

Bestimmung des geometrischen Teilchendurchmessers durch Auswertung rotierender Beugungsmuster

B. Ruck & B. Pavlovski

Institut für Hydromechanik, Forschungsgruppe Strömungsmesstechnik, Universität Karlsruhe, Kaiserstr. 12, 76128 Karlsruhe

1. Einführung

Im Rahmen des vorliegenden Beitrags werden Entwicklungsarbeiten zu einem neuen Beugungsverfahren zur Teilchenanalyse vorgestellt, bei dem, im Gegensatz zu allen bisherigen auf der Ausnutzung der Beugung beruhenden Teilchengrößenmessverfahren, siehe auch [1-5], der beleuchtende Laserstrahl während der Messung in einem Winkelbereich um das Teilchen geführt wird. Durch die Richtungsänderung wird die sich hinter dem Teilchen ausbildende Beugungsverteilung ebenfalls im Raum mitgedreht. Das Beugungsmuster wird hierbei über einen geeignet im Raum fest angeordneten Punktdetektor hinwegbewegt, der die Minima und Maxima der Beugungsverteilung detektiert. Das neue Verfahren, das von der Idee her erstmals im Jahre 1996 [6] vorgestellt wurde, konnte in der Zwischenzeit verifiziert und weiterentwickelt werden. Durch den Bau eines Prototypsystems konnten wichtige Einsatzdaten des neuen Verfahrens gewonnen werden.

2. Optische Anordnung

Das Messverfahren beruht darauf, dass die Vorwärtskeule (Beugung) der Streulichtverteilung um kugelförmige Teilchen zeitlich abgebildet wird. Die Größe der Beugungskeule steht in direktem Zusammenhang zum Teilchendurchmesser, wie anhand von Mie-Berechnungen gezeigt wird. Die während der Verifikationsmessungen (erste Version der optischen Anordnung mit rotierendem beleuchtenden Laserstrahl [7]) diskretisierten Fehlereinflüsse können durch eine verbesserte optische Anordnung minimiert werden. In diesem Zusammenhang wurde deshalb dazu übergegangen, die Rotation des Beugungsmusters empfangsseitig zu verwirklichen. Abb. 1 zeigt die Grundidee dieser Verfahrensvariante.

