



RUBOTHERM SERIES
ISOSORP[®]
SORPTIONSMESSGERÄTE

**Sorptionsmessung
unter extremen
und
realen
Anwendungs-
bedingungen**

**Hoch-
druck**

**Weiter
Temperaturbereich**

**Gase, Dämpfe
und Gemische**

IsoSORP SA sind fortschrittliche gravimetrische Messgeräte mit der patentierten* Magnetschwebewaage für Sorptionsmessungen unter hohen Drücken oder im Vakuum. Proben können im Kontakt mit verschiedensten Gasen und Dämpfen in einem Temperaturbereich von -196 °C bis 400 °C hochgenau gewogen werden. Eine große Auswahl an Gas- und Dampfdosierungen und Mischsystemen sorgt für eine genaue Regelung der Zusammensetzung und des Drucks der Reaktionsatmosphäre. Entwickelt und gebaut mit mehr als 20 Jahren Erfahrung sowie im Einsatz bewährt bei Hunderten von Kunden bieten die Rubotherm Series IsoSORP SA den größten verfügbaren Druckbereich aller gravimetrischen Sorptionsmessgeräte und sind der Maßstab für anwendungsrelevante Messungen.

* Deutsches Patent: Nr. 10 2009 009 204.8



Der **MODULARE AUFBAU** kann an **SPEZIFISCHE ANFORDERUNGEN** Ihrer **ANWENDUNG ANGEPA SST WERDEN**

Besondere Eigenschaften und Vorteile:

- Kontaktloses Wiegen der Probe mittels magnetischer Kraftübertragung erlaubt eine vollständige Trennung zwischen Probenzelle und Waage, sodass eine Beschädigung der Waage durch Reaktionsgase, Druck oder Temperatur im Inneren der Probenzelle ausgeschlossen ist.
- Eine metallgedichtete Probenzelle ermöglicht Messungen unter Verwendung von korrosiven, explosiven oder toxischen Reaktionsgasen, unter tiefkalten bis hohen Temperaturen und unter Vakuum bis zu höchsten Drücken.
- Die einzigartige automatische Probenentkopplung ermöglicht das Trieren der Waage während der Messung und bietet damit eine unerreichte Langzeitstabilität der Wägung für genaueste Messungen.
- Bequeme, softwaregesteuerte und automatische Waagenkalibrierung anstatt der bei anderen kommerziellen Geräten erforderlichen aufwändigen manuellen Kalibrierung.
- Die gesamte Probenzelle kann beheizt werden, um eine Kondensation von Reaktionsatmosphären wie z. B. Wasserdampf, CO_2 , Ammoniak usw. auch bei hohen Drücken bzw. relativen Feuchtigkeiten sicher zu verhindern.
- Die gravimetrische Dichtemessung des Reaktionsgases in der Messzelle ermöglicht eine hochgenaue automatische Auftriebskorrektur der gravimetrischen Messdaten bei beliebigen Zusammensetzungen der Reaktionsatmosphäre und unter allen Druck- und Temperaturbedingungen.
- Der große dynamische Wägebereich und das große Probenvolumen erlauben Messungen mit repräsentativen, großen und/oder schweren Proben.



IsoSorp® SA

Das besondere Messprinzip der Magnetschwebewaage

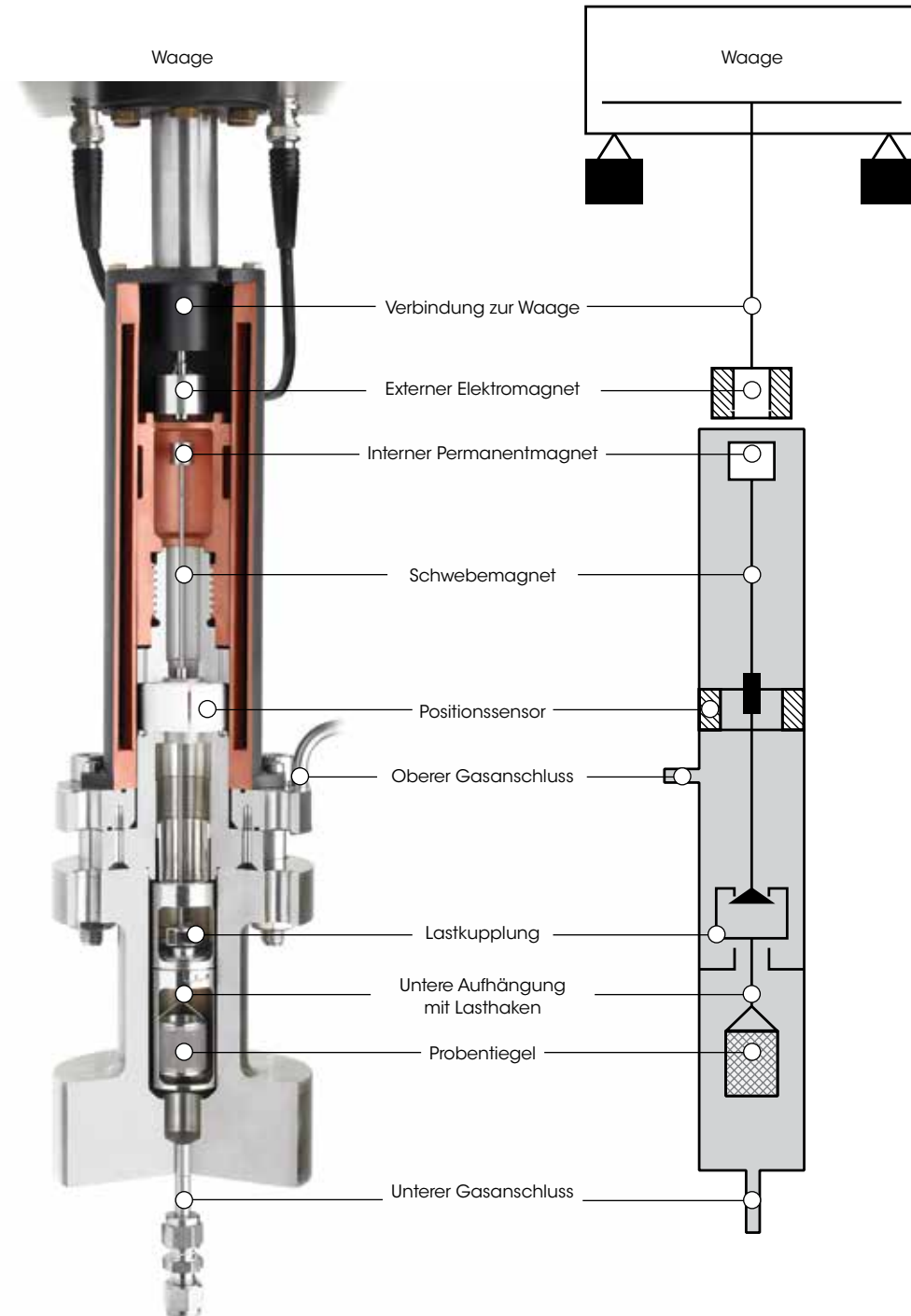
Das Herzstück jedes Rubotherm Series Gerätes ist die patentierte Magnetschwebewaage (MSW), die eine Probe innerhalb einer geschlossenen Messzelle mit einer außerhalb angeordneten Mikrowaage wiegt. Realisiert wird dies mit einer Magnetschwebekupplung, die die Gewichtskraft durch die Wand der Messzelle überträgt.

