

DIN ISO 9276-6

ICS 19.120

**Darstellung der Ergebnisse von Partikelgrößenanalysen –
Teil 6: Deskriptive und quantitative Darstellung der Form und
Morphologie von Partikeln (ISO 9276-6:2008)**

Representation of results of particle size analysis –
Part 6: Descriptive and quantitative representation of particle shape and morphology
(ISO 9276-6:2008)

Représentation de données obtenues par analyse granulométrique –
Partie 6: Description et représentation quantitative de la forme et de la morphologie des
particules (ISO 9276-6:2008)

Gesamtumfang 27 Seiten

Normenausschuss Bauwesen (NABau) im DIN

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort.....	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise.....	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Symbole und Abkürzungen	5
4 Kriterien für die Bewertung von Formbeschreibungsmethoden	7
5 Klassifizierung von Methoden und Deskriptoren	8
5.1 Allgemeine Klassifizierung.....	8
5.2 Kategorien der Formbeschreibung.....	8
5.3 Prinzipien zur Herleitung von Formdeskriptoren	10
6 Mögliche Fehler bei der Analyse eines Einzelbildes.....	11
6.1 Bestimmung von Formdeskriptoren.....	11
6.2 Bildauflösung	12
6.3 Binarisierung	12
6.4 Algorithmen zur Berechnung von Formdeskriptoren	12
7 Größenparameter zur Normalisierung von Formdeskriptoren.....	13
8 Formdeskriptoren.....	14
8.1 Makrodeskriptoren	14
8.1.1 Allgemeines	14
8.1.2 Geometrische Deskriptoren	14
8.1.3 Proportionsdeskriptoren	15
8.2 Mesodeskriptoren.....	16
8.3 Kombination von Formdeskriptoren	17
8.4 Rauigkeitsdeskriptor.....	17
Anhang A (normativ) Einige Berechnungsformeln	18
A.1 Bestimmung des Umfanges einer Scheibe (Cauchy-Crofton-Gleichung).....	18
A.2 Trägheitsäquivalente Ellipse nach Legendre.....	18
Anhang B (informativ) Beispiele für Methoden zur Darstellung von Form- und Größenverteilungsdaten	19
B.1 Beispiele einer Datenmatrix	19
B.2 Beispiele zweidimensionaler graphischer Darstellungen	20
B.3 Beispiele dreidimensionaler graphischer Darstellungen	22
Literaturhinweise.....	26

Nationales Vorwort

Die Internationale Norm ISO 9276-6:2008 „Representation of results of particle size analysis — Part 6: Descriptive and quantitative representation of particle shape and morphology“ ist unverändert in diese Deutsche Norm übernommen worden.

Diese Internationale Norm wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 24/SC 4 „Particle characterization“ erarbeitet, dessen Sekretariat zum Zeitpunkt der Veröffentlichung der Norm von ANSI (Vereinigte Staaten von Amerika) gehalten wurde. Der zuständige nationale Arbeitsausschuss ist der NA 005-11-42 AA „Partikelmesstechnik (Sp ISO/TC 24/SC 4)“ im Normenausschuss Bauwesen (NABau).

Für die in dieser Norm zitierte Internationale Norm besteht folgende identische oder sachlich übereinstimmende Deutsche Norm:

ISO 9276-1 siehe DIN ISO 9276-1

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 9276-1, *Darstellung der Ergebnisse von Partikelgrößenanalysen — Teil 1: Grafische Darstellung*

DIN ISO 9276-2, *Darstellung der Ergebnisse von Partikelgrößenanalysen — Teil 2: Berechnung von mittleren Partikelgrößen/durchmessern und Momenten aus Partikelgrößenverteilungen*

DIN ISO 9276-4, *Darstellung der Ergebnisse von Partikelgrößenanalysen — Teil 4: Charakterisierung eines Trennprozesses*

DIN ISO 9276-6, *Darstellung der Ergebnisse von Partikelgrößenanalysen — Teil 6: Deskriptive und quantitative Darstellung der Form und Morphologie von Partikeln*

Darstellung der Ergebnisse von Partikelgrößenanalysen — Teil 6: Deskriptive und quantitative Darstellung der Form und Morphologie von Partikeln

WICHTIGER HINWEIS — Die elektronische Datei dieses Dokuments enthält Farben, die für das richtige Verständnis des Dokuments als nützlich erachtet werden. Der Anwender der Norm sollte daher in Erwägung ziehen, das Dokument mit einem Farbdrucker auszudrucken.

