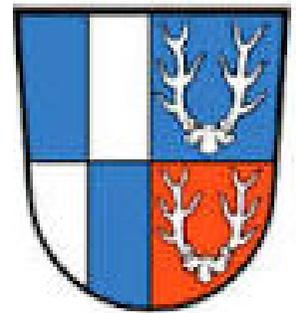




**ARBEITSKREIS KOHLENSTOFF DER DEUTSCHEN  
KERAMISCHEN GESELLSCHAFT E.V.**



# **AKK DKG Herbsttagung 2014 in Selb**



## **Vortrag**

# **Die Partikelmessung und die Krümelkunde**

**Dr. Gerhard Nowack, Micromeritics GmbH Aachen**



**Firmensitz:**

**Atlanta  
(Norcross)**

**Georgia  
USA**

# Micromeritics Instruments Corp., Atlanta, Norcross, GA, USA

Die „Micromeritics Instrument Corporation“  
wurde am

18. Juni 1962

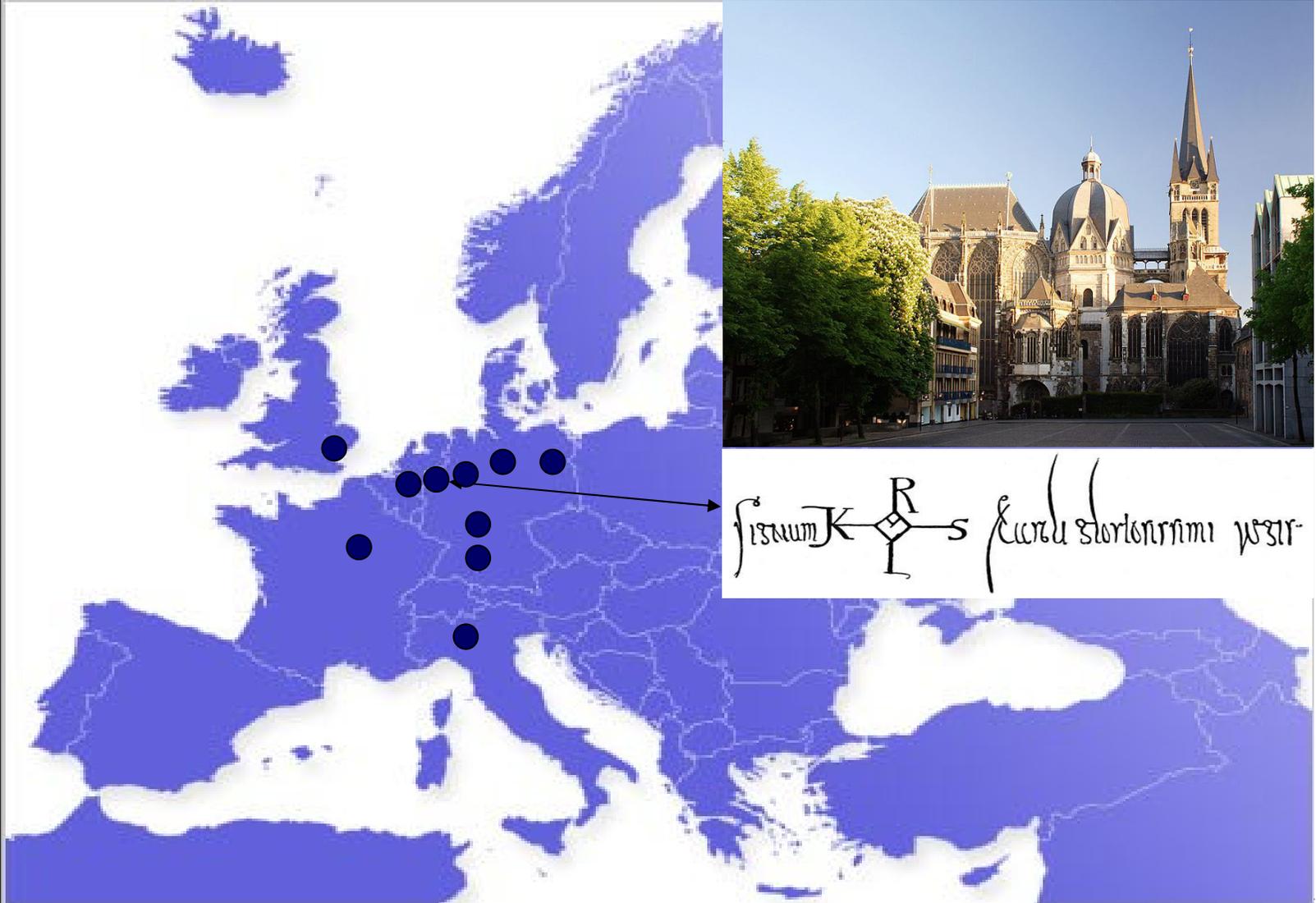
von

Dr. Clyde Orr und Warren P. Hendrix  
gegründet.



50  
YEARS

# Micromeritics GmbH Aachen



# Bereich Süd: Ochsenfurt

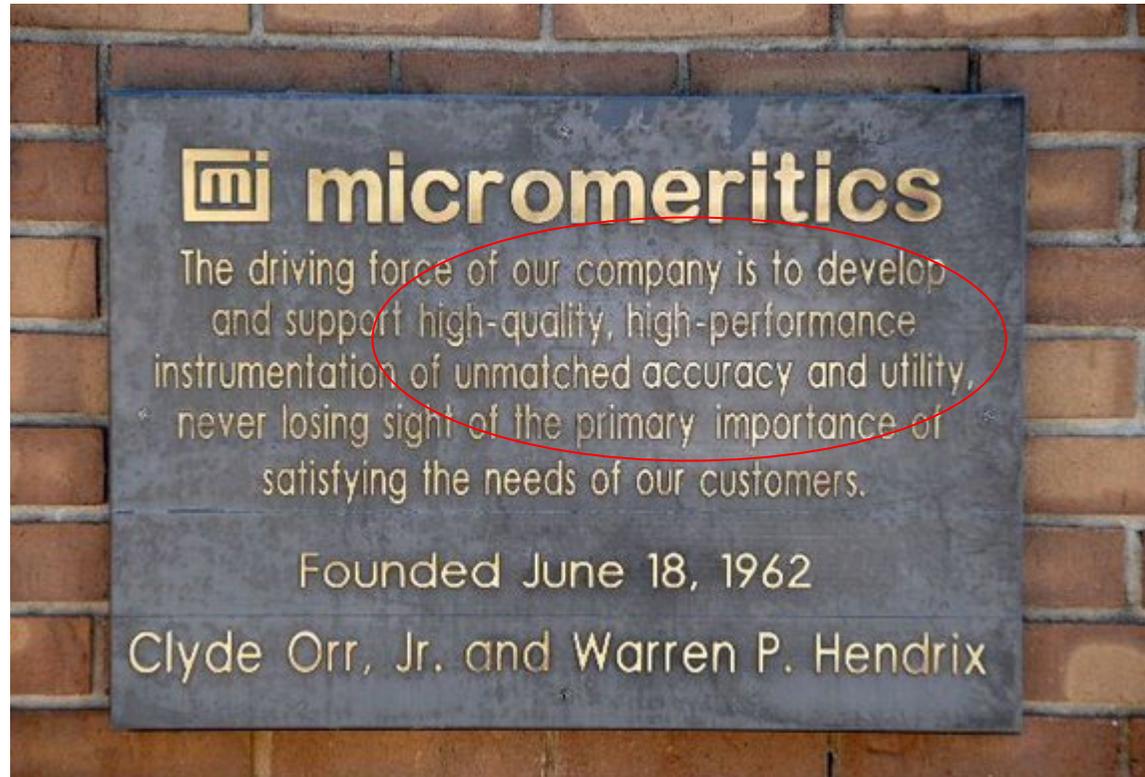


Dr. Gerhard Nowack  
Hübnerweg 14  
D - 97199 Ochsenfurt  
Deutschland

☎ 0049 - 9331 - 98 37 19  
F 0049 - 9331 - 98 37 16  
M 0049 - 171 - 9796 055  
E [gerhard.nowack@micromeritics.com](mailto:gerhard.nowack@micromeritics.com)



# Micromeritics Instruments Inc., Norcross, GA



# Seit 50 Jahren ...

## **Partikelanalyse zur →**

Bestimmung der Eigenschaften kleiner  
Teilchen



## **Drucksensorik für →**

die Dichtebestimmung und Sorptionsmessungen  
(Physi- und Chemisorption) und der Porosimetrie

## **Analysatoren für →**

Forschung, Industrie, Kommune, meist wissenschaftlicher  
Hintergrund und / oder QM / QS, statistisch abgesicherte  
Messungen, zertifiziert

# Eine kurze Übersicht

## Methode:

## MIC - Geräte:

**Dichtemessung**

AccuPyc  
GeoPyc

**Porosität**

ASAP – Serie  
TriStar  
AutoPore – Serie (Hg)

**Physisorption (Oberfläche)**

Gemini – Serie  
ASAP - Serie  
TriStar  
FlowSorb

**Chemisorption**

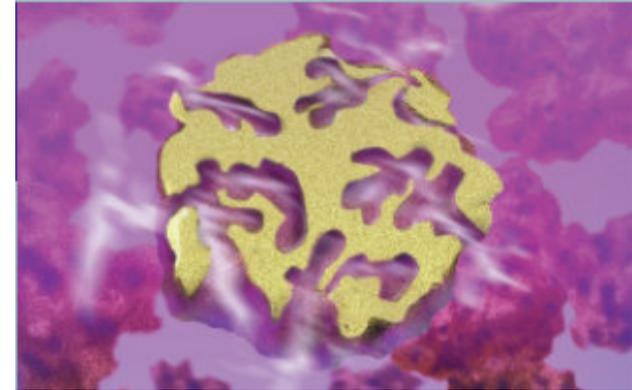
ASAP 2020 C  
ChemiSorb – Serie  
AutoChem 2920

**Partikelgröße**

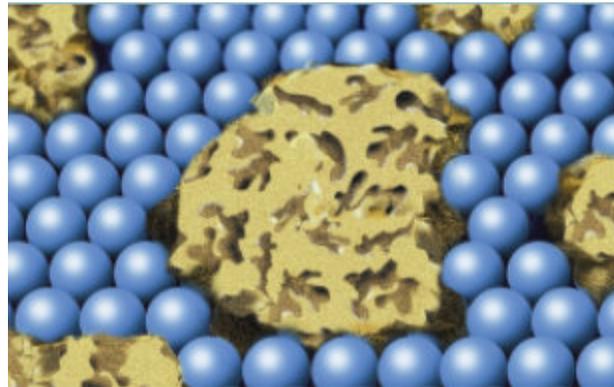
SediGraph  
EIZone  
Saturn DigiSizer  
Particle Insight

# Dichte

Reindichte



Roh- und  
Schüttdichte



# AccuPyc II 1340 Gaspyknometer zur Bestimmung der Reindichte

- Grundgerät mit Analysemodulen erweiterbar
- 1, 10, 100, 350 und 2000 cm<sup>3</sup>
- neu: bis 30 kg
  
- Präzision  $\pm 0,01\%$ , Genauigkeit  $\pm 0,03\%$
- Patentierter Verschluss
- Steuerbar über Tastatur oder Windows-Software
  
- Verwendung aller nicht-korrosiven Gase
- Multivolume-Option
- FoamPyc-Option
- Thermostatisierbare Version
- Porosität



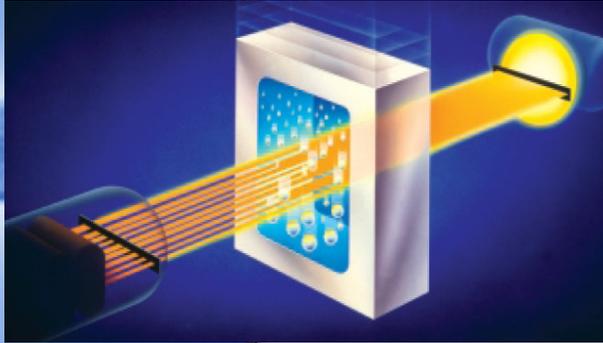
# GeoPyc Pyknometer zur Bestimmung der Roh-, Schütt – und TAP - Dichte

- Prinzip: Einwaage / Volumendifferenz
- Präzision  $\pm 1,1\%$
- Verschiedene Messkammern
- Verdrängungsmedium: DryFlo<sup>®</sup>

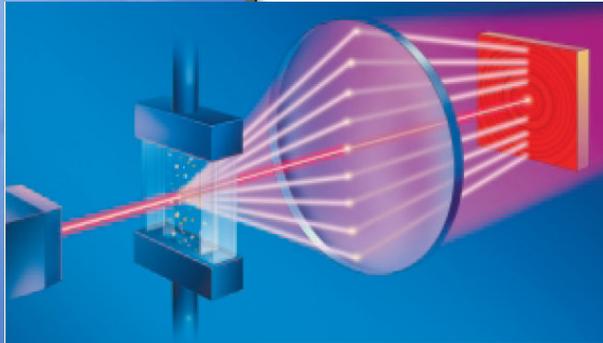


# Partikelmessung

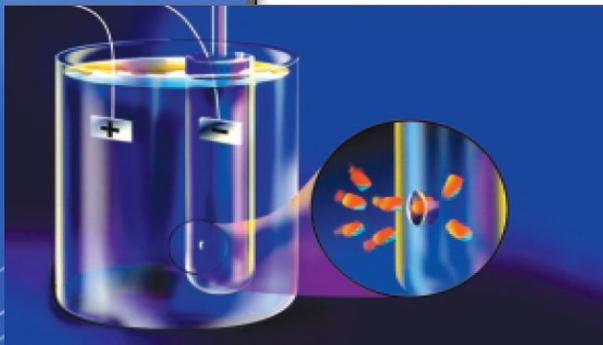
Sedimentation



Laserstreulichtmethode



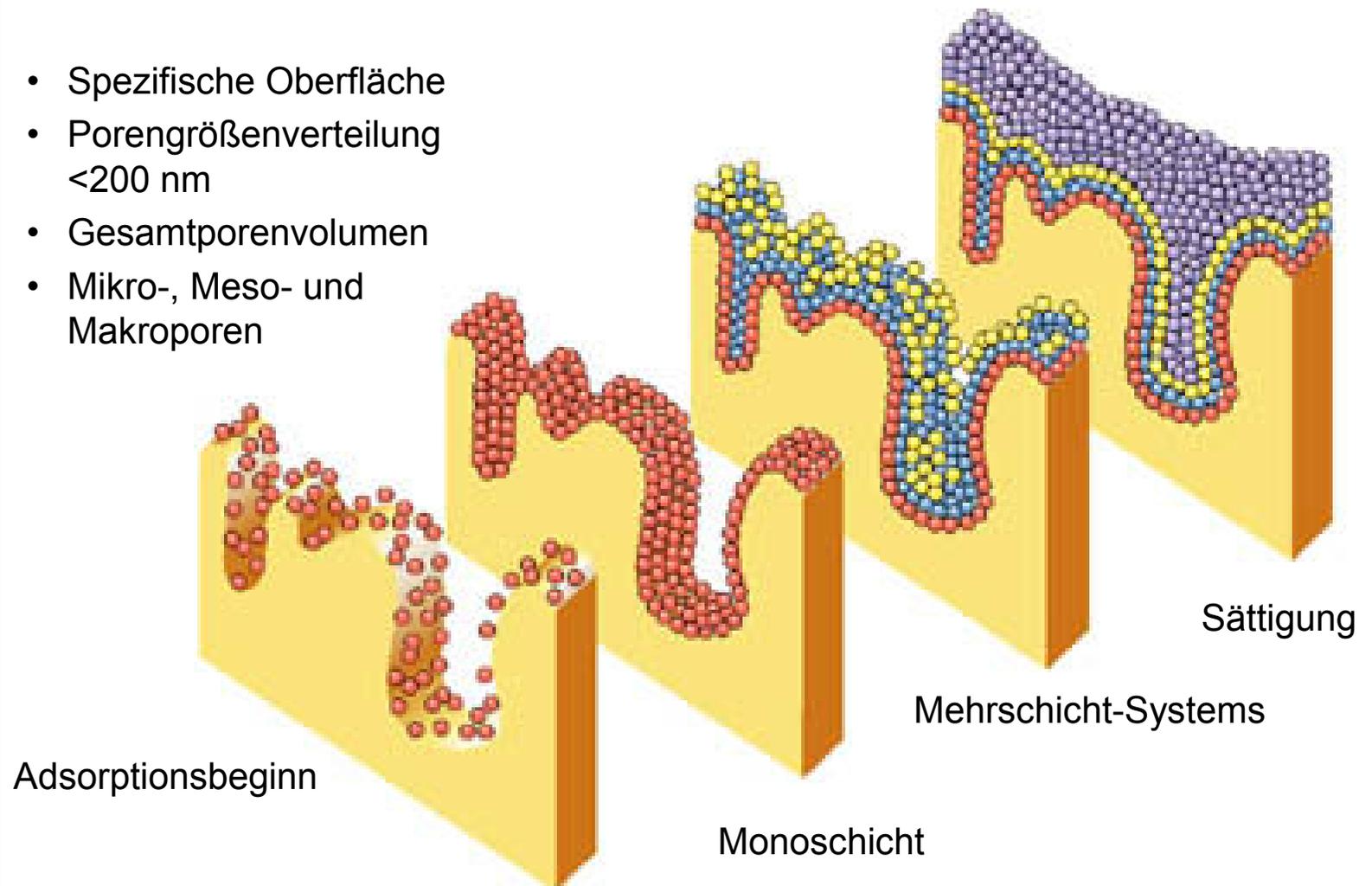
Elektrischer Widerstand



# Physisorption

## Informationen:

- Spezifische Oberfläche
- Porengrößenverteilung <math><200\text{ nm}</math>
- Gesamtporenvolumen
- Mikro-, Meso- und Makroporen



# Physisorption: Port Folio



**Gemini**

**1 Port**



**TriStar**

**3 Ports**



**ASAP 2020 HD MP**

**1 MP, 2 Degas**



**3-Port HD MP**

**2 & 3 MP**

# Gemini VII 2390

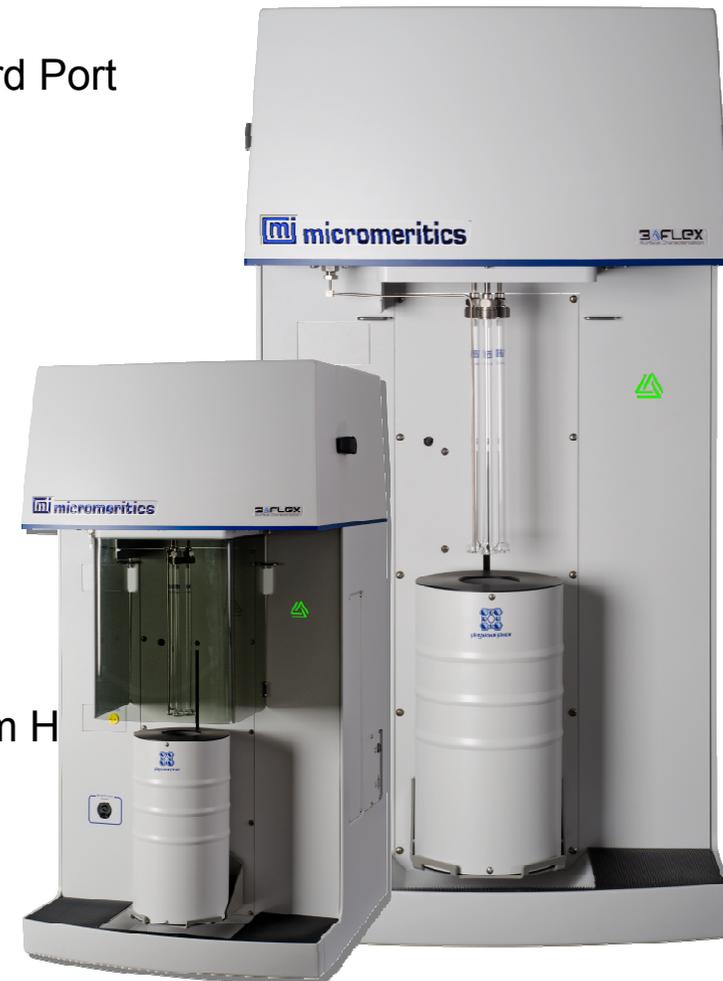
- Gemini-Design: Proben- und Referenzgefäß
- Gasdosierung über Servoventil
- Analysiert Proben ab 0,01 m<sup>2</sup>/g (einwaageabhängig)
- **Gemini VII 2390 a**: Standard
- **Gemini VII 2390 p**: zusätzliches p<sub>0</sub>-Röhrchen
- **Gemini VII 2390 t**: längere Analyse, für BJH Ad- und Desorption



