

  
SensoTech



# Polymerisations- überwachung

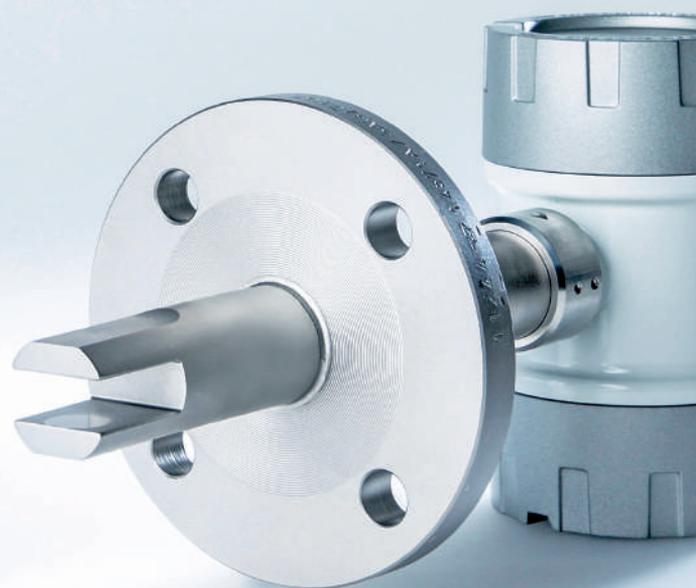
Inline-Analysenmesstechnik für

- Monomerkonzentration
- Polymerkonzentration
- Polymerisationsgrad
- Endpunkt

Qualität erk

Mit hochw

Robust, p



**LiquiSonic®**

nöhen, **Ressourcen sparen: LiquiSonic®.**

ertiger, **innovativer Sensortechnologie.**

präzise, **bedienerfreundlich.**



LiquiSonic® ist ein Inline-Analysesystem, das direkt im Prozess ohne Zeitverzug die Konzentration einer Flüssigkeit bestimmt. Das Gerät basiert auf der hochpräzisen Messung der absoluten Schallgeschwindigkeit und Prozesstemperatur und erlaubt so die Verfolgung von Prozessen und komplexen Reaktionen.

Der Nutzen für den Anwender sind:

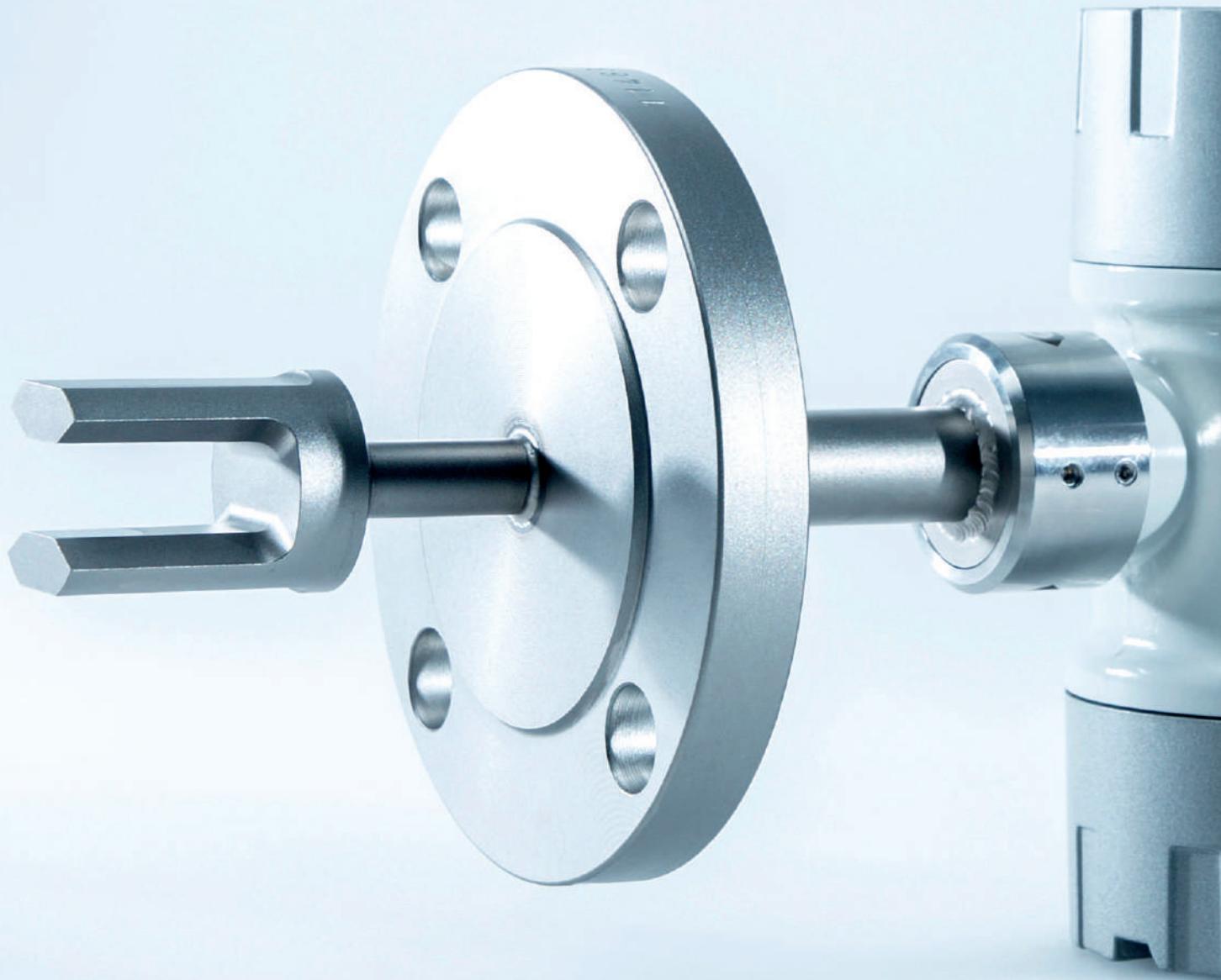
- optimale Anlagensteuerung durch Online-Information über den Prozesszustand
- maximaler Wirkungsgrad der Prozesse
- Erhöhung der Produktqualität
- Abbau aufwendiger Labormessungen
- Einsparung von Energie- und Materialkosten
- verbesserte Anlagenauslastung
- reproduzierbare Prozessführung durch „fingerprint“-Funktion

