

19



Octrooiraad  
Nederland

11 Publikatienummer: **9301446**

12 **A TERINZAGELEGGING**

21 Aanvraagnummer: **9301446**

22 Indieningsdatum: **20.08.93**

51 Int.Cl.<sup>6</sup>:  
**G01N 15/14, G01N 21/27,  
G06K 9/74, G02B 27/42**

43 Ter inzage gelegd:  
**16.03.95 I.E. 95/06**

71 Aanvrager(s):  
**Technische Universiteit Delft te Delft en  
Stichting voor de Technische Wetenschappen  
te Utrecht**

72 Uitvinder(s):  
**Camiel Marie Godfried Heffels te Delft**

74 Gemachtigde:  
**Ir. L.C. de Bruijn c.s.  
Nederlandsch Octroobureau  
Scheveningseweg 82  
2517 KZ 's-Gravenhage**

54 **Werkwijze en inrichting voor het meten van vormeigenschappen van deeltjes**

57 Voor het meten van vormeigenschappen van deeltjes richt men een lichtbundel (bij voorkeur laserbundel) op een transparante cel met daarin stromende deeltjes en meet men de intensiteit van het door het deeltjes verstrooide licht met behulp van een fotodiodedetector of een masker met programmeerbare lichtsluizen, bestaande uit één of meer concentrische ringen of deelringen waarvan er ten minste één is voorzien van één of meer afgezonderde segmenten. De ringen en de afgezonderde segmenten zijn gekoppeld aan een energiemeter waarvan de signaalamplitudes statistisch worden bewerkt tot amplitudeklassen. De vormeigenschappen worden bepaald uit een grafische of numerieke vergelijking van de amplitudeklassen.

NL A 9301446

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

Werkwijze en inrichting voor het meten van vormeigenschappen van deeltjes.

In de eerste instantie heeft de uitvinding betrekking op een werkwijze voor het meten van vormeigenschappen van deeltjes.

Het is bekend de verdeling van deeltjesgrootte te bepalen door middel van lichtverstrooiing. Daarbij wordt een laserbundel door een transparante cel met daarin stromende deeltjes gericht en wordt de intensiteit van het door de deeltjes verstrooide licht bepaald met behulp van een fotodiodedetector bestaande uit een aantal concentrische ringen of delen van ringen die zijn gekoppeld aan een energiemeter. De fotodiodedetector is een schijf uit halfgeleidermateriaal en de ringen zijn gevormd door scheidingslijnen op het halfgeleidermateriaal te etsen en daardoor de ringen van elkaar te isoleren.

De lichtintensiteitsfluctuaties kunnen statistisch worden bewerkt en de resultaten (bijvoorbeeld grafische resultaten) zijn daarvan een indicatie voor de verdeling van de grootte van de deeltjes. Gewezen wordt op het artikel in het tijdschrift Applied Optics, vol. 30, blz. 4818-4823, 1991 met de titel Deconvolution of Light Scattering Patterns by Observing Intensity Fluctuations van de hand van de auteurs A. Boxman, H.G. Merkus, P.J.T. Verheijen en B. Scarlett.

Uit de fluctuaties van de lichtintensiteit van door deeltjes verstrooid licht is echter ook informatie over de vorm van de deeltjes af te leiden. Bij een aantal individuele processen wordt de deeltjesgrootte als regelparameter gebruikt en bij verschillende van deze processen is de vorm van de deeltjes even belangrijk en wellicht belangrijker dan alleen de grootte van de deeltjes. Voorbeelden zijn maalprocessen en industriële kristallisatieprocessen, waarbij agglomeratie, onderling afslijten van de deeltjes en het effect van additieven van belang zijn voor de kristalvorm.

Omdat signaalfunctuaties afkomstig van een detectorelement niet alleen van het aantal deeltjes doch ook van de vorm van de deeltjes afhankelijk is, zal men in geval van deeltjes waarvan de vorm zich kan wijzigen, bij het vaststellen van de deeltjesgrootteverdeling ook met de deeltjesvorm rekening moeten houden.

