

CHARAKTERIZACE ČÁSTIC – ZÁKLADNÍ KONCEPTY

DUDÁK M.

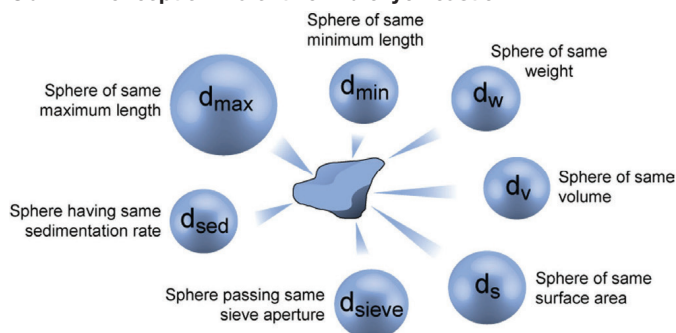
ANAMET s.r.o., Praha, dudak@anamet.cz

Charakterizace částic je velmi důležitá činnost jak pro průmysl, tak pro vědeckou sféru, přitom seznam dostupných analytických technologií stále narůstá. V tomto článku se zaměříme na základy popisu částic a na výhody a omezení nejvýznamnějších technologií s cílem pomoci s výběrem dnes nejvhodnější technologie.

Stanovování vlastností částic je klíčovým východiskem pro řízení výroby materiálů, které se budou chovat požadovaným způsobem, ať už se jedná o sypké suroviny, koncové produkty či meziprodukty. Protože se do obecné definice částic často zahrnují též kapky a bublinky, charakterizace částic je v zájmu různých výrobců od zpracování mléčných emulzí pro potravinářství po zpracovatele kovových prášků v metalurgii. V kterémkoliv z těchto odvětví je nutné zvolit vhodnou analytickou strategii. Charakterizace částic vnáší přidanou hodnotu do mnoha průmyslových procesů, jež podporují kvalitu předních výrobků na trhu a jejich efektivní zpracování.

Dva nejvýznamnější parametry ve výzkumu a vývoji částic jsou velikost a tvar. Mezi další významné parametry ovlivňující vlastnosti produktu vyrobeného z částic patří mikrostruktura, povrch, náboj a mechanické vlastnosti. Částice jsou často složité 3D objekty, jejichž velikost a tvar často nelze dostatečně popsat z jediného obrázku. U stanovení velikosti částic se používá koncept velikosti částice ekvivalentní kouli se stejnou vybranou vlastností (průměrem kruhu, objemem, sedimentační rychlostí aj.) (obr. 1)

Obr. 1 – Koncept ekvivalentních kulových částic



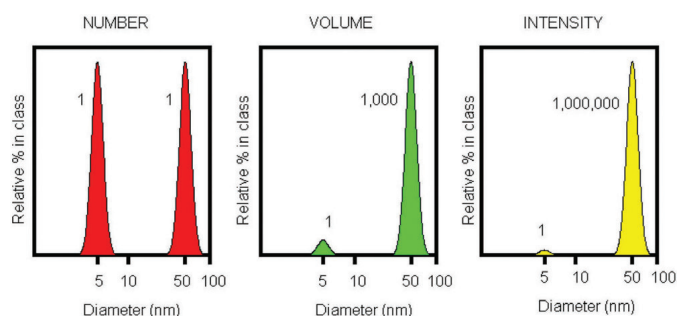
Analytické metody poskytují obecně buď střední hodnotu, nebo distribuci velikosti částic ve vzorku. Lze se setkat s různými distribučními křivkami v závislosti na použité analytické metodě a principu měření. Typ získané distribuční křivky je při srovnávání jednotlivých analytických metod jedním z nejdůležitějších ukazatelů. Technika obrazové analýzy poskytuje početní distribuci, u níž má každá částice stejnou váhu při normalizaci nezávisle na její velikosti. Distribuce tvaru částic jsou proto obvykle početní. Početní distribuce jsou obzvláště užitečné, když je potřeba znát absolutní počet částic, například při odhalování cizích částic, nebo kde je požadované rozlišení jednotlivých částic.

Oproti tomu technika statického rozptylu světla, jako je například laserová difrakce, poskytuje objemově váženou distribuci, u níž příspěvek každé částice závisí na jejím objemu-velikosti (nebo hmotnosti) u částic o stejné hustotě. Tato distribuce je významná z komerčního hlediska, neboť zohledňuje objem (hmotnost), a tím i potenciální peněžní hodnotu produktu. Technika dynamického rozptylu světla poskytuje distribuci váženou podle intenzity rozptýleného světla, kde je tvar distribuce závislý na velikosti částice, proto je tato distribuce extrémně citlivá na přítomnost velkých částic.

