

利用立体成像系统 3D STEREOVISION^{NI}

实时在线准确测量针状晶体的长度分布

- 用立体成像系统, 3D STEREOVISION^{NI}, 在搅拌槽结晶器中准确测量了晶体的尺寸和形状
- 离线取样分析显示, 3D 成像比 2D 成像测得的长度更准确
- 对于针状的 β 型谷氨酸晶体的长度, 2D 成像典型的低估 2/3
- 3D 和图像处理还用于获得晶体的面生长动力学

摘要: 非侵入式立体成像设备, 晶格码(青岛)的 3D STEREOVISION^{NI}, 被用来实时监测连续搅拌结晶器中谷氨酸在溶液中冷却结晶过程针状 β 晶型尺寸与形貌的变化。成像系统由两个相机组成, 它们从最优的角度同时采集二维图像, 并配置有同步光源。每对二维图像经过处理和分析后, 用来对晶体三维形貌进行重构。重构后的针状 β 晶型谷氨酸长度与对晶体样品离线分析获得结果相一致, 并且大约是利用二维图形技术所估计尺寸的三倍。结果表明在晶体真实尺寸和形貌方面, 三维成像技术远优于二维成像。

1. 实验目的

结晶作为重要的工业操作单元, 已经被广泛的应用于制造各种颗粒产品, 比如药物和精细化学品。晶体的尺寸和形貌是衡量产品质量的两个关键指标, 为了能有效实现过程优化和控制, 在线实时测量已经被应用于实际操作中。Focused-beam reflectance measurement (FBRM)是传统的在线测量晶体尺寸和形貌的技术, 该技术是基于激光散射和测量颗粒弦长, 弦长可以用来估计晶体尺寸分布, 但是这一测量的准确性是基于将颗粒为球状的假设, 也就是说当颗粒不是球状时, 测量的误差还是很大的。成像技术作为最有潜力的技术来测量颗粒的形貌, 因为可以直观的观察颗粒形貌的变化。近几年, 二维成像技术被广泛研究和应用, 比如 GSK 高速相机, Particle vision and measurement (PVM)。

在实际应用中, 结晶过程是在不断搅拌的结晶器中发生, 晶体处于持续的转动和运动中, 使用二维的成像技术来测量晶体的尺寸和形貌具有很大的误差, 除非晶体形貌接近球状。我们选取形貌比较简单的 β -谷氨酸来作为例子来说明这一问题。 β -谷氨酸的形貌是针状的, 因此我们只关注它的长度。对于针状的晶体, 只有当晶体与相机的光轴互相垂直的时候, 才能准确测量晶体的尺寸。然而, 当晶体处于不断搅拌的结晶器中时, 两者垂直的概率是非常低的。因此, 传统的二维测量技术并不能准确的估计颗粒的尺寸, 所得到的尺寸往往要比实际尺寸要小。二维成像技术之所以无法准确测量颗粒尺寸和形貌, 最重要的原因就是无法完整的获取颗粒的信息, 在测量过程中, 丢失了部分信息。特别是当颗粒处于不断的转动和运动的状态时。为了解决这一问题, 我们使用立体成像系统, 也就是利用两个相机从不同角度同时记录颗粒尺寸和形貌的变化, 如图 1 所示。