De uitvinding beoogt nu een werkwijze voor het meten van vormeigenschappen van deeltjes te verschaffen onder toepassing van apparatuur die grotendeels bekend is voor het vaststellen van de deeltjesgrootteverdeling.

9 3 0 1 4 4 6

Volgens de uitvinding is de werkwijze hiertoe gekenmerkt doordat men een lichtbundel op een transparante cel met daarin stromende deeltjes richt en de intensiteit van het door de deeltjes verstrooide licht meet met behulp van een fotodiodedetector of een masker met programmeerbare  
5 lichtsluizen bestaande uit een of meer concentrische ringen of deelringen waarvan er tenminste één is voorzien van één of meer afgezonderde segmenten, waarbij de ringen en afgezonderde segmenten zijn gekoppeld aan een energiemeter waarvan de signaalamplitudes statistisch worden bewerkt tot amplitudeklassen en de vormeigenschappen worden bepaald uit de grafische  
10 of numerieke vergelijking van die amplitudeklassen.

De amplitude van de signalen van een of meer ringen en de amplitude van de signalen van een of meer afgezonderde segmenten kunnen tot een amplitudefrequentieverdelingsgrafiek worden bewerkt waarbij de vormeigenschappen worden bepaald uit het verschil in amplitudefrequentieverdeling  
15 van signalen afkomstig van de ring of ringen en signalen afkomstig van het afgezonderde segment c.q. de afgezonderde segmenten.

Een andere mogelijkheid is dat de amplitude van de signalen van een aantal afgezonderde segmenten van een ring tot een correlatiegrafiek worden bewerkt en de vormeigenschappen worden bepaald uit de vorm van  
20 deze grafiek.

Ook heeft de uitvinding betrekking op een inrichting voor het meten van de vormeigenschappen van deeltjes. Op zichzelf is een inrichting bekend die bestaat uit een licht- of laserbron voor het opwekken van een licht- of laserbundel, een transparante cel voor het doorleiden van deeltjes, een fotodiodedetector of masker met programmeerbare lichtsluizen  
25 bestaande uit een of meer ringen die zijn gekoppeld aan een energiemeter, en rekenmiddelen om signaalamplitudes statistisch te bewerken tot amplitudeklassen. Nieuw is dat op tenminste één van de ringen segmenten zijn afgezonderd die zijn gekoppeld aan de energiemeter, en dat de rekenmiddelen de amplitudes afkomstig van signalen van de ringen en afkomstig van  
30 signalen van de afgezonderde segmenten tot amplitudeklassen kan verwerken.

Tenslotte heeft de uitvinding betrekking op een fotodiodedetector of een programmeerbaar masker. Bekend is dat de fotodiodedetector een  
35 aantal concentrische ringen of delen van ringen heeft waarbij elke ring koppelbaar is aan een energiemeter. Bij een masker is sprake van een aantal concentrische ringvormige of deelringvormige programmeerbare lichtsluizen door welke de lichtbundel, gekoppeld aan een energiemeter, wordt gemeten, zoals beschreven in US-A-4735487 en DE-A-3538413. In beide

gevallen is het volgens de uitvinding nodig dat op tenminste één van de ringen of delen van ringen één of meer segmenten zijn afgezonderd die eveneens aan de energiemeter zijn te koppelen.

De uitvinding zal nu nader worden toegelicht met behulp van de 5 figuren.

Figuur 1 toont een schematische weergave van een laserdiffractie-apparaat toe te passen bij de werkwijze volgens de uitvinding.

Figuur 2 toont een aanzicht van een fotodiodedetector toegepast bij de inrichting volgens figuur 1.

10 Figuur 3 toont een grafische voorstelling van de signaalenergie afgezet tegen de ringnummers en wel voor zowel bolvormige als blokvormige deeltjes van gelijke grootte.

Figuur 4 toont een grafische voorstelling van de signaalenergie afgezet tegen het nummer van het wigvormig deel op een ring en wel achtereenvolgens voor een enkel bolvormig deeltje, een enkel ellipsoïdevormig deeltje en een enkel blokvormig deeltje.

