

# Einsatz der Ultraschall Extinktion für die in-line Partikelgrößen-Messung von Pigmenten zur Regelung einer Rührwerkskugelmühle und Optimierung des Prozesses

Wolfgang F. Hess\*, Axel Pankewitz\*\*

## 1. Einführung

In der chemisch-pharmazeutischen, der keramischen oder der Farb- und Lack-Industrie werden häufig Materialien mit Feinheiten deutlich unter 1 µm eingesetzt. Dabei sind die Produkte durch hohe Homogenität, Löslichkeit oder Festigkeit gekennzeichnet. Diese Feinheit kann mittels Nassmahlung in Rührwerkskugelmühlen erreicht werden, da hierin hohe Leistungsdichten umgesetzt werden. Aus prinzipiellen Gründen besitzen solche Mühlen eine relativ niedrige Effektivität, sie arbeiten aber energetisch oft günstiger als alternative Zerkleinerungsmaschinen [1]. Zudem werden Nasszerkleinerungsverfahren dann bevorzugt, wenn die Produkte bereits nass vorliegen, nass weiter verarbeitet werden oder nur eine geringe Erwärmung erlauben. Bei trockener Verarbeitung könnten Förder- oder Dosierprobleme vorliegen und Staubemissionen evtl. problematisch sein.

Damit die gewünschte Produktqualität bei der Rührwerksmahlung erzeugt werden kann, müssen die Möglichkeiten zu deren Beeinflussung beachtet werden. Die Komplexität solch eines Prozesses wird durch die Liste der wesentlichen Einflussgrößen offensichtlich (Tab. 1).

1 Mühle und Mahlraum	Konstruktive Gestaltung, Anordnung der Bauteile; Werkstoffeigenschaften, wie Oberfläche, Härte; Eintrag und Austrag des Produkts
2 Rührelemente	Form und Abmessungen; Abstände der Elemente und zur Wand; Werkstoffeigenschaften; Drehzahl und Laufruhe
3 Mahlkörper	Form, Oberfläche, Größe und Gattierung; Werkstoffeigenschaften, wie Dichte, Härte; Füllungsgrad im Mahlraum
4 Mahlgut, Produkt	Partikelgröße und -form; zerkleinerungstechnische Stoffeigenschaften; Abrieb- und Temperaturfestigkeit; Zusammensetzung, Eigenschaften Suspension; Durchsatz, Verweilzeit; Enddispersität
5 Abtrennen Mahlgut / Mahlkörper	Prinzip der Trennvorrichtung, Trennfläche; bei Sieben: Art und Form, Porenweite und -form; Materialeigenschaften

Tab. 1 Wesentliche Einflussgrößen bei der Zerkleinerung in Rührwerkskugelmühlen

Die Einflussgrößen sind in zwei Kategorien aufteilbar:

- In die konstruktiven Parameter des Mahlraumes, wie die Gestaltung des Mahlraums, der Einbauten und der Mahlgut/ Mahlkörper-Trennvorrichtung und
  - in die Prozessparameter, wie Drehzahl des Rührers und Verweilzeit des Mahlgutes.
- Für die konstruktive Gestaltung des Mahlraumes und der Rühreinbauten liegen umfangreiche Erfahrungen von Forschung, Entwicklung und Praxis vor.

Das Prozessverhalten kann durch die Auswahl der Mahlkörper als hochfeste Mahlkugeln, deren Durchmesser, Gattierung und Füllgrad, durch den Volumenstrom der Suspension und durch die Rührerdrehzahl maßgeblich beeinflusst und optimiert werden [2], [3]. Für den Prozess sind die beiden letzten Einflussgrößen als Steuergrößen nutzbar, da sie während des Betriebs einstellbar sind.

\* Prof. Dr.-Ing. Wolfgang F. Hess, Institut für Verfahrenstechnik und Biotechnologie der Fachhochschule Flensburg, Kanzleistr. 91-93, D-24943 Flensburg

Tel.: 04 61 / 805 1262 Fax: 04 61 / 805 1300 E-Mail: [wolfgang.hess@fh-flensburg.de](mailto:wolfgang.hess@fh-flensburg.de)

\*\* Dipl.-Ing. Axel Pankewitz, Sympatec GmbH, Burgstätter Straße 6, D-38678 Clausenthal-Zellerfeld, Tel. 05 323 / 717-271 E-Mail: [apankewitz@sympatec.com](mailto:apankewitz@sympatec.com)

Diejenigen Größen, die für eine technische Beurteilung der Effektivität des Prozesses als ausreichend angesehen werden, sind in der Tab. 2 aufgelistet.

Der Energieaufwand bei der Mahlung wird durch Angabe spezifischer Werte beschrieben.	$W_V$ in $\text{J}/\text{cm}^3$ oder $E_M$ in $\text{kWh}/\text{t}$	Der Bezug auf das Volumen ist bei der Untersuchung von Einflüssen sinnvoll, derjenige auf die Masse für eine Beurteilung bei der Produktion.
Zur Kennzeichnung der Produktfeinheit werden mittlere Partikelgrößen genutzt, hierbei der oberflächenbezogene Wert $x_S$ , häufig wird auch der Medianwert $x_{50,3}$ eingesetzt.	$x_S$ in $\mu\text{m}$ $x_{50,3}$ in $\mu\text{m}$	Die spezifische Oberfläche $S_V$ kann aus der Partikelgrößen-Messung berechnet werden [4], mit $S_V = 6 \cdot \varphi / x_S$ dann auch der Wert von $x_S$ ; $x_{50,3}$ ist diejenige Partikelgröße, bei der $Q_3(x) = 50\%$ ist.
Mit der Energieausnutzung $\Delta S_V / W_V$ kann die Effektivität einer Mahlung pauschal beschrieben werden.	$\Delta S_V / W_V$ in $\text{cm}^2/\text{J}$	Die Energieausnutzung ergibt sich aus dem Verhältnis von Wirkung ( $\Delta S_V$ ) und Ursache ( $W_V$ ) bei der Mahlung.
Als Betriebsparameter können die Drehzahl des Rührers oder der Suspensionsvolumenstrom (die Verweilzeit) betrachtet werden.	$n$ in $\text{Min}^{-1}$ $u$ in $\text{m}/\text{sec}$ $\dot{V}_{\text{Susp}}$ in $\text{l}/\text{h}$	Durch Einstellen der Drehzahl $n$ bzw. der Rührer-Umfangsgeschwindigkeit $u$ ist es möglich, den Betrieb der Anlage zu optimieren.

Tab. 2 Erklärung technisch relevanter Betriebs- und Produktdaten  
(Anm.: Eine Liste der Formelzeichen befindet sich am Ende des Beitrags.)

Das Ziel dieser Arbeit war es, einen Rührwerksmahlprozess als konkretes Beispiel der Feinstmahlung von anorganischen Pigmenten mit einer Labor-Rührwerksmühle zu untersuchen. Dabei konnte der Prozess mittels einer in-line Partikelgrößen-Messung laufend bewertet und durch Nachstellen von Betriebswerten während des Prozesses gesteuert werden. Durch Aufstellen von Regelungsparametern sollte dann der zeitliche Ablauf des Mahlvorgangs im Rechner simuliert werden.

Für die Vorgehensweise bei der Auslegung und Dimensionierung der Regelung wird eine experimentelle Analyse gewählt. Für die eingesetzte Labor-Rührwerkskugelmühle können dann, während des Prozesses, aus der mathematischen Beschreibung des Zusammenhangs zwischen Eingangs- und Ausgangsgrößen (der Drehzahl  $n$  und Änderung der spezifischen Oberfläche  $\Delta S_V$ ), Regelstreckenmodelle abgeleitet werden. Die einzelnen Arbeitsschritte sollen hier nur prinzipiell beschrieben werden; die Methode, die Auswertgleichungen und der Weg zur Ermittlung der Kennwerte sind in dem Handbuch von Lutz und Wendt [5] detailliert beschrieben.

