

Mehrdimensionale selektive Umbenetzungsagglomeration – Bestimmung der Reinheit von Graphitagglomeraten

Julia Schreier* und Ulrich Bröckel

DOI: 10.1002/cite.202200140

This is an open access article under the terms of the Creative Commons Attribution-NonCommercial-NoDerivs License, which permits use and distribution in any medium, provided the original work is properly cited, the use is non-commercial and no modifications or adaptations are made.

Die Umbenetzungsagglomeration bietet die Möglichkeit einer Trennung nach zwei Partikeleigenschaften. Hierbei wird nach den Benetzungseigenschaften des Feststoffs in Bezug zur Suspensions- und Bindeflüssigkeit getrennt und nach der Größe. Ziel dieser Arbeit ist, die Reinheit der entstehenden Graphitagglomerate in einer Mischung mit Quarzsand gravimetrisch zu bestimmen und diese mit den Benetzungseigenschaften zu korrelieren. Die Güte dieser Ergebnisse wird mit einer Mikroröntgentomographie (μ -CT) untersucht. Es konnte gezeigt werden, dass sich Quarzsand mit Paraffinöl nicht benetzen lässt und somit Reinheiten von 99,5 % bis 99,9 % erreicht werden, was das Ergebnis der μ -CT bestätigt. Einen Einfluss der Partikelgröße des Quarzsandes konnte im untersuchten Bereich nicht bestätigt werden.

Schlagwörter: Graphit, Mehrdimensionale Trennung, Mikroröntgentomographie, Quarz, Selektive Umbenetzungsagglomeration

Eingegangen: 08. Juli 2022; *revidiert:* 20. Januar 2023; *akzeptiert:* 21. Februar 2023

Multidimensional Selective Spherical Agglomeration – Determination of the Purity of Graphite Agglomerates

The spherical agglomeration offers the possibility of a separation by two particle properties. The first separation property is the wetting behavior of the solids in relation to the suspension and binding liquid followed by a size separation. The aim of this work is to gravimetrically determine the purity of the resulting graphite agglomerates in a mixture with quartz sand and to correlate this with the wetting properties. The quality of these results is investigated by means of micro X-ray tomography (μ -CT). It has been shown that quartz cannot be wetted with paraffin oil and thus purities of 99.5 % to 99.9 % can be achieved, which was confirmed by the μ -CT results. An influence of the quartz sand particle size could not be verified in the investigated range.

Keywords: Graphite, Micro X-ray tomography, Multidimensional separation, Quartz, Selective spherical agglomeration

1 Einleitung

Die selektive Agglomeration in der flüssigen Phase wird in der Aufbereitung von Erzen oder Kohle seit mehr als 100 Jahren genutzt, wie Cattermole [1] in einem Patent von 1904 beschreibt. So kann in einer heterogenen Suspension, bestehend aus zwei oder mehr Feststoffkomponenten, selektiv eine Komponente durch die „spherical agglomeration“, auch Umbenetzungsagglomeration genannt, erfasst und in Form von Agglomeraten von der verbleibenden Suspension abgetrennt werden. Die Umbenetzungsagglomeration stellt sich als Dreiphasensystem, bestehend aus zwei flüssigen Phasen mit einer Mischungslücke und einer suspendierten heterogenen festen Phase, dar. Die zweite flüssige Phase, die Bindeflüssigkeit, wird in der Suspensionsflüssigkeit disper-

giert. Im Fall heterogener Feststoffe benetzt die Bindeflüssigkeit vorzugsweise die feste Komponente mit dem geringeren Kontaktwinkel. 1961 nutzte Farnard [2] die selektive Umbenetzungsagglomeration, um Calciumcarbonat aus einer Mischung mit Graphit abzutrennen. Es konnte gezeigt werden, dass die Reinheit der entstehenden Graphitagglomerate 99,2 % betrug. Weitere Autoren nutzten diese Erkenntnisse unter anderem zur Kohleaufbereitung [3–7].

¹Julia Schreier (j.schreier@umwelt-campus.de),

¹Prof. Dr.-Ing. Ulrich Bröckel

¹Hochschule Trier, Umwelt-Campus Birkenfeld, Institut für Mikroverfahrenstechnik und Partikeltechnologie, Postfach 1380, 55761 Birkenfeld, Deutschland.

