdende konzentrische Ringe heller Lichtzonen im dunklen Hintergrund ausbilden.

Der Streuwinkel  $\theta$  bezeichnet die Lage des ersten Intensitätsminimums und ist ein Maß für die geometrische Größe der beugenden Partikel:

$$\theta = f(x_F).$$

Vereinfacht kann man sagen, daß die Streuwinkel  $\theta_i$  umgekehrt proportional zu den verursachenden Partikelgrößen sind, d.h. kleine Partikel haben große Streuwinkel und spreizen die nichtzentrische Lichtintensität an den äußeren Rand der Brennebene, während große Partikel mit kleinen Streuwinkeln die Intensität in der Nähe des Zentrums verstärken. Zur Bestimmung des Verlaufes einer Partikelgrößenverteilung benötigt man neben dem die Partikelgröße charakterisierenden Äquivalentdurchmesser ( $x_F$  = Durchmesser der Fraunhofer-beugungsgleichen Kugel) als zweites Merkmal die sogenannte Mengenart, mit der der Größe der Einzelpartikel die entsprechenden Mengenanteile zugeordnet werden können. Mengenarten können Anzahl, Länge, Fläche, Volumen oder Masse sein.

Bei der Laserbeugung sind die Partikelmengen aus der Verteilung der Lichtenergie im Beugungsbild herleitbar. Komplex, und im Vergleich zu den klassischen Methoden grundlegend verändert, erfolgt die mathematische Interpretation der Meßwerte, weil alle Partikel im Meßquerschnitt Streulicht an jede Stelle der Brennebene senden. Mit aufwendiger Matrizenrechnung gelingt die eindeutige Lösung eines sensiblen Gleichungssystems.

## 2.2 Vergleich zur Siebung

Zum besseren Verständnis wird zur Erläuterung im folgenden parallel die bei der Schokoladenherstellung bekannte Naßsiebanalyse vergleichend herangezogen.

### **Abb. 2: Partikelmerkmale: Siebung - Laserbeugung**

Die rechte Hälfte des zweiten Bildes knüpft an die gezeigte Darstellung in Abb. 1 an.

Die Intensitätsverteilung, die ein Einzelpartikel auslöst, enthält mit dem Radius  $r_0$  des ersten Intensitätsminimums die Bestimmungsgröße für den Durchmesser  $x_F$  der beugungsgleichen Einzelkugel

$$x_F = 1,22 \cdot \lambda \cdot f/r_0.$$

Mit den bekannten Größen des Meßsystems ( $\lambda$  = Wellenlänge des verwendeten Laserlichtes,  $f$  = Brennweite der eingesetzten Linse, der Faktor 1,22 korrespondiert mit der ersten Nullstelle der Besselfunktion  $J_1$ ) kann der Partikeldurchmesser  $x_F$  einfach berechnet werden. Die zweite, sehr viel komplexere Gleichung beschreibt den Verlauf der Intensitätsverteilung allgemeingültig in Abhängigkeit vom Radius  $r$  und vom Partikeldurchmesser  $x_F$ . Als wesentliche Erkenntnis ist hieraus für das Folgende festzuhalten, daß unterschiedliche Partikelgrößen verschiedene Verläufe der Intensitätsverteilung bewirken.

In der linken Bildhälfte ist schematisch ein Ausschnitt eines Siebbodens mit einem Grenzpartikel zu sehen. Partikel, die größer sind, bleiben auf dem Siebboden liegen, während kleinere das Sieb passieren und dem sogenannten Durchgang zuzurechnen sind. Das Partikelmerkmal wird hier sehr anschaulich und einfach festgelegt

$$x_S = x_{MW},$$

d.h. als Partikelgröße versteht man hier ohne nähere Spezifikation die Maschenweiten- Äquivalentdurchmesser.

Ein Vergleich der Partikelmerkmale zwischen beiden Meßmethoden setzt die Kenntnis und Einbeziehung des Partikelformeinflusses voraus.

Abb. 3: Mengenmaße: Siebung - Laserbeugung

Im nächsten Bild wird für beide Methoden gezeigt, wie aus den Einzelpartikelmerkmalen über die zugeordneten Mengenarten die Größenverteilungen  $q_3$  bzw.  $Q_3$  oder  $Q_i$  als Mengenmaße eines dispersen Kollektivs ermittelt werden.

Bei der Siebung ordnet man z.B. vier Siebe nach abnehmender Maschenweite untereinander an. Über die gravimetrische Bestimmung der auf den einzelnen Sieben zurückgehaltenen Mengen erhält man nach der Ermittlung der relativen Anteile der Einwaage direkt die Massenverteilungskurve  $Q_3(x_i)$ .

Bei der Laser-Beugung verändert sich das Intensitätsspektrum grundlegend, wenn ein Partikelkollektiv im Vergleich zum Einzelpartikel in den Meßquerschnitt des Laserstrahls gebracht wird. Die Überlagerung der vorher gezeigten Intensitätsverteilungen mit symmetrischen Minima und Maxima führt zu einer Intensitätsverteilung, bei der diese verschwinden bzw. sich durch Superposition verwischen.

Die radienabhängigen Intensitätswerte müssen mathematisch aufwendig interpretiert werden, um aus dem Verlauf eine eindeutige Lösung zur Berechnung der verursachenden Größenverteilung  $q_3(x)$  bzw.  $Q_3(x)$  zu erhalten.

Im Gegensatz zur Siebanalyse gibt es jetzt bei der Mengenart "Lichtintensität" keine einfache Beziehung mehr, die eine direkte Korrelation zwischen Intensität, Radius, Partikelgröße und -menge herstellen ließe.

Dies resultiert aus dem Meßprinzip, bei dem jedes Partikel Beugungsinformation an jede Stelle der Brennebene abgibt. Der mathematische Lösungsansatz hat diesen physikalischen Effekt nachzubilden.

### 2.3 Gerätetechnische Realisierung beim HELOS-System

Meßtechnisch hilft man sich so, daß man mittels eines radialsymmetrischen Multielementdetektors die monotone Intensitätsverteilung in z.B. 31 diskrete Meßwerte auflöst.

#### Abb. 4: Multielementdetektor

Man integriert dabei zwischen zwei benachbarten Radien  $r_j$  und  $r_{j+1}$  die auftreffenden Steuilightanteile und kann diese bevorzugt den zugehörigen, bekannten Partikelgrößen in erster Näherung zuordnen. Bei der stabilen Lösung des gesamten Systems von dann 31 Gleichungen wird die Reproduzierbarkeit und Qualität der Ergebnisse aber entscheidend vom mathematischen Modell bestimmt /2/. Speziell die saubere Wiedergabe von engen, quasi monodispersen oder von mehrmodalen Verteilungen setzt voraus, daß die hohe Auflösung bei der mathematischen Bearbeitung des Gleichungssystems erhalten bleibt und z.B. erkannt wird, daß nicht alle mit Intensitätsinformation belegten Radienbereiche auch immer mengenrelevante Primärinformationen enthalten. Nur dann lassen sich Mischungslücken, enge Verteilungen und geringe Zumischungen auch und gerade in den Randbereichen von Verteilungen sicher erkennen.

#### Abb. 5: HELOS/RODOS- Gerätekonfiguration

Alle wesentlichen Elemente, aus denen das HELOS-Beugungssystem aufgebaut ist, - mit Ausnahme des leistungsfähigen Mikrocomputers - sind in der aufgebrochenen Perspektivdarstellung zu sehen.

Der Laser (1) ist mit der Aufweiteoptik geschützt und luftgespült in die optische Bank (2) integriert. Nach der Faltung des aufgeweiteten Laserstrahlenganges an Umlenkspiegeln (4) tritt er aus dem Gehäusekopf in die freie Meßzone (5). Im Bild ist in diesem

Fall das Trockendispergiersystem RODOS (3) der Meßzone (5) zugeordnet. Nach der Durchdringung des Partikelstrahls werden die im Laser-Strahlengang eingeprägten Beugungseffekte mittels der Sammellinse (6) auf den eben schon im Detail gezeigten Multielementdetektor (7) abgebildet. Von dort werden die 31 Kanäle simultan 230 mal je Sekunde abgegriffen und zur abschließenden Bearbeitung und Berechnung der Größenverteilung in den Mikrocomputer direkt übergeben.

### 2.3.2 Dispergiersysteme

Die Leistungsfähigkeit und Einsatzbreite eines solchen Meßsystems wird entscheidend von der Anpassungsfähigkeit an die gestellten Meßaufgaben bestimmt.

Für zukünftige off- und on-line-Aufgaben kann die Laserbeugung ein äußerst leistungsfähiges Meßprinzip sein. Um den vielfältigen verfahrenstechnischen Anforderungen zu entsprechen, muß das Meßprinzip durch die Bereitstellung geeigneter Dispergiersysteme prinzipiell an trockene und nasse Medien ebenso adaptiert werden können wie an bewegte oder relativ ruhende Zweistoffsysteme.