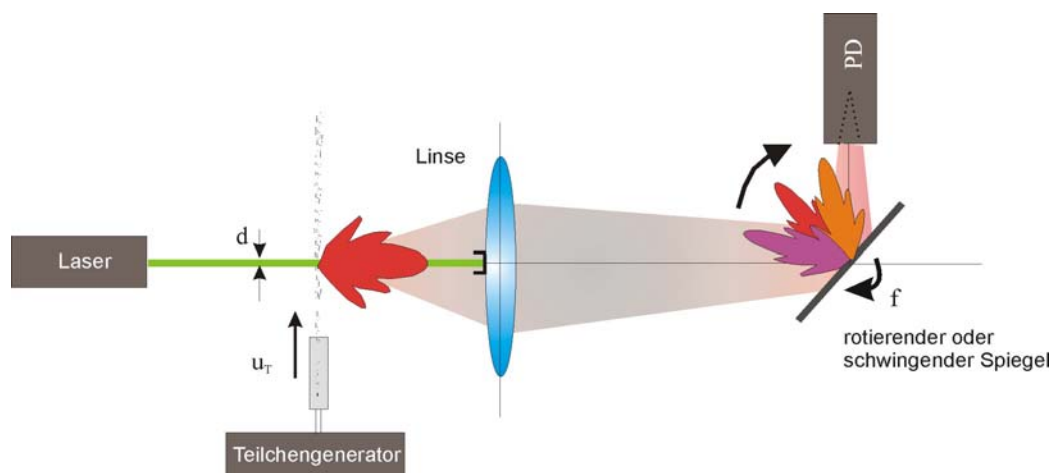


Abb. 1: Konzeptoptimierung mit empfangsseitiger Rotation des Beugungsmusters

Anstelle der Rotation des Laserstrahls im Messvolumen wird nun eine feste, unveränderliche Beleuchtungsanordnung mit Hilfe eines fokussierten Laserstrahls verwendet. Das sich ergebende Beugungsmuster der zu analysierenden Teilchen wird kurz nach dem Beugungsvorgang durch eine Rotationsspiegelanordnung über einen Punktdetektor geführt. Hierdurch werden zudem Justageprobleme minimiert, die zuvor durch die Rotation des beleuchtenden Laserstrahls entstanden [7]. Prinzipiell liefert diese Variante deutlich bessere und unverrauschtere Signale. Die Ausblendung des direkten, beleuchtenden Laserstrahls gelingt bei dieser Anordnung ebenfalls wesentlich einfacher, da nun der Strahl unbewegt und fixiert einstrahlt, ohne dass Positionstoleranzen, wie sie in der vorigen Anordnung durch die mechanische Ablenkung des beleuchtenden Laserstrahls entstanden, auftreten können. In Abb. 2 wird eine detaillierte Skizze der optimierten Variante (empfangsseitige Rotation des Beugungsmusters) mit den wichtigsten Berechnungsformeln wiedergegeben. Wie der Zeichnung entnommen werden kann, beschränken zwei Winkel den Messbereich des Verfahrens.

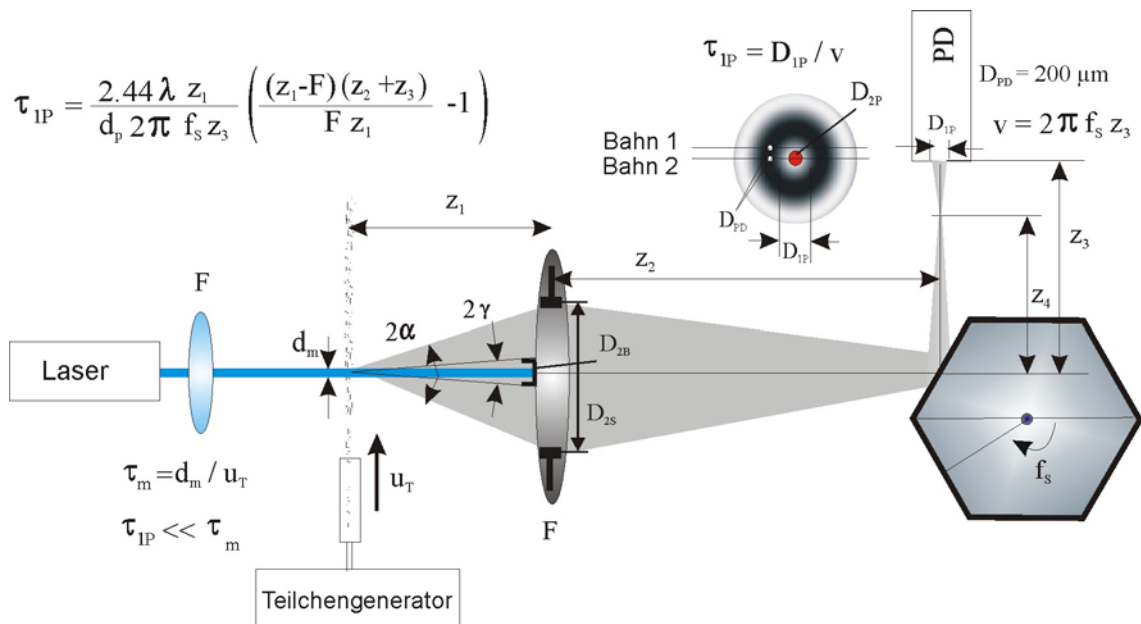


Abb. 2: Detaillierte Skizze der optimierten Variante (empfangsseitige Rotation des Beugungsmusters)