Na obrázku 2 je ukázán vliv zobrazení stejných dat pomocí výše uvedených distribucí včetně poměru intenzit signálů. Převod z jednoho typu distribuce na jiný je možný, ale vyžaduje použití určitých předpokladů o tvaru a fyzikálních vlastnostech částic. Toto je důvodem,

proč například početní distribuce z obrazové analýzy nemusí přesně odpovídat distribuci získané laserovou difrakcí.

Obr. 2 – Distribuce velikosti částic vážené podle počtu, objemu a intenzity pro stejné množství částic velikosti 5 a 50 nm

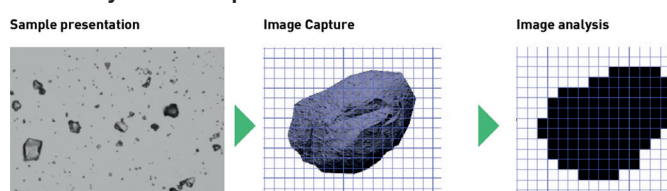


Tabulka 1 uvádí obecný přehled nejvýznamnějších dostupných technologií. Uvedené rozsahy velikostí jsou jen přibližné a mohou se měnit v závislosti na přístroji. V dalším textu se zaměříme na automatizované snímání spojené s obrazovou analýzou, které jako jedna z mála technik poskytuje informaci jak o velikosti tak i tvaru částic.

Statické a dynamické automatizované snímání distribuce velikosti a tvaru částic

Technika automatizovaného snímání částic se dělí podle způsobu rozptýlení vzorku na statickou a dynamickou. U statické dochází ke snímání nepohyblivých částic, jež jsou usazeny na sklíčku mikroskopu, filtru či jiném plochem povrchu nebo v tenké vrstvě suspenze. Tento způsob poskytuje možnost vrátit se k již nasnímané částici a větší flexibilitu ve způsobu osvětlení vzorku (shora či zespoda) a tudíž lze sledovat i další parametry částic. Výsledkem jsou obrázky s vyšším rozlišením a lepším zaostřením. Při typické délce měření 20–30 minut je nasnímano několik stovek tisíc částic. U dynamického snímání je vzorek veden tenkou šterbinou ve vznosu s náhodnou orientací vzhledem k optickému detektoru, což může vést ke zkreslení vyhodnocené distribuce při natočení podélné osy protáhlych částic směrem k detektoru. Při tomto snímání jsou získány obrázky s nižším rozlišením při pevném zaostření, které může vést při velkém zvětšení a nízké hloubce ostroty k rozostřeným obrazům. Velkou výhodou je naopak jednoduchost použití a rychlejší příprava vzorku i měření – nasnímaní milionů částic typicky trvá 3–5 minut. Z tohoto srovnání lze vyvodit doporučení použít statickou metodu pro částice převážně menší než 400 mikrometrů či s výrazně odlišným jedním rozměrem částic (tyčinky či plátky) a v ostatních případech dynamickou metodu.

Obr. 3 – Vyhodnocení parametrů z obrázku



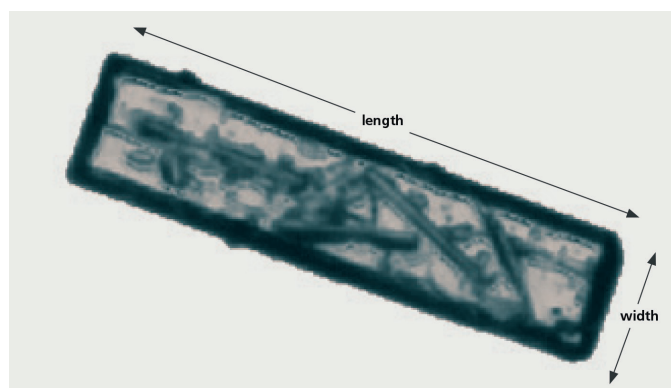
Samotné vyhodnocení probíhá z jediného obrázku částice (obr. 3), relevance získaných parametrů částic závisí na typu vzorku i typu

