

## Inhaltsverzeichnis

**Vorwort** XXV

**Verzeichnis der Autoren** XXVII

### Strategie und Management

- 1 Strategien für wissensbasierte Produkte und Verfahren** 3  
*Rudolf W. Kessler*
- 1.1 Übersicht und Abgrenzung 3  
1.2 Motivation für wissensbasierte Produkte und Verfahren 6  
1.3 Prozessanalytik zur Qualitätskontrolle 8  
1.3.1 Definition der Qualität 8  
1.3.2 Lokale und globale Modelle 9  
1.3.3 Primäre und sekundäre Analyse 10  
1.4 Prozessanalytik zum Produkt-Eigenschafts-Design  
(Product Functionality Design, PFD) 11  
1.5 Datenanalyse 13  
1.6 Taxonomie von Prozessanalytoren 14  
1.7 Forschung, Entwicklung und Technologietransfer auf dem Gebiet der  
Prozessanalytik und des Produkt-Eigenschafts-Designs 18  
1.8 Arbeitsstrukturen für die Systemintegration der wissensbasierten  
Produktion 21  
*Literatur* 23
- 2 Wirtschaftlichkeitsbeurteilung von Prozessanalytik** 25  
*Frank Rutzen*
- 2.1 Verfahrensüberblick 25  
2.2 Investitionsumfeld 27  
2.3 Die Investitionsrechnung 29  
2.4 Finanziell quantisierbare Kosten und Nutzen von Analysesystemen 32  
2.5 Fallbeispiel: Analysengerät in einer Raffinerie 35  
2.5.1 Ausgangssituation 35

2.5.2	Anschaffungskosten	36
2.5.3	Laufende Ausgaben pro Jahr/Betriebskosten	36
2.5.4	Einnahmen	37
2.5.5	Anwendung der Investitionsrechnung	37
2.6	Kombinierte Methoden der Wirtschaftlichkeitsrechnung	38
2.6.1	Übersicht	38
2.6.2	Der Ebenenansatz	39
2.6.3	Die erweiterte Wirtschaftlichkeitsrechnung	40
2.7	Immaterielle Nutzeffekte von Analysetechnik	42
2.7.1	Verfügbarkeit	42
2.7.2	Messgenauigkeit	43
2.7.3	Messdatendichte	44
2.8	Fallbeispiel: Benzinblending	44
2.8.1	Rahmenbedingungen	44
2.8.2	Nutzensanalyse	45
2.8.2.1	Produktionsplanung	45
2.8.2.2	Produktionsplanung/Produktionssteuerung/Prozesssteuerung	45
2.8.2.3	Analytik	46
2.8.3	Kosten	47
	<i>Literatur</i>	48

### **3 Projektmanagement für wissensbasierte Produkte und Verfahren 49**

*Rudolf W. Kessler*

3.1	Ziele und Abgrenzungen	49
3.2	Praktische Vorgehensweise in Einzelschritten	51
3.2.1	Schritt 1: Internes Umfeld, Organisation und Vorarbeiten	51
3.2.2	Schritt 2: Aufbereitung und Analyse historischer Daten	51
3.2.3	Schritt 3: Auswahl der Prozesseinstellungen und Bestimmung der Grenzen für die Durchführung eines statistischen Versuchsplanes	52
3.2.4	Schritt 4: Durchführung und Auswertung der Versuchspläne	54
3.2.5	Schritt 5: Analyse der Prozessmessdaten und Softsensor-Modellbildung	55
3.2.6	Schritt 6: Online-Prozessanalytik und Modellbildung auf Basis molekularer Marker	55
3.3	Ausführliches Fallbeispiel	58
3.3.1	Übersicht und wissenschaftliche Grundlagen des Projektes: Herstellung von Faserplatten	58
3.3.2	Analyse der historischen Daten	61
3.3.3	Aufstellen des Versuchsplanes	64
3.3.4	Auswertung des Versuchsplanes	66
3.3.5	Softsensormodelle	68
3.3.6	Molekulare Information aus inline-spektroskopischen Messungen	72
	<i>Literatur</i>	76

## Grundlagen und Fallbeispiele

<b>4</b>	<b>Ausgewählte Kapitel zur Chemometrie in der Prozessanalytik und Probenahme</b>	<b>81</b>
	<i>Waltraud Kessler und Rudolf W. Kessler</i>	
4.1	Übersicht	81
4.1.1	Ziele	81
4.1.2	Begriffe	82
4.2	Charakterisierung analytischer Prozeduren	84
4.2.1	Standardabweichung und Normalverteilung	84
4.2.1.1	Mittelwert („mean“)	84
4.2.1.2	Varianz und Standardabweichung („variance and standard deviation“)	84
4.2.1.3	Normalverteilung („normal distribution“)	85
4.2.1.4	Standardisierte Normalverteilung (z-Verteilung)	86
4.2.1.5	Darstellung von Varianzen: Boxplot	86
4.2.2	Vergleich von Stichproben, Hypothesen, Varianzanalyse (ANOVA)	87
4.2.2.1	Vorgehensweise zum Testen von Hypothesen	88
4.2.2.2	Der t-Test	88
4.2.2.3	Konfidenzintervall des Mittelwerts („confidence interval for the mean“)	88
4.2.2.4	Der F-Test	89
4.2.2.5	Varianzanalyse	89
4.3	Prozessfähigkeit und Qualitätsregelkarten	90
4.3.1	Prozessfähigkeit	90
4.3.1.1	Variationskoeffizient	90
4.3.1.2	Prozessfähigkeit	91
4.3.2	Qualitätsregelkarten	93
4.3.3	Messmittelfähigkeitsanalyse	96
4.4	Regression, Kalibration und Validierung	96
4.4.1	Korrelation	96
4.4.1.1	Pearson-Korrelationskoeffizient	97
4.4.1.2	Bestimmtheitsmaß („Coefficient of determination“)	98
4.4.1.3	Scheinkorrelation	98
4.4.2	Regression	98
4.4.3	Kalibration	100
4.4.4	Validierung	102
4.4.5	Primäre und sekundäre Analysenmethoden	103
4.5	Generierung von Daten: Statistische Versuchsplanung	105
4.5.1	Grundsätze für das Planen von Versuchen	105
4.5.2	Beispiele für Faktorenversuchspläne	106
4.5.2.1	1-Faktoren-Versuch	106
4.5.2.2	Versuchspläne 1. Ordnung	106
4.5.2.3	Versuchspläne 2. Ordnung	108

