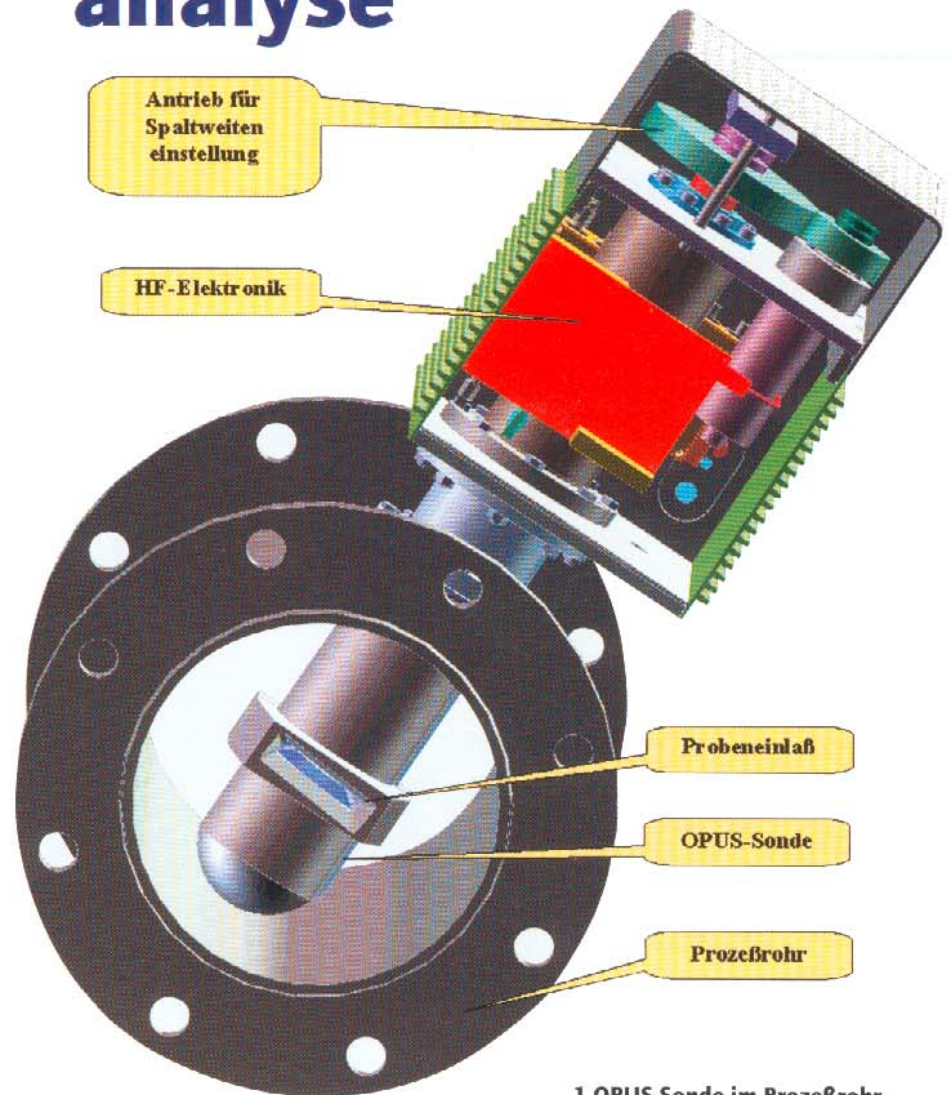


Axel Pankewitz, Helmut Geers und Stephan Röthele*

In- und Online-Partikelgrößenanalyse

■ Bei hochkonzentrierten oder trüben Medien hilft Ultraschall, Suspensionen und Emulsionen ohne Verdünnung transparent zu machen und aus der auslöschenden Wechselwirkung mit den dispersen Partikeln die Information über deren Größenverteilung und über die Partikelkonzentration zu gewinnen. Die in Echtzeit am unbehandelten Originalprodukt stattfindende Partikelgrößenanalyse ermöglicht den Aufbau einer leistungsfähigen Prozeßsteuerung.



1 OPUS-Sonde im Prozeßrohr.

Die Partikelgrößenanalyse mit Ultraschall-extinktion ist aufgrund der physikalischen Wechselwirkungen unabhängig vom Dispergiergrad der zu untersuchenden Partikelkollektive, solange die freie Beweglichkeit der Einzelpartikel auch im Agglomerationsverbund gegeben ist. Die Messungen können in jeder Art von Flüssigkeit, bei hohen Feststoffkonzentrationen und in einem weiten Temperaturbereich vorgenommen werden. Diese Vorteile prädestinieren die Ultraschall-extinktion für die Online-Partikelgrößenanalyse von Suspensionen und Emulsionen.

