



Application Note AN-PAN-1051

Inline-Prozessüberwachung des Feuchtigkeitsgehalts in Propylenoxid

Propylenoxid (C_3H_6O , PO) ist ein wichtiges Industrieprodukt mit einer weltweiten Produktion von mehr als 11 Millionen Tonnen [1]. PO wird hauptsächlich zur Herstellung von Polyetherpolyolen, Propylenglykol, Propylenglykolether-Lösungsmitteln und anderen Produkten hergestellt.

Es stehen mehrere Produktionsverfahren zur Verfügung, der Großteil von PO wird jedoch immer noch aus Styrolmonomeren als Rohstoff hergestellt (ungefähr ein Drittel der weltweiten PO-Produktion). Andere Wege zur PO-Herstellung umfassen das Chlorhydrinverfahren, die Epoxidierung von Propylen mit Wasserstoffperoxid, die Epoxidierung von Propylen mit organischen Peroxiden oder auch die

Epoxidierung unter Verwendung geschmolzener Salze.

Dieses Process Application Note stellt eine Methode zur sicheren, zuverlässigen und optimalen Überwachung geringer Feuchtekonzentrationen in PO (d.h. die Produktionsendkontrolle von PO) in Echtzeit vor. Aufgrund der Gefährlichkeit und hygroskopischen Natur von PO ist ein explosionsgeschützter Inline-Prozessanalysator die bevorzugte Lösung zur Qualitätsüberwachung der PO-Herstellung. Für die 24/7-Sicherstellung der Produktqualität wird eine sekundenschnelle, spektroskopische Analyse favorisiert.

EINFÜHRUNG

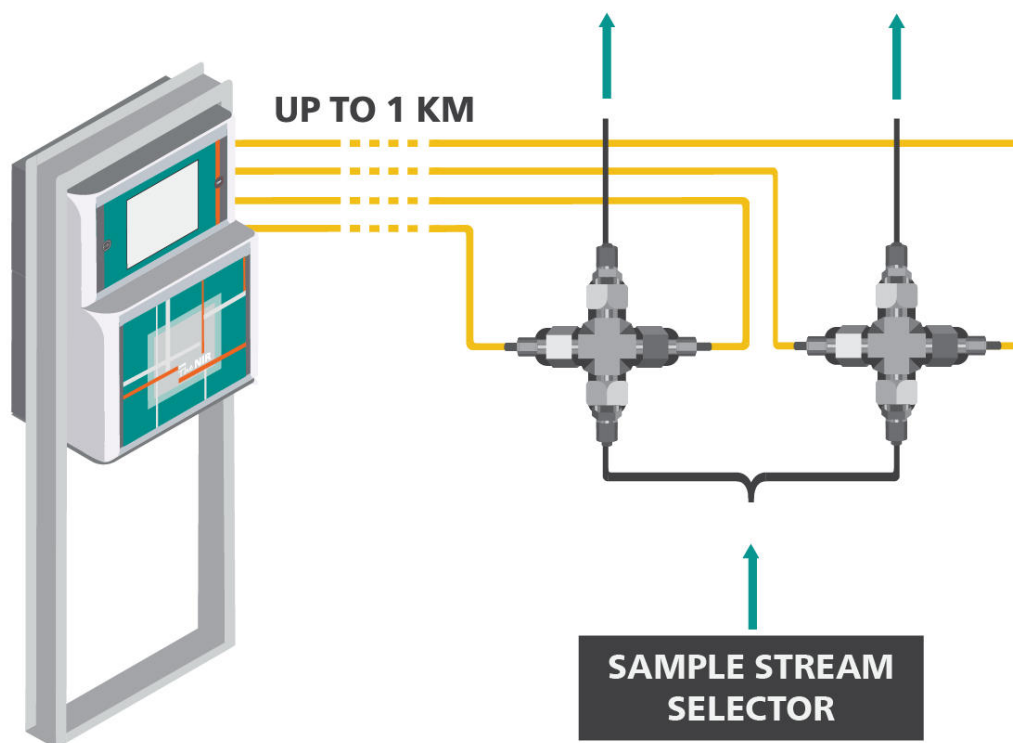
PO ist eine gefährliche, entzündliche und hygroskopische Chemikalie und muss daher mit äußerster Vorsicht gehandhabt werden. Um unerwünschte Nebenreaktionen oder eine verminderte Produktqualität zu vermeiden, ist eine strenge Kontrolle der Feuchtigkeit und anderer Verunreinigungen im Endprodukt (sowie an kritischen Punkten während des Herstellungsprozesses) erforderlich.

