



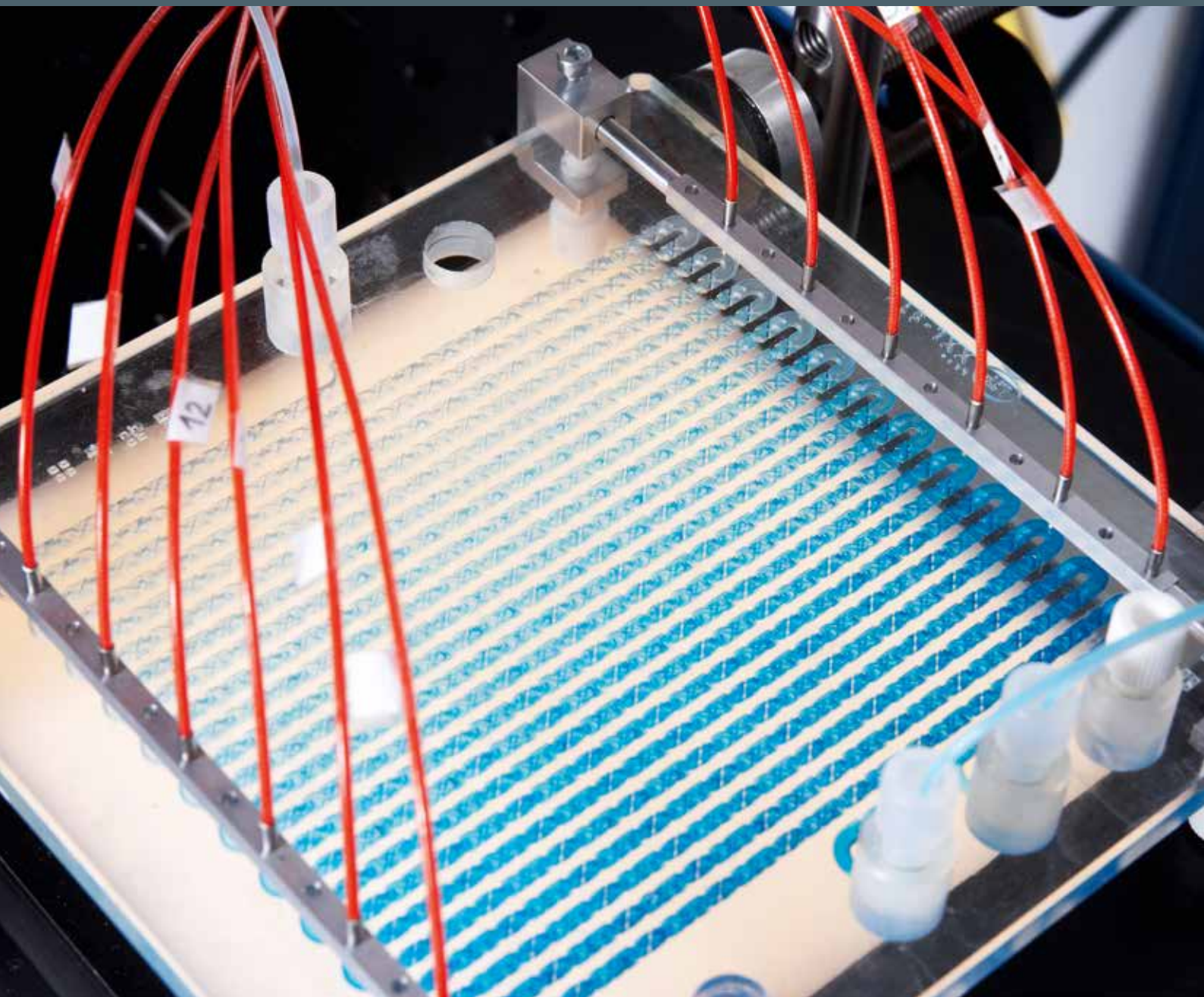
Fraunhofer

ICT

FRAUNHOFER-INSTITUT FÜR CHEMISCHE TECHNOLOGIE ICT

PROZESSANALYTIK

DIAGNOSE, OPTIMIERUNG UND
ÜBERWACHUNG CHEMISCHER PROZESSE





PROZESSANALYTIK

DIAGNOSE, OPTIMIERUNG UND ÜBERWACHUNG CHEMISCHER PROZESSE

Viele chemische Prozesse bieten ein signifikantes Optimierungspotenzial, wenn die Reaktionswege zur Produkt- und Nebenproduktbildung sowie die zugrundeliegenden Kinetiken im Detail analysiert und verstanden werden. Mit diesen Analysedaten können die Prozesse gezielt optimiert, hohe und gleichbleibende Produktqualitäten erzielt und letztendlich Prozesskosten gesenkt werden.

