

*Lehrveranstaltung*  
**Partikelmesstechnik**

*Folien zur Vorlesung*

NUR ZUM PERSÖNLICHEN GEBRAUCH!

PD Dr.-Ing. habil. Frank Babick, 1. April 2024

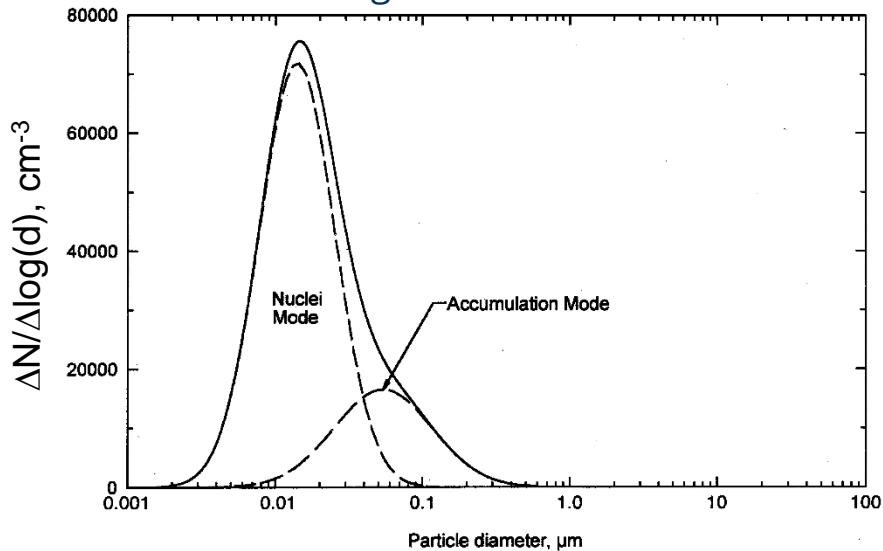
# 3.4 Kennzeichnung von Merkmalsverteilungen

– *nicht-normierte Verteilungsfunktionen* –

# Nicht-normierte Partikelgrößenverteilungen

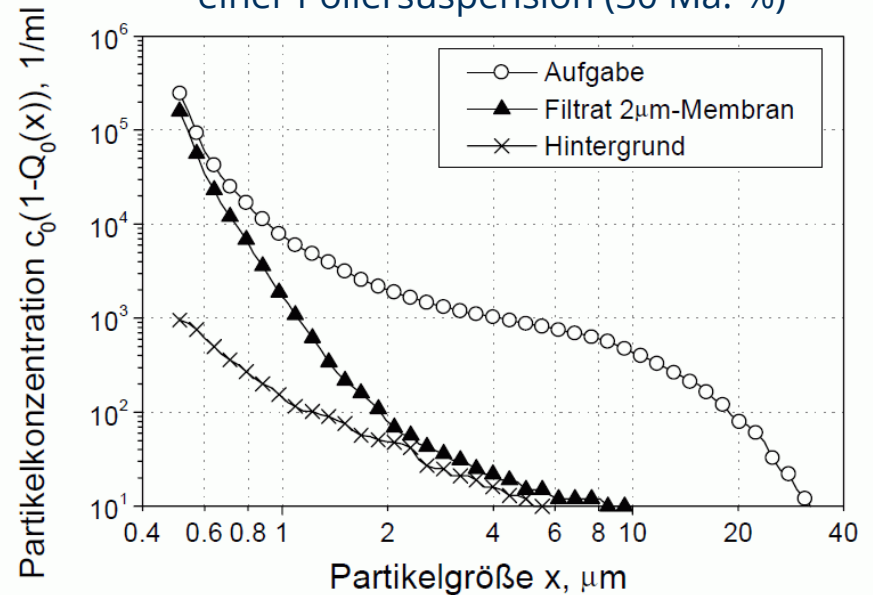
Beispiele aus der Literatur

übliche Darstellung der Partikelgrößenverteilung von Umweltaerosolen



W.C. Hinds: *Aerosol Technology*, 2<sup>nd</sup> ed., Wiley, New York, **1999**; S. 310

nicht-normierte Rückstandskurve einer Poliersuspension (30 Ma.-%)



T. Kuntzsch, *Erfassung und Beeinflussung des Zustandes von Poliersuspensionen für das chemisch-mechanische Polieren (CMP) in der Halbleiterbauelementfertigung*, Dissertation, TU Dresden, **2004**; Abb. 4.26

# Darstellung nicht-normierte PGV<sup>en</sup>

- konzentrationsbezogen

- fraktionelle Konzentration

$$\Delta c_{r,i} = c_r \cdot \Delta Q_{r,i}$$

$$dc_{r,i} = c_r \cdot dQ_{r,i}$$

- Konzentrationsdichte:

$$C_r(x) = c_r \cdot q_r(x)$$

$$c_r = \int_{x_{\min}}^{x_{\max}} C_r(x) dx$$

- kumulierte Partikelkonzentration:

$$c_r(x \leq \tilde{x}) = c_r \cdot Q_r(\tilde{x})$$

- z.B. Anzahlkonzentrationsdichte

$$\Delta c_{N,i} = c_N \cdot \Delta Q_{0,i}$$

$$C_0(x) = c_N \cdot q_0(x)$$

- Alternativen

- denkbare Absolutmaße: Anzahl  $N$ , Anzahl pro Fläche  $n_A$ , Lichtextinktion  $E$ , Streulichtintensität  $I_{\text{sca}}$

- allgemeine Darstellung:

$$nnq_r(x) = M_r \cdot q_r(x)$$

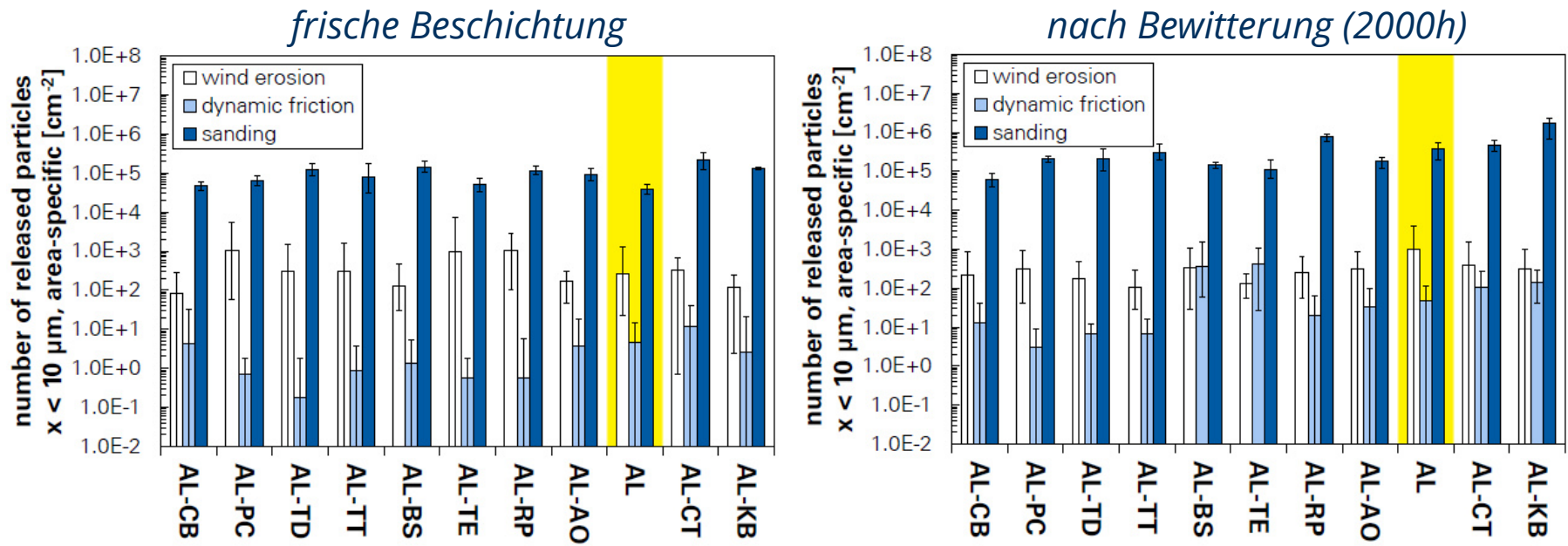
$$NNQ_r(x) = M_r \cdot Q_r(x)$$

- z.B. für Streulichtintensität:

