

Caratterizzazione di Polveri Metalliche per "additive manufacturing" mediante Analisi d'Immagine Dinamica (DIA)



ramspec 2016

Milano, 12-13 Ottobre 2016

NG Labtec Srl
Norberto Guerra



NG Labtec Srl

una realtà dinamica nel mondo
della strumentazione scientifica

Chi Siamo:

Operiamo sul territorio Italiano come importatore diretto e distributore esclusivo di case produttrici di strumentazione scientifica, leader di settore nelle rispettive tecniche

Come ci proponiamo:

Il nostro obiettivo è quello di
proporre soluzioni.

Non essere semplicemente un
fornitore di strumentazione.

Come ci proponiamo:

Per questo motivo abbiamo deciso di
specializzarci in alcuni ambiti con
l'obiettivo di divenire
un punto di riferimento per queste
tecniche nel mercato italiano

Le tecniche

In particolare, vista l'**esperienza** accumulata negli anni, la nostra attenzione si è rivolta alla **caratterizzazione delle superfici e dei materiali** e queste sono le tecniche di cui ci occupiamo:

- Colorimetria
- Chimica Superficiale
- Tensiometria
- Elettrochimica
- Corrosione
- Pulizia dei Metalli
- Preparazione del campione
- Test fisici su coatings
- Test fisici su plastiche
- Granulometria con analisi di immagine

Cosa offriamo:

Per le tecniche di cui ci occupiamo siamo in grado di proporre:

- Supporto applicativo
- Corsi di formazione
- Supporto post vendita
- Assistenza tecnica
- Contratti
- Procedure di verifica
- Analisi su campioni
- Noleggio strumenti

Le nostre Rappresentate

dataphysics

**FONTJNE
PRESSES**
MANUFACTURED BY FONTJNE GROTHES

GAMRY
INSTRUMENTS

The world's true measure of color
HunterLab

ISOCOLOR
COLOR. SET. MATCH.™


Labthink®

RAY-RAN POLYTEST

Retsch®
TECHNOLOGY

SITA
MESSTECHNIK GmbH

VeriVide
See in Truth

VLM Korrosionsprüfung
Labortechnik
Dienstleistungen

ZEHNTNER
TESTING INSTRUMENTS



Retsch Technology

Retsch Technology fondata nel 1998 ad Haan (D) è una società del Gruppo Verder



Basandosi sull'esperienza della società Retsch, leader mondiale nella setacciatura e quindi consapevole dell'importanza del fattore forma per la corretta caratterizzazione materiali granulari o polverosi, sviluppa il primo sistema CAMSIZER basato sulla **Analisi d'Immagine Dinamica (DIA)** in grado di fornire informazioni sia sulle dimensioni che sulla forma delle particelle analizzate.

Introduzione

Un'analisi dimensionale precisa è importante...
...l'elaborazione d'Immagine è intuitiva!



CAMSIZER – I diversi modelli

CAMSIZER (P4)



dal 1998

- Ultimo update 2014
- 20 μm – 30 mm
- Misure a secco
- Materiali granulari scorrevoli
- Dispersione a caduta libera

CAMSIZER XT



dal 2011

- 1 μm – 3 mm
- Misure a secco e a umido
- Per polveri fini e c materiali che tendono ad agglomerare
- Sistemi di dispersione modulari

CAMSIZER X2



Novità 2016

- 0,8 μm – 8 mm
- Misure a secco e a umido
- Nuovo design dell'ottica con maggior risoluzione
- Nuovo modulo a umido

Argomenti

Analisi d'Immagine Digitale

1. Principio di Misura
2. Risultati di una Misura

CAMSIZER P4

3. Campi di Applicazione
4. Esempi di Applicazioni

CAMSIZER X2

5. Concept
3. Esempi di Applicazioni



dual camera
technology

Argomenti

Analisi d'Immagine Digitale

1. Principio di Misura

- Sistema a Doppia Telecamera
- Risoluzione

2. Risultati di una Misura

CAMSIZER P4

3. Campi di Applicazione

4. Esempi di Applicazioni

CAMSIZER X2

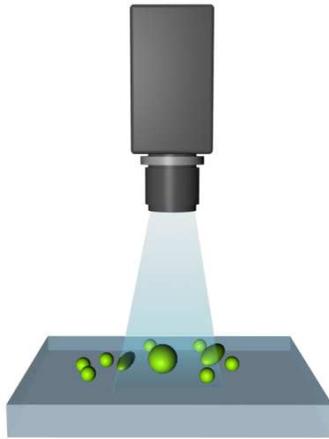
5. Concept

3. Esempi di Applicazioni



dual camera
technology

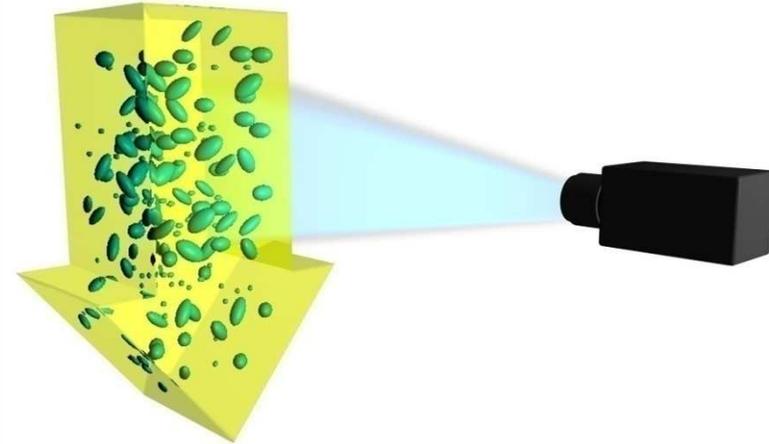
Analisi d'Immagine Digitale



STATICA

(ISO 13322-1)

- Le Particelle non si muovono durante la misura
- Alta risoluzione $> 0,5 \mu\text{m}$
- Alcune centinaia di particelle analizzate (statistica povera)
- Intervallo di misura limitato
- Richiede tempo
- Particelle rilevate con orientamento fisso (2 Dimensioni)



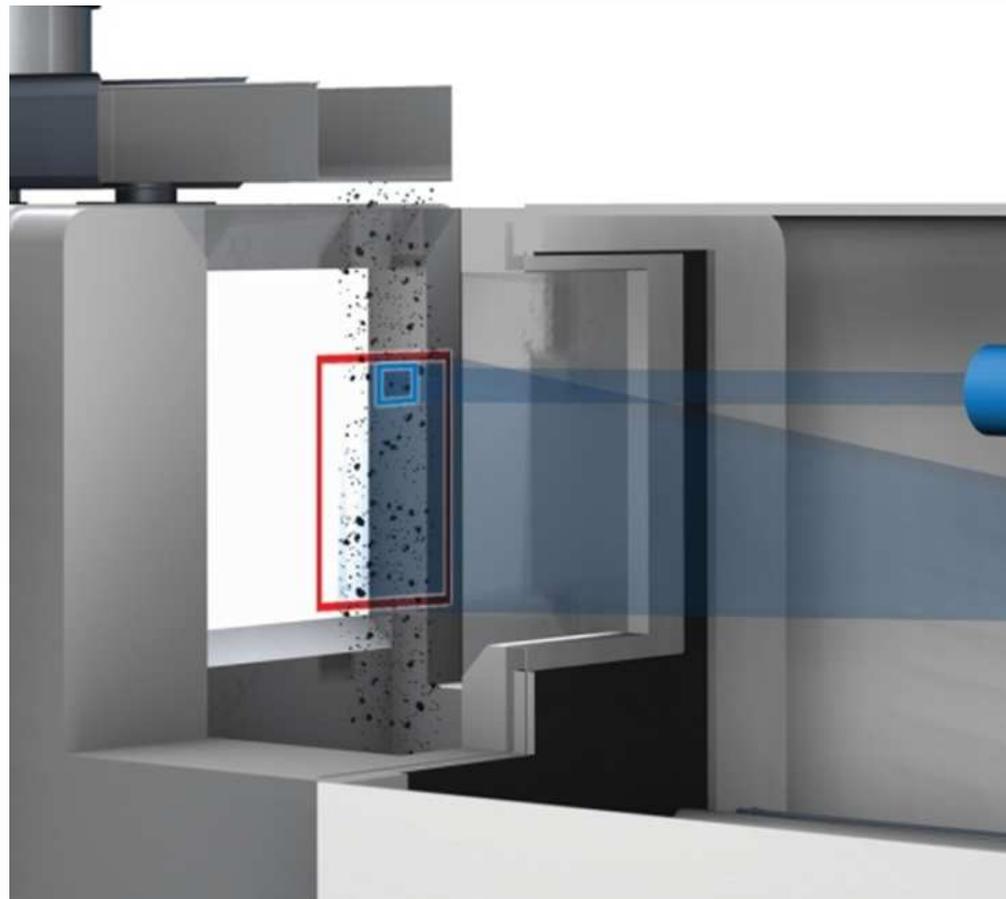
DINAMICA

(ISO 13322-2)

- Particelle in movimento davanti alla telecamera
- Risoluzione $> 1 \mu\text{m}$
- Alcuni milioni di particelle analizzate (elevata rappresentatività della misura)
- Ampio intervallo di misura
- Rapida
- Particelle misurate con orientamento casuale (3 Dimensioni)

Acquisizione Dinamica Immagine

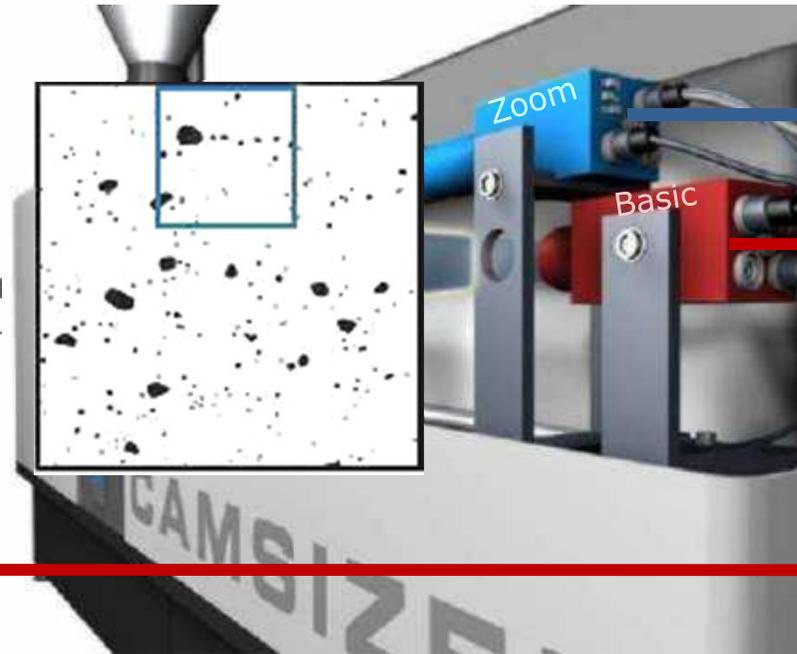
- Flusso di particelle
- Davanti ad uno sfondo illuminato
- Le proiezioni delle particelle rilevate dalle telecamere
- Ogni immagine è digitalizzata ed elaborata prima che l'immagine successiva sia acquisita (analisi in tempo-reale)



Sistema a Doppia-Telecamera



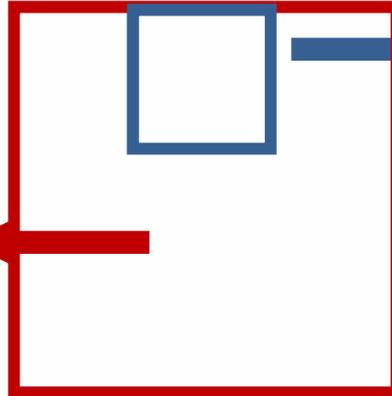
dual camera
technology



Grande quantità di
particelle grandi



Basic Camera



Particelle piccole in
alta risoluzione



Zoom Camera

Range dimensionale



Risoluzione

Immagini di telecamere digitali:

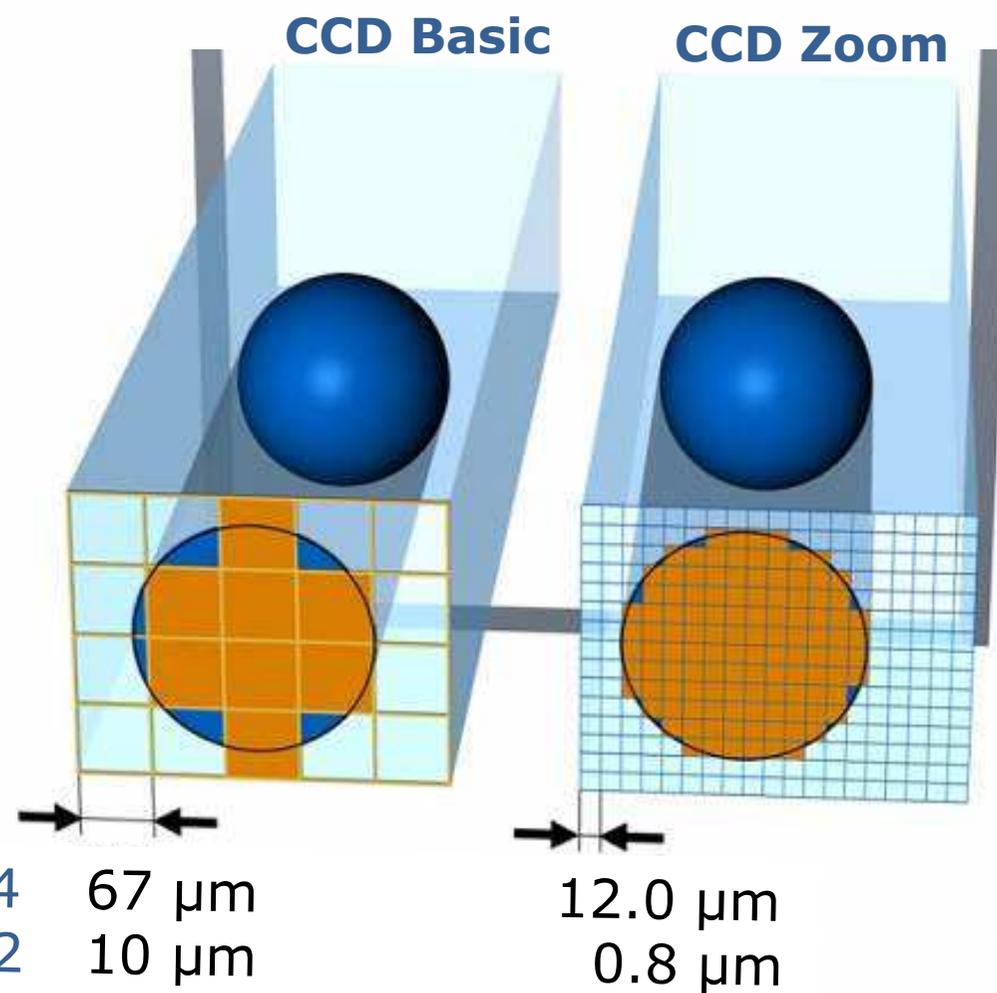


Risoluzione

ISO 13322-2:
Particella più piccola
rilevabile:

1 pixel

Un pixel è parte di
una proiezione se
almeno metà del pixel
è oscurato.



dual camera
technology

Range di Misura

La misura accurata di particelle grandi non è possibile, anche se rientrano nel campo visivo della telecamera:

Le particelle grandi toccano il bordo troppo spesso → quantificazione sicura non è possibile.



Dimensione Particella $\sim 1/3$ del campo visivo

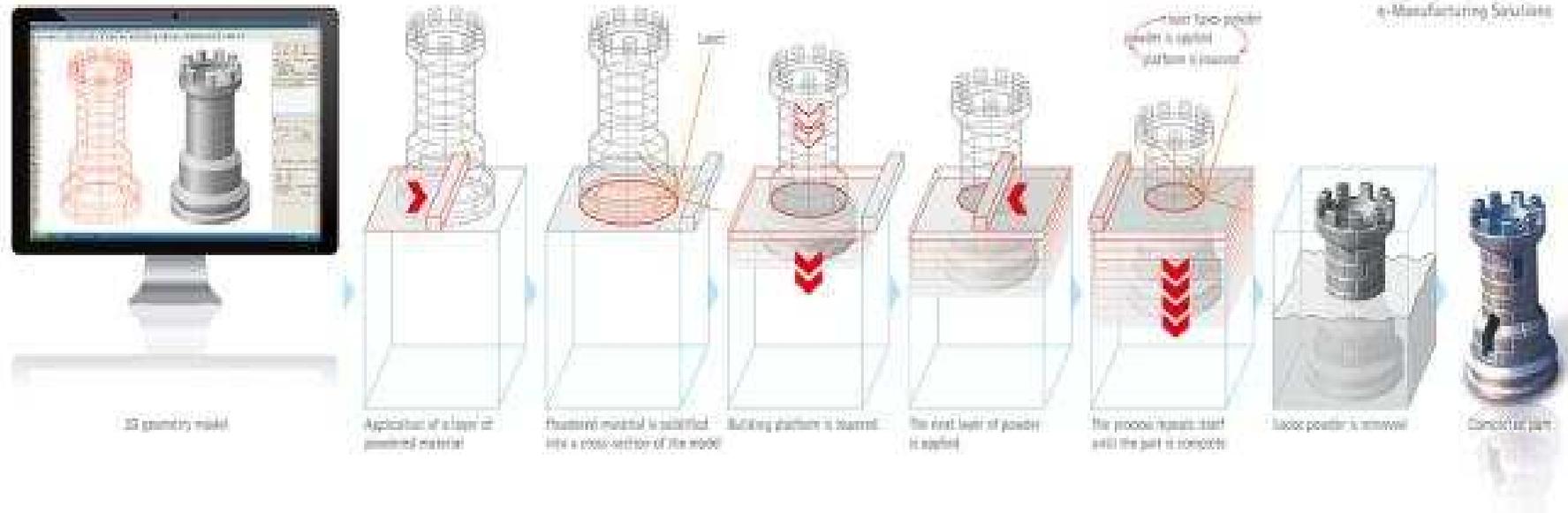
A cosa siamo interessati? Polveri Metalliche

Risoluzione minima richiesta
1 ⇔ 3 pixel per la dimensione
3 ⇔ 20 ⇔ 5000 pixel per la forma

Area Superficie/ Volume
= Superficie Specifica
= Superficie Ellissoidale
/ Volume Ellissoidale

Esempio di stampa 3D

General functional principle of laser-sintering



Esempio di stampa 3D



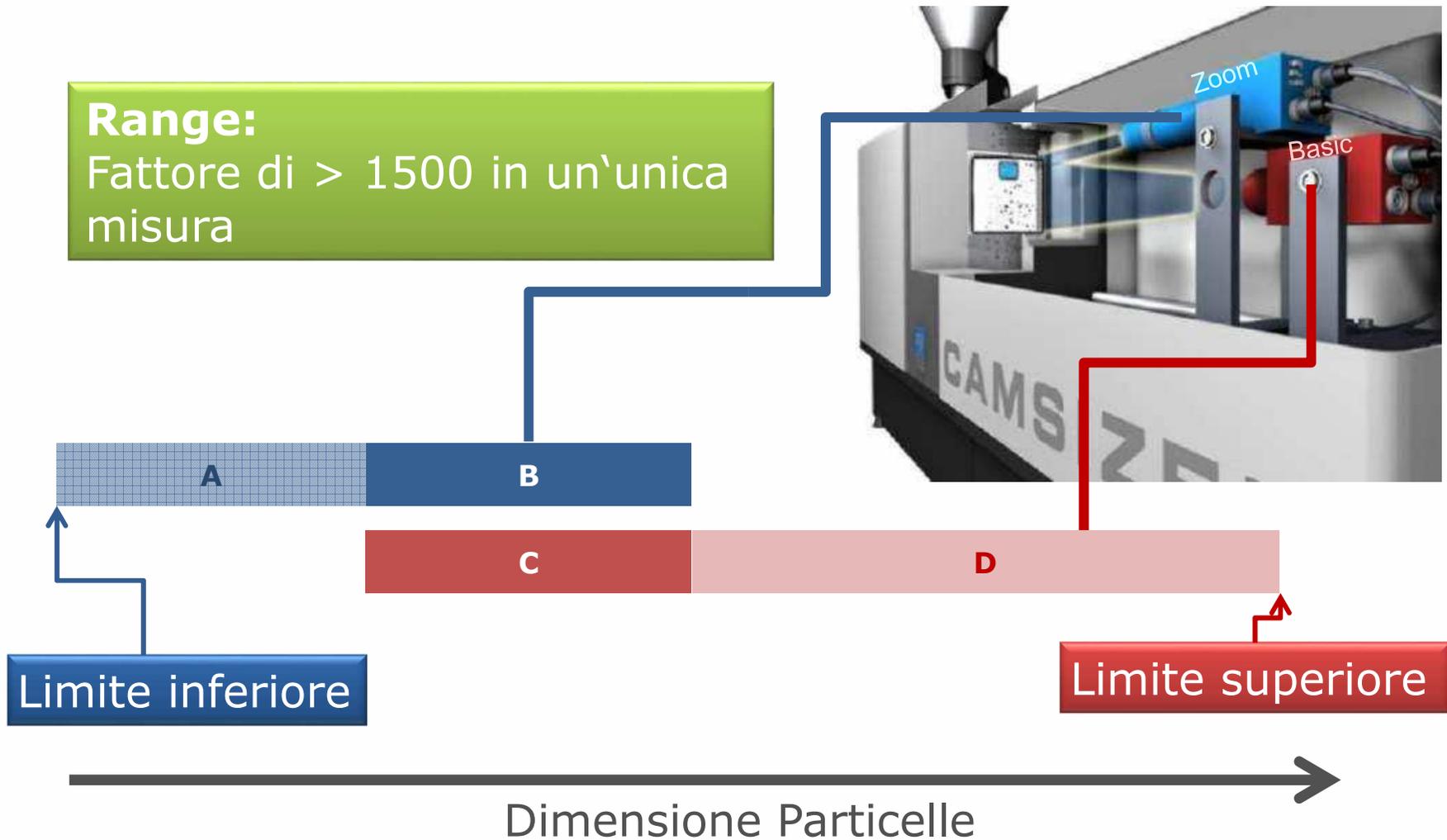
Design: All Rights Reserved 2012 Digital Forming

Sistema doppia telecamera

Range di misura ampio e dinamico:

Range:

Fattore di > 1500 in un'unica misura



Argomenti

Digital Image Processing

1. Principio di Misura
2. Risultati di una Misura
 - Dimensione
 - Forma

CAMSIZER P4

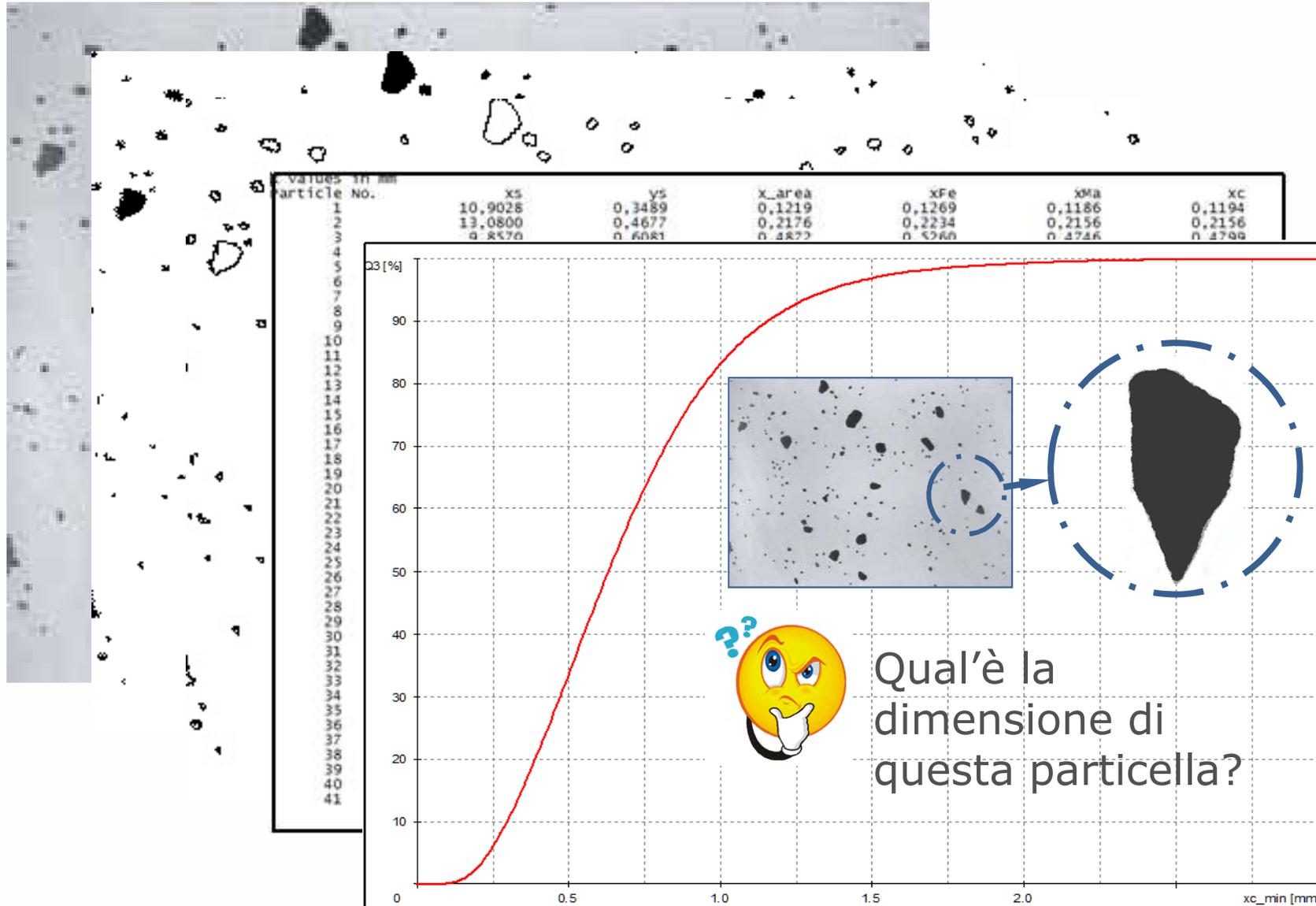
3. Campi di Applicazione
4. Esempi di Applicazioni

CAMSIZER X2

5. Concept
3. Esempi di Applicazioni



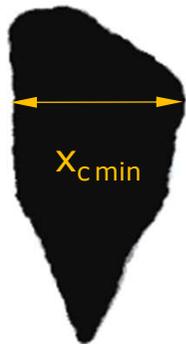
Risultati di una Misura



Definizioni di Dimensione di una Particella

X_{cmin}

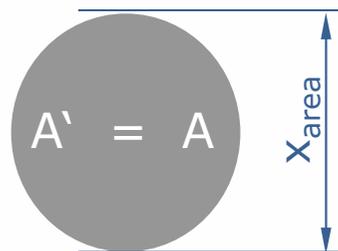
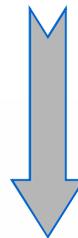
“larghezza”



miglior parametro
per correlazione
con setacciatura

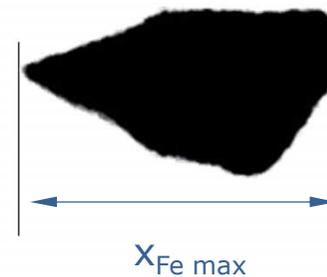
X_{area}

“diametro di un cerchio
con la stessa area”



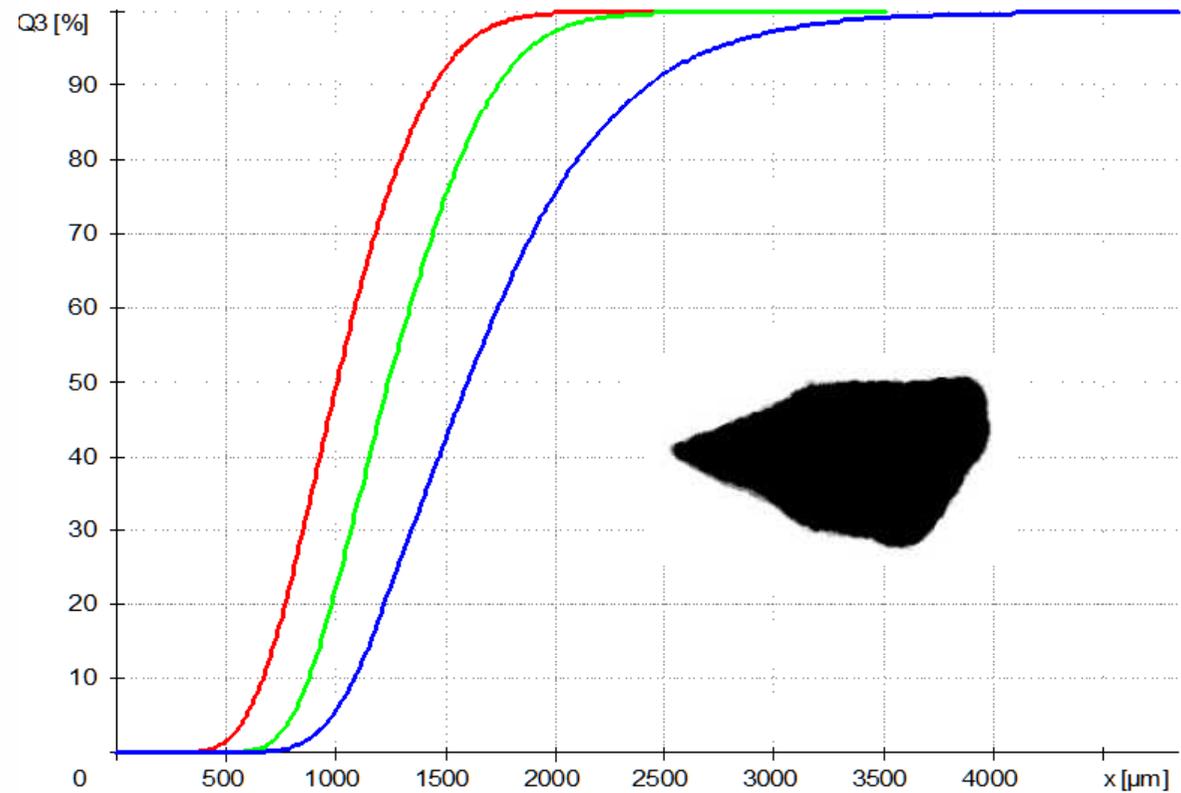
$X_{Fe max}$

“lunghezza”



Comparazione di Definizioni di Dimensione

X_{cmin} \leftrightarrow X_{area} \leftrightarrow $X_{Fe max}$



diverse definizioni
di dimensione

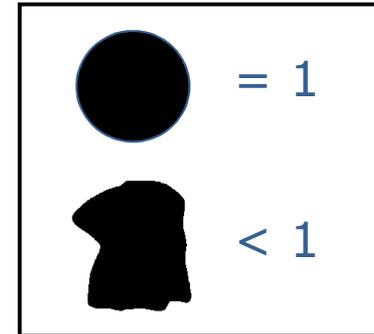
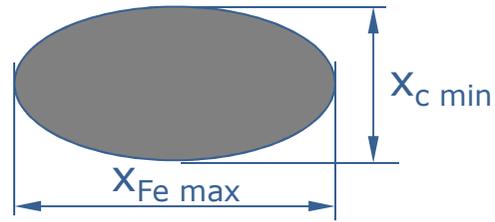


risultati
diversi

Forma di una Particela

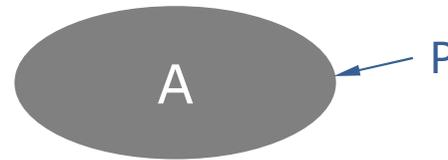
- Larghezza/lunghezza (aspect ratio)

$$\frac{x_{c \min}}{x_{Fe \max}}$$



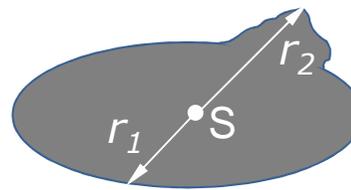
- Rotondità (sfericità)

