

Online-Monitoring kristallisationsbasierter chiraler Trennungen

H. Lorenz, D. Polenske, F. Czaplá, A. Seidel-Morgenstern

Max-Planck-Institut für Dynamik komplexer technischer Systeme, Sandtorstr. 1, 39106 Magdeburg

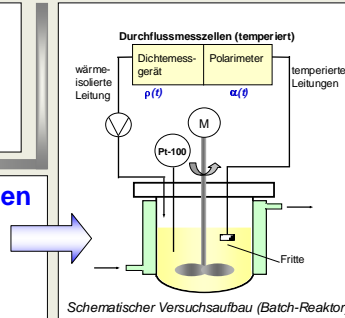


Ziele

- Untersuchung und Optimierung kristallisationsbasierter chiraler Trennungen
- Weiterentwicklung bestehender Trennverfahren sowie Erweiterung des Einsatzfeldes klassischer Trennverfahren

Online-Monitoring der enantioselektiven Kristallisation

Kopplung von Online-Polarimetrie u. -Dichtemessung zur direkten Verfolgung der Konzentrationen der einzelnen Enantiomere in der Lösungsphase



Kristallisationsversuchsstand mit Online-Analytik (60 mL-Reaktor; 1,8 mL/min; Polarimeter POLARmonitor, IBZ Messtechnik; Dichtemessgerät DE40, Mettler-Toledo)

Ermittlung der Lösungszusammensetzung als Funktion der Zeit

$$\alpha(t) = k_p \cdot (w_{(+)}(t) - w_{(-)}(t))$$

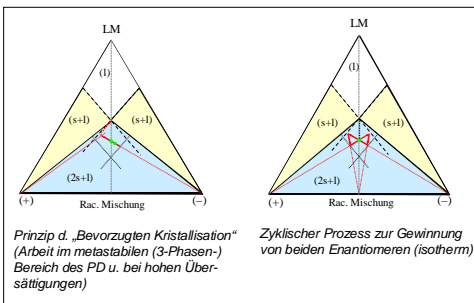
$$\rho(t) = k_D \cdot (w_{(+)}(t) + w_{(-)}(t)) + \rho_0$$

Zeitlicher Verlauf der Lösungszusammensetzung

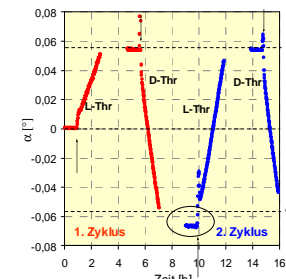
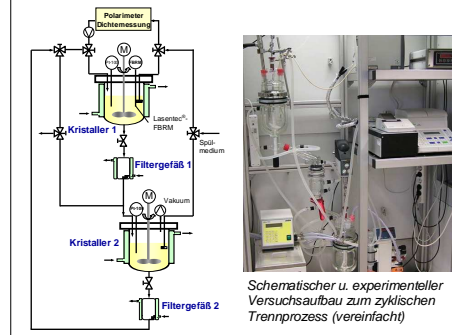
$$ee(t) = \frac{|w_{(+)}(t) - w_{(-)}(t)|}{w_{(+)}(t) + w_{(-)}(t)}$$

Anwendungen

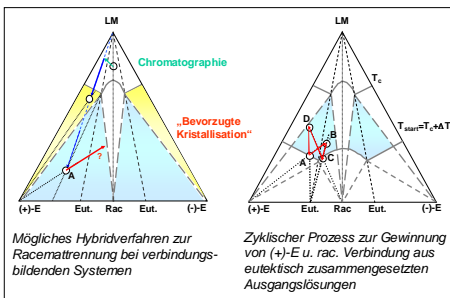
1. "Bevorzugte Kristallisation" zur Gewinnung reiner Enantiomere



