

on-line-Probenahme und Probeteilung
- Prinzip und apparative Realisierung

Stephan Röthele*, Heinz Naumann*, Udo Brandis**

* SYMPATEC GmbH, System-Partikel-Technik,
Burgstätter Straße 6, D-3392 Clausthal-Zellerfeld

** Salzgitter Industriebau GmbH,
Postfach 41 11 69, D-3320 Salzgitter 41

INHALT

0	Einleitung
1	on-line Partikelgrößennalyse
2	Probenahme und Probeteilung
3	Probenkoppler
3.1	Entwicklungskonzept
3.2	Apparative Ausführungen
3.2.1	Rotierender Probenehmer und in-line Probenteiler ROPRON
3.2.2	Isokinetisches Sondensystem ISOS
3.2.3	Sampling Finger Robot SAFIR
4	Zusammenfassung
5	Nomenklatur

ausführliche deutsche Fassung des Diskussionsvortrages
"on-line-Probenahme und Probeteilung - Prinzip und apparative Realisierung", 6. Fachtagung GRANULOMETRIE, Partikelmeßtechnik für die Produktionsautomatisierung, 21.-22.November 1989, Dresden

0 Einleitung

on-line-Partikelgrößenanalyse ist eine Vision, die seit mehr als zwei Jahrzehnten von den Experten in immer deutlicheren Konturen gesehen und den Anwendern als vielversprechende Möglichkeit zur Produktionssteuerung beschrieben und in Aussicht gestellt wird.

Nicht zuletzt als Folge der ebenfalls seit knapp zwanzig Jahren verfügbaren Methode zur Analyse von Größenverteilungen mittels Laserbeugung rückt die on-line-Analyse inzwischen vom Horizont der visionären Möglichkeiten in den Rang der konkreten Utopie.

Die in den letzten Jahren bekannt gewordenen, realisierten on-line Anwendungen zeigen insgesamt noch ein heterogenes Bild hinsichtlich der gemeinsamen Merkmale bei den erreichten bzw. angestrebten Leistungen. Vielleicht sollte man sogar eher von sogenannten on-line-Anwendungen sprechen.

Eine nennenswerte Vielfalt beim breiten Spektrum der Möglichkeiten wird sich mit typisierenden Merkmalen aber erst entfalten, wenn der interessierte Anwender sich aus der Erwartungshaltung heraus in eine Bewußtseinsphase entwickelt, die der Bedeutung der Analysenprobe und dem Umgang mit der neuen Dimension der verfügbaren Information gleichermaßen gerecht wird.

Als Hersteller von Meßgeräten zur Analyse von Partikelgrößenverteilungen und als Entwickler von Systemlösungen sehen wir uns in einer Brückenfunktion zwischen den geweckten Erwartungen bei den potentiellen Anwendern und unseren gesicherten Möglichkeiten. Welche Wege wir inzwischen zurückgelegt haben und was heute auf dem Gebiet der on-line-Analyse mit Laserbeugung von uns verwirklicht werden kann, wollen wir hier vorstellen.

1 on-line-Partikelgrößenanalyse

Unter on-line-Partikelgrößenanalyse verstehen wir die Methode und die Summe des erforderlichen Instrumentariums, um mehr und schnellere Information aus der Produktion für die Produktion zu erlangen:

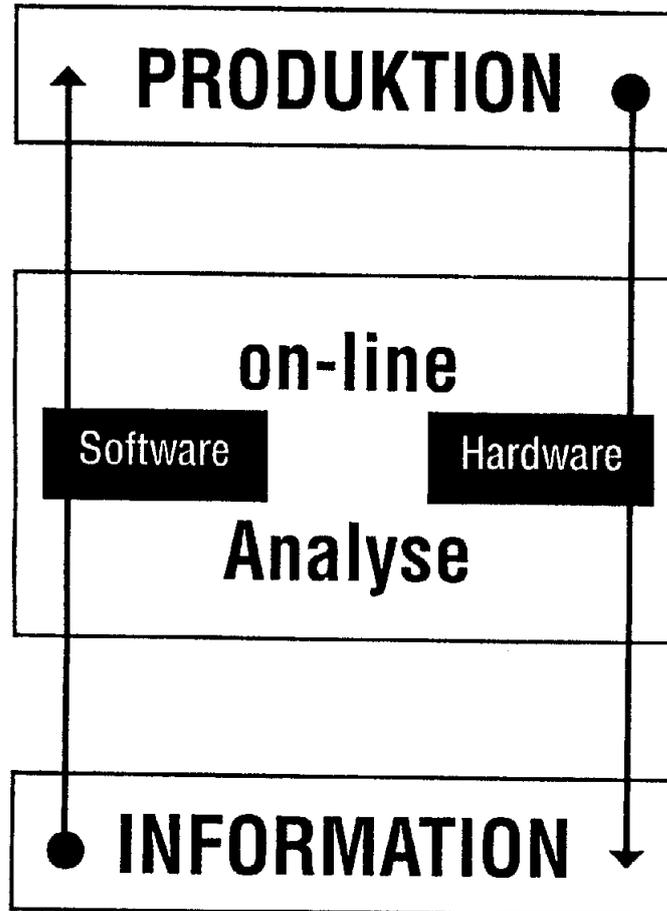


Abb. 1: Funktionsblöcke zur Organisation der on-line-Analyse: Information aus der Produktion für die Produktion

Die on-line-Hardware beschafft alle Informationen, die die on-line-Software so verarbeitet, daß die jeweilige Aufgabenstellung gelöst werden kann. Derzeit sind die Erwartungen deutlich größer als die verfügbaren Lösungen. Dabei erwarten wir, daß mit aufwendig beschafften Informationen anschließend möglichst weitgehende Aktionen auszulösen sind und/oder neue Erkenntnisse gewonnen und gesichert werden sollen.

Unsere eigene Zielrichtung zur Anwendung der on-line-Analyse von Partikelgrößenverteilungen mittels Laserbeugung haben wir vor diesem Hintergrund weiter präzisiert:

on-line Partikelgrößenanalyse

präzisierte Anwendungsziele:

**"Automatisierte Echtzeitanwendung des
Analyseninstrumentariums in der Produktion
einschließlich Probennahme, bevorzugt
in neuen Anlagen bei hochpreisigen Produkten"**

Abb. 2: präzisierte Anwendungsziele

Diese kombinierte marktstrategische Ausrichtung mit technischen Maximalanforderungen bei den Innovationen konzentriert den Anwenderkreis zunächst auf leistungsfähige, problembewußte Partner. Dies ist gewollt und fördert die nachhaltige Entwicklung einer ausgereiften Technologie auf lange Sicht mehr, als sie deren sonst dilletierende Verbreitung zweifellos behindert.

Eine weitere Grundforderung an ein on-line-Meßsystem ist eine an den zu charakterisierenden Prozeß angepaßte Reaktionszeit. Diese wird bestimmt durch die Sammelzeit von der Probenahme bis zur Messung und durch die darauffolgende Zykluszeit des Meßgerätes.

Zur on-line-Analyse von Partikelgrößenverteilungen mit dem Ziel der Echtzeit-Qualitätskontrolle, Produktionssteuerung oder Prozeß-Regelung mittels Laserbeugung kann man den Minuten-Bereich beherrschen. Dabei sind eine Reihe von Teilschritten abgestimmt hintereinander bzw. parallel auszuführen:

Die ersten fünf Schritte dienen der Vorbereitung der schnellen Messung. Die Qualität der Messung und ihre Aussagekraft im Hinblick auf die zu kennzeichnende Grund-Operation hängt entscheidend von der Zuverlässigkeit der Probenahme und der nachfolgenden Präparation der Analysenprobe ab.

Die Konzentration bzw. Beschränkung auf einzelne Teilaspekte wie z.B. die schnelle Messung und Auswertung bedeutet, die problemorientierte, verfahrenstechnische Einbindung zu vernachlässigen. Dies führt unvermeidlich dazu, daß der hochgenauen, schnellen Messung mittels Laserbeugung keine adäquat genauen Proben zur Verfügung stehen und die Ableitung von Regel- bzw. Prozeßsteuergrößen nur zufällig, überwiegend aber nur bedingt gelingt.

Die der Messung folgenden fünf Teilschritte sind den einzelnen Zielbereichen zuzuordnen.

Echtzeit-Qualitätskontrolle ist bereits verwirklicht, wenn die Optimierungsstrategie als einfache Vergleichsmethode in den Arbeitszyklus eingeschlossen wird.

Nimmt man die Streckenmodellierung hinzu, dann hat man den entscheidenden Schritt zur Produktions-Steuerung getan. Streckenmodellierung selbst ist der noch am wenigsten entwickelte Teilbereich in diesem Aufgabenkanon. Deshalb kann Streckenmodellierung heute auch bedeuten, daß der Betriebsmeister, als intimer Kenner der Produktionsanlage, weiß, bei welchen Ergebnissen er was zu tun hat. Der Unterschied zur



Abb. 3: Funktionen, Teilschritte, Instrumente zur on-line-Partikelgrößenanalyse

Echtzeit-Qualitätskontrolle liegt dann darin, daß die Ergebnisse nicht mehr im Labor, sondern im Betrieb beim Meister direkt anliegen müssen.