4.5.3	Auswertung eines Faktoren-Versuchsplanes	109
4.5.3.1	Haupteffekte	109
4.5.3.2	Wechselwirkung	110
4.5.3.3	Graphische Darstellung der Wechselwirkungen	111
4.5.3.4	Berechnung der Regressionsgleichung	111
4.5.3.5	Responsekurven und Responseflächen	111
4.5.4	Mischungs-Versuchspläne („Mixture Design“)	112
4.6	Analyse von komplexen Daten: Multivariate Datenanalyse	113
4.6.1	Hauptkomponentenanalyse PCA	113
4.6.2	Partial Least Square Regression: PLS-Regression	117
4.6.3	Multivariate Curve Resolution MCR	118
4.6.4	Datenvorverarbeitung und Kalibration	119
4.6.4.1	Skalierung	119
4.6.4.2	Glättung und Normierung von Spektren	119
4.6.4.3	Transformation	120
4.6.4.4	Methoden der Informationsverstärkung	120
4.6.5	Robustheit der Validierung bei spektroskopischen Messungen	121
4.7	Neuronale Netze	124
4.7.1	Aufbau von neuronalen Netzen	124
4.7.2	Lernverfahren	125
4.7.2.1	Selbstorganisierend	125
4.7.2.2	Überwachtes Lernen	126
4.7.3	Radial-Basis-Funktionen-Netze (RBF-Netze)	127
4.7.4	Genetische Algorithmen	127
4.8	Clusteranalyse	128
4.9	Probenahme und Probenvorbereitung	130
4.9.1	Begriffe	130
4.9.2	Ort der Probenahme und Stichprobenauswahl	131
4.9.3	Stichprobenmenge	132
4.9.4	Probenvorbereitung und Konditionierung	134
	<i>Literatur</i>	135
<b>5</b>	<b>Grundlagen wichtiger prozessanalytischer Methoden</b>	137
5.1	Elektronenanregung: UV/VIS- und Fluoreszenzspektroskopie	137
	<i>Rudolf W. Kessler</i>	
5.1.1	Einleitung	137
5.1.2	Elektronenübergänge in der UV/VIS-Spektroskopie	138
5.1.3	Messtechnik in der UV/VIS-Spektroskopie	141
5.1.4	Quantifizierung und Messfehler bei der UV/VIS-Spektroskopie	141
5.1.5	Farbe und Farbmeterik	142
5.1.6	Elektronenübergänge und Fluoreszenzspektroskopie	144
5.1.7	Quantifizierung und Messfehler in der Fluoreszenzspektroskopie	145

- 5.1.8 Mehrdimensionale Fluoreszenzspektroskopie  
(EEM-Spektroskopie) 147
- 5.1.9 Messtechnik in der Fluoreszenzspektroskopie 150
- 5.1.10 Fallbeispiele 151  
*Literatur* 155
  
- 5.2 Schwingungsspektroskopie: NIR- und IR-Spektroskopie 156  
*Rudolf W. Kessler*
- 5.2.1 Einleitung 156
- 5.2.2 Schwingungsübergänge im NIR und IR 156
- 5.2.3 Messtechnik 160
- 5.2.4 Quantifizierung und Messfehler 161
- 5.2.5 Fallbeispiele 162  
*Literatur* 163
  
- 5.3 Schwingungsspektroskopie: Ramanspektroskopie 163  
*Ralph Lehnert*
- 5.3.1 Einleitung 163
- 5.3.2 Messprinzip 164
- 5.3.3 Allgemeine Raman-Messtechnik 165
- 5.3.4 Online-Raman-Messtechnik 167
- 5.3.5 Messkopf 168
- 5.3.6 Messzeiten 169
- 5.3.7 Multiplexing und Kalibrationstransfer 171
- 5.3.8 Kommunikation und Steuerung 172
- 5.3.9 Zusammenfassung 172  
*Literatur* 173
  
- 5.4 Methoden der Totalreflexion und abgeschwächten Totalreflexion 174  
*Rudolf W. Kessler*
- 5.4.1 Grundlagen der Totalreflexion 174
- 5.4.2 Eindringtiefe 174
- 5.4.3 Anwendungen der totalen Reflexionsspektroskopie 176
- 5.4.3.1 Reflektometrische Interferometrie 176
- 5.4.3.2 Spektrale Ellipsometrie 177
- 5.4.3.3 Totale interne Reflexions-Ramanspektroskopie 177
- 5.4.3.4 Totale interne Reflexions-Fluoreszenzspektroskopie (TIRFS) 177
- 5.4.4 Oberflächenplasmonenresonanz (SPR) 178  
*Literatur* 179
  
