
Online-Lösungen zur Sauerstoffanalyse für Zentrifugen und Reaktoren in der Feinchemie

Zusammenfassung

In Inertisierungssystemen für Zentrifugen und Reaktoren, die in der Feinchemie zum Einsatz kommen, ist die Online-Sauerstoffüberwachung entscheidend für die Zuverlässigkeit explosionsgeschützter Sicherheitsverriegelungen und die Kontinuität der Produktion. Komplexe Betriebsbedingungen – gekennzeichnet durch das Vorhandensein von Dämpfen organischer Lösungsmittel, Staub, Feuchtigkeitsschwankungen und korrosiven Gasen – behindern häufig den langfristigen, stabilen Betrieb von Systemen, die auf einer einzigen Detektionstechnologie basieren.

MZD Analytik (Deutschland) bietet eine Sauerstoffanalyseplattform an, die auf einem multitechnologischen Ansatz basiert und elektrochemische, paramagnetische, Zirkonoxid- sowie Fluoreszenzlöschungsprinzipien umfasst. Durch standardisierte technische Schnittstellen und robuste Systemintegrationsmöglichkeiten ermöglicht die Plattform eine modulare Auswahl und einen maßgeschneiderten Einsatz, der auf unterschiedliche Betriebsbedingungen zugeschnitten ist. In typischen Szenarien der Inertisierungssteuerung (Aufrechterhaltung des Sauerstoffgehalts zwischen 5 % und 8 Vol.-%) optimiert die Plattform das System durch einen ausgewogenen Kompromiss zwischen Sicherheitszuverlässigkeit, Wartungskosten und Gesamtwirtschaftlichkeit über den gesamten Lebenszyklus hinweg.

1. Hintergrund und Anforderungen des Prozesses

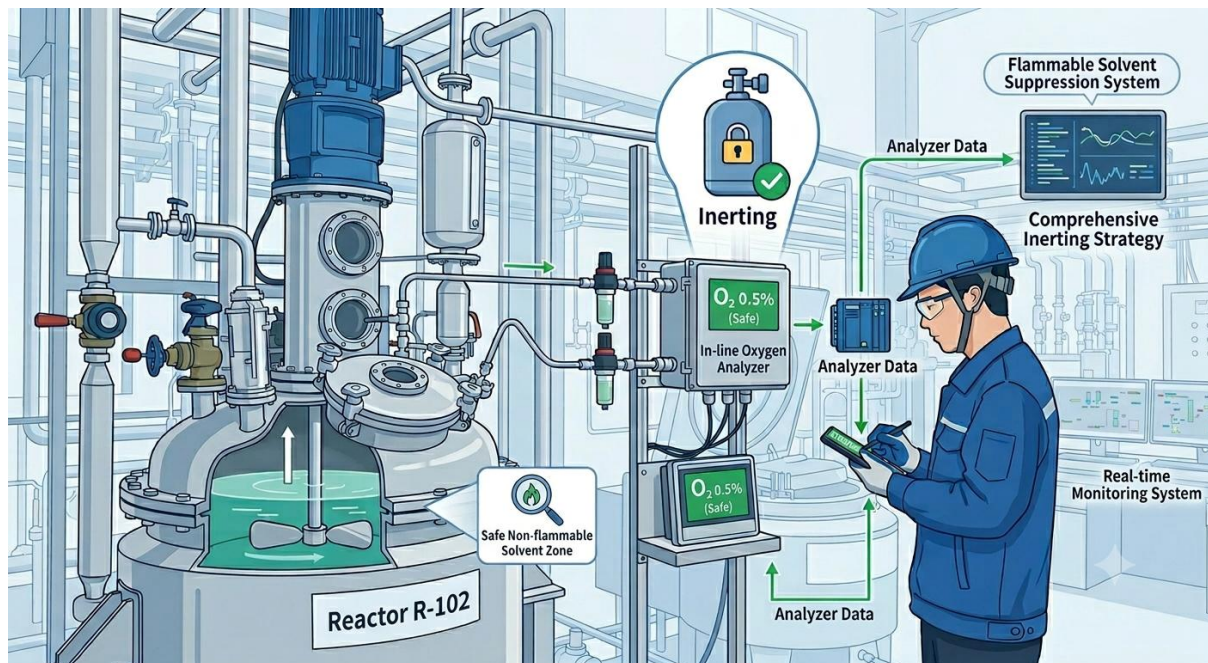
1.1 Inertisierte Anlagen und Sicherheitsanforderungen

Zentrifugen und Reaktoren finden in der Feinchemie breite Anwendung bei Reaktionen, bei der Kristallisation, bei der Filtration sowie bei Verfahren zur Fest-Flüssig-Trennung. Bei vielen dieser Verfahren kommen brennbare Lösungsmittel, brennbare Dämpfe oder potenziell explosive Atmosphären zum Einsatz.

