

Análisis rápido de la forma y el tamaño de las partículas

Para determinar los materiales pulverulentos no sólo por el tamaño de las partículas, sino también para saber algo de su forma, puede utilizarse el análisis dinámico de imágenes. Con el **Analizador de partículas ANALYSETTE 28 ImageSizer**, FRITSCH GmbH ofrece un instrumento funcional y económico para este fin. La máquina permite realizar mediciones en seco de materiales a granel que fluyen libremente, y también es adecuado para mediciones en una unidad de dispersión húmeda.



Imagen 1: ANALYSETTE 28 ImageSizer para medir la forma y el tamaño de las partículas en un amplio intervalo de medición de 5 µm a 20 mm

El principio de medición subyacente se explica rápidamente: Se hace pasar un chorro de partículas por delante de un flash LED de gran superficie y una cámara digital fotografía las partículas en rápida sucesión a contraluz. El montaje óptico es, por tanto, comparable al de la microscopía de luz transmitida, en la que se obtiene un alto contraste entre el fondo brillante iluminado homogéneamente y las partículas que se ensombrecen por la luz. A continuación, el software analiza todas las imágenes y muestra los datos seleccionados una vez finalizada la medición. Más información en el texto siguiente.

Empecemos por la estructura óptica: como ocurre con el microscopio y cualquier cámara convencional, el tamaño de la imagen producida en la retina o en el sensor de la cámara depende de la potencia de aumento del objetivo utilizando.

Para una determinada combinación de cámara y objetivo, el aumento y los parámetros del sensor (tamaño total y tamaño de píxel) determinan los límites de la gama de tamaños que se puede capturar con él. El ANALYSETTE 28 ImageSizer tiene una cámara de 5 megapíxeles con un sensor CMOS de 2/3 pulgadas. El tamaño de los píxeles es de 3,45 µm, lo que, combinado con un aumento del objetivo de 0,35x, por ejemplo, da como resultado un tamaño de objeto de unos 10 µm por píxel. En cuanto se requieren imágenes de al menos 8x8 píxeles para el límite inferior de medición del sistema, se obtiene un límite inferior de medición de 80 µm. Consideraciones similares dan como resultado un límite superior de medición de aproximadamente 10mm para esta combinación, lo que significa que con esta combinación de cámara y objetivo se cubre la gama de tamaños de partícula de al menos 80 a 10.000 µm.

El texto anterior supone un factor de amplificación fijo. Sin embargo, esto sólo es posible con objetivos de cámara normales si la distancia entre la cámara y la partícula es siempre la misma. Si la distancia cambia, el tamaño de partícula detectado también se falsea en la misma medida. FRITSCH utiliza aquí objetivos telecéntricos, ya que en la práctica en la mayoría de los casos ser imposible guiar las partículas más allá de la cámara exactamente en un plano. A diferencia de los objetivos de las cámaras convencionales, el tamaño de la imagen generada en el sensor no depende de la distancia entre el objeto y la cámara.

El ANALYSETTE 28 ImageSizer dispone de un total de tres lentes diferentes, tanto para medición en seco como en húmedo, que pueden utilizarse para cubrir diferentes rangos de medición. Las lentes se cambian manualmente, pero el proceso es tan fácil que puede completarse en poco tiempo.

Como reconoce la máquina las partículas? En pocas palabras, el software reconoce las zonas oscuras de la imagen como partículas y las zonas claras como fondo. Pero, por supuesto, hay numerosos matices entre lo claro y lo oscuro: el número de niveles de gris disponibles de la cámara es : $2^8 = 256$ (es decir, el rango dinámico de la cámara es de 8 bits). El blanco total corresponde a un valor de 255, el negro es cero. El software especifica ahora un umbral que determina si un píxel pertenece al fondo o a una partícula. Para sistemas de muestras muy especiales, como perlas de vidrio transparentes, este umbral puede personalizarse fácilmente.



Imagen. 2: diferentes objetivos telecéntricos diferentes rangos de medición

Aquí es donde entra en juego otro parámetro del sistema óptico, la profundidad de campo. Por regla general, la profundidad de campo de un objetivo disminuye al aumentar el aumento. Lo mismo puede decirse de la microscopía: a medida que aumenta el aumento, resulta cada vez más difícil obtener una imagen bien enfocada. Esto hace que los bordes de las partículas, que no caen exactamente en el plano focal más allá de la cámara, muestren una transición gradual del negro al blanco. El software puede ahora utilizar esta transición para determinar qué partículas están todavía lo suficientemente bien mapeadas como para ser utilizadas en la evaluación.