Innerhalb der geschlossenen Messzelle befinden sich von oben nach unten:

- der Schwebemagnet mit Permanentmagnet am oberen Ende,
- ein Lastkupplungsmechanismus zwischen Schwebemagnet und unterer Aufhängung,
- die untere Aufhängung mit Lasthaken, der den Probentiegel mit dem Probenmaterial hält.

Ein extern an einer Mikrowaage angeordneter Elektromagnet wird so geregelt, dass er den internen Permanentmagneten anzieht. Dadurch wird der Schwebemagnet angehoben und damit die Messlastkupplung geschlossen, mit der wiederum der Probentiegel angehoben wird. Die schnelle Regelung des Elektromagneten hält den Schwebemagneten in einer konstanten Messpunkthöhe.

Das Gewicht der Probe innerhalb der geschlossenen Messzelle wird somit hochauflösend und sehr genau durch eine extern angeordnete Mikrowaage gemessen.



UNERREICHTE MESSGENAUIGKEIT BEI LANGZEITMESSUNGEN

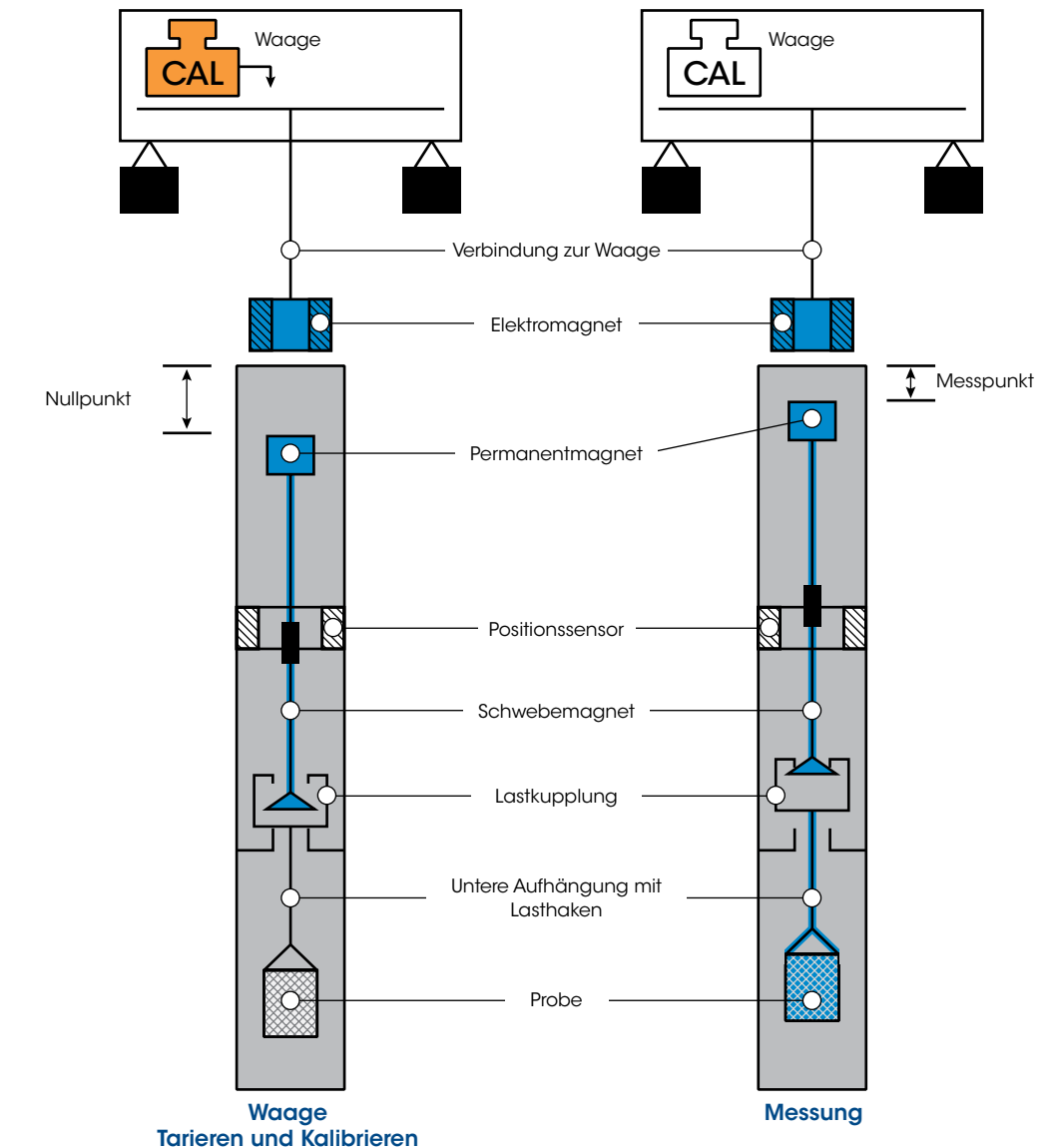
AUTOMATISCHE PROBENABKOPPLUNG (ASD)

Zu Beginn jeder Messung wird die Waage automatisch tariert und kalibriert, um einen „Nullpunkt“ für die Gewichtsmessung zu bestimmen. Dieser Nullpunkt ist ein Wert, der als Referenzwert für alle nachfolgenden Messungen verwendet wird. Da der Zeitrahmen für Experimente von Stunden bis hin zu Wochen variieren kann, beeinträchtigt die Drift des Nullpunktes die Genauigkeit der Wägung kleinster Gewichtsveränderungen über lange Zeiträume. Die Drift entsteht üblicherweise durch Veränderung von Umgebungsfaktoren, wie beispielsweise Änderungen der Temperatur im Labor oder Schwankungen von Luftdruck oder Luftfeuchtigkeit.

