

Dr. W. Witt, S. Röthele,
Dr. T. Hübner (Vortragender)

Sympatec GmbH, System-Partikel-Technik, Burgstätter Str. 6,
D – 38678 Clausthal-Zellerfeld, Germany

In-line Laserbeugung mit innovativer Probennahme

*Vortrag auf dem 1. Chemnitzer Verfahrenstechnischen Colloquium,
25. und 26. November 1998, veranstaltet von der TU Chemnitz*

1 Einführung

In den letzten zwanzig Jahren hat sich die Laserbeugung zur dominierenden Technologie in der Partikelgrößenanalyse (PGA) entwickelt [1]. Außerhalb der Standard off-line Anwendungen im Labor wurden schon mehrfach Ansätze gemacht, diese Technik direkt in die Produktion einzubinden. On-line Partikelgrößenanalyssysteme kombinieren normalerweise ein Standard off-line System mit Probenvorbereitungsstufen, welche die Analyse an die Gegebenheiten des speziellen Prozesses anpassen. Einige on-line Anwendungen wurden in [1, 2] vorgestellt. Die große Flexibilität dieser on-line Optionen wird durch einen völlig neuartigen Konstruktionsansatz entscheidend erweitert und führt zu einer neuen Generation von *in-line* Geräten [3].

In der kompaktesten Ausführung wird der gesamte Prozeßmassenstrom durch die Meßzone des Partikelgrößenanalyssystemes geführt. Hier schränkt jedoch das Meßprinzip der Laserbeugung den maximalen Durchsatz auf wenige Kilogramm pro Stunde ein, was die Anwendungen auf ausgewählte pharmazeutische Bereiche konzentriert [4]. Ein größerer Durchsatz von bis zu mehreren Tonnen pro Stunde erfordert bisher z.B. einen Teilstrom z.B. in einem Bypass. Daher kommt der repräsentativen Probennahme entscheidende Bedeutung zu.

Seit 15 Jahren unterstützt die Firma Sympatec GmbH auf markante Weise die Entwicklung der Partikelmeßtechnik. Schon zuvor wurden Geräte zur on- und in-line Analyse entwickelt und präsentiert. ROPRON als der bekannteste Probenkoppler zur Beprobung trockener Prozesse aus frei fallenden Schüttgütern wird hier

stellvertretend genannt [5]. In diesem Beitrag wird mit TWISTER & MYTOS ein neues in-line Partikelgrößenanalyssystem vorgestellt, das zum ersten Mal repräsentative Probennahme, wirksame und kontrollierte Trockendispergierung und Partikelgrößenanalyse mittels Laserbeugung in einem einzigen Gerät verbindet und vollständig in ein Prozeßrohr integrierbar ist.

2 Konzept

Die Prozeßstufen in einer Produktionsanlage sind normalerweise durch Rohrleitungen verbunden. Daher sollte eine in-line Partikelanalyse flexibel in Rohrquerschnitten einbaubar sein. Repräsentative Probennahme in einem Prozeßrohr erfordert, daß der gesamte Querschnitt des Rohres einen repräsentativen Beitrag zum analysierten Partikelstrom beiträgt und daß dieser Teilstrom isokinetisch entnommen wird, wenn Transportfluide zu beachten sind. Die Anwendbarkeit der Laserbeugungstechnik bedingt die Beachtung von drei weiteren Randbedingungen: Zum einen muß die optische Konzentration C_{opt} innerhalb bestimmter Grenzen $C_{min} < C_{opt} < C_{max}$ liegen. C_{min} wird durch das Signal-Rausch-Verhältnis und die daraus resultierende statistische Aussagekraft festgelegt. C_{max} hängt von der Empfindlichkeit des Detektors und davon ab, wie Mehrfachbeugung vom Auswertalgorithmus behandelt wird. Des weiteren müssen die Partikel hinreichend dispergiert werden, wenn die Größe x der Primärpartikel von hervorragendem Interesse ist. Schließlich ist eine regelmäßige Messung des Hintergrundsignals geboten, um die Auswirkungen von Verschmutzung und von Toleranzen der optischen Bauteile auszugleichen, d.h. der Partikelstrom durch die Meßzone muß unterbrochen für Referenzmessungen werden können.

2.1 Probennahme

Zur zuverlässigen in-line Partikelgrößenanalyse ist eine kontinuierliche Entnahme der Probe anzustreben. Obwohl richtige Probennahme eine Grundbedingung für fast alle Arten von Analysen ist, gibt es nur wenige geeignete Vorrichtungen dafür. Eine Ausnahme ist der Probenkoppler, wie er in Abb. 1a prinzipiell dargestellt ist. Hier rotiert eine Öffnung in Form eines Kreissegments um den Rohrmittelpunkt mit einer Winkelgeschwindigkeit ω . Der entnehmbare Teilstrom \dot{m} ist proportional zum Winkel α , dem gesamten Massenstrom Θ und dem Quadrat des Rohrdurchmessers D wie in Gleichung (1) dargestellt. Weil die Beladbarkeit Θ normalerweise beschränkt ist, macht ein großer Durchsatz ein großes D notwendig, was wiederum zu einem entsprechend großen Teilstrom führt. Daher muß für die Laserbeugung dieses

Prinzip, wie z.B. im ROPRON realisiert, mehrstufig hintereinander angewandt werden [5]. Isokinetische Entnahme ist möglich.

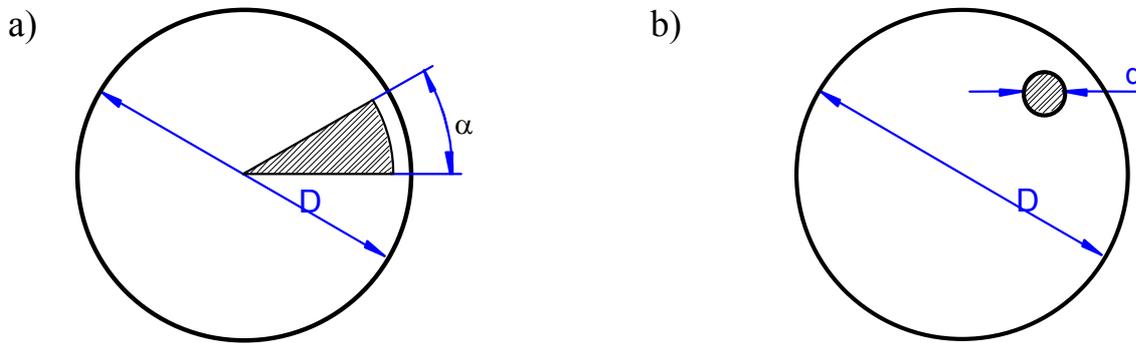


Abb. 1 Kontinuierliche Probennahme: a) Kreissegment, b) Entnahmerohr

$$\dot{m} = \frac{\alpha}{2\pi} \dot{M} = \frac{\alpha}{2\pi} \Theta \frac{D^2}{4} \pi = \frac{\alpha}{8} \Theta D^2; \quad \dot{m} \approx D^2 \quad (1)$$

$$\dot{m} = \frac{\frac{d^2}{4} \pi}{\frac{D^2}{4} \pi} \dot{M} = \frac{d^2}{D^2} \Theta \frac{D^2}{4} \pi = \frac{\pi}{4} \Theta d^2; \quad \dot{m} \approx d^2 \quad (2)$$