Während bei der Steuerung der Mensch den Informationskreis geschlossen hat, wird durch die Hinzunahme des hier als Informationsvernetzung bezeichneten letzten Schrittes die Rückkopplung mit technischen Mitteln vollzogen und die Regelung der Grundoperation verwirklicht. Für eine Automatisierung mit reproduzierbarem Zeitverhalten ist dies sicherlich

die attraktivste Anwendungsform der on-line-Partikelgrößenanalyse.

2 Probenahme und Probenteilung

Die zentrale Aufgabe bei der Verwirklichung der on-line-Analyse von Partikelgrößenverteilungen liegt in der schnellen Bereitstellung einer geeigneten Analysenprobe aus dem Produktionsprozeß für das zu verwendende Meßgerät.

Die Eignung ist als weitgehende Forderung sowohl hinsichtlich der Herstellung des Probenumfanges als auch hinsichtlich der Probenaufbereitung zu verstehen. Es sind dabei Anforderungen im Bereich der repräsentativen Probenahme, der Probenteilung und der schnellen, reproduzierbaren Dispergierung zu lösen.

Zur Durchführung einer on-line-Analyse zeigt sich schon jetzt, daß mit Probenahme und Probenteilung zwar die Verbindung zum Produkt im Prozeß geknüpft werden muß, aber bis zur schnellen Messung weitere entscheidende Zwischenschritte eingeschaltet sein müssen.

Vereinfacht kann man sagen, daß mit Probenahme und Probenteilung die Meßaufgabe an den Prozeß hinsichtlich Entnahmeschnittstelle und Mengenstrom angepaßt wird. Danach fordert aber das Meßprinzip entsprechende und ergänzende Anpassungsschritte zur Vorbereitung der sorgfältig entnommenen und präparierten Proben.

Diese erweiterte Aufgabenstellung offenbart, daß eine neue Kategorie von Geräten zur ergänzenden Modularisierung d.h. schlüsselfertigen Verfügbarkeit der on-line-Hardware zu entwickeln ist. Wir nennen diese Geräte "Probenkoppler", weil sie die prozeßgerechte Verbindung zur Produktionsanlage und

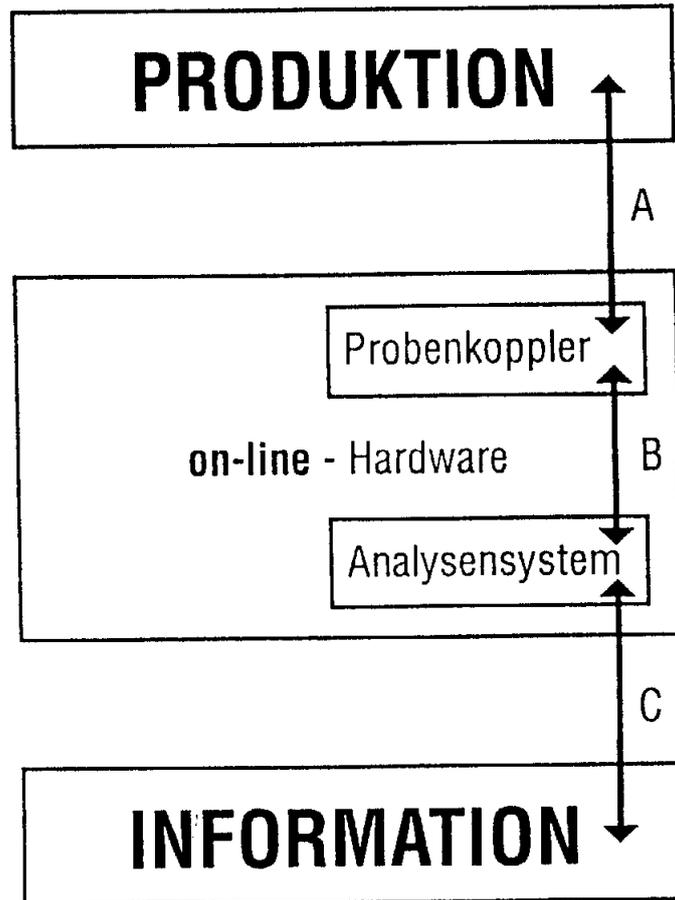


Abb. 4: on-line-Hardware:
Information von der Produktion

- A) prozeßgerechte Verbindung zur Produktionsanlage
- B) analysengerechte Vorbereitung der Prozeßprobe für das Analysensystem
- C) verarbeitungsgerechte Übergabe des Analyseergebnisses zur Informationsverarbeitung

die analysengerechte Vorbereitung der entnommenen Prozeßprobe für das nachfolgende Meßgerät sicherzustellen haben.

Mit Probenkopplern wird das Instrumentarium zur Beschaffung zuverlässiger Informationen aus der Produktion komplettiert. Probenkoppler werden für die in Frage kommenden Anwendungen fallweise zu konfigurieren sein, während das Analysensystem aus z.B. Laserbeugungssensor und produktorientiertem Dispergiergerät in Standardausstattung eingesetzt werden kann.

3 Probenkoppler

3.1 Entwicklungskonzept

Die Konfigurationsvarianten bei den Probenkopplern sind systematisch eingrenzbar. Zum Verständnis des Konzeptes wird kurz zurückgeblendet auf das verfügbare Instrumentarium zur Analyse von Partikelgrößenverteilungen mittels Laserbeugung.

Instrumente zur on-line Analyse	
* Laserbeugungssensoren:	zur Analyse von Partikelgrößenverteilungen HELOS-System: KA-Serie: 0.1 - 875 µm LA-Serie: 0.1 - 1750 µm VARIO: 0.5 - 2625 µm
* Dispergiergeräte:	zur Anpassung der Sensoren an Pulver, Suspensionen, Emulsionen, Sprays trocken: RODOS, GRADIS naß: SUCCELL, CUVETTE
* Probenkoppler:	zur Verbindung der Analysensysteme mit der Produktion trocken: ROPRON, ISOS naß: SAFIR, ISIS
* Analysensoftware:	zur Weiterbearbeitung von PGV-Ergebnissen und Verknüpfung mit anderen Meßmethoden QX, REMO & PARA, TRIMO

Abb. 5: Instrumentarium zur Analyse von Partikelgrößenverteilungen

Sensoren zur Analyse von Partikelgrößenverteilungen sind seit den frühen 70er Jahren verfügbar. Die Leistungsfähigkeit ist inzwischen anerkannt. Unser Konzept folgt der Erkenntnis, daß die Analysensysteme sich an die Produkte anzupassen haben und nicht umgekehrt. Die Anpassung der Sensoren an trockene Pulver, Suspensionen, Emulsionen, Sprays usw. ist inzwischen systematisch mit Dispergiergeräten erschlossen worden.

Dispergiersysteme		
Prinzip:		
Dispergier- medium	im Meßquerschnitt des Sensors bewegt	ruhend
trocken	RODOS	GRADIS
Meßbereiche	1 < x < 500 µm	100 < x < 1500 µm
Mengen	5,0 - 100 g	5,0 - 100 g
naß	SUCCELL	CUVETTE
Meßbereiche	0,1 < x < 250 µm	0,1 < x < (1000 µm)
Mengen	0,05 - 2,0 g	0,001 - 0,5 g

Abb. 6: Prinzip der Dispergiersysteme

Die Dispergiergeräte haben die Aufgabe, die zu analysierenden Produkte meßgerecht vorzubereiten, d.h. die Partikel zerstörungsfrei zu dispergieren, so daß sie als Einzelpartikel und insgesamt in der günstigsten Konzentration mit dem Laserstrahl im Meßquerschnitt in Wechselwirkung treten.

Trocken hergestellte Produkte sind dabei auch trocken zu analysieren und nasse entsprechend in Suspension. Dadurch erhält man mit größter Wahrscheinlichkeit aussagekräftige Informationen zur Primärgrößenverteilung, die auch im Hinblick auf den Produktionsprozeß relevant ist.

Im Meßquerschnitt des Sensors können die Partikel im bzw. mit dem Dispergiermedium relativ zum Laserstrahl bewegt sein oder ruhen. Dieser Unterschied ist entscheidend im Hinblick auf den Energieeintrag, so daß einerseits sehr schonend und andererseits auch äußerst aggressiv dispergiert werden kann. Dazu kommt ein nennenswerter Einfluß bei den erforderlichen Probenmengen und den anwendbaren Meßbereichen.

Mit den vier Dispergiergeräten RODOS und GRADIS (trocken), SUCCELL und CUVETTE (naß) ist die Anpassung der Laserbeugungssensoren an die unterschiedlichsten Produkte weitgehend mit Standardgeräten realisierbar. Für den Einsatz bei der on-line-Analyse sind die Dispergiergeräte geeignet, die auch im open-loop-mode bei ständiger Nachführung neuen Analysenmaterials automatisiert betrieben werden können. Dies ist mit Ausnahme der CUVETTE bei allen anderen verwirklicht.

Die so konfigurierten Analysensysteme aus Lasersensor und Dispergiergerät sind damit konzeptionell vorbereitet, um mit den Probenkopplern im nächsten Schritt mit der Produktion verbunden zu werden.