In solchen Anwendungen ist die Einhaltung einer Sauerstoffkonzentration unterhalb festgelegter Sicherheitsgrenzwerte eine grundlegende Anforderung des Prozesssicherheitsmanagements. In der industriellen Praxis wird eine Inertgasbegasung, typischerweise mit Stickstoff, eingesetzt, um die Sauerstoffkonzentration zu senken und die Entzündungsgefahr zu minimieren. Die Online-Sauerstoffmessung wird üblicherweise in sicherheitsgerichtete Systeme integriert, um Alarmfunktionen, die Aktivierung von Verriegelungen, die Inertgassteuerung und Notabschaltfunktionen zu unterstützen. Eine zuverlässige Sauerstoffüberwachung ist beim Betrieb von Zentrifugen unerlässlich. Bei hoher Drehzahl können durch Reibung zwischen Prozessmaterialien, Filtermedien, Abstreifern und rotierenden mechanischen Bauteilen elektrostatische Aufladungen entstehen. Unter ungünstigen Bedingungen können elektrostatische Entladungen als Zündquelle wirken. In Reaktorsystemen kann es während des Befüllens, der Reaktion, der Destillation, der Lösungsmittelrückgewinnung oder bei Reinigungsvorgängen zum Eindringen von Sauerstoff kommen.

Auch Undichtigkeiten an Anlagen oder eine unzureichende Inertgasversorgung können zu erhöhten Sauerstoffkonzentrationen führen.

Aus diesen Gründen ist eine Sauerstoffüberwachung erforderlich, um die funktionale Sicherheit, den Personenschutz, die Anlagenintegrität und den kontinuierlichen Anlagenbetrieb zu gewährleisten.



1.2 Merkmale typischer Betriebsbedingungen in der Feinchemie

Die Betriebsbedingungen vor Ort für Zentrifugen und Reaktoren in der Feinchemie sind äußerst komplex und zeichnen sich durch folgende Faktoren aus:

Dämpfe organischer Lösungsmittel: Flüchtige organische Lösungsmittel – wie Alkohole, Benzole, Ester, Ketone, Alkane und aromatische Kohlenwasserstoffe – gelangen häufig während der Verarbeitung in das System. Diese Dämpfe treten innerhalb der Anlagen in hohen Konzentrationen auf und verursachen erhebliche Störungen bei den meisten Sauerstoffsensoren.

Wasserdampf und Luftfeuchtigkeit: Der während des Prozesses entstehende Wasserdampf und Umgebungen mit hoher Luftfeuchtigkeit können leicht zu Kondensation in den Probenahmeleitungen führen, was Verstopfungen und Messfehler zur Folge hat.

Staub und Partikel: Der bei der Zentrifugalabscheidung entstehende Feinstaub kann Probenahmeleitungen und Filter leicht verstopfen, wodurch der Gasstrom behindert und die Messstabilität beeinträchtigt wird.

Korrosive Gase: Säurehaltige oder alkalische korrosive Gase können die Kernkomponenten des Sensors direkt angreifen und dessen Lebensdauer drastisch verkürzen.

Druck- und Temperaturschwankungen: Der Innendruck in Reaktoren und Zentrifugen kann von Überdruck oder leichtem Überdruck bis hin zu Unterdruck reichen. Erhebliche

Temperaturschwankungen stellen extrem hohe Anforderungen an die Anpassungsfähigkeit des Analysegeräts und die Leistungsfähigkeit des Probenvorbehandlungssystems.

Anspruchsvolle Probenahmebedingungen: Aufgrund der Komplexität der inneren Drücke, der Zusammensetzung des Probengases sowie des Säure- und Basengehalts in den Zentrifugen führt eine unzureichende Vorbehandlung häufig zu Verstopfungen der Probenahmeleitungen und zu Schäden an den Messgeräten, wodurch eine langfristige, effektive und genaue Überwachung der Sauerstoffkonzentrationen im Inneren verhindert wird.

1.3 Drei zentrale Herausforderungen

Eine umfassende Analyse zeigt drei zentrale Herausforderungen im Zusammenhang mit der Online-Sauerstoffüberwachung bei Zentrifugen und Reaktoren in der Feinchemie auf:

Herausforderung 1: Störungen durch organische Substanzen.

Dämpfe organischer Lösungsmittel beeinträchtigen elektrochemische Sensoren und Zirkonoxid-Sensoren in unterschiedlichem Maße. Paramagnetische Sensoren sind zwar weniger anfällig für Störungen durch Hintergrundgase, reagieren jedoch empfindlich auf Druck- und Temperaturschwankungen. Störungen durch organische Substanzen führen unmittelbar zu Messungenauigkeiten und Fehlalarmen; in schweren Fällen können sie zum Ausfall von Sicherheitsverriegelungssystemen oder zur Auslösung falscher Maßnahmen führen.

Herausforderung 2: Verschmutzung von Linsen/Sensoren.

