



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104303053 B

(45)授权公告日 2018.07.20

(21)申请号 201380027299.3

(22)申请日 2013.05.24

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 104303053 A

(43)申请公布日 2015.01.21

(30)优先权数据
20125560 2012.05.25 FI

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2014.11.25

(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/FI2013/050572 2013.05.24

(87)PCT国际申请的公布数据
W02013/175077 EN 2013.11.28

(73)专利权人 凯米罗总公司
地址 芬兰赫尔辛基

(72)发明人 L.维赫萨洛 E.萨亚里
I.乔恩苏尤 M.皮龙恩

(74)专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司 72001

代理人 王岳 陈岚

(51)Int.Cl.
G01N 30/00(2006.01)
D21G 9/00(2006.01)
G01N 1/28(2006.01)

(56)对比文件
CN 1410155 A,2003.04.16,
EP 1673975 A1,2006.06.28,
US 5240618 A,1993.08.31,
CN 1613542 A,2005.05.11,
CN 1212635 A,1999.03.31,
CN 1410155 A,2003.04.16,
CN 1271381 A,2000.10.25,
CN 1345624 A,2002.04.24,

审查员 黎作佳

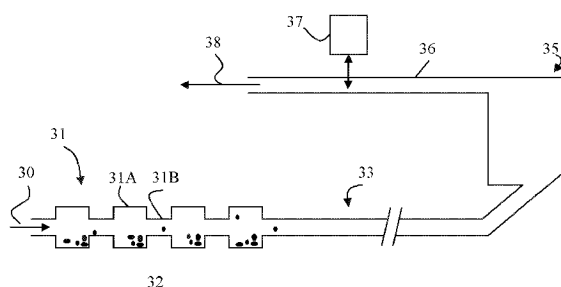
权利要求书2页 说明书9页 附图8页

(54)发明名称

用于分析包含固体物质液体并监视或控制包含此类液体的过程的方法和系统

(57)摘要

本发明涉及一种用于分析包含固体物质的工业液体样本的方法和设备。根据固体物质的颗粒度和/或质量将样本分级,从而产生样本粒级。将样本(30)引导至具有凹坑(31B)的分解通道(31)。施加具有不恒定时间速度分布的液体流通过所述分解通道(31),以使用液体流将样本的固体物质从所述一个或多个凹坑逐渐带走以提供所述样本粒级。在一个实施例中,分级在场流分级(FFF)通道(33)中进行。分级的样本从作为可选部分的均质器管(35)经由导管(36)引导至测量设备(37)以测量所述样本粒级中的至少一个的至少一个物理或化学性质。



1. 一种分析包含固体颗粒的液体样本的方法,该方法包括:
 - 通过将所述样本引导至具有一个或多个凹坑的分解通道并且施加具有不恒定时间速度分布的液体流,以使用液体流将样本中的固体颗粒从所述一个或多个凹坑的逐渐地带走,根据固体颗粒的粒度和/或质量而将样本分级,从而产生样本粒级,其中当与所述一个或多个凹坑相互作用时,以在所述样本上产生水力剪切的速度施加液体流;
 - 测量所述样本粒级中的至少一个的至少一个物理或化学性质。
2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于随着流速改变而用液体流将样本的颗粒逐渐地从所述一个或多个凹坑释放。
3. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于液体流和凹坑适于在样本上引起所述水力剪切以分解样本中的絮凝体。
4. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于所述一个或多个凹坑由沿着流动方向的分解通道的截面面积的加宽以及前面和后面的缩窄形成。
5. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于凹坑的数目为至少2个。
6. 根据权利要求5所述的方法,其特征在于凹坑的数目为至少5个。
7. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于所述一个或多个凹坑至少部分地由分解通道中的壁限定。
8. 根据权利要求7所述的方法,其特征在于所述一个或多个凹坑至少部分地由分解通道中的本质上垂直的壁限定。
9. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于所述分级是连续的过程且所述测量是在分级进行的同时在线执行的。
10. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于样本中的固体颗粒具有机械地或化学地絮凝的倾向。
11. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于样本被以由于剪切力而引起样本的初始分解的速度引导至分解通道。
12. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于在将样本引导至分解通道之后,在施加液体流之前停止样本流。
13. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于所述一个或多个凹坑适于至少以时间速度分布的某些速度提供液体流的至少局部不稳定运动。
14. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于所述速度分布包括具有作为时间的函数的逐渐或逐步增加的时间速度的至少一个分布部分,所述分布部分中的最高流速比所述分布部分中的最低流速高至少5倍。
15. 根据权利要求14所述的方法,其特征在于所述分布部分中的最高流速比所述分布部分中的最低流速高至少10倍。
16. 根据权利要求14所述的方法,其特征在于所述分布部分中的最高流速比所述分布部分中的最低流速高至少25倍。
17. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于在颗粒从分解通道被释放的情况下,液体流被从分解通道引导至场流分级(FFF)通道。
18. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于液体流被从分解通道引导至具有大于分解通道的平均直径的平均直径的均质器通道并且可选地在分解通道之后的场流分级(FFF)通

道。

19. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于至少一个物理或化学性质中的所述测量包括测量样本粒级中的至少一个的浊度、疏水性、样本粒级的粒度和/或样本粒级中的至少一个中的固体颗粒的光学响应,或者获得样本粒级中的至少一个的图像。

20. 根据权利要求19所述的方法,其特征在于所述光学响应是荧光或散射响应

21. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于样本悬浮液是原始或已处理纸浆样本或滤液。

22. 根据权利要求21所述的方法,其特征在于样本悬浮液是白色水样本。

23. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于其是针对从纸浆制造过程、纸或纸板制造过程、废水处理过程、脱盐过程、膜法或石油或采矿过程的悬浮液中连续地获取的样本的在线监视目的,或此类过程的控制而自动地执行的。

24. 一种用于测量包含不同尺寸的固体颗粒的样本悬浮液的系统,该系统包括:

- 用于提供样本悬浮液的装置,
- 分解通道,具有一个或多个凹坑,以及用于当与所述一个或多个凹坑相互作用时,以在所述样本上产生水力剪切的速度通过所述分解通道施加液体流,以用于根据粒度和/或质量将样本悬浮液分级从而产生样本粒级的装置,以及
- 用于测量样本粒级中的至少某些的至少一个物理或化学性质的装置。

25. 根据权利要求24所述的系统,其特征在于所述一个或多个凹坑每个由沿着流动方向的分解通道的截面面积的加宽以及前面和后面的缩窄形成。

26. 根据权利要求24所述的系统,其特征在于所述一个或多个凹坑至少部分地由分解通道中的壁限定。

27. 根据权利要求26所述的系统,其特征在于所述一个或多个凹坑至少部分地由本质上垂直的壁限定。

28. 根据权利要求24所述的系统,其特征在于包括用于以引起样本的时间不稳定流动的速度将样本引导至分解通道的装置。

29. 根据权利要求24所述的系统,其特征在于用于施加液体流的装置适于以不恒定时间速度分布来馈送液体流。

30. 根据权利要求29所述的系统,其特征在于所述不恒定时间速度分布包括具有作为时间的函数的逐渐或逐步增加的速度的至少一个分布部分,所述分布部分中的最高流速比所述分布部分中的最低流速高至少5倍。

31. 根据权利要求30所述的系统,其特征在于所述分布部分中的最高流速比所述分布部分中的最低流速高至少10倍。

32. 根据权利要求30所述的系统,所述分布部分中的最高流速比所述分布部分中的最低流速高至少25倍。

33. 根据权利要求24所述的系统,其特征在于包括与分解通道依次地耦合以用于样本的进一步分级的场流分级(FFF)通道。

34. 根据权利要求1-23中的任一项所述的方法或根据权利要求24-33中的任一项所述的系统的使用,用于监视和/或控制具有流的工业过程,所述流包含具有不同尺寸和/或质量的固体颗粒。

用于分析包含固体物质液体并监视或控制包含此类液体的过程的方法和系统

技术领域

[0001] 本发明包括包含固体物质的工业液体的测量和/或监视技术。特别地,本发明涉及包含固体物质液体的采样,比如森林工业、石油和采矿业及水处理过程的水悬浮液或滤液,以及样本的后续测量。更详细地,本发明涉及利用样本流的分级技术的在线分析方法和系统。