Ein schlichtes Probennahmerohr mit dem Durchmesser d vereinfacht die Anpassungsprozedur für den Teilmassenstrom. Entsprechend Gleichung (2) ist \dot{m} proportional zum Quadrat von d und daher für konstantes Θ unabhängig von D . Die quadratische Abhängigkeit von d vereinfacht die Anpassung an einen speziellen Einsatz. Einige in-line Partikelgrößenanalyssysteme nutzen dieses Probennahmeprinzip mit einem statischen Entnahmerohr, obwohl die Probennahme dann nicht repräsentativ ist.

Um repräsentativ die Proben zu entnehmen, muß der gesamte Rohrquerschnitt vom Probennahmerohr mehrfach abgefahren werden. Ein spiralförmiger Weg wird in Abb. 2a gezeigt. Weil die gleiche Fläche in der gleichen Zeit abgedeckt werden muß, ist die Geschwindigkeit v der Öffnung entsprechend dem Abstand zum Mittelpunkt, d.h. durch $1/r$ anzupassen, was zu einer Unstetigkeit im Mittelpunkt führt. Eine verbesserte Lösung ist in Abb. 2b dargestellt. Hier beginnt die Probennahme am Rand des Rohrs, nähert sich dem Mittelpunkt, bis sie diesen durchquert, und kehrt dann wieder zum Ausgangspunkt zurück. Das Geschwindigkeitsprofil entlang der Wegstrecke berücksichtigt die erforderliche Flächengewichtung.

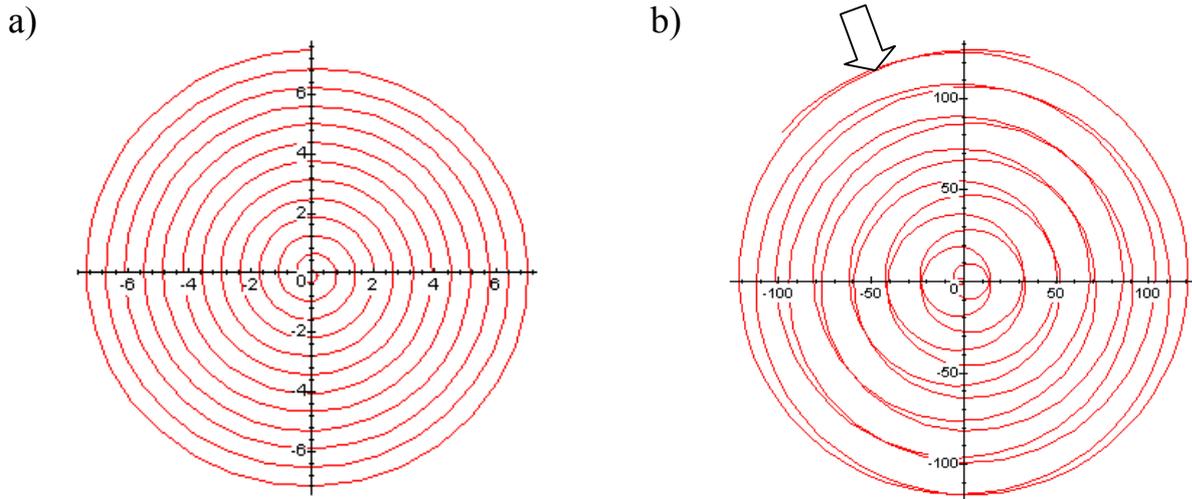


Abb. 2 Wege im Rohr: a) spiralförmig, b) realisierte Probennahme

Mit der in Abb. 2b dargestellten Spiralschleife gelingen zudem Start und Ziel von einer fixen Parkposition am Rand des Rohrs, die die Öffnung gegenüber dem Partikelstrom im Prozeßrohr verschließt. In dieser Stellung ist also der Partikelfluß im Meßsystem abgeschaltet. Eine Referenzmessung (Leerwertmessung) ist ohne zusätzliche Ventile möglich, während der Prozeßfluß nicht beeinträchtigt wird.

Abb. 3 zeigt die gewählte Realisierung des Probenkopplers TWISTER. Das Entnahmerohr ist dem Produktstrom entgegen gerichtet und hat je nach Spiralposition einen Anstellwinkel $\theta(r)$. Die Veränderung der effektiven Probennahmefläche, d.h. der projizierten Fläche, kann durch Hinzufügen eines $\cos(\theta)$ -Terms zur Geschwindigkeit v ausgeglichen werden.

Diese Anordnung hat mehrere Vorteile. Erstens kann der Teilstrom im Prozeßrohr bleiben, so daß der Druck im Rohr die Probennahme nicht beeinflusst, wobei 90°-Umlenkungen, die im allgemeinen stark von Verschleiß betroffen sind, vermieden wurden. Zweitens kommt die Bewegung ohne Dichtungen aus. Statt dessen werden Bälge benutzt, die auch den Einsatz in Gefahrenzonen erlauben. Der äußere Balg kann durch ein Schild geschützt werden. Drittens müssen nur sehr kleine Massen bewegt werden, was die benötigte Stärke des Antriebs reduziert. Und viertens sind alle Bauteile, die mit dem Prozeß in Kontakt kommen, so konstruiert, daß sie für eine längere Lebensdauer leicht aus geeignetem Material, etwa Keramik, gefertigt werden können.

Die Anpassung an den Massenfluß des Prozesses kann zusätzlich über den Durchmesser d der Einlaßkappe erfolgen, wobei deren Öffnung als „Sicherheitsabsiebung“ wirkt, wenn d signifikant kleiner gewählt wird als alle folgenden Stufen. Der Einlaß kann von einem Abstreifer an der Parkposition gereinigt werden.

