

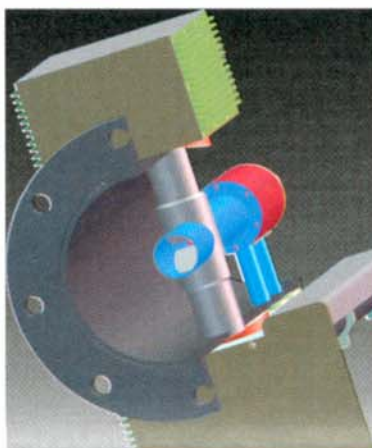
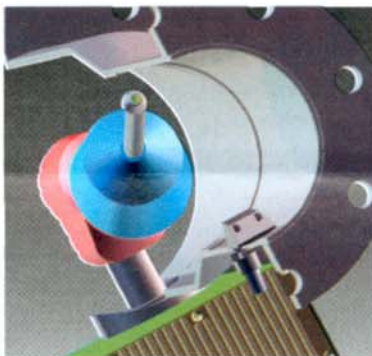
STEPHAN RÖTHELE UND MANFRED PUCKHABER*

In- und Online-Partikelgrößenanalyse

■ Für die In- und Online-Produktionssteuerung kann nun die Partikelgrößenverteilung uneingeschränkt eingesetzt werden. Dank eines neuartigen Probenahme-systems, in Kombination mit einem Partikelanalyse-Gerät, gelingt auch bei schwierigen Prozeßverhältnissen eine repräsentative Probenahme.

Die Partikelgrößenverteilung ist vielfach das entscheidende Maß für die Qualität eines Prozesses, wenn es um disperse Produkte geht. Dies kann man sich zunutze machen, indem man den Prozeß über die Partikelgrößenanalyse steuert, d.h. die Analyseergebnisse werden sofort in eingreifende Reaktionen umgesetzt, um den Prozeß in vorgegebenen Grenzen ablaufen zu lassen. Ein Trend in aussagekräftigen Meßwerten kann individuell mit einer Antwort belegt werden, angefangen mit einer einfachen, aber deutlichen Warnung bis hin zu einem direkten, au-

*S. Röthele und M. Puckhaber, Sympatec GmbH, System-Partikel-Technik, Burgstätter Straße 6, D-38678 Clausthal-Zellerfeld.



1 Prinzipdarstellung der In-Line-Probenahme und Partikelanalyse mittels Mytos und Twister.

tomatischen Eingriff über eine komplexe speicherprogrammierbare Steuerung (SPS).

Herausforderungen der In-Line-Technik

Im normalen industriellen Einsatz begegnet man zwangsläufig einer Reihe von Herausforderungen:

- Ohne Probenahme ist Partikelgrößenanalyse in trockenen Produktionsprozessen nur in Ausnahmefällen möglich. In der Regel muß eine Probe aus einem Rohr mit einem Durchsatz entnommen werden, der sehr viel höher ist, als für das Meßsystem benötigt wird.
- Die Probenahme muß repräsentativ

sein, um eine aussagekräftige Information über den Prozeß und nicht eine Zufallszahl zu erhalten. Aus demselben Grund ist eine kontinuierliche Probenahme dabei einer Stichprobenahme vorzuziehen.

- Die Probenvorbereitung muß sorgfältig und dem zu messenden Material angepaßt erfolgen. Die Probe ist reproduzierbar zu dispergieren, aber vor Einflüssen von außen zu schützen. Das gilt insbesondere auch in Druckleitungen oder bei höheren Prozeßtemperaturen, wo drastischer Druck- oder Temperaturabfall die Ergebnisse beeinflussen kann.

- Die Partikelgrößenanalyse muß überprüfbare Ergebnisse liefern. Das heißt, in der Anlage muß, etwa mittels Referenzmaterialien, die einwandfreie Funktion überprüft werden können. Das bedeutet aber auch, daß die Ergebnisse beispielsweise im Labor mit einem anderen System verifizierbar sein sollen.

- Nicht nur wegen eines hohen Produktpreises sollte die vermessene Probe im Prozeßstrom bleiben können, sondern auch Verschleiß- und Verschmutzungsaspekte sind im Prozeßrohr am besten zu beherrschen. Andererseits kann eine entnommene repräsentative Probe aber auch erwünscht sein, um für weitere Analysen darauf zurückgreifen zu können.