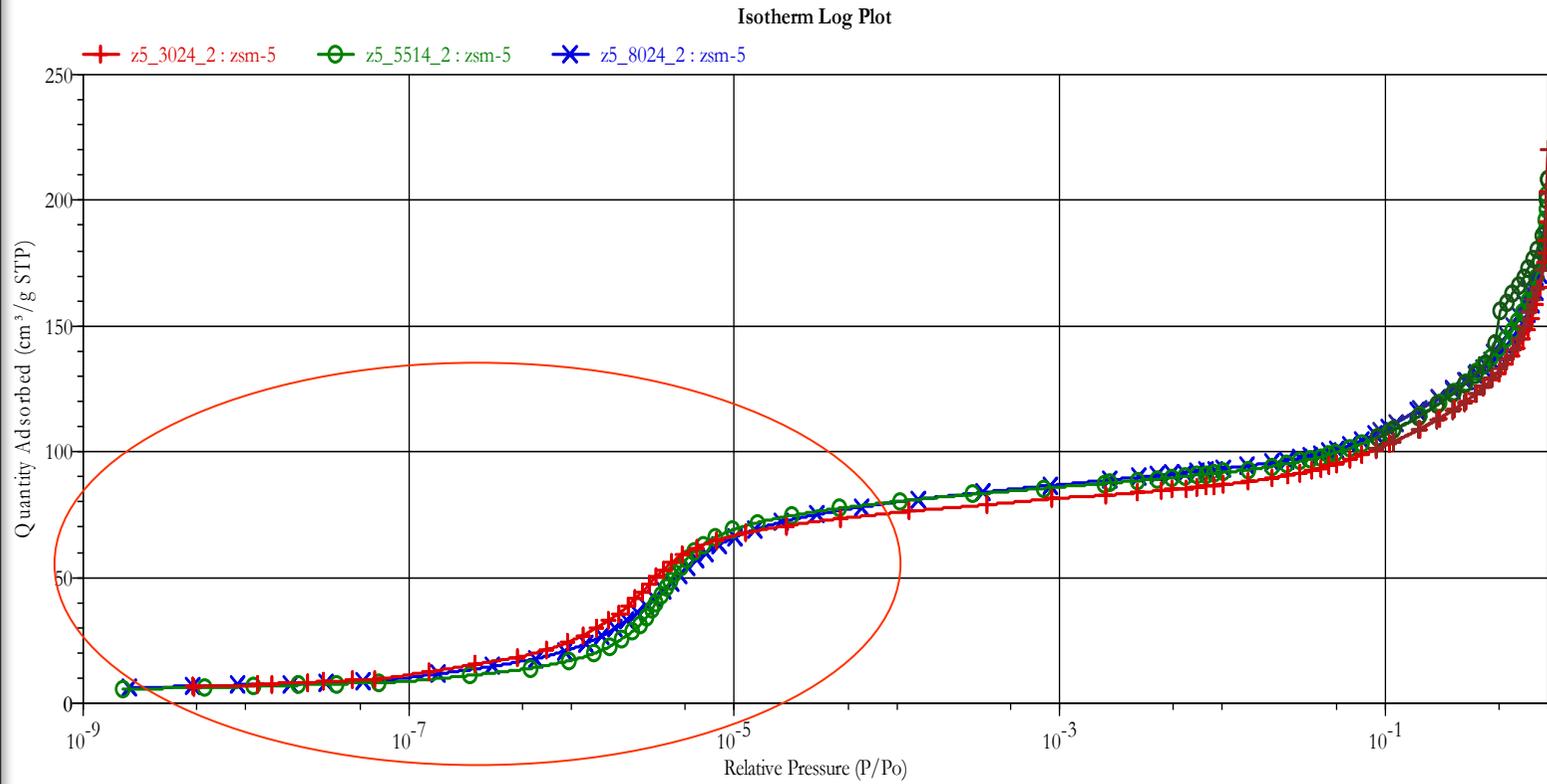
# 3 FLEX

Surface Characterization

- **2+ und 3 MicroPore**
  - 2 MicroPore Ports und 1 Standard Port
  - Upgrade: 3 MicroPore Ports
- **Hardseal Manifold - Technologie**
  - VCR, CF, and PCTFE
- **Temperaturkontrolliertes Manifold**
- **Kompaktes Design**
  - 610mm D x 572mm W x 1118mm H

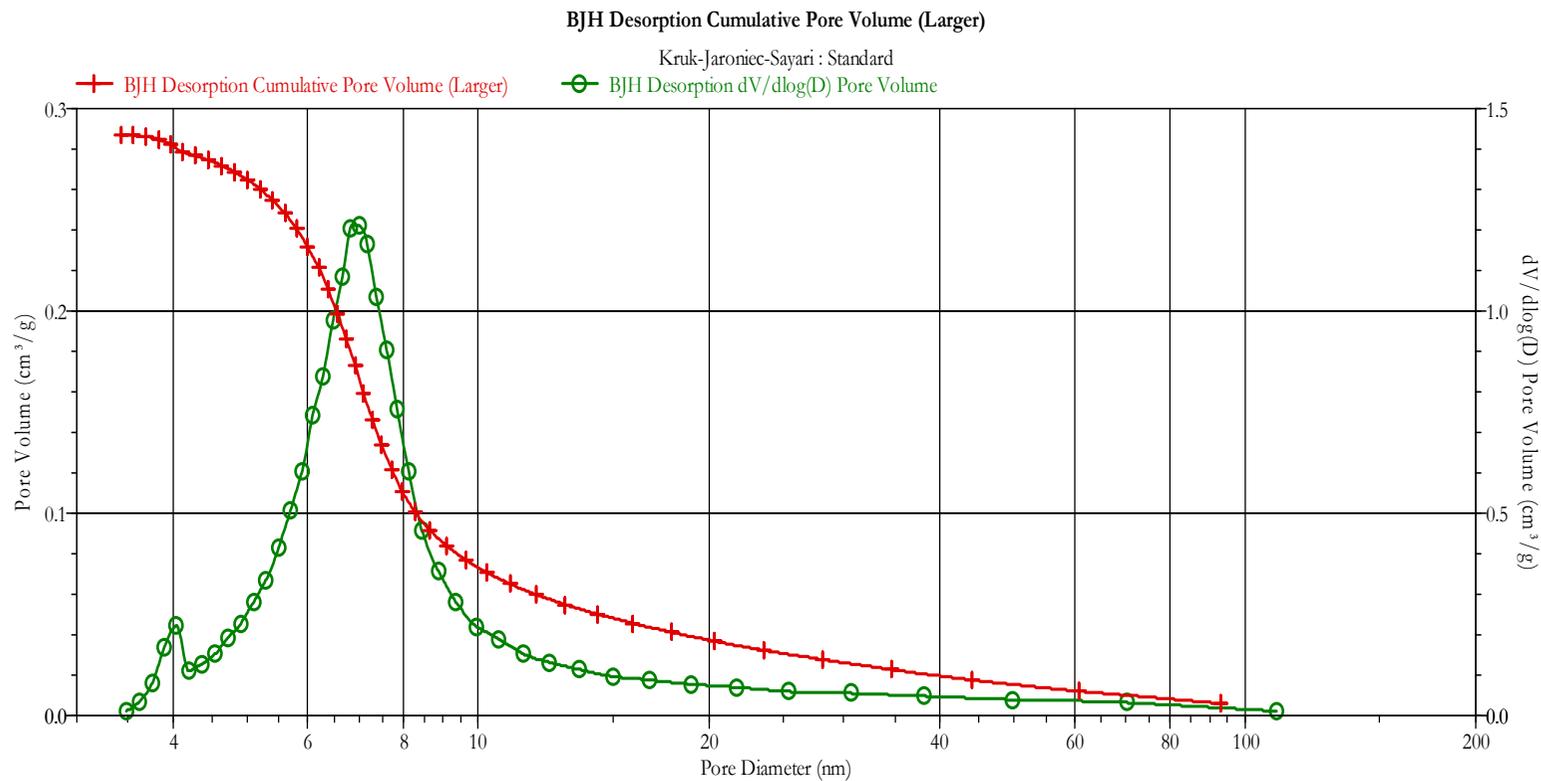


# ZSM-5 Isotherm Overlay



# Pt-Alumina BJH Desorption Pore Volume Distribution

- Nitrogen adsorptive at LN2 Temperature



# Chemisorption

## Charakterisierung von Metalloberflächen

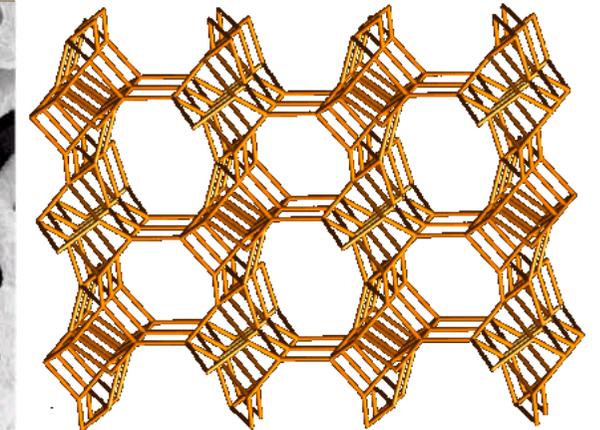
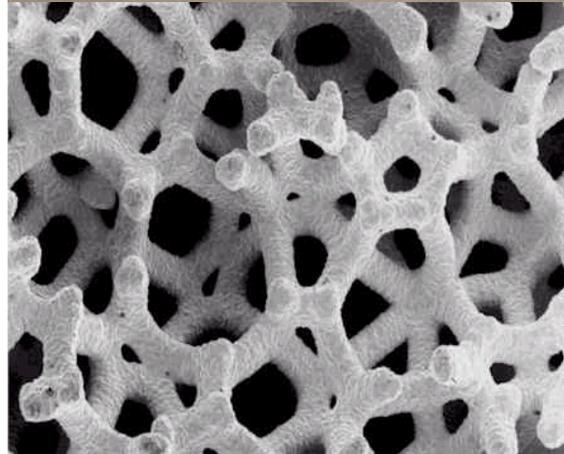
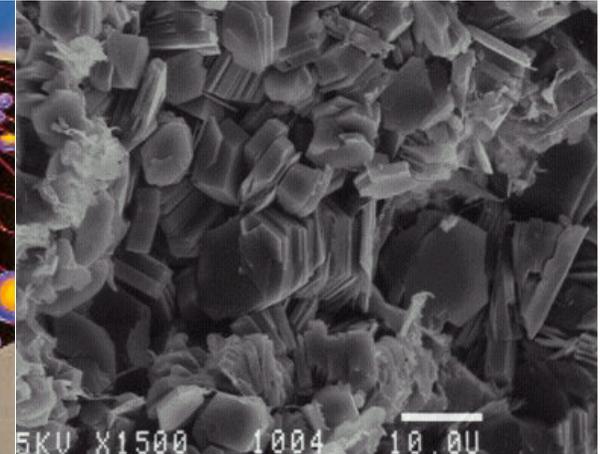
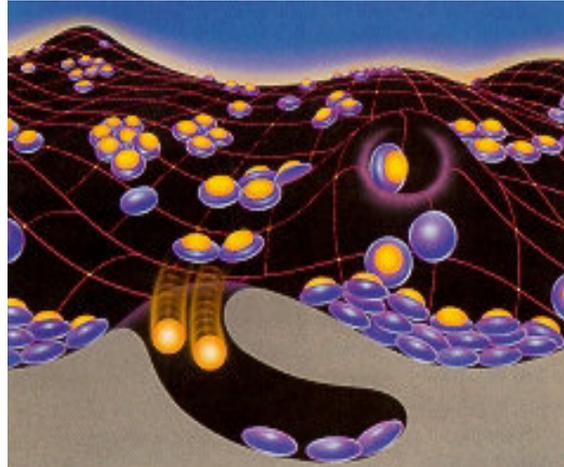
- Metalldispersion
- Pulschemisorption
- TPR
- TPD
- TPO
- TPA

mit

ASAP2020 C

ChemiSorb 2720,  
2750

ChemiSorb HTP  
AutoChem 2920



# Chemisorption: Port Folio



**ASAP 2020 C**

**1 Port**



**AutoChem II 2920**

**1 Ports**



**ChemiSorb 2480 HTP**

**6 P, 12 Degas**

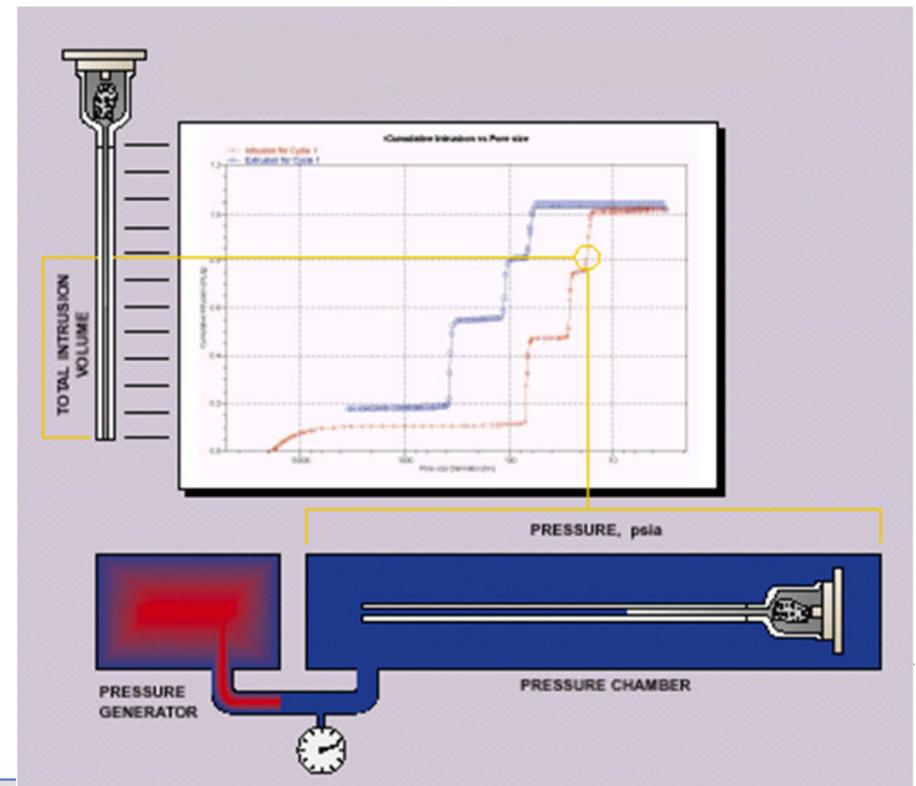
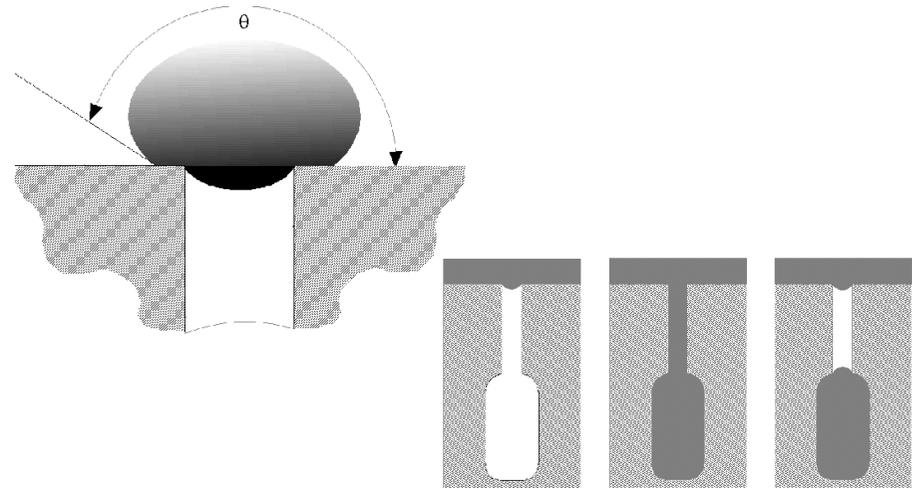


**3Flex C**

**in-situ Prep**

# Porosimetrie – AutoPore Serie

- Washburn-Gleichung
- Idealisierte zylindrische Poren
- Kontaktwinkel



# PID Microactivity Reactor EFFI



## Modulares Laborsystem

- Aktivität und Selektivität von Katalysatoren
- Konfigurationen auf Anwendung zugeschnitten:
- Hydrocracken
- Hydrodesulfurierung
- Isometrisierung
- Hydrogenierung
- Oxydierung
- Hydrodenitrifizierung (HDN)
- Polymerisierung, Reformieren (Aromatisierung)
- Dampfreformieren...

# Analysen Service

<b>Methode</b>	<b>MIC – Gerät</b>	<b>MAS / MPS Service</b>
Dichte	AccuPyc, GeoPyc	√
Porosität	ASAP, AutoPore (Hg)	√
Oberfläche (Physi-)	Gemini, TriStar, ASAP	√
Chemisorption	FlowSorb, ChemiSorb AutoChem, ASAP C	√
Partikel	SediGraph, ElZone Saturn DigiSizer, PI, HEL SubSiever	√

# Konformitäten

- cGMP/GLP konform (current Good Manufacturing Practice, Gute Laborpraxis)
- ISO 17025 konform
- FDA registriert (Food and Drug Administration)
- DEA lizenziert (Drug Enforcement Administration)
- Das MPS “Quality Management System (QMS)” entspricht den 21 CFR (Code of Federal Regulations) Part 11, 210 and 211 Forderungen
- IQOQ (Installation Qualification / Operation Qualification)
- Validierungen

# Die klassische Krümelkunde

- Grundlagen zur Partikelmessung -



## In der Praxis gab und gibt es viele Begriffe für die Beschreibung von Partikel:

die Dispersitätsanalyse	→	Form
die Partikelmesstechnik	→	technisches Messen
die Dispersoidanalyse	→	Suspensionen, med.
die Kornanalyse	→	Sieben, Kies, Beton
die Korngrößenanalyse	→	Schüttgüter
die Feinheitmessung	→	Stäube, Fasern
die Teilchengrößenanalyse	→	wissenschaftl. Messen
die Granulometrie	→	Geologie Sedimentation

In Karlsruhe wurde daraus die  
Psichiosophie  
... oder kurz

## die Krümelkunde

# Die Krümelkunde ...

beschreibt Stoffe, deren verfahrenstechnisches Kennzeichen als **Feinheit** bezeichnet wird.

Die Stoffe liegen nicht als kompaktes Ganzes vor, sondern sind **zerteilt = dispers**.

Verallgemeinert wird daher aus der Feinheit, die Dispersität und aus den Stoffen die Stoffsysteme.

W. Alex, H. Rumpf, K. Leschonski

# Ein disperses Stoffsystem ...

besteht aus  
mindestens zwei  
unterscheidbaren  
Komponenten,

der **nicht**  
zusammenhängenden  
**dispersen Phase**

und

dem **umgebenden**  
**Medium** (das Kontinuum).



# Die dispersen Elemente ...

... sind die einzelnen Teile der dispersen Phase.

Synonyme sind:

Partikel

Dispersoid

Stück (fest, grob)

Flocke (fest, locker)

Tropfen (flüssig)

Blase (gasförmig)

Pore (gasförmig im festen Medium)

Krümel (unterm Tisch).

