

OLIVERA M. ĐURAGIĆ¹
RADMILO R. ČOLOVIĆ¹
JOVANKA D. LEVIĆ¹
SLAVICA A. SREDANOVIĆ¹
ALEKSANDAR Ž. SELAKOV²

¹Institut za prehrambene
tehnologije, Univerzitet u Novom
Sadu, Novi Sad, Srbija
²Fakultet tehničkih nauka,
Univerzitet u Novom Sadu, Novi
Sad, Srbija

NAUČNI RAD

UDK 544.778.4:544.34:004

DOI: 10.2298/HEMIND100606044D

ODREĐIVANJE STEPENA HOMOGENOSTI PRAŠKASTIH MATERIJALA PRIMENOM KOMPJUTERSKOG PROGRAMA

U ovom radu je razvijena nova metoda za određivanje broja čestica obeleživača u postupku utvrđivanja stepena homogenosti praškastih materijala, bazirana na kompjuterskom programu. Metoda je testirana na tri serije sa različitim masama uzoraka i različitim brojem čestica. Obojene čestice gvožđa, Microtracer[®], korišćene su kao eksterni dodatak u praškasti materijal pre mešanja. Razvijeni kompjuterski program je baziran na analizi slike dobijene skeniranjem filter hartije sa tačkicama. Program se zasniva na analizi digitalne slike, gde se obojene tačkice obrađuju korišćenjem nekoliko filtera, a broje se u crnoj-beljoj varijanti. Utvrđeno je dobro slaganje između rezultata dobijenih ručnim brojanjem i uz pomoć novog programa za sve tri ispitane serije uzoraka.

Mešanje praškastih materijala je važna operacija u mnogim industrijskim granama. Karakteristike različitih proizvoda iz domena farmaceutske, prehrambene industrije, industrije plastike, hemijske industrije, itd. u velikoj meri zavise od kvaliteta procesa mešanja. Pitanje homogenosti ima naročit značaj u slučaju dodavanja veoma malih količina određenih komponenti nekom nosaču ili smeši.

Israživanja o ponašanju praškastih materijala dobijaju na značaju poslednjih nekoliko godina zbog potrebe da se dobiju kvalitetniji i stabilniji proizvodi. Praksa u većini industrijskih grana je da se utvrde parametri mešanja u eksperimentalnim uslovima, utvrde greške i na osnovu dobijenih rezultata izvrši primena u samom industrijskom procesu. Danas su industrije koje se bave ovom problematikom usmerene uglavnom na skraćanje vremena proizvodnje, pri čemu treba da se zadrži visok kvalitet proizvodnje. Poznavanje procesa, u ovom slučaju tehnologije praškastih materijala, kao i njihovih osobina su ključni za skraćanje vremena proizvodnje, što se postiže zaustavljanjem procesa tačno u trenutku kada je željeni cilj postignut.

Za određivanje homogenosti praškastih smeša koristi se više metoda, ali nema dovoljno dostupnih informacija u vezi sa njima [1–5]. Metode koje se koriste za utvrđivanje efikasnosti mešanja imaju ograničenja. Većina metoda je zasnovana na uzorkovanju, kao i izračunavanju u kom procentu je svaki sastojak prisutan u uzorku. Metod za analizu stepena mešanja je prvi primenio Lejssi još pedesetih godina prošlog veka [6,7].

Određeni broj metoda koje se koriste u tehnologiji praškastih materijala utvrđuje stepen mešanja analizom slike čestica u uzorku smeše uz pomoć mikroskopije, fotografije i/ili video alata [8–10]. Slike čestica u dvo-

komponentnim smešama mogu se razlikovati po obliku, boji ili nekoj drugoj površinskoj karakteristici. U mnogim slučajevima, za ispitivanje stepena mešanja koriste se različiti obeleživači koji se dodaju u smeše [11–13].