Die Verwendung modernster digitaler Signalverarbeitungstechnologien garantiert eine äußerst genaue sowie störsichere Messung der absoluten Schallgeschwindigkeit und Konzentration. Zusätzlich sichern integrierte Temperatursensoren, die ausgefeilte Sensorkonstruktion und ein

in unzähligen Messreihen und vielen Anwendungen gewachsenes Know-How eine hohe Zuverlässigkeit des Systems mit langen Standzeiten.

Die Vorteile des Messverfahrens sind:

- absolute Schallgeschwindigkeit als eindeutige und rückführbare physikalische Größe
- unabhängig von Farbe, Leitfähigkeit und Transparenz der Prozessflüssigkeit
- Einbau direkt in Rohrleitungen und Behälter
- robuste Sensorkonstruktion in komplett metallischer Ausführung ohne Dichtungen oder bewegliche Teile
- wartungsfrei
- Korrosionsbeständigkeit durch Verwendung von Sondermaterialien
- Einsatz bei Temperaturen bis 200 °C
- hohe, driftfreie Messgenauigkeit auch bei hohem Gasblasenanteil
- Anschluss von bis zu vier Sensoren pro Controller
- Weiterleitung der Messergebnisse über Feldbus (Profibus DP, Modbus), analoge Ausgänge, serielle Schnittstelle oder Ethernet