Einleitung

Es ist eine Vielzahl an verschiedenen Methoden zur deskriptiven und quantitativen Darstellung der Form und Morphologie von Partikeln bekannt. Doch ausgerechnet für den Begriff der Partikelgröße gibt es keine Definition. Einige Methoden der Größenanalyse basieren auf der Messung verschiedener physikalischer Eigenschaften. In der ISO 9276-1 ist die Partikelgröße als der Durchmesser der Kreisfläche gleicher physikalischer Eigenschaften definiert. Dies ist bekannt als der Kugeläquivalentdurchmesser. So genannte Eigenschaftsfunktionen korrelieren dies mit den Eigenschaften, die von vorrangigem Interesse sind – diese können beispielsweise Rieselfähigkeit, Geschmack oder Auflösungszeit sein.

Die breit gefächerte Anwendung der Klassiermethoden in der Partikelcharakterisierung zeigt, dass die Partikelgröße oft wesentlicher Faktor ist. Doch die Partikelgröße allein reicht nicht aus, um Partikelphänomene wie Pulverströmung, Mischen, Abrasion oder biologische Reaktionen vollständig zu verstehen. Partikelform und Morphologie spielen ebenfalls eine bedeutende Rolle im Partikelsystem und folglich ist es ebenso wichtig, diese Eigenschaften zu charakterisieren und quantitativ beschreiben zu können.

Die Formparameter zusätzlich in die Eigenschaftsfunktionen zu integrieren, sollte eine bessere Korrelation mit der speziellen Eigenschaft des Partikelsystems ergeben. Beispielsweise würde die Kenntnis über die Größe von Schleifpartikeln und die Schärfe ihrer Kanten es ermöglichen, nicht nur zwischen frischen und benutzten Schleifpartikeln zu unterscheiden, sondern ebenfalls ihren abrasiven Effekt quantitativ mittels Eigenschaftsfunktion vorauszuberechnen.

ISO 13322-1 und ISO 13322-2 bilden einen Leitfaden zu Messungs-, Beschreibungs- und Beurteilungsmethoden, welche für Partikelgrößen genutzt werden, die mittels statischer beziehungsweise dynamischer Bildanalyse ermittelt wurden. Der umfangreiche industrielle Gebrauch an Bildanalyseverfahren fordert standardisierte Methoden der Messungen für die Charakterisierung von Größe, geometrischer Form und Morphologie von Partikeln.

Die Form eines Partikels ist die Umhüllung, welche durch alle Punkte auf der Oberfläche des Partikels definiert wird. Partikelmorphologie stellt die Erweiterung dieser einfachen Formbeschreibung dieser Art auf komplexere Beschreibungen dar, welche Charakteristiken, wie Porosität, Rauheit und Struktur beinhaltet.

Viele Verzeichnisse für Begriffe, die Beschreibungen für Partikelform und Morphologie in Worten wiedergeben, existieren bereits (siehe Abschnitt 5). Diese Deskriptoren mögen nützlich für die Klassifizierung oder Identifizierung von Partikeln sein, aber im Moment herrscht ein unzureichender Konsens über die Definition von Partikelform und Morphologie im quantitativen Hinsicht, was jedoch unabdinglich ist, um sie in Softwareprogramme zu implementieren. Eine künftige Überarbeitung dieses Teils der ISO 9276 kann dies abdecken.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil der ISO 9276 legt Regeln und Nomenklaturen für die Beschreibung und quantitative Darstellung der Form und Morphologie von Partikeln fest. Um eine umfangreichere Beschreibung von Partikeln und Partikelsystemen zu erreichen, kann die Angabe über die Partikelgröße zusammen mit anderen Informationen genutzt, aber in den meisten Fällen nicht ersetzt werden.

Die Mittelung der Formbeschreibung aller Partikel einer Probe hat sich als unzureichende Näherung herausgestellt. Zusätzlich zur Partikelgrößenverteilung (siehe auch ISO 9276-1) werden Verteilungen anderer Partikelcharakteristika benötigt.

Entscheidend für den Gebrauch einer Methode zur Partikelformbeschreibung ist ihre Relevanz im Hinblick auf die technologische Anwendung. Deshalb ist dieser Teil der ISO 9276 auf die Methoden begrenzt, welche in der industriellen Anwendung mit den physikalischen Eigenschaften korreliert werden können.

