



Malvern  
Panalytical

Analizatory wielkości, kształtu i identyfikacji chemicznej cząstek

# MORPHOLOGI 4-ID



Wyłączny dystrybutor w Polsce:



## Unikatowe cechy analizatora

Morphologi 4 to w pełni zautomatyzowany system analizy obrazu statycznego, zapewniający pełny i szczegółowy opis właściwości morfologicznych materiałów w postaci cząstek. Zapewnia znaczącą oszczędność czasu w porównaniu z tradycyjną mikroskopią ręczną oraz precyzyjną charakterystykę poszczególnych cząstek w dyspersjach suchych proszków, mokrych zawiesin i cząstek osadzonych na filtrach. Statystycznie reprezentatywne rozkłady powstają poprzez szybką analizę setek tysięcy cząstek, dostarczając szczegółowych informacji na temat całej próbki. System jest wyposażony w zintegrowaną jednostkę dyspergującą *na sucho* oraz 5 obiektywów powiększających, obejmujących zakres wielkości cząstek od 0,5  $\mu\text{m}$  do 1,3 mm (lub większy dla niektórych próbek). Parametry wielkości i kształtu są wyliczone dla każdej cząstki indywidualnie, a następnie po wykorzystaniu tych wartości generowane są rozkłady parametrów dla całej populacji.

Morphologi 4-ID umożliwia pomiary wielkości i kształtu cząstek rozproszonych mieszanin, co pozwala na lepsze poznanie badanych materiałów dzięki opatentowanej metodzie Morfologicznie Ukierunkowanej Spektroskopii Ramana (MDRS). Metoda łączy zautomatyzowane obrazowanie cząstek z analizą spektroskopii ramanowskiej. Dostarcza specyficzne dane dotyczące poszczególnych składników i zapewnia większą pewność pomiaru w porównaniu ze standardowymi technikami mapowania Ramana, oszczędza znacznie czas i zwiększa pewność pomiarów złożonych próbek i preparatów. Pomiary spektroskopowe Ramana wykonywane są w zakresie liczb falowych od 150  $\text{cm}^{-1}$  do 2800  $\text{cm}^{-1}$  i rozdzielczości 8  $\text{cm}^{-1}$ , przy nominalnym rozmiarze plamki lasera 2  $\mu\text{m}$  i powiększeniu 50X.

## Przygotowanie próbki

Zintegrowana jednostka dyspergująca suche proszki umożliwia łatwe i powtarzalne przygotowanie próbki. Energia dyspersji może być precyzyjnie kontrolowana, dzięki czemu możliwe jest zarówno rozdzielanie cząstek zagregowanych czy splątanych włókien, a z drugiej strony także nieinwazyjne napylenie na szkło mikroskopowe kruchych i łamliwych cząstek o kształcie igieł. Akcesoria dedykowane dla Morphologi 4 umożliwiają także przygotowanie oraz pomiary próbek w postaci zawiesin lub próbek cząstek osadzonych na filtrach, a także dzięki pomiarom w świetle spolaryzowanym również cząstek krystalicznych w maściach i kremach.

## Przechwytywanie obrazu

Instrument skanuje próbkę pod optyką mikroskopu rejestrując obrazy poszczególnych obszarów zawierających setki cząstek, które następnie łączy w obszerny obraz o wysokiej rozdzielczości. Morphologi 4 umożliwia oświetlanie próbki od dołu lub od góry, a także w ciemnym polu i w świetle spolaryzowanym.

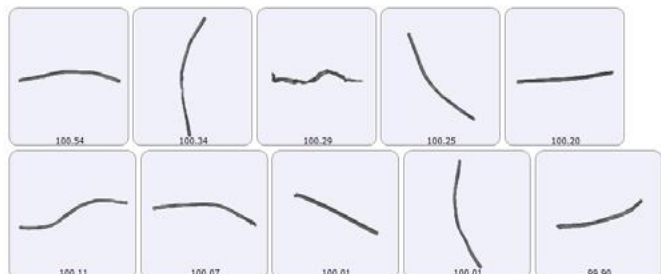
## Przetwarzanie obrazu

Zastosowanie automatycznej detekcji krawędzi cząstek „Sharp Edge” lub ręczne ustawianie progu ich wykrywania, gwarantuje oddzielenie cząstek od tła w celu określenia morfologii każdej z nich. Morphologi 4 wiernie wizualizuje, a następnie charakteryzuje zarówno cząstki sferyczne, jak i te o nieregularnych kształtach.



