

NIR-inline-Monitoring für Mikronisierungsprozesse in überkritischem CO₂

D. Böhm*, T. Grau*, S. Johnsen*, E. Kaczowka*, A. Klotz**#, M. Türk#, G. Wiegand*, B. Zehnder†

Karlsruher Institut für Technologie (KIT),

* Institut für Katalysforschung und -technologie (IKFT),

Institut für Technische Thermodynamik und Kältetechnik (ITTK) Karlsruhe/Deutschland,

† SITEC-Sieber Engineering AG, Maur b. Zürich / Switzerland

Übersicht

Anwendungspotential des NIR in-line Monitoring

Ziel

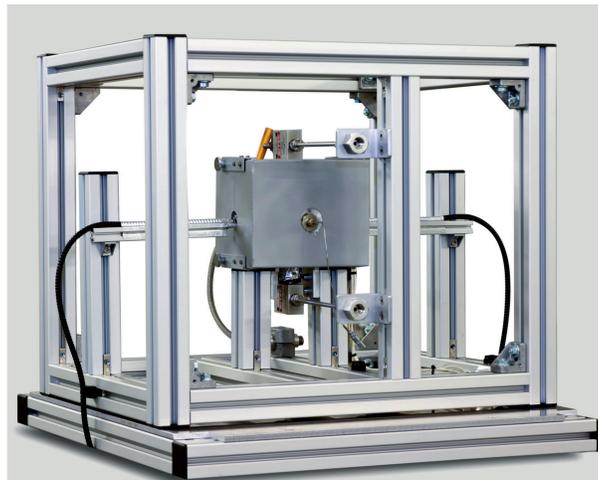
1. Extraktion:
Prozess effizient führen, rechtzeitig terminieren
2. Reaktion:
Kinetikdaten für die Prozessoptimierung

Methode

- NIR-Spektroskopie mit in-line-Kopplung
- On-line GC für Kalibrierung der Spektroskopie verfügbar (sofern keine Literaturdaten vorhanden sind)

Beispiele

- Extraktion und Teilereinigung mit überkritischem CO₂
– Abbruchkriterium
- Partialoxidation von Hexanal zu Hexansäure
– In-line Monitoring der Reaktion
– Kinetische Modellierung zur Prozessoptimierung
- NEU: inline-Monitoring beim RESS-Prozess

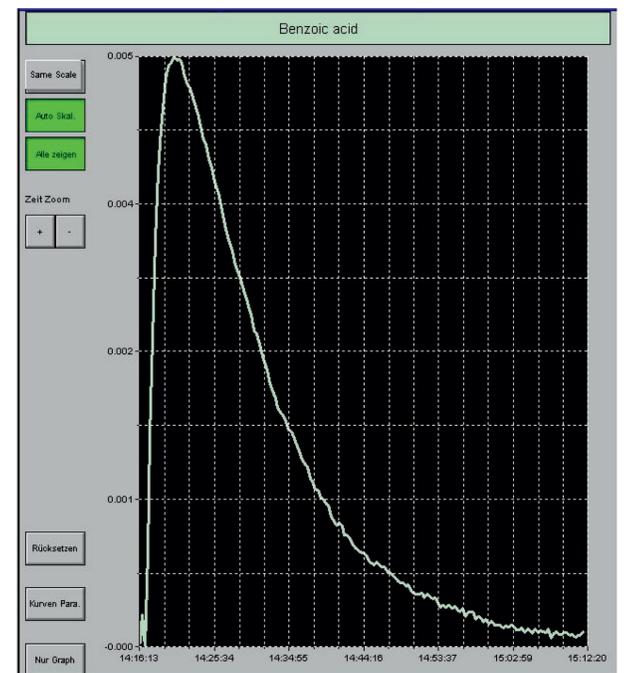
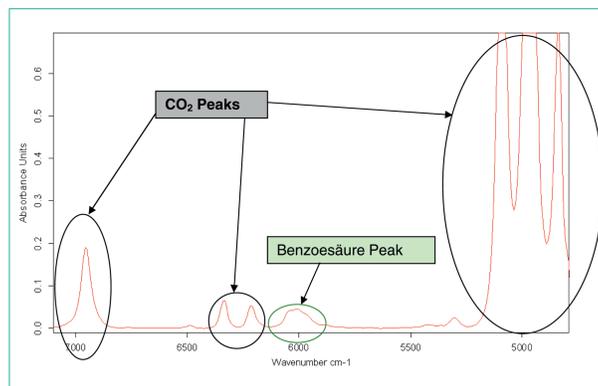
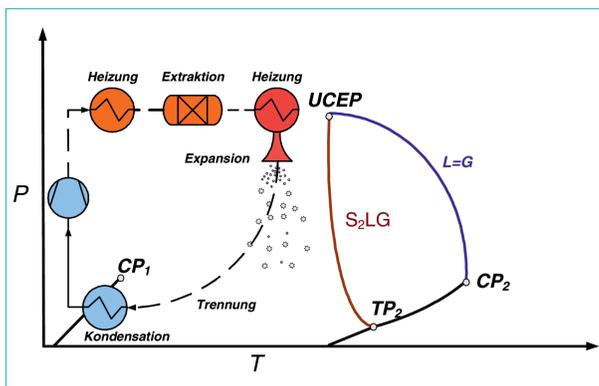