## Disperse Systeme: Die disperse Phase und das umgebende Medium kommen in allen drei Aggregatzuständen vor:

### Disperse Phase fest:

- Umgebung fest → Autoreifen, **Rosinenkuchen**
- Umgebung flüssig → Schlämme, Suspensionen
- Umgebung gasförmig → feste Aerosole, Rauch

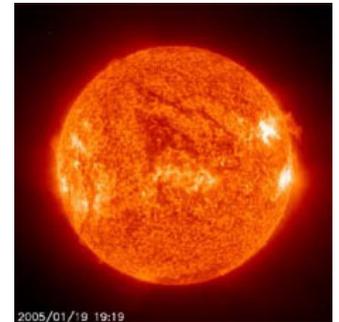
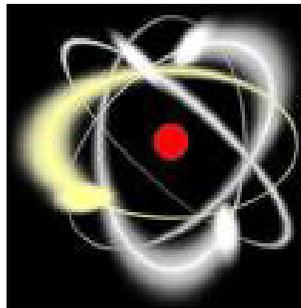
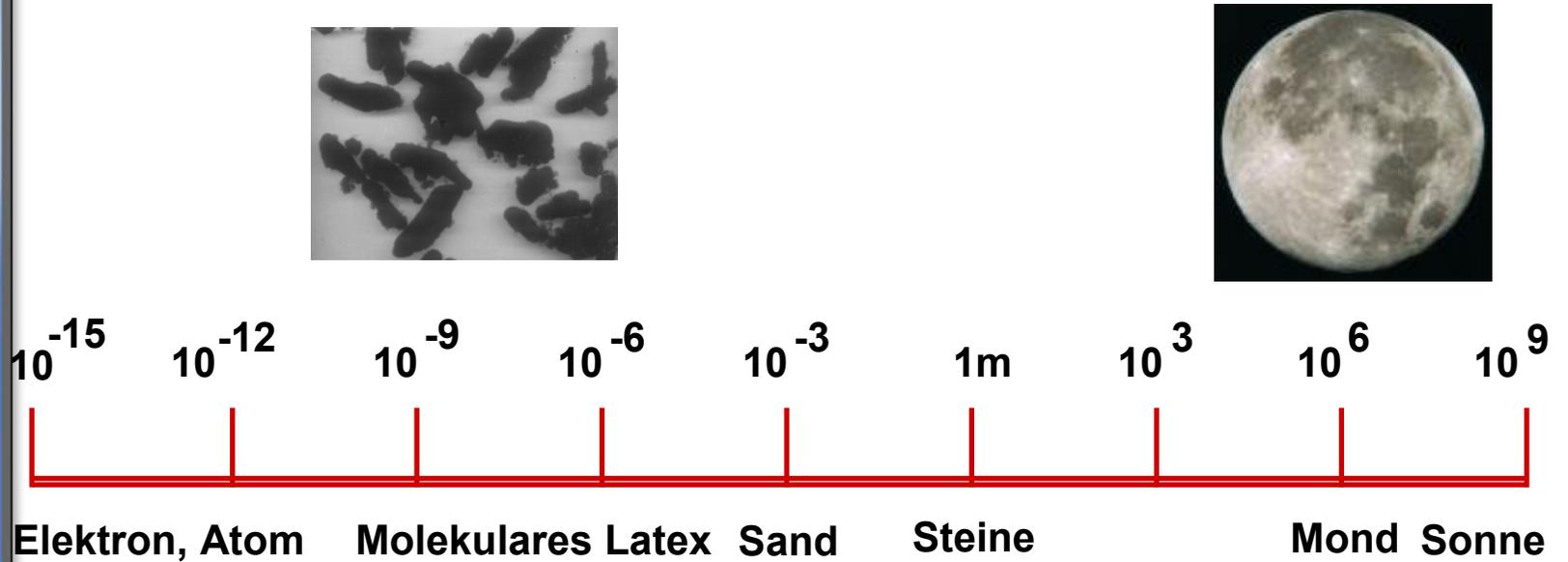
### Disperse Phase flüssig:

- Umgebung fest → Biologische Zellverbände
- Umgebung flüssig → **Emulsionen**
- Umgebung gasförmig → flüssige Aerosole, Nebel

### Disperse Phase gasförmig:

- Umgebung fest → feste Schäume, Aerogele
- Umgebung flüssig → flüssige Schäume, **Blasen**
- Umgebung gasförmig → geht nicht, unbegrenzt misc.

# Größenordnungen disperser Systeme



# Beispiel: Zucker

## Erscheinungsform:

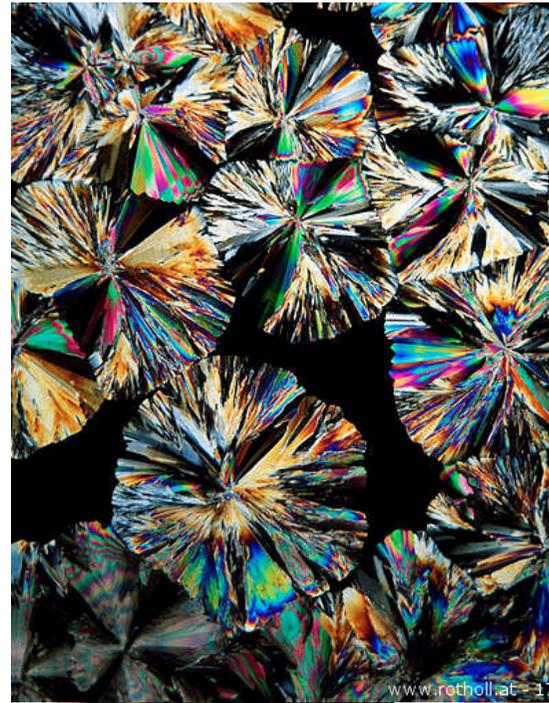
Pudersucker  
Kristallzucker  
Hagelzucker  
Würfelsucker  
Kandiszucker  
Zuckerhut

## Chemisch:

Rohrzucker

## Verfahrenstechnisch:

verschiedene Produkte mit  
verschiedenen  
Anwendungsbereichen



# Beispiel: Rosinen - Gugelhupf

gut:

wenn alle Rosinen  
statistisch im Teig  
verteilt sind



schlecht:

wenn alle Rosinen  
auf den Boden liegen



# Verfahrenstechnische Frage:

Wie erhält man eine optimale Rosinen - Verteilung ?

gut:

wenn alle Rosinen  
statistisch im Teig  
verteilt sind



schlecht:

wenn alle Rosinen  
auf den Boden liegen



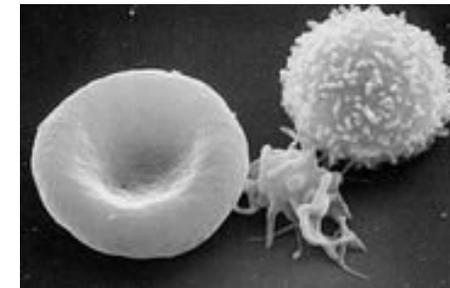
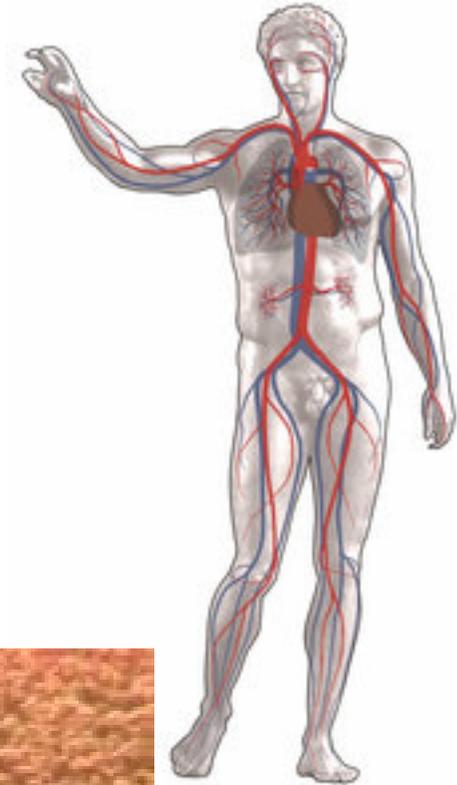
# Beispiel: Blut

Die eine Hälfte ist Wasser, die andere Hälfte besteht aus Blutkörperchen, Eiweiß und gelösten Stoffen.

Verfahrenstechnisch:

Schlamm!

Er wird durch die nachgiebige Form der roten Blutkörperchen in Fluss gehalten.



# Makro - Beispiel: Weltall



**Der galaktische Staub...**



**... ballt sich zu  
Sternen ...**



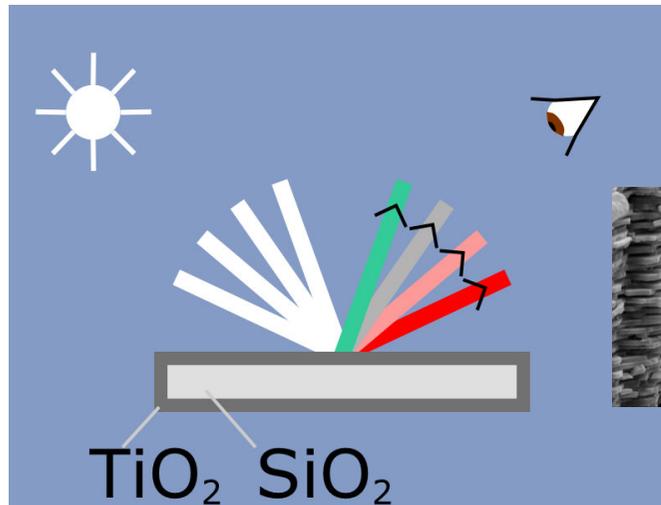
**... und ganzen Galaxien  
zusammen.**

# Praxis: Pigmente

## Wismutvanadatgelb



Ultramarin



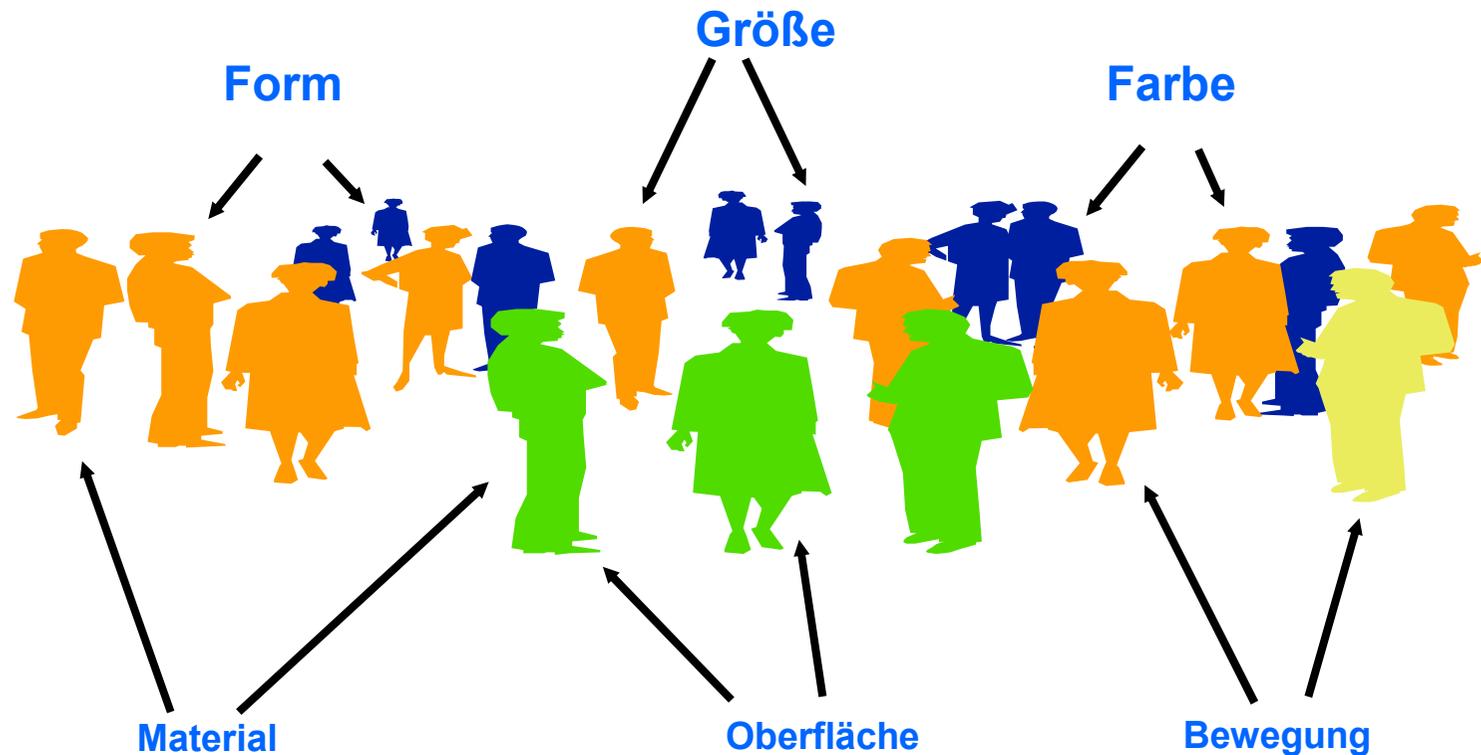
**Perlglanz: plättchenförmiger Glimmer**

**Natur: Perlmutter aus  $\text{CaCO}_3$  Schichten**

# Dispersität und Produkteigenschaften

- Festigkeit des Betons
  - Farbe, Deckkraft von Anstrichen
  - Geschmack der Schokolade
  - Stabilität der Milch
  - Auflösungsverhalten von Tabletten
  - Vorhersehbare Wirkung
  - Lungengängigkeit von Stäuben
  - Explosionsneigung von Stäuben
  - Wirksamkeit von Schleifmitteln
  - Schrumpfverhalten der Keramik
  - Lawinengefahr
  - Entwässerbarkeit von Schlämmen
  - Herkunftsanalyse
- Feinheit des Zements
  - Feinheit der Pigmente
  - Feinheit des Zuckers, Kakaos
  - Feinheit der Tröpfchen
  - Feinheit des Pulvers
  - Beschaffenheit des Pulvers
  - Asbest, Form der Faser
  - Feinheit und Verteilung
  - Größe und Form der Schleifkörner
  - Packungsdichte, Größe
  - Feinheit und Form der Kristalle
  - Flockung
  - Sedimente

# Partikel haben meist verschiedene Dispersitätsmerkmale, sind polydispers

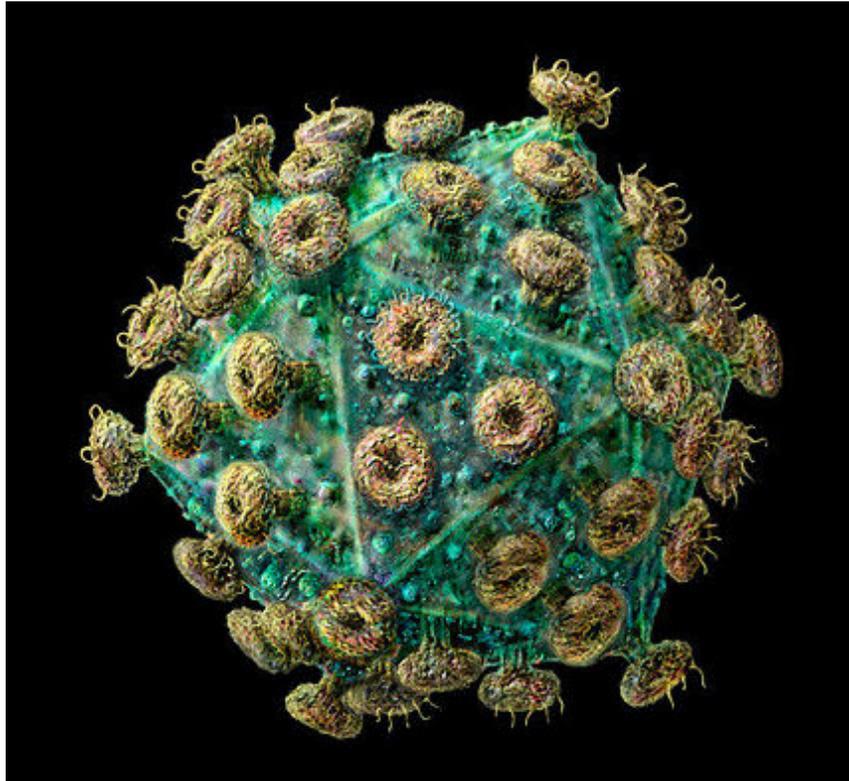


# Dispersitätsmerkmale sind physikalische Größen wie...

- Länge, Volumen, Masse, Dichte (Masse / Volumen),
- Oberflächen, Querschnitts- oder Projektionsflächen,
- Durchmesser, Kantenlängen, Verhältnisse von Längen,
- Geschwindigkeiten (Sink-, Diffusions-),
- Impuls, Energie,
- Beeinflussung elektrischer, magnetischer oder mechanischer Felder z.B. das Lichtstreuungsvermögen, allgemein:
- Wechselwirkungen mit elektromagnetischer Strahlung,
- Löslichkeit, Chemische Zusammensetzung,

immer gemessen am einzelnen dispersen Element!

## Dementsprechend kann die Charakterisierung der dispersen Elemente über die Bestimmung der Dispersitätsmerkmale.....



- Größe
- Form
- Porosität
- Dichte
- Spezifische Oberfläche
- Oberfläche:
- Morphologie
- Ladung
- Energie

**erfolgen.**

# Beispiel: Das Dispersitätsmerkmal Länge

**Länge:**

**Objekt:**

< 1 nm

Moleküle (Quanteneffekte)

> 1 nm

Makromoleküle (Quanteneffekte)

~ 0,5 µm

Kolloide (Lichtgröße, Oberflächeneffekte)

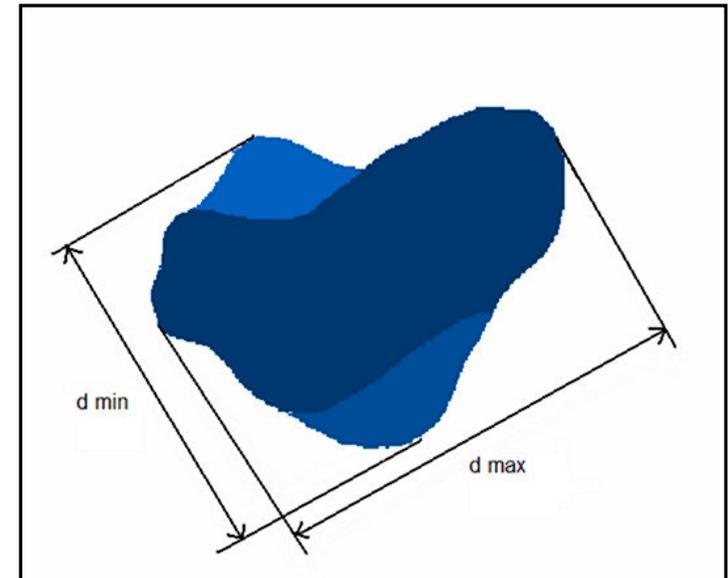
0,5 µm – 1 m

Krümekunde

Die Länge ist aber nur ein Maß von vielen Möglichkeiten unregelmäßige disperse Partikel zu beschreiben!

# Beispiel: Partikelgrößenmaße

- Geometrische Abmessungen:  
Länge, Breite, Höhe
- Statistische Länge
- Spezifische Oberfläche
- Projektierte Fläche
- Geometrische und physikl.  
Äquivalentdurchmesser etc.



# Äquivalentdurchmesser (nach Stieß)

Der **Äquivalentdurchmesser** (v. lat.: aequus = gleich + valere = wert sein) ist ein Maß für die Größe eines unregelmäßig geformten Partikels wie beispielsweise eines Sandkorns.

