



ДИНАМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА

А.Балкин / balkin@retsch.ru

Лазерная дифракция рассеянного света – наиболее часто используемый метод анализа гранулометрического состава в диапазоне от 1 мкм до 1 мм. Современные системы лазерной дифракции обеспечивают малое время измерения, легкость применения, воспроизводимость результатов. Однако они имеют определенные недостатки, в частности, даже если инструмент откалиброван и утвержден для фармацевтических целей, измерение абсолютных размеров частиц невозможно – результаты сильно зависят от его типа и метода определения размера частиц, а также установленной версии программного обеспечения (ПО). Метод также не позволяет получать достоверные результаты при измерении малых количеств крупных частиц (2–3% от объема пробы), что связано с невысоким разрешением частиц в диапазоне от нескольких сот микрометров до миллиметра. Хотя лазерные системы дифракции позволяют обнаружить частицы, начиная с 10 нм, только очень немногие из них обладают возможностью определять размеры частицы от 1 мм и более. В результате невозможно достоверно получить мультимодальное распределение размера частиц в анализируемой пробе, поскольку частицы размером в несколько сот микрометров классифицируются в том же классе размера, что и более мелкие.

Косвенный алгоритм измерения, используемый при лазерной дифракции, многим пользователям представляется как "черный ящик". Выбор оптимальных параметров оценки требует определенного опыта, поскольку для правильной интерпретации результатов часто необходимо представлять типовые особенности измерений. В самом деле, использование неправильных предположений и параметров приводит хотя к достаточно воспроизводимым, но неточным результатам.

Идеальный метод измерения должен позволить непосредственно обнаружить особенности частиц, например, анализ конкретного изображения

DYNAMIC ANALYSIS OF A GRANULOMETRIC COMPOSITION

A.Balkin / balkin@retsch.ru

A laser diffraction of a diffused light is the most frequently used method for analysis of a granulometric composition within the range from 1 micrometer up to 1 mm. Modern systems of laser diffraction ensure quick measurement, easy application and reproducibility of the results. However, they have certain drawbacks, in particular, even if a tool has been calibrated and is approved for the pharmaceutical purposes, measurement of the absolute sizes of particles is not possible – the results strongly depend on its type and method of determination of the sizes of particles, and also on the established version of software. The method also does not allow to obtain reliable results in measurement of small quantities of large particles (2 – 3% of a sample volume), which is connected with a low resolution of particles within the range from several hundreds of micrometers up to a mm. Although laser diffraction systems allow us to detect particles beginning from 10 nanometers, only very few of them can determine the sizes of particles from 1 mm and over. As a result, it is not possible to obtain reliable multimodal distribution of the sizes of particles in an analyzed sample, because particles with the size of several hundreds of micrometers are attributed to the same size class, as the smaller ones.

Many users regard the indirect algorithm of measurement used for a laser diffraction as "a black box". Selection of the optimal estimation parameters requires a certain experience, because for a correct interpretation of the results it is often necessary to present typical features of measurements. Indeed, use of wrong assumptions and parameters may lead to rather reproducible, but inaccurate results.

An ideal method of measurement should allow us to find out directly the specific features of particles, for example, an analysis of a concrete image should make it possible to calculate the size of a particle. A method of direct measurement for the fine-dispersed powders



Рис.1. Анализатор размера и формы частиц Camsizer XT
Fig.1. Analyzer of the sizes and forms of particles Camsizer XT

должен позволить вычислить размер частицы. Метод прямого измерения для мелкодисперсных порошков, начиная от 1 мкм, стал доступен с использованием нового анализатора размера и формы частиц Camsizer XT (рис.1).

В основе измерения лежит стандарт (ISO 13322-2 – Динамический анализ изображений). Прибор обеспечивает относительные разрешения и пределы обнаружения частиц с фактором, большим 10, по сравнению с методом лазерной дифракции.

До недавнего времени динамический анализ изображения был возможен только для сухих, свободно просыпающихся порошков и гранул размером от 30 мкм. Благодаря развитию компьютеризации и усовершенствованию камер, более мелкие частицы могут быть теперь обнаружены и отображены с возможностью оценки результатов в режиме реального времени (рис.2). Скорость обработки до 275 кадров/с.