Figuur 5 is een grafische voorstelling van de signaalamplitudedefrequentieverdeling in geval van één vezelvormig deeltje en 200 uitlezingen van de detector.

20 Figuur 6 geeft een grafische voorstelling van de signaalfrequentieverdeling in geval van 25 deeltjes en 200 uitlezingen van de detector.

Figuur 7 toont een correlatiegrafiek voor bolvormige, kubusvormige en ellipsoïdevormige deeltjes gebaseerd op een simulatie met 25 identieke deeltjes en 200 uitlezingen.

25 Een in figuur 1 weergegeven apparaat omvat een laser 1 die via een "beam expander" 2 een laserbundel werpt op een transparante optische cel 3 waardoor deeltjes stromen die aan vormmeting moeten worden onderworpen. Het door de deeltjes verstrooide licht wordt door een Fourier-lens 4 gefocussed op een fotodiodedetector 5 die op brandpuntsafstand van de 30 Fourier-lens 4 is geplaatst. Zoals figuur 2 toont bestaat de detector 5 uit een schijf die is opgebouwd uit een aantal (bijvoorbeeld 32) concentrische ringen 6 elk verdeeld in een aantal (bijvoorbeeld 64) wigvormige delen 7. De ringen 6 evenals de wigvormige delen 7 zijn door het etsen van de bovenlaag van het detectormateriaal van elkaar gescheiden. In het 35 midden van de detectorschijf is een gaatje 8 aangebracht. Het door dit gaatje gaande licht wordt via een lensensysteem 9 naar een obscuratiedetector 10 gevoerd.

Elk van de ringen 6 en elk van de wigvormige delen 7 is gekoppeld aan een energiemeter 11 dat de door een ring c.q. wigvormig deel afgege-

9301446

ven energie meet en de daarbij behorende energie-amplitudesignalen doorgeeft aan een rekenapparaat 12 voor statistische bewerkingen.

De ringen 6 geven signalen waaruit de radiale intensiteitsverdeling wordt bepaald en de wigvormige delen 7 geven signalen waaruit 5 azimuthale fluctuaties kunnen worden afgeleid.

Een signaal  $L_i^k$  van de schijf is afkomstig van een wigvormig deel met nummer  $i$  dat is gelegen op een ring met nummer  $k$ .

Figuur 3 toont grafisch het verband tussen het ringnummer en de energie-amplitude bij bolvormige deeltjes en blokvormige deeltjes.

10 Figuur 4 toont grafisch het verband tussen het wignummer en de energie-amplitude bij bolvormige deeltjes, ellipsoïdale deeltjes en blokvormige deeltjes bij vaste oriëntatierichting op de grootste ring.

Door de cel 3 stromen tegelijkertijd deeltjes met zeer verschillende oriëntatierichtingen. Het signaal van een wigvormig deel voor een stel 15 deeltjes is een lineaire combinatie van de wigsignalen van een enkel deeltje. De signaalfuncties afkomstig van een enkel detectorelement houden niet alleen verband met het statistische aantal deeltjes in de cel 3 maar ook met de vorm van de deeltjes. De signaalvariatie afkomstig van 20 wijze waarop de gemeten wigsignalen worden vergeleken met de gemeten ringsignalen volgt uit de signaalamplitudedefrequentieverdeling (SDF = signal frequency distribution).

Wanneer de deeltjes bolvormig zijn houdt de breedte van de frequentieverdeling verband met het aantal deeltjes in de cel (Poisson-statistiek) 25 en met de niet-uniforme intensiteitsverdeling van de laserbundel.

Wanneer de amplitudedefrequentieverdeling voor ringsignalen gelijk is aan de amplitudedefrequentieverdeling voor de signalen van een wigvormig deel geldt:  $SDF(L_i^k) = SDF(L^k)$  en gaat het om bolvormige deeltjes.

Ingeval de deeltjes niet bolvormig zijn en energievariaties in de 30 Azimut-richting produceren is bovenstaande vergelijking niet meer geldig.