Van Puyvelde i saradnici [14] razvili su novu tehniku za merenje stepena izmešanosti u mešalici sa rotirajućim bubnjem, koristeći analizu slika napravljenih kamerom. Ove slike su konvertovane u bitmap datoteke i analizirane pomoću prilagođenog softvera za crne i narandžaste čestice. Rezultati su pokazali da se ovom tehnikom stepen izmešanosti materijala u rotacionoj mešalici može lako izmeriti i predvideti.

Cilj studije koju su izveli Koç i saradnici [15] bio je da se razvije i proceni PC tehnika bazirana na kontinualnoj obradi slike za praćenje stepena izmešanosti binarne smeše u realnom vremenu. Crno-bela slika binarne smeše se snima običnom, komercijalnom kamerom. Vrednosti piksela za maksimalan broj pojavljivanja i za svaku sliku u posmatranom intervalu u toku mešanja utvrđuje se i prati tokom vremena, uz pomoć kompjuterskog programa razvijenog u G-programskom jeziku.

U istraživanju Daumann-a i Nirschl-a [16] analiza homogenosti je urađena na bazi fotografija načinjenih na površini smeše različito obojenih čestica, a koje se mogu jasno razlikovati kod mešanja. Preliminarni testovi su pokazali da se ovakav program može koristiti za procenu stepena izmešanosti jer svaka pojedinačna digitalna slika, predstavlja kopiju jednog stanja u određenom vremenu.

Metoda Microtracer[®] – koja kao indikator koristi čestice gvožđa različitih boja i veličina, a koje se iz smeše mogu izdvojiti magnetom – koristi se već izvesno vreme za određivanje homogenosti hrane za životinje [4,5,17]. Razlika između napred navedenih metoda i metode sa Microtracer[®]-ima je u tome što se za određivanje homogenosti koristi filter hartija na koju su prenešene čestice trejsera ekstrahovane iz uzorka i koje nakon razvijanja boje ostavljaju tragove na filter hartiji u vidu tačkica čiji broj zavisi od koncentracije trejsera u uzorku. Čak i određeni gubici boje zbog abrazije i di-

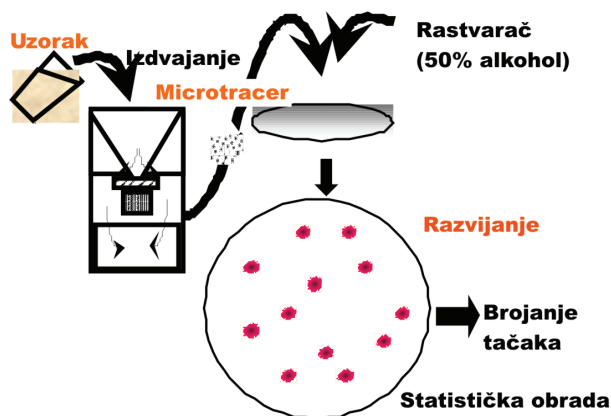
Autor za prepisku: O. Đuragić, Institut za prehrambene tehnologije,
Bulevar cara Lazara 1, 21000 Novi Sad.
E-pošta: olivera.djuragic@fins.uns.ac.rs
Rad primljen: 6. jun 2010.
Rad prihvaćen: 29. jun 2010.

fuzije u toku određivanja mogu se tolerisati, bez uticaja na tačnost, te će čak i 20% od formulisane boje i dalje omogućiti čitljive rezultate. Microtracer[®] je metoda koja veoma dobro može predstaviti veličinu čestica prisutnih u test smeši, naročito onoj sa vrlo niskom koncentracijom. Ova vrsta obeleživača može biti izdvojena iz smeše mnogo brže i efikasnije nego obeleživači koji se izoluju sedimentacijom u perhloretilenu [4]. Međutim, nedostatak ove metode je da se odvojene čestice moraju ručno brojati, što zahteva rad i vreme.

Cilj ove studije je bio da se ispita mogućnost određivanja broja izdvojenih čestica uz pomoć PC-programa, te da se ova metoda uporedi sa rezultatima dobijenim ručnim brojanjem tačkica.