Das Ziel der Partikelanalyse ist es, eine adäquate Charakterisierungsmethode für eine spezielle Anwendung zu ermitteln. Dies schließt ein fundiertes Verständnis der Zusammenhänge zwischen Partikelcharakteristika und makroskopischen Produkt- und Prozesseigenschaften ein (oder zumindest eine Datenbank umfassender, empirisch bestimmter Daten).

Probleme in Form und Morphologie werden üblicherweise von dreidimensionaler Natur sein, aber jedoch sind die meisten Definitionen aufgrund des weit verbreiteten Gebrauchs von Bildanalysemethoden in diesem Teil der ISO 9276 für zwei Dimensionen gegeben.

Mit Hilfe der in Abschnitt 4 angegebenen Bewertungskriterien wurde aus der Vielzahl der in Abschnitt 5 beschriebenen Deskriptoren und Methoden eine minimale Anzahl an Formdeskriptoren in Abschnitt 8 abgeleitet. Diese ermöglichen einen direkten Vergleich verschiedener Geräte oder Methoden zur Formanalyse innerhalb der in Abschnitt 6 diskutierten Grenzen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 9276-1:1998, *Representation of results of particle size analysis — Part 1: Graphical representation (and its Technical Corrigendum ISO 9276-1:1998/Cor.1:2004)*

ISO 13322-1:2004, *Particle size analysis — Image analysis methods — Part 1: Static image analysis methods*

3 Symbole und Abkürzungen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Symbole nach ISO 13322-1 und ISO 9276-1, sowie die Folgenden.

In ISO 9276-1 wird das Symbol x als Bezeichnung für die Partikelgröße oder als Durchmesser einer Kugel gebraucht. Es ist jedoch bekannt, dass das Symbol d ebenfalls weithin genutzt wird, um diese Größen zu kennzeichnen. Deshalb kann das Symbol x in diesem Teil der ISO 9276 immer durch d ersetzt werden.

Andere Symbole für die Partikelgröße außer x oder d dürfen nicht benutzt werden.

A	Projektionsfläche
A_{box}	Fläche der Feret-Box
A_{c}	Fläche der das Partikel umgebenden, konvexen Hülle
b	Achsenabschnitt in der graphischen Darstellung zur Bestimmung der fraktalen Dimension
C	Zirkularität

CI	Globaler Oberflächenkonkavitätsindex
D_F	fraktale Dimension
d_{cmin}	Durchmesser des minimal beschriebenen Kreises
d_{imax}	Durchmesser des maximal beschriebenen Kreises
d_L	Abstand einer Serie von parallelen Linien [zum Gebrauch in der Cauchy-Crofton Formel (siehe A.1)]
E	Dicke
I_α	Anzahl von Abschnitten [zum Gebrauch in der Cauchy-Crofton Formel (siehe A.1)]
L_G	Geodätische Länge
N	Anzahl
P	Umfangslänge/Länge des Umfangs
P_C	Umfang der das Partikel umgebenden, konvexen Hülle
Rn	Rundheit
S	Oberfläche
V	Volumen
x_A	flächenäquivalenter Durchmesser des Partikels
x_E	Dicke eines sehr langen Partikels
x_{Fmax}	maximaler Feret-Durchmesser
x_{Fmin}	minimaler Feret-Durchmesser
x_{LF}	Feret-Durchmesser, senkrecht zu dem minimalen Feret-Durchmesser, im Allgemeinen bekannt als „Länge“
x_{LG}	geodätische Länge eines sehr langen Partikels
x_{Lmax}	Länge der Hauptachse der Legendre-Trägheitsellipse
x_{Lmin}	Länge der Nebenachse der Legendre-Trägheitsellipse
x_P	umfangäquivalenter Durchmesser des Partikels
x_S	oberflächenäquivalenter Durchmesser des Partikels
x_V	volumenäquivalenter Durchmesser des Partikels
α	Winkel oder Richtung
Ω_1	Robustheit
Ω_2	größter Konkavitätsindex
Ω_3	Konkavitäts-Robustheits-Verhältnis
ω	Anzahl an Erosionen (Wichtungskoeffizient)
Ψ	Sphärizität nach Wadell
ψ_{FP}	mittlere Konkavität

4 Kriterien für die Bewertung von Formbeschreibungsmethoden

Ein allgemeines Problem in der Formbeschreibung ist es, die Qualität des Verfahrens zu beurteilen. Nicht jede Methode ist für jede Art von Form oder Anwendung adäquat. Bisher existierten keine einheitlichen Beurteilungskriterien für diese Formbeschreibungsmethoden.