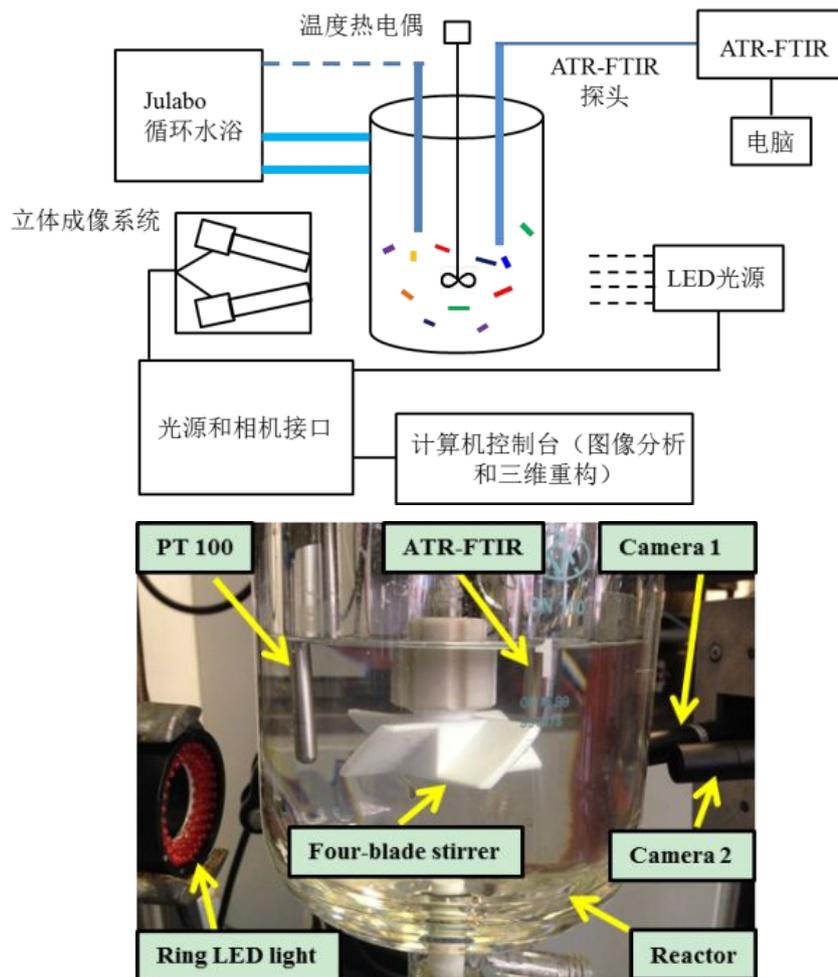


图1 实验装置

2. 实验方法

针状的 β -谷氨酸用来作为研究的模型物。实验装置如图1所示，ATR-FTIR 在线实时测量溶液浓度。在 1L 结晶器中，将 13.5g 谷氨酸溶于 500mL 蒸馏水中配制饱和溶液，升温至 80°C 以保证晶体完全溶解后，降温至 45°C 并添加晶种，之后缓慢降温 1h，冷却速率为 0.5°C/min。

3. 结果与分析

为了证明立体成像系统测量的准确性，同时还利用 *Morphologi G3* 对晶种和最终的产品分别进行测量（图 2），将两者得到的结果进行对比。

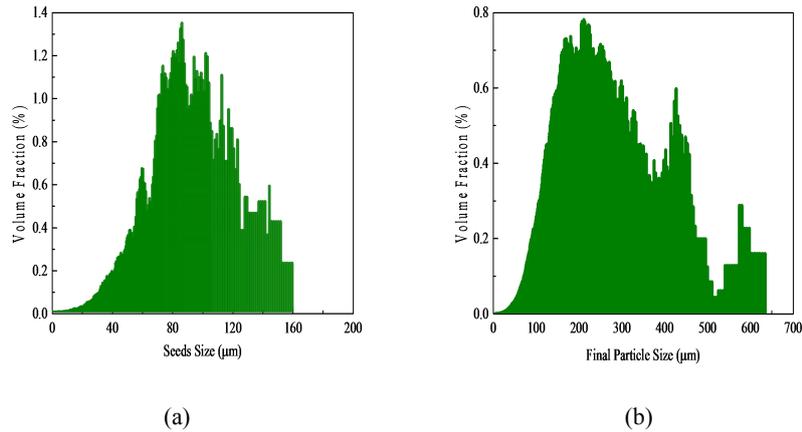
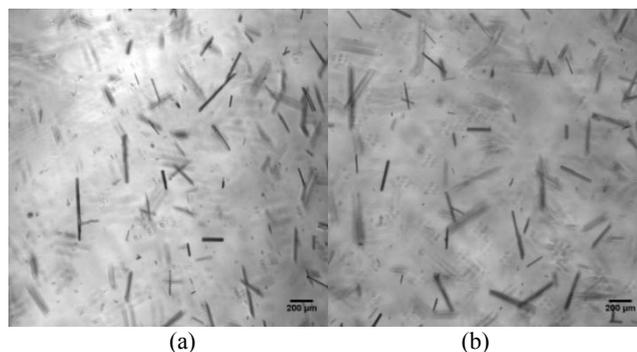


