



Teilchengrößenanalysator

TGZ 3

Gebrauchsanweisung

G 34-902-d

Vor dem Studium der Gebrauchsanweisung des TGZ 3 empfehlen wir, die beiliegende Druckschrift 34-901 zu lesen, die über die apparativen und theoretischen Grundlagen des Teilchengrößen-Analysators Auskunft gibt.

## Welche Aufnahmen sind auswertbar ?

Zur Auswertung mit dem TGZ 3 sind alle Aufnahmen geeignet, die Teilchengemische, Kernegefüge in Schlifflen oder Oberflächen und dergleichen wiedergeben, deren Einzelpartikel in den Aufnahmen eindeutig sichtbar sind, d.h. deutliche Konturen zeigen. Bei feindispersen Stoffen ist die Präparation deshalb so vorzunehmen, daß die Teilchen möglichst einzeln liegen, oder nur so schwach agglomerieren, daß man die Ausdehnung der aneinander oder übereinander liegenden Teilchen noch mit hinreichender Sicherheit abschätzen kann. Treten trotzdem dazwischen undurchsichtige Agglomerationen auf, so sind diese von der Auswertung auszuschließen.

## Vergrößerung der Aufnahmen

In allgemeinen wird es nicht zweckmäßig sein, die Negative selbst auszuwerten, sondern eine Vergrößerung davon. Diese Vergrößerung ist auf möglichst dünnes Photopapier<sup>x)</sup> oder Transparent-Folien in Format von maximal 30 x 30 cm vorzunehmen. Der Vergrößerungsmaßstab ist so hoch zu wählen, daß die kleinsten Teilchen möglichst nicht kleiner als 1,2 µm, die größten nicht größer als 27,7 µm werden. Sind die größten Teilchen mehr als 23 x größer als die kleinsten, so muß in zwei oder mehr Stufen angewertet werden. Durch Umschalten des Meßbereiches (Fig. 2, Pos. 5) läßt sich zwar der Durchmesser der Meßmarke bis auf 0,4 µm verringern;

x) z.B. Photokopierpapier für Vergrößerung

die Ausdehnung der Aufschlagstelle bringt es jedoch mit sich, daß man unterhalb 1 mm nicht mehr sicher messen kann. Es wird deshalb empfehlenswert sein, in den seltenen Fällen, in denen die interessierenden Teilchen im Durchmesser um mehr als 1 : 23 schwanken, mehrere verschieden hoch vergrößerte Aufnahmen auszuwerten, wobei in der höchsten Vergrößerung die kleinsten Teilchen nicht kleiner als 1,2 mm und in der niedrigsten Vergrößerung die größten Teilchen nicht größer als 27,7 mm sind.

### Einschalten des TGZ 3

Das Gerät wird über das Netzkabel (Fig. 2, Pos. 9) an 220 V Wechselspannung, 50-60 Hz angeschlossen. Für andere Wechselspannungen ist ein Vorschalttransformator zu verwenden, der mit einer Dauerleistung von min. 100 W belastbar sein muß. Entsprechende Trafos sind von GZ lieferbar. Der Fußschalter (Fig. 2, Pos. 10) wird über den Tuchelstecker (Fig. 2, Pos. 7) mit dem Gerät verbunden.

Nach Einschalten des Netzschalters (Fig. 2, Pos. 1) müssen folgende Lampen aufleuchten:

1. die Lampe für die Meßmarke (Fig. 1, Pos. 10)
2. die beiden Lampen für die Umfeldbeleuchtung (Fig. 1, Pos. 3 und Fig. 2, Pos. 2)
3. zwei der vier Anzeigelampen des Betriebszustandes (Fig. 1, Pos. 5 und 6).

### Welcher Betriebszustand ist einzustellen?

Der TGZ 3 hat 3 einstellbare Meßarten, die sich in je 2 Zustände umschalten lassen:

- 1) der Zusammenhang zwischen dem Durchmesser der Meßmarke und der Zählwerknummer;

Mit Schalter 4 in Fig. 2 umschaltbar in folgende zwei Zustände:

1. Der Durchmesser der Meßmarke steigt linear mit der Zählwerknummer. Im Anzeigefeld des Betriebszustandes leuchtet "lin" auf.
2. Der Durchmesser der Meßmarke steigt exponentiell mit der Zählwerknummer. Im Anzeigefeld des Betriebszustandes leuchtet "exp" auf.

B) Die Wiedergabe des Zusammenhangs zwischen Zahl und Durchmesser der Teilchen: Es kann die "Verteilungskurve" oder "Summenkurve" registriert werden. Umschaltbar mit Schalter 4 in Fig. 1.

1. Wird die Verteilungskurve registriert, so leuchtet im Anzeigefeld des Betriebszustandes "E" auf.
2. Wird die Summenkurve registriert, so leuchtet im Anzeigefeld des Betriebszustandes " $\Sigma$ " auf.

C) Meßbereiche:

Der Meßmarkendurchmesser ist im Normalbereich zwischen 1,2 und 27,7 mm oder im verkleinerten Meßbereich von 0,4 bis 9,2 mm variabel. Die Umschaltung erfolgt mit den Knöpfen 5 in Fig. 2.

1. Normalbereich ist eingeschaltet, wenn der untere Knopf eingedrückt ist.
2. Der verkleinerte Meßbereich ist eingeschaltet, wenn der obere Knopf eingedrückt ist.

Durch Kombination der Schalterstellungen ergeben sich demnach 8 Betriebszustände, die sich entsprechend den obigen Erläuterungen wie folgt charakterisieren lassen:

1. lin, E. norm.
2. exp, E. norm.
3. lin,  $\Sigma$ , norm.

4. exp,  $\Sigma$ , norm.
5. lin, E, verkl.
6. exp, E, verkl.
7. lin,  $\Sigma$ , verkl.
8. exp,  $\Sigma$ , verkl.

Welche Betriebsart man für die Messungen einstellt, hängt von dem vorliegenden Problem ab. Einige Hinweise sollen die Auswahl erleichtern:

Zu A)

"lin" oder "exp"?

"lin" wird man einschalten, wenn nur ein schmales Teilchengrößenspektrum vorliegt. Vergrößerung so hoch wählen, daß die größten Teilchen gerade noch gemessen werden können.

"exp" wird man einstellen, wenn ein breites Teilchengrößenspektrum vorliegt. Vergrößerung so hoch wählen, daß die größten und kleinsten Teilchen gut meßbar sind.

Zu B)

Verteilungskurve "E" oder Summenkurve " $\Sigma$ " ?

"E" wird man einstellen, wenn festgestellt werden soll, ob und wo Häufigkeitsmaxima vorliegen, deren Höhen verglichen werden sollen.

" $\Sigma$ " wird man einstellen, wenn der relative Anteil von Teilchen bestimmter Größenintervalle ermittelt werden soll.

Zu C)

Normaler (1,2 bis 27,7 mm) oder verkleinerter (0,4 bis 9,2 mm)

Meßbereich ?

Den normalen Meßbereich wird man einstellen, wenn die Teilchen

im Durchmesser um nicht mehr als den Faktor 23 schwanken.

Wenn größere Schwankungen als 1:23 vorliegen, müssen wie erwähnt, zwei oder mehr verschieden stark vergrößerte Bilder ausgewertet werden.

Der kleine Meßbereich in Kombination mit der Einstellung "lin" ist dann zu empfehlen, wenn zwar alle Teilchen mit dem Normal-Meßbereich erfaßt werden könnten, aber im Durchmesserbereich von ca. 3 mm bis 9 mm besonders genaue Messungen vorgenommen werden sollen.

## Der Meßvorgang

Zunächst werden alle Zählwerke durch Eindrücken der roten Tasten auf Null gestellt und der Wert des Summenzählwerks (Fig. 1, Pos. 7), das nicht auf Null rückstellbar ist, wird notiert. Beim Zurückstellen der Einzelzählwerke achten Sie bitte darauf, daß alle drei Stellen gleichmäßig auf Null stehen, anderenfalls muß man mehrfach auf den roten Knopf drücken.

Nun wird das vergrößerte Bild auf das Pult gelegt und sowohl die Meßmarkenhelligkeit als auch die Umfeldbeleuchtung mit den Reglern (Fig. 2, Pos. 3 bzw. Fig. 1, Pos 1) so eingestellt, daß man einerseits die Meßmarke klar erkennen kann, andererseits aber auch das Umfeld noch gut übersieht. Bei Transparentfolien wird man den Raum weitgehend verdunkeln. Bei Papiervergrößerungen hat sich eine schwache Raumbelichtung als angenehm erwiesen.