Die Kennwerte der Regelkreiselemente und die Struktur des Reglers werden bei Aufschaltung von Testfunktionen aus den Antwortfunktionen ermittelt, wobei die Funktionen als technische Signale vorliegen. Der Vorgang gliedert sich in die Teilschritte:

1. Aufschalten der Testfunktion als Sprung der Drehzahl im Arbeitsbereich, Messen der Antwortfunktion als Partikelgrößenverteilung und daraus Bestimmen der spezifischen Oberfläche,
2. Auswertung von Test- und Antwortfunktion, dabei Festlegen eines allgemeinen Modells für das Regelkreiselement und Ermitteln der Kennwerte hierfür. Durch Vergleich mit Sprungantworten von bekannten Übertragungselementen wird die Struktur des zu identifizierenden Übertragungselements bestimmt.
3. Berechnen der Kennwerte als Koeffizienten eines parametrischen Modells.

## 2. Konzept des Laborversuchs, in-line Messtechnik

Als Mahlgut wird ein anorganisches gelbes Pigment eingesetzt [6]. Bisher wurde das Pigment in der letzten Prozess-Stufe in einer Hochgeschwindigkeits-Prallmühle trocken gemahlen, dies wird als Mikronisierung bezeichnet. Die zugehörige Partikelgrößenverteilung war aus Messungen mit einem Laserbeugungs-Messverfahren [7] bekannt, vor und nach der Mikronisierung in Abb.1 als Grafik und durch REM-Aufnahmen [8] präsentiert. Da man das Pigment u.a. zum Einfärben von Zement nass verarbeitet, wird z.Zt. überlegt, den Prozess in eine Rührwerkskugelmühle zu verlagern. Deswegen wurde das Pigment in einer Labor-Rührwerkskugelmühle in VE-Wasser gemahlen.

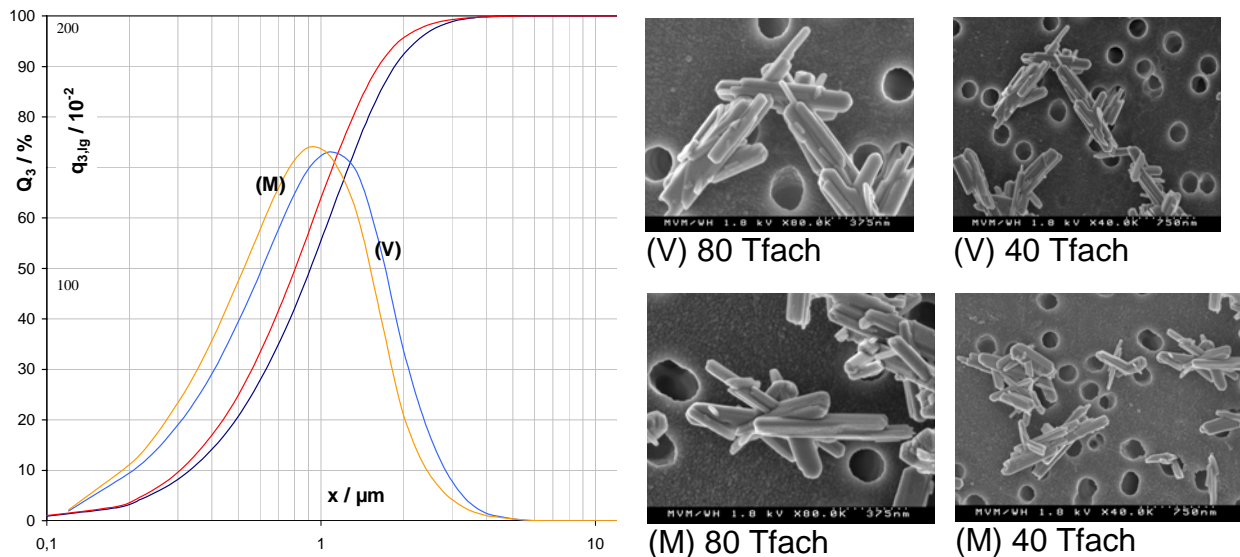
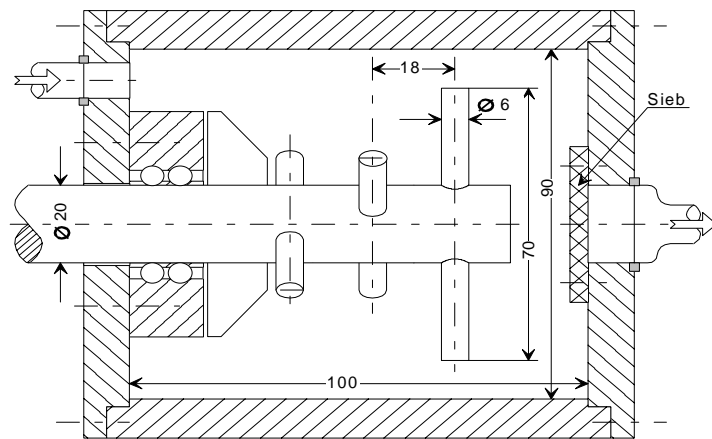


Abb. 1 Partikelgrößen-Verteilungen und REM-Aufnahmen des eingesetzten Pigments, vor (V) und nach (M) der Mikronisierung



Der zylindrische, horizontal angeordnete Mahlraum der Labor-Rührwerkskugelmühle besteht aus Stahl und hat netto 0,5 l Volumen, s. Abb. 2; Zusammenstellung der Daten, siehe Tab. 3.

Abb. 2 Schematische Darstellung des Mahlraumes mit Rührerwelle (Maße in mm)

Das Rührwerk ist eine 20 mm Welle, an der drei zylindrische, jeweils um 60° gegeneinander versetzte Rührstifte angebracht sind und dieses mit einer handelsüblichen Bohrmaschine bei Drehzahlen von 150 bis 2.000  $\text{Min}^{-1}$  stufenlos einstellbar angetrieben wird. Der Mahlraum wurde mit hochfesten, etwa 0,7 mm großen SAZ-Mahlperlen gefüllt

Mahlraum; Füllgrad	$V_M; \varphi$	0,5 l; 0,6 – 0,8	Rührerdurchmesser	$d_2$	0,07 mm
Mahlkörper SAZ-Perlen	$d_{MK}$	0,6 - 0,8 mm	Antriebsleistung	$P_2$	0,75 kW
Schüttdichte Mahlkörper	$\rho_{MK}$	2,43 kg/l	Antriebsdrehzahl bis	$n$	2.000 $\text{Min}^{-1}$

Tab. 3 Daten der Versuchsvorrichtung

Oben am linken Stirndeckel wird die Suspension zugeführt. Austreten kann sie am anderen Ende im Zentrum durch ein Sieb, das die Mahlkugeln in der Mühle zurückhält. Alle Bauteile waren aus Niro-Stahl gefertigt; auch nach längerem Betrieb war kein Verschleiß an den Bauteilen feststellbar. Die Mühle wurde in einem Temperaturbereich betrieben, in dem keine Änderung der zerkleinerungstechnischen Stoffeigenschaften des Pigments zu erwarten war; somit konnte auf Kühlung verzichtet werden.