图 2 Morphologi G3 测量得到晶种(a)平均尺寸为 $83.7 \pm 2.1 \mu\text{m}$ 和最终产品, (b)平均尺寸为 $207.7 \pm 6.3 \mu\text{m}$ 的尺寸分布, 数据是通过三次独立实验得到的 (平均尺寸 \pm 标准误差)

在这里, 之所以使用 *Morphologi G3* 来进行对比, 是因为该装置在测量的时候, 是用气喷装置将样品分散在测量台上, 相机在对选定区域内对样品进行扫描。在扫描的过程中相机光轴是和颗粒位置是垂直的, 因此可以认为所测量的结果为真实的样品尺寸。由图 2 可知, 晶种和最终产品的平均尺寸分别为 $83.7 \pm 2.1 \mu\text{m}$ 和 $207.7 \pm 6.3 \mu\text{m}$ 。

图 3 和图 4 分别代表在 764s 和 3600s 时立体成像系统采集的图像, 图像分析和三维重构后的晶体尺寸。图 5 是单个相机和立体相机测量晶体尺寸的比较。图 5 (a) 是通过相机 1 所采集的图像来估计不同时刻下晶体的平均尺寸, 在 764s, 2544s 和 3600s 时, 平均尺寸分别为 $37.21 \mu\text{m}$, $49.11 \mu\text{m}$ 和 $53.96 \mu\text{m}$; 图 5 (b) 是通过相机 2 所采集的图像来估计不同时刻下晶体的平均尺寸, 在 764s, 2544s 和 3600s 时, 平均尺寸分别为 $42.75 \mu\text{m}$, $57.94 \mu\text{m}$ 和 $64.79 \mu\text{m}$; 图 5 (c) 是通过立体成像系统所采集的图像来三维重构后的不同时刻下晶体的平均尺寸, 在 764s, 2544s 和 3600s 时, 平均尺寸分别为 $180.70 \mu\text{m}$, $211.70 \mu\text{m}$ 和 $238.29 \mu\text{m}$ 。通过比较图 2 与图 5 发现, 二维成像技术所测量的尺寸是不准确的, 晶体尺寸小于实际尺寸, 而立体成像技术所测量的尺寸($238.29 \mu\text{m}$) 比较接近实际尺寸($207.7 \pm 6.3 \mu\text{m}$)。由此说明, 立体成像技术取代传统二维测量技术是非常必要的。