#### Abb. 6: Matrix der Dispergiersysteme

Wenn man diese grundsätzlichen Anforderungsprofile an Dispergiermedium und Meßanordnung in eine Matrixzuordnung bringt, resultieren vier verschiedene Dispergiererelemente als Basissysteme.

\* RODOS ist das erste trocken arbeitende Dosier-Dispergiersystem, mit dem ein Partikelfreistrahl in Luft oder auch einem inerten Gas erzeugt werden kann und reproduzierbar die Dispergierung im Meßbereich der Laser-Beugung, also bis unter  $1\mu\text{m}$ , gelingt. Mit RODOS wurde der Laserbeugung die trockene Anwendungsseite erschlossen /3/.

- \* GRADIS ist ein Fallschacht-Dispergierer, bei dem die Partikel unter der Wirkung der Schwerkraft aufgrund eigener Massekräfte schonend bei niedrigen Geschwindigkeiten in den Meßquerschnitt kommen. Der Einsatz erfolgt bei weniger stabilen und eher größeren Partikeln und Granulaten bis in den Millimeterbereich.
  
- \* CUVETTE ist ein kleinvolumiges Rührgefäß aus optisch hochwertigem Glas, mit dem bereits kleinste Mengen analysiert werden können und das noch einsetzbar ist, wenn grobe Partikel im Meßquerschnitt ohne entmischende Sedimentationserscheinungen in Schwebelage zu halten sind.
  
- \* SUCELL ist die Suspensionszelle, in der alle Funktionen wie Ultrabeschallung, Kreislaufförderung und Homogenisierung kompakt in einem Gehäuse untergebracht sind.

Zu allen vier Systemen gibt es Varianten, mit denen das jeweilige Dispergiersystem an das zu bearbeitende Produkt optimal angepaßt werden kann. Insgesamt gibt es mittlerweile über 20 solcher Standardvarianten.

Darüberhinaus entstehen auch Spezialdispergiersysteme für bestimmte Anwendungsfälle. Im Folgenden stellen wir Ihnen die Modifikation unserer Suspensionszelle, die sogenannte CHOCELL vor, mit der wir eine Problemlösung für die Schokoladenindustrie kreiert haben, die den dortigen Aufgaben, nicht nur wie wir meinen, ideal Rechnung trägt.

### 2.3.3 CHOCELL

Die Dispergiervariante CHOCELL verwendet die selbe Küvette wie die Suspensionszelle SUCELL aber in open-loop Variante. Der

Präparationskreislauf trägt darüberhinaus den speziellen Anforderungen bei der Verwendung von 1,1,1-Trichlorethan als Suspensionsflüssigkeit Rechnung.

**Abb. 7: CHOCELL: Dispergiersystem zur Qualitätskontrolle in der Schokoladenindustrie**

In dem Becherglas befindet sich die durch externe Beschallung in Trichlorethan dispergierte Analysenprobe. Das Magnetrührwerk sorgt für Homogenisierung.

Eine hochwertige, regelbare Schlauchpumpe saugt die Suspensionsflüssigkeit in Bodennähe aus dem Becherglas ab und fördert sie durch die Küvette zurück in das Becherglas, so daß ein geschlossener Kreislauf entsteht.

Die Zu- und Abflußröhrchen können durch das Schnellverstellstativ aus dem Becherglas gehoben werden, so daß auf einfachste Weise eine neue Probe in den Kreislauf gebracht werden kann.

### 3. Typische Meßergebnisse

Die grundlegende Beurteilung eines Meßgerätes erfolgt aufgrund der erzielten Ergebnisse. Kriterien wie leichte Bedienbarkeit, schnelle Analyse und hohe Reproduzierbarkeit kommen oft gleichbedeutend dazu.

#### 3.1 Referenzmaterialien

Die beste Vergleichbarkeit zu anderen Meßprinzipien ist bei kugelförmigen Partikeln zu erwarten, da dann der Unterschied des Äquivalentdurchmessers theoretisch verschwindet.

Abb. 8: HELOS-PGV eines 8,7 $\mu$ m Latex

Bild 8 zeigt das Meßergebnis eines 8,7 $\mu$ m Latex bei der Laserbeugung mit HELOS.

Latices sind handelsübliche mit dem Coulter-Counter (Partikelzählgerät) zertifizierte, nahezu kugelförmige, eng verteilte Kunststoffpartikel. Mit 8,7 $\mu$ m wird der Medianwert der Anzahlverteilung (sogen. NMD: number mean diameter) angegeben. Dieser läßt sich auf die Volumenverteilung, in diesem Fall auf  $x_{50} = 8,9\mu\text{m}$ , umrechnen.

Der Vergleich mit dem HELOS-Ergebnis zeigt nicht nur eine gute Übereinstimmung, sondern auch die sichere Erkennung der quasimonodispersen bzw. sehr engen Verteilung, auch wenn nur 4 der insgesamt 31 Klassen mit Primärinformationen belegt sind.

Abb. 9: Referenzsicherheit

In Bild 9 wird die Zuverlässigkeit für den Bereich unterhalb von

50 $\mu$ m mit insgesamt sechs entsprechenden Messungen bestätigt. Aufgetragen ist als Vergleich der Verlauf der  $x_{50,3}$  Werte für beide Methoden. Die Winkelhalbierende als Vergleichsmaßstab zeigt im Einzelnen, daß die Abweichungen durchweg äußerst gering sind.

### 3.2 Mischungen von Kakao

Das sichere Erkennen kleinster Veränderungen und das mengenproportionale Erfassen von Gemischen sind entscheidende Faktoren in der Produktionskontrolle. Zur Überprüfung der Eignung des HELOS für solche Aufgaben in der Schokoladen- und Kakaoherstellung wurde das Verhalten bei der Analyse von Kakao-Mischungen untersucht.

#### Abb. 10a und b: Summen- und Dichteverteilungen von Kakaomischungen

Zur feinen Kakaomasse als Grundsubstanz A wurde nacheinander zwischen 1,2% und 30% einer im wesentlichen gröberen Kakaofraktion B in sechs Abstufungen zugemischt. Die Resultate der gemessenen Mischungen entsprechen praktisch der rechnerischen Addition der Analysen der Ausgangsprodukte. Selbst kleinste Zumischungen werden im gesamten Verlauf richtig wiedergegeben. D.h. die Zugabe von 1,2% des Produktes B verteilt auf z.B. 31 Klassen bedeutet, linear umgerechnet, eine durchschnittliche Auflösung pro Klasse von besser als 0,04%. Bei der Dichteverteilung erkennt man darüberhinaus die kontinuierliche Verlagerung des Mischungsmaximums von A nach B.

#### 4. Methodenvergleich

Eine kritische Würdigung der beiden Analysenmethoden im Vergleich soll als Entscheidungshilfe Antwort geben, warum es sich lohnt, das moderne Verfahren einzusetzen.

#### Vergleichstabelle

	Naßsiebung	Laserbeugung
Meßbereich	: gröber als (5) 10µm	0,18 bis 1750µm
Zeitbedarf	: Stunden	1 - 5 Minuten
Kosten: Investition	: ca. 10 TDM	ca. 100 TDM
Lösemittelleinsatz (pro Meßpunkt)	: 10 zu	1
Informationsgehalt	: niedrig (1 - 5 MP)	hoch (31 MP)
Genauigkeit	: ± 0,2%/Klasse	± 0,1%/Klasse
Kalibrierung	: gewebeabhängig	keine
Standardisierung	: eingeführt	neu
Bedienereinfluß	: möglich	neutralisiert
Automatisierung	: bedingt	realisiert
bzw.	: bzw.	bzw.
on-line-Einsatz	: nicht geeignet	prädestiniert

Die vergleichende Gegenüberstellung läßt folgende Ableitungen zu:

Der Meßbereich wird von der Laserbeugung in eine, wie sich noch zeigen wird, neue und qualitätsbeeinflussende Dimension bis unter 1µm eröffnet.

Beim Zeitbedarf erreicht man ebenfalls eine bisher nicht gekannte

Abkürzung in den Minutenbereich, wobei die interpretationsfähige Gesamtdokumentation der Ergebnisse enthalten ist. Erst damit wird die schnelle Beurteilung von Chargenprozessen sicher möglich und die Produktion von Spezialitäten beherrschbar.

Daß dieses seinen Preis hat, soll hier nicht verschwiegen werden. Zumindest in Bezug auf die Kosten des Lösemittleinsatzes pro Meßpunkt dreht sich dieses Verhältnis wieder um.

Der Informationsgehalt liegt konstant auf hohem Niveau und erlaubt neue Beurteilungsmöglichkeiten z.B. über die synchrone Beziehung der Dichtekurven.

Die Genauigkeiten bei zuverlässiger Präparation sind höher und, was besonders zu betonen ist, bedienerunabhängig. Ebenfalls kommt die Laserbeugung ohne Kalibrierung aus, muß aber zunächst mit der Einschränkung leben, daß die eingeführte Methode dem Benutzer eine gewachsene Sicherheit in der Qualitätsbeurteilung gibt.