Kriterien für die Beurteilung von Form beschreibenden Methoden:

- *Handhabbarkeit*, welche beschreibt, wie einfach es ist, einen Formdeskriptor hinsichtlich Speicherbedarf und Berechnungszeit zu kalkulieren;
- *Anwendungsbereich*, welcher auf die Formklasse verweist, die mit dieser Methode beschrieben werden kann;
- *Eindeutigkeit*, welche angibt, ob eine eindeutige Beziehung zwischen den Formen und den Formdeskriptoren besteht;
- *Stabilität* und *Empfindlichkeit*, zeigen, wie empfindlich eine Formbeschreibung auf kleine Änderungen in der Partikelform reagiert.

Jedes Verfahren muss Deskriptoren mit einem spezifischen Maß an Komplexität nutzen. Im Allgemeinen können Deskriptoren als Zahlenwerte betrachtet werden, welche zur Beschreibung einer gegebenen Partikelform erstellt werden. Die Form kann nicht gänzlich von den Deskriptoren rekonstruiert werden, aber die Deskriptoren für verschiedene Formen müssen ausreichend verschieden sein, um eine Unterscheidung dieser zu ermöglichen.

Kriterien für Formdeskriptoren:

- *Invarianz unter Beachtung der Rotation und Reflektion* — für eine gegebene Partikelform muss der Zahlenwert der Deskriptoren der gleiche sein, ungeachtet der Orientierung der Partikel;
- *Invarianz unter Beachtung des Maßstabes* — für eine bekannte Partikelform muss der Zahlenwert der Deskriptoren ungeachtet der Partikelgröße gleich sein;
- *Unabhängigkeit* — wenn die Elemente des Deskriptors unabhängig sind, können einige entfernt werden, ohne dass die Notwendigkeit zur Neukalkulation der verbleibenden besteht;
- *Effektivität* — es ist erstrebenswert, die Deskriptoren hinsichtlich ihrer Anwendung zur Partikelformbeschreibung ökonomisch einzusetzen.

Die obigen drei Invarianzbedingungen (bezüglich Rotation, Reflexion und Maßstab) garantieren, dass das Ergebnis der Formanalyse nicht von den Parametern der Analyse beeinflusst wurde und unabhängig von der Partikelgröße ist. Allerdings muss betont werden, dass die Partikelgröße bei bestimmten Forminformationen von praktischer Bedeutung sein kann, wie im Fall der Oberflächenrauigkeit. Die Größe sollte deshalb bei diesen Deskriptoren mit angegeben werden.

Die Robustheit der Formdeskriptoren unter Beachtung von Dichte, Translation und Rotation des Messpunkterasters erlaubt eine Aussage darüber, ob es akzeptabel ist, Messergebnisse verschiedener Algorithmen oder verschiedener Bildanalysen zu vergleichen [1].

5 Klassifizierung von Methoden und Deskriptoren

5.1 Allgemeine Klassifizierung

Methoden der Formbeschreibung können, genau wie die verschiedenen Formdeskriptoren selbst, entsprechend diverser Kriterien klassifiziert werden. Ein Weg der Unterteilung von Formdeskriptoren ist es, zu unterscheiden, ob sie qualitativer oder quantitativer Natur sind:

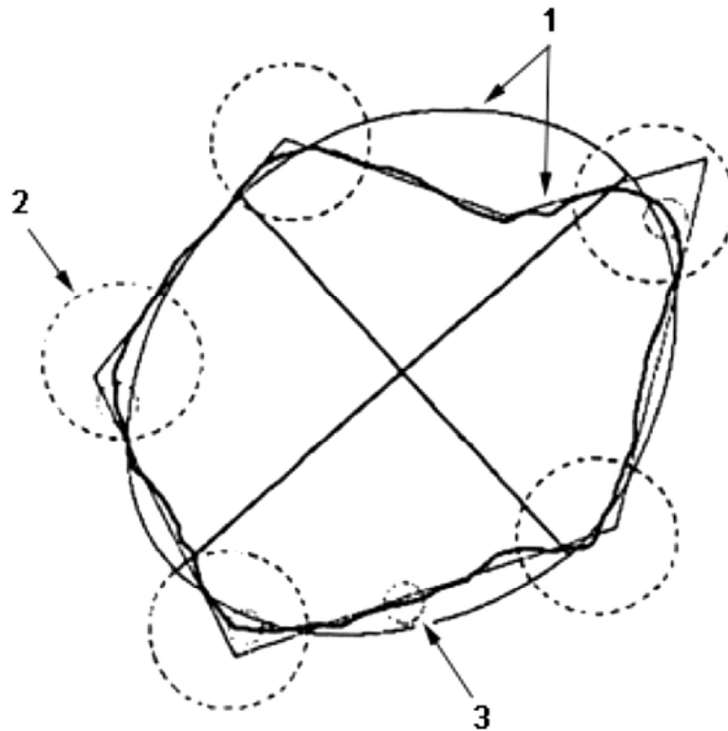
- a) Qualitative Beschreibung, das heißt Beschreibung mit Worten wie „nadelförmige Partikel“ und „Oblatenform“. Beispiele dieser Art der Formcharakterisierung sind im „US Pharmacopoeial Convention“ [2], in ASTM F 1877 [3] und einem Glossar des „NIST Center for Analytical Chemistry [4]“ aufgelistet;
- b) Quantitative Beschreibung: im folgenden Text werden die Formdeskriptoren als Werte verstanden, welche mittels mathematischer oder numerischer Verfahren aus Partikelabbildungen oder physikalischen Partikeleigenschaften ermittelt werden können.