背景技术

[0002] 可以离线地或在线地执行工业过程中的包含固体物质液体的监视。离线方法常常涉及到分批采样和实验室分析。其具有提供关于悬浮液的准确且多样化的信息的益处但遭受相当大的时间延迟。

[0003] 另一方面,在线方法提供关于悬浮液的瞬时或几乎瞬时信息,但是能够获得的数据不如在实验室中能够实现的那样准确。某些悬浮液性质不能使用目前的在线技术来测量。

[0004] 其中需要测量包含固体物质液体的显著领域的示例是森林工业,其中需要监视木浆样本或滤液,诸如,例如线水(wire water)或增稠剂滤液以便能够控制总体过程。此外,例如石油和采矿业及水处理工业、尤其是水再利用、脱盐过程、尤其是膜法以及冷却水处理的包含固体物质液体测量起来是所关心的。许多此类悬浮液包括颗粒,其量和尺寸分布对即将到来的处理阶段具有相当大的影响。例如附聚实际上已被示出为是对造纸机上的沉积和相关流动性问题的主要威胁。然而,源于液体和滤液的木浆和制浆工业具有絮凝的强烈倾向,这使得其中的固体物质的分析具有挑战性。

[0005] 某些现有技术纸浆样本或滤液监视技术已例如通过过滤、离心分离、沉淀或列流(column flow)而利用样本分级。仅有的已知连续分级器是也称为“管分级器”的列流分级器。例如在WO 2007/122289和WO 2010/116030中讨论了管分级器。

[0006] 到目前为止,只有所谓的流式细胞术技术已示出在检测和评定例如源自于纸浆和造纸工业的纸浆样本或滤液中的颗粒计数、尺寸和/或类型方面是成功的。然而,该技术是相当尖端的,并且在测量之前要求在实验室中的手工样本预处理。另外,其不能被用于在线测量。流式细胞术测量的优点是非常全面地表征包含固体物质液体样本中的颗粒,由此,还能够检测干扰物质。

[0007] 另一方面,存在某些轻质技术,其以例如样本的总体浊度的方式提供关于小颗粒的量的水平的在线信息。然而,此类信息不足以用于所有的过程控制需要,因为该方法不能基于例如颗粒的疏水性、粒度和/或性质来区别不同类型的颗粒,由此,未提供关于干扰物质的详细信息。例如在WO 2012/010744和WO 2012/010745中讨论的此类方法。

[0008] 场流分级(FFF)表示非工业过程样本中的颗粒测量方面的方法。首先由J. C. Giddings在1966年描述的FFF允许在悬浮液中将具有不同物理性质的颗粒在物理上相互分离。在FFF中,将样本注入到FFF单元(cell)中,在那里,使颗粒经受例如温度、电、重力之类

的场,因此样本中的颗粒沉淀。使液体流垂直于沉淀场而通过单元,并且因此较小(较轻)的颗粒与较大(较重)颗粒相比在流动方向上更快速地移动。在流单元中,颗粒在层流中行进且重颗粒比轻颗粒更快速地沉淀,并且因此重颗粒与轻颗粒相比在碰触流单元壁时经历额外摩擦。存在取决于应用且最明显地取决于一个人想要分级的粒度范围而可用的许多不同的FFF系统。例如,存在在通过离心力而引发重力场的情况下可用的沉淀FFF(SdFFF)系统。

[0009] 在正常的FFF中,单元的Z尺寸在100—500 μm 范围内。对于纸浆样本或其滤液而言,这些尺寸太小而不能实现任何显著分离。同样典型的是SdFFF系统只能够处理样本的非常小量,只要使用浊度作为初级检测器,其就在造纸厂样本所需的量以下。源自于工业过程的样本、例如造纸厂样本的主要问题是存在纤维且尤其是细小纤维,其具有在FFF单元中絮凝且因此阻塞该单元的强烈倾向。这使得分流具有挑战性,因为絮凝体也俘获轻的颗粒。

[0010] 因此,现有技术方法不适合于在许多工业上重要的样本中将轻的颗粒与较重的一些分离。

[0011] 除絮凝之外,另一问题是物质的相互机械或化学粘着及粘性和疏水物质到已知分级系统的表面的附着,特别是基于交叉流过滤器或已知FFF技术的那些。因此,存在对例如用于滤液或纸浆样本的改善的分级和分析技术的需要。存在对将另外允许耗水(water-intensive)过程的连续在线监视的技术的特别需要。

发明内容

[0012] 本发明的目的是提供一种用于测量/监视包含固体颗粒的液体的新系统和方法,其克服了上述问题中的至少某些。特定目的是提供一种允许测量具有絮凝的倾向的样本的解决方案,即其通常包含机械地和/或化学地使颗粒或物质絮凝,引起样本中的固体物质的絮凝。例如,纸浆和造纸絮凝滤液常常包含细粒。另一目的是提供一种适合于宽泛粒度和相对大的样本量及宽粒度范围以允许充分的检测器响应的方法。

[0013] 特定目的是提供一种允许测量滤液或纸浆样本的粒度和/或质量分布的新解决方案。特定目的是提供一种允许测量包含固体物质的工业液体样本(例如滤液样本、木浆样本或包含木纤维的液体的滤液)的粒度分布的新解决方案。

[0014] 由如在独立权利要求中定义的方法和系统来实现该目的。

[0015] 根据一方面,分析包含不同尺寸或质量的固体颗粒的样本的本方法包括根据粒度和/或质量而将样本悬浮液分级,从而产生连续样本粒级,并测量样本粒级的至少一个物理或化学性质。本发明是基于这样的想法,即分级步骤包括将样本引导至第一通道,其在本文中也称为分解通道,具有一个或多个凹坑。该分解通道、特别是其中的凹坑被设计成使得当施加具有不恒定流速分布(profile)的液体流通过分解通道时,该液体流分解样本中的潜在絮凝体并用液体流将样本的颗粒逐渐地从所述一个或多个凹坑带走。该流被引导至第二通道,诸如场流分级(FFF)通道或根据与FFF通道相同的原理操作的通道,其中分离继续并最终产生用于测量的粒级(fraction)。

[0016] 该测量可包括以下各项中的一个或多个:散射测量、浊度测量、荧光测量、颗粒计数、成像或其它优选地光学或声学测量。

[0017] 也可在该过程的任何阶段中,即在分级之前、期间或之后,将样本或其粒级着色,以便帮助光学测量。

[0018] 根据本发明的用于测量包含不同尺寸和/或质量的固体颗粒的样本悬浮液的系统包括用于提供来自工业生产液流 (process stream) 或容器的分批样本的装置、用于根据粒度和/或质量将样本悬浮液分级从而产生样本粒级的装置以及用于测量样本粒级中的至少某些的至少一个物理或化学性质的装置。根据本发明,用于分级的装置包括具有一个或多个凹坑的分解通道和用于当与所述一个或多个凹坑相互作用时在样本上产生水力剪切的速度施加液体流通过分解通道的装置。

[0019] 在一个实施例中,通过通道中的截面面积的连续加宽和一个或多个缩窄、使得在加宽的区域处的缩窄之间形成凹坑而在通道中形成凹坑。在一个实施例中,通过使凹坑限定壁在通道内部突出来形成凹坑。

[0020] 在优选实施例中,要分析的样本包括可沉淀物质。在另一实施例中,该样本包括具有絮凝的倾向的可沉淀物质。

[0021] 在一个实施例中,将第一通道放置在第二通道前面,其将样本进一步分级,该样本在分析期间在第一通道中被分解且通常还被预先分级。

[0022] 在一个实施例中,凹坑和液体流速度分布适于在第一通道中的液体的(多个)流场中引起局部变化,但是此类变化至少并未以某些流速在第二通道中发生。

[0023] 凹坑和液体流速度分布可引起流的局部方向或流的局部速度或两者的变化。该流可在时间上是稳定的或者本质上是不稳定的。然而,在优选实施例中,流并不是湍急的,但是一般而言,也不排除某些流速下的湍流运动的存在。