Er berechnet sich aus dem Vergleich einer Eigenschaft des unregelmäßigen Teilchens mit einer Eigenschaft eines regelmäßig geformten Teilchens.

Je nach Auswahl der zum Vergleich herangezogenen Eigenschaft unterscheidet man verschiedene Äquivalentdurchmesser. So ist z.B. eine Einteilung in **geometrische und physikalische** Äquivalentdurchmesser möglich.

# Geometrische Äquivalentdurchmesser

Zum Beispiel Äquivalentdurchmesser

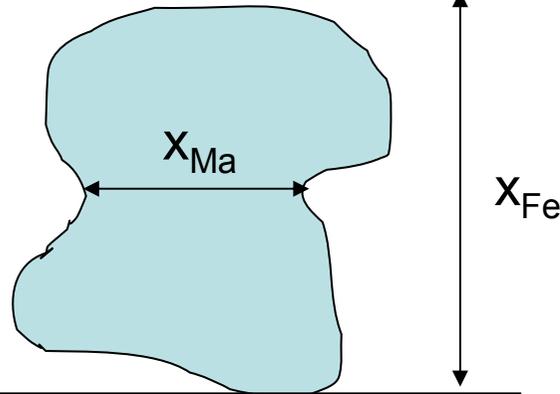
- gleicher Projektionslängen,
- gleicher Projektionsflächen in zufälliger o. stabiler Lage
- gleicher Oberfläche,
- gleichen Volumens.

**Oberflächendurchmesser** = Durchmesser einer Kugel, die dieselbe Oberfläche hat, wie das Partikel.

**Volumendurchmesser** = Durchmesser einer Kugel desselben Volumens wie die des gegebenen Partikels.

**Oberflächenvolumen – Durchmesser** = Durchmesser einer Kugel, die dasselbe Oberflächen zu Volumen Verhältnis hat, wie das Partikel.

# Geometrische Äquivalentdurchmesser



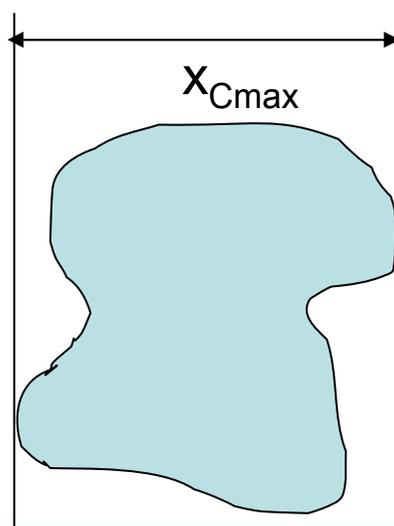
$x_{Fe}$ : **Feret-Durchmesser**

Senkrechte Projektion des Partikels in Messrichtung auf eine Gerade.

$x_{Ma}$ : **Martin-Durchmesser**

Länge der Strecke, die die Projektionsfläche parallel zur Messrichtung halbiert.

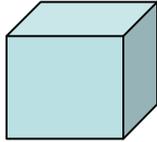
Vorgegebene Messrichtung



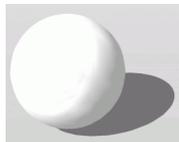
$x_{CMax}$ : **Längste Sehne**

Durch die Partikelprojektion parallel zur Messrichtung.

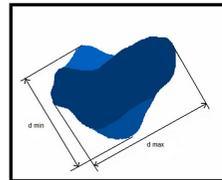
# Dispersitätsmerkmale und Formfaktor



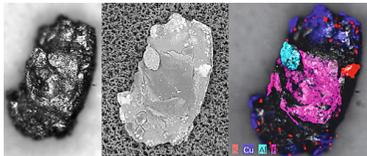
Beschreibung durch Länge, Breite, Höhe, Fläche und Volumen



Beschreibung durch Radius, Durchmesser, Fläche und Volumen



Beschreibung durch L, B, H, stat. L, proj. Fläche, Äquivalent-D



Beschreibung durch geometrische und / oder physikalische Äquivalentdurchmesser, jeweils andere Resultate

Formfaktor

Beschreibung als Funktion mehrerer geometrische und / oder physikalische Äquivalentdurchmesser

# Der Formfaktor

Soll **zusätzlich zur Größe** eines Teilchens auch noch Information über die **Teilchenform** berücksichtigt werden, so kann man **anhand mehrerer Äquivalentdurchmesser** so genannte **Formfaktoren** definieren.

**Häufig** wird eine **Verhältniszahl** benutzt, beispielsweise das Verhältnis von zwei Abmessungen oder von zwei Oberflächen.

Beispiel: **Sphärizität nach Wadell:**

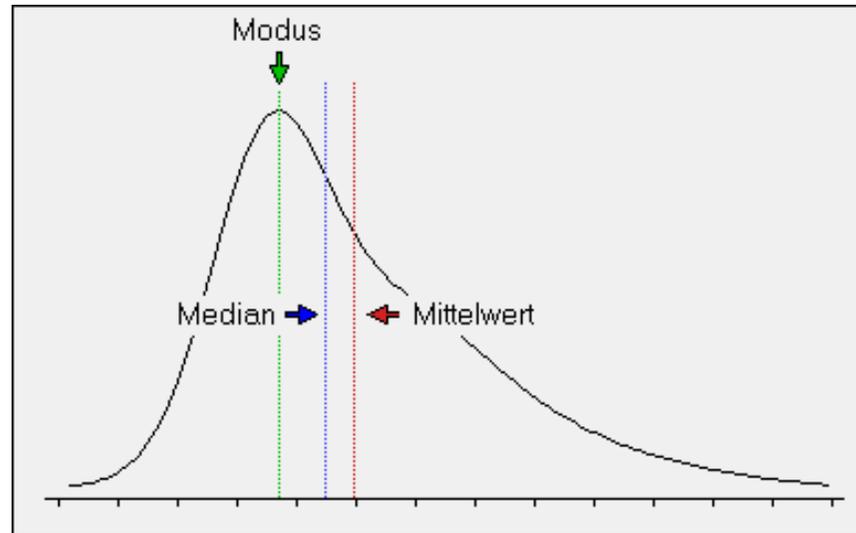
$$\Psi_{wa} = (\text{tats. Oberfl.} / \text{Oberfl. der volumengleichen Kugel})^2 = (x_v/x_s)^2$$

$x_v$ : Durchmesser der volumengleichen Kugel

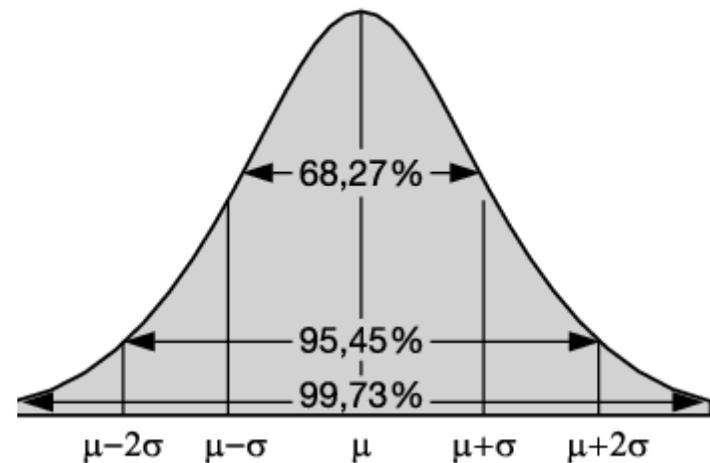
$x_s$ : Durchmesser der oberflächengleichen Kugel

$\Psi_{wa} < 1$  ;  $\Psi_{wa} = 1$  für Kugeln

# Mittelwert, Median & Mode einer Verteilung



Normalverteilung



Konfidenzintervall

## Mittelwert:

Arithmetischer Mittelwert der Daten.

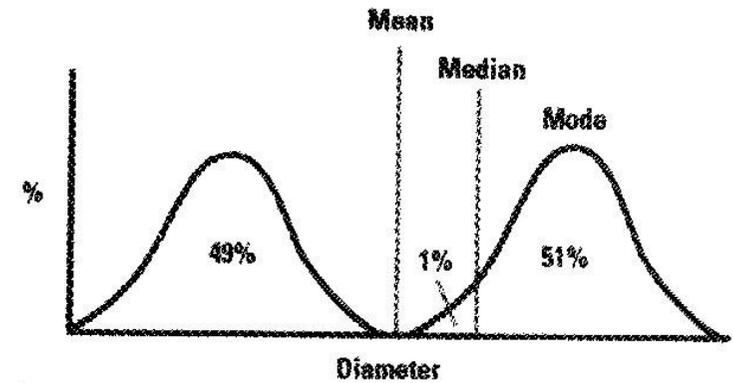
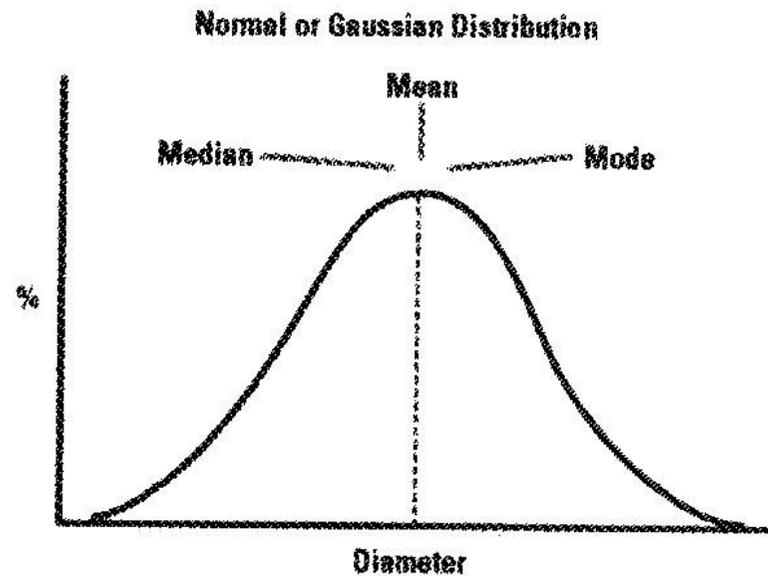
## Median:

Der Wert der Partikelgröße, welche die Population in zwei exakt große Hälften teilt.

## Mode:

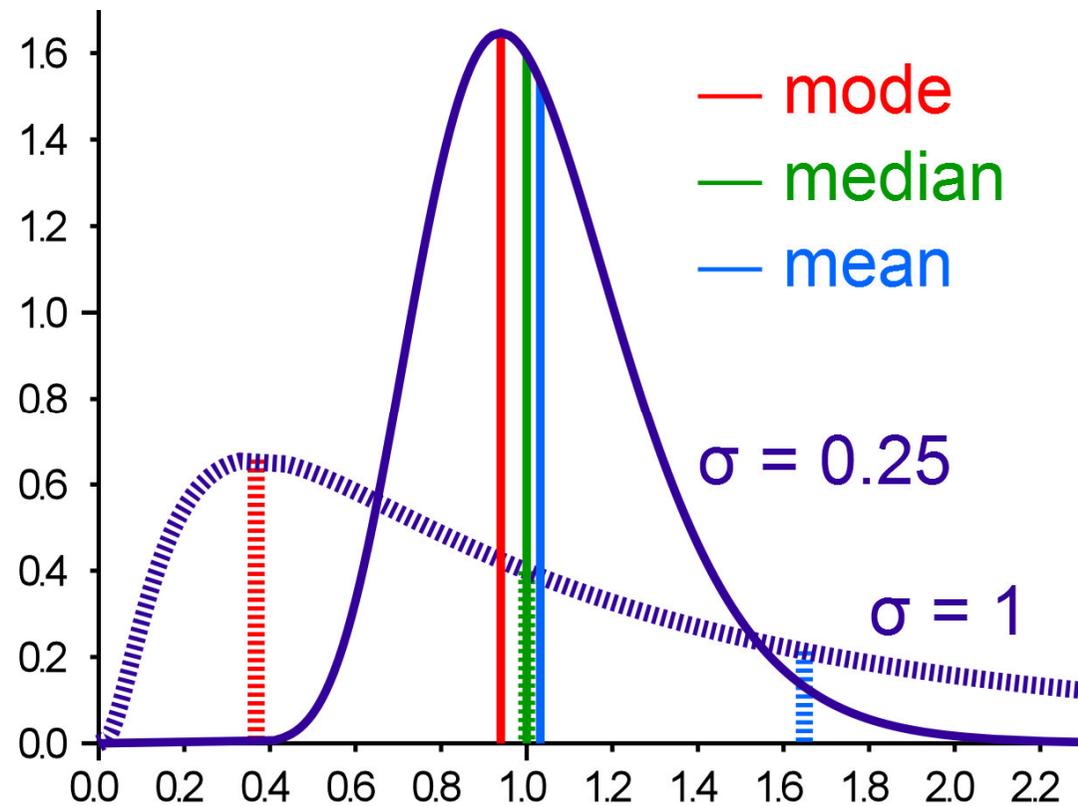
Ist die größte Anzahl eines Partikels einer bestimmten Größe.

# Mittelwert, Median & Mode einer Verteilung

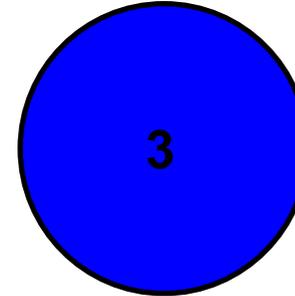
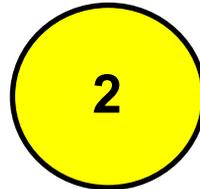


# Mittelwert, Median & Mode einer Verteilung

## Skewness



# Mittelwerte



Mathematisches Mittel:  $1+2+3/3 = 2.00$   $\sum d/n = D[1,0]$

Oberflächenabhängiges Mittel:  $\sqrt[2]{1^2 + 2^2 + 3^2} / 3 = 2.16$   $\sum d^2/n = D[2,0]$

Volumenabhängiges Mittel:  $\sqrt[3]{1^3 + 2^3 + 3^3} / 3 = 2.29$   $\sum d^3/n = D[3,0]$

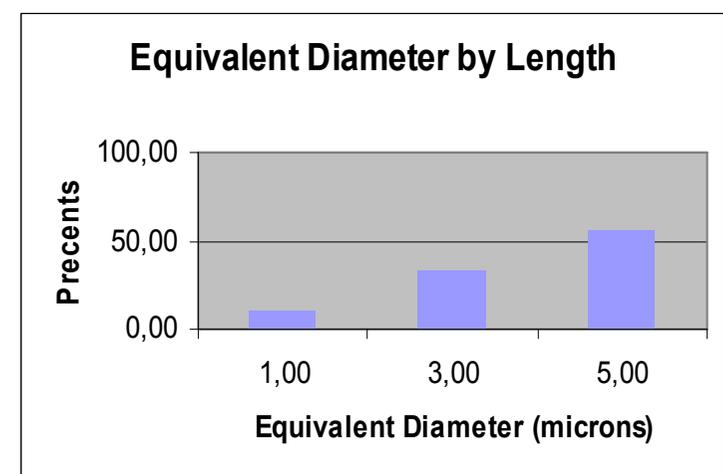
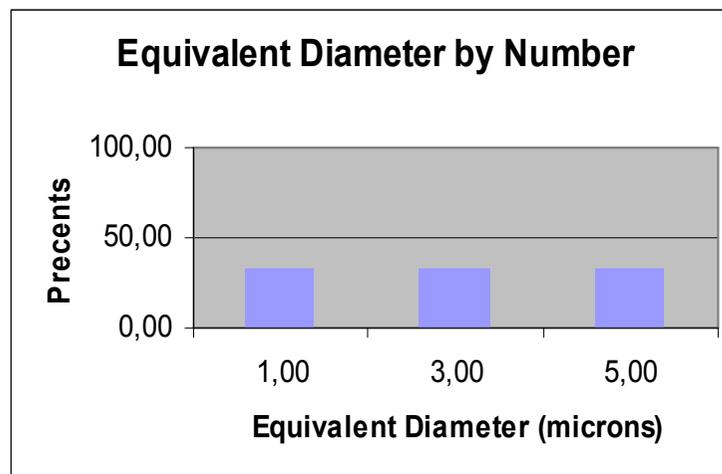
### 3 Partikel a, b und c mit einem Äquivalentdurchmesser von 1, 3 und 5 µ werden untersucht.

Der Äquivalentdurchmesser Anzahl:

$$\begin{aligned}
 a + b + c &= \text{Gesamtanzahl} \\
 1 + 1 + 1 &= 3 \\
 33,3 + 33,3 + 33,3 &= 100 \%
 \end{aligned}$$

Der Äquivalentdurchmesser nach der Länge:

$$\begin{aligned}
 a + b + c &= \text{Gesamtlänge der Part.} \\
 1 + 3 + 5 &= 9 \\
 11,1 + 33,3 + 55,6 &= 100 \%
 \end{aligned}$$



### 3 Partikel a, b und c mit einem Äquivalentdurchmesser von 1, 3 und 5 $\mu$ werden untersucht.

Der Flächen - Äquivalentdurchmesser:

$$a^2 + b^2 + c^2 = \text{Gesamtfläche}$$

$$1^2 + 3^2 + 5^2 = 35$$

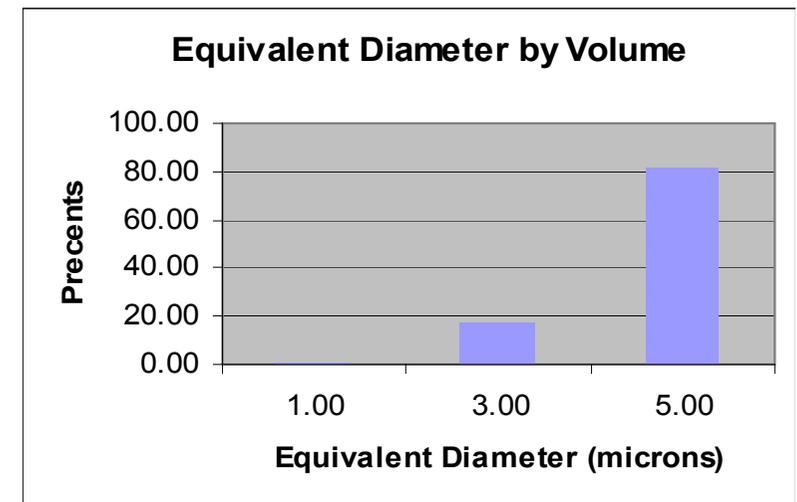
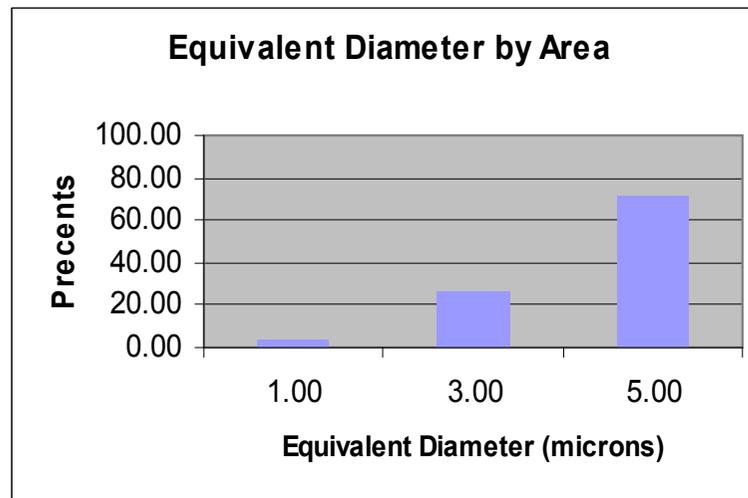
$$2,9\% + 25,7\% + 71,4\% = 100\%$$

Der Volumen- Äquivalentdurchmesser:

$$a^3 + b^3 + c^3 = \text{Gesamtvolumen Part.}$$

$$1^3 + 3^3 + 5^3 = 153$$

$$0,7\% + 17,6\% + 81,7\% = 100\%$$



# Welcher Mittelwert wird genutzt?

Abhängig von der Applikation:

