



Kristallisations- überwachung

Inline-Analysenmesstechnik für:

- Sättigungsgrad
- Übersättigung
- Kristallgehalt
- metastabiler Bereich
- Partikelgröße

Qualität erk

Mit hochw

Robust, p



LiquiSonic®

höhen, **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:

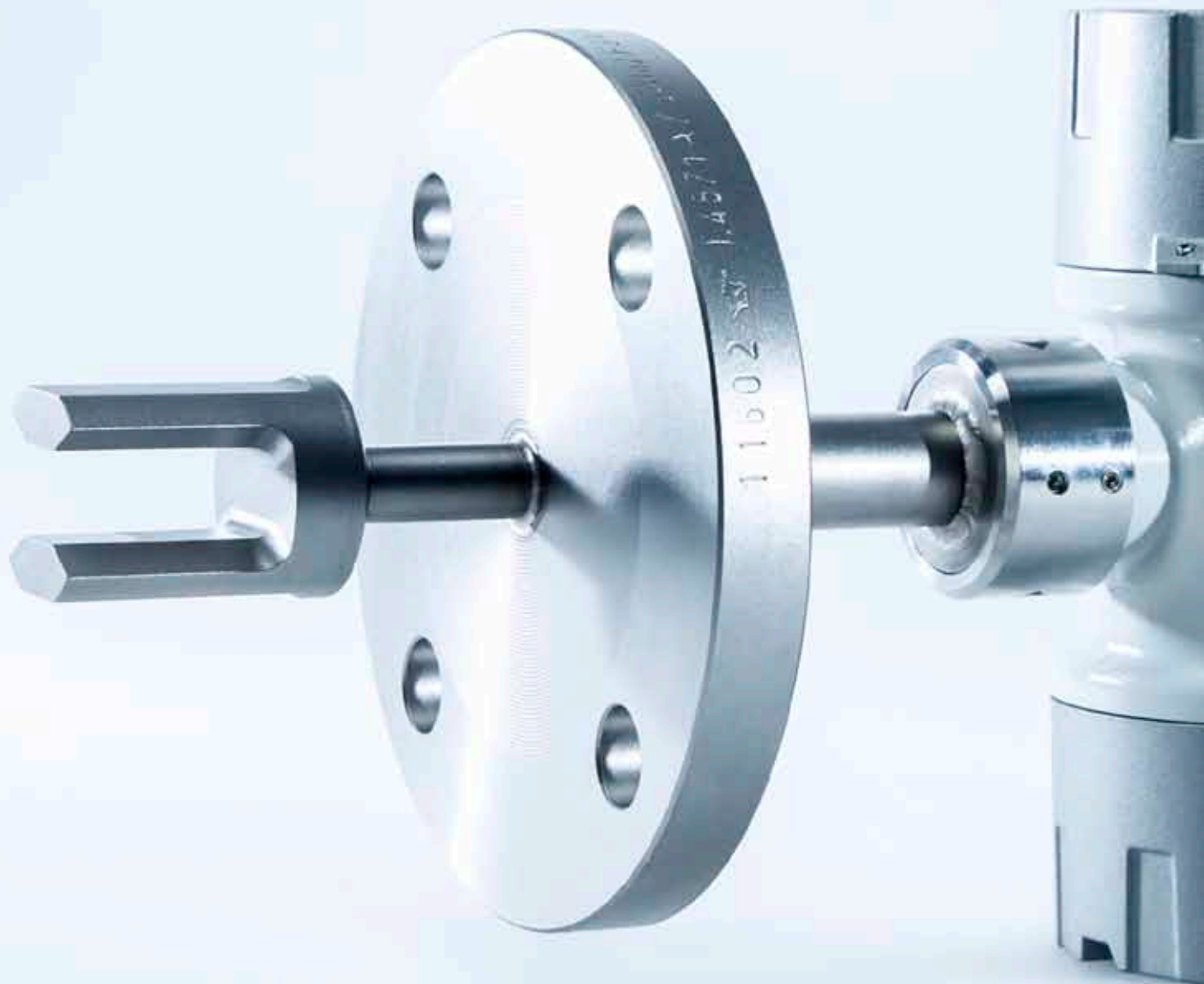
- optimale Anlagensteuerung durch Online-Information über den Prozesszustand
- maximaler Wirkungsgrad der Prozesse
- Erhöhung der Produktqualität
- Abbau aufwendiger Labormessungen
- Einsparung von Energie- und Materialkosten
- verbesserte Anlagenauslastung
- reproduzierbare Prozessführung durch „fingerprint“-Funktion

