

### INLINE – PROZESSKONTROLLE MIT ULTRASCHALL -

### ÜBERWACHUNG DER ZUSAMMENSETZUNG VON GASGEMISCHEN

Dr. Frank Dinger      MAT Mess- und Analysetechnik Kassel

Die Möglichkeit, Stoffe mittels **Schallgeschwindigkeitsuntersuchungen** zu erkennen und zu charakterisieren sowie die **Zusammensetzung** von Mehrkomponentensystemen zu bestimmen, ist bereits seit mehreren Jahrzehnten bekannt.

Die Anwendung des Schallverfahrens für Konzentrationsmessungen und zur Prozessüberwachung in flüssigen Stoffsystemen hat sich mittlerweile als Standardmessverfahren in der Prozessmess-technik etabliert. Für einige Reaktionen, wie z.B. Polymerisations- oder auch Kristallisations-reaktionen, gibt es messtechnisch wenig oder keine Alternativen.

Grundsätzlich ist der Einsatz dieses Verfahrens auch bei **Gasen** möglich. Hier steht man jedoch noch am Anfang. Nachfolgend werden Möglichkeiten aufgezeigt und einige Beispiele dargestellt.

#### 1. Einsatzmöglichkeiten und Einsatzgrenzen von Ultraschallverfahren

Ultraschallmethoden ganz allgemein haben sich vor allem im Bereich der Medizin als diagnostisches und therapeutisches Verfahren, in der Materialprüfung, in der Prozessmesstechnik für Niveau- und Durchflussmessungen durchgesetzt. Dabei wird ausgenutzt, dass bei diesen vielfältigen Anwendungen eine große Bandbreite der physikalischen Parameter, insbesondere der Schallfrequenz und der Schallintensität, möglich ist. Eine Anpassung an die jeweilige Aufgabe ist damit gegeben.

Für Niveau- und Durchflussmessungen sowie in dem Anwendungsgebiet Inline - Prozesskontrolle wird in der Regel die Messung der Schallgeschwindigkeit genutzt (in der Durchflussmesstechnik darüber hinaus der Doppler-Effekt). Diese kann heute mit einer Genauigkeit besser 0,1 m/s gemessen werden. Eine Messung ist sowohl in Gasen als auch in Flüssigkeiten und Feststoffen möglich.

Ebenso wie bei Flüssigkeiten wird auch bei Gasen die Laufzeit **t** eines Ultraschallimpulses durch die Messstrecke **l** gemessen. Die Schallgeschwindigkeit **c** wird bestimmt nach:

$$c = \frac{l}{t}$$

Die Messstrecke **l** und deren Temperaturabhängigkeit wird mit einem Gas bekannter Schallgeschwindigkeit kalibriert.

Der Zusammenhang zwischen Schallgeschwindigkeit, Temperatur und der gesuchten Größe (Konzentration, Umsatz, Dichte, Qualität, Alarmgrenzen u.a.) muss für das zu messende Stoffsystem immer bekannt sein. Diese Zusammenhänge, in der Regel in Form von Schallkennlinien, können im einfachsten Fall unter Laborbedingungen ermittelt werden. Auch bei Gasen hängt die Schallgeschwindigkeit von der Dichte  $\rho$  und der adiabatischen Kompressibilität  $\beta_{ad}$  ab. Ursache ist, dass sich die Schallwelle als mechanische Welle über periodische Druckschwankungen ausbreitet.

$$c^2 = \frac{1}{\rho * \beta_{ad}}$$

Aus den Gasgesetzen folgt, dass die Schallkennlinien immer nahezu linear sind im Verhältnis der Mole und damit im Volumenverhältnis. Auch die Temperaturabhängigkeit ist linear, sie ist bedeutend geringer als bei den meisten Flüssigkeiten. Das ist ein Vorteil gegenüber Flüssigkeiten. Nachteil ist, dass die Druck-abhängigkeit grösser als bei Flüssigkeiten ist. Bei Drucken größer 10 bar muss deshalb der Druck immer mit gemessen werden.