Spektroskopische Prozessanalytik

Der Trend in der Prozessindustrie geht zunehmend weg von singular in die Prozesskette integrierten Sensoren hin zu innovativen online-analytischen, insbesondere spektroskopischen Messmethoden. Am Fraunhofer ICT wird Inline- bzw. Online-Prozessanalytik bereits in einem frühen Stadium bei der Auslegung und Optimierung von chemischen Prozessen eingesetzt. Dies geschieht in Form von schwingungsspektroskopischen (Raman-, Mittel- und Nahinfrarotspektroskopie) und absorptionsspektroskopischen (UV/Vis) Methoden, die einzeln oder miteinander kombiniert an den chemischen Prozess adaptiert werden. Eigenentwickelte optische Messzellen bilden hierbei häufig die Schnittstelle zum Prozess.

Neben der Prozessdiagnose und -optimierung werden prozessanalytische Daten auch für die aktive Steuerung und Kontrolle chemischer Prozesse verwendet. Dies dient sowohl der Qualitätskontrolle als auch der Prozesssicherheit, da kritische Prozesszustände frühzeitig erkannt und behoben werden können.

Spektroskopische Prozessanalytik an Mikroreaktor-Prozessen

In der industriellen Praxis ist es jedoch häufig aus technischen, sicherheitstechnischen oder wirtschaftlichen Gründen schwer oder sogar unmöglich, Prozessanalytik direkt vor Ort zu installieren und zu betreiben. Hier kann die Mikroreaktionstechnik Abhilfe schaffen, indem sie technische Prozesse im

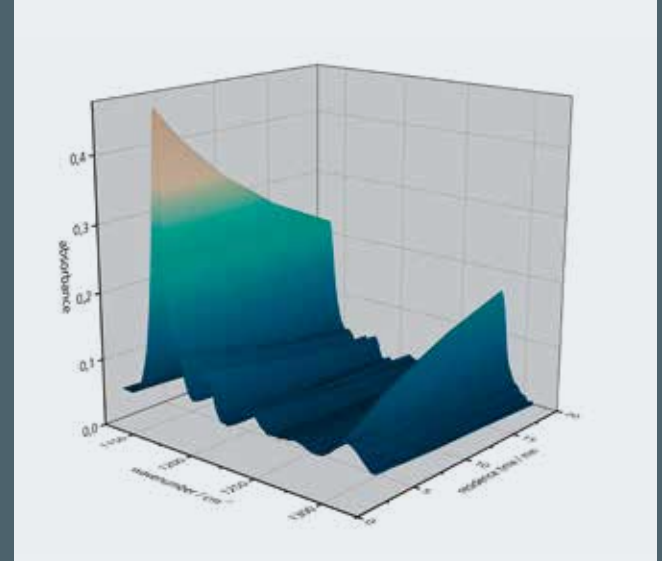
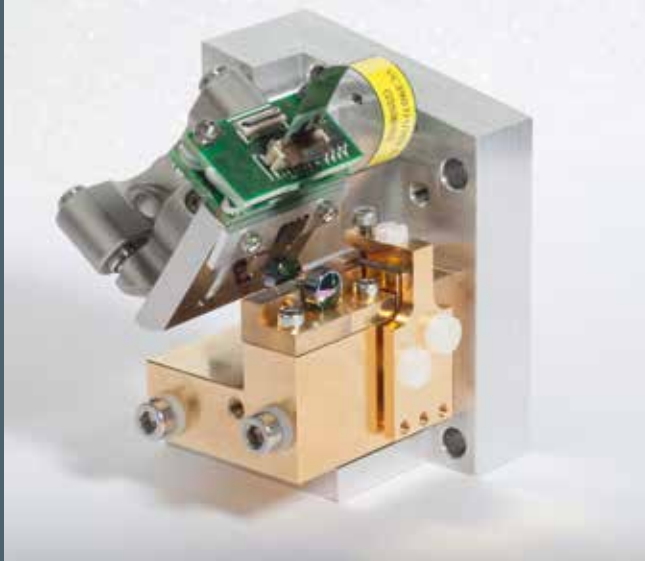
Kleinen und unter kontinuierlicher Prozessführung nachstellt. Aufgrund der kompakten Baugröße können Prozesse mittels adaptierter Prozessanalytik mit hoher zeitlicher und räumlicher Auflösung verfolgt werden. Die Mikroreaktionstechnik ermöglicht im Bereich der Prozessentwicklung ein systematisches Screening unterschiedlicher und zum Teil bislang nicht zugänglicher Prozessparameter. Unter Einsatz statistischer Versuchspläne und chemometrischer Analyseverfahren, die in Echtzeit quantitative Analyseergebnisse zur Produktzusammensetzung eines Reaktionssystems liefern, können geeignete Prozessfenster und Prozessoptima identifiziert werden.