1



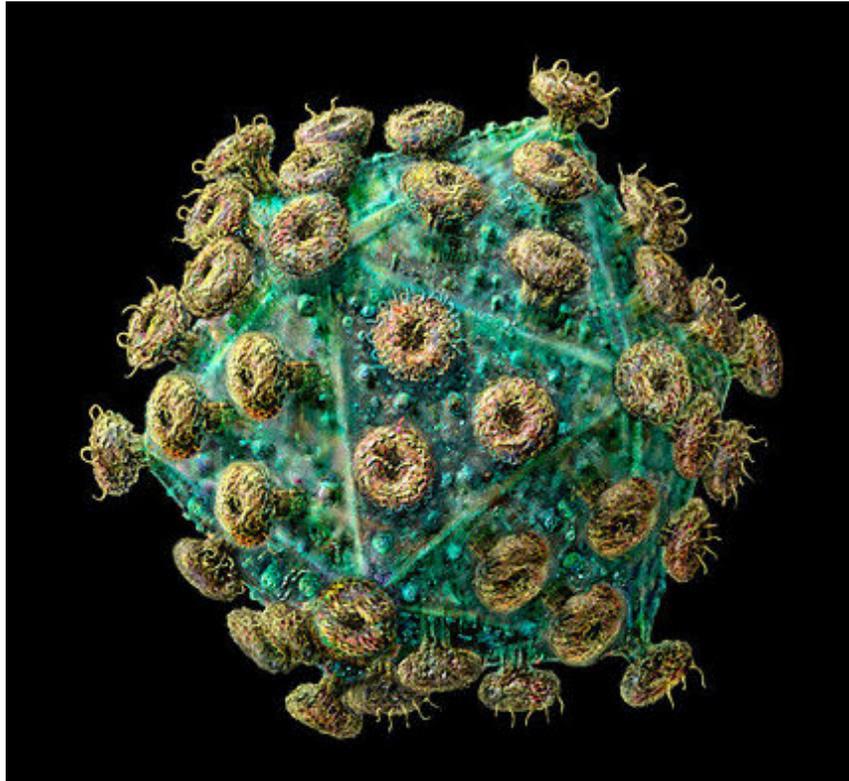
$$D[1,0] = 5.500$$

$$D[4,3] = 9.991$$

10



# Partikelcharakterisierung über:

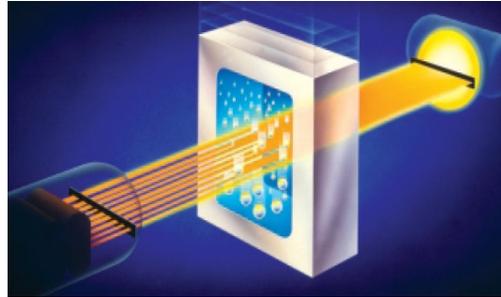


- Größe
- Form
- Porosität
- Dichte
- Spezifische Oberfläche
- Oberfläche:
- Morphologie
- Ladung
- Energie

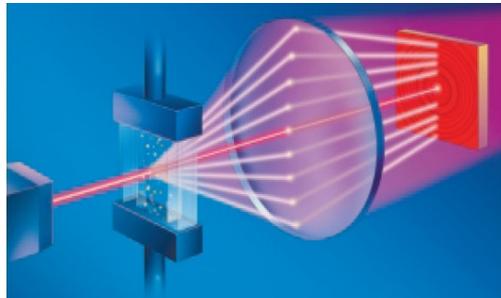
# Entsprechende Analysen – Vielfalt

- Sedimentation & Röntgenstrahlen
- Optische Methoden
  - Beugungsmethoden
  - Dynamische Lichtbrechung
  - Optische Zähler
- Electric Sensing Zone
- Siebung
- Bildanalyse (Mikroskope, Dynamische Bildanalyse)
- Ultraschallmethoden

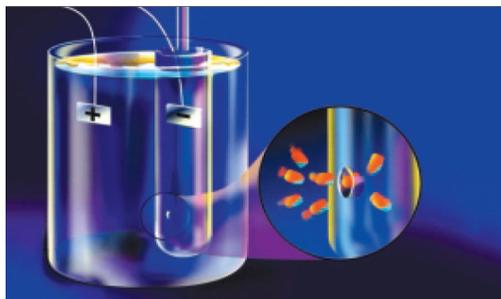
# Partikelanalyse



Sedimentation  
SediGraph



Laserbeugung  
Saturn DidiSizer



Elektrischer Widerstand  
ElZone



CCD – Kamera

# SediGraph III 5125

Messung über Sinkgeschwindigkeit und Absorption

0,1 – 300  $\mu\text{m}$



Das **Stokes'sche Gesetz** beschreibt die **Reibungskraft** eines sphärischen Partikels vom **Radius**, der **Viskosität des Fluids** und der **Sinkgeschwindigkeit des Partikels**.

$$F_R = - 6 \pi r \eta v$$

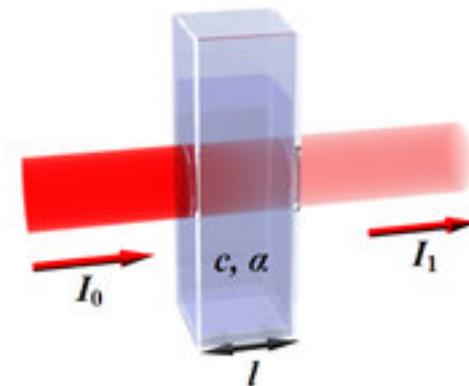
$F_R$	=	Reibungskraft in N
$r$	=	Partikelradius in m
$\eta$	=	dynamische Viskosität des Fluids in Pa s
$v$	=	Partikelgeschwindigkeit

## Das Lambert – Beer'sche Gesetz

Lichtminderung gemäß:

$$E(\lambda) = \lg I_0 / I = \varepsilon(\lambda) c d$$

$\varepsilon(\lambda)$  ist der molare dekadische Absorptionskoeffizient und  $E(\lambda)$  ist die gemessene Extinktion



# Der Dragkoeffizient

Der Dragkoeffizient  $c_d$  eine dimensionslose Größe. Er **quantifiziert den Widerstand** (= drag) eines Objektes in einer **Flüssigkeit** oder in einem Gas ( $c_w$  – Wert). Er erfasst zwei Beiträge: **Oberflächenreibung und Formwiderstand A.**

$$c_d = 2 F_d / \rho v^2 A$$

$c_d$	Beispiel
0.001	laminar flaches Plättchen parallel zum Fluss
0.005	turbulent flaches Plättchen parallel zum Fluss
0.1	glatte Kugel
0.15	Schlörwagen Karl Schlör 1939 Göttinger Ei
0.24	Mercedes-Benz E-Class Coupé
0.295	Pistolenkugel
0.48	rauhe Kugel
0.7	Fahrrad plus Radfahrer
1.0 – 1.1	Schifahrer
1.0 – 1.3	Drähte und Kabel
1.0 – 1.3	aufrechter Mensch
1.28	flaches Plättchen senkrecht zu Fluss
1.3 – 1.5	Empire State Building
1.8 – 2.0	Eiffelturm
2.1	Glatter Ziegelstein

Shape	Drag Coefficient
Sphere → 	0.47
Half-sphere → 	0.42
Cone → 	0.50
Cube → 	1.05
Angled Cube → 	0.80
Long Cylinder → 	0.82
Short Cylinder → 	1.15
Streamlined Body → 	0.04
Streamlined Half-body → 	0.03

Measured Drag Coefficients

# Schlörwagen 1939 mit $c_w = 0,15$

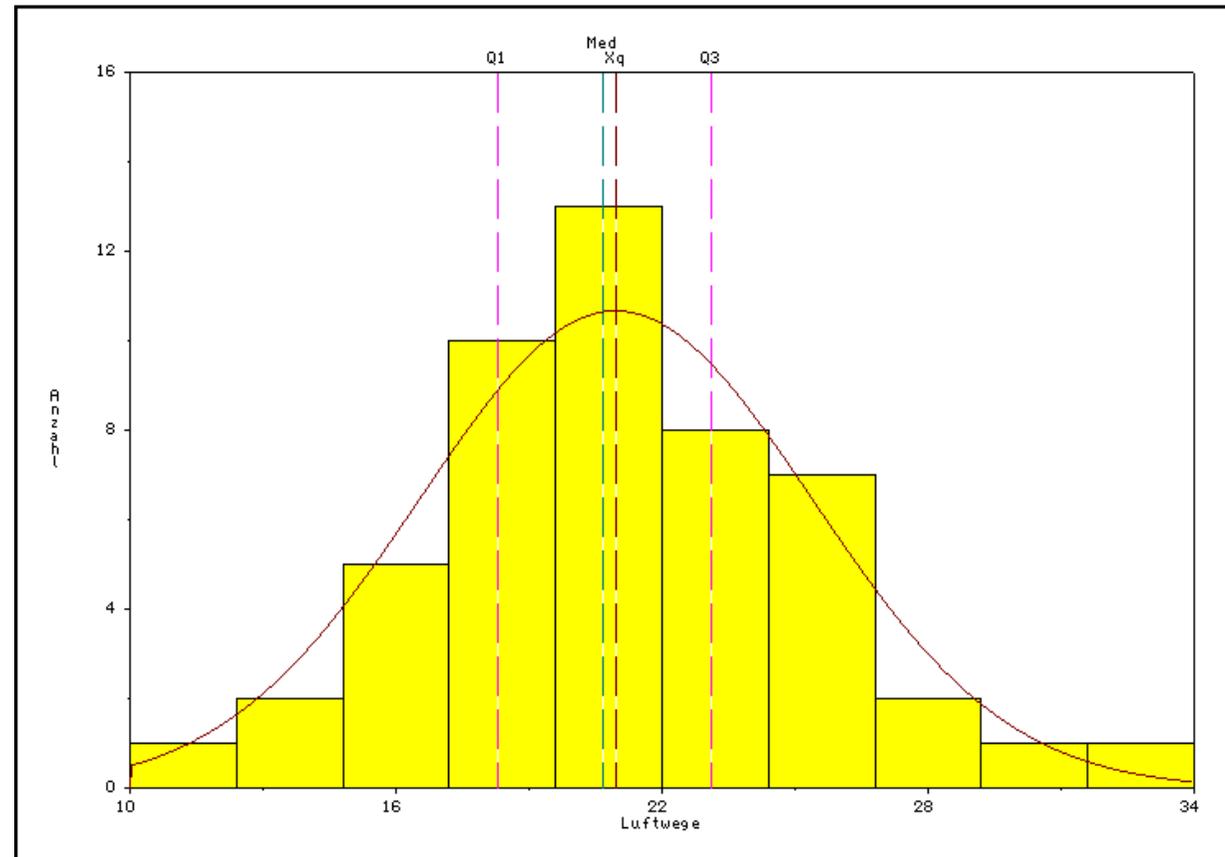


## Schlörwagen 1939 mit $c_w = 0,15$



**MB E Coupé 2010 mit  $c_w = 0,24$**

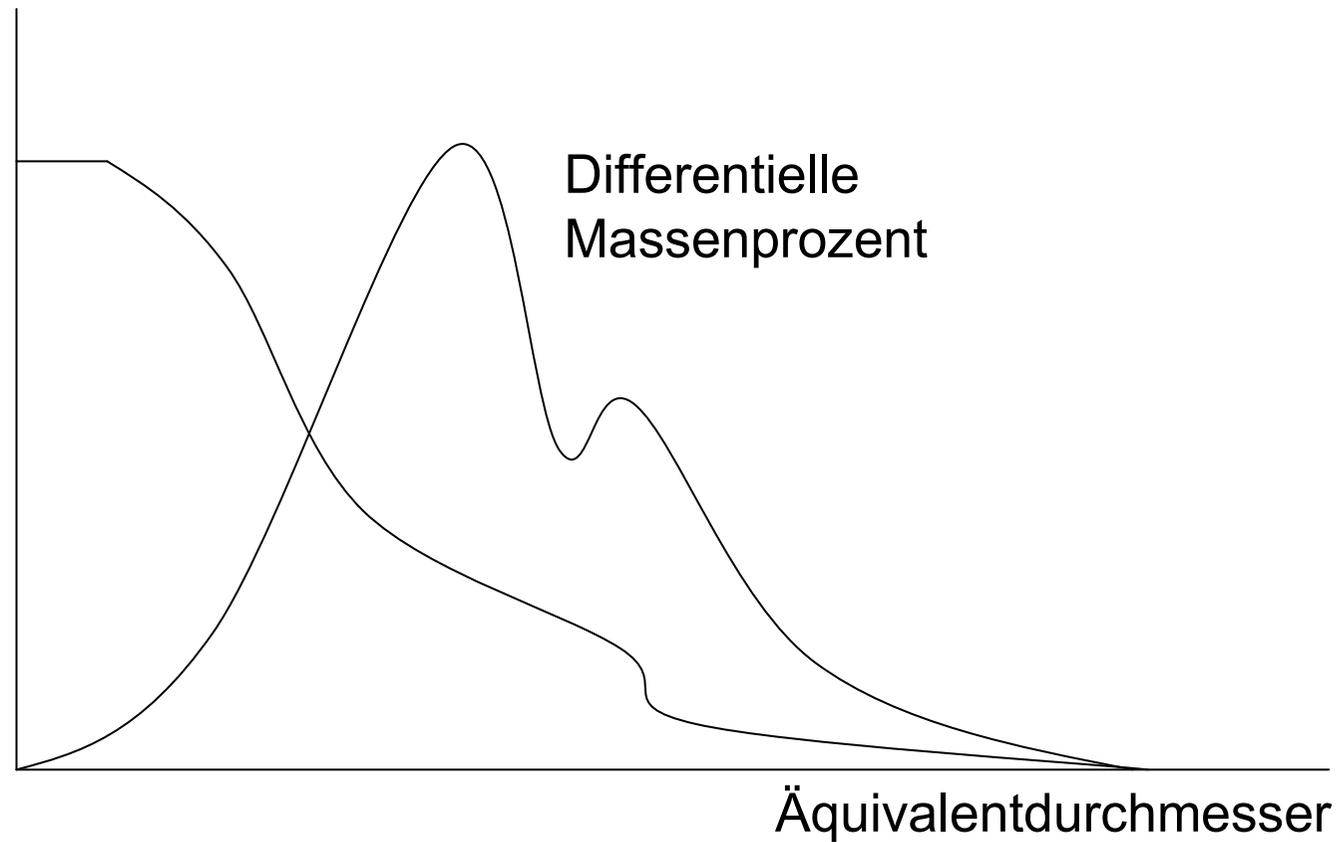
# Sedigraph – Histogramm



Histogramme sind graphische Darstellungsformen der Häufigkeitsverteilungen von Merkmalen, die nach Klassen eingeteilt sind: Masse, Fläche, Anzahl, Durchmesser etc.

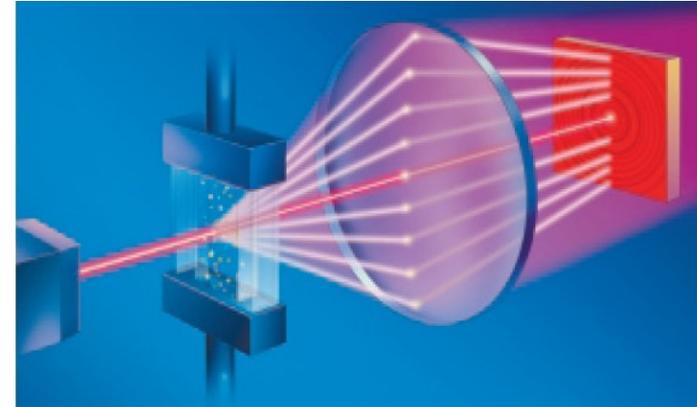
# Sedigraph – kumulative und differentielle Masse

Kumulative Massenprozent  
Masse %

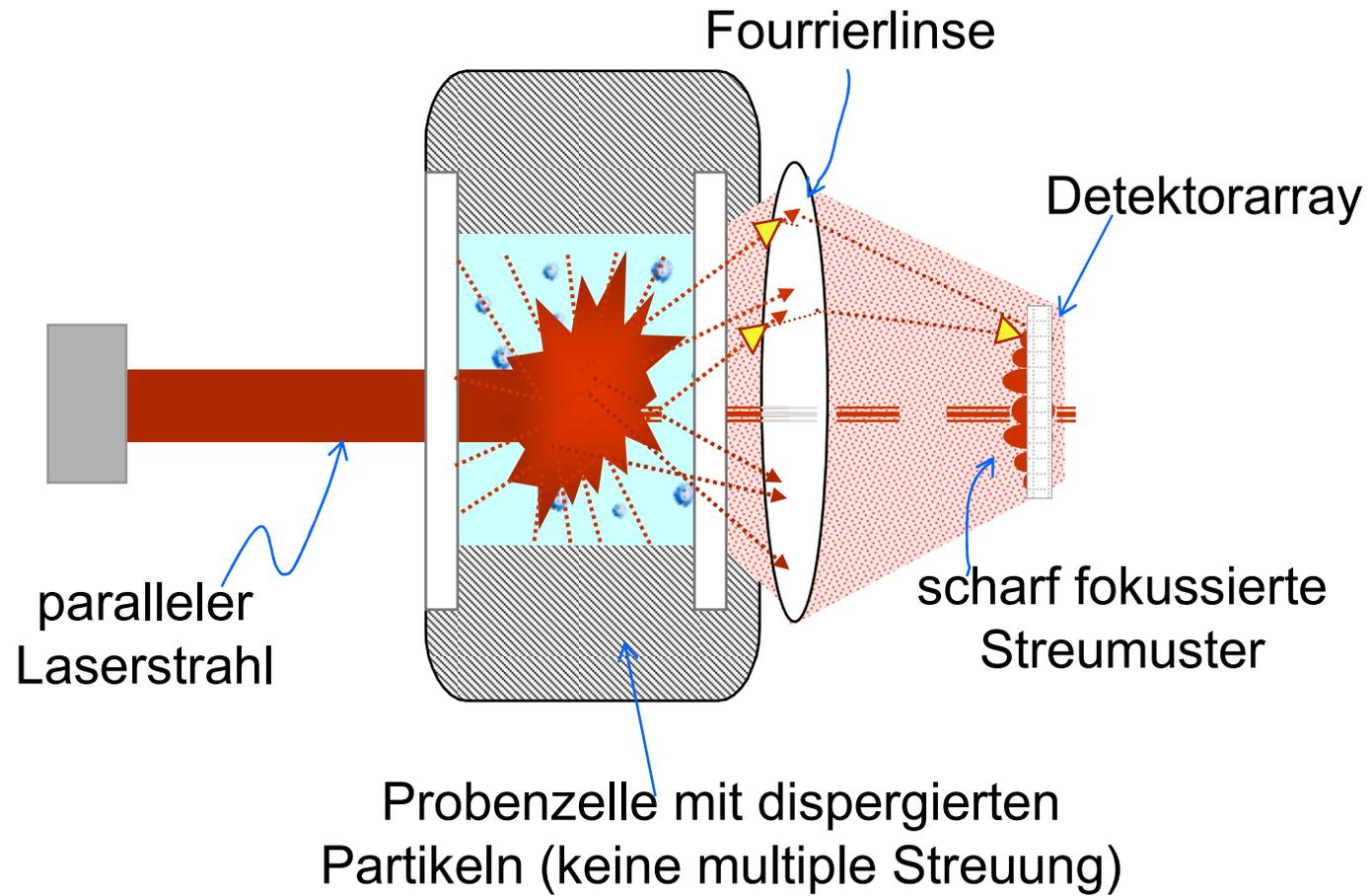


# Saturn DigiSizer 5200

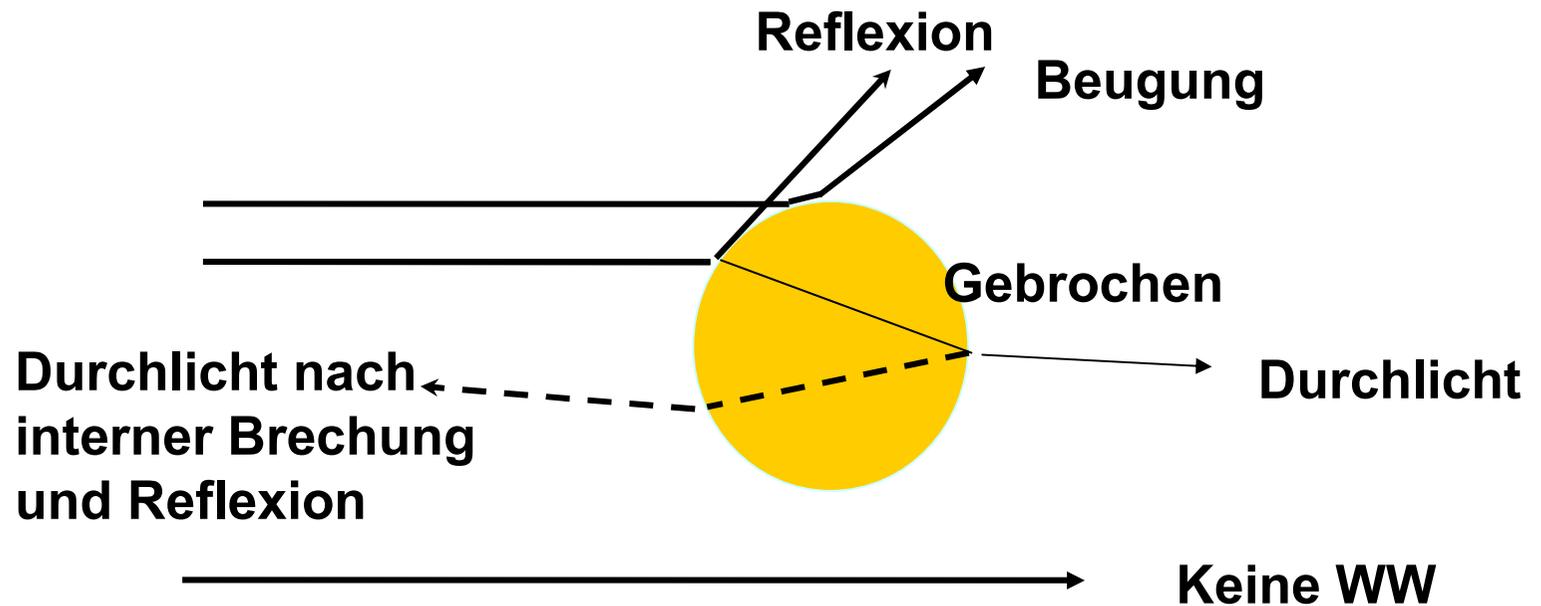
- Messprinzip: Laserbeugung
- Messbereich: 0,04-2600  $\mu\text{m}$



