

Преимущества комбинации лазерной дифракции и динамического анализа изображений в одном приборе

Прибор: SYNC

Вступление

Компания Microtrac выпустила первые коммерческие лазерные дифракционные анализаторы для измерения размера частиц в начале 1970-х годов. С тех пор этот метод стал стандартом де-факто для контроля качества во многих отраслях промышленности, и только ситовый анализ находит более широкое применение для рутинного определения распределения частиц по размерам. Лазерная дифракция впечатляет своей простотой использования, надежностью, универсальностью и высокой пропускной способностью в сочетании с коротким временем анализа. Однако, как и любой метод, лазерная дифракция также имеет свои недостатки. Чтобы смягчить эти недостатки, было необходимо добавить дополнительный метод в дополнение к лазерной дифракции. Именно здесь пригодятся методы анализа изображений, поскольку слабые стороны одного метода являются сильными сторонами другого. По этой причине предпринимаются все более активные усилия по объединению лазерной дифракции и анализа изображений в одном измерительном устройстве. Компания Microtrac впервые разработала уникальный гибридный прибор SYNC, который измеряет размер и форму частиц одновременно в одной измерительной ячейке с использованием лазерной дифракции и динамического анализа изображений - как для сухих материалов, так и для суспензий и эмульсий. (Рис. 1).

Преимущества комбинации лазерной дифракции и динамического анализа изображений будут подробно рассмотрены в этой публикации с использованием нескольких отраслевых примеров применения.

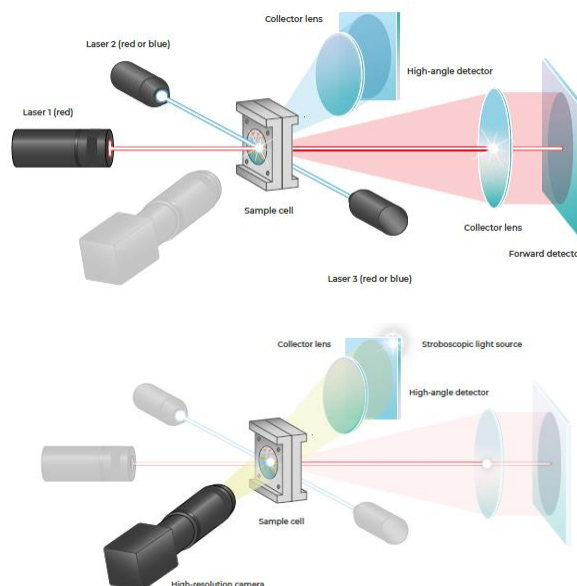
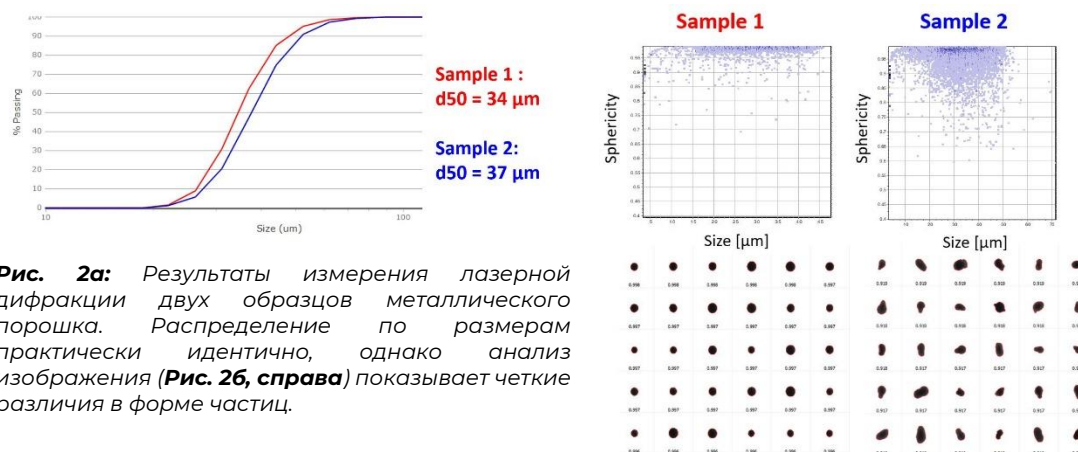


Рис. 1: Microtrac SYNC уникальная комбинация лазерной дифракции (справа вверху) и динамического анализа изображений в одной и той же ячейке образца одного прибора (справа внизу).

