

МЕТТЛЕР ТОЛЕДО СНГ
101000, г. Москва
Сретенский бульвар,
д. 6/1, с1, офис 6
Тел.: +7 (495) 777-70-77



Выбор технологии мониторинга и управления в режиме реального времени сложными системами частиц и капель



Досье участника проекта

Мониторинг частиц и капель в режиме реального времени помогает обеспечить производство в соответствии с требованиями, предъявляемыми к технологическому процессу. Благодаря использованию in situ приборов для определения мутности, измерения коэффициента отражения сфокусированного пучка (FBRM®) и регистрации изображений (PVM®) количество отклонений можно уменьшить или даже

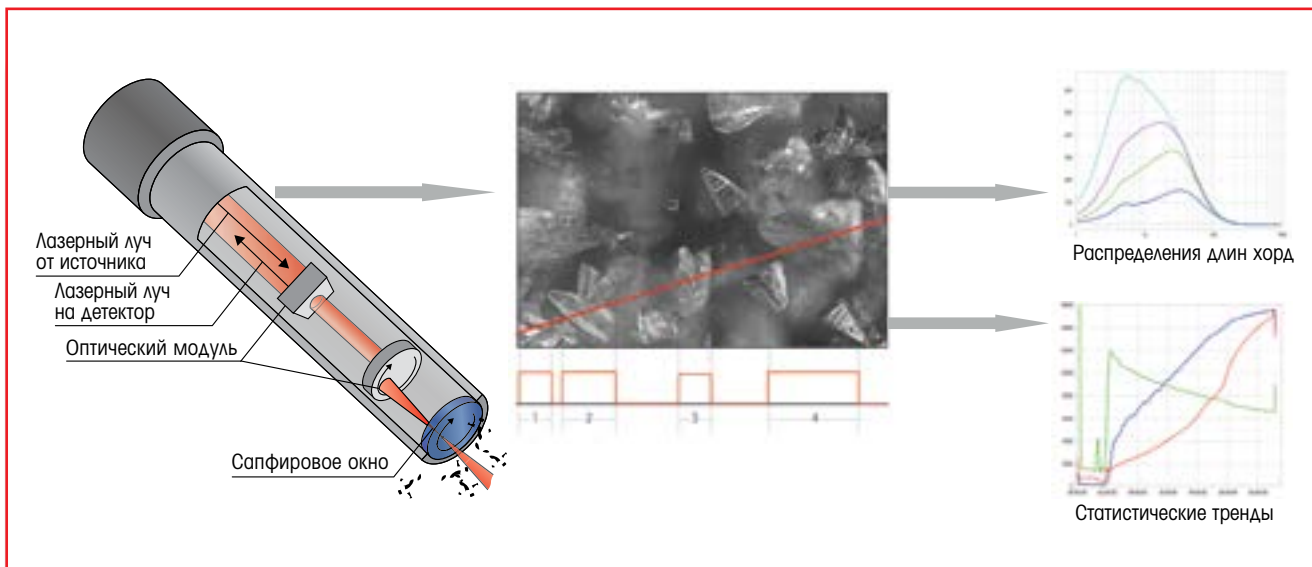
исключить, а качество и выход продукта – оптимизировать.

Общий обзор систем мониторинга частиц в режиме реального времени

Существуют различные технологии отбора и анализа проб для определения характеристик суспензий и эмульсий на производственной линии. Каждая технология подходит для анализа отдельных физических свойств частиц или капель в суспензии.

Измерения in situ позволяют мгновенно определить параметры частиц и капель в ходе процесса или в их естественной среде. Во многих случаях удается достичь таких преимуществ:

- отсутствие ошибок из-за отбора проб и разбавления для проведения автономного анализа;
- отсутствие физических изменений в веществах вследствие извлечения, транс-



Принцип работы системы FBRM

портировки, хранения, подготовки и перемещения по каналам системы анализа;

- непрерывный мониторинг в режиме реального времени – контроль динамики процесса с высоким разрешением для точного моделирования и управления;
- непосредственный мониторинг влияния отклонений и изменений для четкого понимания причин и последствий.

Существуют три распространенные технологии для мониторинга и управления в режиме реального времени в любом масштабе – от лабораторного до производственного. Это определение мутности, технологии FBRM® и PVM® (анализ изображений или видеомикроскопия). Они перечислены в порядке возрастания информативности.

Мутность – это уменьшение прозрачности жидкости в связи с наличием частиц или капель. Анализ мутности используют для эффективного выявления инородных включений и мониторинга изменений концентрации твердых частиц, когда изменение размера или

формы частиц не имеет значения.

Измерение коэффициента отражения сфокусированного пучка FBRM® подходит для более сложных систем частиц, например, при кристаллизации, флокуляции и агломерации, когда число, размеры и форма частиц изменяются одновременно. Данную технологию применяют для измерения и оптимизации распределения частиц в режиме реального времени.