Ansätze zur Verbesserung der Messgenauigkeit bestanden bisher üblicherweise darin, in separaten Messungen Basislinien mit leeren Probentiegeln aufzunehmen und diese von den Probenmessungen zu subtrahieren. Diese Methode ist nicht ideal, da sie die benötigte Messzeit deutlich verlängert und fehleranfällig ist, da zwei Experimente niemals genau gleich sind. Nur die IsoSORP SA Geräte von TA Instruments mit der patentierten MSW-Technologie verfügen über die einzigartige automatische Probenentkopplung (Automated Sample Decoupling, ASD) für Driftkorrekturen in Echtzeit. Sie setzen damit neue, bisher unerreichbare Maßstäbe für die präzise Gewichtsmessung, insbesondere bei Langzeitmessungen.

Wie ASD funktioniert:

Wie in der rechten Abbildung gezeigt, enthält der MSW-Aufbau eine Messlastkupplung. Der Elektromagnet wird derart geregelt, dass er den Permanentmagneten anzieht. Der Schwebemagnet bewegt sich nach oben und hebt den Probentiegel über die Messlastkupplung bis zur konstanten Messpunkthöhe an, sodass die Gewichtsmessung erfolgen kann. Während der Messung kann der Permanentmagnet jederzeit durch Regelung des Elektromagneten abgesenkt werden, um den Probentiegel abzuheben. Während dieser Abwärtsbewegung wird der Messlastkäfig auf einer Auflage abgesetzt. Der Schwebemagnet verbleibt im freischwebenden Zustand und überträgt nur sein Eigengewicht auf die Waage. Durch Anfahren dieser Nullpunktposition, die einer unbelasteten Waage entspricht, wird ein Trieren und Kalibrieren während der Messung ermöglicht – selbst unter Prozessbedingungen (Druck, Temperatur) in der Messzelle. Diese einzigartige, automatische und softwaregesteuerte Kalibrierung der Waage während der Messung bieten NUR die gravimetrischen Messgeräte von TA Instruments.



Simultane Wägung von zwei Proben Messung der Dichte der Gasphase

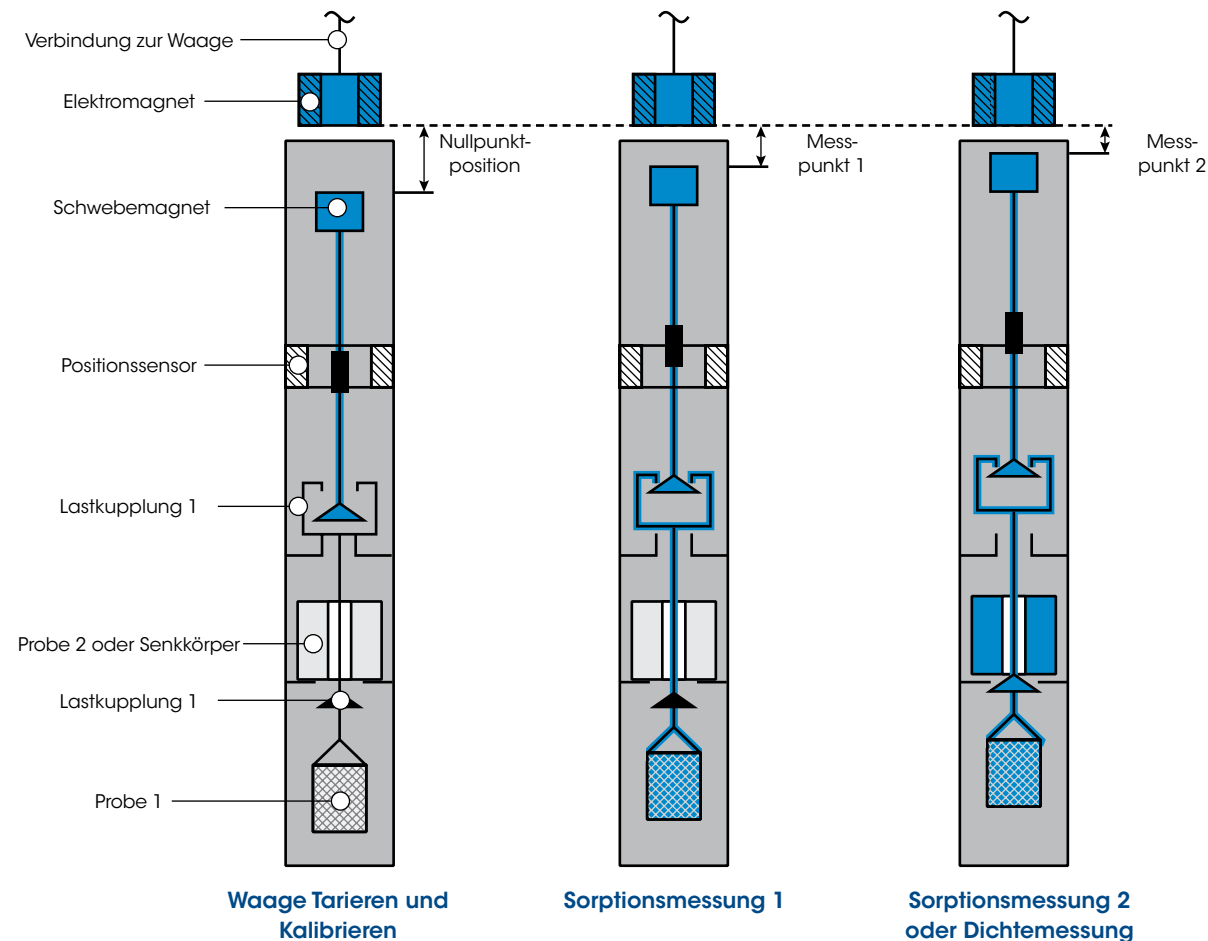
IsoSORP Geräte können mit einer zweiten Lastkupplung und Probe konfiguriert werden, sodass die simultane Gewichtsmessung von zwei Proben in einem einzigen Versuch durchgeführt werden kann. Diese Funktion kann für vergleichende Messungen von zwei Proben (z. B. Vergleich von reaktiver und inerte Probe) verwendet werden oder zur gleichzeitigen Bestimmung von Sorption an einer Probe und der Dichte der Gasatmosphäre in der Messzelle.

