



Geeignete Messstellen für NIRS Prozess-Spektrometer

Finden Sie die beste Lösung für Ihre Probe

**PUSHING
THE
LIMITS
TOGETHER**

 **Metrohm**
Process Analytics

24/7 Überwachung Ihres Prozesses

Die richtige Entscheidung führt zum Erfolg

Nahinfrarot (NIR)-spektroskopische Verfahren zeichnen sich dadurch aus, schnelle und präzise Informationen aus hochaufgelösten Spektren von festen, gasförmigen und flüssigen Proben ohne vorherige Probenvorbereitung oder chemische Reagenzien gewinnen zu können. Sie sind kostengünstig, nicht-invasiv sowie zerstörungsfrei und ermöglichen eine qualitative und quantitative Analyse. Daher sind spektroskopische Verfahren für die industrielle Qualitätskontrolle und Prozessüberwachung ideal geeignet.

Die Bestimmung mehrerer Parameter in einer einzigen Messung und die Möglichkeit der Implementierung von Lichtwellenleitern zur Trennung von Messstelle und Analysator haben die NIR-Spektroskopie zu einem unschätzbaren Werkzeug für die Forschung und industrielle Qualitätskontrolle gemacht. Metrohm Process Analytics bietet verschiedene NIRS-Prozessanalytoren an, die zerstörungsfreie und genaue Messungen direkt in Prozessströmen ermöglichen.

In der Industrie sind Online- und Inline-Analysen die bevorzugten Lösungen für eine störungsfreie Prozessüberwachung in "Echtzeit". Der Einsatz faseroptischer Sonden und Durchflusszellen ist ein wirtschaftliches Mittel, um automatisierte und unbeaufsichtigte Analysen durchzuführen, die Betriebskosten zu senken und die Produktivität zu steigern.

Bei beengten Platzverhältnissen können NIRS-Prozessanalytoren mithilfe von Glasfaserkabeln abseits der Messstelle platziert werden. Die Auswahl und Implementierung der richtigen optischen Sonden und Durchflusszellen ist entscheidend, um erfolgreiche "Echtzeit"-Ergebnisse aus einem Prozess zu erhalten.

Mit mehr als 45 Jahren Erfahrung kann Metrohm Process Analytics die besten Lösungen für Ihren Prozess entwickeln. Bei Bedarf können mit jedem Analysator bis zu 10 Messstellen abgedeckt werden – das liefert noch mehr Informationen über Ihren Prozess und dessen Qualität. Jede Messstelle wird individuell ausgelegt und kann unterschiedlichen Anforderungen gerecht werden.

Die Identifizierung und Implementierung der richtigen Fasern und Sonden war noch nie so einfach. Unsere Vertriebsspezialisten arbeiten eng mit Ihnen zusammen, um sicherzustellen, dass das ausgewählte System die zuverlässigsten Daten liefert. Eine robuste und verlässliche Prozessintegration wird durch die Zusammenarbeit aller Beteiligten erreicht. Sie unterstützen uns, Ihre Prozesse und Anforderungen zu verstehen und wir finden für Sie die beste Lösung für Ihren Prozess – von der Hardware, über die Prozessintegration bis hin zur Ausarbeitung der gesamten Applikation.

Die Gesamtlösung für Ihren Prozess

NIRS ist eine schnelle, chemikalien- und zerstörungsfreie Analysetechnik, die in vielen Branchen zur Inline-Prozesskontrolle von Fertigungsprozessen und zur Bestimmung der Produktqualität eingesetzt wird.

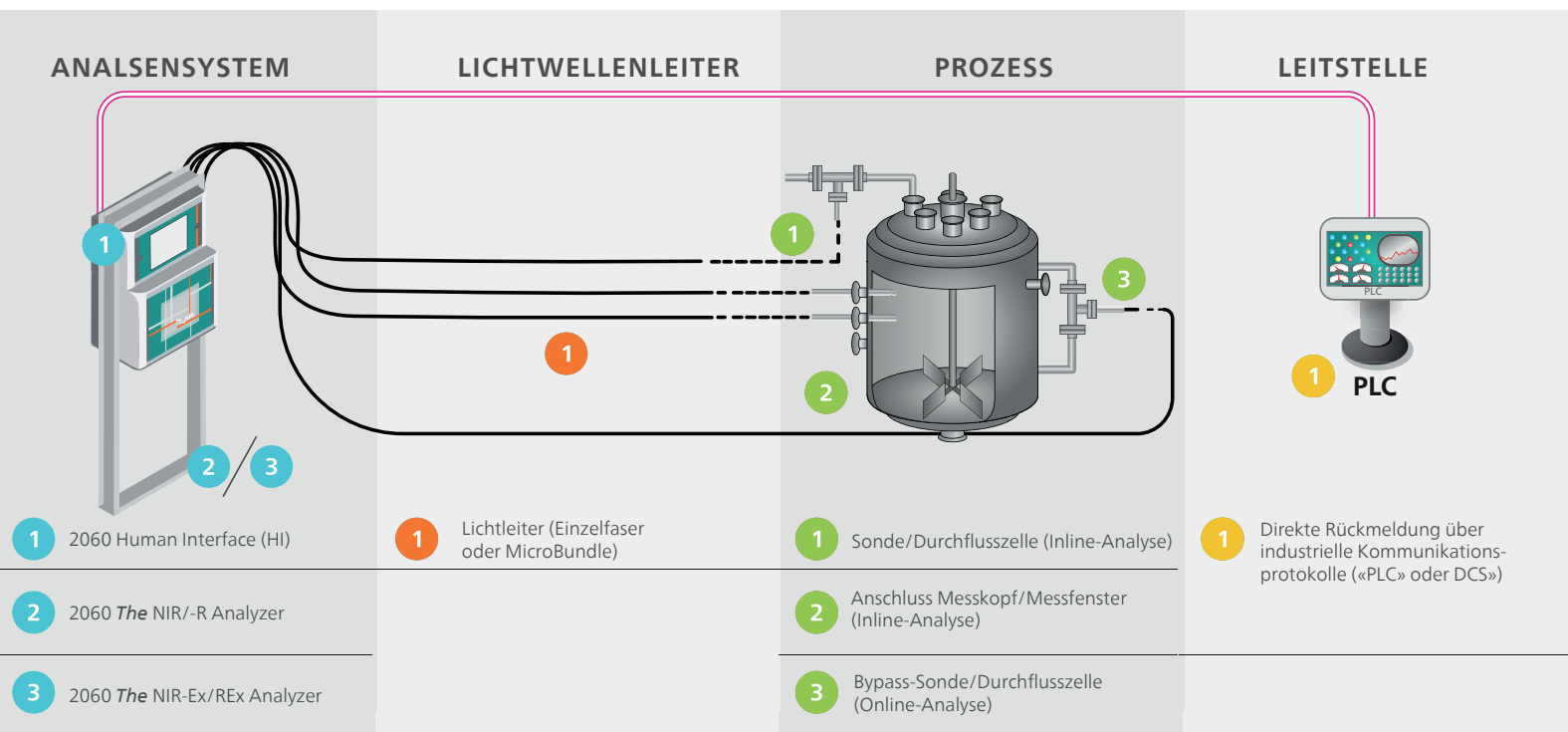
Zusätzlich zu den Prozessanalytoren sind komplette Lösungspakete für eine nahtlose Integration verfügbar: Lichtleiter, Durchflusszellen und Sonden, Industrie-PCs, Prozesskommunikationsprotokolle (digital und/oder analog) sowie Sonderkonstruktionen. Die Implementierung von Online- und Inline-Prozessanalytoren erfordert Erfahrung in vielen technischen Bereichen, die wir in über 45 Jahren entwickelt haben.