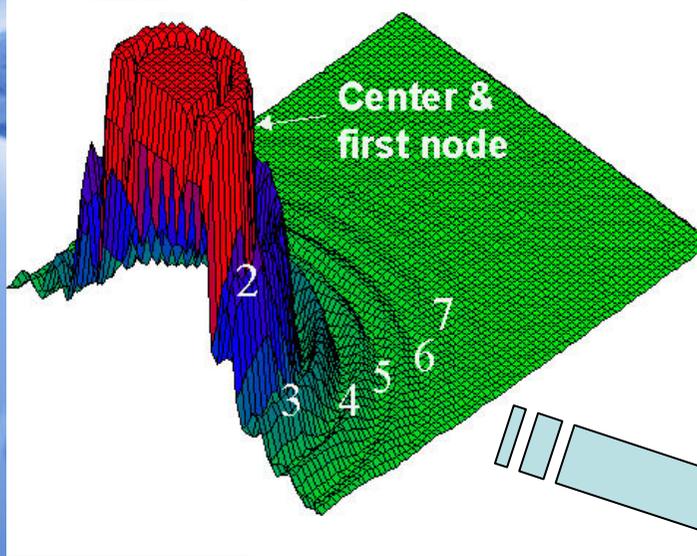
# Partikelmessung



# Partikelmessung (Summenparameter)

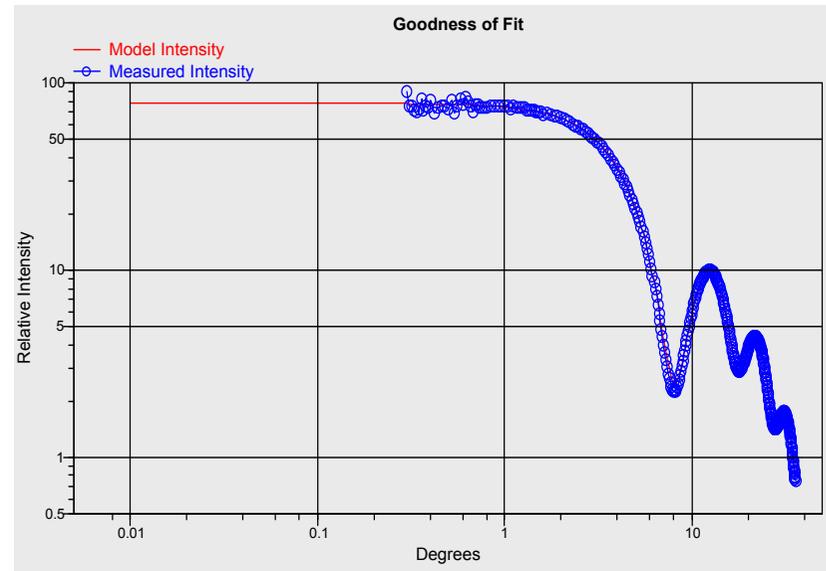


# Partikelmessung



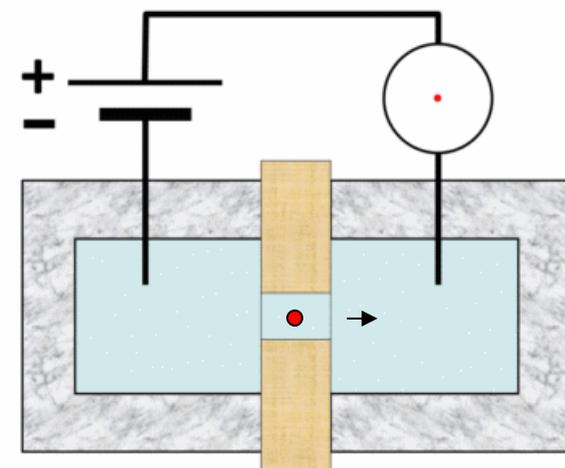
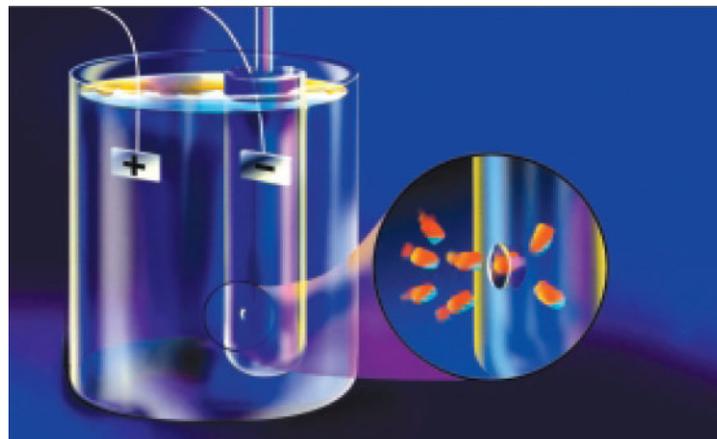
3-D Mie Streulicht-Diagramm

Klassisches  
Mie-Diagramm  
mit extremer  
Winkelauflösung



# Elzone II 5390

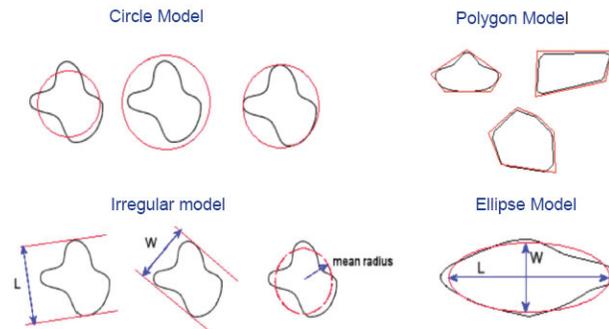
- › Coulter-Prinzip
- › Messung von elektrischen
- › Impulslängen und -amplituden
- › Partikelzählung: **5000 Partikel / Sek.**
- › Messbereich: **0,4 - 300  $\mu\text{m}$**
- › Geringer Probenbedarf
- › Monitoring mit Digitalkamera



# Particle Insight

## Partikelanalyse über CCD Kamera ...

- Dynamische digitale Bildanalyse
- 30 Bilder/s
- 28 Partikelgrößen- und Formparameter in Echtzeit
- Probenzirkulation
- Messbereich: 3 - 300 (80 - 800)  $\mu\text{m}$
- Umfangreiche Softwareausstattung



# ... und Formanalyse ...



**Particle Insight 1.37**

File Unit Reports System Windows Help

Current sample  
GeoB 4315-1 63-125um

Status Entered  
Created by  
Analyzed on 6 Mrz 2009 12:13 PM

File information

Sample documentation

Unit configuration

Analysis conditions  
Awuko Analysis Condition 20Jan09

Run conditions  
\*Awuko Run Condition 20Jan09

Report and display options  
Awuko Report Options 20Jan09

System performance data  
Images: 3665 Particles: 10035

Sample data  
Active measures: 22

Sample images  
Saved images: 10

Open Reopen New  
Save Save as Save as New  
Export Print

Pump Image mode Test images  
Single Continuous  
Rinse Analyze image All measures

GeoB 4315-1 63-125um.smp 129

**Analyze Results**

ID	ECAD	ECPD	BCD	Circ
1	122.67	159.98	142.14	0.80
2	112.66	138.09	143.18	0.66
3	95.50	127.46	159.38	0.38
4	73.84	115.27	141.71	0.29
5	117.45	136.52	140.31	0.75
6	122.59	132.53	144.30	0.78
7	103.62	123.00	140.76	0.58
8	131.16	170.02	149.42	0.83
9	125.03	140.27	140.31	0.85
10	124.04	140.91	143.97	0.80
11	116.54	172.64	142.35	0.72
12	105.21	304.78	141.50	0.59
13	124.45	147.34	143.60	0.81
14	112.93	132.66	144.00	0.66
15	112.10	146.69	148.73	0.61
16	124.16	143.94	147.17	0.72
17	95.21	134.97	153.87	0.42
18	112.95	133.45	139.78	0.70
19	108.52	131.89	144.24	0.61
20	85.95	121.22	138.84	0.41

**Equivalent Circular Area Diameter differential number**

Weighting:  Number  Surface area  Volume

Special modes:  Cumulative line  Sieve axis

Subrange for statistics (microns): Minimum 2.00 Maximum 500.00

Statistics: % < and > Print

**Form analysis parameters:**

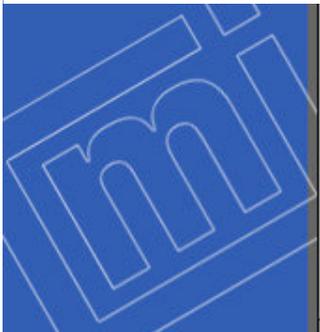
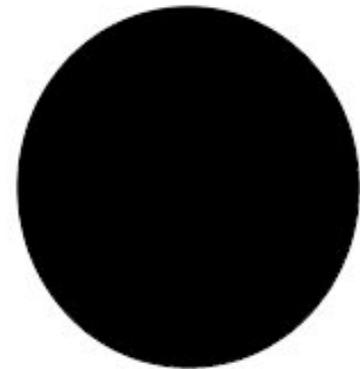
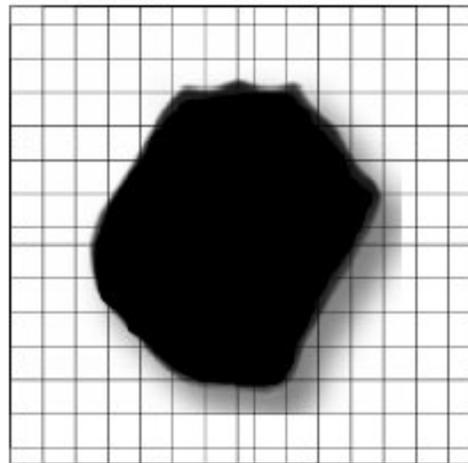
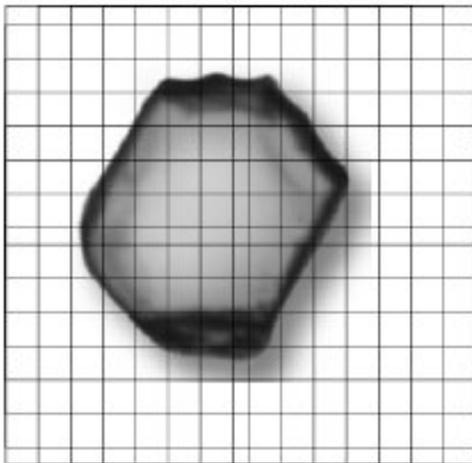
- ECAD Diameter - number
- ECPD Diameter - number
- BCD Diameter - number
- Circularity
- Form factor
- FEA Width - number
- FEA Length - number
- BE Width - number
- BE Length - number
- Ellipse AR
- Ellipsicity
- BR Width - number
- BR Length - number
- BR AR - number
- Rectangularity
- Convexity
- Polygon angles
- Peret Width
- Peret Length

**Smoothness**

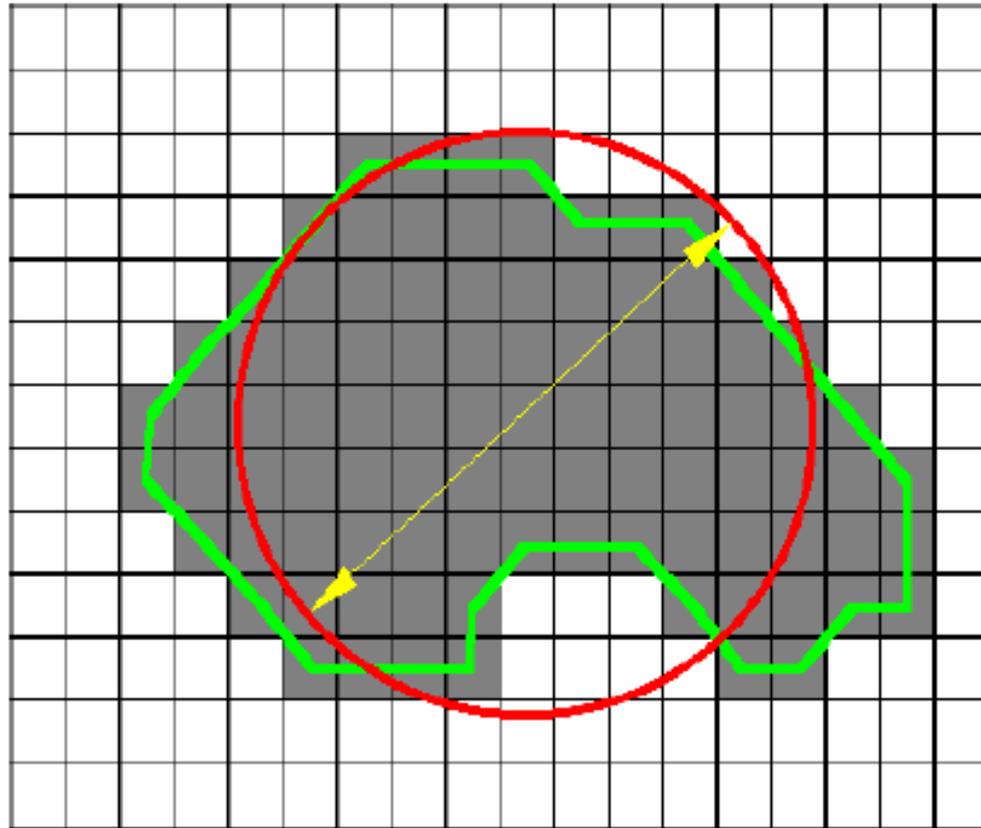
**Statistics summary**

Count	8611	Mean	0.56
Minimum	0.00	Std dev	0.10
Maximum	0.77	Mode	0.59
		10 %	0.42
		50 %	0.55
		90 %	0.64