Den Versuchsaufbau zeigt die Abb. 3 in den zwei eingesetzten Versionen:

In der ersten Gruppe der Versuche, hier als „Recycling-batch“-Betriebsweise gekennzeichnet, wird ein stetiger Volumenstrom der Rohsuspension mit der Schlauchpumpe P1 aus dem Vorratsbehälter B1 in die Mühle gepumpt, strömt von dort aus durch das inline Partikelgrößen-Messgerät OPUS [7] und in denselben Behälter zurück. Hier wird der vorgemahlene Anteil intensiv mit der restlichen Rohsuspension vermischt und wieder der Mühle zugeführt. Das OPUS-Messgerät am Ausfluss der Mühle ermittelt dort laufend die aktuelle Partikelgrößenverteilung in der austretenden Suspension. Um eine Entmischung in den Verbindungen zu vermeiden, wurden alle Verbindungsschläuche kurz gehalten und hierfür ein geringer Durchmesser gewählt.

In der zweiten Gruppe der Versuche wurde der Vorratsbehälter mit der Rohsuspension leer gefahren und das gemahlene Pigment im Behälter B2 als Fertigprodukt gesammelt. Diese Betriebsweise wird hier als „kontinuierlich“ bezeichnet.

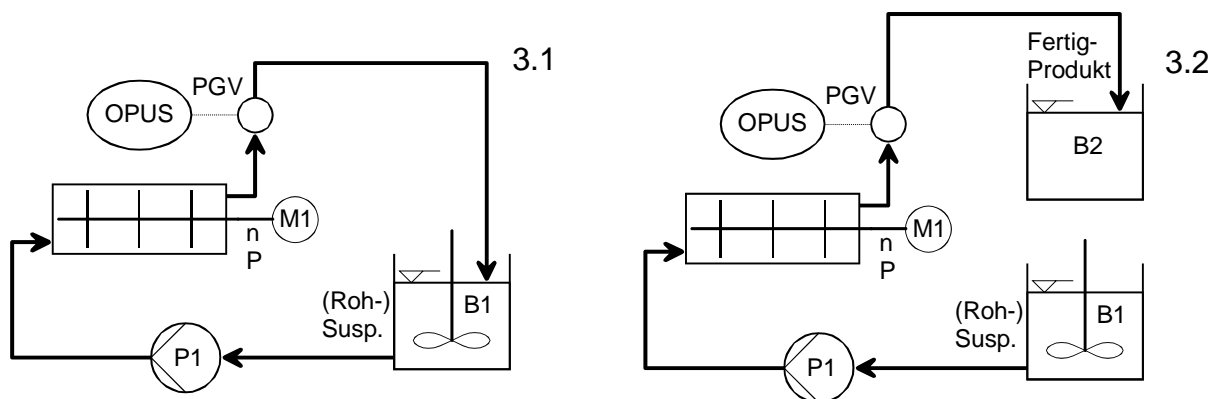


Abb. 3 Versuchsaufbau 3.1 Recycling-batch, 3.2 Kontinuierliche Betriebsweise

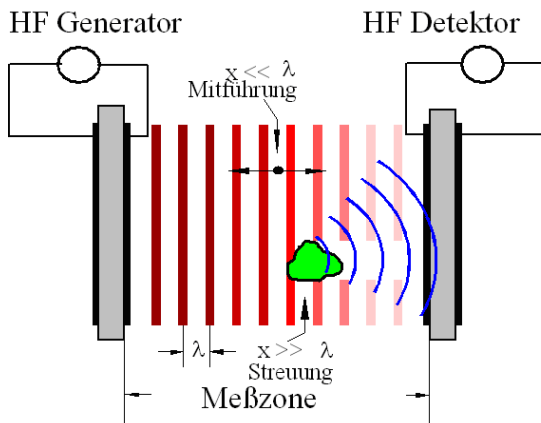


In der Abb. 4 ist der Arbeitsplatz mit der Versuchsvorrichtung und dem OPUS Partikelgrößen-Messgerät sowie der Auswerte-Einheit für die Versuchsdaten gezeigt.

Abb. 4  
Labor-Arbeitsplatz mit Versuchsvorrichtung

Die Partikelgrößenanalyse wurde mit einem Ultraschallspektroskopie-Verfahren, dem OPUS-Gerät der Fa. Sympatec, durchgeführt [7]. Die primäre Messinformation ist hierbei die frequenzabhängige Extinktion des Signals, aus der sich die Größenverteilung von Partikeln in Suspensionen (und auch in Emulsionen) errechnen lässt [9].

Mit Ultraschall ist es möglich, die Informationen aus dem gesamt durchstrahlten Volumen der Suspension zu verwenden. Ultraschall bietet eine Reihe von Vorteilen: So sind Analysen an Suspensionen sehr schnell (d.h. in-line) und bei hoher Konzentration (bis zu 70 Vol%) möglich. Auf dieser Basis existieren inzwischen robuste Sensoren, die auch bei den in technischen Prozessen üblichen Drücken und Temperaturen sicher funktionieren.



Das Messprinzip zur Bestimmung der frequenzabhängigen Ultraschall-Extinktion ist in Abb. 5 gezeigt.

Abb. 5:  
Prinzip-Darstellung der Ultraschall-Extinktion [10]

Hierbei ist ein elektrischer Hochfrequenz (HF)-Generator mit einem piezoelektrischen Wandler für das Ultraschallsignal verbunden. Die Ultraschallwellen werden in die Suspension eingekoppelt und treten dort mit den Partikeln in Wechselwirkung. Die Art der Wechselwirkung ist vom Verhältnis der Partikelgröße  $x$  und der Wellenlänge  $\lambda$  abhängig und führt zu einer frequenzabhängigen Schwächung des Signals. Nach dem Durchlaufen der Meßzone werden die Wellen von einem zweiten Wandler mit einem HF-Empfänger detektiert. Die Extinktion wird dann aus dem Verhältnis der Signalamplituden auf der Empfänger- und auf der Generatorseite berechnet.

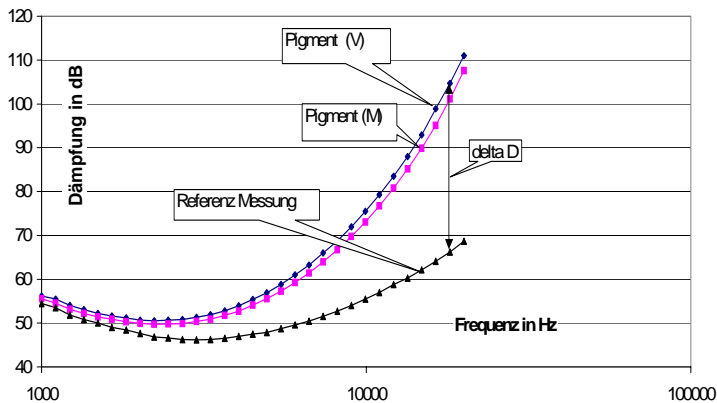
Zur Auswertung eines durch Extinktion verursachten Ultraschall-Dämpfungsspektrums sind zwei Ansätze möglich: Beim theoretischen Ansatz werden umfangreiche Stoffdaten benötigt, die häufig schwer bzw. nicht vollständig zugänglich sind. Eine Alternative hierzu ist der zweite Ansatz, bei dem die Extinktionsfunktion aus der Wechselwirkung der Partikeln mit den Ultraschallwellen berechnet wird; hierfür werden real gemessene Dämpfungsspektren der Partikelgrößen-Verteilungen des Produkts genutzt. Als weitere Information gehen die Partikelgrößen-Verteilungen ein, gemessen mit einem Referenzverfahren, z.B. der Laserbeugung. Aus diesen Informationen wird dann mit einer speziellen Software die Extinktionsfunktion für das Produkt berechnet. Ist diese einmal bestimmt, ist sie für alle Analysen dieses Materials innerhalb dieses Bereichs gültig.

