

Динамический анализ цифровых изображений – новый метод, отличающийся большей эффективностью и скоростью



Просеивающая машина
AS 200 control



Оптический анализатор частиц
CAMSIZER®P4

Retsch Technology GmbH

Адрес: Retsch-Allee 1-5
42781 Naan, Германия

Тел. +49 2104/2333-300
Факс +49 2104/23 33-399

Эл. почта technology@retsch.com
Сайт www.retsch-technology.com

в составе
подразделения

VERDER
scientific

Корреляция результатов, полученных методами динамического анализа изображений и ситового анализа

Метод динамического анализа цифровых изображений нашел активное применение в самых разных областях – главным образом, в лабораториях по определению гранулометрического состава. Ниже мы расскажем о том, как и почему динамический анализ изображений сможет успешно заменить традиционный ситовой анализ. Результаты, полученные с использованием обоих методов, можно скоррелировать друг с другом, если необходимо сохранить характеристики продукции, изначально рассчитанные методом ситового анализа. К числу преимуществ нового метода можно также отнести большую простоту, производительность и разрешающую способность.

Однако не стоит забывать, что ситовой анализ всё еще считается стандартным методом гранулометрического анализа порошков и гранулята. С одной стороны, этот метод отличается небольшими трудозатратами и простотой, но с другой, дает высокий процент ошибок, что не может не сказаться на достоверности результатов. Выполнение анализа может занимать до 15-30 мин, включая взвешивание, собственно просеивание и очистку. Объем полученных данных ограничен количеством точек данных, иначе говоря – количеством используемых сит. Динамический анализ изображений, напротив, позволяет получить результаты в высоком разрешении всего за 2-3 мин, включая дополнительные данные о форме частиц – всё это полностью автоматически.

Неудивительно, что результаты измерений, выполненных с помощью обоих методов, демонстрируют некоторые систематические различия. Ниже эти различия рассматриваются на примерах из практики с использованием материалов различных типов с частицами различной формы. И, наконец, приводятся рекомендации, как можно свести эти различия к минимуму, обеспечив необходимую корреляцию результатов динамического анализа изображений и ситового анализа.

Динамический анализ изображений и ситовой анализ: принципы измерения

В основе метода динамического анализа цифровых изображений лежит достаточно простой принцип: мощный светодиодный источник света освещает поток падающих частиц, а система из двух видеокамер создает цифровые изображения на основе теневых проекций частиц. Эти изображения загружаются в компьютер, мощное программное обеспечение которого, обрабатывая полученные данные, создает график распределения частиц по размерам и форме. На рис. 1 приведены новейшие модели анализаторов частиц – CAMSIZER P4 и CAMSIZER X2 производства компании Retsch Technology, способные создавать и обрабатывать 60 и до 320 изображений в секунду соответственно. Результаты измерений, выполненных анализаторами, основаны на данных о размерах и форме нескольких сотен или даже миллионов отдельных частиц (в зависимости от размера частиц и объема образца).



Рис. 1 (сверху): Две новейшие модели анализаторов частиц: CAMSIZER P4 (слева) и CAMSIZER X2 (справа) производства Retsch Technology. Модель P4 предназначена для максимально быстрого анализа сухих свободнопросеивающихся сыпучих материалов с размером частиц от 20 мкм до 30 мм. Модель X2 предназначена для анализа тонких порошков с размером частиц от 0,8 мкм до 8 мм.