In de figuren 5 en 6 zijn signaalfrequentieverdelingen weergegeven voor signalen afkomstig van vezelvormige deeltjes. Bij het samenstellen van deze grafiek is uitgegaan van een Gausse-laserbundelprofiel (zie Optics Communication 90 (1992) 1-6, Comparison of the diffraction theory and the generalized Lorenz Mie theory for a sphere arbitrarily located 35 into a laser beam, auteur G. Gréhan et al.).

Er blijkt een duidelijk verschil in signaalfrequentieverdeling te bestaan wanneer het aantal deeltjes in de cel verandert. Een groter aantal deeltjes in de cel doet de mediaanwaarde van de verdeling verschuiven

naar grotere signaalwaarden en de verdeling gaat meer en meer op een Gausse-verdeling lijken.

Figuur 7 is een correlatiegrafiek van bolvormige, kubusvormige en ellipsoïde deeltjes gebaseerd op een simulatie met 25 identieke deeltjes en 200 opeenvolgende uitleesopnames. De signalen van de buitenste ring zijn gebruikt. De correlatieberekening van signalen op een van segmenten verdeelde ring levert informatie over de feitelijke gemiddelde deeltjesvorm.

Wezenlijk voor de uitvinding is dat op tenminste één ring tenminste één segment is afgezonderd en dat de verdeling van de amplitudedefrequentie van de signalen, die van het segment afkomstig zijn, wordt vergeleken met de verdeling van de amplitudedefrequentie van de signalen die van de betreffende ring afkomstig zijn.

Indien een ring wordt onderverdeeld in segmenten wordt door vergelijking van de verdelingen van de amplitudedefrequenties informatie over de deeltjesvorm verkregen waarbij de grootte van de deeltjes constant moet zijn.

Door alle ringen in wigvormige delen te verdelen kan het vormmeetapparaat gevoelig worden voor een deeltjesgroottebereik.

De bepaling van de vorm van de deeltjes is op zich van belang voor de bepaling van de deeltjesgrootte. Ingeval de deeltjes een langgerekte vorm hebben zal de bepaling van de deeltjesgrootte onnauwkeuriger worden. Door op een ring een of meer wiggen (segmenten) af te zonderen, kan bij elke deeltjesgroottebepaling worden vastgesteld of de vorm van de deeltjes sterk van de bolvorm afwijkt. Als dat het geval is zal de deeltjesgroottebepaling onnauwkeurig zijn.

Niet uitgesloten is dat de cel 3 zich tussen de lens 4 en de detector 5 bevindt en dat door verschuiving van de cel de grootte van het verstrooiingspatroon kan worden geregeld. Door verplaatsing van de cel kan bij toepassing van een detector met een in wiggen verdeelde ring een gunstige energiepiek worden gezocht.

De mogelijkheid bestaat van een detectorschijf waarvan alle ringen van een afgezonderde segment zijn voorzien en alle segmenten radiaal op elkaar volgen.

In plaats van een fotodiodedetector kan gebruik worden gemaakt van een programmeerbaar masker waar ringvormige programmeerbare lichtsluizen (light valves) in de vorm van LCD's evenals wigvormige segmenten daarin zijn vastgelegd.

CONCLUSIES

1. Werkwijze voor het meten van vormeigenschappen van deeltjes, met het kenmerk, dat men een lichtbundel op een transparante cel met daarin  
5 stromende deeltjes richt en de intensiteit van het door de deeltjes ver-  
strooide licht meet met behulp van een fotodiodedetector of een masker  
met programmeerbare lichtsluizen bestaande uit een of meer concentrische  
ringen of deelringen waarvan er tenminste één is voorzien van één of meer  
afgezonderde segmenten, dat de ringen en afgezonderde segmenten zijn  
10 gekoppeld aan een energiemeter waarvan de signaalamplitudes statistisch  
worden bewerkt tot amplitudeklassen en de vormeigenschappen worden be-  
paald uit de grafische of numerieke vergelijking van die amplitudeklas-  
sen.