$$i_{\text{sca}}(x) = I_{\text{sca}} \cdot q_{\text{int}}(x)$$

# Nutzung nicht-normierte PGV<sup>en</sup>

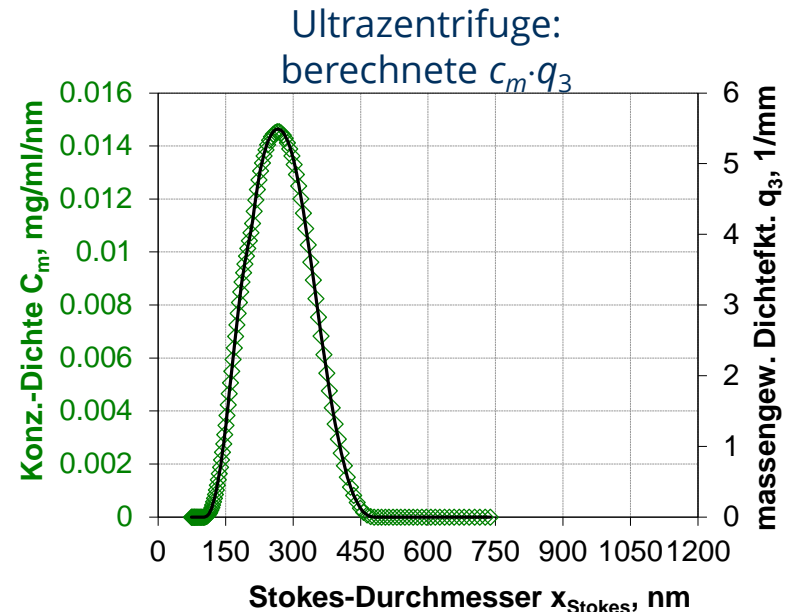
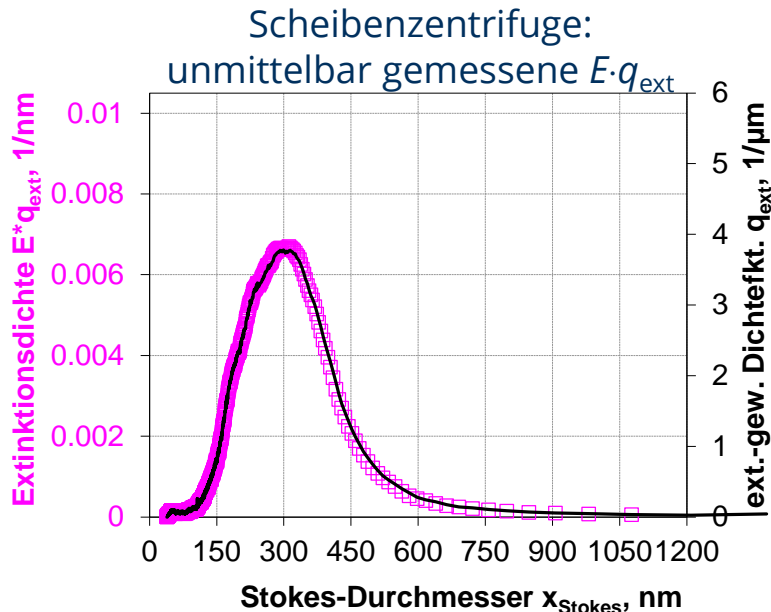
## Partikelfreisetzung beim Bearbeiten von Beschichtungen



- Partikelfreisetzung aus Acrylacken infolge von Überströmen, Reibung mit Poliertuch, Schleifen mit Sandpapier
- Testlacke mit verschiedenen Füllstoffen und partikelfreier Referenzlack (AL)
- Darstellung der **freigesetzten Partikelzahlen <10µm pro beanspruchte Fläche**

# Nutzung nicht-normierte P<sub>GV</sub><sup>en</sup>

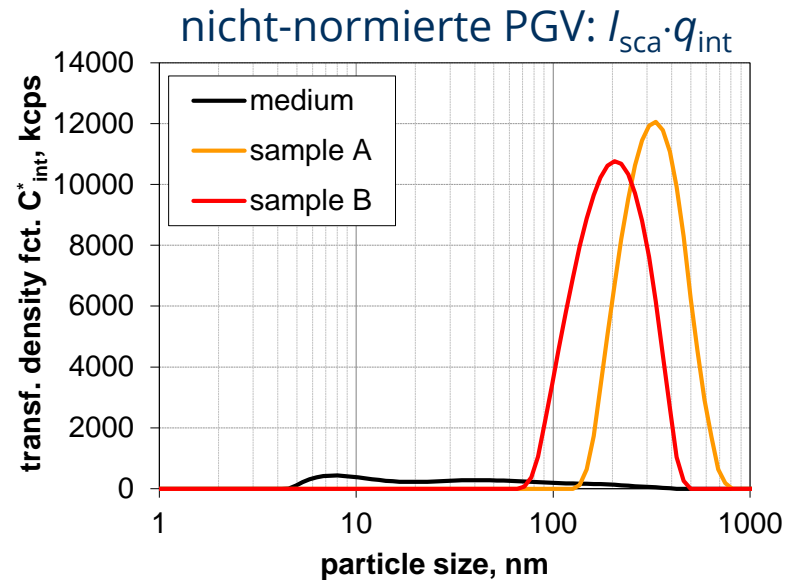
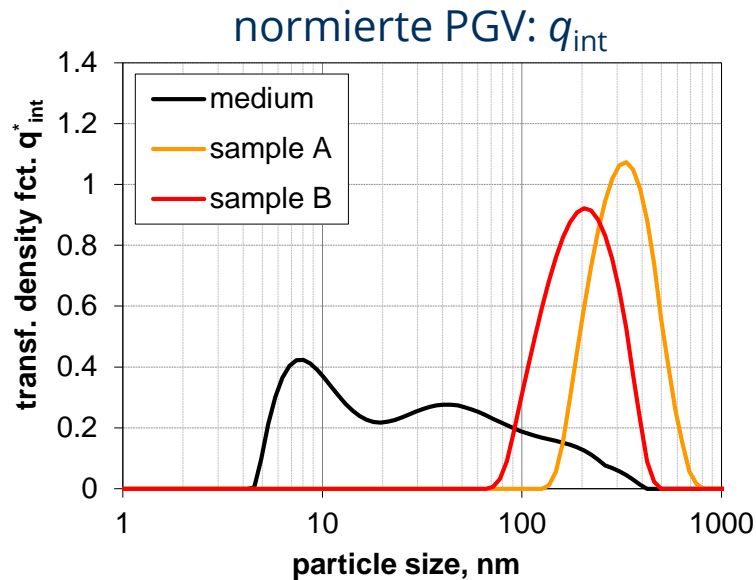
EU-Projekt NanoDefine: Zentrifugationsanalyse von TiO<sub>2</sub>-Pigmenten