Nun beginnt der eigentliche Meßvorgang:

Man verschiebt die Aufnahme mit der Hand auf dem Pult, bis der Schwerpunkt eines Teilchens ungefähr auf die Mitte der Meßmarke fällt. Nun engt man durch Drehen am linken oder rechten Handrad (Figl. 1, Pos. 2 bzw. 8) die Meßmarke so lange ein, bis die

kreisrunde Meßmarke mit dem meist nicht runden Teilchenbild flächengleich wird; d.h. die über die Meßmarke hinausragenden Flächenabschnitte der Partikel müssen denjenigen Flächenabschnitten der Meßmarke gleich gemacht werden, die außerhalb der Teilchenbegrenzung liegen.

Natürlich können mit dem TGZ 3 auch statistische Untersuchungen über Längen oder Breiten stäbchenförmiger Teilchen durchgeführt werden, wobei dann der Meßmarkendurchmesser gleich der Länge oder der Breite der Teilchen gemacht wird.

Hat man den Abgleich durchgeführt, so drückt man auf den Fußtaster. Damit wird der Zählvorgang ausgelöst, und das Teilchen wird durch den herunterschlagenden Markierstift (Fig. 1, Pos. 9) gelocht. Die Aufnahme muß dabei so gehalten werden, daß die Hand den Markierhammer in seiner Bewegung nicht behindert. Wenn der Markierhammer zu stark und damit zu laut aufschlägt oder aber so schwach, daß keine deutliche Lochung erfolgt, so kann man den Aufschlag durch ein Potentiometer regulieren, dessen geschlitzte Achse hinter dem linken Handrad zugänglich ist.

Nun verschiebt man die Aufnahme auf dem Pult, bis ein neues Teilchen auf die Meßmarke fällt und man den nächsten Abgleich beginnen kann. Mit einiger Übung kann man 1-2 Teilchen pro Sekunde abgleichen. Da eine Aufnahme selten mehr als 1000 Teilchen wiedergibt, benötigt man zur Auswertung einer Aufnahme ca. 10-20 Minuten.

Zur Rückstellung der Einzelzählwerke wird die beigegebene Druckplatte mit Schaumgummiauflage benützt.

Wieviele Teilchen müssen ausgemessen werden, um einen repräsentativen Querschnitt zu erfassen?

Die Beantwortung dieser Frage hängt sehr von der Genauigkeitsanforderung ab und davon, wie sicher man die Fläche, die Länge oder die Breite der Teilchen abschätzen kann. Ganz allgemein läßt sich jedoch sagen, daß man zur Bestimmung einer verlässlichen Summenkurve mindestens 1000 Teilchen analysieren muß; für eine sichere Verteilungskurve benötigt man aber ca. 3x so viel, also etwa 3000 Teilchen. Die einfachste Prüfung, ob man genug Teilchen ausgewertet hat, besteht darin, so lange weiterzuzählen, bis sich nach Verdopplung der Teilchenzahl keine Veränderung der charakteristischen Formen der Summen- oder Verteilungskurve ergibt.

## Auswertung der Zählwerkablesungen

Nach Beendigung der Ausmessung werden die Werte der Einzelzählwerke und des Summenzählwerkes notiert. Auf dasselbe Blatt soll auch neben dem Registriervermerk der Aufnahme eingetragen werden, welche Meßart eingestellt war, also z.B. exp,  $\int$ , normal.

Um die richtigen Ordinaten der Verteilungskurve zu erhalten, müssen bei exponentieller Schrittbreitenvergrößerung ("exp") die Zählwerkablesungen mit den Korrekturfaktoren der Tabelle I multipliziert werden. Bei konstanter Schrittbreite ("lin") ist keine Korrektur erforderlich.

Sollen die Ergebnisse zeichnerisch dargestellt werden, so sind für die Verteilungskurve die gegebenenfalls mit den Korrekturfaktoren (Tab. I) multiplizierten Zählwerkablesungen über den als "Intervall-Mitte" angegebenen Abzissenwerten aufzutragen. Für die Summenkurvendarstellung werden die Zählwerkablesungen entweder unmittelbar oder nach Umrechnung auf Prozent (Angabe



des Summenzählwerks = 100 %) über den als "Intervall-Grenze" eingetragenen Abszissenwerten aufgetragen. Vergleichen Sie bitte hierzu auch unsere Druckschrift 34-901 Bild 3 b und c sowie Bild 4 b und c.

## Auswertung eines Teilchengemisches auf Querschnitte, Oberflächen oder Volumina der Teilchen

Mit Hilfe des TGZ 3 kann man jedoch nicht nur statistische Aussagen über lineare Größen - wie Durchmesser, Längen oder Breiten - der Teilchen gewinnen, sondern auch über deren Querschnitte, Oberflächen und Volumina.

Zur Umwandlung der Durchmesserverteilungskurve in die Querschnitts-, Oberflächen- oder Volumenverteilungskurven genügt es jedoch nicht, die Abszissen von Durchmesser in Querschnitte, Oberflächen oder Volumina umzurechnen, sondern es müssen auch die Ordinaten entsprechend umgerechnet werden.

Für den Fall von Kugeln oder Teilchen, die der Kugel angenähert werden können, gelten Umrechnungsfaktoren, die sich wie folgt berechnen lassen:

Es bedeuten

D = Durchmesser

Q = Querschnitt

F = Oberfläche

V = Volumen

### 1. Übergang von Durchmesserverteilung auf Querschnittsverteilung

$$dQ = d\left(D^2 \frac{\pi}{4}\right) = \frac{\pi}{2} D \, dD$$

Um also von einer auf D bezogenen Funktion auf eine Q-bezogene Funktion zu kommen, müssen die Ordinaten durch  $\frac{\pi}{2} D$  dividiert werden. Die Abszissenwerte werden mit  $\frac{D}{4}$  multipliziert.

## 2. Übergang von Durchmesserverteilung auf Oberflächenverteilung

$$dF = d(D^2\pi) = 2\pi D \, dD$$

Die Ordinaten der D-Funktion müssen durch  $2\pi D$  dividiert werden, um die F-Funktion zu erhalten. Die Abszissenwerte werden mit  $D\pi$  multipliziert.

## 3. Übergang von Durchmesserverteilung auf Volumenverteilung.

$$dV = d\left(\frac{D^3\pi}{6}\right) = \frac{\pi}{2} D^2 \, dD$$

Die Ordinaten der D-Funktion müssen durch  $\frac{\pi}{2} D^2$  dividiert werden, um die V-Funktion zu erhalten. Die Abszissenwerte werden mit  $\frac{\pi}{6} D^2$  multipliziert.

Wurde dagegen die Summenkurve aufgenommen, so genügt es beim Übergang von der Durchmesserkurve auf die Querschnitts-, Oberflächen- oder Volumenkurve nur die Abszissenteilung umzurechnen. Die Ordinatenwerte sind - unabhängig davon, ob Durchmesser, Querschnitte, Oberflächen oder Volumina gemessen werden sollen - direkt von den Zählwerken abzulesen.

## Die elektrische Schaltung des TGZ 3

Vor Öffnen des Gerätes Netzstecker ziehen!

Die Bildauflage-Platte kann nach Lösen der Schrauben am rechten und linken Rand abgenommen werden. Wenn man die auf der Unterseite des Gerätes sichtbaren 4 großen schwarzen Schrauben löst, läßt sich auch der Zählwerkaufbau nach oben abziehen. Damit eröffnet sich ein Blick in das Gerät wie in Fig. 4. Wie aus Fig. 3 zu ersehen ist, besteht die elektrische Schaltung des TGZ 3 im wesentlichen aus 4 getrennten Stromkreisen, die jedoch durch mechanische Kontakte und

Relais miteinander funktionsmäßig verknüpft sind.

Stromkreis SK 1 ist der "Zählkreis". Die vom Gleichrichter Gr 1 gelieferte Spannung (ca. 300 V) kommt in der für den Fall "E" gezeichneten Schaltstellung über die Kontakte  $m_2$ ,  $f_4$ , die Vorwiderstandskette R1 bis R48 und die Kontakte  $u_2$  und  $f_1$  an den Schleifer 724 am Kollektor K2. Nun fließt der Strom durch das jeweils eingestellte Zählwerk (im gezeichneten Fall Z2) und von dort über  $f_2$  und  $u_3$  durch das Summenzählwerk Z49.

