



Schüttgut und Silotechnik

Fachartikel Heft 1 und 2 /2008/ Wiesbaden

Dr. Ing. Roland Wernecke

dr. wernecke Feuchtemesstechnik GmbH

www.dr-wernecke.de

eMail info@dr-wernecke.de

tel. 049 (0)331 5056858

fax 049 (0) 331 613269

Feuchtemessung in industriellen Prozessen**Materialfeuchtemessverfahren**

Teil 1 (Auszug)

Besonderheiten der Materialfeuchtemessung

Die Messverfahren, mit denen die Feuchte in einem Produkt gemessen werden kann, sind sehr vielfältig. Es gibt ca. 10 Messverfahren zur Feuchtebestimmung an festen Stoffen (sog. Materialfeuchtemessverfahren) und ca. 15 Messverfahren zur Gasfeuchtemessung (sog. Gasfeuchtemessverfahren). Alle Gasfeuchtemessverfahren sind prinzipiell auch geeignet für die Materialfeuchtemessung. Es wird unterschieden zwischen den direkten und indirekten Messverfahren (Abb. 1). Die direkten Materialfeuchtemessverfahren geben eine unmittelbare Aussage zum Wasseranteil im Messgut, sie sind aber kaum online einsetzbar (Referenzmethoden). Die indirekten Materialfeuchtemessverfahren geben eine Aussage zu Feuchteigenschaften des Messgutes, sie sind online einsetzbar, benötigen jedoch eine Kalibration.

Entsprechend der Differenziertheit der Messaufgaben sind unterschiedliche Anforderungen an die Messtechnik zu stellen. In diesem Zusammenhang wird unterschieden zwischen

- den Parametern der Anlagen, in die die Messtechnik installiert werden soll
- der Materialspezifik – Eigenschaften des Messgutes
- der Spezifik der ausgewählten Messmethode und der Messtechnik.
- Alle drei Bestandteile müssen aufeinander abgestimmt sein.

Unter dem Begriff der **Anlagenspezifik** werden in diesem Zusammenhang die Bedingungen an der Messstelle verstanden.

Die **Materialspezifik** umfasst Kriterien wie hygroskopische Produkteigenschaften und weitere.

Die **Spezifik der Messtechnik** bezieht die Eigenschaften der Messmethode und der technischen Parameter der Messsonde ein.

Bevor diese spezifischen Betrachtungen zur Anlage, zum Produkt und zur Messtechnik angestellt werden, muss jedoch Klarheit über die Messaufgabe bestehen: Warum soll gemessen werden? Die Beantwortung der Frage zieht eine Reihe von technischen Konsequenzen nach sich (Tabelle 1).

Eine wesentliche materialspezifische Einflussgröße auf die Auswahl des Messverfahrens ist die vorherrschende Bindungsart des Wassers im Messgut. Unter dem Oberbegriff Feuchte kann Wasser auf unterschiedliche Weise mit dem Material in Verbindung stehen (z.B. Adsorptionswasser, Adhäsionswasser, freies Wasser, Sorptionswasser, Kristallwasser, chemisch gebundenes Wasser).