# Aus „transparent“ wird „opak“ wird Kreis mit ähnlichen Proportionen

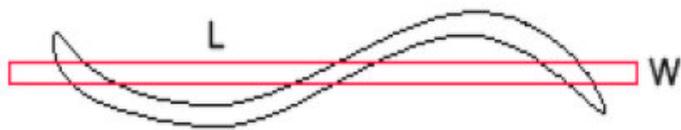


# Die Wahl der Form

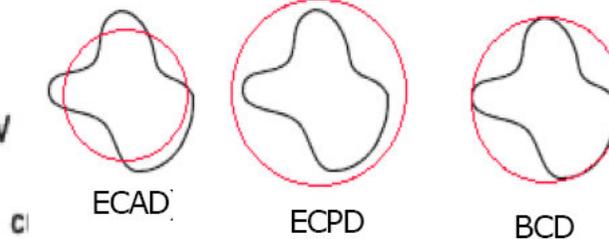


# Formfaktoren

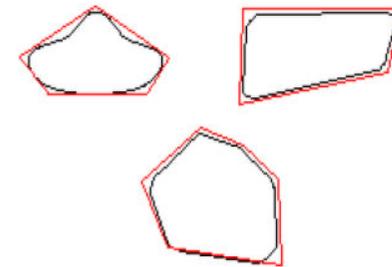
Fiber model



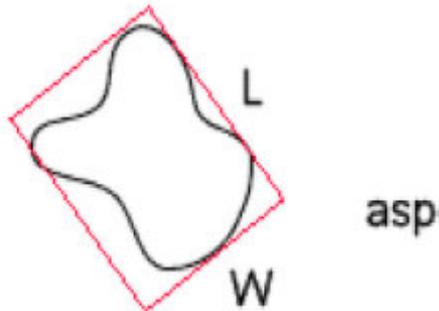
Circle model



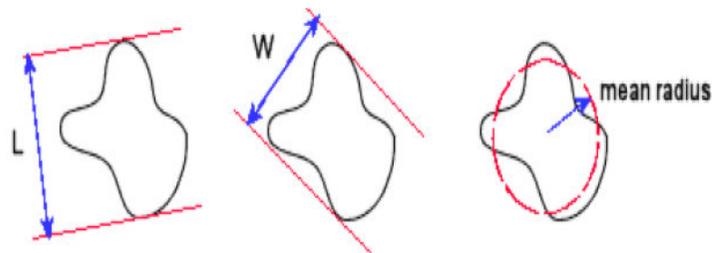
Polygon model



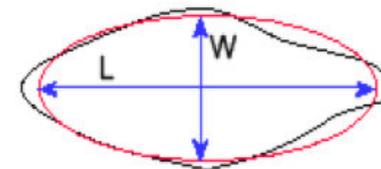
Rectangle model



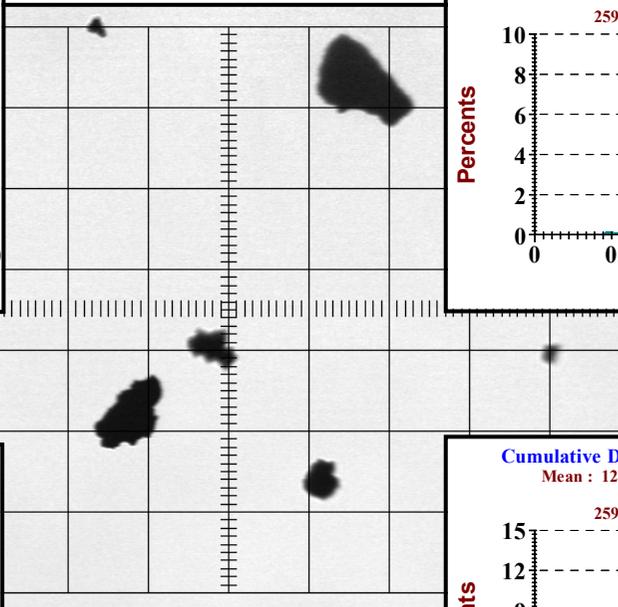
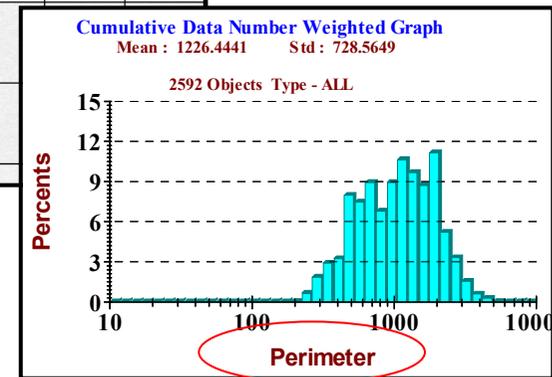
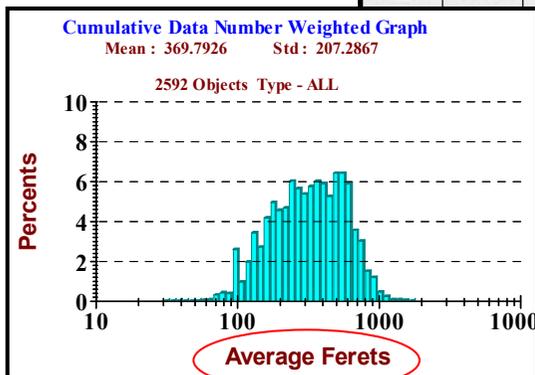
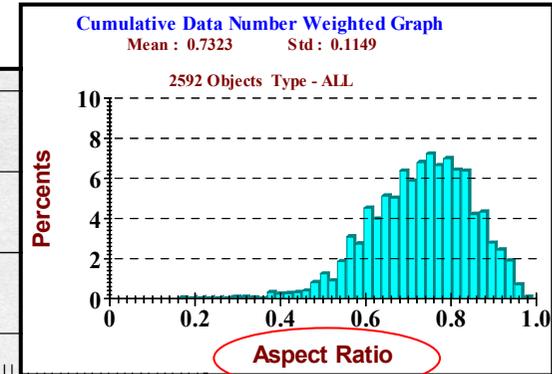
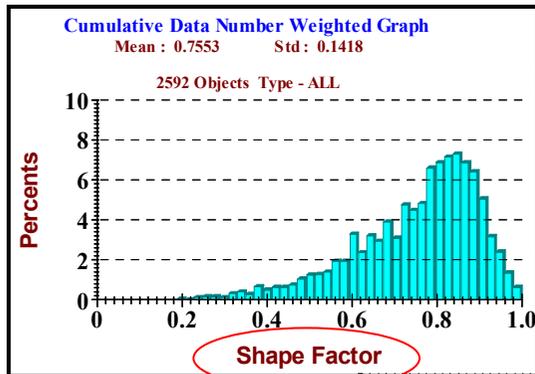
Irregular model



Ellipse model

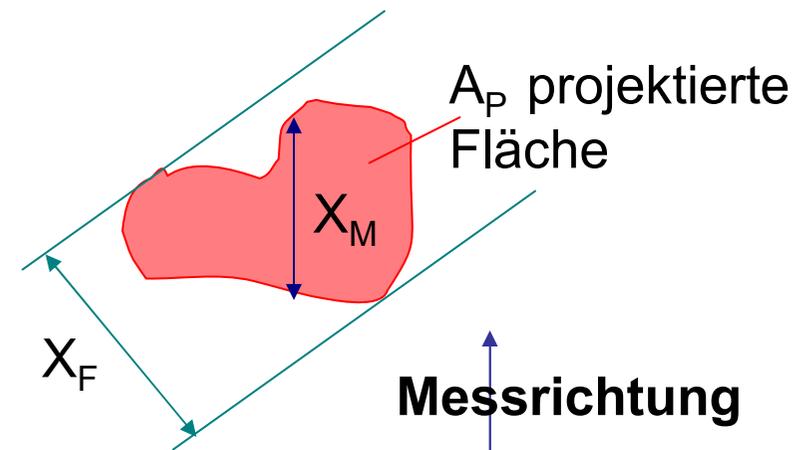
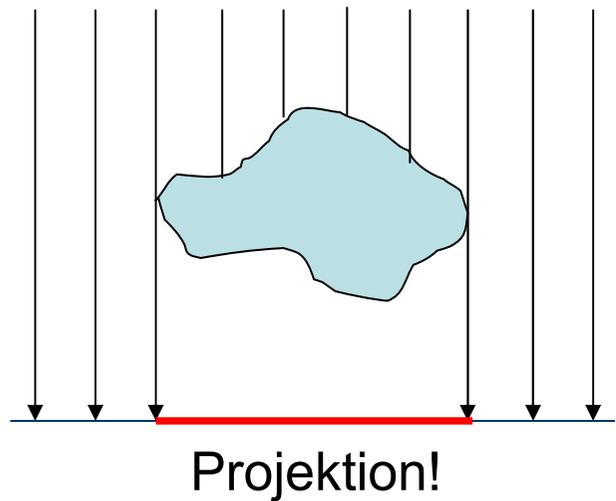


# Einfluß des Formfaktors auf die Verteilungsfunktion

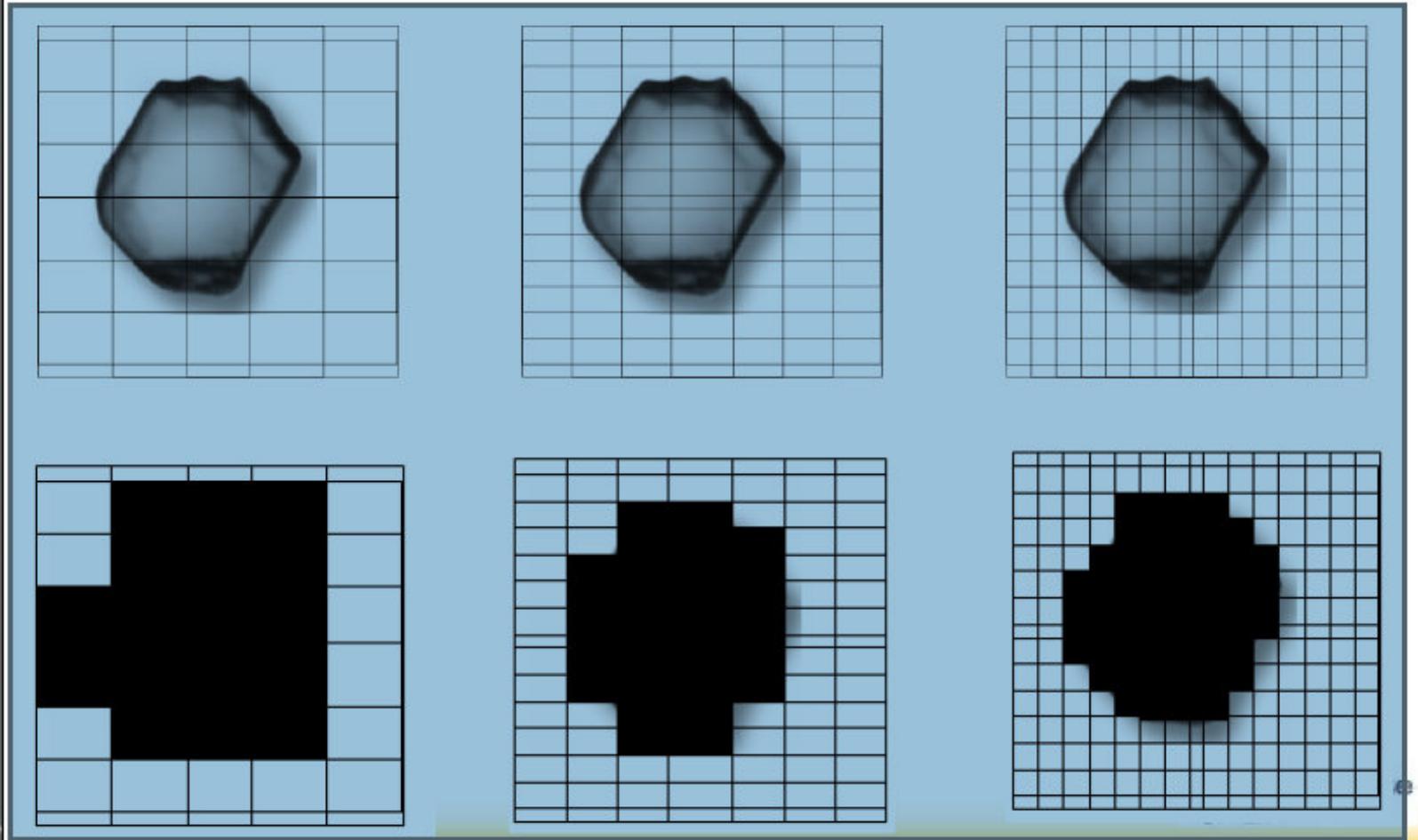


# Achtung bei Bildauswerteverfahren

Die gewählten Messverfahren legen eine Messrichtung fest!



# Der Einfluss der Pixelanzahl



# NanoPlus – Serie



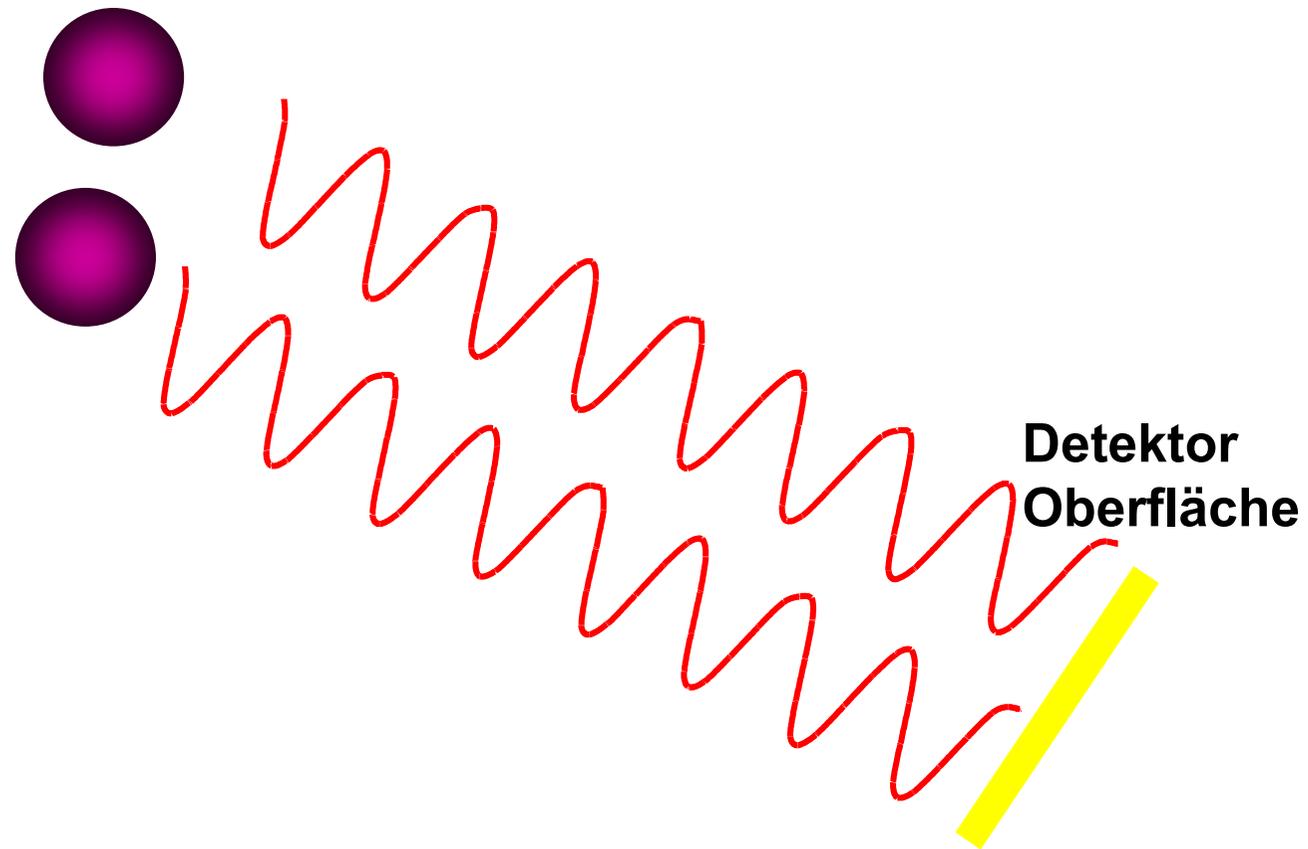
# Photonenkorrelationsspektroskopie

## Photon Correlation Spectroscopy (PCS)

- Messtechnik im Bereich der dynamischen Lichtstreuung (quasi elastische Lichtstreuung)
- Messung der Intensitätsänderung der Lichtstreuung eines Laserlichtes unter einem bestimmten Winkel als Funktion der Zeit gemessen.
- Intensitätsänderung bedingt durch Partikel und deren Brown'sche Bewegungen
- Charakterisierung von Nanopartikel
- Informationen
  - Diffusionskoeffizient: Translation, Rotation
  - Partikelgröße und -verteilung

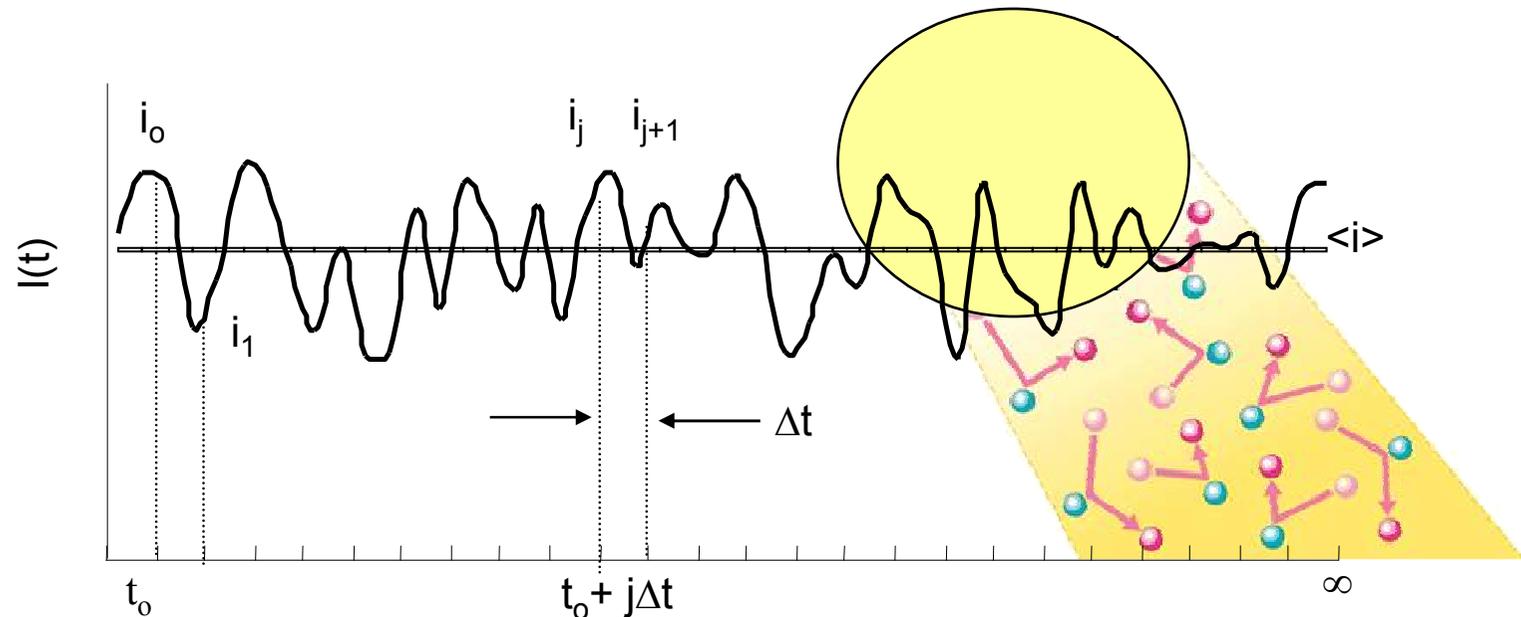
# Dynamische Lichtstreuung

2 bewegte Partikel werden von einem Laser bestrahlt



# Streuungsintensitätsfluktuation

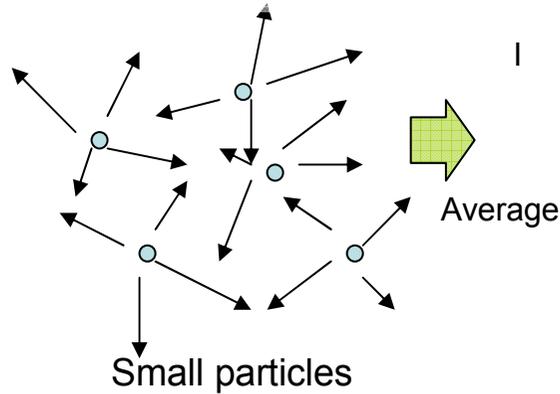
Die Brown'sche Bewegung verursacht durch Interferenzen Streuungslichtintensitäts - Fluktuationen



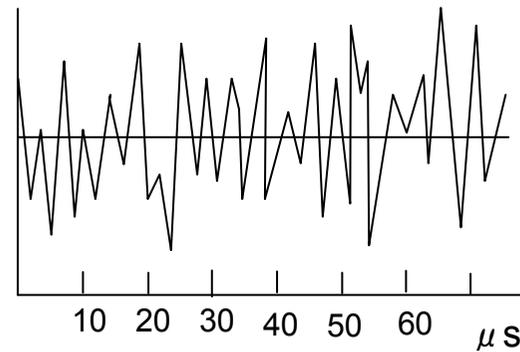
Die Intensitätsänderung (Geschwindigkeit und Intensität) ist verknüpft mit der Partikelgröße und der Partikelgrößenverteilung

Die gemessenen Intensitätswerte werden in Zeitintervallen von 200 ns abgetastet und für jeden Zeitpunkt miteinander korreliert. Der Abfall der so erhaltenen Korrelationsfunktion liefert dann Informationen über das dynamische Verhalten der Probe bzw. Aussagen über die Größe der Partikel

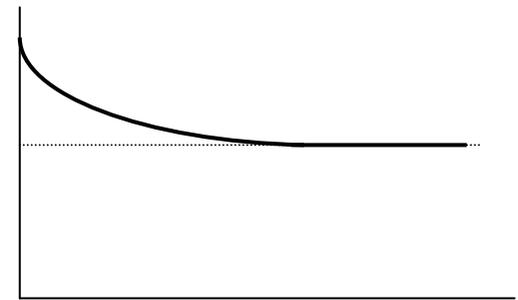
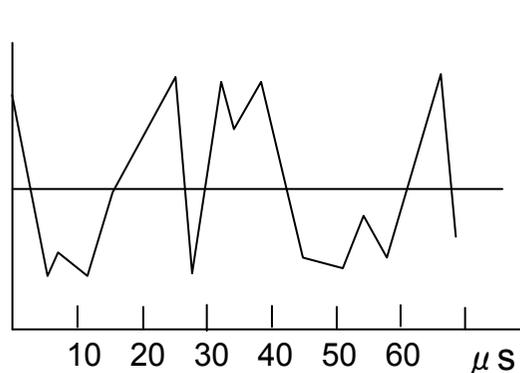
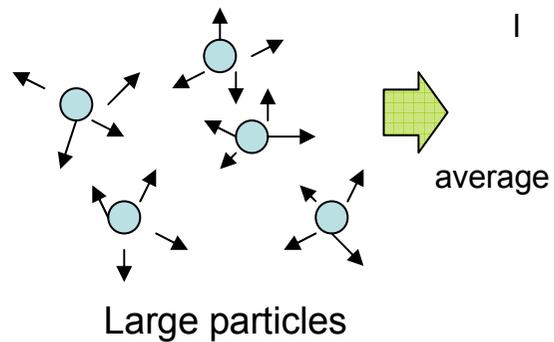
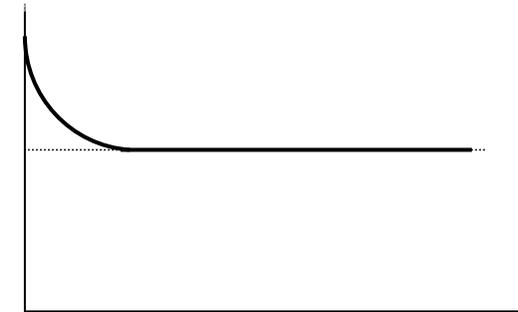
## Brownian Motion



