Reflexionssonde

Die Erfindung betrifft eine Reflexionssonde zur Messung von Eigenschaften von flüssigen und/oder festen Stoffen, sowie deren Verwendung.

Chemische und/oder pharmazeutische Verfahren können nur dann effizient gesteuert werden, wenn die aktuelle Zusammensetzung des Stoffgemischs und die jeweilige Eigenschaft der einzelnen Stoffe des Stoffgemisches hinreichend genau in den verschiedenen Verfahrensschritten ermittelt werden können.

Zu den Methoden für die genannte Ermittlung der vorgenannten Zusammensetzung bzw. der vorgenannten Eigenschaften der Stoffe zählen spektroskopische Messverfahren.

Werden solche spektroskopische Messverfahren durch geeignete Vorrichtungen direkt im chemischen und/oder pharmazeutischen Verfahren eingesetzt, so spricht man von spektroskopischen „Online"-Messverfahren.

Solche spektroskopischen „Online"-Messverfahren erlauben die direkte kontinuierliche Überwachung eines laufenden chemischen und/oder pharmazeutischen Verfahrens.

Zu den vorgenannten geeigneten Vorrichtungen für die spektroskopischen „Online"-Messverfahren zählen optische Sonden.

Spektroskopische „Online"-Messverfahren sind von besonderer Bedeutung, da durch das Messverfahren üblicherweise kein Eingriff in das chemische und/oder pharmazeutische Verfahren erfolgt.

D.h. durch die Messung wird weder der Mengenstrom der Stoffe, noch die Zusammensetzung des Stoffgemischs oder die chemische Natur der Stoffe verändert. Letzteres gilt allerdings nur, wenn die Stoffe des vermessenen Stoffgemisches unter Einwirkung elektromagnetischer Strahlung (üblicherweise in Form von Licht), welche in geringen Mengen durch die Analyse in das Verfahren eingebacht wird, chemisch stabil sind. Da die für die spektroskopischen „Online"-Messverfahren benötigte elektromagnetische Strahlung aber üblicherweise sehr gering ist, tritt diese Problematik nur in vernachlässigbar wenigen Fällen auf.

Liegt also durch das spektroskopische „Online"-Messverfahren kein Eingriff in das chemische und/oder pharmazeutische Verfahren vor, so spricht man von einem nicht-invasiven Verfahren, hier speziell von einem nicht-invasiven spektroskopischen „Online"-Messverfahren.

Die vorgenannten nicht-invasiven spektroskopischen „Online"-Messverfahren bieten somit die kombinierten Vorteile, dass ein direkter Probenkontakt der Messstelle und somit eine direkte Messwerterhebung möglich ist, zudem aber keine Probenahme, Präparation oder anderer Eingriff in das chemische und/oder pharmazeutische Verfahren vorgenommen werden muss.

Wie vorstehend erklärt, bieten nicht-invasive spektroskopische „Online"-Messverfahren den Vorteil der Möglichkeit eines direkten Probenkontakts mit der Messstelle und somit die Möglichkeit einer unmittelbaren Messwerterhebung im laufenden Verfahren. Damit dieser generelle Vorteil voll ausgeschöpft werden kann, muss wie vorstehend erklärt eine geeignete Messvorrichtung vorhanden sein.

Solche geeignete Messvorrichtungen für nicht-invasive spektroskopische „Online"-Messverfahren sind sogenannte optische Sonden, zu denen die Reflexionssonde gemäß der vorliegenden Erfindung zählt.

Geeignet bedeutet in diesem Zusammenhang insbesondere, dass die optische Sonde zu jedem Zeitpunkt einen unmittelbaren optischen Zugang zu dem zu untersuchenden Stoff oder Stoffgemisch besitzt.

Pharmazeutische und chemische Prozesse werden üblicherweise in geschlossenen Vorrichtungen und/oder Rohrleitungen durchgeführt. Diese sind in der Regel für den Wellenlängenbereich, der für die Analyse verwendet wird, undurchlässig.

Daher müssen üblicherweise in genannten Vorrichtungen und/oder Rohrleitungen Fenster vorgesehen werden, die für den verwendeten Wellenlängenbereich transparent sind, um eine Verfolgung der Vorgänge im Reaktorraum oder den angeschlossenen Rohrleitungen zu ermöglichen.

Solche einfachen Fenster weisen aber in bestimmten Anwendungsfällen, die in chemischen und/oder pharmazeutischen Verfahren allerdings häufig zu finden sind, wesentliche Nachteile auf.

So haben in vielen chemischen und/oder pharmazeutischen Verfahren die Stoffe und/oder Stoffgemische adhäsive Eigenschaften und/oder sind sehr viskos. D.h. es kommt im laufenden Betrieb der chemischen und/oder pharmazeutischen Verfahren dazu, dass mindestens Anteile der Stoffgemische an der Fensteroberfläche dauerhaft anhaften und dort verbleiben. In Konsequenz wird eine an dem Fenster ausgeführte nicht-invasive spektroskopische „Online"-Messung fehlerhaft, weil im Wesentlichen dauerhaft dasselbe Stoffgemisch analysiert wird, das in seiner Zusammensetzung mutmaßlich nicht mit dem übrigen Stoffgemisch, welches nicht anhaftet, übereinstimmt.

Stoffe und/oder Stoffgemische, die zu genannten Anhaftungen an solchen Fenstern führen sind – um nur zwei zu nennen – insbesondere Suspensionen und Emulsionen.

Aus den vorgenannten Nachteilen resultiert die wesentliche Anforderung, dass die Messvorrichtung – die Sonde – so ausgeführt werden muss, dass entweder solche Betriebszustände, in denen es zu vorgenannten Anhaftungen gekommen ist unmittelbar erkannt werden, damit diese beseitigt werden können und/oder ausgeschlossen werden.

Insbesondere für den Einsatz einer solchen Messvorrichtung – Sonde – in pharmazeutischen Verfahren sind besondere Anforderungen hinsichtlich der Materialgüte und/oder Oberfläche der Messvorrichtung zu erfüllen und insbesondere ist die Geometrie der Messvorrichtung so zu gestalten, dass solche Anhaftungen entweder nicht auftreten oder vollständig am Ort der Messung entfernt werden können.