Räumlich und zeitlich hochauflösende Prozessanalytik

Am Fraunhofer ICT werden modernste Imaging-Verfahren, wie zum Beispiel das Pushbroom-Imaging, eingesetzt, die die spektrale Information in einem Objektfeld simultan erfassen. So können beispielsweise chemische Prozesse mit hoher Ortsauflösung in einem ausgewählten Abschnitt eines Reaktionsraums in Echtzeit spektroskopisch verfolgt werden. Die Verwendung von Lichtleitern erlaubt es zudem, diese Imaging-Technik für die Multiplex-Spektroskopie an vielen diskreten, frei wählbaren Positionen eines chemischen Prozesses einzusetzen. Diese Form der Reaktions- oder Prozessstomographie liefert eine Vielzahl an kinetischen und mechanistischen Informationen und ermöglicht die Verfolgung eines chemischen Prozesses über längere Distanzen und größere Reaktionsbereiche. Pushbroom-Imaging kann derzeit im UV-, Vis- und NIR-Bereich eingesetzt werden.

Auch im mittleren Infrarotbereich (MIR) erlaubt die Verwendung von Lichtleitern mittlerweile die Multiplex-Spektroskopie zur Verfolgung chemischer Prozesse an mehreren Messstellen. Dies, in Kombination mit der hohen Selektivität und dem spezifischen Informationsgehalt in diesem Spektralbereich, macht die Infrarot-Spektroskopie zu einem wichtigen Prozessanalysetool, insbesondere beim Reaktionsscreening und der Prozessauslegung im frühen Stadium.

SERS-Analysesystem für mikrofluidische tropfenbasierte Hochdurchsatz-Screeningexperimente.



Neueste Entwicklungen im Bereich der zeitlich hochaufgelösten Spektroskopie im mittleren Infrarotbereich nutzen den Einsatz moderner, laserbasierter Lichtquellen. Das Fraunhofer ICT setzt miniaturisierte Quantenkaskadenlaser (QCL), die in Kooperation mit weiteren Fraunhofer Instituten entwickelt werden, in der Prozessanalytik ein. Die hohe Strahlungsintensität, eine schnelle Durchstimbarkeit im kHz-Bereich, die äußerst kompakte Bauweise sowie eine einfache Prozessintegration dieser neuartigen Halbleiterlaser bieten gänzlich neue Möglichkeiten der Infrarotspektroskopie in der Prozessanalytik.

Spektroskopie-Software

Maßgeschneiderte Prozessanalysesysteme erfordern flexible Softwarelösungen. Die am Fraunhofer ICT entwickelte Software RecoMat ermöglicht die Ansteuerung zahlreicher Spektrometer, um aufgezeichnete Spektren direkt zu analysieren und zu bearbeiten sowie eine qualitative oder quantitative Online-Auswertung vorzunehmen. Neben der reinen Spektrometersteuerung kann die Software auch für die Prozessüberwachung (remote controlled) in einem übergeordneten Prozess betrieben werden und mit der Steuerungstechnik über gängige Protokolle kommunizieren. In Kombination mit entsprechenden Aktoren wird die Anlagensteuerung somit zu einer automatischen Inline-Prozessregelung ausgebaut. RecoMat gestattet sowohl die Erstellung benutzerdefinierter Spektrenbehandlungsmethoden als auch die Einbindung selbst erstellter Kalibriermodelle für chemometrische Auswertungen zur Online-Quantifikation (Prediction) und Online-Identifikation (Classification). Aufgrund der Unterstützung mehrkanaliger Spektren wird die Software auch im Multiplex-Betrieb und für die örtlich hochaufgelöste Prozessspektroskopie, zum Beispiel Pushbroom-Imaging, eingesetzt.

