

# Vom Labor in den Prozess

Systemlösung für Entwicklungsarbeiten und Analytik im Labormaßstab



► Dr. Frank Dinger,  
MAT Mess- und  
Analystechnik Kassel

**Die Prozessanalytik gewinnt für die Prozessoptimierung und Kostensenkung in der chemischen und pharmazeutischen Industrie immer mehr an Bedeutung. Sie wird im Moment sehr breit diskutiert, wobei vieles noch Wunschdenken ist und an der Realität vorbeigeht. Ein Einsatz macht jedoch nur dann Sinn, wenn den Kosten für den Einsatz aufwendiger Analytik ein Nutzen gegenübersteht, der eine Amortisationszeit von ein, maximal zwei Jahren ermöglicht.**



Abb. 1: Systemlösung mit mehreren Messverfahren und Komponenten

Der Einsatz von Prozessanalystechnik ist dadurch gekennzeichnet, dass sich die Kosten für Gesamtlösungen etwa zur Hälfte aus Gerätekosten, zur anderen Hälfte aus prozess- und produktspezifischen Kalibrierungen und Anpassungen an die Bedingungen des jeweiligen Prozesses zusammensetzen. Im Gegensatz zu anderen Prozessmessverfahren, wie für Temperatur, Druck, Füllstand und Durchfluss, besteht bei der Analytik immer eine sehr enge Wechselwirkung zum Stoff und zur verfahrenstechnischen Lösung.

Im allgemeinen muss der Einsatz von Prozessanalystechnik im Labor vorbereitet werden, Kalibrierzusammenhänge und Kennlinien müssen in Abhängigkeit von der Temperatur ermittelt werden. Dazu sollten entsprechende Voraussetzungen vorhanden sein, entweder beim Hersteller

der Geräte, beim Anwender oder bei Dienstleistern. Idealzustand wäre es, wenn bei Produkt- und Verfahrensentwicklungen bereits im Labor die geeigneten Analysenverfahren, die später im Prozess eingesetzt werden können, ausgewählt und schon im Labor eingesetzt werden. Das ist aber überwiegend noch keine Realität.

Im Beitrag wird eine Systemlösung für die Analytik von flüssigen Stoffsystemen vorgestellt, die sowohl die Vorbereitung des Einsatzes von Analytik im Prozess übernimmt als auch als eigenständiges Entwicklungssystem im Labormaßstab fungieren kann.

Wie bereits im Beitrag „Prozessanalytik – Querschnittstechnologie für die Herausforderungen von morgen“ im Heft 12/07 der GIT – Laborfachzeitschrift dargestellt wurde, ist „die

Prozessanalytik ein Thema, das seit Jahrzehnten von Chemikern, Ingenieuren und heute zunehmend von Pharmazeuten als Werkzeug zum Monitoring und zur Verbesserung von Entwicklungs- und Produktionsprozessen eingesetzt wird. Das Grundprinzip besteht aus der Beobachtung des Prozesses einer chemischen oder physikalischen Veränderung und des Verständnisses der Gesetzmäßigkeiten. Daraus kann dann der oder die kritischen Parameter durch eine intelligente Prozesssteuerung durch Nutzung der meist komplexen Information innerhalb der kritischen Grenzen gehalten werden. Ein verstärktes Interesse erhält die Prozessanalytik derzeit aus verschiedenen Blickrichtungen.“

Man geht davon aus, dass z. Zt. etwa 80 verschiedenen Analysenverfahren potentiell im Pro-