MATERIJAL I METODE

Svi eksperimenti mešanja su urađeni u maloj mešalici sa rotacionim bubnjem izrađenoj od pleksiglasa, zapremine 5 l. Ispitivanja su vršena na 3 šarže. Vreme mešanja je iznosilo 10 minuta za sve šarže, kao i broj obrtaja cilindra mešalice (30 o/min). Mase šarži su bile 1,0, 1,5 i 2,0 kg, a kao nosač je upotrebljeno fino samleveno kukuruzno brašno. Microtracer[®] F crvene boje, sa prosekom od 25000 čestica po gramu, dodat je u koncentraciji od 0,05 g po kg materijala. Nakon mešanja, uzeto je po 20 uzoraka iz svake šarže. Težina uzoraka je iznosila 50, 75, 100 g. Čestice Microtracer[®]-a su uz pomoć Rotari detektora[®] (model 99, proizvođač Microtracers[®] Inc., San Francisco, CA), prenešene na filter papir i navlažene sa 50% vodenim rastvorom alkohola koji je upotrebljen za razvijanje boje tačkica. Filter papir je osušen na zagrejanom ploči, a nakon toga skeniran skenerom (HP 3800) u bmp formatu, u rezoluciji 150×150 dpi. Skenirane slike su unesene u PC softverski program Megatracer[®] i obrađene. Broj tačkica je određen i vizuelno, a rezultati obe metode su upoređeni. Rezultati su obrađeni pomoću statističkog programa Statistica, verzija 9.0 [18]. Šematski prikaz metode Microtracer[®] je predstavljen na slici 1.



Slika 1. Šematski prikaz metode Microtracer[®].
Figure 1. Schematic representation of Microtracer[®] method.

Softver je razvijen korišćenjem C# programskog jezika i zasnovan je na algoritmu prikazanom na slici 2.

Opis faza algoritma

Start. Inicijacija i startovanje programa. Korisnik bira sliku za analizu i unosi podatke kao što su boja trejsera, količina materijala, količina trejsera, itd.

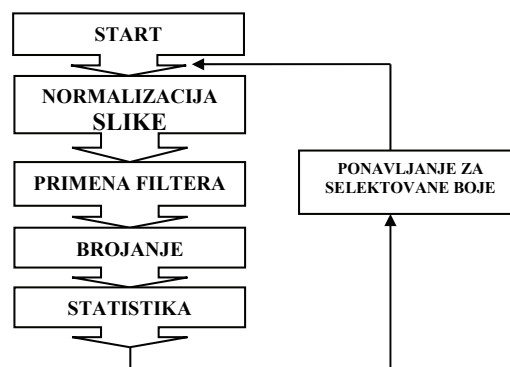
Normalizacija slike. Program prolazi kroz sliku i „traži“ piksele koji ne odgovaraju opsegu izabrane boje. Ovi pikseli se brišu i njihova boja se menja u belu.

Primena filtera. Kao rezultat normalizacije (prethodni korak algoritma), generiše se slika sa tačkicama trejsera. Ukoliko tačkice nisu ujednačene boje, uz pomoć tzv. filtera za zamagljenje („blur“ filtera) popunjavaju se „rupe“ kako bi se generisale tačkice zatvorenih i ujednačenih kontura. Nakon toga, slika se konvertuje u crno-belu, gde intenzitet boje zavisi od prethodnog koraka. Sve tačkice koje su slabog intenziteta, odnosno koje ne potiču od trejsera, uklanjaju se uz pomoć binarnog filtera.

Brojanje. Brojanje tačkica se odvija prolaskom programa kroz sliku u dva koraka. U prvom koraku, program zaokružuje tačkice bojom koja se razlikuje od boje tačkice (npr. plave tačkice sa crvenom, crvene sa plavom). U sledećem koraku, program prepoznaje zatvorene konture i broji ih.

Statistika. U finalnom koraku, obavlja se statistička obrada podataka.