Durch die zweite Lastkupplung und Messposition stehen insgesamt drei vertikale Positionen zur Verfügung, auf die die MSW eingestellt werden kann. Diese umfassen den Nullpunkt bzw. die Trierposition, den Messpunkt 1 und den Messpunkt 2. Diese Positionen werden anhand der schematischen Darstellung in der Abbildung rechts verdeutlicht:

- **Nullpunktposition:** Nur der Schwebemagnet schwebt frei, die Mikrowaage kann tariert und/oder kalibriert werden.

- **Messpunkt 1:** Der Schwebemagnet wird angehoben und schließt die erste Messlastkupplung. Damit wird die Probe 1 angekoppelt und das Gewicht dieser reaktiven Probe (Adsorbens, Katalysator, organische Materialien, etc.) für die Sorptionsmessung bestimmt.

- **Messpunkt 2:** Mit geschlossener erster Kupplung wird der Schwebemagnet weiter angehoben und die zweite Messlastkupplung ebenfalls geschlossen. Dadurch wird die zweite Probe zusätzlich angekoppelt und das kombinierte Gewicht beider Proben gewogen. Durch Subtraktion des im Messpunkt 1 gemessenen Gewichts von diesem Gesamtgewicht wird das Gewicht der zweiten Probe bestimmt. Wenn die Dichte der Gasphase im Reaktor bestimmt werden soll, dient ein inerte Senkkörper mit kalibriertem Volumen als zweite Probe. Mittels des archimedischen Prinzips wird die Dichte der Gasphase in der Messzelle aus der Auftriebskraft, die auf den Senkkörper wirkt, genau bestimmt.



Automatische Auftriebskorrektur für unübertroffene Genauigkeit der Probenmasse

Bei Sorptionsmessungen wird eine Probe bei konstanter Temperatur einem Reaktionsgas bei geregelterm Druck ausgesetzt. Üblicherweise wird der Druck schrittweise erhöht und die Änderung des Probengewichts durch die Adsorption oder Absorption des Gases in/an der Probe wird gemessen. Zusammen mit der Probenmasse ändert sich auch die Dichte des Reaktionsgases in Abhängigkeit von Druck und/oder Temperatur. Die geänderte Gasdichte erzeugt eine Änderung des auf die Probe wirkenden Auftriebs. Der Auftrieb entspricht der Masse des durch die Probe verdrängten Reaktionsgases und führt zu einer Verringerung des gewogenen Probengewichtes. Der Auftriebseffekt muss korrigiert werden, um aus dem gewogenen Probengewicht die wahre Masse der Probe zu ermitteln.

Jede Waage wiegt das Probengewicht. Das Probengewicht ist die wahre Masse der Probe verringert um den Auftriebseffekt, der auf die Probe wirkt. Auftrieb entsteht immer, unter allen äußeren Umständen außer im Vakuum. Zur Korrektur des Auftriebseffektes muss die Masse des verdrängten Gases (m^G) zum Gewicht (Δm) der Probe, das von der Waage angezeigt wird, hinzugefügt werden (Gleichung 1). Um die Masse des von der Probe verdrängten Gases genau zu bestimmen, müssen sowohl das Volumen der Probe (V) als auch die Dichte des Gases (ρ^G) bekannt sein (Gleichung 2).

Gleichung 1

$$m = \Delta m + m^G$$

m = wahre Probenmasse
 Δm = Probengewicht (Waagenanzeige)
 m^G = Masse des verdrängten Gases

Gleichung 2

$$m^G = V \cdot \rho^G$$

m^G = Masse des verdrängten Gases
 V = Volumen der Probe
 ρ^G = Dichte der Gasphase

Im Unterschied zu herkömmlichen Sorptionsmessgeräten, die Druck- und Temperaturdaten verwenden um ρ^G aus Zustandsgleichungen zu berechnen, wird beim IsoSORP eine direkte gravimetrische Messung durchgeführt. Der einzigartige Geräteaufbau ermöglicht eine zweite Messposition in unmittelbarer Nähe der Probe im Messraum, an der ein inerte Senkkörper mit bekannter Masse und bekanntem Volumen gewogen wird. Eine einfache Gewichtsmessung des „Senkkörpers“ ergibt eine direkte In-Situ-Bestimmung des aktuellen ρ^G Wertes. Dies ist wesentlich genauer als das Berechnungsverfahren und liefert, da es eine direkte Messung der Dichte ist, selbst dann korrekte Ergebnisse, wenn das Reaktionsgas kein reines Fluid ist.

Zusätzlich dazu bestimmt das IsoSORP das Volumen der Probe automatisch und genau mittels einer Auftriebsmessung mit Helium als Messgas. Weil IsoSORP Geräte die einzigen Messgeräte sind, die sowohl ρ^G als auch V direkt und hochgenau messen, wird die Masse des verdrängten Gases ebenfalls direkt bestimmt. Dadurch wird eine unübertroffene Genauigkeit bei der Bestimmung der wahren Masse der Probe in allen Arten von Reaktionsatmosphären und bei allen Drücken und Temperaturen erreicht.



IsoSORP® | TEMPERATURREGELUNG

Jedes IsoSORP Gerät ist mit einem Flüssigkeits-Umwälzthermostaten zur Temperaturregelung im Bereich von Raumtemperatur bis 150°C ausgestattet. Einige IsoSORP Geräte sind in einer LT-Niedertemperaturkonfiguration erhältlich, in der der Flüssigkeits-Umwälzthermostat Proben Temperaturen von -20°C bis 100°C regeln kann.