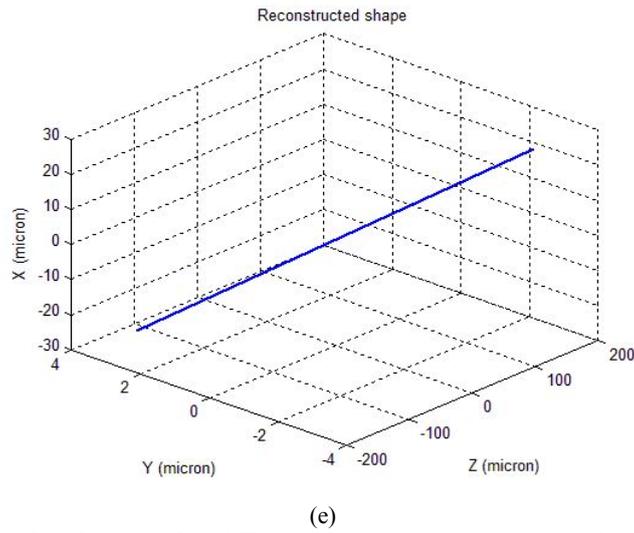
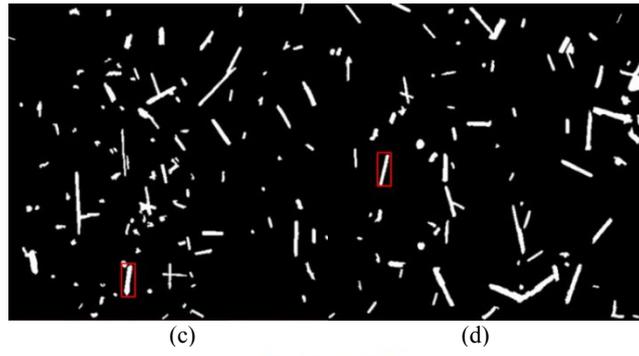
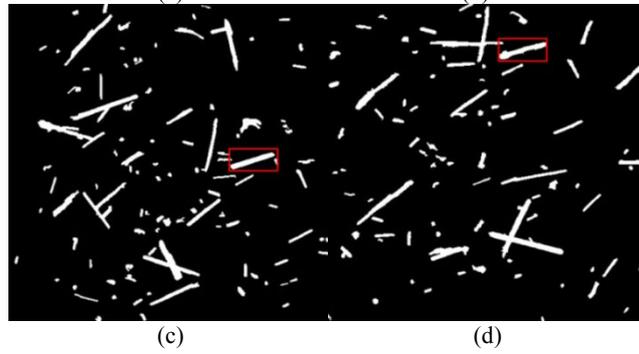
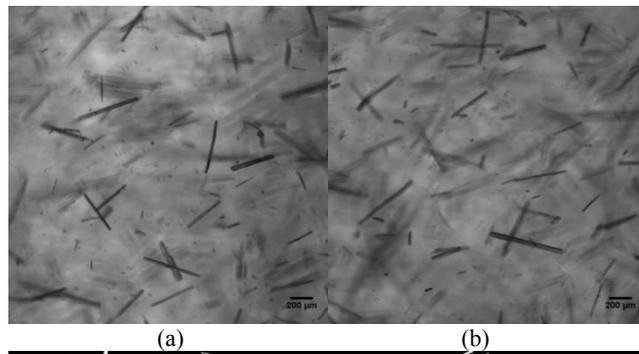
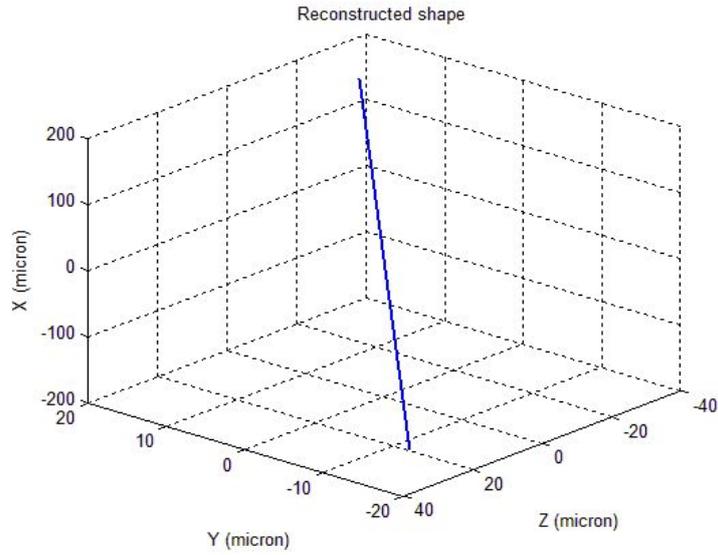


