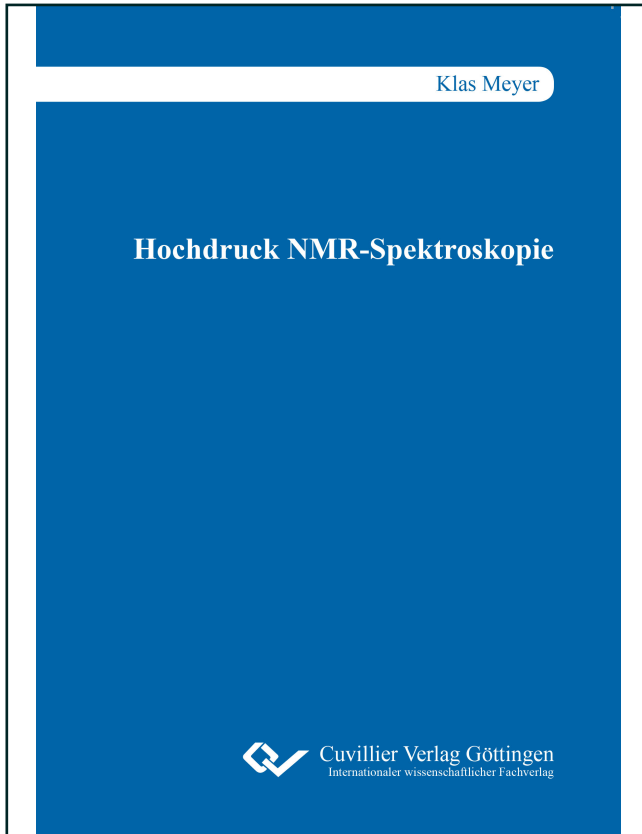




Klas Meyer (Autor)
Hochdruck NMR-Spektroskopie



<https://cuvillier.de/de/shop/publications/7450>

Copyright:

Cuvillier Verlag, Inhaberin Annette Jentsch-Cuvillier, Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen,
Germany

Telefon: +49 (0)551 54724-0, E-Mail: info@cuvillier.de, Website: <https://cuvillier.de>



Inhaltsverzeichnis

1	Zusammenfassung	1
2	Einleitung und Zielstellung	3
2.1	Einleitung	3
2.2	Motivation	4
2.3	Zielstellung	5
3	Reinheitsuntersuchungen an Flüssigkomponenten	6
3.1	Quantitative NMR Spektroskopie in technischen Mischungen	6
3.2	Weiterentwicklung experimenteller Methoden	7
3.2.1	Probenmaterial und -vorbereitung	7
3.2.2	Spektrenakquisition und -auswertung	7
3.3	Ergebnisse der Untersuchungen an Flüssigkomponenten	9
3.3.1	Untersuchungen an <i>n</i> -Pentan	9
3.3.2	Untersuchungen an <i>iso</i> -Pentan	12
3.3.3	Untersuchungen an <i>neo</i> -Pentan	14
3.3.4	Untersuchungen an <i>n</i> -Hexan	18
4	NMR-Spektroskopie in der Gasphase	20
4.1	Kenntnisstand der Literatur	20
4.1.1	Anwendungen der NMR-Spektroskopie in der Gasphase	20
4.1.2	Anwendungen der NMR-Spektroskopie unter hohem Druck	22
4.2	Entwicklung von Laborinfrastruktur und Konzepten	25
4.2.1	Versuchsaufbau für die Hochdruck-NMR Spektroskopie	25
4.2.2	Gasphasen-Experimente am Hochdruck-NMR-Versuchsaufbau	28
4.2.3	Konstruktion einer Verdrängerzelle für Gase und Fluide	29
4.3	Ergebnisse der NMR-Spektroskopie in der Gasphase	32
4.3.1	Qualitative Untersuchungen gasförmiger Substanzen	32
4.3.2	¹³ C-NMR-Langzeitexperimente an primären Referenzgasgemischen	36
4.3.3	Hochdruckexperimente $p \geq 10$ MPa	48
5	Untersuchung von druckverflüssigten Gasgemischen	50
5.1	Problemstellung der Untersuchung verflüssigter Gasgemische	50
5.2	Methodenentwicklung für die Untersuchung von Flüssiggasen	51
5.2.1	Versuchsaufbau	51
5.2.2	Ablauf der Experimente	52
5.2.3	Probenmaterial	53