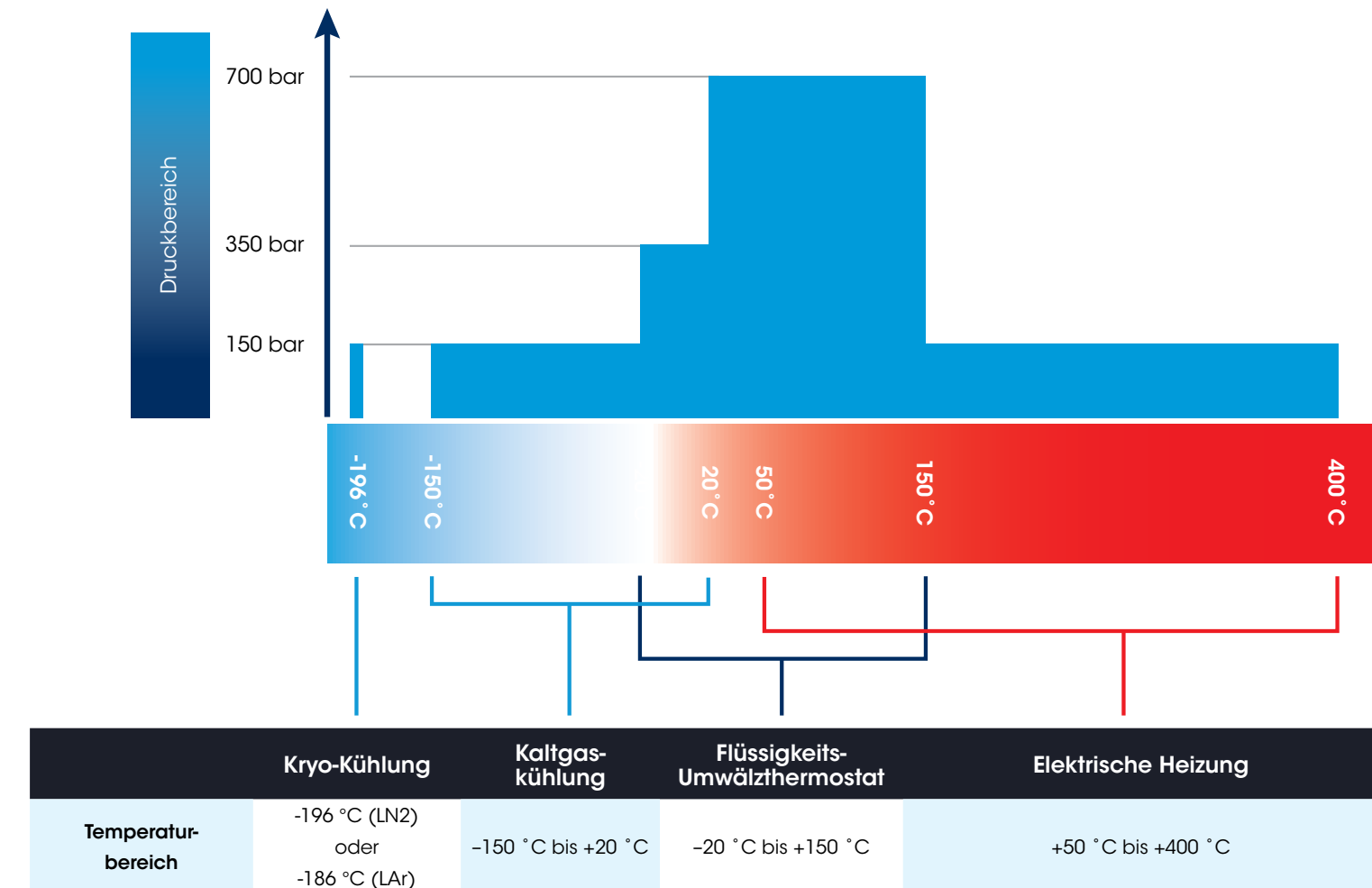
IsoSORP Geräte in der **Cryo**-Tiefemperaturkonfiguration verfügen zusätzlich über ein vakuumisoliertes Dewargefäß, in das die Messzelle eingetaucht werden kann. Dieses wird für isotherme Anwendungen mit Flüssigstickstoff bei -196°C oder mit flüssigem Argon bei -186°C verwendet. Ein optionales Kaltgas-Kühlsystem bietet eine erweiterte Tieftemperaturregelung im Bereich von -150°C bis 20°C.

Die meisten IsoSORP Geräte sind zusätzlich mit einer elektrischen Probenheizung ausgestattet, die den Temperaturbereich der Flüssigkeits-Umwälzthermostate erweitert. Mit der elektrischen Heizung können Proben Temperaturen im Bereich von ca. 100°C bis zu 400°C geregelt werden. Bei Geräten mit einem Maximaldruck von 350 bar, ist die Maximaltemperatur auf 150 °C begrenzt, solange der Druck im Gerät größer als 150 bar ist.

Um möglichst viele kundenspezifische Anwendungsanforderungen zu erfüllen, sind über zwanzig vorkonfigurierte IsoSORP SA Modelle verfügbar. Weitere Informationen zu deren technischen Spezifikationen finden Sie auf Seite 18.



IsoSORP SA-Messgeräte sind in **UNTERSCHIEDLICHEN KONFIGURATIONEN** erhältlich und decken den **TEMPERATURBEREICH VON -196°C BIS 400°C** ab



Gas- und Dampfdosierungen, Mischsysteme und Druckregelungen

Die Qualität von Sorptionsmessungen beruht auf der genauen Regelung der Zusammensetzung und des Drucks der Reaktionsatmosphäre. IsoSORP Geräte werden mit drei Varianten von hochentwickelten Gas- und Dampfdosier- sowie Mischsystemen mit Druckreglern ausgestattet. Die verschiedenen Varianten und Spezifikationen dieser Systeme sorgen dafür, dass immer die bestmögliche Messgenauigkeit erreicht und gleichzeitig ein Höchstmaß an Flexibilität geboten wird, um ein sehr breites Anwendungsspektrum abzudecken.

Statische Druckregelsysteme für Sorptionsmessungen in reinem Gas oder Dampf befüllen die Messzelle mit der Reaktionsatmosphäre bis der vorgegebene Sollwert erreicht wird, worauf dann kein weiteres Gas oder Dampf mehr fließt. Dynamische Gasfluss- und Druckregelsysteme für Messungen mit reinem Gas, in Gasgemischen sowie mit Gas- und Dampfgemischen erzeugen einen kontinuierlich geregelten Fluss der Reaktionsatmosphäre in die Messzelle. Der Druck dieser strömenden Reaktionsatmosphäre wird mit einem dynamischen Druckregler am Ausgang der Messzelle geregelt. Gemischdosiersysteme sind für die Erzeugung und Dosierung von Gasgemischen sowie Gas- und Dampfgemischen mit genau definierter Zusammensetzung vorgesehen. Diese Systeme ermöglichen die hochgenaue Mischung und volumetrische Dosierung von geregelten Gemischen für Selektivitätsmessungen.