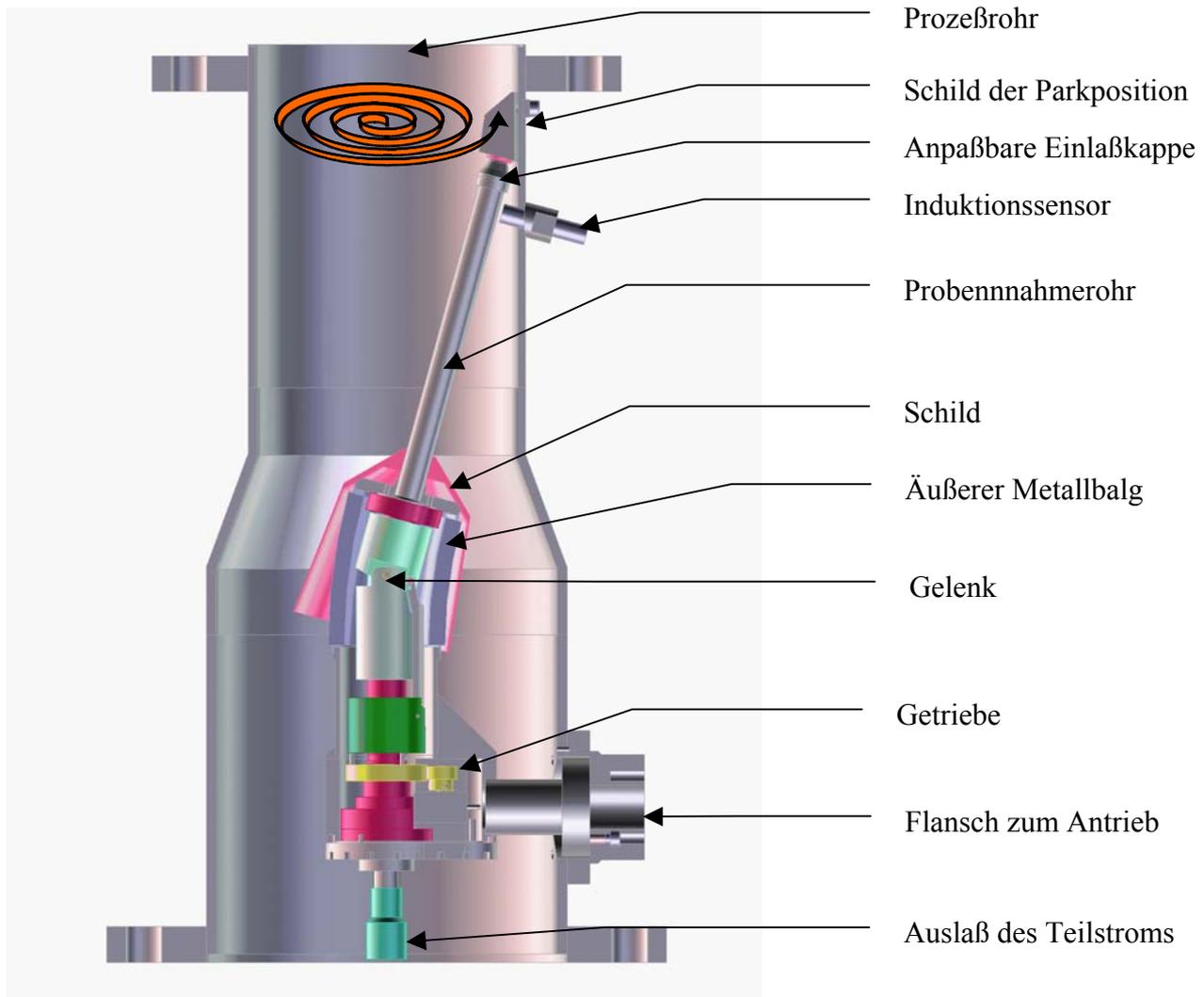


Abb. 3 Repräsentativer in-line Probenkoppler TWISTER

2.2 Isokinetische Probennahme

Für isokinetische Probennahme muß die Eintrittsgeschwindigkeit der Partikel in das Probennahmerohr gleich der Geschwindigkeit im Prozeßrohr sein [6]. Die Geschwindigkeit im Probennahmerohr wird durch eine regelbare Strahlpumpe angepaßt, die gleichzeitig die folgende Dispergierstufe versorgt. Da eine genaue Geschwindigkeitsmessung bei hoher Partikelkonzentration im Prozeßrohr aufwendig ist, wurde zunächst ein empirischer Ansatz gewählt. Die Abhängigkeit der

Eintrittsgeschwindigkeit vom Primärdruck p der Strahlpumpe ist bekannt. Mit der Annahme, daß das Geschwindigkeitsprofil v_p im Prozeßrohr nur eine Funktion des Radius r und über die Zeit im Mittel konstant ist, wird p benutzt, um $v_p(r)$ durch einen Mikrocontroller entsprechend anzupassen.

Der so entnommene Teilstrom wird am Auslaß des TWISTER von der nachgeschalteten Dispergierstrecke des MYTOS angesaugt.

2.3 Dispergierung

Die Dispergierung trockener Partikel wird mittels der bewährten RODOS-Dispergierstrecke [7] durchgeführt, die parallel zum Rohrverlauf im Zentrum des Rohres angeordnet ist (siehe Abb. 4).

Die Partikel werden in einem turbulenten Strahl beschleunigt und durch Partikel-Partikel- und Partikel-Wand-Kollisionen und durch auftretende Scherkräfte schonend, aber zuverlässig vereinzelt. Diese Dispergiermethode ist anwendbar bis hinunter in den Submikronbereich [8]. Für eine solche Dispergiereinheit wird heute eine zu erwartende Lebensdauer von 100.000 Messungen mit z.B. 5 g Portlandzement PZ 35 gewährleistet [9]. Die Dispergierstrecke ist außerhalb der Meßzeiten keiner Beanspruchung ausgesetzt, da der Probenstrom in der Parkposition unterbrochen ist. Die angegebene Anzahl ist gleichbedeutend mit einer Laufzeit von zwei Jahren bei sechs Messungen pro Stunde. Diese Dauer kann durch die Erhöhung der Entnahmegeschwindigkeit bzw. durch Verkürzung der Probennahmezeit und Reduzierung der Probenmenge noch ausgedehnt werden.

2.4 Partikelgrößenanalyse

Nach der Dispergierung strömt das Einzelpartikel-Aerosol in die Meßzone des Laserbeugungsspektrometers. Um Verschmutzung der optischen Komponenten zu vermeiden, ist die Meßzone wie ein zweiter Injektor mit einem Hüllstrom umspült, der das Aerosol entlang der Mittellinie fokussiert. Ein integriertes Luftspülungssystem bewahrt die Staubschutzfenster vor Partikelablagerungen. Um den Service zu vereinfachen, sind sowohl die Lichtquelle als auch die Detektoreinheit mit Bajonettbefestigungen am Prozeßrohr montiert. Beide Einheiten können auf einfache Weise ohne Beeinflussung des Prozesses entfernt werden, wenn sich das Probennahmerohr in der Parkposition befindet, um auf einfachste Weise Zugang zu den Staubschutzfenstern zu erhalten.