Der Trenneffekt der mehrdimensionalen selektiven Umbenetzungsagglomeration beruht dabei auf zwei Partikelmerkmalen, den Benetzungseigenschaften der Primärpartikel und der Größe der resultierenden Agglomerate. Der erste Trennschritt erfolgt aufgrund der Benetzbarkeit, da Partikel mit besseren Benetzungseigenschaften bevorzugt mit der Bindeflüssigkeit wechselwirken [8]. Die Benetzungseigenschaften dominieren hierbei die erste Phase des Prozesses, auch Benetzungsphase genannt. In dieser kollidieren aufgrund der Turbulenz im Rührkessel Partikel mit Bindeflüssigkeitstropfen. Je nach Benetzbarkeit der Partikel trennen sich die Kollisionspartner oder es erfolgt eine Haftung und es bilden sich Mikroagglomerate.

Diese Mikroagglomerate wachsen durch Koaleszenz in der Phase des schnellen Wachstums bis auf die Gleichgewichtsgröße an. In der sich anschließenden Gleichgewichtsphase ändert sich die Agglomeratgröße kaum, da die Bindungskräfte im Agglomerat und die Scherkräfte aufgrund der Turbulenz ausgeglichen sind. Im weiteren Verlauf des Prozesses können die Agglomerate, die aus der besser benetzbaren Partikelart bestehen, durch eine Fest-flüssig-Trennung, z. B. Siebung, von der verbleibenden Suspension getrennt werden (s. Abb. 1). In diesem zweiten Trennschritt wird das Partikelmerkmal Agglomeratgröße für die Trennung genutzt.

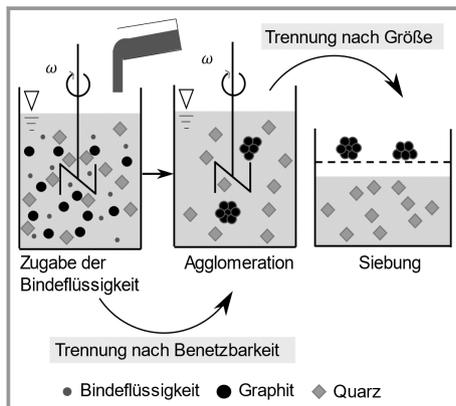


Abbildung 1. Prinzip der mehrdimensionalen Umbenetzungsagglomeration.

Die Umbenetzungsagglomeration ermöglicht damit eine mehrdimensionale selektive Trennung, die ein zentraler Ansatz für neue Recyclingverfahren sein kann. Beispielsweise können mit diesem Verfahren werthaltige Komponenten aus der feindispersen Fraktion im Rahmen des Batterierecyclings [9, 10] abgetrennt werden.

Ein wichtiger Aspekt, um den Trennerfolg der mehrdimensionalen selektiven Umbenetzungsagglomeration charakterisieren zu können, ist die Bestimmung der Reinheit der entstehenden Agglomerate. Neben der aufwendigen Elementaranalyse bietet es sich bei dem verwendeten Stoffsystem Graphit-Quarz an, den Graphit zu veraschen und den Quarzanteil in den Agglomeraten gravimetrisch zu be-

stimmen. Die Güte dieser Ergebnisse wird anhand einer mikroröntgentomographischen Aufnahme verifiziert.

2 Material und Methoden

2.1 Material

Als Ausgangsmaterial wird für die Experimente Graphit ($\rho = 2200 \text{ kg m}^{-3}$) und Quarzsand verwendet. Der Graphit mit der Bezeichnung SGB 23 L stammt von der Firma Graphit Kropfmühl GmbH mit einer Reinheit von 99,95 % und einer Partikelgröße x_p zwischen $x_{10} = 10,91 \mu\text{m}$ und $x_{90} = 35,85 \mu\text{m}$ (s. Abb. 2). x_{10} , x_{50} und x_{90} stellen dabei die 10 %, 50 % und 90 %-Quantile der Verteilung dar. Die Partikelgröße wurde mittels Laserbeugung (Fritsch Analysette 22 MicroTec plus) bestimmt.