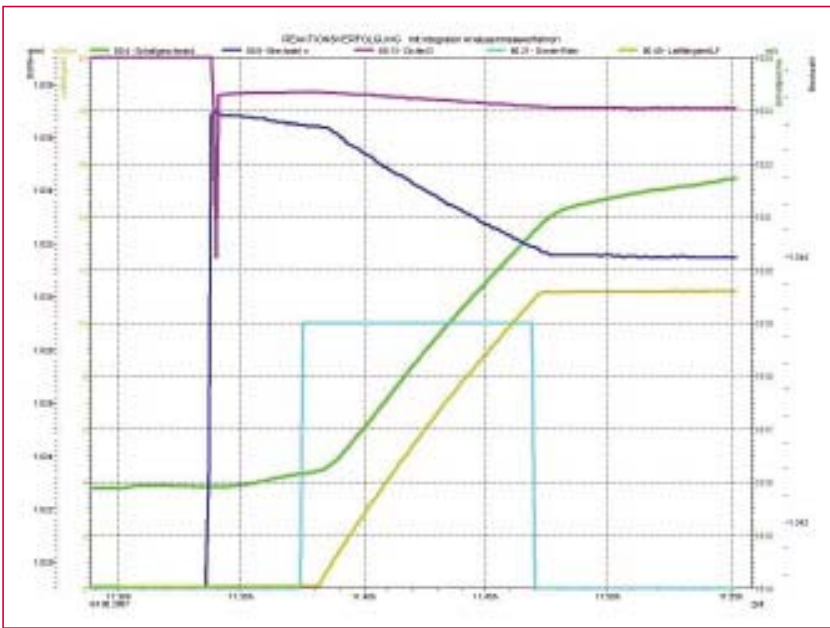


Abb. 2: Reaktionsverfolgung mit vier Messverfahren

zess eingesetzt werden können. Das bedeutet, dass es eine sehr schwierige Entscheidung ist, das richtige Messverfahren, das auch unter den harten und rauen Bedingungen des Prozesses funktioniert, herauszufinden. Diese Entscheidung setzt sich immer aus zwei Teilentscheidungen zusammen:

1. Das Analysenverfahren muss eine eindeutige und reproduzierbare Aussage zur Korrelation zwischen der Messgröße und der jeweiligen Zielgröße liefern, und das mit einer entsprechenden Auflösung und Genauigkeit.
2. Das Analysenverfahren muss unter Prozessbedingungen sicher, langzeitstabil und wartungsarm bis wartungsfrei laufen.

Für integrale Messverfahren, wie z.B. Dichte, Brechungsindex, Leitfähigkeit, Viskosität, Dielektrizitätskonstante, Trübung, Farbe, Schallgeschwindigkeit und Schallabsorption – die ja im „klassischen“ Sinne gar keine Analysenverfahren sind, trifft dies in besonderem Maße zu. Mindestens 75–80% aller derzeit eingesetzten Analysenverfahren sind integrale Verfahren. Die Fa. MAT hat sich deshalb auf einen Einsatz dieser Messverfahren, insbesondere der Schallgeschwindigkeits- und Schallabsorptionsmessung, spezialisiert.

Da immer „nur“ eine Messinformation vorliegt, sind für die Analytik von Mehrkomponentensystemen Zusatzinformationen notwendig. Das sind z.B. die Rezeptur, Mengenströme und andere Messinformationen – diese sind immer vorhanden und können genutzt werden.

Die Situation in Entwicklungs- oder Analytiklabors ist oft dadurch gekennzeichnet, dass zwar viele ausgezeichnete Messverfahren verfügbar sind – aber die Geräte „nicht miteinander reden“ können. Laborgeräte verfügen in der Regel über keine Analogausgänge, sondern über serielle Schnittstellen und oft über eigene kleine Softwareprogramme. In der Regel können die Daten nicht gemeinsam aufgezeichnet und dargestellt, geschweige denn miteinander verknüpft werden. Ein klassisches Beispiel für eine Verknüpfung von Daten, die zu neuen Informationen führt, ist die Kalorimetrie.

Abbildung 1 zeigt eine Systemlösung, bei der Daten mehrerer Mess-Systeme und Sensoren gemeinsam erfasst und weitere Systemkomponenten direkt angesteuert werden. Herzstück ist eine Datenerfassungs- und Ausgabeanlage – rechts im Bild.