Rezultati brojanja čestica Microtracer[®]-a F grupe analiziraju se kao Poisson-ova distribucija. Kriterijum za dobru homogenost ili uniformnost smeše, izražen je preko verovatnoće P za χ^2 statistiku, gde su vrednosti analize varijanse veće nego za čistu Poisson-ovu distribuciju. Vrednosti P su izračunate iz svih pojedinačnih rezultata i za ukupan broj čestica u svakom uzorku. Za vrednosti P veće od 0,05 smatra se da je smeša uniformna, a za P vrednosti manje od 0,01 smeša se smatra nehomogenom, odnosno, neuniformnom. Za P vrednosti između 0,01 i 0,05 ne mogu se izvesti zaključci o uniformnosti smeše.



Slika 2. Izgled algoritma programa za brojanje tačkica.
Figure 2. Algorithm of the program for spot counting.

REZULTATI I DISKUSIJA

Eksperimentalni uslovi u pogledu količine dodatog trejsera i očekivanog broja čestica u uzorku su prikazani u tabeli 1.

Tabela 1. Šema uzorkovanja i broj očekivanih čestica trejsera u uzorku
Table 1. Sheme of sampling with expected number of particles in sample

Parametar	Broj šarže		
	1	2	3
Masa uzorka, g	100	75	50
Broj čestica Microtracer [®] -a u uzorku	125	94	63

Rezultati dobijeni ručnim i kompjuterskim brojanjem prikazani su u tabeli 2.

U svim serijama, rezultati su ukazali na veoma dobru distribuciju trejsera i na osnovu kriterijuma za homogenost, vrednosti verovatnoće su veće od 5%, što znači da je homogenost postignuta. Sadržaj trejsera (*tracer recovery*) u svim je slučajevima relativno dobar. Varijacije u sadržaju su normalne, jer se i broj čestica Microtracer[®]-a po gramu, razlikuje u zavisnosti od seri-

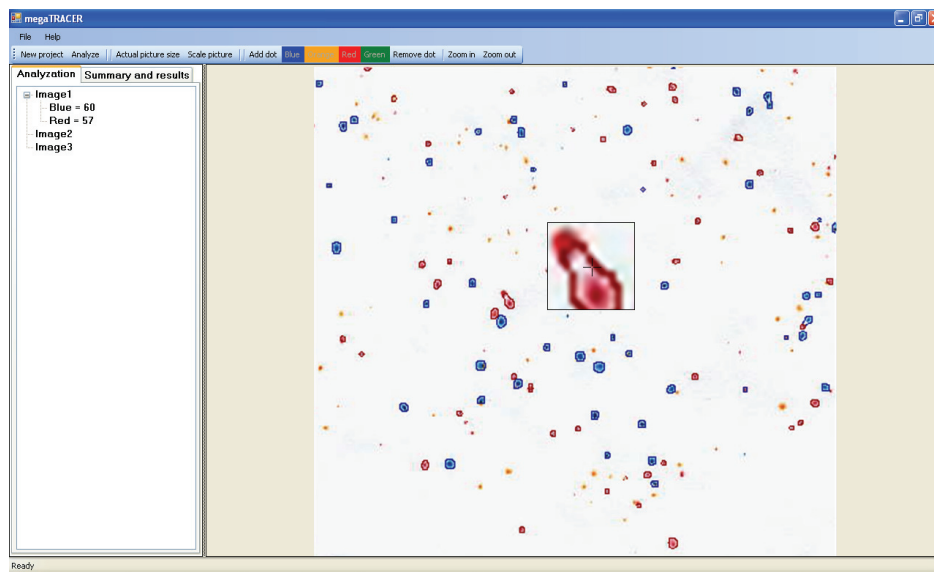
je proizvodnje ali se kreće u granicama od $\pm 10\%$. Ove razlike nisu uticale na tačnost rezultata, jer je najveći uticaj imala distribucija čestica, a ne njihov broj.