- 5.5 NMR-Spektroskopie 180  
*Michael Maiwald*
- 5.5.1 Übersicht NMR-Spektroskopie 180
- 5.5.2 Entwicklung und Stand der Technik 180
- 5.5.3 Physikalische Grundlagen 181

- 5.5.4 Quantitative hochauflösende NMR-Spektroskopie an technischen Mischungen 183
  - 5.5.4.1 NMR-Spektroskopie an technischen Mischungen 183
  - 5.5.4.2 Quantifizierbarkeit von NMR-Spektren 184
- 5.5.5 Fallbeispiel: Formaldehydhaltige Mischungen 184
- 5.5.6 Fallbeispiel: Hochauflösende Durchfluss-NMR-Spektroskopie im Reaktions- und Prozessmonitoring 186
  - 5.5.6.1 Übersicht 186
  - 5.5.6.2 Online-Anbindung des NMR-Spektrometers 187
- 5.5.7 Prozess-NMR-Spektrometer 188
  - Literatur* 189
  
- 5.6 Massenspektrometrie 190
  - Ralf Zimmermann und Thorsten Streibel*
  - 5.6.1 Übersicht und Aufbau eines Massenspektrometers 190
  - 5.6.2 Besonderheiten der Online-Massenspektrometrie 192
  - 5.6.3 Komponenten eines Online-Massenspektrometers 193
    - 5.6.3.1 Probeneinlass 193
    - 5.6.3.2 Ionenquelle 194
    - 5.6.3.3 Massenanalysator 196
  - 5.6.4 Fallbeispiele: Online-Massenspektrometrie 198
    - 5.6.4.1 Fallbeispiel: Online-Überwachung einer Rauchgasreinigung 198
    - 5.6.4.2 Fallbeispiel: Online-Monitoring eines industriellen Produktionsprozesses 199
    - 5.6.4.3 Fallbeispiel: Online-Monitoring von aromatischen Kohlenwasserstoffen im Rohgas einer Müllverbrennungsanlage 200
      - Literatur* 201
  
- 5.7 Partikelanalyse 205
  - Peter Schirg*
  - 5.7.1 Einleitung 205
  - 5.7.2 Beschreibung von Partikeleigenschaften 205
  - 5.7.3 Messmethoden 208
  - 5.7.4 Anforderungen an die Geräte 213
  - 5.7.5 Fallbeispiele 214
  - 5.7.6 Datenauswertung 215
  - 5.7.7 Zusammenfassung und Ausblick 215
    - Literatur* 216
  
- 5.8 Fließ-Injektions-Analyse FIA 216
  - Tobias Merz*
  - 5.8.1 Einleitung 216
  - 5.8.2 Aufbau der Continuous Flow Analysis (CFA) 217
    - 5.8.2.1 Übersicht 217
    - 5.8.2.2 Autosampler/Probengeber 218

5.8.2.3	Ventile	218
5.8.2.4	Pumpe	218
5.8.2.5	Reaktoren	219
5.8.2.6	Detektoren	220
5.8.3	FIA	221
5.8.4	SIA	222
5.8.5	Fallbeispiel: Umweltanalytik	223
5.8.6	Fallbeispiele in der Prozessanalytik	224
5.8.7	Ausblick	225
	<i>Literatur</i>	226
<b>6</b>	<b>Optische Spektroskopie: Hardware für die Prozessanalytik</b>	<b>229</b>
	<i>Rudolf W. Kessler</i>	
6.1	Optische Spektroskopie	229
6.1.1	Einleitung	229
6.1.2	Übersicht über die Messmethodik	230
6.1.3	Fehler und Abweichungen	232
6.1.3.1	Rauschen und Signalverbesserung	234
6.1.3.2	Photometrischer Fehler	234
6.1.3.3	Falschlicht/Streulicht	235
6.2	Einzelkomponenten für die optische Spektroskopie	235
6.2.1	Lichtquellen	235
6.2.2	Optische Systeme und Lichtleiter	236
6.2.2.1	Durchlässigkeit von Materialien	236
6.2.2.2	Glasfasern	238
6.2.2.3	Hohlleiter für MIR	238
6.2.3	Monochromatische Elemente	239
6.2.3.1	Filter	239
6.2.3.2	Gittermonochromatoren	239
6.2.3.3	Akustooptische Filter	240
6.2.3.4	Fouriertransformation	241
6.2.4	Detektoren	242
6.2.4.1	Empfindlichkeit	242
6.2.4.2	Photomultiplier	243
6.2.4.3	Diodenarray	243
6.2.4.4	CCD-Arrays	244
6.3	Lastenheft	246
6.3.1	Anforderungsprofile	246
6.3.2	Kombination der Spektrometerbausteine in der optischen Spektroskopie	247
6.3.3	Fallbeispiel: Vorgehensweise zur Auswahl der besten Technik	247
6.4	Bestimmung der Spektrometerfunktionalität	250
6.4.1	Relativstandards	250
6.4.2	Lampendriftkompensation	250