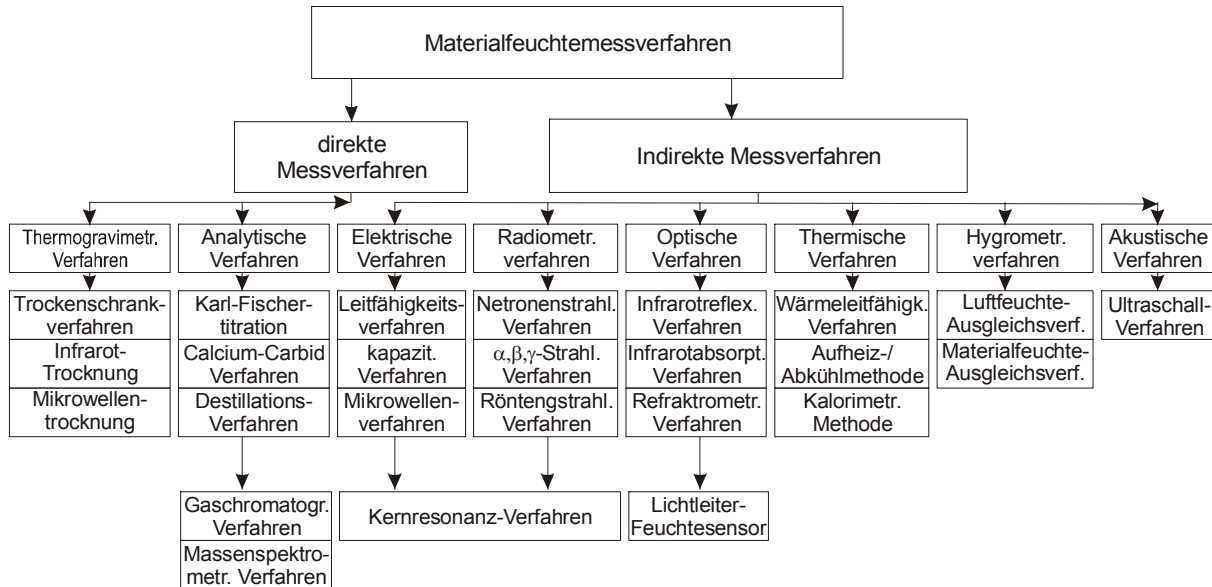


Abb. 1 Einteilung der Materialfeuchtemessverfahren nach dem Wirkprinzip [2]

Online- Messverfahren

Für eine Online-Messung der Feuchte im Prozess werden im Wesentlichen die indirekten Messverfahren eingesetzt. Spezielle Lösungen ermöglichen es, über automatisierte Probenahme und Probenkonditionierung auch direkte Messverfahren in den Prozess als quasi-kontinuierliche Verfahren zu integrieren [4]. Dieses ist jedoch meist mit einem hohen Aufwand an Zusatz- und Hilfsvorrichtungen verbunden.

Tabelle 2 Charakterisierung der wesentlichen Online-Messverfahren für die Materialfeuchtebestimmung

An eine Online-Feuchtemessung bestehen folgende Anforderungen:

- schnelle, möglichst kontinuierliche Messwerterfassung
- Kopplung der Messsonde mit der Steuerungsanlage
- Kompatibilität der Sondereigenschaften mit der Produktionsanlage
- Reproduzierbarkeit der Messwerte
- Möglichkeit zur Wartung und Überprüfung.

In der Charakterisierung der Online-Messverfahren (Tabelle 2) ist das physikalische Prinzip, nach dem die Messung durchgeführt wird, ein entscheidender Parameter. Damit wird entschieden, welche Bindungsart/Form der Wasseranlagerung im Produkt gemessen wird.

In Ergänzung zu Tabelle 2 ließen sich weitere Messverfahren nennen, die für spezielle

Referenz- Messverfahren

Die Referenz- Feuchtemessverfahren ermitteln den Wassergehalt eines Produktes als absoluten Wert. Das bedeutet jedoch nicht, dass die Messwerte, die mit unterschiedlichen Referenzverfahren bestimmt wurden unmittelbar vergleichbar sind. Es zu beachten, dass sich der Messwert auf den volumetrischen prozentualen Wassergehalt [%vol.] oder den gravimetrischen prozentualen Wassergehalt [%gew. oder %w/w] beziehen kann [3]. Als Umrechnung der Größen ineinander wird die Dichte des Produktes (z.B. Schüttdichte) verwendet. Die unterschiedlichen Referenzverfahren bestimmen im gleichen Produkt unterschiedliche Wasseranteile (Kristallwasser, freies Wasser etc.). Das bedeutet, es muss bei der Auswahl des jeweiligen Referenzverfahrens beachtet werden, ob der Messwert die für die Einstellung der Produkteigenschaften wesentliche Wasserbindung widerspiegelt. In die Übersicht Tabelle 4 wurde das Verfahren zur Messung der Wasseraktivität (d.h. Messung der Gasfeuchte in einem Gemisch aus Feststoffpulver und Luft) aufgenommen, obwohl dieses Messverfahren nicht zu den direkt messenden Materialfeuchtemethoden gezählt wird. Die Messgröße (Wasseraktivität bzw. Ausgleichfeuchte) lässt sich durch die Gesetze der Thermodynamik auf SI Basisgrößen zurückführen. Eine Rückführbarkeit der Messwerte auf den Nationalen Standard ist damit möglich.