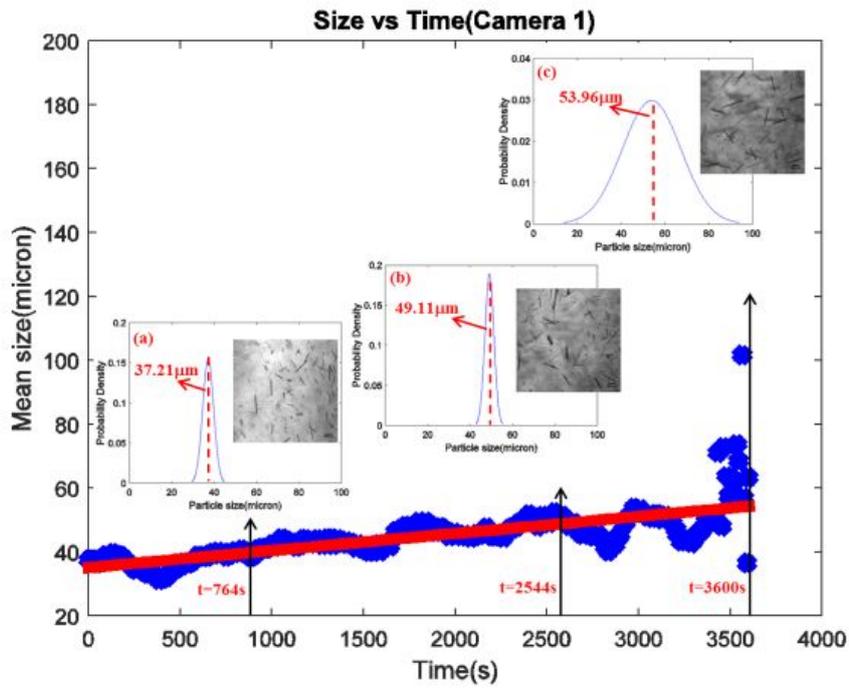
图3 在 $t=764s$ 时，立体成像系统在线采集的图像，(a) 相机 1，(b) 相机 2；选取两张图像中匹配的一个晶体，(c) 相机 1 拍摄的图像，(d) 相机 2 拍摄的图像；(e) 匹配晶体尺寸的三维重构，长度为 $277.34\mu m$ 。





(e)

图4 在 $t=3600s$ 时, 立体成像系统在线采集的图像, (a) 相机 1, (b) 相机 2; 选取两张图像中匹配的一个晶体, (c) 相机 1 拍摄的图像, (d) 相机 2 拍摄的图像; (e) 匹配晶体尺寸的三维重构, 长度为 $311.80 \mu m$ 。