[0024] 在一个实施例中,该流在分级过程的某些流速下是稳定的,但是在分级过程期间的较高流速下变得不稳定。

[0025] 如上所述,分解通道中的凹坑被设计成提供在流动的方向和/或速度方面的(多个)局地变化,并且因此使得絮凝体经历剪切力。该剪切力在分解通道中引起分解效果。流变化和剪切力的幅度一般地在通道中的平均流速增加时增加。该流至少在某些流速下在通道的某些或所有点处也可能是不稳定的。

[0026] 根据一个实施例,分级是连续过程且所述测量是在分级进行的同时在线执行的。

[0027] 这些及另外的有利实施例是从属权利要求的主题。

[0028] 本发明提供了显著优点。首先,借助于本发明,可能以这样的方式将絮凝样本中的团块与较小颗粒分离,使得其能够被容易地检测。本发明不要求昂贵的仪表,因为沿着其长度具有适当截面轮廓的简单管道是高效分级的关键。稍后在本文中描述适当设计。

[0029] 本发明是基于由于絮凝问题而引起的发现,必须在样本上施加水力剪切以便将絮凝体分解。用本发明的各种实施例,使用引起局部场流变化的分解通道来方便地实现该剪切。由于场流的局部变化(即流速和/或方向的变化),发生将絮凝体分解并将颗粒分离的剪切力。非常方便地,这通过提供上述凹坑来实现,其开始时约束颗粒,但允许其随着剪切增加和越来越多的絮凝体分解而逐渐地随着液体流被带走。

[0030] 通过对分解通道成形和确定尺寸(dimension)并选择时间速度分布来实现特别的高效分级、使得本质上始终由从凹坑到分解通道中的通流区的液体流而连续地引起到凹坑的底部和一部分的颗粒沉淀的一部分。

[0031] 气泡是非常有问题的,因为其可在传感器(例如浊度传感器)中给出响应,但是其也干扰分级。尤其是对于在线应用而言,此类产生压力的泵可能毁坏且对系统可靠性是个

威胁。如果使用泵在短循环内反复地将液体流加速和减速,则可出现气泡。由于在本发明中分解通道的形状是用于分解的主要原因,所以可使用相对慢和/或少的流速变化来实施本方法,由此不形成气泡。

[0032] 在样本或样本的所选部分的粒度分布方面,本方法的实验结果示出现有流式细胞术技术与根据本发明的系统之间的非常良好的相关。在这些实验中,使用浊度传感器、荧光计和图像分析仪作为颗粒检测器。

[0033] 然而,一般地可以针对任何样本尺寸应用本发明。样本尺寸可例如在5 ml与100 ml之间改变。粒度也不限于在ca. 100 μm ,以下的颗粒,诸如某些现有技术方法。

[0034] 本发明允许构建在线监视和/或控制系统,其中从工业生产液流或过程容器中获取分批样本并以重复方式进行测量,例如以0.5次/小时或以上的频率,特别是1次/小时或以上。在测量之后,可存在确定对改变一个或多个过程参数(诸如一个或多个化学试剂的添加速率)的需要的步骤以及如果出现此类需要的话改变此类参数的相应步骤。

[0035] 术语“凹坑”意指具有带有比其周围环境的壁表面水平更低的壁表面水平的区域且以使得样本流体(和其中的颗粒)能够在重力下进入那里的这样的方式放置在分解通道中的结构。

[0036] 本文中的术语“场流分级”(FFF)意指分离技术,其中,垂直于流的方向向通过分离通道泵送的流体悬浮液或溶液施加场、以便取决于其在由场施加的力下的不同移动性而引起存在于流体中的该颗粒的分离。在本文中,场通常是重力场。

[0037] 本文中的术语“时间速度分布”意指在分离过程期间接连地施加的至少两个不同流速的序列。

[0038] 接下来,参考附图而更详细地描述本发明的实施例和优点。

附图说明

[0039] 图1示出了根据本发明的一个实施例的方法的流程图。

[0040] 图2示出了根据一个实施例的本测量系统的各种元件的框图。

[0041] 图3示出了根据本发明的一个实施例的测量系统的示意图。

[0042] 图4示出了在没有分解通道(上)的情况下和具有分解通道(下)的情况下通过同一场流分级器单元的TMP纸浆的小型试生产(sample run)的示例。

[0043] 图5示出了用根据本发明的分级器获得的结果的比较图表。

[0044] 图6示出了流式细胞术粒度和分解通道辅助场流分级器的比较。

[0045] 图7a-7f示出了提供凹坑的分散通道的各种实施例。

[0046] 图8a-d作为图表示出了使用a)浊度传感器和b—d)图像分析仪在小型试生产中获得的测量示例。

[0047] 图9作为图表而示出了使用浊度传感器和荧光传感器的两个其它小型试生产的测量示例。

具体实施方式

[0048] 总体过程

[0049] 参考图1,根据一个实施例,本方法包括一系列的几个阶段。在阶段10中,提供来自

要监视或控制的过程的样本。通常,样本是使用自动化采样手段获取的分批样本。接下来,在阶段11中,根据本发明向分解通道馈送样本。如稍后将更详细地解释的,优选的是相对快速地向通道驱动样本,使得其经历打破样本中的潜在絮凝体的快速局部加速度。应注意的是优选地应不馈送样本,使得样本的一部分通过分解通道,因为想法是将样本整体地保持在通道且特别是其凹坑中,直至下一阶段的开始为止。

[0050] 在阶段12中,通过第一通道引导通常为水流的液体流,从那里,其前进至另一分级通道,该分级通道优选地是具有本质上或完全层流性质的FFF通道。用参考数字13来表示此阶段。首先,只有最轻的颗粒(诸如纸浆滤液的胶体砂分散颜料)首先被流带到FFF通道,但是随着时间的过去和液体流速度的增加,较重的颗粒(诸如聚合物)也被带走。速度被增加至捕捉甚至最重(或至少所关心的重量)颗粒的水平。因此,样本被有效地分级。

[0051] 在阶段14中测量已分级样本的期望性质。通常,测量涉及到光学或声学测量,但是还可以存在替换或附加测量阶段。

[0052] 还可存在一个或多个预处理阶段,其中使粒级准备好用于测量。此类预处理可包括例如第一通道之前或分级期间的样本或样本颗粒的着色。

[0053] 分解和分级阶段12和13以及通常还有测量阶段14至少部分地同时地在连续配置中发生。然而,如果不需要立即的在线结果,还可能恢复粒级以用于后续分开的测量。

[0054] 取决于样本的性质,整个分级过程可花费例如2—120分钟,通常为5—30分钟。

[0055] 参考图2,根据一个实施例,测量系统包括分级器部分20、21、22、23、24、25和测量部分26。分级器部分包括水源20和样本源21。提供了用于使用适当的通风设备(未示出)在系统中向前驱动样本21或水20的泵22。泵在前向方向上被连接到分解通道23且进一步至FFF通道24。如图2中所述的系统的主要部分是1)分解管,2)场流分级器单元和3)均质器管(25)。

[0056] 在图3中,示出了图2的方框23—26的更具说明性示意图。用数字30来表示样本和水输入流并用数字38来表示输出流。示例性分解通道31被提供有加宽31A和缩窄31B,使得向加宽31A的区域形成凹坑。如上所述的凹坑用于将絮凝体分解并在分解通道31之后根据颗粒的尺寸和/或质量而逐渐地将其释放到FFF通道33。分级在FFF通道33中进行。作为可选部分的均质器管35包括具有比FFF通道33更大的截面面积的器皿,并使离开FFF通道的颗粒群体和絮凝体均质化成一个群体。已分级样本经由导管36从均质器管35引导至测量设备37,其被布置成测量样本的期望物理和/或化学性质。

[0057] 分解通道

[0058] 例如,诸如线水之类的木浆和纸浆滤液具有絮凝的强烈倾向。这使得标准FFF技术无用,因为絮凝体还俘获轻的颗粒。因此,必须在分解管中的样本上施加水力剪切以便将絮凝体分解。

[0059] 在分解管中,样本以高的方向和/或速度变化通过区段,并且因此样本被分散。大或重的颗粒与小或轻的颗粒相比更晚离开该管,因此分解管在样本被馈送到场流分级器之前还产生样本的某些预先分级。