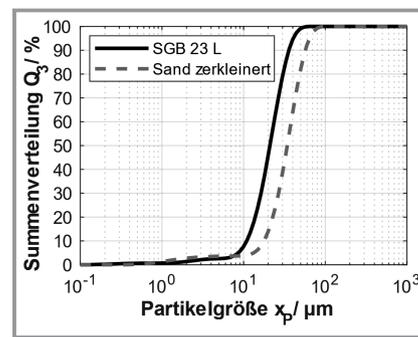


Abbildung 2. Partikelgrößenverteilung Graphit SGB 23 L und zerkleinerter Quarzsand aus der Strahlmühle (Laserbeugung).

Handelsüblicher Quarzsand ($\rho = 2600 \text{ kg m}^{-3}$, $63\text{--}100 \mu\text{m}$) wurde in einer Strahlmühle zerkleinert, wobei die Partikelgrößenverteilung des zerkleinerten Materials ebenfalls in Abb. 2 dargestellt ist. Anschließend wurde dieses mittels Siebung nochmals weiter in zwei Fraktionen aufgetrennt, so dass mit dem Ausgangsmaterial drei Fraktionen mit den Partikelgrößen $x_p < 45 \mu\text{m}$, $45 \mu\text{m} \leq x_p < 63 \mu\text{m}$ und $63 \mu\text{m} \leq x_p < 100 \mu\text{m}$ entstehen. Als Bindeflüssigkeit dient Paraffinöl (highly liquid paraffin oil, Merck KGaA, CAS Nummer: 8002-74-2) mit einer kinematischen Viskosität von $16 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ und einer mittleren Dichte von $\rho = 850 \text{ kg m}^{-3}$.

2.2 Methoden

2.2.1 Kontaktwinkelmessung

Ein wichtiger Parameter für die Charakterisierung der Benetzungseigenschaften ist der Kontaktwinkel der suspendierten festen Komponenten gegenüber der Bindeflüssigkeit. Die Kontaktwinkel werden nach einer adaptierten Sessile Drop Methode für ein Dreiphasen-System bestimmt, die ausführlich von Schreier et al. [11] beschrieben ist.

Um Kontaktwinkel an Pulvern bestimmen zu können, werden diese mit einem doppelseitigen Klebeband auf einem Objektträger fixiert. Der Vorteil dieser Methode ist, dass der Kleber nicht über die Partikel spreitet und nur eine Monoschicht der Partikel haftet. Überschüssige Partikel werden durch einen Druckluftstoß entfernt. Im eigens dafür entwickelten Messstand wird der Objektträger so eingespannt, dass die mit Partikeln belegte Seite nach unten zeigt. Anschließend wird dieser Objektträger in ein Wasserbecken getaucht und durch eine Injektionsnadel von unten ein Paraffintropfen erzeugt (s. Abb. 3A). Der Paraffintropfen löst sich durch die Auftriebskraft von der Nadel ab, steigt auf und kollidiert mit der Partikelmonoschicht.

Das Ausbreiten der Dreiphasenkontaktlinie vom Zeitpunkt des Auftreffens bis zum statischen Zustand wird mit einer Hochgeschwindigkeitskamera (iSpeed 220, ViZaar) aufgenommen, so dass die Benetzungskinetik charakterisiert werden kann. Für jeden Stoff werden zehn Objektträger präpariert und jeweils der Mittelwert aus den 10 Messungen zum jeweils gleichen Zeitpunkt gebildet.

2.2.2 Agglomeration

Die Agglomerationsexperimente finden in einem Rührkessel statt. Dieser besteht aus einem Becherglas (700 mL), in dem in einem Winkelversatz von 120° drei Stromstörer fixiert sind. Als Rührorgan dient ein 4-blättriger Propeller-Rührer. Insgesamt 20 g Feststoff werden zuerst in 350 g Wasser für 5 min bei 500 min⁻¹ suspendiert. Währenddessen wird eine Emulsion aus Paraffin und 50 g Wasser im Ultra Turrax der Firma IKA (11.000 min⁻¹) hergestellt, wobei das Gewichtsverhältnis von Paraffin zu Graphit immer 1/3 beträgt. Anschließend wird die Emulsion der Suspension zugegeben und die Drehzahl des Rührwerks auf 1100 min⁻¹ erhöht.

Nach 30 min Agglomerationszeit werden die gebildeten Agglomerate mit einem Sieb (Maschenweite 125 µm) aus der Suspension abgetrennt und noch anhaftende Quarzpartikel mit Wasser abgewaschen. Anschließend werden die Agglomerate bei 80 °C getrocknet bis diese rieselfähig sind und nicht mehr am Sieb haften.