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 Kristallisation	6
2	Prozesse	8
3	Anwendungen	10
3.1	Kristallisationsparameter	11
3.2	Sättigungsgrad	12
3.3	Übersättigung	13
3.4	Übersättigungsabbau und Kristallwachstumskinetik	14
3.5	Kristallgehalt	15
4	Qualität und Service	16

1 Grundlagen der Kristallisation



Zur Bestimmung von Kristallisationsparametern und zur Steuerung von Kristallisationsvorgängen wird die Schallgeschwindigkeitsmessung eingesetzt. Mit diesem Messverfahren lässt sich der Nukleations- und Sättigungspunkt und somit der metastabile Bereich ermitteln.

Im Prozess kann während der Kristallisation die Differenz zur Sättigung (Sättigungsgrad), der Grad der Übersättigung oder der Kristallgehalt gemessen und als Steuergröße zur gezielten Beeinflussung der Kristallisation abgeleitet werden.

Wird in einer Flüssigkeit eine feste Substanz gelöst, ist die Flüssigkeit bis zu einer bestimmten Konzentration aufnahmefähig. Wird weiterhin mehr von der Substanz in die Flüssigkeit gegeben, wird diese nicht mehr gelöst, denn die Lösung ist gesättigt. Dadurch bleibt die Substanz in fester Form.

Diese „maximale“ Konzentration einer Lösung wird als Löslichkeits- oder als Sättigungskonzentration bezeichnet. Die Sättigungskonzentration ist von der Temperatur der Flüssigkeit abhängig. Die Temperatur, bei der die Lösung in Sättigung geht, wird als Sättigungstemperatur bezeichnet. Wird die Temperatur erhöht, kann mehr Substanz gelöst werden (außer bei negativer Löslichkeit). Dementsprechend nimmt die Sättigungskonzentration zu.

Ist die Konzentration kleiner als die Sättigungskonzentration, spricht man von einer ungesättigten Lösung.

Bei konstanter Temperatur gilt:

$$S = \frac{c_{ges} - c_s}{c_{ges}}$$

S = Sättigung

c_{ges} = Gesamtkonzentration

c_s = Sättigungskonzentration

Wird die Temperatur einer ungesättigten Lösung verringert, kann sie bei vielen Lösungen auf einen niedrigeren Wert als die Sättigungstemperatur abgekühlt werden, ohne dass die feste Substanz auskristallisiert. Die Lösung ist dann übersättigt. Wird sie weiter abgekühlt, kommt es bei einer bestimmten Temperatur, der Keimbildungstemperatur, zu einer spontanen Keim- bzw. Kristallbildung (Nukleation).

Wird die Suspension daraufhin erwärmt, lösen sich die Kristalle wieder. Mit dem Erreichen der Sättigungstemperatur sind schließlich alle Kristalle gelöst. Die Sättigungstemperatur ist in der Regel größer als die Keimbildungstemperatur.

Der übersättigte Bereich zwischen der Sättigungstemperatur und der Keimbildungstemperatur wird als metastabiler Bereich bezeichnet.

Durch Einsatz von LiquiSonic® Systemen in Kristallisationsprozessen ergeben sich für den Anwender die folgenden Vorteile:

- verbesserte Anlagenausnutzung durch
 - kontinuierliche Anzeige der Unter- und Übersättigung
 - Steuerung des Prozess über die Kristallisationsparameter
 - Vermeidung spontaner Keimbildung
- Energieeinsparung durch
 - schnelle Ansteuerung des gewünschten Impfzeitpunktes
 - kontinuierliche Ermittlung des Kristallgehaltes
 - optimales Anfahren des Prozessendpunktes
- Rohstoffeinsparung durch
 - optimale Einstellung der gewünschten Produktqualität
 - reproduzierbares Anfahren des Impfzeitpunktes