Probenkoppler			
Prinzip:	Grund-	Probenahme	
	operation	ohne	Transport-Medium mit
	trocken	ROPRON	ISOS
	Arbeitsbereiche	$0 < x < 5000 \mu\text{m}$	$0 < x < 500 \mu\text{m}$
	Mengen	50 g - 10 kg	5 g - 1000 g
	naß	SAFIR	ISIS
	Arbeitsbereiche :	$0 < x < 500 \mu\text{m}$	$0 < x < 250 \mu\text{m}$
	Mengen	0,5 g - 500 g	0,05 g - 20 g

Abb. 7: Prinzip der Probenkoppler

Für die Probenkoppler gilt bei veränderter Aufgabenstellung das entsprechende Entwicklungsprinzip hinsichtlich trocken oder naß zu analysierender Grundoperationen.

Als neues Entscheidungskriterium tritt für die Probenahme die Fallunterscheidung an den Entnahmeschnittstellen hinzu. Je nach Aufgabenstellung kann die Probe mit oder ohne Transport- bzw. Dispergiermedium zu entnehmen sein. Für drei der vier resultierenden Anwendungsfälle sind derzeit Lösungsvarianten verfügbar.

3.2 Apparative Ausführungen

Die bekannten Probenehmer arbeiten bevorzugt quasikontinuierlich. Dabei werden die Anforderungen des angekoppelten Meßgerätes über den Probenehmer und den Probenahmerhythmus auf den Prozeß übertragen.

Wenn demnach ein Meßgerät z.B. alle 10 Minuten neu meßbereit ist muß überprüft werden, ob es ausreichend ist, alle 10 Minuten eine Stichprobe zu entnehmen, die in ihrem Probenumfang genau dem aktuellen Mengenbedarf des Analysensystems entspricht und unbekannt bleibt, was zwischen den Entnahmezeitpunkten im Produktionsprozeß abgelaufen ist. Unabhängig davon muß die Entnahme repräsentativ in Bezug auf den Entnahmequerschnitt sein.

Probenahmegeräte wie z.B. Pipette, Stech- oder Probenheber, Eintauchsammler, Probenahmeventile, stationäre Absaugsonden, Probenstecher, Probenabstreifer, Pendel- oder Schlagprobenehmer, halboffene geschlitzte Entnahmerohre oder Förderschnecken, die jeweils nur einen kleinen Teil der zu erfassenden Querschnitte des Produktionsstromes erreichen, sind für die komplexen Aufgaben im on-line Betrieb nicht oder nur bedingt geeignet.

Für den Fall der Bandübergabe sind Probenahmegeräte bekannt, die als sogenannte Schlitzprobenehmer intermittierend unter der Bandübergabestelle hin- und herfahren und für dieses ebene, lineare Entnahmeproblem eine anwendbare Entnahmelösung darstellen, wenn das Teilungsverhältnis nicht größer als 1:100 wird.

Ein on-line Probenehmer sollte in einen Transportquerschnitt des Produktionsprozesses eingebaut sein. Dabei muß sichergestellt werden, daß sämtliche Flächenanteile beim Entnahmeprozess berücksichtigt werden und eine ausreichend große Teilprobe entnommen wird, die in einem nachgeschalteten Proben-

teiler repräsentativ auf die erforderliche Menge der Analysenprobe reduziert wird.

Konventionelle Teilstromentnahmen, wie z.B. die Absaugung mit Sonden, halten sich dabei an die entsprechende VDI-Richtlinie 2066 und tasten den Querschnitt punktweise nach einem vorgegebenen Raster traversierend ab. Diese Methode verfügt weder über ein hohes, lokales Auflösungsvermögen, noch über eine aussagekräftige Integrationswirkung in Bezug auf den Gesamtquerschnitt, da die Gewichtung der einzelnen Entnahme-Punkte von hypothetischen Annahmen über die Qualität der quasi-stationären Anströmung und die Homogenität der Verteilung der dispersen Phase im Querschnitt ausgehen muß.

Davon ausgehend wurde ein neues Probenahme- und Teilungsverfahren entwickelt, bei dem die Anpassung an die Entnahmetaufgabe nach Form und Zeit so erfolgt, daß die Vorrichtung zur Entnahme des Teilstromes aus dem Hauptstrom über einen Mündungsquerschnitt verfügt, dessen äußere Begrenzungen einen Kreissektor mit dem Öffnungswinkel α bilden, der um die in der Rohrachse des Hauptstromes liegende Sektorspitze langsam rotiert. Die Drehgeschwindigkeit sollte nur so hoch werden, daß keine störenden Rückwirkungen auf den Produktstrom entstehen.

Das erzielte Entnahmeverhältnis von Teilstrom zu Hauptstrom beträgt $\alpha/360$. Der Radius des Kreissektors ist mindestens gleich oder größer als der Rohrradius des Hauptstromes. Alle Flächenanteile werden innerhalb einer Umdrehung einmal vollständig erfaßt. Eine volle Umdrehung entspricht einer Integration über den gesamten Hauptstromquerschnitt. Die Rotationsgeschwindigkeit darf nicht mit eventuellen Schwankungsgrenzen des Hauptstromes synchron sein. Mit der Anzahl der Integrationszyklen, aus denen die gesamte Teilprobe summarisch gebildet wird, steigt deren Zuverlässigkeit zur Beurteilung des Produktionsstromes.

Da die Ausbildung der Entnahmemündung mit Sektoröffnungswinkeln α unter 3° technisch wegen der Zunahme der Umrandungseinflüsse bei kleinen Winkeln nicht zu empfehlen ist, wird der Entnahmemassenstrom wenigstens etwa 1% des Hauptmassenstromes betragen.

Als Orientierung kann gelten, daß zur on-line-Analyse zwischen 1% und 0,001% des Hauptmassenstromes benötigt werden, wobei, wie oben ausgeführt, die Probenahme den Teilungsschritt in den Prozentbereich leisten kann und die nachgeschaltete Probenteilung durch entsprechende Ausgestaltung die weitere Reduzierung um zusätzlich zwei bis drei 10er Potenzen repräsentativ leisten muß.

Dies wird so verwirklicht, daß der mit der Kreissektormündungsöffnung entnommene kontinuierliche Teilstrom in eine Folge von Teilstrommengen aufgeteilt wird, die durch ausgewählte Zusammenfassung zuletzt zur Analysenprobe werden. Durch die starke Unterteilung in eine Vielzahl von Einzelproben und die systematische Durchführung der Stichprobensammlung ist nur noch mit sehr kleinen systematischen Fehlern zu rechnen.

In Abb. 8 ist der Phasenablauf einer Entnahmeintegration mit zweistufiger Probenteilung dargestellt.

Die apparative Ausführung des neuen Verfahrens kennt zwei Varianten. Die erste Ausführung realisiert die Entnahme von Schüttgütern aus Fallschachtanordnungen. Die zweite Ausführung verwirklicht das Entnahmeverfahren, wenn die dispersen Produkte in fluiden Transportmitteln enthalten sind. In diesem Fall muß bei sonst prinzipiell gleicher Abfolge der Teilschritte während der Entnahme des Teilstromes die geschwindigkeitsgleiche (isokinetische) Absaugung des Fluidstromes zusätzlich gewährleistet sein.

