

## Feuchtebestimmung in Chlorgas mit Hilfe des Siemens Laserdiodenspektrometers LDS 6

*In Produktionsanlagen für Chlorgas wird das Rohgas üblicherweise unmittelbar nach der Elektrolyse in einen Sprühtrockner geleitet. Der Trockner arbeitet mit Schwefelsäure und beseitigt die Feuchtigkeit aus dem Prozessgasstrom nahezu vollständig. Das Trocknen des Chlorgases ist ein wichtiger Schritt im Produktionsprozess, da der Feuchtegehalt des Gases dessen Korrosionsverhalten und damit die konstruktiven Anforderungen an die in der Anlage eingesetzten Leitungen, Reaktoren etc. direkt beeinflusst. Hinter dem Trockner sind unter normalen Betriebsbedingungen keine hoch-resistenten Materialien mehr erforderlich, da die Trocknung die Korrosivität in diesem Bereich reduziert. Der Feuchtegehalt bestimmt in direkter Weise die Reaktionsfähigkeit des Gases: oberhalb einer Konzentration von etwa 30 ppm nimmt die Korrosionsneigung kontinuierlich zu. Aus diesem Grund ist die laufende Bestimmung des Feuchtegehalts des Gases nach dem Trockner eine wichtige Aufgabe zur Gewährleistung der Anlagensicherheit. Für die Feuchtebestimmung in Chlor werden bislang – bedingt durch das Fehlen besser geeigneter Methoden – vorzugsweise Phosphorpentoxid-Sensoren eingesetzt. Allerdings zeigt diese extraktiv arbeitende Sensortechnik deutliche Nachteile, wie hohen Wartungsbedarf durch z.B. Rekalibrierung und begrenzte Zuverlässigkeit. Problematisch ist auch die verhältnismäßig lange Signal-Ansprechzeit, wodurch zum Zeitpunkt der Sensor-Warmmeldung eine signifikante Beschädigung der Anlage durch korrosives Gas bereits eingetreten sein kann. Eine attraktive Alternative mit hohem Anwendernutzen für diese Applikation ohne die genannten Nachteile ist jetzt in Form des in-situ Laser-Gasanalytators LDS 6 verfügbar.*

### **Schnelle und zuverlässige Feuchtebestimmung mit LDS6**

LDS 6 von Siemens ist ein Laserdioden-Gasanalytator zur in-situ Bestimmung von Komponenten direkt in einem Prozessgas. Das Gerät besteht aus einer zentralen Analytatoreinheit in einem 19“-Einschubgehäuse, an die bis zu drei Sensorpaare, in Sender/Empfänger-Konfiguration vis-a-vis über den Messkanal angeordnet, angeschlossen werden können. Die Analytatoreinheit ist räumlich getrennt über Lichtleiter mit den Sensoren verbunden und kann so außerhalb von Gefahrenzonen installiert werden. Die Messwerte entstehen in Echtzeit und frei von spektralen Überlagerungen, wodurch eine Überwachung und Steuerung dynamischer Vorgänge ermöglicht wird. Eine Modemanbindung über Ethernet erlaubt die Fernwartung.

Zur Bestimmung des Feuchtegehalts in Chlor wird der LDS-6-Analysator im Prozessstrom direkt nach dem Sprühtrockner installiert. Dabei sind die Sensoren direkt in-situ angeordnet, wodurch eine aufwändige Probengasentnahme vermieden wird. Die Sensoren des Typs CD 6C wurden speziell für die Messung in hochkorrosiven Medien ausgelegt und besitzen z.B. einen speziellen, hermetisch abgedichteten mechanischen Aufbau. Dadurch wird sichergestellt, dass keine aggressiven Gase aus dem Prozess austreten und beispielsweise die Sensorelektronik beschädigen können. Die einzigen mit dem Prozessgas in Kontakt befindlichen Materialien sind Edelstahl und Borosilikatglas als optische Fenster. Das Sensorpaar CD 6C wird üblicherweise mit Flanschen gemäß DN80/PN16 oder ANSI 4"/150 lb direkt an der Gasleitung montiert. Die bis zu drei Messstellen können gleichzeitig d.h. ohne Multiplexing mit einer einzigen LDS-6-Zentraleinheit betrieben werden.