6.4.3	Funktionalitätstest des Gesamtsystems	251
	<i>Literatur</i>	252
<b>7</b>	<b>Optische Spektroskopie online und inline I: Festkörper und Oberflächen</b>	<b>255</b>
	<i>Rudolf W. Kessler</i>	
7.1	Reflexionsspektroskopie in der Prozessanalytik mit direkter Beleuchtung	255
7.1.1	Übersicht	255
7.1.2	Einflussgrößen bei der Messung der Reflexion und des Streu- verhaltens	257
7.1.2.1	Winkelabhängigkeit	257
7.1.2.2	Partikelgröße	258
7.1.2.3	Brechungsindexunterschiede	259
7.1.2.4	Kompaktierung und Streuvermögen	260
7.1.3	Basismesstechnik für die spekulare und diffuse Reflexion	260
7.1.3.1	Messung der diffusen und gerichteten Reflexion	260
7.1.3.2	Messung der Depolarisation	262
7.1.4	Empfindlichkeit	263
7.1.5	Flutteramplitude	263
7.1.6	ATR-Technik an Festkörperpartikeln	265
7.2	Allgemeine Beschreibung der diffusen Reflexion und diffusen Transmission	265
7.2.1	Überblick	265
7.2.2	Kubelka-Munk-Theorie	266
7.2.3	Separate Bestimmung der Streu- und Absorptionskoeffizienten	268
7.2.3.1	Exponentielle Lösung: Messung durch die diffuse Reflexion	268
7.2.3.2	Hyperbolische Lösung: Messung der diffusen Reflexion und diffusen Transmission	268
7.2.4	Lichtdiffusion, Eindringtiefe und Informationstiefe	269
7.3	Beschreibung der gerichteten Reflexion	271
7.3.1	Spekulare Reflexion und Interferenz	271
7.3.2	Brechungsindex und Schichtdicke	272
7.4	Sonden für die Reflexionsspektroskopie	273
7.5	Fallbeispiel diffuse Reflexion: Inline-Untersuchungen von Tabletten	273
7.5.1	Aufgabenstellung und Vorgehensweise	273
7.5.2	Bestimmung der Streu- und Absorptionskoeffizienten	274
7.5.3	Klassifizierung und Bestimmung der API-Konzentration	276
7.5.4	Eindringtiefe und Informationstiefe	277
7.5.5	Umsetzung in eine Inline-Analytik	278
7.6	Fallbeispiel diffuse Reflexion: Inline-Untersuchungen des Mischvorganges (Blending) von Pulvern	279
7.6.1	Hintergrund und besondere Problemstellung	279

- 7.6.2 Inline-Verfolgung des Mischungsvorganges 280
- 7.7 Fallbeispiel gerichtete und diffuse Reflexion auf Metalloberflächen:  
Inline-Bestimmung der Schichtdicke und Voraussage der  
Korrosionsneigung 283
- 7.7.1 Hintergrund 283
- 7.7.2 Inline-Messtechnik für die Untersuchung dünner Schichten 284
- 7.7.3 Inline-Schichtdickenbestimmung von Chromatschichten auf  
Aluminium 284
- 7.7.4 Charakterisierung von Stahloberflächen: Voraussage der Korrosions-  
neigung von Automobilfeinblechen 286
- 7.7.5 Dünnschichten 286  
*Literatur* 287

## **8 Optische Spektroskopie online und inline II: Flüssigkeiten und Gase 289**

*Rudolf W. Kessler*

- 8.1 Übersicht und Taxonomie der Sonden 289
- 8.2 Sondendesign 291
- 8.2.1 Ausführungsformen 291
- 8.2.2 Sondenmaterialien 293
- 8.3 Systemintegration 295
- 8.4 Untersuchungen in Gasen 297
- 8.5 Fallbeispiel: Multispektralinformationssystem für die Analyse  
chemischer und biochemischer Reaktionen 298
- 8.5.1 Übersicht 298
- 8.5.2 Inline- und Online-Untersuchungen 301
- 8.5.3 Bestimmung der Konzentrations-Zeit-Diagramme der Komponenten  
aus spektroskopischen Daten 301
- 8.6 Fallbeispiel: Ramanspektroskopische Untersuchungen bei der  
Kristallisation 302
- 8.6.1 Projekthintergrund 302
- 8.6.2 Ergebnisse der spektroskopischen Messung bei der Phasen-  
umwandlung 305
- 8.6.3 Kristallisation in der pharmazeutischen Produktion 305
- 8.7 Fallbeispiel: Harzkondensation 305
- 8.8 Fallbeispiel: Bestimmung der Oktanzahl 308  
*Literatur* 310

## **9 Bildgebende optische und spektroskopische Verfahren 313**

*Alessandro Del Bianco, Andreas Kurzmann und Rudolf W. Kessler*

- 9.1 Einführung 313
- 9.2 Spectral Imaging 314
- 9.3 Spektroskopische Techniken für Spectral Imaging 316
- 9.3.1 Reflektanzspektroskopie 317

9.4	Hardware für Spectral Imaging	320
9.4.1	Übersicht	320
9.4.2	Staring Imagers	321
9.4.2.1	AOT-Filter	322
9.4.2.2	Flüssigkristallfilter	323
9.4.3	Whiskbroom Imagers	324
9.4.4	Pushbroom Imagers	324
9.4.4.1	Gitterspektrometer	324
9.4.4.2	Offner-Relays	325
9.4.4.3	Shearing-Interferometrie	325
9.5	Datenanalyse	328
9.6	Fallbeispiele	331
9.6.1	Qualitätskontrolle in der Druckindustrie: Atline-Pushbroom- technologie	331
9.6.2	Spectral Imaging von Tabletten: Online-Pushbroom-Technologie	332
9.6.2.1	Problembeschreibung	332
9.6.2.2	Vorgehensweise	333
9.6.2.3	Features	335
9.6.3	Autofluoreszenz Imaging mit Staring/Whiskbroom Imager	335
9.7	Ausblick	337
	<i>Literatur</i>	338