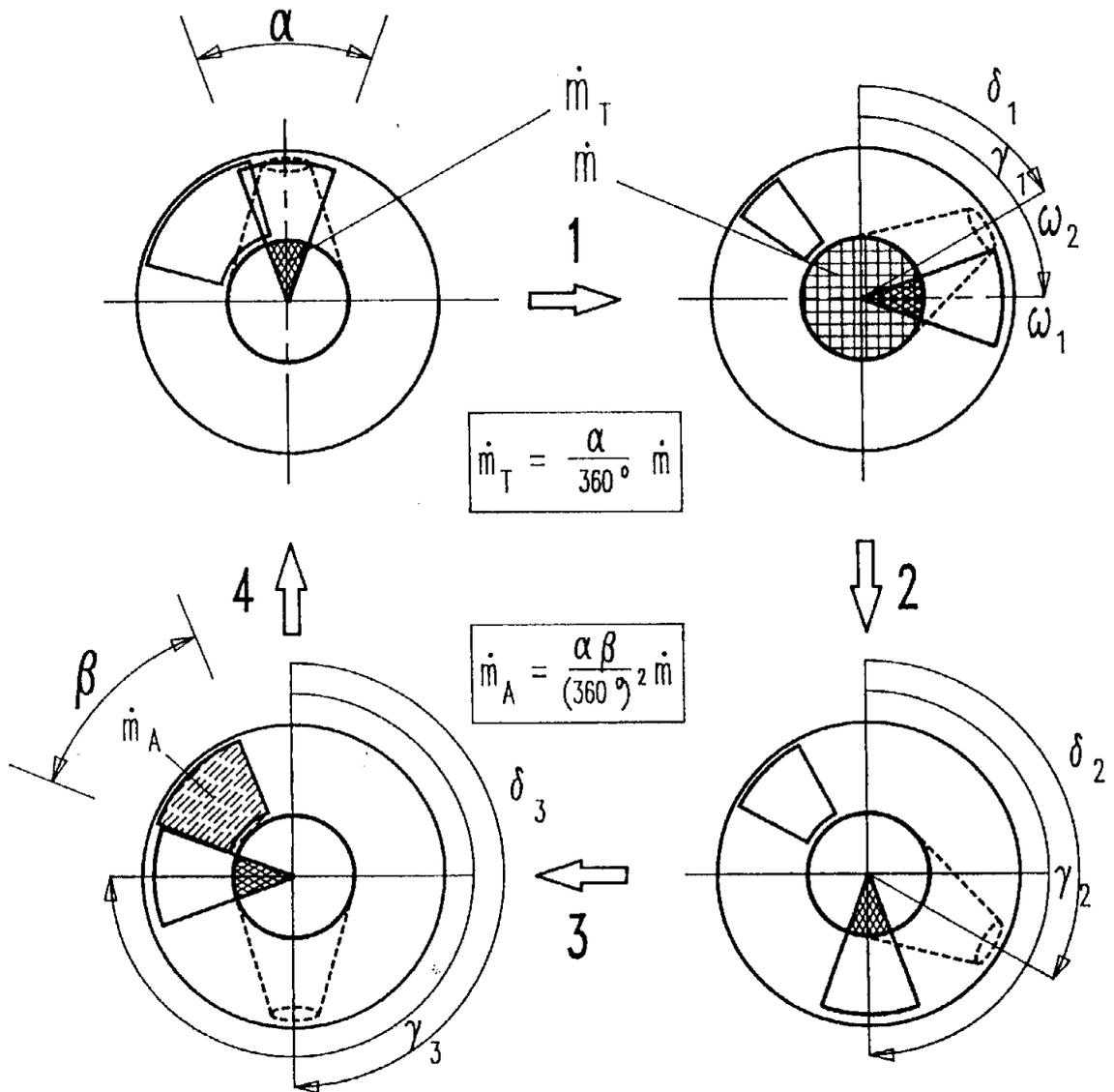


Abb. 8: Phasenablauf einer Entnahmeintegration aus Kreisquerschnitten mit zweistufiger Probenteilung

-
- α : Öffnungswinkel der Entnahmemündung (Probenahme und 1. Teilung)
 - β : einstellbarer Auslaßwinkel der Übergabe (2. Teilung zur Analysenprobe)
 - γ, δ : dynamischer Winkel zwischen Mündungsöffnung und Verteilerrohr

3.2.1 Rotierender Probenehmer und in-line Probenteiler ROPRON

Der denkbar einfachste Fall, bei dem man sich vornehmen sollte, die Probenahme so richtig wie möglich durchzuführen liegt vor, wenn aus dem Strömungsmittel abgeschiedene Partikel im freien Fall, z.B. durch ein Rohr, auf dem Weg zur nächsten Prozeßstufe sind.

Der rotierende Probenehmer und in-line Probenteiler ROPRON ist unter Beachtung der schon entwickelten Prinzipien und Vorgaben so konzipiert, daß er zwischen zwei Flanschen einer Rohrleitung unter Beanspruchung einer bestimmten Bauhöhe einbaubar ist.

Zwischen der oberen Rohrleitung vor der Entnahmемündung ist ein Zwischenstück vorgesehen, mit dem das Standardgerät mit 500mm Durchmesser einfachst an unterschiedliche Rohrlungsdurchmesser angepaßt werden kann. Die sektorförmige Entnahmемündung ist in Schwerkraftrichtung trichterförmig ausgebildet. Der an der Entnahmeöffnung vorbeifallende Hauptmassenstrom \dot{m}_n wird von einem außen feststehenden Sammelkonus ins Fallzentrum zurück- und durch das Gerät durchgeführt. Die entnommene erste Teilprobe \dot{m}_r wird in ein Verteilerrohr übergeben, das ebenfalls antreibbar unter dem Zentralkonus sitzt. Der Antrieb für beide Teile sitzt an der Gehäuseaußenwand und wird nicht von Produkt berührt. Durch eine Getriebeuntersetzung zwischen Konus und Verteilerrohr erhalten beide über dieselbe Drehachse unterschiedliche Winkelgeschwindigkeiten.

Am Auslauf des rotierenden Verteilerrohres wird die entnommene Teilprobe auf den Konus einer zweiten in-line-Probenteilerstufe übergeben. In Abhängigkeit von dem während des Entnahmebetriebes einstellbaren Auslaßwinkel β wird der Analysenmassenstrom \dot{m}_a festgelegt.

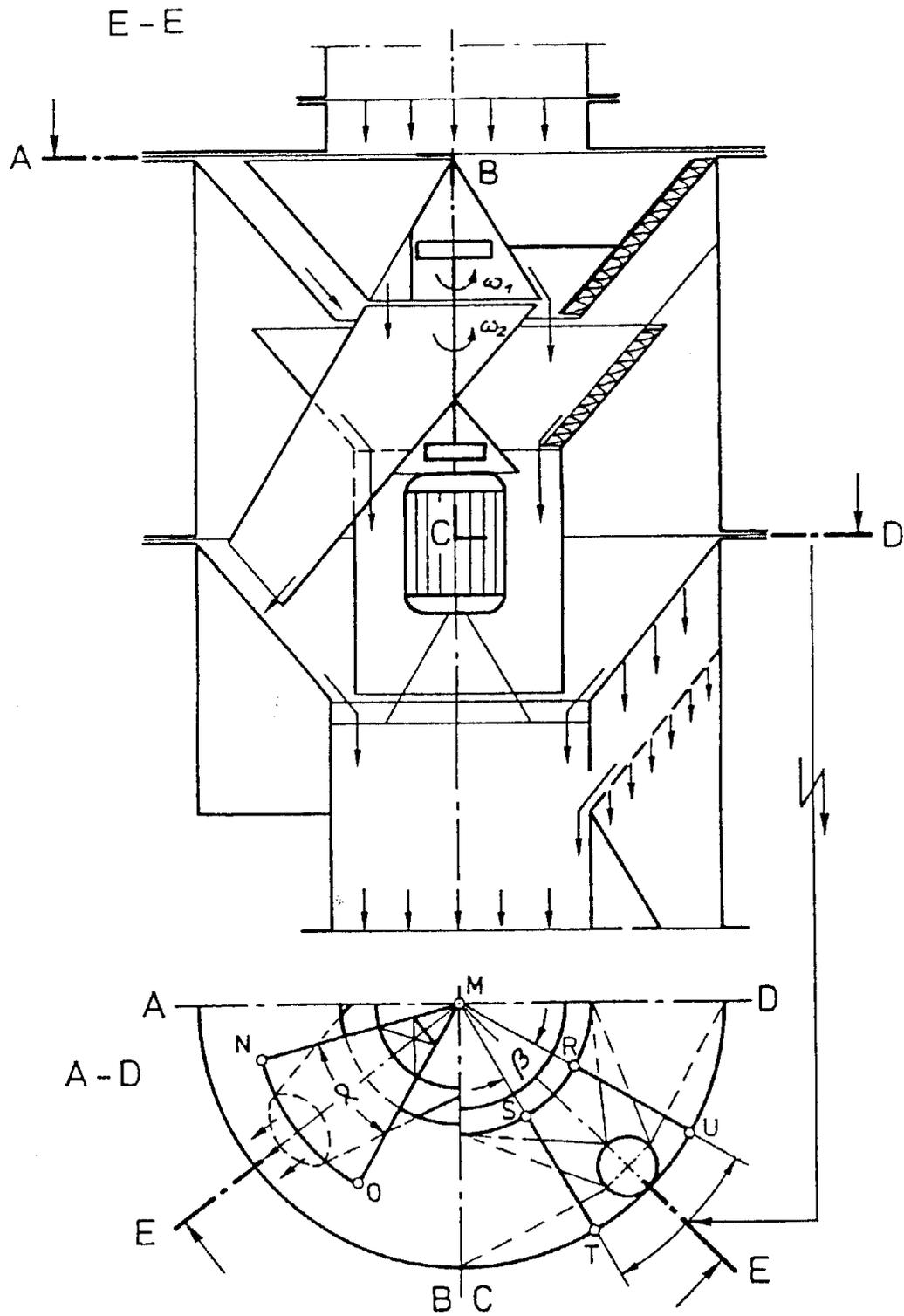


Abb. 9: Schnittbild zum Ein- und Aufbau von ROPRON

Es gilt also für \dot{m}_A :

$$\dot{m}_A = \frac{\beta}{360} \cdot \dot{m}_T = \frac{\beta \cdot \alpha}{(360)^2} \cdot \dot{m}_H$$

Der Entnahmeöffnungswinkel α ist dabei konstruktiv so vorzuwählen, daß mit der Variation

$$0 < \beta < 90^\circ$$

die unvermeidlichen Massenstromschwankungen des Hauptstromes so beherrscht werden, daß ein konstanter Analysenmassenstrom \dot{m}_A gewährleistet werden kann.

Die Leistungsfähigkeit des ROPRON soll mit einem ausgewählten Beispiel einer realisierten on-line Qualitätskontrolle bei der Produktion von Polymeren belegt werden.