- Gerät zeigt Extinktionsdichte als intrinsisches Messergebnis
- Extinktion in der Messzone abh. von Scheibendicke und Messposition
- *hier: Extinktionsdichte ohne Mehrwert*
- Gerät berechnet Massenkonzentrationsdichte aus Messdaten
- Integration ergibt Massenkonzentration der homogenen Probe
- *Konzentrationsdichte mit Mehrwert*

# Nutzung nicht-normierte PGV<sup>en</sup>

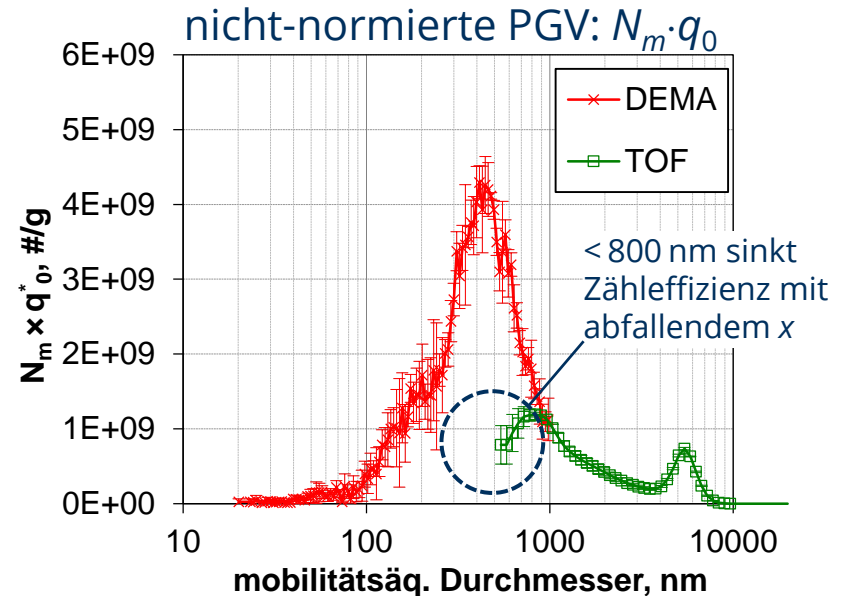
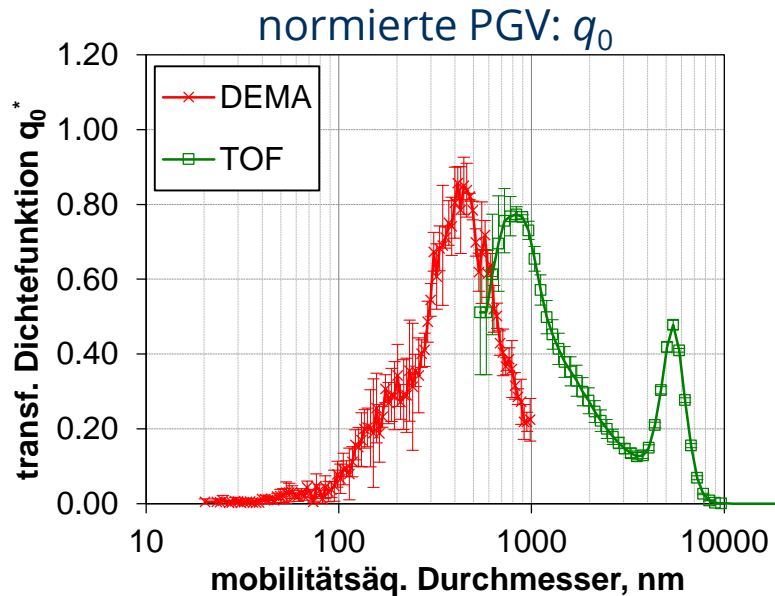
## Relevanz der Hintergrundpartikel



- Silica-Partikel (250  $\mu\text{g/ml}$ ) in partikelhaltiger Hintergrundlösung
- Messung mittels Dynamischer Lichtstreuung  $\rightarrow q_{int}(x)$  und Streulichtintensität  $I_{sca}$
- normierte PGV: Hintergrundpartikel nur z.T. von Silica-Partikeln unterscheidbar
- nicht-normierte PGV: Hintergrundpartikel praktisch irrelevant für Messung

# Nutzung nicht-normierte P<sub>GV</sub><sup>en</sup>

Kopplung von Messergebnissen aus unterschiedlichen Messbereichen



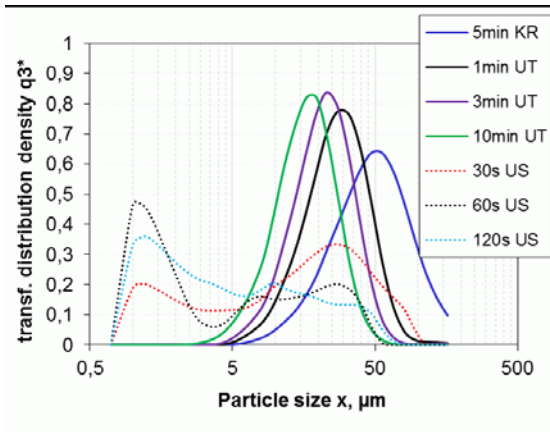
- Partikelfreisetzung aus Ceroxid-Pulver → in Partikelanzahl pro Pulvermasse  $N_m$
- $q_0(x)$  und  $N$  aus **D**ifferentieller **E**lektrischer **M**obilitäts**A**nalyse:  $x_{\max} = 1000$  nm
- $q_0(x)$  und  $N$  aus Flugzeitspektrometer (**TOF**):  $x_{\min} = 500$  nm (eigentlich 800 nm)
- Kopplung der Messergebnisse erfordert Beachtung der Absolutmengen

# Nutzung nicht-normierte P<sub>GV</sub><sup>en</sup>

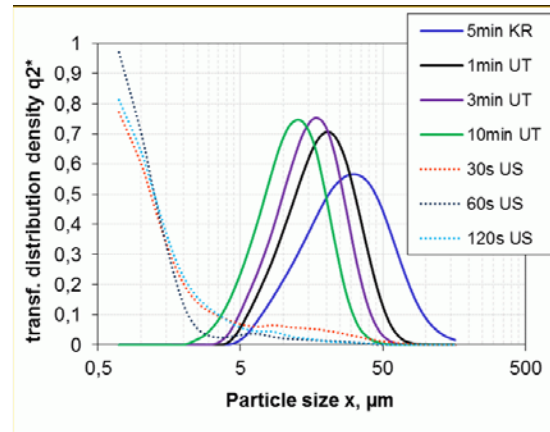
## Umgang mit abnehmender Sensitivität am Messbereichsrand

**Beispiel:** R. R. Retamal Marín, *Charakterisierung von Nanomaterialien in flüssigen dispersen Systemen*.  
Dissertation, TU Dresden, 2021; Abb. 6.14