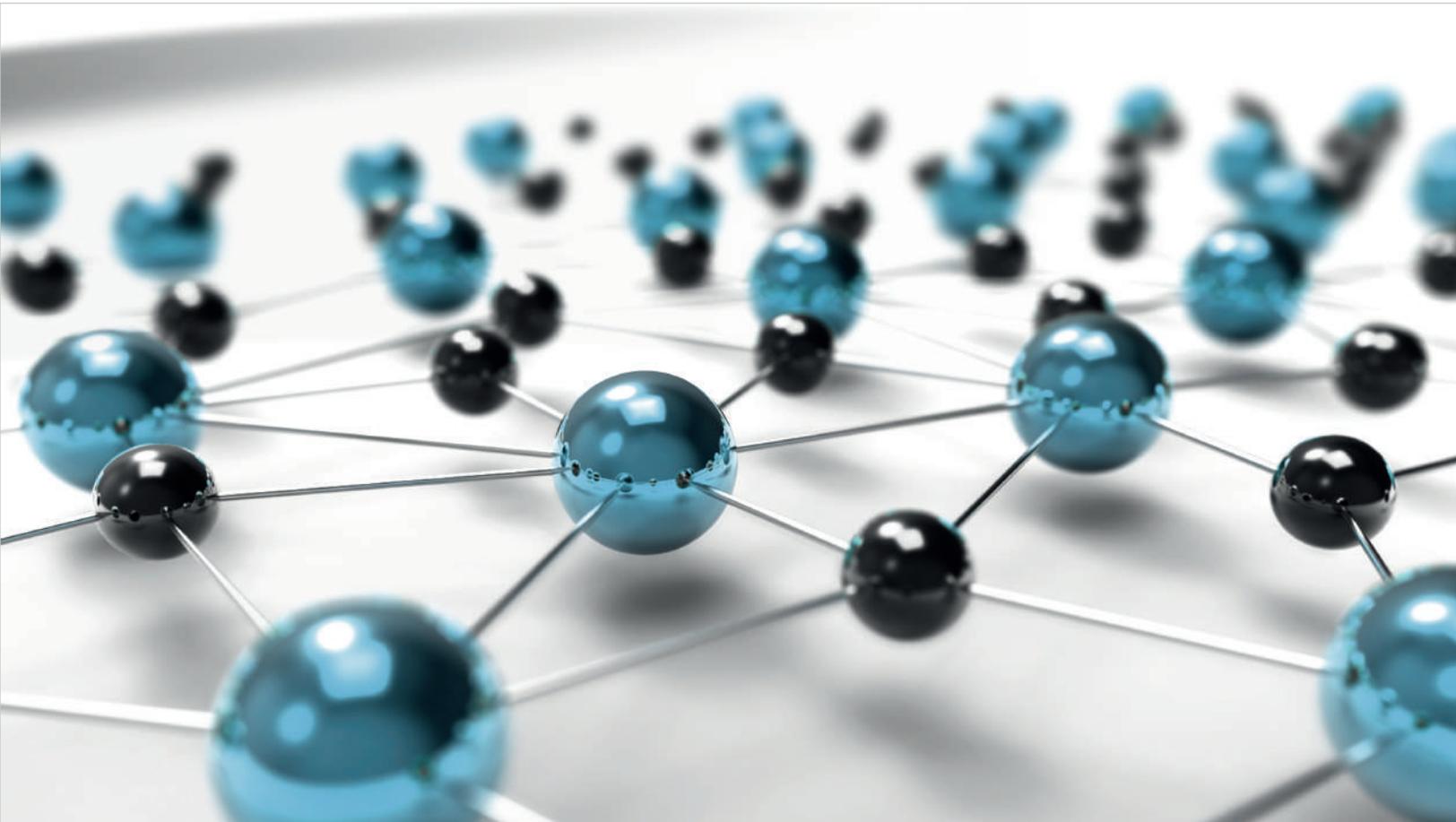


# **Inline-Prozessanalyse**

## Inhalt

1	Grundlagen der Polymerisation	6
1.1	Einleitung	7
1.2	Physikalische Grundlagen	7
2	Prozesse	8
3	Anwendungen	12
4	Qualität und Service	14

# 1 Grundlagen der Polymerisation



## 1.1 Einleitung

Die Umsatzbestimmungen bei chemischen Reaktionen besitzen allgemein und insbesondere bei Polymerisationsreaktionen eine hohe Notwendigkeit hinsichtlich Prozessverfolgung, Prozesskontrolle sowie Prozesssteuerung.

Ebenso wie die Konzentrationsmessung steigt gerade in der gegenwärtigen Zeit ihre Bedeutung in allen Bereichen der Wirtschaft enorm. Hohe wirtschaftliche Effekte, wie Material- und Energieeinsparungen sowie Qualitätsverbesserungen sind möglich.

Für Konzentrations- und Umsatzmessungen existiert eine Reihe von Messverfahren, wie z.B. die Dichtemessung, Brechungsindexmessung, Leitfähigkeitsmessung, die Messung von Farbe, Trübung und Viskosität, die alle ihre physikalischen und technologischen Einsatzgrenzen haben.

Die Möglichkeit, Konzentrationen durch die Messung der Schallgeschwindigkeit zu bestimmen, ist bereits seit längerem bekannt und hat sich als Standardmessverfahren durchgesetzt.

## 1.2 Physikalische Grundlagen

Die Ausbreitungsgeschwindigkeit  $v$  des Ultraschalls in Flüssigkeiten hängt von deren Dichte und adiabatischer Kompressibilität über folgende Beziehung ab:

$$v^2 = \frac{1}{\rho \cdot \beta_{ad}}$$

$v$  = Schallgeschwindigkeit

$\rho$  = Dichte

$\beta_{ad}$  = adiabatische Kompressibilität

Eine bestimmende Größe für die Schallgeschwindigkeit ist die Kompressibilität. Das hat zur Folge, dass bei steigender Schallgeschwindigkeit, die Dichte und Kompressibilität gegenläufig sein können. Das hat die Konsequenz, dass u.U. bei geringen oder kleinen Dichteunterschieden große Schallgeschwindigkeitsunterschiede auftreten können. Der umgekehrte Fall tritt sehr selten ein.

Die Schallgeschwindigkeit wird durch die Struktur des Stoffes bestimmt, d.h. durch Atom- und Molekülgruppen, Isomeren oder Kettenlängen. Dieser Zusammenhang bietet damit die Möglichkeit, Stoffe mittels Ultraschall zu charakterisieren.

Die Schallgeschwindigkeit  $v$  einiger ausgewählter Monomere und Polymere bei 20 °C ist in der nachfolgenden Tabelle dargestellt.

Für Monomer-Polymersysteme gilt ganz allgemein, dass die auftretenden Unterschiede der Schallgeschwindigkeit zwischen Monomer und Polymer in erster Linie durch die Kettenlänge und den Grad von Verzweigungen und Vernetzungen bestimmt werden. Die Tabelle zeigt bereits deutlich, dass die auftretenden Unterschiede zwischen Monomer und Polymer und damit zwischen Start und Ende der Polymerisationsreaktion z.T. sehr groß sind.

Monomer	$v$ [m/s]	Polymer	$v$ [m/s]
Styren	1.354	Polystyren fest	2.330
Vinylchlorid	897	Polyvinylchlorid fest	2.260
Vinylacetat	1.150	Polyvinylacetat, Dispersion 50 m%	1.940
Butylacrylat	1.233	Polybutylacrylat, Dispersion 50 m%	1.375
Butadien	961	Polybutadien, Lösung 20 m%	1.373

## 2 Prozesse



Die Polymerisationen werden je nach Reaktionsmechanismus eingeteilt in:

- Lösungspolymerisation
- Emulsionspolymerisation
- Suspensionspolymerisation
- Polykondensation

Je nach Anzahl der Copolymere und der produktverändernden Additive zeigt die Schallgeschwindigkeitsänderung einen charakteristischen Verlauf. Typischerweise wird die Schallgeschwindigkeit aller beteiligten Komponenten in Abhängigkeit von der Temperatur bestimmt, um dies dann später zu kompensieren. Aus dem zeitlichen Verlauf der Schallgeschwindigkeit lässt sich dann der Reaktionsverlauf ableiten und der Stoffumsatz berechnen.