Durch den längeren Kontakt mit organischen Lösungsmitteln, Staub und korrosiven Gasen sind Sensoren und optische Linsen anfällig für Verschmutzungen. Dies führt zu einer verminderten Empfindlichkeit, längeren Reaktionszeiten und einer verkürzten Lebensdauer, was häufige Wartungsarbeiten und einen häufigen Austausch erforderlich macht.

Herausforderung 3: Kostendruck.

Unternehmen müssen ein Gleichgewicht zwischen Anfangsinvestitionen, Betriebskosten (Ersatzteile und Verbrauchsmaterialien) und Wartungskosten (manuelle Inspektionen und regelmäßige Kalibrierungen) finden.

Angesichts dieser komplexen Betriebsbedingungen kann eine einzige Detektionstechnologie nicht die Anforderungen aller technischen Szenarien erfüllen; daher ist eine systematische Lösung erforderlich, die mehrere technologische Ansätze integrieren kann.

2. Vergleich und Auswahl von Technologien für Kernanalysatoren

2.1 Überblick über fünf Erkennungsprinzipien

(1) Elektrochemisches Prinzip

Basierend auf dem Prinzip von Brennstoffzellen oder galvanischen Zellen durchläuft Sauerstoff an der Kathode eine Reduktionsreaktion, wodurch ein elektrischer Strom erzeugt wird, der proportional zur Sauerstoffkonzentration ist. Der Sensor besteht aus einer hochaktiven Sauerstoffelektrode und einer Metallelektrode, die in einen sauren Gel-Elektrolyten eingetaucht sind. Sauerstoffmoleküle diffundieren

durch eine Polymermembran zur Sauerstoffelektrode, wo durch elektrochemische Reaktionen Strom erzeugt wird.

(2) Paramagnetisches Prinzip

Dieses Verfahren nutzt die ausgeprägte paramagnetische Eigenschaft von Sauerstoff. Sauerstoff weist eine zehn- bis hundertmal höhere magnetische Suszeptibilität auf als die meisten anderen Gase. Bei den meisten industriellen Prozessgasen wird die magnetische Suszeptibilität des Gasgemischs in erster Linie durch die Sauerstoffkonzentration bestimmt.

Zu den verschiedenen Arten zählen magnetomechanische (Dumbbell-Typ), magnetopneumatische und thermomagnetische Analysatoren, die alle die Sauerstoffkonzentration direkt messen.

(3) Das Zirkonoxid-Prinzip

Dieses Verfahren nutzt die Sauerstoffionenleitfähigkeit des Zirkonoxid-Elektrolyten bei hohen Temperaturen und berechnet den Sauerstoffpartialdruck mithilfe der Nernst-Gleichung. Für den Betrieb ist eine Erwärmung auf über 650 °C erforderlich. Die Differenz der Sauerstoffkonzentrationen auf beiden Seiten des Zirkonoxidrohrs erzeugt eine elektromotorische Kraft, die proportional zum Logarithmus der Sauerstoffkonzentration ist.

(4) Das TDLAS-Laserprinzip

Diese auf der Tunable Diode Laser Absorption Spectroscopy (TDLAS) basierende Methode nutzt einen Nahinfrarotlaser mit einer Wellenlänge von 760 nm, um bestimmte Absorptionslinien des Sauerstoffmoleküls abzutasten. Gemäß dem Lambert-Beer-Gesetz ist die Intensität der Laserdämpfung proportional zur Sauerstoffkonzentration, was eine berührungslose Messung ermöglicht.

Es stehen sowohl In-situ- (Cross-Stack-) als auch extraktive Messkonfigurationen zur Verfügung.

(5) Prinzip der Fluoreszenzlöschung

Basierend auf dem dynamischen Löschungseffekt von Sauerstoffmolekülen auf Lumineszenzsysteme beruhen sowohl optische Sensoren für gelösten Sauerstoff (DO) als auch Sauerstoffsensoren mit Gasphasen-Fluoreszenzlöschung auf dem optischen Stern-Volmer-Messprinzip, wobei eine quantitative Messung durch sauerstoffbedingte Änderungen der Fluoreszenzintensität oder der Fluoreszenzlebensdauer erreicht wird. Unter lebensdauerbasierten Messbedingungen ist diese Art von Verfahren unempfindlich gegenüber Schwankungen der Anregungslichtintensität, wodurch das Risiko einer Systemdrift, die bei herkömmlichen intensitätsbasierten optischen Messungen durch den Verschleiß der Lichtquelle oder Schwankungen des Strahlengangs verursacht wird, verringert wird und eine hohe Driftstabilität gewährleistet ist.