Takođe, postojale su male razlike u vrednosti između verovatnoće ručno i kompjuterski izbrojanih čestica, ali ni to nije uticalo na konačne rezultate, jer su sve vrednosti bile u okvirima predviđenim za dobru homogenost. U pojedinim slučajevima se dešavalo da program izbroji manje čestica nego što je to slučaj kod ručnog brojanja. Kada postoje mesta gde su čestice isuviše blizu jedna druge, program ih prepoznaje kao jednu konturu (tačkicu) i ova pojava se može smatrati kao mana programa. Kada se čestice dodiruju, program ne može da prepozna sve tačkice sa 100% verovatnoće. U nekim slučajevima, kao što je prikazano na slici 3, kada se dve čestice kombinuju u jednu veću tačku, program izračunava samo jednu česticu. Ovaj nedostatak je rešen vizuelnim pregledom slike i korekcijom na mestima gde su čestice veoma blizu jedne drugima. U bilo kom trenutku, moguće je ispitati celu skeniranu sliku i izvršiti ispravke ručno tako što se klikom kompjuterskog miša na neprepoznatu česticu, ona definiše kao nova čestica i na taj način dodaje u sistem. Takođe, ukoliko program prepozna neku tamniju mrlju na papiru (kao što su npr.

Tabela 2. Rezultati dobijeni ručnim i kompjuterskim brojanjem čestica
Table 2. Results of manual and PC counted number of particles

Broj uzorka	Broj čestica trejsera u uzorku ^a					
	Broj šarže (ručno izbrojano)			Broj šarže (kompjuterski izbrojano)		
	1	2	3	1	2	3
1	130	96	66	128	95	65
2	152	84	65	152	83	67
3	123	93	59	123	95	59
4	140	79	56	142	80	56
5	112	72	65	115	75	66
6	136	85	63	136	86	62
7	114	85	62	114	85	62
8	150	79	71	149	77	72
9	154	91	80	155	95	80
10	126	94	60	125	95	64
11	120	86	88	119	85	87
12	120	85	60	121	85	59
13	113	86	55	113	85	55
14	125	80	59	125	79	59
15	134	77	56	136	76	55
16	132	93	66	133	92	67
17	120	89	66	119	90	67
18	113	100	63	114	100	62
19	116	99	58	115	99	60
20	140	91	59	140	90	59
Sadržaj trejsera, %	102,8	93,76	101,35	102,96	92,93	101,83
Verovatnoća, %	8,73	82,97	35,48	8,45	80,17	37,69

^aRezultati su iskazani kao srednja vrednost tri ponavljanja



Slika 3. Izgled skenirane i analizirane slike filter papira sa zaokruženim česticama.
Figure 3. Image of analyzed and scanned filter paper with rounded particles.

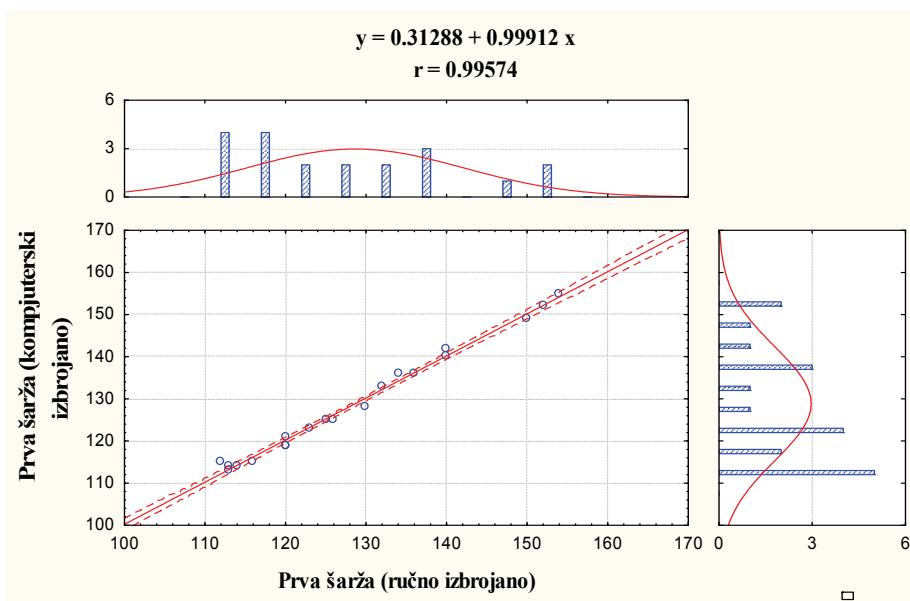
fleke ili šare) kao česticu, moguće ih je obrisati jednostavnim klikom miša na tom mestu. Svaka promena u broju čestica inicira novo preračunavanje u programu.