Wird mit S2 auf " $\Sigma$ " geschaltet, so zieht das Relais U an;  $u_2$  schaltet um,  $u_3$  schaltet ebenfalls um. Damit fließt der Strom über den Kollektor K1, den Schleifer 723, die Kontakte  $u_2$  und  $f_1$  durch die hintereinander geschalteten Zählwerke einschließlich des Summenzählwerks Z49.

Bevor die Schleifer 724 und 714 bei Bewegung des Handrades (Fig. 1, Pos. 2 bzw. 8) auf die Lücke zwischen den Kollektorsegmenten 710/1 und 710/2 bzw. 710/3 und 710/4 kommen, schaltet das im Stromkreis SK 2 liegende Relais F, so daß  $f_1$  vom Schleifer 724 auf den sich mitbewegenden Schleifer 725 und  $f_2$  von dem Schleifer 714 auf Schleifer 715 umschalten. Damit wird verhindert, daß bei irgendeiner Einstellung kein Strom durch die Zählwerke fließen kann, weil Schleifer auf Isolierstücke zwischen den Kollektorsegmenten zu stehen kommen.

Im Stromkreis SK 2 liegt der Trafo Tr 2, von dem über den Gleichrichter Gr 3 der Bremsmagnet B Spannung erhält. Schließt nun der Kontakt 1 im Fußtaster Ta, so wird die Bewegung des Handrades (Fig. 1, Pos. 2 bzw. 8) blockiert (Bitte nicht mit Gewalt drehen!) und damit die gewählte Einstellung der Meßmarke festgehalten, bis der Fußtaster wieder freigegeben wird. Außerdem wird über den

Unterbrecher W, der sich mit den Schleifern 723, 724, 725, 714 und 715 im richtigen Takt mitbewegt, das Relais F gesteuert, wodurch jeweils entschieden wird, ob die im Stromkreis SK 1 liegenden Kontakte f1 und f2 umschalten müssen.

Im Stromkreis SK 3 liegt der Magnet M zur Bewegung des Markierstiftes (Fig. 1, Pos. 9), dessen Aufschlagstärke durch das Potentiometer R 50 reguliert werden kann (s.S. 6). Der Stromkreis wird durch den gegenüber dem Kontakt 1 etwas verzögerten Kontakt 2 des Fußtasters Ta geschlossen. Der von diesem Magneten außerdem betätigte Schalter m2 löst im Stromkreis SK 1 den Stromstoß zur Betätigung der Zählwerke aus.

Der Stromkreis SK 4 liefert über den Transformator Tr 1 die für die verschiedenen Lampen notwendigen Spannungen.

Das Gerät wird über die Erdungsbuchse (Fig. 2, Pos. 8) an eine Erdleitung angeschlossen, falls die Sicherheitsbestimmungen in manchen Ländern dies verlangen.

(Ist der TGZ 3 ausnahmsweise mit weniger als 48 Zählwerken ausgestattet, so sind die Schleifer 724, 725, 714 und 715 entsprechend versetzt und die Zählwerke werden mit Vorwiderständen versehen).

Im einzelnen vergleichen Sie bitte die in Tabelle II zusammengestellten Erläuterungen zum Schaltbild Fig. 3.

## Das Austauschen der Sicherungen und Glühlampen

Die Sicherungen sind vom Boden des Gerätes aus zugänglich. Die Sicherungswerte betragen 0,5 A (Typenbezeichnung s. Tab. II, Si). Die Glühlampe zur Beleuchtung der Meßmarke wird von der Rückseite her ausgewechselt (Fig. 2, Pos. 6). Dazu müssen die 3 äußeren

Schrauben der Halteplatte gelöst werden. Die Lampe läßt sich dann mit ihrer Fassung herausziehen.

Ganz ähnlich werden auch die Lampen für die Umfeldbeleuchtung (Fig. 1, Pos. 3 bzw. Fig. 2, Pos. 2) ausgewechselt. Sie lassen sich nach Lösen der Halteschrauben herausziehen.

Zum Austausch der 4 Lämpchen, die den Betriebszustand anzeigen, wird die vor den Lämpchen befindliche Abdeckkappe einschließlich Beschriftungseinsatz dadurch entfernt, daß man kräftig an dem in ihrer Mitte befindlichen gerändelten Knopf zieht. Da die Lämpchen so tief sitzen, daß man sie nicht mit der Hand heraus-schrauben kann, benutzt man hierfür einen über das betreffende Lämpchen gesteckten Isolierschlauch. Ein passendes Stück Iso-lierschlauch ist dem Gerät in einer kleinen Tüte beigegeben, die an den Markierhammer gebunden ist ( gut aufheben ! ).

## Zur Pflege des Gerätes

Wenn der TGZ 3 längere Zeit nicht benötigt wird, empfiehlt es sich, das Gerät mit der mitgelieferten Staubschutzhülle zu-sudecken. Vor Wiederinbetriebnahme ist die Auflagefläche für die Aufnahmen mit einem weichen Lappen abzuwischen, damit evtl. daraufliegender Staub auf der relativ weichen Plexiglasscheibe keine Kratzspuren hinterläßt. Zur Schonung der Scheibe soll der Markierhammer nur dann betätigt werden, wenn ein Bild oder ein entsprechendes Papier auf der Platte liegt.

Sollte die Plexiglasscheibe beschädigt worden sein, so kann sie nach Abnehmen der Bildauflageplatte (s.S. 9) aus dieser

durch gleichzeitigen Druck beider Daumen herausgedrückt und durch eine neue ersetzt werden.

Falls die Spitze des Markierhammers stumpf geworden ist, läßt sich der als Rändelschraube ausgeführte Halter leicht herausschrauben und durch einen neuen ersetzen.

Irgendwelche Schmierungen oder Reinigungen im Inneren des Gerätes sind nicht nötig.

Tabelle I 48 Intervalle  
 Intervall-Grenzen(I.Gr.)  
 und-Mitten (I.M.) in mm.  
 (Forts.)

Table I 48 intervals  
 Interval limits (Lim.) and centers (Cen.)  
 in mm.  
 (Contd.)

Zählwerk Nr. Counter No.	"lin"				"exp"					Korr. Corr.	Zählwerk Nr. Counter No.
	norm./stand.		verkl./red.		norm./stand.		verkl./red.				
	I.Gr. Lim.	I.M. Cen.	I.Gr. Lim.	I.M. Cen.	I.Gr. Lim.	I.M. Cen.	I.Gr. Lim.	I.M. Cen.			
25	14,46	14,74	4,82	4,91	5,80	5,99	1,93	2,00	1,42	25	
26	15,01	15,29	5,00	5,10	6,19	6,39	2,06	2,13	1,32	26	
27	15,56	15,84	5,19	5,28	6,60	6,83	2,20	2,28	1,24	27	
28	16,12	16,39	5,37	5,46	7,05	7,29	2,35	2,42	1,16	28	
29	16,67	16,94	5,56	5,65	7,52	7,78	2,51	2,59	1,09	29	
30	17,22	17,50	5,74	5,83	8,03	8,30	2,68	2,77	1,02	30	
31	17,77	18,05	5,92	6,02	8,57	8,86	2,86	2,95	0,96	31	
32	18,32	18,60	6,11	6,20	9,15	9,41	3,05	3,14	0,90	32	
33	18,88	19,15	6,29	6,38	9,76	10,09	3,25	3,36	0,84	33	
34	19,43	19,70	6,48	6,57	10,42	10,77	3,47	3,59	0,79	34	
35	19,98	20,26	6,66	6,75	11,12	11,50	3,71	3,83	0,74	35	
36	20,53	20,81	6,84	6,94	11,87	12,27	3,96	4,09	0,69	36	
37	21,08	21,36	7,03	7,12	12,67	13,10	4,22	4,37	0,65	37	
38	21,64	21,91	7,21	7,30	13,53	13,98	4,51	4,66	0,61	38	
39	22,19	22,46	7,40	7,49	14,44	14,92	4,81	4,97	0,57	39	
40	22,74	23,02	7,58	7,67	15,41	15,93	5,14	5,31	0,53	40	
41	23,29	23,57	7,76	7,86	16,45	17,00	5,48	5,67	0,50	41	
42	23,84	24,12	7,95	8,04	17,56	18,15	5,85	6,05	0,47	42	
43	24,40	24,67	8,13	8,22	18,74	19,37	6,25	6,46	0,44	43	
44	24,95	25,22	8,32	8,41	20,00	20,67	6,67	6,89	0,41	44	
45	25,50	25,78	8,50	8,59	21,35	22,07	7,12	7,36	0,38	45	
46	26,05	26,33	8,68	8,78	22,79	23,55	7,60	7,85	0,36	46	
47	26,60	26,88	8,87	8,96	24,32	25,14	8,11	8,38	0,34	47	
48	27,16	27,43	9,05	9,14	25,96	26,83	8,65	8,94	0,32	48	
	27,71		9,24		27,71		9,24				