HAUPTMERKMALE DER METROHM PROZESS-ANALYSATOREN

- Multiplexing-Fähigkeit von NIR-Systemen – Mehr Einsparungen pro Messpunkt und Ergebnis
- Reagenzienfrei – keine Chemikalienabfälle
- Großer Scanbereich (1000 bis 2250 nm) für eine breite Palette von Anwendungen
- Schnelle Analyseergebnisse – Rund um die Uhr (24/7) für jede Probenart
- Robustes Design für den Betrieb in rauen und gefährlichen Umgebungen



MÖGLICHE MESSSTELLEN FÜR DIE REAKTIONSÜBERWACHUNG MIT NIRS-PROZESSANALYSATOREN



MESSSTELLENLÖSUNGEN

Hochpräzise Messungen hängen nicht nur vom Prozessanalyzer ab. Vielmehr ist die Art und Form der Probenpräsentation an der Sonde oder Durchflusszelle wichtig, um qualitativ hochwertige Ergebnisse zu erhalten. Je nach Anwendung ist jede Probe anderen Bedingungen ausgesetzt, wie z. B. Temperatur und Druck. Darüber hinaus werden die chemische Zusammensetzung und die physikalischen Eigenschaften berücksichtigt, da sie ebenfalls die benötigte Sonde beeinflussen.

Der Schlüsselfaktor bei der Prozessanalytik ist es, reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten. Dies setzt letztlich voraus, dass sich jederzeit eine repräsentative Probe von gleicher Qualität vor der Sonde befindet. Metrohm Process Analytics verfügt über jahrzehntelange Erfahrung in der Auswahl der besten Messstellenlösung für eine Vielzahl an Applikationen. Fragen Sie unsere Experten!

VORTEILE DER VERWENDUNG VON SONDEN UND FASERN MIT NIRS-PROZESSANALYSATOREN

- **Kundenspezifisch angepasste Messsysteme** je nach Art der Probe. Feste, flüssige und gasförmige Proben können mit demselben Gerät gemessen werden.
- **Beste analytische Performance** für Ihren Prozess. Jede Messstelle hat einzigartig Prozessbedingungen.
- **Messen Sie auch an unzulänglichen Orten.** Die Messstellen können Hunderte von Metern voneinander entfernt sein.

Vielseitigkeit faseroptischer Sonden für die Prozessüberwachung

Die chemische Analyse im Prozess ist nicht immer eine einfache Aufgabe. Chemische und physikalische Eigenschaften wie Viskosität und Entflammbarkeit der Probe können die Analysen beeinflussen. Einige industrielle Prozesse sind sehr empfindlich – selbst kleinste Änderungen der Prozessparameter können zu erheblichen Schwankungen in den Eigenschaften der Endprodukte führen. Zur Sicherstellung der Produktqualität und -konsistenz ist es unerlässlich, die Probeneigenschaften kontinuierlich zu messen und die Qualitätsparameter über eine schnelle Rückmeldung der Ergebnisse anzupassen.

Die NIR-Spektroskopie ist bestens für solche Aufgaben geeignet und liefert strukturelle und chemische Prozessdaten in "Echtzeit". Sie ist schnell und erfordert wenig oder keine Probenvorbereitung sowie nur minimale technische Erfahrungen im Prozessalltag. Viele dieser Vorteile sind nicht zuletzt auf eine faseroptische Sonde zurückzuführen, die direkt in die Prozessleitung implementiert wird. Dadurch entfällt die Notwendigkeit der manuellen Probenvorbereitung, was wiederum den Zeitaufwand und die damit verbundenen experimentellen Fehler reduziert.



VORTEILE FASEROPTISCHER SONDEN

Der Einsatz faseroptischer Sonden für die NIRS-Prozessanalysatoren hat neue Perspektiven für die Prozessüberwachung eröffnet. Eine NIR-Sonde, die über einen Lichtwellenleiter mit einem Spektrometer verbunden ist, ermöglicht eine direkte Online- oder Inline-Überwachung, ohne in den Produktionsprozess einzugreifen. Faseroptische Sonden können in sehr rauen Arbeitsumgebungen platziert werden, während das Spektrometer und der Analysenrechner in einem sicheren Raum untergebracht sind. Große Entfernungen zwischen Analysator und Messstelle haben keine signifikanten Auswirkungen auf das Signal-Rausch-Verhältnis.

Heutzutage ist eine große Vielfalt an optischen NIR-Sonden verfügbar. Die Vielfalt erstreckt sich von Transmissionssondenpaaren über Tauchsonden bis hin zu Reflexionssonden, die für berührende und berührungslose Messungen geeignet sind. Dank dieser Auswahl kann die NIR-Spektroskopie für nahezu jede Art von Probenzusammensetzung angewendet werden – einschließlich Schmelzen, Lösungen, Emulsionen, Suspensionen, Gasen und Pulvern.



DIE RICHTIGE KONFIGURATION FINDEN

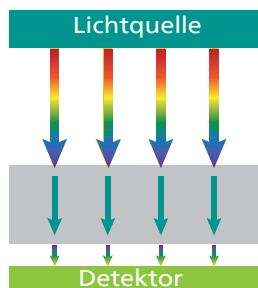
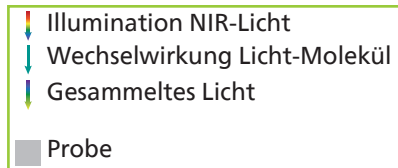
Die Auswahl der richtigen Sonde bzw. Proben-schnittstelle für die Verwendung mit einem NIRS-Prozessanalysator ist entscheidend für eine erfolgreiche Prozessimplementierung zur Inline- oder Online-Prozessüberwachung. Damit das System optimal funktioniert, muss die Sonde optisch auf das Spektrometer und auf die optische Faser, welche die Spektraldaten überträgt, abgestimmt sein.