Manuelle Labormethoden können recht umständlich und zeitintensiv sein.. Darüber hinaus erfordert die hygroskopische Natur von PO eine Inline- oder Online-Analyse des Wassergehalts, um möglichst genaue Ergebnisse zu erzielen. Für eine PO-Produktion mit hohem Durchsatz wird eine spektroskopische Echtzeitanalyse favorisiert, da sie schnelle

Reaktionszeiten hinsichtlich der Prozessregelung bei Prozessänderungen oder erhöhtem Wassergehalt im Endprodukt ermöglicht.

Eine sichere Analyse des Feuchtigkeitsgehalts in PO ist mit reagenzienfreien Techniken wie der Nahinfrarotspektroskopie (NIRS) möglich, und dies bis in den Spurenbereich. Für den Einsatz in explosionsgefährdeten Umgebungen stehen geeignete NIRS-Prozessanalysatoren mit robusten Durchflusszellen aus Edelstahl zur Verfügung (**Abbildung 1a**). Metrohm NIRS-Prozessanalysatoren ermöglichen den Vergleich von Echtzeit-Spektraldaten aus dem Prozess mit der primären Methode (Karl-Fischer-Titration), um ein einfaches, aber unverzichtbares Modell für den PO-Produktionsprozess zu erstellen.

A)



B)

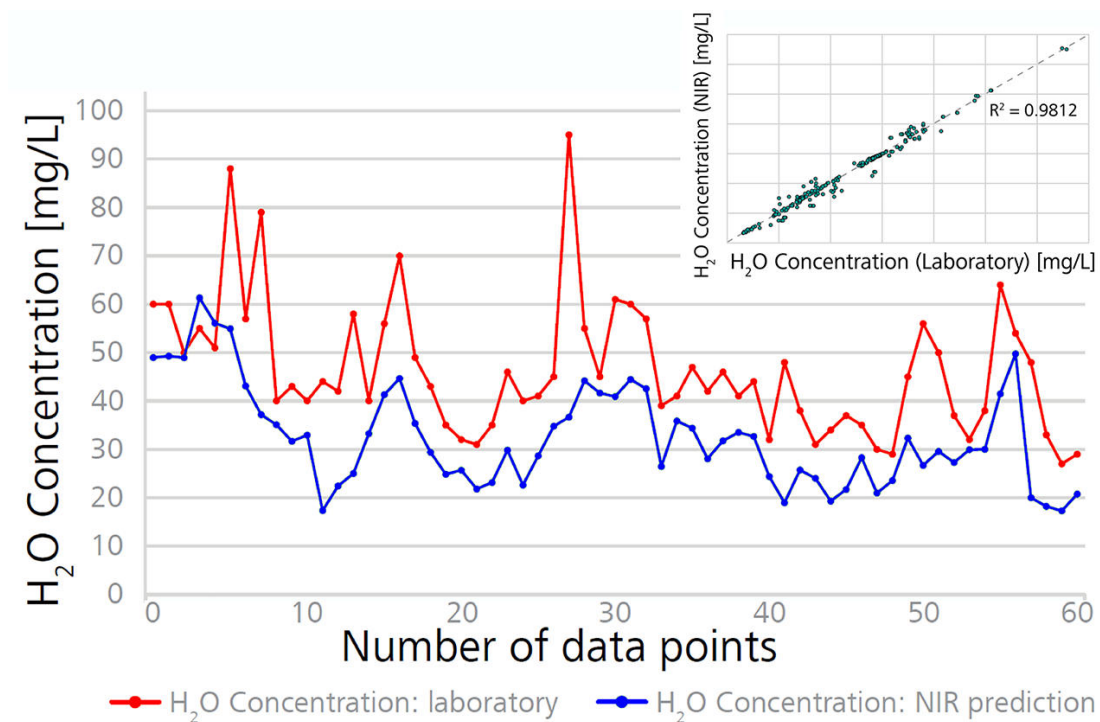


Abbildung 1. (a) 2060 The NIR Analyzer Konfiguration mit Durchflusszellen für die Online-Analyse des Wassergehalts in PO-Strömen. (b) Validierung der NIR-Prozessdaten durch Karl-Fischer-Titration (KF) im Labor und das daraus erstellte NIR-Kalibriermodell zur Vorhersage der Wasserkonzentration in Propylenoxid-Prozessströmen. Alle Abbildungen wurden dem Artikel [2] der GIT Labor-Fachzeitschrift entnommen.

APPLIKATION

Verwendeter Wellenlängenbereich: 1850–1950 nm.
Für die Online-Messungen wurden Durchflusszellen aus Edelstahl verwendet. Für derartige

Gefahrenbereiche empfehlen sich explosionsgeschützte Prozessanalysatoren.

