

Inline-Übersättigungsbestimmung in Kristallisatoren mittels Differenzrefraktometrie

Anwendungsgebiet

Die Kristallisation aus Lösungen findet vielfältige Anwendung in der Ernährungs-, der chemischen-, pharmazeutischen und in der Grundstoffindustrie. Bei der Kristallisation wird aus einer zwei- oder mehrkomponentigen Lösung (wässrig oder organisch) eine Komponente kristallisiert, die dann beispielsweise durch Filtration mit möglichst hoher Ausbeute und Reinheit gewonnen werden kann. Das Kristallinat soll in der Regel bestimmte Qualitätsanforderungen hinsichtlich Kristallgrößenverteilung, Reinheit und Kristallform erfüllen. Bisher werden Kristallisationsprozesse nicht anhand der Übersättigung geführt, da keine geeigneten Inline-Sensoren zur Verfügung stehen.

Stand der Technik

Als geeignete Messmethoden zur Messung der Übersättigung werden u.a. die Dichtemessung mittels "Biegeschwinger", die Refraktometrie, die Messung der Ultraschallgeschwindigkeit sowie die ATR-FTIR-Spektroskopie angeführt. Alle beschriebenen Methoden sind aus verschiedenen Gründen wie schlecht definierte Lösungen oder vorhandene Kristalle nicht über den Labormaßstab hinausgekommen.

Erfindung

Die Erfindung umfasst einen Sensor, der die oben beschriebenen Hindernisse umgeht und sowohl robust als auch möglichst universell einsetzbar ist. Der Sensor ist in der Lage, über Differenzrefraktometrie mittel polarisiertem Licht im Reaktor die Übersättigungskonzentration zeitnah zu messen. Die Abtrennung der Kristalle ist dazu nicht erforderlich, da der Brechungsindex über die Änderung der Totalreflexion vom Mess- und Referenzzelle jeweils an der Grenzfläche der Lösung zu einem Prisma bzw. einer Linse gemessen wird. Dazu liegt eine gesättigte Lösung in der Referenzzelle vor, die ungelöste Kristalle enthält und über eine für Kristalle undurchlässige Membran mit dem Kristallisor verbunden ist. Das Gleichgewicht zwischen Referenzlösung und Messlösung stellt sich in der Regel innerhalb von 30 Sekunden ein.

Ihre Vorteile auf einen Blick:

- Messung des Übersättigungsgrads einer Lösung in ca. 30 Sekunden.
- Exakte Steuerung des Kristallisationsprozesses.
- Qualitätssteigerung der kristallinen Produkte hinsichtlich Homogenität und Reinheit.

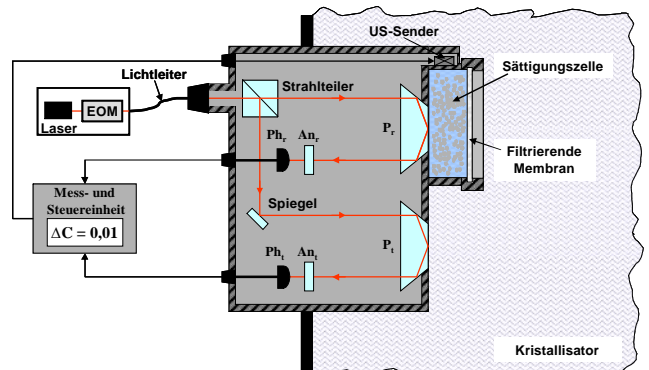


Abb. 1: Schema des Inline-Sensors zur Übersättigungsmessung.

Technologietransfer

Die Technologie-Lizenz-Büro GmbH ist mit der Verwertung beauftragt und bietet Unternehmen die Möglichkeit der Lizenznahme.

Patent-Portfolio:

Deutsche Patentanmeldung 2005
Int. PCT-Anmeldung 2006 geplant.

Kontakt: Dr.-Ing. Hubert Siller

hsiller@tlb.de

Technologie-Lizenz-Büro (TLB)
der Baden-Württembergischen Hochschulen GmbH

Ettlinger Straße 25, D-76137 Karlsruhe
Tel. 0721 79004-0, Fax 0721 79004-79
www.tlb.de