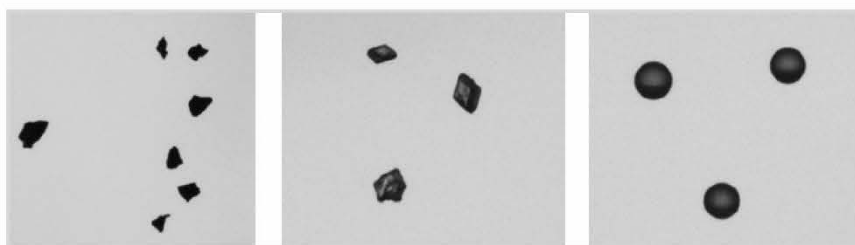
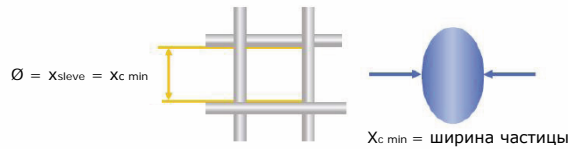
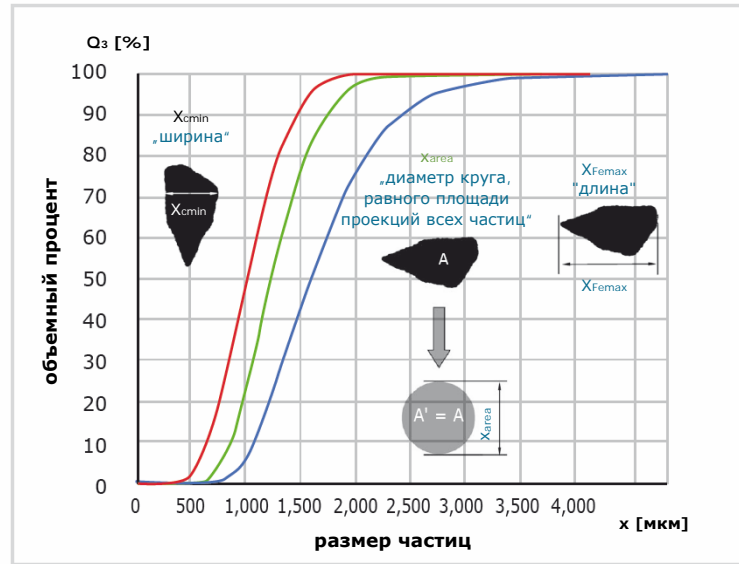


Рис. 1 (снизу): Примеры изображений, полученных с помощью анализатора CAMSIZER: активированный уголь (слева), кристаллы сахарного песка (в центре) и гранулы пенополистирола (справа).

Однозначно определить размер частиц можно, только если они имеют строго сферическую форму. В остальных случаях о размере частицы можно судить по нескольким параметрам. На рис. 2 показаны следующие размерные параметры двумерной проекции частицы неправильной формы: ширина ($x_{c \min}$, наименьшая хорда), длина ($x_{Fe \max}$, максимальная длина) и эквивалентный диаметр (x_{area}). Результаты измерения будут отличаться в зависимости от выбранного параметра: значение каждого из параметров верно, но характеризует только одно определенное свойство частицы. Для того чтобы результаты, полученные с помощью анализатора, коррелировали с результатами ситового анализа, необходимо использовать параметр $x_{c \min}$, поскольку частицы проходят через ячейки сита, как правило располагаясь в них проекцией с минимальной площадью, иначе говоря длиной (рис. 2).

Рис. 2: Параметры размера частиц, используемые при динамическом анализе изображений. Для обеспечения корреляции с результатами ситового анализа рекомендуется использовать параметр $X_{c \min}$ (ширина).