Für die eigentliche Partikelgrößenanalyse mit OPUS wird zunächst das Dämpfungsspektrum des Suspensions-Fluids ohne die Partikeln als Referenzmessung aufgenommen. Anschließend erfolgt die Normalmessung, bei der die Partikeln in der Suspension enthalten sind. Die technischen Daten des OPUS-Systems sind in Tab. 4 aufgelistet.

Messbereich	0,01 $\mu\text{m}$ bis 3000 $\mu\text{m}$ bei 31 Größenklassen
Länge der Sonde	330 bis 3.500 mm
Konzentration in der Dispersion	1 bis 70 Vol% geeignet für Suspensionen, Emulsionen
Druck, Temperatur, pH Bereich	Prozesse bei 0 bis 40 bar, 0 bis 120°C, pH 1 bis 14
Probenkopplung	FT-Adapter für Rohre bis DN 25, SB-Rack für at-line Einsatz

Tab. 4 Daten des Opus-Messgeräts, Fa. Sympatec [7]

Die Versuche wurden mit der Windox-Software der Fa. Sympatec ausgewertet. Alle zur Ausführung von Messroutinen gewünschten Programmfunktionen sind Menü geführt und per Mausklick abrufbar. Die grafische Auswertung der Messergebnisse erfolgt über die Verteilungsgrafiken, die Protokollierung tabellarisch. Durch die Datenbankunterstützung ist der Aufbau als Instrument zur Qualitätskontrolle routinemäßig angelegt. Die Software ist voll multitasking und netzwerkfähig. Der Signalverlauf für das anorganische Pigment wurde bei einem kontinuierlichen Volumenstrom von 7,5 l/h durch das Messgerät ermittelt.



Die Schallgeschwindigkeit im Dispergiermittel VE-Wasser ergab bei ca. 20°C 1.440 m/s. Es wurden 1. bei reiner Flüssigkeit eine Referenzmessung und 2. die Messkurven mit dem Pigment aufgenommen. Bei der Definition des Frequenzbereichs wird für die Kurven eine sog. „Badwanneform“ erwartet. Dabei muss ein ausreichender Abstand delta D zwischen der Referenz- und der Messkurve bestehen (Abb. 6).

Abb. 6 Signalverlauf für die Pigment-Suspension vor (V) und nach (M) der Mikronisierung mit Referenz-Messung

Die Auswertung dieser Einstellungen als Ultraschall-Messung (OPUS) und der Vergleich mit der Laserbeugungsanalyse (HelosR) des Pigments vor (V) und nach (M) der Mikronisierung ergab gut vergleichbare Werte für die Partikelgrößen (Tab. 5). Bei Wiederholungsmessungen lag die Abweichung jeweils unter 2 %.

	$x_{10} / \mu\text{m}$	$x_{16} / \mu\text{m}$	$x_{50} / \mu\text{m}$	$x_{84} / \mu\text{m}$	$x_{90} / \mu\text{m}$	$x_{99} / \mu\text{m}$
OPUS V	0,27	0,38	0,91	1,50	1,65	2,07
HelosR V	0,35	0,43	0,90	1,69	1,96	2,98
OPUS M	0,26	0,36	0,83	1,38	1,52	1,96
HelosR M	0,33	0,41	0,84	1,55	1,80	2,93

Tab. 5 Vergleich der Probemessungen des Pigments mittels OPUS und Helos

### 3. Experimentelle Ergebnisse

Unter Berücksichtigung der Untersuchungen von Palme [11] wurden Vorversuche mit der Zielsetzung durchgeführt, eine sinnvolle Reduzierung der zu variierenden Einflussgrößen und eine Abgrenzung der Bereiche in einem gewählten Arbeitsbereich durchzuführen. Dazu wurde zunächst der Einfluss der Rührer-Umfangsgeschwindigkeit, des Suspensionsvolumenstromes und der Feststoff-Volumenkonzentration auf die Qualität des Zerkleinerungsproduktes geprüft. Mit diesen Ergebnissen wurden geeignete Betriebsbedingungen für die dann folgenden Laborversuche festgelegt.

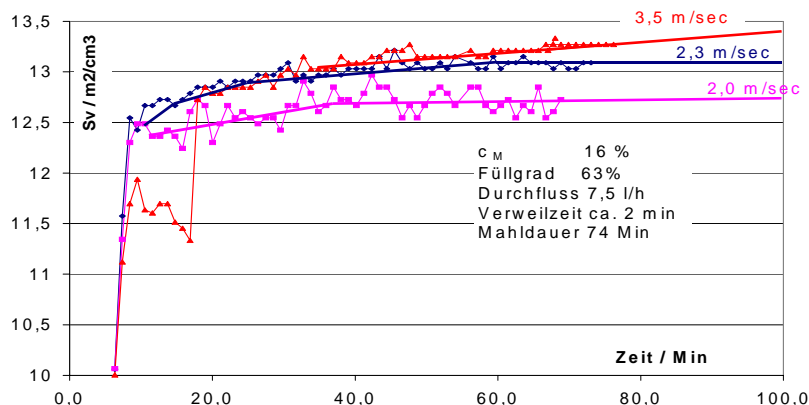
Für die Rahmenbedingungen aus der Konstruktion der Mühle und der Partikelgröße des zu mahlenden Pigments von  $x_{50,3}$  von  $0,91 \mu\text{m}$  ergab sich ein optimaler Mahlkörper-Durchmesser  $d_{\text{MK}} = 0,6$  bis  $0,8 \text{ mm}$  bei einem Füllgrad in der Mühle von  $\varphi_{\text{MK}} = 63 \%$  und einer Feststoffvolumenkonzentration  $c_V = 16 \%$  bei einem Suspensionsvolumenstrom  $\dot{V} = 7,5 \text{ l/h}$ . Hierfür konnte der Arbeitsbereich für die Umfangsgeschwindigkeit des Rührers eingegrenzt werden (Tab. 6).

Aufgabe	Partikelgröße $x_{50,3} = 0,91 \mu\text{m}$ vol.bez. spez. Oberfläche $S_V = 11,4 \text{ m}^2/\text{cm}^3$	
Mahlkugeln	Durchmesser $d_{\text{MK}} = 0,7 \text{ cm}$	
Rührwerksmahlung	Variationsbereich	gewählter Arbeitsbereich
Rührer-Umfangsgeschwindigkeit $u$	1,2 bis 5,2 m/s	1,4...5,1 m/s
Suspensionsvolumenstrom $\dot{V}$	3,5 bis 12,5 l/h	7,5 l/h
Mahlkugel-Füllgrad $\varphi_{\text{MK}}$	40 bis 80 %	63 %
Feststoffvolumenkonzentration $c_V$	5 bis 20 %	16 %

Tab. 6 Einflussgrößen mit Variationsbereich und gewähltem Arbeitsbereich

Innerhalb des Arbeitsbereichs wird nun das Zerkleinerungsergebnis der Rührwerkskugelmühle allein in Abhängigkeit von der Rührerdrehzahl beurteilt.

Zunächst wurde das statische Verhalten der Rührwerkskugelmühle im Recycling-batch Betrieb untersucht (s. Abb. 3).



Aus der Entwicklung der spezifischen Oberfläche bei zunehmender Mahldauer und für die gewählten Drehzahlen im Arbeitsbereich (Abb. 7) wird erkennbar, dass die Zerkleinerung in den ersten drei bis vier Minuten sehr effektiv ist, anschließend langsam ansteigt und sich innerhalb von 70 Minuten z.T. auf einen Endwert einstellt.