Además de la profundidad de campo y el tamaño del sensor y los píxeles, la velocidad de captura de imágenes, que suele especificarse en „fotogramas por segundo“ (fps), también es un factor importante, aunque no desempeñe un papel central de la mayoría de las aplicaciones. La cámara del ImageSizer ofrece hasta 75 fps. Se generan enormes cantidades de datos en muy poco tiempo a altas frecuencias de cuadro, lo que impone las correspondientes exigencias al hardware del ordenador para hacer frente a la tarea de medición. Si, por ejemplo, desea medir completamente una gran cantidad de muestras durante la medición en seco y archivar todas las imágenes, esto puede dar lugar fácilmente a volúmenes de datos difíciles de gestionar. La cantidad de datos puede reducirse si no se guardan permanentemente todas las imágenes capturadas durante la medición y utilizadas para determinar los resultados. Naturalmente, entonces ya no es posible observar cada partícula, lo que no es necesario para las mediciones rutinarias.

Aquí es donde surge la pregunta: Cuánto hay que medir realmente? Como era de esperar, esta pregunta no puede responderse de forma generalizada; la respuesta depende de la muestra en cuestión y del contexto asociado a la medición. Sin embargo, puede decirse que entre unas decenas y unos cientos de miles de partículas son suficientes para la mayoría de las tareas, y posiblemente incluso menos para las partículas de gran tamaño en el rango milimétrico superior. Debe distinguirse entre medición en seco y en húmedo para la cantidad de muestra requerida.



En la medición en seco, el material de la muestra se alimenta continuamente a la medición a través de un embudo y un canal de alimentación vibratorio, por lo que la velocidad de alimentación de la muestra (= cantidad de material transportado por minuto) sólo puede aumentarse dentro de unos estrechos límites: La superposición de dos imágenes de partículas que pasan casualmente por delante de la cámara en la misma línea de visión debe minimizarse en la medida de lo posible. Con este método, cada partícula de la muestra sólo está disponible para el análisis una vez, por lo que siempre debe procesarse toda la cantidad de muestra introducida en el sistema transportador, especialmente en el caso de muestras con una amplia gama de tamaños de partícula. Esto sirve para evitar que el resultado de la medición se vea influido por cualquier tendencia a la segregación. Con la medición en seco pueden medirse partículas de aproximadamente 20 µm a 20 mm.



Imagen. 3: ANALYSETTE 28 ImageSizer para la medición en seco de la forma y el tamaño de las partículas de polvos y sólidos a

En la práctica, es importante sopesar las cosas: Debe utilizarse material suficiente para permitir mediciones estadísticamente fiables. Pero no demasiado, para no perder tiempo y espacio de almacenamiento innecesariamente. Una división óptima de la muestra es útil para evitar problemas con una cantidad de análisis demasiado grande. Por ejemplo, se puede utilizar para este fin un divisor rotacional de muestras LABORETTE 27 de FRITSCH, con el fin de dividir una cantidad total mayor en muestras individuales suficientemente pequeñas, cada una de ellas con un espectro granulométrico idéntico y representativo.

La división óptima de la muestra suele ser aún más importante en la medición en húmedo que en la medición en seco. Un circuito cerrado de líquido variable entre 150 ml y 500 ml se bombea continuamente a través de una célula de medición. Esto significa que el volumen de muestra necesario suele ser significativamente menor que con la medición en seco. En la medición en húmedo, el límite superior de medición viene determinado, por supuesto, por la geometría de la célula de medición. Con la unidad de dispersión húmeda del ANALYSETTE 28 ImageSizer, pueden medirse partículas de entre 5 µm y 3 mm aprox.



Imagen. 4: ANALYSETTE 28 ImageSizer para la medición en húmedo de la forma y el tamaño de las partículas de suspensiones y emulsiones

Qué hace con todas las fotos que ha tomado?

En primer lugar, se puede determinar el tamaño de las partículas.

Hay muchas formas diferentes de hacerlo: Mientras que en la dispersión de la luz estática, por ejemplo, sólo se especifica un valor para el diámetro de la partícula, en un método de formación de imágenes existen diferentes formas de definir el diámetro de una partícula de forma mayoritariamente irregular. Hay aquí un ejemplo del diámetro equivalente a la superficie (es el diámetro de una esfera cuya sección transversal tiene la misma superficie que la partícula analizada), el diámetro calculado a partir de la circunferencia de la partícula o el denominado diámetro de Feret. Aquí, dos líneas rectas paralelas se aplican a lados opuestos de una partícula de tal forma que tocan la partícula pero no cruzan el borde de la partícula en ningún punto.