Der Winkel \forall legt hierbei die untere, gerade noch zu detektierende Teilchengröße fest (kleine Teilchen ergeben große Winkel der Beugungsfigur), da Beugungsfiguren, deren 1. Minima gerade noch in den durch \forall vorgegebenen Winkelbereich passen, fehlerfrei detektiert werden können. Werden die Teilchen noch kleiner, so überschreitet die Breite des Beugungssignals den Erfassungswinkel, der vom Abstand des Messvolumens von der Linse und vom Linsendurchmesser D_{2S} abhängt. Es entstehen dann Signale, die an beiden Seiten wie abgeschnitten wirken. Außerdem soll die Messung in einer Zeitdauer erfolgen, die viel kleiner sein sollte als die Durchtrittszeit des Teilchens durch den Messort, d.h. die Flugzeit des Teilchens durch das Messvolumen τ_m sollte wesentlich länger als die Dauer des detektierten Beugungssignals τ_{IP} sein. Letzteres legt ebenfalls die untere Messbereichsbegrenzung fest, d.h. den minimal erfassbaren Teilchendurchmesser.

Demgegenüber legt der Winkel α (die obere Grenze der bestimmaren Teilchengröße fest, da für größere Teilchen engere Beugungskeulen in Vorwärtslichtstreuung vorliegen, so dass der ‚beam stop‘ in der Mitte der abbildenden Linse Beugungskeulen verdeckt, die kleiner sind als seine Abmessungen. Die geometrischen Auslegungsparameter eines auf der Basis des vorgestellten Prinzips arbeitenden Teilchengrößenmessgerätes bestimmen somit in entscheidendem Maße den Messbereich.

Wird die Beugungsfigur mittig durch die Rotationsspiegelanordnung über den Detektor geführt, so entstehen Beugungssignale, die zwei Spitzen aufweisen, da sie auch den ausgeblendeten Fleck des ‚beam stop‘ enthalten. Ein leichtes Herausheben des Detektors aus der Mittelebene resultiert in Signalformen mit nur einer Spitze. Beide Signalformen können zur Auswertung herangezogen werden (Abb. 3). Die Signale stellen Zeitsignale dar, deren Zeitlänge in erster Linie durch die räumliche Ausdehnung des Beugungsmusters und die Winkelgeschwindigkeit des Rotationsspiegels vorgegeben wird.

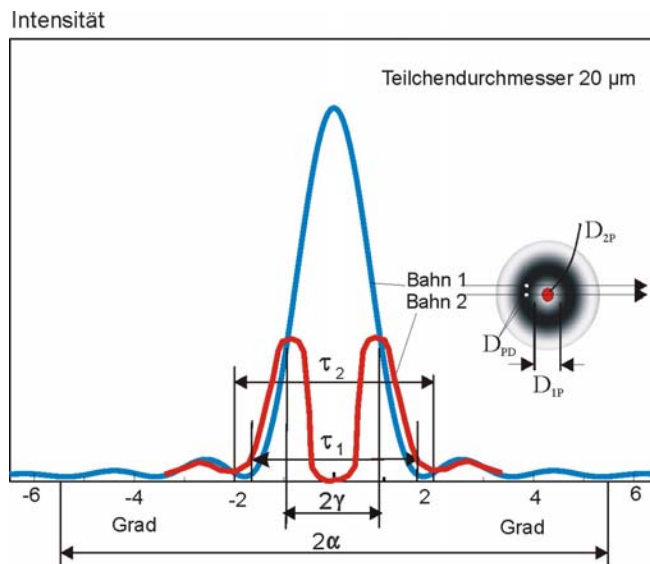


Abb. 3: Beugungssignal für ein Teilchen; Bahn 1: Beugungsmuster wird nicht genau mittig über den Detektor geführt; Bahn 2: mittige Führung

Wie man aus Abb. 2 sieht, hängt die Dauer des Beugungssignals (Maß für Teilchengröße) von der Koordinate z_1 ab, d.h. die Teilchenzuführung durch eine Strömung muss sehr präzise das Messvolumen treffen. Bei der realen Messsituation stellt die Strömung einen Raum mit vielen, regellos verteilten Teilchen dar. Wie anhand von Berechnungsformeln folgt, bewirkt eine nicht genau zu lokalisierende Teilchenbahn eine Unsicherheit in der Bestimmung der Dauer des Beugungssignals. Letzteres kann man als eine zusätzliche Verbreiterung der Teilchengrößenverteilung interpretieren. Die Reduzierung dieses Fehlers ist mit der Verkleinerung der Länge des Messvolumens mit Hilfe einer aerodynamischen Fokussierung verbunden.