Анализ изображений в режиме реального времени PVM® – еще одна технология для определения характеристик суспензий и эмульсий. Анализ изображений обеспечивает качественное понимание формы частиц и капель в емкости или трубопроводе. Благодаря такой особенности эта технология является наиболее информативной из трех приведенных. Однако данные FBRM® статистически более достоверны и их легче применить при мониторинге и управлении химическим процессом.

Когда определения мутности недостаточно?

Во многих технологических процессах внедрить анализ мутности

довольно просто. Однако стоит отметить, что мутность – статистический параметр, позволяющий оценить общее состояние вещества на некотором этапе. Этого достаточно для выявления отклонений или мониторинга хорошо изученного, стабильного и несложного технологического процесса.

Влияние концентрации на мутность и обратное рассеяние

Когда размер, форма и другие параметры частиц постоянны, повышение концентрации твердых веществ приводит к увеличению мутности суспензии. При низких концентрациях (приблизительно менее 1000 ppm) связь между затуханием и концентрацией линейна при пропускании и обратном рассеянии света. Этот диапазон используют для измерений параметров частиц.

При более высоких концентрациях данная связь становится нелинейной и поглощение достигает насыщения, то есть свет не проходит через суспензию (пропускание равно нулю).

При обратном рассеянии сигнал линейно возрастает при низкой концентрации, линейность сохраняется до насыщения при значительно более высокой концентрации.

Влияние размера частиц на мутность и обратное рассеяние

Изменение размеров частиц может приводить к изменению значения мутности. При большем размере частиц и неизменной концентрации значение мутности снижается в результате уменьшения площади проекции на единицу объема.

При измерении мутности по пропусканию света насыщение наступает при довольно низкой концентрации (приблизительно 1000 ppm). Повышение концентрации (при постоянном размере частиц) приводит к тому, что мутность и обратное рассеяние света увеличиваются. При увеличении размера частиц (при постоянной концентрации) мутность и обратное рассеяние света уменьшаются. Таким образом, в системах с одновременным изменением концентрации и размера частиц трактовать результаты измерений сложно.

Влияние формы частиц на мутность и обратное рассеяние

Изменения размеров частиц, например, при нарушении характерной формы кристаллизации, флокуляции и агломерации могут значительно влиять на мутность.

Как и в случае влияния размера частиц, нарушения формы могут приводить к изменениям мутности, которые сложно интерпретировать при от-

сутствии дополнительной информации. Наличие различных кристаллических форм одного и того же химического соединения в реакционном объеме приводит к различным значениям обратного рассеяния и нарушению соотношения мутности и концентрации.

Аналогично флокуляция вызывает значительные изменения мутности. В общем случае, в результате флокуляции или агломерации значение обратного рассеяния в суспензии будет меньше, чем у более мелко диспергированного образца с той же концентрацией.

Технология FBRM® для углубленного анализа

Анализ мутности и нефелометрия имеют ограничения при исследовании сложных систем. FBRM® позволяет получить несколько параметров одновременно. Данные в режиме реального времени охватывают диапазон от 0,5 до 2000 мкм. Технология позволяет исследовать частицы в процессе их формирования и влиять на этот процесс. Она не требует отбора и подготовки проб даже при высоких концентрациях (70% и выше) и работе с непрозрачными суспензиями.

Датчик FBRM® погружается в разбавленный раствор или концентрированный поток суспензии, эмульсии либо взвешенной системы частиц. Лазерный луч фокусируется в тонкую точку на контактном сапфировом окне. На увеличенном изображении видны отдельные частицы, через которые проходит луч, создавая обратное рассеяние. Импульсы обратного рассеяния света регистрируются с помощью датчика и приводятся к единицам длины хорды в зависимости от скорости сканирования (скорости движения), умноженной на длительность импульса (время). Длина

хорды (основной параметр размера частиц) определяется как длина отрезка, соединяющего ее противоположные стороны.

Прибор регистрирует несколько тысяч длин хорд в 1 с. На основе этих данных составляется распределение длин хорд (РДХ). РДХ характеризует определенное состояние системы частиц в текущий момент времени. Эти статистические данные используют для обнаружения и мониторинга изменений размеров и количества частиц в режиме реального времени.

Выводы и рекомендации

Технологии FBRM® и PVM® дают возможность управлять распределением частиц и оптимизировать его, поддерживать стабильное качество партий и повышать эффективность производственного процесса. Зная параметры процесса образования частиц, инженеры могут сочетать управляющие параметры на различных этапах (скорость добавления, смешивание, температура) для повышения эффективности последующих этапов (фильтрация, разделение, разбавление) и оптимизации качества продукта (выход, концентрация). Эти технологии становятся единственными источниками данных, необходимых для масштабирования процессов и их надежной работы.

В отличие от других технологий анализа частиц технология FBRM® не настраивается на определенную форму частиц. Это позволяет использовать ее для контроля изменений размеров, формы и количества любых систем частиц, суспензий и эмульсий. ■