Tabelle 4 Charakterisierung der wichtigsten Referenzverfahren zur Materialfeuchtebestimmung

Die Schwerpunkte bei der Messung im Labor mit Referenzmethoden können gegenüber den Online-Messungen wie folgt beschrieben werden:

- es muss eine Rückführbarkeit der Messmethode bzw. der Messwerte auf den gesetzlichen Standard möglich sein
- Erzielen einer hohen Präzision und Reproduzierbarkeit
- die Vergleichbarkeit der Messwerte mit anderen Labors, Messverfahren und früheren Messungen muss gewährleistet sein
- es muss bekannt sein, welche Bindungsart bei der jeweiligen Messung vorherrscht.

Referenzverfahren sind notwendige Voraussetzung, um Online-Messsonden mit entsprechender Zuverlässigkeit und Genauigkeit einzusetzen. Die Kalibration und Referenzmessungen gewährleisten die Qualitätssicherung während der Produktion.

Zusammenfassung

Die Auswahl von Messgeräten für die Messung der Produktfeuchte kann sich aufgrund der Vielzahl verfügbarer Messmethoden als schwierig erweisen. Es ist daher unbedingt erforderlich, die Messaufgabe möglichst genau zu beschreiben. In den meisten Fällen sind Vorabmessungen notwendig. Je nach Umfang der Messaufgabe sind neben den Kosten für die Messtechnik auch Kosten für Engineering zu planen.

Dr. Ing. Roland Wernecke

dr. wernecke Feuchtemesstechnik GmbH

www.dr-wernecke.de

eMail info@dr-wernecke.de

tel. 049 (0)331 5056858

fax 049 (0) 331 613269

Online-Feuchtemessfühler - Möglichkeiten der Kalibration

Teil 2 (Auszug)

Über den Einsatz von Messgeräten zur Bestimmung der Materialfeuchte mit unterschiedlichen Messprinzipien gibt es eine Vielzahl von Anwenderberichten. Es ist jedoch nach wie vor ein Problem, die im laufenden Produktionsprozess erzielten Messdaten unmittelbar auf gesetzliche Standards zurückzuführen. Die Ursache liegt darin, dass die Online-Messfühler zum Teil nicht ausreichend kalibriert werden bzw. nicht kalibrierbar sind und dass die Referenzmessverfahren zu wenig dem Messgut angepasst sind. Im Folgenden werden Möglichkeiten dargestellt, wie diese offene Kette in der Qualitätssicherung geschlossen werden kann.

1. Beschreibung des Referenzverfahrens

Um bei der Online-Feuchtemessung zuverlässige Ergebnisse zu erzielen, ist eine Kalibration der Messfühler notwendig. Die in der Praxis üblichen Referenzverfahren [1]:

- Thermogravimetrie
- Karl- Fischer-Titration
- Calcium-Karbid Methode
- Gleichgewichtsfeuchtemethode

liefern absolute Messwerte zum Wassergehalt in festen und flüssigen Materialien. Diese Messdaten sind jedoch nicht unmittelbar miteinander vergleichbar, da sie verschiedene Wasserbindungen im Material darstellen [Tab. 1]. Ebenso ist zu berücksichtigen, dass auf das Messergebnis weitere Komponenten einwirken.

