

Der Umgang mit Verdampfung in einem Analysesystem

Doug Nordstrom und Tony Waters
Swagelok Company

Falls das Analysesystem Gas erfordert, aber Ihre Probe flüssig ist, besteht Ihre einzige Möglichkeit darin, die Flüssigkeit in Gas umzuwandeln. Dieses Verfahren wird Verdampfung oder Schnellverdampfung genannt. Das Ziel ist, eine flüssige Probe schnell in eine gasförmige Probe umzuwandeln – *ohne die Zusammensetzung zu ändern*.

Es ist nicht einfach eine Probe zu verdampfen, und es ist auch nicht immer möglich. Stellen Sie deshalb sicher, dass es wirklich nötig und möglich ist, bevor Sie dies versuchen. Sie sollten eine Flüssigkeit immer in flüssigem Zustand analysieren, es sei denn es liegen triftige Gründe für eine Analyse im gasförmigen Zustand vor.

Wenn Sie eine Verdampfung durchführen wollen, ist es wichtig, den Unterschied zwischen Verdunstung und Verdampfung zu verstehen. Verdunstung ist ein allmählicher, mit steigender Temperatur stattfindender Vorgang. Verdampfung geschieht unmittelbar mit einem Druckabfall. Es ist nicht möglich, eine Probe durch Erhöhen der Temperatur zu verdampfen. Wärme verursacht Verdunstung, und zusätzliche Wärme führt lediglich dazu, dass die Verdunstung schneller erfolgt.

In einer gemischten Probe führt Verdunstung dazu, dass manche Stoffe vor anderen verdunsten, was zu einer Fraktionierung führt. Wenn die Verdampfung richtig durchgeführt wird, verdampfen alle Stoffe gleichzeitig, wodurch die Zusammensetzung der Probe beibehalten wird.

Allerdings ist es möglich, dass bei der Verdampfung nicht alles planmäßig verläuft. Anstatt die gesamte Probe schnell zu verdampfen, könnten Sie versehentlich eine Kombination von Verdampfung und Verdunstung erzeugen. Das Resultat wäre eine Fraktionierung. Wenn eine aus verschiedenen Stoffen zusammengesetzte Probe fraktioniert, eignet sie sich nicht mehr zur Analyse. Bei einer Fraktionierung verdunsten oft die leichteren Moleküle zuerst und bewegen sich zum Analysegerät hin, während die schwereren Moleküle in der flüssigen Phase zurückbleiben. Auch wenn eine fraktionierte Probe zu einem späteren Zeitpunkt im Prozess ganz gasförmig zu sein scheint, hat die Mischung nicht dieselben molekularen Proportionen wie vor der Fraktionierung. Sie stellt keine genaue Repräsentation der Probe mehr dar, die der Prozessleitung entnommen wurde.

Sehen wir uns den Verdampfungsprozess genauer an und wie wir die Variablen – Temperatur, Druck und Durchfluss – manipulieren können, um eine richtige Verdampfung und ein akkurates Analyseresultat zu gewährleisten.

Verdampfung verstehen

Zum Verdampfen einer Probe verwendet man in der Regel einen Verdampfungsdruckregler, auch Verdampfer genannt. Dies ist ein Druckminderungsregler, mit dem an genau der richtigen Stelle Wärme zur Probe transferiert werden kann.

