
Stephan Röthele

On-line-Partikelgrößenanalyse

Produkte, die der Fachmann als Partikelkollektive oder disperse Materie bezeichnet und deren Qualität man mit der Feststellung der Partikelgrößenverteilung charakterisiert, sind z. B. Lebensmittel wie Mehl, Kaffee oder Kakaopulver, mineralische Rohstoffe wie Zement oder Kalkstein, zahlreiche Grundstoffe der Chemie und Pharmazie usw. Insgesamt kennt man weltweit ca. 40 000 verschiedene Produkte in disperser Erscheinungsform.

Die klassische Partikelmeßtechnik zur Charakterisierung solcher Produkte hat sich seit mehr als 50 Jahren entwickelt und in der Bundesrepublik in den letzten 30 Jahren insbesondere im Bereich der Qualitätskontrolle im Labor (auch „off-line“ genannt) eine starke Ausprägung erfahren.

Während mit den früheren Verfahren bei der Analyse von Partikeln um 1/1000 mm (= 1 µm) Analysenzeiten von bis zu 60 Stunden üblich waren, erledigt man heute mit halbautomatischen Geräten die gleiche Aufgabenstellung einschließlich der Präparation in knapp einem halben Tag, günstigenfalls in einer Stunde, wenn man moderne, sogenannte Laser-Beugungsmethoden im Labor einsetzt. Dieser Zeitbedarf führt in der Regel dazu, daß man die wichtige Qualitätsinformation erst lange nach der Produktion im Herstellungsbetrieb zur Verfügung hat. Im Tagesgeschäft hat man dann die unbefriedigende Wahl, eventuelle Qualitäts einschränkungen mit Preisabschlägen oder Zusatzkosten für Produktionskorrekturen in Kauf zu nehmen.

Zur On-line-Analyse von Partikelgrößenverteilungen mit dem Ziel der Echtzeit-Qualitätskontrolle, Produktionssteuerung oder Prozeß-Regelung muß man den Minuten-Bereich beherrschen. Dabei sind eine Reihe von Teilschritten abgestimmt hintereinander bzw. parallel auszuführen. In der Regel sind Messungen im Produktionsprozeß nicht direkt möglich, so daß eine vollständige On-line-Messung folgende Teilschritte umfaßt: Probenahme, Probenteilung, Meßbereichsbegrenzung, Konzentrationsanpassung, Dispergierung, schnelle Messung, mathematische Auswertung, Datenverdichtung, Optimierungsstrategie, Streckenmodellierung, Informationsvernetzung.

33

Die ersten fünf Schritte dienen dabei ausschließlich 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.

Bisherige Lösungsansätze Dritter konzentrieren sich auf einzelne Teilaspekte wie z. B. die schnelle Messung und Auswertung mittels Laser-Beugung und vernachlässigen die problemorientierte, verfahrenstechnische Einbindung. Dies führt unvermeidlich dazu, daß der hochgenauen, schnellen Messung keine adäquat genauen Proben zur Verfügung stehen und die Ableitung von Regel- bzw. Prozeßsteuergrößen nur zufällig, überwiegend aber jedoch nicht gelingt.

Während vergleichbare Entwicklungen in USA, Großbritannien und Frankreich aus den klassischen Meßtechnik-Branchen bzw. aus der Laser-Verwertung entstanden sind und damit die verfahrenstechnische Aufgabenstellung von vornherein methodisch eher ausgegrenzt war, überwindet unsere Lösung im Rahmen des Technologie-Transfers die interdisziplinären Hürden, da sie aus dem potentiellen verfahrenstechnischen Anwendungsbereich selbst kommt und insbesondere die Partikeltechnik mit einem großen Know-how-Reservoir eingebunden ist. Die hochmoderne Meßtechnik und vor- bzw. nachgeschaltete Probenahme- bzw. Elektronikperipherie werden dadurch Mittel zum Zweck verfahrenstechnischer Aufgabenstellungen.

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 Aufgabenkatalog. Deshalb kann Streckenmodellierung heute auch bedeuten, daß der Betriebsmeister, als intimer Kenner der Produktionsanlage, weiß, bei welchen Ergebnissen er an welchem Rad wieviel bzw. wie wenig in die eine oder andere Richtung drehen muß. Der Unterschied zur 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 techni-

34

schen Mitteln vollzogen. Für eine Automatisierung mit reproduzierbarem Zeitverhalten ist dies sicherlich die attraktivste Anwendungsform der On-line-Partikelgrößenanalyse.