- M Hubmagnet für Markierhammer
- m1 Mikroschalter zur Überbrückung von Ta1, so lange M noch nicht abgefallen ist; m1 schließt vor m2.
- m2 Mikroschalter zur Auslösung des Zählimpulses
- R Netzpol
- R1-R48 Vorwiderstände 100 Ohm, 0,5 W
- R50 Drehwiderstand zur Regelung des Markierhammer-Aufschlags, 500  $\Omega$ , 20 W
- R51 Vorwiderstand für M, 250 Ohm, 20 W
- R52 Dämpfungswiderstand zur Schonung von W:  
bei 50 Hz: 2500 Ohm, 20 W  
bei 60 Hz: 2500 Ohm, 20 W und 500 Ohm, 1 W parallelgeschaltet
- R53 (unterhalb von C2 in Fig. 4) Funkenlöschung im Kontakt m2, 1000 Ohm, 1 W
- R54 Drehwiderstand zur Regelung der Meßmarkenbeleuchtung, 10 Ohm, 10 W
- R55 Drehwiderstand zur Regelung der Umfeldbeleuchtung, 20 Ohm, 10 W
- S1 Netzschalter einpolig, daher vor dem Öffnen des Gerätes Netzstecker ziehen.
- S2 Schalter zur Umstellung von Summenkurve auf Verteilungskurve (S2 geschlossen = "I", S2 geöffnet = "E").
- S4) Mikroschalter für Anzeigefeld am Hebel des Umschalters von  
S5) konstanter auf exponentiell wachsende Schrittbreite.
- Si1)  
Si2) Netzsicherungen "G-Schmelzeinsatz 0,5C DIN 41571"
- SK1 Stromkreis 1 "Zählkreis"
- SK2 Stromkreis 2 für Bremsmagnet B und Relais F
- SK3 Stromkreis 3 für Markierhammer
- SK4 Stromkreis 4 für die verschiedenen Glühlampen
- T Netzpol
- Ta Fußtaster mit 2 Kontakten 1 und 2. Der Kontakt 1 schließt vor 2.
- Tr1 Beleuchtungstransformator
- Tr2 Transformator für Bremsmagnet B
- R56 Entladewiderstand für C 1, 500 kOhm, 0,5 W