Einige Herausforderungen, denen man sich bei einer Prozessüberwachung stellt, sind anhaltend hohe Temperaturen, plötzliche Temperaturänderungen, extreme Drücke, turbulente Strömungsverhältnisse und Verschmutzung der Sonden. Um diesen Herausforderungen gerecht zu werden, muss die Sonde entsprechend der Anwendung und der Umgebung, in der sie eingesetzt werden soll, ausgewählt werden. Das Material der Sonde muss gegenüber den Chemikalien / Materialien, mit denen sie in Kontakt kommt, inert sein und allen extremen Prozessbedingungen standhalten.



Messprinzipien

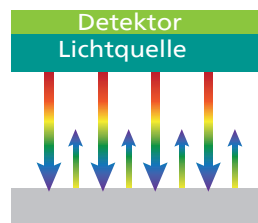
Die NIR-Spektroskopie wird zur Analyse unterschiedlicher Probenarten verwendet. Die Auswahl der richtigen Messmethode und des gesamten Setups ist der wichtigste Schritt zur Entwicklung robuster NIR-Methoden.



Transmission

- **Probenart:** klare Flüssigkeiten, Suspensionen und Lösungen

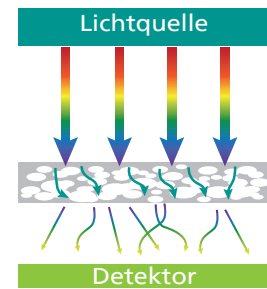
Die Probe wird zwischen der NIR-Lichtquelle und dem Detektor platziert. NIR-Licht wird durch die Probe geleitet. Die nicht absorbierte NIR-Energie gelangt weiter zum Detektor.



Reflexion

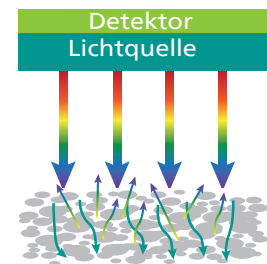
- **Probenart:** flache Oberflächen, Pulver, Polymer-Granulate, flockige Materialien

Das NIR-Licht wird auf die Probe gerichtet, die mit dem Licht interagiert und das nicht absorbierte Licht wird zurück zum Detektor reflektiert. Die Probe kann sich in einem Abstand von wenigen Millimetern bis 30 cm von der Lichtquelle entfernt befinden.



Diffuse Transmission

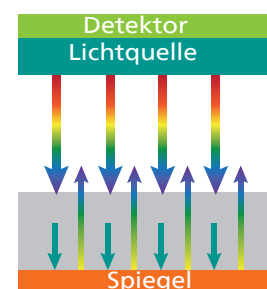
- **Probenart:** feste Darreichungsformen ohne Probenaufbereitung (z. B. Tabletten und Kapseln)
- NIR-Licht dringt in die Probe ein und wechselwirkt mit der Probe. Aufgrund der Partikel wird das Licht an der Probe gestreut. Das nicht absorbierte NIR-Licht wird durch die Probe übertragen und erreicht den Detektor.



Diffuse Reflexion

- **Probenart:** feste Proben ohne Probenvorbereitung (z. B. Cremes, Pasten, Granulate, grobe oder feine Pulver)

NIR-Licht dringt in die Probe ein und interagiert mit ihr. Die NIR-Energie, die nicht absorbiert wird, wird zum Detektor zurückreflektiert.



Transflexion

- **Probenart:** Flüssigkeiten, Suspensionen
- Diese Messmethode ist eine Kombination aus Transmission und Reflexion. Ein Reflektor wird hinter der Probe platziert, um das nicht absorbierte NIR-Licht zurück zum Detektor zu reflektieren.

Dedizierte Fasern für optimale Leistung

LICHTLEITERANBINDUNG

Das NIR-Licht wird vom Analysator über Lichtwellenleiter zur Prozesssonde übertragen. Wenn die Lichtstreuungseigenschaften der Probe zunehmen, wird die Zahl der im Lichtleiter verwendeten Fasern erhöht, um die maximale Lichtausbeute zu erzielen. Alle Fasern bestehen aus einem Material mit geringer Dispersion, um die NIR-Absorption durch die Faser selbst zu minimieren. Dennoch absorbieren die Fasern Licht oberhalb von 2250 nm stark. Daher nutzen die NIRS-Prozessanalytoren eine maximale Wellenlänge von 2250 nm.

MicroBundle (Bündel-)Fasern werden zur Überwachung von leicht streuenden flüssigen Medien, Suspensionen und Trocknungsprozessen eingesetzt.

MicroBundle-Fasern bestehen aus 37 Beleuchtungsfasern mit einem Siliziumdioxidkern von 200 µm Durchmesser. 7 Detektionsfasern werden für die Sammlung des Lichts verwendet. Die Anschlüsse am Prozessanalysator erfolgen über einen SMA-905-Stecker. Die Anschlüsse auf der Seite der Messstelle bestehen aus einer Metallummantelung, die in eine Sonde eingesetzt wird. Dadurch wird eine sehr reproduzierbare Entnahme für Kalibrierzwecke ermöglicht. Die Beleuchtungsfasern werden kreisförmig um das Sammelbündel in der Mitte platziert. Dadurch erhält man für die Anwendung eine optimale diffuse Beleuchtung und Detektion.

Einzelfasern werden typischerweise zur Analyse klarer Flüssigkeiten eingesetzt. Sie verfügen über einen 600 µm Siliziumdioxidkern, der durch ein doppeltes PVC-Schlauchsystem mit Kevlar-Zugentlastung geschützt ist. Zwischen den Schichten befindet sich eine gasdichte Gel-Füllung. Die Anschlüsse an beiden Enden sind SMA-905-Stecker. Einzelfasern können Längen von bis zu 200 m erreichen. Die Verwendung längerer Lichtwellenleiter ermöglicht es, einen Prozessanalysator außerhalb von elektrisch klassifizierten oder sicherheitsklassifizierten Bereichen zu platzieren, wodurch eine bessere Zugänglichkeit des Prozessanalytators erreicht wird.

Metrohm Process Analytics konzipiert eine optimale Lösung, um Ihnen die besten Ergebnisse zu liefern. Auf den folgenden Seiten finden Sie die Lösungsansätze, die wir in Abhängigkeit von der Beschaffenheit Ihrer Probe anbieten. Die Eigenschaften der Probe definieren die Messstellenlösung bestehend aus Sonde/Durchflussszelle und Lichtleiter.



Flüssige Proben

im Fast Loop, Bypass, Reaktor und Tank



KLARE UND TRANSPARENTE FLÜSSIGKEITEN

Klare und transparente Flüssigkeiten sind einfach zu messende Proben, da das Licht leicht und ohne Störungen durch die Probe gelangt. Für diese Proben empfehlen wir die Verwendung von Durchflusszellen oder Transmissionssonden.