$$\frac{4\pi A}{P^2}$$



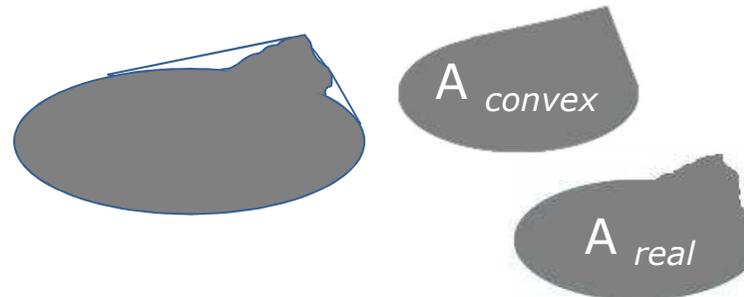
- Simmetria

$$\frac{1}{2} \left[1 + \min \left(\frac{r_1}{r_2} \right) \right]$$



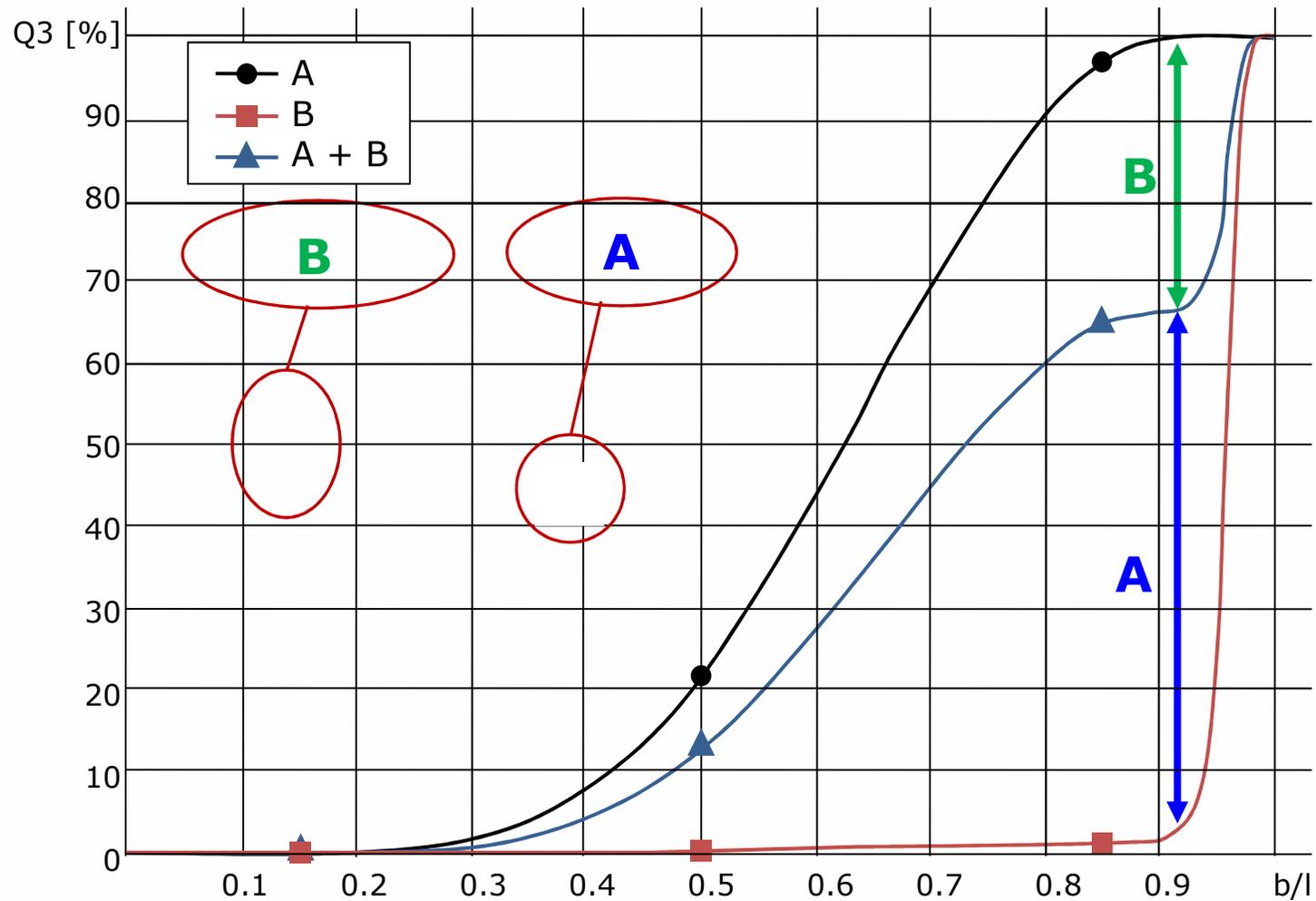
- Convessità

$$\sqrt{\frac{A_{real}}{A_{convex}}}$$



Forma di una Particela: Miscela

Scambiatore Ionico e Carbone Attivato



Forma di una Particella: Miscela

Characteristics
File Edit View Help

Task file: Water_purifier_mix.afg

Volume based distribution

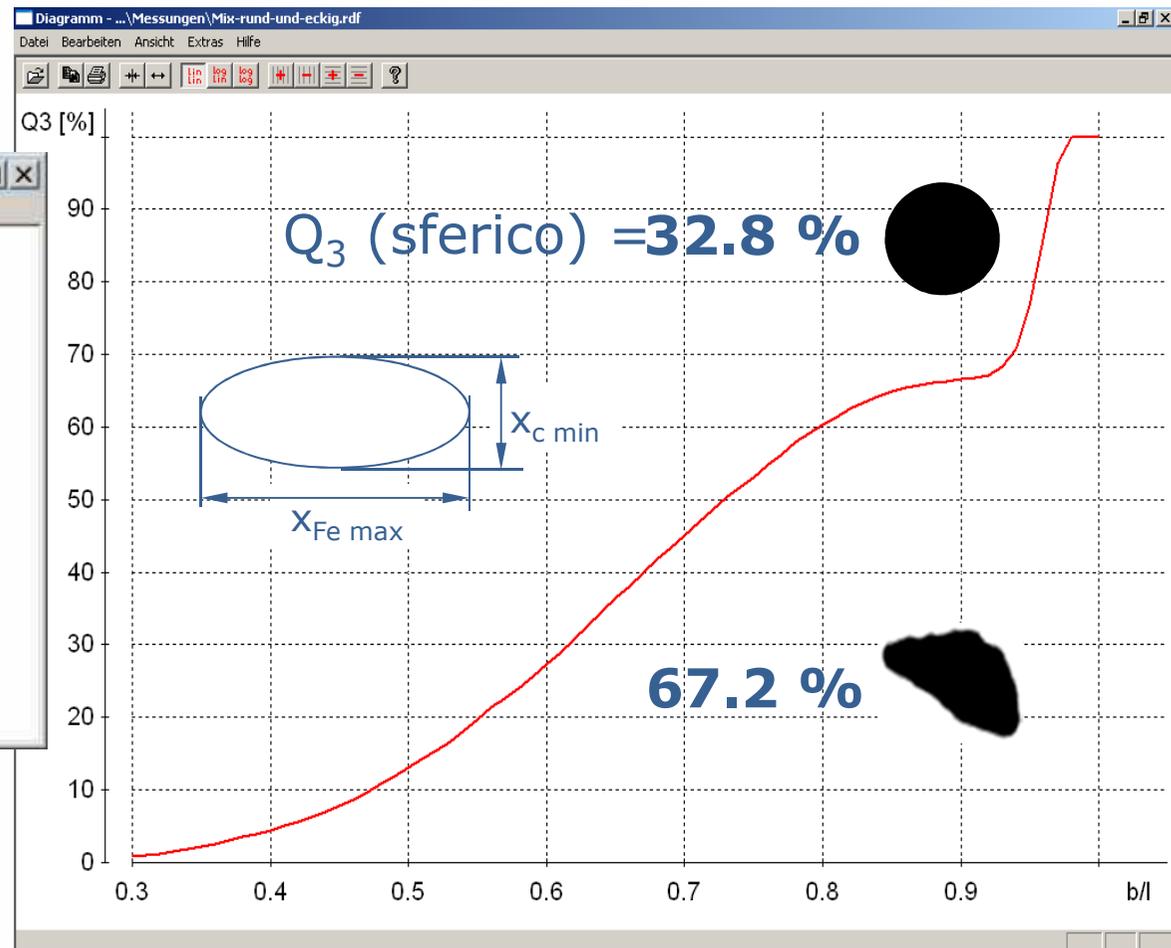
Q3 [%]	x [mm]
50.0	0.740

U3 = 1.651

Time: 23.3.2005 , 9:05
Duration of measurement: 2 min

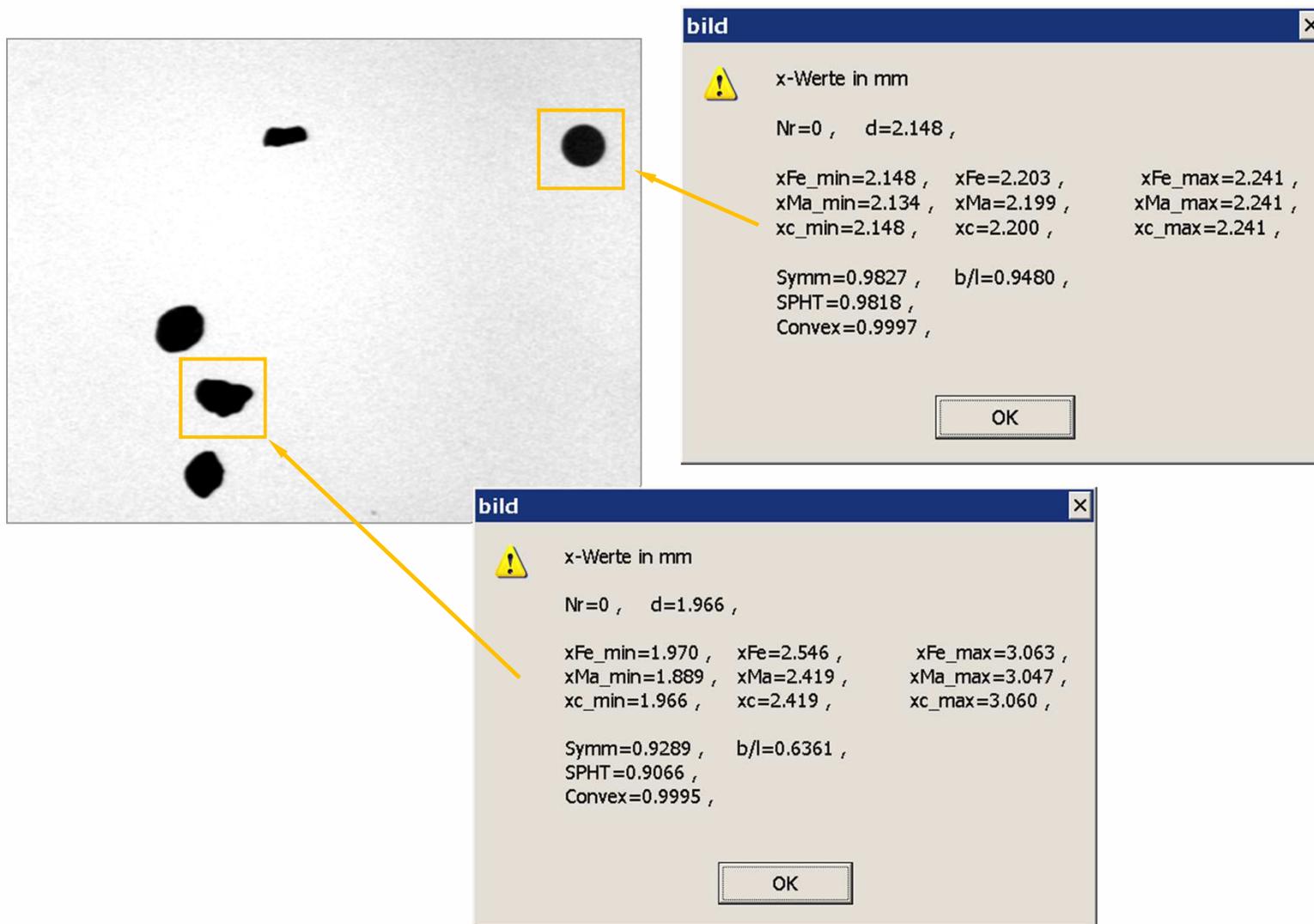
CCD-B active
CCD-Z active

1-Q3 (b/l=0.9) = **32.8 %**

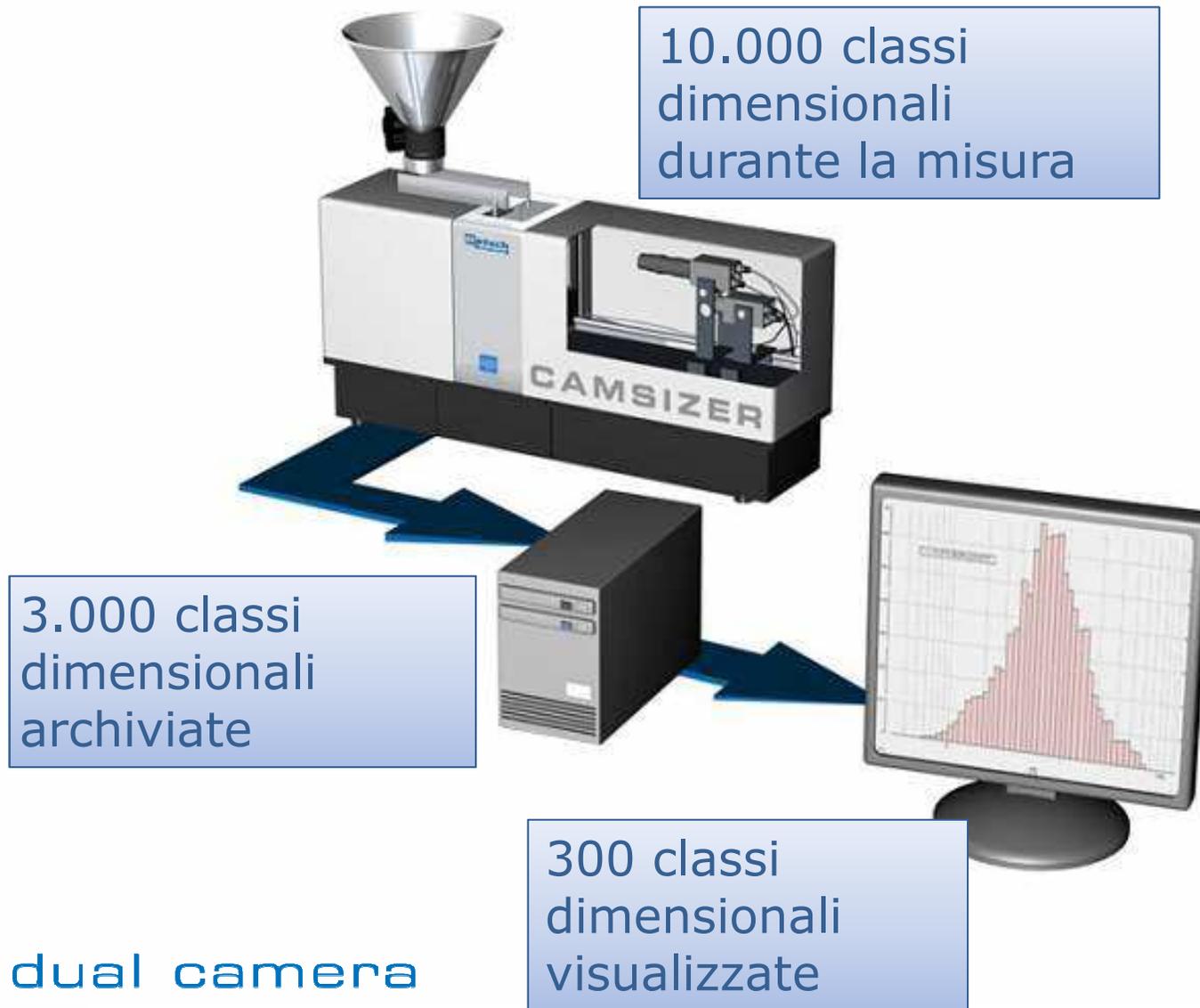


Controllo del Processo Ottico

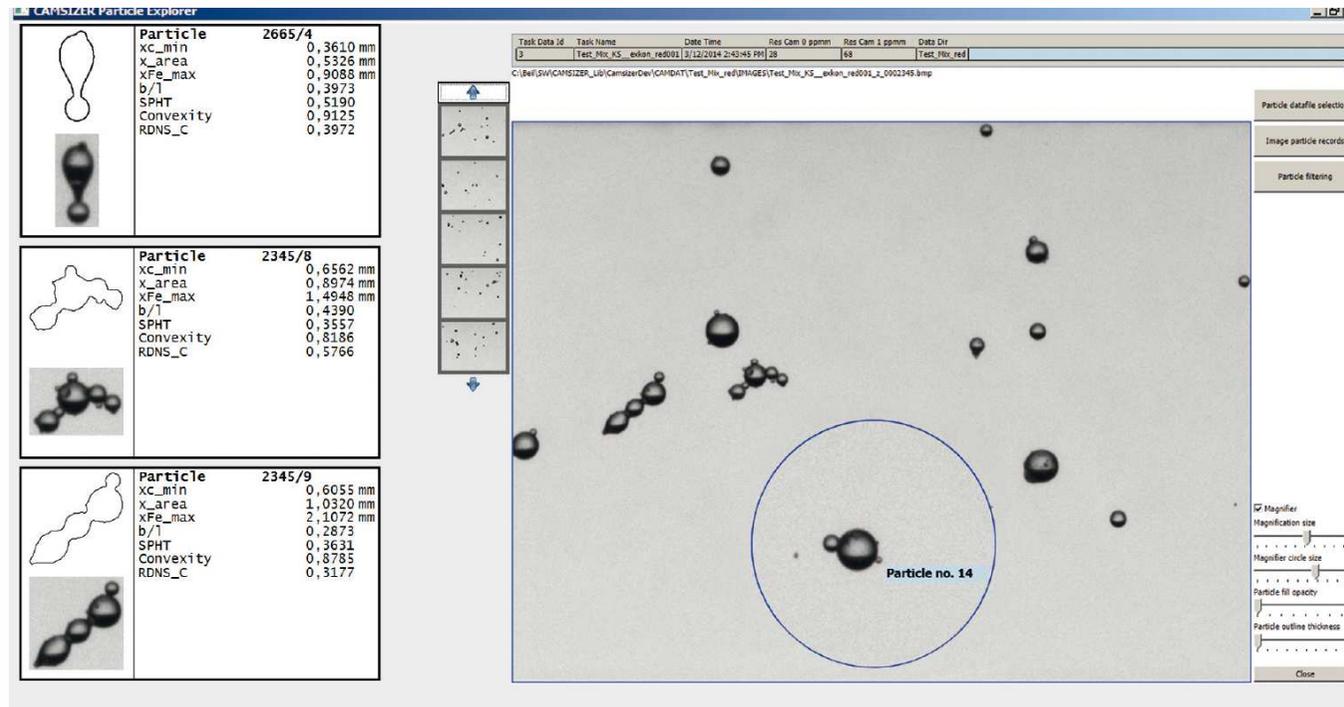
Analisi di dimensione e forma



Archivio Dati



Particle X-plorer: Nuova funzione software



Nuovo database Immagini

Nuovo Strumento per migliorare lo studio e la documentazione

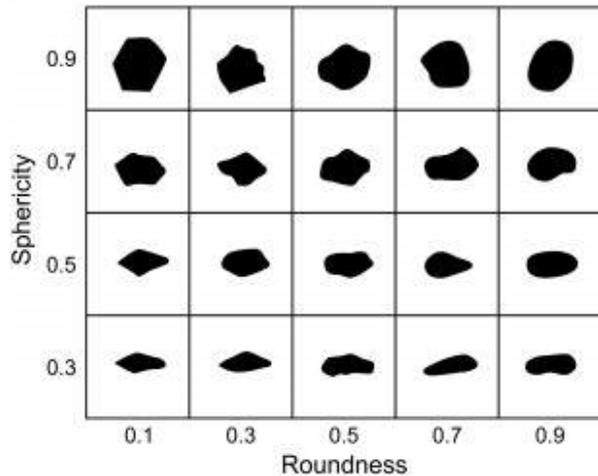
Tipico ~100.000 immagini di particelle singole per misura



dual camera
technology

Particle X-plorer: Nuova funzione software

CAMSIZER P4



Rotondità e Sfericità Krumbeins

Per proppants, sabbia,
e altri materiali non-rotondi, spigolosi
In accordo con ISO 13503-2 e API

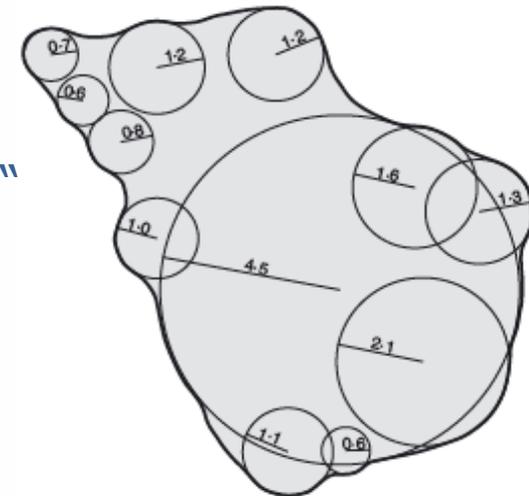
Krumbein Roundness **RDNS_C**

misura la „spigolosità“, o „raggio di curvatura spigolo“

*Diametro medio di tutti gli spigoli diviso per
il diametro del cerchio inscritto più grande*

Krumbein Sphericity **SPHT_K**

misura l'elongazione delle particelle (come $w/l = b/l$).



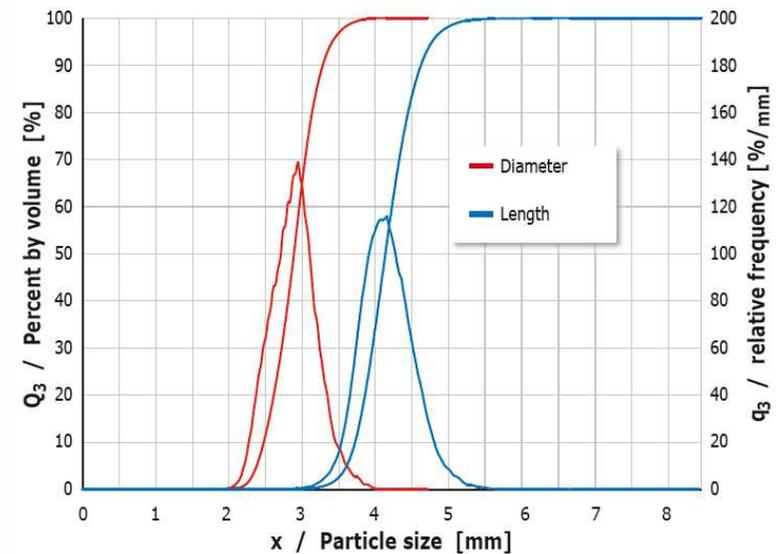
dual camera
technology

Nuove telecamere e lenti

- Maggior Risoluzione di Zoom e Basic
- Maggior Luminosità delle sorgenti LED

- ⇒ Miglior qualità dell'immagine
- ⇒ Maggiore profondità di campo
- ⇒ Determinazione precisa della forma di particelle piccole

più pixel e maggior risoluzione ottica



Estrusi plastici Trasparenti:
Misura di lunghezza e diametro con il sistema motorizzato di allineamento

Vantaggi

- Misura di distribuzioni granulometriche ampie
- Misura di distribuzioni granulometriche strette
- Facilità di impiego
- Definizione diretta e completa
 - per larghezza (analogo a setaccio)
 - per lunghezza
 - o superficie (proiezione)
- Robusto, a prova di errore
- Ideale per analisi di forma
- Misura della densità,
conteggio delle particelle (solo CAMSIZER P4)



Argomenti

Analisi d'Immagine Digitale

1. Principio di Misura
2. Risultati di una Misura

CAMSIZER P4

3. Campi di Applicazione
4. Esempi di Applicazioni

CAMSIZER X2

5. Concept
 - Ottica e Moduli di Dispersione
6. Esempi di Applicazioni



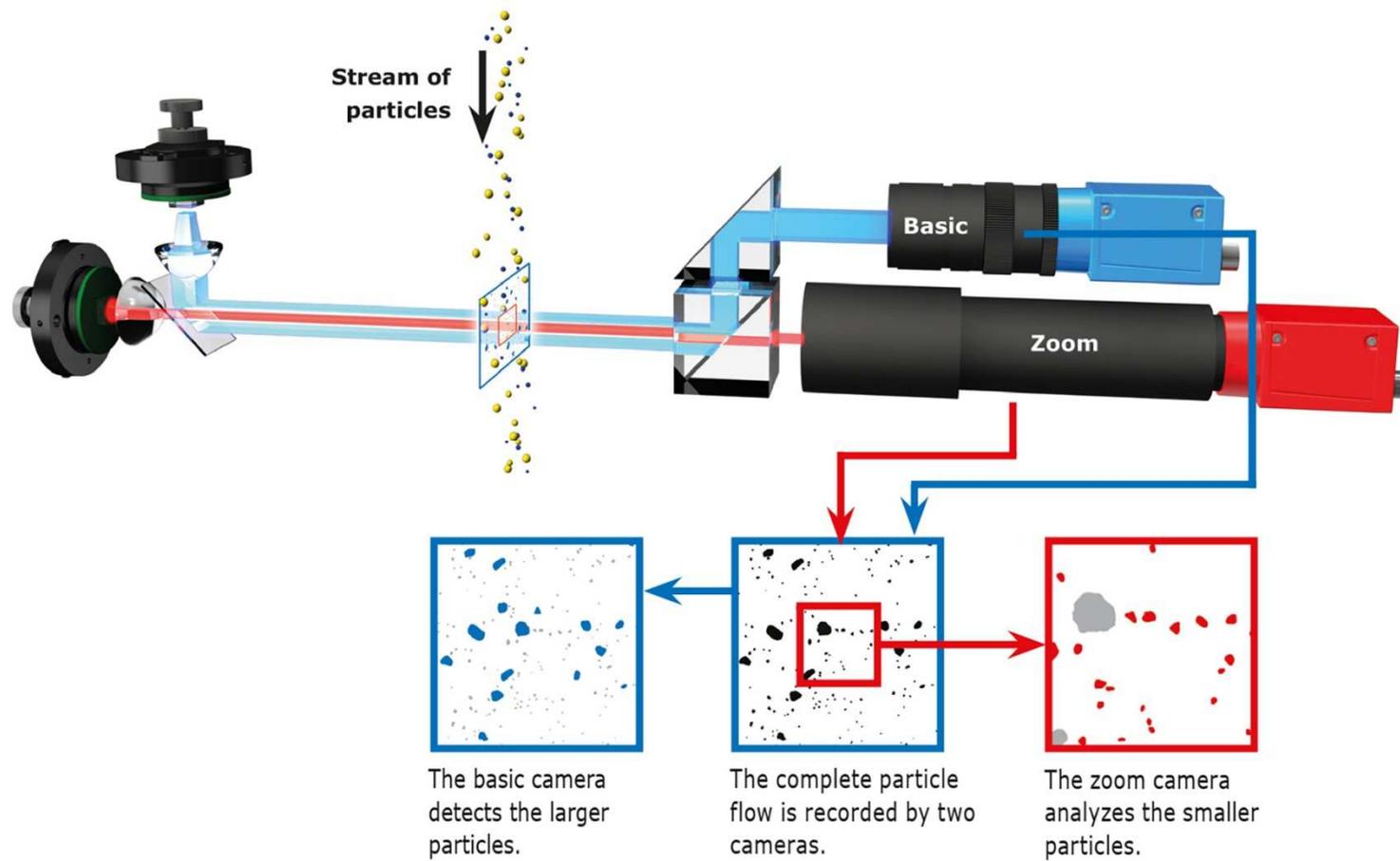
La nuova generazione

CAMSIZER XT -> CAMSIZER X2



- Range dimensionale esteso : da 0.8 μm a 8 mm
- Nuova ottica:
 - Maggiore risoluzione: 0.8 μm per pixel
 - Maggior campo visivo
- Nuove telecamere:
 - Maggiore risoluzione 4.2 MPixel
 - Più immagini al secondo/trasmissione dati più alta

Ottica evoluta con design brevettato



Moduli di Dispersione

Range di misura da 0.8 μm a 8 mm



3 modi di dispersione in 2 moduli (secco e umido):

X-Fall: a caduta libera per particelle disperse e scorrevoli

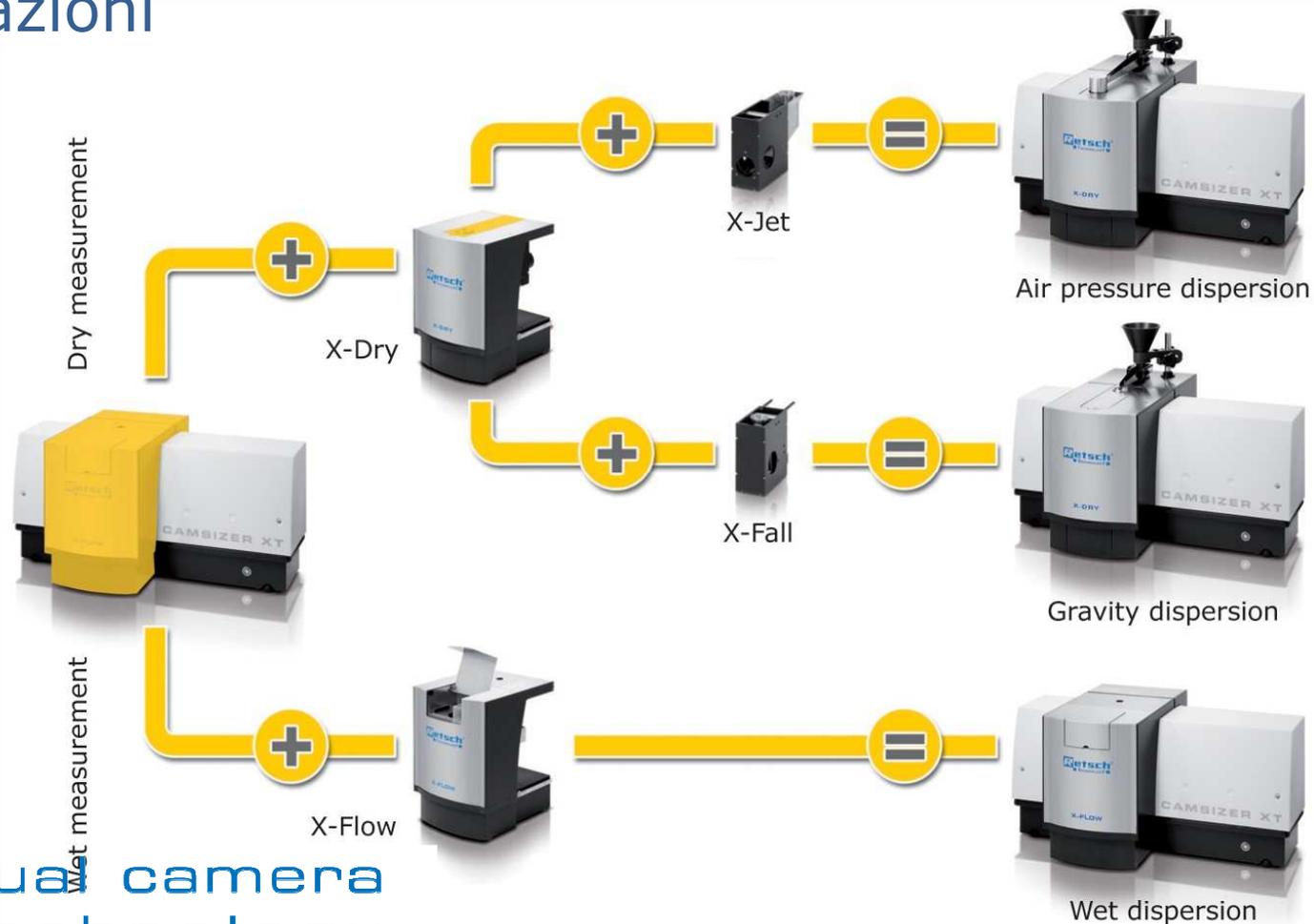
X-Jet: dispersione con aria compressa per polveri fini ed agglomerate

X-Flow: modulo a umido per emulsioni e sospensioni, con sonda ad ultrasuoni, adattato anche per solventi organici

Moduli di Dispersione

Modular „X-Change“ Concept:

Configurazione flessibile per una vasta gamma di applicazioni



Moduli di Dispersione

Dispersione a secco (2 opzioni)

X-Fall
(Dispersione per Gravità)



X-Jet
(Dispersione con Aria compressa)



dual camera
technology

Dispersione a secco con X-Fall

Range di misura da **10 μm a 8 mm**

Per prodotti scorrevoli

Analogo al CAMSIZER standard



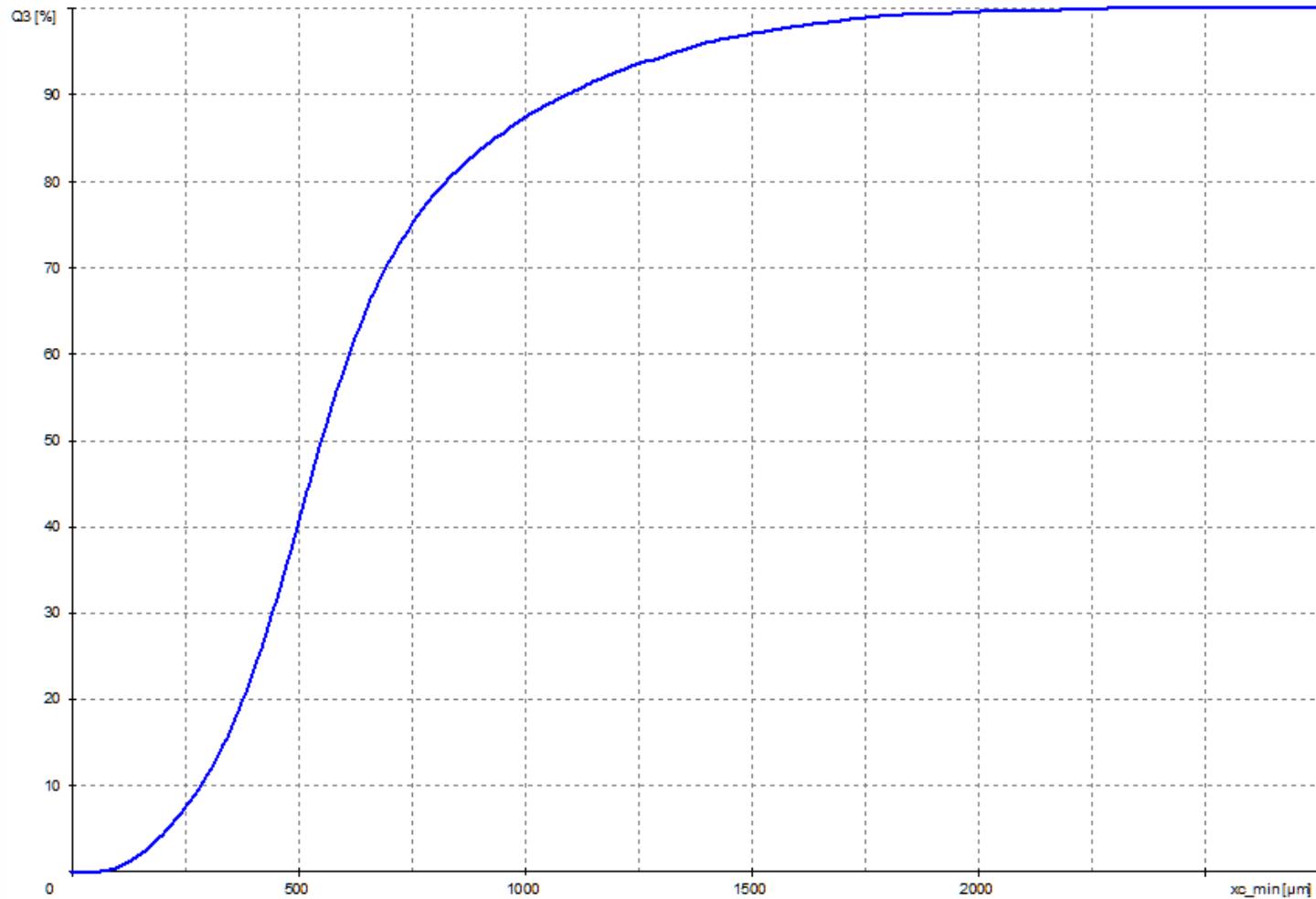
Recupero del campione dopo l'analisi:

- Completo di tutto il campione
- Senza contaminazione

X-Fall



X-Fall Risultati di Misure



Polvere di caffè con CAMSIZER X2 *X-Fall*

Dispersione a secco con X-Jet

Range di misura da **0.8 μm a 5 mm**

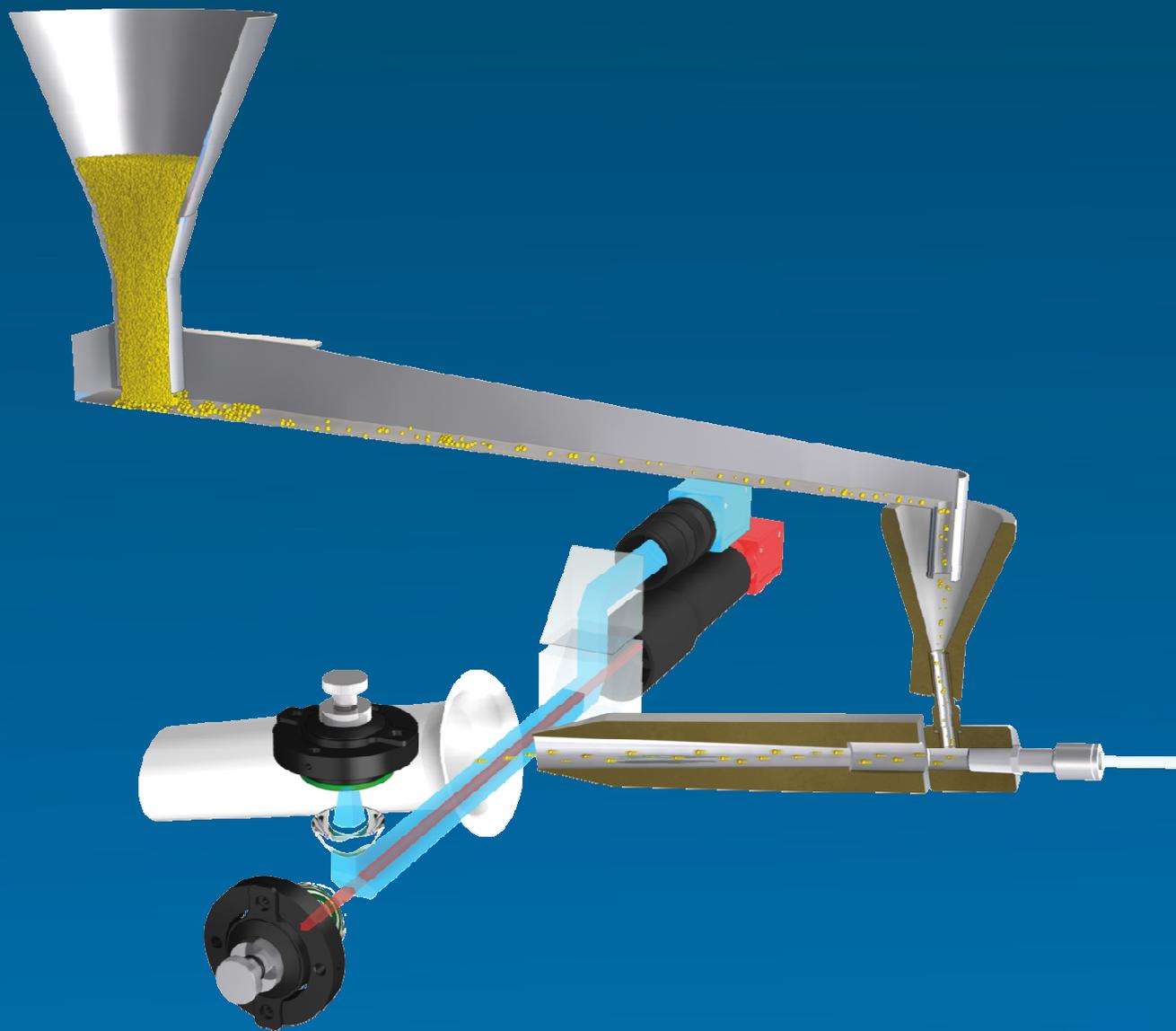
Per polveri fini e che tendono ad agglomerare

Dispersione a secco con aria compressa:
Pressione da 0.2 bar a 4.5 bar

Il campione non viene recuperato

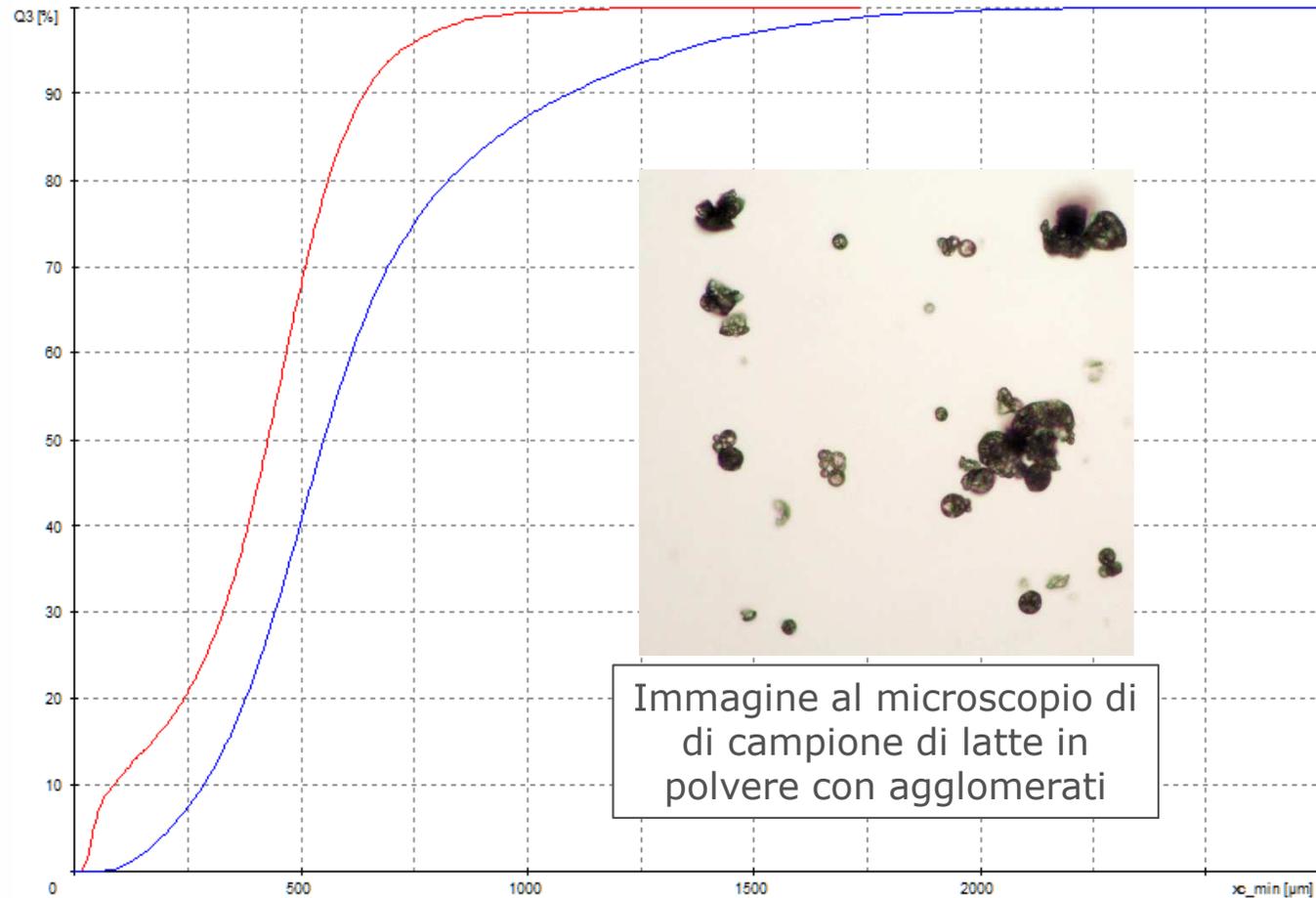


X-Jet



X-Jet Risultati di Misure

Disgregazione con aria compressa



Polvere di caffè con CAMSIZER X2 *X-Fall* e *X-Jet* 50 kPa

Dispersione a umido con X-Flow



Range di misura da **0.8 μm a 1mm**

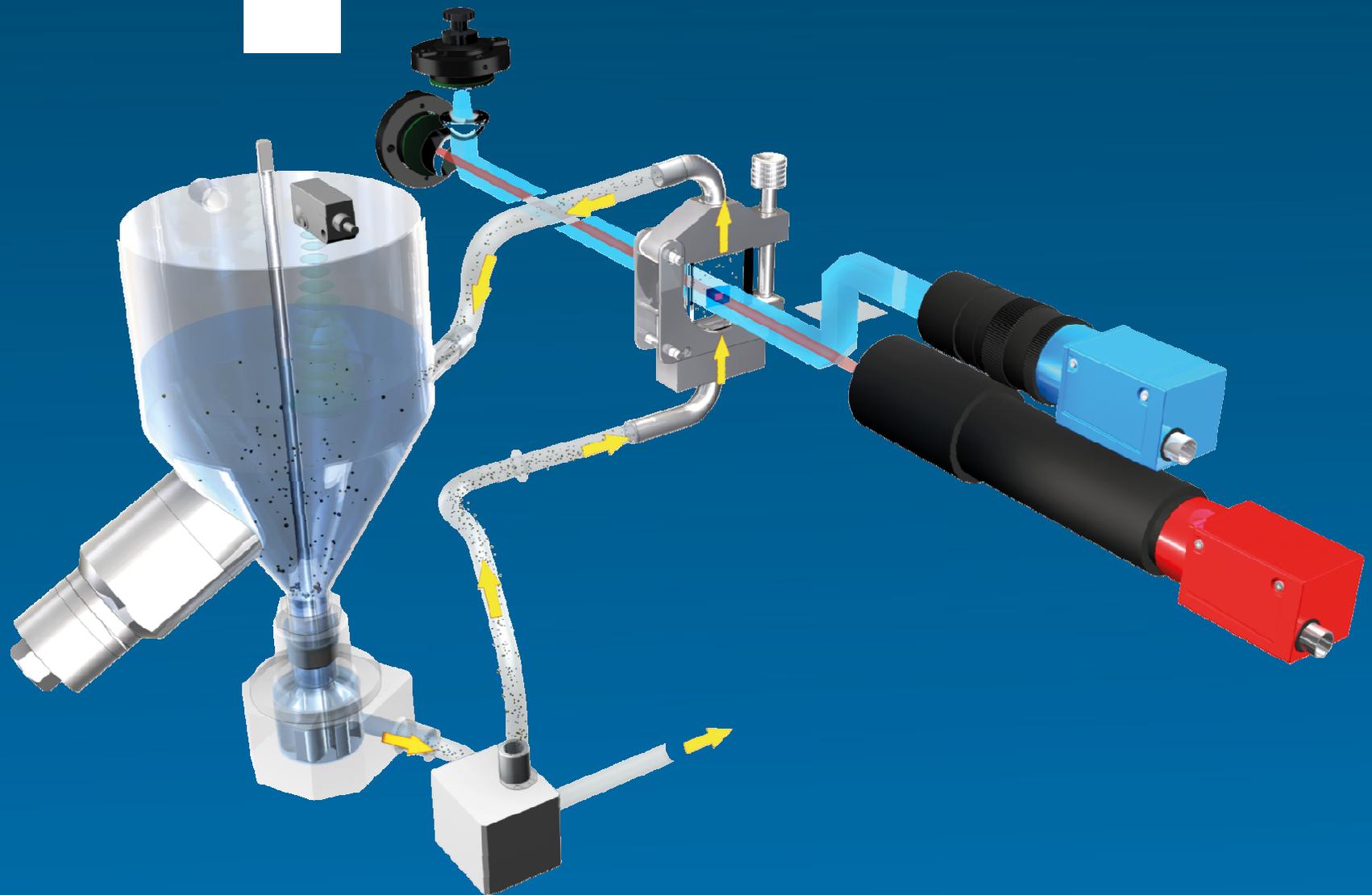
Per emulsioni e sospensioni

Dispersione ottimale con
sonda ad ultrasuoni

Ideale per piccole
quantità di campione

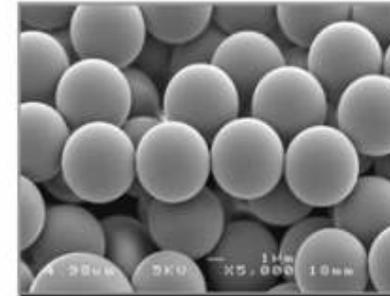
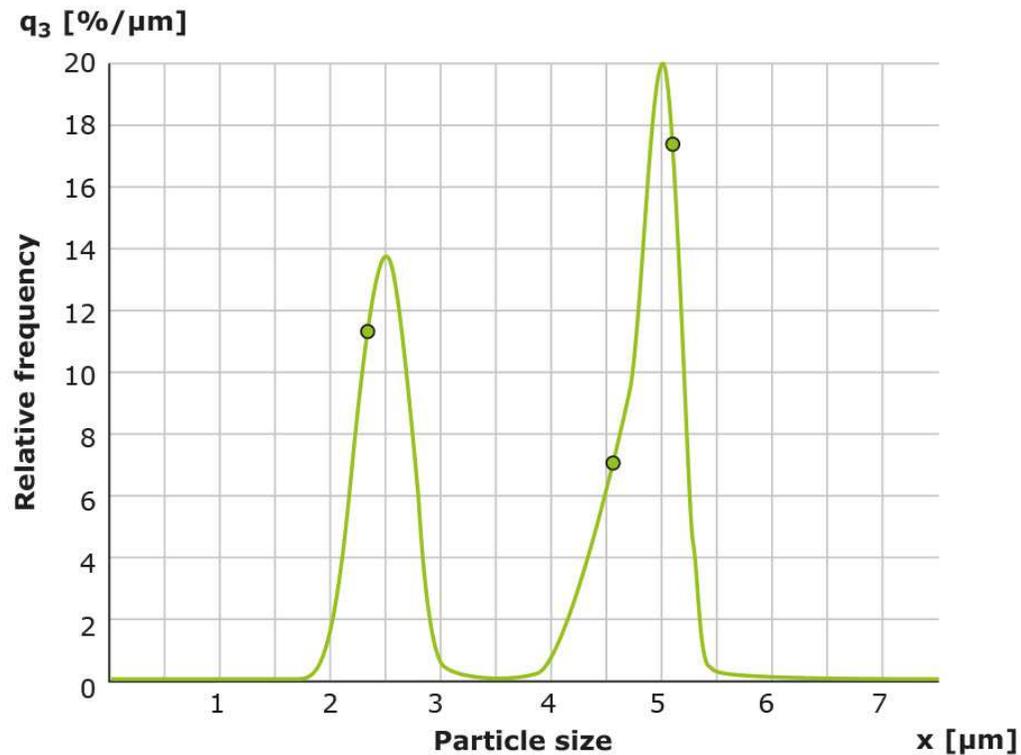
Utilizzabile anche con
solventi organici

X-Flow



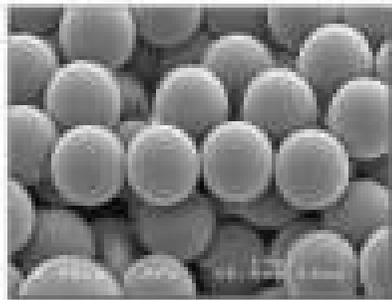
X-Flow Risultati di Misure

Distribuzione granulometrica: da 2.5 μm a 5 μm

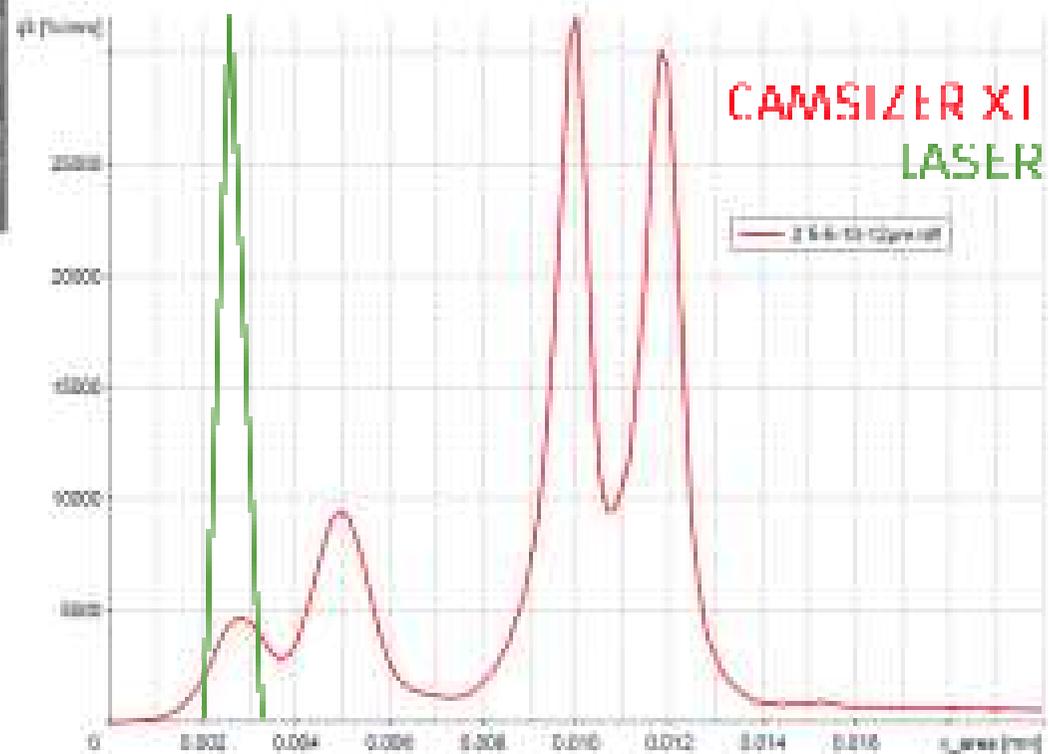


Alta risoluzione per particelle piccole.

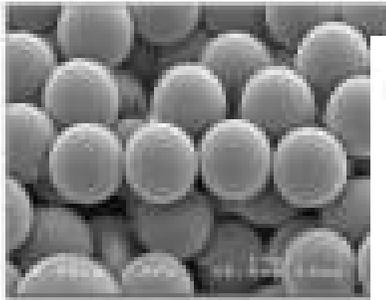
2.5 μm , 5 μm , 10 μm , 12 μm , misura a umido