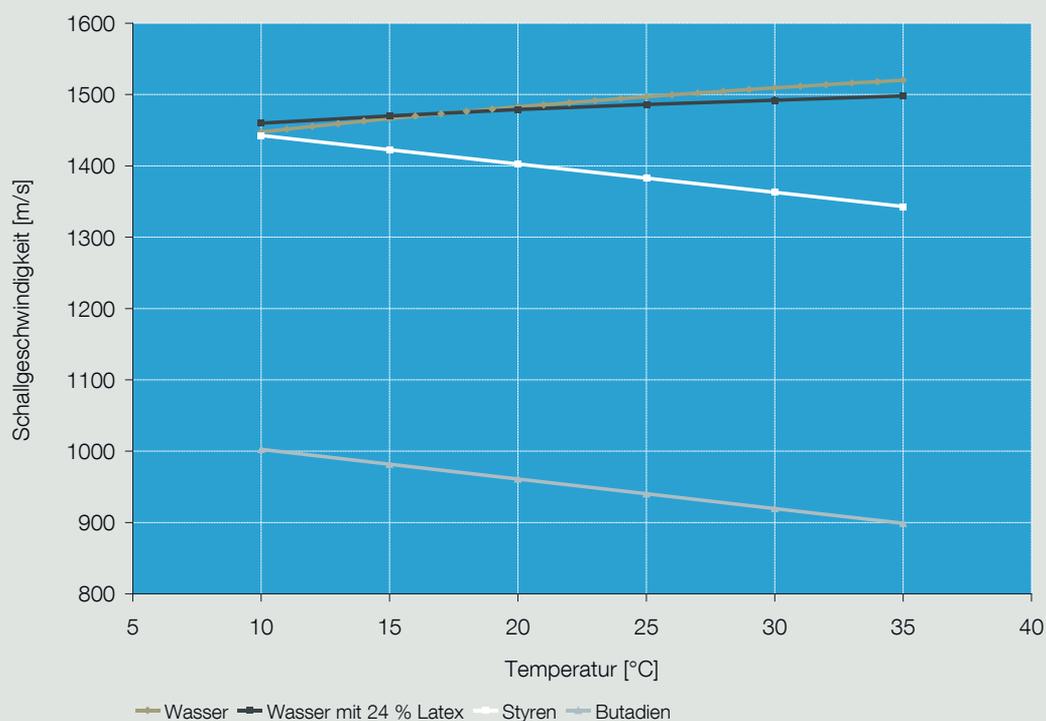
In der nachfolgenden Beschreibung ist dies exemplarisch für die Emulsionspolymerisation von Styren-Butadien-Latex erläutert. Die Bestimmung der Parameter wie Konzentration, Polymerisationsgrad etc. erfolgt analog in den anderen Polymerisationstypen.

### Emulsionspolymerisation von Styren-Butadien-Latex

Für das Reaktionssystem Emulsionspolymerisation Butadien-Styren wurden die Einzelkomponenten und die Latices untersucht.

In der folgenden Abbildung zeigt sich, dass sich die Schallgeschwindigkeit der Monomere deutlich von der der Polymere unterscheidet.

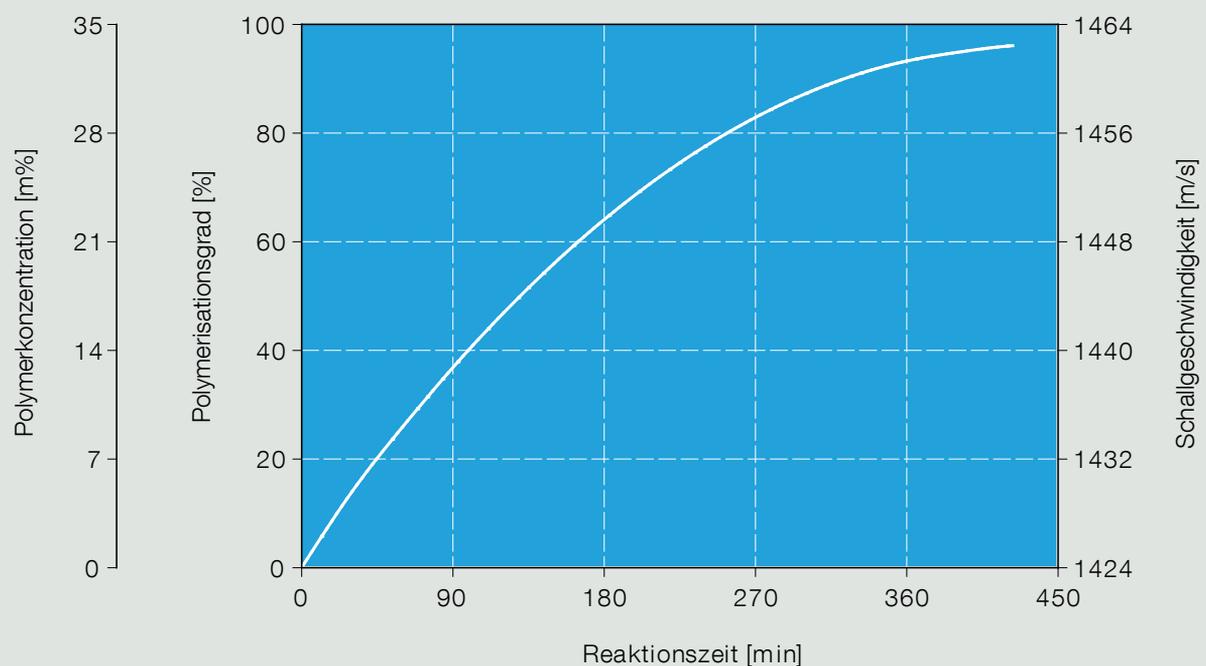
### Schallgeschwindigkeit der Komponenten der Butadien-Styren-Polymerisation