Obwohl beide Technologien auf demselben physikalischen Grundprinzip beruhen, unterscheiden sich ihre technischen Umsetzungswege erheblich. Gasphasen-Fluoreszenzlöschungssensoren sind typischerweise als native Gasphasen-Messsysteme konzipiert, bei denen Sauerstoffmoleküle direkt aus der Gasumgebung in eine festkörperbasierte fluoreszierende Sensorschicht diffundieren und durch Stoßlöschungsmechanismen die Fluoreszenzlebensdauer oder -intensität beeinflussen. Der

Messprozess wird in erster Linie durch das Diffusionsverhalten in der Gasphase und die molekulare Lösungskinetik bestimmt und stützt sich nicht auf eine unabhängige Diffusionskontrollphase zur Regulierung des Sauerstofftransports.

Im Gegensatz dazu verwenden optische Sensoren für gelösten Sauerstoff (DO) eine Festkörper-Sensorschicht, in der fluoreszierende Indikatoren in sauerstoffdurchlässige polymer- oder gelbasierte Materialien eingebettet sind. Dieses Materialsystem dient sowohl als Fluoreszenzträger als auch als Sauerstofftransportmedium. Bei Messanwendungen in der Gasphase dringen Sauerstoffmoleküle in das Membranmaterial ein und diffundieren zu den fluoreszierenden Stellen, wo es nach der Migration durch das Material zu einer Löschung kommt. Folglich wird die Sensorantwort sowohl durch das Auflösungsverhalten des Sauerstoffs als auch durch die Diffusionskinetik innerhalb des Materials bestimmt.

Aufgrund dieser strukturellen Unterschiede weisen die beiden Sensortypen unterschiedliche technische Eigenschaften hinsichtlich des dynamischen Ansprechverhaltens und der Langzeitstabilität auf. Da Sensoren mit Gasphasen-Fluoreszenzlöschung keine eigenständige, die Diffusion steuernde Funktionsschicht enthalten, ähnelt ihr Ansprechmechanismus eher einem System mit direkter Gasphasenwechselwirkung. Ihre primären Ausfallursachen stehen im Zusammenhang mit der photochemischen Zersetzung von Fluoreszenzfarbstoffen, der Alterung von Verpackungsmaterialien und der Ablagerung externer Verunreinigungen.

Optische DO-Sensoren hingegen nutzen sauerstoffdurchlässige Polymer- oder Gelmatrizen als funktionelle Sensorschichten. Neben der photochemischen Stabilität des Fluoreszenzindikators wird ihre Leistung auch durch Veränderungen der physikalisch-chemischen Eigenschaften des Materialsystems selbst beeinflusst, darunter Schwankungen der Sauerstoffdiffusionsrate, Materialalterung, Quellwirkungen, Plastifizierungseffekte und die Adsorption von Verunreinigungen. Diese Faktoren tragen gemeinsam zu mehreren miteinander gekoppelten Ursachen für Messdrift bei. In industriellen Umgebungen mit Lösungsmitteldämpfen oder anderen komplexen Gasphasenbedingungen (wie Dichlormethan, Ketone, Ester und ähnliche Verbindungen) kann das sauerstoffdurchlässige Material anschwellen, Extraktion unterliegen oder mikrostrukturelle Veränderungen erfahren, wodurch sich das Sauerstofftransportverhalten ändert und die Messkonsistenz beeinträchtigt wird. Unter schwankenden Druckbedingungen kann das Fehlen eines speziellen Druckkompensationsmodells ebenfalls zu systematischen Messabweichungen führen, da die Messung vom Gleichgewicht zwischen Sauerstoffauflösung und -diffusion innerhalb des Materials abhängt.

Insgesamt basieren beide Technologien auf demselben optischen Sensorprinzip der Sauerstofflöschung. Aufgrund des strukturellen Unterschieds, ob eine sauerstoffdurchlässige funktionelle Sensor-Schicht aus Polymer oder Gel zum Einsatz kommt, weisen sie jedoch unterschiedliche technische Eigenschaften hinsichtlich der Stoffübergangswege, kinetischer Einschränkungen und Systemausfallmechanismen auf.

Gasphasen-Fluoreszenzlösungs-Sauerstoffsensoren basieren auf einer Festkörperkonstruktion und kommen ohne Flüssigphasen-Diffusionssysteme aus. Ihre Signalantwort wird durch die Gasphasendiffusion und die Lösungskinetik bestimmt, wodurch sie sich für komplexe industrielle Umgebungen eignen, in denen organische Lösungsmittel, korrosive Gase und hohe Luftfeuchtigkeit vorkommen. Da ihre Konstruktion keine beweglichen Teile enthält, ist der Wartungsaufwand relativ gering. Unter Bedingungen mit hohen Konzentrationen an Lösungsmitteldämpfen oder Kondensation können jedoch Flüssigkeitsablagerungen oder Blockaden des Stofftransports die Messstabilität beeinträchtigen und sollten durch eine geeignete konstruktive Auslegung vermieden werden.