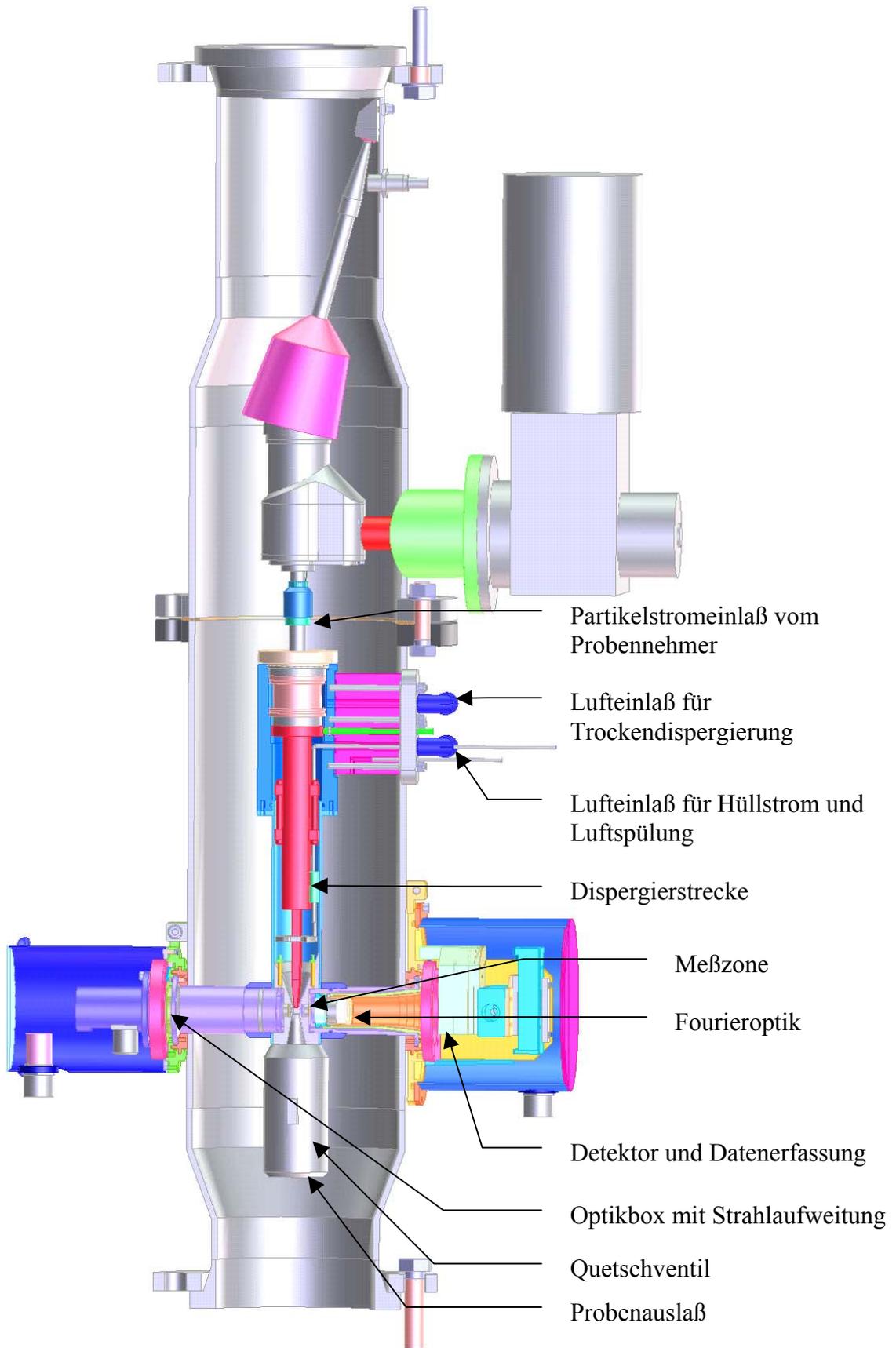


Abb. 4 TWISTER & MYTOS, Querschnitt der Probenkopplung mit nachgeschalteter Partikelgrößenanalyse mittels Laserbeugung und integrierter Trockendispergierung

Die Komponenten des Laserbeugungssensors sind identisch zu denen der mehr als tausendfach bewährten off-line Serie der HELOS-Laserbeugungsspektrometer. Die Lichtquelle besteht aus einem HeNe-Laser mit 5 mW Ausgangsleistung, Filterung durch eine Optikkfaser und einer Strahlaufweitung auf 2,2 mm Durchmesser. Dem steht auf Detektorseite eine Fourieroptik, ein Multielement-Detektor auf einer Autofokus-Einheit, die Datenerfassung und die serielle Kommunikation zu einem externen Personalcomputer (PC) über einen Hochgeschwindigkeitslichtleiter gegenüber. Eine integrierte RS485 Schnittstelle synchronisiert die Partikelgrößenanalyse mit der Probennahme. Die Standardsoftware berechnet die Partikelgrößenverteilungen und stellt die automatische Bedienung bei Bedarf auch mehrerer in-line und off-line Partikelgrößenmeßsysteme, z.B. in einem verteilten Netzwerk bereit [11].

2.5 Probenauslaß

Schließlich wird der Teilstrom durch den Probenauslaß wieder in das Prozeßrohr ausgeblasen. Die Standardform ist ein einfaches Rohr, das die Partikel in die Mitte der Prozeßleitung entläßt. So bewegen sich die beschleunigten Partikel des Teilstroms parallel zu den Leitungswänden oder treffen diese höchstens in einem sehr flachen Winkel, was Verschleiß vermeidet. Außerdem kann der Auslaß durch ein Quetschventil geschlossen werden, wenn das Entnahmerohr sich in Parkposition befindet, so daß das Partikelgrößenanalysensystem vom Prozeß hermetisch isoliert ist. Auf diese Weise ist sowohl eine Naßreinigung des Prozeßrohrs möglich als auch die Reinigung der Staubschutzfenster sogar während des laufenden Produktionsprozesses.

