

Qualitätskontrolle von Katalysatorstäbchen mit digitaler Bildverarbeitung

Katalysatoren werden in der chemischen und petrochemischen Industrie als wichtiges Hilfsmittel in der Produktion eingesetzt. Ein Katalysator beschleunigt chemische Reaktionen, indem er die Aktivierungsenergie herabsetzt und damit sowohl die Produktivität steigert als auch den Energieaufwand senkt.



CAMSIZER®

AUTOR



Dipl.-Phys. Jörg Westermann
International Sales Manager



Retsch Technology GmbH
Rheinische Straße 43
42781 Haan

Tel.: +49(0)21 29/55 61-0
Fax: +49(0)21 29/55 61-87
E-mail: technology@retsch.de

www.retsch-technology.de

Qualitätskriterien von Katalysatoren

Bei vielen Prozessen wird eine Mischung aus flüssigen oder gasförmigen Ausgangsstoffen (z. B. Erdöl) in einem Reaktor mit festem Katalysatormaterial umgesetzt. In Abhängigkeit von der beabsichtigten Reaktion werden Katalysatoren aus verschiedenen Materialien wie Keramik, Aluminiumoxid, Metall oder Legierungen hergestellt. Um die Kosten zu reduzieren, können preiswerte Trägermaterialien mit dem eigentlichen Katalysator (z. B. Platin oder Molybdän) beschichtet werden.

Neben der aktiven Oberfläche spielt auch die Form der Katalysatoren eine entscheidende Rolle für die Wirksamkeit. Es muss berücksichtigt werden, dass genügend freies Volumen für die Reaktanden zur Verfügung steht. Außerdem darf der Gegendruck, der vom Katalysator aufgebaut wird, nicht zu hoch sein.

Als besonders geeignet haben sich kugel-, waben- oder stäbchenförmige Geometrien erwiesen. Bei den stäbchenförmigen Katalysatoren existieren unterschiedliche Formen. So können die Querschnitte u.a. in runder, ellipsoider, trilober oder quadrolober Form vorliegen.



Qualitätskontrolle

Für effektive und kontrolliert katalytisch geführte Reaktionen mit einer hohen Ausbeute sind folgende Parameter entscheidend:

- Eine große aktive Oberfläche
- Ein großes freies Volumen im Reaktor, damit genügend Raum zum Mischen der Reaktanden vorhanden ist.
- Eine hohe und gleichmäßig verteilte Durchlässigkeit im Reaktor
- Ein definiertes Verhältnis von aktiver Oberfläche und Reaktanden.

Für die Qualitätskontrolle spielt die Größen- und Formanalyse eine wichti-

ge Rolle. Häufig werden diese Untersuchungen mit einer Siebanalyse durchgeführt, die aber nur bei runden Partikeln die nötigen Größeninformationen liefert, da z. B. Stäbe in orientierter Form durch die Siebmaschen fallen und deshalb die Längen- und die Breiteninformation nicht klar voneinander separiert werden können.

Alternativ werden die Katalysatorpartikel mit Messschiebern vermessen. Dies ist aber sehr zeitaufwändig und deshalb nur für eine kleine Menge möglich, wobei dann immer fraglich bleibt, wie repräsentativ die Ergebnisse für die gesamte Reaktorfüllung sind.



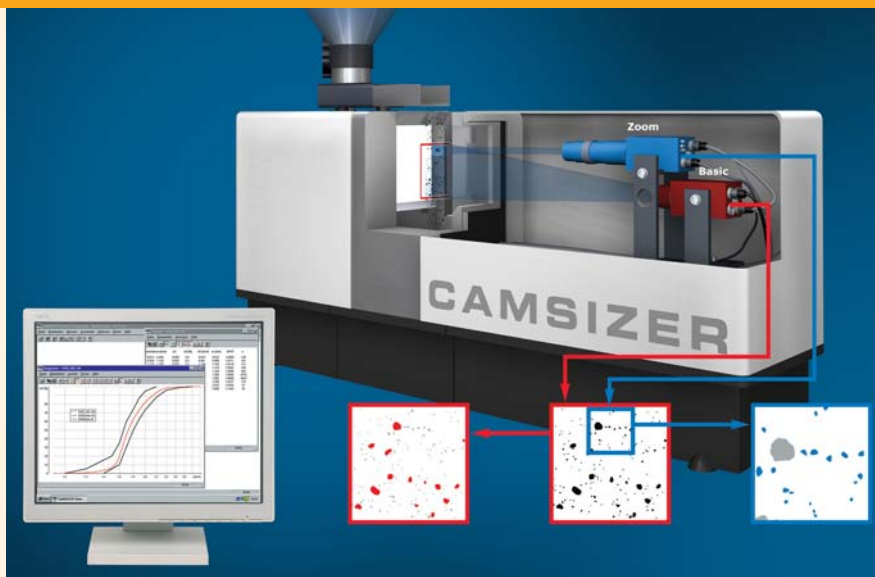
Das CAMSIZER System

Dynamische Bildanalyse

Mit mehreren hundert Geräten im weltweiten Einsatz ist der **CAMSIZER** das erfolgreichste Gerät zur **Partikelgrößen- und Partikelformanalyse trockener, rieselfähiger Schüttgüter mit dynamischer Bildanalyse**.