Für den Eintrag, bzw. den Austrag der elektromagnetischen Strahlung in die bzw. aus der Messstelle (d.h. der Ort bei der Messvorrichtung im Reaktor, bzw. in der Rohrleitung) werden häufig sogenannte Koppelleitungen eingesetzt. Aus diesem Grund spricht man in diesem Zusammenhang auch von der Einkoppelung bzw. Auskoppelung der elektromagnetischen Strahlung.

Solche Koppelleitungen sind flexible Leitungen, die eine Übertragung von elektromagnetischer Strahlung über eine gewisse Strecke ermöglichen, ohne dass eine genaue Positionierung der optischen Komponenten entlang dieser Strecke erforderlich ist.

Bekannt sind vor allem Glasfaserkabel aus dem Telekommunikationsbereich. Im Zusammenhang mit den hier betroffenen Messverfahren und Messvorrichtungen für chemische und/oder pharmazeutische Verfahren, werden üblicherweise sogenannte Hohlleiterkopplungen oder spezielle Silberhalogenid- bzw. Fluoridglas- Lichtleiter verwendet.

Die vorgenannten Hohlleiterkopplungen oder spezielle Silberhalogenid- bzw. Fluoridglas-Lichtleiter eigenen sich üblicherweise für die Leitung elektromagnetischer Strahlung im mittleren Infrarot-Bereich (400 – 4000 cm^{-1}).

Im nahen Infrarot-Bereich (NIR: 4000 – 14000 cm^{-1}) und ultravioletten/sichtbaren Bereich (UV/Vis: 200 – 700 nm) werden üblicherweise Quarz-Lichtleiter verwendet, die in diesen Spektralbereichen eine besonders geringe Dämpfung aufweisen.

Der Einsatz von solchen Lichtleitern wird beispielsweise in der DE 20 2009 002065 beschrieben. Diese leiten elektromagnetische Strahlung in Form von Licht, ausgesandt von einem Pulslaser mit einer Energie von 20 W je Puls, in eine Messvorrichtung ein, welche das Licht über ein Saphirglasfenster in den Messraum einbringt. Das Licht durchtritt den Messraum und tritt über ein weiteres Saphirglasfenster wieder in die Messvorrichtung – Sonde – ein, woraufhin über einen weiteren Lichtleiter das verbleibende Licht zu einem optischen Detektor geleitet wird.

Die Vorrichtung ist in jeder in der DE 20 2009 002065 beschriebenen Ausgestaltung eine Transmissionsmessvorrichtung. D.h. es wird mit dem vorgenannten Detektor ein Messwert erfasst, der mittels geeigneter Kalibrierung durch die Extinktion des im Messraum befindlichen Mediums einen Rückschluss auf dessen Zusammensetzung erlaubt. Im Fall der DE 20 2009 002065 handelt es sich bei dem Medium um Milch, deren Fettgehalt bestimmt werden soll.

Gemäß der DE 20 2009 002065 sind die Saphirglasfenster zu verwenden, weil diese gegenüber den zur Reinigung des Messraums eingesetzten abrasiven Medien beständig sind. Es folgt hieraus, dass die Vorrichtung der DE 20 2009 002065 den Nachteil aufweist, dass diese nicht dauerhaft ohne Ablagerungen am Ort der Messung betrieben werden kann. Eine Möglichkeit den Ort der Messung im laufenden Betrieb von Ablagerungen frei zu halten oder zu befreien offenbart die DE 20 2009 002065 nicht.

Bekanntermaßen ist Milch eine Emulsion von Fett in Wasser, so dass die DE 20 2009 002065 insbesondere die bestehenden Probleme der spektroskopischen „Online"-Messverfahren hinsichtlich der Anhaftungen untermauert. Nach der Beschreibung der DE 20 2009 002065 wird ein Transmissionsmessverfahren eingesetzt, weil die Genauigkeit eines reflektiven Messverfahrens unter Einsatz einer Reflektionssonde nicht ausreichen würde. Nach Angaben der DE 20 2009 002065 ist die Art und das genaue Zustandekommen der Reflexionen auch noch nicht vollständig physikalisch verstanden.

Ein solches reflektives Messverfahren, bzw. eine für ein solches reflektives Messverfahren geeignete Messvorrichtung – Sonde – beschreibt die WO 2007/098003.

Auch die WO 2007/098003 betrifft implizit das Problem einer Fehlfunktion der Messvorrichtung. Gemäß der WO 2007/098003 soll die dort beschriebene Messvorrichtung – Sonde – insbesondere unter den anspruchsvollen Bedingungen von Polymerextrusionen verwendbar und in wesentlichen Teilen ersetzbar sowie rekalibrierbar sein, ohne hierfür das Verfahren der Polymerextrusion stoppen zu müssen.

Gemäß der WO 2007/098003 wird dieses Problem dadurch gelöst, dass eine Einheit umfassend ein optisches Fenster über eine Einschraubeinrichtung fest mit der Vorrichtung/Rohrleitung in der gemessen werden soll verbunden ist, wobei das optische Fenster wiederum über eine weitere Einschraubeinrichtung dicht gegenüber dem Messraum abgeschlossen ist. In Konsequenz hieraus kann die hinter der Einheit umfassend das optische Fenster befindliche weitere Messanordnung ersetzt werden, ohne dass es eines Eingriffs in das Verfahren bedarf.

Auch die Messvorrichtung der WO 2007/098003 verhindert aber nicht die Anhaftung von Polymer an dem optischen Fenster, oder bietet Einrichtungen, die diese ohne das Polymerextrusionsverfahren zu unterbrechen, entfernen können.