Proben in einem Fast Loop oder einem Bypass

Durchflusszellen können in eine Bypass-Leitung oder ein Probenvorbereitungspanel zur Messung von flüssigen Proben eingebaut werden.

Die Vorteile liegen auf der Hand:

- Um eine turbulente Strömung zu vermeiden, kann die Durchflussrate angepasst werden. Für reproduzierbare Messungen wird eine laminare Strömung bevorzugt.
- Luftblasen sind kein Problem, sie können eliminiert werden.
- Mit der Durchflusszelle lässt sich ein Probenvorbereitungspanel mit Filtern oder Ventilen implementieren. Dadurch werden Partikel eliminiert, die die Messungen stören könnten.
- Einfacher Zugang zur Durchflusszelle (falls eine Reinigung erforderlich ist).
- Proben können an der gleichen Stelle entnommen werden, wo die NIR-Analytik stattfindet, um eine Modellbildung und/oder Validierung durchzuführen.



Industrielle Durchflusszelle für Fast Loop und Bypass Leitungen



Industrielle Durchflusszellen für raue Prozessumgebungen

Durchflusszellen arbeiten perfekt mit Einzelfasern. Die **optische Pfadlänge** (OPL) ist fest, kann aber bei einigen Durchflusszellen eingestellt werden. Für protische Lösungsmittel (z. B. Alkohole, Amine) wird eine optische Weglänge von 4 mm empfohlen, für aprotische Lösungsmittel (z. B. Alkane, DMF, DMSO) werden 5 mm empfohlen.

Für wässrige Proben mit einem Wassergehalt über 95 Gew.-% wird eine OPL von 0,5 mm empfohlen. Welche optische Pfadlänge genau für Ihre Anwendung verwendet wird, stellen wir im Vorfeld mit Ihnen zusammen während einer Applikationsbearbeitung bzw. Demo fest oder schöpfen dieses Know-how aus unserem Pool an bereits umgesetzten Applikationen.

Je nach Anforderung sind verschiedene Durchflusszellen mit unterschiedlichen Optionen, wie z. B. mit Temperaturfühler oder verschiedenen Materialien erhältlich. Durchflusszellen werden meist über übliche Rohrverbindungsstücke und Rohrverschraubungen an den Prozess angeschlossen.

Proben in Reaktoren, Rohrleitungen und Tanks

Einige chemische Prozesse bestehen aus mehreren Reaktorbehältern, langen Rohrleitungen und Tanks, in denen Durchflusszellen nur schwer zu installieren sind.

Um die NIR-Messung durchführen zu können, sind in solchen Fällen industrielle Tauchsonden die richtige Wahl. Es gibt zwei Arten von Messprinzipien, die für die Messung von flüssigen Proben verwendet werden können: Transmission (wie bei Durchflusszellen) oder Transflexion.



Oben: Einzelfaser-Transflexionssonde mit einem Satz von Spiegeln für definierte OPL (von links nach rechts): 0,5 mm, 1 mm, 2 mm, 5 mm, 10 mm. Unten: MicroBundle-Transflexionssonde mit einstellbarem Spiegel

Für Einzelfasern gibt es Spiegel mit voreingestellter OPL. Für MicroBundle-Fasern gleitet dagegen ein Spiegel entlang der Sondenachse und definiert die OPL. Wenn eine Anwendung hochpräzise Messungen erfordert, sind MicroBundle-Fasern die bevorzugte Wahl. Ähnlich wie bei den Durchflusszellen können die Sonden über Rohrverschraubung oder Flansch an den Prozessstrom angeschlossen werden.



Transmissionssonde, links: Faseranschluss; rechts: Messspalt mit 2 mm OPL

Transmissionssonden arbeiten mit Einzelfasern und echter Transmissionmessung. Die Bestimmung der OPL ist identisch mit der von Durchflusszellen und ist bei diesem Sondentyp fest vorgegeben. Transmissionssonden werden auch als "Single-Pass"-Sonden bezeichnet.

Bei **Transflexionssonden**¹ geht das Licht zweimal durch die Probe, daher ist der gemessene Spalt in der Sonde tatsächlich die Hälfte der OPL. Die Probe befindet sich zwischen einer Linse und einem konkaven, goldbeschichteten Spiegel. Daher wird das Licht auf die Probe fokussiert und die Lichtausbeute bzw. das Signal-Rausch-Verhältnis ist höher als bei Transmissionmessungen.



Beispiel für Prozessanschlüsse: links: Transmissionssonde mit angeschweißtem Flansch; rechts: Transflexionssonde mit angeschweißtem Flansch

¹ Beachten Sie, dass bei gleicher Probe und OPL das Spektrum einer Transflexionssonde bis zu 25 % mehr Signal aufweist als das in Transmission gemessene Spektrum. Transflexionssonden arbeiten mit Einzelfasern oder MicroBundle-Fasern.

Flüssige Proben

im Fast Loop, Bypass,
Reaktor und Tank

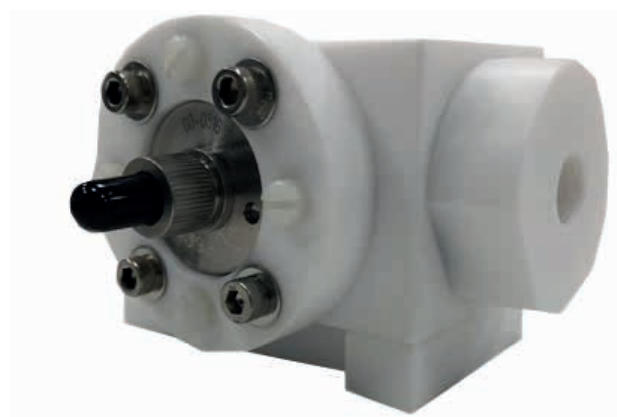


KLARE UND TRANSPARENTE FLÜSSIGKEITEN – AGGRESSIVE CHEMIKALIEN

Sonden und Durchflusszellen aus Edelstahl sind nicht immer für alle Anwendungen geeignet. In Fällen, in denen anorganische Säuren wie Schwefelsäure (H_2SO_4) oder Flusssäure (HF) im Probenstrom vorhanden sind, werden andere Materialien für die Messungen benötigt. Perfluorierte Polymere sind mit solchen Substanzen kompatibel. Hier beschreiben wir einige Durchflusszellen aus Polytetrafluorethylen (PTFE). Beachten Sie, dass auch andere Arten von perfluorierten Polymeren verwendet werden können (z. B. Perfluoralkoxyalkane, PFA; oder Polyvinylidenfluorid, PVDF).

