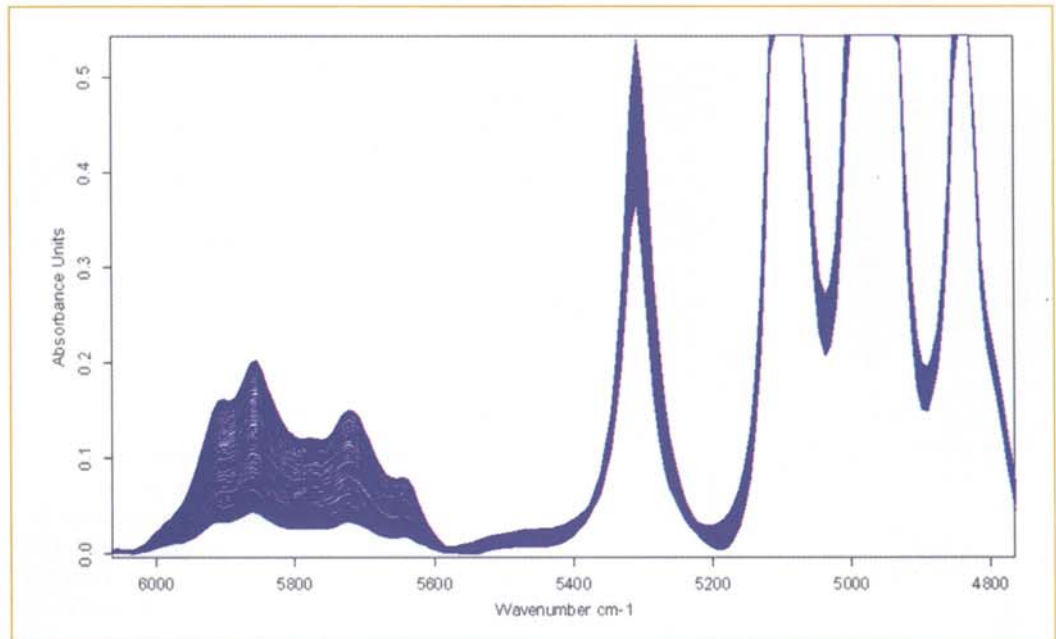


Maßgeschneidertes NIR-inline-Monitoring-Modul

Einsparung bei der Naturstoffextraktion und Teilereinigung mit CO₂

Bei der Extraktion von Naturstoffen und bei der Teilereinigung in flüssigem bzw. überkritischem CO₂ gab es bisher keine Möglichkeit, den Verlauf einer Hochdruckextraktion direkt zu verfolgen. Dies ist jedoch vorteilhaft, um den jeweiligen Stand des Prozesses zu kennen und ihn effizient beenden zu können. Im Rahmen eines Technologietransfer-Projektes wurde zwischen dem Forschungszentrum Karlsruhe und der Firma Sitec Sieber Engineering ein marktreifes mobiles Modul entwickelt, welches das NIR-inline-Monitoring sowohl von Extraktionen als auch von Reaktionen in CO₂ bis 180°C und 1000 bar ermöglicht.



Eine Marktstudie ergab, dass Standardzellen angeboten werden, die entweder für hohe Temperaturen und niedrige Drücke (300°C bei 25 bar) oder für niedrige Temperaturen bei hohen

Drücken (50°C bei 300 bar) ausgelegt sind. Bei der Extraktion mit überkritischem CO₂ liegt jedoch der Bedarf bei Temperaturen zwischen 40–80°C bei gleichzeitig hohen Drücken bis

zu 750 bar. Für Reaktionen in überkritischem CO₂ liegt der Anwendungsbereich bei Temperaturen im Bereich von 40–200°C und bei Drücken bis zu 350 bar oder mehr.