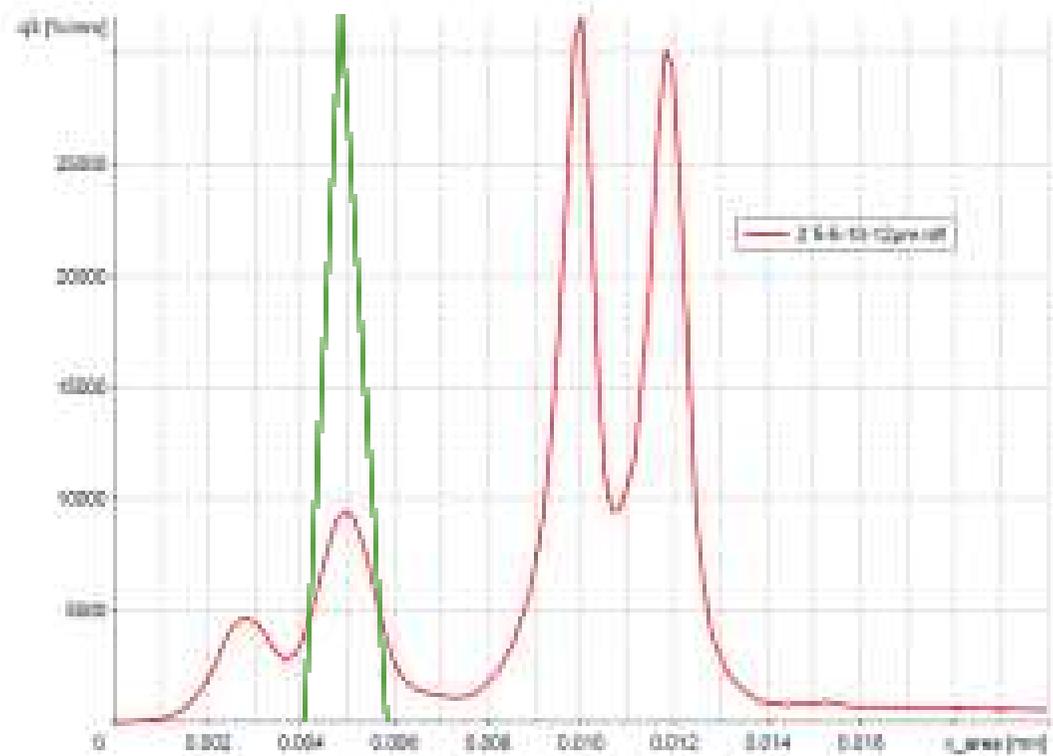
Relative Intensity



2.5 μm , 5 μm , 10 μm , 12 μm , misura a umido



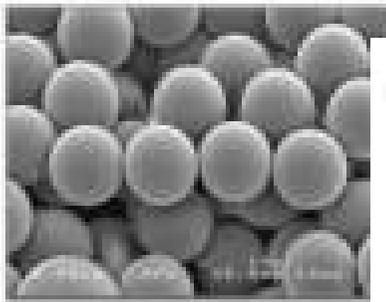
Relative Intensity



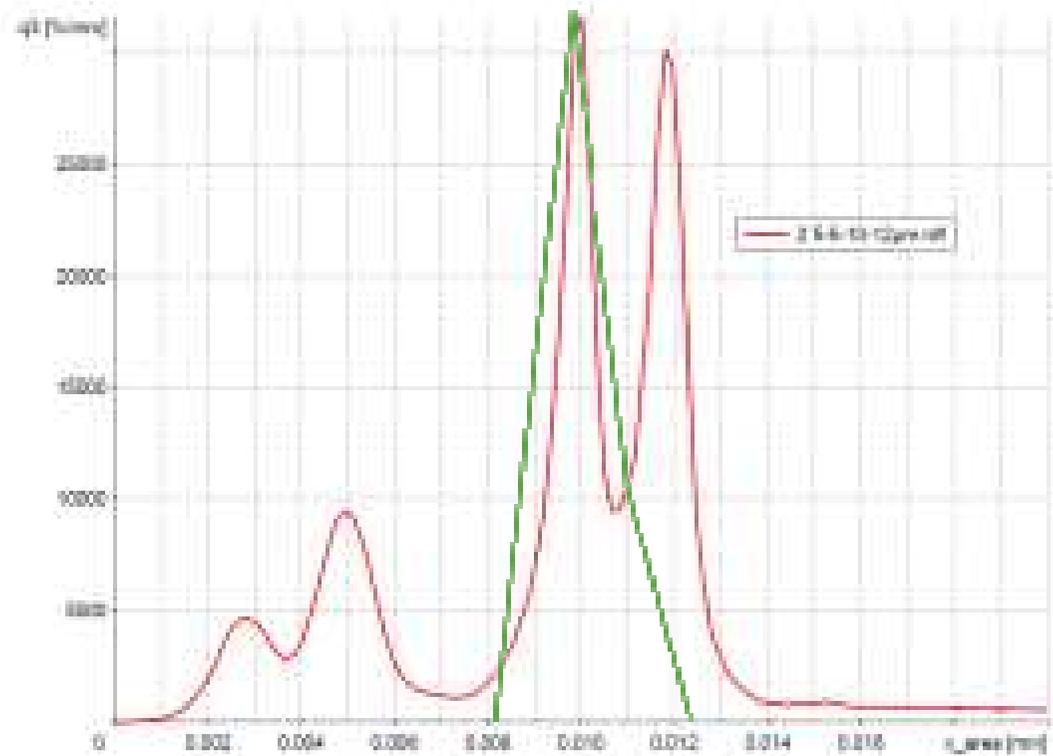
Particle size



2.5 μm , 5 μm , 10 μm , 12 μm , misura a umido



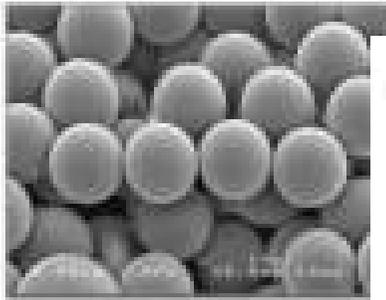
Relative Intensity



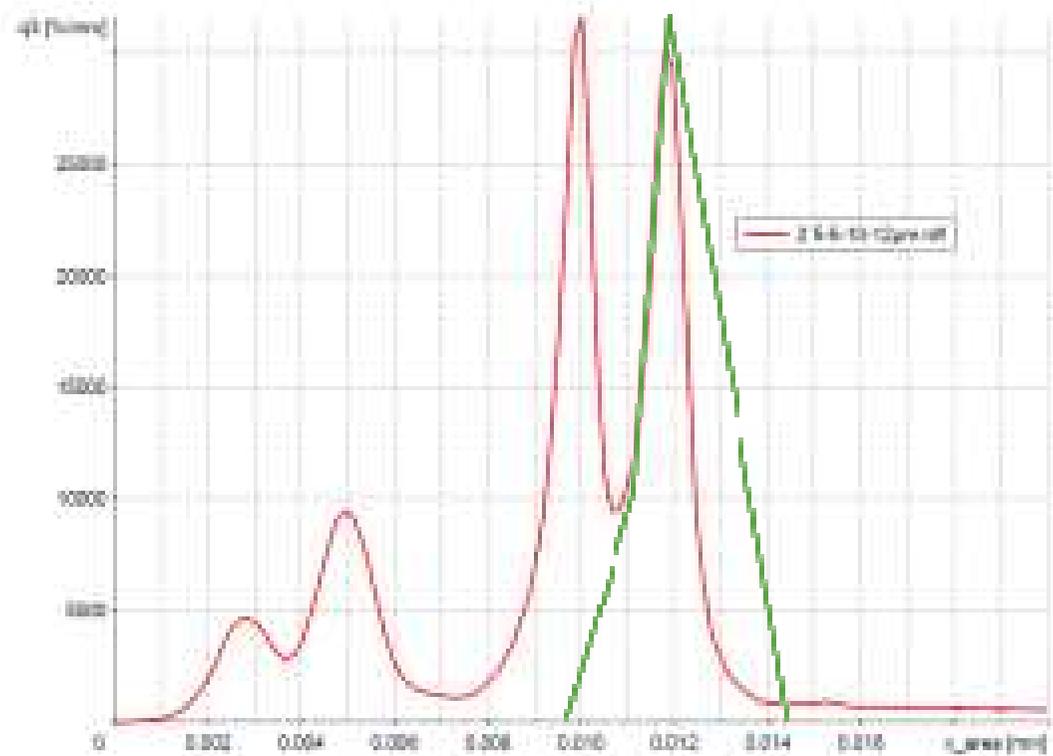
Particle size



2.5 μm , 5 μm , 10 μm , 12 μm , misura a umido



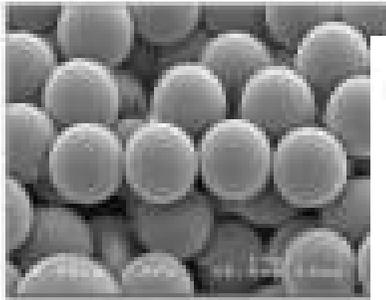
Relative Intensity



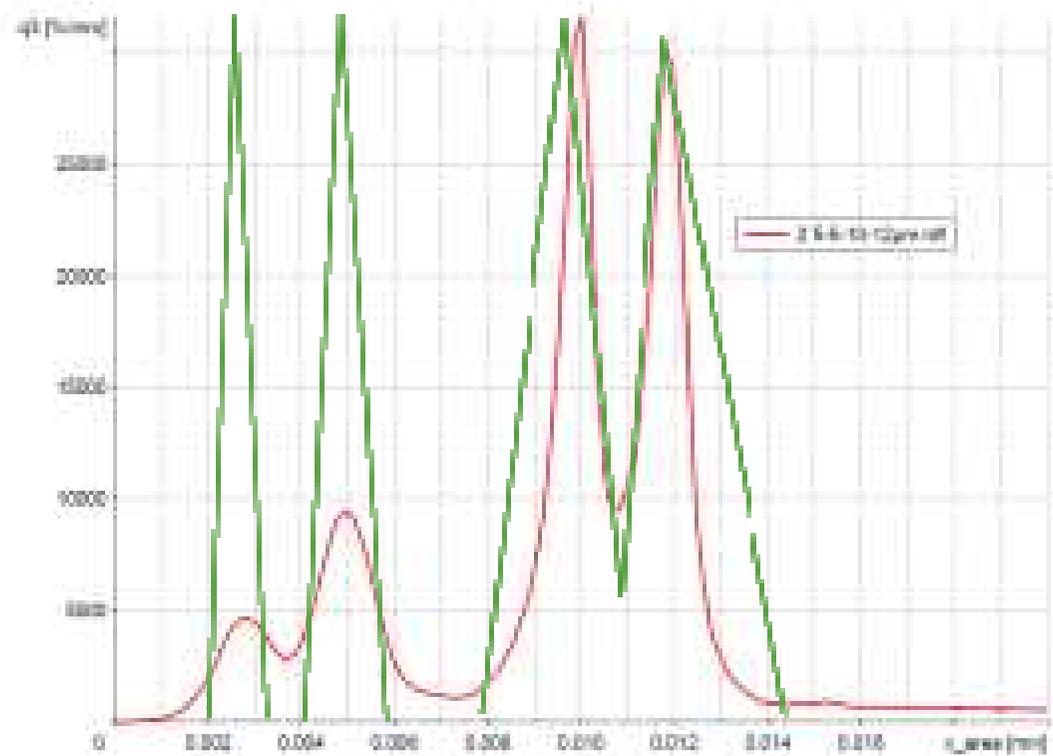
Particle size



2.5 μm , 5 μm , 10 μm , 12 μm , misura a umido



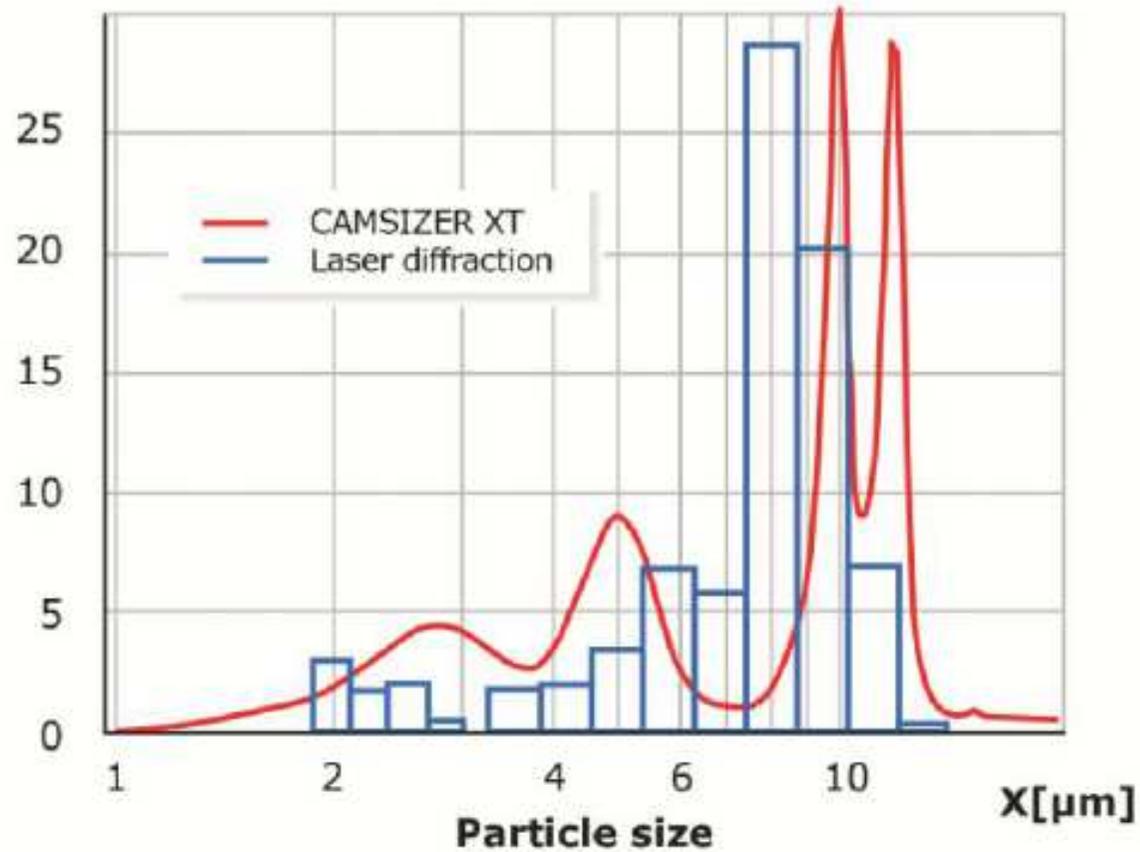
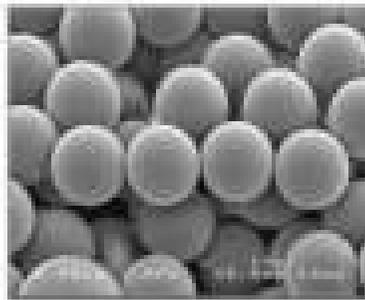
Relative Intensity



Particle size



2.5 μm , 5 μm , 10 μm , 12 μm , misura a umido



Argomenti

Analisi d'Immagine Digitale

1. Principio di Misura
2. Risultati di una Misura

CAMSIZER

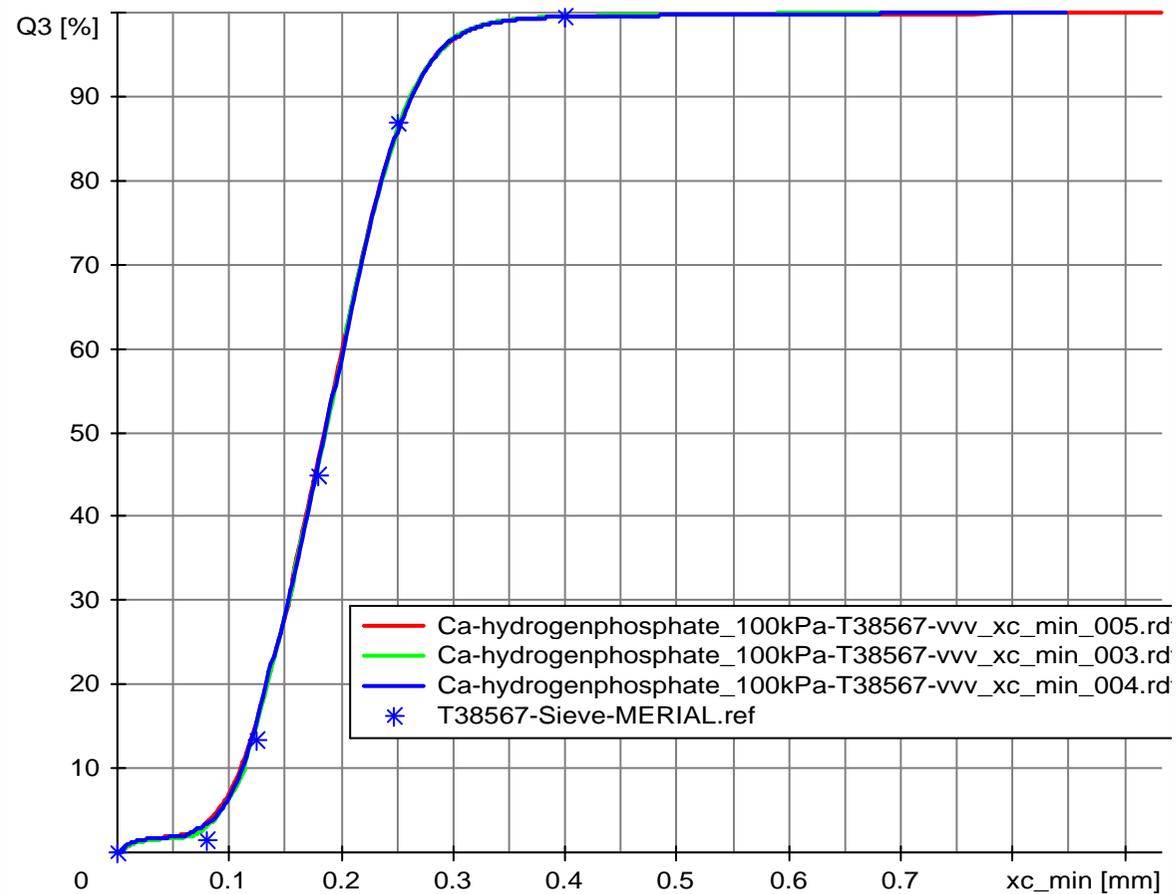
3. Campi di Applicazione
4. Esempi di Applicazioni

CAMSIZER X2

5. Concept
6. Esempi di Applicazione

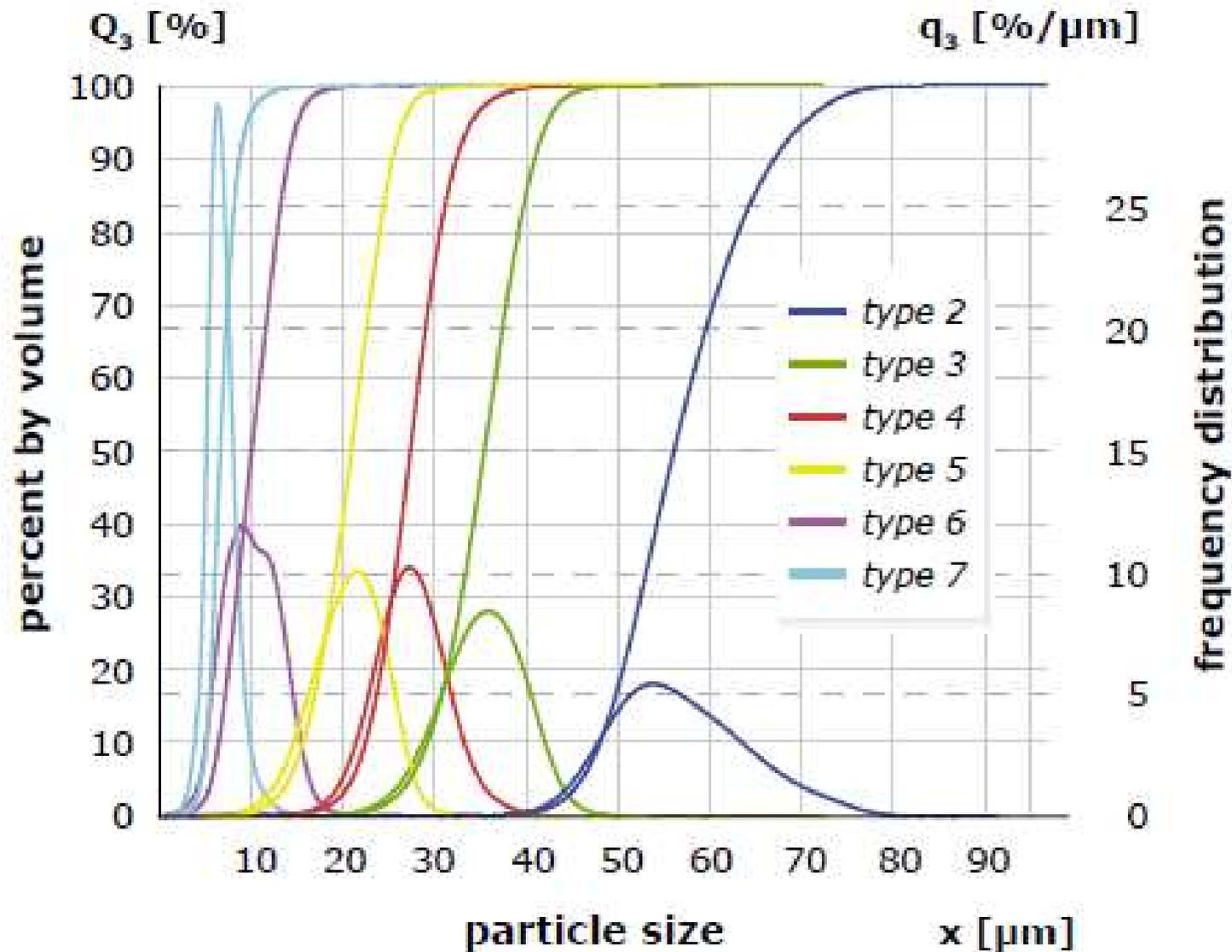


Resultati identici ad analisi al setaccio



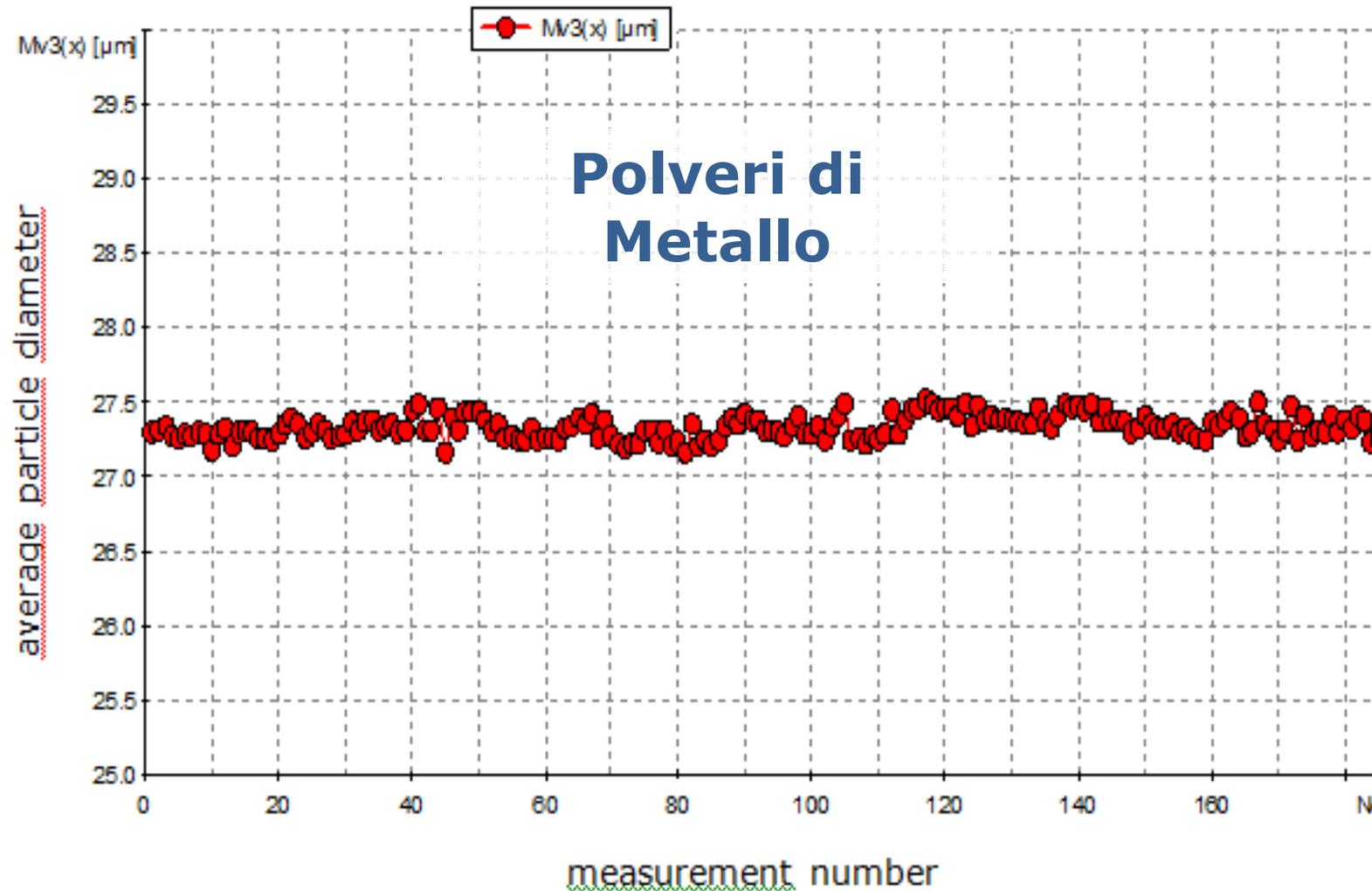
Il fosfato di calcio è un filler utilizzato nel settore farmaceutico e per altri materiali