2 Prozesse



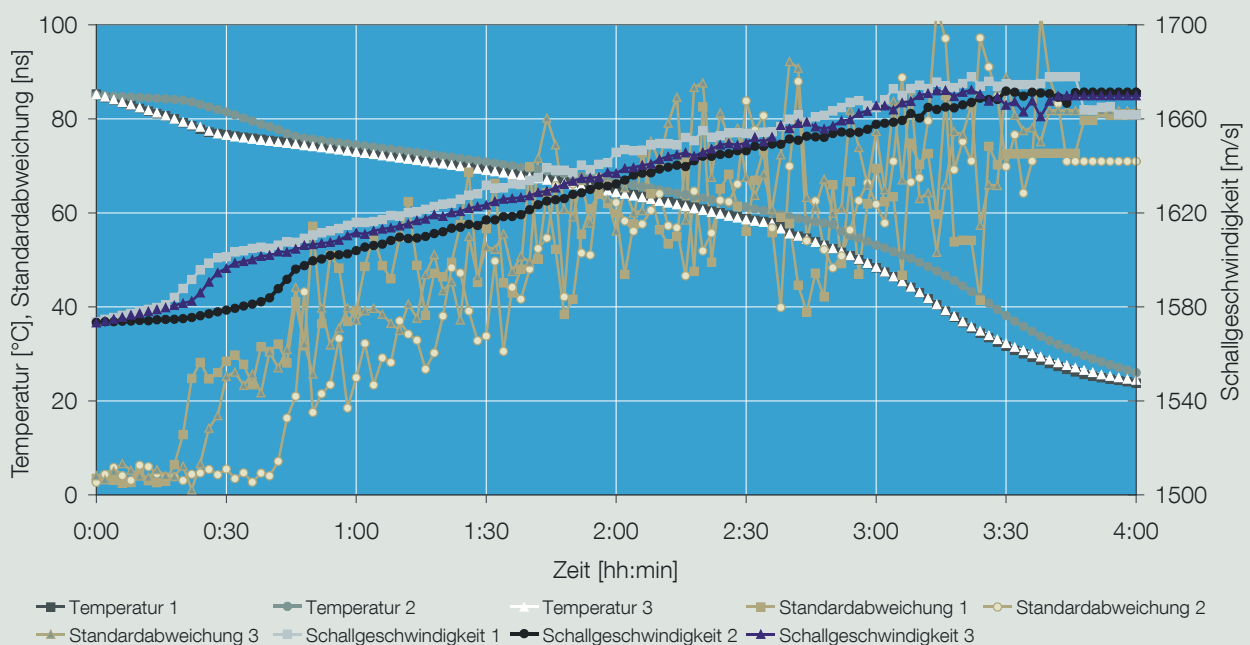
Über die kontinuierliche Messung der Schallgeschwindigkeit mittels LiquiSonic® Messtechnik können die Kristallisationsvorgänge sowohl im Konti- als auch im Batch-Prozess überwacht werden. Bei Störungen oder Abweichungen vom idealen Prozessverlauf kann sofort reagiert werden, um die gewünschte Produktqualität zu erzielen.

Geringe Abweichungen von dem idealen Ablauf werden dem Bediener oder der Prozesssteuerung durch typische analoge oder digitale Schnittstellen zur Verfügung gestellt, um zum Beispiel über die Temperaturregelung die Kristallisation wieder in den Idealverlauf zu steuern.

Die folgende Abbildung beinhaltet die Auswertung dreier unterschiedlicher Chargendurchläufe hinsichtlich Temperatur, Schallgeschwindigkeit und Standardabweichung.

In den meisten Fällen wird durch eine Voruntersuchung das charakteristische Prozessband ermittelt, welches zu einem optimalen Reaktionsverlauf und damit zu den gewünschten Eigenschaften des Endproduktes führt.