Wie man hier eine Brücke finden kann, zeigen wir unter dem Stichwort "Revalidierung".

Bei der weitergehenden Automatisierung bzw. bei einem on-line-Einsatz vereint die Laserbeugung abschließend alle Vorteile auf ihrer Seite.

#### 4.1 Vergleich am Beispiel von Milkschokolade

##### Abb. 11: Milkschokolade

Am Beispiel Milkschokolade soll der Vergleich konkretisiert werden.

Ca. 60% des Produkts ist feiner als  $10\mu\text{m}$ , und liegt damit über-

wiegend unter der üblichen Grenze der klassischen Analysenmethode. Die Siebung bei  $5\mu\text{m}$  ist wegen des enormen Zeitbedarfs in der Regel für die Produktionskontrolle nicht geeignet.

Dadurch fehlt bei der Siebanalyse wesentliche Information über einen großen Bereich der Partikelgrößenverteilung. Selbst im Bereich oberhalb von  $10\mu\text{m}$  reicht die Auflösung durch die begrenzte Anzahl unterschiedlicher Siebmaschenweiten kaum aus, um Mehrmodalitäten in den Verteilungen sicher zu erkennen. Da der Zeitbedarf und der Verbrauch an Lösemittel mit der Anzahl der Siebschnitte wächst, beschränkt sich die Produktionskontrolle oft auf einen einzigen Wert z.B. bei  $30\mu\text{m}$ .

Mehrmodalitäten können vom Beugungsspektrometer sicher und das bis unter  $1\mu\text{m}$  aufgelöst werden, was die Verteilungsdichtekurve anschaulich belegt.

Da Schokolade ein Gemisch aus mehreren Rohstoffen wie Kakao, Zucker oder Milchpulver ist, liegt die Vermutung nahe, daß einzelne Komponenten in den Dichteverteilungsmaxima bevorzugt auftreten. Hier endet zwar unsere produktspezifische Kompetenz, aber man kann sicher prognostizieren, daß die meßtechnische Erfassung dieser Mehrmodalitäten der Qualitätskontrolle durch Messung der Partikelgrößenverteilung mit dem HELOS bisher ungeahnte Möglichkeiten eröffnet.

Weitere Ergebnisse und Erfahrungen der Partikelgrößenanalyse von Süßwarenprodukten werden im nachfolgenden Beitrag ausführlich und unter besonderer Berücksichtigung der Produkteigenschaften vorgestellt.

#### 4.2 Revalidierung

Unterschiedliche Analyseverfahren führen bei unregelmäßig geform-

ten Partikeln zu unterschiedlichen Ergebnissen, das heißt es kann nötig werden, bisher gültige Qualitätskriterien neu zu definieren.

#### 4.2.1 Methode

Ein mathematisches Verfahren, welches den möglichen Unterschied im Analysenergebnis zweier verschiedener Meßprinzipien überbrückt, wurde entwickelt, um einen Übergang von der klassischen Naßsiebung auf die moderne Beugungsspektroskopie zu erleichtern.

Wenn bisher die Qualitätsstandards mit bestimmten Siebdurchgangswerten charakterisiert wurden, fällt es erfahrungsgemäß nicht immer leicht, diese Kriterien sofort auf die mit der Beugungsspektroskopie gemessenen Werte zu übertragen. Hilfreich als Übergangslösung ist eine Prozedur, die es gestattet, eine Partikelgrößenverteilung, die mit dem HELOS gemessen wurde, in eine "Siebanalyse" umzurechnen oder, wie wir es nennen, eine Revalidierung vorzunehmen.

Grundlage dieses Verfahrens ist die Bestimmung eines korngößenabhängigen Formfaktors  $f$ , der den Zusammenhang zwischen den Äquivalentdurchmessern der Naßsiebung und der modernen Beugungsspektrenanalyse beschreibt.

Üblicherweise ist dieser Formfaktor durch die Beziehung

$$f = x_s / x_f$$

mit  $x$  = Äquivalentdurchmesser,  $S$  = Siebung,  $F$  = Fraunhofer-Beugung beschrieben.

Das hier präsentierte Verfahren modifiziert die Definition in der

Weise, daß durch lineare Regressionsanalyse eine korngrößenabhängige Verknüpfung der verschiedenen Äquivalentdurchmesser möglich wird.

Die Ausgleichsgerade lautet dann

$$x_s = f \cdot x_F + c .$$

Führt man an drei Proben unterschiedlicher Feinheit parallel eine Naßsiebung und eine Analyse mit dem Beugungsspektrometer durch, so lassen sich drei solcher Ausgleichsgeraden bestimmen.

Wählt man als Bezugsgröße den 50%-Wert der HELOS-Analyse  $x_{50,F}$ , so lassen sich für  $f$  und  $c$  jeweils die Koeffizienten einer parabolischen Berechnungsgleichung ermitteln.

$$f = f_1 \cdot x_{50,F}^2 + f_2 \cdot x_{50,F} + f_3$$

$$c = c_1 \cdot x_{50,F}^2 + c_2 \cdot x_{50,F} + c_3$$

Die Analyse eines neuen, ähnlichen Produktes läßt sich so über die Kenntnis des 50%-wertes in eine "Siebanalyse" umrechnen.

Dieser Algorithmus ist bis auf die Eingabe der Siebanalysenwerte automatisiert und läuft als Rechenprogramm auf dem zum HELOS gehörenden Meßwerterfassungs- und Steuerrechner.

Das Ergebnis einer solchen Umvalidierung ist in der folgenden Abbildung beispielhaft dokumentiert.

#### Abb. 12: Revalidierung

Es ist zu erkennen, daß durch die Bestimmung des partikelgrößenabhängigen Formfaktors die HELOS-Analyse verblüffend gut in eine "Siebanalyse" rückgerechnet werden kann.

### 5. on-line-Partikelgrößenanalyse

Zuletzt soll gezeigt werden, wie die Laserbeugung als Meßmethode on-line-fähig einsetzbar werden kann.

Ziel dieser dann nicht mehr nur produktionsnahen Qualitätskontrolle im Labor (off-line) ist der direkte Einsatz im Betrieb zur Echtzeit (on-line)-Kontrolle der Produktionssteuerung oder sogar der Regelung der die Partikelgrößenverteilung erzeugenden Grundoperation /4/.

In der Regel sind Messungen im Produktionsprozeß nicht direkt möglich, so daß eine vollständige on-line-Messung folgende Teilschritte umfaßt: Probenahme, Probenteilung, Meßbereichsbegrenzung, Konzentrationsanpassung, Dispergierung, schnelle Messung, mathematische Auswertung, Datenverdichtung, Optimierungsstrategie, Streckenmodellierung, Informationsvernetzung.

Die ersten vier Schritte dienen dabei ausschließlich der Vorbereitung der schnellen Messung. Die Qualität der Messung und ihre Aussagekraft im Hinblick auf die zu kennzeichnende Grundoperation hängt entscheidend von der Zuverlässigkeit der Probenahme und der nachfolgenden Präparation der Analysenprobe ab.

Die Schritte fünf bis acht können standardisiert mit der vorgestellten Meßtechnik eingebunden werden.

Echtzeit-Qualitätskontrolle ist bereits dann verwirklicht, wenn die Optimierungsstrategie als einfache Vergleichsmethode in den Arbeitszyklus abschließend eingeschlossen wird.

Nimmt man die Streckenmodellierung hinzu, dann hat man den entscheidenden Schritt zur Produktions-Steuerung getan. Streckenmo-

dellierung selbst ist der noch am wenigsten entwickelte Teilbereich in diesem Aufgabenkatalog. Deshalb kann Streckenmodellierung heute auch bedeuten, daß der Betriebsmeister, als intimer Kenner der Produktionsanlage weiß, bei welchen Ergebnissen er an welchem Rad wieviel bzw. wie wenig in die eine oder andere Richtung drehen muß. Der Unterschied zu Echtzeit-Qualitätskontrolle liegt dann darin, daß die Ergebnisse nicht mehr im Labor, sondern im Betrieb beim Meister direkt anliegen müssen.

Während bei der Steuerung der Mensch den Informationskreis geschlossen hat, wird durch die Hinzunahme des hier als Informationsvernetzung bezeichneten letzten Schrittes die Rückkopplung mit technischen Mitteln vollzogen. Für eine Automatisierung mit reproduzierbarem Zeitverhalten ist dies sicherlich die attraktivste Anwendungsform der on-line-Partikelgrößenanalyse.

## 6. Zusammenfassung

Nach einem kurzen Abriß der Laserbeugung als moderne Meßmethode wird die spezifische gerätetechnische Umsetzung des HELOS-Systems vorgestellt. Durch den Vergleich mit Referenzmaterialien wird eine objektivierende Einordnung der Leistungsfähigkeit des Meßverfahrens gegeben.