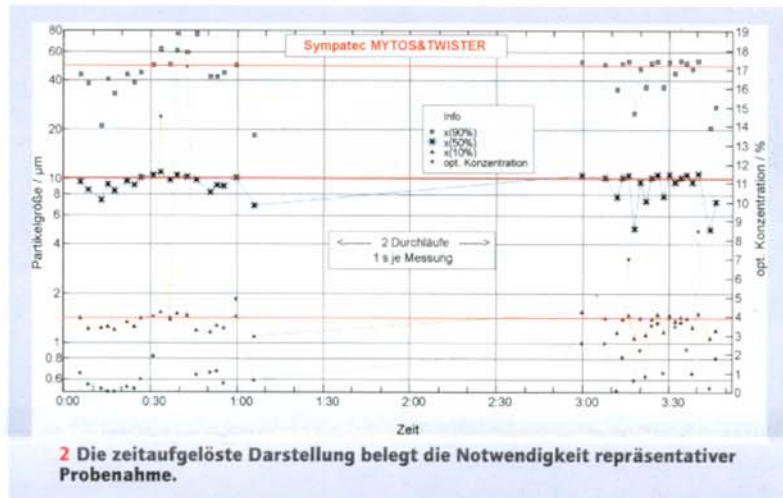
- Schließlich sollte die Analyse schnell und die Präsentation der Ergebnisse so sein, daß Konsequenzen sofort ergriffen werden können, z.B. auch durch eine benutzerunabhängige, automatische Reaktion.

Repräsentative Probenahme – auch bei Problemfällen

Nur wenn das Transportmedium eine gewisse Viskosität besitzt und sich das Material turbulent im Rohr bewegt, genügt eine einfache Sonde oder ein Wandauslaß zur Gewinnung einer repräsentativen Teilprobe. Gerade in gasförmigen Medien findet aber schon im Rohr eine Zufallsklassierung von Partikelfractionen statt.

Die Probenahme über ein rotierendes Kreissegment ist zwar repräsentativ, aber wegen des beschränkten Teilungsfaktors und des Funktionsprinzips nicht universell einsetzbar, da die entnommene Probenmenge abhängig vom Öffnungswinkel des Segments ist und die Entnahme in einem Fallrohr erfolgt [1].

Ein wesentlich flexibleres Einsatzspektrum erreicht man mit einer kleinen kreisförmigen Probenahmeöffnung, die über die gesamte Querschnittfläche des Prozeßrohres systematisch bewegt wird. Dank isokinetischer Absaugung ergibt



sich ein repräsentatives Bild des Partikelstromes, auch unter extremen Randbedingungen, etwa in Druckleitungen oder hinter Krümmern und sogar in schräg geführten Leitungen (Abb. 1). Zudem ist die Probenmenge auf einfachste Art über den Durchmesser der Entnahmeöffnung einzustellen.

Mit der Konstruktionslösung des Twister konnten diese Anforderungen ideal in die Realität umgesetzt werden. Auf einer Spiralbahn, deren Ursprung sich an der Rohrwand befindet, fährt das Entnahmerohr den Rohrquerschnitt ab. Die geschützte Start- und Parkposition ermöglicht partikelfreie Referenzmessungen und reduziert den Verschleiß auf die tatsächlichen Einsatzzeiten während der Rohrbeprobung. Die Projektionsflächenänderung auf der Spiralbahn

wird durch eine angepasste Rotationsgeschwindigkeit ausgeglichen [2], [3].

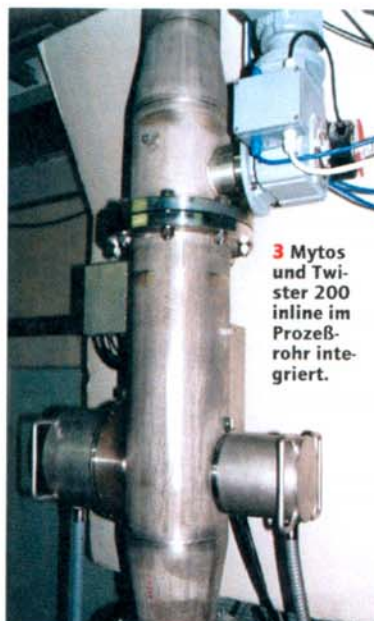
Da sich nur der Entnahmefinger im Rohr bewegt, sind die bewegten Massen klein. Zudem ist eine Fertigung der produktberührten Teile aus fast allen Materialien möglich. Die Verwendung eines Metallbalgs, gegen stärkeren Verschleiß geschützt von einer Kappe, ermöglicht den Einsatz auch unter Ex-Schutzbedingungen.

