

Optische Partikelzähler als ideales Instrument zur Zustandsüberwachung von Flüssigkeiten

Von Prof. Dr. Juliane König-Birk, Hochschule Heilbronn

Optische Partikelzähler können zur Qualitätssicherung und -überwachung in unterschiedlichen Prozessen eingesetzt werden. Der Einsatzbereich reicht von der pharmazeutischen Industrie, über die Bauteilreinigung bis zur Analyse der Sauberkeit von Schmier- und Hydraulikölen. Damit helfen optische Partikelzähler, teure Maschinenausfälle zu vermeiden und Prozesse sicher ablaufen zu lassen. Um beurteilen zu können, wann ein Zustand nicht mehr sicher, sondern kritisch wird, muss die Messmethode, die zur Überwachung verwendet wird, verstanden werden. Insbesondere müssen die Grenzen der Methode bekannt sein.

The Optical Particle Counter as the Ideal Instrument for Condition Monitoring of Liquids

Optical particle counters can be installed for quality assurance and monitoring of a wide range of processes. These range from those used in the pharmaceutical industry to those used in component cleaning and the analysis of cleanliness of lubricating and hydraulic fluids. Used in such ways, optical particle counters can be valuable in preventing failure of expensive machinery and ensuring trouble-free process operation. In order to determine the point at which a condition is no longer safe, but threatens to become critical, it is essential to have an understanding of the measurement technique being used to monitor the process. In particular, it is vital to recognise the limits of the particular method in use.

1 Einleitung

Wird mit einem optischen Partikelzähler eine Flüssigkeit analysiert, so erhält man Messwerte, die eine genaue Zuordnung zwischen der Anzahl und der Größe der Partikel vornehmen, die sich in der Probe befinden. Es können vollkommen unterschiedliche Flüssigkeiten analysiert werden. Die Unterschiede können zum Beispiel in der Viskosität, dem Verschmutzungsgrad, dem Anwendungsbereich oder der Art der Verschmutzung liegen.

- Viskosität: Bei größerer Viskosität müssen die zu messenden Proben mit Druck beaufschlagt werden, um sie durch den Partikelzähler fließen zu lassen. Ist die Viskosität für eine Analyse zu groß, muss vor der Messung geeignet verdünnt werden.
- Verschmutzungsgrad: Jeder Partikelzähler kann nur bis zu einer bestimmten Konzentration sinnvoll messen. Diese ist zum Beispiel auch von der Durchflussrate abhängig.
- Anwendungsbereich: In manchen Anwendungsbereichen sollen aggressive Flüssigkeiten gemessen werden. Hier müssen die Komponenten des Partikelzählers in der Lage sein, solche speziellen Proben überhaupt aufnehmen zu können.
- Verschmutzungsart: Die hier vorgestellten Partikelzähler messen entweder eine partikelgrößenabhängige Streulichtverteilung oder Lichtextinktion. Es kann nicht auf die genaue Geometrie der Partikel rückgeschlossen werden.

Im Folgenden werden die oben genannten Punkte näher erläutert.

2 Messmethode

Optische Partikelzähler (Abb. 1), die mit dem Streulichtverfahren arbeiten, können kleinere Partikel messen als Extinktionspartikelzähler. Die kleinsten, typischerweise erfassbaren Teilchendurchmesser liegen im dreistelligen Nanometerbereich. Es können dann Partikel bis zu einem größten Durchmesser von mehreren zehn Mikrometern gemessen werden.

Befindet sich bei einem Streulichtpartikelzähler ein Teilchen in der Messzelle, so wird

es von der Lichtquelle beleuchtet. Bei der Lichtquelle handelt es sich beispielsweise um einen Laser. Dieses Licht genau definierter Wellenlänge wird am Partikel gestreut. Ein Detektor nimmt das Streulicht auf. Da die Streuung je nach Partikelgröße variiert, kann hiermit eine Zuordnung zwischen der Teilchengröße und der Teilchenanzahl vorgenommen werden.

Auch der Brechungsindex der Partikel spielt eine Rolle. Er muss zum Beispiel einen anderen Wert als den der umgebenden Flüssigkeit aufweisen. Dies gilt ebenso für die Extinktionspartikelzähler. Bei diesen findet beim Durchgang der Partikel durch das



Abb. 1: Optische Partikelzähler

Foto: PAMAS

beleuchtete Volumen der Messzelle eine zweidimensionale Projektion der Partikel auf den Detektor statt. Diese teilchengrößenabhängige Abschattung bewirkt eine Änderung des Messsignals. *Abbildung 1* zeigt eine Auswahl an Streulicht- und Extinktionspartikelzählern.

