

Posterpreis ProcessNET-Jahrestagung, Aachen 2007

- Zielstellung:**
- Beeinflussung von Produktreinheit und Produktform durch gezielten Übersättigungsaufbau bei der Antisolvent-Kristallisation
 - Kontrollierter Massentransport über Membran wird zum Übersättigungsaufbau genutzt
 - Quantifizierung: Reinheit, Form, Größe = f (Übersättigungsbedingungen, Wachstumsgeschwindigkeit)

Grundlagen und Problemstellung

Antisolvent-Kristallisation:

typ. Kristallverunreinigungen:

Beschreibung des Verteilungskoeffizienten k_{eff} als $f(G)$; konst.: Fluidynamik, w_F

$$k_{eff} = \frac{c_{imp,s}}{c_{imp,f}}$$

$$k_{eff} = \frac{k_{kin}}{k_{kin} + (1 - k_{kin}) \exp(G\delta/D)}$$

Arbeitsbereich der membrangestützten Antisolvent-Kristallisation: Realisierung von kleinen G

Konzentrationspolarisation:

Methodik und Experimentelles

Beschreibung des Stofftransports:

$$\frac{dm_i}{dt} = K_{i,tr} \cdot A_M \cdot (p_i^{SG} - p_i^{susp})$$

$$p_i = f(c_i, p_i^*)$$

$$p_i^* = f(T)$$

Stoffsystem:
zu kristallisieren: NaCl
Verunreinigungstracer: KCl
Antisolvent (AS): Ethanol

- Massentransport ist kontrolliert über Partialdruckdifferenzen einstellbar
- gleichmäßige Übersättigungserzeugung
- lokal kleine Übersättigung

Ergebnisse

Kristallisation, s/l-Trennung, Waschen → Hochreine Produkte → Nachweis durch Analytik: hier: Ionenchromatographie

Reinheit = f (Zugabegeschwindigkeit des Antisolvents):

	Membran	Zudosierung des AS über Pumpe	direkte Zugabe des AS
Dauer t / s	20520	1800	10
Geschwindigkeit der AS-Zugabe dm_{AS}/dt / kg/s	$2,6 \cdot 10^{-7}$	$3,3 \cdot 10^{-6}$	$5,3 \cdot 10^{-4}$
lin. Wachstumsgeschwindigkeit G / m/s	$2,5 \cdot 10^{-9}$	$2,6 \cdot 10^{-8}$	$2,6 \cdot 10^{-6}$
Übersättigungsgrad S / -	$4,2 \cdot 10^{-5}$	$4,4 \cdot 10^{-4}$	$4,0 \cdot 10^{-2}$
Reinheit w_{NaCl} / %	99,99	99,92	99,92

Reinheit = f (Waschzyklen) bei verschiedenen Zugabegeschwindigkeiten:

- signifikante Unterschiede bei versch. AS-Zugabegeschwindigkeiten
- nach 4-5 Waschzyklen Reinheit effizient verbessert
- LOQ der Analytik (IC) nicht erreicht

Korrelation: Kristallreinheit = f (lin. Wachstumsgeschwindigkeit G):

- wie erwartet: höhere Reinheit bei kleinem G
- Analogie zur Theorie von Burton 1953 bei der Schmelzkristallisation organ. Substanzen

Kristallform und -größe = f (lin. Wachstumsgeschwindigkeit G):

$\bar{L} = 50-100\mu m$ $\bar{L} = 30-50\mu m$ $\bar{L} = 10-25\mu m$

Fazit:

- Membran-gestützte Antisolvent-Kristallisation ist geeignet für die Kristallisation von hochreinen Substanzen
- Aktuelle Arbeiten behandeln den Übertrag der Technik auf die Kristallisation von Benzoesäure und Lysozym

Literatur: Weckesser, D.; König, A.: *Chem. Eng. Technol.* 31(2008), Nr. 1, S. 157
 Burton, J. A.; Prim, R. C.; Slichter, W. P.: *J. Chem. Phys.* 21(1953), S. 1987
 Zarkadas, D. M.; Sirkar, K. K.: *Chem. Eng. Sci.* 61(2006), S. 5030