5.2.4	Akquisitionsparameter und quantitative Spektrenerauswertung	54
5.3	Ergebnisse an Proben von Flüssiggasgemischen	55
5.3.1	PureShift-Experimente	55
5.3.2	Überprüfung des Zirkulationsaufbaus	57
5.3.3	Untersuchung eines Referenzgemisches im Kolbenzylinder	59
5.3.4	Untersuchungen an Rückläuferzylindern des CCQM-Ringversuchs K119	69
6	CO₂-Absorption in wässrigen Alkanolaminlösungen	74
6.1	Grundlagen und Kenntnisstand der Literatur	74
6.1.1	Spektroskopische Methoden in der Prozessanalytik	74
6.1.2	Reaktivabsorption von CO ₂ als großtechnischer Prozess	76
6.2	Methodenentwicklung einer Online-Analytik im Labormaßstab	79
6.2.1	Laborversuchsaufbau für prozessnahe Experimente	79
6.2.2	Vorbereitung und Durchführung der Kalibrierversuche	80
6.2.3	Online-Analytik am Versuchsaufbau	82
6.2.4	Datenauswertung der Online-NMR-Spektren	83
6.3	Ergebnisse in Labor- und Prozessumgebung	83
6.3.1	Qualitative Betrachtung und Signalzuordnung im NMR-Spektrum	83
6.3.2	Bestimmung der MEA-Konzentration	85
6.3.3	Bestimmung der CO ₂ -Beladung und Vergleich zur Gravimetrie	86
6.3.4	Quantitative Bestimmung der Speziesverteilung während der Absorption	87
6.3.5	Entwicklung von Auswertemodellen für die Raman-Spektroskopie	91
6.3.6	Anwendung der Raman-Spektroskopie an einer Miniplant-Anlage	94
6.3.7	Modellvergleich mit externer Auswertung	97
7	Hydroformylierung im mizellaren Stoffsystem	99
7.1	Grundlagen und Kenntnisstand der Literatur	99
7.1.1	Prozessvarianten und großtechnische Problemlösungen	99
7.1.2	Einsatz spektroskopischer Methoden in mizellaren Systemen	103
7.2	Entwicklung einer Online-Analytik im Labormaßstab	104
7.2.1	Reaktionssystem	104
7.2.2	Sicherheitsbetrachtungen für den Betrieb des Versuchsaufbaus	105
7.2.3	Laborversuchsaufbau für prozessnahe Experimente	106
7.2.4	Ablauf und Durchführung der Kalibrierversuche	108
7.2.5	Sortierung und Evaluation der Hochfeld-NMR-Spektren	111
7.3	Ergebnisse in Labor- und Prozessumgebung	113
7.3.1	Beobachtungen am Versuchsaufbau	113
7.3.2	Auswahl und Evaluation der Hochfeld-NMR-Spektren	116



7.3.3	Reaktionsverfolgung auf Basis der Online-NMR-Spektroskopie	117
7.3.4	Näherung der Massengehalte auf Basis der gravimetrischen Startwerte . .	121
7.3.5	Modellentwicklung für die Raman-Spektroskopie	123
7.3.6	Anwendung der Raman-Spektroskopie an einer Miniplant-Anlage	124
8	Ausblick auf weiterführende Arbeiten	127
8.1	Verdrängerzelle für Gase und Fluide	127
8.2	CO ₂ -Absorption in wässrigen Alkanolaminlösungen	129
8.3	Hydroformylierung im mizellaren System	129
	Literaturverzeichnis	131
	Publikationsliste	145
	Selbstständigkeitserklärung	149
A	Anhang	150