Для диапазона от 1 мкм и выше динамический анализ изображений по сравнению с лазерной дифракцией имеет неоспоримые преимущества, например, изображения частиц берутся непосредственно с камер с высокой разрешающей способностью, что позволяет определять их размер и форму даже по нескольким частицам пробы.

beginning from 1 micrometer became available with the use of Camsizer XT, a new analyzer of the sizes and forms of particles (Fig.1).

The measurement is based on the standard ISO 13322-2 – Dynamic Image Analysis. In comparison with the method of laser diffraction the instrument ensures relative resolutions and limits of detection of particles with the factor bigger, than 10.

Until recently a dynamic image analysis was possible only for dry, loose powders and granules of sizes from 30 micrometers. Due to development of computerization and improvement of cameras, smaller particles can now be detected and displayed with a possibility of estimation of the results in a real time mode (Fig.2). Speed of processing is up to 275 frames/sec.

For the range from 1 micrometer and over the dynamic analysis of images in comparison with the laser diffraction has indisputable advantages,

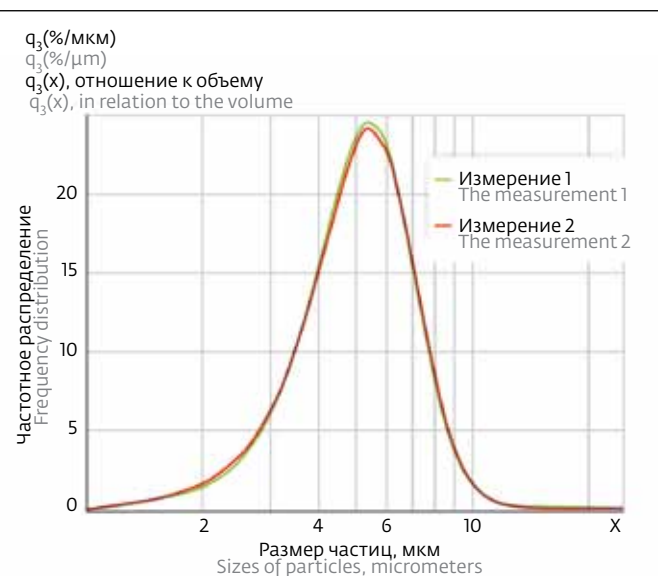
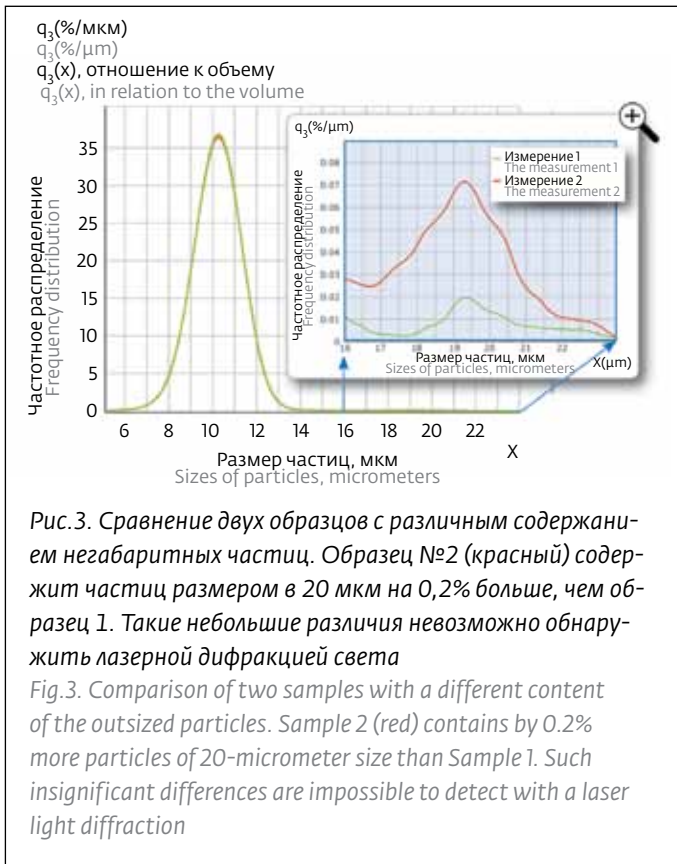