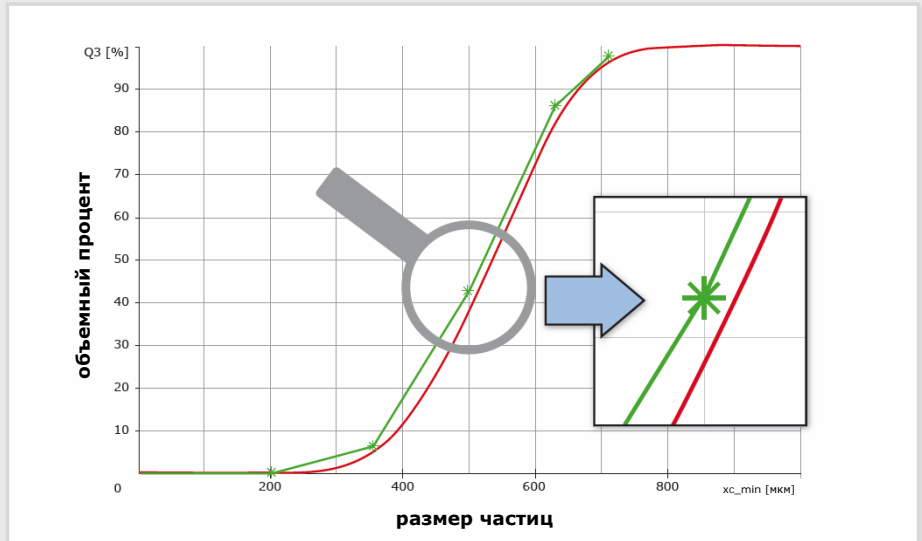


Динамический анализ изображений и ситовой анализ частиц сферической формы

Если частицы имеют сферическую форму, сопоставление методов выполняется исключительно просто: частица может иметь только один диаметр независимо от ее ориентации в пространстве. В качестве таких частиц могут выступать, например, таблетки с покрытием, стеклянные гранулы, гранулы пенополистирола, а также тонкие металлические порошки. На рис. 3 приведено сопоставление результатов измерений, выполненных с помощью анализатора CAMSIZER (параметр $X_{c \min}$) и ситового анализа, и видно, что в последнем случае тонкость материала выше.

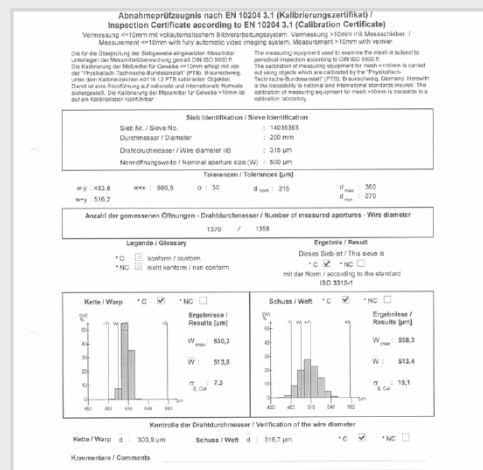
Чтобы объяснить этот эффект, рассмотрим подробнее устройство контрольных аналитических сит. Каждое сито изготавливается и проходит испытания согласно требованиям стандарта ISO 3310-1, в котором указано, в частности, допустимое отклонение фактических размеров ячеек сита от номинального значения. Контроль среднего размера ячеек и среднеквадратического отклонения, а также максимального допустимого размера ячеек, выполняется отдельно для обоих направлений нитей ситового полотна (продольное и поперечное). Полученные значения для контрольных сит с номинальным размером ячеек 500 мкм составляют $\pm 16,2$ мкм (допуск на средний фактический размер) и 580,5 мкм (максимальный допустимый размер). Таким образом, каждое контрольное сито, отвечающее требованиям ISO 3310-1, как правило, будет иметь значительное количество ячеек, размер которых больше номинального, даже если средний размер ячеек близок к номинальному. Это означает, что крупные частицы, которые должны оставаться на полотне, в действительности проходят сквозь ячейки, и в результатах измерения указывается большая тонкость, чем есть на самом деле. Это позволяет объяснить, почему по результатам ситового анализа тонкость материала оказывается выше, по сравнению с анализатором CAMSIZER, который определяет размер частиц с большей точностью. Величина, на которую отличаются результаты, зависит от величины отклонения размера ячеек сита от номинального значения.

Рис. 3 Результаты, полученные с помощью ситового анализа (зеленая кривая*) и анализатора CAMSIZER P4 (красная кривая) для частиц сферической формы; комплексное распределение Q₃.
 Зарегистрированное отклонение составляет всего несколько микрон, то есть находится в диапазоне допустимых значений для контрольных сит. Поскольку распределение частиц по размерам достаточно узкое (кривая комплексного распределения Q₃ резко уходит вверх), изначально незначительное отклонение размеров – всего 15 мкм – приводит к тому, что Q₃ будет отличаться почти на 5%.