[0060] 借助于通道中的凹坑来实现未分解及大絮凝体和颗粒的所需方向和/或速度变化和“保持”。可以以各种方式来形成凹坑,在图7a-7f中图示出其中的某些。

[0061] 图7a示出了具有由加宽和缩窄73A形成的连续凹坑72A的分解通道71A,凹坑72A的

底部处于比缩窄73A的底部更低的水平。通道71A的上壁是平坦的。

[0062] 图7b示出了还具有连续凹坑72B和缩窄73B的分解通道71B。在本实施例中,在凹坑72B的区域中的通道71B的上壁也相对于缩窄73A的区域被提高。形成凹坑的加宽可对称地向两个垂直方向延伸(以及向水平方向,如果期望的话)。向上延伸的加宽可用来帮助分解和/或保持分解管71B中的絮凝体。

[0063] 图7c示出了分解通道71C,其中,已通过将向上延伸壁74C放置到另外恒定直径通道的底部而形成凹坑72C。两个相邻壁74C限定其之间的凹坑72C,并且具有向通道形成局部缩窄73C的效果。

[0064] 图7d示出了图7c的实施例的变体。除底部中的第一壁74D之外,在通道的顶壁上还存在第二壁75D。在第一壁74D之间形成凹坑72D并在已对准第一和第二壁74D、75D之间形成缩窄73D。第二壁75D可用于帮助分解和/或保持分解管71D中的絮凝体。

[0065] 图7e示出了图7e的实施例的变体。通道的顶壁中的第二壁75E并未邻近于第一壁74E,而是与之交错。在第一壁74E之间形成凹坑72E并在第一和第二壁74D、75D与通道壁之间形成缩窄73E。第二壁75D可用于帮助分解和/或保持分解管71D中的絮凝体。

[0066] 图7f示出了图7a和7b的变体。在本实施例中,分解通道71F是向上和向下弯曲通道,其中,弯曲的低区域形成凹坑72F。与图7a的平坦顶壁配置相比,相对延伸区域73F可帮助絮凝体的分解。

[0067] 为了给出某些非限制性示例,分解通道的内截面面积可从在缩窄区域处的1—500 mm²变化至凹坑区域处的3—1500 mm²。凹坑的数目在另一方面可在1—100、特别是2—20之间改变。通常,2—10个凹坑将提供足够的分解。

[0068] 在所有上述实施例中,分解管的截面形状可以是几乎任何的,包括矩形、圆形和椭圆形形状。通道的加宽和缩窄还可具有相对于彼此不同的截面形状。并且,通道的不同区域之间的过渡和壁形状可不同于在图中示意性地示出的那些。特别地,除了所示垂直壁之外或替代地,可存在非垂直凹坑壁。

[0069] 如上文简要地描述的,分级操作通过向分级器系统的分解通道中馈送样本的塞(plug)而开始。因此,分解通道的总体积优选地超过样本的体积。然后,在样本塞后面馈送水流,迫使样本塞的液体前进。这样来馈送样本通过分解通道,其中,例如纤维絮凝体被分解并进行进一步分离和检测。

[0070] 根据一个实施例,在系统的此部分中,通过形状变化而迫使样本流动(比如管道的体积压缩)导致速度和/或方向改变来实现分解效果。在分解通道中,还发生某些预先分级,因为不同质量的颗粒将根据其质量而以一定速率沉淀至凹坑。另外,具有较高质量的颗粒经历更多摩擦,因为其在通道的底部上向前弹跳。溶解和胶体物质(DCS)将本质上在单元中向前移动而不沉淀且因此经历摩擦。

[0071] FFF通道和均质器管

[0072] FFF通道的目的是根据颗粒的尺寸和/或质量来布置颗粒。例如,将纤维和胶体与小颗粒分离。该分离是基于这样的事实,即大和/或重的颗粒在通道中经历较大流阻,即摩擦且位于通道的底部中。然而,液体流速度增加越多,则越重的颗粒被流获取。因此,颗粒在物理上被相互分离。用于高效分离的前提条件是在FFF通道中不存在大的絮凝体,这由分解通道确保。

[0073] 以最简单形式,本系统中的FFF通道可包括管,例如圆形、椭圆形或矩形管,其与其最大的直径相比是长的且具有恒定截面分布。长度-直径比可以是例如至少20、优选地至少50、通常至少100。根据一个实施例,FFF通道的截面面积至少与分解通道的最大截面面积相同。实际上,FFF通道的截面面积可以为例如1—2000 mm²、通常50—500 mm²。

[0074] 细粒和纤维的某些絮凝可在场流分级器单元中发生。然而,此絮凝并不俘获最小颗粒,因为在分解管中已实现足够的预先分级。离开场流分级单元的颗粒群体和絮凝体在均质器管中被均质化成一个群体。尤其是细粒的絮凝体倾向于相互间隔数十秒离开场流分级器单元。用均质器管的想法是将这些絮凝体或相同类型的颗粒混合成一个均质群体。在均质器管之后,样本进入检测器。

[0075] 流速分布

[0076] 为了获得颗粒的最佳可能分离,在分析期间必须改变样本的流速。即,流的时间速度分布是不恒定的。初始流速常常必须是非常缓慢的,以便将轻颗粒与较大或重的那些分离。为了较大或重的颗粒通过系统,必须朝着小型试生产的结束增加流速。

[0077] 优选的是调整流速,使得凹坑至少在过程的某个阶段处提供液体流的至少局部不稳定的运动。根据一个实施例,速度分布包括具有作为时间的函数的逐渐或逐步增加的速度至少一个分布部分,该分布部分中的最高流速比所述分布部分中的最低流速高至少5倍、优选地至少10倍、特别是至少25倍。

[0078] 为了给出某些示例,可以以第一流速(例如3 ml/s)将样本驱动到分解管中。然后,以在最初明显小于第一流速(例如0.2 ml/s)且逐渐增加至明显高于第一流速(例如10 ml/s)的流速馈送水。在缓慢流动阶段,只有最细颗粒前进至FFF通道,并且在高流速中,系统中的最重颗粒也前进至FFF通道且进一步至测量。

[0079] 整个序列可花费例如2—20分钟。在该序列之后,可以分析新的样本批次,可选地在分析之间清洗测量系统。

[0080] 还有可能的是必须用不同的操作参数(流速和持续时间)来运行不同类型的样本(例如纸浆样本、线水样本、高级纸张样本、SC样本、LWC样本以及其它工业领域中的不同类型的样本)。

[0081] 测量

[0082] 根据一个实施例,测量设备37是光学测量设备,包括能够成像的设备。根据替换实施例,测量设备37包括声学测量设备。

[0083] 根据一个实施例,测量设备37包括浊度传感器和/或荧光计。

[0084] 可将光学或声学测量设备布置成测量以下各项中的任何一个或多个:颗粒的光散射、样本的浊度、颗粒的荧光、基于荧光的颗粒疏水性、淬火、颗粒数目或密度或、其中能够辨别颗粒中的至少某些的样本的光学或声学二维或三维图像。如果对样本进行成像,则系统优选地装配有图像分析单元,其被配置成测量描述来自所获得图像的颗粒质量、尺寸和/或化学性质的至少一个参数。如果存在对确定样本中的颗粒的化学性质的需要,则成像是特别优选的选项,因为例如图像中的可见的透明度、密度、色彩和粗糙度描述化学性质。

[0085] 应用领域

[0086] 本发明可以用于对包含能够被分解的固体物质絮凝体或自由固体物质单元的任何样本进行分级和分析。重要示例是来自纸浆或造纸过程的纸浆悬浮液或滤液。附加示例

是来自石油、采矿或水处理过程、特别是脱盐过程、膜法、冷却水处理、水再利用的样本。

[0087] 在工业中,本发明的两个主要应用领域是过程的监视和过程的控制,特别是一个或多个过程化学品的添加速率的控制。

[0088] “控制”包括改变一个或多个过程参数的决定和动作及不改变过程参数的决定(=保持参数恒定)。可以基于根据本发明的分析手工地、半自动地或自动地执行控制。

[0089] “控制化学试剂的添加速率”涵盖控制每时间单位的体积流量和/或控制被添加到过程流的化学试剂的浓度。特别地,化学试剂可以是影响根据本发明测量的物理或化学性质的试剂。这允许过程流的高效质量控制。