Važna prednost ovog programa je skraćivanje vremena za analizu. Prosečno vreme potrebno za ručno brojanje je između 5 i 15 min, u zavisnosti od broja čestica. Korišćenjem programa, ceo postupak traje 2–3 min, uključujući i skeniranje i obradu slike, a on takođe uklanja mogućnost grešaka u ručnom brojanju zbog zamora operatera.

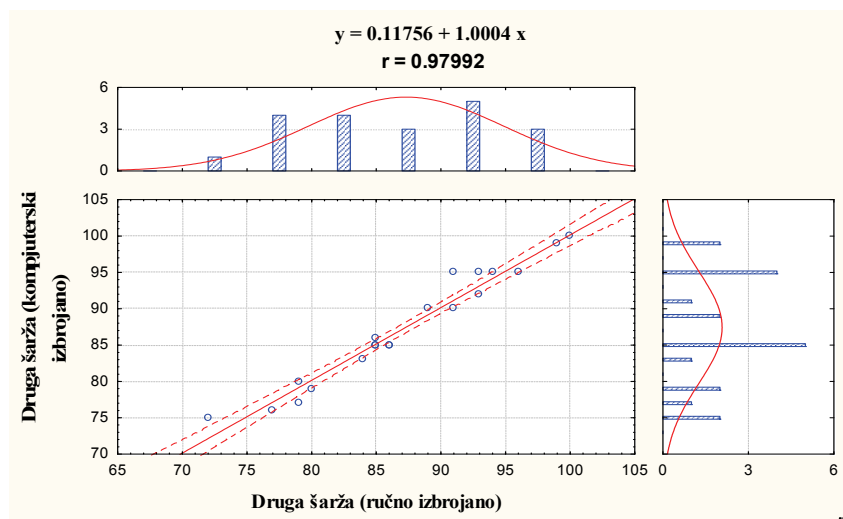
Statističkom analizom i poređenjem rezultata dobijenih ručnim i kompjuterskim brojanjem čestica, utvr-

đena je pozitivna korelacija između ove dve metode. Koeficijent korelacije, r , je 0,995 za prvu šaržu, 0,979 za drugu i 0,987 za treću šaržu. Korelacija između ručnog i kompjuterskog brojanja čestica za sve tri ispitivane šarže, sa jednačinama regresije, prikazana je na slikama 4–6.

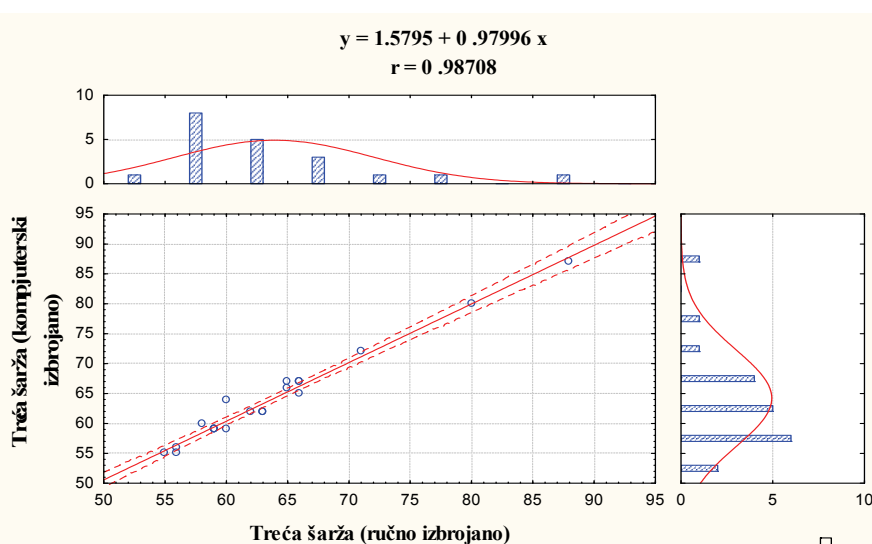
Slični, pozitivni rezultati su dobijeni u prethodnom istraživanju sa Microtracer[®]-om F grupe plave boje [19], a planira se ispitivanje mogućnosti da se program osposobi za simultano prepoznavanje i brojanje tačaka različitih boja. Ovim modifikacijama bi se omogućila brža