Einzelner Durchflusszelle (einstellbare OPL mit Abstandshaltern)

Transmissionmessungen können mit einer Durchflusszelle aus PTFE durchgeführt werden. Diese PTFE-Konfiguration ermöglicht den Probenkontakt mit einem Saphirfenster, das gegenüber den meisten Chemikalien inert ist. Optional kann eine dünne PTFE-Schicht auf das Fenster aufgebracht werden, sodass die Probe nur mit PTFE in Kontakt kommt.



PTFE Einzelner Durchflusszelle

Transparente Prozessleitungen (PTFE-Clamp-on-Durchflusszelle)

Wenn Modifikationen an der Prozessleitung nicht möglich sind (z. B. über einen Bypass) oder der Probenstrom nicht mit dem Sondenmaterial in Kontakt kommen darf, ist eine PTFE-Clamp-On-Durchflusszelle die richtige Lösung. Diese arbeitet mit Einzelfasern und ist einfach zu implementieren. Sie wird an eine bereits vorhandene Rohrleitung am Probenstrom angeklemt. Die OPL ist abhängig von der Größe des Proben Schlauchs.

Bei der Prozessleitung handelt es sich meist um Standard-PFA-Material, das sehr transparent ist. Dadurch erhält man ausgezeichnete Ergebnisse.



PTFE Einzelner Clamp-On-Durchflusszelle

PTFE-Transflexionssonde

Die Sonden sind in Kontakt mit dem Probenstrom. Daher ist es wichtig, die chemische Beständigkeit zu beachten. Diese Sonden arbeiten perfekt mit Micro-Bundle-Fasern und die OPL ist durch Verschieben der Spiegelposition einstellbar.

KLARE UND TRANSPARENTE FLÜSSIGKEITEN – ANSPRUCHSVOLLE PROZESSE

Transmissionssondenpaare

Einige Anwendungen sind recht anspruchsvoll und erfordern spezielle Lösungen für eine zuverlässige Analyse. Probenströme bei erhöhten Temperaturen und Drücken sind für normale Durchflusszellen eine besondere Herausforderung. Eine alternative Lösung sind Transmissionssondenpaare von Metrohm Process Analytics, die bis zu 250 °C und 345 bar standhalten können. Transmissionssondenpaare arbeiten mit Einzelfasern oder MicroBundle-Fasern, wobei Letztere bei gleicher Probe und OPL etwa 20 % mehr Signal liefern.

Transmissionssondenpaare sind auch mit Einschraubern erhältlich, wodurch sie sich besonders für Polymerextrusionsanwendungen oder für Anwendungen mit einem Druck von bis zu 30.000 psi eignen.

Hochtemperatursonden

Für Probertemperaturen über 250 °C enthält das Sondendesign einen Einlass für Druckluft oder Stickstoff, um die Spitze der internen Faser zu kühlen und die Lebensdauer der Faser zu erhöhen. Transmissions- und MicroBundle-Sonden sind für Hochtemperaturprozesse geeignet.

Die Implementierung dieser Sonden ist extrem einfach und geradlinig. Transmissionssondenpaare können direkt in einen Querschnitt einer Rohrleitung eingesetzt, über einen Flansch, eine Rohrverschraubung oder eine Kombination aus beidem angeschlossen werden. Für die Installation an kleineren Rohrleitungen sind Durchflusszellen erhältlich, in die Sonden eingesetzt werden können. (Gleiches gilt für Transmissionssonden).

PTFE Eigenschaften:

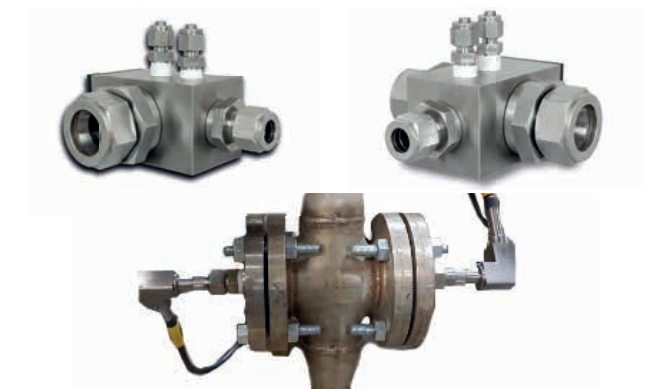
- Hydrophob
- Chemisch inert
- Nicht reaktiv gegenüber fast allen bekannten Chemikalien
- Ausgezeichnete thermische Beständigkeit
- Nicht adhäsiv



Oben/Mitte: Transmissionssondenpaar mit Abstandshalter und Einzelfaser/MicroBundle-Faser. Unten: Transmissionssonde mit Gewinde für den Einsatz im Extruder

Tieftemperatursonden

Für Temperaturen von 0 °C bis -110 °C verfügt die Sondenkonstruktion über einen Einlass für trockenen Stickstoff, um Kondensation und die Bildung von Eiskristallen im Inneren der Sonde zu verhindern. Außerdem werden spezielle O-Ringe verwendet.



Oben links: Durchflusszelle für Transmissionssonden. Oben rechts: Durchflusszelle für Transmissionssondenpaare. Unten: Beispiel für die Implementierung eines Transmissionssondenpaars direkt in eine Prozessrohrleitung.

Feste Proben

Pulver, Kristalle, Tabletten und mehr



FEINE PULVER

Reflexionssonden für feine Pulver

Bei Messungen von feinen Pulvern wird das Reflexionsvermögen der Probe selbst zu unserem Vorteil genutzt. Die Partikel können wie kleine Reflektoren wirken, daher sind Reflexionssonden die beste Lösung für die Messung von Feststoffen. Die chemische Information über die Feststoffpartikel erfolgt über die Detektion des nicht absorbierten Lichts. Zusätzlich wird auch das Streulicht gemessen, das Einfluss auf die Basislinie im Spektrum nimmt. Daher ist es möglich, die Partikelgröße zu bestimmen, indem der Verlauf der Basislinie analysiert wird. Andere physikalische Parameter von Feststoffen wie Schmelzindex oder intrinsische Viskosität können ebenfalls gemessen werden.

Die **Reflexionssonde** besitzt eine Saphirlinse, die direkt mit dem Sondenrohr im Kontakt ist, sodass kein Epoxid oder O-Ring eingesetzt werden muss. Diese Sonde kann unter Bedingungen bis zu 250 °C und 345 bar oder mit zusätzlichen Optionen auch bis zu 400 °C eingesetzt werden. Die Linse fokussiert das Licht auf die Außenfläche des Saphirs. Daher muss die Probe in Kontakt mit der Saphiroptik sein, um präzise und reproduzierbare Spektren zu erhalten.

Die Farbe der Probe ist ebenfalls wichtig, insbesondere bei schwarzen Pulvern. Schwarze Pulver reduzieren die Menge des reflektierten Lichts und können daher sehr oft nicht gemessen werden. Es kann jedoch sein, dass das Pulver zwar schwarz ist, aber aus metallischen Partikeln bestehen, die in diesem Fall tatsächlich als Reflektor wirken und somit wiederum analysiert werden können.