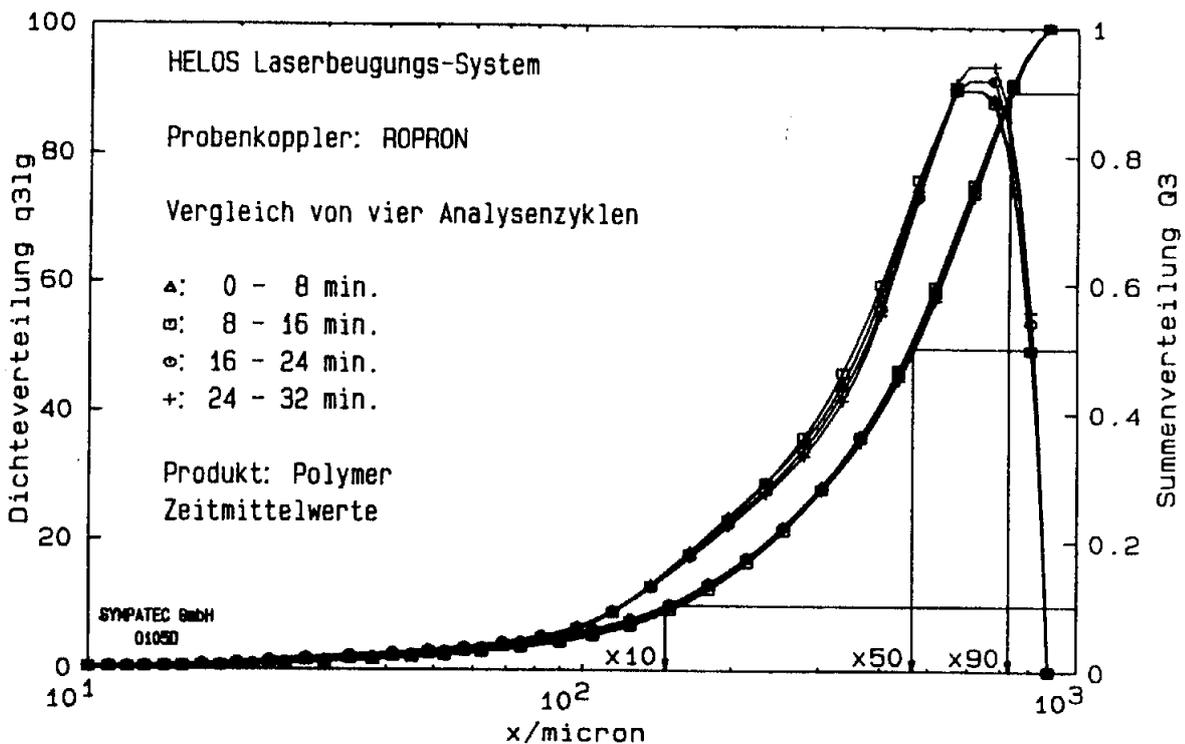
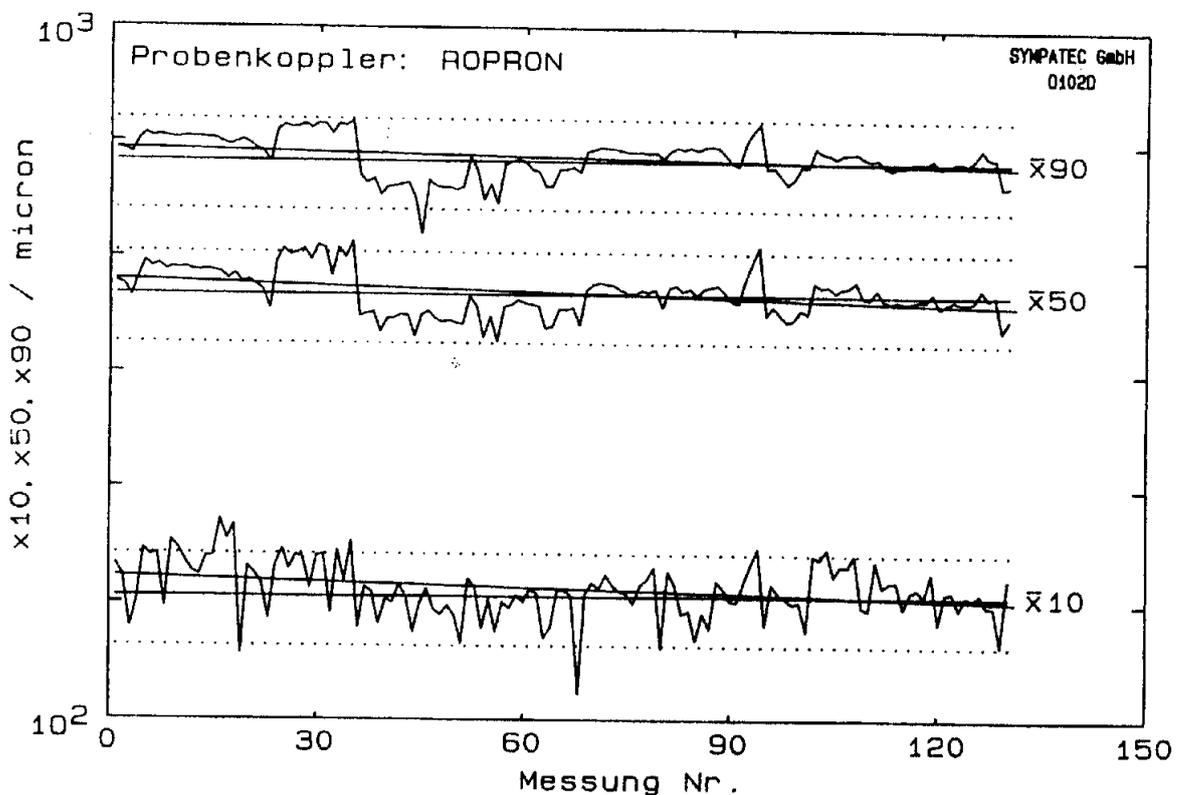


Abb. 10: Vergleich von vier Analysenzyklen

Dargestellt sind in Abb. 10 Summen- und Dichtekurven vier zeitlich aufeinanderfolgender Analysenzyklen von jeweils acht Minuten Dauer. Die Auswahl der Analysenkampagne berücksichtigt einen Produktionsstatus, bei dem erfahrungsgemäß äußerst geringe produktionsbedingte Schwankungen zu erwarten waren. Die Ergebnisse sind Zeitmittelwerte der Produktion und basieren auf vollständig vermessenen Analysenproben, die in diesem Fall jeweils 8 Minuten lang mit ROPRON aus der Produktionsrohrleitung gesammelt wurden. Ein Einfluß des Probenkopplers auf das Analysenergebnis ist praktisch nicht feststellbar.

Einen Eindruck aus der Produktion vermittelt Abb. 11.



**Abb. 11: Produktionskontrolle:
Kennwertverlauf über 8 Schichten**

In Abb. 10 war eingezeichnet, welche Kennwerte zur Verlaufs- dokumentation der Produktion ausgewählt wurden. Dargestellt ist der Zeitverlauf der Kennwerte x_{10} , x_{50} und x_{90} einer Analysenkampagne über 8 Schichten mit insgesamt 130 Messungen.

Während die Schwankungen bei x_{10} , x_{50} und x_{90} eine eindeutige Synchronisation erkennen lassen, führen die feinen Produkt- anteile offensichtlich ein Eigenleben. Die Therapie zu dieser Fieber-Diagnose mit der on-line-Partikelgrößenanalyse wird zweifellos erst möglich sein, wenn weitere Informationen aus der Produktion herangezogen werden.

3.2.2 Isokinetisches Sondensystem ISOS

Eine komplexere aber bei der Entnahme prinzipiell identische Ausführung kommt zur Anwendung, wenn die dispersen Partikel in fluiden Transportmitteln enthalten sind. Bei trockenen Transportprozessen wie z.B. der pneumatischen Förderung empfiehlt sich, hierzu ein isokinetisches Sondensystem als Probenkoppler einzusetzen.

Der rotierende Entnahmekopf ist hier aus Gründen der symmetrischen Strömungsstörung als Doppelkonus ausgeführt. Hinter den weiteren Kopplungselementen ist ein Absauggebläse zur Regelung der in der Transportleitung ermittelten isokinetischen Entnahmebedingungen nachgeschaltet. Nach der Entnahme und Herausführung der Teilprobe durchläuft der Teilstrom einen Strömungsprobenteiler und teilt sich im Konzentrator. Der für die Analyse bestimmte Teilstrom wird über den Dispergierer im Freistrahlfeld durch den Sensor geführt und z.B. nach der Abtrennung aus der Fluidphase mit dem anderen Teilstrom vor dem Absauggebläse wieder zusammengeführt. Je nach verfahrenstechnischen Randbedingungen sind hier auch andere Schaltungsvarianten denkbar.