CAMSIZER XT Polveri Metalliche

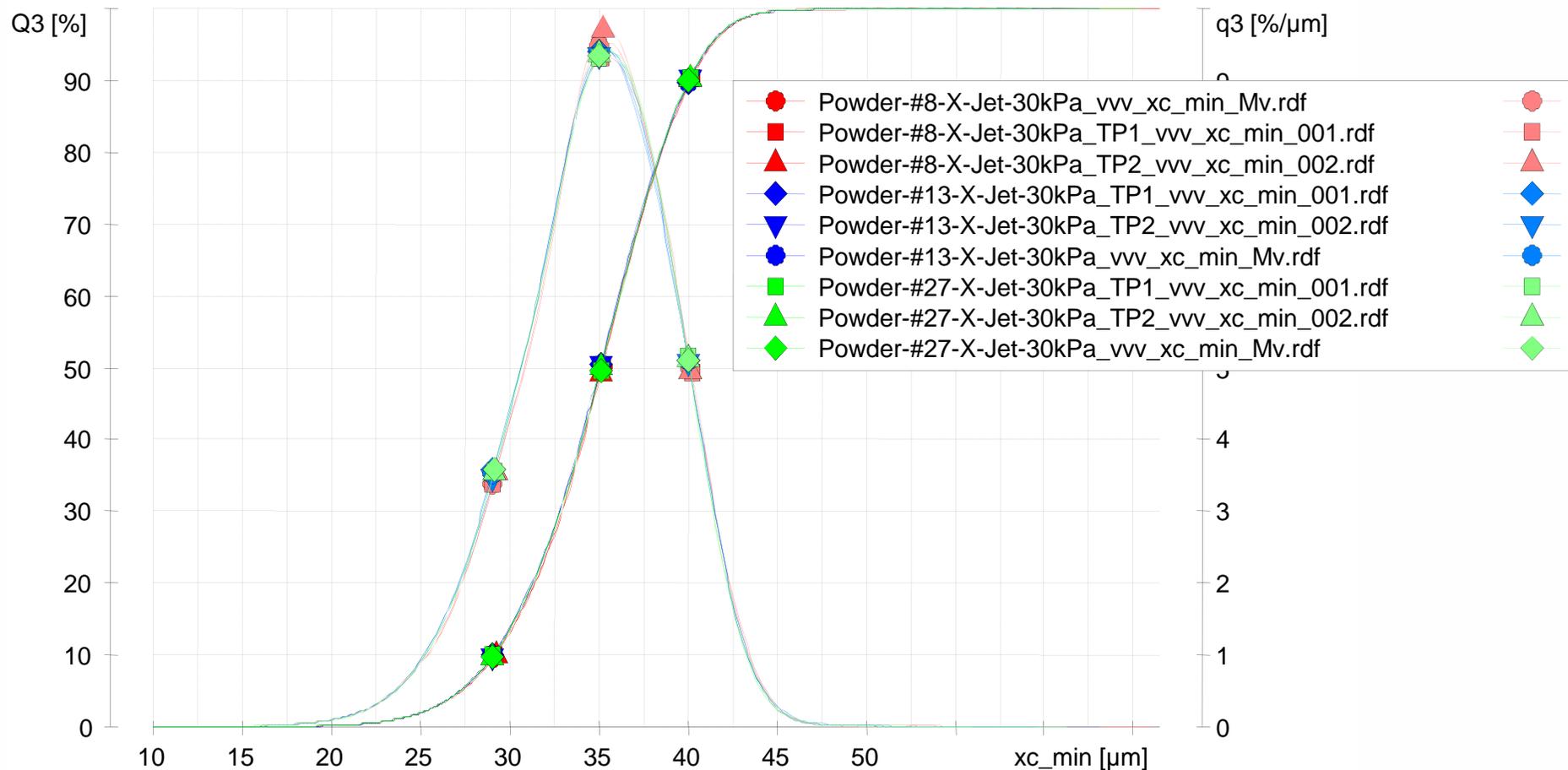


CAMSIZER XT Polveri Metalliche

Riproducibilità ed accordo interstrumentale
 $\Delta = 0.1\mu\text{m} - 0.3\mu\text{m}$



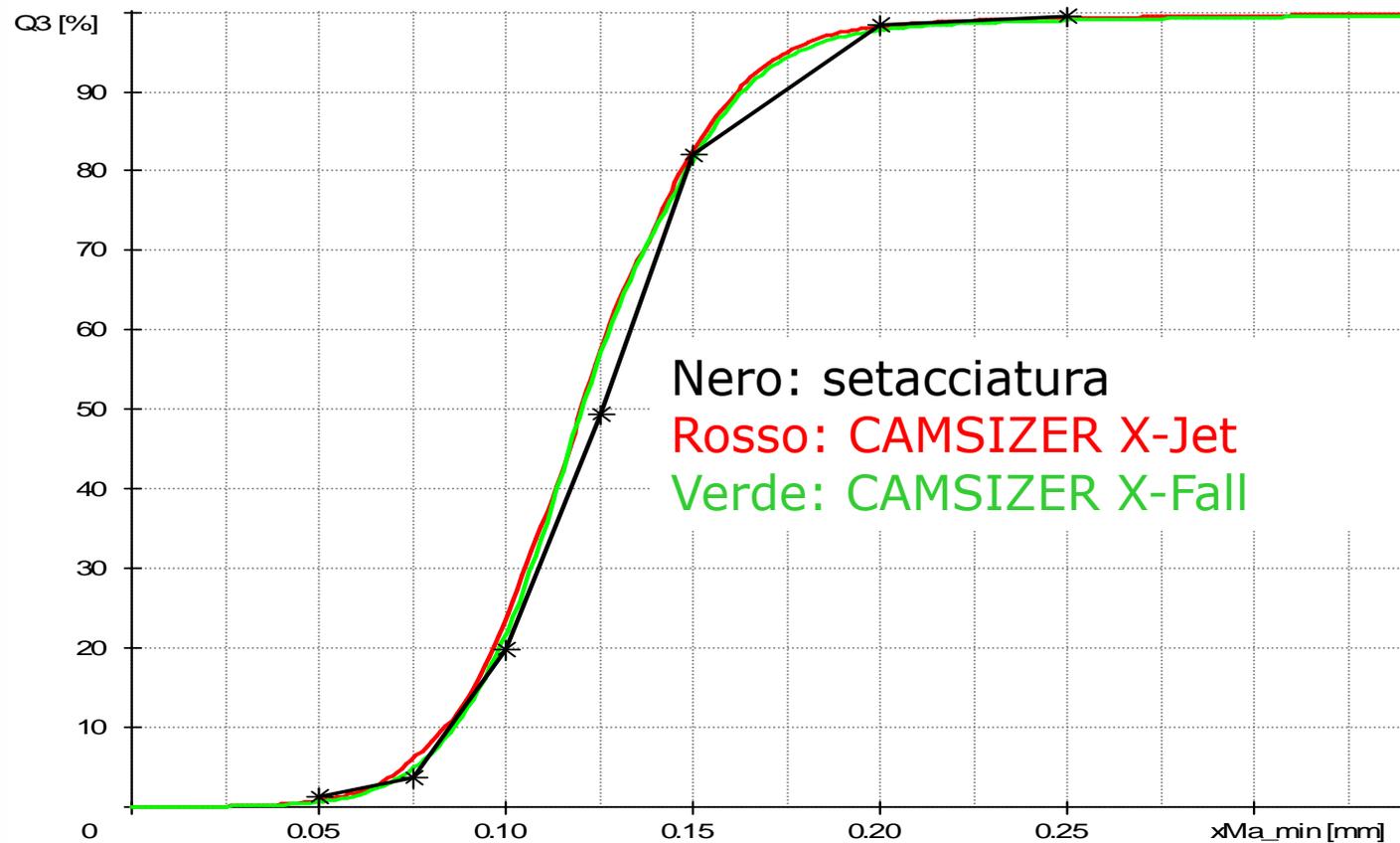
Riproducibilità Risultati su Polveri Metalliche



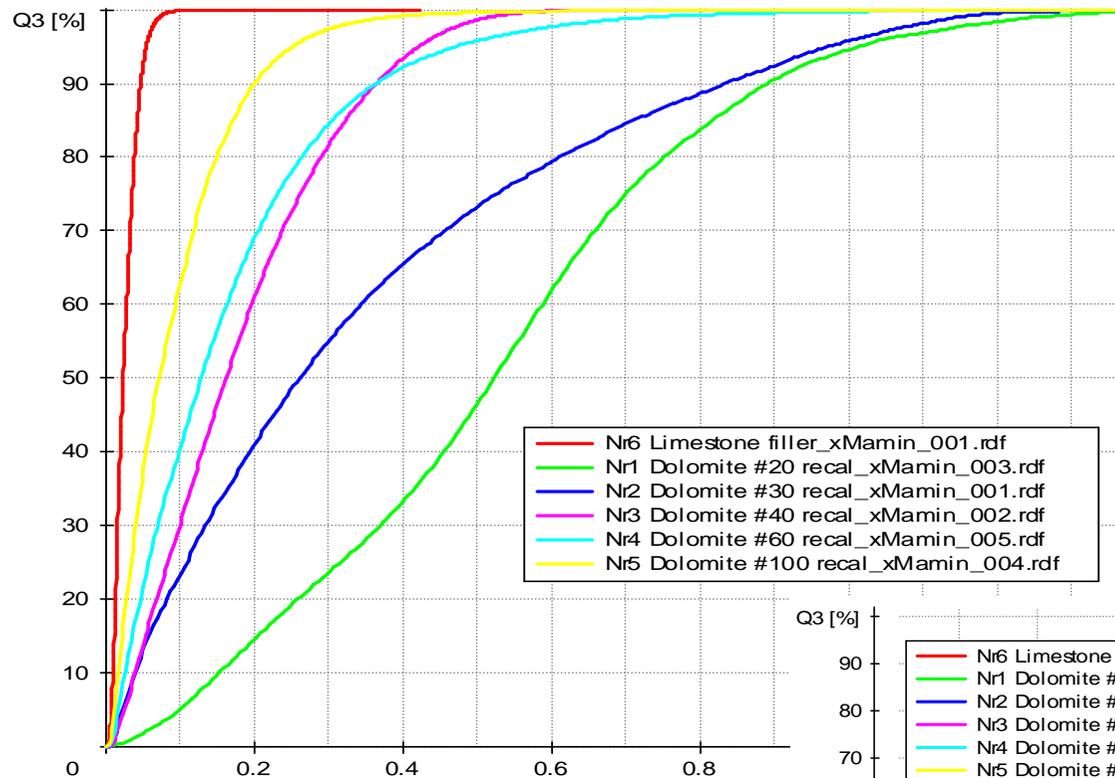
Il Cliente ha fornito 30 campioni diversi, ma alcuni erano ripetuti (**rosso**, **blu** e **verde**): durante l'analisi i gruppi sono stati individuati, provando al Cliente la buona riproducibilità del CAMSIZER XT (ma anche la sua qualità nel campionamento e quartatura)

Results X-Fall vs X-Jet: Materiali da costruzione

Sabbia:
Risultati identici a setacciatura
Accordo perfetto tra X-Jet e X-Fall



Risultati X-Jet: Materiali da costruzione

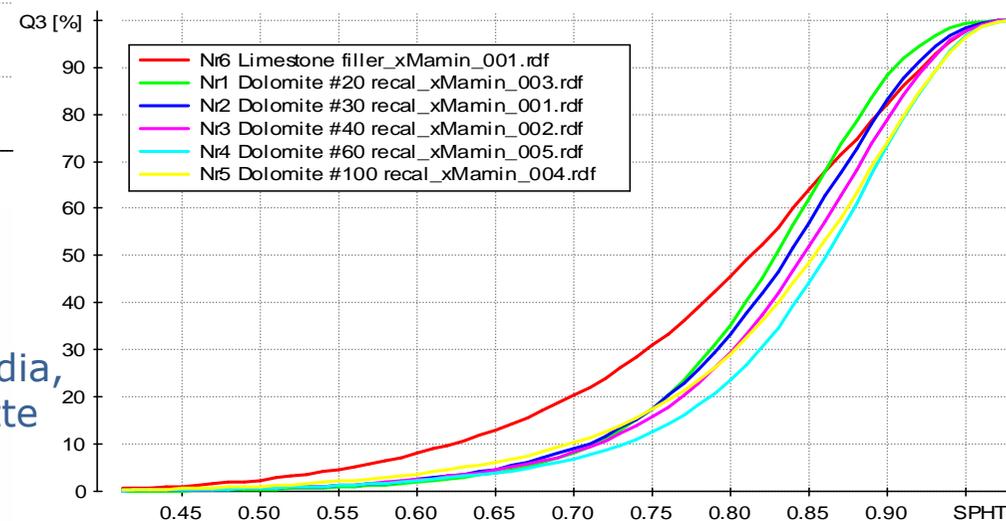


Calcare:
Analisi di forma e
dimensione.

Differenti mulini
generano materiale i
diversa forma.

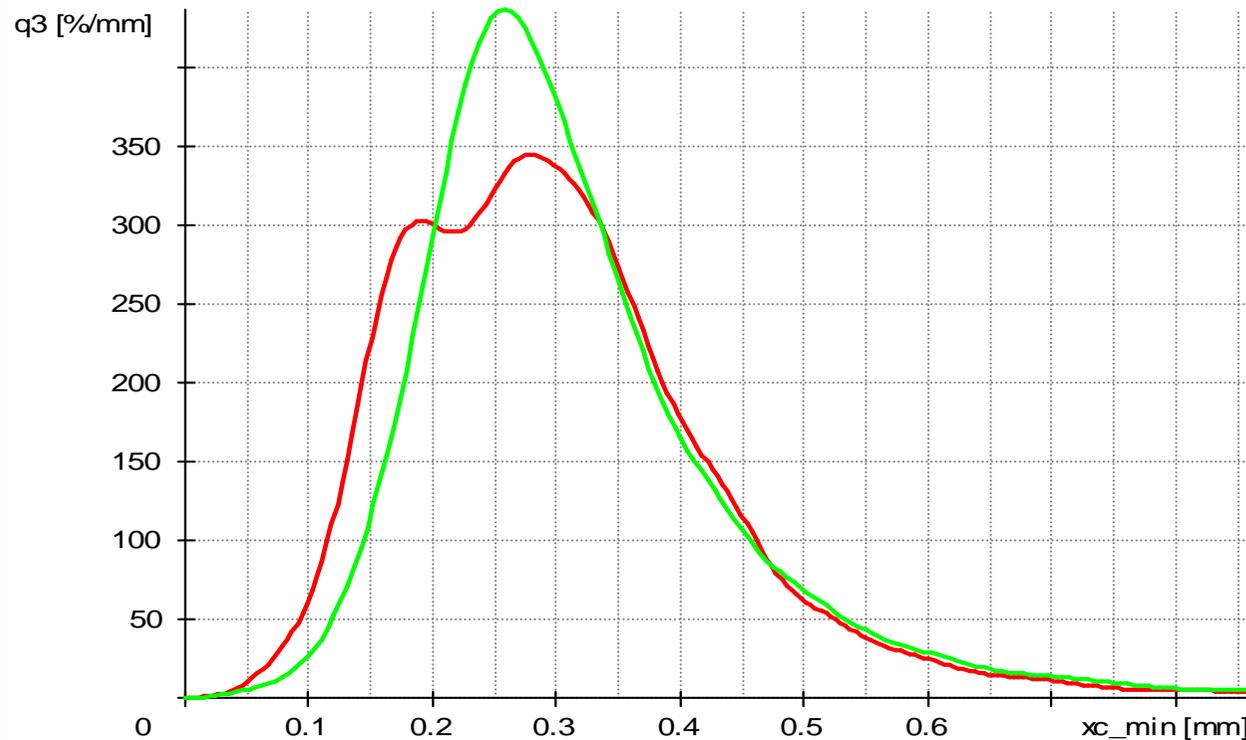
Rossa: - particelle più fini,
- forma irregolare

Azzurra: - particelle di dimensione media,
- particelle rotonde e compatte



Risultati X-Jet: Materiali da costruzione

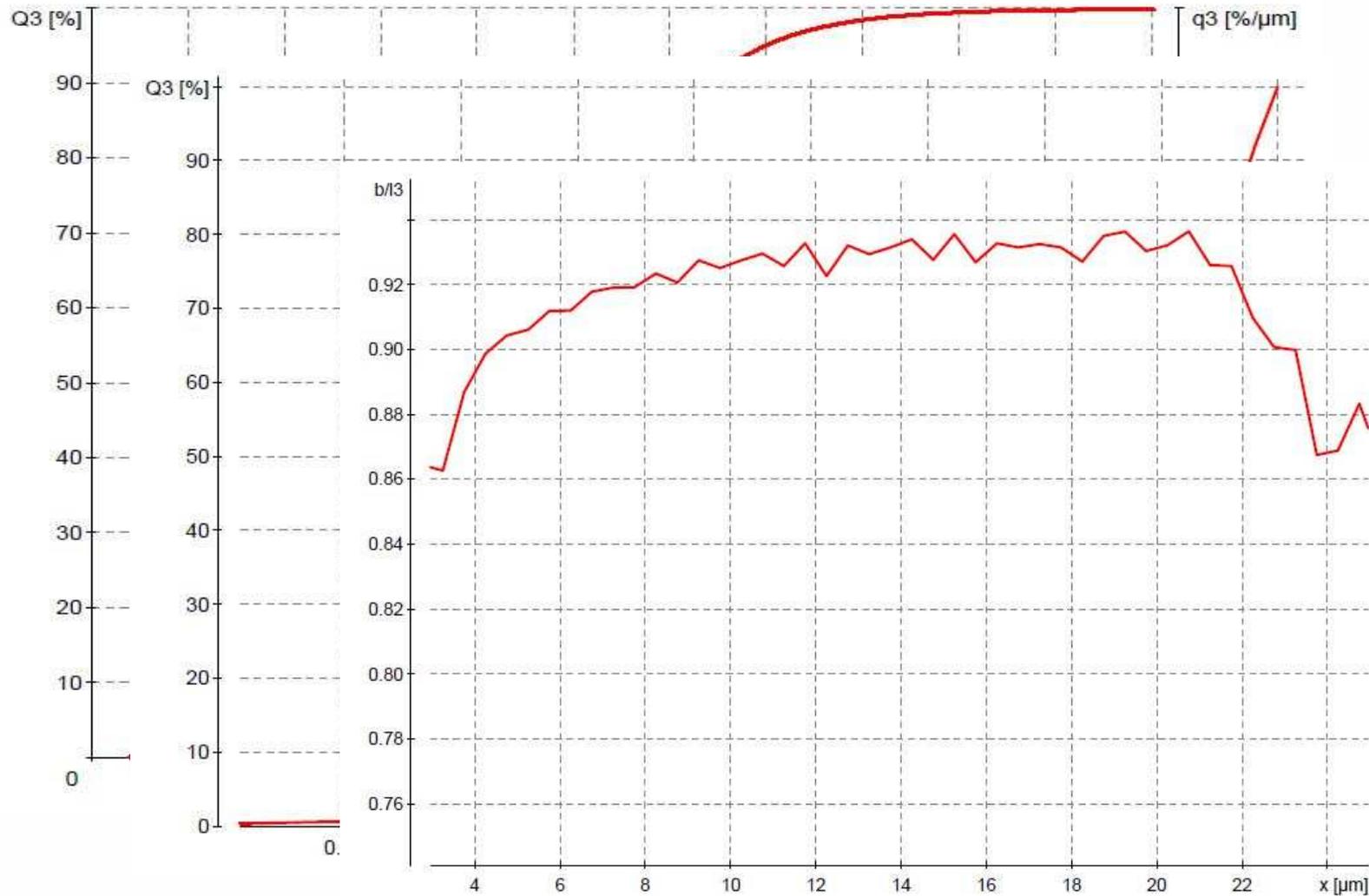
Sabbia: Risultati differenti in distribuzione granulometrica e di forma cambiando la miscela del prodotto



Rosso: distribuzione bimodale

Verde: distribuzione monomodale

CAMSIZER X2 – Polveri Metalliche con X-jet (dispersione a secco con aria compressa)

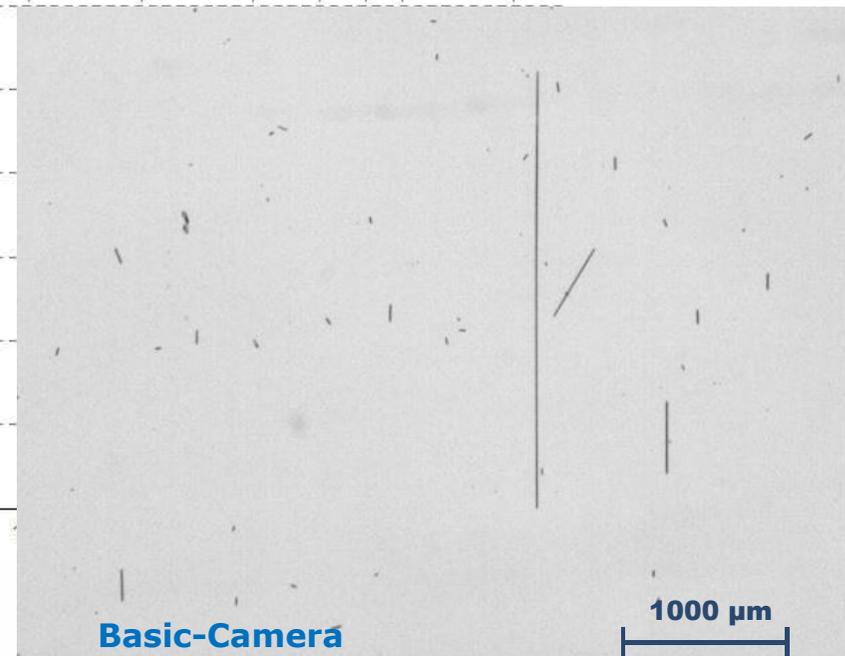
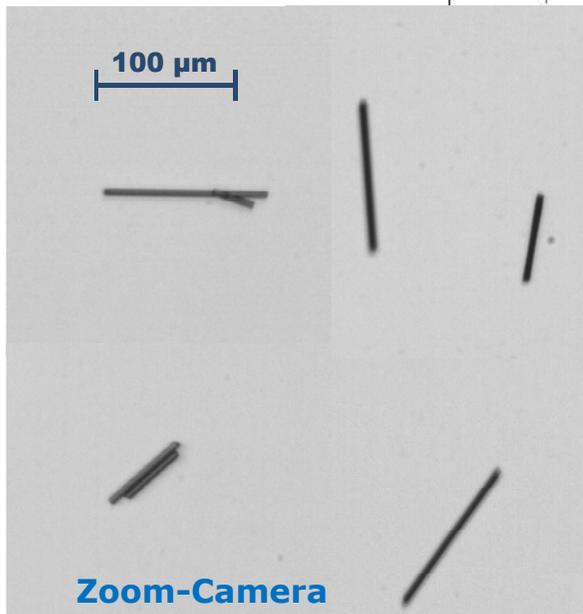
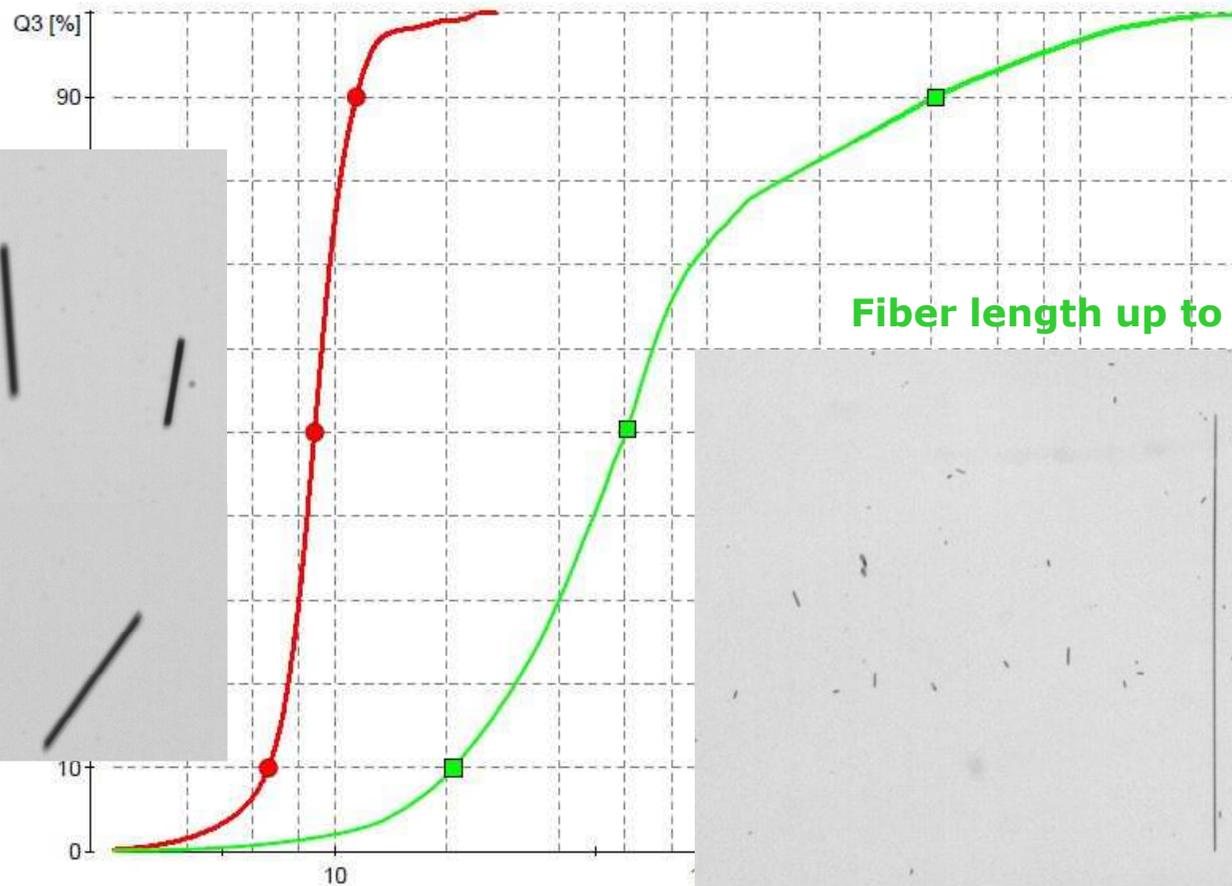


Aspect ratio vs. dimensione
Analisi di forma per particelle < 10 μm !