Beispiel für Reflexionssonden von oben nach unten: Edelstahlverstärkte PTFE-Löffelsonde, Standardsonde, 45°-Winkel-Sonde, Löffel-Sonde und PTFE-Löffelsonde

Das Fenster der Sonde besitzt einen kleinen Durchmesser. Um den besten Kontakt zu gewährleisten, können einige Tricks angewendet werden:

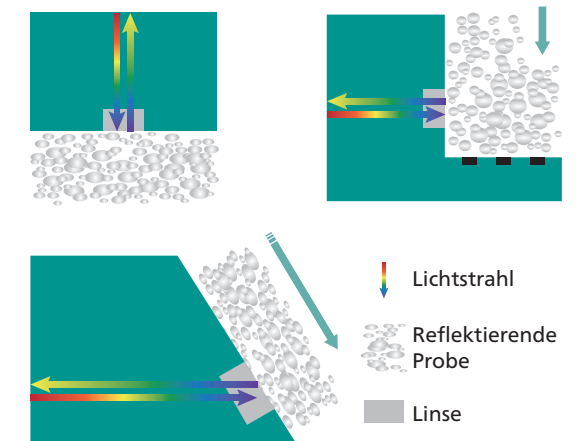
- Wenn der Probenstrom vertikal verläuft (z. B. wenn die Probe in eine Rohrleitung oder in einen Trockner fällt), sind Löffelsonden die beste Lösung. Die Messung wird durchgeführt, sobald genügend Probe auf den Löffel fällt. Nach Beendigung der Messung wird Druckluft eingeblasen, um die Probe zu entfernen, sodass als nächstes eine frische Probe aufgefangen werden kann. Diese Löffelsonde ist in Edelstahl 316 L oder alternativ in PTFE erhältlich. Die Kontaktfläche mit der Probe besteht dann ausschließlich aus PTFE, da eine dünne PTFE-Schicht, die Linse bedeckt. Das Licht passiert diese Schicht ungestört.

Dies ist besonders nützlich, wenn die Probe ätzende Eigenschaften besitzt oder wenn Glas, Linsen oder Fenster in einem Prozess verboten sind.

- 45°-Sonden werden für Pulver verwendet, die in einer horizontalen Rohrleitung oder in einem Mischer mit einem mechanischen Rührer fließen. Da die Probe in verschiedene Richtungen fließen kann, sorgt der 45°-Winkel an der Sondenspitze für einen guten Kontakt zwischen der Probe und der Optik.



Implementierung einer Löffelsonde in einem Trockner



Schema verschiedener Typen von Reflexionssonden

OPAKE PROBEN

Messungen mithilfe von diffuser Reflexion und diffuser Transmission

Einige Proben, wie beispielsweise Tabletten oder Polymerfolien sind undurchsichtig, aber das Licht kann trotzdem passieren. Sie erscheinen aufgrund der Streuung des Lichts innerhalb der Probe undurchsichtig, milchig oder weiß. Für diese Proben wird eine Messung in diffuser Reflexion verwendet. Wir empfehlen die Verwendung der MicroBundle-Transmissionssondenpaare für Polymerfilme und undurchsichtige Proben, eine diffuse Reflexionssonde für Tabletten und poröse Proben.



Diffuse Reflexionssonde

Feste Proben

Granulate, Kristalle, Erze
und vieles mehr



MAKROSKOPISCHE PARTIKEL

Berührungslose Sonde für große Partikel

Aufgrund ihrer größeren Form und Ungleichmäßigkeit ist es fast unmöglich, normale Tauchsonden zur Messung makroskopischer Feststoffpartikel wie u. a. Polymergranulate, Holzspäne und Kristalle zu verwenden.

Für solche Proben wird vorzugsweise eine berührungslose Sonde zur Analyse verwendet. Diese Sonde ist einzigartig, da die Fasern fest mit ihr verbunden sind. Die Faserbündel bestehen aus 6 x 15 Fasern für die Beleuchtung und 1 x 91 Fasern für die Detektion.

Die Beleuchtungsfasern bilden eine Fokusebene, die etwa 8 mm von der Oberfläche der Sonde entfernt ist. Alle Partikel, die sich zwischen der Fokusebene und der Sonde befinden, wirken wie

Auch wenn das Prinzip als berührungslos bezeichnet wird, ist die Sonde noch immer in Kontakt mit der Probe. Diese kann im berührungslosen Modus durch ein Fenster verwendet werden, wenn die Probe in ständigem Kontakt mit dem Fenster befindet.



Berührungslose Sonde für die Analyse großer, ungleichmäßiger Partikel

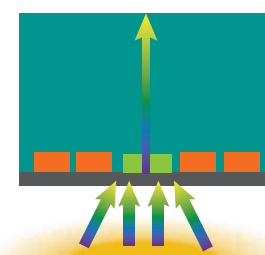
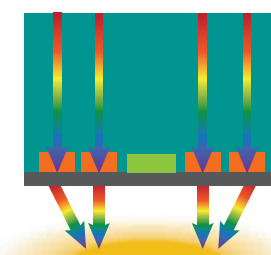
ein diffuser Reflektor und reflektieren das Licht zurück zum Detektor.

Bei sehr weichen Proben, wie z. B. Wolle kann eine Löffelhülle zum Sammeln der Probe verwendet werden, um sie dann mit Druckluft zu entfernen, wie es ähnlich bei feinen Pulvern gemacht wird.



Beispiel für eine berührungslose Sonde, die in eine Außenhülle für flockige Proben eingesetzt wird.

- ↓ Lichtstrahl
- Linse
- Saphirfenster
- Beleuchtungsfokusebene
- Detektionsfasern



Die Probe im Beleuchtungskegel reflektiert das Licht zum Detektor

Prinzip der berührungslosen Sonde



Suspensions and Slurries – Feststoff oder Flüssigkeit?

SUSPENSIONEN ANALYSIEREN

> 30 Gew% Feststoffgehalt

Probenströme mit einem relativ großen Feststoffanteil können eine Herausforderung für die Quantifizierung darstellen. Um den Feststoffanteil messen zu können, sollten diese im Reflexionsmodus durchgeführt werden. Für den flüssigen Teil des Probenstroms hängt die Messung von seinen Eigenschaften ab. Handelt es sich um eine wässrige Probe, müssen die Feststoffpartikel vor der Analyse entfernt werden. Handelt es sich um eine nichtwässrige Probe, kann der Flüssigkeitsanteil gleichzeitig mit dem Feststoffanteil quantifiziert werden.