Parameter	Gasphasen-Fluoreszenzlösungssensor	Optischer Sensor für gelösten Sauerstoff (DO) (Gasphasen-Erweiterung)
Native Gasphasen-Konstruktion	✓ Ja (direkte Gasphasenmessung)	✗ Nein (membranbasierte Erweiterung für Gasphasenanwendungen)
Reaktionszeit	✓ Schnell (1–3 s)	△ Mäßig (10–30 s)
Verträglichkeit mit organischen Lösungsmitteln/VOC	✓ Hoch (relativ unempfindlich gegenüber Lösungsmitteldämpfen)	△ Kann betroffen sein (Membranschwellung und Veränderungen des Diffusionskoeffizienten)
Kondensations- bzw. Flüssigkeitsfilmbedingungen	✓ Tolerant (Festkörper-Sensorschicht)	✗ Empfindlich (beeinflusst die Diffusion und die Reaktionsstabilität)
Langfristige Stabilität	✓ Hoch (geringe Drift)	△ Mäßig (membranbedingte Leistungsabweichung)
Wartungsanforderungen	✓ Niedrig (Langzeitbetrieb der Sonde)	✗ Hoch (regelmäßiger Austausch der optischen Abdeckung erforderlich)
Lebenszykluskosten	✓ Niedrig	△ Höher (Wechsel der optischen Kappe in der Regel alle 1–2 Jahre)
Technische Positionierung	✓ Besonders geeignet für die schnelle Online-Überwachung in der Feinchemie	△ Erweiterte Lösung zur Messung von Sauerstoff in der Gasphase (unter bestimmten Betriebsbedingungen)

In der technischen Praxis hat sich die Auswahl von Sauerstoffanalysatoren schrittweise von Vergleichen einzelner Sensortechnologien hin zu plattformbasierten Lösungen entwickelt, die mehrere Messprinzipien vereinen. Als einer der Geräteanbieter im Bereich der industriellen Gasanalyse bietet

MZD Analytik aus Deutschland Technologien an, die auf elektrochemischen, paramagnetischen, Zirkonoxid- und Fluoreszenzlösungs-Messprinzipien basieren. Durch standardisierte technische Schnittstellen und Systemintegrationsmöglichkeiten lassen sich verschiedene Technologien effizient aufeinander abstimmen und entsprechend den spezifischen Prozessanforderungen einsetzen. Der zentrale Vorteil eines solchen plattformbasierten Ansatzes liegt nicht in der Leistungsfähigkeit einer einzelnen Sensortechnologie, sondern vielmehr in seiner Fähigkeit, einheitliche Datenschnittstellen, stabile Signalausgänge und wartungsfreundliche Systemarchitekturen für komplexe industrielle Anwendungen bereitzustellen – beispielsweise in Umgebungen mit Zentrifugenvibrationen, in Reaktorsystemen mit starken Störungen durch organische Lösungsmittel sowie in Inertisierungs- und Verriegelungssystemen. Dies trägt letztlich zur Steigerung der Gesamtzuverlässigkeit von Inertisierungs- und Sauerstoffüberwachungssystemen bei.

2.2 Empfohlene Rangfolge von Technologien für Anwendungen mit hohem Organikanteil

2.2.1 Wichtigste Empfehlung: Fluoreszenzlösung

Bei komplexen Betriebsbedingungen, wie sie beispielsweise in Zentrifugen der Feinchemie und in Reaktoren mit hohen Konzentrationen organischer Lösungsmittel herrschen, stellt die Fluoreszenzlösung einen fortschrittlichen technologischen Ansatz dar, der besondere Beachtung verdient und als eine der bevorzugten Optionen innerhalb der MZD Analytik-Plattformlösung dienen kann.

1. Hervorragende Beständigkeit gegen Störungen durch organische Dämpfe:

Fluoreszenzlösungssensoren basieren nicht auf elektrochemischen Reaktionen und werden nicht durch Korrosion durch organische Lösungsmittel beeinträchtigt. Sie erfassen die Fluoreszenzlebensdauer und nicht die Intensität, wodurch lösungsmittelbedingte Messstörungen grundsätzlich vermieden werden. Ausgereifte Produkte werden bereits zur Sauerstoffüberwachung in Reaktoren und Zentrifugen eingesetzt und lösen damit Probleme mit der Korrosion durch Lösungsmittel.

2. Verschleißfreie Sensorik mit geringen Wartungskosten:

Es entsteht kein Elektrolytverbrauch. Im Vergleich zu elektrochemischen Sensoren, die in der Regel alle 1–2 Jahre komplett ausgetauscht werden müssen, bietet die Fluoreszenzlösung deutlich geringere Lebenszykluskosten. Im Gegensatz zu TDLAS besteht keine Gefahr einer Verschmutzung der optischen Linsen; im Gegensatz zu paramagnetischen Analysegeräten gibt es keine beweglichen Teile, die anfällig für Vibrationen sind.