Den beiden vorbeschriebenen Messvorrichtungen – Sonden – für die nicht-invasive spektroskopische „Online"-Messung ist es also gemein, dass diese keine Einrichtungen umfassen, die es erlauben ohne das jeweilige chemische und/oder pharmazeutische Verfahren zu unterbrechen, den Ort der Messung frei von Anhaftungen zu halten. Somit kann keine der vorgenannten Messvorrichtungen – Sonden – für die nicht-invasive spektroskopische „Online"-Messung einen dauerhaft korrekten Messbetrieb ohne Unterbrechung der jeweiligen chemischen und/oder pharmazeutischen Verfahren darstellen.

Aus dem Stand der Technik ist mithin ebenso bekannt, dass neben der Messvorrichtung – Sonde – eine geeignete Reinigungseinrichtung angebracht wird, die auch im Betrieb des chemischen und/oder pharmazeutischen Verfahrens die Messstelle zu reinigen vermag, ohne dass dieses hierfür unterbrochen werden müsste. Allerdings sind diese zusätzlich zu der nicht-invasiven spektroskopischen „Online"-Messvorrichtung zu installieren und bilden für sich genommen einen weiteren Ort, an dem sich Anhaftungen bilden können.

Alternativ sind auch Messvorrichtungen – Sonden – allgemeiner Art bekannt, die bereits eine solche Reinigungseinrichtung integriert haben. Solche aus dem Stand der Technik bekannten Messvorrichtungen – Sonden – sind aber üblicherweise dergestalt aufgebaut, dass in einer vergrößerten Halteeinrichtung, wie sie etwa die WO 2007/098003 beschreibt, neben der Messstelle installiert werden.

Im Stand der Technik sind solche Messvorrichtungen – Sonden – mit integrierter Reinigungseinrichtung aber so ausgestaltet, dass die Reinigungseinrichtung gegenüber der Messstelle erhaben ist, um einen gerichteten Spülstrahl auf die Messstelle zu richten.

Das führt dazu, dass diese sich nicht in existierenden Apparaten einsetzen lassen, die bewegte, insbesondere die Innenwand abstreifende Einrichtungen umfassen, da somit mindestens die Reinigungseinrichtung aufgrund der bewegten Teile, wie Schaufeln oder Rührern in Berührung kommt. Im unproblematischsten Fall führt dies dazu, dass die Reinigungseinrichtung beschädigt wird; im schlimmsten Fall blockiert die Reinigungseinrichtung die bewegten Teile.

Beim Einsatz in der pharmazeutischen Produktion erweisen sich solche Konstruktionen alleine durch die vorgenannte Erhabenheit und die dadurch resultierenden weiteren Kanten und Sicken als nicht oder schlecht reinigbar und sind in solche Verfahren vielfach nicht integrierbar.

Ausgehend vom beschriebenen Stand der Technik stellt sich damit die Aufgabe, eine Messvorrichtung – Sonde – bereitzustellen, die eine nicht-invasive spektroskopische „Online"-Messung von Eigenschaften von flüssigen und/oder festen Stoffen in chemischen und/oder pharmazeutischen Verfahren ermöglicht und dabei eine kompakte Bauform und eine Reinigungseinrichtung umfasst, ohne hierdurch die vorstehenden Probleme aus dem Stand der Technik zu erzeugen. Insbesondere soll die Vorrichtung einen dauerhaften Betrieb des chemischen und/oder pharmazeutischen Verfahrens erlauben, ohne dass es durch Anhaftungen am Ort der Messung zu fehlerhaften Messungen kommt.

Die vorstehend genannte Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch eine Messvorrichtung in Form einer Reflexionssonde (1) umfassend eine Messstelle in Form eines Fensters (4) in einer Fensterfläche (3) und eine Reinigungseinrichtung in Form einer Spüldüse in einer Frontfläche (2), **dadurch gekennzeichnet**, dass das Fenster (4) in die Fensterfläche (3) eben integriert ist, welche gegenüber der Frontfläche (2) der Messvorrichtung in einem Winkel von 10° bis 25° geneigt ist und wobei die Spüldüse in die Frontfläche (2) integriert ist, welche um den Anteil der Fensterfläche

(3) verringert ist und sich die Austrittsöffnung (5) der Spüldüse in der Frontfläche (2) angrenzend an die Fensterfläche (3) befindet.

Durch die vorgenannte Anordnung von Fenster, Fensterfläche, Spüldüse und deren Austrittsöffnung wird ein Körper erhalten, der zwei ebene Oberflächen aufweist, von denen eine ebene Oberfläche – die Fensterfläche – einen geringen Anstellwinkel aufweist ansonsten aber frei von Ecken und Kanten ist, die Anhaftungen erzeugen könnten.

Die zweite, ebene Oberfläche – die um den Anteil der Fensterfläche verringerte Frontfläche – umfasst an der Kante zur Fensterfläche die Austrittsöffnung der Spüldüse als weitere geometrische Unstetigkeit, die aber durch die Spülung automatisch frei von Anhaftungen gehalten wird.

Insgesamt wird eine Vorrichtung erhalten, die zum einen das Fenster und damit den Ort der Messung frei von Anhaftungen zu halten vermag, ohne dass die Gesamtvorrichtung eine Vielzahl geometrischer Unstetigkeiten aufweist, welche Anhaftungen befördern könnten.

Zusammen mit dem geringen Anstellwinkel ist die Gesamtvorrichtung beinahe planar mit der Wand der Vorrichtung/Rohrleitung in die diese integriert werden kann. Etwaige hinter der angestellten Fensterfläche möglicherweise gebildete Anhaftungen sind daher im Umfange minimiert und beeinflussen im Übrigen die Messwerterhebung nicht.

Der Anstellwinkel beträgt bevorzugt von 12° bis 20°, besonders bevorzugt von 14° bis 18°, insbesondere bevorzugt 15°, 16° oder 17°.

Der geringe Anstellwinkel der Fensterfläche gegenüber der Frontfläche ist vorteilhaft, weil somit das aus der Spüldüse austretende Fluid niemals parallel zur Fensterfläche auftrifft, so dass die Spülwirkung des Fluids auch dann sichergestellt ist, wenn das Medium des chemischen/pharmazeutischen Verfahrens sehr viskos und/oder klebrig ist und es somit andernfalls zu einer dünnen Grenzschicht auf der Fensterfläche kommt.