Abbildung 1 zeigt als Beispiel die Schallkennlinien eines Gemisches Luft – Aceton :

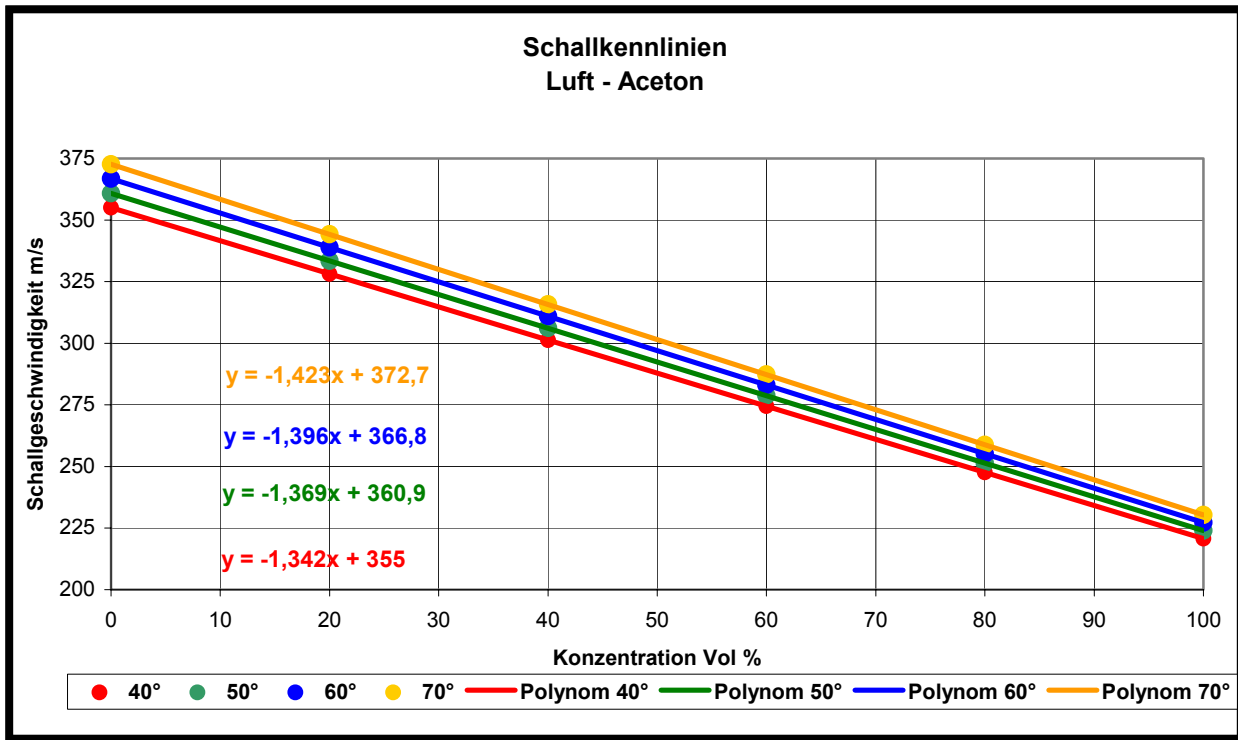


Abbildung 1 Schallkennlinien Luft - Aceton

Nachfolgend einige Beispiele für die Schallgeschwindigkeit in Gasen und Dämpfen :

## Gase

Argon	$c = 319 + 0,56 * T$
Helium	$c = 965 + 0,80 * T$
Kohlendioxid	$c = 259 + 0,40 * T$
Kohlenmonoxid	$c = 338 + 0,60 * T$
Luft	$c = 331 + 0,59 * T$
Neon	$c = 435 + 0,80 * T$
Sauerstoff	$c = 316 + 0,56 * T$
Schwefeldioxid	$c = 213 + 0,47 * T$
Stickstoff	$c = 334 + 0,60 * T$
Wasserstoff	$c = 1\,284 + 2,20 * T$

## Dämpfe

Ethylether	$c = 177 + 0,30 * T$
Ethanol	$c = 230 + 0,40 * T$
Ethylacetat	$c = 163 + 0,27 * T$
Dichlorethan	$c = 158 + 0,24 * T$
Aceton	$c = 208 + 0,32 * T$
Benzol	$c = 173 + 0,30 * T$
Chloroform	$c = 148 + 0,24 * T$
Methylether	$c = 208 + 0,39 * T$
Methanol	$c = 290 + 0,46 * T$
Cyclohexan	$c = 162 + 0,30 * T$

Eine Ausnahmestellung nehmen Wasserstoff und Helium ein. Das trifft auch für die Druckabhängigkeit zu, die deutlich höher ist als bei den übrigen Gasen und Dämpfen.