[0090] 示例

[0091] 根据图3的图示的实验室原型已被成功测试且被发现能够在将样本馈送到第二单元以用于进一步分级之前产生样本的可接受分解和预先分级。该实验室原型包括在分级器单元之前安装的分解管。该分解管包括被连续地相互连接的4—5个较宽(内径9mm)和3—4个较窄(内径5mm)管。每个区段的长度为3—8厘米。

[0092] 在本文中为圆形软管的FFF通道的截面面积是133 mm²且长度为1.5 m。

[0093] 该原型用来证明根据以下示例的本发明的效果。

[0094] 示例1

[0095] 分解管的效果对于成功分离而言是必不可少的。图4示出了具有(下图)和不具有(上图)分解管的同一场流分级器单元中的两个实验(run)。样本主要包含TMP细粒。在不具有分解的情况下,细粒在单元中絮凝且因此相同质量的颗粒并不同时地离开单元(上图)。然而,当使用分解时,所有细粒都作为统一群体而离开单元(下图)。清楚的是,在没有分解的情况下,由于重的絮凝而未实现所需分离水平。

[0096] 测量设备包括在线浊度传感器。

[0097] 示例2

[0098] 图5图示出根据本发明分析的来自高级纸张机器的线水样本的分析结果。此类样本包含小和大的颗粒两者。在这种情况下,大的颗粒是颜料聚合体且小的颗粒主要是分散的颜料和木细粒。可以看到的是在本分级过程之后的浊度测量中清楚地示出了相应的峰值。大的颗粒比小的颗粒迟得多地通过系统进行洗提。

[0099] 将结果进行比较并用流式细胞术来评估分级效率。比较指示类似的颗粒分布且因此证明本分级器系统能够非常可靠地且准确地将两个主要粒度群体分离。

[0100] 在图6中,与图5中所示的相同样本被呈现为不同50 mL分级器样本的粒度分布。在分级实验期间,通过系统的样本被馈送到50 mL采样管,其然后被用流式细胞术针对粒度进行分析。根据结果,显而易见的是可以看到分级,没有分级中的小颗粒与大聚合体的重叠。

[0101] 示例3

[0102] 图8a—8d示出了通过包括在线浊度传感器和图像分析仪的系统的小型试生产的示例。样本是线水样本。浊度趋势示出系统将样本的颗粒分离成两个群体(图8a)。图像分析结果示出(图8b和8c)最轻/最小颗粒首先来自分解和FFF通道。所检测颗粒的平均直径在第一群体中是~25 μm。第二群体中的颗粒的平均直径是50 μm。颗粒的形状因数(圆度和粗糙度)作为时间的函数而改变(参见图8d),指示这两个群体中的颗粒类型是不同的。颗粒的平均圆度值在第一群体中更高,意味着其是更加球形的。颗粒的粗糙度值对于第二群体而言

更高。

[0103] 本示例使用多个不同测量技术和所观察的参数表明本分级方法能够良好地根据颗粒的物理和化学性质来布置颗粒。

[0104] 示例性4

[0105] 图9示出了针对两个不同水样本(线水)获得的结果的示例。使样本穿过装配有在线浊度传感器和在线荧光传感器的测量系统。第一浊度峰值(在200—350秒)示出轻/小颗粒的存在且第二浊度峰值(在350—500秒)示出较重/较大颗粒的存在。荧光测量示出颗粒的荧光水平。