Statische Druckregler sind in beheizten Ausführungen erhältlich, die für Anwendungen mit Dämpfen (z.B. Wasser, Kohlenwasserstoffe, Lösungsmitteln) oder unterkritischen bzw. kondensierbaren Fluiden (z. B. CO₂, NH₃, Butan) eingesetzt werden. Die Beheizung verhindert die Kondensation auch bei hohen Drücken. Einschränkungen anderer Sorptionsmessgeräte bei Messungen mit solchen Fluiden werden so vermieden und ein unübertroffen großer Druckregelbereich erreicht.

Die Gas- und Dampfdosiersysteme verfügen über ein Touchscreen-Display zur Anzeige des aktuellen Status und des Drucks der Reaktionsatmosphäre im IsoSORP-Messgerät. Automatischer Betrieb und Datenerfassung werden von der Software gesteuert.

Eine Liste der verfügbaren Gas- und Dampfdosiersysteme mit Spezifikationen findet sich in der Tabelle auf der rechten Seite.



Typ Dosierung	Statisch: Druckregler / Dynamisch: Gasfluss	Maximaler Druck ^[1]	Anti-Kondensations- Heizung	Reines Gas (G), Dampf (V), unterkritisches Fluid (SC)	Gasgemische ^[2] , Gas ^[2] + Dampf-Gemisch (G+V)
50 F-G	Dynamisch	50 bar	—	G, SC ^[3]	G
50 F-G+V		50 bar	200 °C	G, SC ^[3] , V	G, G+V
150 F-G		150 bar	—	G, SC ^[3]	G
150 F-G+V		150 bar	200 °C	G, SC ^[3] , V	G, G+V
50 S-G+V	Statisch	50 bar	150 °C	G, SC ^[4] , V	—
150 S-G		150 bar	—	G, SC ^[3]	—
150 S-SC		150 bar	100	G, SC ^[5]	—
350 S-SC		350 bar	100	G, SC ^[5]	—
700 S-SC		700 bar	100	G, SC ^[5]	—
50 M-F-G		50 bar	60 °C	G, SC ^[6]	G
50 M-F-G+V		50 bar	60 °C	G, SC ^[6] , V	G, G+V
50 MS-G+V		50 bar	60 °C	G, SC ^[6] , V	G, G+V
150 MS-SC	150 bar	60 °C	G, SC ^[6]	G	

^[1] Vakuum bis 0,0075 Torr möglich (Endvakuum abhängig von verwendeter Vakuumpumpe)

^[2] Einschließlich unterkritischer Fluide (SC) bis zu den nachfolgend angegebenen maximalen Druckgrenzwerten:

^[3] Maximaler Druck für unterkritische Fluide beschränkt auf ca. 40 % des Kondensationsdrucks bei Raumtemperatur

^[4] Maximaler Druck für unterkritische Fluide beschränkt auf ca. 40 % des Kondensationsdrucks bei 150 °C

^[5] Maximaler Druck für unterkritische Fluide beschränkt auf ca. 40 % des Kondensationsdrucks bei 100 °C

^[6] Maximaler Druck für unterkritische Fluide beschränkt auf ca. 40 % des Kondensationsdrucks bei 60 °C

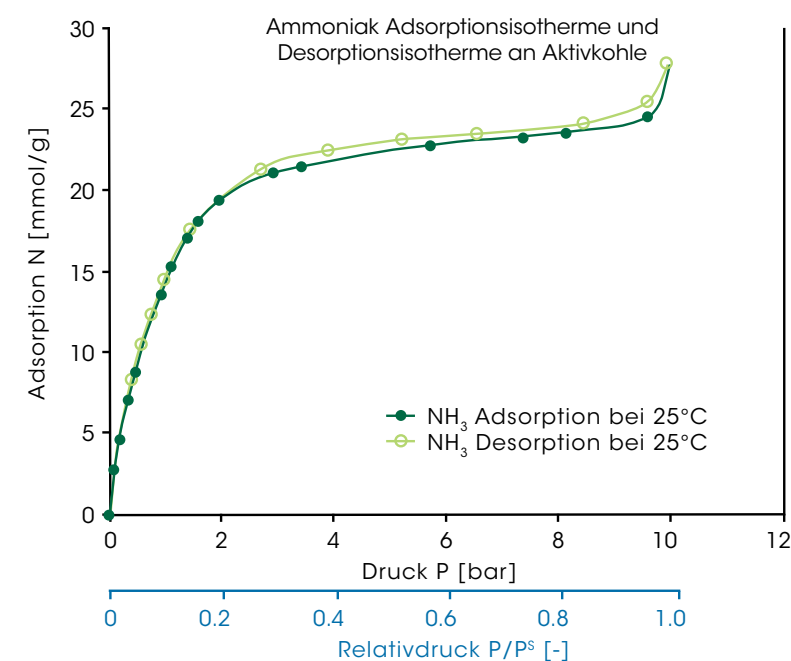
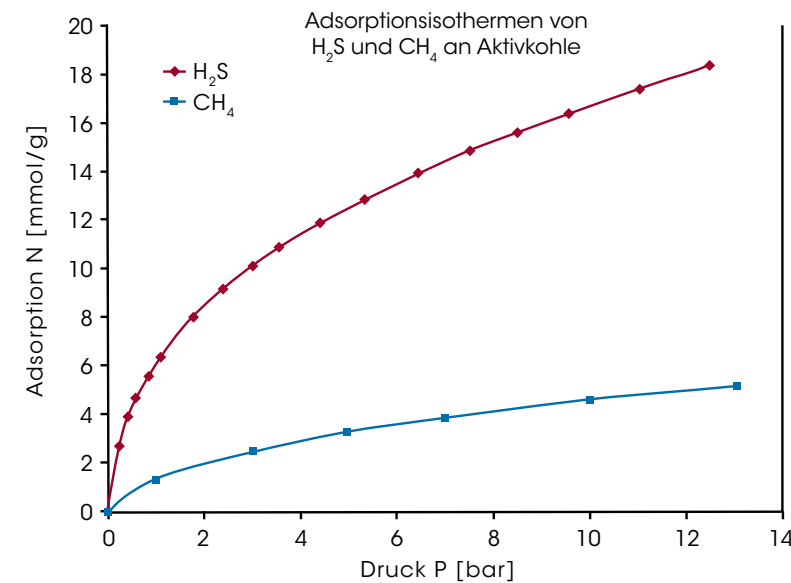
Adsorptionsmessungen mit korrosiven und toxischen Gasen