Würde man in einem solchen Fall parallel oder in einem Winkel von weniger als 10°, wie erfindungsgemäß angegeben, zur Fensterfläche anströmen, so könnte nicht gewährleistet werden, dass auch diese Grenzfläche abgespült würde.

Auf der anderen Seite bedingt der maximale Anstellwinkel von 25° gegenüber der Frontfläche, dass zum einen das Spülfluid bei erhöhtem Druck nicht abprallt und somit nur Teile der Fensterfläche reinigt, sondern der gesamte Ort der Messung überspült und mithin gereinigt wird, zum anderen dass hierdurch die Gesamtvorrichtung nur in geringem Umfang von einer planaren Frontfläche abweicht, wodurch der Einbau der Vorrichtung in existierende Apparate, die bewegte, insbesondere die Innenwand abstreifende Einrichtungen umfassen ermöglicht wird und auch die weitere Möglichkeit der Bildung von Anhaftungen minimiert wird.

Die vorstehend benannten bevorzugten Anstellwinkel verstärken die gerade genannte positive Wirkung.

Wie vorstehend beschrieben ist ein Fenster in die Fensterfläche eben integriert. Das Fenster steht im Einsatz der erfindungsgemäßen Messvorrichtung in Kontakt mit dem Prozessraum für das chemische und/oder pharmazeutische Verfahren.

Unter Fenster wird erfindungsgemäß eine Komponente der Messvorrichtung verstanden, die zumindest teilweise für elektromagnetische Strahlung durchlässig ist. Bevorzugt ist das Fenster zumindest teilweise für elektromagnetische Strahlung in dem Wellenlängenbereich 200 bis 700 nm (UV/Vis) und/oder in dem Wellenzahlenbereich 400 bis 4000 cm^{-1} (IR) und/oder 4000 bis 14000 cm^{-1} (NIR) durchlässig.

Unter einer teilweisen Durchlässigkeit wird eine Durchlässigkeit von mindestens 50% verstanden, d.h. von der eingestrahlten Strahlung dringen mindestens 50% durch das Fenster hindurch.

Das Integrieren des Fensters in die Fensterfläche kann über allgemein bekannte Mittel erfolgen. Hierzu zählen etwa das Einkleben, Verschrauben und/oder Verklemmen des Fensters in einen Ausstich aus der Fensterfläche. Demgemäß weist die Fensterfläche erfindungsgemäß einen Ausstich auf, in den das Fenster eben mit der Fensterfläche integriert ist.

Bevorzugt ist der vorgenannte Ausstich so gestaltet, dass die Fensterfläche auf der Seite hin zum Raum, in dem das chemische/pharmazeutische Verfahren ausgeführt wird (der Prozessraum) eine Öffnung aufweist, die eine größere Fläche hat, als die Fläche der Öffnung des Ausstichs auf der entgegengesetzten Seite, wobei das Fenster die Form und Fläche der Öffnung hin zum Prozessraum aufweist.

Diese Ausführungsform ist besonders vorteilhaft, weil hierdurch das Fenster eine gegenüber der Fläche der Öffnung auf der dem Prozessraum entgegengesetzten Seite vergrößerte Querschnittsfläche aufweist, wodurch ein Durchrutschen des Fensters durch die Fensterfläche verhindert wird. Darüber hinaus wird durch den Druck entweder des Eigengewichtes des Fensters, oder durch den Druck des Prozesses im Prozessraum gegen die entstehende Schenkelfläche der Prozessraum über das Fenster gegen die Umgebung abgedichtet. Insbesondere bedingt dies, dass im Fall von Prozessen, die bei starkem Überdruck betrieben werden und die daher erhöhte Anforderungen an die Druckdichtigkeit aufweisen, hierdurch eine selbst verstärkende Dichtwirkung erzielt, da mit steigendem Druck im Prozessraum auch der Anpressdruck des Fensters gegen die Schenkelfläche steigt und damit simultan die Dichtwirkung erhöht wird.

Die Querschnittsform des Fensters in der Fensterfläche ist beliebig wählbar, so kann das Fenster beispielsweise kreisförmig, quadratisch oder vieleckig in seinem Querschnitt ausgestaltet sein, solange gewährleistet ist, dass das Fenster eben in die Fensterfläche integriert ist.

Da die Fensterfläche gegenüber der Frontfläche einen Anstellwinkel aufweist, ist es aber bevorzugt, wenn das Fenster ein Körper ist, der auf der Seite der Fensterfläche den gleichen

Anstellwinkel gegenüber der Frontfläche aufweist wie die Fensterfläche, auf der gegenüberliegenden Seite aber parallel mit der Frontfläche ist.

Im Fall eines kreisförmigen Fensters würde somit ein Zylinder erhalten, der auf der Seite der Fensterfläche abgeschrägt ist.

Diese Ausführung ist in Verbindung mit der vorgenannten bevorzugten Ausführung der Öffnung in der Fensterfläche zur Aufnahme des Fensters besonders bevorzugt, weil hierdurch der gegen das Fenster wirkende Druck (z.B. auch erzeugt durch das gegen das Fenster strömende Spülfluid) in eine Kraft umgewandelt wird, die ausschließlich orthogonal gegen den vorgenannten Schenkel wirkt, was eine etwaige Dichtwirkung weiter verstärkt.

Auch die Öffnungsgeometrie der Spüldüse ist in weitem Umfang beliebig wählbar. Es hat sich jedoch gezeigt, dass eine Austrittsgeometrie der Spüldüse, welche parallel zur Frontfläche mindestens die gleiche Ausdehnung aufweist wie die Ausdehnung des Fensters rechtwinklig zur Austrittsöffnung zu bevorzugen ist. Hierdurch wird erreicht, dass das gesamte Fenster in der Fensterfläche mit dem Spülfluid überspült und somit frei von Anhaftungen gehalten werden kann.