Statistische Auswertung mehrerer Schallmessungen pro Sekunde



3 Anwendungen



3.1 Kristallisationsparameter

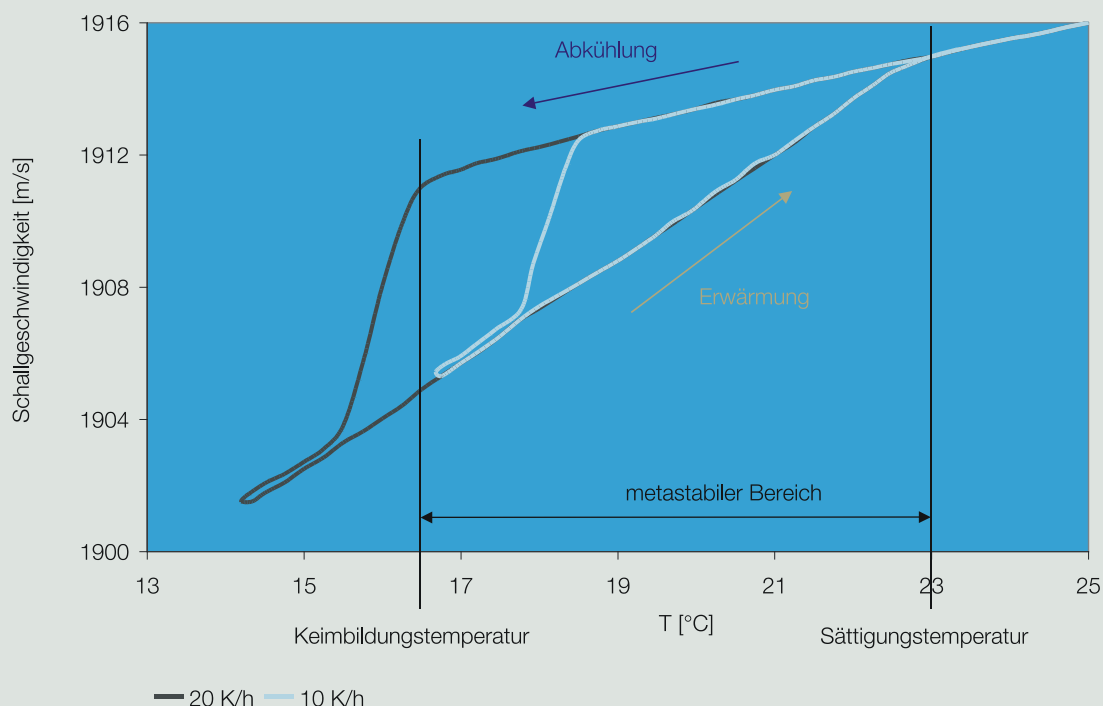
Für die Aufnahme der im Prozess relevanten Parameter wird während der Abkühlung und Erwärmung einer Lösung die Schallgeschwindigkeit und die Temperatur gemessen. Bei einer Darstellung der Schallgeschwindigkeit als Funktion der Temperatur können direkt wichtige Kristallisationsparameter wie Sättigungstemperatur, Keimbildungstemperatur und Lage im metastabilen Bereich bestimmt werden. Die folgende Abbildung beschreibt die Kristallisationscharakteristik von 42,6 m% Ammoniumsulfat während des Aufheizens und Abkühlens bei unterschiedlichen Temperaturrampen.

Die Abbildung erklärt die Bestimmung der Kristallisationsparameter: Wird die Lösung langsam abgekühlt, ändert sich die Schallgeschwindigkeit mit einem bestimmten Temperaturkoeffizienten. Ab einer bestimmten Temperatur ändert sich schließlich die Schallgeschwindigkeit aufgrund der Kristallbildung und des Abbaus der Übersättigung stärker. Diese Temperatur stellt die Keimbildungstemperatur dar. Wird daraufhin die Lösung wieder erwärmt, weist sie einen anderen Schallgeschwindigkeitsverlauf als bei der Abkühlung auf. Bei der Sättigungstemperatur treffen sich dann beide Kurven wieder.

Folglich lassen sich über die Schallgeschwindigkeit der metastabile Bereich und die Löslichkeitskurve ermitteln. Der metastabile Bereich ist von der chemischen Zusammensetzung der Lösung und von der Abkühlgeschwindigkeit abhängig.

Mit der Schallgeschwindigkeit als Funktion der Temperatur kann der metastabile Bereich jeder beliebigen Lösung bestimmt werden.