2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de amplitude  
15 van de signalen van een of meer ringen en de amplitude van de signalen  
van een of meer afgezonderde segmenten tot een amplitudefrequentieverde-  
lingsgrafiek worden bewerkt en de vormeigenschappen worden bepaald uit  
het verschil in amplitudefrequentieverdeling van signalen afkomstig van  
de ring of ringen en signalen afkomstig van het afgezonderde segment of  
20 de afgezonderde segmenten.

3. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de amplitude  
van de signalen van een aantal afgezonderde segmenten van een ring tot  
een correlatiegrafiek worden bewerkt en de vormeigenschappen worden be-  
paald uit de vorm van deze grafiek.

25 4. Inrichting voor het meten van de vormeigenschappen van deeltjes,  
omvattende een lichtbron voor het opwekken van een lichtbundel, een  
transparante cel voor het doorleiden van deeltjes, een fotodiodedetector  
of masker met programmeerbare lichtsluizen bestaande uit een of meer  
ringen die zijn gekoppeld aan een energiemeter, en rekenmiddelen om sig-  
30 naalamplitudes statistisch te bewerken tot amplitudeklassen, met het  
kenmerk, dat op tenminste één van de ringen één of meer segmenten zijn  
afgezonderd die zijn gekoppeld aan de energiemeter, en dat de rekenmidde-  
len de amplitudes afkomstig van de signalen van de ringen en de amplitu-  
des afkomstig van de signalen van de afgezonderde segmenten tot amplitu-  
35 deklassen kan verwerken.

5. Fotodetectorarray omvattende een aantal concentrische ringen of  
delen van ringen heeft waarbij elke ring koppelbaar is aan een energieme-  
ter, met het kenmerk, dat op tenminste één van de ringen of delen van  
ringen één of meer segmenten zijn afgezonderd die eveneens aan de ener-

giemeter zijn te koppelen.

6. Masker met een aantal concentrische ringvormige of deelringvormige programmeerbare lichtsluizen door welke een lichtbundel met een detector, gekoppeld aan een energiemeter, kan worden gemeten, met het  
5 kenmerk, dat op tenminste één van de ringen of deelringen één of meer segmenten zijn afgezonderd, door welke een lichtbundel met een detector, gekoppeld aan een energiemeter, kan worden gekoppeld.



fig-1

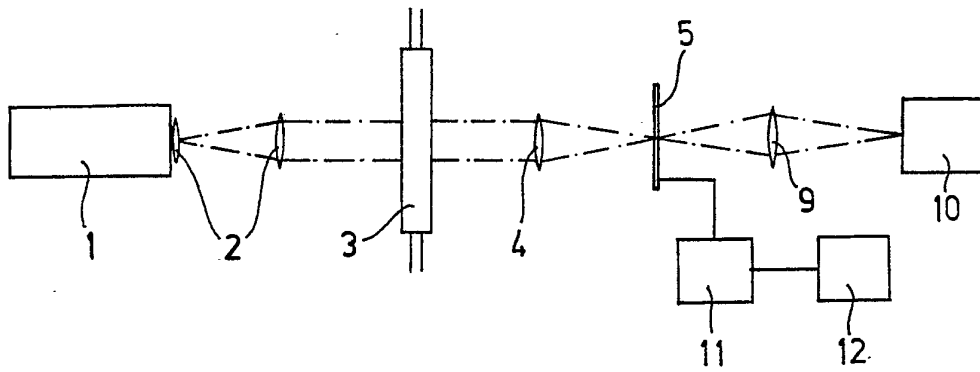
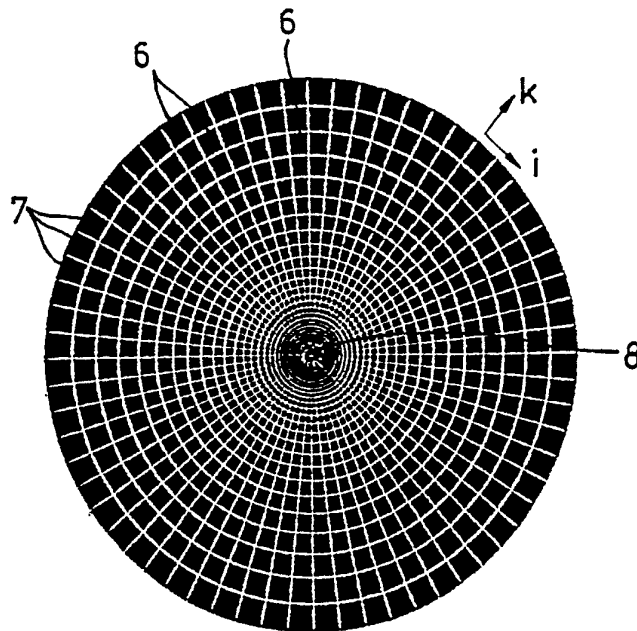