Insbesondere bevorzugt ist die Ausgestaltung der Austrittsöffnung der Spüldüse in Form eines Spalts oder Schlitzes, an der Kante gebildet durch Kontakt der Frontfläche mit Fensterfläche, wobei dieser Spalt oder Schlitz insbesondere mindestens so breit, besonders bevorzugt genauso breit bis 10% breiter ausgestaltet ist, wie die Ausdehnung des Fensters rechtwinklig zur Austrittsöffnung und wobei das Verhältnis von Breite des Spalts oder Schlitzes zu dessen Höhe mindestens 5 beträgt. Besonders bevorzugt beträgt das Verhältnis mindestens 10. Insbesondere bevorzugt mindestens 10 aber maximal 15.

Hierdurch wird erreicht, dass das Spülfluid in einer rechteckigen Kanalströmung die Austrittsöffnung der Spüldüse verlässt, die mindestens ebenso breit ist, wie die Ausdehnung des Fensters rechtwinklig zur Austrittsöffnung. Damit überströmt sicher das Spülfluid die Fensterfläche auf seiner gesamten Breite, was die Reinigungswirkung verbessert. Die vorgenannten Verhältnisse bedingen eine sich zunehmend in der Höhe verengende Austrittsöffnung der Spüldüse und damit die Zunahme der Bildung von turbulenten Abrisskanten der Strömung an der Austrittsöffnung der Spüldüse. Eine somit erzeugte turbulente Kanalströmung über das Fenster verbessert die Reinigungswirkung weiter.

Die Austrittsöffnung der Spüldüse der vorliegenden erfindungsgemäßen Messvorrichtung wird üblicherweise über eine zugehörige Bohrung und/oder entsprechende Zuleitung mit einem Spülfluid versorgt.

Insbesondere im Fall der vorgenannten bevorzugten Austrittsöffnung in Form eines Spalts/Schlitzes ist es hierbei bevorzugt, wenn die Zuleitung und/oder Bohrung zur Versorgung der Spüldüse gegenüber der Austrittsöffnung der Spüldüse entlang einer verlängerten Linie zwischen

Fenster und Spüldüse versetzt ist. Besonders vorteilhaft ist ein Versatz um das mindestens 1,1 fache der maximalen Abmessung (im Falle von Bohrungen des Duchmessers) der Zuleitung.

Dies hat den Vorteil, dass sich in der Spüldüse, bzw. in der Strecke zwischen Spüldüseneingang und Austrittsöffnung ein vollständiges Strömungsprofil ausbilden kann, was wiederum die vorgenannten Vorteile verstärkt.

Soll die Spüldüse nicht dauerhaft betrieben werden, so ist es bevorzugt, wenn in der Vorrichtung z.B. zwischen Spüldüseneingang und Zuleitung oder alleine in der Zuleitung ein Rückschlagventil vorgesehen wird, um ein Austreten des Prozessmediums zu verhindern, wenn kein Spülfluid aufgegeben wird.

Die erfindungsgemäße Messvorrichtung kann in einen Mantel eingebracht vorliegen.

Weist die Messvorrichtung eine signifikante Ausdehnung orthogonal zur Frontfläche auf, so bildet die Messvorrichtung einen solchen Mantel selber aus. Andernfalls ist die Messvorrichtung üblicherweise in den Mantel eingeschraubt oder eingeklemmt.

Der Mantel der Messvorrichtung ist dann in die Wand der Vorrichtung/Rohrleitung, in den die Messvorrichtung integriert werden soll, eingebracht. Das Einbringen von Mantel (oder Messvorrichtung) in die Wand der Vorrichtung/Rohrleitung erfolgt üblicherweise auch durch Einschrauben oder Einklemmen. Insbesondere dann, wenn die Messvorrichtung den Mantel nicht selber ausbildet, ist das Einbringen des Mantels in die Wand durch dauerhafte Verbindung wie z.B. Schweißen bevorzugt.

Die erfindungsgemäße Messvorrichtung umfasst üblicherweise auch ein äußeres Dichtmittel, das die Messvorrichtung gegenüber dem Prozessraum am Mantel abdichtet, oder wenn die Messvorrichtung den Mantel selber ausbildet, die Messvorrichtung gegen die Wand der Vorrichtung/Rohrleitung abdichtet.

Unter Dichtmittel werden die dem Fachmann bekannten Mittel zur druckfesten Abdichtung verstanden, wie z.B. O-Ring-Dichtungen, Klebungen oder Verlötungen.

Ist die Messvorrichtung nicht Bestandteil des Mantels, so dient dieser Mantel der Fassung der Bestandteile der Messvorrichtung, wenn diese getrennte Bauteile bilden. D.h. der Mantel würde die Fensterfläche und die Frontfläche einfassen.

Entweder über den vorgenannten Mantel oder – wenn die Messvorrichtung den Mantel selber ausbildet – in der Messvorrichtung wird erfindungsgemäß die dem Prozessraum abgewandte Seite des Fensters mit einem sogenannten Sondenschaft kontaktiert.

Sondenschaft bezeichnet in diesem Zusammenhang mindestens eine vorstehend beschriebene Koppelleitung für die Leitung elektromagnetischer Strahlung insbesondere in Form von Licht, wie etwa genannte Lichtleiter, wobei diese aber in einem im wesentlichen steifen Schaft eingefasst

sind. Ein solcher Schaft ist üblicherweise zylindrisch aufgebaut und umfasst mindestens einen Lichtleiter.

Wird nur ein Lichtleiter verwendet, so ist an den Lichtleiter eine Weiche angeschlossen, die die über den einen Lichtleiter eingekoppelte elektromagnetische Strahlung von jener trennt, die ausgekoppelt werden soll. Eine solche Weiche kann beispielsweise durch mindestens teilweises thermisches Verschmelzen von mindestens zwei Lichtleitern bewirkt werden.