Kristallisationsvorgang in Ammoniumsulfat bei einer Konzentration von 42,6 m%



3.2 Sättigungsgrad

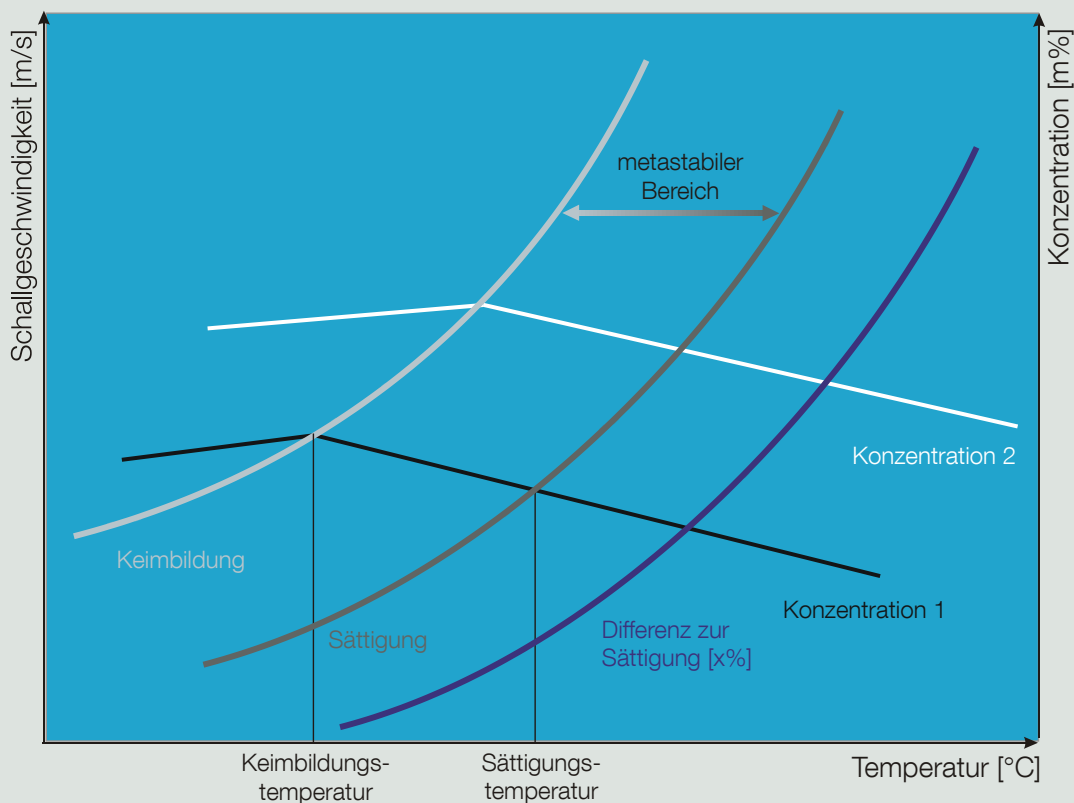
Die Online-Messung des Sättigungsgrades beruht auf den veränderlichen Sättigungskonzentrationen bei unterschiedlichen Temperaturen. Die folgende Abbildung zeigt exemplarisch das Sättigungsverhalten eines großtechnischen Kristallisationsprozesses.

Durch die Schallgeschwindigkeits- und Temperaturmessung wird die aktuelle Konzentration ermittelt. Weiterhin kann die Differenz zur Sättigung (Sättigungsgrad) der nachgeschalteten Prozesssteuerung bei Bedarf zur Verfügung gestellt werden. Mit dieser Information ist es über die Prozesstemperatur möglich, optimal an die Sättigungskurve zu fahren. Dies führt zu Zeit- und Energieeinsparungen. Auch bei Konzentrationsschwankungen in der Ausgangslösung wird dadurch der Prozess reproduzierbar gesteuert.

Auf der Keimbildungslinie kommt es schließlich zur spontanen Keimbildung.

Der Bereich zwischen der Sättigung und Keimbildung wird als metastabiler (übersättigter) Bereich bezeichnet. Die Übersättigung dient bei der gesteuerten Keimbildung als Indikator für den perfekten Impfzeitpunkt.