## Generowanie wyników

Dzięki zaawansowanym opcjom tworzenia rozkładów i klasyfikacji danych, analiza wyników staje się niezwykle szybka i łatwa. Użytkownik korzysta z intuicyjnego interfejsu, a indywidualnie przechowywane obrazy tysięcy pojedynczych cząstek zapewniają ilościową weryfikację wyników.



## Parametry kształtu i wielkości cząstek

Opisanie trójwymiarowej cząstki jest często trudniejszym zadaniem niż mogłoby się pozornie wydawać. Z praktycznych powodów wygodne jest opisywanie rozmiaru obiektu pojedynczą liczbą. Niemniej jednak, aby zrobić to w sposób całkowicie jednoznaczny, dany obiekt musi być idealną kulą. Oprogramowanie Morphologi rozwiązuje ten problem rozróżniając dodatkowo szereg parametrów kształtu oraz inne parametry rozmiaru cząstek, które przydają się w rozlicznych aplikacjach.

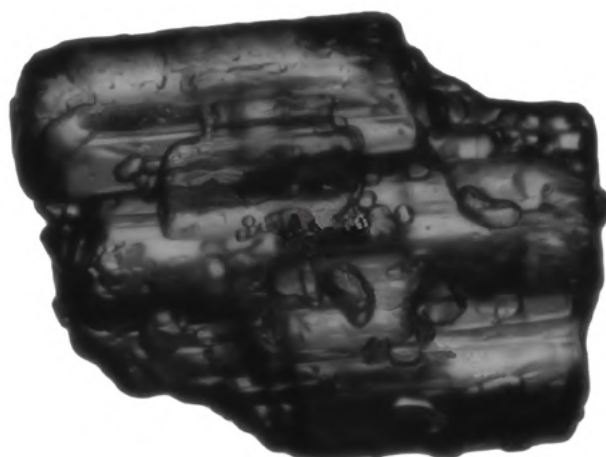
Aglomeraty mogą być identyfikowane wizualnie lub ilościowo za pomocą wybranego parametru kształtu. Takie obiekty będą miały mniejszą wartość kolistości niż sferyczne cząstki pierwotne. Po posortowaniu i przefiltrowaniu cząstek, według tego właśnie parametru użytkownik może szybko i precyzyjnie określić stopień aglomeracji.

Cząstki w kształcie igieł mogą zostać wyselekcjonowane statystycznie z wykorzystaniem parametru kształtu jakim jest np. wydłużenie.

Oprogramowanie wspomaga również pomiar materiałów włóknistych – dostępne są parametry wielkości i kształtu opisujące wyłącznie włókna: wydłużenie, prostoliniowość, całkowita długość, szerokość włókna.

W trakcie 15-minutowego, w pełni zautomatyzowanego pomiaru, analizator może zmierzyć i zwymiarować nawet 100 000 cząstek, podając ponad 20 parametrów identyfikacyjnych każdej z nich. Każdy z parametrów stanowi w rękach użytkownika bardzo czone narzędzie do identyfikacji i kwantyfikacji różnic w kształcie cząstek, stanowiąc jednocześnie tzw. identyfikacyjny „paszport” próbki.

## Charakteryzacja pojedynczej cząstki



Parametr	Wartość
Obszar (piksele)	531914
Obszar ( $\mu\text{m}^2$ )	165320,92
Współczynnik proporcji	0,707
Średnica CE ( $\mu\text{m}$ )	458,66
Kolistość*	0,829
Wypukłość**	0,890
Wydłużenie	0,293
ID	10097
Intensywność średnia	58,012
SD intensywności światła	32,816
Długość ( $\mu\text{m}$ )	565,43
Maksymalna odległość ( $\mu\text{m}$ )	580,78
Obwód ( $\mu\text{m}$ )	4202,89
Objętość kuli równoważnej ( $\mu\text{m}^3$ )	50565644,50
Zwartość***	0,959
Szerokość ( $\mu\text{m}$ )	399,51

**\*Kolistość (Circularity)** - określa na ile dany kształt cząstki jest zbliżony do idealnego okręgu. Idealny okrąg ma kolistość równą 1.0, natomiast wąski, wydłużony obiekt ma kolistość bliską 0. Kolistość jest dobrą miarą tego, co moglibyśmy określić jako „odchylenie od idealnego okręgu”.