In vielen technischen Prozessen werden toxische und/oder korrosive Gase verwendet oder erzeugt. Adsorption ist oft das Mittel der Wahl, um Gemische, die solche Gase enthalten, zu reinigen oder zu trennen. Dabei sind die Adsorptionsisothermen aller beteiligten Gase die Grundlage für eine effiziente Auslegung von Trennprozessen und zur Auswahl geeigneter Materialien. Da in der Messzelle der IsoSORP Geräte die Reaktionsatmosphäre vollständig von der Umgebung isoliert ist, können Sorptionsmessungen auch mit korrosiven und toxischen Gasen durchgeführt werden, um so Adsorptionsisothermen für die Prozess- und Materialentwicklung zu liefern.

Erd- und Biogas kann relativ hohe Konzentrationen an toxischem und korrosivem Schwefelwasserstoff (H_2S) enthalten, der vor der Verwendung des Gases abgetrennt werden muss. Für diesen Reinigungsprozess kann eine selektive Adsorption des H_2S aus dem Erdgasgemisch eingesetzt werden, sofern das H_2S im Vergleich zum Methan (CH_4) – als Hauptbestandteil und Energieträger der Erd- und Biogase – bevorzugt adsorbiert wird. Im Diagramm unten links werden die Adsorptionsisothermen von reinem H_2S und reinem CH_4 an Aktivkohle verglichen. Die Messung wurde bei $25^\circ C$ im Druckbereich bis 13 bar durchgeführt. Die Messung erstreckt sich damit über 70% des Dampfdruckbereichs des bei dieser Temperatur noch unterkritischen H_2S . Die Adsorption von H_2S etwa ist etwa dreimal höher als die Adsorption von CH_4 .

Ammoniak (NH_3) ist eine häufig vorkommende, toxische und korrosive Chemikalie mit einem stechenden, unangenehmen Geruch. Daher muss NH_3 aus allen Arten von Abluftströmen, z. B. aus der Entlüftung von Verarbeitungsanlagen landwirtschaftlicher Abwässer und Kläranlagen, entfernt werden. Daneben werden adsorptive Kühlkreisläufe mit Ammoniak als Kältemittel als umweltfreundlichere Alternative zu fluorierten Kältemitteln entwickelt. Für all diese Prozesse sind die Adsorptions- und Desorptionsisothermen von Ammoniak die grundlegenden Informationen. Im Diagramm unten rechts sind die Adsorptions- und Desorptionsisotherme von Ammoniak an Aktivkohle bei $25^\circ C$ als Funktion des Drucks dargestellt. Da Ammoniak bei Temperaturen unter $132,4^\circ C$ ein unterkritisches Fluid (Dampf) ist, beschreiben die dargestellten Isothermen genau genommen die Dampfadsorption und -desorption. Der relative Dampfdruckbereich, gezeigt als zweite X-Achse im Diagramm, erstreckt sich bei dieser Messung fast bis zum Kondensationsdruck.

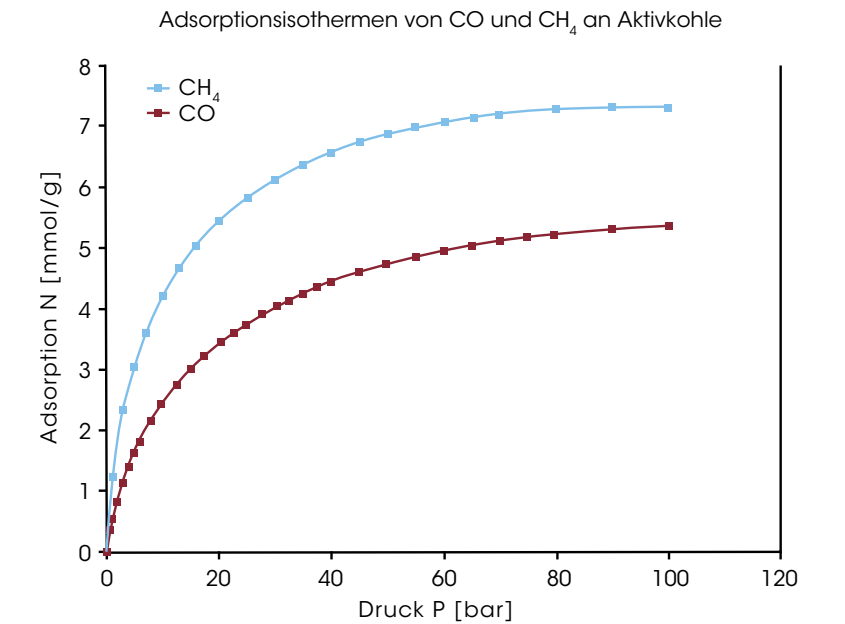
Die Messungen in diesen beiden Beispielen wurden mit einem IsoSORP SA (400-150, S-SC) Gerät mit beheizter Druckregelung durchgeführt. Dank der beheizten Druckregelung können die unterkritischen H_2S - und NH_3 -Dämpfe selbst bei hohen Drücken ohne Kondensation gemessen werden.



Adsorptionsmessungen mit toxischen und explosiven Gasen

In technischen Verbrennungsprozessen wird der Brennstoff oft nicht vollständig oxidiert. Dadurch entsteht toxisches CO im Abgas. In vielen anderen technischen Prozessen, wie der Vergasung von Kohle und Biomasse, bei der Dampfreformierung sowie in Hochofengasen entstehen ebenfalls große Mengen an CO. Meist muss dieses toxische und als Katalysatorgift wirkende Gas durch einen nachgeschalteten Gasreinigungsprozess entfernt werden. Adsorption ist üblicherweise ein zuverlässiges Verfahren für die Gastrennung und -reinigung. Zur Auswahl oder Entwicklung der geeigneten Adsorbentien ist die Messung von Adsorptionsisothermen erforderlich. Im Diagramm rechts werden die Adsorption von CO und CH_4 an Aktivkohle bei $25^\circ C$ über einen großen Druckbereich verglichen. Die Aktivkohle ist als Adsorbens offensichtlich nicht geeignet, um CO aus CH_4 zu entfernen, da hier CH_4 bevorzugt adsorbiert wird.