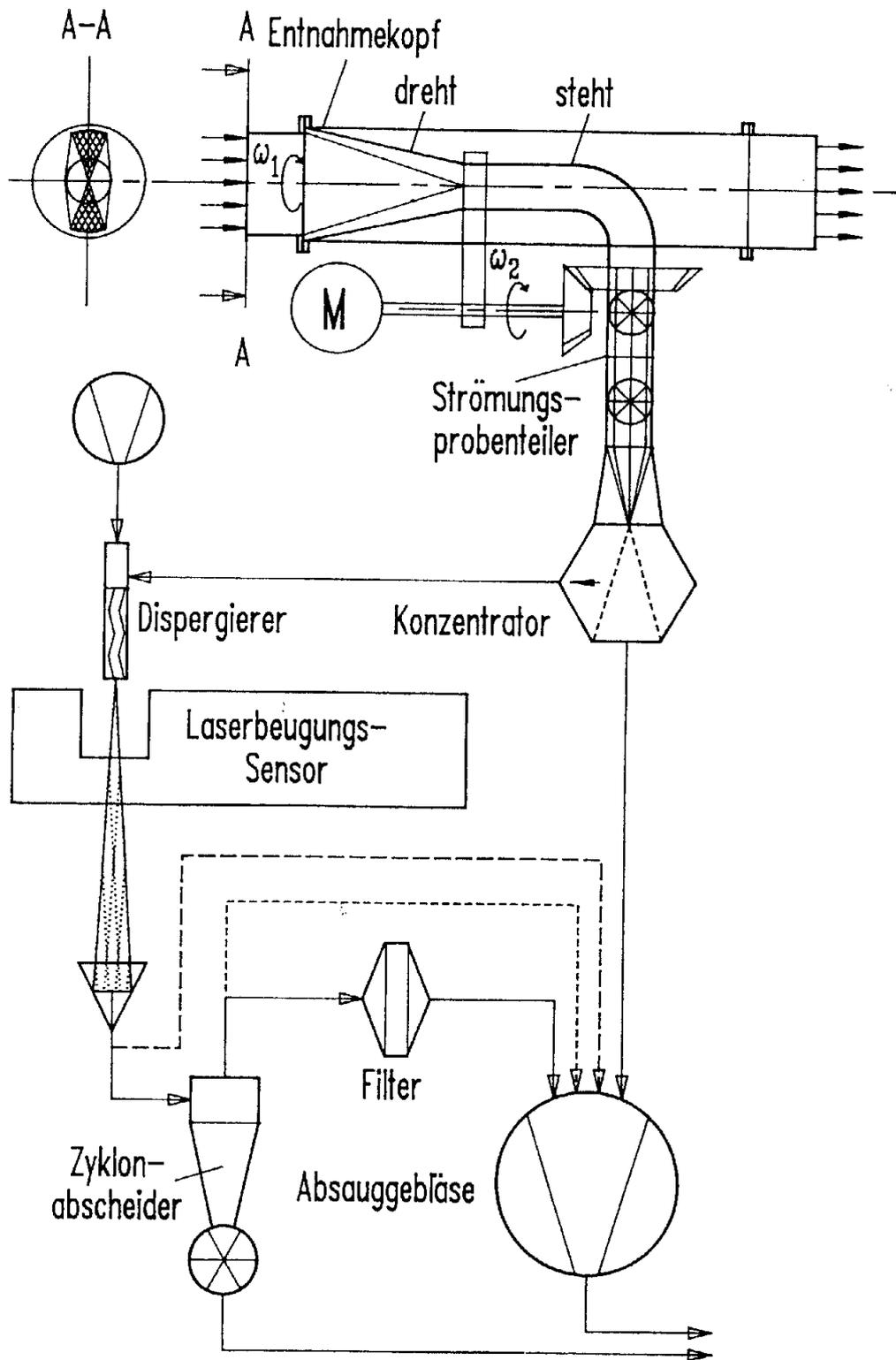


Abb. 12: isokinetische Sonde ISOS als Probenkoppler zur trockenen on-line-Analyse mit Laserbeugung

3.2.3 Sampling Finger Robot SAFIR

SAFIR ist ein kompakter Probenkoppler zur Durchführung der on-line-Analyse bei Suspensionen.

Mit SAFIR werden rechnergesteuert Proben auch aus hochkonzentrierten Suspensionen entnommen und für die angeschlossene Partikelgrößenanalyse vollautomatisch aufbereitet.

Dazu wird der Probenkoppler an der gewünschten Entnahmestelle im Bypass an den Produktionsprozeß angeschlossen. Der Produktstrom wird umgelenkt, aber nicht geteilt. Die standardisierte Bypass-Führung des ungeteilten Suspensionsstromes gewährleistet die Entnahme einer repräsentativen Probe mittels eines intermittierenden Probenahmefingers. Nach der Entnahme läuft die Probenaufbereitung und die Durchführung der Analyse vollautomatisch ab und das Gerät kehrt nach einem Zyklendurchlauf in den Status der Entnahmebereitschaft zurück.

Der Probenkoppler ist in den Meßintervallen flexibel durch den wählbaren Zyklenabstand, der größer als 5 Minuten sein muß. Die Anpassung an die Suspensionskonzentration in der Produktion erfolgt über die Entnahmefrequenz.

Die Bedieneraufgaben reduzieren sich auf die individuelle Konfigurierung des produkt- und prozeßabhängigen Ablaufs und beschränken sich in der Regel auf Beginn und Ende von Analysenkampagnen und eventuell auf Kontrolloperationen.

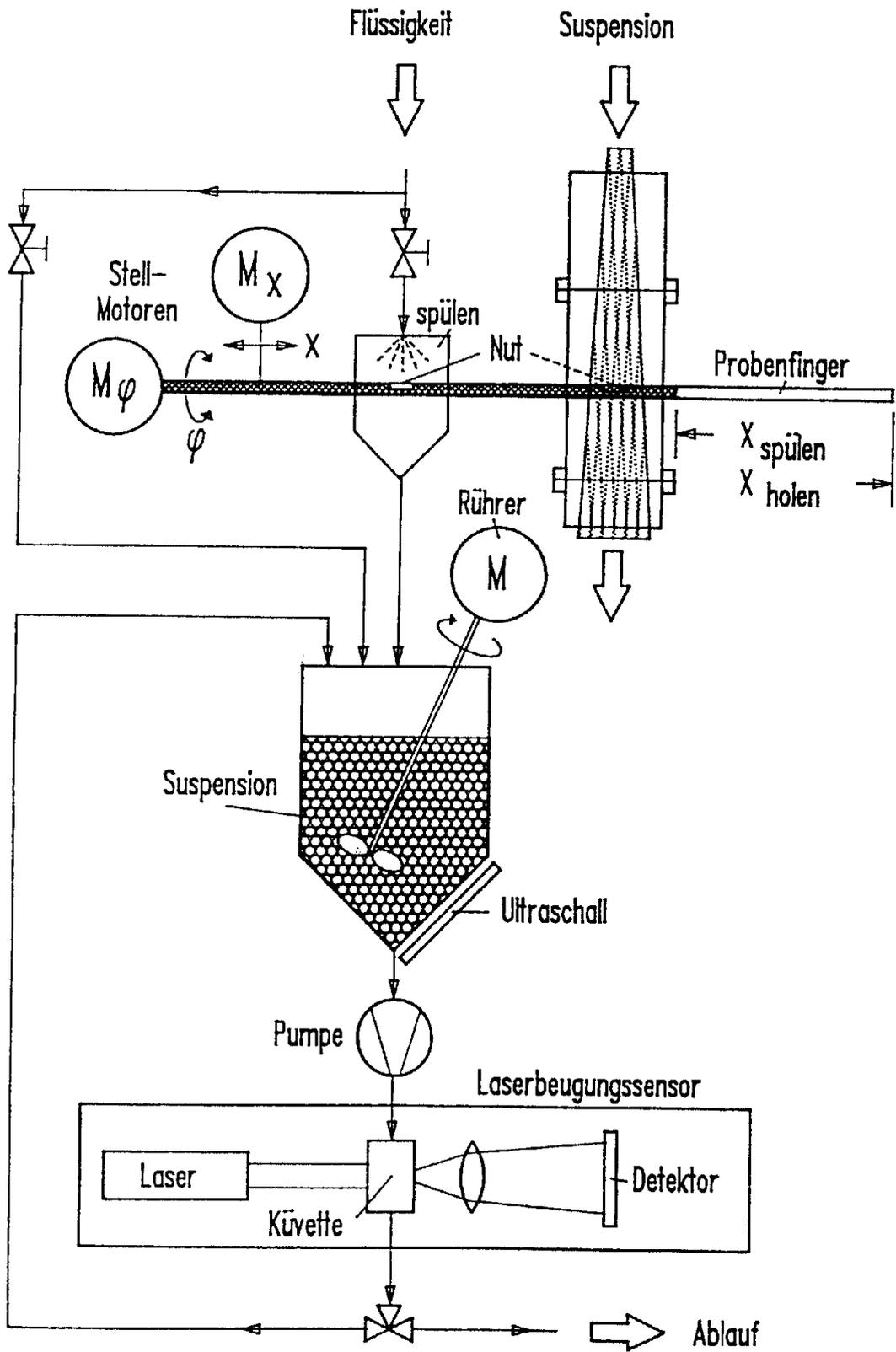


Abb. 13: SAFIR/HELOS-Funktionsprinzip

In Abb. 14 sind die Einzelschritte beim Ablauf einer on-line-Suspensionsanalyse mittels SAFIR und HELOS dargestellt.

Zuerst füllt sich der Suspensionsbehälter im Probenaufbereitungsteil mit klarer Flüssigkeit (z.B. Wasser). Es folgt die vom Analysensystem her bedingte Nullmessung. Jetzt ist das System zur Probenaufnahme vorbereitet. Dazu wird der Probenahmefinger in den zu untersuchenden Suspensionsstrom axial eingeführt und repräsentative Probe entnommen. Nach Zurückführen des Probenehmers in seine Ausgangsposition wird die Probe vollständig in den Suspensionsbehälter gespült und auf die notwendige optische Dichte verdünnt. Mittels einer Schlauchpumpe wird die Suspension durch die Meßküvette dem Analysensystem zugeführt und anschließend in den Suspensionsbehälter zurückgeleitet.

Gleichzeitig wird sie mit Ultraschall und einem Rührwerk dispergiert und homogenisiert. Vor der Messung wird die optische Konzentration überprüft. Danach wird der Suspensionsbehälter schrittweise mit Flüssigkeit aufgefüllt, bis sich die optimale Konzentration einstellt. Falls die optische Konzentration nach der ersten Entnahme nicht hoch genug ist, wird der Entnahmeprozess so oft wiederholt, bis die gewünschte optische Konzentration überschritten wird.