Technologie

Sympatec stellte auf der Achema 1997 einen Sensor (OPUS) zur Inline-Partikel-

größenanalyse vor, der durch die rasanteste technische Entwicklung der letzten Jahre nunmehr in der Lage ist, Partikelgrößen von 0,01 bis 3000 µm bei Feststoffkonzentrationen von 1 bis 70 Vol.% auszumessen. Inzwischen liegen umfangreiche Applikationserfahrungen sowohl im Labormaßstab als auch im Online-Einsatz vor. Die parameterfreie Auswertung ist unabhängig vom Verlauf der Größenverteilung und erfaßt zwischen engsten und breiten Kornbändern alle Verteilungstypen. Die hohe Meßgenauigkeit bleibt bis zu extrem hohen Konzentrationen erhalten.

Durch die kompakte Bauweise und die Verwendung hochwertiger Werkstoffe für die medienberührten Teile ist der

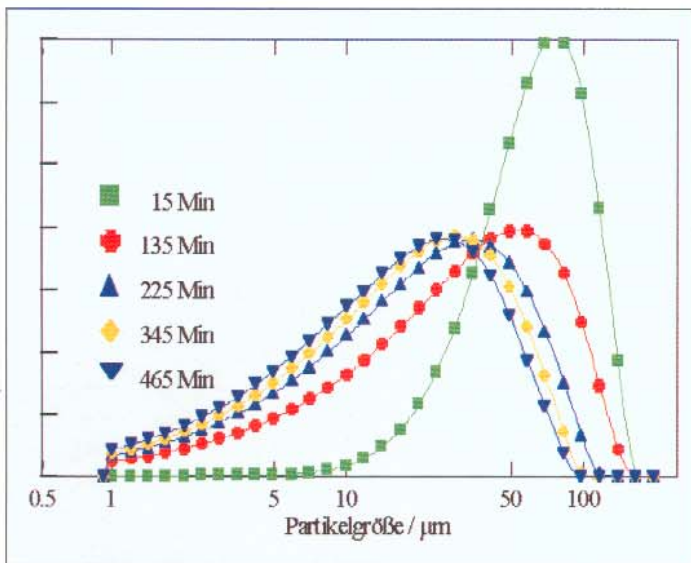
Einsatz bei Temperaturen derzeit bis zu 150 °C und bei Drücken bis 40 bar abgedeckt.

Die bewährte Konstruktion des OPUS-Sensors als Durchflußküvette, die im Bypass zur Prozeßleitung montiert wird, ist durch die OPUS-Sonde, die direkt in die Prozeßleitung oder einen Reaktionsbehälter integriert werden kann, zu einem echten Inline-Prozeßmeßgerät erweitert worden.

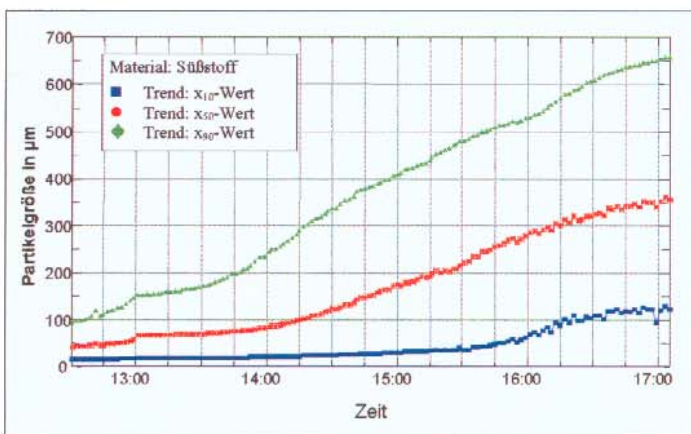
Abbildung 1 zeigt beispielhaft den Einbau der OPUS-Sonde in eine Prozeßleitung. Für die Leitungsführung gibt es dabei keine einschränkenden Vorgaben.