2.6 Anwendungsbreite

Die Anwendungsbreite wird hauptsächlich durch die optische Konzentration C_{opt} beschränkt, die für Partikelgrößenanalyse mittels Laserbeugung zwischen etwa 1 % und 60 % liegen sollte [3]. C_{opt} wird durch Gleichung 4 definiert. Sie ergibt sich aus dem zugrunde liegenden Massenstrom \dot{M} , der Partikelgrößenverteilung, dem Extinktionskoeffizienten κ , der spezifischen Dichte ρ und der Geschwindigkeit v der Partikel in der Meßzone sowie der räumlichen Ausdehnung senkrecht zum aufgeweiteten Laserstrahl b .

$$C_{opt} := \frac{(I_0 - I_P)}{I_0} = 1 - \frac{I_P}{I_0} \quad (4)$$

Für monodisperse Partikel kann C_{opt} vereinfacht durch Gleichung (5) ausgedrückt werden.

$$C_{opt} \{monodispers\} = \frac{3}{2} \frac{\kappa}{bv\rho} \left(\frac{d}{D}\right)^2 \frac{\dot{M}}{x_{50}} \quad (5)$$

Polydispers verteilte Partikelkollektive erhöhen generell die optische Konzentration. Bei einem logarithmisch normalverteilten, sphärischen Partikelkollektiv kommt der numerisch bestimmbare Korrekturfaktor $F(\sigma)$ hinzu.

σ	$\lg(x(84\%)) - \lg(x(16\%))$	$\lg(x(1\%)) - \lg(x(99\%))$	$F(\sigma)$
0.05	0.1	0.24	1.005
0.10	0.2	0.48	1.027
0.15	0.3	0.72	1.061
0.20	0.4	0.96	1.111
0.25	0.5	1.20	1.180
0.30	0.6	1.44	1.269
0.35	0.7	1.68	1.384
0.40	0.8	1.92	1.528
0.45	0.9	2.16	1.710
0.50	1	2.40	1.940

σ	$\lg(x(84\%)) - \lg(x(16\%))$	$\lg(x(1\%)) - \lg(x(99\%))$	$F(\sigma)$
0.55	1.1	2.64	2.229
0.60	1.2	2.88	2.593
0.65	1.3	3.12	3.064
0.70	1.4	3.36	3.661
0.75	1.5	3.60	4.443
0.80	1.6	3.84	5.448
0.85	1.7	4.08	6.797
0.90	1.8	4.32	8.566
0.95	1.9	4.56	10.91
1.00	2	4.80	14.16

Tabelle 1 Abhängigkeit des Korrekturfaktors $F(\sigma)$ für logarithmisch normalverteilte Partikel

Tabelle 1 zeigt, daß für enge Verteilungen der Korrekturfaktor nahe eins liegt. Der Extinktionskoeffizient κ kann für kugelförmige Partikel mittels der Mie-Theorie berechnet werden [12]. Für HeNe-Laser mit $\lambda = 632,8$ nm und Partikel größer als $1 \mu\text{m}$ nimmt κ üblicherweise Werte zwischen 2 und 3 an. Gleichung (6) kann verwendet werden, um zu untersuchen, ob das vorgestellte in-line Meßsystem bei verschiedenen Randbedingungen anwendbar ist.

$$C_{opt} \{1 \text{ Dekade}; 2 \text{ Dekaden}\} = \frac{3}{2} \frac{\kappa}{bv\rho} \left(\frac{d}{D}\right)^2 \frac{\dot{M}}{x_{50}} \cdot F(\sigma) = \frac{3}{2} \frac{\kappa}{bv\rho} \left(\frac{d}{D}\right)^2 \frac{\dot{M}}{x_{50}} \cdot \{1.12; 2.45\} \quad (6)$$

Zwei Beispiele werden vorgestellt. Die besten Betriebsbedingungen herrschen bei $5\% < C_{opt} < 30\%$ mit genügend Sicherheitsabstand nach oben und nach unten für Schwankungen im Partikelstrom. Aufgrund der linearen Zusammenhänge können die Diagramme für andere Durchsatzmengen, Partikelgrößen und Materialdichten entsprechend einfach umskaliert werden.

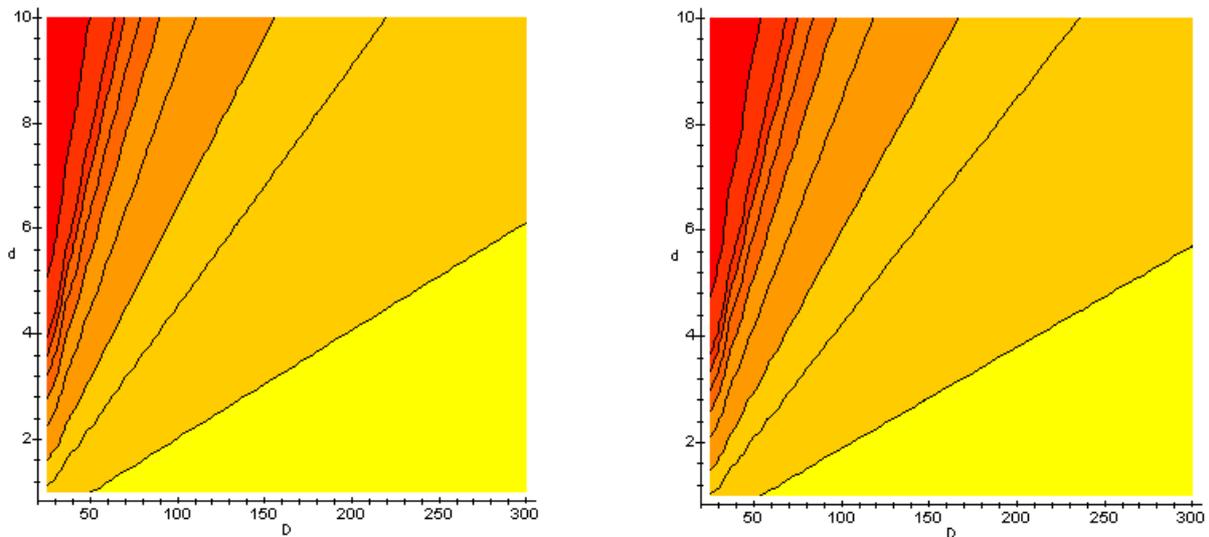


Abb. 5 Einlaßdurchmesser d als Funktion des Prozeßrohrdurchmessers D ,
 Parameter C_{opt} : = (rechts), 1%, 5%, 10%, 20%, 30%, 40%, 50%, 60%, 100%, (links)
 a) $\dot{M} = 10 \text{ kg/h}$, $x_{50} = 1 \mu\text{m}$, $b = 15 \text{ mm}$, $v = 30 \text{ m/s}$, $\rho = 1 \text{ g/cm}^3$, $F = 1.3$, $\kappa = 2$;
 b) $\dot{M} = 1000 \text{ kg/h}$, $x_{50} = 100 \mu\text{m}$, $b = 15 \text{ mm}$, $v = 30 \text{ m/s}$, $\rho = 1 \text{ g/cm}^3$, $F = 1.3$, $\kappa = 2.3$

Mit Abb. 5 läßt sich zeigen, daß eine typische pharmazeutische Anwendung mit $D \cong 50 \text{ mm}$ ebenso zu realisierbaren Einlaßdurchmessern d führt wie eine industrielle Anwendung mit einem Durchsatz von mehreren Tonnen pro Stunde. Beachtet werden sollte, daß auch die Partikelgeschwindigkeit v zur Einstellung von C_{opt} benutzt werden kann. Eine mögliche Wahl von d zwischen 2 mm und 10 mm und von v zwischen 10 m/s und 60 m/s ergeben z.B. einen Einstellbereich von 150:1.