Anschließend werden vom Analysensystem die Messungen durchgeführt, wobei die Dauer der einzelnen Messungen variabel und ihre Anzahl wählbar sind. Nach Auswertung der Meßergebnisse können diese z.B. an einen Leitreechner zur Weiterverarbeitung und Bewertung übergeben werden.

Parallel zur Auswertung wird nach Abschluß der letzten Messung am Ende eines Zyklus das System leergepumpt, gespült und wieder mit Flüssigkeit aufgefüllt. Das System ist jetzt bereit, die nächste Probenentnahme durchzuführen und den folgenden Analysenzyklus einzuleiten.

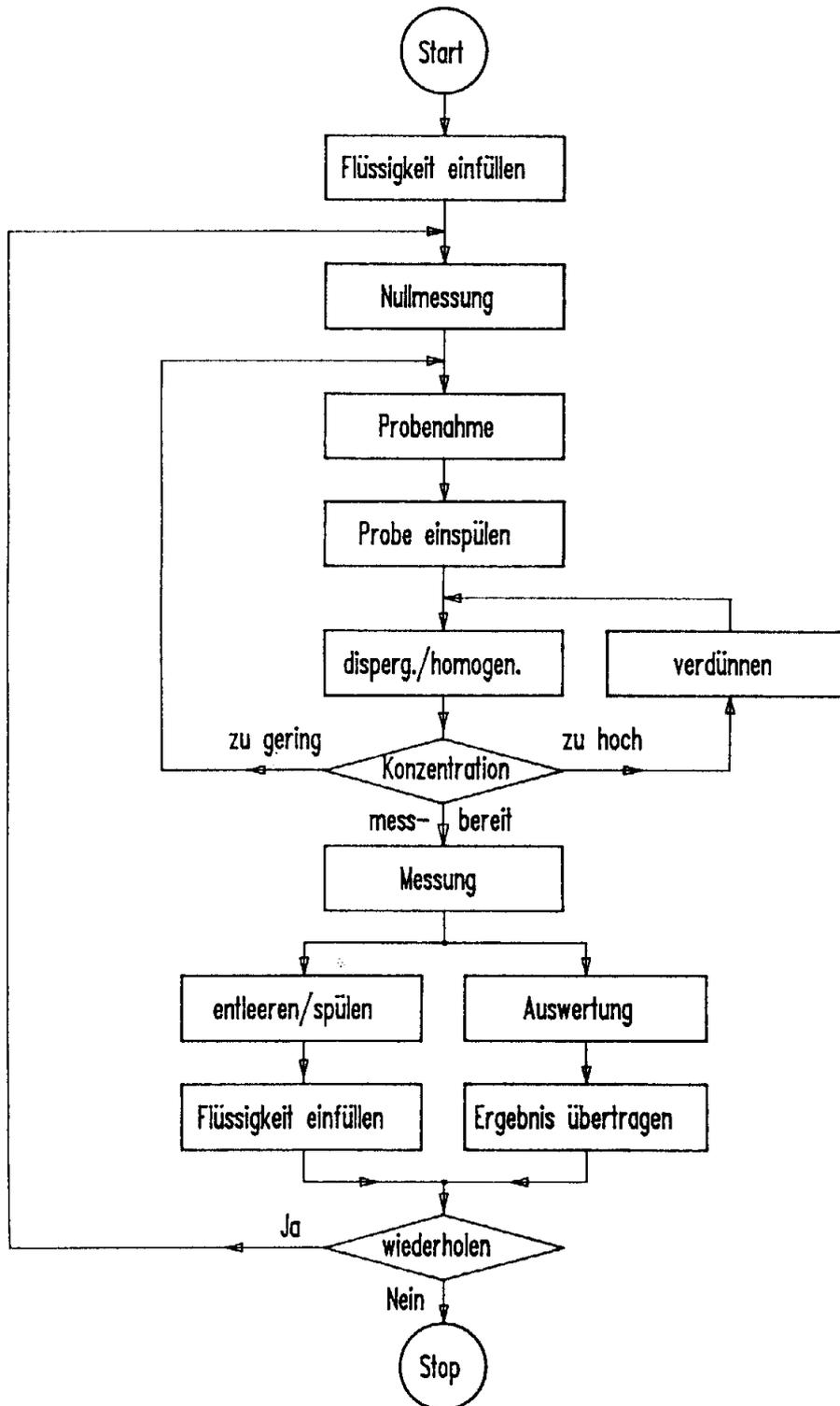


Abb. 14: SAFIR: Teilschritte eines Analysenzyklus

Mit einem Beispiel aus der Analyse eines hochkonzentrierten Polyamids soll abschließend die Leistungsfähigkeit des Probenkopplers SAFIR dokumentiert werden.

In Abb. 15 sind die Ergebnisse von vier Mehrfachmessungen an vier aufeinanderfolgenden Proben dargestellt. Die Proben wurden aus dem Umlauf eines gerührten Batchgefäßes als Stichproben gezogen. Die Volumenkonzentration lag bei über 50% und für den Langzeitversuch wurden homogene Produktionsbedingungen simuliert. Der Vergleich zeigt, daß ein Einfluß des Probenkopplers auf das Analyseergebnis praktisch nicht nachweisbar ist.

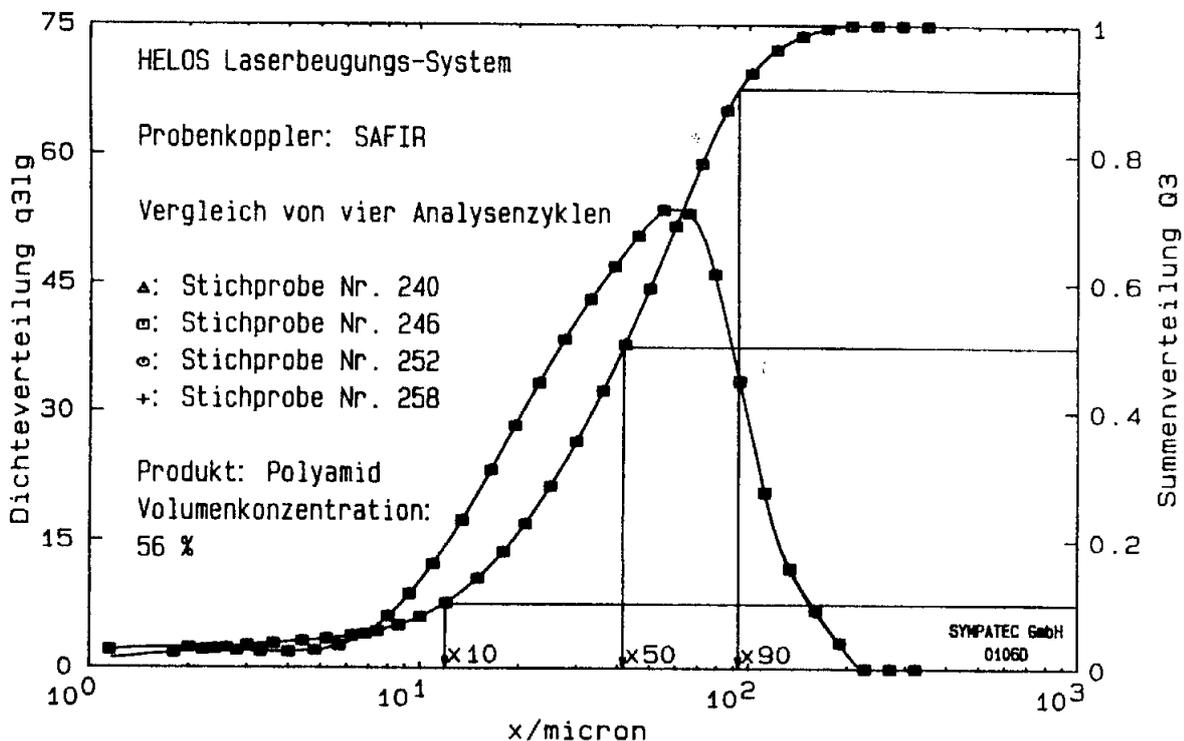


Abb. 15: Vergleich von vier Analysenzyklen

Der Versuch war als Langzeituntersuchung über eine Woche angelegt. Dabei wurde der Batchprozeß ständig gerührt, der zur Entnahme installierte interne Produktumlauf aber täglich für einen 10-stündigen Analysenzyklus jeweils neu an- und abgefahren.

In Abb. 16 ist der Zeitverlauf wiederum der Kennwerte x_{10} , x_{50} und x_{90} der einwöchigen Analysenkampagne über 6 Schichten à 10 Stunden Dauer mit insgesamt 1.300 Messungen an ca. 500 Proben dokumentiert.

