

Prozesssteuerung auf Basis der Partikelgröße?

Verwirklichung einer präzisen, photo-optischen Messtechnik zur in-situ Analyse der Partikelgröße in Echtzeit.

Das entwickelte SOPAT-System (*Smart On-line Particle Analysis Technology*) ist eine photo-optische Messtechnik kombiniert mit einer innovativen Bildverarbeitungs-Software. Diese analysiert im Gegensatz zu herkömmlichen inline-Sonden auch in hochkonzentrierten Dispersionen Größe und Konzentration von festen oder fluiden Partikeln in Echtzeit. Da dies im Gegensatz zu offline Methoden direkt im Reaktor stattfindet, ist erstmals eine Prozesssteuerung auf Basis der Partikelgröße möglich.

1 Motivation

Bei einer Vielzahl von Prozessen entscheiden die Partikelgrößen und deren Verteilung in der dispersen Phase über die Qualität des Produktes. Die Partikelgrößenverteilung (PGV) gibt Aufschluss über die Phasengrenzfläche, welcher ein entscheidender Parameter für den Stoffaustausch ist. Mit Zunahme der Phasengrenzfläche wird auch der Stoffaustausch intensiviert [1].

Die entwickelte SOPAT-Sonde ist eine photo-optische in-line Messtechnik kombiniert mit einer innovativen Bildverarbeitungs-Software. Diese analysiert genau die Größe und die Konzentration von Öltröpfchen und/oder festen Partikeln in Flüssigkeiten z.B. Wasser. Damit wird es möglich in petrochemischen Prozessen die Fest- und Ölanteile beispielsweise in Waschwasser zu differenzieren. Basierend auf diesem Wissen können exakte Prozessführungsmaßnahmen festgelegt werden, da die Daten in Echtzeit zur Verfügung stehen.

Die Tropfengrößenverteilung lässt sich mit der präsentierten Technik vor, während oder nach einer Rektifikation einfach vermessen, da diese mühelos über Standardflansche in Rohrleitungen, Kolonnen oder Reaktoren eingeführt werden kann. So ist es möglich beispielsweise die Effizienz eines Koaleszer online zu überwachen. Diese neu gewonnen Informationen erlauben dem Prozessingenieur schnell Maßnahmen zu ergreifen, um auf Abweichungen vom Sollwert zu reagieren. Die präzise und schnelle Partikelanalyse im Prozess ermöglicht die Steuerung mit der Partikelgrößenverteilung als Regelgröße. Damit entstehen Möglichkeiten um Materialeinsatz, Energieeintrag und Abfall zu minimieren und letztlich eine bessere Produktqualität zu erreichen.

Zur Messung der Partikelgrößen gibt es eine Vielzahl von Technologien. Am weitesten verbreitet sind Laser-Messtechniken. Diese Technologien liefern jedoch für die meisten fluiden Partikel nur sehr ungenaue qualitative Daten und sind zur Prozessregelung nicht gut geeignet [2-4]. Bilder spezieller Photo-Sonden (z.B. Endoskope, Mikroskope) bieten bisher die Möglichkeit, diese Technologien mit präzisen Daten zu überprüfen. Die aufgenommenen Digitalbilder können allerdings nur manuell offline ausgewertet werden. Manuelle Auswertung stellt einen erheblichen Zeit- und Personalaufwand dar. Diese Tatsa-

che verhindert bis heute ihren Einsatz bei der Prozessregelung. Die SOPAT-Sonde bietet quantitative Informationen über Tropfengrößenverteilung (s. Abb. 1) und Konzentration in Echtzeit und erlaubt somit eine Regelung von mehrphasigen Prozessen.