Die besondere Eignung des Systems für den Einsatz bei der Qualitätskontrolle in der Schokoladenindustrie wird am Beispiel des Spezialdispergiersystems CHOCELL entwickelt. Mit Ergebnissen an Kakaorohstoffen werden die hohe Auflösung und extreme Reproduzierbarkeit quantifiziert sowie produktspezifische Besonderheiten im Größenbereich auch unterhalb von  $10\mu\text{m}$  erkennbar.

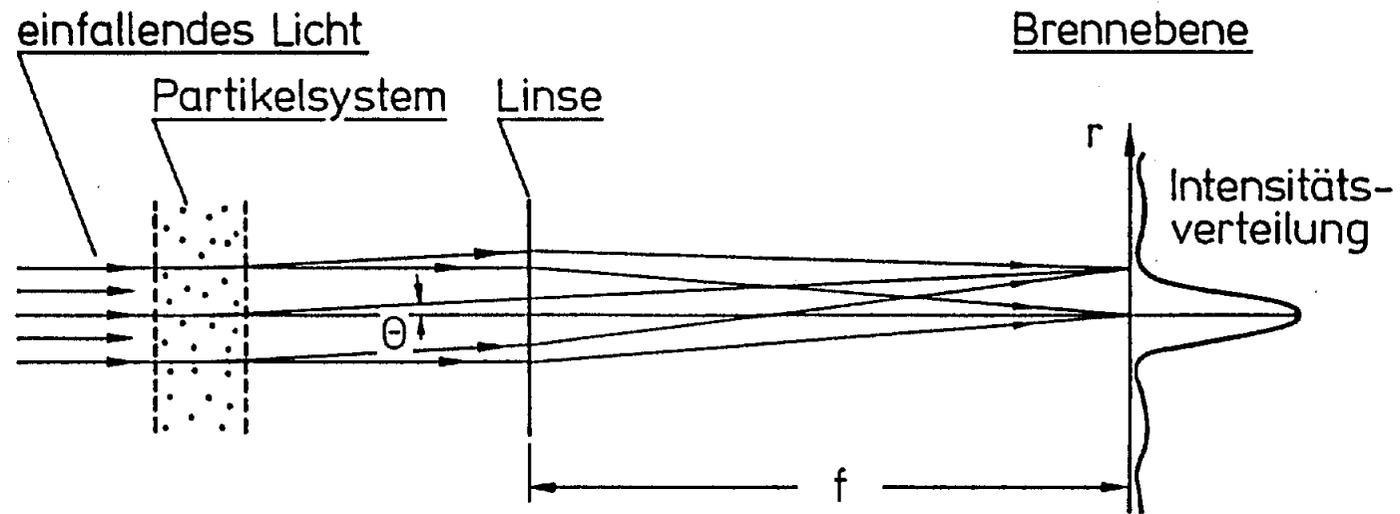
Durch den systematischen Vergleich mit der Naßsiegung wird deutlich, daß der Schritt zur modernen Laserbeugung nicht bedeutet, daß bewährte Verfahren unter Preisgabe von gewachsenen Erkenntnis-

sen in Frage gestellt werden. Vielmehr wird eine Methode gezeigt, wie man durch Revalidierung den Anschluß der modernen Laserbeugung an klassische Meßmethoden der Korngrößenbestimmung finden kann.

Zuletzt wird ein Ausblick auf die Einbindung der Laserbeugung zur on-line-Qualitätskontrolle gegeben.

7. Literaturverzeichnis

- /1/ H. Umhauer "Optische Methoden" in Unterlagen zum Kontaktstudium "Staubabscheiden", Karlsruhe, Institut für Mechanische Verfahrenstechnik, (Oktober 1986)
- /2/ M. Heuer, Results Obtained with a New Instrument  
K. Leschonski for the Measurement of Particle Size  
Distributions from Diffraction Patterns  
Part. Character. 2 (1985) 7 - 13
- /3/ K. Leschonski A Special Feeder for Diffraction Pattern  
S. Röthele Analysis of Dry Powders  
U. Menzel Part. Character. 1 (1984) 161 - 166
- /4/ S. Röthele on-line-Partikelgrößenanalyse  
BMBW - TTP '86, S. 32 - 36

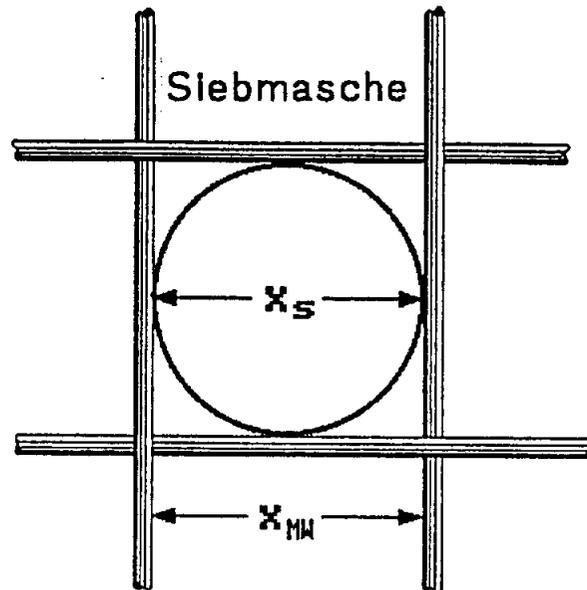


- $\theta$  = Streuwinkel
- $f$  = Brennweite der Linse
- $r$  = Radius in der Brennebene

Abb. 1: Anordnung zur Messung Fraunhoferscher Beugungserscheinungen

# Einzelpartikel

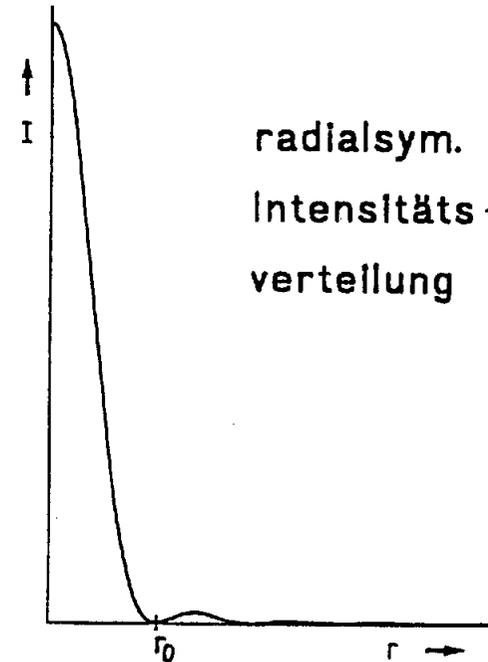
Siebanalyse



$x_{MW}$  = Siebmaschenweite  
 $x_S$  = Äquivalentdurchmesser  
 der Siebung

Abb. 2: Partikelmerkmale:  
 Siebung - Laserbeugung  
 im Vergleich

Laserbeugung



$$x_F = 1.22 \cdot \frac{\lambda \cdot f}{r_0}$$

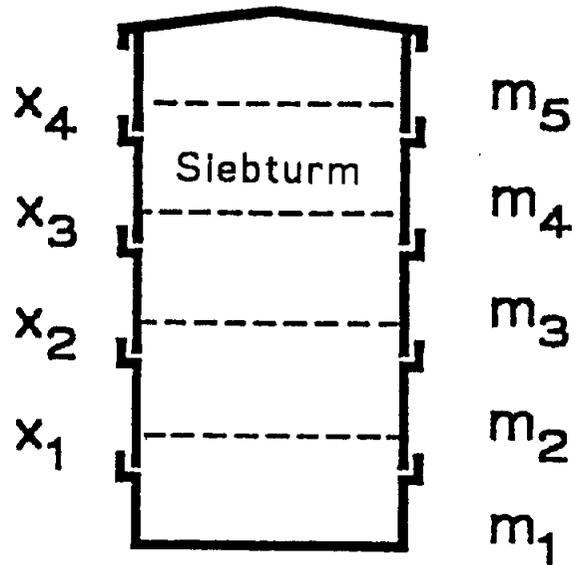
$$I = I_U \cdot \frac{x_F}{4 \cdot r^2} \cdot J_1^2(k \cdot x_F \cdot r); \quad k = \frac{\pi}{\lambda \cdot f}$$

$I$  = Intensität,  $I_U$  = im ungestörten Strahl  
 $x_F$  = Äquivalentdurchmesser der beugungsgleichen Kugel  
 $r$  = Radius,  $r_0$  = des 1. dunklen Ringes  
 $\lambda$  = Wellenlänge;  $f$  = Brennweite  
 $J_1$  = Besselfunktion 1. Art, 1. Ordnung