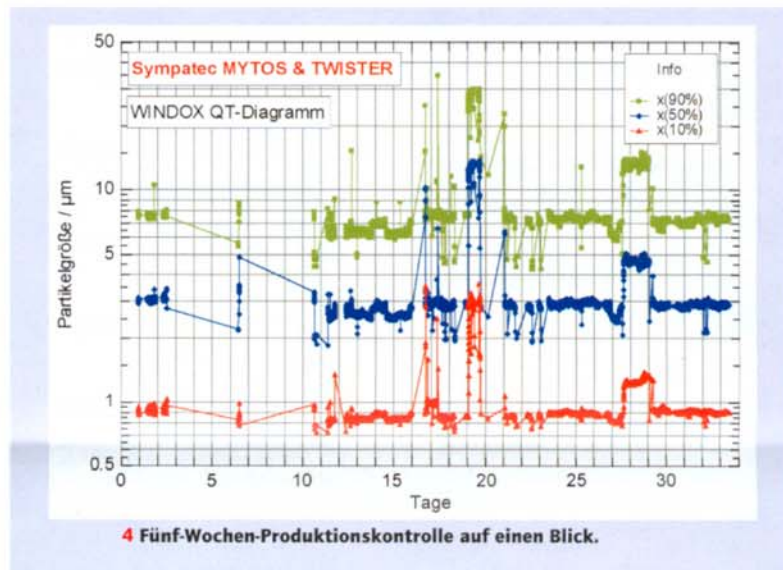
Die Installation erfolgt durch einen Flansch, an dem außen der Antrieb angebracht ist. Der Auslaß der entnommenen Probe befindet sich in der Rohrmitte, so daß es nahe liegt, den Sensor zur Partikelgrößenanalyse direkt nachgeschaltet im Symmetriezentrum zu installieren.

Wie wichtig die repräsentative Entnahme ist, zeigt Abbildung 2: Beim zweifachen Scannen des gesamten Querschnitts werden an den verschiedenen Positionen innerhalb des Rohres stark abweichende Partikelgrößenverteilungen festgestellt. Eine für die Prozeßsteuerung sinnvolle Interpretation einer hieraus zufällig ausgewählten Stichprobe ist praktisch ausgeschlossen. Erst die Integration ergibt die angestrebte repräsentative Information über den gesamten Partikelstrom.

Kombination mit einem Partikelanalyse-System

Das Partikelgrößenanalyse-Gerät Mytos kann dem Twister direkt im Prozeßrohr nachgeschaltet werden. Alternativ ist die Herausführung der entnommenen Probe außerhalb des Prozesses möglich. Letzteres bietet die Möglichkeit, die repräsentative Probe zu weiteren Analysen zu verwenden. Wenn Mytos im





Prozeßrohr integriert bleibt, kann dagegen die Probe direkt wieder in den Prozeßstrom eingeblassen werden.

Das Mytos ist ein Partikelgrößenanalyse-Gerät, das vom selben Hersteller stammt wie Twister. Das System arbeitet mit Trockendispergierung und besitzt die erforderlichen optischen Komponenten des klassischen Laserbeugungssensors Helos. Die schlanke Dispergierstrecke des bewährten Rodos ist direkt im Rohr, der He-Ne-Laser und die Fourier-Optik mit Strahlaufweitung, Linsensystem und Multielementdetektor mit Autofokuseinheit in zwei wartungsfreundliche, außenliegende Gehäuse integriert. Den Ansaugstrom für die isokinetische Probenahme erzeugt die Dispergierung, die den zu vermessenden Partikelstrom auch durch den Laserstrahl bläst. Ein Hüllstrom verhindert dabei eine Kontamination der optischen Komponenten.

Die Aufbereitung der Meßwerte erfolgt unter der datenbankbasierten Windox-Software, die mit der Menü-Technologie nicht nur einfache Bedienung sicherstellt, sondern auch leistungsfähige grafische und statistische Auswertefunktionen bereitstellt.