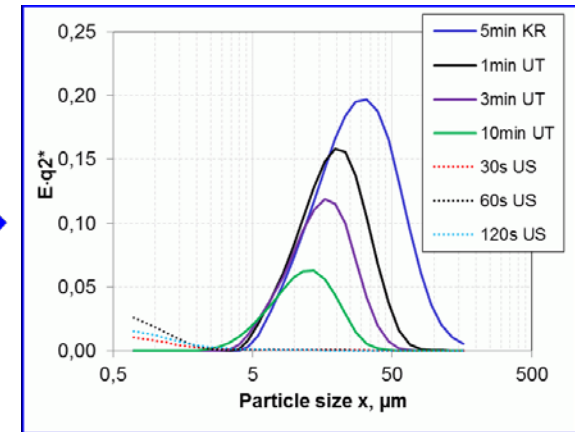
normierte P<sub>GV</sub>:  $q_3$



normierte P<sub>GV</sub>:  $q_2$



nicht-normierte P<sub>GV</sub>:  $E \cdot q_2$



- Dispergierung scherempfindlicher Silica-Agglomerate
  - Messung mittels Laserbeugung bei gleichem  $c_m \rightarrow q_3(x)$  bzw.  $q_2(x)$  und Extinktion  $E$
  - normierte P<sub>GV</sub>: nach Ultraschallbehandlung gleiche Masse  $< 4 \mu\text{m}$  wie  $> 4 \mu\text{m}$
  - nicht-normierte P<sub>GV</sub>: nach Ultraschallbehandlung kaum noch detektierbare Partikel
- ➔ infolge Dispergierung verschwinden Partikel aus dem Messbereich, die Mengen der dann noch erfassten Partikel werden überbewertet

Extinktion ist proportional zur integrierten Beugungsintensität

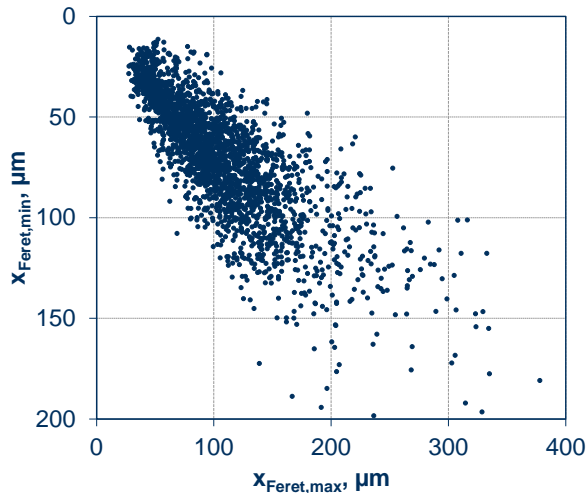
# 3.5 Kennzeichnung von Merkmalsverteilungen

## *– Mehrdimensionale Verteilungen –*

# Grafische Darstellung 2-dimensionaler Verteilungen

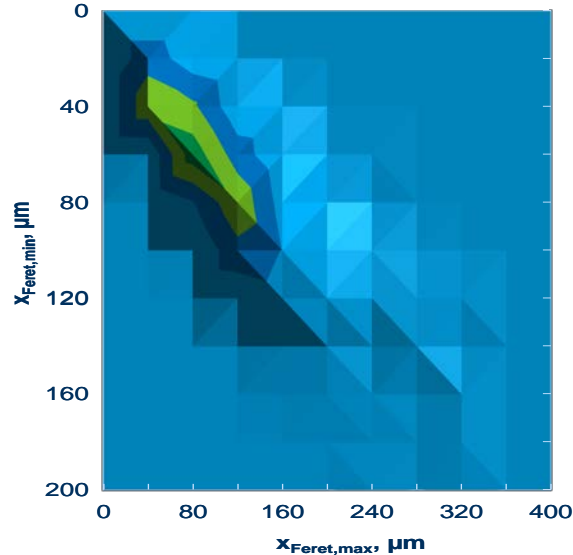
## SiC-Schleifpulver

Streudiagramm

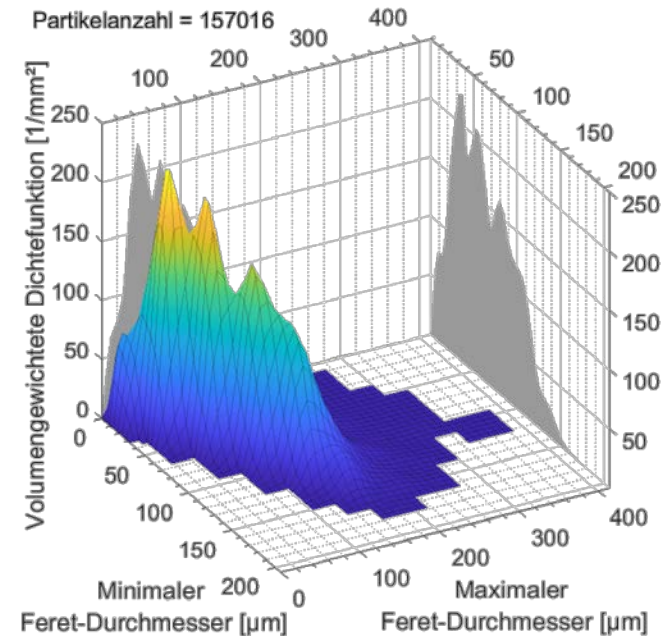


umgekehrte Achsenreihenfolge  
ist eigentlich unüblich

Flächendiagramm



3-dim. Oberflächendiagramm



Carlo Kaiser, *Partikelcharakterisierung mittels Bildanalyse*, Studienarbeit, 2019

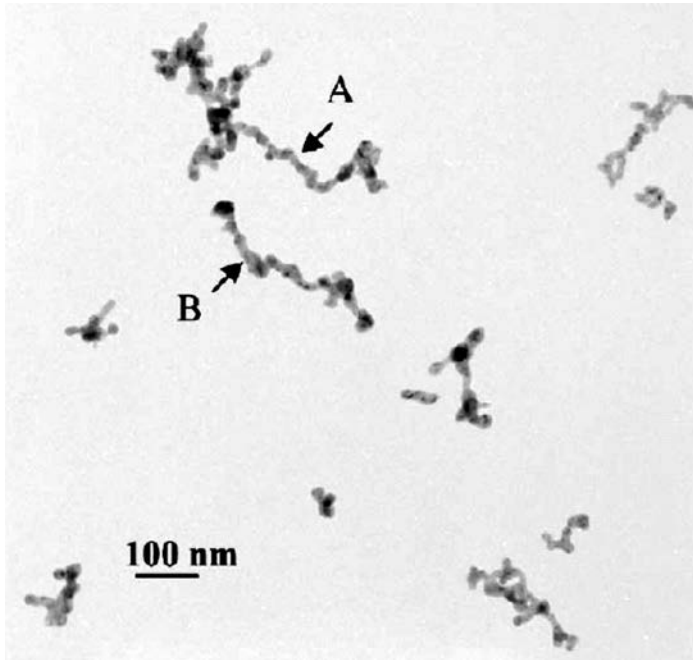
- verschiedene Optionen zur Darstellung
  - Streudiagramm: Häufigkeit über Punktdichte (mittels Punktgröße Wichtung nach Fläche möglich)
  - Flächendiagramm oder Umrissdiagramm:  $q_r$  &  $Q_r$
  - 3-dimensionales Oberflächendiagramm:  $q_r$  &  $Q_r$