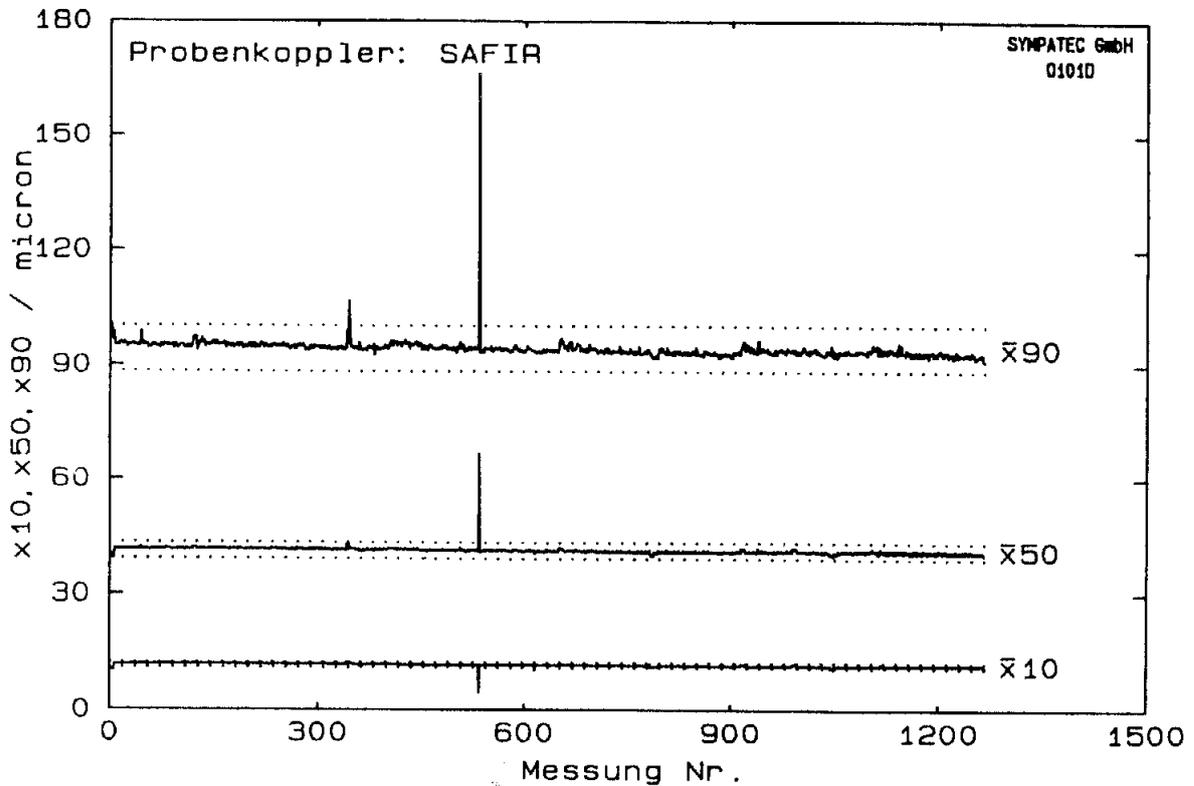


Abb. 16: Kennwertverlauf einer Polyamid-Suspension über eine Woche

Man erkennt das Anfahrverhalten am ersten Tag und beim x_{50} -Wert einen signifikanten Ausreiser. Dieser sowie andere bei den x_{10} -Werten sind ausschließlich auf Systemstörungen von außen zurückzuführen. Dazu rechnen z.B. Öffnen und signifikantes Stören des Analysengerätes auf der Empfängerseite oder kurzfristiger Ausfall des Ultraschallbades sowie überproportionale Streuungen in der Konzentration, wenn eine zu große Bandbreite der optisch zulässigen Arbeitsbereiche definiert bzw. gesetzt war.

In der letzten Abb. 17 ist beispielhaft die Reproduzierbarkeit von SAFIR-gestützten Messungen dargestellt. Verglichen

werden hier die Streuungsverläufe um den Q_3 -Mittelwert. Gezeigt werden 2 Meßserien, die bei unterschiedlichen Randbedingungen durchgeführt wurden.

Die erste Serie (Δ) zeigt das Resultat von sechs Wiederholungsmessungen derselben Probe. Das Ergebnis zeigt, daß der Lasersensor in jeder Größenklasse immer besser als mit einer Streuung von $< 0,1\%$ die Partikelgrößenverteilung reproduziert.

Die zweite Serie (\square) zeigt die Streuungen mit sechs verschiedenen, nacheinander gezogenen Proben derselben Grundgesamtheit. Der Streuungsverlauf ist vergleichbar, so daß im Mischungseffekt aus Sensor und Probenkoppler der Einfluß der Probenahme nicht zu finden bzw. zu isolieren ist.

Ohne einen endgültigen experimentellen Beweis geführt zu haben kann man hieraus ableiten, daß mit SAFIR und HELOS eine robuste Kombination zur on-line-Analyse selbst bei hochkonzentrierten Suspensionen zur Verfügung steht.

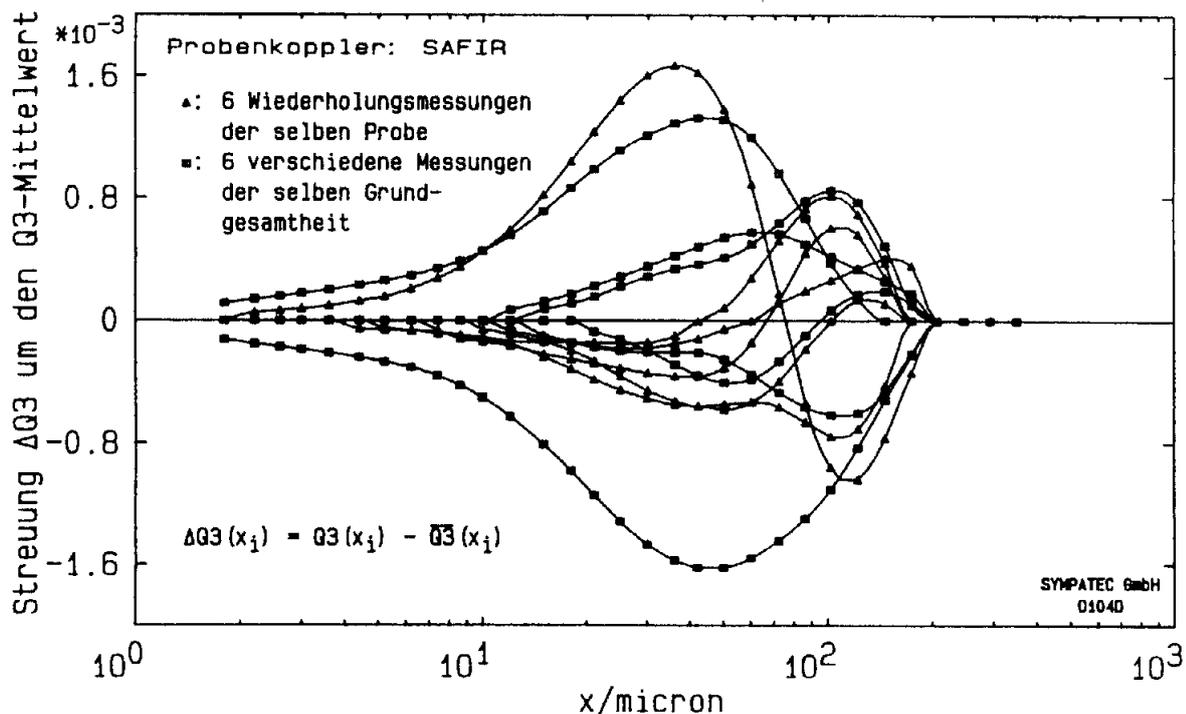


Abb. 17: Reproduzierbarkeit von Sensor und Probenkoppler

4. Zusammenfassung

Die Qualität der Analysenprobe und die erfolgreiche Anwendung der dann verfügbaren Informationen wird die Entwicklung zukünftig bei der Anwendung der on-line-Partikelgrößenanalyse entscheidend bestimmen.

Es wird auch darauf ankommen, dem interessierten potentiellen Anwender die Lösung seiner komplexen Aufgaben realisierbar erscheinen zu lassen. Dies wird bei der Vielzahl der zu beherrschenden Einzelaufgaben nur mit systematischen Ansätzen nachhaltig gelingen. Dazu wurden auf der Grundlage konzeptioneller Überlegungen als neue Geräteklasse die Probenkoppler vorgestellt.

Anhand von drei ausgeführten Beispielen wurde deren Leistungsfähigkeit verdeutlicht. Damit ist die Ankopplung der bewährten Laserbeugungsanalytik aus Sensor und Dispergiereinheit an unterschiedlichste Produktionsprozesse weitgehend modular zu bewerkstelligen.

Die Informationsbeschaffung aus der Produktion ist damit vergleichsweise komfortabel lösbar. Bei der Informationsverarbeitung stehen Werkzeuge zur Verfügung. Diese werden bis auf weiteres vom Anwender und Lieferanten noch gemeinsam benutzt werden müssen.

Die mit der begonnenen Anwendung dabei einsetzende tiefgreifende Systemanalyse der zu steuernden Grundoperationen wird schnell die mit der on-line-Partikelgrößenanalyse erzielbaren Fortschritte offenbaren.

5 Nomenklatur

\dot{m}_H Hauptmassenstrom

\dot{m}_T Teilprobe

\dot{m}_A Analysenmassenstrom

α Sektoröffnungswinkel

β Auslaßwinkel

γ, δ dynamischer Winkel zwischen Mündungsöffnung und Verteilerrohr

x_{10} Kennwert der Verteilung

x_{50} Kennwert der Verteilung

x_{90} Kennwert der Verteilung