Пример 1: Контроль качества металлических порошков в аддитивных технологиях

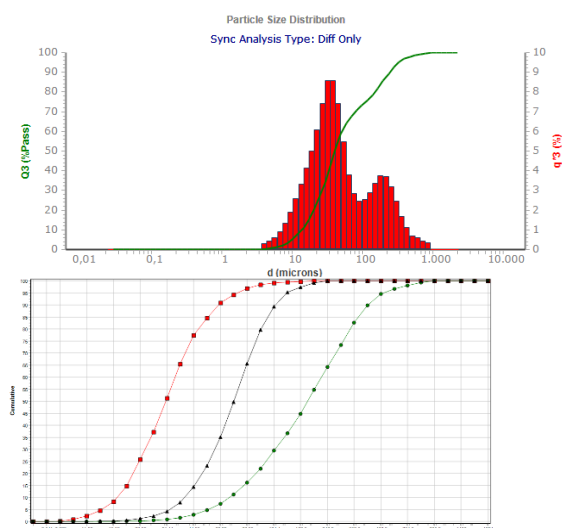
Из-за условий производства частицы могут сплавляться вместе при газообразном распылении металлических порошков и отклоняться от желаемой сферической формы. В аддитивном производстве такие дефектные частицы представляют проблему, поскольку они оказывают негативное влияние на текучесть и спекаемость порошка. Хотя агрегаты из нескольких сферических частиц намного крупнее отдельных частиц и могут быть удалены путем отсева, это не работает для удлиненных, каплевидных частиц или так называемых спутники. Спутники - это мелкие частицы, которые прилипают к более крупным частицам, которые не могут быть удалены путем отсева, поскольку диаметр большей сферы определяет диаметр ячейки сита, с помощью которого удерживается вся частица.

На рис. 2 показан анализ двух сферических металлических порошков с помощью лазерной дифракции. Средние значения очень близки - 34 мкм и 37 мкм соответственно, как и ширина распределения. Таким образом, можно предположить, что оба образца качественно сопоставимы. Однако при оценке одновременно полученных изображений очень быстро становится очевидным, что это не так! Изображения на рис. 2б показаны преимущественно круглые частицы в образце 1 и множество спутников, а также удлиненные или деформированные частицы в образце 2. На диаграмме рассеяния показан размер частиц (диаметр в мкм) и сферичность, которая является мерой того, насколько близко частица напоминает идеальную сферу (сферичность = 1,0). Каждая точка соответствует проекции частицы. Для образца 1 значения сферичности постоянно близки к 1. Пример 2 показывает большой разброс. Без анализа изображений эта важная информация была бы недоступна!



Пример 2: Acicular (needle-shaped) Crystals

При оценке измерения размера частиц с помощью лазерной дифракции всегда предполагаются, что анализируются частицы сферической формы. Это означает, что все дифракционные сигналы обрабатываются так, как если бы они были сгенерированы сферическими частицами - форма частиц не может быть обнаружена. Однако эта ограниченная оценочная модель не соответствует геометрии большинства реальных образцов. Во многих случаях встречаются чрезвычайно пластинчатые (например, минералы группы слюды) или игольчатые кристаллы, как в случае минерала волластонита, силиката кальция. Многие порошкообразные фармацевтические ингредиенты также имеют игольчатую форму. В процессе сбора данных эти частицы проходят через лазерный луч в различных ориентациях. В зависимости от ориентации частицы дифракционный сигнал может достигать детектора с длинной или короткой стороны. В первом случае оценка интерпретирует сигнал как "крупную частицу", во втором случае как "мелкую частицу". Следовательно, выводится бимодальное распределение, где первый максимум распределения имеет тенденцию соответствовать ширине, а второй максимум имеет тенденцию соответствовать длине. Не зная формы частиц, пользователь интерпретирует этот результат как смесь двух компонентов разного размера (Рис. 3, вверху слева). Это неправильное толкование можно очень легко предотвратить с помощью одновременного анализа изображений. Здесь игольчатая геометрия частиц очевидна, и даже можно определить соотношение сторон (ширина к длине) (Рис. 3 вверху справа). Кроме того, могут быть сгенерированы отдельные распределения по длине и ширине кристаллов (Рис. 3 внизу).



	Diffraction	Width	Da	Length
D10 [μm]	14.8	15.5	39.1	69.5
D50 [μm]	37.5	29.8	73.5	193.8
D90 [μm]	225.0	59.9	125.6	418.8

Рис. 3: Лазерный дифракционный анализ образца волластонита показывает бимодальную кривую (вверху слева). Изображения частиц кристаллов волластонита (вверху справа). Анализ изображения (внизу слева): распределение по ширине (красная кривая), распределение по длине (зеленая) и распределение на основе эквивалентного окружности диаметра проекций частиц Da (черная). Числовые значения перцентилей d10/d50/d90 приведены в таблице (внизу справа).