3 Realisierung

Abb. 6a zeigt einen Prototyp der kompletten in-line Installation, eingebaut in ein transparentes Modellrohr. Der Durchmesser wird von 150 mm auf 200 mm aufgeweitet, um Druckverluste auszugleichen. Die Gesamthöhe des Einbaus beträgt ca. 1200 mm.

Eine alternative Installation TWISTER in-line und MYTOS on-line im industriellen Einsatz ist in Abb. 6b zu sehen.

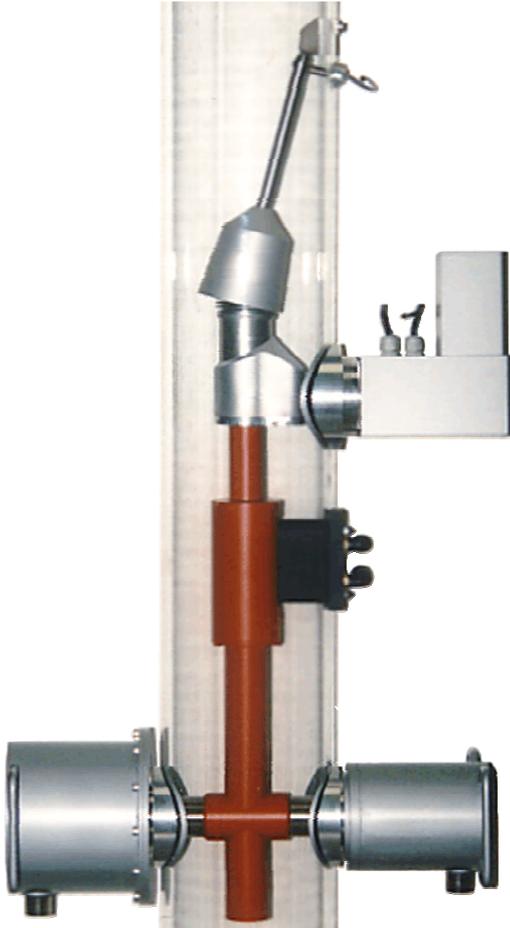


Abb. 6a Modellinstallation im transparenten Rohr

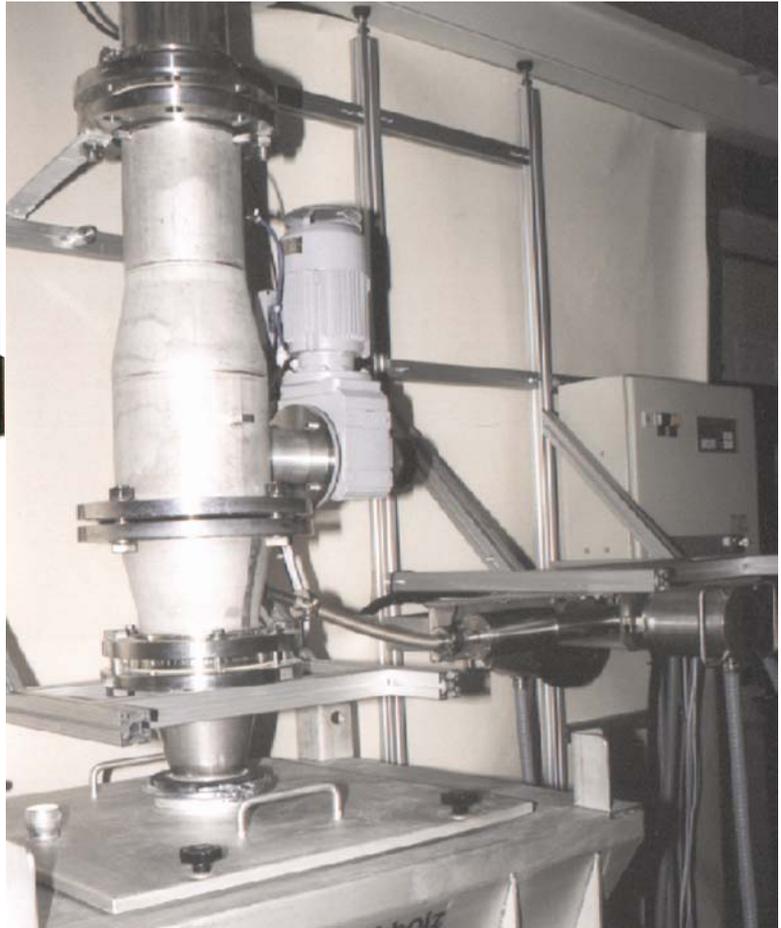


Abb 6b Installation im Prozeß, TWISTER in-line und MYTOS on-line

Derzeit sind drei Meßbereiche verfügbar: R3 von 0,5/0,9 μm bis 175 μm , R4 von 0,5/1,8 μm bis 350 μm und R5 von 0,5/3,6 μm bis 875 μm . Der Druck, unter den das System eingesetzt werden kann, ist durch die eingesetzten Bälge und die Staubschutzfenster bisher auf max. 10 bar begrenzt. Die Temperatur darf 100° C nicht dauerhaft übersteigen. Für den Betrieb unter Ex-Schutzbedingungen (z.B. E(x)-Zone 10 oder 11) werden die Gehäuse der Elektronik und Optik unter Gegendruck gesetzt (E(x)-p).

4 Ergebnisse

Die in-line Partikelgrößenanalyse wurde unter Prozeßbedingungen mit verschiedenen Materialien getestet. Abb. 7 zeigt beispielhaft den Vergleich zwischen in-line Partikelgrößenanalyse mittels TWISTER & MYTOS und off-line Ergebnissen eines HELOS. Beide Systeme arbeiteten mit dem Meßbereich R3. Die Testproben waren Referenzproben aus Siliziumcarbid mit der Bezeichnung SiC P600 und SiC F1200, sorgfältig mit einem rotierenden Riffelteller geteilt.

