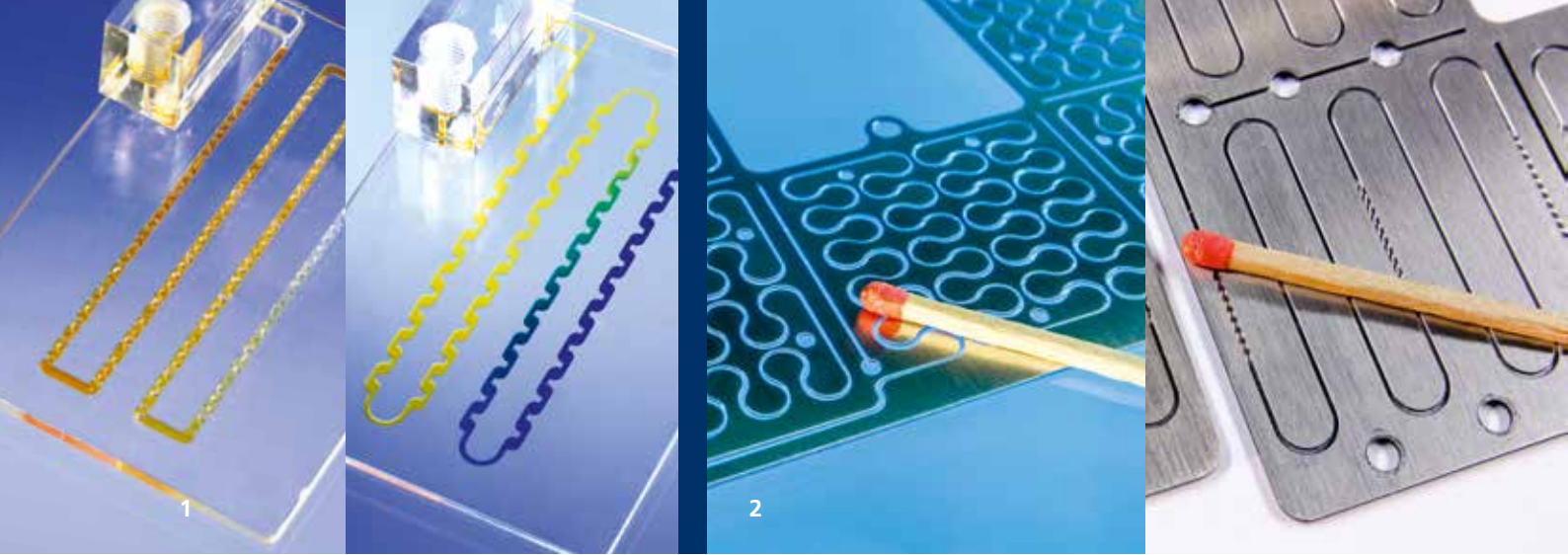


# REAKTIONSKALORIMETRIE IN MIKROREAKTOREN SCHNELLES REAKTIONSSCREENING UND PROZESSDESIGN





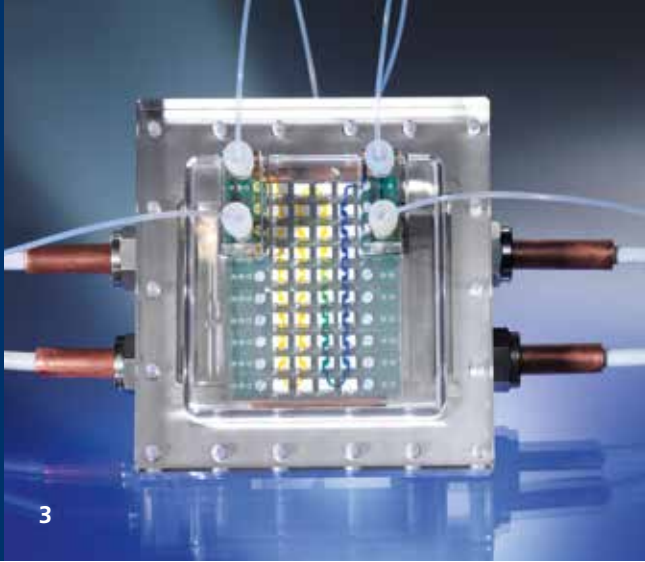
Zur Einhaltung eines möglichst minimalen »time-to-market« ist es notwendig, bereits in der frühen Phase der Prozessentwicklung über detaillierte Kenntnisse eines chemischen Reaktionssystems zu verfügen, damit eine zuverlässige Entscheidung bezüglich Synthese- und Verfahrensführung getroffen werden kann. Für die Durchführung schneller Reaktionsscreenings sind daher Untersuchungsmethoden notwendig, die einen hohen Informationsgehalt bei gleichzeitig kurzen Versuchszeiten gewährleisten. Eine leistungsfähige Prozessanalytik, die diese Anforderungen erfüllt, basiert auf der Verknüpfung von kontinuierlicher Mikroreaktionstechnik mit kalorimetrischer Messtechnik.