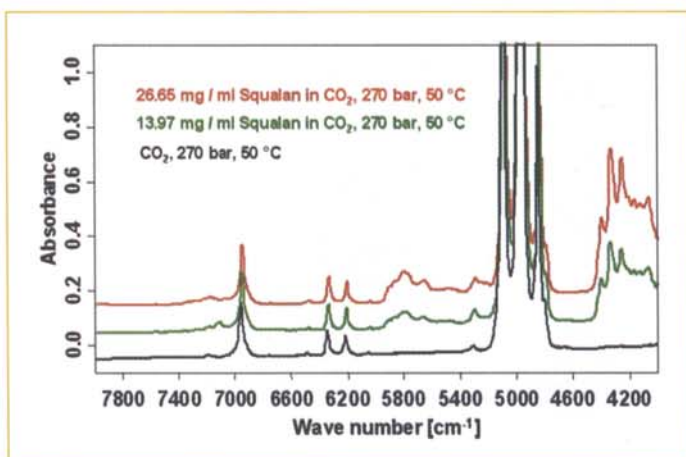


Abb. 1a: Die Banden der Naturstoffe und Öle liegen getrennt vom CO₂, wie hier für Squalan gezeigt, ...



Abb. 1b: ... das als Referenzsubstanz für Schneidöle bei der Teilereinigung in CO₂ dient.



Dr. Gabriele Wiegand,
Projektleiterin am
Forschungszentrum Karlsruhe



DI Siegbert Johnsen,
Projektingenieur am
Forschungszentrum Karlsruhe



Dr. Beat Zehnder,
Technischer Direktor der Sitec-Sieber
Engineering AG, CH-Maur/Zürich.

Anwendungspotential

Das mobile System verwendet eine Hochdrucksichtzelle mit Auslegungsdaten von 180°C und 1000 bar: Somit ist sie bedarfsgerecht und schließt die bestehende Lücke. Das Anwendungspotential für das neue NIR-inline-Monitoring-Modul besteht derzeit hauptsächlich für die industrielle CO₂-Extraktion bzw. Reinigung mit CO₂ für Prozesskontrolle, Selektivität und/oder Terminierung, wobei das CO₂ in einem geschlossenen Kreislauf gefahren wird. Flüssiges CO₂ wird durch Komprimieren und Verdampfen in den überkritischen Zustand gebracht. Dort finden Extraktion, Teilereinigung oder Reaktion statt. Durch Druckentlastung wird das Extrakt im Separator gesammelt und das CO₂ als Gas rekomprimiert und somit der Kreislauf geschlossen.

Durch das NIR-inline-Monitoring wird also eine effiziente Gestaltung des Extraktions-, Reinigungs- oder Reaktionsprozesses ermöglicht. Potentielle Anwendungen sind bei der Entkoffeinierung von Kaffee und Tee, bei der Herstellung von Hopfenextrakt, bei der Entfettung von Kakao, der Herstellung von Gewürzen, Rapsöl, Etherischen Ölen, der Reinigung von Kork, der Entfernung von Pestiziden aus Reis, der Teilereinigung und Schleifschlammreinigung. Allgemein lässt sich durch das NIR-inline-



Abb. 4: Das mobile NIR-inline-Monitoring-Modul ist eine Kombination aus Hochdruck-Sichtzelle, faseroptischem Interface und diesem Matrix-F-NIR-Spektrophotometer der Firma Bruker.

Monitoring die Bestimmung von Beladungskurven bei unbekanntenen Systemen automatisieren. Bisher waren lediglich zeitintensive Handbeprobung und Einzelauswertung möglich. Bei Reaktionen in CO₂ kann das NIR-inline-Monitoring ebenfalls erfolgreich eingesetzt werden, da sich hier die Kinetik auch bei schnellem Reaktionsverlauf direkt verfolgen lässt und die Daten für eine kinetische Modellierung zur Prozessoptimierung hervorragend verwendet werden können.

Mobiles Modul für das NIR-inline-Monitoring in CO₂

Insgesamt ergeben sich wesentliche Einsparmöglichkeiten bei der industriellen Extraktion mit CO₂ durch den Einsatz dieser NIR-inline-Monitoring-Methode. Gerade für die effiziente Terminierung von Extraktionsprozessen ist es wichtig, im Bereich niedriger Konzentrationen messen zu können, um durch das inline-Monitoring zu erkennen, wann genau der Extraktionspro-