### **Spülung und Möglichkeiten zur dynamischen Hintergrund-Kompensation**

Wegen des hohen Nachweisvermögens bis in den sub-ppm Bereich müssen sämtliche Signalbeiträge, die aus dem Feuchtigkeitsgehalt der Umgebungsluft resultieren könnten, entweder vermieden oder kompensiert werden. Aus diesem Grund ist der Lichtweg des Lasers innerhalb der hermetisch abgedichteten Sensorboxen des LDS 6 mit trockenem Stickstoff spülbar. Sollte der Feuchtigkeitsgehalt des Stickstoffs im Versorgungsnetz des Werks zu groß sein, besteht dank der Mehrkanalfähigkeit des LDS 6 auch die Möglichkeit, den aktuellen Feuchtigkeitsgehalt des Spülgases zu überwachen und zur Kompensation mit dem Messwert in Echtzeit zu verrechnen. Hierzu wird der Spülstickstoff nach Verlassen der Sensorboxen in eine Vergleichszelle geleitet, in der ebenfalls eine Spurenfeuchtemessung stattfindet. Der Feuchtegehalt des Stickstoffs wird in der Steuereinheit erfasst, verrechnet und wird darüber hinaus auch noch separat als Messwert zur Verfügung gestellt. Der

Feuchtigkeitsgehalt im Chlorgas wird auf diese Weise hochpräzise und unabhängig von den Umgebungsbedingungen ermittelt.

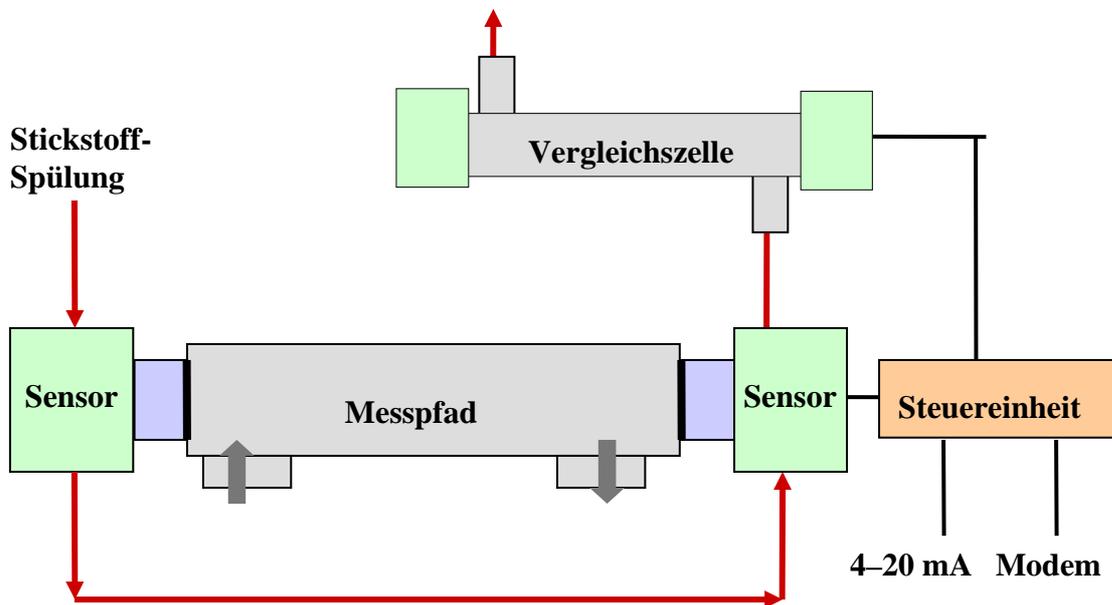


Fig. 1: Spülung der Sensorboxen mit Stickstoff und optionale Feuchtigkeitskompensation.

### Die Vorzüge des neuen Verfahrens bei der Bestimmung von Feuchtespuren

Seine besondere Konzeption macht LDS 6 zu einem überlegenen Werkzeug zur Bestimmung von Feuchtespuren in Chlorgas. Im Gegensatz zu elektrochemischen Methoden weist das LDS 6 eine sehr kurze Ansprechzeit auf. Die Messung erfolgt in Echtzeit: sobald der Feuchtigkeitsgehalt im Gas ansteigt, kann dies ohne Verzögerung festgestellt und kritische Wasserkonzentrationen können sofort identifiziert werden. Es zeigte sich, dass LDS 6 in der Lage ist, Änderungen des H<sub>2</sub>O-Gehaltes von typischerweise 0.3 ppm aufzulösen. Die hohe Präzision der Messung eröffnet zusammen mit der hohen Geschwindigkeit und Zuverlässigkeit des Messgerätes völlig neue Möglichkeiten für eine effiziente Steuerung der Chlor-Trocknung. Der Betrieb des LDS 6 erfordert dank seiner eingebauten Referenzzelle keine Rekalibrationen im Feld. Auch lästiger Wartungsaufwand, wie z.B. für Reinigung oder Neubelegung der Messzellen entfällt. Darüber hinaus ist die Repräsentativität des Messergebnisses beim LDS 6 durchwegs höher als bei der Vergleichsmethode: während mit dem konventionellen extraktiven Ansatz nur wenige Liter Messgas pro Stunde erfasst werden, überwacht das LDS 6 mehrere tausend Liter Messgas pro Stunde im Strom. Auch bei der wichtigsten Eigenschaft, der Verlässlichkeit des Messwertes, kann das LDS durchwegs punkten. In Abb. 2 ist der Messwertverlauf von Phosphorpentoxid-Sensoren und dem LDS 6 in einem Chlorgasstrom gegenübergestellt. Bei der Zuführung von Feuchtigkeit in den Gasstrom zeigten konventionelle Analysatoren nur eine sehr träge und zeitlich stark verzögerte Reaktion, während das LDS 6 sofort und durchwegs plausibel alle Änderungen des Feuchtigkeitsgehalts registrierte (s. Abb. 2).