Aufgrund des großen Messbereiches von **30 µm bis 30 mm** und der herausragenden Siebanpassung stellt der CAMSIZER eine leistungsfähige Alternative zur traditionellen Siebanalyse dar.

Die Haupteinsatzfelder des CAMSIZER liegen in den Bereichen Qualitätskontrolle, Forschung sowie Produktionsüberwachung. In Verbindung mit Lösungen zur teilweisen oder vollständigen Automatisierung des Messvorgangs lässt sich auch eine kontinuierliche Probenanalytik wirtschaftlich realisieren. Die patentierte Messanordnung des CAMSIZER – zwei Digitalkameras als adaptive Messeinheit – verbessert und optimiert die Partikelanalytik mittels digitaler Bildverarbeitung. Hierdurch ist es möglich, ohne Messbereichsumstellungen oder Justagearbeiten ein breites



Kornspektrum von 30 µm bis 30 mm hochgenau zu vermessen.

Messprinzip

Die Probe wird über die Förderrinne dem Messfeld so zugeführt, dass alle Partikel in den Erfassungsbereich fallen. Zwischen den beiden Digitalkameras (CCD) findet während des Messvorgangs eine Aufgabenteilung statt. Die Basic-Kamera (CCD-B) erfasst große Partikel, die Zoom-Kamera (CCD-Z) registriert die kleinen Partikel. Die berührungslose, optische Vermessung erfolgt in Echtzeit und ermittelt simultan alle gewünschten Informationen zu Korngröße und Kornform. Um dies auch im Rahmen einer automatisierten, kontinuierlichen Analyse zu ermöglichen, wurde eine modular konfigurierbare

Online-Version des Gerätes entwickelt.

Die ermittelten Ergebnisse können grafisch und tabellarisch als Größenfraktion, Häufigkeitsverteilung oder Summenverteilung ausgegeben werden. Zusätzlich kann der CAMSIZER die Anzahl der in der Probe enthaltenen Partikel sowie die spezifische Oberfläche, die Dichte, Formparameter und auch die Transparenz des Probenmaterials bestimmen. Sämtliche Messgrößen werden sehr exakt und mit ausgezeichneter Reproduzierbarkeit ermittelt. Die CAMSIZER-Software erlaubt zudem die Darstellung von Tagesberichten, Trendanalysen, Mittelwertbildungen und vieles mehr. In Anlehnung an die DIN 66165 wird ein übersichtliches, individuell konfigurierbares Messprotokoll erstellt.

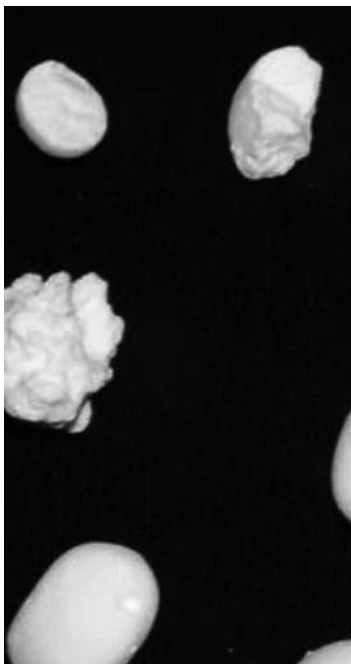
Geometrie: schnell und sicher detektiert

Die Vorteile, die der Camsizer in der Qualitätskontrolle von Katalysatoren bietet, liegen auf der Hand: In sehr kurzer Zeit kann eine große Zahl von Partikeln vermessen werden. Hierbei ist die **Auflösung und die Reproduzierbarkeit um ein Vielfaches höher** als beim Sieben oder Ausmessen mit einem Messschieber. Besonders wichtig ist, dass neben der Länge und dem Durchmesser auch Formparameter erhalten werden, die Rückschlüsse auf die Geometrie des Katalysators zulassen. Diese Untersuchungen erlauben es dann z.B., den Anteil an defekten Partikeln festzustellen.

Am Beispiel von verschiedenen Katalysatoren soll gezeigt werden, wie einfach und zuverlässig die Größenverteilung und die Partikelform bestimmt werden können. Viele Katalysatoren haben eine trilobale oder eine quadrolobe Geometrie. Bei quadroloben Stäbchen können mit dem Camsizer zwei unterschiedliche Durchmesser gemessen werden. Die beiden Durchmesser können auch dann aufgelöst werden, wenn sie sehr ähnlich sind, so dass die beiden Geometrien klar voneinander unterschieden werden können.