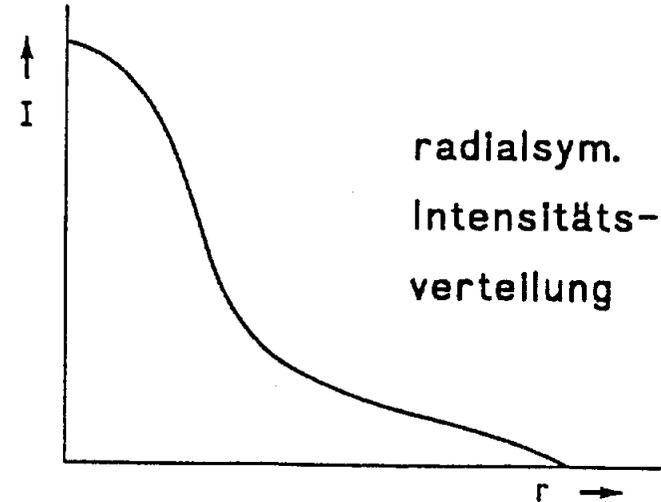


# Partikelkollektiv

Siebanalyse



Laserbeugung



radialsym.  
Intensitäts-  
verteilung

$$\Delta Q_1 = m_1 / \sum_{j=1}^n m_j ; \quad Q_1 = \sum_{j=1}^l \Delta Q_j$$

$$I(r) = \frac{C}{r^2} \cdot \int x_F^{-1} \cdot J_1^2(k \cdot x_F \cdot r) dx_F ; \quad k = \frac{\pi}{\lambda \cdot f}$$

$$Q_3(x_F) = f_a(I(r)) ; \quad q_3(x_F) = f_b(I(r))$$

Abb. 3: Mengenmaße:  
Siebung - Laserbeugung  
im Vergleich

- I = Intensität; C = Konstante
- $x_F$  = Äquivalentdurchmesser der beugungsgleichen Kugel
- r = Radius in der Brennebene
- $\lambda$  = Wellenlänge; f = Brennweite
- $J_1$  = Besselfunktion 1. Art, 1. Ordnung

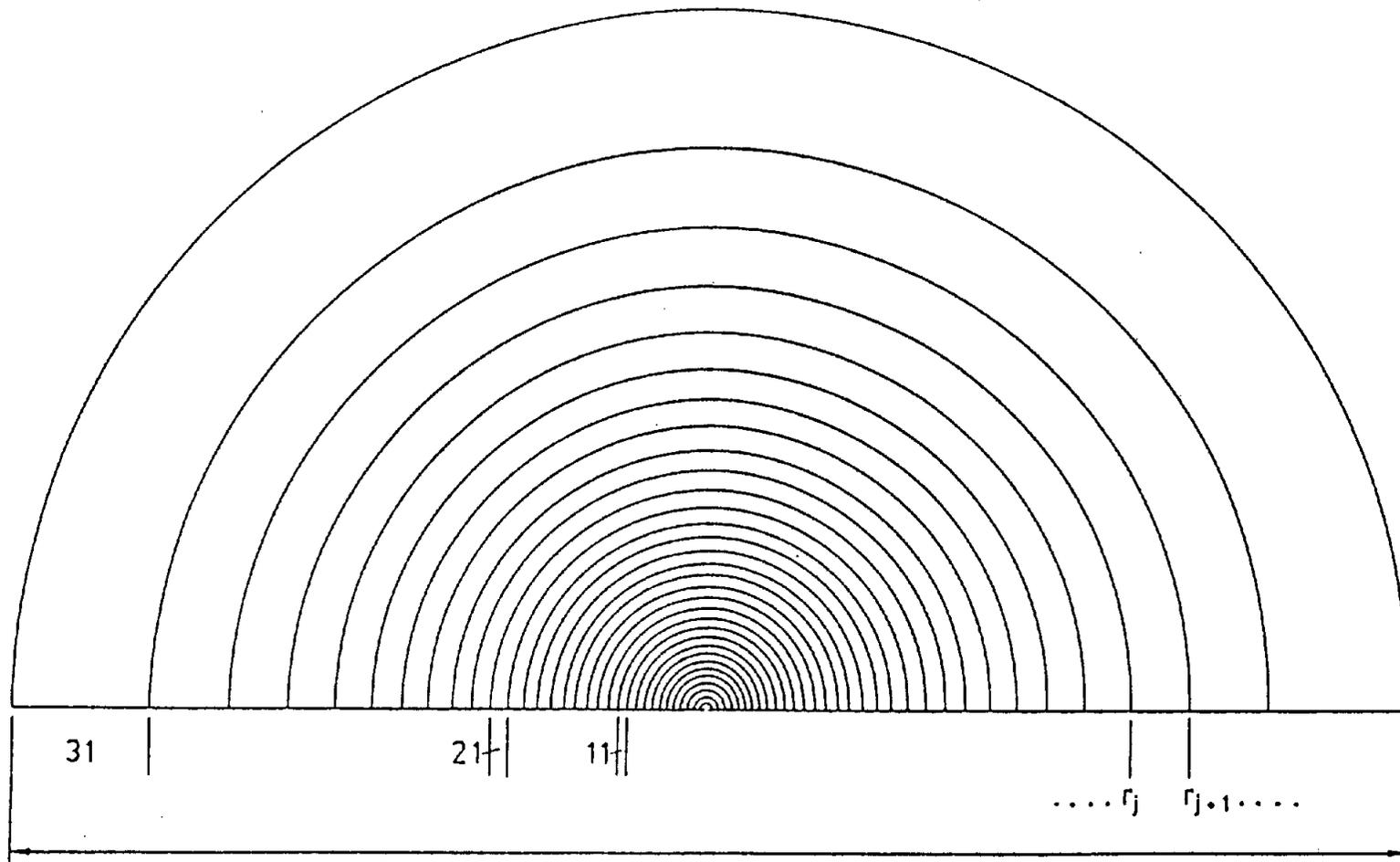


Abb. 4: Multielementdetektor

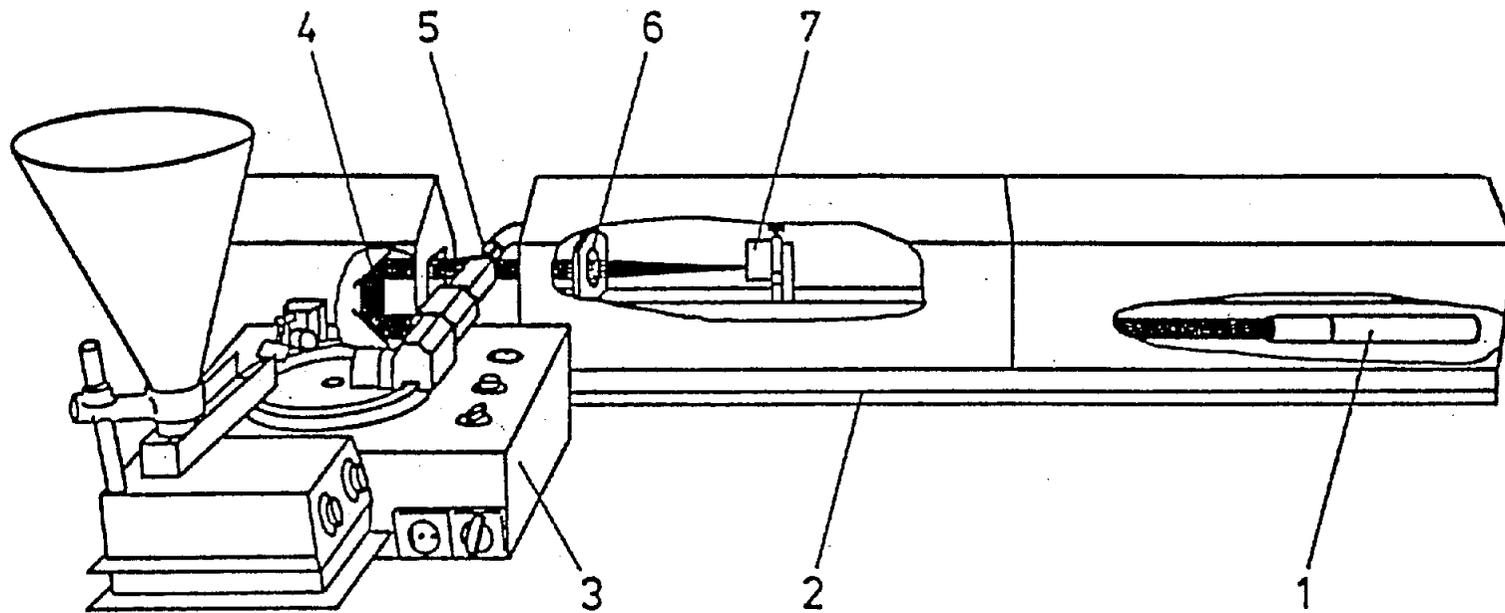


Abb. 5: HELOS/ RODOS-  
Gerätekonfiguration

- 1 HeNe-Laser mit Aufweiteoptik
- 2 Optische Bank
- 3 Trockendispergiersystem RODOS
- 4 Umlenkspiegel
- 5 Meßzone
- 6 Sammellinse
- 7 Multielementdetektor mit Autofocus

Dispergier- medium	im Meßquerschnitt	
	bewegt	ruhend
trocken	<b>RODOS</b>	<b>GRADIS</b>
naß	<b>SUCCELL</b>	<b>CUVETTE</b>