< 30 Gew% Feststoffgehalt

Probenströme mit geringem Feststoffgehalt können meistens mit einer Transmissionssonde gemessen werden. Bessere Ergebnisse erhält man sogar bei Verwendung einer MicroBundle-Transflexionssonde. Da der Feststoff nur die Basislinie und die Peakbreite beeinflusst, kann der Feststoffanteil zusammen mit der flüssigen Lösung quantifiziert werden. Wässrige Lösungen können aufgrund der kleinen OPL und der Gefahr von Sondenverschmutzung eine Herausforderung darstellen.



Metallische Partikel

Probenströme, die metallische Partikel enthalten, sind gute Reflektoren und daher leicht zu quantifizieren. Aufgrund ihres Reflexionsvermögens hat die Flussrate jedoch einen großen Einfluss auf die NIR-Spektren. Für möglichst reproduzierbare Messungen sollte die Durchflussrate konstant gehalten werden.



Gasproben

Kontinuierliche und Batch-Prozesse



Es gibt verschiedene Möglichkeiten, wie man mit Gasproben für die Analyse umgeht. Flüssiggase können sehr einfach wie Flüssigkeiten behandelt werden. Bleiben sie gasförmig, gibt es zwei Ansätze, die je nach Prozessaufbau angewendet werden können:

- Bei der **kontinuierlichen** Analyse wird der Gasprobenstrom mit einer konstanten Flussrate und Temperatur durch eine Durchflusszelle geleitet. Die Messung erfolgt wie bei klaren, transparenten Flüssigkeiten im Transmissionsmodus, sodass absolute Konzentrationswerte ermittelt werden können.
- **Batch-Analysen** sind eine zweite Möglichkeit, Gasströme mit **niedriger** Konzentration zu messen. Das Ausgangsventil der Durchflusszelle wird zunächst geschlossen, sodass sich der Proben- druck innerhalb der Durchflusszelle aufbaut. Wenn der vordefinierte Druck erreicht ist, wird das Ventil am Eingang der Durchflusszelle ebenfalls geschlossen, um die eigentliche Analyse zu starten. Die Messung erfolgt im Transmissionsmodus bei konstantem Druck und konstanter Temperatur, sodass relative Konzentrationen erhalten bleiben.

Beide Parameter müssen daher präzise überwacht und konstant gehalten werden.

In Gasproben ist die Moleküldichte ein wichtiger Parameter. Die Dichte der Moleküle in einer Gasprobe ist geringer als in flüssigen Proben, daher werden längere OPL verwendet, die von einigen Zentimetern bis zu Metern reichen. Die OPL hängt von der erforderlichen Präzision und den Konzentrationsbereichen ab.

Die Nahinfrarotspektroskopie ist eine Sekundär- methode, wodurch zur Quantifizierung ein Vorher- sagemodell benötigt wird. Dies wird durch eine primäre Referenzmethode (z. B. Titration / HPLC) gewonnen. Für Gasproben ist die Gaschromatogra- phie die bevorzugte Referenzmethode. Für Gasan- wendungen kann ein Einzelfaser-Transmissions- sondenpaar oder ein MicroBundle-Transmissions- sondenpaar verwendet werden. Die MicroBundle- versionen bieten eine höhere Genauigkeit aufgrund des besseren Signal-Rausch-Verhältnisses.

Wichtig – Gasproben folgen dem idealen Gasgesetz: Die Konzentration ist direkt proportional zum **Druck** und umgekehrt proportional zur **Temperatur**.

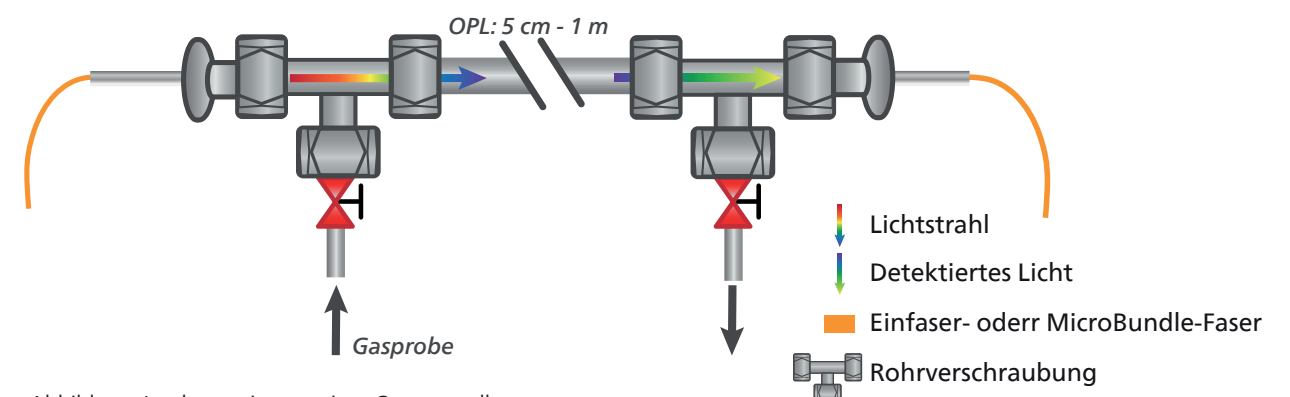


Abbildung: Implementierung einer Gasmesszelle

Die perfekte PAT-Messstelle

Da jede Produktionsanlage, jeder Prozess und jede Probe einzigartig ist, gibt es keine allgemeingültige Regel für die Auswahl der idealen Sonde. Die richtige Auslegung der PAT-Messstelle ist genauso wichtig wie die Technologie selbst. Eine geeignete Messstelle führt zu einer guten Reproduzierbarkeit und Präzision. Hier finden Sie einen Leitfaden für die perfekte **Auslegung** Ihrer Messstelle:

1

MESSUNGEN

Berücksichtigen Sie zunächst den Aggregatzustand, der bestimmt, welches Messprinzip zu wählen ist:

- Transmission (Transflexion) für Flüssigkeiten, Gase und einige Suspensionen
- (Diffuse) Reflexion für Pulver und einige Suspensionen
- Berührungslose Messung für flache Feststoffe und grobe Körner

VERFEINERUNG DES MESSPRINZIPS

Betrachten Sie im zweiten Schritt, welche Parameter mit welcher Konzentration und Genauigkeit gemessen werden sollen. Diese Parameter geben Aufschluss über die zu wählende optische Weglänge bei Transmissions-/Transflexionsmessungen oder über den Messabstand bei berührungslosen Messungen.

2

3

ROBUSTHEIT / BESTÄNDIGKEIT

Nachdem das Messprinzip definiert ist, muss der Sondentyp oder die Durchflusszelle ausgewählt werden. Die Eigenschaften der Probe (korrosiv, abrasiv) und die Bedingungen (Temperatur/Druck/Viskosität/Durchfluss) müssen berücksichtigt werden, um das richtige Setup und Material auszuwählen. Zu den verwendeten Standardmaterialien gehören SS316, Hastelloy C, Titan 6, Monel und Nickel.

