

## Messung der Partikelgrößenverteilung von Pulvern mit statischer Laserbeugungsanalyse

Partikelanalyse von Pulvermischungen des Größenbereichs oberhalb 1µm, sowie von pulverförmigen Reinsubstanzen unterhalb 1µm mit erweitertem optischem Modell.

Dipl.-Ing. Daniel Moog

© Pulveranalyse GbR Labor Köln

Die Verteilung der Teilchengröße und der Partikelform eines Pulvers hat in vielen Fällen einen großen Einfluss auf die Produkteigenschaft, die Produktqualität, sowie auf das Verarbeitungs- Transport- und Lagerverhalten. Zur Charakterisierung stehen unterschiedliche physikalische Messtechniken zur Verfügung von denen je nach Applikation eine geeignete Methode eingesetzt wird.

Eine etablierte Methode zur Analyse der Partikelgrößenverteilung von Pulvern ist die statische Laserbeugungsanalyse nach ISO 13320 [1]. Die Laserbeugungsanalyse ist eine universell einsetzbare Pulveranalyse Methode für Pulvermischungen und Reinsubstanzen. Ausgegeben werden volumenverteilte Partikelgrößenverteilungen.

Die Methode der statischen Laserbeugung ist für ein breites Spektrum von Pulvern und Pulverformulierungen einsetzbar und deckt einen breiten Größenbereich ab. In der Praxis liegt der optimale Einsatzbereich für Pulver zwischen einer Partikelgröße von 80nm und 100µm. Beträgt beispielsweise bei der klassischen Siebanalyse der Anteil der Partikelfractionen von < 45µm mehr als 20%, ist der Einsatz einer Laserbeugungsanalyse eine sinnvolle Maßnahme.

Die optische Messtechnik der unterschiedlichen Hersteller von Laserbeuger Instrumenten unterscheidet sich bezüglich Lichtquellen, Strahlführung, optischer Bank und Detektion. Die von zahlreichen Herstellern angegebene untere bestimmbare Partikelgröße von unter 20nm ist mit statischer Laserbeugung für viele Materialien nicht realistisch, da die Auswertetheorien nach Fraunhofer und Mie doch auf ganz kugelförmigen Partikeln aufbauen [2].

Pulveranalyse GbR Köln misst mit der Laserbeugungsmethode Partikelgrößenverteilungen hinunter bis in den Sub-100nm-Bereich. Das Pulver wird, als in Flüssigkeit dispergiertes Partikelkollektiv, in einer Messzelle mit Laserlicht bestrahlt. Die Folge sind

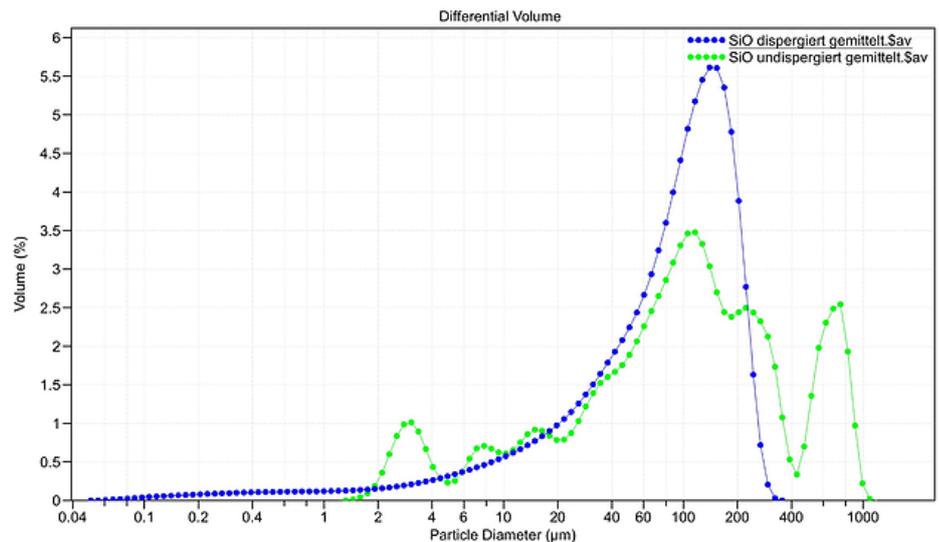


Abb. 1: Überlagerung der volumenverteilten Partikelgrößenanalysen von SiO<sub>2</sub>-Partikeln vor- und nach der Dispergierung (1 Min Ultraturrax 10000/min). Gemessen mit Laserbeugungsmethode und nach Fraunhofer gerechnet. Dispersionsmedium H<sub>2</sub>O.