Die Schallgeschwindigkeit und die Konzentration stehen im direkten Zusammenhang. Des Weiteren korreliert der Polymerisationsgrad, welcher den Anteil des Polymers im Monomer wiedergibt, mit der Konzentration. Daher ist es möglich, die Konzentration und den Polymerisationsgrad mit der Ultraschallmesstechnik zu bestimmen. Die folgende Abbildung verdeutlicht diesen Zusammenhang bei einer Polymerisation von Butadien-Styren.

Im Falle der Emulsionspolymerisation von Butadien und Styren lässt sich der Polymerisationsgrad mit einer Genauigkeit von 0,1 % bestimmen.

### Änderung von Schallgeschwindigkeit, Konzentration und Polymerisationsgrad





167

E9 6

# 3 Anwendungen



Aufgrund unserer Erfahrungen von über 20 Jahren hat sich viel Wissen im Bereich der Polymerisation angesammelt, welches durch Anwendungen beim Kunden und im firmeneigenen Technikum aufgenommen wurde. Dieses Wissen fließt in neue Projekte ein, wobei Kundendaten immer vertraulich behandelt werden.

Bei Polymerisationen treten nicht nur die Polymere in den Fokus der Überwachung, sondern auch die Vielzahl von Monomeren und Additiven, Lösungsmitteln sowie Rückgewinnungsprozessen.

Zu unterschiedlichen Herstellungsprozessen ist folgende Sekundärliteratur bei SensoTech erhältlich:

- Optimierung der Polyamid-Produktion
- Optimierung der Polyurethan-Produktion
- Styrol-Butadien-Latex (SBR) Produktion sicher und effizient

Zu den bislang untersuchten Applikationen gehören:

- Caprolactam-Polymerisation
- Styren-Butadien-Latex
- Phenol-Formaldehyd-Harz
- Poly-Methyl-Meta-Acrylat PMMA
- Polyvinylacetat PVA
- Polyvinylchlorid PVC
- Polyamid PA
- Polyvinylidenchlorid PVdC
- Epoxidharz
- Polystyrol PS
- Polycarbonat PC
- Polyester PE
- Polyethylen
- Formaldehyd-Harnstoff-Harz
- Elasthan
- Aldol in Acetaldehyd
- Polyurethan PU
- Polysiloxan
- Isopren-Kautschuk IR
- Methylsiliconharz
- Siliconacrylat
- Kaliummethylsiliconat
- Siliconharz
- Polysulfidpolymer
- Paraphenylen Terephtalamiden PPTA
- Hindered Amine Light Stabilizers HALS
- Methacrylamid MAA
- kundenspezifische Kompositionen

Das Messgerät LiquiSonic® ermöglicht die Überwachung und Steuerung von unterschiedlichen Reaktionen, speziell im Batch-Prozess. Je nach Verfahren und Prozessflüssigkeit können katalytische und enzymatische Reaktionen sowie Polymerisationen, Kristallisation aber auch Mischprozesse optimiert und die Qualität des Endproduktes gewährleistet werden.

Für Monomer-Polymersysteme gilt ganz allgemein, dass die auftretenden Unterschiede der Schallgeschwindigkeit zwischen Monomer und Polymer in erster Linie durch die Kettenlänge und den Grad von Verzweigungen und Vernetzungen bestimmt werden.

Die Tabelle zeigt, dass die in der Schallgeschwindigkeit auftretenden Unterschiede zwischen Monomer und Polymer und damit zwischen Start und Ende der Polymerisationsreaktion sehr groß sind.

Produkt	Schallgeschwindigkeit
Styren	1354 m/s
Polystyren	2330 m/s
Vinylchlorid	897 m/s
Polyvinylchlorid	2260 m/s

Die Schallgeschwindigkeit und Konzentration stehen im direkten Zusammenhang. Des Weiteren korreliert der Polymerisationsgrad, der den Polymeranteil im Monomer wiedergibt, mit der Konzentration. Aus diesem Grund kann die Konzentration und der Polymerisationsgrad mit der LiquiSonic® Messtechnik ermittelt werden.