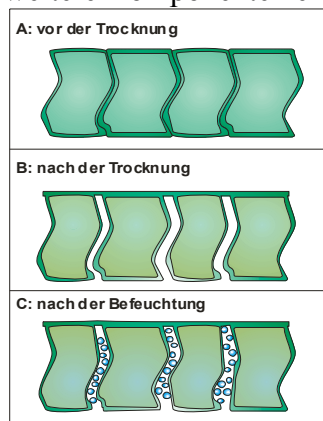


Abb. 2 Änderungen der Wasseranlagerung in biologischen Zellen und Strukturen [3].

So wie sich die Wasseranlagerung ändern kann, sind auch unterschiedliche Messergebnisse zu erwarten.

Eine weitere Voraussetzung für eine zuverlässige Kalibration liegt im Messfühler selbst. Der Messfühler muss in den technischen Daten bezüglich der Langzeitstabilität und der Reproduzierbarkeit der Messwerte bei baugleichen Messfühlern festgelegte Fehlertoleranzen einhalten. Diese müssen messtechnisch nachgewiesen werden können, was bei komplexen Messsystemen aufwendig sein kann. Eine wesentliche Einflussgröße auf die Genauigkeit, mit der eine Referenzmessung durchgeführt werden kann, ist die Probennahme und Probenaufbereitung. Die Gewinnung und die Konditionierung einer Probe sind stets materialspezifisch. Erfahrungsgemäß entscheidet sich bereits in diesem Arbeitsschritt, welche Qualität das Endergebnis der Messung hat. Auf diese Problematik soll jedoch in diesem Zusammenhang nicht näher eingegangen werden.

2. Ermitteln der materialspezifischen Kennlinie

Vor der Auswahl eines Referenzverfahrens muss zunächst ermittelt werden, welcher Anteil der Wasseranlagerung die Qualität des zu messenden Produktes beeinflusst. Es liegen meist mehrere Bindungsformen gleichzeitig im Produkt vor:

- eine Menge Kristallwasser ist notwendig, um bestimmte Grundeigenschaften des Produktes auszubilden
- ein Anteil Adhäsionswasser kann erforderlich sein, um die Verarbeitung zu ermöglichen
- der Anteil freies Wasser im Produkt bestimmt die Rieselfähigkeit und Haltbarkeit.

Nach den Arbeiten im Labor sind für die Übernahme der materialspezifischen Kennlinie in den Produktionsprozess und die Anlage im Wesentlichen Engineering - Arbeiten erforderlich:

1. Einbau der Messsonde in die Anlage
2. Konstruktion, Einbau von Hilfsvorrichtungen zur Erzielung konstanter Messbedingungen (Abstreifer für Schütthöhe; Bandwaage etc.)
3. auf der Grundlage der im Labor bestimmten Messwerte werden Vergleichsmessungen in der Anlage durchgeführt
4. Optimierung der Anpassung von Material, Anlage, Messverfahren
5. Einbeziehung der Messtechnik in die Steuerung
6. Einbindung des Gesamtablaufes in das Qualitätssicherungs-System.

Ziel ist es, die gewonnenen Erkenntnisse auf die Fertigungsanlage mit dem im Prozess vorliegenden Material und unter den Bedingungen der Produktion (Schwankungen von Temperatur, Schütthöhe, etc.) zu übertragen.

3. Anforderungen an ein Materialfeuchtemesslabor

Die Aufgaben eines Speziallabors für Materialfeuchte beziehen sich im Wesentlichen auf die Einhaltung qualitätsbestimmender Parameter:

- produktionsbegleitende Qualitätskontrolle durch Stichprobenmessungen
- Überprüfung und Kalibration von Online –Messgeräten
- Untersuchungen an Produkten zur Erstellung materialspezifischer Kennlinien
- Bestimmen von Solldaten für die Einstellung und Vorgabe der Produktionsparameter
- Arbeiten zur Einbindung der Feuchtemesstechnik in bestehende Qualitätssicherungs-Systeme.

Voraussetzungen dafür sind neben einem hohen gerätetechnischen Standard und die Anwendung gesetzlicher Standards, die Verfügbarkeit unterschiedlicher Referenzmessverfahren und Know-how im Umgang mit unterschiedlichen Produkten.