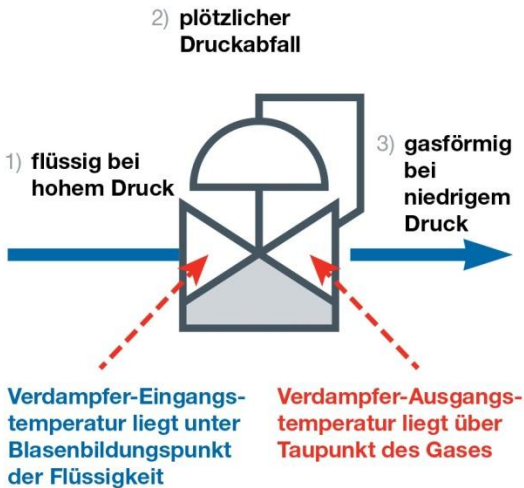


Abb. 1: Zeichnung zur Darstellung des dreistufigen Verdampfungsprozesses

Die Verdampfung ist ein dreistufiger Prozess (siehe Abbildung 1). Zuerst gelangt die Probe als Flüssigkeit in den Verdampfer. Die Flüssigkeit sollte an diesem Punkt keine Blasen bilden oder siedet.

Als zweiter Schritt gelangt die Flüssigkeit durch die Druckregleröffnung im Verdampfer, was zu einem starken und plötzlichen Druckabfall und damit der Verdampfung der Flüssigkeit führt. Gleichzeitig wird Wärme zugeführt, wodurch die verdampfte Flüssigkeit gasförmig bleiben kann.

des unmittelbaren Übergangs in die Dampfphase bleibt die Zusammensetzung des Gases unverändert, was eine genaue Messung ermöglicht.

Im dritten Schritt verlässt die Probe, die nun ein Gas ist, den Verdampfer und gelangt zum Analysegerät, wo sie ausgewertet wird. Aufgrund

Bei diesem empfindlichen Prozess gibt es viele Variablen oder Einwirkungen, die bestimmen, ob der Prozess erfolgreich ist oder nicht. Nehmen wir hier an, dass es sich um zwei Hauptgruppen von Eingangsparametern handelt.

Die erste Gruppe der Eingangsparameter hat mit der Zusammensetzung der Probe zu tun. Je nach der Zusammensetzung der Proben, beginnt deren Blasenbildung und endet die Verdampfung bei verschiedenen Drücken und Temperaturen. Wir müssen diese Drücke und Temperaturen kennen, um den Prozess erfolgreich abzuwickeln.

Die zweite Gruppe der Eingangsparameter hat mit den Einstellungen zu tun, die Sie in Ihrem Probeentnahmesystem steuern: Druck, Temperatur und Durchfluss. Druck und Temperatur werden am Verdampfer reguliert, während der Durchfluss an der Ausgangsseite mit einem Rotameter (Durchflussmesser für variable Bereiche) und Nadelventil gesteuert wird. Wir stellen diese Eingangsparameter danach ein, was wir über die erste Gruppe der Eingangsparameter wissen. Zur richtigen Verdampfung ist ein empfindliches Gleichgewicht aller Eingangsparameter erforderlich.

Auch bei einer systematischen Vorgehensweise beim Durchführen einer Verdampfung, erfordert der Prozess doch systematisches Ausprobieren. Deshalb werden wir auch die Diagnose und Behebung von Problemen behandeln.

Verstehen Sie Ihre Probe

Die beste Möglichkeit, die erste Gruppe der Eingangsparameter zu verstehen, ist mit einem Phasendiagramm. Ein Phasendiagramm ist eine grafische Darstellung von Druck und Temperatur und zeigt, wann ein Stoff gasförmig, flüssig oder fest ist. Die Linien zeigen die Schnittstellen zwischen zwei Phasen an.

Phasendiagramme für die meisten reinen Gase sind im Internet zu finden, beispielsweise auf <http://encyclopedia.airliquide.com>. Aber es ist sehr schwierig, ohne kommerzielle Software Diagramme für Gasgemische zu erstellen.