fig-2



9301446

fig-3

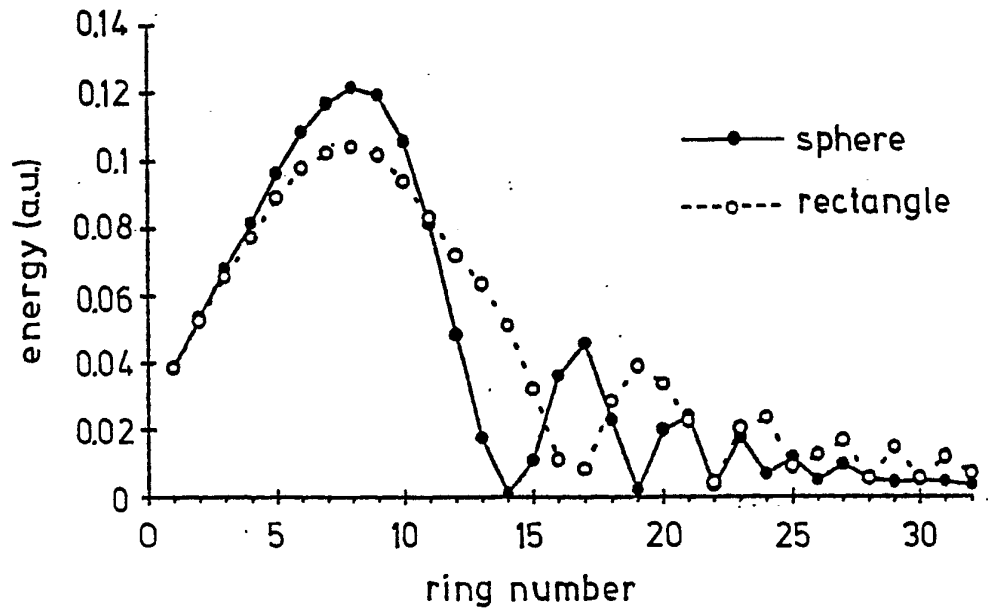


fig-4

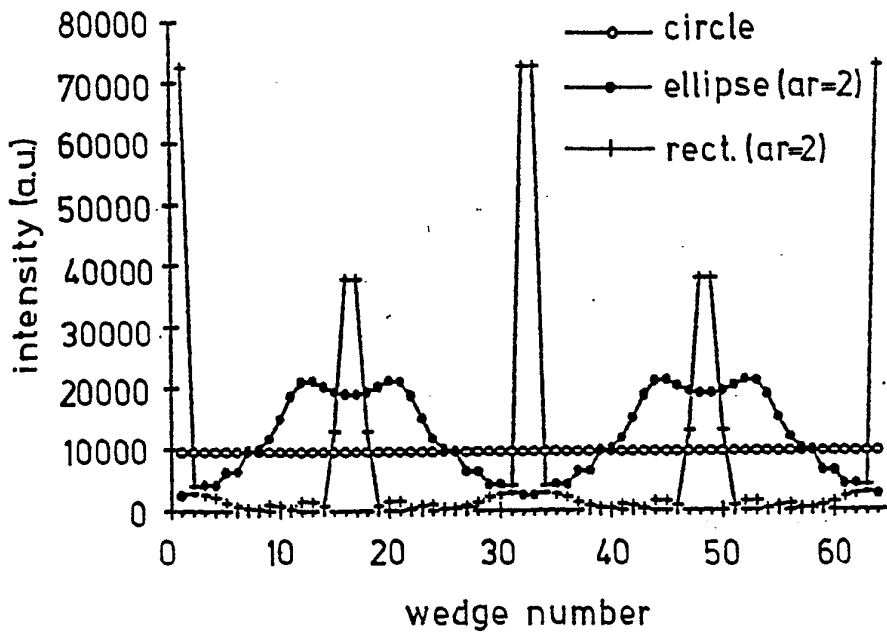