Sättigung in Abhängigkeit von Konzentration, Temperatur & Schallgeschwindigkeit



3.3 Übersättigung

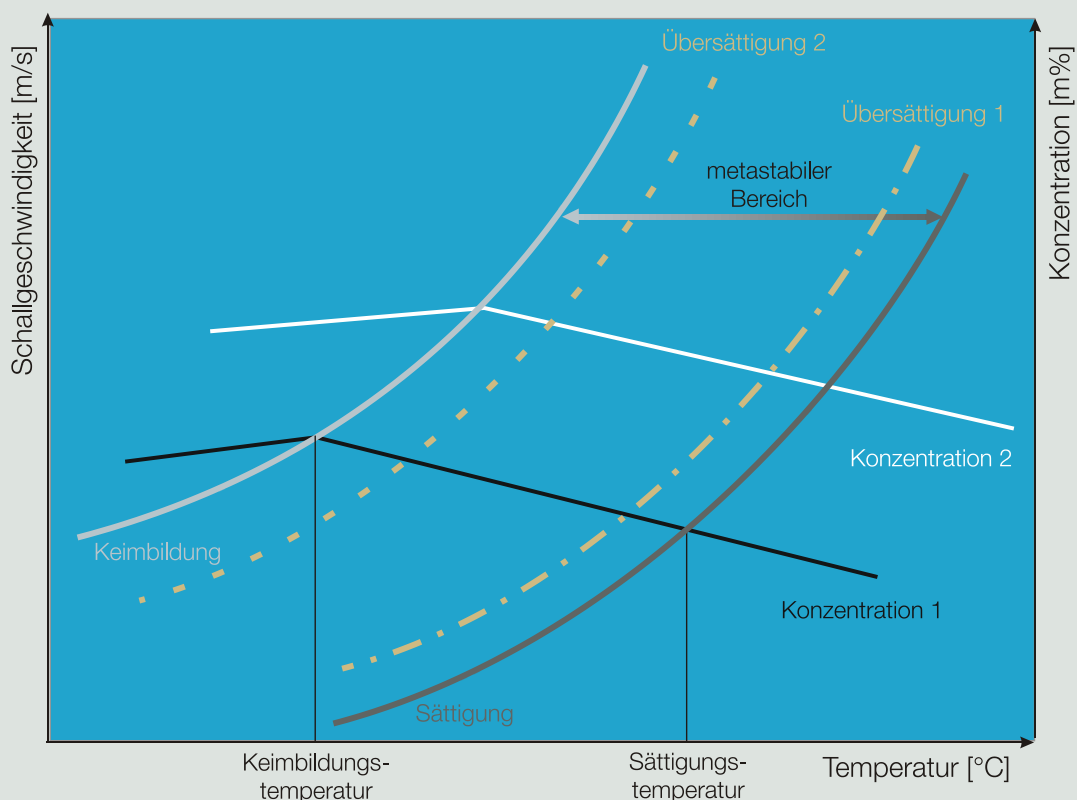
Mit der Schallgeschwindigkeit als Funktion der Temperatur kann ebenfalls der Grad der Übersättigung bestimmt werden. Wie in der folgenden Abbildung ersichtlich, spiegelt der Grad der Übersättigung einen Punkt im metastabilen Bereich wieder. Je näher sich dieser Punkt an der Nukleationslinie befindet, desto größer ist der Grad der Übersättigung.

Mit der Annäherung an die obere Grenze des metastabilen Bereichs (Übersättigung 2) wächst die Gefahr der spontanen Keimbildung eines zu feinen Endproduktes. Findet die Kristallisation wiederum zu nahe an der Sättigungskurve (Übersättigung 1) statt, gibt es nur sehr wenige und große Kristalle.

Während der Kristallisation verändert sich durch das Kristallwachstum die Übersättigung der Lösung. Mit dem Wachstum wird der Grad der Übersättigung abgebaut. Verringert sich die Temperatur der Mutterlösung oder das Lösungsmittel verdunstet, nimmt die Übersättigung wieder zu.

Durch die Messung der Schallgeschwindigkeit und der Temperatur in der Mutterlösung während der Kristallisation, lässt sich der Kristallisationsvorgang optimal im metastabilen Bereich führen. Dies ermöglicht einen direkten Einfluss auf das Wachstum und somit auf die Morphologie der Kristalle.

Übersättigung in Abhängigkeit von Konzentration, Temperatur & Schallgeschwindigkeit