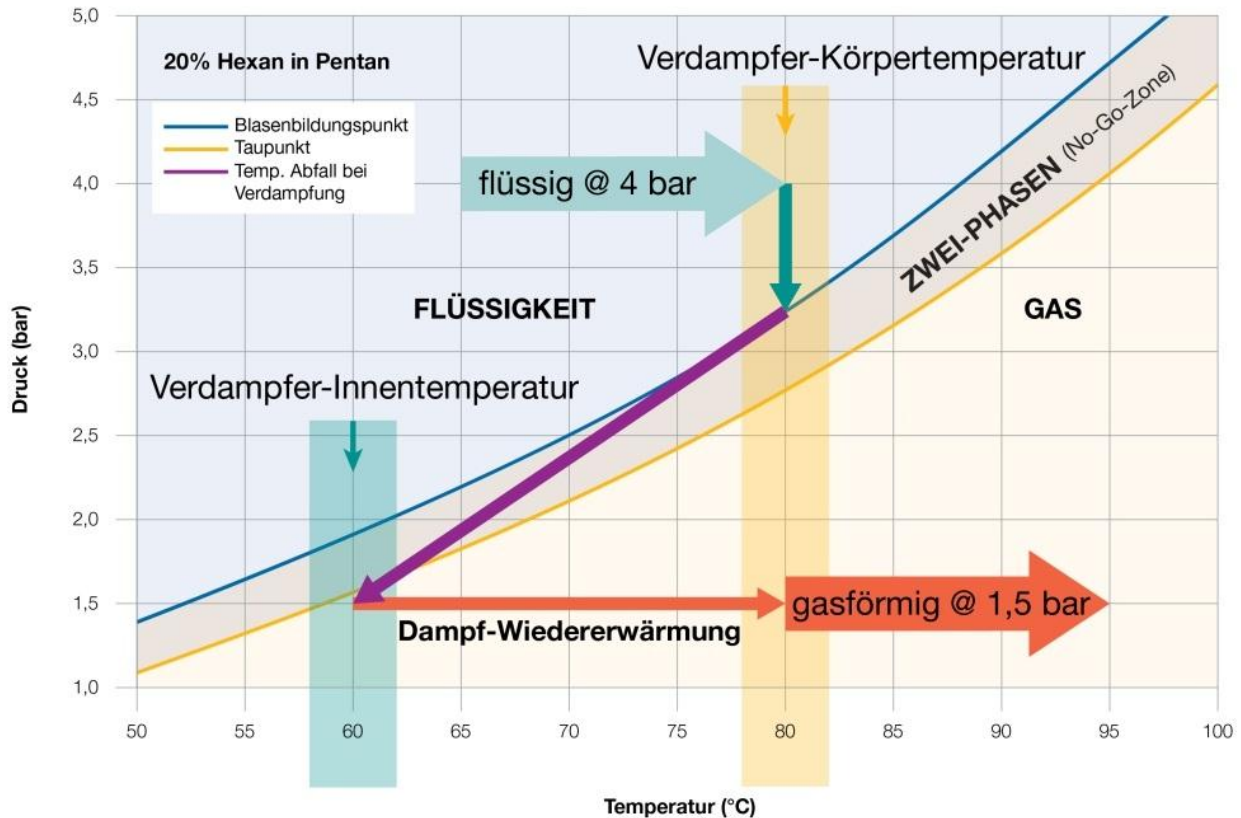


Abb. 2: Phasendiagramm von 20 Prozent Hexan in Pentan mit Temperatureinstellungen

Abbildung 2 zeigt ein Phasendiagramm für 20 Prozent Hexan in Pentan. Wenn die Probe über dem Blasenbildungspunkt (blaue Linie) ist, ist sie ganz flüssig. Wir wollen, dass die Probe beim Eintritt in den Verdampfer ganz in flüssigem Zustand ist. Wenn das Gemisch unter dem Taupunkt (goldene Linie) ist, ist sie ganz gasförmig. Die Probe muss beim Verlassen des Verdampfers ganz gasförmig sein.