Die neuen Geräte, mit denen On-line-Partikelgrößenanalyse beispielsweise bei trockenen Produktions-Verfahren ausgeführt werden kann, sollen kurz vorgestellt werden.

Als Grundoperation wird ein Mahl-Sicht-Kreislauf, also eine Kombination aus einer Zerkleinerungsmaschine mit einem Windsichter angenommen, aus dem hinter einem Fallschacht die Analysenprobe zu entnehmen ist. Dies gelingt mit dem als ROPRON bezeichneten Produktionsprobenehmer und In-stream Probenteiler. Dieses Gerät ist so konzipiert, daß es die ersten drei Teilschritte in einer Baueinheit ausführen kann.

Das Gerät wird in den erwähnten Fallschacht eingeflanscht, und der gesamte Produktstrom durchläuft die drei Baustufen, die zur Probenahme, Probenteilung und Meßbereichs-Begrenzung hintereinander montiert werden.

Durch die zweistufige Probenteilung gelingt eine zuverlässige Reduzierung aus dem Tonnen- in den Grammbereich. Die so aus dem Produktstrom ausgekoppelte Analysenprobe wird zu dem nächsten Gerät weitergeleitet.

Das Dosier- und Dispergiersystem RODOS verwirklicht die Konzentrationsanpassung an das nachfolgende Meßgerät und die trockene Dispergierung in zwei Stufen.

Hohe Schergeschwindigkeiten in einem Ringspalt bewirken eine schonende, gezielte Vereinzelnung der Partikel. In der zweiten Stufe wird der Gas-Feststoff-Strahl über eine Prallflächenkaskade geführt, wobei mit gezielten Wandkontakten auch die kleinsten Partikel um etwa 1/1000 Millimeter dispergiert, d. h. voneinander getrennt werden.

Danach verläßt das Gas-Feststoff-Gemisch das Dispergiergerät als meßfähiger Freistrah, in dem alle Partikel als Einzeltellchen enthalten sind. Dieser Freistrah wird direkt durch die Meßzone eines geeigneten schnellen optischen Analysengerätes geblasen.

Mit RODOS ist es zum ersten Mal gelungen, die trockene Dispergierung für Partikel bis zu 1/1000 mm durchzuführen. Nur so gelingt für etwa 60 % der Produkte eine prozeßgerechte Bestimmung der Primärgrößenverteilung.

Das dazu passend entwickelte Laser-Beugungsgerät HELOS vereint die Teilschritte schnelle Messung und mathematische Auswertung.



Abb.: Trocken-Dispergiereinheit RODOS in Meßposition vor dem Laser-Beugungsgerät HELOS

Im Bild steht das Dispergiersystem RODOS vor der langen Bauart mit einem Meßbereich von bis zu 2 mm Partikelgröße. Die geöffnete rechte Seite gibt den Blick auf das optische Banksystem mit aufgesetztem Sensor frei.

Wenn der aus dem Dispergiersystem austretende Partikelfreistrah im Meßquerschnitt den Laserstrahl kreuzt, entstehen sogenannte Fraunhofer'sche Beugungs-Erscheinungen. Diese verändern die Lichtinformationen des Laserstrahls so, daß man daraus die Größenverteilung der im Freistrah enthaltenen Partikel berechnen kann.

Dazu werden die radialsymmetrischen Beugungsbilder von einem Multielementdetektor erfaßt, an ein leistungsfähiges Mikrocomputersystem übermittelt und von speziell für diese Aufgabenstellung entwickelten elektronischen Karten verarbeitet. Mit einer besonderen mathematischen Methode werden anschließend die Meßsignale zur Lösung eines komplexen Gleichungssystems softwaremäßig verarbeitet.

Daraus sind geeignete Qualitätskriterien wie größte Häufigkeit eines Partikelmerkmals und z. B. die Steigung der Summenkurve als Hinweis auf die gewünschte Breite des Kornspektrums ableitbar. Diese wiederum sind Schlüsselinformationen, um mit Produktions-Vergleichsdaten die Optimierungsstrategie zu entwickeln.

Am Ende erhält man dann Steuer- bzw. Regelinformationen, die mit den Grundoperationen zu verknüpfen sind. Speziell entwickelte Elektronik-karten, sogenannte Prozeßinterfaces, übernehmen die Umwandlung dieser Information in Signale und Botschaften, die das Prozeß-Leitsystem der Produktionsanlage verstehen und verarbeiten kann. Der Wirkungszyklus einer On-line-Partikelgrößenanalyse ist damit geschlossen.