Рис.2. Карбид кремния (абразив) с распределением размера 1–10 мкм и средним размером 5 мкм (сухой образец диспергирован сжатым воздухом)

Fig.2. Silicon carbide (abrasive) with distribution of sizes 1–10 micrometers and average size of 5 micrometers (a dry sample was dispersed by compressed air)



ПРЕВОСХОДСТВО ДИНАМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ИЗОБРАЖЕНИЯ

ТОЧНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕГАБАРИТНЫХ ЧАСТИЦ

Метод динамического анализа изображения в зависимости от режима функционирования позволяет проводить оценку отдельных частиц. Достаточно нескольких частиц в образце для их надежного обнаружения, даже если они составляют меньше 0,01% объема пробы. Это открывает новые перспективы и гарантирует повышение качества контроля производственного процесса (рис.3).

Метод лазерной дифракции рассеянного света позволяет получить представление о среднем размере частиц. Небольшие количества мелких или негабаритных частиц только вызывают незначительное изменение при рассеянии света и не могут быть достоверно обнаружены с его помощью. В зависимости от типа материала часть объема пробы (2-3%) рассматривается, как абсолютный предел обнаружения и не поддается надежному детектированию.

ТОЧНОЕ ИЗМЕРЕНИЕ РАЗМЕРА ЧАСТИЦ

При динамической обработке изображения можно определять длину, ширину и эквивалентный диаметр отдельных частиц (рис.4). С помощью этого

for example, images of particles are taken directly from cameras with high resolution, which allows us to determine their sizes and forms even by several particles of a sample.

SUPERIORITY OF THE DYNAMIC IMAGE ANALYSIS ACCURATE DETERMINATION OF THE OUTSIZED PARTICLES

Depending on a functioning mode, the method of a dynamic image analysis allows us to estimate separate particles. Just several particles in a sample will be enough for their reliable detection, even if they make less than 0.01 % of the sample volume. This opens new prospects and guarantees improvement of the production control quality (Fig.3).

The method of a laser diffraction of a diffused light allows us to get an idea about the average size of the particles. Small amounts of little or oversized particles cause only a minor alteration of the dispersion of light and cannot be reliably detected with its help. Depending on a material type, a part of a sample volume (2-3 %) is considered as an absolute limit for detection and cannot be reliably detected.

ACCURATE MEASUREMENT OF SIZES OF PARTICLES

A dynamic image processing makes it possible to determine the length, width and equivalent diameter of separate particles (Fig.4). By means of this method it is also possible to obtain results on different parameters proceeding from one measurement, depending on a used model (Fig.5).

Laser diffraction is based on an assumption, that all particles have a spherical form. Their real forms deviate from the spherical one and change the light dispersion; however, the employed software cannot reflect these distinctions. As a result during a diffused light diffraction analysis it is impossible to make distinctions between the length and the width of a particle, because both parameters are included in the model "the size of a particle". As a result with this method the granulometric composition is often presented wider than it actually is.

Fig.6 graphically shows the distinctions between the actual and an ideal form of a particle, on which the method of laser dispersion is based. The spherical particles' relation of the width to the length b/l is equal to 1.0. Most of the particles in the above-mentioned example have the relation b/l less than 0.9. Thus, the measurement of a form of a particle by means of a digital image processing ensures a more detailed analysis of an examined sample.