Slika 4. Jednačina regresije i koeficijent korelacije između ručnog i kompjuterskog brojanja čestica za prvu šaržu iz tabele 2.
Figure 4. Regression equation and correlation coefficient for manual and PC-based counting for the first sample from Table 2.



Slika 5. Jednačina regresije i koeficijent korelacije između ručnog i kompjuterskog brojanja čestica za drugu šaržu iz tabele 2.
Figure 5. Regression equation and correlation coefficient for manual and PC-based counting for the second sample from Table 2.



Slika 6. Jednačina regresije i koeficijent korelacije između ručnog i kompjuterskog brojanja čestica za treću šaržu iz tabele 2.
Figure 6. Regression equation and correlation coefficient for manual and PC-based counting for the third sample from Table 2.

analiza homogenosti praškastih materijala za različita vremena mešanja u jednoj šarži, gde bi svaka boja reprezentovala jedno vreme mešanja.

ZAKLJUČAK

U ovom radu, metoda za testiranje homogenosti praškastih materijala pomoću Microtracer[®]-a je poboljšana razvojem novog kompjuterskog programa za brojanje čestica što značajno skraćuje vreme testa homogenosti praškastih materijala. Za tri test grupe (šarže), sa različitim masama uzoraka i različitim brojem čestica (tačkica) koja je ispitana u ovoj studiji, kompjuterski program je generisao dobre rezultate. Dobijena je pozitivna korelacija (0,995, 0,979 i 0,987 za sve tri grupe) poređenjem metoda ručno i kompjuterski izbrojanih

čestica. Ovaj program se može koristiti kao deo Microtracer[®] metode za brzo određivanje homogenosti gotovo svih praškastih materijala.

LITERATURA

- [1] O. Đuragić, Utvrđivanje radne tačnosti tehnološkog procesa proizvodnje hrane za životinje primenom različitih metoda, Magistarska teza, Tehnološki fakultet, Univerzitet u Novom Sadu, 2006.
- [2] O. Đuragić, J. Lević, S. Sredanović, Lj. Lević, Evaluation of homogeneity in feed by method of Microtracers[®], Arch. Zootechn. **12** (2009) 85–91.
- [3] P.M. Clark, K.C. Behnke, D.R. Poole, Effects of marker selection and mix time on the coefficient of variation