**\*\*Wypukłość (Convexity)** - jest miarą chropowatości powierzchni cząstki. Gładki kształt ma wypukłość równą 1, natomiast nieregularny „kolczasty” obiekt ma wypukłość bliższą 0.

**\*\*\*Zwartość (Solidity)** - jest to stosunek rzeczywistej powierzchni obiektu do powierzchni stanowiącej przez niego rozpiętą wokół cząstki.

## Morfologicznie Ukierunkowana Spektroskopia Ramana (MDRS)

Wariant urządzenia w wersji Morphologi 4-ID łączy w sobie analizę obrazu ze spektroskopią Ramana. Urządzenie w pierwszej kolejności pozyskuje informacje o wielkości i kształcie cząstek, a następnie wykonuje pomiar z użyciem spektrometru Ramana. Użytkownik może przeprowadzić selektywną identyfikację chemiczną cząstek w próbce, aby poznać jej skład chemiczny. Na ostatnim etapie oprogramowanie porównuje uzyskane dane spektralne z widmami referencyjnymi danych substancji.

Tak przeprowadzona pełna identyfikacja chemiczna cząstek umożliwia wygenerowanie rozkładów wielkości i kształtu cząstek z podziałem na różne związki chemiczne. MDRS ma znaczącą przewagę nad innymi technikami mikroskopii optycznej oraz nad spektroskopią Ramana. Automatyczne obrazowanie jest techniką dużo szybszą i bardziej czułą w porównaniu z manualną analizą mikroskopową, a co równie ważne eliminuje ryzyko wynikające z błędu ludzkiego.

Dodanie spektroskopii Ramana do automatycznego obrazowania pozwala potwierdzić lub wykluczyć tożsamość chemiczną i morfologiczną porównywanych ze sobą próbek. Morphologi 4-ID w porównaniu z poprzednią generacją (Morphologi G3-ID) wyposażono w laser o większej mocy oraz w optykę o większej rozdzielczości, co pozwoliło na redukcję czasu pomiaru MDRS, aż o 80%.

## MDRS jako uzupełnienie techniki dyfrakcji laserowej

Dyfrakcja laserowa jest niezwykle popularną techniką, pozwalającą błyskawicznie uzyskać ogólne informacje o wielkości cząstek. Doskonałym jej uzupełnieniem jest Morfologicznie Ukierunkowana Spektroskopia Ramana. Technika ta oprócz pomiaru wielkości cząstek pozwala na pełną charakterystykę ich kształtu oraz identyfikację chemiczną. Dzięki temu idealnie sprawdzi się w pomiarach:

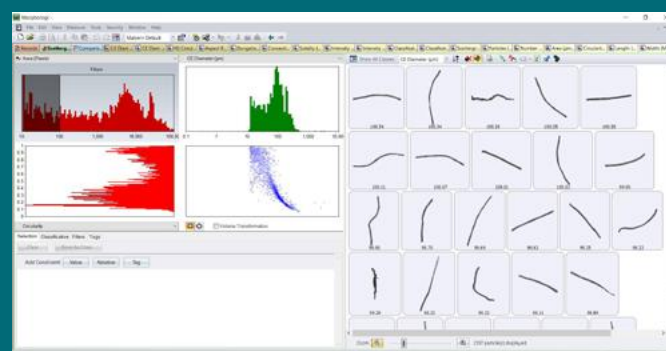
- aglomeratów,
- małych cząstek o nieregularnych kształtach,
- cząstek azurowych,
- cząstek o podobnym rozmiarze i kształcie, lecz różniących się pod względem chemicznym.