Приведенная информация указывается в сертификате о калибровке на каждое контрольное сито, который можно получить, обратившись к производителю (рис. 4). Для обеспечения корреляции результатов динамического анализа изображений и ситового анализа рекомендуется использовать фактическое значение размера ячеек сит, указанное в сертификате о калибровке, либо установить постоянный коэффициент для каждого размера ячеек, чтобы скомпенсировать допуски на размеры ячеек. Однако практика показывает, что результаты ситового анализа могут значительно измениться, если заменить одно сито другим, с тем же номинальным размером ячеек. Соответственно, коэффициент корреляции результатов может считаться действительным, только если замена сит не выполнялась.

Рис. 4 Выдержка из сертификата о калибровке контрольного аналитического сита с размером ячеек 500 мкм. Средний фактический размер ячеек сита составляет 513,8 и 513,4 мкм соответственно. Максимальный размер ячеек сита составляет 558,3 и 530,3 мкм соответственно. Сито отвечает требованиям стандарта ISO 3310-1, при этом может пропускать частицы сферической формы диаметром до 530 мкм.



Динамический анализ изображений и ситовой анализ частиц несферической формы

Из-за особенностей формы частиц, результаты динамического анализа изображений и ситового анализа могут демонстрировать некоторые систематические различия.

Частицы угловатой формы

Поскольку в ходе ситового анализа определяется длина грани условного куба, данный метод подходит для определения размеров частиц, имеющих определенную ориентацию в пространстве. В процессе отсева частицы могут проходить через ячейки сита, принимая самые разные положения. Частицы условно кубической формы проходят через ячейки наименьшего возможного размера, располагаясь в них проекцией с минимальной площадью (рис. 5). Метод динамического анализа изображений работает по-другому: частицы захватываются видеокамерами в абсолютно любом положении. Для некоторых из этих положений (двухмерные проекции) с использованием параметра $x_{c \min}$ можно получить результаты коррелирующие с результатами ситового анализа (например, если грань частицы кубической формы направлена в объектив видеокамеры). Во многих случаях параметр $x_{c \min}$, соответствующий случайной двухмерной проекции частицы, будет давать больший результат по сравнению с ситовым анализом. Наибольшее возможное значение можно получить, если угол частицы кубической формы направлен в объектив видеокамеры. В этом случае двухмерная проекция будет иметь вид шестигранника, а значение параметра $x_{c \min}$ будет определяться как длина грани (d), умноженная на квадратный корень из двух:

$$x_{c \min} = d \cdot \sqrt{2}$$

По результатам динамического анализа изображений, частицы кубической формы могут быть в 1,414 раза больше по сравнению с ситовым анализом, но не наоборот!

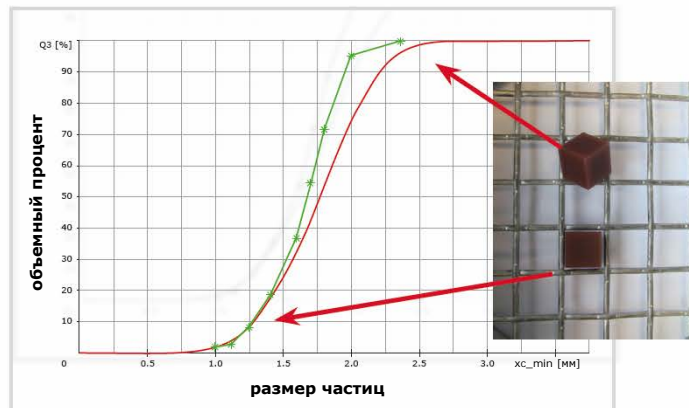


Рис. 5 Результаты, полученные с помощью ситового анализа (зеленая кривая*) и анализатора CAMSIZER P4 (красная кривая) для частиц угловатой (условно кубической) формы; комплексное распределение Q₃.