# Zweidimensionale Verteilungsfunktionen

- Dichtefunktion:  $q_r(x, y) = \frac{\text{Menge der Partikel mit } x \dots x + dx \text{ und } y \dots y + dy}{\text{Gesamtmenge} \times \text{Größenintervall } dx \times \text{Größenintervall } dy}$
- Summenfunktion:  $Q_r(x, y) = \int_{x_{\min}}^x \int_{y_{\min}}^y q_r(\xi, \psi) d\psi d\xi$   $q_r(x, y) = \frac{\partial^2}{\partial x \partial y} Q_r(x, y)$
- Randverteilungen:  $q_r^{(x)}(x) = \int_{y_{\min}}^{y_{\max}} q_r(x, y) dy$   $q_r^{(y)}(y) = \int_{x_{\min}}^{x_{\max}} q_r(x, y) dx$   
 mit  $s_{x,r}^2 = \int (x - \bar{x}_{1,r})^2 \cdot q_r^{(x)} dx$   $s_{y,r}^2 = \int (y - \bar{y}_{1,r})^2 \cdot q_r^{(y)} dy$
- Kovarianz  $s_{xy,r}^2 = \text{cov}(x, y) = \iint (x - \bar{x}_{1,r})(y - \bar{y}_{1,r}) q_r(x, y) dx dy$
- Korrelationskoeffizient  $\rho = s_{xy,r}^2 / (s_{x,r} s_{y,r})$
- Mittelwert:  $\bar{\mathbf{r}}_{1,r} = (\bar{x}_{1,r} \quad \bar{y}_{1,r})$

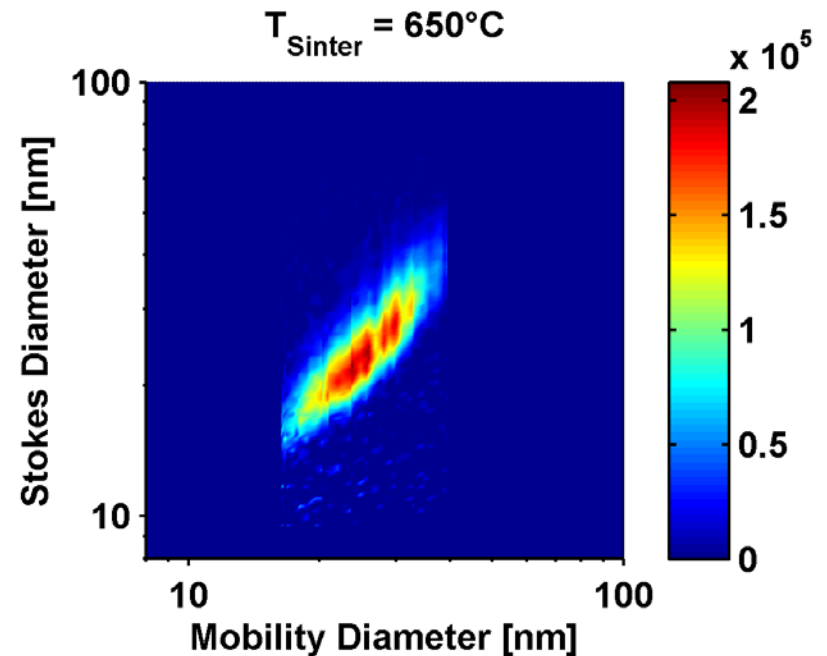
# Beispiele für 2-dimensionale Verteilungsfunktionen

*Sintern von Aggregate von Silber-Nanopartikeln,  $X_{Stokes}$  VS.  $X_{mob}$*



Ag-Aggregate

A.A. Lall et al., *Aerosol Sci.*, 37:272, 2006

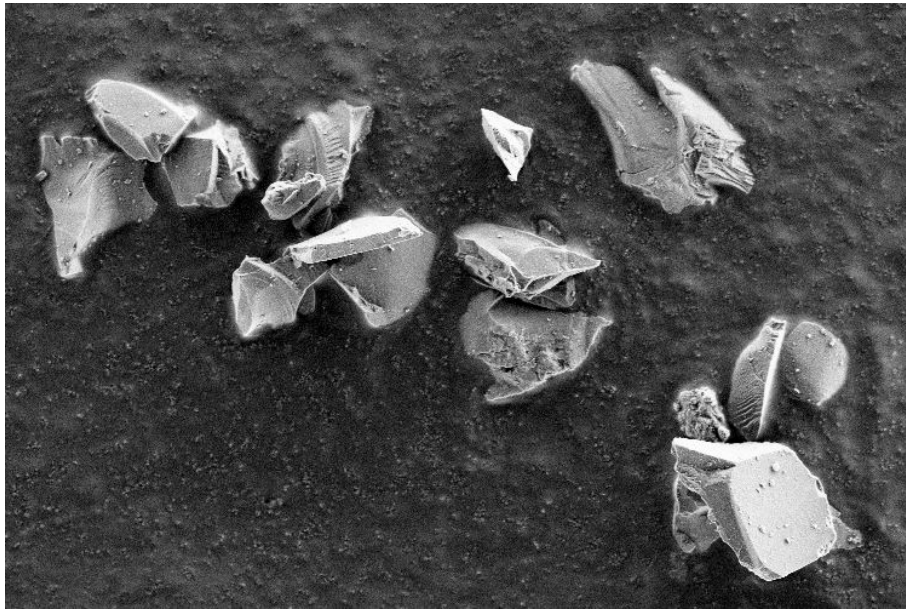


Versinterung von Ag-Aggregaten

D. Kiesler & F.E. Kruis (Uni. Duisburg-Essen)  
DECHEMA-Kolloquium, Frankfurt/M. 22.10.2015

# Beispiele für 2-dimensionale Verteilungsfunktionen

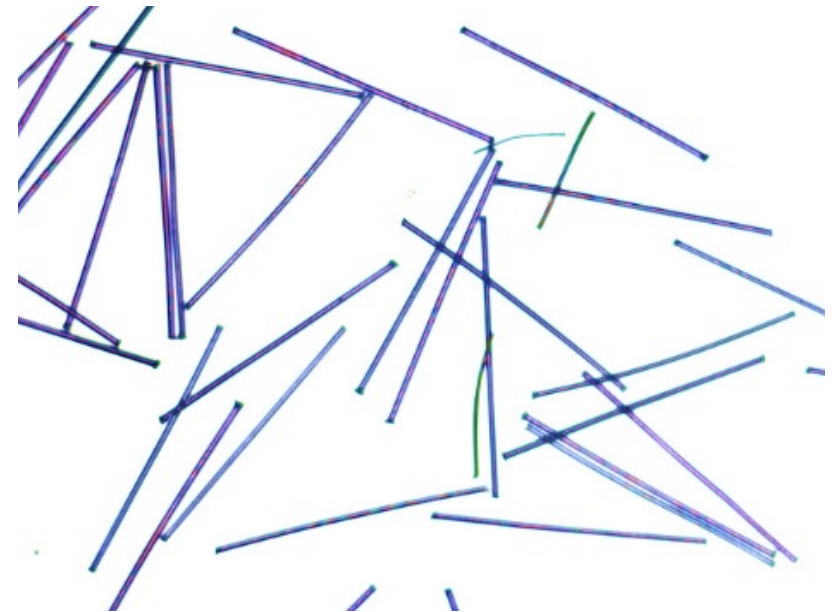
*Bildanalyse von nicht-kugeligen Partikeln*