Abb. 6: Matrix der Dispergiersysteme

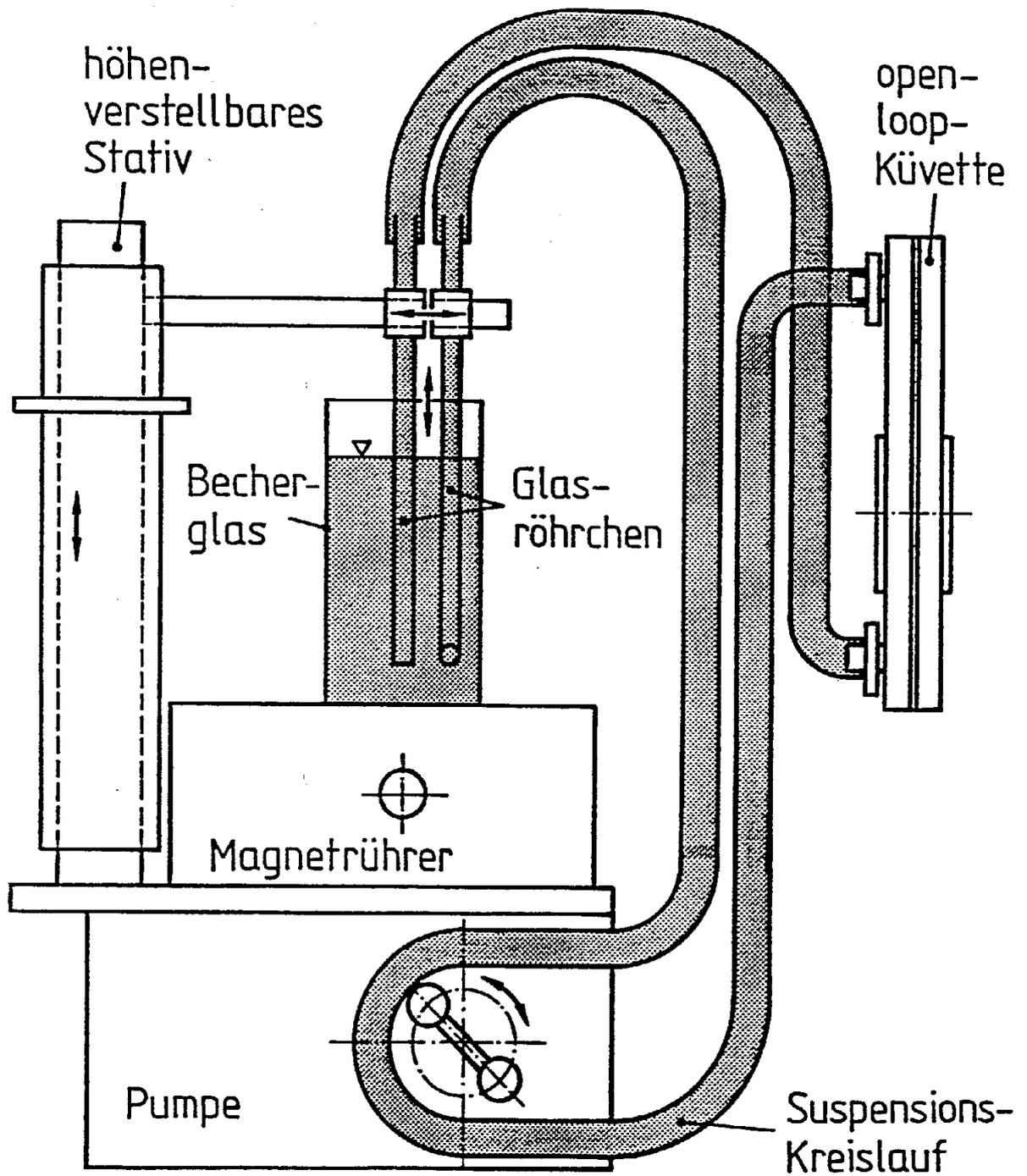
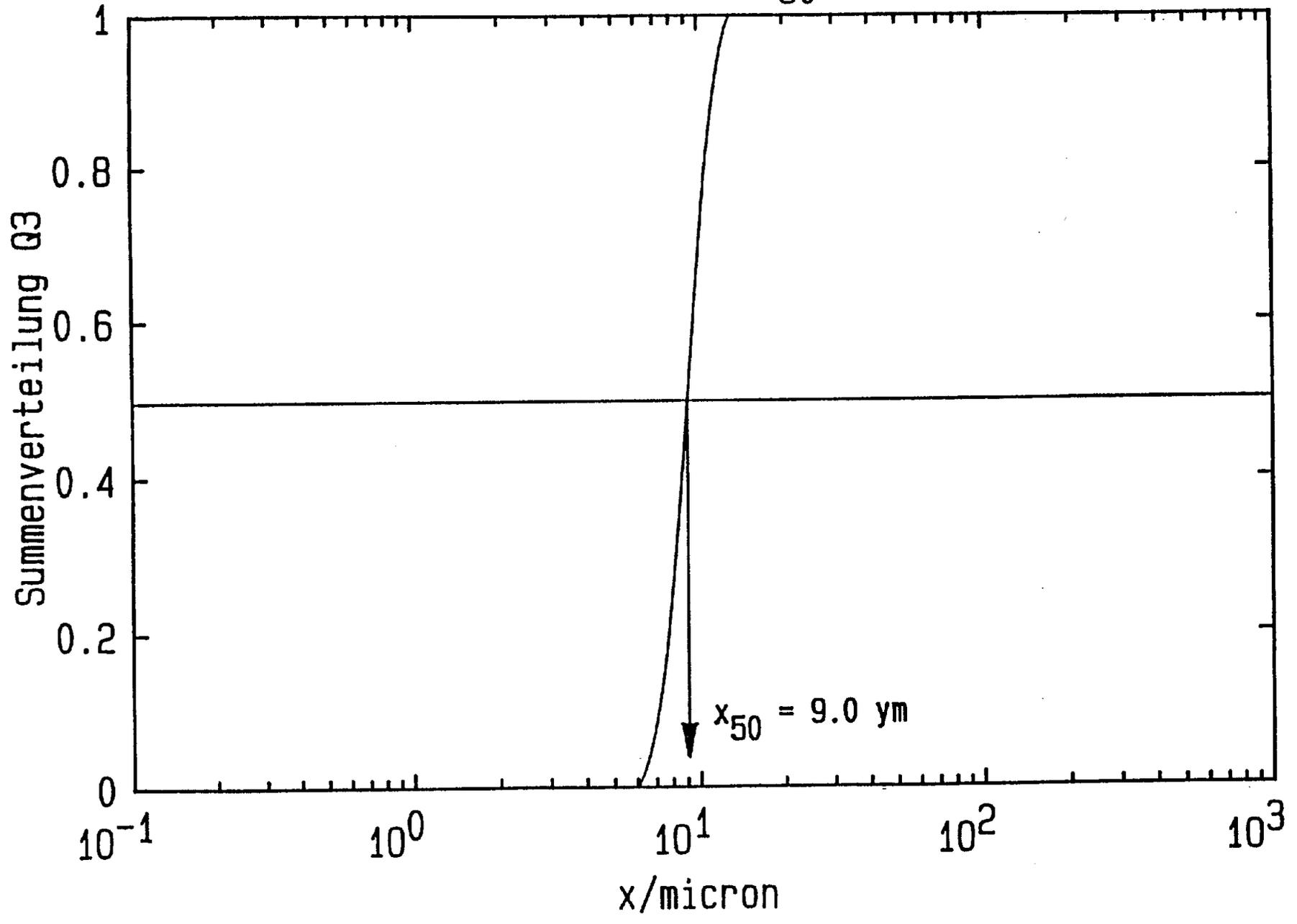