- (mix uniformity) of broiler feed, *J. Appl. Poultry Res.* **16** (2007) 464–470.
- [4] D.A. Eisenberg, The use of Microtracers™ F (colored uniformly sized iron particles) in coding the presence of coccidiostats in poultry feeds practical implications, *Zootechn. Int.*, No. 12, 1998, p.p. 46–50.
- [5] N. Barashkov, D. Eisenberg, S. Eisenberg, J. Mohnke, Ferromagnetic microtracers and their use in feed applications (www.microtracers.com)
- [6] P.M.C. Lacey, Developments in the theory of particle mixing, *J. Appl. Chem.* **4** (1954) 257–268.
- [7] P.M.C. Lacey, The mixing of solid particles, *Trans. Inst. Chem. Eng.* **21** (1943) 53–59.
- [8] A.-L. Le Coent, A. Rivoire, S. Briancon, J. Lieto, An original image-processing technique for obtaining the mixing time: The box-counting with erosions method, *Powder Technol.* **152** (2005) 62–71.
- [9] A. Realpe, C. Velasquez, Image processing and analysis for determination of concentrations of powder mixtures, *Powder Technol.* **134** (2003) 193–200.
- [10] D. Wei, R. Dave and R. Pfeffer, Mixing and characterization of nanosized powders: An assessment of different techniques, *J. Nanopart. Res.* **4** (2002) 21–41.
- [11] B.F.C. Laurent, J. Bridgwater, D.J. Parker, Convection and segregation in a horizontal mixer, *Powder Technol.* **123** (2002) 9–18.
- [12] O.J. Corrigan, M.L. Wilkinson, J. Ryan, K. Harte, O.F. Corrigan, The use of microtracer in a medicated premix to determine the presence of tiamulin in final feed, *Drug Dev. Ind. Pharm.* **20** (1994) 1503–1509.
- [13] C. Yan, Y. Fan, C. Lu, Y. Zhang, Y. Liu, R. Cao, J. Gao, C. Xu, Solids mixing in a fluidize bed riser, *Powder Technol.* **193** (2009) 110–119.
- [14] D.R. Van Puyvelde, B.R. Young, M.A. Wilson, S.J. Schmidt, Experimental determination of transverse mixing kinetics in a rolling drum by image analysis, *Powder Technol.* **106** (1999) 183–191.
- [15] B. Koç, H. Silleli, C. Koç, Z.M. Dayioglu, Monitoring of dry powder mixing with real-time image processing, *J. Appl. Sci.* **7** (2007) 1218–1223.
- [16] B. Daumann, H. Nirschl, Assessment of the mixing efficiency of solid mixtures by means of image analysis, *Powder Technol.* **182** (2008) 415–423.
- [17] D. Eisenberg, Measuring mixer variation - performance and cross-contamination validation, 16th Annual ASA-IM SEA Feed Technology and Nutrition Workshop, Singapore, 2008.
- [18] Statistica, version 9.0, Statsoft, 2009 (<http://www.statsoft.com>).
- [19] O. Đuragić, Institute for Food Technology, Novi Sad, Serbia, New PC-based method for particle counting in powder homogeneity testing, Unpublished results, 2010.

SUMMARY**DETERMINING THE DEGREE OF POWDER HOMOGENEITY USING PC-BASED PROGRAM**Olivera M.Đuragić¹, Radmilo R. Čolović¹, Jovanka D.Lević¹, Slavica A. Sredanović¹, Aleksandar Ž. Selakov²¹Institute for Food Technology, University of Novi Sad, Novi Sad, Serbia²Faculty of Technical Sciences, University of Novi Sad, Novi Sad, Serbia

(Scientific paper)

The mixing of powders and quality control of the obtained mixtures are critical operations involved in the processing of granular materials in chemical, metallurgical, food and pharmaceutical industries. Studies on mixing efficiency and the time needed for achieving homogeneity in the powder mashes production have significant importance. Depending on the characteristics of the materials, a number of methods have been used for the homogeneity tests. Very often, the degree of mixing has been determined by analyzing images of particle arrays in the sample using microscopy, photography and/or video tools. In this paper, a new PC-based method for determining the number of particles in the powder homogeneity tests has been developed. Microtracers[®], red iron particles, were used as external tracers added before mixing. Iron particles in the samples of the mixtures were separated by rotary magnet and spread onto a filter paper. The filter paper was sprayed with 50% solution of ethanol for color development and the particles counted where the number of spots presented the concentration of added tracer. The number of spots was counted manually, as well as by the developed PC program. The program which analyzes scanned filter papers with spots is based on digital image analyses, where red spots were converted through few filters into a black and white, and counted. Results obtained by manual and PC counting were compared. A high correlation was established between the two counting methods.

Ključne reči: Praškasti materijali • Mešanje • Homogenost • Obeleživači • Kompjuterski program za brojanje čestica

Key words: Powders • Mixing • Homogeneity • Tracers • PC-Based program for spot counting