## 10 **Ultraschall** 341

*Alf Püttmer und Peter Hauptmann*

10.1	Einführung	341
10.2	Grundlagen der Ultraschallmessung	342
10.2.1	Zusammenhang zwischen Parametern der Schallwelle und Parametern des Prozesses	342
10.2.2	Messung der Parameter der Ultraschallwelle	345
10.2.3	Schallquellen	346
10.3	Einteilung der Ultraschallsensoren	348
10.4	Anwendungen in der Prozessmesstechnik	351
10.4.1	Füllstandsmessung	351
10.4.2	Durchflussmessung	352
10.4.2.1	Laufzeitverfahren	352
10.4.2.2	Doppler-Verfahren	352
10.4.2.3	Schallemissionsverfahren	352
10.5	Anwendungen in der Prozessanalytik – Fallbeispiele	353
10.5.1	Konzentrationsmessung	354
10.5.1.1	Konzentrationsmessung über die Schallgeschwindigkeits- messung	354
10.5.1.2	Konzentrationsmessung über die Schallabsorptionsmessung	355
10.5.1.3	Konzentrationsmessung über die Schallkennimpedanzmessung	356

- 10.5.1.4 Messung kleiner Konzentrationen mit resonanten Mikrosensoren 356
- 10.5.1.5 Konzentrationsmessung mittels Schallemissionsmessung 357
- 10.5.1.6 Anwendungen der Ultraschallspektroskopie 357
- 10.5.1.7 Messung der Partikelgrößenverteilung mittels Schallemissionsmessung 357
- 10.5.1.8 Prozessbeobachtung mittels Schallemissionsmessung 358
- 10.5.1.9 Prozessbeobachtung mittels Ultraschalltomographie 358
- 10.5.2 Anlagenüberwachung 358
  - 10.5.2.1 Leckageüberwachung von Pumpenventilen 358
  - 10.5.2.2 Durchflussüberwachung von Schüttgutfördersystemen 361
  - 10.5.2.3 Überwachung von Zentrifugalpumpen 361
  - 10.5.2.4 Überwachung von Wälzlagern 362
  - 10.5.2.5 Filterüberwachung 362
- 10.6 Zusammenfassung und Ausblick 362
  - Literatur* 363
  
- 11 Sensoren und Prozessmessgrößen 365**
  - Ralph Lehnert*
  - 11.1 Einleitung 365
  - 11.2 Grundlagen und Taxonomie 365
    - 11.2.1 Übersicht 365
    - 11.2.2 Merkmale und Definitionen 367
    - 11.2.3 Statische und quasi-statische Eigenschaften 368
    - 11.2.4 Störgrößen 368
    - 11.2.5 Alterungseffekte 369
    - 11.2.6 Lebensdauer 370
    - 11.2.7 Dynamische Eigenschaften 371
    - 11.2.8 Sprungfunktion 371
    - 11.2.9 Impulsfunktion 371
    - 11.2.10 Technologische Trends 372
  - 11.3 Messung von Prozessgrößen und Integration in die Prozessumgebung 373
    - 11.3.1 Messung von Prozessparametern 373
    - 11.3.2 Signaltypen 374
      - 11.3.2.1 Signalformen 374
      - 11.3.2.2 Signalübertragung 375
  - 11.4 Kalorische Sensoren 376
    - 11.4.1 Wärmeflüsse 376
      - 11.4.1.1 Wärmemengen 376
      - 11.4.1.2 Wärmeflussmessung 376
    - 11.4.2 Thermokatalyse 377
  - 11.5 Massensensitive Sensoren 378
    - 11.5.1 Quarz-Mikrowaage 378

11.5.2	Acoustic Wave Sensor	379
11.5.2.1	Bulk Acoustic Wave Sensor	379
11.5.2.2	Surface Acoustice Wave Sensor	379
11.6	Chemische Sensoren – Optoden/Optroden	381
11.6.1	Definition	381
11.6.2	Funktionsprinzip	381
11.6.3	Eigenschaften und Selektivität	383
11.6.3.1	Chemische Selektivität	383
11.6.3.2	Allgemeine Eigenschaften	383
11.6.4	Optochemischer Sensor	384
11.6.5	Integrierter optischer Sensor	385
11.7	Biochemische Sensoren	386
11.7.1	Definition und Begriffsbildung	386
11.7.2	Metabolismussensoren und Affinitätssensoren	387
11.7.2.1	Metabolismussensoren	387
11.7.2.2	Affinitätssensoren	387
11.7.2.3	Immobilisierung	388
11.7.3	Aussichten	389
	<i>Literatur</i>	390

## **12 Prozess-Gaschromatographie 391**

*Torsten Maurer und Heinz Müller 391*

12.1	Grundlagen und Ziele	391
12.1.1	Überblick	391
12.1.2	Grundlagen der Prozess-Gaschromatographie	393
12.1.3	Begriffe und Kenngrößen	395
12.1.3.1	Chromatogramm	395
12.1.3.2	Retention und Peakverbreiterung	396
12.1.3.3	Analysenzeit/Periodenzeit	397
12.1.3.4	Messbereiche	397
12.1.3.5	Nachweisgrenzen	398
12.1.3.6	Wiederholbarkeit	398
12.1.3.7	Verfügbarkeit	399
12.2	Gerätetechnik	399
12.2.1	Grundlagen	399
12.2.1.1	Temperierung der Trennsäulen und anderer analytischer Baugruppen	399
12.2.1.2	Explosionsschutz	400
12.2.2	Gasversorgung	401
12.2.3	Dosierung	402
12.2.4	Trennsäulen	403
12.2.5	Säulenschaltungen	404
12.2.5.1	Rückspülung	405
12.2.5.2	Schnitt („Heart Cut“)	406