Tab. 1 – Vlastnosti a dynamický rozsah různých technik

Velikost částic	0,1 nm	1 nm	10 nm	100 nm	1 μm	10 μm	100 μm	1 mm	10 mm
Laserová difrakce									
Dynamický rozptyl světla									
Elektroforetický rozptyl světla									
Obrazová analýza									
Sedimentace									
Coulterův princip									
Sítová analýza									
Technika	Velikost	Tvar	Zeta potenciál	Dynamický rozsah	Rychlost	Rozlišení	Vzorkování	Disperze	
								Mokrý	Suchý
Laserová difrakce	•			••••	•••	••	•••	•	•
Dynamický rozptyl světla	•			•••	•••	••	••	•	
Elektroforetický rozptyl světla			•	•••	•••	••	••	•	
Obrazová analýza	•	•		••	••	•••	••	•	•
Sedimentace	•			••	•	••	••	•	
Coulterův princip	•			•	••	•••	•	•	
Sítová analýza	•			•	•	•	•	•	•

požadované informace. Tradičně je velikost částice reprezentována jedinou hodnotou, a to průměrem kruhu o ekvivalentním průměru. Ovšem pro nekulové a nepravidelné částice dovoluje obrazová analýza popsat velikost částic z pohledu i jiných parametrů, jako jsou například šířka a délka částice, viz obr. 4.

Obr. 4 – Protáhlá částice



Význam tvaru částice když velikost nestačí

Pro mnoho aplikací postačuje distribuce velikosti částic, ale existují i takové, kde tvar částic je vhodnou doplňkovou informací. Dále jsou uvedeny tři takové relevantní oblasti použití tvaru částic:

Jedna částice nebo shluk?

Pro mnoho metod na stanovení velikosti částic je nutné úplné rozptýlení shluků. Se schopností snímání jednotlivých částic je možné zhodnotit celkové zastoupení shluků ve vzorku pomocí analýzy obvodu a tvaru částice a tím odlišit, zda se jedná o jednotlivou částici či shluk.

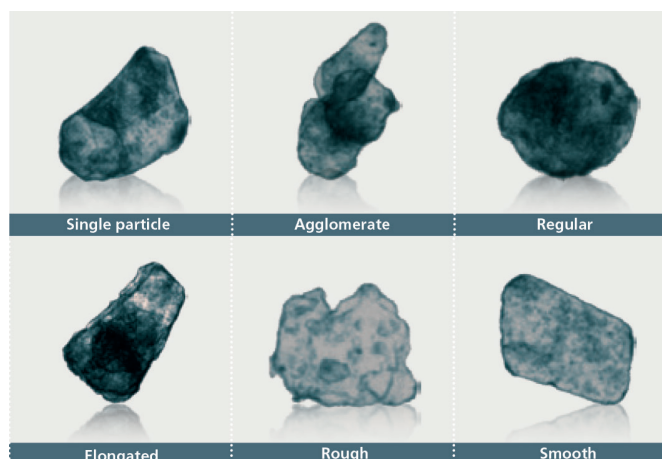
Pravidelná či protáhlá částice?

Mletím částic je často dosaženo kromě zmenšení velikosti částic též změny jejich tvaru. To může vést k žádoucímu i nežádoucímu chování při následném zpracování i ve finálním produktu. Měřením tvarových parametrů, jako je prodloužení nebo kruhovitost, lze sledovat celkové vlastnosti a podle toho upravit výrobní proces.

Hladká nebo hrubá?

Účinnost abrazivních prášků a toku částic může být ovlivněna hrubostí či hladkostí povrchu částic. Tvarové parametry částic poskytují přehled o celkové formě, což pomáhá zjistit, zda je již brusný prášek opotřebený nebo zda je více či méně pravděpodobné, že se sytký materiál nalepí ve výsypce zásobníku.

Obr. 5 – Rozlišení různých tvarových parametrů částic



Další přednosti kromě velikosti a tvaru

Ačkoliv je automatizované snímání technika ve 2D, tak lze získat i další informace o částici, jako například tloušťku částice a homogenitu (z množství světla, které projde či je odraženo). Pro tato stanovení je třeba snímat spíše v odstínech šedi než černobílé obrázky.

Směsi částic

Občas se vzorek skládá z částic různých materiálů o různých vlastnostech. Zastoupení jednotlivých materiálů lze často stanovit na základě tvarových rozdílů, jindy lze využít kombinaci obrazové analýzy a stanovení chemického složení například pomocí Ramanovy spektroskopie.

Nabídka přístrojů firmy Malvern

Britská společnost Malvern Instruments nabízí kompletní portfolio produktů pro stanovení velikosti částic, do nějž patří následující produkty automatizovaného snímání s následnou obrazovou analýzou:

- **Systemx FPIA 3000** – rychlý analyzátor velikosti a tvaru částic v suspenzi (0,8–300 μm) dynamickou metodou,
- **Morphologi G3** – pro pokročilou charakterizaci částic (0,5–1 000 μm) statickou metodou v jednoduchém provedení,
- **Morphologi G3-ID** – automatizované měření velikosti, tvaru a chemického složení částic.

Více informací o produktech pro automatizované snímání částic firmy Malvern poskytne její místní zástupce ANAMET s.r.o., www.anamet.cz, www.malvern.com.