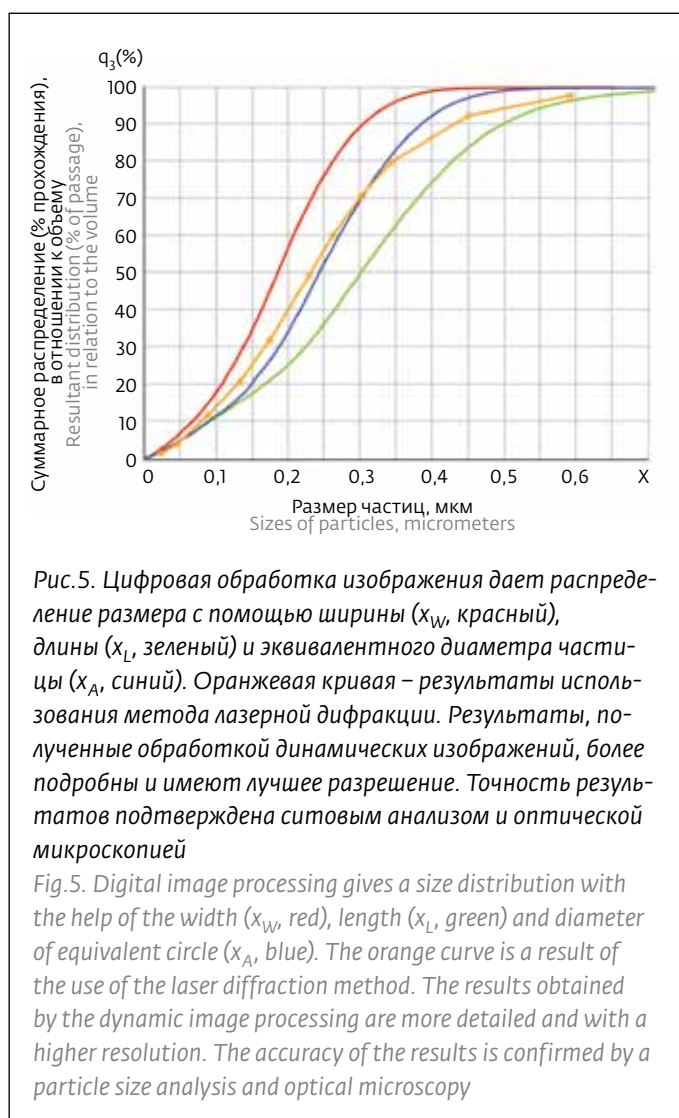
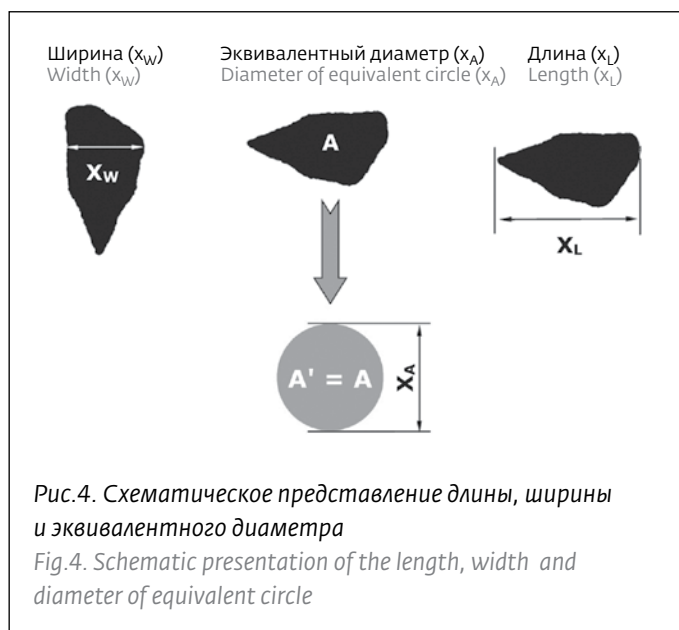
метода удается получать результаты по разным параметрам, исходя из одного измерения, в зависимости от используемой модели (рис.5).

Лазерная дифракция базируется на допущении, что все частицы имеют сферическую форму. Реальная же их форма отклоняется от сферической и изменяет рассеяния света, однако используемое ПО не может передать эти различия. В результате при анализе дифракцией рассеянного света невозможно дать различия между длиной и шириной частицы, ибо оба параметра включены в модель "размер частицы". В результате в этом методе гранулометрический состав часто представляется шире, чем он есть на самом деле.

Рис.6 наглядно демонстрирует различия между фактической и идеальной формами частицы, на чем основан метод лазерного рассеивания. У сферических частиц отношение ширины к длине b/l равно 1,0. У большинства частиц в вышеупомянутом примере отношение b/l менее 0,9. Таким образом, измерение формы частицы с помощью цифровой обработки изображения обеспечивает более детальный анализ исследуемого образца.