Abb. 7 Oberflächenveränderung über der Mahldauer bei Recycling-batch Betrieb und bei den Drehzahlen im Arbeitsbereich

Der Kurvenverlauf zeigt ein „unruhiges“ Verhalten, was durch Drehzahlschwankungen sowie durch einen Druckanstieg in der Rührwerkskugelmühle begründet sein kann. Zudem wurde jeder Einzelwert für die spezifische Oberfläche aus der Partikelgrößen-Verteilung berechnet und dieser reagiert sehr empfindlich auch auf geringe Änderungen im Feinen. Diese Oberflächenvergrößerung mit wachsender Mahldauer lässt sich für die Identifikation der Regelparmeter nutzen und damit das Streckenverhalten bestimmen.

Anschließend wurde das Zerkleinerungsergebnis der Rührwerkskugelmühle bei Variation der Umfangsgeschwindigkeit  $u$  des Rührers bei kontinuierlichem Betrieb beurteilt. In der Abb. 8 wird die Entwicklung der spezifischen Oberfläche während der ersten 20 Minuten Mahldauer über der Mahldauer bei drei als repräsentativ ausgewählten Werten von  $u$  im Arbeitsbereich gezeigt. Im Vergleich zum Recycling-batch Betrieb verändern sich die Werte nicht so stark, sie laufen auch hier jeweils auf einen Endwert hinaus.

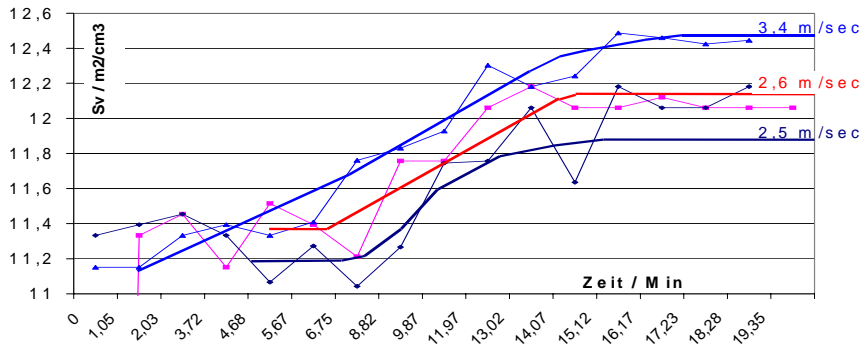


Abb. 8  
Oberflächenveränderung über der Mahldauer bei kontinuierlichem Betrieb und bei drei Drehzahlen im Arbeitsbereich

Trägt man nun die im Versuch erreichbaren Endwerte für die spezifische Oberfläche  $S_v$  für beide Betriebsarten in Abhängigkeit von der Rührer-Umfangsgeschwindigkeit auf, erhält man Abb. 9. Der Zuwachs an spezifischer Oberfläche  $\Delta S_v$  ist für die Beurteilung des Mahlprozesses wichtig und für jede Betriebsart ebenfalls gezeigt.

Es ergeben sich generell Verläufe, die sich in drei Bereiche einteilen lassen. Bei geringer Rührerdrehzahl werden die Mahlkörper für einen Zerkleinerungseffekt nicht ausreichend intensiv bewegt. Bei hoher Drehzahl verschlechtert sich die Mahlwirkung wieder. Der mittlere Bereich lässt sich aber für die weitere Auswertung nutzen.

Im Recycling-batch Betrieb und bei Variation der Rührer-Umfangsgeschwindigkeiten  $u$  von 1,4 bis 3,5 m/sec ist erkennbar, dass sich zwischen 1,6 und 2,8 m/sec ein annähernd linearer Bezug zwischen  $u$  und  $\Delta S_v$  approximieren lässt, der Arbeitspunkt soll sich bei dieser Betriebsart also innerhalb dieses Bereichs befinden.

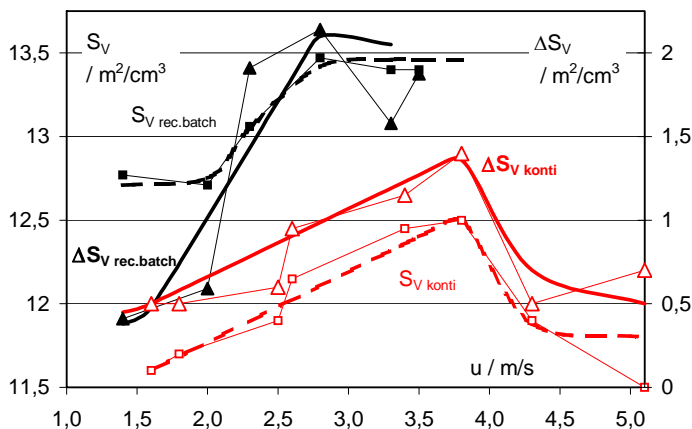


Abb. 9  
statische Kennlinie der Rührwerkskugelmühle  $S_v$  und  $\Delta S_v = f(u)$  bei recycling-batch und bei kontinuierlichem Betrieb der Mühle

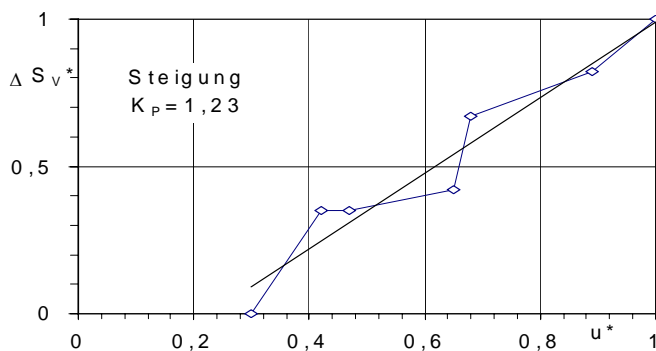
Bei kontinuierlichem Betrieb ergibt sich ein ähnlicher Verlauf, wobei die Endwerte der spezifischen Oberfläche erwartungsgemäß kleiner als beim Recycling-batch Betrieb ausfallen und der Effekt ungünstiger Mahlwirkung erst bei höheren Drehzahlen auftritt. Zwischen 1,6 m/s und 3,8 m/s stellt sich ein annähernd linearer Bezug zwischen  $u$  und  $\Delta S_v$  ein. Das bedeutet, dass für kontinuierlichen Betrieb der Arbeitspunkt in diesem Bereich liegen soll. Für die Auslegung der Regelung und Ableitung der Regelparameter wurde der kontinuierliche Betrieb simuliert; die Antwort auf einen Sprung in der Drehzahl muss dann in diesem Bereich aufgenommen werden.



#### 4. Simulation der Regelung des Prozesses am PC

Zum Entwurf einer Regelung wird bei der experimentellen Analyse das Modell einer Regelstrecke aus real gemessenen Ein- und Ausgangsgrößen ermittelt. Durch den hier erfolgten experimentellen Aufbau der Labor-Rührwerkskugelmühle können die Regelstreckenmodelle aus der mathematischen Beschreibung des gemessenen Zusammenhangs zwischen Eingangsgröße (Drehzahl  $n$ ) und Ausgangsgröße (spez. Oberflächenzuwachs  $\Delta S_V$ ) abgeleitet werden.