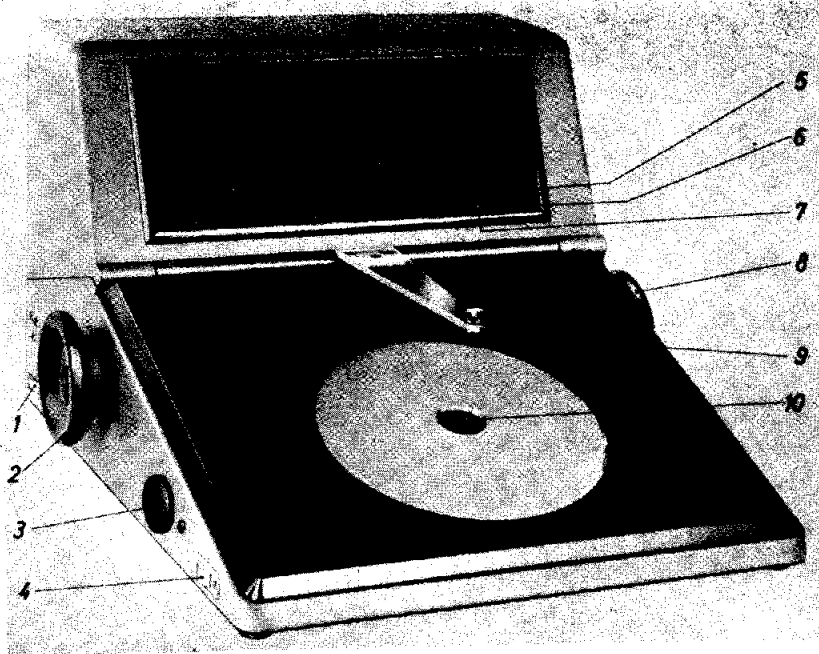


Fig. 1

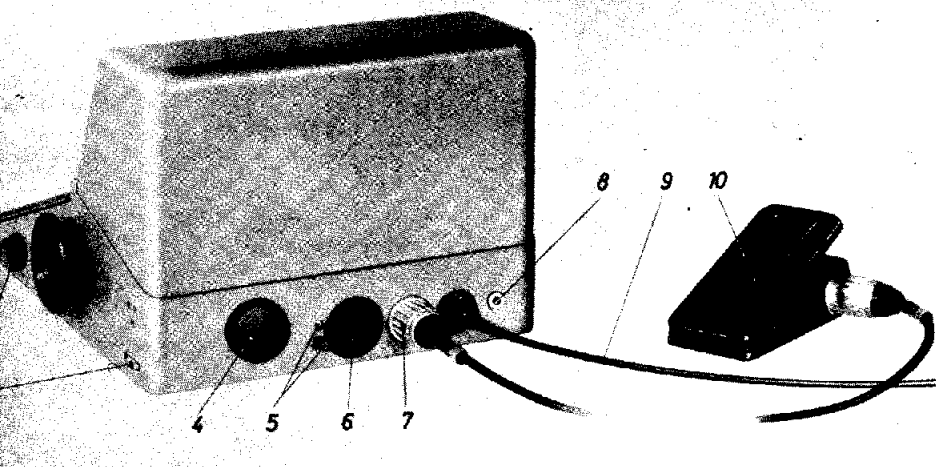


Fig. 2

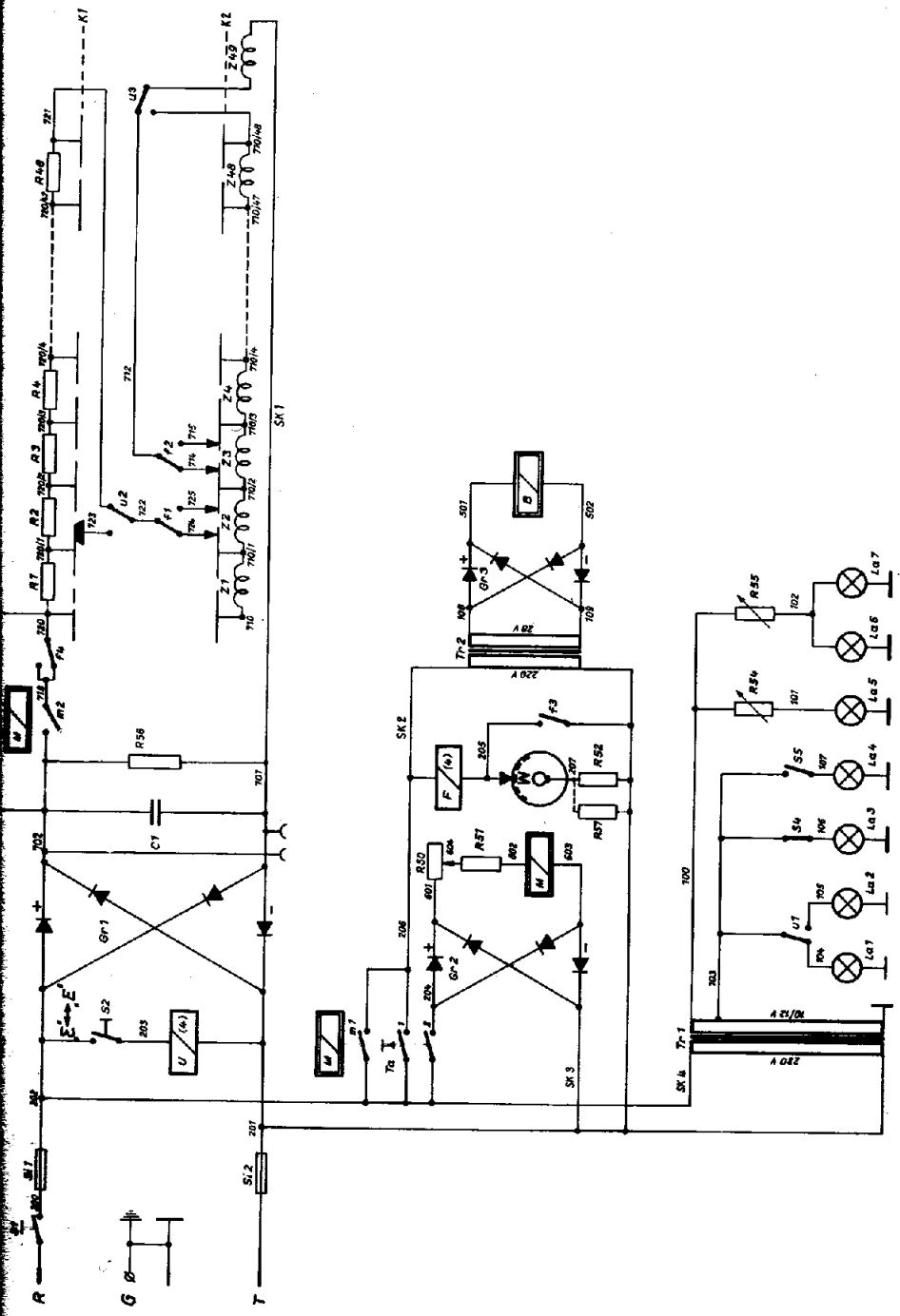


Fig. 3

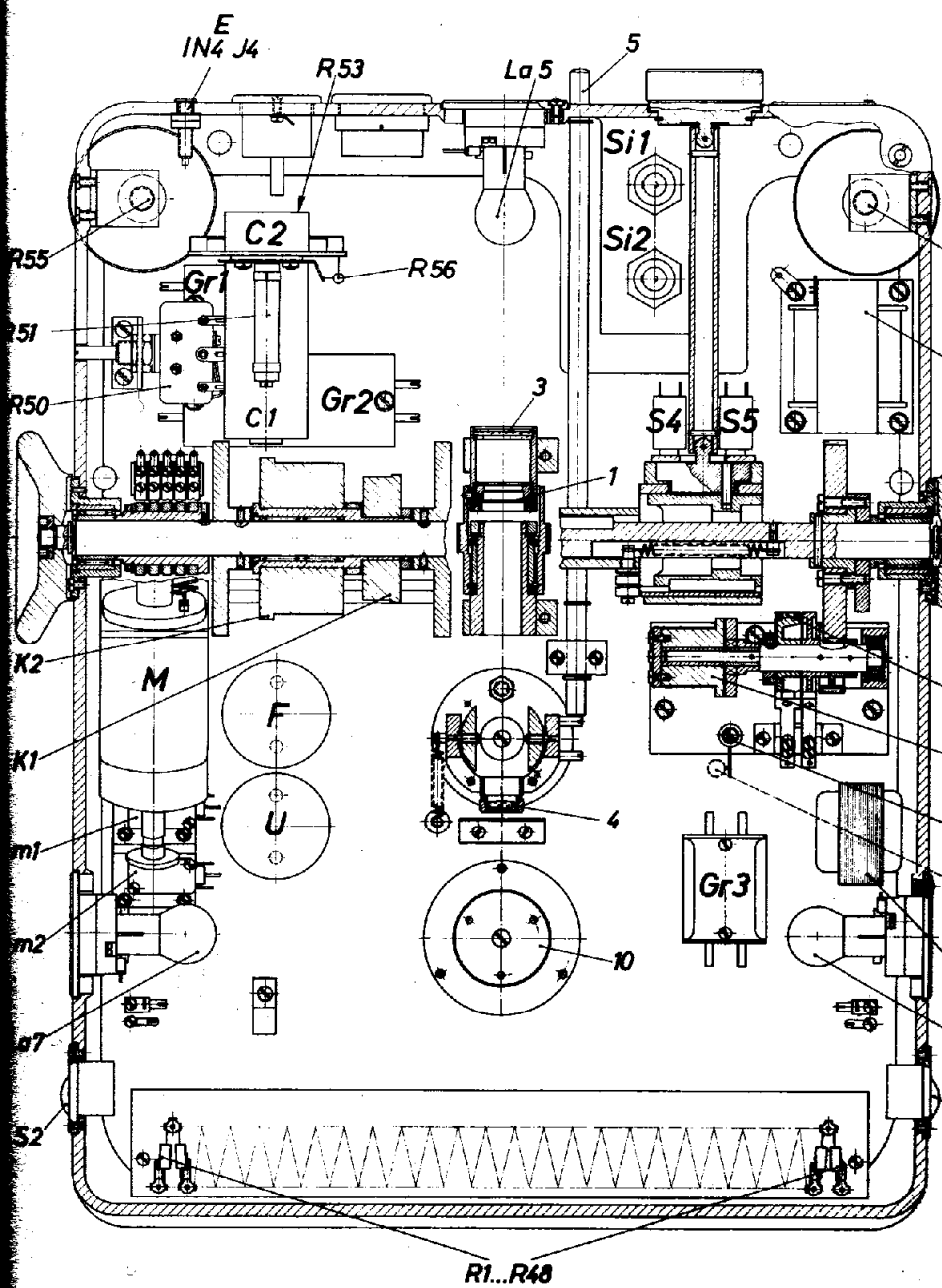


Fig. 4

CARL  
ZEISS

# Teilchengrößen-Analysator

nach Endter



# Teilchengrößen-Analysator nach Endter

## Problemstellung

„Das Verhalten disperser Systeme wird außer von der stofflichen Natur der vorliegenden Körper durch die Größe ihrer Teilchen und die vorliegende Teilchengrößenverteilung bestimmt. Es ist deshalb sehr oft wünschenswert, weitgehende Informationen über beides zu erhalten.“<sup>1)</sup>

Von dieser Erkenntnis ausgehend hat man schon seit langem die verschiedensten meist indirekten Methoden zur Bestimmung der Korngrößenverteilung entwickelt<sup>2)</sup>. Die direkte Methode besteht darin, von dem Teilchengemisch eine licht- oder elektronenmikroskopische Aufnahme zu machen und aus dieser durch Ausmessen der einzelnen Teilchen die Korngrößenverteilung zu bestimmen. Leider ist diese Methode, sofern zur Ausmessung und Zählung der Teilchen keine besonderen Hilfsmittel zur Verfügung stehen, auch die zeitraubendste, da je nach

den Anforderungen an die Verlässlichkeit der gewonnenen Ergebnisse sehr viele Teilchen — im allgemeinen mehrere tausend — ausgemessen werden müssen. Wo solche Auswertungen häufiger vorgenommen werden, kann man sich mit Schablonen und einfachen Zählwerkankordnungen helfen. Bei etwas höherer Genauigkeitsanforderung ist die Auswertung mehrerer Aufnahmen mit diesen einfachen Hilfsmitteln aber trotzdem eine ebenso langweilige wie anstrengende Beschäftigung.

Der Wunsch, die Auswertung voll zu automatisieren, ist deshalb verständlich. Bei den vollautomatischen Geräten<sup>2)</sup> wird das photographierte Bild des Teilchengemisches von einem Lichtstrahl abgetastet. Die dadurch auftretende Helligkeitsmodulierung des Strahls wird auf elektronischem Wege in eine Teilchengrößenstatistik übersetzt. Mit solchen Geräten dauert die Auswertung einer Aufnahme zwar nur wenige Minuten; die Aufnahmen sind jedoch nur sicher auswertbar, wenn alle Teilchen getrennt liegen (zwei oder mehrere aneinander liegende Teilchen werden sonst als ein einziges Teilchen gezählt), wenn die Teilchen nicht stark von der Kreisform abweichen, wenn die Teilchen in ihrer ganzen Ausdehnung hinreichend kontrastreich sind und wenn keine Fremdpartikel im Bild sind, die von der Zählung ausgeschlossen sein sollen. Da diese Bedingungen gleichzeitig nur selten erfüllt sind, werden Vollautomaten nur in speziellen Fällen einsetzbar sein.