Bevorzugt umfasst der Sondenschaft mindestens zwei Lichtleiter, von denen mindestens einer zur Einkoppelung von elektromagnetischer Strahlung in die Messvorrichtung verwendet wird und mindestens ein anderer zur Auskoppelung und Rückleitung der zu messenden Strahlung verwendet wird. Hierbei werden die Lichtleiter zum Auskoppeln von Strahlung räumlich von jenen zum Einkoppeln getrennt, um die gegebenenfalls im Randbereich der Lichtleiter auftretende diffuse Strahlung zwischen den beiden Lichtleiterarten nicht zu einem Übersprechen der Signale führen zu lassen. Das räumliche Trennen kann beispielsweise durch zwei getrennte Bohrungen im Sondenschaft bewirkt werden, durch die jeweils die zum Einkoppeln bzw. Auskoppeln vorgesehenen Lichtleiter geführt werden.

Die Anzahl der zur Einkoppelung verwendeten Lichtleiter muss nicht identisch mit der Anzahl der zur Auskoppelung verwendeten Lichtleiter sein. Bevorzugt werden mehr Lichtleiter zur Auskoppelung der Strahlung im Sondenschaft vorgesehen, als Lichtleiter zur Einkoppelung der Strahlung, da die Menge an auszukoppelnder elektromagnetischer Strahlung maximal so hoch ist, wie jene, die eingekoppelt wurde. Üblicherweise ist die Menge an auszukoppelnder Strahlung aber signifikant geringer, als jene die eingekoppelt wurde. Für eine hohe Ausbeute an ausgekoppelter Strahlung und ein hierdurch ausreichend intensives Signal ist es daher vorteilhaft eine höhere Anzahl an Lichtleitern für die Auskoppelung der elektromagnetischen Strahlung vorzusehen.

Das Vorgesagte gilt unter der Annahme des gleichen optischen Querschnitts der Lichtleiter im Sondenschaft. Sind die optischen Querschnitte der Lichtleiter im Sondenschaft nicht gleich, so gilt das zuvor in Bezug auf die Anzahl ausgeführte analog für die Summe aller optischen Querschnitte der Lichtleiter für die Einkoppelung von elektromagnetischer Strahlung in Bezug auf die Summe aller optischen Querschnitte der Lichtleiter für die Auskoppelung von elektromagnetischer Strahlung. D.h. es ist bevorzugt summarisch einen größeren optischen Querschnitt der Lichtleiter für die Auskoppelung im Vergleich zum optischen Querschnitt zur Einkoppelung im Sondenschaft vorzusehen.

Im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung hat sich ein Verhältnis von optischem Querschnitt der einkoppelnden Lichtleiter zu jenem der auskoppelnden Lichtleiter von vier bis sechs zu eins als besonders vorteilhaft herausgestellt. D.h. für jeden Anteil Querschnitt der auskoppelnden Lichtleiter werden vier bis sechsmal so viel an Querschnitt der einkoppelnden Lichtleiter zur Verfügung gestellt.

Für die vorgenannte Kontaktierung des Sondenschaftes mit dem Fenster weist der Mantel, oder wenn die Messvorrichtung den Mantel selber ausbildet, der Mantel/die Messvorrichtung eine Aussparung (im Fall zylindrischer Sondenschafte eine Bohrung) zur Aufnahme des Sondenschaftes auf, der im Durchmesser dem Außendurchmesser des Sondenschaftes entspricht.

Der Mantel oder wenn die Messvorrichtung den Mantel selber ausbildet die Messvorrichtung, weist darüber hinaus eine weitere Aussparung (im Fall einer zylindrischen Aussparung eine weitere Bohrung) auf, die der vorgenannten Zuleitung für das Spülfluid entspricht.

Besonders bevorzugt bildet die Messvorrichtung den Mantel selber aus und weist zwei Bohrungen auf, wovon die eine die Zuleitung für das Spülfluid zur Spüldüse und deren Austrittsöffnung ist und die andere die Bohrung zur Aufnahme des Sondenschafts ist.

Es wird bevorzugt den Sondenschaft aus der Bohrung (7) zur Aufnahme des Sondenschafts z. B. zur besseren Reinigung oder Reparatur entnehmen und in die Bohrung (7) zur Aufnahme des Sondenschafts wiedereinsetzen zu können, wobei hierbei die optischen Eigenschaften präzise wiederhergestellt werden sollten, insbesondere wenn ein Lichtleiterbündel verwendet wird. Außerdem sollen die Lichtleiter bündig an das Fenster (9) anliegen.
Bekannte gefederte Systeme für den Sondenschaft (wie z. B. Reflector Flush der Fa. Solvias, http://www.solvias.com/sites/default/files/reflector-flush-english_final.pdf) weisen kein Verdrehschutz auf, so dass die Orientierung beim Wiedereinsetzen verloren geht. Darüber hinaus weisen sie Aufbauten auf, die mit dem Fenster nicht bündig sind und die eine Haftungsstelle für Verschmutzungen darstellen.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Vorrichtung wird der Sondenschaft in die Bohrung (7) zur Aufnahme des Sondenschafts mittels eines gefederten Verschluss mit Verdrehschutz verdrehsicher montiert ist

Bei der erfindungsgemäßen Messvorrichtung wird bevorzugt bei dem Einsatz in die Bohrung (7) zur Aufnahme des Sondenschafts ein Stecker mit Orientierungsführung insb. einem gefederten mit Verdrehschutz arretierten Verschluss verwendet, der die Eigenschaften hat, gleichzeitig:
- die Orientierung nach Entnahme aus und Wiedereinsetzen in die Bohrung (7) zur Aufnahme des Sondenschafts in gleicher Weise herzustellen und
- über Federkraft den Sondenschaft, der vorzugsweise mindestens einen Lichtleiter enthält, in die Bohrung (7) zur Aufnahme des Sondenschafts hineinzudrücken, so dass die Lichtleiter unmittelbar bündig am Fenster anliegen.

Als spezieller Stecker dienen insb. ein Bajonettverschluss mit Verdrehschutz wie z. B ein ST-Stecker / BFOC-Stecker, oder ein gefederter Schraubverschluss mit Verdrehschutz.