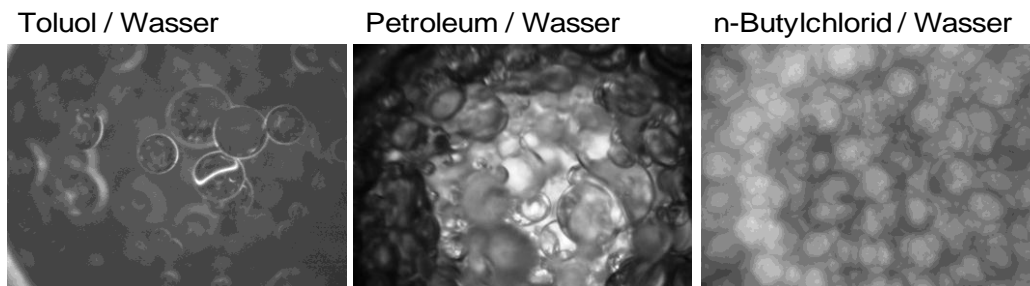


Abb. 1 - Beispielbilder unterschiedlicher Emulsionen

2 Technologie

In Abb. 2 sieht man einen skizzierten Regelkreis für einen beispielhaften Rührprozess. Die SOPAT-Software steuert die Mess-Apparatur, bestehend aus Kamera, Blitz und Framegrabber, so dass durch die Sonde Bilder aufgenommen werden. Die SOPAT-Software führt mit den akquirierten Bildern eine voll-automatische Datenanalyse durch und steuert, den Ergebnissen entsprechend, die Drehfrequenz des Rührwerks an.

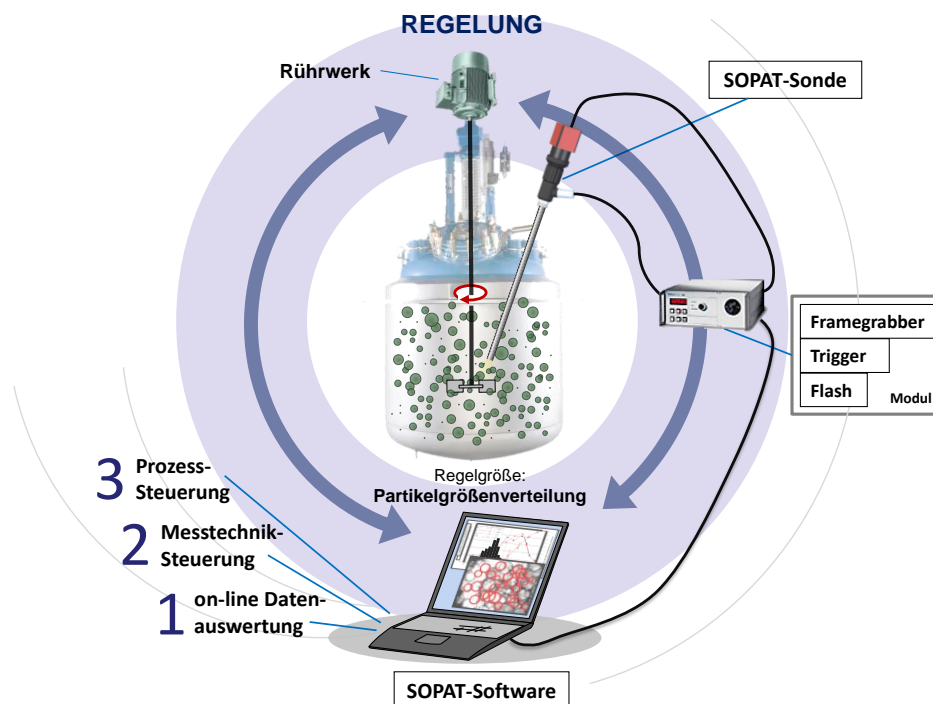


Abb. 2 - Konzept und Funktionsweise der SOPAT-Sonde beispielsweise in einem Thaletec Reaktor (Bildquelle für den Reaktor)