Die Zone zwischen dem Blasenbildungspunkt und dem Taupunkt, nennen wir die No-Go-Zone. Diese Zone ist der Siedebereich der Probe. Hier befindet sich das Gemisch in zwei Phasen, teils flüssig, teils gasförmig. Wenn eine Probe in die No-Go-Zone gelangt, ist sie fraktioniert und eignet sich nicht mehr zur Analyse. Das Ziel bei der Verdampfung ist, die Temperatur, den Durchfluss und den Druck so einzustellen, dass die Probe unmittelbar von der Flüssig-Seite der No-Go-Zone in die Gas-Seite der No-Go-Zone gelangt.

Bei reinen oder fast reinen Proben gibt es nur einen kleinen oder gar keinen Siedebereich, bzw. No-Go-Zone. Die Linien, die den Blasenbildungspunkt und den Taupunkt anzeigen, liegen fast oder ganz übereinander. Es ist tatsächlich so, dass sich reine oder fast reine Proben in Gas mit derselben Zusammensetzung umwandeln lassen, sei es durch Verdunstung oder Verdampfung. Manche industriellen Proben haben diese Reinheit und lassen sich leicht umwandeln.

Andererseits ist bei manchen Proben der Siedebereich bzw. die No-Go-Zone so groß, dass sie sich nicht erfolgreich verdampfen lassen. Es gibt keine Möglichkeit, von der Flüssig-Seite der No-Go-Zone in die Gas-Seite der No-Go-Zone zu wechseln. Wir können die Variablen – Temperatur, Durchfluss und Druck – nicht so manipulieren, dass eine Fraktionierung vermieden wird.

Die meisten Proben liegen zwischen diesen beiden Extremen. Beispielsweise ist das Band zwischen Blasenbildungspunkt und Taupunkt in Abbildung 2 schmal genug, dass wir es mit den richtigen Einstellungen ermöglichen können, dass die Probe von der Flüssig-Seite der No-Go-Zone in die Gas-Seite gelangt. Allerdings ist das Band in Abbildung 2 breit genug, dass wir es uns nicht leisten können, unvorsichtig zu sein. Wir müssen bei unserer Manipulation der Variablen sehr sorgfältig vorgehen, damit die Probe nicht in der No-Go-Zone landet.

Einstellen von Temperatur, Druck und Durchfluss

Wir bleiben bei der Probe in Abbildung 2 (20 Prozent Hexan in Pentan) und sehen uns an, wie wir unsere Eingangsparameter einstellen können, um eine erfolgreiche Verdampfung zu erhalten.

Generell wollen wir am Eingang einen hohen Druck und eine niedrige Temperatur. Am Ausgang wollen wir eine hohe Temperatur und niedrigen Druck. Aber es gibt keine Limits, wie hoch oder niedrig diese Parameter sein können, und wir können nicht alle völlig steuern. Verdampfung ist mehr oder weniger eine Gratwanderung zwischen den Variablen. Hier ist ein Verfahren mit vier Schritten zum Einstellen der Eingangsparameter.

Bestimmen Sie **zuerst** den Eingangsdruck an Ihrem Verdampfer. Dieser feststehende Druck ist Ihr Prozessdruck, sofern sich Ihr Verdampfer in der Nähe Ihrer Probeentnahmestelle befindet. In Abbildung 2 beträgt dieser Druck 4 bar. Ein höherer Druck ist besser, da Sie dadurch die Temperatur des Verdampfers höher halten können, ohne dass die eintretende Flüssigkeit siedet.

Als zweiten Schritt, stellen Sie Ihre Eingangstemperatur oder die Temperatur Ihres Verdampfers ein. Hier gibt es zwei Ziele. Erstens muss die Temperatur niedrig genug sein, dass die Probe beim Eintreten in den Verdampfer ganz flüssig ist und keine Blasen bildet. In Abbildung 2 beträgt der Blasenbildungspunkt bei 4 bar 88°C, aber wir wollen ein Polster einbauen und wählen daher 80°C, eine runde Zahl die weit genug entfernt von 88°C ist, und zusätzliche Sicherheit bietet.