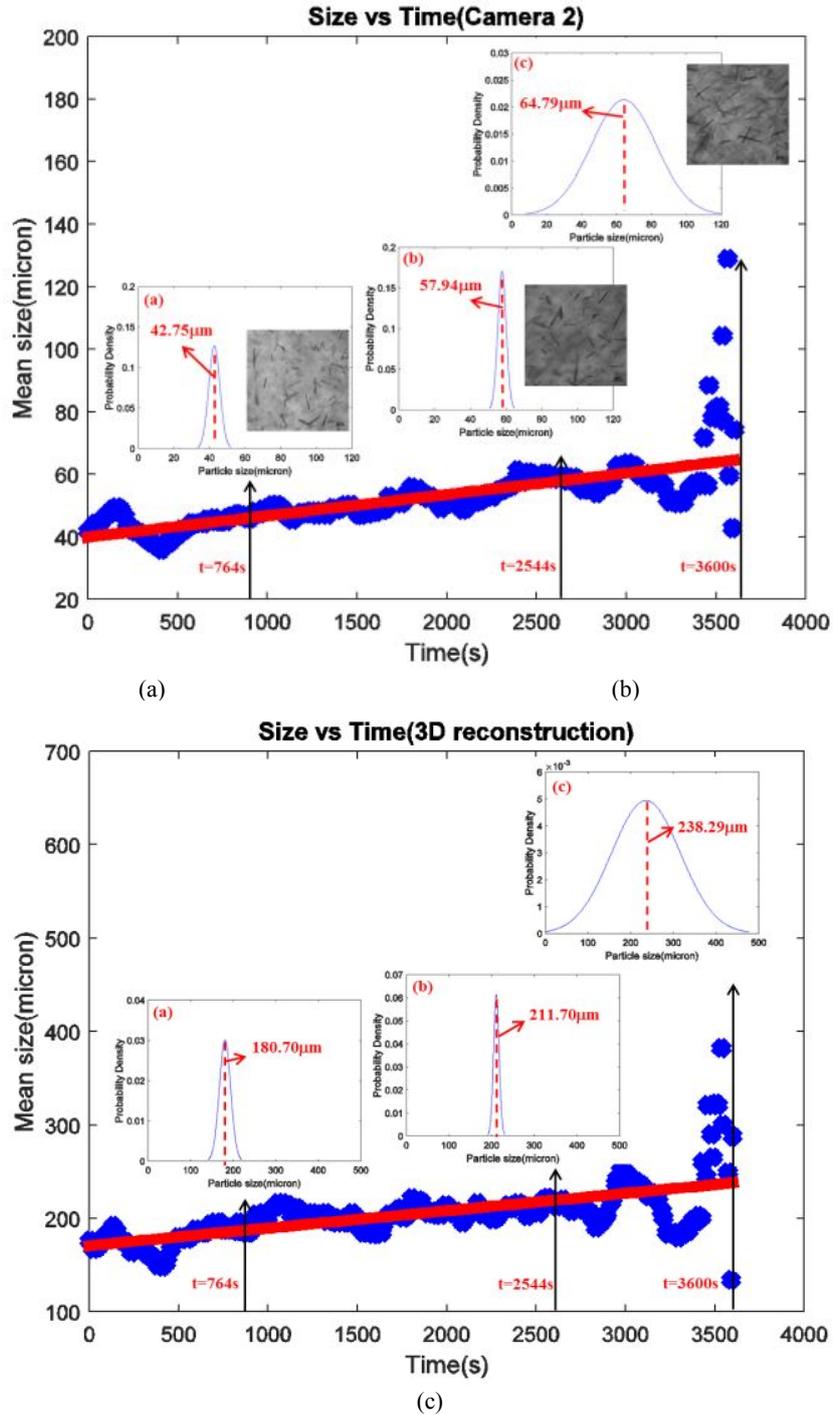


图 5 (a) 利用相机 1 采集图像估计不同时刻晶体平均尺寸, $t=764s$ 时, $L=37.21 \mu m$; $t=2544s$ 时, $L=49.11 \mu m$; $t=3600s$ 时, $L=53.96 \mu m$; (b) 利用相机 2 采集图像估计不同时刻晶体平均尺寸, $t=764s$ 时, $L=42.75 \mu m$; $t=2544s$ 时, $L=57.94 \mu m$; $t=3600s$ 时, $L=64.79 \mu m$; (c) 利用立体成像系统, 三维重构后的不同时刻晶体平均尺寸, $t=764s$ 时, $L=180.70 \mu m$; $t=2544s$ 时, $L=211.70 \mu m$; $t=3600s$ 时, $L=238.29 \mu m$ 。

4. 结论

利用在线三维成像系统, 3D StereoVision^{NI}, 估计的针状 β 晶型谷氨酸晶体尺寸要远远大于二维成像技术, 定性地证明了三维取代二维的必要性。为了定量地证明三维在线测量的准确性, 从结晶器中取样, 测量之前将处理后的干样品平放在测量板上, 利用 Morphologi G3 分析大量的晶体。通过比较发现, 利用三维图像系统测量的晶体尺寸与离线测量的结果相一

致，同时基于二维图像技术计算的尺寸比较小。

张瑞 博士生，马才云 博士，刘晶晶 博士，王学重 教授
华南理工大学
英国利兹大学