Schleifpartikel

*min. vs. max. Feret-Durchmesser*

Diplomarbeit C. Kaiser, TU Dresden, 2021



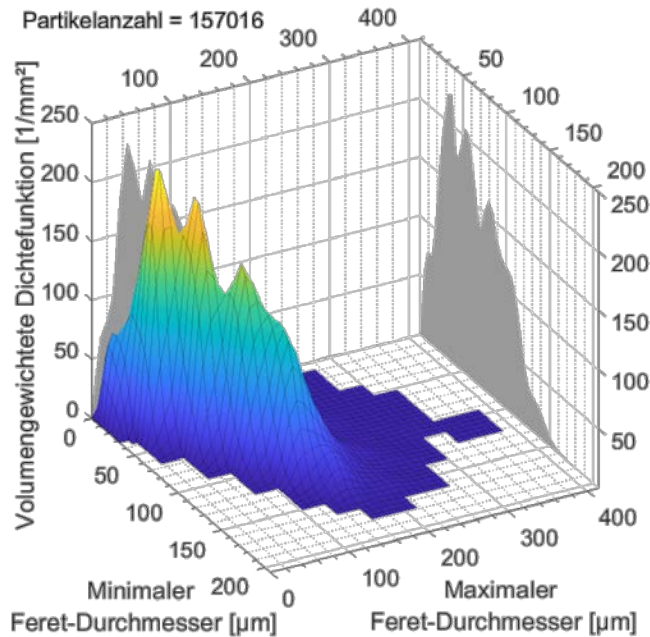
Fasern

*Durchmesser vs. Länge*

Diplomarbeit C. Kaiser, TU Dresden, 2021

# Beispiele für 2-dimensionale Verteilungsfunktionen

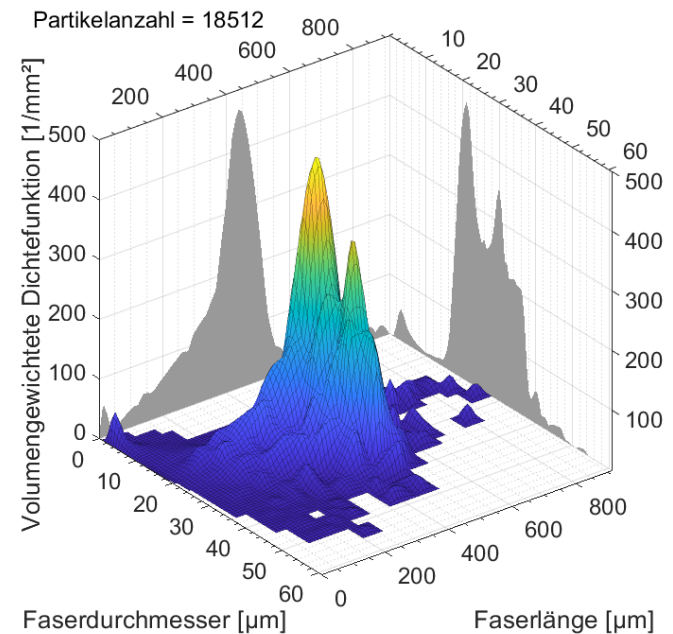
## Bildanalyse von nicht-kugeligen Partikeln



Schleifpartikel

*min. vs. max. Feret-Durchmesser*

Diplomarbeit C. Kaiser, TU Dresden, 2021



Fasern

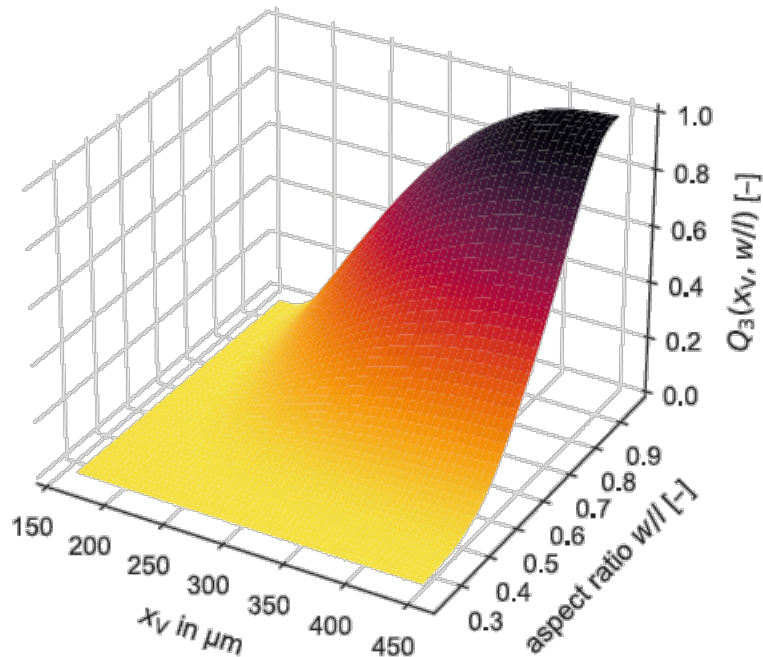
*Durchmesser vs. Länge*

Diplomarbeit C. Kaiser, TU Dresden, 2021

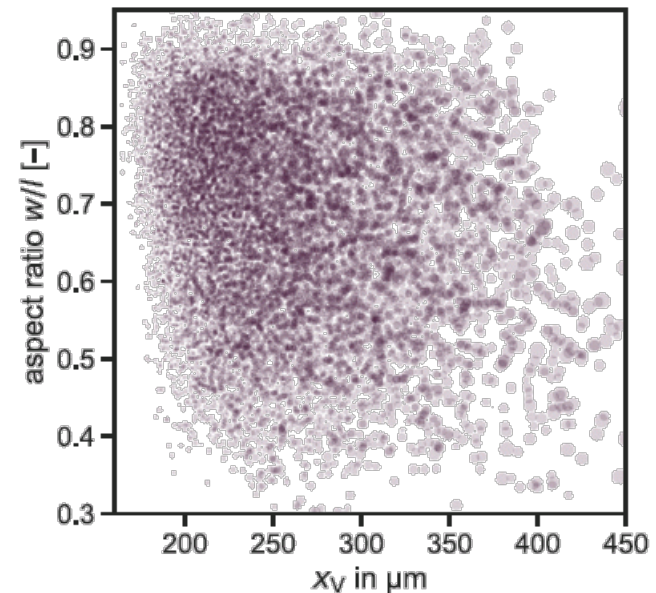
# Beispiele für 2-dimensionale Verteilungsfunktionen