Das zweite Ziel ist, dass die Temperatur hoch genug sein muss, um zur vollständigen Verdampfung der Probe beizutragen, damit nur Gas aus dem Verdampfer gelangt. Wenn Sie die Probe verdampfen, sinkt die Temperatur gemäß der Energieerhaltungsgesetze ab. Die Temperatur der Probe muss zu Beginn hoch genug sein, dass sich die Probe nach dem Druckabfall nicht im Siedebereich bzw. in der No-Go-Zone befindet. In Abbildung 2 beträgt die Dampftemperatur nach dem Druckabfall 60°C, gerade auf der Gas-Seite der Taupunktlinie.

Als dritten Schritt stellen wir den Ausgangsdruck am Verdampfer ein. Ihr Ziel ist, den Druck unter die goldene Taupunktlinie abzusenken. In Abbildung 2 ist der Ausgangsdruck auf 1,5 bar eingestellt. Wenn der Ausgangsdruck höher als in diesem Beispiel wäre, würde die Probe nicht ganz verdampfen. Sie würde fraktionieren.

Stellen Sie **als vierten Schritt** Ihren Durchfluss ein. Der Durchfluss wird stromabwärts an einem Ventil und Rotameter eingestellt, nicht am Verdampfer. In einem Probeentnahmesystem ist ein hoher Dampfdurchfluss erwünscht, da die Probe damit schneller zum Analysegerät gelangt. Allerdings kann ein hoher Durchfluss auch problematisch sein, da mit hohem Durchfluss mehr Wärme erforderlich ist, um die Probe zu verdampfen. Anders ausgedrückt, hoher Durchfluss führt zu einem größeren Temperaturabfall zum Zeitpunkt der Verdampfung. In Abbildung 2 ist der Temperaturabfall durch die violette Linie angezeigt. Mit zunehmendem Durchfluss neigt sich die violette Linie mehr nach links.

Eine andere Variable, die sich auf den Temperaturabfall auswirkt, ist die Wärmetransferkapazität des Verdampfers. Manche Verdampfer sind so konstruiert, dass Wärme effizienter auf die Probe übertragen wird. Wenn die flüssige Probe gasförmig wird und ihre Temperatur abfällt, entzieht sie Wärme aus dem sie umgebenden Edelstahl. Es stellt sich die entscheidende Frage, wie effizient der Verdampfer diese Wärme ersetzen und zur Probe leiten kann. Je mehr Wärme die Probe entziehen kann, desto geringer ist der Temperaturabfall während der Verdampfung.

In manchen Fällen kann der Verdampfer außen heiß, aber im Inneren kalt sein. Das kommt daher, dass die verdampfte Probe viel Wärme entzieht und der Verdampfer nicht genügend Wärme übertragen kann, um dies auszugleichen. Die beste Lösung ist, den Durchfluss zu reduzieren.

Zusammengefasst, der Winkel der violetten Linie in Abbildung 2 ist ein Produkt der Durchflussrate und der Wärmetransferkapazität des Verdampfers. Mit einem guten Verdampfer und niedrigem Durchfluss wird die Linie vertikaler. Leider lässt sich die Lage der violetten Linie nicht leicht berechnen, und sie wird von keinem bekannten Softwareprogramm erstellt. Daher ist bei der Verdampfung ein gewisses Maß an Approximation erforderlich. Als Faustregel gilt, dass die Durchflussrate möglichst niedrig gehalten werden sollte, ohne dabei eine unakzeptable Verzögerung der Fließzeit der Probe zum Analysegerät zu verursachen. Es ist besser, mit einer niedrigen Durchflussrate zu beginnen, und diese versuchsweise zu erhöhen, als mit einer höheren Durchflussrate zu beginnen.