Mit der OPUS-Sonde können Prozeßanwendungen in Rohrleitungen oder Batches bis zu mehr als zwei Metern In-

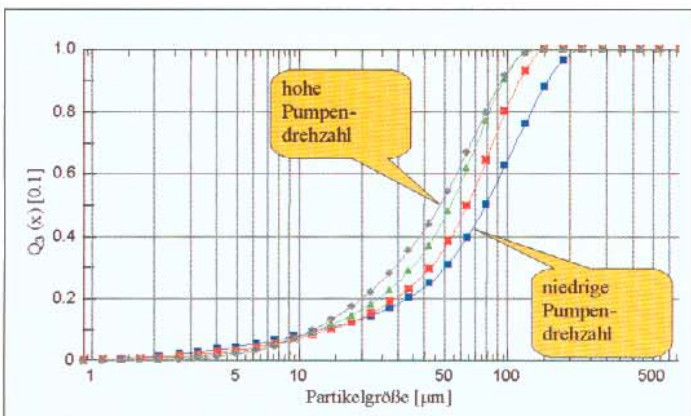
*A. Pankewitz, H. Geers, S. Röthele, Sympatec GmbH, Burgstätter Straße 6, 38678 Clausthal-Zellerfeld.



2 Ultraschalldetektierter Mahlfortschritt.



3 Ultraschalldetektierter Kristallisationsverlauf.



4 Ultraschalldetektierter Dispergiergrad

stallationstiefe ebenso realisiert werden, wie Applikationen in einem einfachen Laborgefäß. An die im Prozeß vorhandene Feststoffkonzentration läßt sich die Lauflänge der Ultraschallwellen durch

Variation des Abstandes zwischen Ultraschallsender und Empfänger und der damit verbundenen Auto-Justage-Funktion optimal anpassen.

Installation

Die Installation ist als Ein-Flansch-Lösung in Prozeßleitungen oder Reaktionsbehältern ab 150mm Durchmesser vorbereitet. Durch Tausch eines ca. 500mm langen Rohrstückes der Prozeßleitung ist die Installation der OPUS-Sonde in kürzester Zeit zu realisieren.

Bei kleineren Querschnitten, bei denen eine Aufweitung des Leitungsdurchmessers zur Integration der OPUS-Sonde nicht möglich ist, kann OPUS im Bypass auch als Durchflußküvette adaptiert werden. Die Spannungsversorgung erfolgt über einen 24-Volt-Anschluß. Die Kommunikation mit einem zur Auswertung der Meßsignale benutzten Computer (PC) wird über bis zu zwei Kilometer lange Lichtleiterkabel gewährleistet. Die OPUS-Sonde ist auch im Ex-Bereich einsetzbar.

Software

Als Mitglied der Sympatec Sensorenfamilie ist OPUS modular in die bewährte, datenbankgestützte Sympatec WINDOX®-Software integriert. Alle zur Ausführung von Meßroutinen gewünschten Programmfunktionen sind per Mausklick abrufbar. Die grafische und tabellarische Präsentation der Meßergebnisse läßt sich einfach nutzerspezifisch anpassen. Durch die Datenbankunterstützung ist der Aufbau eines QS-Instruments routinemäßig angelegt. Die Windox-Software ist voll multitasking- und netzwerkfähig und kann validiert werden. Durch den Vergleich der aktuellen mit der im Prozeß angestrebten Partikelgrößenverteilung läßt sich mit Hilfe einer zusätzlichen speicher-programmierbaren Steuerung (SPS) eine leistungsfähige Prozeßsteuerung oder Prozeßregelung aufbauen.

Applikationen

Die umfangreichen Erfahrungen mit OPUS haben gezeigt, daß sich insbesondere Mahlkreisläufe, Kristallisationsprozesse, Polymerisationskontrolle und Fällungsreaktionen optimal überwachen lassen.

Abbildung 2 zeigt den mit OPUS detektierten Mahlfortschritt am Beispiel einer hochkonzentrierten NE-Metall-Suspension als logarithmische Dichteverteilung.

Abbildung 3 zeigt den mit OPUS überwachten Verlauf einer Kühlungskristallisation von Süßstoff in einem weiten Feststoffkonzentrationsbereich (0 bis 40 Vol.%) als Trend der x_{10} -, x_{50} - und x_{90} -Werte über einen Zeitraum von mehr als vier Stunden.

Als weiteres Applikationsbeispiel präsentiert Abbildung 4 die Online-Kontrolle des Dispergiergrades einer Emulsion als Summenverteilung.

Fazit

Es hat sich gezeigt, daß sich das auf der Ultraschall-extinktion basierende OPUS-System durch seine im Vergleich zu lichtoptischen Verfahren hohe Informationstiefe für die Partikelgrößenanalyse in hochkonzentrierten Suspensionen und Emulsionen optimal eignet. Es leistet damit einen bedeutenden Beitrag zur Steuerung von Produktionsprozessen.

Durch die OPUS-Sonde ist das hochgenaue Analysesystem jetzt auch direkt in Prozeßleitungen und Produktionsbehälter integrierbar.