## Anwendungsbeispiel Caprolactam-Herstellung

Eines der weltweit wichtigsten Polyamide ist das als Perlon bekannte PA6, das durch die Polymerisation des Monomers Caprolactam (CPL) hergestellt wird. Aufgrund der Komplexität des Herstellungsprozesses wird dieser in 4 Bereiche geteilt:

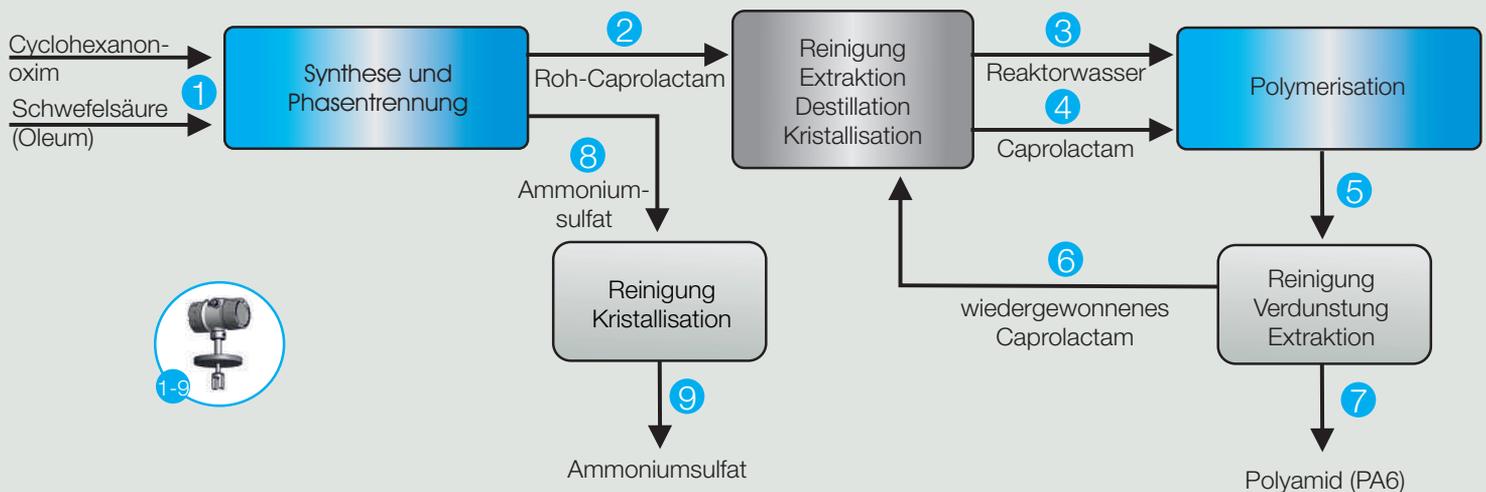
- Synthese von Rohcaprolactam
- Trennung und Kristallisation von Ammoniumsulfat
- Reinigung und Aufbereitung des Rohcaprolactams
- Polymerisation zu PA6

Bei der Caprolactam-Herstellung wird zunächst aus Cyclohexanonoxim, Hydroxylamin und  $H_2SO_4$  der Basisstoff Cyclohexanonoxim hergestellt. Durch Zusatz von Oleum und Ammoniak wird Rohcaprolactam erzeugt, welches von der Ammoniumsulfat-Phase getrennt wird. Anschließend erfolgt die Reinigung und Aufkonzentrierung des Monomers Caprolactam durch Extraktion und Kristallisation. Nach der Polymerisation wird das Polymer abschließend vom Restmonomeren getrennt und aufgereinigt.

Das robuste inline Messsystem LiquiSonic® überzeugt im Rahmen der Qualitätsüberwachung und einer optimalen Prozesssteuerung gleich bei mehreren Messaufgaben:

- Wareneingangskontrolle
- Beckmann-Prozess (Synthese):  $H_2SO_4$  / Oleum
- Phasentrennung von CPL und Ammoniumsulfat
- Kristallisationsüberwachung von Ammoniumsulfat
- Extraktion: Konzentration CPL in Lösungsmittel
- Destillation: Konzentration Caprolactam in Wasser
- Reaktorwasser: Wasser in Caprolactam

Das LiquiSonic® System kann demnach sowohl in der hochpräzisen Konzentrationsbestimmung, als auch bei der Phasendetektion und dem Prozessmonitoring (Kristallisation) genutzt werden. Eine interne Grenzwertüberwachung signalisiert Über- und Unterschreitungen und sendet die Echtzeit-Informationen an das Prozessleitsystem.



Messstelle	Einbau	Messaufgabe
1, 2, 3, 4, 5, 6, 7	Zulauf- und Transportleitung	Konzentrations- und Qualitätsüberwachung (Rohware bzw. Caprolactam)
8	Transportleitung	Steuerung der Phasentrennung
9	Kristaller	Steuerung der Ammoniumsulfat-Kristallisation

LiquiSonic® sichert eine hochpräzise Analyse der Caprolactam-Konzentration mit permanenter Datenaufzeichnung. Das Messsystem wird zudem erfolgreich bei der sekundenschnellen Phasentrennung zwischen Caprolactam und Ammoniumsulfat genutzt.

Die robuste Sensorkonstruktion und die Wahl von Sonderwerkstoffen, wie HC2000 oder PFA, sichern lange Prozessstandzeiten des Systems. Zudem bietet SensoTech Sensoren mit entsprechender ATEX-, IECEx und FM-Zertifizierung.