Die aerodynamische Fokussierung ist jedoch nur bei höheren Strömungsgeschwindigkeiten realisierbar, was der Bedingung $\tau_m \gg \tau_{1P}$ widerspricht.

3. Instrumentelle Realisierung

Für die Entwicklungen und experimentellen Untersuchungen wurde ein 100 mW Argon-Laser mit Luftkühlung verwendet. Der Laserstrahl wurde durch eine Linse in ein Messvolumen fokussiert. Das sich ergebende Beugungsmuster der zu analysierenden Teilchen wird nach dem Beugungsvorgang durch eine Polygonscanneranordnung mit 6 Facetten (Spiegelflächen) über einen Punktdetektor geführt (Abb. 2). Um Streulicht, das nicht vom Messvolumen herrührt, auszublenden, können sende- wie empfangsseitig zusätzlich Blenden oder Masken in den Strahlengang der Beleuchtung oder der Detektion eingebracht werden. Die Ausblendung des

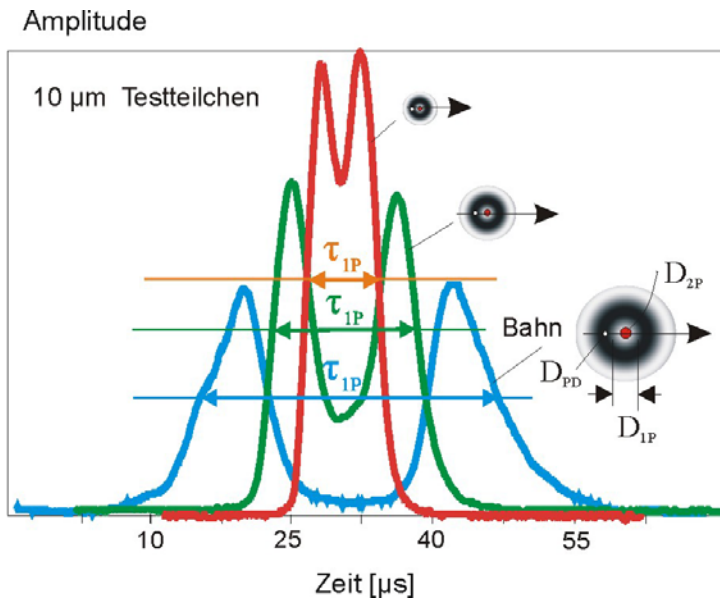


Abb. 4: Signale von Teilchen, die vor oder hinter dem Messvolumen den beleuchtenden Laserstrahl durchqueren

direkten beleuchtenden Laserstrahls wird mit Hilfe der Blende D_{2B} realisiert. Die zwei Winkel α und γ (bzw. Blende D_{2B} und D_{2S}) beschränken, wie zuvor erwähnt, den Messbereich des Verfahrens.

Für die Signalverarbeitung kam ein klassisches Verfahren mit einer Signalauswertung auf Basis eines Transientenrecorders zum Einsatz. Das Streulicht, das von Teilchen beim Passieren des Messvolumens erzeugt wird, wird von einem Photomultiplier detektiert. Die empfangenen Signale werden verstärkt, bevor eine Analog-Digital-Wandlung (ADW) erfolgt. Ein Programm zur Bestimmung der Pulsdauer errechnet aufgrund des vom PC-Bus übermittelten digitalisierten Signals den Teilchendurchmesser, sofern das Signal entsprechende Qualitätsmerkmale erfüllt. Werden die Auswahlkriterien nicht erfüllt, so erfolgt keine Auswertung und das Signal wird verworfen. Wird ein Signal erfasst, so wird anschließend die erwähnte Umrechnung der Pulsdauer in einen Teilchendurchmesser durchgeführt.