Beispiel-Installation

Eine der ersten industriellen Installationen bewährte sich in der Produktion von Polymeradditiven. Durch häufige Änderung des Produkts ist nicht nur die Qualitätssicherung bedeutsam, sondern auch das schnelle Erreichen der angestrebten Produktspezifikationen. Die In-

stallation erfolgte inline direkt nach einer Luftstrahlmühle (Abb. 3). Die Erfahrungen mit dem System sind durchweg positiv: nicht nur, daß die Meßeinrichtung zuverlässig und nahezu wartungsfrei arbeitet, auch die Ergebnisse spiegeln sehr genau die Produktionssituation wieder [4]. Hohe Reproduzierbarkeit und systemübergreifende Ergebnisvergleichbarkeit sind bemerkenswerte Eigenschaften. So konnten im Labor Ergebnisse mit einem Laserbeugungsspektrometer verifiziert werden, was für ein international an verschiedenen Standorten produzierendes Unternehmen von hoher Bedeutung ist. In Abbildung 4 sind die Ergebnisse der ersten fünf Wochen nach der Installation dargestellt, an denen man deutlich Ruhezeiten und Produktumstellungen erkennen kann.

Der Meßbereich von 0,5 bis 1750 µm erlaubt den Einsatz in Rohren von 50 bis 500 mm Durchmesser für nahezu alle trockenen Prozesse der mechanischen Verfahrenstechnik, Zerkleinern und Klassieren ebenso wie Granulieren und Mischen.

Auch Online-Betrieb möglich

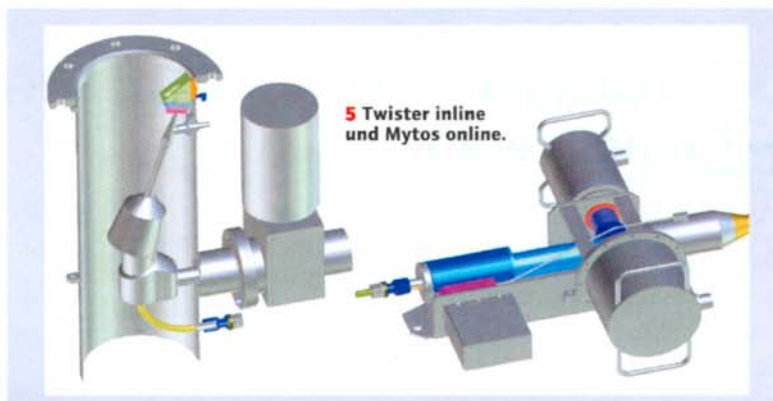
Eine modifizierte Installation zeigt Abbildung 5. Der Sensor des Mytos ist hierbei online, d.h. außerhalb des Prozeßrohrs angeordnet; die notwendige Einbauhöhe in der Prozeßleitung ist damit deutlich reduziert. Twister führt die entnommene Probe aus dem Prozeß heraus und mißt ihre Partikelgrößenverteilung im nachgeschalteten Mytos. Die reprä-

sentative Probe steht dann für weitere Analysen zur Verfügung. Eine derartige Installation eignet sich z.B. für die Analyse seltener Erden. Außer den hier aufgezeigten Anwendungen gibt es inzwischen Erfahrungen mit Zement, Gips, Metallpulvern, Mineralstoffen und anderen mehr.

Fazit

Nur mit repräsentativer Probenahme kann ein realistisches Bild von der Partikelgrößenverteilung eines trockenen Prozesses gewonnen werden. Das In-line-Partikelanalysesystem Mytos, kombiniert mit der neuartigen Probenahmetechnik des Twister, realisiert moderne In- und Online-Partikelgrößenanalyse. Verschiedene Installationen zeigen beispielhaft, daß diese Systemkombination den Anforderungen moderner Produktionsprozesse entspricht.

Überdies hat sich die Systemkombination Mytos und Twister für Produktionsanlagen in der Pharmazie bewährt. Die hier bedeutsamen GMP(Good Manufacturing Practice)-Regeln lassen sich in einfacher Weise erfüllen.



Literatur

- [1] S. Röthele, H. Naumann, U. Brandis: Online-Probenahme und Probeteilung – Prinzip und apparative Realisierung. 6. Fachtagung Granulometrie, Dresden (1989)
- [2] W. Witt, S. Röthele: Inline Laser Diffraction with Innovative Sampling. PARTEC 98, 7-European Symposium Particle Characterization, Preprints, 611-624 (1998)
- [3] W. Witt, S. Röthele, T. Hübner: Inline-Laserbeugung mit innovativer Probenahme. 1.

Chemnitzer Verfahrenstechnisches Colloquium, Chemnitz (1998)

- [4] M. Puckhaber, S. Röthele, W. Witt: Inline Laser Diffraction – Proven Particle Size Analysis in Industrial Environment. Powder Handling & Processing Vol. 10, No. 4, 416-421 (1998)

Weitere Informationen 308