LICHTWELLENLEITER

Die Art der zu verwendenden Faser wird aus den oben genannten Schritten abgeleitet. Es ist wichtig, einen Schutz für die Fasern zu berücksichtigen, z. B. mit einem PVC-Schlauch, um mechanische und/oder chemische Beschädigungen zu verhindern. Üblicherweise werden Micro-Bundle-Fasern verwendet, um das Signal-Rausch-Verhältnis und die Präzision zu verbessern.

4

Implementierung der PAT-Messstelle

Die Platzierung einer Sonde oder einer Durchflusszelle ist nicht trivial. Sehr oft existieren limitierende Vorgaben wie Platzmangel oder Sicherheitsvorschriften, die eingehalten werden müssen. Hier sind einige Empfehlungen für die **Implementierung** der Sonde oder Durchflusszelle in den Prozess:

SONDEN

Sonden, die in-situ messen, werden über Flansche und/oder Rohrverschraubungen direkt an den Prozess angeschlossen. Solche Tauchsonden sind fest installiert und meist wartungsfrei. Wird eine Reinigung benötigt, geschieht dies in der Regel durch Zuführung einer Reinigungslösung oder Dampf. Die Reinigung mit Dampf wird aufgrund der Temperatur bereits bei der Sondenauslegung berücksichtigt. Wenn die Sonde nur durch Entnahme gereinigt werden kann, empfiehlt sich die Integration in einen Bypass oder eine Durchflusszelle. Dabei wird die Durchflusszelle vom Hauptprozessstrom getrennt, wodurch eine Störung des normalen Prozessbetriebs während der Reinigung der Sonde vermieden wird. Lösungen für die Sondenentnahme sind bei Bedarf erhältlich.

Die Eintauchtiefe der Sonden hängt von der Prozessströmung ab. Die ideale Eintauchtiefe sollte dort liegen, wo die Probe am repräsentativsten ist.

DURCHFLUSSZELLEN

Durchflusszellen werden normalerweise in ein Bypass installiert. Unterschiede in den Flussraten und der Rohrleitungsquerschnitt müssen berücksichtigt werden, um turbulente Strömungen oder das Vorhandensein von Luftblasen zu vermeiden. Vor der Durchflusszelle bietet sich die Möglichkeit, Probenpanels einzusetzen, um die Probe vorzubereiten (z. B. Filtration, Extraktion) und eine gute Reproduzierbarkeit der Messung zu erreichen. Ein weiterer Vorteil der Integration von Durchflusszellen in Probenpanels ist, dass die Kalibrierung und Validierung gezielt erfolgen kann: Bekannte Probenkonzentrationen können direkt injiziert werden, während Proben an der gleichen Stelle für Labormessungen gesammelt werden können. Auch die Temperaturkontrolle ist mit Durchflusszellen einfacher. Es wird empfohlen, die Probe nach oben fließen zu lassen, um Schwerkraft- oder Absetzungseffekte bei der Messung von Suspensionen zu vermeiden.



Zeitplan für die Integration der PAT-Messstelle

Einige Sonden sind Standardartikel, aber in mehr als 90 % der Fälle wird das Setup genau an die Prozessanforderungen angepasst. Die Auswahl und Bestellung des Equipments ist ein mehrstufiger Prozess, an dem viele Parteien beteiligt sind. Dieser Prozess sollte nicht übersehen werden, sondern von Beginn eines Projekts an gemeinsam angegangen werden.

Die ideale Messstelle:

- Laminarer Durchfluss – reproduzierbare Messungen
- Probenvorbereitungsmöglichkeiten (z .B. zur Vermeidung von Partikeln / Luftblasen)
- Temperaturkontrolle für höhere Genauigkeit
- Leichte Zugänglichkeit der Sonde (Reinigen oder Analyse von Kalibrierstandards)
- Möglichkeit, die Probe an der gleichen Stelle zu entnehmen, an der das NIR-Gerät Spektren misst (zur Kalibrierung, Validierung oder Aktualisierung von Modellen)

1

APPLIKATIONSFRAGEBOGEN

Metrohm Process Analytics ist ein Lösungsanbieter und unterstützt Sie bei der Auswahl der besten Technologie für Ihre Anwendung.



Die Auswahl des NIRS-Setup erfolgt auf Basis des vom Anwender ausgefüllten Anforderungsprofils.

2

SONDENANFORDERUNG

Die Anforderungen an die PAT-Messstelle werden definiert, um die beste Sondenlösung zu erhalten.

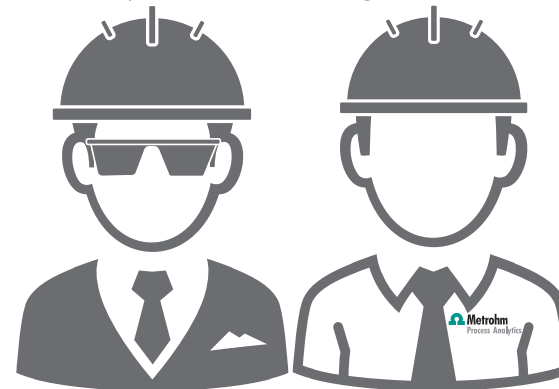


Die geeignete Lösung wird ausgewählt und Ihnen gemeinsam mit einem Budgetangebot präsentiert.

3

TECHNISCHE DISKUSSION

Die Lösung wird zwischen Metrohm Process Analytics und Ihnen besprochen, wobei alle Beteiligten von den Verfahrenstechnikern bis zum IT-Spezialisten einbezogen werden.

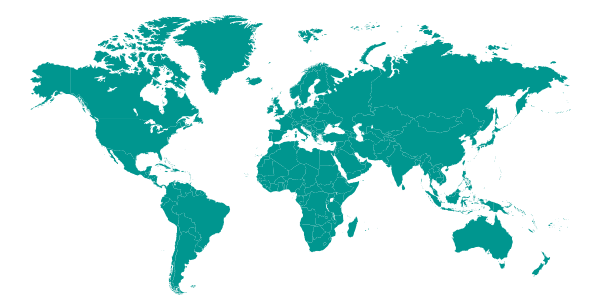


Die Entscheidung basiert auf der besten Probendarstellung und Integrationsmöglichkeit. Zeichnungen werden freigegeben.

4

PREISKALKULATIONEN – LIEFERZEITEN

Sie erhalten ein komplettes Projektangebot (inkl. Inbetriebnahme, Schulungen und Sonderkonstruktionen), das auf Ihre Anwendung zugeschnitten ist.



Metrohm Process Analytics ist weltweit lokal vertreten und hat mehr als 10.000 industrielle Prozesslösungen installiert.