Abb. 7: CHOCELL: Dispersiersystem zur Qualitätskontrolle von Schokolade

Latex 8.7 / Zertifikat Coulter  $x_{50} = 8.9 \text{ ym}$



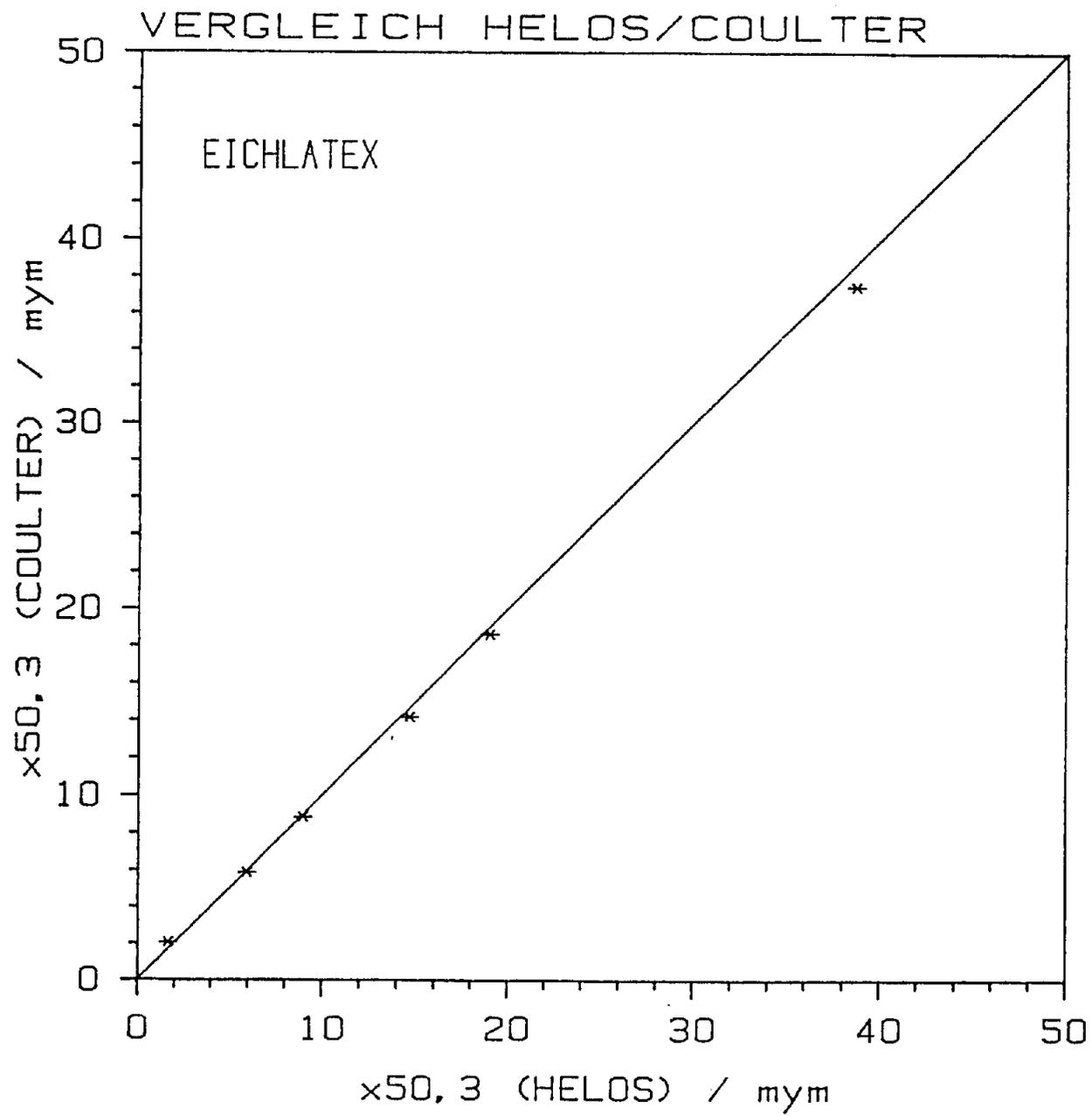


Abb.9: Referenzsicherheit

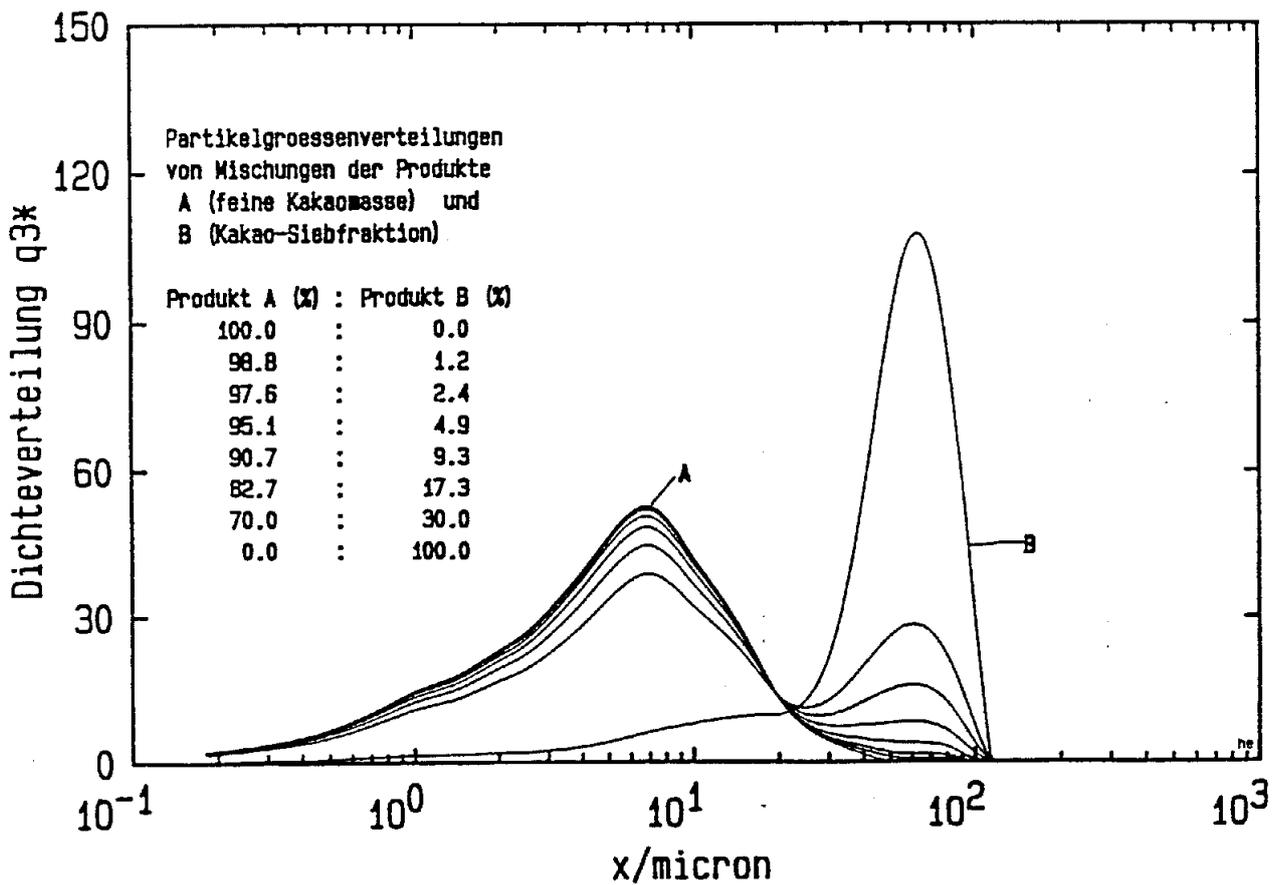
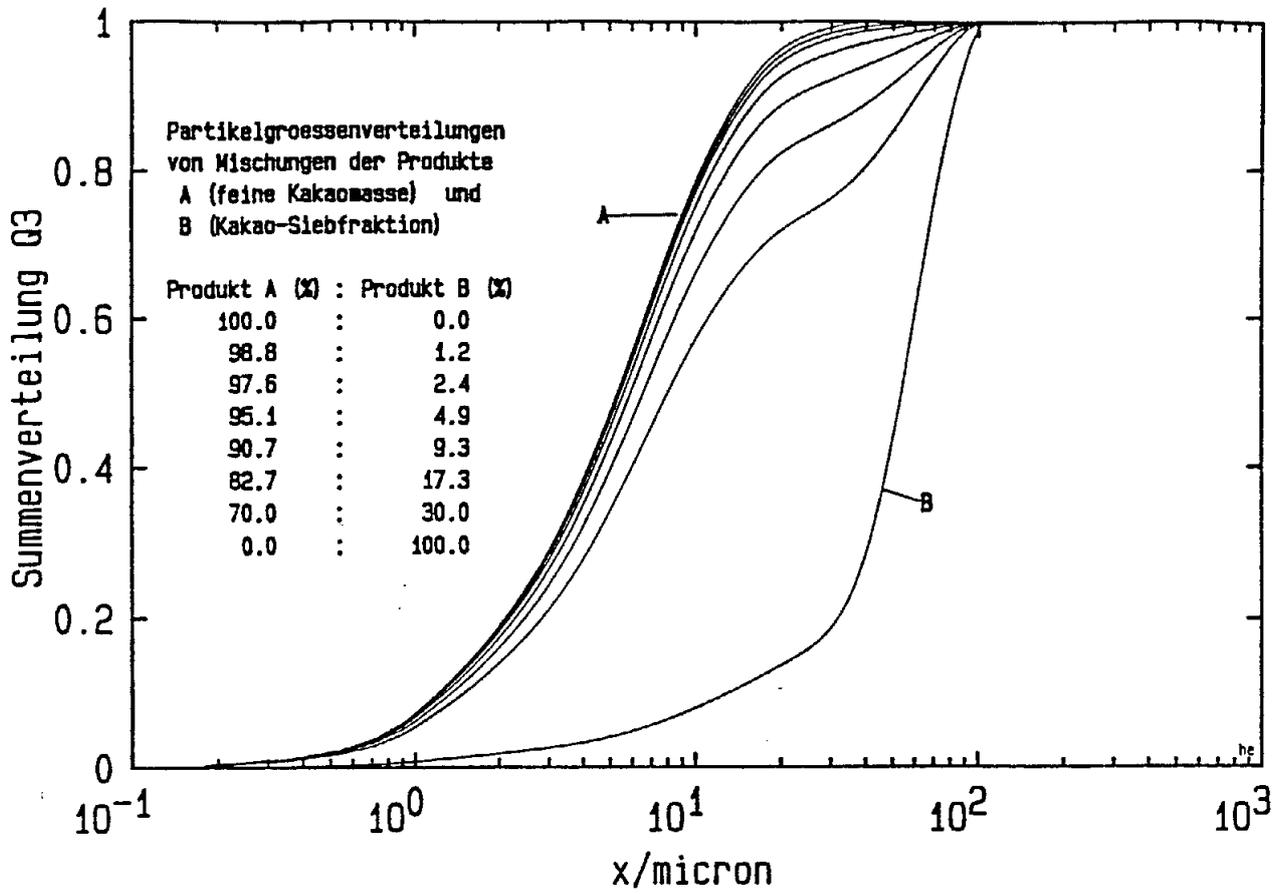
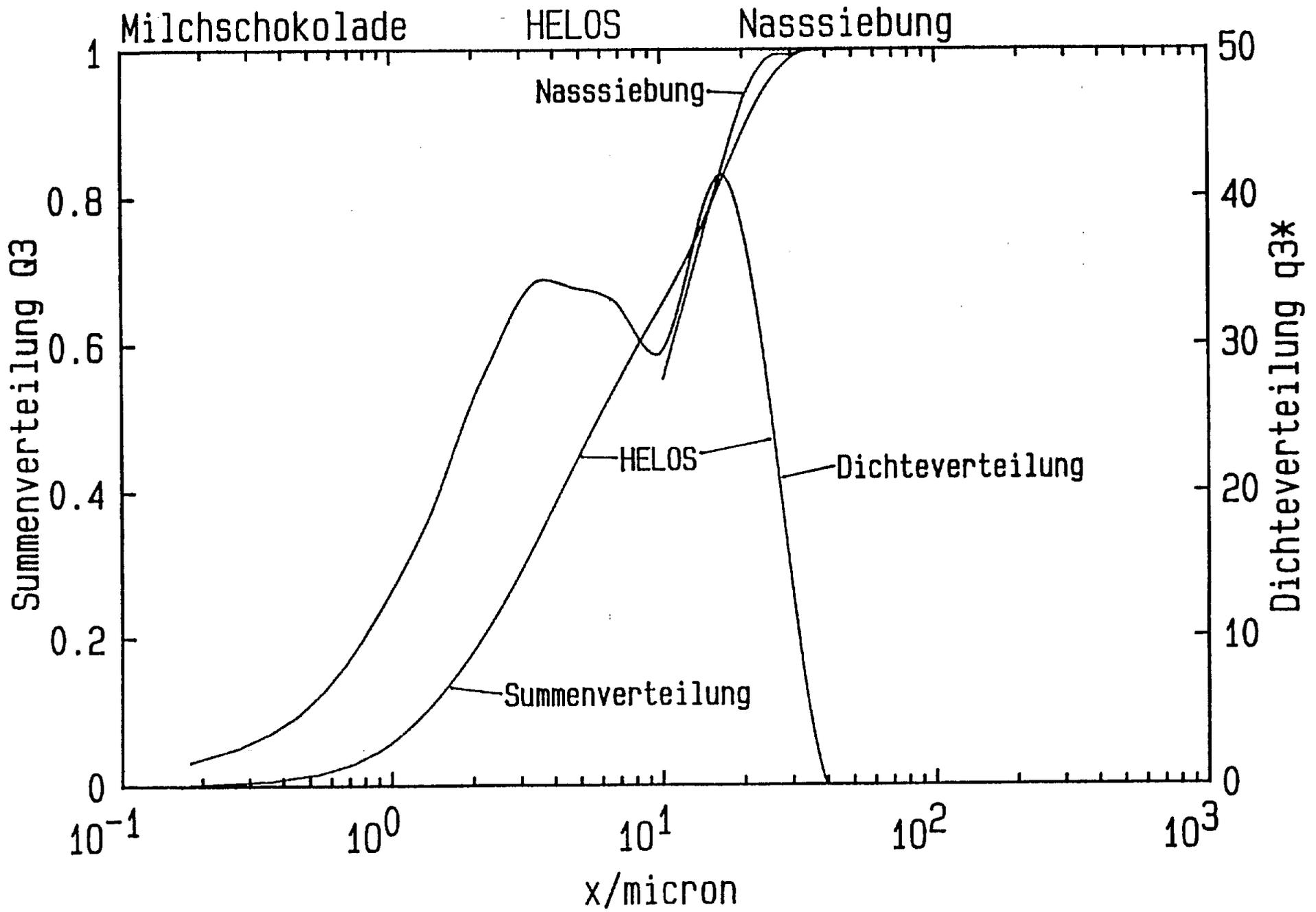