MDRS	dyfrakcja laserowa
Statystyka ilościowa	Statystyka objętościowa
Duża czułość na małe cząstki	Duża czułość na duże cząstki
Informacja o każdej zarejestrowanej cząstce	Informacja o całej próbce
Wysoka rozdzielczość i czułość	Szybkie, powtarzalne pomiary
Bardzo dokładna charakterystyka próbek	Ogólna charakterystyka próbek
Urządzenie dla R&D i Kontroli Jakości	Urządzenie do analizy rutynowej

## Oprogramowanie

Oprogramowanie Morphologi to wszechstronna platforma do sterowania pracą instrumentu oraz do obróbki wyników. Wydajne, powtarzalne pomiary przeprowadzane są za pomocą standardowych procedur operacyjnych (SOP), w których krytyczne elementy pomiaru są ściśle kontrolowane i audytowane, dając niezależne od operatora, obiektywne i wiarygodne dane. Oprogramowanie aplikacji to przyjazny dla użytkownika interfejs graficzny do analizy danych zapewniający efektywną pracę. Składają się na to: możliwość przeglądania wszystkich cząstek danej próbki, wyszukiwanie korelacji między próbkami za pomocą dostępnych parametrów wielkości lub kształtu oraz możliwość oceny zgodności widm Ramana cząstek z różnych próbek. Oprogramowanie pozwala na porównywanie i klasyfikowanie kolejnych pomiarów ułatwiając znalezienie istotnych różnic i podobieństw

między próbkami. W ramach jednej próbki pozwala na filtrowanie, selekcję, klasyfikację oraz sortowanie setek tysięcy cząstek względem dowolnie wybranego parametru cząstek - kształtu, wielkości lub innego. Do wyświetlania i publikowania wyników służą gotowe, edytowalne raporty (dostępnych jest ponad 80 różnych raportów).





## Aplikacje i zastosowania



### Farmacja

W przypadku przemysłu farmaceutycznego analiza tylko i wyłącznie rozkładu wielkości cząstek często bywa niewystarczająca. Analizator Morphologi 4 dzięki pomiarom każdej indywidualnej cząstki i charakteryzacji jej w kilkunastu aspektach, pozwala uzyskiwać dogłębną i drobiazgową informację o danej populacji cząstek. Jest to niezwykle ważne, gdyż wraz ze zmianą kształtu cząstek mogą wystąpić zmiany krytycznych właściwości produktu, jak np. szybkości rozpuszczania, biodostępności i konsystencji. Ponadto metoda MDRS pozwala określić rozmiar i zawartość cząstek specyficznej substancji aktywnej bez konieczności oddzielania ich od znacznie liczniejszych cząstek nieterapeutycznych. Pomaga to „in vitro” ustalić np. biorównoważność leku generycznego z oryginalnym, co znacząco zmniejsza związane z tym koszty badań klinicznych. Automatyczna analiza obrazu pozwala zwalidować inne metody pomiarowe jak np. dyfrakcję laserową, przez to ułatwia spełnienie wymogów farmaceutycznych oraz patentowych.



### Magazynowanie energii / baterie

Morphologi 4 znajduje zastosowanie w badaniach właściwości proszku elektrodowego. Analizator pozwala zobaczyć i ocenić strukturę materiału elektrodowego, liczbowo podając np. stopień chropowatości cząstek. Wartość tę można skorelować z wydajnością ogniwa, a dzięki jej liczbowemu przedstawieniu możliwe jest porównywanie różnych serii produktu i usprawnienie kontroli jego jakości. W połączeniu ze spektroskopią Ramana wyniki pomiarów dostarczają również istotnych informacji na temat składu chemicznego i właściwości materiałów elektrodowych, które mają znaczący wpływ na wydajność baterii.



### Gleboznawstwo i mineralogia

Na całym świecie występuje ponad 2200 znanych minerałów, ale tylko około 40 z nich jest powszechnie spotykanych. Do szczegółowej analizy gleb niezbędne jest określenie zarówno wielkości i kształtu cząstek, jak i zawartości znajdujących się w niej minerałów. Unikatowym rozwiązaniem w takich badaniach jest zastosowanie techniki Morfologicznie Ukierunkowanej Spektroskopii Ramana (MDRS), która łączy automatyczne obrazowanie z identyfikacją chemiczną cząstek.



### Kryminalistyka

Do interpretacji dowodów w analizie śledczej konieczne jest pozyskanie danych fizycznych i chemicznych. Aparat z serii Morphologi dzięki indywidualnej charakteryzacji każdej spośród setek tysięcy cząstek znakomicie sprawdza się jako wsparcie przy prowadzeniu dochodzenia. Analizator umożliwia identyfikację śladowych ilości zanieczyszczeń, wykrywanie podrobionych produktów farmaceutycznych, identyfikację pochodzenia narkotyków, a także badanie gleb i innych artefaktów z miejsca przestępstwa.