[0106] 本示例还清楚地证明本方法适用。

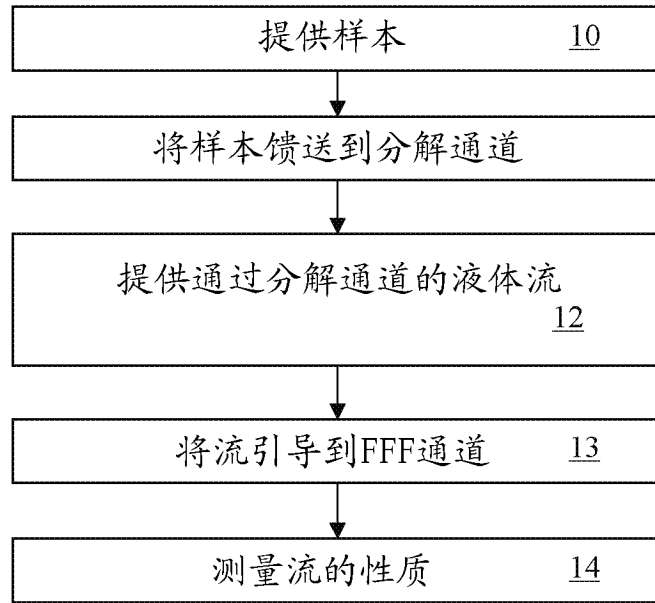


图 1

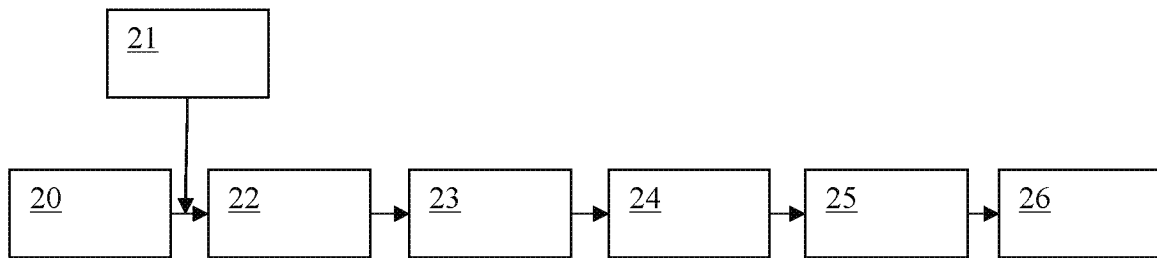


图 2

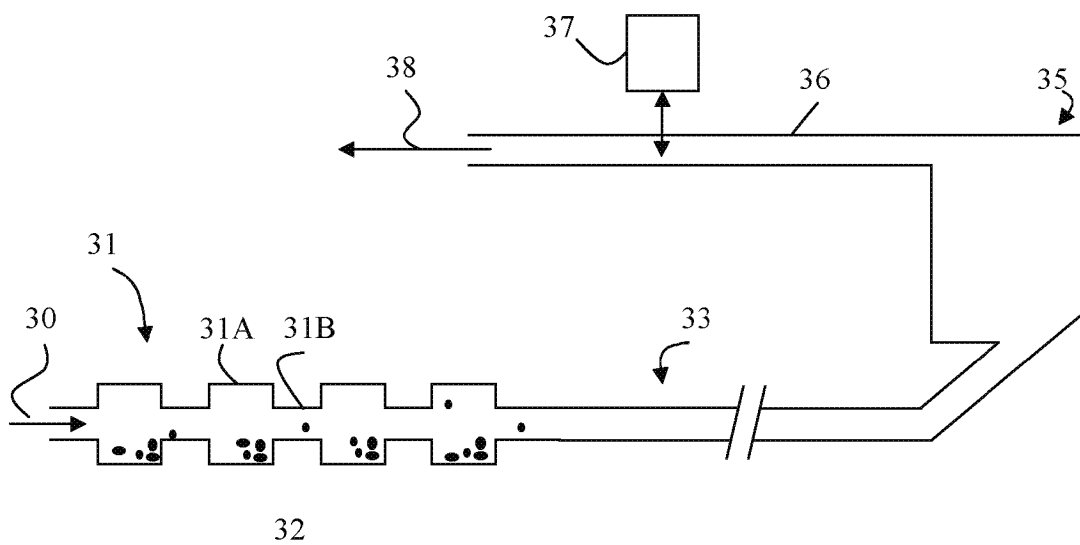


图 3

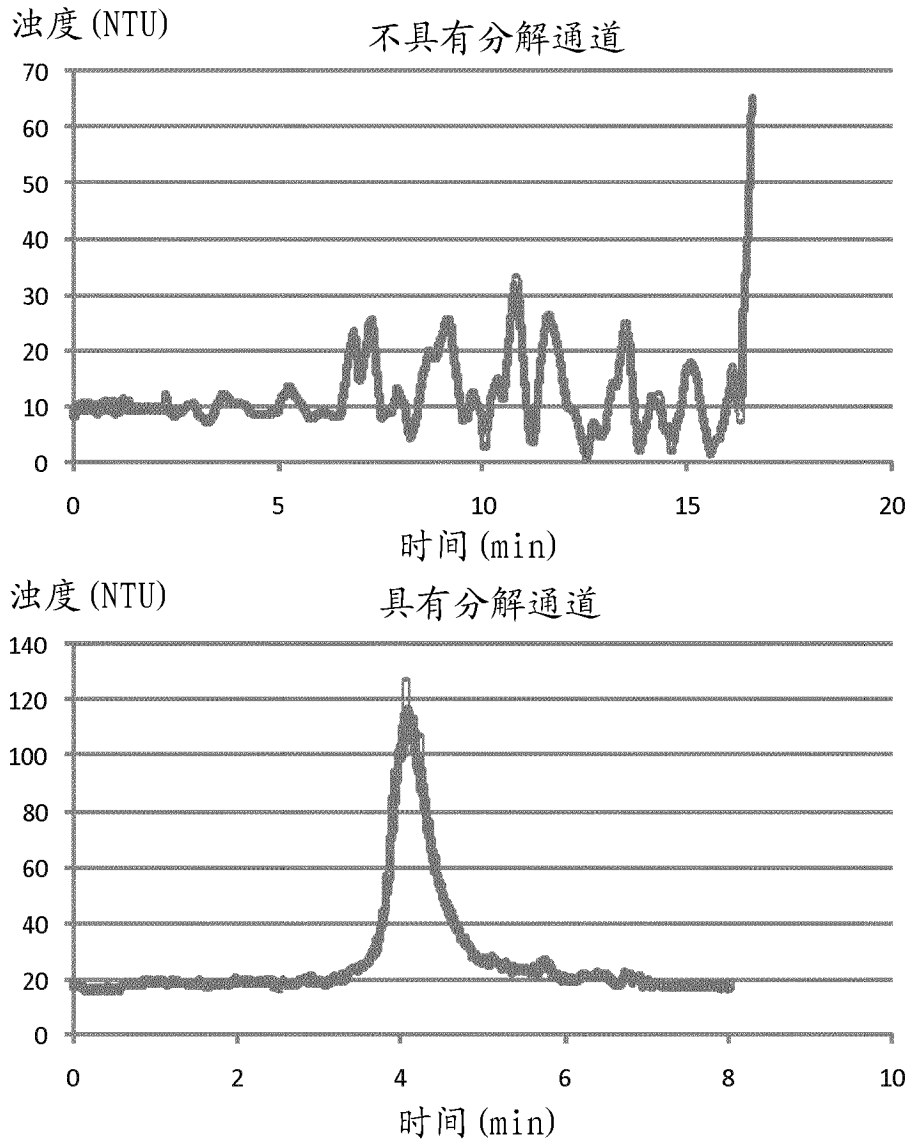


图 4

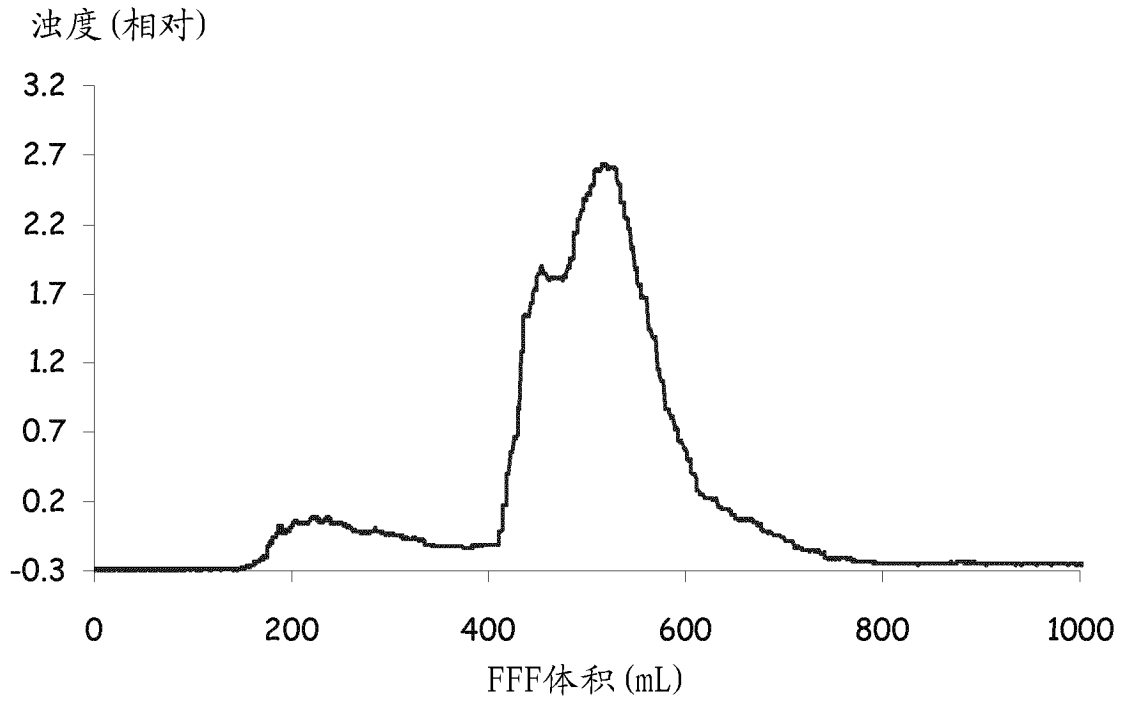


图 5

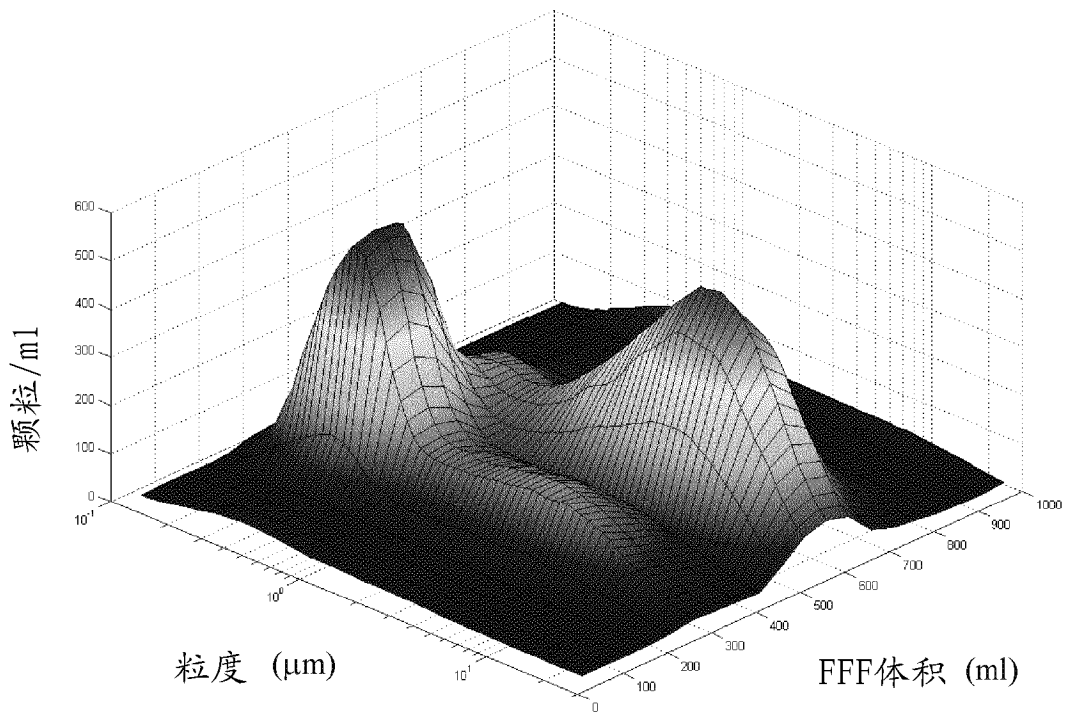


图 6