При динамической обработке изображения, так же, как и в методе лазерной дифракции, частицы должны попадать в поле зрения индивидуально, чтобы гарантировать, что каждая из них проанализирована. Скопления или агломерирование производят впечатление наличия частиц больших размеров, чем они есть на самом деле. Именно поэтому в обоих методах используются дисперсии частиц, полученные в жидкости при использовании сжатого воздуха или ультразвука. Параметры дисперсии выбираются таким образом, чтобы их скопления можно было разделить, не разрушая основные частицы. Динамическая обработка изображений предоставляет информацию об эффективности используемого диспергирования.

Для частиц, меньших 1 мкм, метод лазерной дифракции до сих пор оптимален для анализа гранулометрического состава. К недостаткам его можно отнести - невозможность анализа по форме частиц, также невозможно сравнение результатов с данными, полученными при использовании других методов определения состава, такими как оптическая микроскопия, ситовой анализ. Анализ с использованием источника видимого света сталкивается с физическими пределами измерения: как только размер частицы приближается к длине волны света, уже не представляется возможным получить четкие фотографии проекций частиц. В связи с этим нижний диапазон измерения ограничен 1 мкм.



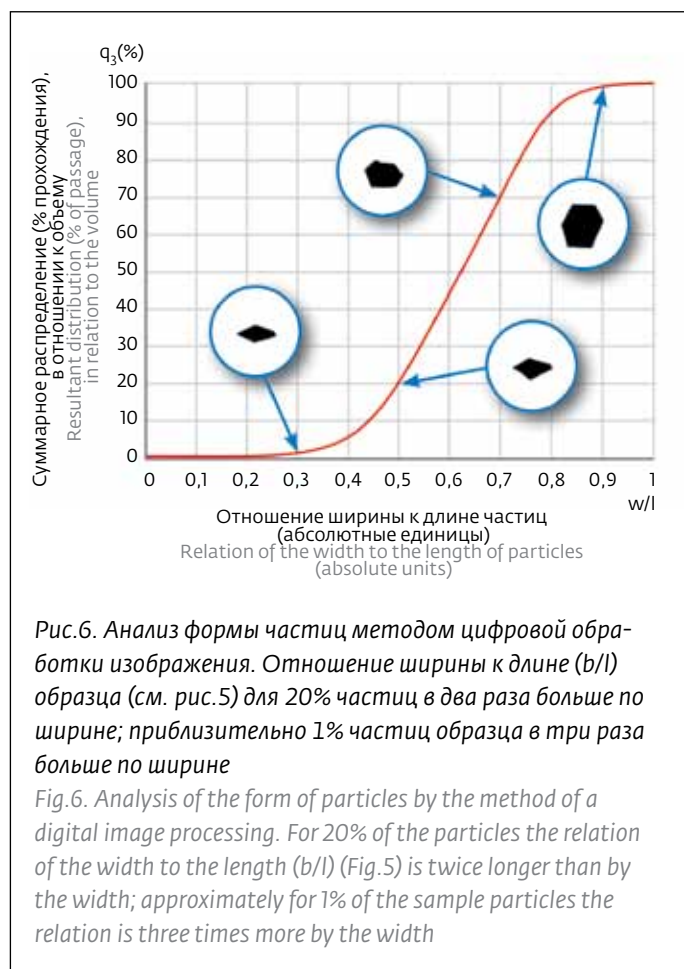


Рис.6. Анализ формы частиц методом цифровой обработки изображения. Отношение ширины к длине (b/l) образца (см. рис.5) для 20% частиц в два раза больше по ширине; приблизительно 1% частиц образца в три раза больше по ширине

Fig.6. Analysis of the form of particles by the method of a digital image processing. For 20% of the particles the relation of the width to the length (b/l) (Fig.5) is twice longer than by the width; approximately for 1% of the sample particles the relation is three times more by the width

Таким образом, динамическая обработка изображения – метод, активно используемый для определения размера и формы свободно просыпающихся и склонных к слипанию частиц за счет возможности их диспергирования.