Ein Stabmikroskop (Endoskop) mit integrierter Kamertechnik generiert in kurzer Zeit eine große Menge von Digitalbildern vom gewünschten Messpunkt im System [3]. Die Digitalbilder werden umgehend durch die entwickelte Software ausgewertet. Diese ist in der Lage auch bei hohen Partikelkonzentrationen (20-80% - s. Abb. 1) trotz geringer Kontrastverhältnisse und intensivem Rauschen mittels intelligenter Vorverarbeitung und modernsten Algorithmen die abgebildeten und teilweise stark überlagerten Par-

tikel eindeutig zu zuordnen und zu vermessen. Damit setzt sie neue Standards in der Anwendung von Bildverarbeitung bei der Analyse partikulärer Systeme. Abb. 3 zeigt den Arbeitsablauf von Sonde und Software. Mit Hilfe der Sonde werden Bildserien erzeugt gespeichert (blauer Bereich in Abb. 3). Während der Vorverarbeitung (grüner Bereich links) werden irreführende Bildinformationen aus der Serie entfernt und der Gradient der Bilder berechnet. Die Bildanalyse (grüner Bereich rechts) besteht vorwiegend aus einer ganzen Serie von Mustererkennungen durch normalisiertes Kreuzkorrelieren (*normalized cross correlation*). Die Größen der erkannten Formen ergeben die Tropfengrößenverteilung, welche dann zur Prozesssteuerung zur Verfügung steht.

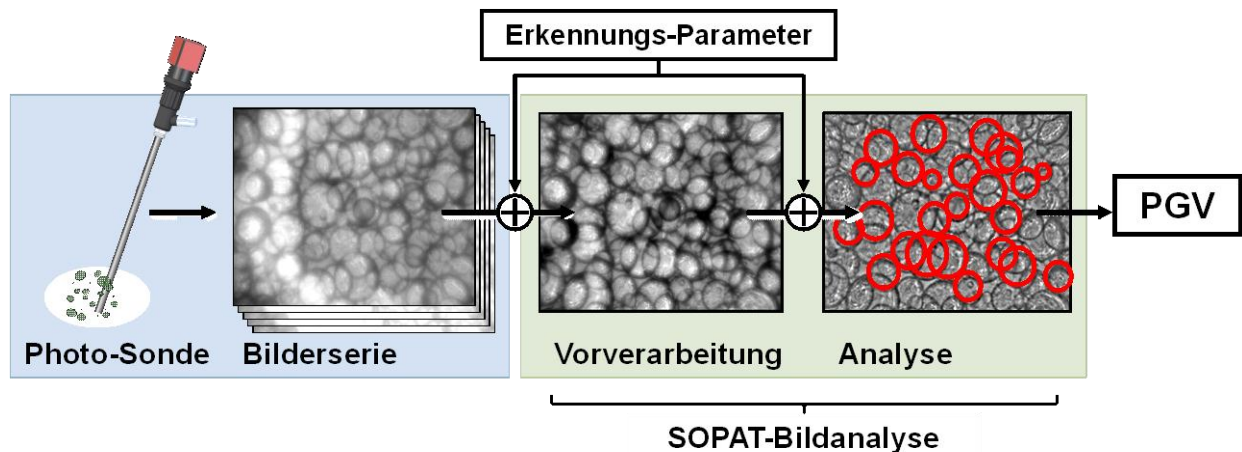


Abb. 3 - Schematische Darstellung der Bildaufnahme, -aufbereitung und -auswertung

3 Ergebnisse

Die Validierung der automatischen Ergebnisse erfolgte durch eine manuelle Quantifizierung. Diverse Flüssig/flüssig Systeme [5, 6] wurden mit der vorgestellten Technik vermessen.

Zum Vergleich beider Methoden sind diese in einem Paritätsdiagramm in Abb. 4 vergleichend für den Sauterdurchmesser dargestellt. Die manuellen Daten eines „geübten“ Zählers werden hier als Referenz bewertet. Die Ergebnisse zeigen deutlich, dass die neue Technologie mit sehr guter Genauigkeit die benötigten Daten über die zu untersuchenden Tropfgrößenverteilungen gewinnt. Diese vollautomatische Analyse ist daher schnell, präzise und spart unzählige Mannstunden stupider Analysen durch manuelle Bildanalyse.