CAMSIZER X2 – Analisi di fibre di Carbonio a umido

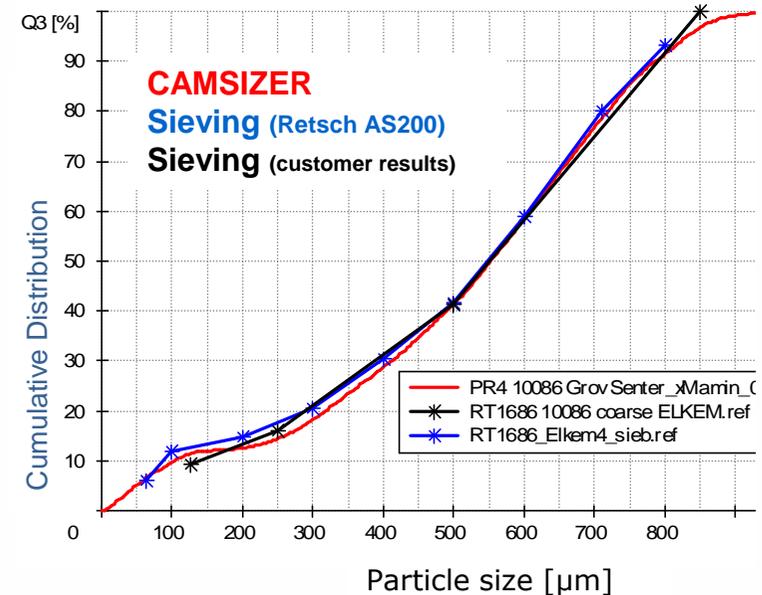
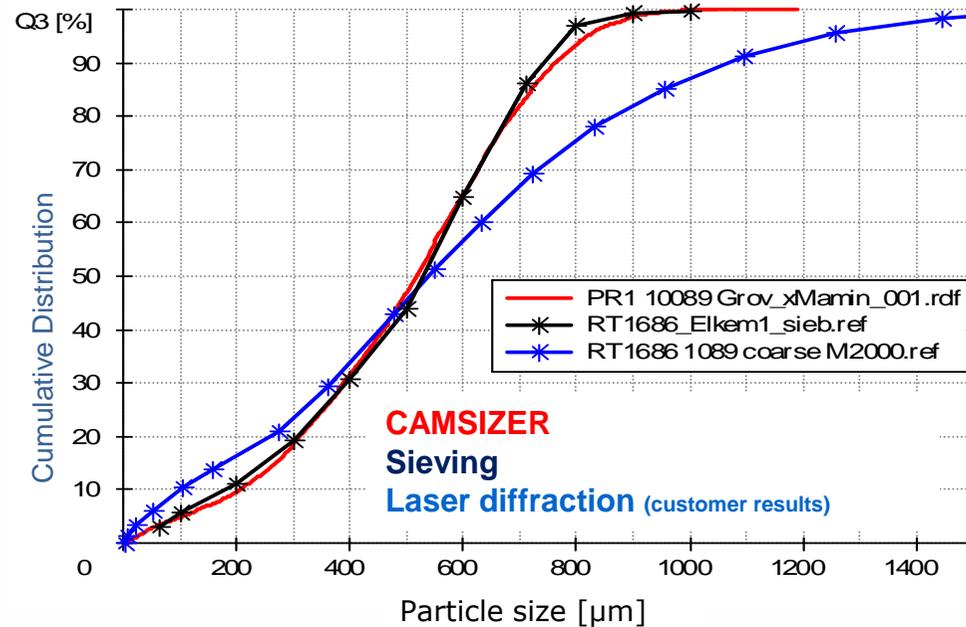
Analisi simultanea di lunghezza e diametro delle fibre

Fiber diameter
 $d_{50} = 8,2 \mu\text{m}$



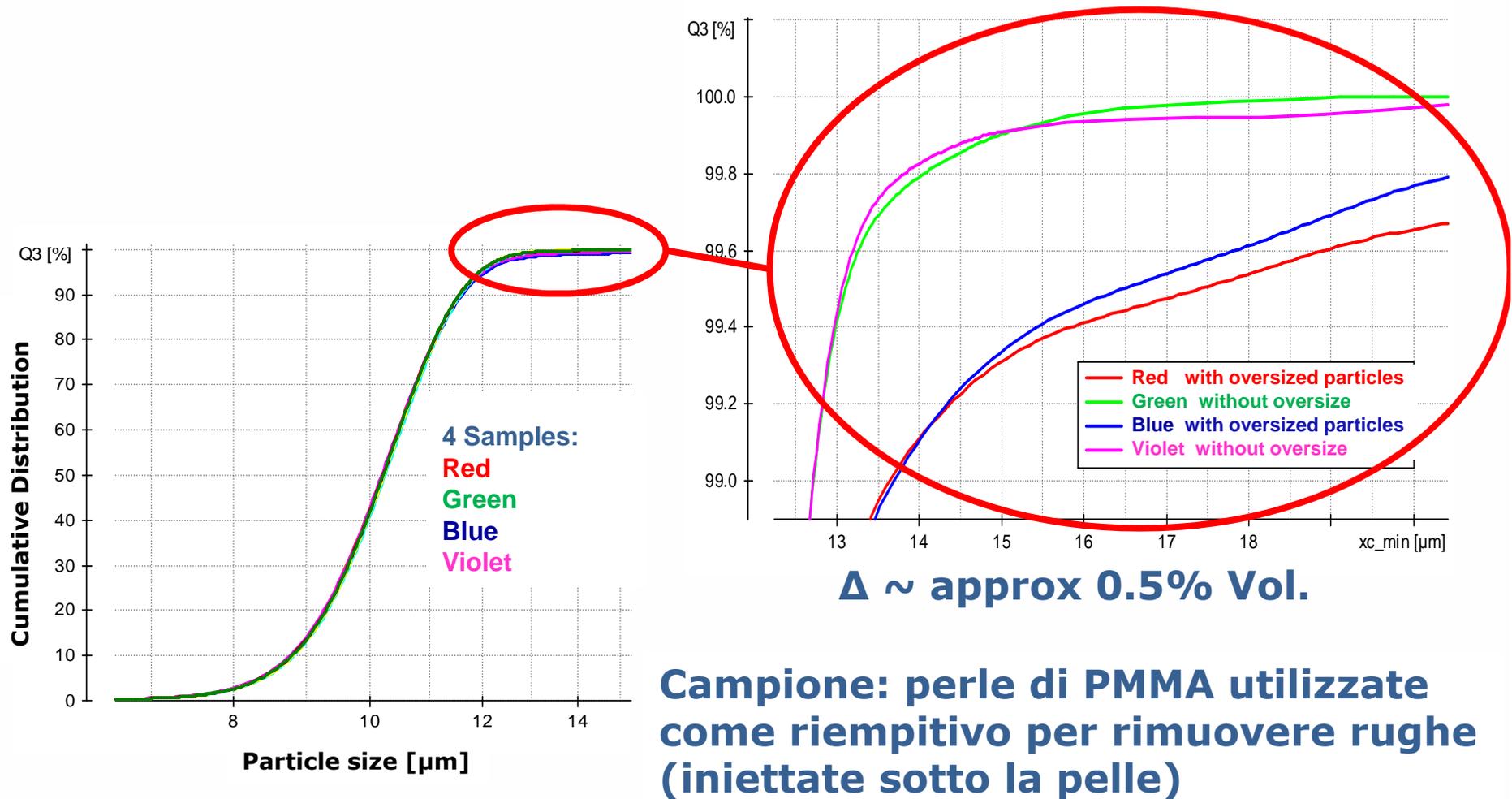
Risultati X-Jet: Coke di petrolio per Elettrodi

Risultati ottimi in correlazione con setacciatura

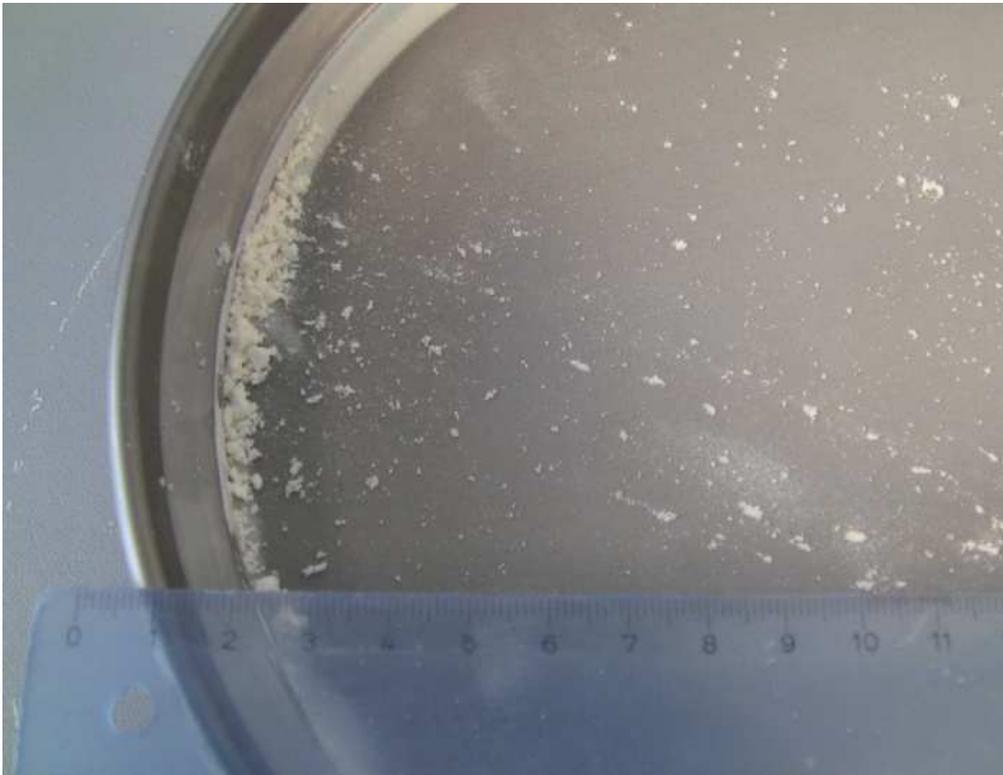


Risultati X-Jet

Determinazione particelle „oversized“



Analisi di ingredient attivi (pharma)



API sono spesso materiali appiccicosi

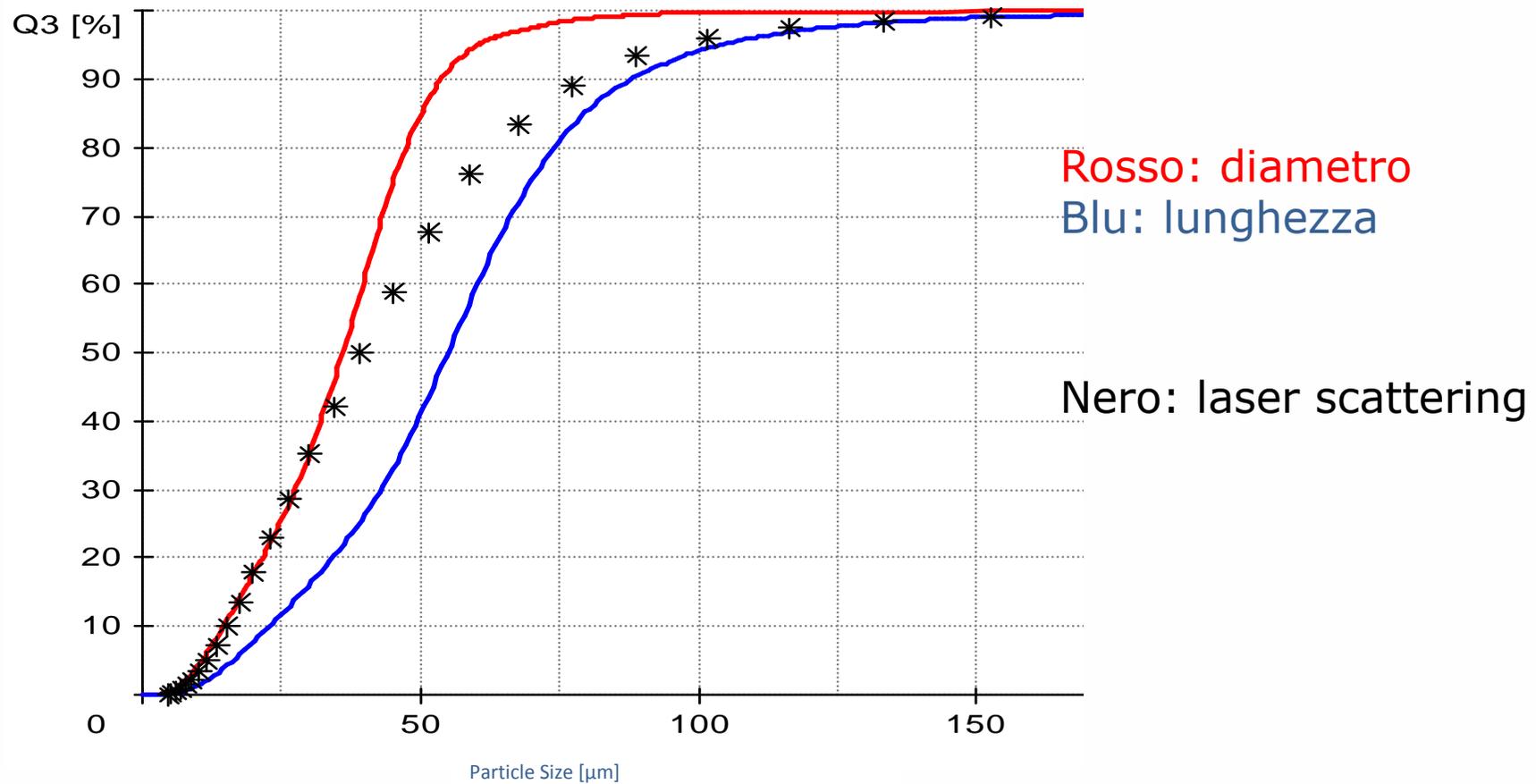
Buoni per granulazione e compattazione

Ma pessimi da setacciare....

Impossibile ottenere risultati corretti setacciando!

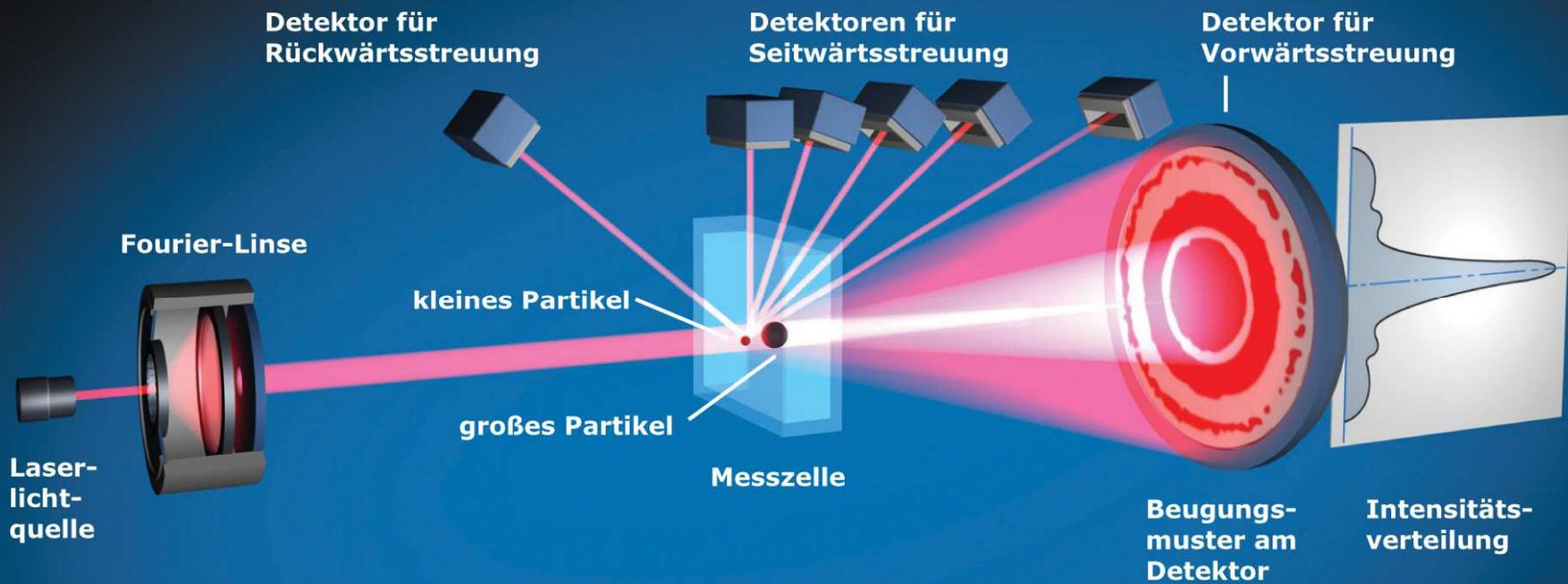
Sample: API

Analisi di ingredient attivi (pharma)



Campione: API cristallino

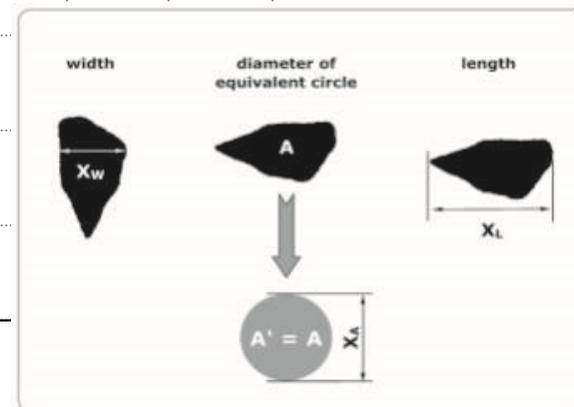
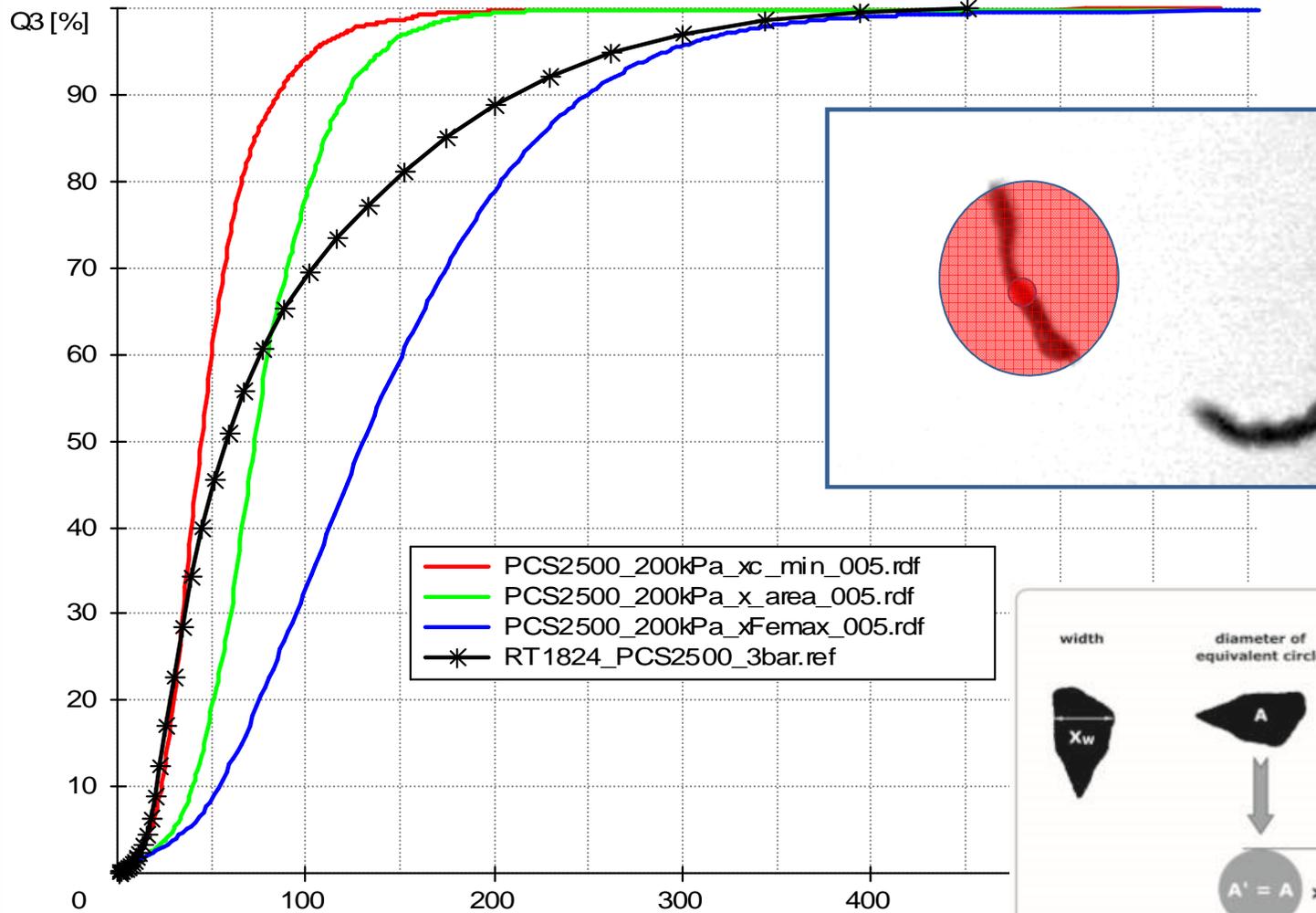
Granulometro Laser: principio di misura