- 12.2.5.3 Verteilung 407
- 12.2.5.4 Umschalteneinrichtungen 407
- 12.2.5.5 Strategien zur Verbesserung einer unvollständigen Trennung 408
- 12.2.6 Detektoren 408
- 12.2.7 Elektronik und Auswertesoftware 411
- 12.3 Trends 412
  - 12.3.1 Parallelchromatographie 412
  - 12.3.2 Miniaturisierung 414
  - 12.3.3 Inline-Detektion 416
- 12.4 Probenaufbereitung und Systemintegration 417
- 12.5 Fallbeispiele 420
  - 12.5.1 Prozessregelung am Beispiel einer Claus-Anlage 420
  - 12.5.2 Qualitätskontrolle am Beispiel einer Ethylenanlage 420
  - 12.5.3 Überwachung von Emissionen am Beispiel eines Abwasser-Strippers 423
- 12.5.4 Heizwertermittlung 425
  - Literatur* 427
- 13 Prozess-Flüssigchromatographie 429**  
*Astrid Rehorek*
  - 13.1 Arten und Ziele der Prozess-Flüssigchromatographie 429
    - 13.1.1 Definition und Überblick 429
    - 13.1.2 Grundlagen 431
    - 13.1.3 Kontinuierliche Online-Flüssigchromatographie 434
      - 13.1.3.1 Operationsmodi und Systemanforderungen an Prozess-LC-Arten 434
    - 13.1.4 Schnelle Flüssigchromatographie 436
    - 13.1.5 Kapillare Elektrochromatographie 438
      - 13.1.5.1 Konzept 438
      - 13.1.5.2 CEC Instrumentierung 439
      - 13.1.5.3 CEC Trennbedingungen 439
      - 13.1.5.4 Stoffliche Anwendungen 439
    - 13.1.6 Chromatographische Reaktoren 440
      - 13.1.6.1 Konzept 440
      - 13.1.6.2 Reaktortypen 441
      - 13.1.6.3 Anwendungen kontinuierlicher chromatographischer Bioreaktoren 441
    - 13.1.7 Kontinuierliche präparative Flüssigchromatographie 441
      - 13.1.7.1 Konzept und Prinzipien 441
      - 13.1.7.2 Arten kontinuierlicher präparativer Flüssigchromatographie 445
  - 13.2 Gerätetechnik 446
    - 13.2.1 Gerätetechnik bei modularen Betriebs-LC-Messplätzen 446
    - 13.2.2 Kommerzielle Prozess-Chromatographen 448
    - 13.2.3 Probenahmetechniken 449
  - 13.3 Rund um die Säule 452

- 13.3.1 Säulenfüllmaterialien für die Prozess-Flüssigchromatographie 452
- 13.3.2 Säulen und Säulenschaltungen 453
- 13.4 Detektoren und Kopplungen 454
  - 13.4.1 LC-MS-Kopplungen 455
  - 13.4.2 LC-NMR-Kopplungen 457
  - 13.4.3 Andere LC-Kopplungen 457
- 13.5 Systemintegration und Trends 458
  - 13.5.1 Systemintegration 458
  - 13.5.2 Trends 459
- 13.6 Prozess-LC Anwendungsbeispiele 460
  - 13.6.1 Online-LC-Überwachung einer Flüssiggasreinigung der BASF AG Ludwigshafen 460
  - 13.6.2 Online-LC-Monitoring der Kläranlage der BASF AG Ludwigshafen 462
  - 13.6.3 Anwendung der Prozess-Ionenchromatographie zur Überwachung von Reinstwasser in der Halbleiterindustrie 464
  - 13.6.4 Online-LC-Prozesskontrolle einer präparativen Reinigungsstufe zur Pharmaka-Gewinnung 466
- Literatur* 468

#### **Anwendungsübersichten für den Praktiker**

- 14 Prozessanalytik in der chemischen Industrie 475**  
*Wolf-Dieter Hergeth und Manfred Krell*
- 14.1 Einleitung 475
- 14.2 Methoden 477
- 14.3 Umsetzung in der Polymerindustrie 480
  - 14.3.1 Prozessmessgrößen in der Polymerisation 480
  - 14.3.2 Kalorimetrie 483
  - 14.3.3 NIR-Spektroskopie 484
  - 14.3.4 Ramanspektroskopie 487
  - 14.3.5 Material- und Kolloideigenschaften 489
    - 14.3.5.1 Viskosität 489
    - 14.3.5.2 Partikelgrößen 490
- 14.4 Polymerverarbeitung 491
  - 14.4.1 Extrusion 491
  - 14.4.2 (Sprüh-)Trocknung 492
- 14.5 Praktische Umsetzung der Technologien 493  
*Literatur* 496