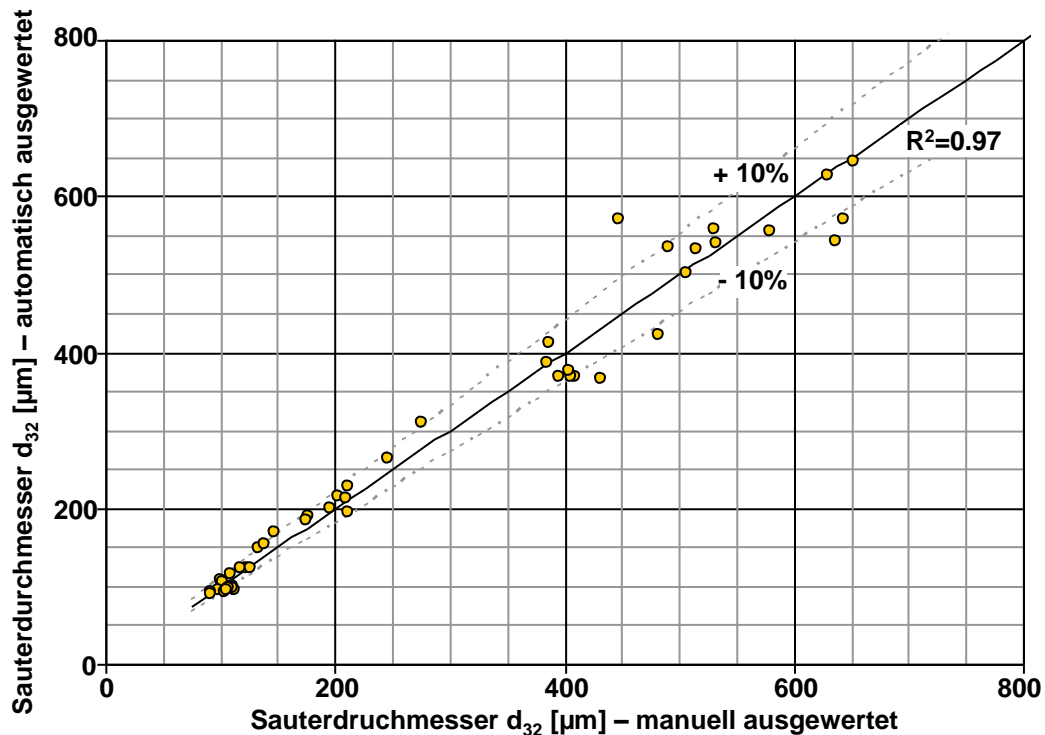


Abb. 4 – Vergleich der automatischen Quantifizierung des Sauterdurchmessers mit der manuellen Zählung.

4 Literatur

- 1 Schuchmann, H. P. and Danner, T. (2004) Emulgieren, mehr als nur zerkleinern. *Chemie Ingenieur Technik* **76**, 364-375
- 2 Boxall, J. A., Koh, C. A., Sloan, E. D., Sum, A. K. and Wu, D. T. (2010) Measurement and calibration of droplet size distributions in water-in-oil emulsions by particle video microscope and a focused beam reflectance method. *Ind. Eng. Chem. Res.* **49**, 1412-1418
- 3 Maaß, S., Wollny, S., Voigt, A. and Kraume, M. (2011) Experimental comparison of measurement techniques for drop size distributions in liquid/liquid dispersions. *Exp. Fluids* **50**, 259-269
- 4 Greaves, D., Boxall, J., Mulligan, J., Montesi, A., Creek, J., Sloan, E. D. and Koh, C. A. (2008) Measuring the particle size of a known distribution using the focused beam reflectance measurement technique. *Chem. Eng. Sci.* **63**, 5410-5419
- 5 Maaß, S., Metz, F., Rehm, T. and Kraume, M. (2010) Prediction of drop sizes for liquid-liquid systems in stirred slim reactors - Part I: Single stage impellers. *Chemical Engineering Journal* **162**, 792-801
- 6 Maaß, S. and Kraume, M. (2012) Determination of breakage rates using single drop experiments. *Chem. Eng. Sci.* **70**, 146-164

ACHEMA-Standinformation:

Stand A77 in Halle 9.2

offizieller Gemeinschaftsstand der TU-Berlin. Als Exponat auf diesem Stand findet man die Messtechnik in einem Laborreaktor und die SOPATec als SpinOff des Arbeitskreises Verfahrenstechnik (Prof. Kraume).