3.4 Übersättigungsabbau und Kristallwachstumskinetik

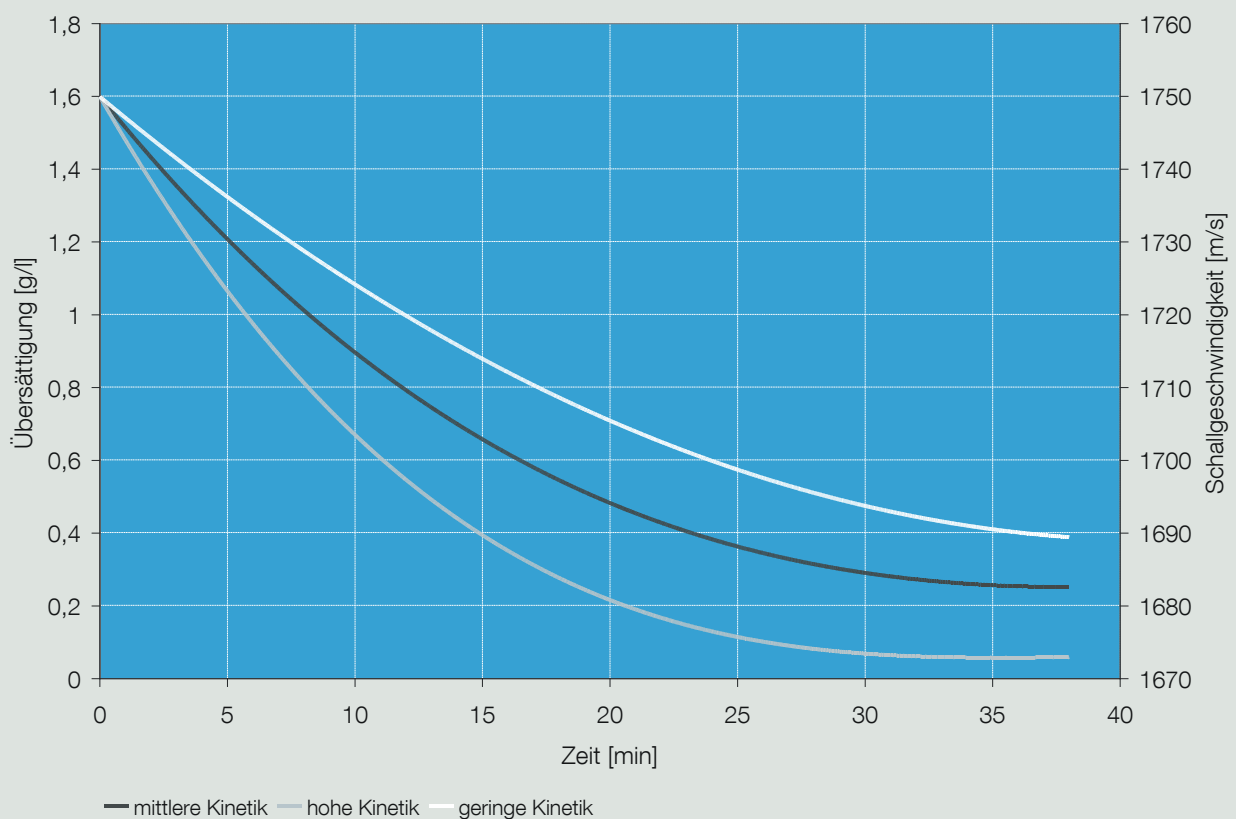
Der Grad des Abbaus der Übersättigung während der Kristallisation kann als Funktion der Zeit dargestellt werden (Übersättigungsabbaukurve). In der folgenden Abbildung sind unterschiedliche Wachstumskinetiken dargestellt, die durch Abnahme der Schallgeschwindigkeit und der Übersättigung detektiert wurden.

Es zeigt sich, dass der zeitliche Verlauf der Schallgeschwindigkeit während der Kristallisation das gleiche Verhalten wie die bekannten Übersättigungsabbaukurven aufweist. In der Abbildung wird die Übersättigungsabbaukurve berechnet aus der Schallgeschwindigkeit, verglichen mit der Chemieanalyse nach Tavare und Chivate.

Aus der Übersättigungsabbaukurve kann die Kristallwachstumskinetik bestimmt werden. Diese sagt aus, wie schnell die Kristalle in der Mutterlösung wachsen und ist somit eine wichtige Größe zur Auslegung und Dimensionierung von Kristallisatoren.

Durch den Zusammenhang von Übersättigung und Schallgeschwindigkeit lässt sich direkt die Übersättigungsabbaukurve messen.