## 2. Schallgeschwindigkeitsmessung im Labor und Prozess

Für die Messung der Schallgeschwindigkeit wird ein Impuls – Echo- Verfahren angewendet. Während bei Flüssigkeiten mit einer Ultraschallfrequenz von 1 bis 5 MHz gearbeitet wird, liegt die Frequenz bei Gasanwendungen bei 50 bis 500 KHz.

Die Anordnung für **Labormessungen** zeigt Abbildung 2 :

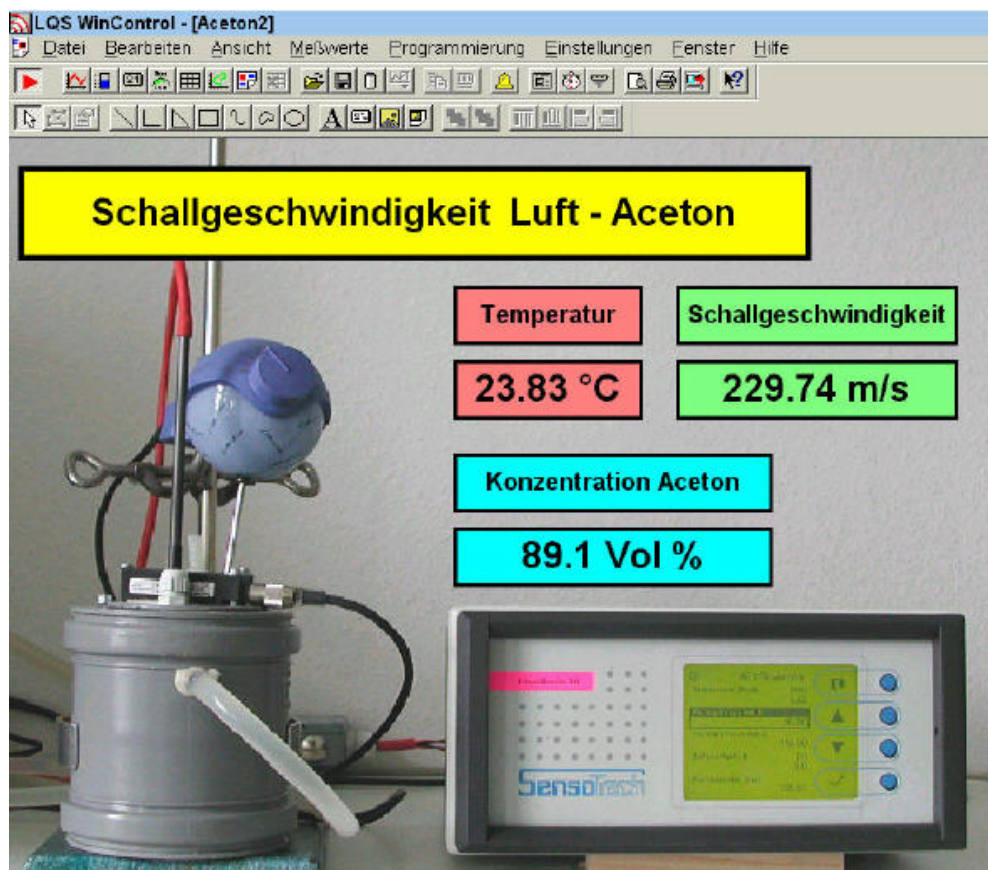


Abbildung 2 Messung der Schallgeschwindigkeit im Labor

Eingesetzt wurde ein Controller des Ultraschall – Messsystems LiquiSonic (Fa. SensoTech Magdeburg) sowie die Gas – Messzelle USGZ – 400 der Fa. MAT Kassel. Sie ist thermostatisierbar und für eine Einsatztemperatur von 0° bis 70°C und für Normaldruck geeignet.