Beugungs- und Streulichtmuster, welche unter verschiedenen Raumwinkeln detektiert werden.

Größere Partikel beugen das Laserlicht mit hoher Intensität und kleinere Partikel liefern Streubeiträge mit geringerer Intensität. Die aufgenommenen Beugungs- und Streulichtmuster werden über mathematische Algorithmen in volumenbasierte Partikelgrößenverteilungen umgerechnet.

Für Pulverproben mit größeren Partikeln kann die Auswertung nach Fraunhofer-Näherung erfolgen. Das an großen Partikeln gebeugte Licht wird vom Ringdetektor detektiert, welcher auf der optischen Achse Lichtquelle – Küvette – Ringdetektor liegt.

Die Eingabe oder Vorlage der optischen Parameter des zu messenden Materials ist in diesem Fall nicht erforderlich. Deswegen wird die Auswertung nach Fraunhofer auch für Pulvermischungen eingesetzt, von denen die optischen Eigenschaften Brechungsindex und Absorption bei den verwendeten Laser-

lichtwellenlängen nicht bekannt sind. Abbildung 1 zeigt exemplarisch eine Überlagerung von zwei Partikelgrößenverteilungsmessungen, die aufgrund des Größenbereichs der Partikel nach Fraunhofer-Theorie ausgewertet wurden. Die Auswirkung der Dispergierung auf die SiO<sub>2</sub>-Partikel ist deutlich zu sehen. Für Pulveranalysen im Submikron-Bereich, d.h. unterhalb 1µm, sollte die Auswertemethode nach Fraunhofer nicht eingesetzt werden.

Für feinere Partikel kann mit der sogenannten Mie-Theorie ausgewertet werden. Hierfür ist die Eingabe des Brechungsindex und der Absorption des Materials bei der verwendeten Lichtwellenlänge erforderlich. Durch den Einsatz mehrerer Lichtwellenlängen lassen sich genauere optische Modelle erstellen, die eine verbesserte Wiedergabe der Partikelgrößenverteilungen gerade im Bereich unterhalb einer Partikelgröße von 1µm ermöglichen. Die gegenwärtig bei Pulveranalyse GbR Köln verwendete statische Laserbeugungs-

methode arbeitet mit 3 monochromatischen Laserwellenlängen bei 900nm, 600nm, und 450nm. Dadurch lassen sich bis zu drei Punkte des Absorptionsspektrums eines Reinmaterials in ein optisches Modell zur Analyse nach der Mie-Theorie einbauen.

Tab. 1: Erweitertes optisches Modell der statischen Laserbeugungsanalyse für Messungen im Submikronbereich:

Lichtwellenlänge	Brechungsindex	Adsorption
900nm	n(900nm)	A(900nm)
633nm	n(633nm)	A(633nm)
450nm	n(450nm)	A(450nm)

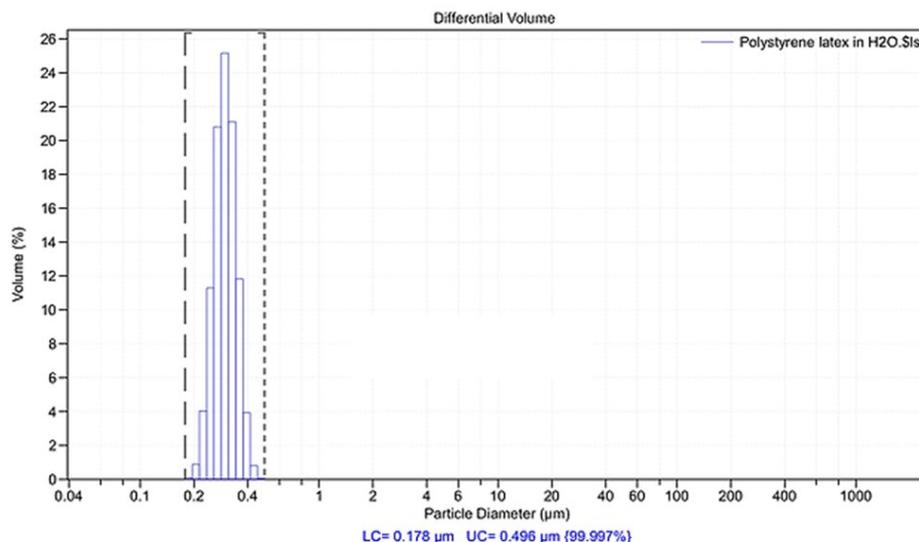
Die Berücksichtigung der optischen Parameter eines zu analysierenden Materials bei 3 unterschiedlichen Lichtwellenlängen führen zu erweiterten Möglichkeiten bei der Methodenentwicklung und damit zu realistischeren Abbildungen im Submikron-Bereich bei verbesserter Auflösung mehrmodaler Partikelgrößenverteilungen.