Пример 3: Обнаружение негабаритных частиц

Негабаритный размер определяется как небольшое количество частиц, которые больше, чем остальная часть образца, и часто выходят за рамки спецификации материала. Во многих областях отсутствие крупногабаритных частиц является важным критерием качества, например, для абразивов, где чрезмерно крупные частицы могут оставить царапины на обрабатываемой поверхности.

Классическая лазерная дифракция имеет лишь ограниченную пригодность для определения крупногабаритных частиц. Это происходит потому, что оценивается зависящий от угла дифракционный сигнал, который генерируется всеми частицами одновременно (метод ансамблевого измерения). Крупные частицы рассеивают свет под меньшими углами, но определенное минимальное количество этих частиц должно присутствовать, чтобы отношение сигнал/шум на соответствующих элементах детектора было достаточно большим, чтобы его можно было учитывать для получения результата. Современные лазерные дифракционные анализаторы могут надежно обнаруживать крупногабаритные частицы размером более нескольких процентов. Однако этого недостаточно для многих применений. Поскольку при анализе изображений обнаруживаются и оцениваются отдельные частицы, т.е. проекция каждой частицы генерирует записанный измерительный сигнал, чувствительность для обнаружения крупногабаритных частиц значительно повышается. Во время оценки результат анализа изображения может быть объединен с результатами лазерной дифракции для получения распределения частиц по размерам. Это показано на примере Рис. 4.

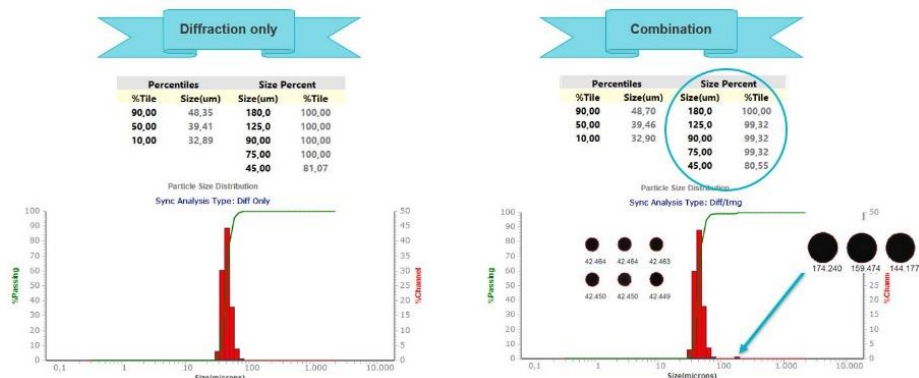


Рис. 4: К образцу стеклянных сфер добавляли 0,6% крупногабаритных частиц. Это не обнаруживается при дифракционном анализе (диаграмма слева). Только в сочетании с анализом изображения можно обнаружить негабаритный материал (справа). Кроме того, на изображениях можно обнаружить крупные частицы.

Другой пример на рис. 5 показывает распределение частиц по размерам полимерной суспензии со средним размером частиц 170 нм. С такими мелкими частицами приходится полагаться на лазерную дифракцию. Комбинируя это с динамическим анализом изображений, можно не только надежно обнаружить крупногабаритные частицы, но и очень легко макроскопически определить, являются ли это частицы образца, загрязняющие вещества, пузырьки воздуха или примеси материалов. Результат на рис. 5 был определен с помощью дифракционного анализа и показывает ок. 3 % крупногабаритных частиц с заявленным размером ок. 10 мкм. Эти частицы могут быть обнаружены с помощью анализа изображений и при необходимости оценены отдельно. Кроме того, наблюдается очень небольшая доля частиц > 40 мкм (нижняя строка изображений частиц), которую лазерная дифракция не обнаруживает..

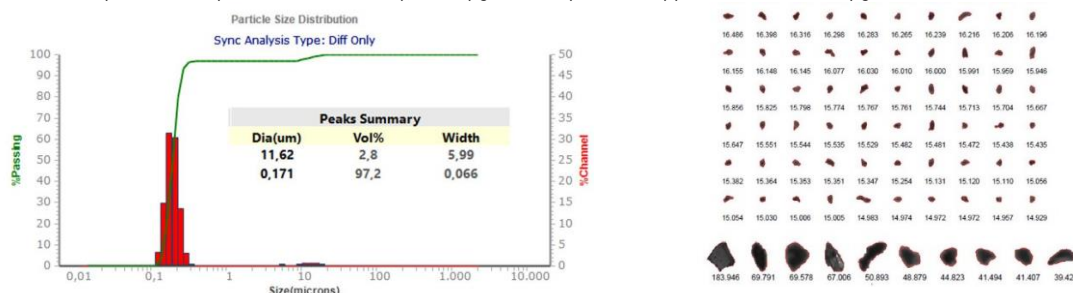


Рис. 5: Результат лазерной дифракции полимерной суспензии с избыточным содержанием (слева). Изображения частиц негабаритного материала (справа).