4. Auswertungsalgorithmus

Der Auswertungsalgorithmus muss dergestalt konzipiert sein, dass Signale mit Störstellen diskriminiert und von einer weiteren Verarbeitung ausgeschlossen werden. Ansonsten werden falsche Auswertungen durchgeführt, die die Teilchengrößeninformation unbrauchbar machen. Auf der anderen Seite müssen die Bewertungskriterien ausreichend Spiel lassen, um leicht verrauschte Signale akzeptieren zu können. Wie Abb. 3 entnommen werden kann, ergeben sich je nach Abbildung der Beugungsfigur über den Detektor unterschiedliche Signalverläufe: mit einer Spitze (Bahn 1) oder mit zwei Spitzen (Bahn 2). Beide Signalformen können zur Auswertung herangezogen werden, jedoch besitzt man nur mit dem Zweispitzensignal ein eindeutiges Ergebnis. Letzteres ist darauf zurückzuführen, dass alle Signale, egal von welcher Teilchengröße herrührend, diesen dunklen Fleck zeigen müssen, wenn sie von Teilchen erzeugt werden, die durch die Mitte des Messvolumens fliegen. Dieses Signalcharakteristikum kann nun herangezogen werden, um die Position des Teilchens im Messvolumen zu diskretisieren und zu beurteilen, ob die Teilchen wirklich direkt das Messvolumen durchquert haben. Die bei der ersten Version des Prototypsystems (rotierender beleuchtender Laserstrahl) aufgetretene Messgenauigkeit durch unterschiedliche Positionen des zu analysierenden Teil-

chens außerhalb des Messvolumens kann mit diesem Signalcharakteristikum wirkungsvoll unterdrückt werden. Befindet sich ein Teilchen nämlich nicht im abgebildeten Laserstrahlbereich (Messvolumen) sondern davor oder dahinter, so wird nach den Abbildungsgesetzen der dunkle Fleck D_{2P} in einer anderen Größe abgebildet, wie dies Abb. 4 zeigt. Auf diese Weise kann eine eindeutige Diskretisierung der Teilchenposition anhand des detektierten Signals erfolgen. Beugungssignale, die von Teilchen herrühren, die folglich das Messvolumen nicht durchquert haben, sondern den beleuchtenden Strahl an einer anderen Stelle passieren, können von der weiteren Bearbeitung bzw. Auswertung relativ leicht über eine Software-Diskriminierung ausgeschlossen werden. Zum Austesten des erstellten Algorithmus wurden zahlreiche Messungen mit simulierten Signalen durchgeführt. Ein spezielles Auswerteprogramm berechnet hierbei die Pulsdauer des simulierten Beugungssignals mit unterschiedlichem Rauschen (SNR) sowie die Verteilungsfunktion der Pulsdauer bzw. die Teilchengrößenverteilung. Mit Hilfe des Simulationsprogramms wurden die erstellten Algorithmen überprüft.