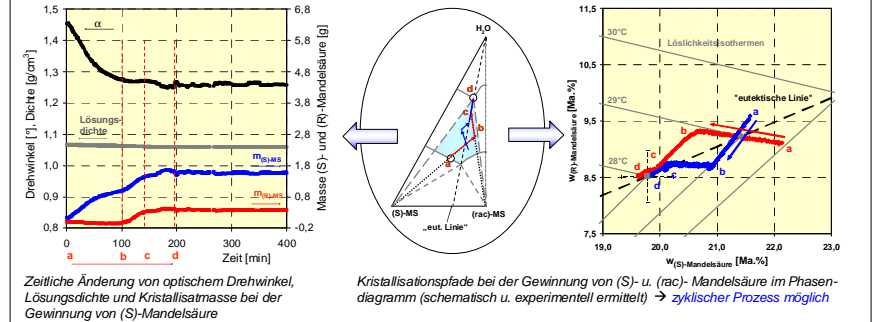
Zyklische Prozessführung im Stoffsystem DL-Thr/Wasser



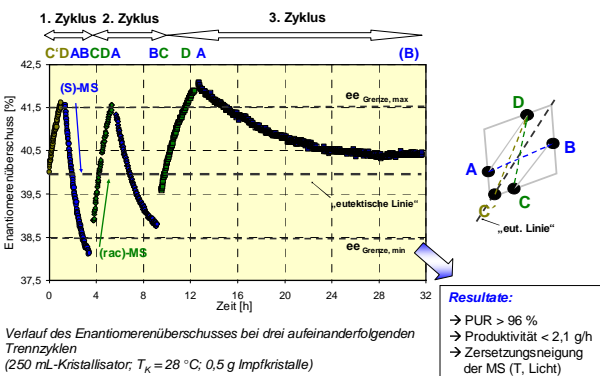
2. Erweiterung des Einsatzfeldes der "Bevorzugten Kristallisation" auf verbindungs bildende Stoffsysteme



„Bevorzugte Kristallisation“ im Stoffsystem Mandelsäure/Wasser

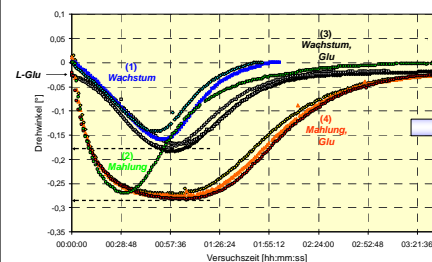


Zyklische Prozessführung im System Mandelsäure/Wasser



3. Alternative Prozessführungsstrategien – Optimierung von Produktivität u. Produkteigenschaften

- Variation Impfkristalleigenschaften: Mischfraktion „Wachstum“, Mahlung
- Additiveinsatz: Glu (selektive Hemmung von Keimbildung/Wachstum)
- weiterhin: polytherme Temperaturführung (Produktivitätssteigerung)



Drehwinkelverläufe in Abhängigkeit von Impfkristalleigenschaften u. Additiveinsatz (System: DL-Thr/H₂O; 1,2 L-Reaktor; ΔT = 13 K; T_K = 37 °C; 2,5 g Impfkristalle; L-Glu: 5 Mol% bez. auf L-Thr)

Ausblick

- Entwicklung von Hybridprozessen zur Racemattrennung
- Einbeziehung weiterer industriell relevanter Stoffsysteme
- „Einstellung“ gewünschter Produkteigenschaften

Danksagungen

Dr. M. P. Eisner
BASF AG

Fonds der Chemischen Industrie
Max-Buchner-Forschungsstiftung

[1] D. Polenske et al., Chem. Ing. Tech. 78 (2006) 1101-1110
 [2] H. Lorenz et al., Chirality 18 (2006) 828-840
 [3] F. Czaplá et al., in: Produktgestaltung in der Partikeltechnologie, Bd. 3 (Hrsg. U. Teipel), Stuttgart: Fraunhofer-IRB-Verlag, 2006, 219-235