

Berichte aus der Chemie

Michael Kleimann

**Schwingungsspektroskopische Prozesskontrolle
am Beispiel der wässrigen Extraktion von
Sennesblütenblättern und der anionischen
Blockcopolymerisation von Styrol und 1,3-Butadien**

Shaker Verlag
Aachen 2003

Die Deutsche Bibliothek - CIP-Einheitsaufnahme

Kleimann, Michael:

Schwingungsspektroskopische Prozesskontrolle am Beispiel
der wässrigen Extraktion von Sennesblütenblättern und der anionischen
Blockcopolymerisation von Styrol und 1,3-Butadien / Michael Kleimann.

Aachen : Shaker, 2003

(Berichte aus der Chemie)

Zugl.: Essen, Univ., Diss., 2002

ISBN 3-8322-1169-1

Copyright Shaker Verlag 2003

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen
oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungs-
anlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 3-8322-1169-1

ISSN 0945-070X

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen

Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9

Internet: www.shaker.de • eMail: info@shaker.de

Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit gliedert sich in zwei Abschnitte. Im ersten Abschnitt wurde die NIR-Transmissionsspektroskopie zur Überwachung der wässrigen Extraktion von Sennesblütenblättern eingesetzt. Die ATR/MIR-Spektroskopie diente in diesem Zusammenhang als Referenzmethode. Es wurde dazu eine Versuchsanlage im Labormaßstab, die mit einer selbstkonstruierten thermostatisierbaren NIR-Transmissionsmesszelle und einer Mikrodurchfluß-ATR/MIR-Messzelle der Firma Spectra Tech ausgestattet war, entwickelt. Mit dieser Anlage war es möglich, simultan ATR/MIR- und NIR-Spektren im Durchflußverfahren aufzunehmen. Die Quantifizierung der erhaltenen NIR- und ATR/MIR-Spektrenserien erfolgte mittels vorher erstellter wässriger Verdünnungsreihen eines Sennosidextraktpulvers im Bereich von 0,02 bis 10,26 Massenprozent Extraktionspulver. Die on-line NIR-Spektren, die stark durch die Absorption des verwendeten Extraktionsmittels Wasser dominiert waren, wurden mittels entsprechender NIR-Spektren von Sennosidextraktverdünnungsreihen und den daraus gewonnene PLS-Modellen, ausgewertet.

Im zweiten Abschnitt wurde die durch sek-Butyllithium initiierte anionische Blockcopolymerisation von Styrol und 1,3-Butadien in Pentan in Gegenwart eines Dispergators untersucht. Die Aufgabe bestand darin, den Konzentrationsverlauf von Styrol und 1,3-Butadien während der Blockcopolymerisation mit Hilfe der FT-Ramanspektroskopie zu verfolgen. Es wurde hierzu die Abnahmen der $\nu(\text{C}=\text{C})$ Banden des Styrols bei 1632 cm^{-1} und des 1,3-Butadiens bei 1638 cm^{-1} verfolgt.

Die Auswertung der erhaltenen Ramanspektren erfolgte zum einen mit Hilfe der Flächenintegration des resultierenden analytischen Signals. Der Anteil der Intensitätsabnahme des Signals, der durch Zweiphasenbildung des Systems verursacht wurde, wurde unter Verwendung zweier Referenzsignale kompensiert.

Das self-modeling-curve-resolution (SMCR)-Verfahren war die zweite Methode, die zum Einsatz kam. Die Referenzmethode für beide Verfahren zur Bestimmung von Styrol und 1,3-Butadien während der Reaktion war die Gaschromatographie, für die Stichprobenartig dem System Material entnommen wurden.

Die Integrationsmethode erlaubte eine Verfolgung des Styrolgehaltes bei Anwesenheit von 1,3-Butadien unter Anwendung der Referenzbanden. Die Bestimmung von 1,3-Butadien neben Styrol war allerdings nicht möglich.

Die SMCR-Methode erlaubte dagegen die gleichzeitige Bestimmung von Styrol und 1,3-Butadien. Es war sogar möglich mit der SMCR-Methode den Konzentrationsverlauf des entstandenen Polybutadiens zu berechnen.

Es konnte weiterhin gezeigt werden, dass die einmal bei der SMCR-Auswertung einer Spektrenserie anfallenden Bandenprofile als Grundlage zur Berechnung von anderen Spektrenserien benutzt werden konnten.