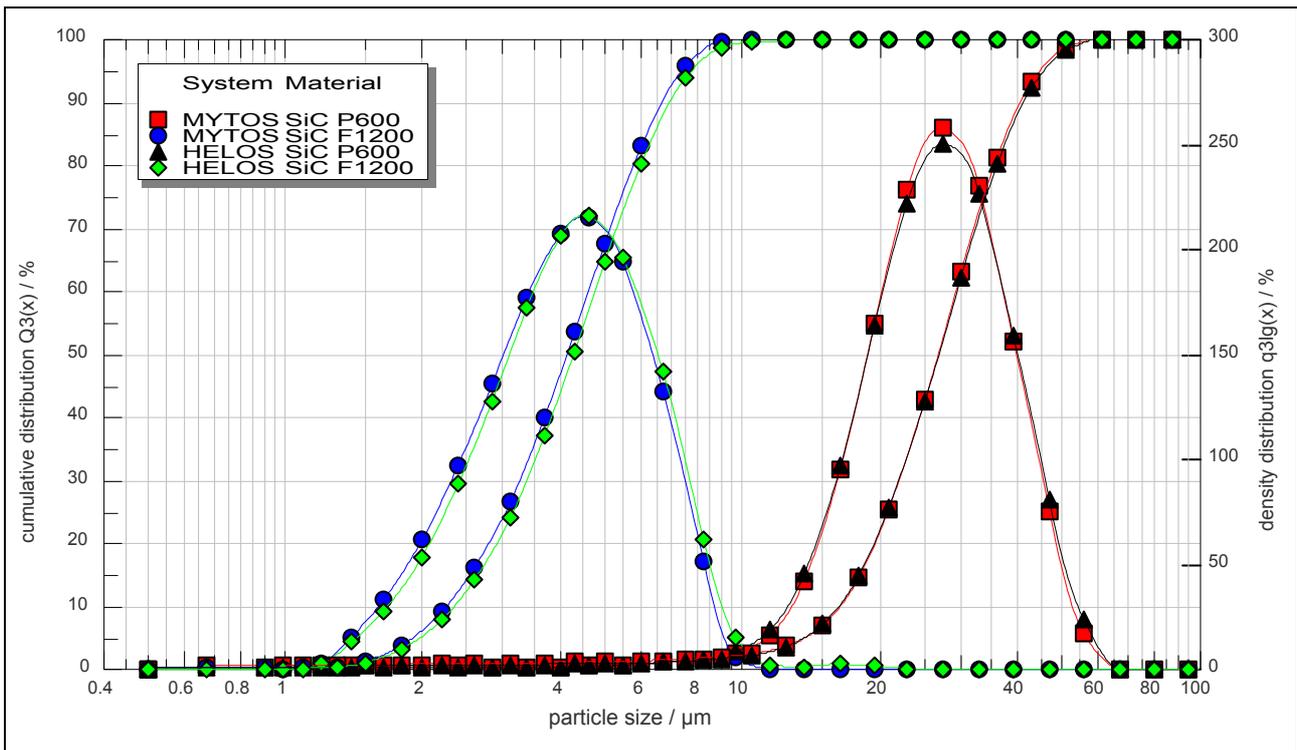


Abb. 7 Vergleich von in-line (TWISTER & MYTOS) mit off-line (HELOS) Partikelgrößenanalyse

Abb. 7 zeigt die bemerkenswerte Übereinstimmung zwischen den in- und off-line Analysesystemen. Die Unterschiede in $x(Q3)$ sind kleiner als 2 % in allen Klassen und kleiner als 1 % beim gröberen Material. Die geringfügig größeren Unterschiede beim feinen Material sind den optischen Wirkungen der sehr dicken Staubschutzfenster (10 mm) zuzuordnen.

Ergebnisse einer Serie von Messungen sind in Abb. 8 gezeigt. Ein Polymer wurde in einem Kreislauf im in-line System vermessen. Automatisch im Minutentakt wurde eine Messung durchgeführt. Obwohl der Testkreislauf und besonders der Proben transport nicht perfekt funktionierten (wie an der schwankenden optischen Konzentration zu sehen), sind die Werte für x_{10} , x_{50} und x_{90} über einen Zeitraum von acht Stunden stabil, obwohl Konzentrationsschwankungen von 2 - 20 % vorlagen.

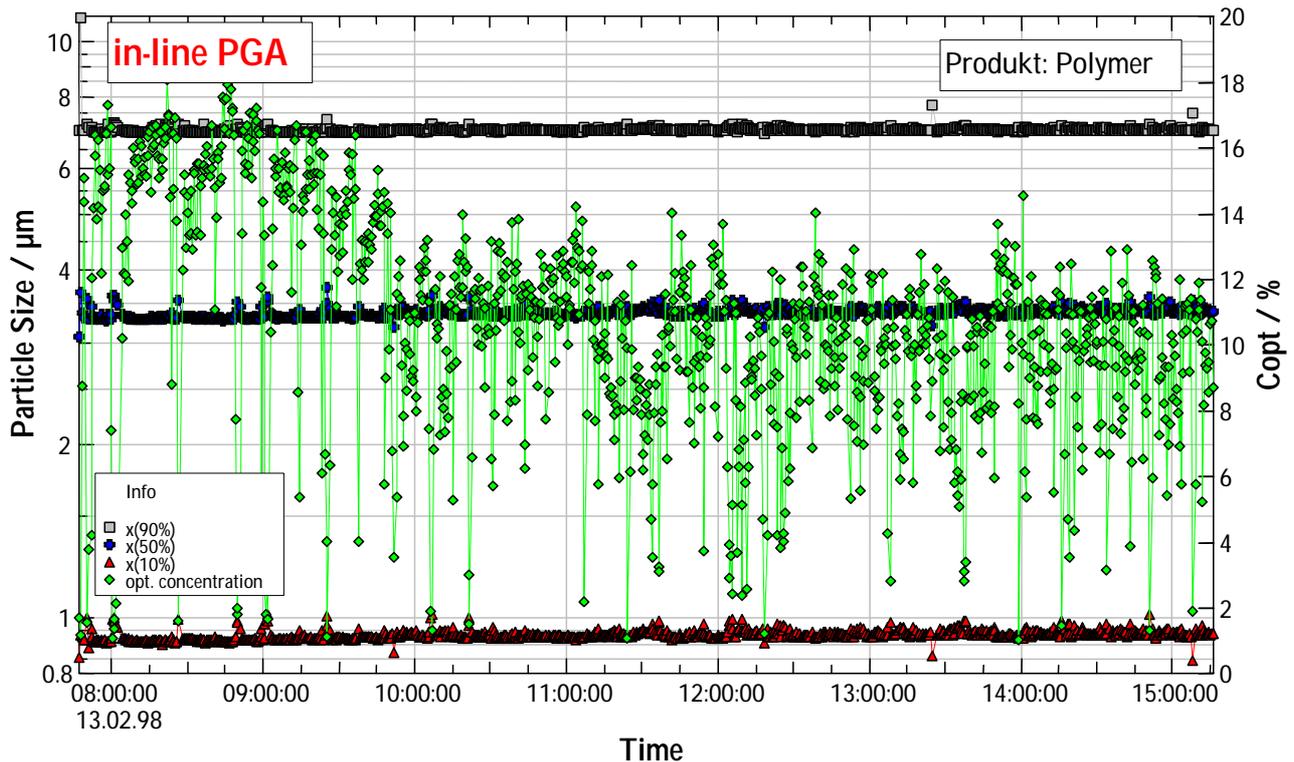


Abb. 8 Trendanalyse von aufeinanderfolgenden Messungen eines Polymerstoffes in einem Testkreislauf mit dem in-line Partikelgrößenanalyzesystem MYTOS & TWISTER.