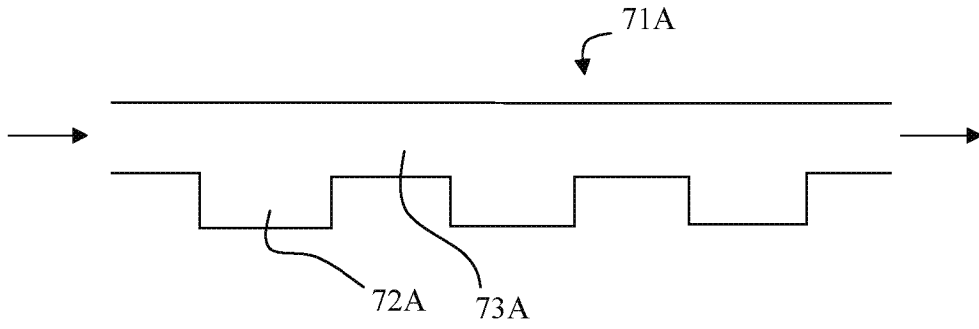


图 7a

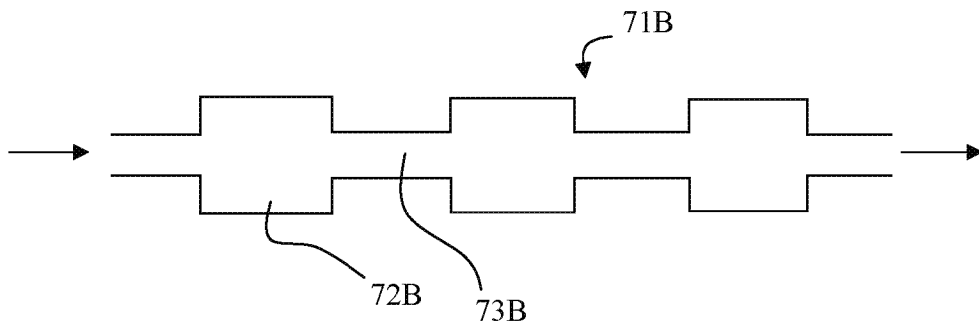


图 7b

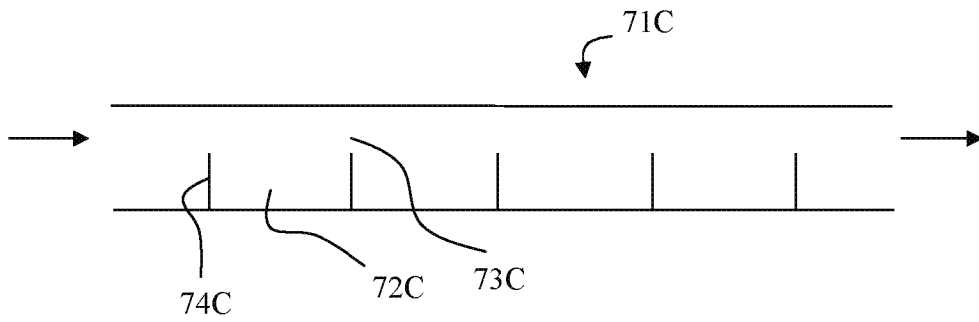


图 7c

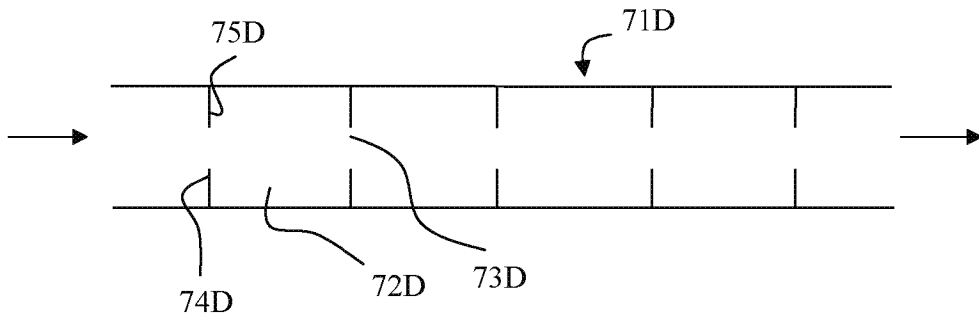


图 7d

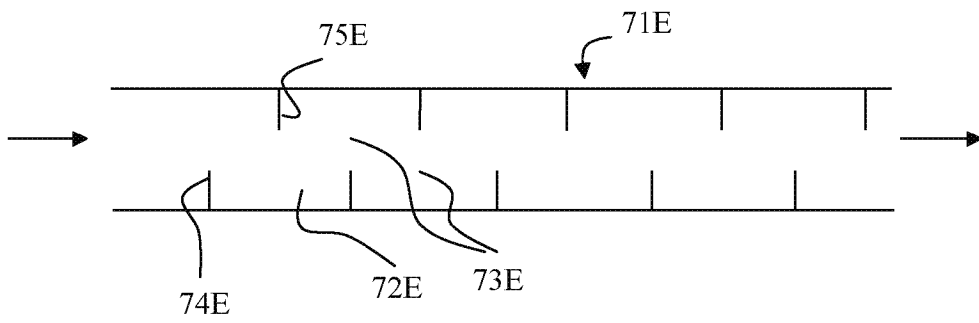


图 7e

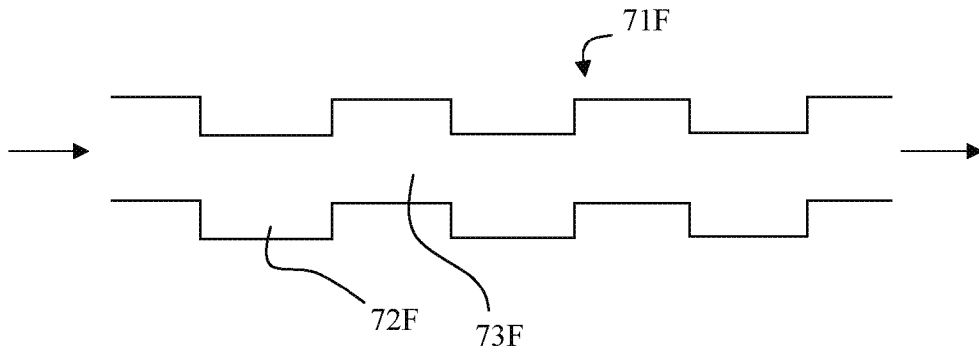
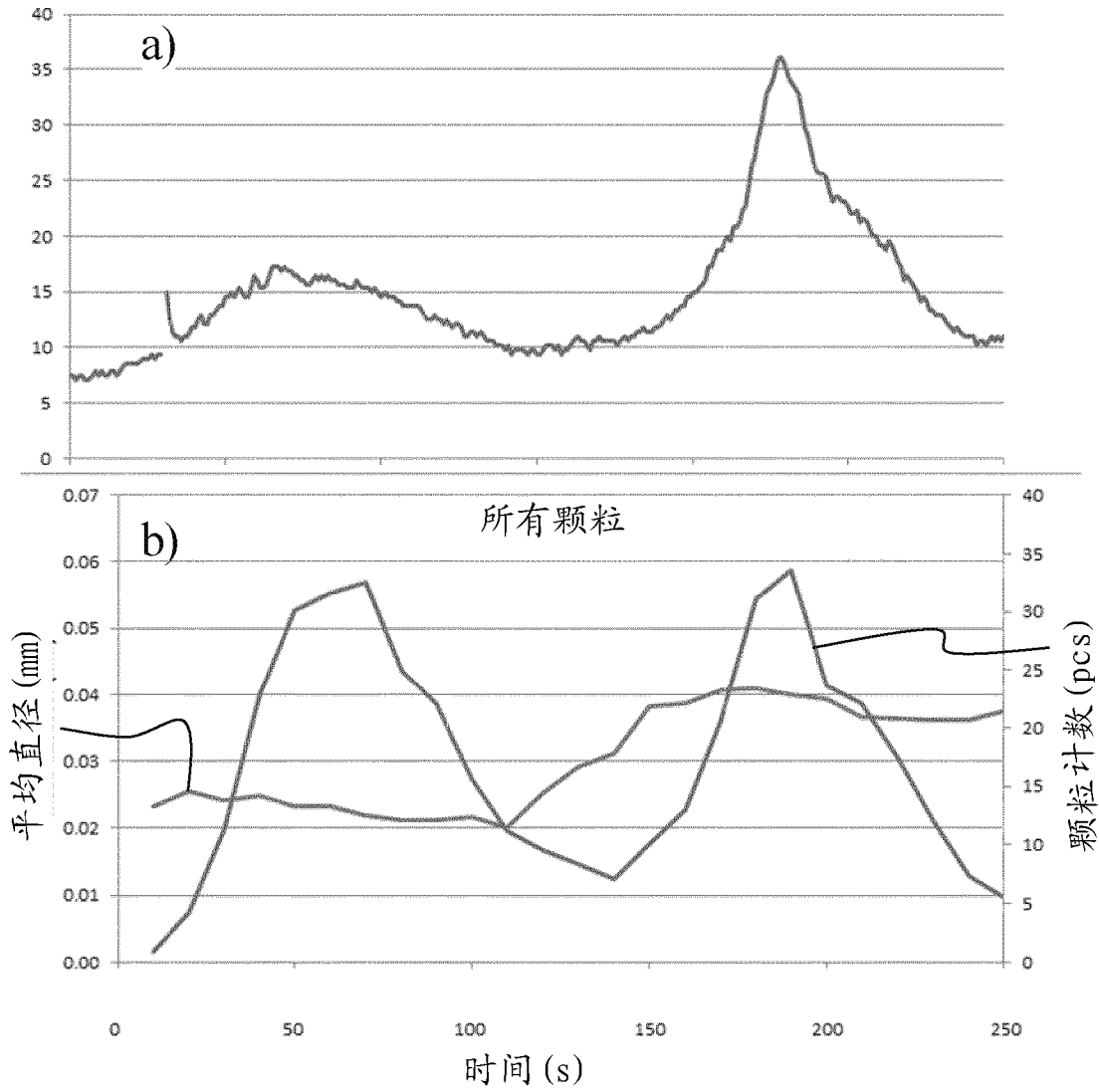