Um den Einfluss der Quarzkonzentration auf die Verunreinigung der Agglomerate untersuchen zu können, werden

verschiedene Mischungsverhältnisse aus Graphit und Quarz hergestellt, wobei die Gesamtmenge an Feststoff immer konstant auf 20 g gehalten wird. Jedes Mischungsverhältnis zwischen Graphit und Quarz wird dreimal agglomeriert und anschließend die Reinheit nach Abschn. 2.2.3 bestimmt.

2.2.3 Veraschungsmethode

Um die Reinheit der Graphitagglomerate bestimmen zu können, wird die Veraschungsmethode verwendet. Der Graphit wird dabei in einem Veraschungsofen LVT 3/11 der Firma Nabertherm bei 1000 °C unter Luftzufuhr für 6 bis 8 h verbrannt. Der Rückstand, d.h. der in den Agglomeraten enthaltene Quarzanteil, wird anschließend auf einer Analysenwaage (Sartorius BP221S, $d = 0,1$ mg) bestimmt. Die Probenmenge betrug zwischen 1 g und 12 g Agglomerate, abhängig von der eingesetzten Graphitmenge.

Die Reinheit $R_{Q,A}$ in % berechnet sich nach Gl. (1), wobei m_R und m_A jeweils die Massen des Rückstandes nach der Veraschung und die Masse der eingewogenen Agglomerate am Anfang darstellen.

$$R_{Q,A} = \left(1 - \frac{m_R}{m_A}\right) \times 100 \quad (1)$$

Es wurden jeweils 1 g des Graphits und 1 g des Quarzsandes getrennt verascht. Beim Graphit konnte ein Rückstand von 0,05 % festgestellt werden, was die angegebene Reinheit von 99,95 % bestätigt. Bei Quarzsand beträgt der Rückstand 99,60 % was einem Gewichtsverlust von 0,40 % entspricht. Es wird vermutet, dass es sich hierbei um anhaftendes Oberflächenwasser handelt.

2.2.4 Mikroröntgentomographie

Um die Güte der Ergebnisse aus den Veraschungsversuchen beurteilen zu können, wird ein Agglomerat in der Mikroröntgentomographie (μ -CT, Bruker Skyscan 1272) gescannt. Hierfür wird es in einer Pipettenspitze auf dem Probenhalter fixiert. Die Leistung der Röntgenröhre beträgt während des Scans 10 W mit einer Belichtungszeit von 1270 ms und 0,2° Winkelschritte pro Durchstrahlungsbild.

Dies resultiert in einer Scanzeit von insgesamt 1,4 h und einer Auflösung von 1,6 µm/Voxel.

Da Graphit ein schwach absorbierendes Material in Bezug auf Röntgenstrahlung darstellt, wird vor der Rekonstruktion der von Paganin [12] entwickelte Algorithmus angewandt, um den Kontrast der Durchstrahlungsbilder zu verbessern.

Zur Bildanalyse wird die von Bruker gelieferte Software CTAn verwendet. Das Ziel der Bildver-

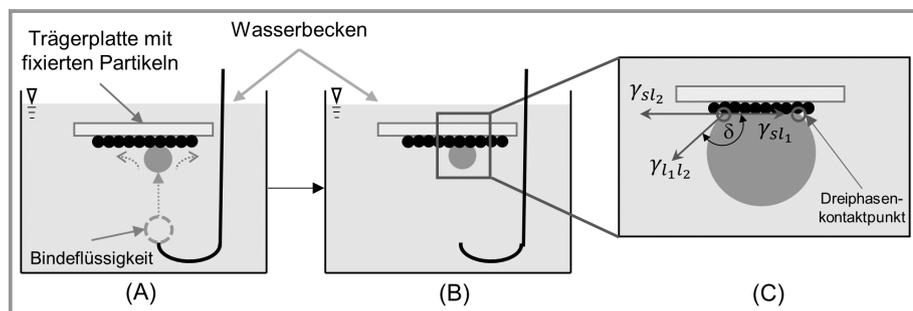


Abbildung 3. Prinzip der Kontaktwinkelmessung; (A) Ablösen des Tropfens und Kollision mit Partikeln, (B) statischer Fall, (C) beteiligte Grenzflächenspannungen und Kontaktwinkel.