Корреляция результатов измерения частиц угловатой формы, полученных методами динамического анализа изображений и ситового анализа, лучше достигается для тонких фракций, поскольку в этом случае регистрируются проекции меньшего размера; для более грубых фракций корреляция ниже, поскольку, соответственно, регистрировались проекции большего размера.

Частицы плоской, хлопьевидной и линзообразной формы

Частицы хлопьевидной или линзообразной формы также проходят через ячейки сита наименьшего возможного размера, располагаясь в них проекцией с минимальной площадью. Однако, проходя через квадратные ячейки, они ориентируются в них диагонально, поэтому значение результата можно получить, зная толщину и диаметр частицы (рис. 6). Для частиц, которые регистрируются в произвольном положении, измеренное значение параметра $x_{c \min}$ будет находиться между значениями толщины и диаметра частицы, то есть результаты могут быть как больше, так и меньше, чем результаты ситового анализа. Кривые комплексного распределения реальных образцов будут пересекаться, что считается нормальным для частиц плоской формы. Распределение частиц по размерам по результатам динамического анализа изображений всегда будет шире.

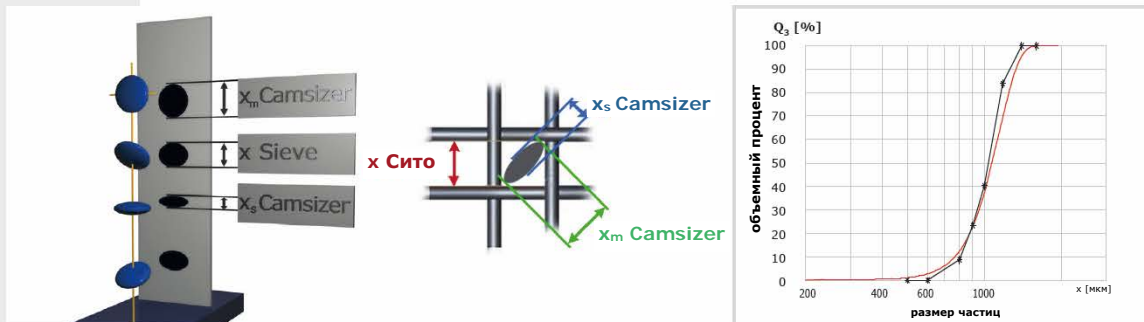


Рис. 6 Результаты, полученные с помощью ситового анализа (черная кривая*) и анализатора CAMSIZER P4 (красная кривая) для частиц плоской формы; комплексное распределение Q_3 . Поскольку частицы, проходя через ячейки, принимают диагональное положение, анализатор CAMSIZER может выдавать большее или меньшее значение результата в зависимости от того, в каком положении была зарегистрирована частица. Таким образом, полученное распределение по размерам будет шире по сравнению с ситовым анализом.

Влияние ширины распределения частиц по размерам на корреляцию результатов

С учетом выше сказанного, достаточно очевидно, что одного постоянного „коэффициента формы“, используемого для коррекции распределения по размерам, недостаточно для обеспечения корреляции результатов динамического анализа изображений и ситового анализа. Лучше всего использовать несколько коэффициентов в зависимости от значения комплексного распределения Q_3 , особенно для образцов, частицы которых имеют одинаковую форму и ширину распределения по размерам. При различной ширине распределения корреляции результатов достигнуть не удастся, и сопоставимость результатов будет варьировать вместе со значением ширины распределения. Рассмотрим образец с частицами линзообразной формы (см. рис. 6). Такой образец будет содержать частицы различного размера, принимающие различное положение в пространстве, поэтому анализатор частиц может завышать размеры мелких частиц и занижать размеры крупных. Если распределение таких частиц по размерам достаточно широкое, эти отклонения скомпенсируют друг друга, и корреляция результатов будет в целом приемлемой. Однако если все частицы имеют одинаковую толщину и диаметр, систематические различия между методами станут заметны. Таким образом, для узкого распределения по размерам необходимо использовать больший коэффициент, чем в случае широкого распределения.