Endter und Gebauer<sup>1)</sup> haben deshalb ein halbautomatisches Gerät gebaut, das von den auszuwertenden Aufnahmen nur verlangt, daß die abgebildeten Teilchen in ihrer Ausdehnung und Art für das Auge erkennbar sein müssen. Teilchen, die sich oft nur in ihren Konturen abzeichnen, dürfen sich berühren, überschneiden oder sogar aufeinander liegen; stark gestreckte Teilchen können nach ihrer Länge oder Breite ausgemessen werden. Teilchengemische verschiedener Art können nach ihren Komponenten getrennt ausgewertet werden.

<sup>1)</sup> F. Endter und H. Gebauer, *Optik* 13 (1956) S. 97—101.

<sup>2)</sup> z. B. H. Nassenstein, *Chem. Ingenieur-Technik* 26 (1954) S. 661.

## Der Teilchengrößenanalysator TGZ 3

Der nach diesem Vorbild von Zeiss entwickelte Teilchengrößenanalysator TGZ 3 funktioniert wie folgt (siehe Prinzipskizze, Bild 1):

Eine Irisblende, die von einer Seite beleuchtet wird, bildet sich durch eine Linse in der Ebene einer Plexiglasscheibe ab. Auf diese Scheibe wird eine transparente Vergrößerung der mikroskopischen Aufnahme gelegt. Dadurch erscheint in der Vergrößerung ein scharf begrenzter runder Lichtfleck, der sich durch Verstellen der Irisblende in seinem Durchmesser ändern läßt und dadurch mit den einzelnen Teilchen flächengleich zur Deckung gebracht werden kann. Weichen die Teilchen von der Kreisform ab, so muß diese runde Meßmarke so eingestellt werden, daß die über die Meßmarke hinausragenden Flächen des Teilchens den einspringenden Ecken flächengleich werden, was erfahrungsgemäß leicht abzuschätzen ist.

Die verschiedenen Durchmesser der Irisblende sind über einen Kollektor einer Anzahl von Telefonzählwerken zugeordnet, so daß jedem Zählwerk ein bestimmtes Öffnungsintervall der Irisblende entspricht.

Ist ein Teilchen im Bild mit der Meßmarke abgeglichen, so drückt man auf den Fußschalter. Dadurch spricht das zugeordnete Zählwerk an und ein Markierstift kennzeichnet das eben gezählte Teilchen auf dem Bild. Nun verschiebt man das Bild, bis das nächste noch nicht markierte Teilchen über der feststehenden Meßmarke liegt usw.

Zur Analyse von 1000 Teilchen benötigt man ca. 15 Minuten.

Da das Auge am Meßvorgang beteiligt ist, sollen die kleinsten auszumessenden Teilchen auf dem Bild möglichst nicht kleiner als 1 mm sein. Das Gerät ist mit zwei Meßbereichen ausgestattet. Der erste bietet eine Meßmöglichkeit von 1,0–9,2 mm, der zweite eine solche von 1,2–27,7 mm. Diesen Grenzwerten entsprechend ist die Vergrößerung der Aufnahme zu wählen. Die Teilchengrößen werden in 48 lückenlos aneinander schließende Kategorien eingeteilt. Auf besonderen Wunsch können jedoch auch weniger Kategorien vorgesehen werden. Außer den auf Null rückstellbaren Einzelzählwerken ist das Gerät noch mit einem Summenzählwerk ausgestattet, das die Gesamtzahl aller gezählten Teilchen registriert.

Bild 2a Zusammenhang zwischen Teilchendurchmesser  $D$  und Zählwerknummer  $P$  bei konstanter Schrittbreite ( $m, n =$  Apparatekonstanten)

Für die Aufteilung des Meßbereiches in eine vorgegebene Zahl von Kategorien ergeben sich zwei Gesichtspunkte:

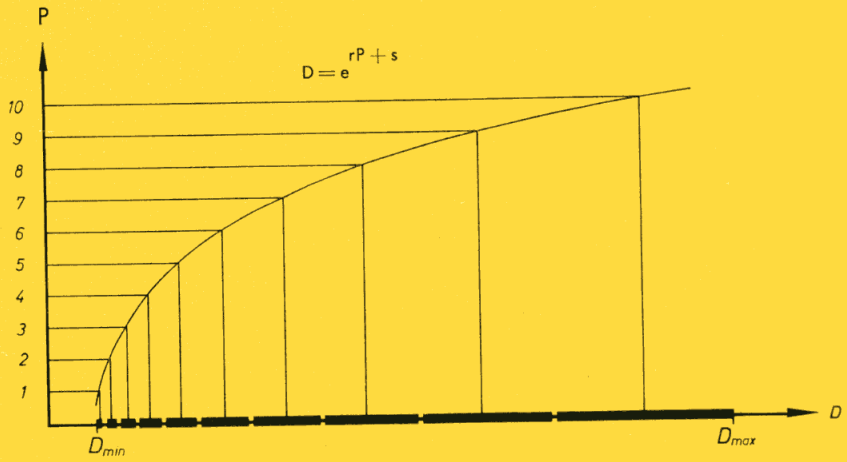
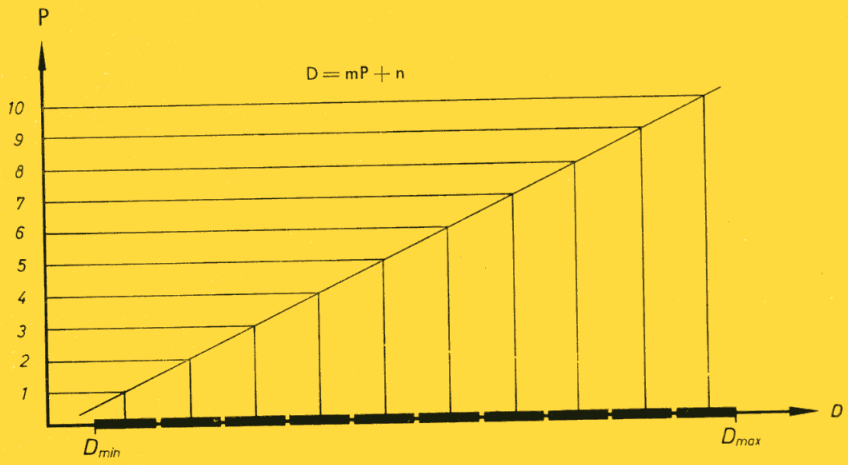
Macht man die Kategorien gleich breit, so besteht der Vorteil, daß die auf einzelnen Kategorien entfallenden Teilchenzahlen direkt in eine Verteilungskurve eingetragen werden können; dies hat aber den Nachteil, daß die relative Genauigkeit, mit der ein Teilchen durch Einreihen in eine Kategorie in seiner Größe charakterisiert ist, bei kleinen Teilchen wesentlich schlechter ist als bei großen Teilchen. Im Falle der Verwendung von 48 Zählwerken enthält Kategorie Nr. 1 Teilchen, die sich im Durchmesser um ungefähr 30% voneinander unterscheiden können, während in der Kategorie Nr. 48 nur Teilchen enthalten sind, die maximal um 2% im Durchmesser schwanken.

Will man alle meßbaren Teilchen mit der gleichen relativen Genauigkeit in Kategorien einreihen, so müssen die Kategorien in ihrer Breite exponentiell mit der Nummer der Kategorien anwachsen. Bild 2 – für den Fall von 10 Kategorien gezeichnet – gibt die graphischen und formelmäßigen Zusammenhänge zwischen Teilchendurchmesser  $D$  und Zählwerk-Nummer  $P$  wieder, wobei Bild 2a die Verhältnisse bei absolut gleich breiten Schritten darstellt und Bild 2b die entsprechende Funktion bei exponentiell anwachsender Schrittbreite wiedergibt. Anstatt „exponentiell anwachsend“ könnte man auch „relativ gleich breit“ sagen, da die Breite jeder Kategorie dem Durchmesser der Teilchen proportional ist, die in diese Kategorie fallen.