Oberflächenverstärkte Raman-Spektroskopie

Mit der oberflächenverstärkten Raman-Spektroskopie (Surface Enhanced Raman Scattering, SERS) können die Nachweisgrenze und Empfindlichkeit der Raman-Spektroskopie drastisch erhöht werden. Insbesondere beim biologischen und biochemischen Screening liefert SERS spezifische Informationen zur stofflichen Zusammensetzung und bedarf, im Gegensatz zu üblicherweise eingesetzten UV/Vis- oder Fluoreszenzspektroskopischen Methoden, keiner Markierung. Am Fraunhofer ICT wurde ein atline SERS-Analysesystem für mikrofluidische tropfenbasierte Hochdurchsatz-Screeningexperimente entwickelt. Es basiert auf einem SERS-funktionalisierten Array, auf dem bis zu 500 Proben einer kontinuierlichen, segmentierten Strömung automatisch detektiert, abgelegt und mit einer Raman-Sonde analysiert werden.

BILDER OBEN

Links: Miniaturisierte Laserquelle, die einen Quantenkaskadenlaser mit einem schnell oszillierenden optischen Mikrogitter als wellenlängenselektives Element (external cavity (EC) QCL) kombiniert (© Fraunhofer IAF, Freiburg).

Rechts: 3D Plot einer mit einem QCL-Spektrometer analysierten Reaktionssequenz

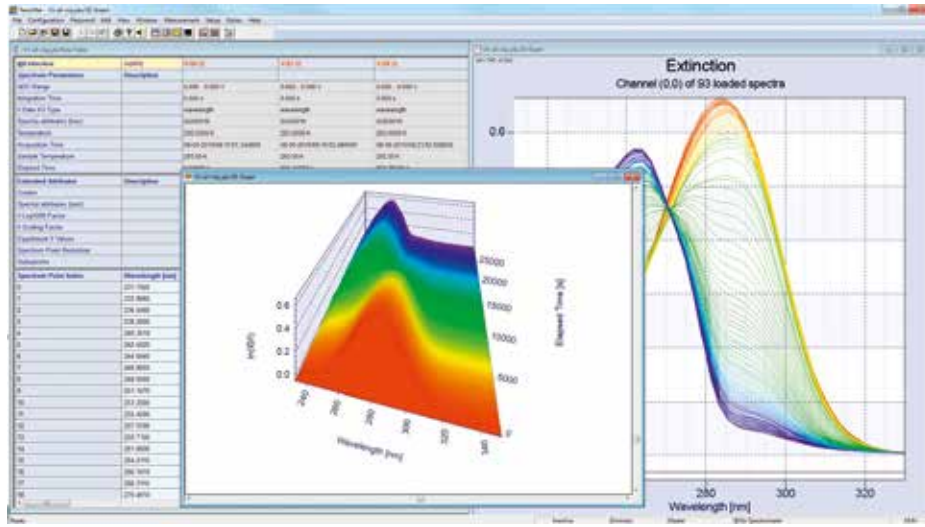
BILD RECHTS

Lichtleiterbasierte Multiplex-Infrarotspektroskopie an einem kontinuierlichen Mikroreaktorprozess.



PROZESSANALYTIK





UNSER ANGEBOT

Mit den von uns entwickelten und eingesetzten spektroskopischen Prozessanalysetechniken ermöglichen wir tiefe Einblicke in die chemischen Prozesse unserer Kunden. Wir erfassen Informationen über die Produktzusammensetzung sowie kinetische und mechanistische Daten am laufenden Prozess, die für die Auslegung von Prozesskomponenten und die Wahl geeigneter Prozessbedingungen entscheidend sind. In Kombination mit Screeningverfahren, statistischer Versuchsplanung und chemometrischen Methoden identifizieren wir geeignete Prozessfenster und Prozessoptima.

Unseren Kunden bieten wir Machbarkeitsstudien, Detailanalysen einzelner Prozessschritte sowie die Auslegung und Optimierung chemischer Prozesse vom Labor- bis in den technischen Maßstab an.

BILD OBEN

Bedienoberfläche der von Fraunhofer ICT entwickelten Spektroskopie-Software RecoMat.

BILD LINKS

SERS-Analysesystem für mikrofluidische tropfenbasierte Hochdurchsatz-Screeningexperimente.

TITELBILD

Räumlich und zeitlich hochauflösende Prozessanalytik in einem Konti-Reaktor mittels Pushbroom-Imaging.

**Fraunhofer-Institut für
Chemische Technologie ICT**

Joseph-von-Fraunhofer-Straße 7
76327 Pfinztal (Berghausen)

Institutsleitung:
Prof. Dr.-Ing. Peter Elsner

Ansprechpartner

Dr. Dušan Bošković
Telefon +49 7 21 4640-759
dusan.boskovic@ict.fraunhofer.de

www.ict.fraunhofer.de