arbeitung ist, die Volumina der einzelnen Agglomeratbestandteile (Graphit, Quarzsand und Paraffin) zu bestimmen, da mithilfe dieser nach Gl. (2) die Reinheit als Massenverhältnis ausgedrückt werden kann.

$$R_{Q,A} = \left(1 - \frac{\rho_Q V_Q}{\rho_Q V_Q + \rho_G V_G + \rho_P V_P} \right) \times 100 \quad (2)$$

Hierfür werden die Bilder als erstes mit einem *non-local means denoising* Algorithmus gefiltert (Abb. 4-A). Um die Pipettenspitze, die einen konischen Verlauf besitzt, von den Bildern zu subtrahieren, wird eine Region of Interest (ROI) so festgelegt, dass nur das Innere der Pipette binarisiert wird. Allen Voxeln außerhalb dieses Volumens wird der Wert des Hintergrunds (schwarz) zugeschrieben. Zur Festlegung der ROI wird ein Grauwertbereich (Threshold) gewählt, so dass nur die Pipettenspitze binarisiert ist. Dieses Bild wird im Anschluss invertiert.

Für die neuen Grauwertbilder (Abb. 4B) werden ebenfalls Threshold Bereiche gewählt, so dass zunächst der Graphit (Abb. 4C), im Anschluss der Sand (Abb. 4D) und zum Schluss das Paraffin binarisiert wird (Abb. 4E).

3 Ergebnisse und Diskussion

3.1 Kontaktwinkelmessung

Bei der Kontaktwinkelmessung konnte festgestellt werden, dass bei allen Versuchen mit Quarzsand keine Benetzung zwischen Quarz und Paraffin in der kontinuierlichen Phase Wasser vorhanden war, indem der Tropfen nach der Kollision abperlte und zur Seite hin abrollte. Somit verhält sich der Quarzsand in diesem System superhydrophil und wird von Paraffin nicht benetzt ($\delta \approx 180^\circ$).

Im Gegensatz dazu konnte der Graphit benetzt werden. Es stellt sich ein statischer Kontaktwinkel von $139^\circ \pm 5,9^\circ$ ein. Dieser geringe Kontaktwinkel zeigt, dass das Paraffinöl Graphit deutlich besser benetzt als den Quarzsand. Durch diesen Unterschied ist eine selektive Agglomeration möglich.

3.2 Reinheit der resultierenden Agglomerate

Die Reinheit der resultierenden Agglomerate wird nach der Methode aus Abschn. 2.2.3 bestimmt. Hierfür werden für jedes Mischungsverhältnis drei Agglomerationsversuche durchgeführt und die Agglomerate anschließend nach der Veraschungsmethode verbrannt, wobei der Quarzsand den Rückstand bildet (s. Abb. 5).

Es konnte festgestellt werden, dass bei sehr hohen Quarzsandgehalten in der Ausgangssuspension auch die höchsten Gehalte an Verunreinigungen in den Agglomeraten gefunden werden. Bei einer Mischung von 95 % Quarzsand und 5 % Graphit ergibt sich eine Reinheit von mindestens