Wird mit exponentiell anwachsender Schrittbreite ausgezählt, was zur genaueren Erfassung der kleineren Teilchen empfehlenswert ist, so können von den Zählwerken abgelesenen Zahlen nicht ohne weiteres in ein Diagramm eingetragen werden, da dies zu einer irreführenden Verzerrung der Verteilungskurve führen würde. Definitionsgemäß ist nämlich jedem Ordinatenwert der Verteilungskurve ein konstanter Abszissenabschnitt zugeordnet. Zur Korrektur der einzelnen Werte wird den Teilchengrößenanalytoren eine Tabelle beigegeben.

Bild 2b Zusammenhang zwischen Teilchendurchmesser  $D$  und Zählwerknummer  $P$  bei exponentiell wachsender Schrittbreite ( $r, s =$  Apparatekonstanten)





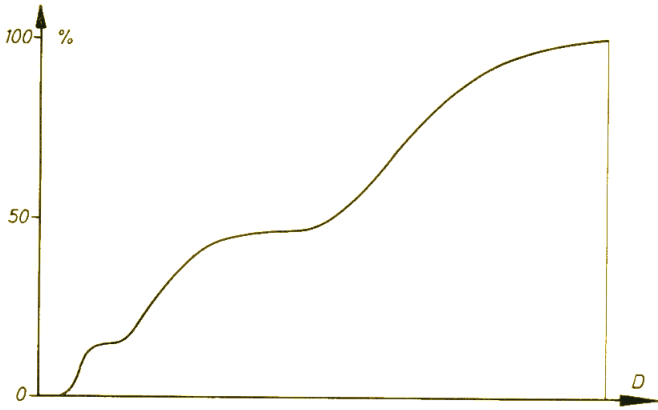


Bild 4a  
willkürlich angenommene  
Summenkurve

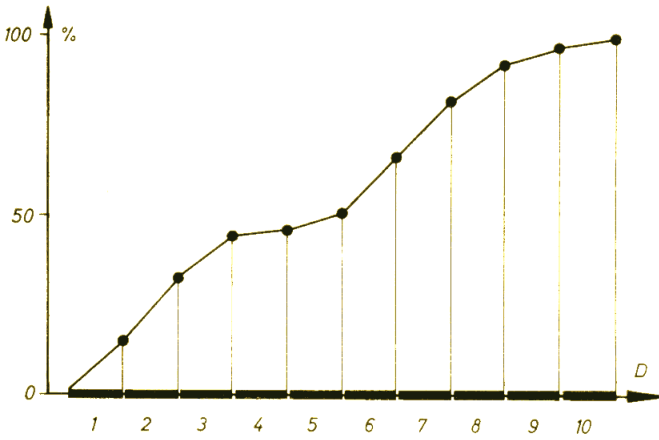


Bild 4b  
Summenkurve, gemessen  
mit konstanter Schrittweite

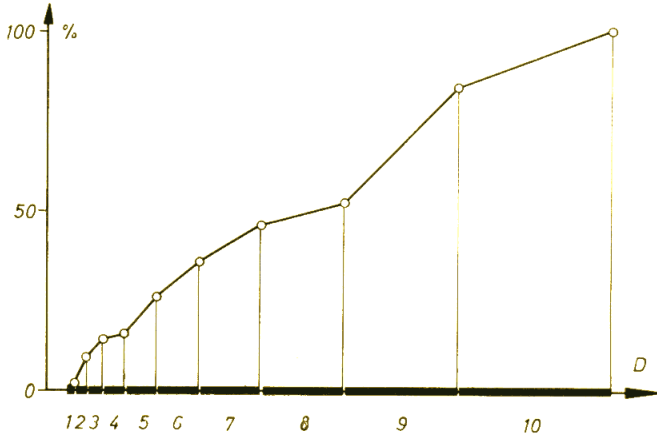


Bild 4c  
Summenkurve, gemessen mit  
exponentiell wachsender  
Schrittweite

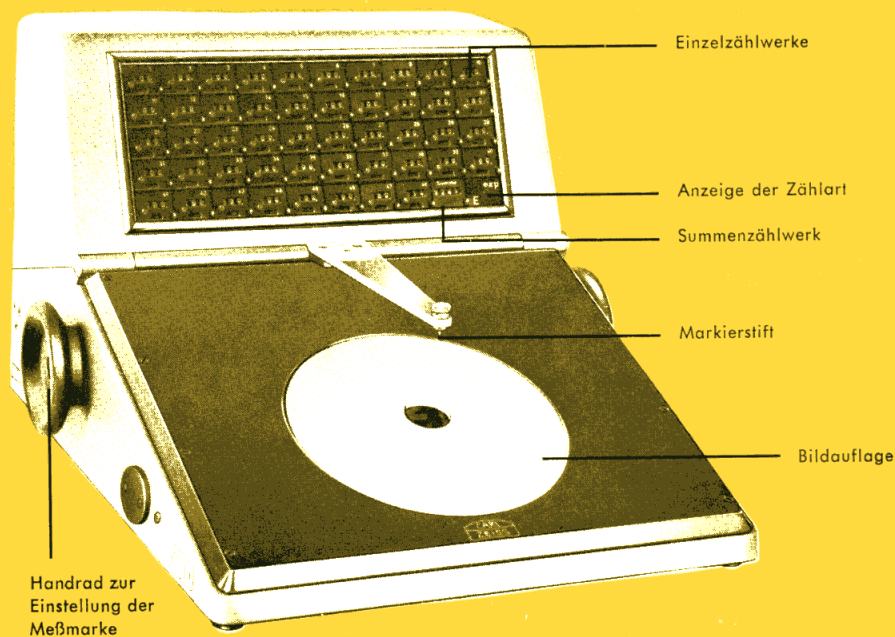
häufig interessiert nun die in Bild 3 gewählte Darstellung eines Teilchengemisches, die „Verteilungskurve“, weniger als die sogenannte „Summenkurve“, die das Integral der Verteilungskurve darstellt. Aus der Summenkurve kann man nämlich nach Normierung des Endwertes auf 100 %, die prozentualen Anteile der Teilchen verschiedener Größengruppen sofort ablesen (Bild 4).

Aus diesem Grunde ist am TGZ die Möglichkeit vorgesehen, je nach dem ob man das Ergebnis als Verteilungskurve oder Summenkurve zu erhalten wünscht, durch Umlegen eines Schalters die eine oder andere Zählart einzustellen.

Es wird bei der Bestimmung der Summenkurve wohl meistens empfehlenswert sein, die Zählung mit relativ konstanter, d. h. exponentiell anwachsender Schrittbreite vorzunehmen, da dabei die Meßgenauigkeit über den ganzen Meßbereich ausgeglichen ist (vgl. Bild 4a und c) und die von den Zählwerken abgelesenen Werte — im Gegensatz zur Aufnahme der Verteilungskurven — unkorrigiert in ein Diagramm eingetragen werden können.

In Bild 5 ist der Teilchengrößenanalysator TGZ 3 wiedergegeben. Er hat ungefähr die Größe und das Gewicht einer Schreibmaschine und wird an 220 V Wechselstrom angeschlossen.

Bild 5. Teilchengrößenanalysator nach Endter TGZ 3



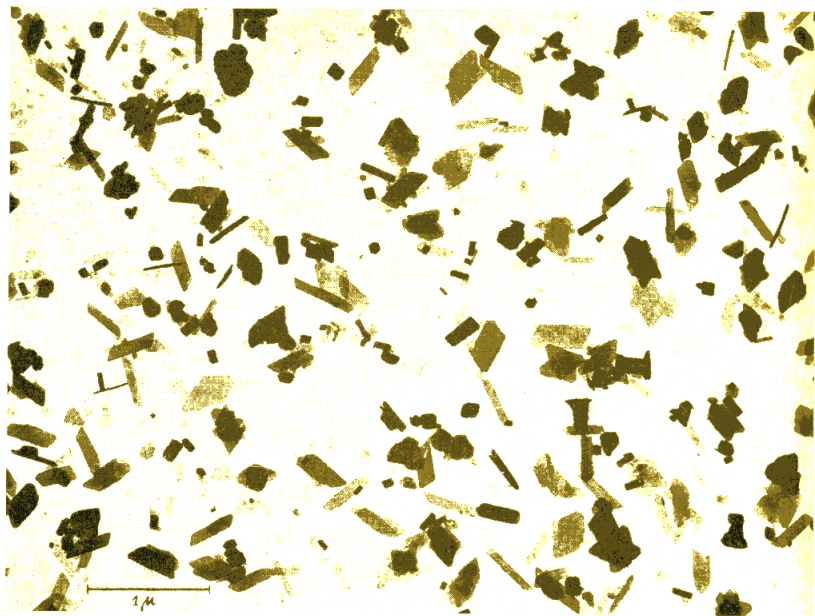


Bild 6. Elektronenmikroskopische Aufnahme von Aluminiumhydroxyd-Sol. Vergr.: 16000:1

### Auswertungsbeispiel:

Zum Schluß sei ein Anwendungsbeispiel gegeben. Bild 6 ist eine elektronenmikroskopische Aufnahme von Aluminiumhydroxyd-Sol<sup>2)</sup>.