图 7f

浊度 (NTU)



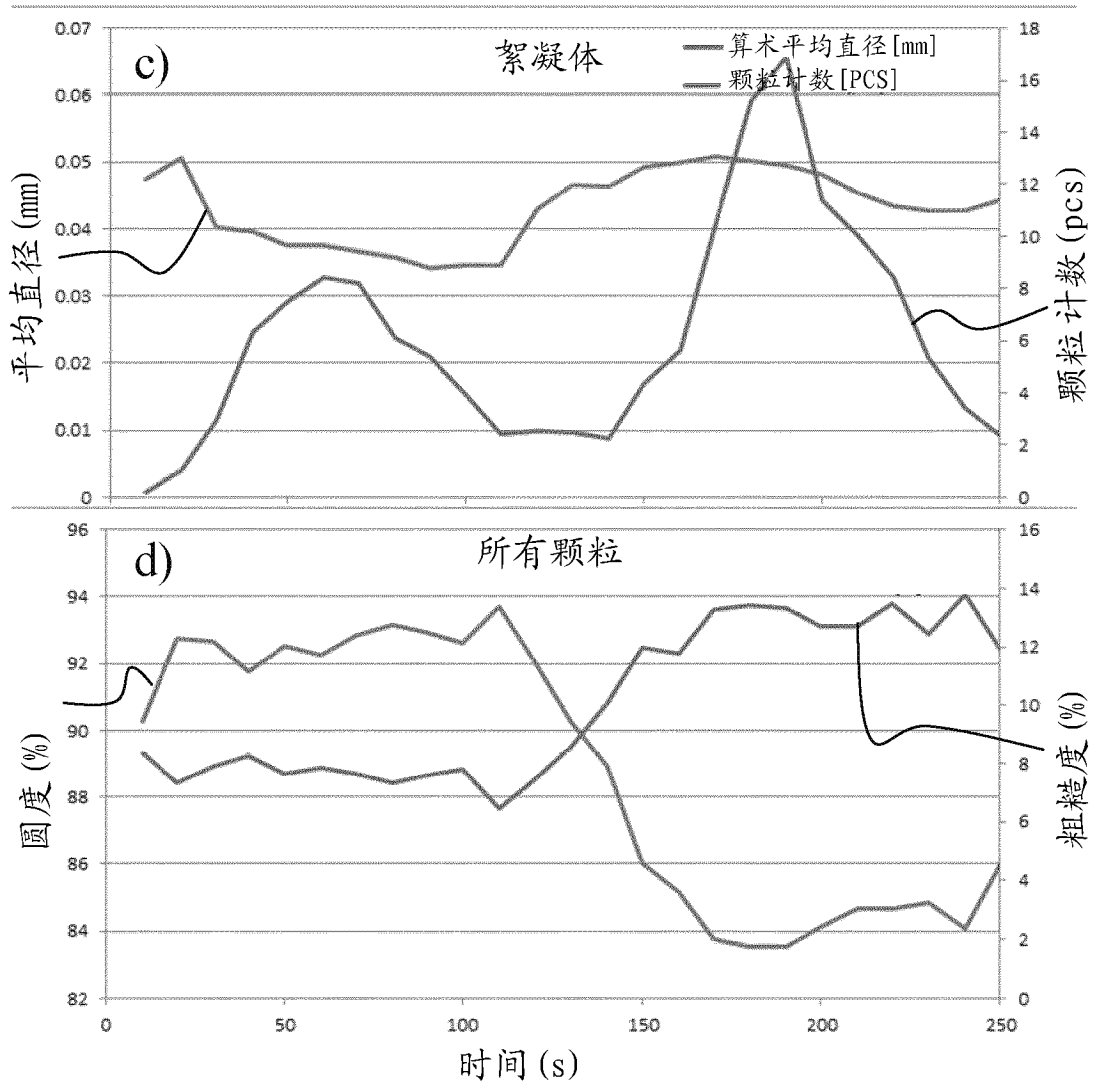


图8

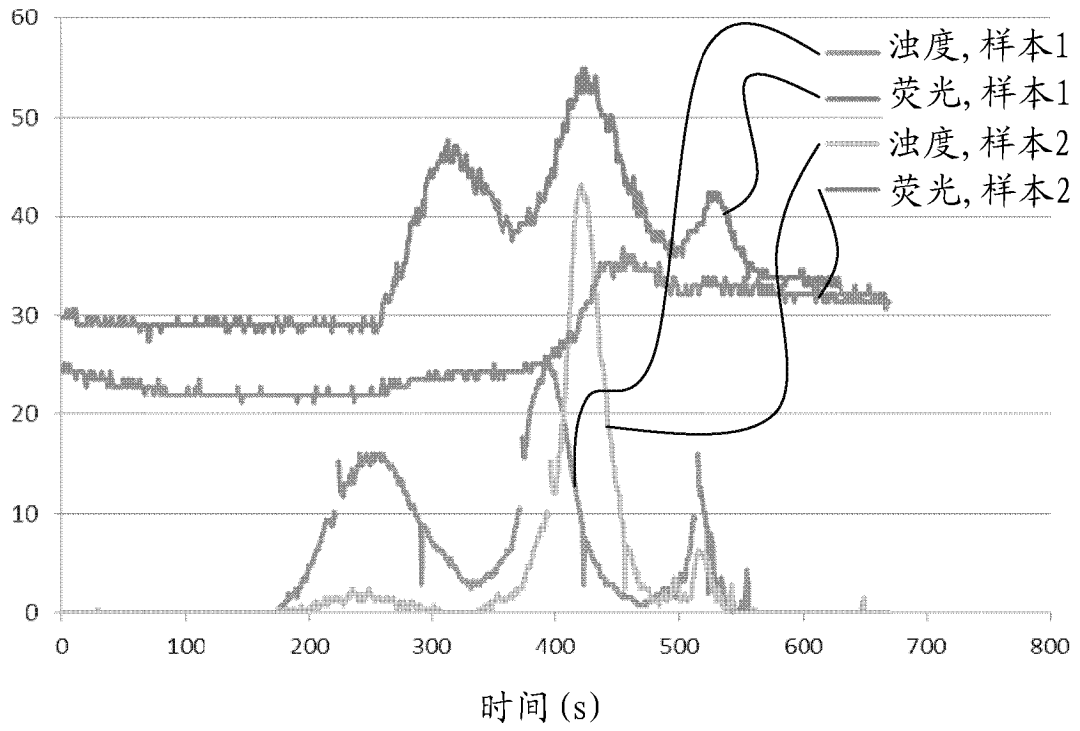


图 9