3. Kompensation mehrerer physikalischer Parameter:

Die integrierte Temperaturkompensation und die optionale automatische Druckkompensation verbessern die Messstabilität unter komplexen Bedingungen. Ausgänge wie 4–20 mA und RS485 lassen sich direkt in DCS-/SPS-Verriegelungssteuerungssysteme integrieren.

4. **Hervorragende Eignung für den Einsatz in explosionsgefährdeten Bereichen:** Es sind optionale, für den Einsatz in explosionsgefährdeten Bereichen zertifizierte Konfigurationen nach Ex db IIC T6 Gb erhältlich, und die Schutzart IP67 ermöglicht den Einsatz in rauen, explosionsgefährdeten Bereichen.
5. **Maßvolle Kosten:** Die Anschaffungskosten sind mäßig hoch (niedriger als bei TDLAS und höher als bei elektrochemischen Sensoren), doch die lange Lebensdauer und die geringen Wartungskosten sorgen für hervorragende Gesamtbetriebskosten (TCO). Die Einhaltung der Vorschriften und ein stabiler Betrieb lassen sich mit deutlich geringeren Investitionen als bei TDLAS erreichen.
6. **Unterstützt durch ausgereifte Anwendungen:** Sauerstoffanalysatoren mit Fluoreszenzlösung haben in Reaktor- und Zentrifugensystemen einer Vielzahl von industriellen Feinchemieanlagen breite Anwendung gefunden. Ihre technologische Ausgereiftheit und technische Anpassungsfähigkeit haben sich auf dem Markt bewährt. In Kombination mit maßgeschneiderten Probenaufbereitungssystemen (einschließlich Säure-/Laugenneutralisation, Entfernung organischer Stoffe, Entfeuchtung, Trocknung, Druckregelung und Durchflussregelung) ermöglichen sie einen zuverlässigen Betrieb unter äußerst anspruchsvollen Prozessbedingungen.
7. **Anwendungshinweis:** Überprüfen Sie die Verträglichkeit bei Chlorierungsreaktionen, Nitrierungsreaktionen und Anwendungen mit chlorhaltigen Abgasen.

2.2.2 Hochpräzise Lösung zur Bestimmung von Spuren von Sauerstoff: Extraktives TDLAS + fortschrittliche Probenvorbereitung

Die TDLAS-Lasertechnologie zählt zu den präzisesten verfügbaren Technologien zur Sauerstoffanalyse und zeichnet sich durch schnelle Reaktionszeiten, hohe Genauigkeit, vernachlässigbare Drift und eine lange Lebensdauer aus. Sie ist unempfindlich gegenüber Hintergrundgasen, einschließlich Dämpfen organischer Lösungsmittel, und eignet sich daher für Anwendungen mit strengen Prozessanforderungen und ausreichenden Budgets.

- Für fortschrittliche Inertisierungssysteme, die eine langfristig stabile Regelung bei Sauerstoffkonzentrationen von 100 ppm oder weniger erfordern, verfügt TDLAS über umfangreichere Erfahrungen in der industriellen Anwendung.
- Für anspruchsvolle Anwendungen in der Feinchemie wurden spezielle TDLAS-Sauerstoffanalysesysteme entwickelt. In Kombination mit leistungsstarken Probenaufbereitungssystemen können sie die Sauerstoffkonzentrationen in Reaktoren und Zentrifugen kontinuierlich überwachen und bei Überschreitung der Grenzwerte automatisch Alarmer auslösen sowie Schutzverriegelungen aktivieren.

Hinweise: Optische Linsen können in staubreichen und organisch belasteten Umgebungen verschmutzen, was eine regelmäßige Reinigung und Wartung erforderlich macht. Bestimmte

Konfigurationen erfordern eine präzise Ausrichtung von Lichtquellen und Detektoren, was zusätzliche Anforderungen an die Installation mit sich bringt. Es wird eine extraktive Installation in Kombination mit fortschrittlicher Probenaufbereitung und automatischen Rückspülsystemen empfohlen.

Die Kosten sind die höchsten unter allen verfügbaren Lösungen, weshalb eine sorgfältige Abwägung zwischen Budget und technischen Anforderungen erforderlich ist.

2.2.3 Bewährte technische Lösung: Paramagnetisch + fortschrittliche Probenvorbereitung

- Paramagnetische Analysegeräte kommen ohne Verschleißteile aus und sind nicht von einem Elektrolytverlust betroffen. Unter normalen Betriebsbedingungen kann die Lebensdauer mehr als 10 Jahre betragen. Die langfristigen Gesamtbetriebskosten sind im Vergleich zu nicht-elektrochemischen Sensortechnologien wettbewerbsfähig.
- Die Störung durch Hintergrundgase ist minimal, und die Messungen basieren nicht auf chemischen Reaktionen, wodurch viele Probleme durch gegenseitige Beeinflussung grundsätzlich vermieden werden. Typische Produkte wie die MG8G-Serie von Yokogawa erreichen innerhalb von 3 Sekunden eine Ansprechgeschwindigkeit von 90 % und bieten eine stabile, zuverlässige Leistung.
- Dank der hohen Messgenauigkeit im niedrigen bis mittleren Konzentrationsbereich eignet sich diese Technologie besonders gut für Inertisierungsanwendungen, bei denen die Sauerstoffkonzentrationen innerhalb eines definierten Sicherheitsbereichs gehalten werden, typischerweise bei etwa 4–8 VOL%.