5. Experimentelle Untersuchungen

Zur Überprüfung der theoretischen Vorhersagen und zum Austesten des erstellten Algorithmus wurden anschließend zahlreiche reale Messungen durchgeführt. Für die experimentellen Untersuchungen wurde eine optische Anordnung mit der empfangsseitigen Rotation des Beugungsmusters (s. Abb. 2) verwendet. Zuerst wurden Experimente mit im Messvolumen feststehenden Teilchen durchgeführt [7]. In einem zweiten Schritt wurde zu bewegten Teilchen übergegangen. Die Bestimmung des Teilchendurchmessers erfolgte an Partikeln, die von Luft getragen wurden und das Messvolumen durchströmten. Die Testmessungen wurden mit verschiedenen Teilchensorten (Öl, Stärketeilchen - $C_6H_{10}O_5$, naturreines Calciumcarbonat - $CaCO_3$) durchgeführt, deren Durchmesser zudem durch mikroskopische Aufnahmen kontrolliert wurden. Diese Partikel sind streng genommen nicht monodispers und weisen eine relativ große Streuung in ihrer Größe auf. Für die Testmessungen wurden Teilchen der Durchmesser von $5\ \mu\text{m}$ bis $20\ \mu\text{m}$ ausgewählt. Bei der Partikelzerstäubung treten gewisse Schwierigkeiten hinsichtlich der Zerstäubung einer kontrollierten Teilchengröße auf, weil der Grad der Disper-sion von der Oberfläche, von der Feuchtigkeit des Pulvers und von der Konsistenz der Partikel (Agglomerationsgefahr) abhängt. Bei Messungen in realen Strömungen weisen die Beugungssignale im Gegensatz zum zuvor beschriebenen Experiment keine konstanten Parameter auf, d.h. die Amplitude ändert sich von Signal zu Signal und hängt von der Teilchengröße, der Teilchenform und der Teilchenbahn durch das Messvolumen ab. Es entstehen somit von der unterschiedlichen Signalgüte abhängige Messungenauigkeiten. Zur Vermeidung weiterer Fehler wurde ein spezieller Algorithmus für „zwei Spitzensignalverläufe“ im Auswerteprogramm verwendet. Da die zerstäubten Teilchen nicht monodispers vorliegen, hängen die Ergebnisse bei der Messung der Pulsdauer zusätzlich von der Triggerschwelle (Photomultiplier-spannung) der Signalerfassung ab. Mit Erhöhung der Triggerschwelle (Senken der Photomultiplier-spannung) bei der Signalerfassung wird eine Selektion der detektierten Signale vorgenommen, und die relative Anzahl der erfassten größeren Teilchen wächst an. Als Folge hiervon verschiebt sich die Teilchengrößenverteilung in Richtung der Teilchen mit größerem Durchmesser. In den Abb. 5 werden die Teilchengrößenverteilungen für verschiedene Teilchen dargestellt. Es ergibt sich eine für die technische Teilchengrößenanalyse befriedigende Genauigkeit zwischen den Messwerten, den elektronenmikroskopisch kontrollierten Teilchengrößen und den Größenangaben des Teilchenlieferanten.

Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit und die darin zusammengestellten Ergebnisse bestätigen, dass das neue Teilchengrößenmessverfahren, das auf der Basis der Rotation des Beugungsmusters von beleuchteten Teilchen basiert, voll funktionstüchtig ist und den geometrischen Durchmesser von in Strömungen suspendierten, kugelförmigen Kleinstteilchen im Durchmesserbereich von Mikrometern zu messen erlaubt. Die durchgeführten Grundlagenuntersuchungen ergaben, dass die empfangsseitige Rotation des Beugungsmusters gegenüber der sendeseitigen Rotation [7] deutliche Vorteile hinsichtlich der Praktikabilität des Verfahrens mit sich bringt. Messergebnisse nach diesem neuen Messverfahren stimmen relativ gut mit experimentellen Ergebnissen überein, die mit Hilfe anderer Messverfahren erhalten wurden.