Durch LiquiSonic® wird die Konzentration an Rück-Caprolactam (Restmonomer) auf ein Minimum gesenkt und so die Anlagenproduktivität optimiert.

Die LiquiSonic® Tauchsensoren können leicht in den Zulauf- und Transportleitungen installiert werden. Bei der Installation der LiquiSonic® Sensoren ist kein Bypass notwendig und Toträume werden vermieden.

Der LiquiSonic® Controller 30 kann mit bis zu 4 Sensoren verbunden werden. So ist es möglich zeitgleich mehrere Messstellen zu überwachen.

Typische Messbereiche:

Konzentrationsbereich Caprolactam: 70 bis 100 m%

Temperaturbereich: 80 bis 130 °C

Konzentrationsbereich Caprolactam: 0 bis 10 m%

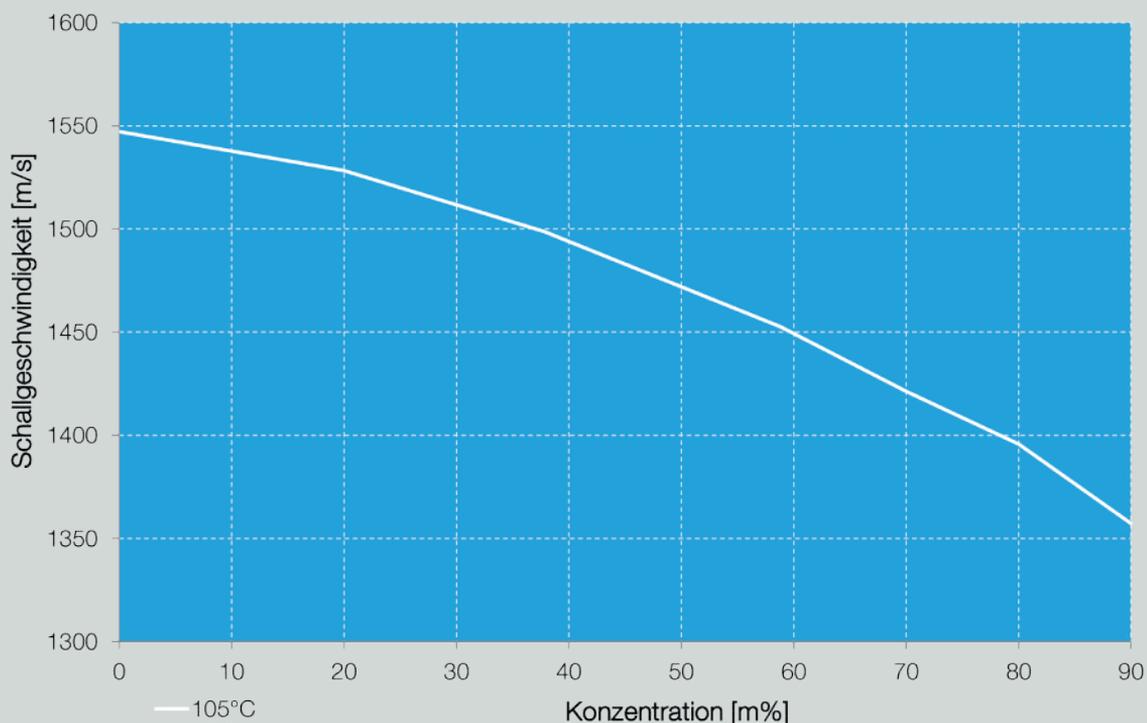
Temperaturbereich: 20 bis 70 °C

Im Wareneingang:

Konzentrationsbereich Oleum : 0 bis 30 m%

Temperaturbereich: 10 bis 60 °C

## LiquiSonic® Schallgeschwindigkeitsmessung in Caprolactam



## 3 Qualität und Service



Begeisterung für technologischen Fortschritt ist unsere treibende Kraft, den Markt von morgen mitzugestalten. Dabei stehen Sie, unsere Kunden, im Mittelpunkt. Ihnen gegenüber fühlen wir uns zu Höchstleistung verpflichtet.

In enger Zusammenarbeit mit Ihnen gehen wir den Weg der Innovation – indem wir die passende Antwort auf Ihre anspruchsvolle Messaufgabe entwickeln oder individuelle Systemanpassungen durchführen. Die steigende Komplexität der applikationsspezifischen Anforderungen macht dabei ein umfassendes Verständnis für Zusammenhänge und Wechselwirkungen unerlässlich.



Kreative Forschung ist eine weitere, tragende Säule unseres Unternehmens. So leisten die Spezialisten unseres Forschungs- und Entwicklungsteams Wertvolles zur Optimierung von Produkteigenschaften – wie die Erprobung neuartiger Sensordesigns und Materialien oder die durchdachte Funktionalität von Elektronik, Hard- und Softwarekomponenten.

Unser SensoTech-Qualitätsmanagement akzeptiert auch in der Produktion nur Bestleistungen. Seit 1995 sind wir nach ISO 9001 zertifiziert. Alle Gerätekomponten durchlaufen in den verschiedenen Fertigungsstufen vielfältige Prüfprozeduren; die Systeme werden bereits in unserem Hause einer Burn-in-Prozedur unterzogen. Unsere Maxime: höchste Funktionalität, Belastbarkeit und Sicherheit.