Hinweise: Paramagnetische Sensoren reagieren empfindlich auf Vibrationen, Schwankungen des Probengasstroms, des Drucks und der Temperatur. Sie eignen sich für Reaktoren mit geringen Vibrationen, während Zentrifugenanwendungen eine sorgfältige Bewertung erfordern. Ein robustes Probenaufbereitungssystem ist unerlässlich, um die Bedingungen des Probengases zu stabilisieren. Eine regelmäßige Kalibrierung mit Null- und Spangas ist erforderlich. Mechanische Konstruktionen mit beweglichen Bauteilen können unter langfristigen Bedingungen mit starken Vibrationen Zuverlässigkeitsprobleme aufweisen.

2.2.4 Kostengünstige Lösung: Elektrochemie + fortschrittliche Probenvorbereitung

Diese Technologie bietet die wettbewerbsfähigsten Preise unter allen verfügbaren Verfahren und eignet sich besonders für Projekte mit begrenztem Budget, bei denen eine fortschrittliche Probenaufbereitung den Sensor wirksam schützen kann.

- Die Technologie ist ausgereift, das Marktangebot ist reichhaltig und Ersatzteile sowie Wartungskomponenten sind leicht erhältlich. Große Messbereiche und ein modularer Aufbau erleichtern den Austausch.

- Einige importierte elektrochemische Sensoren weisen eine geringe Empfindlichkeit gegenüber Störgasen wie CO₂, CO, H₂S, NO_x und H₂ auf und bieten unter relativ günstigen Betriebsbedingungen eine akzeptable Leistung.

Anmerkungen: Elektrochemische Sensoren haben eine relativ kurze Lebensdauer (in der Regel etwa zwei Jahre) und müssen regelmäßig ausgetauscht werden. Der Elektrolytverbrauch und die Korrosion der Elektroden beschleunigen den Ausfall in Umgebungen, in denen organische Lösungsmittel und korrosive Gase vorhanden sind.

Unter komplexen Betriebsbedingungen mit hohen organischen Konzentrationen entscheidet die Wirksamkeit des Probenaufbereitungssystems über Erfolg oder Misserfolg. Die Probenaufbereitung muss an die spezifischen Materialeigenschaften angepasst werden und umfasst unter anderem Feinfiltration, Kondensatentfernung sowie Adsorptionsanlagen zur Entfernung bestimmter störender chemischer Substanzen. Eine unzureichende Aufbereitung verkürzt die Lebensdauer des Sensors erheblich.

2.2.5 Nicht empfohlen

Zirkonoxid-Lösung: Von der Verwendung in der Feinchemie, bei der hohe Konzentrationen organischer Lösungsmittel zum Einsatz kommen, wird dringend abgeraten.

Zirkoniumdioxid-Sauerstoffanalysatoren sind für Umgebungen mit hohen Konzentrationen an Kohlenwasserstoffdämpfen (organische Lösungsmittel) ungeeignet. Reduktionsgase wie H₂, CO und Dämpfe organischer Lösungsmittel führen zu erheblichen Messstörungen.

Bei Zentrifugen und Reaktoren in der Feinchemie, die mit hohen Konzentrationen organischer Lösungsmittel betrieben werden, sind Lösungen auf Zirkonoxidbasis im Grunde genommen unbrauchbar und können die tatsächlichen Sauerstoffkonzentrationen nicht genau wiedergeben. Dies führt nicht nur zu einer Verschwendung von Investitionsmitteln, sondern kann auch zu gefährlichen Fehleinschätzungen und schweren Unfällen führen.