3 Partikelgröße

Die beiden Messverfahren Streulicht oder Extinktion liefern zunächst unterschiedliche Messwerte. Beim Streulichtverfahren wird ein physikalischer Äquivalentdurchmesser angegeben: Es handelt sich um den Durchmesser der Kugel, welche die gleiche Streulichtintensität auf dem Detektor hervorruft wie das gemessene Partikel. Beim Extinktionsverfahren wird ein geometrischer Äquivalentdurchmesser erfasst: Es handelt sich um den Durchmesser des projektionsflächengleichen Kreises. Dies ist in *Abbildung 2* dargestellt. Damit werden aber in beiden Fällen Partikeldurchmesser erfasst.

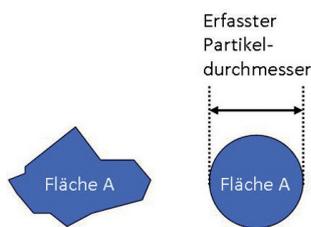


Abb. 2: Geometrischer Äquivalentdurchmesser

Eine genaue Kalibrierung der Geräte ist unabdingbar. Je näher die optischen Eigenschaften der zu messenden Partikel und der Flüssigkeit an denen der Kalibriersuspension liegen, desto genauer ist die Einteilung in die Größenklassen. Dies macht deutlich, dass es meist nicht sinnvoll ist, zu kleine Unterschiede im Partikeldurchmesser angeben zu wollen. Beispielsweise ist es bedingt durch die Kalibriermöglichkeiten im Normalfall nicht sinnvoll, einen 10 µm Partikel von einem 10,1 µm Partikel zu unterscheiden. Übliche Anwendungen liegen somit in Bereichen, die beispielsweise Durchmesser von 10 µm im Vergleich zu 12 µm messen sollen. Insbesondere bei kleineren Teilchen kann es wichtig sein, auch geringere Differenzen zu analysieren. Hier ist auf eine entsprechende Kalibrierung zu achten.

4 Maximalkonzentration

Die Angabe einer Maximalkonzentration ist eigentlich nicht zielführend. Unklar ist bei

der Verwendung dieses Begriffs, worauf er sich bezieht. Es könnte sich um die Anzahl der Signale handeln, welche die Elektronik des Messgeräts zeitlich auflösen kann oder die Anzahl der Partikel, ab der keine Signalveränderung mehr über die Zeit am Detektor stattfindet. Aus diesem Grund wird ein Koinzidenzfehler angegeben. Dieser gibt an, ab welcher Konzentration sich statistisch gesehen mehr als 1 Partikel im Messvolumen befindet.

Zwei verschiedene Szenarien sind möglich: Ein Partikel kann sich so hinter einem anderen befinden, dass es gar nicht detektiert wird. Die zweite Möglichkeit ist, dass sich mehrere Teilchen im Messvolumen befinden und alle zum Messsignal beitragen. Folglich liefert das Signal die Information, dass es sich um ein großes Partikel handelt. Ist der Koinzidenzfehler bekannt, kann eine klare statistische Aussage getroffen werden, wie genau die Messung in dieser Hinsicht ist.

5 Vergleich mit anderen Messmethoden

Ein weiteres Instrument zur Partikelanalyse ist die optische Mikroskopie (*Abb. 3*). Diese ist zum Beispiel dann sinnvoll, wenn der Brechungsindex der Partikel dem der Flüssigkeit entspricht. In diesem Fall kann die Probenflüssigkeit filtriert und der Filter dann mikroskopisch analysiert werden.

Hierbei können mehrere als ein Partikel erkannt werden. Dies ist einerseits auf das Auflösungsvermögen des Mikroskops

zurückzuführen. Dicht beieinander liegende Partikel können als ein größeres detektiert werden. Andererseits kommt es bereits beim Eintrocknungsprozess zu Effekten, die dazu führen, dass Partikel nicht mehr mit dem Mikroskop erkennbar sind (*Abb. 4*).

Große Partikel haften als erste am Filter; kleine befinden sich noch im Flüssigkeitsfilm. Dieser trocknet zu den großen Partikeln hin, sodass die kleinen zu den großen Teilchen hingezogen werden. Je nach Form können nun die Partikel so zu liegen kommen, dass sie durch das Mikroskop gesehen unter einem anderen verschwinden oder teilweise verdeckt werden, wie aus *Abbildung 4* ersichtlich ist. *Abbildung 4 links* zeigt in Seitensicht die Bewegungsrichtung der Partikel beim Trocknungsprozess und *Abbildung 4 rechts* den analysebereiten Filter. Das Partikel, das nicht mehr detektiert werden kann, weil es unter einem großen Partikel zu liegen gekommen ist, ist gepunktet dargestellt.

Weiter gibt es Flüssigkeiten, die zu einem unerwünschten Belag auf dem Filter führen, der die Messung der Partikel unter Umständen unmöglich macht.