На практике при работе с широкими распределениями часто не используются никакие коэффициенты. В остальных случаях можно достигнуть строгой корреляции результатов для частиц определенной формы независимо от ширины распределения. Анализатор должен сначала выполнить измерение контрольного образца определенного материала, демонстрирующего максимальное отклонение от результатов ситового анализа, и такое распределение по размерам будет достаточно узким. Зная эти результаты, можно получить коэффициент коррекции для данного материала, независимо от ширины распределения, и применить его к любому другому образцу с частицами такой же формы. Контрольный образец сначала проходит ситовой анализ, и чем более узкими будут фракции, тем более точным будет коэффициент коррекции (например, 600–630 мкм или 1,12–1,18 мм; в этом случае можно получить частицы, размер которых, по результатам ситового анализа, будет одинаковым).

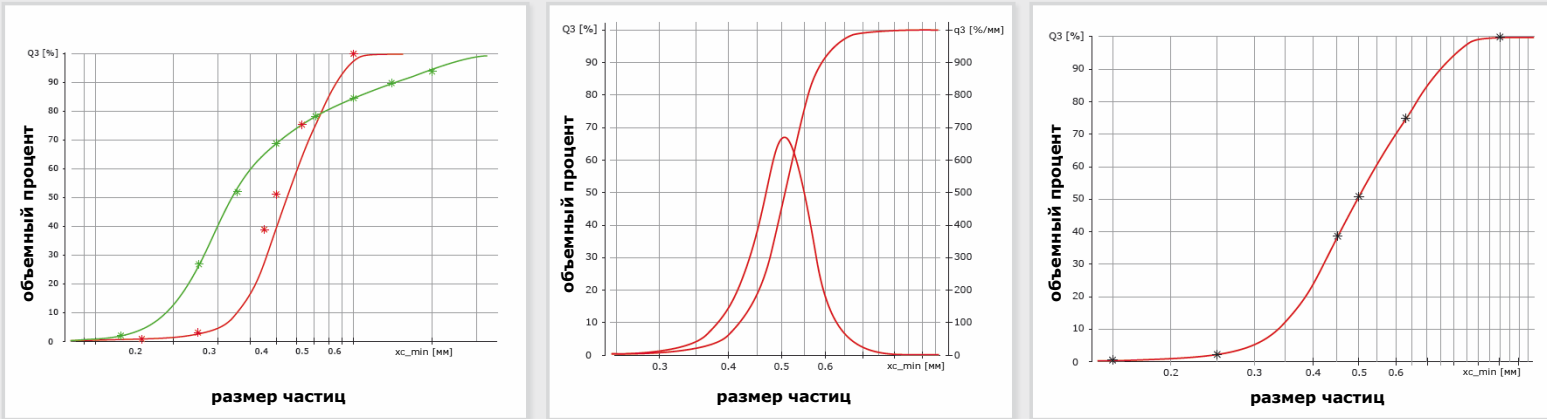
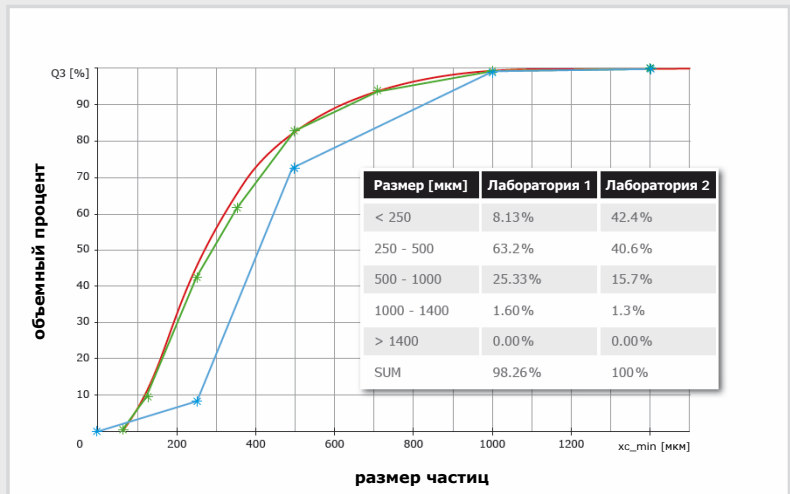


