

## Experimentelle Untersuchung der Eignung der Totalreflektionsmethode für die Entwicklung eines In-line Sensors zur Messung der Übersättigung in Suspensionskristallisatoren

<b>Förderinstitution:</b>	Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI), Bonn
<b>Forschungsstelle:</b>	Universität Karlsruhe (TH) Institut für Thermische Verfahrenstechnik Prof. Dr. M. Kind
<b>Industriegruppe:</b>	Verein der Zuckerindustrie e.V., Bonn/Berlin
	Projektkoordinator: Dr. J. Bernard Südzucker AG Mannheim/Ochsenfurt, Obrigheim
<b>Laufzeit:</b>	2003 – 2004
<b>Zuwendungssumme:</b>	€ 40.660,-- (Förderung durch den Forschungsfonds des FEI)

### Ausgangssituation:

Die Übersättigung einer Lösung ist die treibende Kraft für Wachstum und Keimbildung bei der Lösungskristallisation. Sie stellt somit eine wichtige Größe für die Steuerung von Kristallisationsprozessen dar. Ihre Ermittlung im Betrieb ist eine bis heute jedoch weitgehend ungelöste Aufgabe. In der Literatur werden als geeignete Messmethoden zur Messung der Übersättigung zum Beispiel die Dichtemessung mittels "Biegeschwinger", die Refraktometrie, die Messung der Ultraschallgeschwindigkeit und die ATR-FTIR-Spektroskopie angeführt. Keine dieser Messmethoden ist bisher über den Einsatz im Labormaßstab herausgekommen. Folgende Gründe sind hierfür verantwortlich:

- Eine genaue Kenntnis der Sättigungskurve ist notwendig; ihre Bestimmung ist jedoch aufwändig.
- Vielfach wird die Messung durch anwesende Kristalle gestört, d.h. eine Abtrennung der Kristalle ist vor der Messung notwendig.
- Die notwendige Messempfindlichkeit wird nicht erreicht.

Die beschriebenen Nachteile dieser Methoden können umgangen werden, wenn es gelingt, einen hochempfindlichen Sensor zu entwickeln, der in Kristallsuspensionen neben einem Messwert für die übersättigte Lösung gleichzeitig

auch einen Messwert für die gesättigte Lösung ermittelt. Die Differenz dieser Messwerte stellt ein Maß für die Übersättigung dar.

Der von der Forschungsstelle verfolgte Lösungsansatz erfordert die Messung von Konzentrationen. Notwendig hierfür ist es, ein geeignetes Messverfahren zu entwickeln, mit welchem die Konzentration von Lösungen ohne vorherige Abtrennung der suspendierten Kristalle gemessen werden kann. Die bei der Messung erreichte Empfindlichkeit muss ausreichen, um daraus die Übersättigung der Lösung ermitteln zu können.

Ziel des Forschungsvorhabens war es, die Eignung der Totalreflektionsmethode, die eine Messung des Brechungsindex der zu untersuchenden Lösung ermöglicht, für die Entwicklung eines In-line Sensors zur Messung der Übersättigung einer Lösung zu überprüfen.

### Forschungsergebnis:

Um die Empfindlichkeit des Verfahrens zu überprüfen, wurde zunächst der Brechungsindex einer klaren wässrigen Lactoselösung bei unterschiedlichen Konzentrationen  $X_i$  [g gelöster Stoff/g Wasser] ( $X_1=0$ ,  $X_2=0,013$ ,  $X_3=0,026$ ) ermittelt. Dazu wurde Wasser bei einer konstanten Temperatur von 20° C unterschiedliche Mengen von Lactose zugegeben und der Bre-

chungsindex der resultierenden Lösung gemessen. Diese Messungen zeigen, dass sich die Methode für die Messung von Brechungsindizes und somit auch für die Messung von Konzentrationen klarer Lösungen eignet.

Entscheidend für die Verwendbarkeit dieses Verfahrens in der Kristallisation war aber der Einfluss von suspendierten Kristallen auf die Messung des Brechungsindex der Lösung. Daher wurde der Brechungsindex der Lösung einer kristallhaltigen Suspension bei unterschiedlichen Kristallanteile (~20 % und ~5 %) gemessen. Die Ergebnisse zeigen, dass der Brechungsindex der gesättigten Lösung einer Suspension bei unterschiedlichen Kristallanteilen keinen Einfluss auf die Messwerte hat. Daher scheint diese Methode für die Messung in Suspensionen geeignet zu sein. Dieser Sachverhalt ist dadurch zu erklären, dass die Eindringtiefe des Lichtstrahls in der Suspension sehr klein ist (~300 nm). Dadurch bleibt die Messung des Brechungsindex auf die partikelfreie Lösung begrenzt.

#### **Wirtschaftliche Bedeutung:**

Die Untersuchungen dienen zur Vorbereitung eines AiF/FEI-Gemeinschaftsforschungsvorhabens zur Entwicklung eines In-line Sensors zur Messung der Übersättigung in Suspensionskristallisatoren.

Die Totalreflektionsmethode ermöglicht sowohl die Entwicklung eines Übersättigungssensors als auch die Entwicklung von Prozessmessgeräten zur Konzentrationsbestimmung. Zuverlässige,

unempfindliche und einfache Messmethoden sind Voraussetzung für die exakte Führung von industriellen Prozessen. Durch das Vorhaben besteht die Chance, dass die Führung von Kristallisationsprozessen in der Lebensmittelindustrie und anderen Industriezweigen verbessert und darüber hinaus die Grundlage für die Entwicklung neuer Prozessmessgeräte gelegt werden kann.

Allein in Deutschland gibt es ca. 30 und weltweit etwa 1.000 Zuckerfabriken mit jeweils mehreren Kristallisatoren, die vom Einsatz eines solchen Sensors profitieren würden. Des Weiteren werden Kristallisatoren bei einer Vielzahl von Prozessen in der Lebensmittelindustrie sowie in der pharmazeutischen und chemischen Industrie eingesetzt.

#### **Publikationen (Auswahl):**

1. FEI-Schlussbericht 2004.

#### **Weiteres Informationsmaterial:**

Universität Karlsruhe (TH)  
Institut für Thermische Verfahrenstechnik  
Kaiserstr. 12, 76131 Karlsruhe  
Tel.: 0721/608-2390, Fax: 0721/608-3490  
E-Mail: matthias.kind@ciw.uni-karlsruhe.de

Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI)  
Godesberger Allee 142-148, 53175 Bonn  
Tel.: 0228/372031, Fax: 0228/376150  
E-Mail: fei@fei-bonn.de