Пример 4: Определение соотношения компонентов в смесях

Поскольку лазерная дифракция оценивает сигнал, генерируемый всеми частицами одновременно, а сигналы светорассеяния на каждом детекторе поступают от частиц разного размера, часто бывает сложно анализировать смеси. Это особенно заметно, когда размеры близки друг к другу. Благодаря высокому разрешению камеры и анализу отдельных частиц цифровой анализ изображений здесь явно превосходит метод лазерной дифракции. Пример на рис. 6 показывает результат, в котором анализируемая смесь с помощью лазерной дифракции все еще работает хорошо. Из образца песка с распределением по размерам 2 мкм - 500 мкм, фракцию 56 мкм - 90 мкм удалили рассевом. Крупную и мелкую фракции смешивали в соотношении 1:1 и анализировали с помощью прибора SYNC. Обратите внимание, что оценка основана только на лазерной дифракции. В результате два компонента четко разделены, и соотношение воспроизводится правильно: 48,6 % / 51,4%.

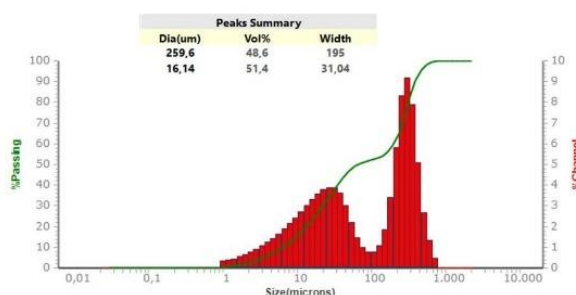


Рис. 6: Соотношение смеси мелкого и крупного песка 1:1 определяется с высокой точностью.

Другой пример определения (Рис. 7) показывает результаты тримодальной смеси стеклянных шариков (3 компонента с четко разделенным размером частиц). Размеры отдельных компонентов, полученных путем рассева, составляют < 45 мкм, 75 мкм-90 мкм и > 125 мкм. При оценке с помощью лазерной дифракции выводится только бимодальное распределение. Комбинированная оценка лазерных данных и информации анализа изображений уже указывает на тримодальность. При анализе только данные анализа изображений компоненты четко разделены в соответствии с размером. Кроме того, нет никакого перекрытия, как можно было бы ожидать от подготовки образца. Тем не менее, соответствующие параметры, часто задаваемые в технологии измерения размера частиц, процентиля d10, d50 и d90, по-прежнему очень сопоставимы для всех трех оценок (только d50 дифракционного анализа составляет порядка. на 20 мкм больше).

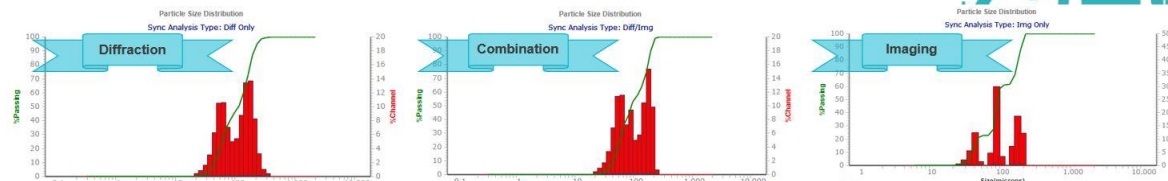


Рис. 7: Анализ тримодальной смеси стеклянных сфер. Анализ с помощью лазерной дифракции (слева), анализ изображения (справа) и комбинация того и другого метода (в центре). В таблице показаны характерные процентиля d10, d50 и d90.