Umfasst der Sondenschaft ein Lichtleiter-Bündel an Lichtleiter, ist die Anwendung eines gefederten Verschluss mit Verdrehschutz besonders vorteilhaft, weil das Bündel, wenn es mit einer anderen Orientierung in der Bohrung (7) zur Aufnahme des Sondenschafts hineingedrückt eingeführt wird, andere optische Eigenschaften aufweisen würde.

Der Vorteil für den Verwender ist daher, dass durch die Anwendung eines gefederten Verschlusses mit Verdrehschutz die identischen optischen Eigenschaften der Sonden auch nach Entnehmen und Wiedereinsetzen des Sondenschafts wiederhergestellt werden können. Das ist besonders wichtig, weil das vor den Lichtleiterenden befindliche Fenster (im eingesetztem Zustand) nicht eben, sondern in einem Winkel geneigt ist.

Eine solche Messvorrichtung ist üblicherweise zylindrisch ausgestaltet. Bevorzugt weist diese Messvorrichtung dann einen Durchmesser von 12 bis 18 mm auf. In solchen Bauformen und bei wie vorstehend beschriebenen Messvorrichtungen mit einem Schlitz und/oder Spalt der Austrittsöffnung ist es bevorzugt, wenn der Schlitz/Spalt eine Höhe von 0,5 bis 1 mm aufweist. D.h. die Breite eines solchen Schlitzes oder Spalts beträgt bevorzugt mindestens von 2,5 bis 5 mm, besonders von 5 bis 10 mm, ganz besonders bevorzugt von 5 bis 10 mm aber maximal von 7,5 mm bis 15 mm.

Die erfindungsgemäße Messvorrichtung – Sonde – ist besonders geeignet zur optischen Überwachung von Feststoffprozessen, ein- oder mehrphasigen Flüssigprozessen und Flüssigprozessen unter Anwesenheit von Feststoffen, wie etwa Suspensionen, bei denen die Möglichkeit der Verschmutzung der Fensteroberfläche während des laufenden Prozesses besteht.

Unter Überwachung wird die zeitliche Verfolgung eines oder mehrerer Verfahrensparameter des chemischen und/oder pharmazeutischen Verfahrens verstanden, die Auskunft über den Ablauf des Verfahrens geben können. Solche Verfahrensparameter sind insbesondere die Eigenschaften von flüssigen und/oder festen Stoffen, die in dem chemischen und/oder pharmazeutischen Verfahren behandelt werden. Zu diesen zählen etwa Konzentration und Temperatur.

Die Überwachung beinhaltet die Erfassung eines oder mehrerer Parameter und die Auswertung der gemessenen Parameterwerte. Die Auswertung kann beispielsweise in einem Vergleich eines gemessenen Parameterwerts mit einem Sollwert oder der Regelung von Prozessstellgrößen aufgrund eines oder mehrerer Parameterwerte bestehen.

Die bevorzugt prozessintegrierte Prüfung der Qualitätsmerkmale und Prozessparameter dient der Überwachung des bestimmungsgemäßen Betriebs, der Früherkennung irregulärer Zustände und Abläufe und der damit verbundenen Begrenzung der Auswirkung von Störungen.

Die damit ermöglichte, dauerhafte Prozessüberwachung kann somit als Warnsystem eingesetzt werden, um kostspielige Prozessunterbrechungen und Anlagenstillstände zu vermeiden. Der mit

prozessintegrierter Überwachung mögliche Soll-Ist-Vergleich in Echtzeit kann auch dazu genutzt werden, um Prozesse durch Änderungen von Stellgrößen gezielt zu beeinflussen (Prozessregelung).

Unter optischer Überwachung wird verstanden, dass die Wechselwirkung eines im Prozess vorhandenen Stoffes mit elektromagnetischer Strahlung zur Erfassung eines Prozessparameters ausgenutzt wird. So kann beispielsweise die Konzentration eines Stoffes in einem Prozess durch Messung der Absorption und/oder Reflektion eingestrahlter elektromagnetischer Strahlung verfolgt werden.

Die erfindungsgemäße Messvorrichtung – Sonde – ist insbesondere zur Überwachung von Verfahren geeignet, bei denen die Verschmutzungsneigung der Sonde bzw. das Zurückbleiben von Produktresten minimiert werden muss. Unter Produktresten sind an der Sonde verbleibende Rückstände aus vorangegangenen Produktionszyklen gemeint. Insbesondere in pharmazeutischen und/oder lebensmitteltechnischen Prozessen können solche Produktreste den laufenden Prozess und die Qualität des hergestellten Produktes negativ beeinflussen.

Auf dem Fenster zurückbleibende Produktreste können zusätzlich den gemessenen Parameterwert verfälschen. Die erfindungsgemäße Sonde erlaubt die Überwachung solcher Verfahren, indem aufgrund ihrer Geometrie und durch eine Spülung mit Gas oder einem Reinigungsmittel sichergestellt wird, dass die Fensteroberfläche der Sonde vor Beginn einer einzelnen Messung frei von Produktresten ist.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist demnach auch insbesondere die Verwendung der erfindungsgemäßen Messvorrichtung in pharmazeutischen und lebensmitteltechnischen Verfahren zur spektroskopischen Überwachung derselben.

Hier zeigt sich die erfindungsgemäße Messvorrichtung als besonders vorteilhaft, weil diese zum einen dauerhaft keine Ablagerungen am Ort der Messung aufweist und darüber hinaus geometrisch so gestaltet ist, dass sich auch an und um die Messvorrichtung fast keine Ablagerungen durch Strömungstoträume oder geometrische Unstetigkeiten bilden.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung der erfindungsgemäßen Messvorrichtung in Schaufeltrocknern und Granulatoren.