Für die kontinuierliche Fahrweise der Rührwerkskugelmühle und mit dem gemessenen Eingangs- und Ausgangsverhalten wird die statische Kennlinie der Regelstrecke abgeleitet. In dem etwa linearen Teil des Anstiegs von  $\Delta S_V = f(u)$  der Abb. 9 als Arbeitsbereich, wird die Streckenverstärkung  $K_P$  bestimmt. Der für  $K_P$  relevante Arbeitsbereich ist für die Rührer-Umfangsgeschwindigkeit  $u$  von 1,6 bis 3,8 m/s und für die Änderung der spezifischen Oberfläche  $\Delta S_V$  von 0,5 bis 1,4 m<sup>2</sup>/cm<sup>3</sup>. Um  $K_P$  zu bestimmen, wurden die Messwerte innerhalb des Arbeitsbereichs, wie in der Abb. 10 gezeigt, als normierte Darstellung aufgetragen. Die Größen des Regelungssystems sind hier auf charakteristische Werte bezogen und somit dimensionslos. Als charakteristische Größen werden im Allgemeinen Nenngrößen verwendet, gewählt wurden jeweils die oberen Grenzwerte des Arbeitsbereichs (gekennzeichnet mit \*).



Aus der Abb. 10 wurde mittels der linearen Regression die Steigung der Ausgleichs-Geraden bestimmt; diese ist gleich die Streckenverstärkung  $K_P$  der Regelstrecke. Es ergibt sich für  $K_P$  ein Wert von 1,23.

Abb. 10

Bestimmung der Streckenverstärkung  $K_P$  im Arbeitsbereich 1,6 bis 3,8 m/s und bei kontinuierlichem Betrieb

Bei der Analyse des dynamischen Verhaltens wird die Struktur der Regelstrecke im Arbeitspunkt ermittelt. Hierbei wird folgender Ansatz gemacht:

Die Anlage befindet sich im Ruhezustand, die Rührer-Umfangsgeschwindigkeit  $u$  ist Null und der Suspensionsvolumenstrom ist konstant auf 6 l/h eingestellt. Zum Zeitpunkt  $t = 0$  wird die Sprungeingangsfunktion  $u$  von Null auf 2,6 m/s erhöht, was dem Arbeitspunkt bei  $n = 1.000 \text{ Min}^{-1}$  entspricht. Der zeitliche Verlauf der Antwortfunktion als Ausgangsgröße  $\Delta S_V(t)$  wird gemessen. Dieser Vorgang ist in der Abb. 11 in der normierten Darstellung gezeigt; die gemessenen Werte wurden durch einen stetigen Kurvenverlauf approximiert. Die Messwerte von  $\Delta S_V(t)$  zeigen zuerst einen starken Anstieg und dann wieder eine schwache Reduzierung mit einem konstanten Endwert.

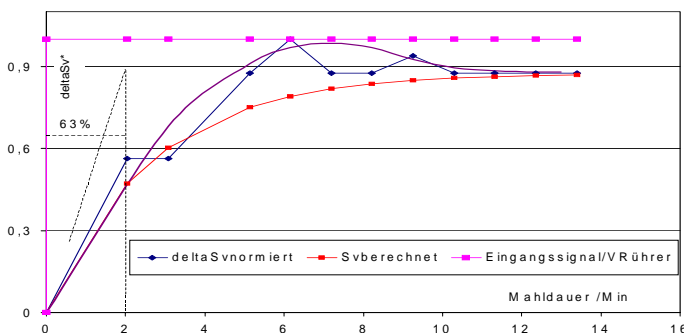


Abb. 11

Sprung  $u$  und Sprungantwort  $\Delta S_V^*$ , gemessene und berechneter Verlauf der Werte, Modell der Strecke

Eingangssignal Rührer:

$n = 1.000 \text{ Min}^{-1}$ ,  $u = 2,6 \text{ m/sec}$

Durchflussrate 6 l/h, Verweildauer 3 Min bei kontinuierlichem Betrieb

Durch Vergleich mit Sprungantworten von bekannten Übertragungselementen kann die Struktur des zu identifizierenden Übertragungselements (Strecke) bestimmt werden [5]. In diesem Fall steigt die Sprungantwort konstant an und läuft ohne Überschwingen auf einen Endwert zu. Das Übertragungselement setzt sich aus einem Proportionalteil  $P$  und einem Verzögerungsteil erster Ordnung  $T_1$  zusammen, ist also ein  $PT_1$ -Element.

Die Übertragungsfunktion für ein  $PT_1$ -Element (Strecke) wird beschrieben

durch: 
$$G(s) = \frac{K_P}{1 + T_1 \cdot s} \quad (\text{Gl. 1})$$

Mit dem Sprung

$x_e(t) = x_{e0} \cdot E(t)$  folgt die Antwortfunktion

$x_a(t) = K_P \cdot (1 - e^{-t/T_1}) \cdot x_{e0} \cdot E(t) \quad (\text{Gl. 2})$

Die Verzögerungszeitkonstante  $T_1$  kann durch Anlegen einer Tangente an die Antwortfunktion bei  $t = 0$  bestimmt werden. Der Schnittpunkt mit der Parallelen zur Zeitachse, bei dem  $x_a(t)$  den Endwert erreicht hat, wird auf die Zeitachse projiziert und die Zeitkonstante  $T_1$  dort abgelesen. Zur Ermittlung von  $T_1$  kann man auch diejenige Zeit ablesen, nach der die Funktion 63 % ihres Endwertes erreicht hat, was in der Abb. 11 ebenfalls eingezeichnet ist.

Die hieraus ermittelten Parameter des Übertragungselements der Strecke sind:

Proportionalverstärkung, aus der statischen Kennlinie (Abb. 10) ermittelt  $K_P = 1,23$

Verzögerungszeitkonstante, aus der Sprungantwort (Abb. 11) ermittelt  $T_1 = 2 \text{ Min.}$

Mit diesen Werten, eingesetzt in Gl. 2, errechnet sich der zeitliche Verlauf der Sprungantwort  $x_a(t)$  der Regelstrecke, hier bei kontinuierlicher Fahrweise.

Vergleicht man den berechneten und den gemessenen Kurvenverlauf in Abb. 11 miteinander, kann man feststellen, dass das ermittelte mathematische Modell den gemessenen Werten annähernd und ausreichend gut entspricht.

Nach der Strecke wird im Folgenden nun die Struktur des Reglers ermittelt.

Viele Regelstrecken der Verfahrenstechnik lassen sich gut durch ein Verzögerungselement 1. Ordnung mit der Streckenverstärkung  $K_P$  und die Verzögerungszeit  $T_1$  darstellen; das Verzögerungselement beschreibt dabei näherungsweise das Verhalten von Energie- oder Materiespeichern. Dies wird für den vorliegenden Fall der Regelung der Rührwerksmahlung auch angesetzt (s. Schema des Signalflussplans Abb. 12).

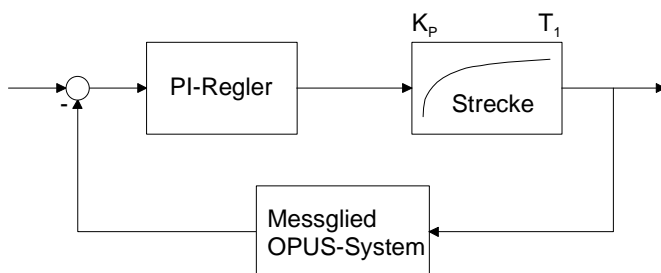


Abb. 12  
Signalflussplan

Sind die Daten der Regelstrecke bekannt, ergeben sich die optimalen Einstellwerte nach der T-Summen-Einstellung von Kuhn (siehe in [5]).

Die Dynamik solcher Regelstrecken kann mit der Summenzeitkonstanten  $T_{\text{Summe}}$  bewertet werden. Sie wird aus der gemessenen Sprungantwort abgeschätzt (s. Abb. 11), indem man in der Sprungantwortfunktion eine Parallele zur x-Achse solange verschiebt, bis zwei gleich große Flächen entstehen.