Buchwald et al., *Powder Technol.*, 433:119165, 2024; doi:10.1016/j.powtec.2023.119165

vol.-gewichtete Summenfunktion



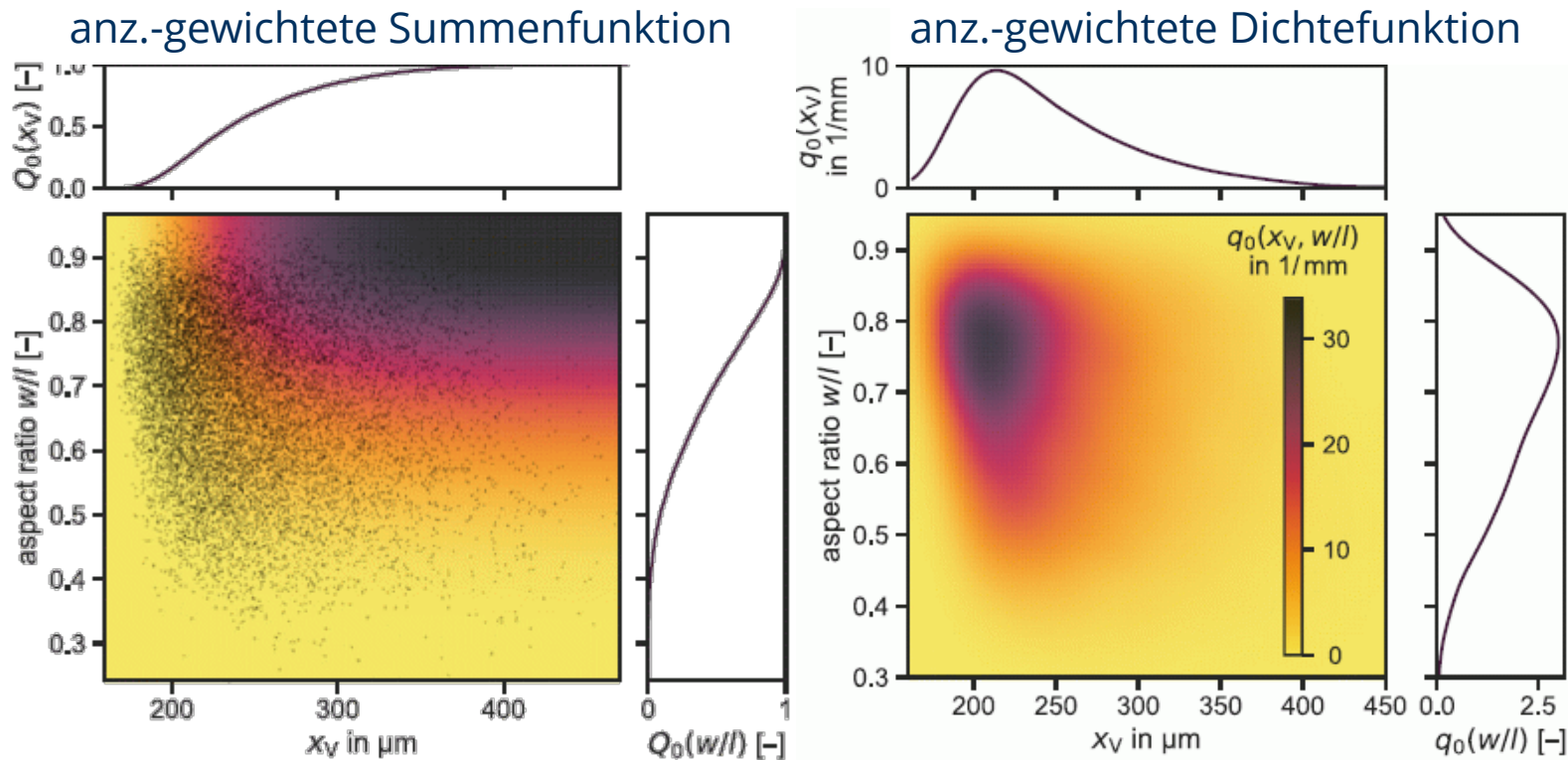
vol.-gewichtetes Streudiagramm



- mineralische Partikel: volumenäquivalenter Durchmesser und Seitenverhältnis
- 2D-Darstellung zusammen mit den Randverteilungen

# Beispiele für 2-dimensionale Verteilungsfunktionen

Buchwald et al., *Powder Technol.*, 433:119165, 2024; doi:10.1016/j.powtec.2023.119165



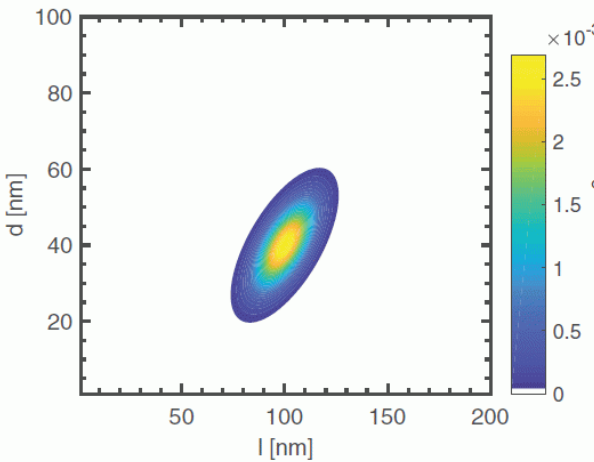
- mineralische Partikel: volumenäquivalenter Durchmesser und Seitenverhältnis
- 2D-Darstellung zusammen mit den Randverteilungen

# Zweidimensionale Normalverteilung

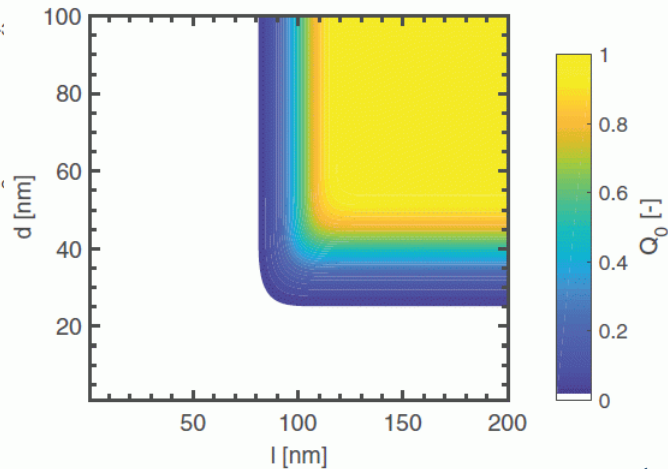
auch: bivariate Normalverteilung

Frank et al., *Part. Part. Syst. Charact.*, 36(7):1800554, 2019; doi: 10.1002/ppsc.201800554

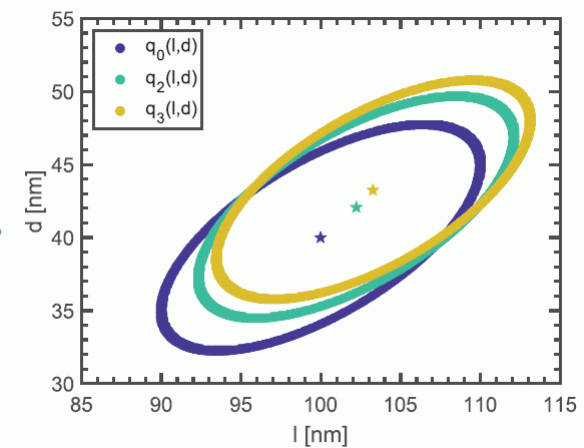
Dichtefunktion



Summenfunktion



Mengenartkonversion



- Dichtefunktion:

mit

zur Erinnerung

$$q(x, y) = \frac{1}{2\pi\sigma_x\sigma_y\sqrt{1-\rho^2}} \cdot \exp\left(-\frac{z}{2(1-\rho^2)}\right)$$

$$z = \frac{(x-\bar{x})^2}{\sigma_x^2} - 2\rho \cdot \frac{(x-\bar{x})(y-\bar{y})}{\sigma_x\sigma_y} + \frac{(y-\bar{y})^2}{\sigma_y^2}$$