Am Fraunhofer ICT werden kontinuierlich betriebene Reaktionskalorimeter auf Basis von Mikroreaktoren entwickelt, die ein schnelles Screening von thermokinetischen Kenndaten ermöglichen. Herzstücke des Messsystems sind auf Seebeck-Elementen basierende Sensorarrays zur lokalen quantitativen Erfassung von Wärmeströmen. Die Sensorarrays bestehen aus bis zu 40 Einzelsensoren, die die in einem Mikroreaktor entstehenden Wärmeströme mit entsprechend hoher zeitlicher und räumlicher Auflösung erfassen können. Die Messung der Wärmeströme hat den Vorteil, dass die Wärmefreisetzung direkt proportional zur Reaktionsgeschwindigkeit ist, so dass kinetische und thermodynamische Größen leicht und schnell bestimmt werden können. Der Mikroreaktor selbst kann aus verschiedenen Materialien gefertigt werden, so dass die mikrofluidischen Misch- und Verweilerstrukturen an die jeweilige Reaktion angepasst werden können.

Mit dem Messsystem können in kurzer Zeit Prozessparameter variiert und die Auswirkungen auf die Wärmeentwicklung und thermische Umsetzung in Echtzeit erfasst werden. Der Einfluss einzelner Prozessparameter (zum Beispiel Konzentration, Stöchiometrie, Einsatz alternativer Reaktanden, Temperatur, Verweilzeit, usw.) auf die Reaktionsgeschwindigkeit kann direkt anhand des veränderten Wärmesignals verfolgt und quantifiziert werden. Aus diesen Messdaten lassen sich thermokinetische Informationen zur betrachteten chemischen Umsetzung gewinnen. Auf Grund des kleinen Reaktorvolumens können neben einem schnellen Screening relevanter Prozessparameter auch kritische Prozesszustände (»worst case« Szenarien) bei minimalem Substanzverbrauch gezielt und sicher untersucht werden.

Die Kenntnis der auftretenden Wärmeströme stellt somit eine Schlüsselinformation für die erfolgreiche Auslegung und Entwicklung neuer Prozesse bzw. die Optimierung bestehender Prozesse dar. Für die Entwicklung von neuen, prozessbegleitenden und schnellen Analyseverfahren ist die Wärmeflussmessung deshalb ein attraktiver Lösungsansatz.

- 1** Im Reaktionskalorimeter verwendete Mikroreaktoren zur Anpassung der erforderlichen Mischintensität.
- 2** Reaktoren aus Edelstahl mit Dean- und Raupenmischerstrukturen (Fotos: Fraunhofer IMM).



### Wichtige Vorteile auf einen Blick

- Reaktionskalorimetrie in Echtzeit
- Bestimmung thermokinetischer und sicherheitstechnischer Kenndaten
- Schnelles Screening von Reaktions- und Prozessbedingungen
- Isotherme Messungen selbst bei schnellen, stark exothermen Prozessen
- Keine kosten- und zeitaufwendigen Kalibrierungen, einfache Bedienung
- Kleine Testvolumina (<100  $\mu\text{L}$ ): minimaler Substanzverbrauch
- Sichere Analyse gefahrgeneigter Reaktionen: selbst kritische Prozesszustände können untersucht werden
- Das Messprinzip ist an eine Vielzahl von Reaktoren und Prozesskomponenten adaptierbar (Prozesstemperatur bis 200 °C; Prozessdruck bis 100 bar, Reaktionsvolumen bis 10 ml)

### Unser Angebot

Wir bieten unseren Kunden und Projektpartnern die Mikroreaktor-basierte Reaktionskalorimetrie zur Untersuchung und Analyse ihrer chemischen Prozesse an. Wir ermitteln thermokinetische Parameter Ihrer Reaktionen und testen das Verhalten Ihres Reaktionssystems in kritischen Prozesszuständen. Anhand von Parameterscreenings ermitteln wir relevante Prozessparameter für das Prozessdesign und die Prozessoptimierung.

Für die Eigenforschung unserer Kunden bieten wir das Messsystem mit gewünschter Spezifikation und Ausstattung an. Für spezielle Reaktionsprozesse und neue Anwendungsbereiche realisieren wir die kundenspezifische Weiterentwicklung des kalorimetrischen Messsystems. Die örtliche und zeitliche Auflösung der Wärmestrommessung kann dabei für die vorgesehene Anwendung angepasst werden.

Darüber hinaus bieten wir ein breites Portfolio an weiteren kalorimetrischen Messverfahren sowie umfangreiche FuE-Dienstleistungen auf dem Gebiet der chemischen Verfahrensentwicklung, Prozessoptimierung und Sicherheitstechnik an.

**3** Sensorarrays mit bis zu 40 miniaturisierten Seebeck-Elementen zur ortsauflösten Echtzeit-Erfassung von Wärmeströmen. Das Sensorarray kann den Abmessungen des verwendeten mikrofluidischen Bauteils entsprechend angepasst werden.

**4** Reaktionskalorimetrie zur Echtzeit-Messung von Wärmeströmen in Mikroreaktoren. Das modulare Konzept erlaubt eine schnelle Adaption an unterschiedliche Mikroreaktoren und Prozessparameter. Die auf Basis von LabVIEW entwickelte Messsoftware ermöglicht die graphische Darstellung der gemessenen Wärmeströme.

# REAKTIONSKALORIMETRIE IN MIKROREAKTOREN

## **Fraunhofer-Institut für Chemische Technologie ICT**

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

Institutsleiter:  
Prof. Dr.-Ing. Peter Elsner

### **Ansprechpartner**

Jürgen Antes  
Telefon +49 721 4640-340  
Fax +49 721 4640-441  
[juergen.antes@ict.fraunhofer.de](mailto:juergen.antes@ict.fraunhofer.de)

[www.ict.fraunhofer.de](http://www.ict.fraunhofer.de)