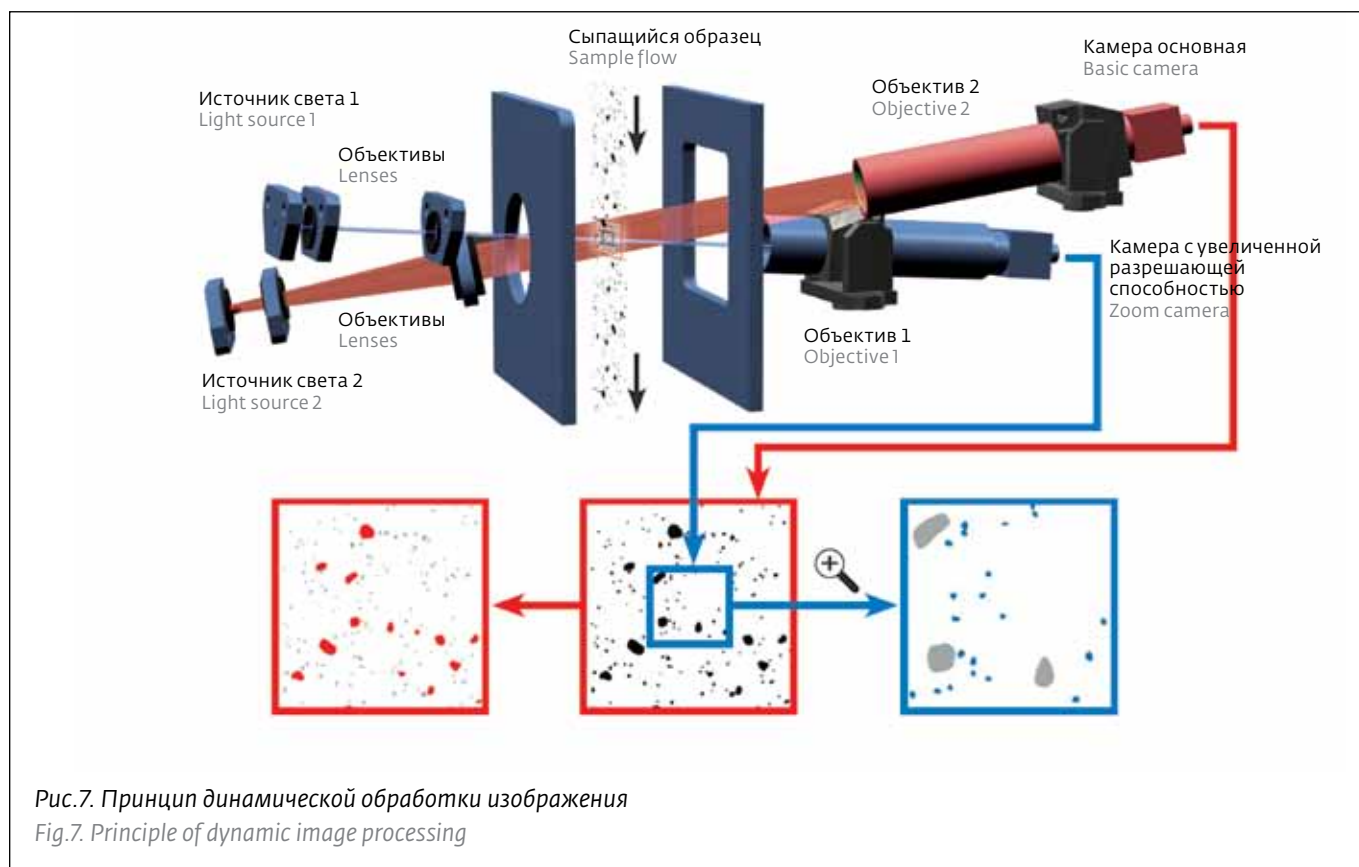
Метод получил признание у многих потребителей и применяется для решения ряда прикладных задач во всем мире. Теперь доступен также метод динамической обработки изображения для размеров частиц от 1 мкм до 3 мм. В результате появилась возможность определения размера мелкодисперсных порошков и формы больших частиц: надежное обнаружение негабаритных частиц, высокая разрешающая способность, превосходная воспроизводимость результатов. К дополнительным преимуществам метода стоит отнести легкость и малое время проведения операций измерения и простой принцип измерения. Кроме того, косвенные методы с ограниченной точностью (лазерная дифракция и оптическая микроскопия) ненадежны и устаревают, постепенно выходя из обращения.