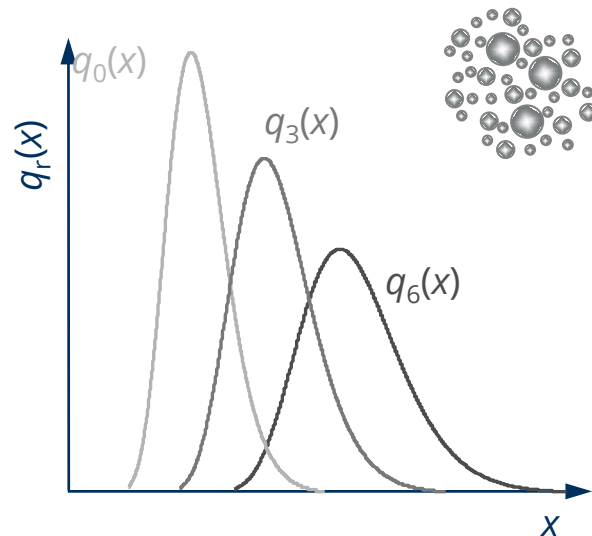
$$\rho = \text{corr}(x, y) = \frac{\text{cov}(x, y)}{\sigma_x\sigma_y} \quad \text{cov}(x, y) = \overline{(x-\bar{x})(y-\bar{y})}$$

# 3.6 Kennzeichnung von Merkmalsverteilungen

## *– Zusammenfassung –*

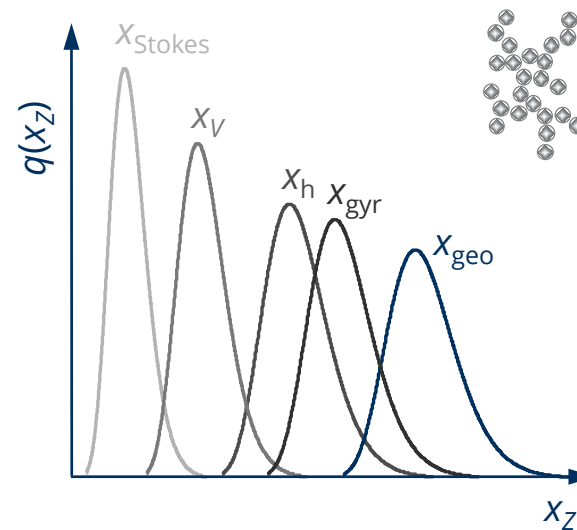
# PGV = gekennzeichnet durch Mengenart und Äquivalentdurchmesser

Einfluss der Mengenart  
(polydisperse Probe)



MA = kumulierbare Größe  
(z.B. Anzahl, Oberfläche, Masse;  
Trübung, Streuintensität)

Einfluss des Äquivalentdurchmessers  
(nicht-sphärische Partikel und Aggregate)



Äquivalentd. = Durchmesser einer  
Kugel, die dem Partikel in einem  
festgelegtem Merkmal gleicht

# Übungen und Selbststudium

- In welcher Relation stehen die Medianwerte der anzahl- und volumengewichteten Größenverteilung (d. h.  $x_{50,0}$  und  $x_{50,3}$ ) zueinander?
- Wie könnte man eine bimodale Verteilungsfunktion unter Zuhilfenahme der logarithmischen Normalverteilung approximativ beschreiben? Wie viele Parameter besäßen die Funktionsgleichungen?
- Welches Vorzeichen besitzt der Korrelationskoeffizient zwischen minimalem und maximalem Feret-Durchmesser von Sandpartikel (halbwegs einheitliche Form)?
- Wie korrelieren der projektionsflächenäquivalente Durchmesser und die Zirkularität von starren Fasern, wenn diese z.T. in kleine Fragmente zerbrochen sind?
- Simulieren Sie einen Satz zweidimensionaler Messdaten (z. B. mit Normalverteilung) und stellen Sie ihn als Streu- und Oberflächendiagramm grafisch dar! Sie können dafür Tabellenkalkulation oder eine Skriptsprache Ihrer Wahl nutzen.

# 3.7 Kennzeichnung von Merkmalsverteilungen

– *Literaturhinweise* –

# Literatur zum Weiterlesen

## *Kennzeichnung von Merkmalsverteilungen*

### Bücher und Buchkapitel:

- C. Bernhardt, *Particle size analysis. Classification and sedimentation methods*; Kap. 8, S. 240-278; Springer Science+Business, Dordrecht, **1994**; [doi:10.1007/978-94-011-1238-3](https://doi.org/10.1007/978-94-011-1238-3)
- H. Schubert (Hrsg.), *Handbuch der Mechanischen Verfahrenstechnik, Bd. 1*; Kap. 2, S 7-100; Wiley-VCH, Weinheim, **2003**; [doi:10.1002/3527603352](https://doi.org/10.1002/3527603352)
- M. Stieß, *Mechanische Verfahrenstechnik - Partikeltechnologie 1*; Kap.2, S. 9-95; Springer, **2009**; [doi:10.1007/978/3-540-32552-9](https://doi.org/10.1007/978/3-540-32552-9)
- H. G. Merkus, *Particle size measurements. Fundamentals, practice, quality*. In: *Particle technology series*, vol. 17; Kap. 2, S. 13-42. Springer, **2009**; [doi:10.1007/978-1-4020-9016-5](https://doi.org/10.1007/978-1-4020-9016-5)

### Normen:

- *ISO 9276:1998*, Representation of results of particle size analysis – Part 1: Graphical representation.
- *ISO 9276:1998*, Representation of results of particle size analysis – Part 2: Calculation of average particle sizes / diameters and moments from PSDs.

# Literatur zum Weiterlesen

## *Kennzeichnung von Merkmalsverteilungen*

### Artikel:

- H. Rumpf, K. F. Ebert, Darstellung von Kornverteilungen und Berechnung der spezifischen Oberfläche. *Chem. Ing. Tech.*, 36(5):523-537, **1964**.  
[doi: 10.1002/cite.330360516](https://doi.org/10.1002/cite.330360516)
- R. Zisselmar, H. Kellerwessel, Approximate mathematical description of particle-size distributions - possibilities and limitations as to the assessment of comminution and classification processes. *Part. Part. Syst. Charact.*, 2(1-4):49-55, **1985**;  
[doi: 10.1002/ppsc.19850020108](https://doi.org/10.1002/ppsc.19850020108)
- P. Bowen, Particle size distribution measurement from millimeters to nanometers and from rods to platelets. *J. Dispersion Sci. Technol.*, 23(5):631-662, **2002**;  
[doi: 10.1081/DIS-120015368](https://doi.org/10.1081/DIS-120015368)
- R. Hogg, Issues in particle sizing. *KONA Powder Part. J.*, 26:81-93, **2008**;  
[doi:10.14356/kona.2008009](https://doi.org/10.14356/kona.2008009)
- U. Frank, S. E. Wawra, L. Pflug, W. Peukert, Multidimensional particle size distributions and their application to nonspherical particle systems in two dimensions. *Part. Part. Syst. Charact.*, 36(7):1800554 (9 pp.), **2019**;  
[doi: 10.1002/ppsc.201800554](https://doi.org/10.1002/ppsc.201800554)