In dem vorliegenden Fall entspricht die Summenzeitkonstante der Verzögerungszeit  $T_{\text{Summe}} = T_1$ . Damit bei der Mahlung keine bleibende Regeldifferenz auftritt, muss der Regler einen Integralanteil haben, also als PI-Regler mit einer Streckenverstärkung  $K_R$  und einer Nachstellzeit  $T_N$  wirken.

Die Übertragungsfunktion  $G_R$  für einen PI-Regler wird beschrieben durch:

$$G_R(s) = K_R \left( 1 + \frac{1}{s \cdot T_N} \right) \quad (\text{Gl. 3})$$

Mit dem Sprung

$x_e(t) = x_{e0} \cdot E(t)$  folgt die Antwortfunktion

$$x_a(t) = K_R \cdot \left( 1 + \frac{t}{T_N} \right) \cdot x_{e0} \cdot E(t) \quad (\text{Gl. 4})$$

Für die Berechnung der Regelparameter nach der T-Summen-Regel werden die Streckenverstärkung  $K_R$  und die Summenzeitkonstante  $T_{\text{Summe}}$  benötigt.

Für einen PI-Regler wurden diese Werte, wie im Folgenden angegeben, berechnet:

$$\begin{aligned} \text{Regler-Proportionalverstärkung } K_R &= 0,5 / K_P &= 0,5 / 1,23 &= 0,41 \\ \text{Nachstellzeit } T_N &= 0,5 \cdot T_{\text{Summe}} &= 0,5 \cdot 2 \text{ Min} &= 1 \text{ Min} \end{aligned}$$

Mit diesen Werten, eingesetzt in Gl. 4, errechnet sich der zeitliche Verlauf der Sprungantwort  $x_a(t)$  des Reglers, hier bei kontinuierlicher Fahrweise.

Zur Simulation des Mahlprozesses am PC wurde ein Controller Development System (CoDeSys) eingesetzt. CoDeSys ist eine Entwicklungsumgebung für Steuerungen und ermöglicht den Entwurf einer SPS-Programmierung mit Hilfe verschiedener Programmiersprachen. Durch die Simulation kann herausgefunden werden, ob die errechneten Strecken- und Regler-Parameter passend ermittelt wurden und, ob sich die Regelstrecke im Arbeitspunkt stabil verhält. In der Abb. 15 wird das Ergebnis der Simulation des Regelkreises für die Rührwerksmühle als Bildschirmausdruck gezeigt.

Beim Anfahren der Mühle wird die Streckenverstärkung als Sollwert mit  $S_{V \text{ soll}}^* = 1,23$  (rote Kurve) vorgegeben. Als Führungsverhalten wird gewünscht, dass der tatsächliche Wert von  $S_V^*$  (grüne Kurve) möglichst schnell und ohne stärkeres Überschwingen an den Sollwert heran geführt wird. Dies wird durch die Änderung der Stellgröße Drehzahländerung des Antriebs (blaue Kurve) erreicht.

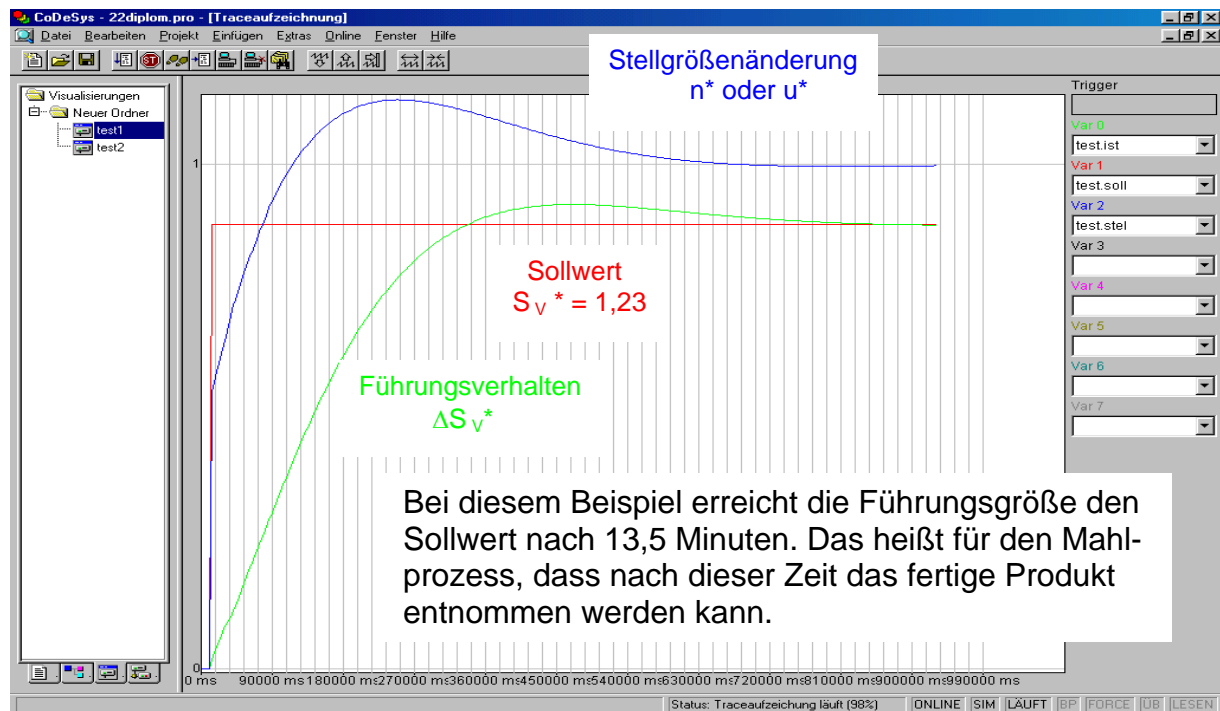


Abb. 13 Simulation des Mahlprozesses in der Labor-Rührwerkskugelmühle

## 5. Interpretation und Ausblick

Der Zerkleinerungsfortschritt bei der Mahlung eines anorganischen Pigments in einer Labor-Rührwerkskugelmühle kann durch eine in-line Partikelgrößen-Messung mittels des OPUS-Systems als Ultraschall-Extinktionsverfahren sehr gut erfasst werden. Obwohl der Zerkleinerungseffekt bzgl. der absoluten Partikelgrößen in recht engen Grenzen lag, konnte das Analysen-System Änderungen ausreichend schnell aufnehmen und verarbeiten. Die ermittelten Strecken- und Regelparameter bestätigen, dass die OPUS-Sonde für diesen Prozess „echtzeitfähig“ ist.

Negative Einflüsse beim Prozess, wie Mahlkörperverpressung und Luft einschüsse wurden sicher erkannt.

Zudem ist inzwischen eine weiterentwickelte Version des Analysensystems OPUS auf dem Markt, bei der es, als Erweiterung des hier eingesetzten, möglich ist, innerhalb einer Minute zwei bis drei Partikelgrößen-Verteilungen als Messwerte aufzunehmen. Dadurch wird die Auswertung des Verlaufs der Ausgangsgröße, bspw. des Zuwachses der spezifischen Oberfläche, weniger stark vom aktuellen Mittelwert abweichen. Der in den Abb. 7 und 8 „unruhige“ Verlauf wird sich angleichen und die Auswertung der Regelparameter damit sicherer.