Für eine Entscheidungsfindung, welches Messverfahren zur Verfolgung und Charakterisierung einer

bestimmten Reaktion in wässriger Phase optimal geeignet ist, wurde im Beispiel 1 mit vier verschiedenen Messverfahren gleichzeitig gemessen:

- im Glasreaktor die Schallgeschwindigkeit und die Leitfähigkeit
- in einem Bypass die Dichte und die Brechzahl

Die Temperatur wird bei allen vier Messverfahren mit gemessen.

Alle Messgeräte kommunizieren mit der Datenerfassungsanlage über eine serielle Schnittstelle RS 232. Die Bypass – Membranpumpe wurde ebenso wie die Membran – Dosierpumpe und der Rührer direkt vom Datensystem angesteuert. Auch die Waage – links im Bild – kommuniziert über eine RS 232 mit dem Datenerfassungssystem.

Die Auswertung erfolgt in einer Software, die in der Kombination mit der Datenerfassungs- und Ausgabeanlage ein kleines Prozessleitsystem darstellt. Die Kommunikation erfolgt ebenfalls über eine serielle Schnittstelle.

Abbildung 2 zeigt die grafische Darstellung der Reaktionsverfolgung:

Die Abbildung zeigt sehr anschaulich, dass alle 4 Messverfahren unterschiedliche Informationen liefern:

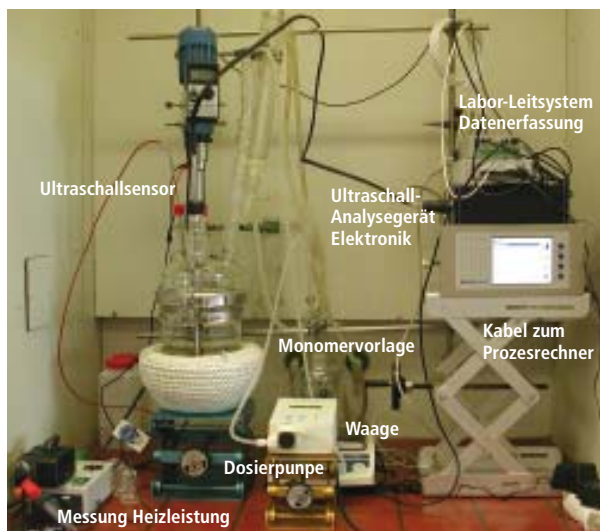


Abb. 3: Polymerisationsreaktor mit Zubehör.