- 15 Prozessanalytik in der pharmazeutischen Industrie 499**  
*Christoph Saal*
- 15.1 Der Einzug inprozessanalytischer Methoden in die pharmazeutische Industrie: Das Beispiel NIR-Spektroskopie 499
- 15.1.1 Technische Voraussetzungen 499
- 15.1.2 Regulatorische Voraussetzungen 500
- 15.1.3 Die PAT-Initiative der FDA 501
- 15.2 Applikationsbeispiele zur Prozessanalytik in der pharmazeutischen Industrie 504
- 15.2.1 Identitätskontrolle am Wareneingang 505
- 15.2.2 Inprozessanalytik bei Granulationsprozessen 505
- 15.2.3 Inprozessanalytik bei Mischungsprozessen 507
- 15.2.4 Inprozessanalytik bei der Tablettierung 508
- 15.3 Ausblick 509  
*Literatur 510*
- 16 Prozessanalytik in der Biotechnologie 513**  
*Stephan Küppers, Marco Oldiges und Harald Trauthwein*
- 16.1 Definition der Biotechnologie 513
- 16.2 Randbedingungen 515
- 16.2.1 Prozesstechnik 515
- 16.2.2 Regulatorische Aspekte 518
- 16.2.3 Produktumfeld 519
- 16.3 Übersicht über verwendete Methoden 521
- 16.3.1 Offline/atline 521
- 16.3.2 Online 521
- 16.3.3 Inline 522
- 16.4 Beispiele für den Einsatz der Prozessanalytik in der Biotechnologie 523
- 16.4.1 Prozessschritte beim Arbeiten mit Mikroorganismen 523
- 16.4.2 Mikrobielle Fermentationsverfahren 524
- 16.4.3 Aufarbeitsverfahren 528
- 16.4.4 Biotransformationen 529
- 16.4.4.1 Prozessführung 529
- 16.4.4.2 Prozessanalytik 530
- 16.4.5 Zellkulturtechnik 531
- 16.4.6 Sonderfelder in der Biotechnologie 533
- 16.4.6.1 Feststofffermentationen 533
- 16.4.6.2 Abwasseraufarbeitung 534
- 16.5 Auswerteverfahren 535  
*Literatur 536*

<b>17</b>	<b>Prozessanalytik in der Lebensmittelindustrie</b>	<b>539</b>
	<i>Christoph Reh</i>	
17.1	Veränderungen in der Lebensmittelindustrie und deren Auswirkungen auf die Prozessanalytik	539
17.2	Fokus auf den Konsumenten	541
17.3	Anwendung von Prozessanalytoren – Vorgehensweise und Fallbeispiele	542
17.3.1	Vorgehensweise	542
17.3.2	Wasserbestimmung – prozessintegrierte Nahinfrarotmessung	543
17.3.3	Produktstandardisierung in der Milchindustrie	544
17.3.4	Mikrowellenmessung	545
17.3.5	Prozessoptimierung mit High-End-Geräten	546
17.4	Zusammenfassung und Aussicht	546
	<i>Literatur</i>	548
<b>18</b>	<b>Prozessanalytik in der Kunststoffindustrie</b>	<b>551</b>
	<i>Wolfgang Becker</i>	
18.1	Einleitung und Problemstellung	551
18.2	Extrusion/Spritzguss	553
18.2.1	Messtechnische Realisierungen	554
18.2.2	Messung der Polymerzusammensetzung und Materialgrößen	558
18.2.3	Messung und Kontrolle von Produkt- und Prozessparametern	560
18.2.4	Ramanspektroskopie	561
18.2.5	Infrarotspektroskopie (IRS)	561
18.2.6	Industrieller Einsatz in der Extrusionstechnik	562
18.3	Kunststoffrecycling	562
18.3.1	Messmethoden	563
18.3.2	Recycling von Kunststoffen aus dem Haushaltsbereich	564
18.3.3	Recyclingkonzepte für technische Kunststoffe	566
	<i>Literatur</i>	568
<b>19</b>	<b>Prozessanalytik in der Fertigungsindustrie</b>	<b>571</b>
	<i>Andreas Kandelbauer und Gilbert Fruhwirth</i>	
19.1	Einleitung: Die Branchen im Überblick	571
19.1.1	Übersicht	571
19.1.2	Einschlägige Publikationen	572
19.1.3	Anteil der Patente an den einschlägigen Publikationen	574
19.1.4	Sprachliche Aufschlüsselung der einschlägigen Publikationen	575
19.2	Halbleiterindustrie	576
19.2.1	Wirtschaftliche Bedeutung	576
19.2.2	Verfahrensbeschreibung	577
19.2.2.1	Allgemeines	577
19.2.2.2	Beschichtung	577

- 19.2.2.3 Lithographie 578
- 19.2.2.4 Abtragen von Schichten 578
- 19.2.2.5 Systemintegration (VLSI/hochdichte Leiterplatten) 579
- 19.2.3 Prozesskontrolle 579
  - 19.2.3.1 Aufbringen von Schichten 579
  - 19.2.3.2 Lithographie 580
  - 19.2.3.3 Abtragen von Schichten 582
  - 19.2.3.4 Kontaminationen 584
  - 19.2.3.5 Kontrolle des Fertigungsprozesses 586
  - 19.2.3.6 Systemintegration 588
- 19.3 Optische Speichermedien – CD- und DVD-Fertigung 589
  - 19.3.1 Optische Speichermedien 589
  - 19.3.2 Fertigungsschritte 591
  - 19.3.3 Prozesskontrolle 594
    - 19.3.3.1 Exzentrizität 594
    - 19.3.3.2 Verbinden der beiden Halblinge 595
    - 19.3.3.3 Schichtdickenmessung der Klebeschicht 595
    - 19.3.3.4 Schichtdickenmessung der Farbstoffschicht 595
    - 19.3.3.5 Fertigungskontrolle 596
  - 19.4 Automobilindustrie 597
    - 19.4.1 Wirtschaftliche Bedeutung 597
    - 19.4.2 Verfahrensbeschreibung 597
      - 19.4.2.1 Fertigung 597
      - 19.4.2.2 Lackierung 598
    - 19.4.3 Prozesskontrolle 599
      - 19.4.3.1 Fertigung 599
      - 19.4.3.2 Lackierung 601
  - 19.5 Textilindustrie 602
    - 19.5.1 Wirtschaftliche Bedeutung 602
    - 19.5.2 Verfahrensbeschreibung 603
      - 19.5.2.1 Das Rohmaterial: Ernte und Aufbereitung von Baumwolle 603
      - 19.5.2.2 Herstellung des Garns: Spinnerei 604
      - 19.5.2.3 Verarbeitung des Garnes zu Geweben 604
      - 19.5.2.4 Finishing 604
    - 19.5.3 Prozesskontrolle 605
      - 19.5.3.1 Verarbeitung der Rohbaumwolle 605
      - 19.5.3.2 Erzeugung von Fäden und Garnen: Das Spinnen 607
      - 19.5.3.3 Fertigung von Geweben (Stricken, Weben, Wirken) 609
      - 19.5.3.4 Verarbeitung von Textilgeweben – Finishing 610
      - 19.5.3.5 Konfektionierung 613
  - 19.6 Holzindustrie 613
    - 19.6.1 Wirtschaftliche Bedeutung 613
    - 19.6.2 Verfahrensbeschreibung 614
    - 19.6.3 Prozesskontrolle 614
      - 19.6.3.1 Oberflächeneigenschaften 614