Der Messwert *Größe eines Partikels* gemessen mit dem Mikroskop entspricht üblicherweise der längsten Ausdehnung des zweidimensionalen Abbilds. Oft wird die Zusatzinformation, dass ein Teilchen stark reflektierend ist und somit glänzend erscheint, dazu verwendet, diesem die Eigenschaft *metallisch* zuzuordnen. Zu beachten

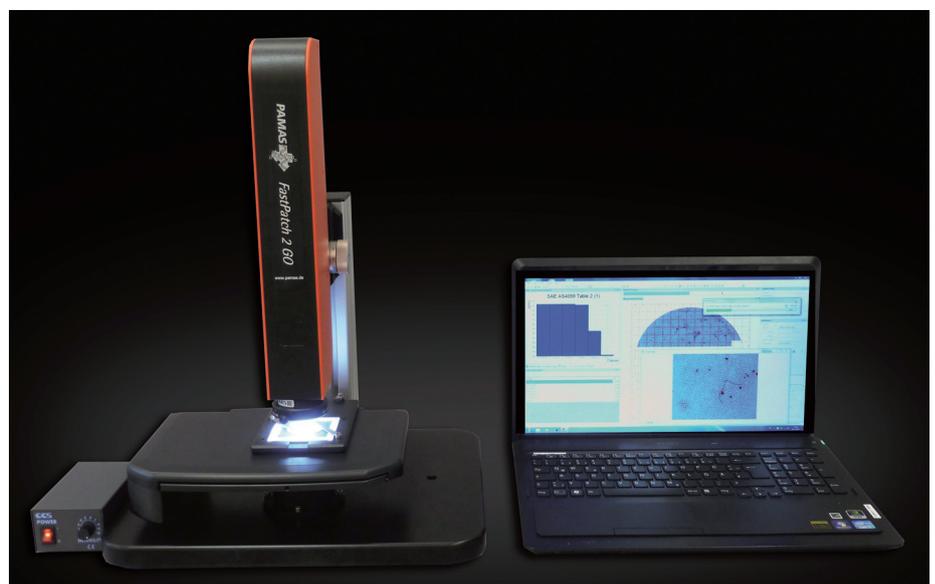
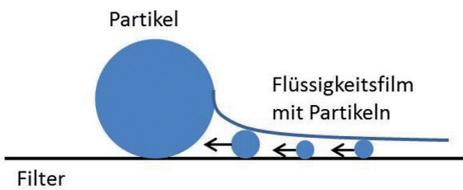


Abb. 3: Optisches Mikroskop zur Partikelanalyse

Foto: PAMAS

Seitansicht:



Aufsicht:

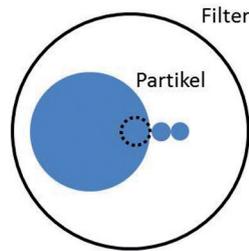


Abb. 4: Agglomeratbildung beim Trocknungsprozess

ist hier, dass es selbstverständlich auch Materialien gibt, die nicht reflektierend, wohl aber metallischer Natur sind. Andererseits gibt es nichtmetallische Partikel, die glänzen.

Zur Analyse der Partikel kann auch eine Kamera eingesetzt werden. Der Kamerasensor besteht aus Pixeln: Werden bei der Abbildung eines Partikels zu wenige Pixel oder Pixel nur teilweise beleuchtet, so kommt es zu Fehlmessungen. Die Empfehlung lautet, dass sinnvollerweise mindestens zehn Pixel zur Messung der Länge eines Partikels beitragen. Außer dem Parameter Pixelgröße

trägt die Kameraoptik zur Festlegung der kleinsten messbaren Teilchengröße bei. Durch die Optik wird die Schärfentiefe des Systems definiert. Diese gibt an, wann ein Partikel noch so scharf abgebildet wird, dass es einen sinnvollen Messwert liefert. Hierbei ist zu bedenken, dass insbesondere die Definition des Randes eines unscharf abgebildeten Teilchens einen großen Messfehler darstellen kann.

6 Zusammenfassung

Optische Partikelzähler können ideal zur Zustandsüberwachung von Flüssigkeiten

eingesetzt werden, wenn die gegebenen Grenzwerte, wie zum Beispiel die maximale Viskosität der Flüssigkeit, beachtet werden. In einigen Fällen kann – wie im Beispiel der Viskosität durch Verdünnung – die Probe so verändert werden, dass sie messbar wird. In anderen Fällen reicht es aus, den Parameterwert des Partikelzählers zu kennen. Hier zeigt sich beispielsweise im Vergleich mit der Messmethode Mikroskop, bei der der Eintrocknungsprozess auf dem Filter so gesteuert werden muss, dass keine Agglomeratbildung stattfindet, dass es bei der Messmethode Partikelzähler ausreicht, den Wert des Koinzidenzfehlers zu kennen.

Somit können optische Partikelzähler oft einfach in bestehende Prozesse integriert werden.

Hochschule Heilbronn
juliane.koenig-birk@hs-heilbronn.de

PAMAS GmbH
Dieselstraße 10, D-71277 Rutesheim

➔ www.pamas.de