5.2 Kategorien der Formbeschreibung

Für das bessere Verständnis der Partikelformbeschreibung ist es wichtig, Definitionen festzulegen, welche die grundlegenden Charakteristika eines beliebigen (arbiträren) Objekts berücksichtigen. Die Form eines beliebigen Objektes kann auf vielerlei Weise definiert werden. Eine solche Definition beschreibt die Form als ein binäres Bild, welches die Ausdehnung des Partikels darstellt. Dies kann als die Silhouette des Partikels angesehen werden. Barrett [5] erkennt drei potentielle, unabhängige Partikelformmöglichkeiten (siehe Bild 1):

- *Form*, welche die geometrischen Proportionen des Partikels widerspiegelt;
- *Rundheit*, welche den Radius der Wölbung an den Partikelkanten wiedergibt;
- *Oberflächenstruktur*, welche als definierte, lokale Rauigkeit heran gezogen wird, wie sie nur an Ecken und Kanten zwischen Ecken auftritt.

Diese Partikelformigenschaften mögen für eine komplette Beschreibung der Form eines einzelnen Partikels nicht ausreichen und von verschiedenen Autoren auch anders definiert werden. Doch sie geben einen guten Ansatz, wie Formparameter in verschiedenen Größenebenen gemessen werden können. Drei korrespondierende Kategorien können folglich unterschieden werden: die Makroform, Mesoform und Mikroform.



Legende

- 1 Form
- 2 Rundheit
- 3 Oberflächenstruktur

Bild 1 — Veranschaulichung von Form, Rundheit und Oberflächenstruktur [6]

Die *Makrodeskriptoren* dienen der Darstellung der gesamten, äußeren Form des Partikels, die über die geometrischen Proportionen des Partikels bestimmt wird. Im Allgemeinen, werden einfache, geometrische Deskriptoren genutzt, welche über Größenmessungen anhand der Partikelsilhouette ermittelt werden. Die niedrigeren Fourier-Deskriptoren können ebenfalls als Makrodeskriptoren angesehen werden.

Die *Mesodeskriptoren* liefern Informationen über Details in der Partikelform und/oder der Oberflächenstruktur, welche bezüglich der Größenordnung nicht viel kleiner als die Partikelproportionen sind, so z. B. Barrett [5] — Rundheit und Konkavität.

Die folgenden Mesodeskriptoren können unterschieden werden:

- a) Morphologische Deskriptoren, aus welchen sich Robustheit und maximaler Konkavitätsindex ermitteln lassen;
- b) Konkavitätenbaum, welcher allgemeine Erkenntnisse über die Organisation der Konkavität und deren Komplexität liefert;
- c) Eckigkeitsdeskriptoren, welche die Teile der Kontur definieren, die am Prozess der Abrasion aktiv teil haben:
 - 1) ein Kantigkeitsfaktor (Winkeligkeitsfaktor), welcher die Spitzen der Ecken selektiert, die mit der konvexen Hülle koinzidieren, weil sie Punkte sind, welche in Kontakt mit der Oberfläche anderer Partikel kommen,
 - 2) ein quadratischer Spike-Parameter, welcher jene Ecken berücksichtigt, die außerhalb des flächen-äquivalenten Kreises liegen, dessen Zentrum auf dem Flächenschwerpunkt des Partikels liegt,
 - 3) Tangentengleiten, welches Informationen über die Anzahl an schneidenden Kanten und ihrer Schärfe bezüglich der charakteristischen Wellenform liefert;