Um die vorgeschlagene Regelung in der Praxis zu überprüfen, müsste man die OPUS-Sonde an eine SPS Steuerung koppeln. Dabei kann man sich vorstellen, zusätzlich zur spezifischen Oberfläche auch noch weitere Messgrößen zu erfassen. Eine Regelung ist möglich, bei dem unerwünschte Betriebszustände, wie Mahlkörperverpressung und Erwärmung des Produkts nicht nur festgestellt, sondern auch verhindert werden.

Dafür ist es dann erforderlich, noch zusätzliche Werte zu erfassen, wie die Leistungsaufnahme des Rührers, den Pumpendruck in der Produktzufuhr, die Temperatur des aus der Mühle austretenden Mahlgutes und den Suspensionsvolumenstrom. Alle diese Messwerte werden im Steuerungssystem zusammenlaufen und ausgewertet. Von dort aus werden die Steuerimpulse für die Stellgrößen Rührerdrehzahl, Pumpen-Antriebsdrehzahl und Stellung des Regelventils für das Kühlmedium ausgegeben.

Da alle Einflüsse on-line und in Echtzeit messbar sind, können Energie optionale, Modell gestützte Steuerungskonzepte erstellt werden. Diese Steuerungsaufgabe kann mit einer Fuzzy-Regelung realisiert werden, deren Grundgedanke die Nachbildung des Verhaltens eines erfahrenen Prozess-Bedieners ist, wobei dessen Wissen beim Entwurf in die Struktur des Reglers integriert werden kann.

Mit dieser Darstellung sollte an Hand eines konkreten Beispiels prinzipiell die Möglichkeit umgesetzt werden, Mahlprozesse mit Pigmenten durch Einsatz von in-line Messtechnik zu regeln und damit den Ablauf in der Praxis zu optimieren. Dabei wäre es für den Verfahrenstechniker besonders reizvoll, diese Messtechnik evtl. sogar schon bei der eigentlichen Erzeugung der Pigmente einzusetzen, also z.B. beim Kristallisationsprozess.

## Liste der Formelzeichen

$c_V$	Feststoffvolumenkonzentration	/ %
$d_2, d_{MK}$	Durchmesser des Rührer-Elements, der Mahlkugeln	/ mm
$E_M, W_V$	Masse, volumenbezogener Energieaufwand bei Mahlung	/ kWh/t, / J/cm <sup>3</sup>
$n, u$	Rührer-Drehzahl, Rührer-Umfangsgeschwindigkeit = $\pi \cdot n \cdot d$	/ Min <sup>-1</sup> , / m/sec
$q_{3,lg}(x)$	Massenverteilungsdichte als Funktion d. Partikelgröße $x$ (lg)	/ 10 <sup>-2</sup>
$P_2$	Antriebsleistung des Rührers	/ kW
$Q_3(x)$	Massenverteilungssumme als Funktion der Partikelgröße $x$	/ %
$S_V, \Delta S_V$	volumenbezogene spezifische Oberfläche, Zunahme	/ cm <sup>2</sup> / cm <sup>3</sup>
$\dot{V}, V_M$	Suspensionsvolumenstrom, Mahlraumvolumen	/ l/h, / l
$x, x_{50,3}$	Partikelgröße allgemein, Partikelgröße bei $Q_3(x) = 50\%$	/ $\mu\text{m}$
$x_S$	Sauter-Durchmesser, berechnet aus $x_S = 6 \cdot \varphi / S_V$	/ $\mu\text{m}$
$\lambda$	Wellenlänge Ultraschall	/ mm
$\varphi, \rho_{MK}$	Mahlkugelfüllgrad, Schüttdichte	/ 1, / kg/l
$E(t)$	Einheitsprungfunktion	
$G(s)$	Übertragungsfunktion Strecke (kein Index), Regler (Index R)	
$K_P, K_R$	Proportionalverstärkung Strecke (P), Regler (R)	/ 1
$T_1, T_N$	Zeitkonstante, Nachstellzeit	/ sec
$x_e, x_a(t)$	Sprungeingangsfunktion, -antwortfunktion	

## Literaturverzeichnis

- [1] Kwade, A.: Autogenzerkleinerung von Kalkstein in Rührwerksmühlen. Diss. Universität Braunschweig, 1996
- [2] Stadler, N., Polke, R., Schwedes, F., Vock, F.: Naßmahlung in Rührwerkskugelmühlen. Chem.-Ing. Tech. 62 (1990) Nr. 11, S. 907-915
- [3] Hess, W.F., Lassen-Petersen, K.: Auslegung von Prozessen zur Feinstmahlung am Beispiel der Rührwerkskugelmühle. Schüttgut (2001) Nr. 2, S. 291-295
- [4] Stieß, M.: Mechanische Verfahrenstechnik; 1. und 2. Springer, Berlin. 1992 ff.
- [5] Lutz, H.; Wendt, W.: Taschenbuch der Regelungstechnik. Verlag Harri Deutsch Frankfurt am Main, 2. Auflage 1998
- [6] Pigment gelb der Fa. Omnicon, DK-Sønderburg
- [7] Fa. Sympatec, Clausthal-Zellerfeld: Laserbeugungs-Messverfahren Helos mit nasser Dispergierung und OPUS Ultraschall extinction, Windox Software
- [8] Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik (MVM) der Universität Karlsruhe
- [9] Riebel, U.: Grundlagen der Partikelgrößenanalyse mittels Ultraschallspektrometrie. Dissertation Universität Karlsruhe 1988.
- [10] Geers, H.; Jordan, J.; Pankewitz, A.: Ultraschall extinction: Eine prozessbewährte Methode zur Partikelgrößenanalyse in hochkonzentrierten Suspensionen und Emulsionen auf dem Weg ins Labor. Zweites Dresdner Seminar Partikeltechnik, 11 / 12 Juni 2001. Vortrag Nr. 14
- [11] Palme, O.: Modellbildung und Steuerung des kontinuierlichen Zerkleinerungsprozesses in einer Rührwerkskugelmühle. Dissertation TU Dresden 1998

## Danksagung

Die Autoren bedanken sich bei Herrn Dipl.-Ing. Brar Petersen für den Entwurf der Versuchsvorrichtung, die Durchführung der Versuche und die Auslegung der Regelung im Rahmen seiner Diplomarbeit am Institut für Verfahrenstechnik und Biotechnologie der Fachhochschule Flensburg.

## über die Autoren

Prof. Dr.-Ing. WOLFGANG F. HESS promovierte 1980 an der Universität Karlsruhe (TH) am Institut für Mechanische Verfahrenstechnik im Bereich Zerkleinern. Es folgte eine Industrietätigkeit als Bereichsleiter R&D in der Tiefbohrtechnik. Von 1984 bis 1987 lehrte er als Professor für Mechanische Verfahrenstechnik und Apparate an der Fachhochschule Hamburg. Anfang 1988 wurde er an das neu gegründete Institut für Verfahrenstechnik der Fachhochschule Flensburg berufen. Schwerpunkte seiner Lehrtätigkeit und seiner Forschungs- und Projektarbeiten liegen in der Partikeltechnologie, der Entstaubung, der Fest/Flüssig-Trennung und der biologischen Aufarbeitungstechnik.



Dipl.-Ing. AXEL PANKEWITZ studierte Verfahrenstechnik und Maschinenbau, Fachrichtung Produktionstechnik, an der Technischen Universität Clausthal-Zellerfeld. Seit Abschluss des Studiums 1996 ist er bei der Firma Sympatec GmbH im Bereich komplexer Applikationen mit Laserbeugung und Ultraschall-Extinktion tätig. Seit 2000 verantwortet er als Verkaufsleiter weltweit den Bereich der in- & online Partikelgrößenmesstechnik inklusive repräsentativer Probenahme und Adaption der Systeme in produktionsrelevanter Prozessumgebung.