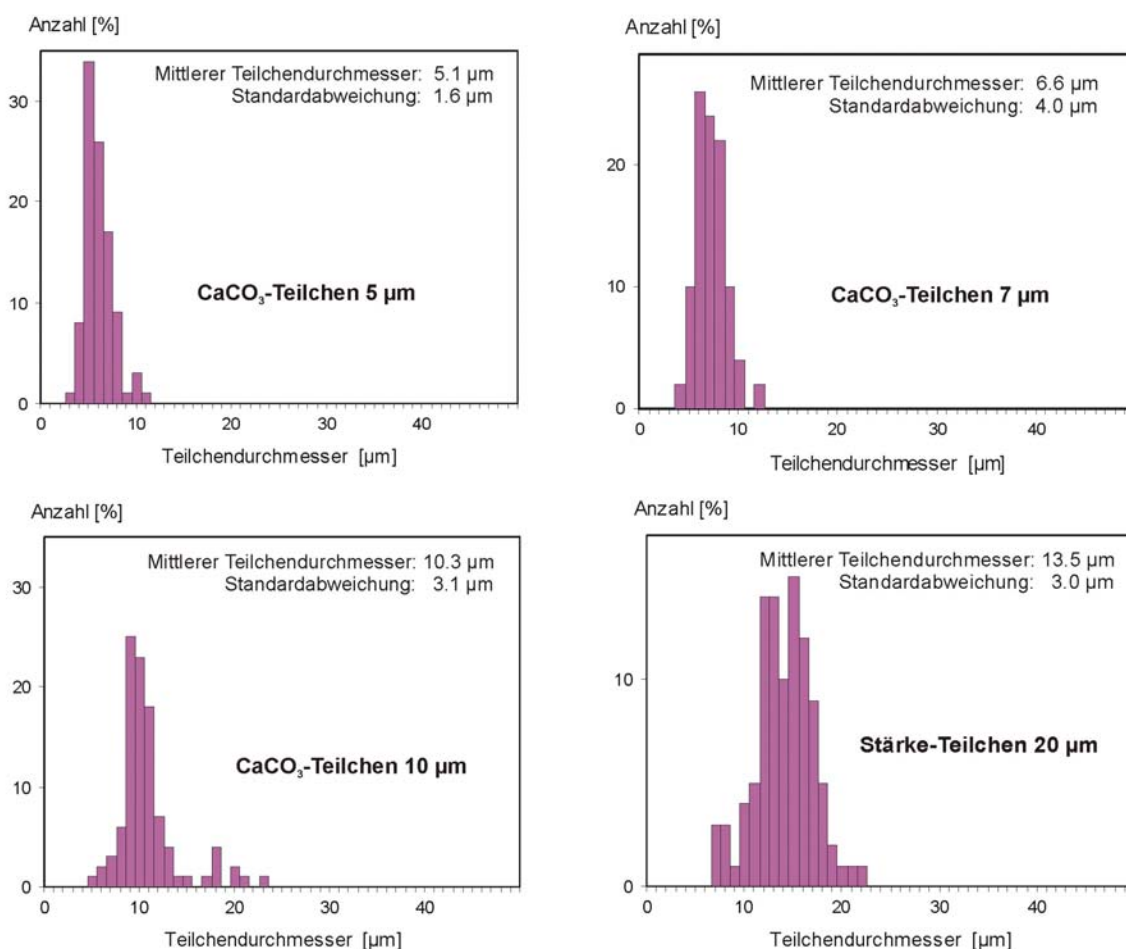


Abb. 5: Teilchengrößenverteilung von verschiedenen Teilchen

Somit hat sich herausgestellt, dass mit dem neuen Messprinzip die geometrische Teilchengrößenbestimmung einfacher und kostengünstiger als bisher realisiert werden kann.

Dankesworte

Die Autoren möchten sich an dieser Stelle bei der Deutschen Forschungsgemeinschaft DFG/Bonn für die Förderung des Vorhabens Ru 345/21-2 bedanken.

Literaturverzeichnis

- [1] Durst, F.: Review - Combined Measurements of Particle Velocities, Size Distributions, and Concentrations. *J. of Fluids Engineering*, 104 (1982), S. 284-295
- [2] Gouesbet, G.: A Review on Measurements of Particle Velocities and Diameters by Laser Techniques, with Emphasis on Thermal Plasmas. *Plasma Chemistry and Plasma Processing* 5 (1985), 2, S. 91-117
- [3] Tayali, N.E., Bates, C.J.: Particle sizing techniques in multiphase flows: A review. *Flow Meas. Instrum.* 1 (1990), S. 77-105
- [4] Hirleman, E.D.: Modeling of Multiple Scattering Effects in Fraunhofer Diffraction Particle Size Analysis. *Part.Part. Syst. Charact.* 5 (1988), S. 57-65
- [5] Lightfoot, N.S., Watson, D.J.: The Effect of Optical Properties of Particles and Dispersing Media on Particle Size Analysis by Laser Diffraction. *Proc. 2nd Int. Congress on Optical Particle Sizing*, Arizona State University, Tempe (1990), S. 511-520
- [6] Ruck, B.: Ein neues beugungsbasiertes Verfahren zur Bestimmung des Durchmessers von Teilchen. *Lasermethoden in der Strömungsmesstechnik. 5. Fachtagung GALA*, Berlin (1996), Verlag Shaker Aachen, S. 31.1-31.10
- [7] Ruck, B., Pavlovski, B.: Teilchengrößenmessung durch direkte Umwandlung des Beugungsmusters in ein zeitveränderliches Signal. *Lasermethoden in der Strömungsmesstechnik, Fachtagung GALA*, Saint-Louis (1999), Verlag Shaker Aachen, S. 38.1 - 38.6