Hier zeigt sich die erfindungsgemäße Messvorrichtung als besonders vorteilhaft, weil diese durch ihre geringe Erhabenheit diese Vorrichtungen in ihrem Betrieb nicht beeinträchtigt und auch selber hierbei nicht beschädigt wird. Die vorgenannten Schaufeltrockner und Granulatoren sind zudem Vorrichtungen, bei denen es im Rahmen des in diesen Vorrichtungen ausgeführten Verfahren zu einer mindestens teilweisen Änderung der Phasenzustände der behandelten Stoffe kommt. So werden in solchen Vorrichtungen etwa häufig Suspensionen oder feuchte Feststoffe behandelt, so dass es sich bei den ausgeführten Verfahren um Feststoffprozesse in Anwesenheit von Flüssigkeiten handelt. Insbesondere in solchen Verfahren ist die Bildung von Anhaftungen

besonders wahrscheinlich, was die Vorteile der erfindungsgemäßen Messvorrichtung stärker hervortreten lässt.

Die vorliegende Erfindung wird anhand der Abbildungen erläutert, ohne sie jedoch hierauf zu beschränken.

Fig. 1 zeigt eine schematische Darstellung einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Messvorrichtung (1) umfassend eine Frontfläche (2) und eine Fensterfläche (3), die gegenüber der Frontfläche in einem Winkel von 17° angestellt ist. Die Fensterfläche (3) umfasst eine Öffnung (4) für ein Fenster, wobei die Öffnung einen Schenkel (6) hin zur Bohrung (7) für den Sondenschaft (nicht dargestellt) aufweist. An der Kante an der Fensterfläche und Frontfläche aufeinander stoßen ist eine Austrittsöffnung (5) einer Spüldüse ausgebildet, die über eine gegenüber der Austrittsöffnung versetzte Bohrung (8) mit dem Spülfluid beschickt wird. Die dargestellte Ausführungsform der Messvorrichtung bildet den Mantel selber aus, so dass dieser nicht dargestellt ist.

Fig. 2 zeigt eine Gesamtansicht der in Fig. 1 dargestellten Messvorrichtung, die den Mantel selber ausbildet.

Fig. 3 zeigt eine Schnittdarstellung der in Fig. 1 dargestellten dreidimensionalen Darstellung der Messvorrichtung zusammen mit dem Fenster (9) in der Öffnung (4), das zylindrisch ausgestaltet ist und an der Fensterfläche abgeschrägt ist, so dass dieses mit dieser eine ebene Fläche bildet.

Fig. 4 zeigt eine Schnittdarstellung der Bohrung (7) zur Aufnahme des Sondenschafts, wobei der Einsatz ein Bajonettverschluss (10) mit Verdrehschutz (11)aufweist.

Fig. 5 zeigt eine Schnittdarstellung eines Sondenschaft (12), wobei der Sondenschaft einen Lichtleiterbündel (13) mit Einsatz (14) umfasst, wobei der Einsatz (14) eine Arretierung (15) komplementär zum Bajonettverschluss (10) mit Verdrehschutz (11) der Messvorrichtung aus Fig. 4 aufweist .

Patentansprüche

1. Messvorrichtung in Form einer Reflexionssonde (1) umfassend eine Messstelle in Form eines Fensters (9) in einer Fensterfläche (3) und eine Reinigungseinrichtung in Form einer Spüldüse in einer Frontfläche (2), dadurch gekennzeichnet, dass das Fenster (9) in die Fensterfläche (3) eben integriert ist, welche gegenüber der Frontfläche (2) der Messvorrichtung in einem Winkel von 10° bis 25° geneigt ist und wobei die Spüldüse in die Frontfläche (2) integriert ist, welche um den Anteil der Fensterfläche (3) verringert ist und sich die Austrittsöffnung (5) der Spüldüse in der Frontfläche (2) angrenzend an die Fensterfläche (3) befindet.

2. Messvorrichtung gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Öffnung (4) für das Fenster (9) als Ausstich ausgestaltet ist, der zum Prozessraum eine Öffnung aufweist, die eine größere Fläche hat, als die Fläche der Öffnung des Ausstichs auf der entgegengesetzten Seite, wobei das Fenster (9) die Form und Fläche der Öffnung hin zum Prozessraum aufweist.

3. Messvorrichtung gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Fenster (9) ein Körper ist, der auf der Seite der Fensterfläche den gleichen Anstellwinkel gegenüber der Frontfläche aufweist wie die Fensterfläche, auf der gegenüber liegenden Seite aber parallel mit der Frontfläche ist.

4. Messvorrichtung gemäß einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Austrittsöffnung (5) der Spüldüse in Form eines Spalts oder Schlitzes, an der Kante gebildet durch Kontakt der Frontfläche mit Fensterfläche, ausgebildet ist.

5. Messvorrichtung gemäß Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Verhältnis von Breite des Spalts oder Schlitzes zu dessen Höhe mindestens 5 beträgt.

6. Messvorrichtung gemäß einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Austrittsöffnung (5) der Spüldüse parallel zur Frontfläche mindestens die gleiche Ausdehnung aufweist wie die Ausdehnung des Fensters (9) rechtwinklig zur Austrittsöffnung (5).

7. Messvorrichtung gemäß einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Spüldüse über eine Zuleitung (8) mit einem Spülfluid versorgt wird und die Zuleitung (8) gegenüber der Austrittsöffnung (5) der Spüldüse entlang einer verlängerten Linie zwischen Fenster (9) und Spüldüse versetzt ist.

8. Messvorrichtung gemäß einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass sie einen Mantel umfassend eine Bohrung (7) zur Aufnahme eines Sondenschafts aufweist, in der der Sondenschaft verschraubt oder verklemmt ist.

9. Messvorrichtung gemäß einem der vorstehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Sondenschaft in die Bohrung (7) zur Aufnahme des Sondenschafts mittels eines gefederten Verschluss mit Verdrehschutz verdrehsicher montiert ist.

10. Verwendung der Messvorrichtung gemäß einem der Ansprüche 1 bis 9 in pharmazeutischen und lebensmitteltechnischen Verfahren zur spektroskopischen Überwachung derselben.

11. Verwendung der Messvorrichtung gemäß einem der Ansprüche 1 bis 9 in Schaufeltrocknern und Granulatoren.