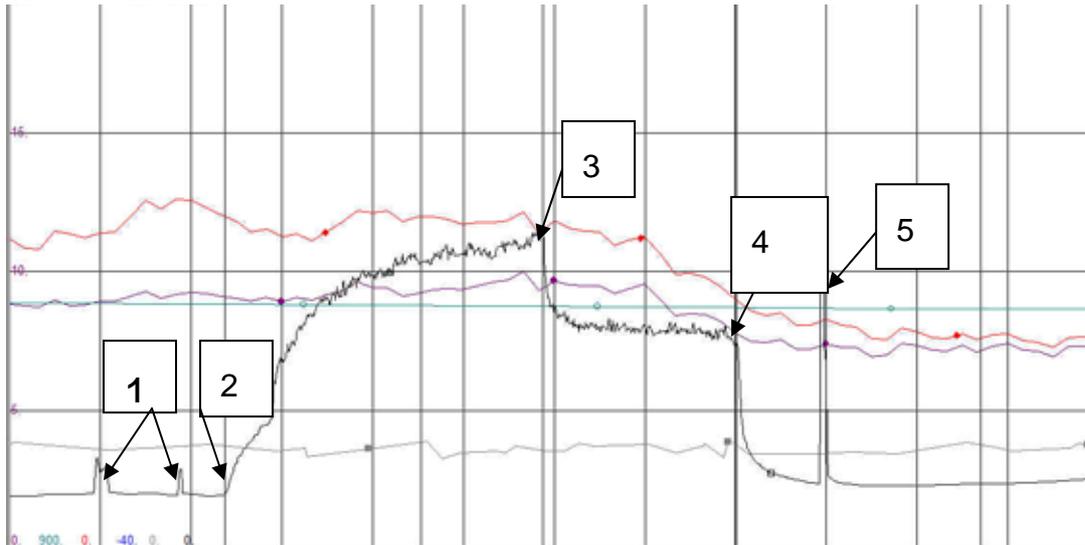


Abb. 2: Zeitlicher Verlauf von Messwerten unterschiedlicher Methoden zur Wasserbestimmung im Gasstrom. Schwarz: Messung mit dem LDS 6; Rot und violett dargestellt sind die Signale konventioneller Analysemethoden. 1) Anschließen eines Luftschlauchs zur Einleitung feuchter Fremdluft, 2) Einleiten von feuchter Fremdluft, 3) Reduktion der Fremdluftmenge, 4) Abbruch der Fremdlufteinleitung, 5) Demontage des Einleitungsschlauches. Aufgezeichnet wurden Daten über einen Zeitraum von 6 Stunden.

## Fazit

Die Diodenlaser-gestützte Gasanalytik mit dem LDS 6 setzt neue Maßstäbe bei der Realisierung von Spurenfeuchtemessungen in Chlorgas. Der Messzweck, die Gewährleistung der Anlagensicherheit, kann weitaus zuverlässiger und mit deutlich weniger Aufwand realisiert werden, als mit den bislang eingesetzten Methoden. Weiterer Zusatznutzen ist gegeben durch die Echtzeitüberwachung der Restfeuchte im Stickstoff des Werksversorgungsnetzes, einer möglichen Eintragsquelle für die Prozessfeuchte in der Chloranlage. Die hohe zeitliche Auflösung und Präzision der Restfeuchtebestimmung hinter der Chlortrocknung lässt ggf. Rückschlüsse auf den aktuellen Zustand des Trockners zu, was einer vorausschauenden Wartungsplanung dieses wichtigen Anlagenteils zugute kommen sollte.