Übersättigungsabbau als Funktion der Zeit

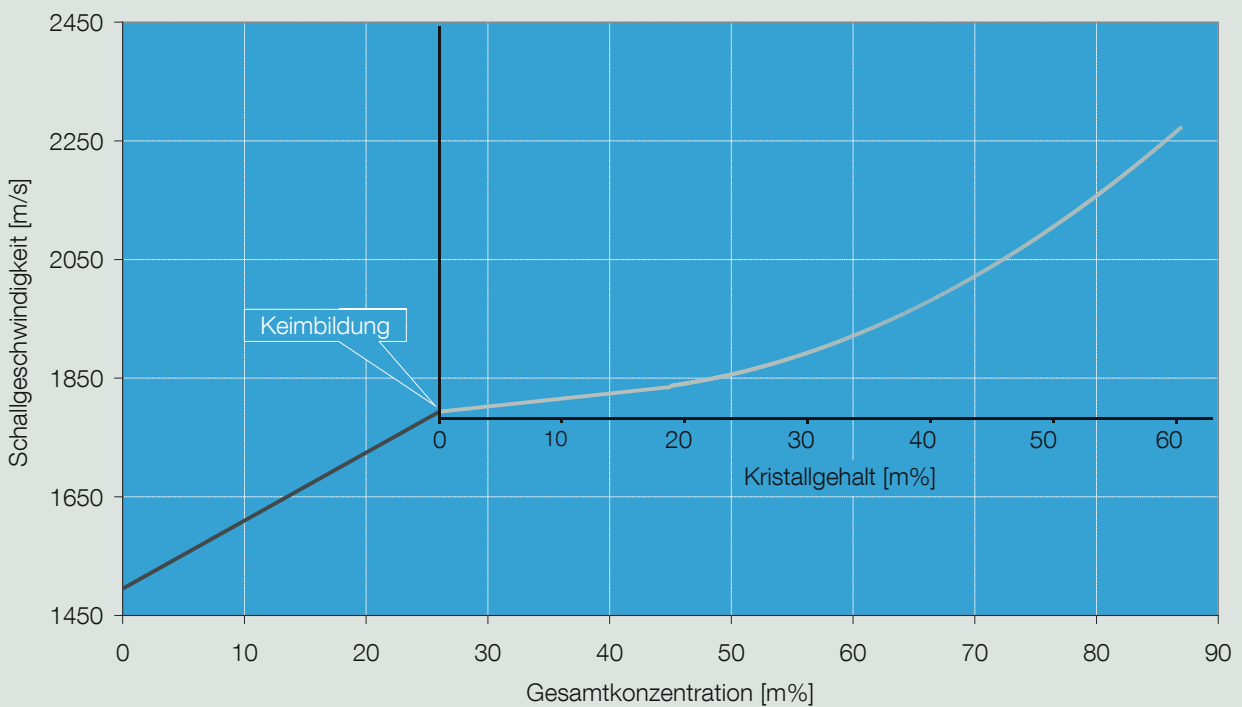


3.5 Kristallgehalt

Jede Suspension ist durch einen von Temperatur und Konzentration abhängigen Verlauf der Schallgeschwindigkeit gekennzeichnet. Die entsprechenden Kennlinienfelder sind ebenfalls im LiquiSonic® System hinterlegt, was somit die direkte Inline-Messung der Feststoffkonzentration bzw. des Kristallgehalts oder TS-Gehalts ermöglicht.

Bei kontinuierlichen Kristallisationsverfahren ist durch die Ermittlung des Kristallgehalts die Überwachung und Steuerung der Separation möglich. Bei Batch-Prozessen kann der Endpunkt der Kristallisation und das Kristallwachstum bestimmt und überwacht werden.

Abhängigkeit der Schallgeschwindigkeit von der Konzentration bei NaCl in Wasser, 25 °C



4 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 Gerätekompenten 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.**

vativer **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

Steinfeldstr. 1
39179 Magdeburg-Barleben
Germany

T +49 39203 514 100
F +49 39203 514 109
info@sensotech.com
www.sensotech.com

Sensotech Inc.

1341 Hamburg Tpk.
Wayne, NJ 07470
USA

T +1 973 832 4575
F +1 973 832 4576
sales-usa@sensotech.com
www.sensotech.com

Sensotech (Shanghai) Co., Ltd.

申铄科技(上海)有限公司
No. 35, Rijing Road, Pudong New District
上海市浦东新区外高桥自由贸易区日京路35号1241室
200131 上海, 中国
China
电话 +86 21 6485 5861
传真 +86 21 6495 3880
sales-china@sensotech.com
www.sensotechchina.com

In liquids, we set the measure.