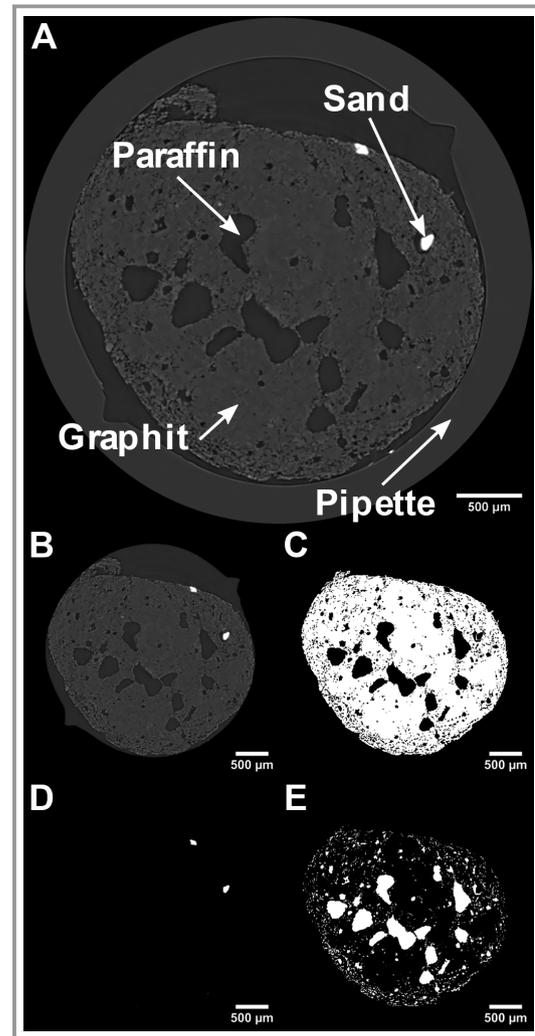


Abbildung 4. Bildverarbeitung des gescannten Agglomerates; A) Bild nach dem non-local means denoising Filter, B) Bild innerhalb der Region of Interest (ROI), C) Graphitanteil, D) Sandanteil, E) Paraffinanteil.

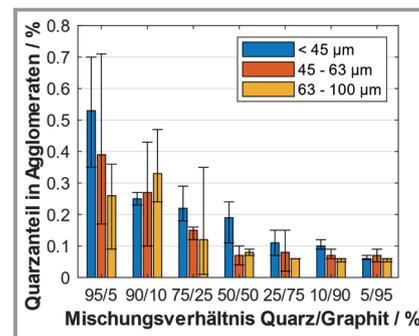


Abbildung 5. Anteil Quarz in den Agglomeraten in Abhängigkeit von der Ausgangsmischung Quarz/Graphit und der verwendeten Quarzsandgröße. Die Fehlerbalken stellen die Min- und Max-Werte der Dreifachbestimmung dar.

99,5 %. Wird allerdings die konträre Mischung betrachtet (95 % Graphit, 5 % Quarzsand), dann ergibt sich eine Rein-

heit von 99,9 %. Dieses Ergebnis ist zu erwarten, da mit steigendem Quarzanteil in der Ausgangssuspension auch mehr Verunreinigungen in den Agglomeraten zu finden sein müssen. Allerdings ist der Einfluss gering, da nur eine Differenz von 0,4 % auftritt. In dem angefertigten μ -CT-Scan konnte ebenfalls eine Reinheit von 99,9 % ermittelt werden, was die Güte der Veraschungsversuche bestätigt.

Der Nachteil der μ -CT liegt im hohen Zeitaufwand, der geringen statistischen Aussagekraft und der Auflösungs-grenze. Es hat sich in dieser Untersuchung gezeigt, dass der angefertigte Scan eines Agglomerats inklusive Rekonstruktion und Bildverarbeitung insgesamt zwölf Stunden Zeit in Anspruch genommen hat, wohingegen bis zu 12 g Agglomerate bei der Veraschungsmethode 8 h benötigten. Weiterhin wird fein verteiltes Paraffinöl zwischen den Graphitpartikeln nicht detektiert, wenn der Abstand zwischen den Graphitschichten unter $3,2 \mu\text{m}$ beträgt (Nyquist-Kriterium [13]) Daher wurde auf weitere μ -CT-Aufnahmen zur Auswertung verzichtet.

Die hohen Reinheiten sind auf die Benetzbarkeit der Partikel zurückzuführen. Quarz verhält sich im System Quarz-Paraffin-Wasser superhydrophil und ist somit durch das Paraffinöl, das als Bindeflüssigkeit dient, nicht benetzbar. Aufgrund der Benetzungseigenschaften werden deshalb nahezu keine Quarzpartikel in die Agglomerate eingebunden.

Warum sich trotzdem keine höheren Reinheiten mit dieser Versuchsdurchführung generieren lassen, kann im Rahmen dieser Arbeit nicht endgültig geklärt werden. Wahrscheinlich ist, dass Quarzpartikel in der Phase des schnellen Wachstums durch Koaleszenz in die Agglomerate mit eingebunden werden. Neben dem Mischungsverhältnis zwischen Graphit und Quarz wurde die Quarzpartikelgrößenverteilung als möglicher Einflussfaktor der Reinheit untersucht. Es konnte im Rahmen dieser Arbeit und der untersuchten Parameter kein Einfluss der Partikelgrößenverteilung von Quarz auf die Reinheit der resultierenden Graphitagglomerate verzeichnet werden (s. Abb. 5).