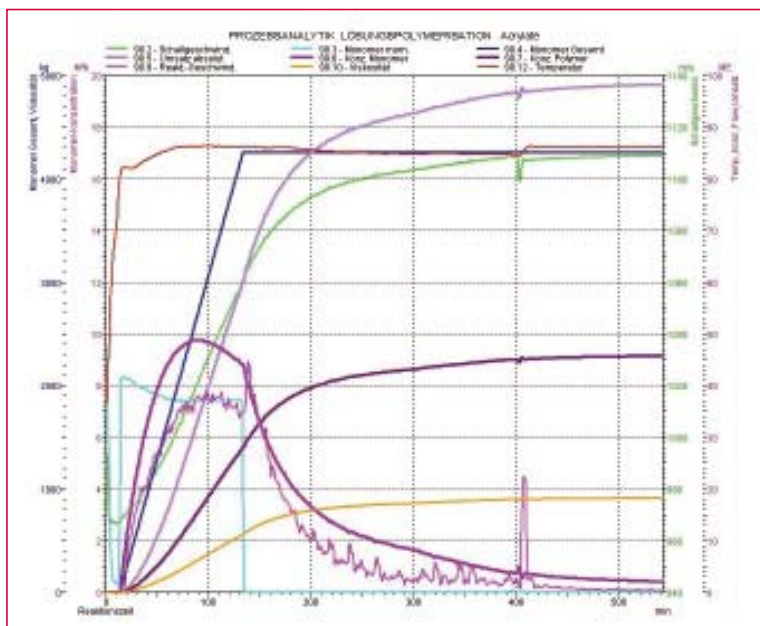


Abb. 4: Bildschirmdarstellung

- Die Dichte ändert sich mit dem Reaktionsverlauf kaum – sie ist zu dessen Charakterisierung nicht geeignet!
- Die Brechzahl, Leitfähigkeit und Schallgeschwindigkeit ändern sich mit dem Reaktionsverlauf – aber in unterschiedlicher Weise!
- Verknüpft man die Informationen der Messverfahren und kennt man die Kennlinien, so kann man z. B. auch die Konzentrationen aller beteiligten Komponenten bestimmen.

Für diese Rechenoperationen stehen in der Software 600 Rechenkanäle zur Verfügung. In jeden einzelnen Kanal können beliebig lange Formeln geschrieben werden und alle Mess- und Rechenkanäle können beliebig miteinander verknüpft werden. Das erlaubt auch die Beschreibung und Automatisierung sehr komplexer Reaktionen, wie z. B. Polymerisations- oder Kristallisationsreaktionen.

Als zweites Beispiel wird die Verfolgung und analytische Charakterisierung einer Lösungspolymerisation nach dem Monomierzulaufverfahren gezeigt. Im Vorfeld wurden bereits alle physikalisch – chemischen Zusammenhänge ermittelt, so dass als Analysenwerte die Monomer- und Polymerkonzentration, der Umsatz und die Reaktionsgeschwindigkeit ausgegeben werden. Neben der analytischen Messgröße Schallgeschwindigkeit wurden die Schalldämpfung und die Viskosität mit erfasst. Die Viskosität liefert Informationen über die Struktur und Eigenschaften des produzierten Polymers. Auch die zugeführte elektrische Energie wurde mittels eines Zangenstromwandlers gemessen.

Abbildung 3 zeigt die Versuchs- und Messanordnung.

Abbildung 4 zeigt die Gesamt-Bildschirmdarstellung der Software mit allen Mess- und Analysendaten.

Die Regelung der Monomerdosierung auf der Grundlage von Inline – Analysendaten ist hier bereits realisiert.

Die Software kann sowohl im Labor, im Technikum als auch im großtechnischen Prozess eingesetzt werden.

Neben den bereits beschriebenen Messsystemen können folgende Geräte digital mit dem Datenerfassungssystem und der Software kommunizieren:

- Ultraschall – Durchflussmesser
- Quarz – Viskosimeter
- Torsions – Viskosimeter

Darüber hinaus können an das Datenerfassungssystem eine Reihe von Sensoren direkt angeschlossen werden :

- Verschiedene Temperatursensoren (Widerstandssensoren, Thermolemente, NTC u. a.)
- Durchflusssensoren (Turbinen- und Flügelradsensoren, Kammerzähler u. a.)
- Drucksensoren
- Drehzahlsensoren
- Elektrische Sensoren (Strom, Spannung u. a.)
- pH-Wert- und Redoxsensoren
- Sauerstoffsensoren

Über vorhandene Ausgangsmodule können neben den Pumpen auch Thermostate und Ventile sowie

Alarmeinrichtungen direkt angesteuert werden, so dass mit Hilfe dieser Systemlösung eine komplette Laborautomatisierung möglich ist.

Das Fließbild für eine Polymerisation zeigt Abbildung 5:

Das vorgestellte System erlaubt es, im Labor physikalisch – chemische Grundlagenuntersuchungen durchzuführen sowie beliebige chemische und auch physikalische Reaktionen kontinuierlich zu verfolgen und zu charakterisieren und damit bereits im Labor Prozesse im Rahmen von Produkt- und Verfahrensentwicklungen zu optimieren.

► KONTAKT

Dr. Frank Dinger  
 MAT Mess- und Analysetechnik  
 Kassel  
 Tel.: 0561/3149783  
 dr.f.dinger@t-online.de  
 www.mat-prozessanalytik.de