Für grosstechnische Messungen steht ein Tauchsensoren mit Prozessanschluss Flansch DN 50 und variabler Eintauchtiefe zur Verfügung. Die minimale Eintauchtiefe beträgt 150 mm. Er kann wahlweise in Edelstahl oder in Kunststoff gefertigt werden.

Zur Visualisierung, zum Rechnen und Speichern wird die universelle Rechen-, Anzeige- und Speichersoftware **LQS WinControl / MAT WinControl**, die eine Messwerterfassung und -darstellung unter MS Windows gestattet, genutzt. Abbildung 2 ist ein Projektbild mit aktiven Messfenstern aus dieser Software. Die nachfolgenden Bilder zeigen die Grafikanzeige. Es können beliebig viele Fenster generiert werden.

Abbildung 3 zeigt die Messung der Temperaturabhängigkeit der Schallgeschwindigkeit von Luft. Dargestellt ist auch die Temperaturdynamik, d.h. die momentane Temperaturänderung. Sie kann insbesondere bei Reaktionen eine Aussage über den Prozesszustand und den Reaktionsfortschritt liefern.

Abbildung 4 zeigt die Konzentrationsbestimmung von Aceton in Luft. Im Experiment wurde schrittweise Aceton zugegeben.



Abbildung 3 Luft



Abbildung 4 Konzentrationsbestimmung von Aceton in Luft

Die Software LQS WinControl / MAT WinControl gestattet die Nutzung von insgesamt 99 Rechenkanälen, so dass auch sehr komplexe Prozesse beschrieben werden können. MAT bietet Applikationssoftware – Varianten

u.a. für Polymerisations- und Kristallisationsreaktionen sowie zur Beschreibung von Mehrkomponenten – Stoffsystemen an. Mehrere Messverfahren können einbezogen werden, wie z.B. ein zweites Analysenmessverfahren oder auch Durchfluss- oder Niveaumessungen. Bei Gasen kann durch Anschluss einer Druckmessung eine entsprechende Kompensation vorgenommen werden.

Mit dem Einsatz des Ultraschallverfahrens ist es auch möglich, kostengünstig eine **Abgasüberwachung** durchzuführen. Das Verfahren ist bei Gasen ebenso robust und wartungsarm oder wartungsfrei wie beim Einsatz für Flüssigkeiten. Der Messwert liegt kontinuierlich und in Echtzeit vor.

Im nachfolgenden Beispiel bei Abbildung 5 wird ein Abgasstrom auf Störgrößen überwacht. Bei Überschreitung eines Grenzwertes, der beliebig gewählt werden kann, wird sofort ein Alarm ausgelöst, der wahlweise optisch und / oder akustisch signalisiert werden kann. Auch eine entsprechende Schalthandlung kann ausgelöst werden. Im vorliegenden Fall wurde damit sofort die Störgröße beseitigt. Die Alarm – Obergrenze lag bei 2 Vol %.