4 Zusammenfassung

Zur Bestimmung des Trennerfolgs der mehrdimensionalen selektiven Umbenetzungsagglomeration wurden Versuche durchgeführt, um Graphit von Quarz zu trennen und die Reinheit anschließend gravimetrisch ermittelt. Es konnte gezeigt werden, dass das Mischungsverhältnis zwischen Quarz und Graphit einen Einfluss auf die Reinheit der Agglomerate hat, aber Reinheiten von 99,5 % bis 99,9 % erreicht werden konnten. Die μ -CT-Aufnahme eines Agglomerats konnte die Güte dieser Ergebnisse bestätigen, da hier ebenfalls eine Reinheit von 99,9 % resultierte. Der Grund für diese hohen Reinheiten findet sich in den Kontaktwinkeln wieder, da Quarz durch die Bindeflüssigkeit Paraffin nicht benetzt wird. Es konnte allerdings kein Einfluss der

Quarzpartikelgröße auf die Reinheit im untersuchten Bereich festgestellt werden.

Danksagung

Die Autoren danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) für die zur Verfügung gestellten Fördermittel unter der Förderkennzeichnung BR 1151/7-1 innerhalb des Schwerpunktprogramms SPP 2045 „Hochspezifische mehrdimensionale Fraktionierung von technischen Feinstpartikelsystemen“. Open Access Veröffentlichung ermöglicht und organisiert durch Projekt DEAL.

Symbole

d	[g]	Genauigkeit der Waage
m	[g]	Masse
R	[%]	Reinheit
V	[m ³]	Volumen
x	[m]	Größe

Griechische Symbole

δ	[°]	Kontaktwinkel
γ	[N m ⁻¹]	Oberflächen- bzw. Grenzflächenspannung
ρ	[kg m ⁻³]	Dichte

Indizes

A	Agglomerat
l	Flüssigkeit
P	Partikel, Paraffin
s	Feststoff
Q	Quarzsand
R	Rückstand

Abkürzungen

μ -CT Mikroröntgentomographie

Literatur

- [1] A. E. Cattermole, *US Patent* 763259, 1904.
- [2] J. R. Farnand, H. M. Smith, I. E. Puddington, *Can. J. Chem. Eng.* **1961**, 39 (2), 94–97. DOI: <https://doi.org/10.1002/cjce.5450390209>
- [3] C. N. Bensley, A. R. Swanson, S. K. Nicol, *Int. J. Miner. Process.* **1977**, 2 (4), 173–184.
- [4] J. H. Slaghuis, L. C. Ferreira, *Fuel* **1987**, 66 (10), 1427–1430.
- [5] R. Petela, B. Ignasiak, W. Pawlak, *Fuel* **1995**, 74 (8), 1200–1210.

- [6] A. Gürses, K. Doymus, S. Bayrakceken, *Fuel* **1996**, *75* (10), 1175–1180.
- [7] K. van Netten, R. Moreno-Atanasio, K. P. Galvin, *Chem. Eng. Res. Des.* **2016**, *110*, 54–61. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2016.02.029>
- [8] J. Schreier, U. Bröckel, *Particuology* **2021**, *58*, 316–323. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.partic.2021.04.003>
- [9] B. Ebin, M. Petranikova, C. Ekberg, *J. Mater. Cycles Waste Manage.* **2018**, *20* (4), 2018–2027. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10163-018-0751-4>
- [10] G. Zhang, Y. He, H. Wang, Y. Feng, W. Xie, X. Zhu, *J. Clean. Prod.* **2019**, *231*, 1418–1427. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.04.279>
- [11] J. Schreier, O. Furat, M. Cankaya, V. Schmidt, U. Bröckel, *Image Anal. Stereol.* **2020**, *39*, 179–188. DOI: <https://doi.org/10.5566/ias.2403>
- [12] D. Paganin, S. C. Mayo, T. E. Gureyev, P. R. Miller, S. W. Wilkins, *J. Microsc.* **2002**, *206* (1), 33–40. DOI: <https://doi.org/10.1046/j.1365-2818.2002.01010.x>
- [13] G. Cox, *Optical Imaging Techniques in Cell Biology*, CRC Press, Boca Raton, FL **2006**.