## Scattering Intensity Variation



## ACF

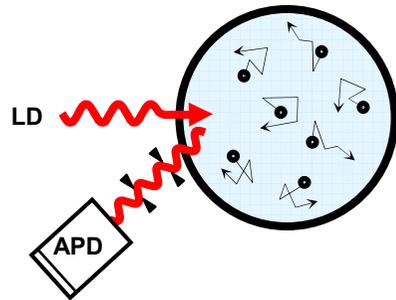


Quantitative analysis of scattering intensity fluctuation

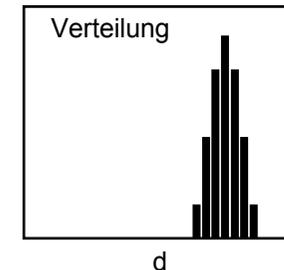
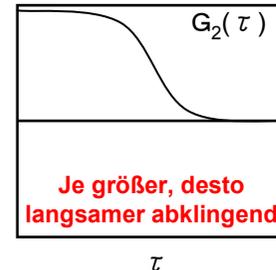
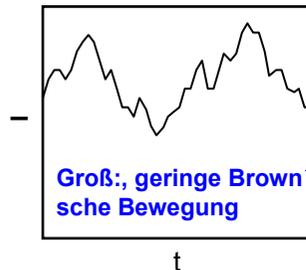
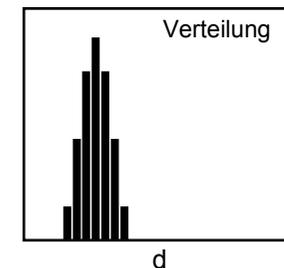
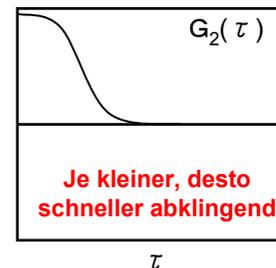
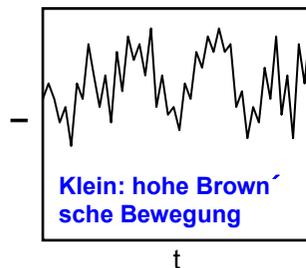
# Dynamische Lichtstreuung

## Kolloid in Brown'scher Bewegung

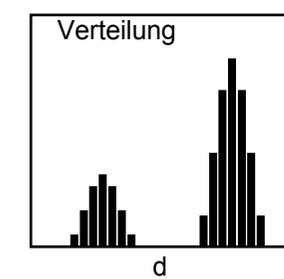
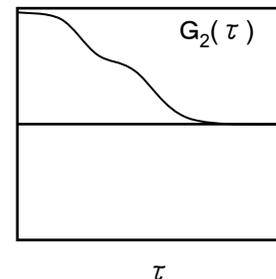
Size	Brownian motion	Scattering fluctuation
Small	Fast	Fierce
Large	Slow	Moderate



## Fluktuationen des resultierenden Lichtes



- 70mW Laserdiode (LD).
- "back-scattering" Methode (160° )
- Hohe Empfindlichkeit durch die Avalanche Photo Diode (APD)
- Multikomponentenanalyse durch LOG Korrelation



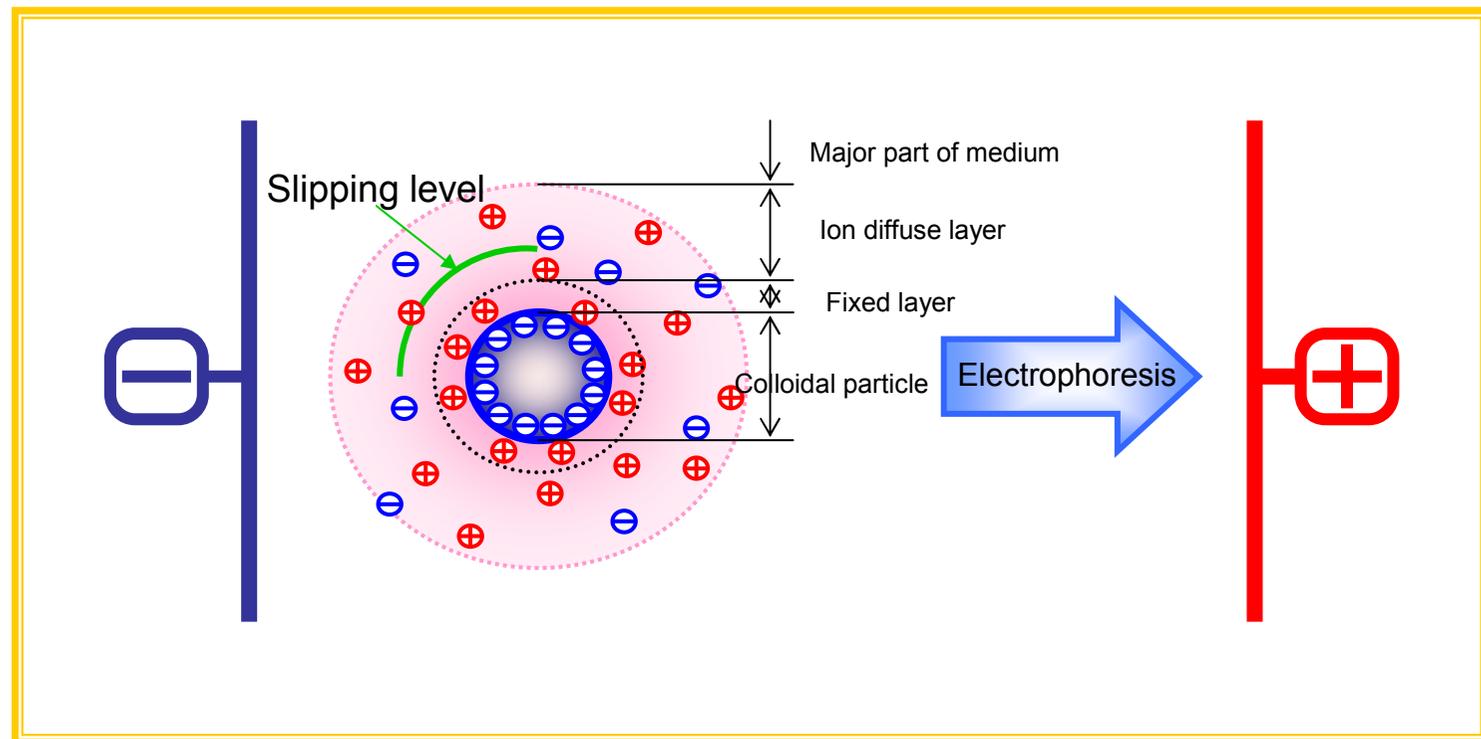
# PCS Technology

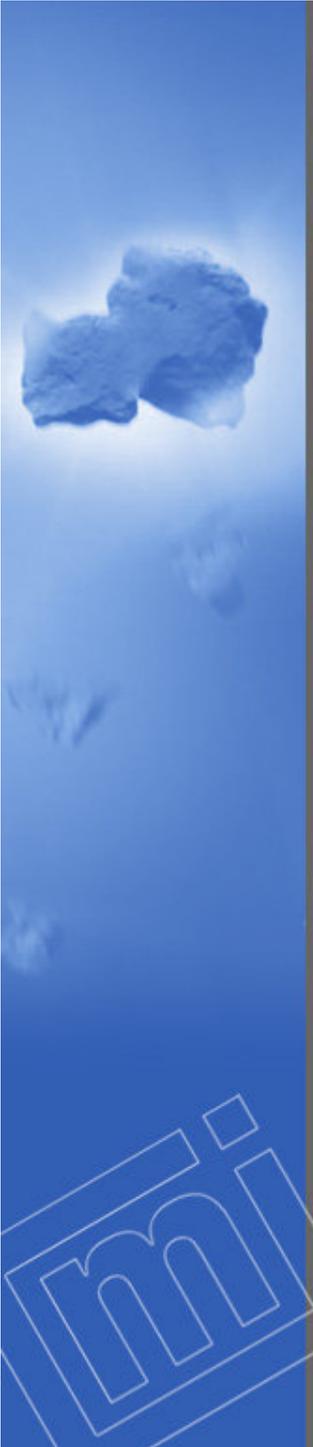
- 50 Jahre Erfahrung → ausgereift
- Viele Applikationen, viele Gerätetypen
- 2 ISO Standards
  - ISO 13321:1996 Particle size analysis — photon correlation spectroscopy
  - ISO 22412:2008 Particle size analysis — dynamic light scattering

# Das Zeta Potential

## ELS “Electrophoretic Light Scattering”

Wird ein elektrisches Feld angelegt, bewegen sich die Partikel in die jeweilige Richtung mit einer durch das Zetapotential bestimmten Geschwindigkeit; der **isoelektrische Punkt** ist der pH Wert, wo gleich viele Ionen zur Kathode und Anode wandern.





**Blau:** In der Mitte liegt ein Partikel mit einer fixen Ladungsschicht, hier minus;

**Fixed Layer:** fixe Schicht (hier Minus) sie sitzt fest auf diesem Partikel

**Ion Diffuse Layer** diffuse (Doppel)schicht (hier Plus): Sie bildet sich an der „fixed layer“ aus und besteht aus gegensinnig geladenen Überschussionen aus der umgebenen Flüssigkeit, danach beginnt das Kontinuum des Lösungsmittel.

Zwischen der fixen und diffusen Schicht besteht ein Potenzialverlauf, der so zunächst nicht messbar ist. An dieser Grenze kann eine mechanische oder elektrische Kraft angreifen, die schwach gebundenen Ladungen abscheren und durch diesen Potentialsprung das Zetapotential sichtbar machen. Je höher das Zetapotential ist, umso schneller bewegen sich die Partikel.

Die auf die Feldstärke E bezogene Geschwindigkeit u wird

**elektrophoretische Mobilität  $\mu_e = u / E$**

genannt und kann gut nach Smoluchowski gemessen werden

$$\mu_e = \varepsilon \zeta / \eta$$

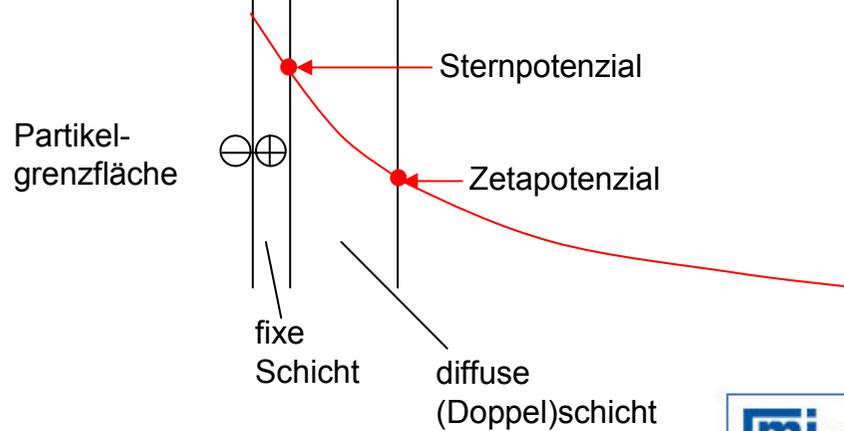
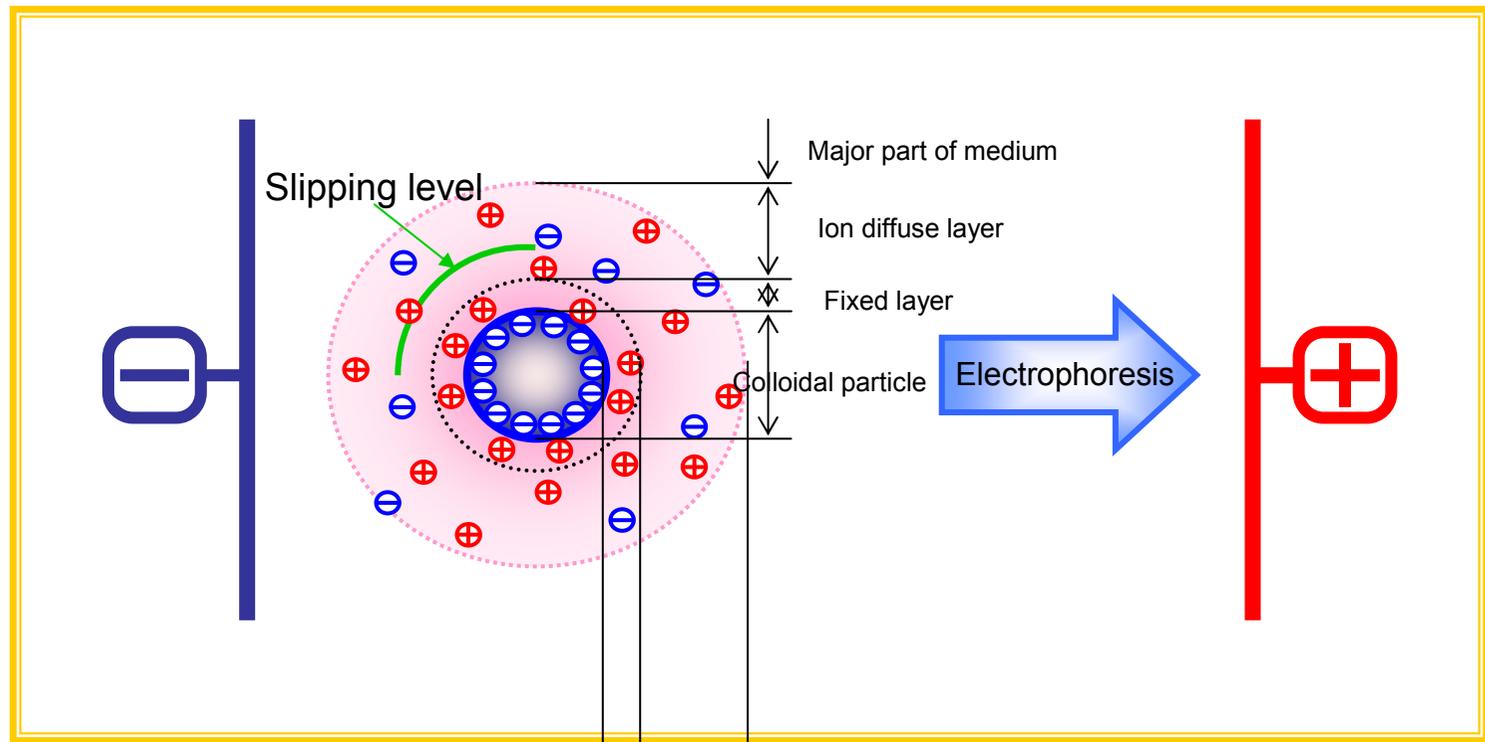
**$\zeta$  = Zetapotential**

u = die geschwindigkeit des Partikels

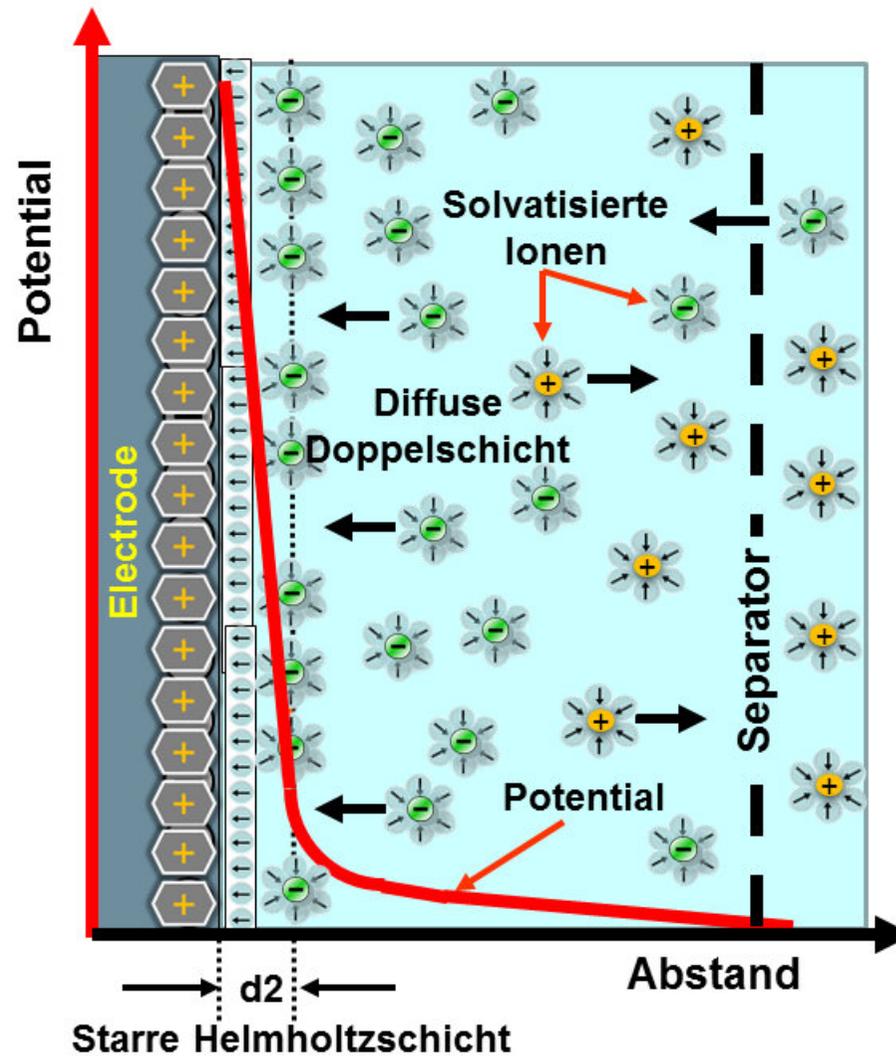
E = Elektrische Feldstärke

$\eta$  = Viskosität des Mediums

$\varepsilon$  = Dielektrizitätskonstante des flüssigen Mediums



# Vgl.: Elektrodenoberfläche



# Warum Zetapotentialmessung ?

- Zetapotentialbestimmung zur Beobachtung:
  - Der Kolloidstabilität
  - Der Oberflächenadsorption
  - Des isoelektrischen Punktes der Oberfläche
  - Produktstabilität bzw. - Instabilitäten
- Das Zetapotential dispergierter Partikel kann durch:
  - den pH Wert
  - die Leitfähigkeit
  - Additive
  - und Oberflächenadsorption

beeinflusst werden

# Partikelgröße und Zetapotential durch folgende NanoPlus Modelle

Gerät		Bereiche
NanoPlus-1	Partikelgröße	0,1 nm – 12 µm
NanoPlus-2	Zetapotential	- 500 – 500 mV
NanoPlus-3	Partikelgröße & Zetapotential	0,1 nm – 12 µm - 500 – 500 mV
NanoPlus-AT	Autotitration	pH 1-13



A wide river flows through a landscape at sunset. The sky is a gradient of blue and orange, with the sun low on the horizon. The water reflects the warm colors of the sky. Silhouettes of trees and buildings are visible along the far bank. The overall mood is peaceful and calm.

**Vielen Dank für Ihre  
Aufmerksamkeit!**