In case of dynamic image processing, just like in the method of laser diffraction, a particle should come into the view individually in order to guarantee that each of the particles is analyzed. Conglomerations or agglomeration make impression that the present particles are bigger, than they actually are. For this reason in both methods the used dispersions of the particles are obtained in a liquid or with the help of a compressed air or ultrasound. The dispersion parameters are selected in such a way that their conglomerations could be divided without destruction of the basic particles. A dynamic image processing provides information on the efficiency of the used dispersion.

For the particles smaller than 1 micrometer the method of laser diffraction is so far the most optimal for the analysis of the granulometric composition. Among its drawbacks are the following: an analysis by the forms of particles is not possible; the results cannot be compared with the data obtained with the use of the other methods for determination of a composition, such as optical microscopy and particle size analysis. The analysis with the use of a visible light source faces physical limits of measurement: as soon as the size of a particle comes nearer to the length of a light wave, distinct photos of projections of particles become impossible. In this connection the bottom range of measurement is limited by 1 micrometer.

Thus, the dynamic image processing is a method actively used for determination of the sizes and forms of the loose and inclined to adhesion particles due to possibility of their dispersion.

The method is recognised by many users and is employed for solving of certain applied problems all over the world. Now the method of dynamic image processing is also available for the sizes of particles from 1 micrometer up to 3 mm. As a result now we have an opportunity to determine the size of the fine-dispersed powders and forms of the big particles: a reliable detection of the oversized particles, high resolution and excellent reproducibility of the results. Additional advantages of the method also include easy operation, and quick and simple principle of measurement. Besides, the indirect methods with their limited accuracy (laser diffraction and optical microscopy) are unreliable, become obsolete and gradually lose their popularity.



ДИНАМИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА ИЗОБРАЖЕНИЯ

При анализе размера методом динамической обработки изображений частицы попадают в анализирующую камеру под действием силы тяжести, сжатого воздуха или после диспергирования ультразвуком в жидкости (рис.7). Источник света освещает анализируемую пробу с одной стороны, а цифровые камеры делают моментальные снимки падающих частиц с другой стороны. ПО оценивает проекции падающих частиц, тем самым определяя распределение их размера. Несколько сот частиц по фотографиям оцениваются в режиме реального времени со скоростью более чем 275 фотографий/с.

Двухкамерная система позволяет максимально точно определить размеры частиц в широком диапазоне, т.е. при использовании двух линейно выровненных камер различия между самыми маленькой и большой частицами существенно расширены. Камера с более высокой разрешающей способностью (Zoom-камера) позволяет обнаруживать мелкие частицы в небольшой области исследования. Камера с более низким разрешением (Basic-камера), но с более широкой областью измерения позволяет одновременно обнаруживать крупные частицы. Тем самым обеспечивается быстрое исследование образца с хорошей статистикой. ■

DYNAMIC IMAGE PROCESSING

During the size analysis by the method of dynamic image processing particles get into the analyzing camera by the force of gravity, compressed air or after being dispersed by ultrasound in liquids (Fig.7). A light source illuminates the analyzed sample from one side, while digital cameras take instant pictures of the falling particles from the other side. Software estimates projections of the falling particles, and thus determines the size distribution of all of them. Several hundreds of particles are estimated in real time by the photos taken with a speed exceeding 275 photos/sec.

A two-camera system allows us to determine with maximal possible precision the sizes of the particles within a wide range, that is the use of two linearly levelled cameras makes the distinctions between the smallest and the biggest particles much more visible. The zoom camera allows us to detect small particles in a small area of research. The basic camera with a lower resolution, but a wider area of measurement allows us to detect simultaneously large particles. Thus a quick examination of a sample with good statistics is ensured. ■