Stand der Technik

- Standardzellen auf dem Markt: 300°C bei 25 bar **oder** 50°C bei 300 bar
- Bedarf bei Extraktion mit CO₂: 40 – 80°C bei bis zu 750 bar
- Bedarf bei Reaktion in CO₂: 40 – 200°C bei bis zu 350 bar (oder mehr)
- Marktlücke geschlossen

SINASCO: max. 180°C, max. 1000 bar

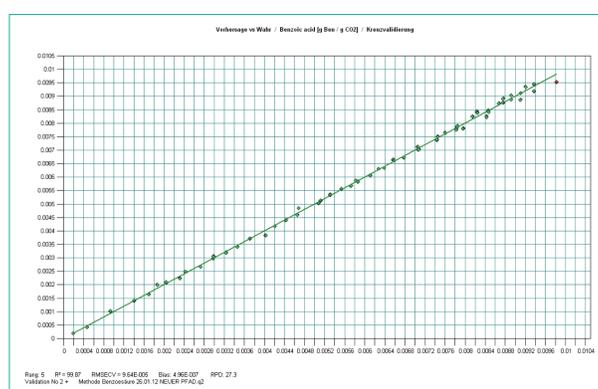
Anwendung beim RESS-Prozess



Resultate für NIR-inline-Monitoring beim RESS-Prozess

- Modellsystem: Benzoessäure/CO₂
- Kalibrierung bei 250 bar, 55°C für Machbarkeitsstudie
- Aufbau einer Laboranlage für RESS-Prozess
- Integration des Moduls SINASCO in diese RESS-Anlage
- Erfolgreiches NIR-inline-Monitoring für Benzoessäure/CO₂
- Messgenauigkeit von 0,0001 g Benzoessäure/g CO₂
- „Nebenprodukt“: Löslichkeitsdaten
– Bisher: 0,0056 g Benzoessäure/g CO₂ (0,56 gew.%)
– Neu: 0,00982 g Benzoessäure/g CO₂ (0,98 gew.%)

* Kurnik R.T., Holla S.J., Reid R.C., Journal of Chemical and Engineering Data, Vol. 26, No. 1, 1981, 46–51, Türk M., Upper G., Hils P., J. of Supercritical Fluids, 39, 2006, 253–263



Resümee

Vorteile des NIR-inline-Monitoring-Moduls SINASCO

- Kompakt
- Mobil
- Flexibel
- Einfache, schnelle Integration in bestehende Extraktionsanlagen
- Einsparung von Betriebsmitteln beim Kunden
- Schnellere Auftragsabwicklung beim Kunden
- Mehrproduktion beim Kunden

Erfolgreicher Einsatz des NIR-inline-Monitoring

Neu

- Mikronisierungsprozesse

Bisher

- Extraktion von Hopfen
- Schleifschlammbehandlung
- Teilereinigung
- Partialoxidation von Hexan zu Hexansäure