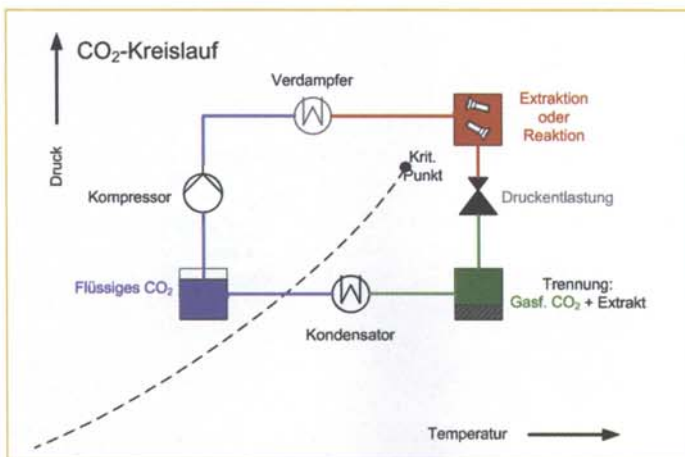


Abb. 2: Prozessschema für Extraktionen und Reaktionen in CO₂.

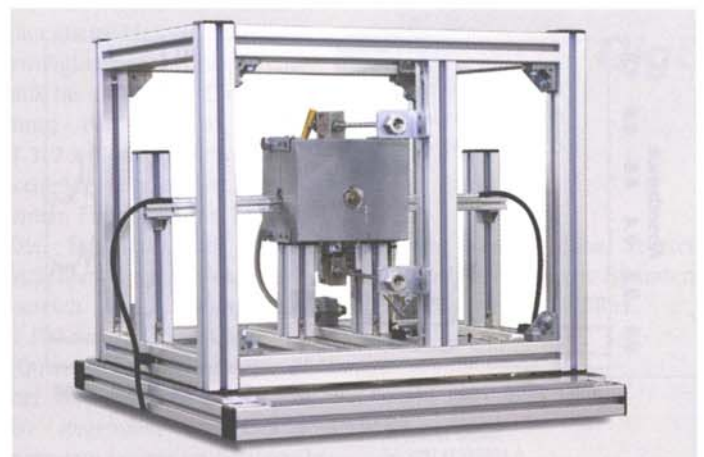
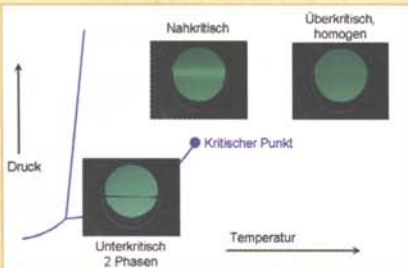


Abb. 3: Das mobile NIR-inline-Monitoring-Modul.

Warum überkritisches CO₂?

Überkritisches CO₂ wird in der Naturstoff-extraktion industriell eingesetzt, da es klassische Lösungsmittel wie beispielsweise halogenierte Kohlenwasserstoffe ersetzt und eine ganze Reihe weiterer Vorteile bietet. Entlang der Dampfdruckkurve eines Reinstoffes ste-



hen Flüssigphase und Dampfphase miteinander im Gleichgewicht. Am kritischen Punkt endet die Dampfdruckkurve. Oberhalb liegt der überkritische Bereich.

Die kritischen Daten von CO₂

Kritische Temperatur T_c	31,1 °C
Kritischer Druck p_c	73,8 bar
Kritische Dichte ρ_c	0,46 g/cm ³

Im Überkritischen ändern sich die thermophysikalischen Eigenschaften wesentlich. In homogener Phase, d.h. ohne Phasengrenze als Transportwiderstand, kann die Dichte des überkritischen Fluides kontinuierlich über Druck- und Temperaturänderung so variiert werden, dass bei einer flüssigkeitsähnlichen Dichte Transporteigenschaften und somit auch Stoff- und Wärmeübergang wie in der Gasphase herrschen. Deshalb werden Extraktionen bzw. Reaktionen im überkritischen CO₂ ausgeführt. Die Produktabtrennung erfolgt dann im 2-Phasengebiet. Das Extrakt ist frei von Lösungsmittelrückständen und hat eine konstante Produktqualität.

zess beendet ist und somit effizient abgeschaltet werden kann. Das neue NIR-inline-Monitoring-Modul ermöglicht dies. Es ist kompakt, mobil und flexibel und lässt sich daher einfach und schnell in bestehende Extraktionsanlagen integrieren. Sein Einsatz ermöglicht die Einsparung von Betriebsmitteln, eine schnellere Auftragsentwicklung und somit Mehrproduktion.