### Drukowanie przestrzenne 3D

W drukowaniu 3D, zwłaszcza w metalach, bardzo istotną kwestią dla prawidłowego przeprowadzenia procesu, jest kontrola wielkości i kształtu cząstek surowca. Wpływa to na jakość i wytrzymałość końcowego produktu. W technologii PBF - w warstwowym spiekaniu metalowego proszku, promień lasera służy do lokalnego stopienia górnej warstwy rozprowadzanego proszku. Zarówno gęstość nasypowa jak i płynność są bezpośrednio zależne od wielkości i kształtu cząstek. Najcenniejsze są proszki o wysokim stopniu kulistości cząstek, również gładkiej powierzchni i rozkładzie wielkości cząstek zawierającym jednocześnie duże i drobne cząstki. Gładkie cząstki o regularnym kształcie przemieszczają się łatwiej niż chropowate, rzadziej się blokują, dając wyższy stopień upakowania. Ponadto, kuliste cząstki mają tendencję do większego upakowania niż te, które są nieregularne. Morphologi 4 świetnie nadaje się dla producentów proszków metali i producentów komponentów, którym zależy na zapewnieniu optymalnego i spójnego identyfikowania materiału zmniejszając ryzyko powstania wadliwego wyrobu.

# MORPHOLOGI 4-ID

<b>Technika</b>	Statyczna; zautomatyzowane obrazowanie opcjonalnie połączone ze spektrometrem Ramana.				
<b>Zakres wielkości cząstek</b>	0,5 - 1300 $\mu\text{m}$ (możliwość rozszerzenia górnej granicy pomiarowej).				
<b>Właściwości mierzonych cząstek</b>	Rozmiar, kształt, transparentność, liczebność, rozmieszczenie.				
<b>Parametry rozmiarów każdej cząstki</b>	Koło równoważne (CE), średnica, długość, szerokość, obwód, powierzchnia, maksymalna odległość, kula równoważna (SE), objętość, całkowita długość i szerokość włókna.				
<b>Parametry kształtu każdej cząstki</b>	Proporcje kształtu, kolistość, wypukłość, wydłużenie, kolistość wysokiej czułości (HS), zwartość, wydłużenie włókien i prostoliniowość włókna.				
<b>Parametry przejrzystości cząstki</b>	Intensywność średnia, odchylenie standardowe intensywności (STD).				
<b>Zintegrowana przystawka umożliwiająca dyspergowanie próbek</b>	W pełni zautomatyzowany system dyspergowania i pomiarów suchych proszków. Ustawiane ręcznie lub podawane w procedurze SOP wartości: ciśnienia, czasu wstrzykiwania, czasu opadania cząstek - zapewniające powtarzalność pomiarów.				
<b>Oświetlanie próbek</b>	Światło białe, światło przechodzące oraz odbite, polaryzatory.				
<b>Detektor</b>	Rejestracja kolorowych obrazów kamerą cyfrową CCD 18 MP (4912 x 3684), rozmiar piksela 1,25 $\mu\text{m}$ .				
<b>System optyczny</b>	Nikon CFI 60 z automatyczną regulacją jasności pola.				
<b>Obiektywy</b>	2,5x	5x	10x	20x	50x
<b>Minimalna, oznaczana wielkość dla poszczególnych obiektywów (<math>\mu\text{m}</math>):</b>	8,5 - 1300	4,5 - 520	2,5 - 260	1,5 - 130	0,5 - 50

Dostępne wersje	Morphologi 4	Morphologi 4-ID Ready	Morphologi 4-ID
<b>Spektrometr Ramana</b>	Brak		Tak
<b>Analiza chemiczna</b>	Nie dotyczy	Brak spektrometru w konstrukcji, ale możliwość rozbudowy do wersji 4-ID	Spektrometr Ramana
<b>Zakres spektralny</b>	Nie dotyczy		150 - 2800 $\text{cm}^{-1}$ , rozdzielczość 6 $\text{cm}^{-1}$
<b>Specyfikacja lasera</b>	Nie dotyczy		Długość fali 785 nm
<b>Metoda identyfikacji chemicznej</b>	Nie dotyczy		Korelacja widm