Abb. 10 a und b: Summen- und Dichteverteilung von Kakao­mischungen



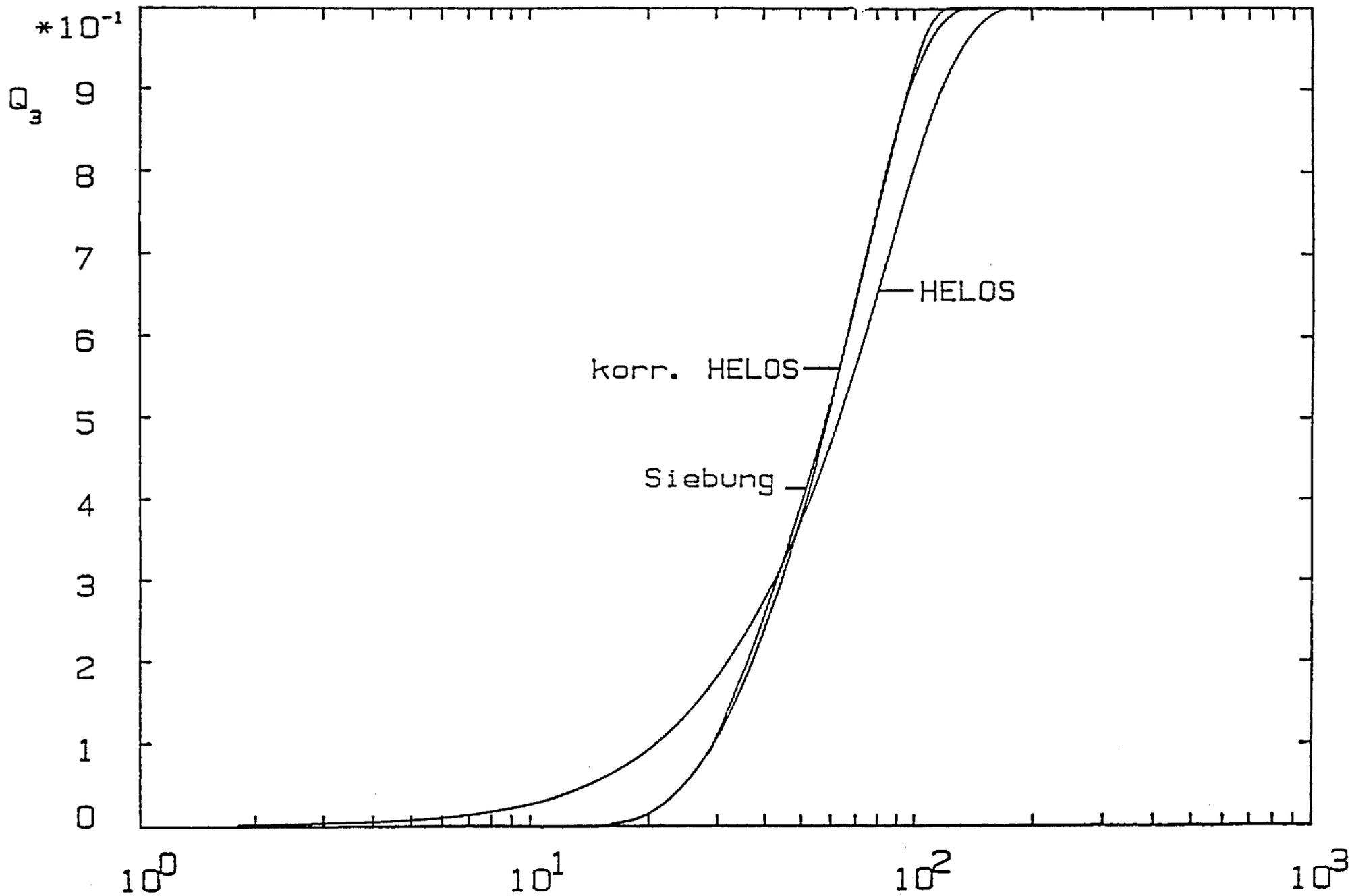


Abb. 12: Revalidierung

Partikelgrösse  $x$  in  $\mu\text{m}$