Zeitverzögerung beachten

Während die Fraktionierung ein Problem bei der Verdampfung von Proben ist, ist die Zeitverzögerung ein anderes. Zeitverzögerung –die Zeit, die eine Probe braucht, um von der Prozessleitung zum Analysegerät zu fließen– stellt bei der Verwendung eines Verdampfers stets eine Herausforderung dar. Der Industriestandard für die Zeitverzögerung ist eine Minute, aber es kann um ein Vielfaches länger dauern, wenn Sie bei der Einrichtung Ihres Verdampfers nicht sorgfältig vorgehen.

Die Zeitverzögerung kann sowohl auf der Flüssigkeits- als auch auf der Gasseite des Verdampfers ein Problem darstellen. Auf der Flüssigkeitsseite wird das Problem durch den Grad der Ausdehnung der Probe verursacht, wenn diese verdampft wird. Eine kleine Menge Flüssigkeit erzeugt eine große Menge Gas. Beispielsweise erhöht sich das Volumen von Methan etwa um das 600-fache, wenn es vom flüssigen Zustand in den gasförmigen Zustand versetzt wird. Kohlenwasserstoffe expandieren ungefähr um das 300-fache.

Bei einem solch dramatischen Unterschied zwischen dem Volumen von Flüssigkeit und Gas, kommt es leicht dazu, dass Flüssigkeit eine Weile vor dem Verdampfer verweilt, bevor sie verdampft wird. Beispielsweise kann bei einem Gasfluss von 600 mL/min der Flüssigkeitsfluss weniger als 2 mL/min betragen.

Falls sich Ihr Verdampfer in der Nähe der Entnahmestelle befindet, ist die beste Lösung für dieses Problem, an der Flüssigkeits-Seite des Verdampfers einen Bypass zu installieren, damit die verdampfte Probe stets frisch ist. Versuchen Sie außerdem, das Volumen der Probe und des Rohrs vor dem Verdampfer möglichst klein zu halten. Eine geringeres Volumen führt zu einer schnelleren Reaktion.

Um die Zeitverzögerung an der Gas-Seite des Verdampfers zu verbessern, kommen Sie vielleicht in die Versuchung den Durchfluss zu erhöhen. Dies ist nicht unbedingt die beste Option. Viele Proben erfordern eine niedrige Gasdurchflussrate, für einer richtige Verdampfung. Ein hoher Durchfluss könnte zusammen mit unzureichender Wärme am Verdampfer zur Fraktionierung führen, wobei Flüssigkeit durch den Verdampfer zur Ausgangsseite gelangt. Eine solches Szenarium würde die zu analysierende Probe ruinieren, was durch Reif an den Rohren nach dem Verdampfer offensichtlich wird.

Eine bessere Möglichkeit, die Zeitverzögerung an der Gas-Seite zu verringern, ist eine Verringerung des Volumens. Bewegen Sie den Verdampfer beispielsweise näher an das Analysegerät und/oder bauen Sie eine Schleife (Fast Loop) an der Flüssigkeits-Seite.

Fehlerbehebung

Phasendiagramme ermöglichen Ihnen, Temperatur-, Druck- und Durchflusseinstellungen abzuschätzen, aber es müssen dennoch Probleme gefunden und behoben werden. Ein sicheres Anzeichen für ein Problem ist die schlechte Wiederholbarkeit von Analyseresultaten.

Es gibt zwei Möglichkeiten, wenn eine Probe fraktioniert statt zu verdampfen, wobei das erste Problem häufiger ist.

Problem 1: Es verdampft nur ein Teil der Probe. Flüssigkeit gelangt durch den Verdampfer und in das Rohr an der Ausgangsseite. Irgendwann verdunstet sie. Dabei entzieht sie dem umliegenden Rohr Wärme, wodurch das Rohr kalt wird oder sich Reif oder Eis bilden.

Anzeichen für dieses Problem: Der Ausgang des Verdampfers und das Rohr an der Ausgangsseite fühlen sich kalt an oder sind mit Reif oder Eis bedeckt.