- 19.6.3.2 Rohmaterialklassifizierung 615
- 19.6.3.3 Rohmaterialhandling 615
- 19.6.3.4 Verfärbungen 615
- 19.6.3.5 Feuchtigkeit 615
- 19.6.3.6 Anwendung von durchstrahlenden Verfahren (tomographische Verfahren) 616
- 19.6.3.7 Vorhersage der Dimensionsstabilität (Mikrofibrillenwinkelmessung) 616
- 19.7 Holzwerkstoffe 617
  - 19.7.1 Wirtschaftliche Bedeutung 617
  - 19.7.2 Verfahrensbeschreibung 617
    - 19.7.2.1 Spanplatten (Particleboards) 617
    - 19.7.2.2 Mitteldichte Faserplatten (Medium Density Fiberboards, MDF) 618
    - 19.7.2.3 Nassfaserplatten (Hardboards) 618
  - 19.7.3 Prozesskontrolle 618
    - 19.7.3.1 Qualität 618
    - 19.7.3.2 Charakterisierung des Rohmaterials 619
    - 19.7.3.3 Charakterisierung von Zwischen- und Endprodukten 622
- 19.8 Papierfertigung 623
  - 19.8.1 Wirtschaftliche Bedeutung 623
  - 19.8.2 Verfahrensbeschreibung 624
    - 19.8.2.1 Zerfaserungsverfahren – Chemothermisch-mechanisches Pulping 624
    - 19.8.2.2 Papierfertigung 625
  - 19.8.3 Prozesskontrolle 626
    - 19.8.3.1 Kontrolle des Pulping-Prozesses 626
    - 19.8.3.2 Kontrolle der Papierfertigung 629
    - 19.8.3.3 Steuerung der Papierfertigung durch künstliche neuronale Netzwerke 632

*Literatur* 633

## **20 Prozessanalytik in der petrochemischen Industrie 641**

*Frank Rutzen und Gerd Büttner*

- 20.1 Einleitung 641
- 20.2 Grundstruktur einer Mineralölraffinerie 642
- 20.3 Standardprozessanalytoren in der Mineralölindustrie 642
  - 20.3.1 Probenvorbereitung 642
  - 20.3.2 Destillationsanalysator 644
  - 20.3.3 Cloud-Point-Analysator 646
  - 20.3.4 Pour-Point-Analysator 647
  - 20.3.5 Cold-Filter-Plugging-Point-Analysator 649
  - 20.3.6 Freezing-Point-Analysator 650
  - 20.3.7 Flammpunkt-Analysator 651
  - 20.3.8 Dampfdruck-Analysator 652
  - 20.3.9 Viskositäts-Analysator 653

- 20.3.10 Gesamtschwefel-Analysator 653
- 20.3.11 Ausblick 654
- 20.4 Mehr-Parameter-Analysatoren 654
  - 20.4.1 NIR-Analysatoren 654
  - 20.4.2 Prozess-Gaschromatograph 656
- 20.5 Fallbeispiel Blendingprozess 657
  - 20.5.1 Einleitung 657
  - 20.5.2 Das Konzept einer integrierten Blendingoptimierung 658
    - 20.5.2.1 Produktionsplanung 659
    - 20.5.2.2 Produktionssteuerungsebene 660
    - 20.5.2.3 Prozesssteuerungsebene 660
  - 20.5.3 Integration der Messtechnik in die Prozessoptimierung 661
    - Literatur* 664

## **21 Prozessanalytik in der Mikroverfahrenstechnik 665**

*Stefan Löbbecke*

- 21.1 Mikroverfahrenstechnik – Chemische Prozesse auf kleinstem Raum 665
- 21.2 Anforderungen und Besonderheiten einer Prozessanalytik für die Mikroverfahrenstechnik 668
- 21.3 Arbeiten zur Adaption von spektroskopischer Analytik an mikroverfahrenstechnische Prozesse 670
  - 21.3.1 Übersicht 670
  - 21.3.2 Inline-Messtechnik 671
  - 21.3.3 Mehrkomponentenanalytik 675
  - 21.3.4 Gasphasenprozesse 677
- 21.4 Mikrostrukturierte Sensoren für mikroverfahrenstechnische Prozesse 678
- 21.5 Fazit 679
  - Literatur* 680

## **Stichwortverzeichnis 683**