Tabelle 1. Typischer Wasserkonzentrationsbereich in PO gemäß ASTM-Richtlinien

Komponente	Bereich (mg/L)
Wasser	20–30

ANMERKUNGEN

Eine Referenzmethode (z. B. Karl-Fischer-Titration) (**Abbildung 1b**) wird verwendet um robuste NIRS-Vorhersagemodelle zu erstellen. Sie ermöglichen die kontinuierliche Vorhersage der Konzentrationen nahezu in Echtzeit im Prozess.

Im Labor durchgeführte Messungen zeigten höhere Wassergehaltswerte als die per Online-NIRS vorhergesagten. Dies liegt an den hygroskopischen

Eigenschaften der Probe, was dazu führt, dass sich die Proben auf dem Weg vom Prozess ins Labor verändern und verfälschte Werte anzeigen können. Metrohm Process Analytics unterstützt bei der Methodenerstellung und ermöglicht eine repräsentative Probendarstellung (z.B. durch Online-KF-Titration).

Tabelle 2. Spezielle NIRS-Probenahmelösungen von Metrohm Process Analytics.

	Spezifikation	Messprinzip	Fasertyp	Verbindung	Prozessmessung
Durchflusszelle	Feste Pfadlänge 2 mm SS316	Transmission	Einzelfaser	Klemmringverschraubung	Online
	Variable Weglänge 0,5–20 mm	Transmission	Einzelfaser	Klemmringverschraubung	Online
	PTFE-Durchflussszelle	Transmission	Einzelfaser	Klemmringverschraubung	Online

FAZIT

Der Einsatz eines explosionsgeschützten 2060 The NIR Analyzer zur Feuchtigkeitsanalyse in Propylenoxid erhöht die Produkt- und Prozesssicherheit durch die Echtzeitüberwachung im Prozess und ermöglicht eine zeitnahe Prozessregelung. Der 2060 The NIR Analyzer

kann aufgrund seiner Multiplexing-Möglichkeit bis zu fünf Prozesspunkte überwachen (erweiterbar durch einen zweiten Spektrometer-Cabinet auf 10 Messstellen und parallelen Analysen).

VERWANDTE PROCESS APPLICATION NOTES

[AN-PAN-1007 Online-Analyse von Peroxid in das HP-PO-Verfahren](#)

[AN-PAN-1047 Inline-Überwachung des Wassergehalts in Naphtha-Fractionen durch NIRS](#)

WEITERE VERWANDTE DOKUMENTE

[WP-023 Karl-Fischer-Titration und Nahinfrarot-Spektroskopie in perfekter Synergie](#)

[8.000.5325 Wassergehaltsanalyse](#)

VORTEILE DER NIRS IM PO-PROZESS

- Optimieren Sie die Produktqualität und steigern Sie den Gewinn durch schnellere Reaktionszeiten auf Prozessabweichungen
- Höhere und schnellere Investitionsrentabilität (ROI)
- Keine manuelle Probenahme erforderlich, also weniger Exposition des Personals gegenüber gefährlichen Chemikalien



REFERENZEN

1. *Propylene Oxide Market Size, Growth, Share & Forecast, 2032.*
<https://www.chemanalyst.com/industry-report/propylene-oxide-po-market-755>
(accessed 2023-09-28).
2. Kleimeier. Nahinfrarotspektroskopie Produktionsprozesse Unter Der Lupe. *GIT Labor-Fachzeitschrift* 2018, 36–38.

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

KONFIGURATION



2060 The NIR Analyzer

Der **2060 The NIR Analyzer** gehört zur nächsten Generation der Prozess-Spektroskopiegeräte von Metrohm Process Analytics. Mit seinem einzigartigen und bewährten Design liefert er alle *10 Sekunden* genaue Resultate. Er ermöglicht die zerstörungsfreie Analyse von Flüssigkeiten und Feststoffen direkt in der Prozesslinie oder in einem Reaktionsgefäß unter Verwendung von Lichtleitern und Kontaktsonden. Er ist auf den Anschluss von bis zu fünf (5) Sonden und/oder Durchflusszellen ausgelegt. Mithilfe unserer vielseitigen embedded Software können alle fünf Kanäle unabhängig voneinander konfiguriert werden.

Als Teil der **2060-Plattform** bietet der **2060 The NIR Analyzer** ein modulares Konzept und ist in drei weiteren Gerätevarianten erhältlich: **2060 The NIR-R Analyzer**, **2060 The NIR-Ex Analyzer** und **2060 The NIR-REx Analyzer** als Remote- bzw. ATEX-geschützte Version.