fig - 5

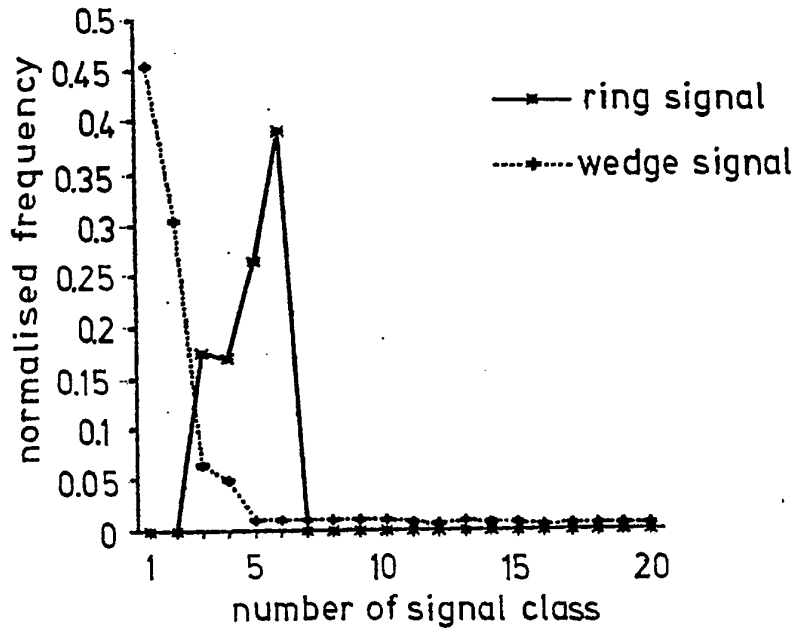


fig - 6

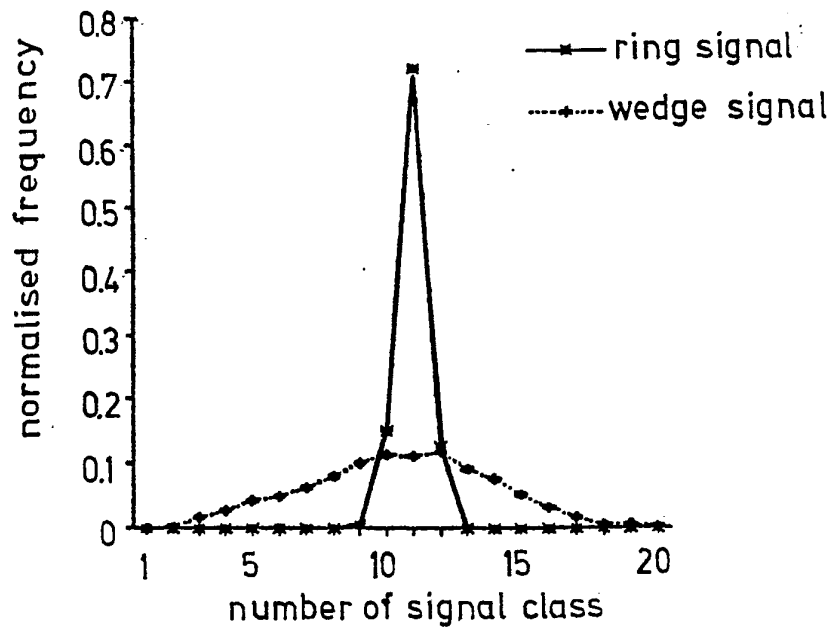


fig-7