Рис. 7 (слева): Анализ двух образцов песка – с широким (образец 1, зеленая кривая) и узким (образец 2, красная кривая) распределением частиц по размерам. Корреляция результатов, полученных с помощью анализатора CAMSIZER P4 и ситового анализа, отмечена знаком *. Частицы с широким распределением по размерам лучше коррелируют с ситовым анализом; отклонения отмечены красной кривой. В центре: Анализ фракции 450-500 мкм образца 2, выполненный анализатором CAMSIZER P4. Данная фракция подходит для использования в качестве контрольной для определения коэффициента коррекции. Если затем применить этот коэффициент к результатам измерения образца 2, можно добиться строгой корреляции результатов (справа).

Рис. 8: Пример некорректного ситового анализа. Результаты измерения образца тонкого песка: анализатор CAMSIZER P4 (красная кривая). Результаты ситового анализа, проведенного в двух разных лабораториях: лаборатория 1 (синяя кривая *), лаборатория 2 (зеленая кривая *). Результаты, полученные в лаборатории 1, демонстрируют больший размер частиц образца по сравнению с результатами лаборатории 2 и результатами динамического анализа изображений. Поскольку вес образца слишком большой, сита с размером ячеек 250 и 500 мкм оказываются перегруженными и тонкие частицы не могут пройти сквозь ячейки. Кроме того, количество материала лаборатории 1 не соответствует 100% (потеря образца!). Результаты ситового анализа, проведенного в лаборатории 2, считаются корректными и коррелируют с результатами, полученными методом динамического анализа изображений.



Следуя процедуре, описанной выше, оператор анализатора CAMSIZER может достигнуть строгой корреляции всего в три этапа: 1. измерение с помощью анализатора CAMSIZER, 2. ситовый анализ, 3. измерение тонкой фракции с помощью анализатора CAMSIZER. Однако главное условие достижения корреляции с результатами ситового анализа состоит в том, чтобы результаты самого ситового анализа были корректными. Всегда следите за состоянием и чистотой контрольных сит. Если ситовое полотно повреждено или изношено, немедленно замените его. Процесс отсева, в течение которого все частицы должны пройти сквозь ячейки сита, занимает долгое время, иначе говоря, он должен выполняться до тех пор, пока вес образца на каждом сите не будет оставаться неизменным в течение достаточно долгого времени. Другая серьезная ошибка, которую часто допускают при отсеивании – перегрузка сит. Если вес образца на одном сите слишком большой, ячейки засорятся, и тонкие частицы не могут пройти. Чем меньше размер частиц, тем меньше должна быть нагрузка на сито.

На практике нередко используются образцы весом 100 г, так как 1 г легко соотносится с 1%, что значительно упрощает расчеты. Для многих тонких порошков такой вес уже слишком большой, и это не считая возможных ошибок пробоподготовки, которые могут еще больше ухудшить ситуацию. В таких случаях рекомендуется, уменьшить вес образца с помощью прободелителя, использовать только одну аликвоту.

Заключение

Метод динамического анализа цифровых изображений позволяет точно и достоверно определять размеры и форму частиц сухих сыпучих материалов. По сравнению с традиционным ситовым анализом, он отличается меньшей трудоемкостью и большей производительностью, а также дает более подробные данные об анализируемом материале. Этот метод позволяет без особых усилий самостоятельно рассчитать коэффициент коррекции для конкретного материала, чтобы обеспечить строгую корреляцию результатов измерения с результатами ситового анализа (при расчетах необходимо учитывать неизбежные ограничения и неточности ситового анализа).

Двухкамерная система анализатора CAMSIZER