Die Grundprinzipien bei der direkten Materialfeuchtebestimmung basieren darauf, dass über chemische Reaktionen das Wasser gebunden wird (z.B. Karl-Fischer-Titration) oder auf

physikalischem Wege (z.B. Verdampfen bei der Thermogravimetrie) die Masse bestimmt wird. Während die Feuchte in Gasen direkt im Gasgemisch bestimmt werden kann, erfolgt bei den direkten Materialfeuchtemessmethoden eine Trennung von Wasser/Feuchte und dem restlichen Stoff. Dieser Vorgang kann sich praktisch als sehr aufwendig erweisen.

4. Anforderungen an den Online-Messfühler

Um die im Labor oder unter praxisähnlichen Bedingungen erstellte materialspezifische Kennlinie für Online-Messungen produktionstechnisch nutzen zu können, müssen die Parameter im Messsystem hinterlegt werden. Wie in Abb. 4 zu sehen, sind materialspezifische Kennlinien durch einen nichtlinearen Verlauf gekennzeichnet. Eine Zwei-Punkt-Kalibration des Messfühlers ist nicht ausreichend.

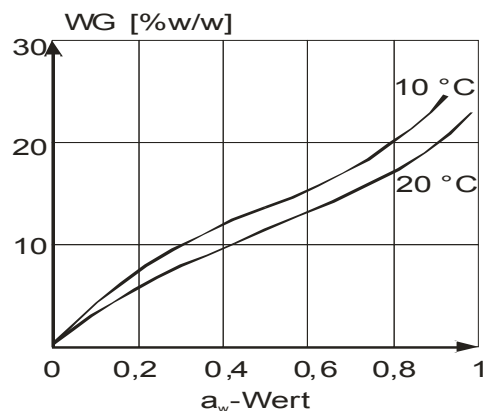


Abb. 4 Typischer Verlauf einer materialspezifischen Kennlinie mit der Prozesstemperatur als Parameter

Von Online-Messgeräten zur Bestimmung der Materialfeuchte muss erwartet werden, dass sie das Hinterlegen von kompletten Kennlinien und Parametern (z.B. Temperatur, Schüttdichte) ermöglichen.

Zusammenfassung

Die Besonderheit der Messgröße Materialfeuchte besteht darin, dass zur Absicherung der erzielten Messergebnisse ganzheitliche Betrachtungen zum Messfühler, zum Messgut, zum Referenzverfahren und zu den Anlagenparametern angestellt werden müssen. Für eine durchgängige Qualitätssicherung ist die Rückführbarkeit der Messwerte auf Referenzverfahren oder Transfornormale notwendig. Der Einbau des Online-Messfühlers stellt dabei den letzten ausführenden Schritt dar. Besonderer Aufmerksamkeit bei der Projektierung der Messstelle muss der Rückführbarkeit und der Kalibrierung der Onlinemesstechnik durch ein geeignetes Referenzverfahren gewidmet werden. Die Anzahl der zur Verfügung stehenden Referenzverfahren ist überschaubar. Es ist jedoch für jedes Messgut eine geeignete Methode zu entwickeln, um den für die Produktqualität entscheidenden Wasseranteil mit hoher Zuverlässigkeit und Genauigkeit zu bestimmen.

Literatur

- [1] R. Wernecke; Materialfeuchtebestimmung in industriellen Prozessen; Zeitschrift Siloworld 1/2008; S. 6 – 13; Wiesbaden
- [2] K. Kupfer; Materialfeuchtemessung; expert-Verlag; Renningen-Malmsheim 1997
- [3] R. Wernecke; Fachbuch Industrielle Feuchtemessung; Wiley VCH Verlag Weinheim, 2003; ISBN 3-527-30285-9
- [4] Seminar Qualitätssicherung in der Feuchtemessung, VDI-Lehrgang 15.11.-16.11.2007 Stuttgart