(Beachten Sie, dass in vielen Fällen Flüssigkeit an der Ausgangsseite des Verdampfers über den Verdampfer hinaus und in andere Komponenten hinein gelangen kann, beispielsweise Durchflussmesser und Filter, wo sie beträchtliche Schäden verursachen kann.)

Lösung: Bei der obigen Methode wäre es am besten, die Durchflussrate zu reduzieren. Eine andere Möglichkeit wäre, den Ausgangsdruck des Verdampfers zu senken, falls dies möglich ist. Eine dritte Möglichkeit wäre, die Wärme zum Verdampfer zu erhöhen, womit aber das Risiko für Problem 2 (siehe unten) ansteigt.

Problem 2: Die Probe befindet sich am Eingang in den Verdampfer im Siedezustand. Sie fraktioniert, bevor sie verdampft werden kann. Leichtere Moleküle verdunsten und erzeugen eine "Dunstwand", wodurch die Flüssigkeit in den Prozess zurückgedrückt wird. Ein Teil dieser Dunstwand kühlt dann ab und kondensiert. Schließlich fließt die flüssige Probe wieder zum Verdampfer, wo die leichteren Moleküle verdunsten und sich derselbe Zyklus wiederholt.

Gleichzeitig gelangen die schwereren Moleküle zum Analysegerät und führen zu einem ungenauen Messwert.

Anzeichen für dieses Problem: Das Eingangsrohr zum Verdampfer zuckt, manchmal heftig, und die Messwerte schwanken.

Lösung: Die Temperatur des Verdampfers absenken.

Schlussfolgerung

Die Verdampfung einer flüssigen Probe ist schwierig. In vielen Probeentnahmesystemen weltweit kommt es Tag für Tag, Minute für Minute dazu, dass Proben von Verdampfern fraktioniert werden und als nicht repräsentative Proben zum Analysegerät gelangen. Sie können Ihre Erfolgchancen dramatisch erhöhen, indem Sie sich ein Phasendiagramm des spezifischen Stoffgemischs Ihres System ansehen. Sie können Ihre Erfolgchancen weiter erhöhen, indem Sie verstehen, was während des Prozesses geschieht – insbesondere, indem Sie die Variablen (Temperatur, Druck und Durchfluss) kennen, und wissen, welche Rolle diese beim Resultat des Prozesses spielen. Mit diesem Wissen fällt es Ihnen leichter, die richtigen Einstellungen vorzunehmen und diese gemäß der von Ihnen beobachteten Zeichen und Symptome anzupassen.

Biografien der Autoren

Doug Nordstrom ist Manager für den Analysentechnikmarkt bei Swagelok und konzentriert sich auf die Fortschritte des Unternehmens im Bereich Probeentnahmesysteme. Er war davor mit der Entwicklung neuer Produkte für Swagelok beschäftigt und erhielt mehrere Swagelok Patente für Produkte, darunter Modulare Plattformkomponenten (MPC) und das Swagelok® Probenauswahlsystem der Serie SSV.

Nordstrom hat einen Bachelor of Science in Maschinenbau von der Case Western Reserve University und einen MBA von der Kent State University.

Tony Waters hat über 45 Jahre Erfahrung mit Prozessanalysegeräten und Probeentnahmesystemen. Er war in den Bereichen Engineering und Marketing für einen Hersteller von Analysegeräten, einen Endbenutzer und einen Systemintegrator tätig. Er gründete drei Firmen, um der Prozessindustrie spezialisierte Dienstleistungen für Analysegeräte zu bieten und ist Experte für die Anwendung von Prozessanalysegeräten in Raffinerien und Chemiewerken. Waters ist besonders für seine Analysegerät-Schulungen bekannt, die er in vielen Ländern in Asien, Europa, im Mittleren Osten sowie in Nord- und Südamerika leitet. Seine Präsentationen sind stets beliebt und finden sowohl bei Ingenieuren als auch bei Wartungstechnikern großen Anklang.