	Diffraction	Combination	Imaging
D10 [μm]	41	41	38
D50 [μm]	101	83	83
D90 [μm]	185	177	180

Пример 5: Сопоставимость с рассевом

При ситовом анализе частицы удерживаются ячейками сит, соответствующими их наименьшей площади проекции. Для несферических частиц это, как правило, коррелируется с их шириной. Таким образом, ситовый анализ всегда измеряет частицы в предпочтительной ориентации. Поскольку лазерная дифракция не может различать длину и ширину частиц, результат не будет учитывать все ориентации частиц, что приводит к увеличению крупной фракции распределения по сравнению с ситовым анализом. Особенно образцы, которые были "рассеяны" при определенном размере, все еще показывают более крупные частицы в результате лазерного воздействия, чем ожидалось на основе данных рассева, что может привести к путанице для многих пользователей. Анализ изображения помогает правильно интерпретировать результат лазерной дифракции. Во-первых, можно вывести распределение, основанное на измерении ширины и, таким образом, более близкое к данным рассева. Во-вторых, оценивая геометрию частиц и отображая проекции частиц, результат работы лазера становится понятным и интерпретируемым. На рис. 8 показан результат измерения лазерной дифракции полимерного порошка. Образец был просеян на сите с ячейкой 100 мкм, поэтому крупных частиц быть не должно. Однако в распределении 10 % имеют размер более 100 мкм, и обнаруживаются даже частицы размером до 500 мкм. Диаграмма рассеяния показывает, что существует много частиц длиной более 100 мкм (до 500 мкм), но вряд ли какие-либо из них шире 100 мкм, а если и есть, то не более чем на 30 мкм. Несферические частицы этого образца ориентируются на сите таким образом, что они проходят через ячейки по ширине и, таким образом, характеризуются как частицы размером < 100 мкм.

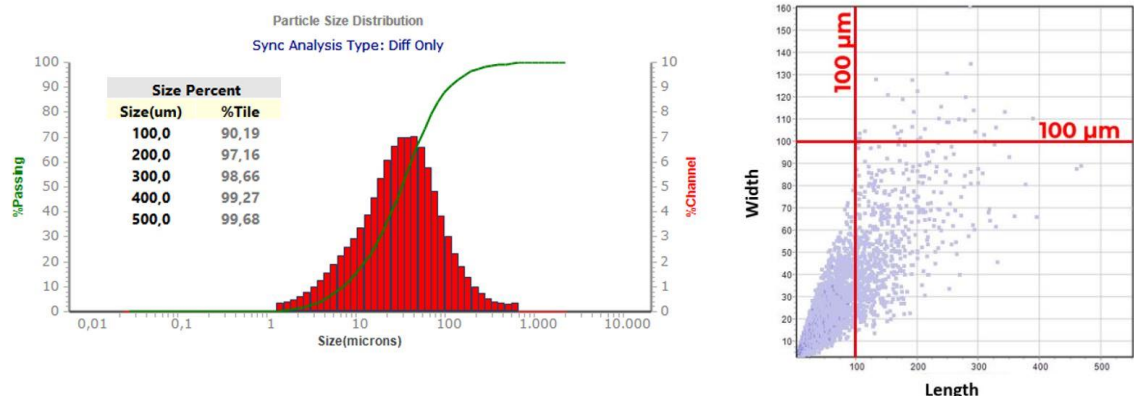


Рис. 8: Результат лазерной дифракции образца полимерного порошка. Несмотря на то, что рассев проводился на сите размером 100 мкм, в распределении присутствуют более крупные частицы. На диаграмме рассеяния видно, что это связано с тем, что длина частиц значительно превышает 100 мкм.

Выводы: Лазерная дифракция и Динамический анализ изображений прекрасно дополняют друг друга

Динамический анализ изображений идеально подходит для компенсации известных ограничений лазерной дифракции и получения более значимых результатов измерений. Являясь гибридным прибором, анализатор частиц Microtrac SYNC уникальным образом сочетает в себе оба метода, причем оба анализа проводятся одновременно в одной и той же измерительной ячейке. Модульная конструкция прибора позволяет измерять как сухие материалы, так и суспензии и эмульсии.

Отображаемый результат может быть основан на классической лазерной дифракции, анализе изображения или комбинации того и другого метода. Ученые и пользователи извлекают выгоду из

преимуществ обоих методов: универсальности, надежности и широкого диапазона измерений лазерной дифракции, а также анализа формы, чувствительности и разрешения при анализе изображений.

	Лазерная дифракция	Анализ изображений
Анализ формы	Нет	Да
Измерение <1 мкм	Да	Нет
Смеси и негабариты	С ограничениями	Очень хорошая
Гибкость в применении	Высокая	Ограничения для крупных частиц

Microtrac Sync Одновременный анализ лазерной дифракции и анализ изображений: Непревзойденный

Для получения более подробной информации пожалуйста свяжитесь с нами по адресу:

www.microtrac.com