In Abbildung 2 ist ein Messbeispiel mit erweitertem optischem Modell nach der Mie-Theorie dargestellt. Abgebildet ist die Messung von feinteiligen und engverteilten Polystyren-Partikeln in H<sub>2</sub>O mit Partikelgrößen deutlich unterhalb 1µm im Submikron-Bereich. Durch Vorlage der bekannten optischen Parameter Brechungsindex und Absorption bei der entsprechenden Laserlichtwellenlänge lässt sich die Partikelgrößenverteilung mit einem volumenverteilten Median von 298nm hervorragend messen.

#### Quellenangabe:

[1] ISO 13320 2009-10-01: Particle size analysis-Laser diffraction methods

[2] Kurt Leschonski, Grundlagen und moderne Verfahren der Partikelmesstechnik



Volume Statistics (Arithmetic) 300 nm Lat\_\_01\_02.\$ls

Calculations from 0.178 µm to 0.496 µm

Volume: 99.997%  
 Mean: 0.300 µm  
 Median: 0.298 µm  
 D(3,2): 0.294 µm  
 Mode: 0.297 µm

d<sub>10</sub>: 0.246 µm                      d<sub>50</sub>: 0.298 µm                      d<sub>90</sub>: 0.361 µm

Abb. 2: Dispergierte Polystyren-Latexpartikel in H<sub>2</sub>O. Der zertifizierte Sollwert des volumenverteilten Median beträgt 300nm. Gemessen mit einem geeigneten optischen Modell nach Mie-Theorie beträgt das Ergebnis 298nm.

#### Eckdaten der statischen Laserbeugungsanalyse:

- Messbereich: 40nm bis 2000µm
- Probenvorbereitung: Trockenmessung und/oder Nassmessung
- Optimaler Einsatzbereich für Partikel von 40nm bis 100µm
- Universell einsetzbare Methode für Pulvermischungen und Pulver Reinsubstanzen
- Einfache Probenvorbereitung als Suspension und Pulver
- Reinsubstanzen mit bekannten optischen Eigenschaften hinunter bis Partikelgrößen von 40nm messbar.
- Dispersionen ab einer Feststoffkonzentration von rund 0,5 Vol% messbar
- Ausgabe volumenverteilter Partikelgrößenverteilungen welche bei Bedarf in anzahlverteilte Partikelgrößenverteilungen umgerechnet werden können.

Die **Fraunhofer-Theorie** findet bei der Partikelgrößenmessung bis in den Mikrometer-Bereich Anwendung. Sie beschreibt den Teil der Lichtablenkung, der ausschließlich durch Beugung zustande kommt. Fällt Licht auf ein Hindernis, z.B. einen Partikel, so kommt es u.a. zur Beugung. Für ausreichend große Partikel wird die Lichtablenkung durch die Beugung dominiert. Ein großer Vorteil der Fraunhofer-Theorie besteht darin, dass keine Kenntnisse über die optischen Eigenschaften des untersuchten Materials notwendig sind.

Die **Mie-Theorie** wird für die Größenbestimmung von Partikel angewandt, deren Durchmesser nicht deutlich über der Wellenlänge des verwendeten Lichtes liegen. Sie beruht auf der Messung der Streuung von elektromagnetischen Wellen an sphärischen Partikeln. Bei der Mie-Theorie müssen Brechungs- und Absorptionsindex des Probenmaterials bekannt sein. Die untere Grenze des mit der Mie-Theorie erfassbaren Größenbereichs liegt bei rund 10 nm.