Die Aufnahme enthält ca. 400 ausmeßbare Teilchen. In Bild 7 gibt A die in Prozent umgerechnete Summenkurve wieder; Kurve B ist die Verteilungskurve. Während die Kurve A relativ glatt ist, was darauf schließen läßt, daß die Werte recht verlässlich sind, zeigt die Verteilungskurve viele große, unregelmäßige Zacken. Es müssen also zur Sicherung der Verteilungskurve wesentlich mehr Teilchen ausgezählt werden. Bild 8 gibt die Verteilungs- und Summenkurven nach Auswertung von 15 weiteren Aufnahmen desselben Präparates mit zusammen ca. 5000 Teilchen wieder. Die Summenkurve A hat sich nicht wesentlich verändert. Die steilen Zacken der Verteilungskurve B in Bild 7 sind aber nur noch z. T. in Bild 8 Kurve B wiederzufinden.

Daß aber die in Bild 8 Kurve B verbliebenen Zacken der aus 5000 Teilchen ermittelten Verteilungskurve reell sind, beweist die aus einer Zwischenablesung bei 2500 Teilchen gewonnene Verteilungskurve C. Alle ausgeprägten Maxima und Minima sind beiden Kurven gemeinsam. Die 8 Maxima sind also für das Präparat charakteristisch. Bei derartigen polydispersen Stoffen stellen aber offensichtlich erst mehrere tausend Teilchen einen repräsentativen Querschnitt dar.

<sup>2)</sup> Das Präparat wurde uns freundlicherweise vom Institut für Biochemie des Bodens der Forschungsanstalt für Landwirtschaft, Braunschweig, zur Verfügung gestellt.

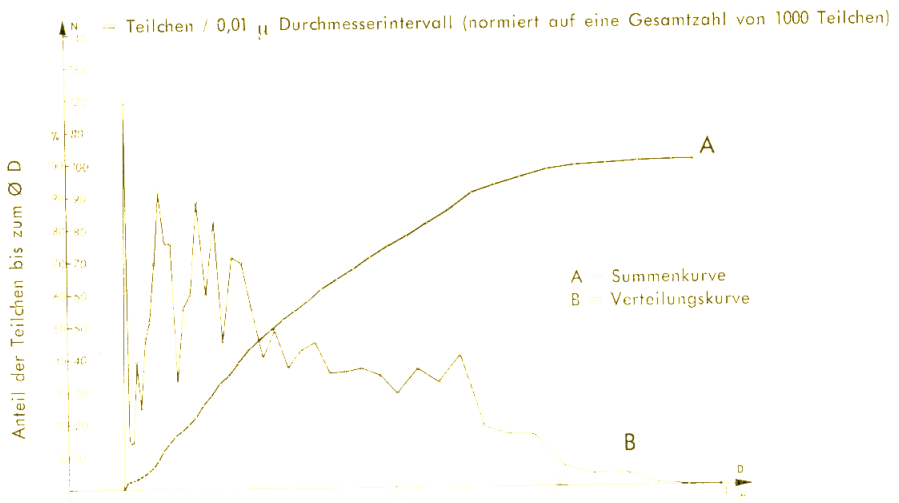
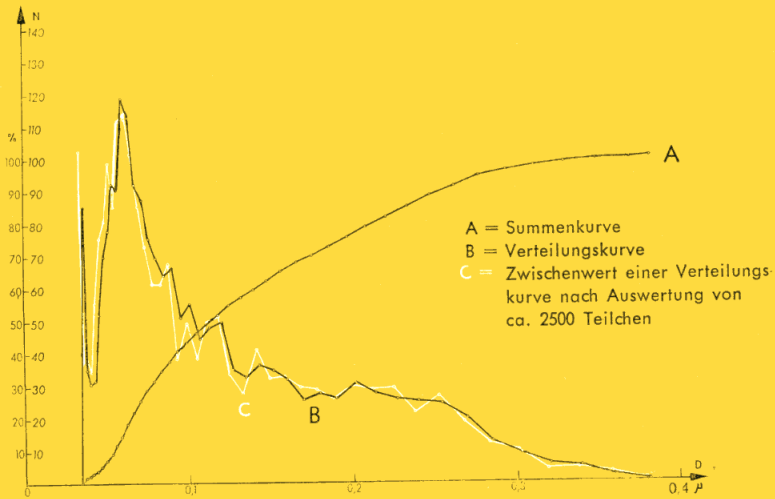


Bild 7. Auswertung der elektronenmikroskopischen Aufnahme Bild 6 mit ca. 400 Teilchen

Bild 8. Auswertung von 15 weiteren Aufnahmen wie Bild 6 mit zusammen ca. 5000 Teilchen



## Bestell-Liste

	Bestell- nummer	Gewicht ca. kg
<b>Teilchengrößen-Analysator TGZ 3</b>	34 52 48	25.840
bestehend aus:		
Grundgerät mit 48 Zählwerken, Fußschalter, Verbindungskabel, Netzkabel und Staubschutzhülle. Block mit Auswertblättern		

## Ersatzteile

Einzelzählwerk	34 52 10	0.080
Markierspitze	34 52 04	0.010
Plexiglas-Einsatzstück	34 52 05	0.250
Glühlampe für Meßmarke 12 V, 15 W	38 02 22	0.010
Glühlampe für Umfeldbeleuchtung 12 V, 3 W	38 02 23	0.002
Glühlampe für Zählartanzeige 12 V, 1,5 W	38 02 21	0.002
Sicherung G-Schmelzeinsatz 0,5 C, DIN 41571	38 45 26	0.002
Zum Anschluß an von 220 V abweichende Netzspannungen empfehlen wir:		
Vorschalttrafo 250 VA		
sekundär 220 V		
primär 110, 120, 150 und 250 V		
einschl. Netzanschlußkabel	39 25 04	3.500
Staubschutzhülle (Ersatz)	34 91 03	0.150
Block mit 50 Auswertblättern	34 52 06	0.400

### **Technische Daten des Teilchengrößenanalysators TGZ 3**

Meßbereiche 1,0–9,2 mm; 1,2–27,7 mm;

absolut oder relativ konstante Breite der Kategorien;

das Ergebnis wird als Verteilungskurve oder Summenkurve geliefert.

Maße: Breite 42 cm, Höhe 28 cm, Tiefe 49 cm;

Gewicht: ca. 26 kg

Anschluß an 220 V, ca. 100 W, 50 Hz; Umstellung auf andere Frequenz möglich,

Angabe bei Bestellung erforderlich.

Die Bilder sind nicht in allen Einzelheiten für die Ausführung der Geräte maßgebend.

Für wissenschaftliche Veröffentlichungen stellen wir Druckstöcke oder klischierfähige Reproduktionen – soweit sie vorhanden sind – gern zur Verfügung. Die Weiterverwendung von Bildern oder Text wollen Sie bitte mit uns vereinbaren.

In allen Fragen der Funktion, Instandhaltung und Reparatur unserer Geräte sowie der Ersatzteilbeschaffung wenden Sie sich bitte an unsere nächste Zweigniederlassung (im Bundesgebiet), ZEISS-Vertretung (im Ausland) oder direkt an CARL ZEISS, Oberkochen/Württ.



## CARL ZEISS Oberkochen/Württ.

Lieferprogramm:

Mikroskope für alle Anwendungsgebiete in Wissenschaft und Technik • Elektronenmikroskope • Geräte zur Teilchengrößen-Analyse • Ophthalmologische und medizinisch-optische Geräte • Optisch-physikalische Meßinstrumente • Interferometrische Geräte • Feinmeßgeräte für Werkstatt und Prüfraum • Hochspannungsanlagen • Geodätische Instrumente • Lupen • Feldstecher • Hochleistungsobjektive • Brillengläser, Sonnenschutzbrillen • Astronomische Fernrohre und Planetarien