Die Abbildung zeigt die Längenverteilungen der Stäbe (flache Kurve) von 1 mm bis 6 mm. Die Breite ist sehr viel enger zwischen 1 mm und 1,6 mm verteilt, wobei für den quadroloben Katalysator zwei verschiedene Werte gemessen und ausgegeben werden. Die schematische Darstellung verdeutlicht die beiden unterschiedlichen Durchmesser bei den quadroloben Stäbchen.

Ähnlich ist auch die Methodologie bei runden Partikeln. Die Resultate für die Durchmesser sind in guter Übereinstimmung mit der Siebanalyse, wobei die Auflösung des Camsizers natürlich sehr viel feiner ist. Mit Hilfe der Formparameter ist es möglich, eine Auskunft über den Anteil an defekten Partikeln zu liefern, außerdem kann noch untersucht werden, inwieweit die Partikel ellipsoid bzw. tatsächlich rund sind. Für diese Aussage wird die Sphärizität und Symmetrie der Probe zugrunde gelegt. Die Abbildung 5 zeigt zwei Kurven mit Partikeln unterschiedlicher Sphärizität. Die grüne Kurve stellt eine gute Qualität dar, da die Teilchen sehr rund sind. Die rote Kurve dagegen ist deutlich zu geringeren Werten verschoben, was daraufhin deutet, dass Bruchstücke oder kantige Partikel vorhanden sind (vgl. Momentaufnahme).



Momentaufnahme

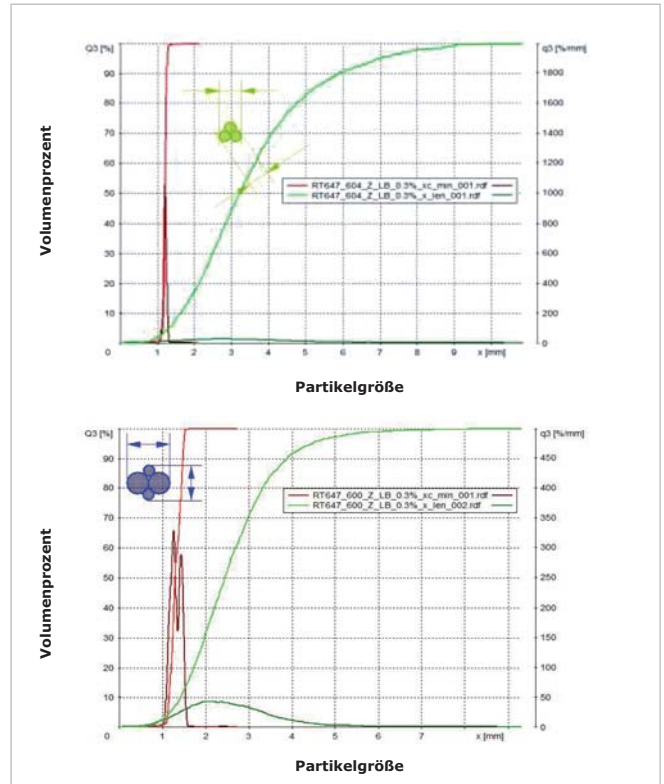


Abb. 3: Vergleich trilobaler (oben) und quadrolobaler (unten) Katalysatorstäbe im Camsizer

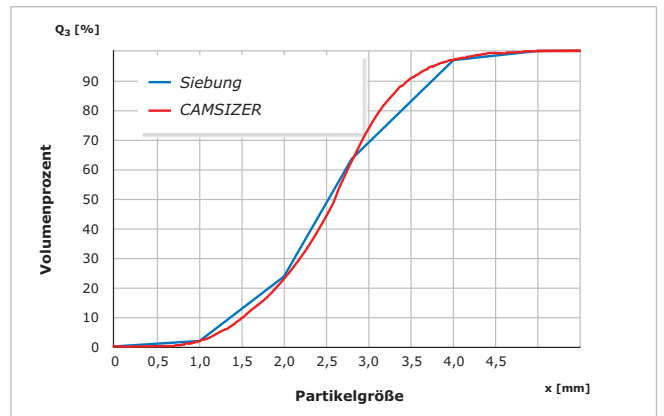


Abb. 4: Siebung und Camsizer

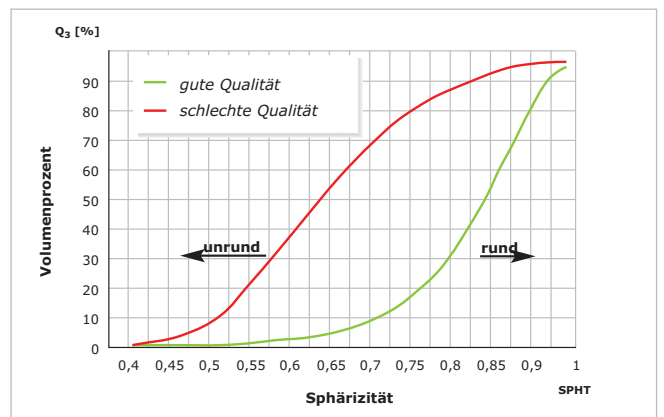


Abb. 5: Sphärizität von Proben unterschiedlicher Qualität