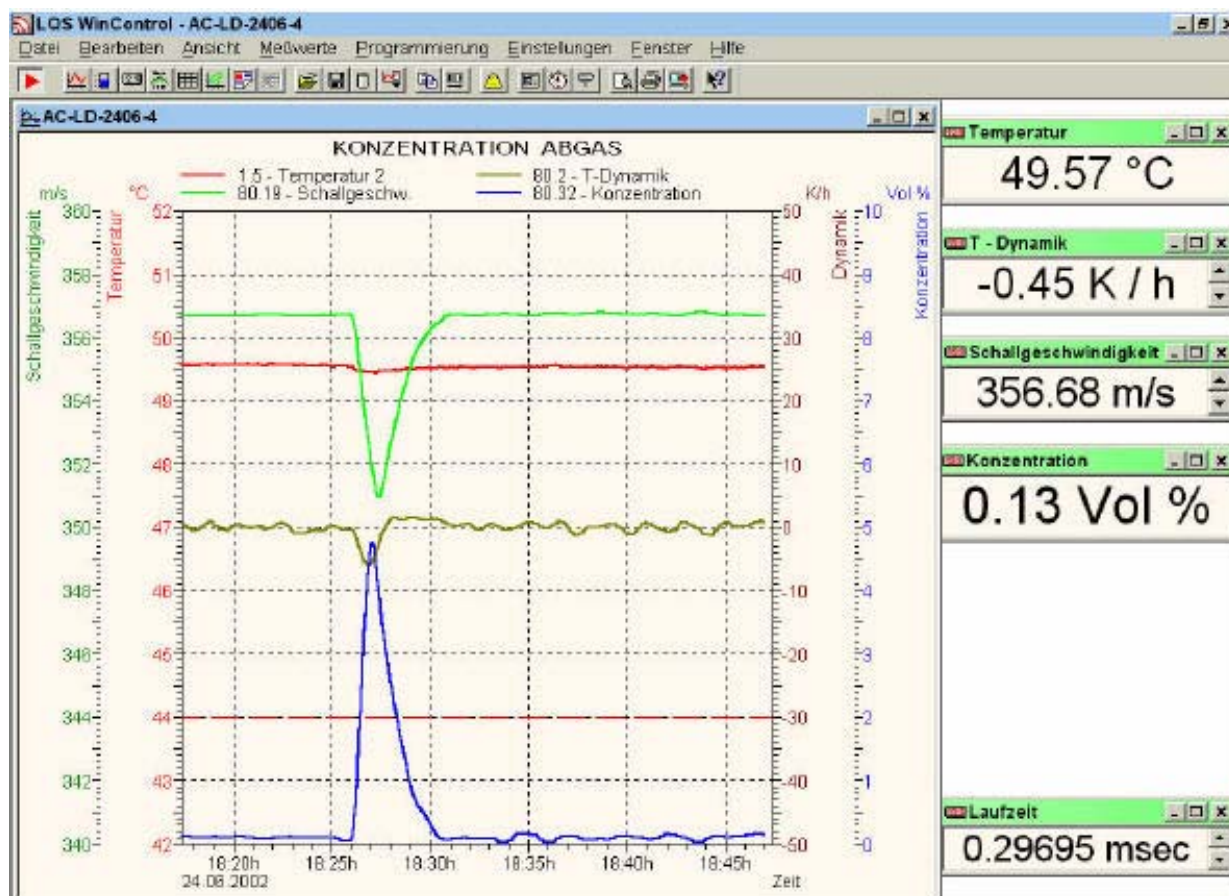


Abbildung 5 Abgasüberwachung

Im **Prozess** können zur Schallgeschwindigkeitsmessung auch Ultraschall – Durchflussmesser eingesetzt werden. Die Messung der Temperatur muss extern und in unmittelbarer Nähe der Schallsensoren erfolgen. Die Berechnung der Zusammensetzung erfolgt mit der Software **MAT** WinControl.

Die Messanordnung zeigt Abbildung 6 :



Sensor



Elektronik

Abbildung 6 Ultraschall – Gasdurchflußmesser (Fa. KROHNE)

### 3. Ausblick

Die aufgezeigten Vorteile des Verfahrens lassen erwarten, dass sich das Verfahren in naher Zukunft auch zu einem Standardmessverfahren für die Inline – Prozesskontrolle an Gasen entwickelt. Folgende Einsatzmöglichkeiten sind gegeben :

- für Konzentrations- und Dichtemessungen
- zur Umsatzbestimmung bei chemischen, physikalischen und biologischen Reaktionen
- zur allgemeinen Prozessüberwachung und Prozesskontrolle
- zur Qualitätskontrolle und Qualitätsüberwachung
- zur Produkterkennung
- als Verfahren für Labor – Entwicklungen und spezielle Untersuchungen (z.B. für Rezeptur-entwicklungen und kinetische Untersuchungen)
- als kombiniertes Messverfahren mit anderen integralen Messverfahren

Mögliche Applikationen sind u.a. :

- **Reingaskontrolle**
- **Schutzgasüberwachung**
- **Formiergaskontrolle**
- **Gasherstellung**
- **Chemieapplikationen**
- **Gichtgasmessung**
- **Konverterabgasmessung**