5 Schlußfolgerungen

Zum ersten Mal gibt es mit dem vorgestellten in-line Partikelgrößenanalyzesystem eine innovative kontinuierliche und repräsentative Probennahme mit bewährter und effektiver Trockendispergierung einschließlich integrierter Partikelgrößenanalyse mittels Laserbeugung innerhalb des Prozeßrohrs. Alle wichtigen Komponenten sind entlang der Mittellinie des Prozeßrohrs hintereinander in Strömungsrichtung angeordnet, daher ist das präsentierte System eine „in-line“-Lösung im doppelten Sinne des Wortes.

Die integrierte isokinetische Probennahme mittels TWISTER fährt den gesamten Rohrquerschnitt ab und ermöglicht die Anwendung des in-line Partikelmeßsystems MYTOS in statischem oder sich bewegendem Medium in jeder Richtung. Dadurch ist der Betrieb sowohl im Fallschacht als auch in beliebig gerichteten pneumatischen Fördersystemen möglich.

Die integrierte Trockendispergierung ist bewährt und hat ihre Leistungsfähigkeit bis in den Submikronbereich in vielen Hundert Anwendungen bewiesen. In der Parkposition wird zwischen den Probenahmezyklen nicht nur der Verschleiß

minimiert, sondern zwischen aufeinanderfolgenden Messungen auch die Referenzwertbestimmung vorgenommen.

Die Meßergebnisse des in-line Partikelmeßsystems sind identisch mit denen des bekannten HELOS off-line Systems.

6 Ausblick

Das Probennahmeprinzip ist prädestiniert für die Anpassung an größere oder kleinere Rohrdurchmesser, da nur die Länge des Probennahmerohrs entsprechend dem Prozeßrohrdurchmesser angepaßt werden muß.

Außerdem ist die präsentierte Probennahme im Prinzip nicht auf trockene Anwendungen beschränkt. Bei nassen Prozessen kann die Trockendispergierstrecke durch eine in-line Pumpe, optional durch einen Ultraschallgenerator ergänzt, ersetzt werden. Ggf. kann die Pumpe gleichzeitig die Verdünnung leisten. Die Parkposition kann dahingehend modifiziert werden, daß partikelfreie Flüssigkeit zugeführt werden kann. Auf diese Weise ist auch die Messung von konzentrierten Suspensionen möglich.

Der Probennahme kann auch eine Partikelgrößenanalyse mittels Ultraschall extinction nachgeschaltet werden. Mit dieser Konfiguration können hochkonzentrierte Suspensionen und Emulsionen sogar ohne Verdünnung vermessen werden.

7 Literatur

- [1] W. Witt, S. Röthele Laser Diffraction – unlimited? 6. European Symposium Particle Characterization; (1995), 227-290
- [2] K. Leschonski Quo vadis Partikeltechnik?, 6. European Symposium Particle Characterization; (1995), 1-16
- [3] W. Witt, S. Röthele In-line Laser Diffraction with Innovative Sampling, 7. European Symposium Particle Characterization; (1998), 611-624
- [4] M. Heuer, D. Schwechten In-line Particle Size Analysis in the Fines Outlet of an Air Classifier, 6. European Symposium Particle Characterization; (1995), 301-314
- [5] S. Röthele, H. Naumann, U. Brandis on-line Probenahme und Probenteilung – Prinzip und apparative Realisierung; 6. Fachtagung Granulometrie, Partikelmeßtechnik für die Produktionsautomatisierung, 21.-22. Nov. 1989, Dresden

- [6] K. Leschonski Die On-line Messung von Partikelgrößenverteilungen in Gasen und Flüssigkeiten, Chemie-Ing. Techn. 50 (1978) 3, 194-203
- [7] K. Leschonski, S. Röthele, U. Menzel A Special Feeder for Diffraction Pattern Analysis of Dry Powders, Part. Charact. 1 (1984) 7-13
- [8] M. Heuer, W. Witt DRYSUBMICRON, International Sales Meeting '95, Sympatec GmbH, Sympatec GmbH, Clausthal-Zellerfeld, März 1995
- [9] G. Mischel Private communications, International Sales Meeting '97, Sympatec GmbH, Clausthal-Zellerfeld, September 1997
- [10] M. Heuer, K. Leschonski Erfahrungen mit einem neuen Gerät zur Messung von Partikelgrößenverteilungen aus Beugungsspektren, 3. Europ. Symp. Partikelmeßtechnik in Nürnberg, 1984
- [11] W. Witt, D. Niebuhr S. Pülm A generalised information and control system for particle related data, Control of Particulate Processes IV, Delft, (1997)
- [12] T. Boeck Entwicklung eines photometrischen on-line Oberflächenverfahrens für trockene disperse Stoffe, Dissertation, TU Clausthal, 1983

8 Nomenklatur

b	Minimum (Breite der Meßzone, Auslaß der Dispergierstrecke)	v	Geschwindigkeit des Probennahmerohrs
		v_P	Geschwindigkeit der Partikel
C_{opt}	Optische Konzentration	x	Partikeldurchmesser
C_{min}	Minimum der Optischen Konzentration	x_{10}	Partikeldurchmesser entsprechend 10 % des kumulierten Durchgangs $Q_3(x)$
C_{max}	Maximum der Optischen Konzentration	x_{50}	Partikeldurchmesser entsprechend 50 % des kumulierten Durchgangs $Q_3(x)$
d	Einlaßdurchmesser des Probennahmerohrs	x_{90}	Partikeldurchmesser entsprechend 90 % des kumulierten Durchgangs $Q_3(x)$
D	Durchmesser des Prozeßrohrs	θ	Winkel des Probennahmerohr gegenüber der Mittellinie des Prozeßrohrs
F	Korrekturfaktor der optischen Konzentration bei logarithmischer Normalverteilung der Partikelgrößen	Θ	Massenflußk optischer Extinktionskoeffizient
\dot{m}	Massenfluß des Teilstroms	ρ	spezifische Massendichte
\dot{M}	Massenfluß im Prozeßrohr	ω	Winkelgeschwindigkeit
r	Abstand der Probennahmeöffnung zum Mittelpunkt des Prozeßrohrs		