2.3 Vergleich verschiedener Technologien

Parameter	Elektrochemisch	Paramagnetisch	Zirkonoxid	TDLAS-Laser	Fluoreszenzlösung
Messbereich	0–1000 ppm 0–25% 0–100%	0–25% 0–100%	0–1000 ppm 0–25% 0–100%	0–25% 0–100%	0–25% 0–100%
Typische Reaktionszeit	T90, 15–20 s	T90, 3–15 s	T90, 5–10 s	T90, 3–15 s	T90, 3–15 s
Lebensdauer des Sensors	Etwa 2 Jahre	Bis zu 10+ Jahre	Mehr als 5 Jahre	Bis zu 10+ Jahre	Mehr als 5 Jahre (einige Hersteller schreiben einen Austausch der Fluoreszenzfolie alle 2 Jahre vor)
Art des Verbrauchsmaterials	Verbrauchsmaterial, muss regelmäßig ausgetauscht werden	Nicht verbrauchbar	Nicht verbrauchbar	Nicht verbrauchbar	Nicht verbrauchbar
Störungen durch organische Dämpfe	Wird stark durch organische Lösungsmittel angegriffen; erfordert eine aufwendige Probenvorbereitung	Minimale Störung durch Hintergrundgase, jedoch empfindlich gegenüber Druck und Temperatur	Nicht geeignet für Kohlenwasserstoffdämpfe; starke Beeinträchtigung durch reduzierende Gase	Hohe Unempfindlichkeit gegenüber Störungen durch Hintergrundgase; extrem geringe Kreuzstörungen	Hohe Beständigkeit gegenüber Störungen durch organische Lösungsmittel
Kosten für den Analysator	★★ (Niedrig)	★★★★★ (Hoch)	★★★ (Mittel)	★★★★★ (Hoch)	★★★ (Mittel)
Sampling Processing Unit Cost	★★★★ (Hoch)	★★ (Mittel)	★★ (Mittel)	★★★ (Relativ hoch)	★ (Niedrig)
Total Cost of Ownership	★★★ (Mittel)	★★★★ (Relativ hoch)	★★★ (Mittel)	★★★★ (Hoch)	★★ (Niedrig)

Die MZD Analytik-Plattform ermöglicht es, verschiedene Sensortechnologien modular zu kombinieren und für spezifische Anwendungen zu konfigurieren.

3. Fazit

In typischen Inertisierungsszenarien für Zentrifugen und Reaktoren in der Feinchemie wird die Sauerstoffkonzentration in der Regel bei 5–8 Vol.-% gehalten. Im Vordergrund stehen dabei die Zuverlässigkeit der Sicherheitsverriegelungssysteme, die Wirksamkeit der Explosionsverhütung und die langfristige Betriebsstabilität.

Unter diesen Bedingungen bietet die Sauerstoffmessung mittels Festkörper-Fluoreszenzlöschung eine bessere Eignung hinsichtlich Vibrationsfestigkeit, Beständigkeit gegen organische Dämpfe und Lebenszykluskosten. Auf der Grundlage einer umfassenden TCO-Bewertung (Total Cost of Ownership) weist sie im Allgemeinen eine günstige Wirtschaftlichkeit auf.

Gleichzeitig können in bestimmten Anwendungsszenarien mit höheren Anforderungen an die Reife der Prozesssteuerung oder die Systemredundanz auch paramagnetische und TDLAS-Technologien als alternative Optionen in den Bewertungsprozess während der Auslegungsphase einbezogen werden.

Unabhängig davon, welches Prinzip der Sauerstoffanalyse gewählt wird, sollten die folgenden systematischen Konstruktionsgrundsätze beachtet werden:

1. **Vollständiges Regelungssystem mit geschlossenem Regelkreis:**

Das System muss eine vollständige Regelkreisarchitektur nach dem Schema "**Analyse → Alarm → Verriegelung → Ausführung**", bilden und darf sich nicht auf die bloße Installation eines Sauerstoffanalysators beschränken.

2. **Maßgeschneidertes Probenaufbereitungssystem:**

Werden elektrochemische oder paramagnetische Lösungen ausgewählt, muss das Probenvorbereitungssystem entsprechend den spezifischen Materialeigenschaften – darunter Flüchtigkeit, Korrosivität und Staubgehalt – individuell ausgelegt werden.

3. **Regelmäßige Kalibrierung und Wartung:**

Alle Sauerstoffanalysatoren müssen in ein regelmäßiges Kalibrierungsprogramm eingebunden werden. Bei elektrochemischen Geräten sollte das Überprüfungsintervall in der Regel ein Jahr nicht überschreiten. Obwohl Fluoreszenzlöschungslösungen im Grunde „kalibrierungsfrei“ sind, wird dennoch eine jährliche Überprüfung empfohlen.

4. **Sicherheits-SPS-Verriegelung:**

Zur Ausführung der Verriegelungslogik sollte eine spezielle Sicherheits-SPS (Safety PLC) verwendet werden, die eine automatische Stickstoffzufuhr oder eine Notabschaltung gewährleistet, sobald die Sauerstoffkonzentration den festgelegten Grenzwert überschreitet.

5. **Compliance als Mindestanforderung:**

Die Systemauslegung sollte den geltenden Normen für Prozesssicherheit, explosionsgefährdete Bereiche und standortspezifische technische Anforderungen entsprechen.

Die von MZD Analytik angebotene Multitechnologieplattform ermöglicht die Systemauslegung, die Technologieauswahl und die Wartung über den gesamten Lebenszyklus hinweg unter den unterschiedlichsten Prozessbedingungen.