Una gran ventaja del análisis dinámico de imágenes es, por supuesto, la posibilidad de obtener información sobre la geometría de las partículas, además de la simple determinación del diámetro. Uno de los parámetros de forma más fácil es, por ejemplo, la relación de aspecto. La relación de aspecto es la relación entre el diámetro mínimo y máximo de Feret.

El software ImageSizing ISS de la ANALYSETTE 28 permite generar de forma rápida y fácil distribuciones y correlaciones de cualquier combinación de parámetros de partículas. Independientemente de si se trata de una simple distribución de tamaños o de la relación entre el tamaño de las partículas y la relación de aspecto. Estas correlaciones, en particular, pueden visualizarse rápida y fácilmente de forma gráfica en una visualización en la nube. Cada partícula analizada se representa aquí como un punto cuyas coordenadas en la nube dependen de los valores de los parámetros seleccionados. Una característica de la nube es especialmente útil para nuevos materiales de muestra y la investigación de casos problemáticos: si se hace clic en el punto de una partícula seleccionada, se abre la imagen correspondiente.

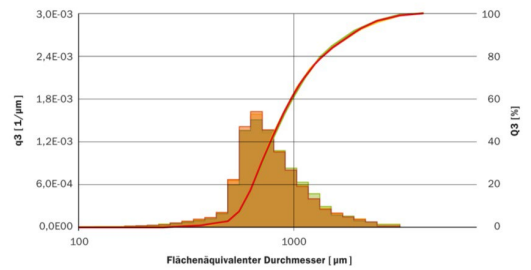


Imagen: 5: Reproducibilidad fiable gracias a la evaluación con precisión de píxeles

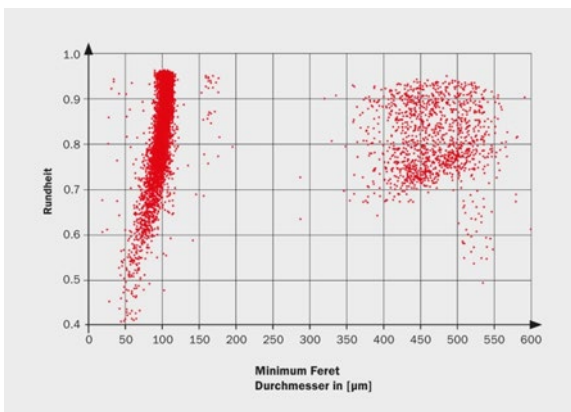


Imagen 6: Diámetro mínimo de Feret en [µm]

Area	
Contour Full Area [µm²]	109440
Contour Full Area [µm²]	114837
Contour Section [µm²]	109440
Diameter	
Area Equivalent Diameter [µm]	372.3
Circle Fit Diameter	372.2
Contour Full Area Equivalent Diameter [µm]	372.3
Convex Full Area Equivalent Diameter [µm]	362.5
Perimeter Equivalent Diameter [µm]	429.9
Ellipse fit	
Ellipse Aspect Ratio	0.882
Minor Ellipse Area [µm²]	383.5
Major Ellipse Area [µm²]	381.2
Feret Diameter	
Aspect Ratio	0.854
Minimum Feret Diameter [µm]	615.4
Maximum Feret Diameter [µm]	384.6
Image	
Focus Preoperator	0.763
Morphology	
Circularity	0.882
Convexity	0.931
Solidity	0.952
Perimeter	
Convex Perimeter [µm]	1228.1
Perimeter [µm]	1342.5
Area Equivalent Diameter [µm]	
Contour	
Enabled	True Flood
Color	Red Flood
Rectangle	
Enabled	False Area
Color	True Blue
Ellips	
Enabled	True
Color	False Blue
Circle fit	False Flood
Name	
Image Width [Pixel]	1226
Image Height [Pixel]	800
Pixel Size	2.0802 µm
Total Particles	1
Valid Particles	1
ID	344

Imagen 7: Análisis de una sola imagen de la galería

Autor: Günther Crolly Phd, Jefe de producto de medidores de partículas, Fritsch GmbH • Molienda y Medición, E-Mail: crolly@fritsch.de, Teléfono: +49 6784 70 138