All dies ist nur möglich durch den Einsatz und das ausgeprägte Qualitätsbewusstsein unserer Mitarbeiter. Ihrem ausgezeichneten Fachwissen und ihrer Motivation verdanken wir unseren Erfolg. Zusammen, mit Leidenschaft und Überzeugung, arbeiten wir mit Exzellenz, die ihresgleichen sucht.

Wir pflegen die Beziehungen zu unseren Kunden. Sie gründen auf Partnerschaft und gewachsenes Vertrauen.

Da unsere Geräte wartungsfrei arbeiten, können wir uns in puncto Service ganz auf Ihre Anliegen konzentrieren und unterstützen Sie aktiv durch professionelle Beratung, komfortable Inhouse-Installation sowie Kundens Schulungen.

In der Konzeptionsphase analysieren wir Ihre Situationsbedingungen direkt vor Ort und führen gegebenenfalls Testmessungen durch. Unsere Messgeräte sind in der Lage, auch unter ungünstigen Konditionen höchste Genauigkeit und Zuverlässigkeit zu erzielen. Auch nach der Installation: Wir sind für Sie da, unsere Reaktionszeiten sind kurz – dank spezifisch auf Sie abgestimmter Fernzugriffsoptionen.



Im Zuge unserer internationalen Kooperationen bilden wir ein global vernetztes Team für unsere Kunden, das optimale Beratung und Service länderübergreifend sicherstellt.

Wir legen deshalb Wert auf effektives Wissens- und Qualitätsmanagement. Unsere zahlreichen internationalen Vertretungen in allen wichtigen geografischen Märkten der Welt können auf das Expertenwissen innerhalb des Unternehmens zurückgreifen und aktualisieren kontinuierlich, in applikations- und praxisbezogenen Weiterbildungsprogrammen, ihre Kompetenz.

Die Nähe zum Kunden, rund um den Globus: neben der umfassenden Branchenerfahrung ein Schlüsselfaktor für unsere erfolgreiche Präsenz weltweit.

Wenn es um Flüssigkeiten

Mit innovativen

Robust, präzise

**SensoTech**

SensoTech



n geht, **setzen wir Maßstäbe.**

ovativer **Sensortechnologie.**

präzise, **bedienerfreundlich.**

**SensoTech** ist der Spezialist für die Analyse und Optimierung verfahrenstechnischer Prozesse in Flüssigkeiten. Seit der Gründung 1990 haben wir uns zum führenden Unternehmen für Messgeräte zur Inline-Bestimmung von Konzentrationen in Flüssigkeiten entwickelt. Unsere Analysensysteme bestimmen den Trend – weltweit.

Innovatives Engineering made in Germany, dessen Prinzip die Messung der absoluten Schallgeschwindigkeit im laufenden Prozess ist. Eine Methode, die wir zu einer höchst präzisen und außergewöhnlich bedienerfreundlichen Sensortechnologie perfektioniert haben.

Typische Anwendungen neben der Konzentrations- und Dichtemessung sind die Phasendetektion oder die Verfolgung von komplexen Reaktionen wie Polymerisation und Kristallisation. Unsere LiquiSonic® Mess- und Analysensysteme sorgen für optimale Produktqualität, für höchste Anlagensicherheit oder senken durch effizientes Ressourcenmanagement die Kosten in den unterschiedlichsten Branchen, wie chemische und pharmazeutische Industrie, Stahlindustrie, Lebensmitteltechnologie, Maschinen- und Anlagenbau, Fahrzeugtechnik und weiteren.

Wir wollen, dass Sie die Potenziale Ihrer Produktionsanlagen zu jedem Zeitpunkt voll ausschöpfen. Systeme von SensoTech liefern hochgenaue Messergebnisse auch unter schwierigen Prozessbedingungen, exakt und reproduzierbar. Und dies Inline und ohne sicherheitskritische Probenentnahmen, sofort verfügbar für Ihr Automatisierungssystem. Alle Systemparameter lassen sich außerdem mit leistungsstarken Konfigurationstools anpassen, damit Sie sofort und unkompliziert auf Veränderungen reagieren können.

Wir bieten damit exzellente, ausgereifte Technologie zur Verbesserung Ihrer Herstellungsprozesse und sind Partner für anspruchsvolle, oft ungeahnte Lösungsansätze in Ihrer Branche, für Ihre Anwendungen – seien sie noch so spezifisch. Wenn es um Flüssigkeiten geht, setzen wir die Maßstäbe.



**SensoTech GmbH**  
Steinfeldstraße 1  
39179 Magdeburg-Barleben  
Deutschland  
+49 39203 514 100  
info@sensotech.com  
www.sensotech.com

**SensoTech Inc.**  
69 Montgomery Street, Unit 13218  
Jersey City, NJ 07303  
USA  
+1 973 832 4575  
sales-usa@sensotech.com  
www.sensotech.com

**SensoTech (Shanghai) Co., Ltd.**  
Room 609, Bldg.1, No.778, Jingji Road.  
Pilot Free Trade Zone, 201206 Shanghai  
China  
+86 21 6485 5861  
sales-china@sensotech.com  
www.sensotechchina.com



LSM052\_00\_17