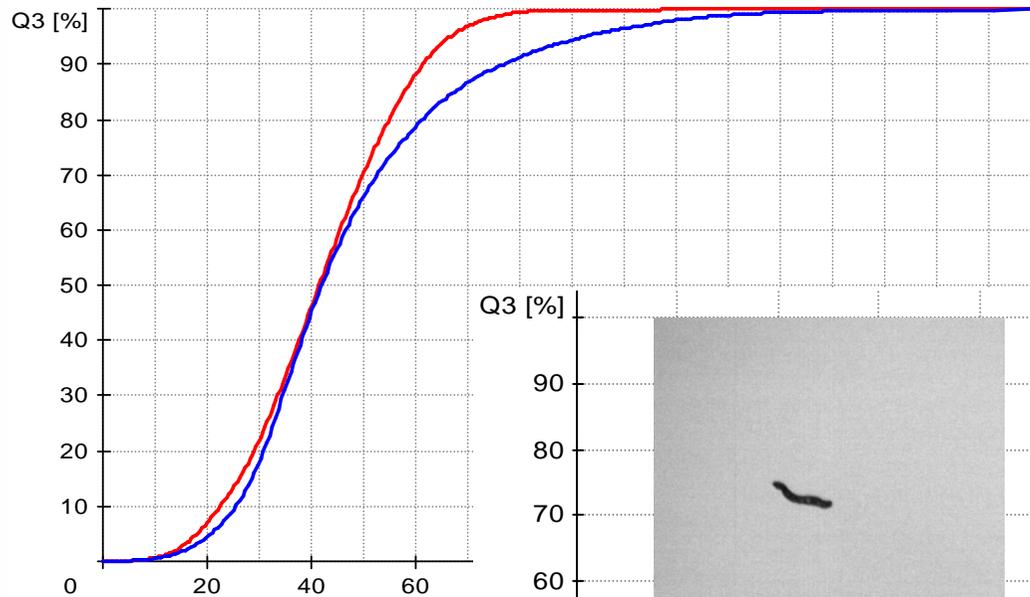
CAMSIZER X2 ↔ Garnulometro Laser

	Laser sizer	CAMSIZER XT
Range granulometria	fin da 20 nm	> 1 μm
Analisi forma	no	sì
Rilevazione oversized	Nell'ordine di percentuali	poche particelle grandi < 0.1% Vol.
Risoluzione	buona per fini	miglior risoluzione per particelle grandi
Distribuzione multi-modale	più difficoltosa	better volume model, better size resolution
Comparazione con setacciatura	non possibile	possibile e con risultati identici
Tipo di informazione	black box + matematica	immagini

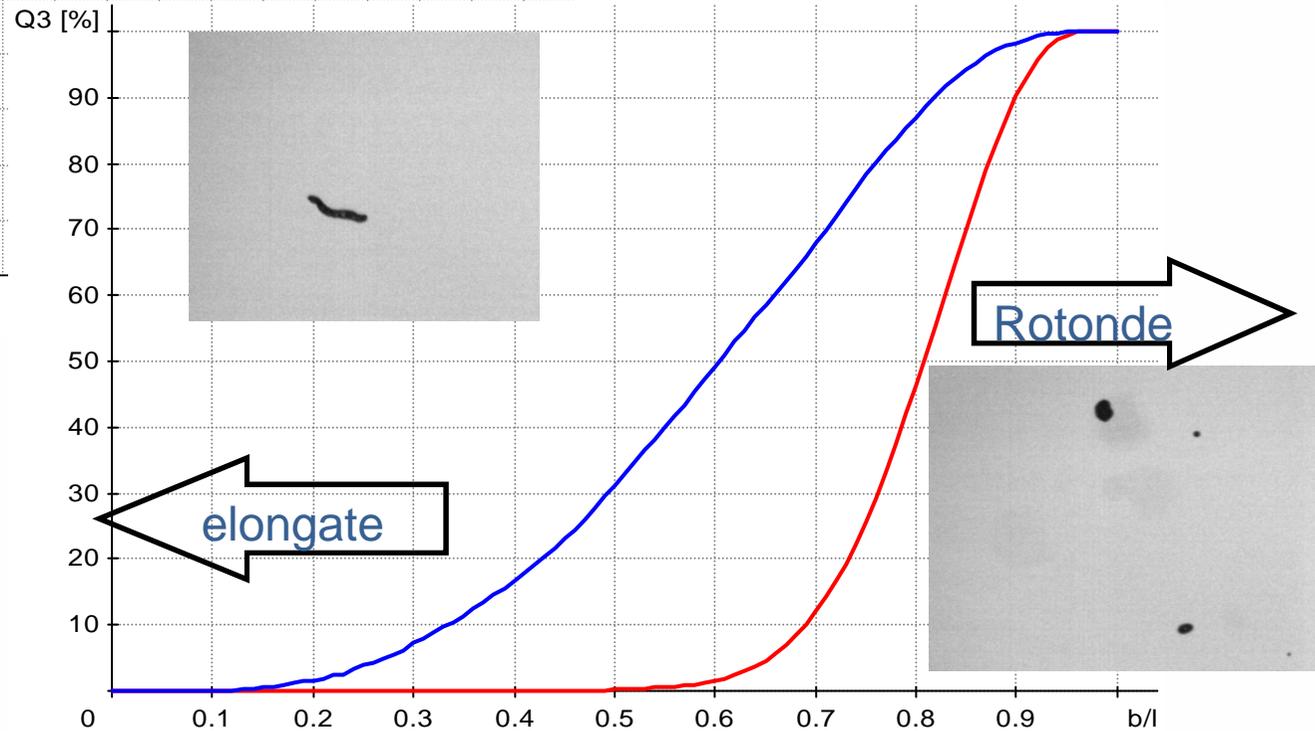
CAMSIZER-X2 ⇔ Granulometro Laser



Analisi precise di dimensione e forma



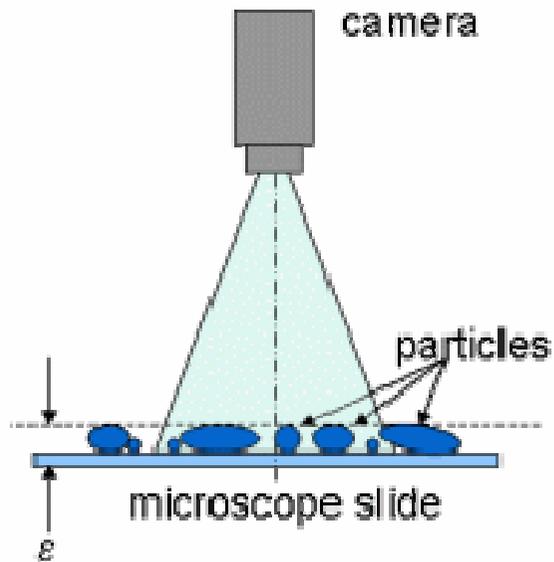
Campione: Amido



La forma è importante per il controllo del flusso etc.!

Microscopio Principio di Misura

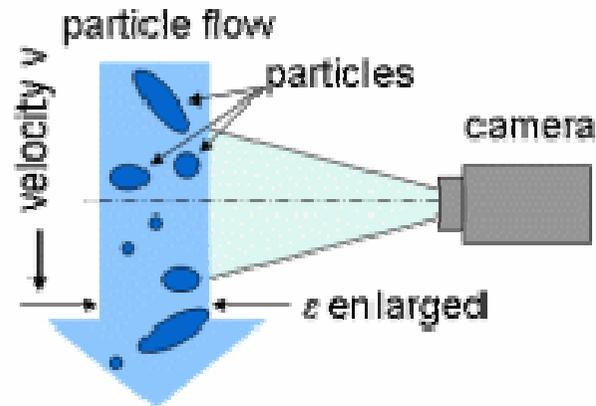
Statica \leftrightarrow Dinamica
Analisi d'Immagine



ISO 13322-1

- Alta risoluzione $>0.5\mu\text{m}$
- Qualche 100 particelle
- 2 Dimensioni

Microscopio



ISO 13322-2

- Risoluzione $>1\mu\text{m}$
- Veloce, qualche milione particelle
- 3 Dimensioni
(casuale – proiezioni 2D)

CAMSIZER

CAMSIZER X2 ↔ Microscopio

	Microscopio	CAMSIZER XT
Range granulometria	0.5 – 500 µm	1 µm -3 mm
Analisi forma	sì qualità immagine superiore	sì
Rilevazione oversized	no	poche particelle grandi < 0.1% Vol.
Risoluzione	migliore	buona
Statistica	bassa, poche 1,000 di particelle	millioni di particelle/minuto
Comparazione con setacciatura	non possibile	possibile e con risultati identici
Impiego	Richiede tempo	rapido
Rappresentatività Quantità di Campione	difficile, solo per distribuzioni strette	yes

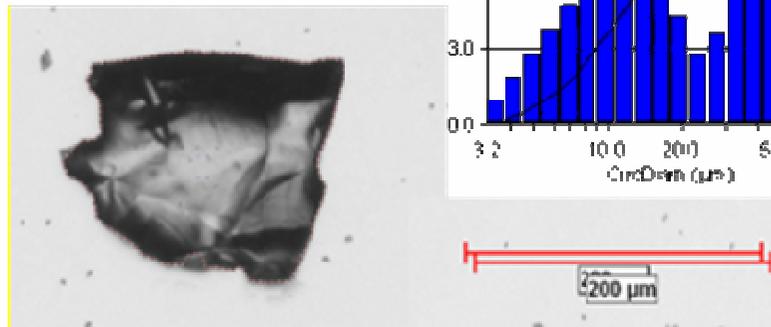
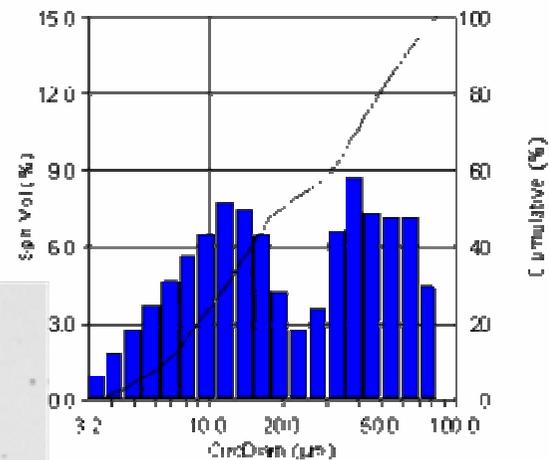
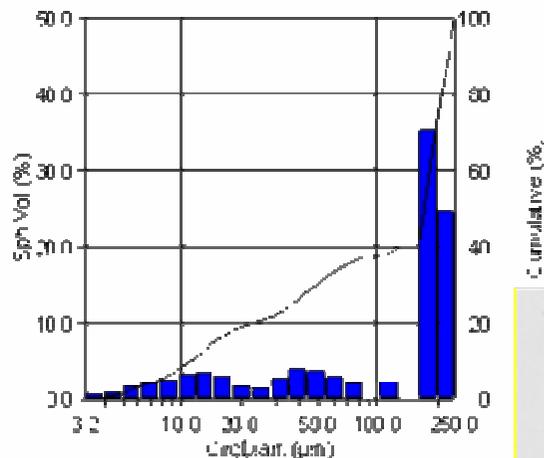
CAMSIZER X2 ↔ Microscopio

Effect of Removing 6 particles

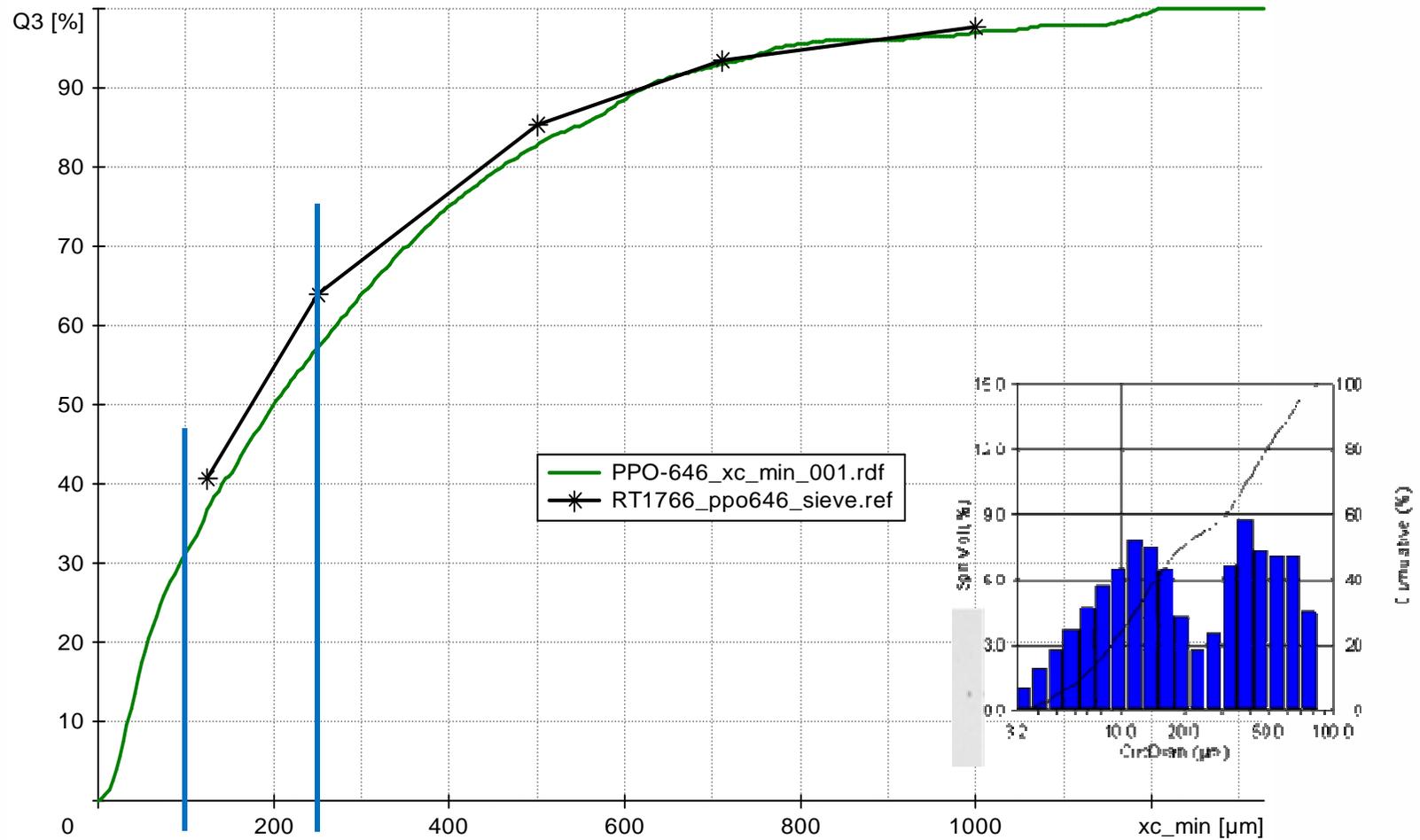
Sample PPO 646

29752 particles
Mean: 136 microns
D50: 162 microns

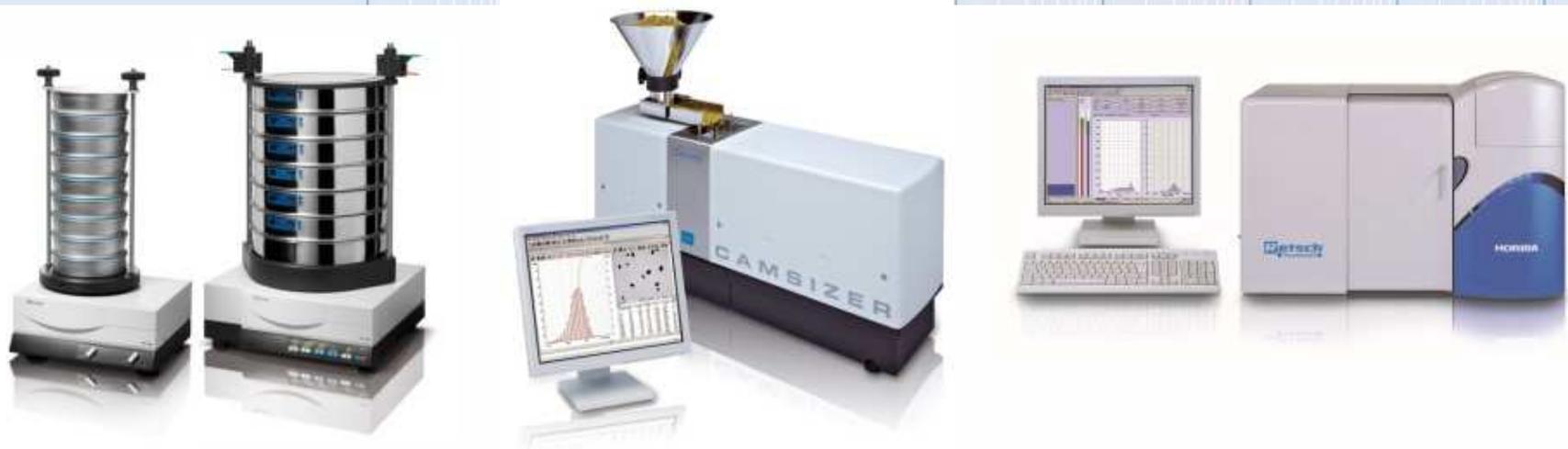
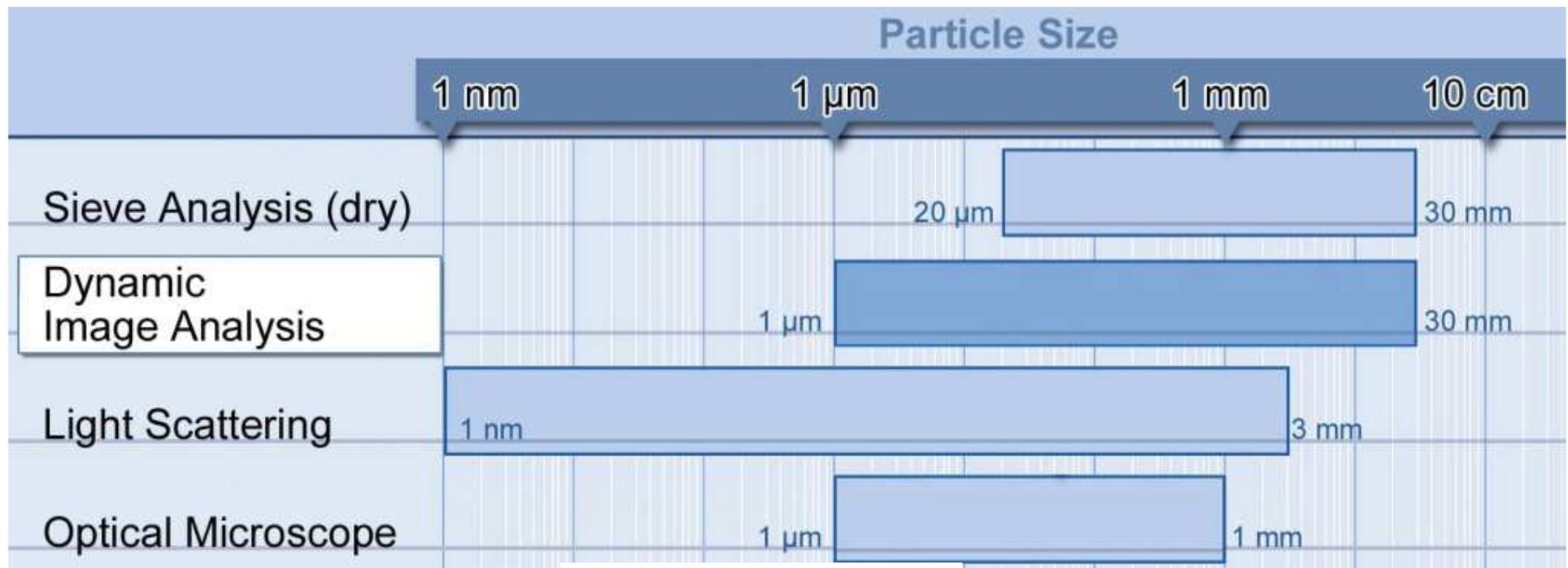
29746 particles
Mean: 28 microns
D50: 19 microns



CAMSIZER X2 ↔ Microscopio



Tecniche di Misura Alternative



Riepilogo

- Range di misura dinamico ampio (**fattore di >1500**)
- Alta **risoluzione**, lunghezza e diametro!
- **Analisi della forma**
- Molto Sensibile (**0.01%**) a particelle **over e under sized**
- Risultati **comparabili ad analisi con setacci**
- Diverse **opzioni dispersione**
- **Range di Misura**
- **CAMSIZER P4** 20 μm – 30 mm
- **CAMSIZER X2** 0.8 μm – 8 mm





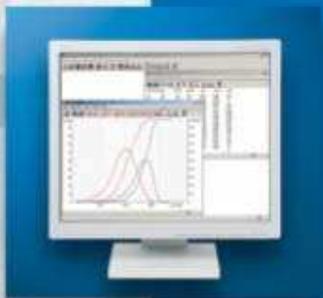
Per ulteriori informazioni potete
contattarci ai seguenti riferimenti:

NG Labtec Srl
Via Bianzanella, 6/A - Bergamo
Tel +39-035-4175268
Fax +39-035-4534445
Email info@nglabtec.com

Oppure visitare il nostro sito

www.nglabtec.com

HT	n
1.009	140
1.0111	191
1.0179	131
1.022	169
1.025	502
1.030	4753
1.008	
1.0377	
1.0703	
1.1422	



**Grazie per la vostra
attenzione!**

Alberto Guerra