Das mobile NIR-inline-Monitoring-Modul ist eine Kombination aus Hochdrucksichtzelle, faseroptischem Interface, an das das NIR-Spektrophotometer angedockt wird. Das Modul wird von der Sitec Sieber Engineering AG aus der Schweiz vertrieben.

Die Gestaltung der Hochdruck-Sichtzelle erlaubt es, die optische Weglänge dem zu de-

Warum NIR-inline-Monitoring?

Die NIR-Spektroskopie bietet sich als inline-Monitoring-Methode bei CO₂-basierten Prozessen besonders an, da hier diskrete CO₂-Banden statt breiter, alles überlagernder Solvent-Banden zu beobachten sind. Weiterhin kann mit der Betriebssoftware des verwendeten Matrix-F-Spektrometers über den gesamten Druck-Temperatur-Konzentrationsbereich für alle Komponenten von Interesse kalibriert werden. Einzelkalibrierungen gehören somit der Vergangenheit an und ermöglichen eine schnelle Applikationsentwicklung bzw. Anpassung an veränderte Betriebsbedingungen. Die Banden der Naturstoffe und Öle liegen getrennt vom CO₂, wie hier für Squalan gezeigt, das als Referenzsubstanz für Schneidöle bei der Teilereinigung in CO₂ dient. Alle Messungen werden mit einem Vector-22- bzw. Matrix-F-NIR-Spektrometer der Fa. Bruker ausgeführt.

tektierenden Stoff und dem Konzentrationsbereich anwendungsspezifisch anzupassen. Hochdruck-Sichtzellen für das NIR-inline-Monitoring sind für Betriebsbedingungen bis maximal 1000 bar und 180 °C erhältlich. Kundenwünsche werden hierbei berücksichtigt. Die Beheizung erfolgt mittels elektrischem Heizmantel oder Doppelmantel für Flüssigkeit. Das faseroptische Interface ist speziell an die Sitec-Sichtfenster angepasst.

Die Abklärung der Machbarkeit und auch die Applikationsentwicklung werden vom Forschungszentrum Karlsruhe den Kunden angeboten. In einem ersten Schritt wird mit einer Probe vom Kunden durch Testmessungen die Machbarkeit abgeklärt. Im nächsten Schritt werden auf einer eigens dazu entwickelten Laboranlage am Forschungszentrum Karlsruhe alle notwendigen Parameter für die kundenspezifische Applikationsentwicklung ermittelt. Mit einem mobilen Gerät, einem Matrix-F-NIR-Spektrometer der Fa. Bruker, kann dann vor Ort an der Kundenanlage das Funktionieren der entwickelten Applikation demonstriert werden.

Dieser Beitrag basiert auf einem Vortrag der Autoren während der Achema 2009.

Kontakt

Dr. Gabriele Wiegand
ITC-CPV
Forschungszentrum Karlsruhe GmbH
in der Helmholtzgemeinschaft, Karlsruhe
Tel.: 07247/826194 · Fax: 07247/822244
gabriele.wiegand@itc-cpv.fzk.de · www.fzk.de

FIT FÜR DIE ZUKUNFT



Vorsprung durch Wissen: mit unseren Weiterbildungs- angeboten.

Durch den immer schneller werdenden technischen Fortschritt und neue Entwicklungen wird in Zukunft nicht nur das Produkt über den Erfolg entscheiden, sondern vor allem das Wissen um seine Anwendung.

Durch regelmäßige Weiterbildung und lebenslanges Lernen können Sie mit diesen Entwicklungen Schritt halten.

Sichern Sie sich jetzt Ihren Wissensvorsprung mit Schulungen von Pepperl+Fuchs:

- Explosionsschutz
- Funktionale Sicherheit (SIL)
- Feldbustechnik

Weitere Informationen finden Sie unter www.pepperl-fuchs.de/trainings

Pepperl+Fuchs
Vertrieb Deutschland GmbH
Lilienthalstraße 200 · 68307 Mannheim
Telefon: +49 621 776-2222
Fax: +49 621 776-27222
E-Mail: pa-info@de.pepperl-fuchs.com
www.pepperl-fuchs.de

PEPPERL+FUCHS
PROTECTING YOUR PROCESS