Messungen mit Permanentgasen, wie im Diagramm rechts gezeigt, können mit allen IsoSORP SA Geräten durchgeführt werden, die mit statischen Druckreglern oder dynamischen Gasdosiersystemen ausgestattet sind.



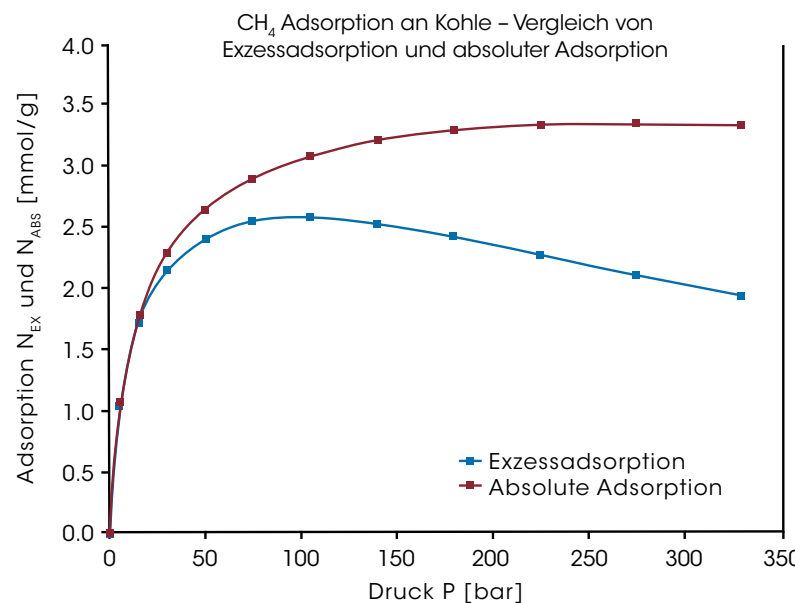
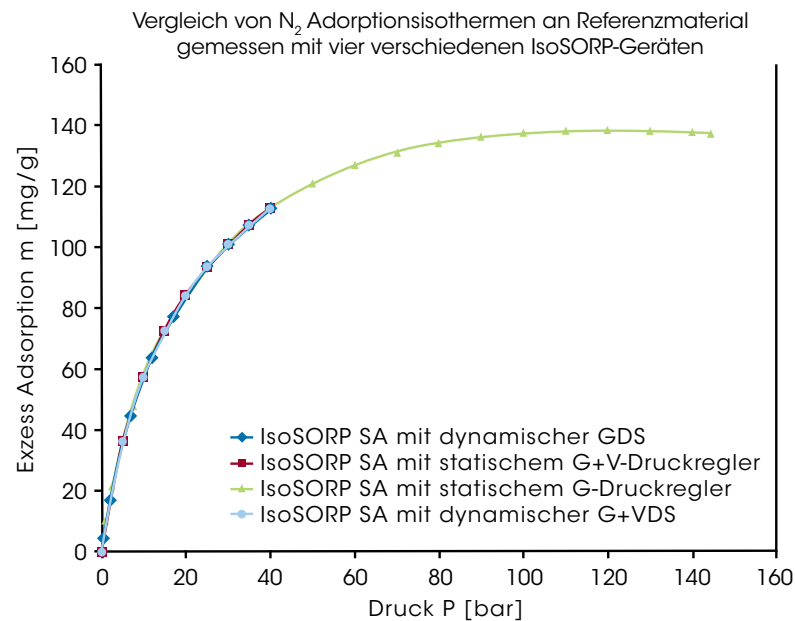
Hochdruck-Sorption von Gasen und unterkritischen Fluiden

Hochdruck-Sorptionsmessungen von Gasen an porösen Adsorbentien liefern wichtige prozess- und anwendungsrelevante Daten für das Verständnis von Gas-Feststoff-Wechselwirkungen. Hochdrucksorptionsanalysen liefern nicht nur quantitative Masseänderungen und kinetische Daten zu Adsorption und Desorption, sondern auch Informationen über die echte, anwendungsrelevante Sorptionskapazität, die Porenzugänglichkeit und die isostere Adsorptionswärme. Häufig untersuchte Adsorbentien sind u. a. Aktivkohlen, Zeolithe, Metallhydride, metall-organische Gerüststrukturen/MOFs und Kieselgerde.

Mit den IsoSORP SA Geräten der Rubotherm-Serie kann Hochdruckgasadsorption mit hervorragender Genauigkeit und Reproduzierbarkeit gemessen werden. Zur Illustration der Reproduzierbarkeit der Messungen wurden verschiedene IsoSORP Messgeräte für Hochdruckadsorptionsmessungen von Stickstoff (N_2) an einem internen Referenzmaterial eingesetzt. Im oberen rechten Diagramm werden die Ergebnisse von N_2 -Adsorptionsmessungen von vier verschiedenen IsoSORP Geräten mit statischen oder dynamischen Druckregelungen im Druckbereich bis 150 bar verglichen. Die Ergebnisse der Messungen verschiedener Messgeräte mit unterschiedlichen Ausstattungen zeigen eine beeindruckende Reproduzierbarkeit.

Wie bei allen anderen Sorptionsmessgeräten und -verfahren ist auch bei den IsoSORP Geräten das Ergebnis einer Adsorptionsmessung die Gibbs Exzessadsorption. Die Exzessadsorptionsdaten sind mit dem Volumen der Probe auftriebskorrigiert. Dazu wird das mit Helium als Referenzgas gemessene Volumen des Adsorbens verwendet. Bei dieser Art der Korrektur wird die zunehmende Belegung der Poren durch das Adsorbat und das Volumen des Adsorbats vernachlässigt. Daher fallen Exzess-Adsorptionsisothermen bei hohen Drücken nach Durchlaufen eines Maximums wieder ab. Bei hohen Drücken und typischerweise hoher Adsorption und Porenbelegung kann der Unterschied zwischen Exzessadsorption und absoluter Adsorption erheblich werden. Dies ist im Diagramm unten rechts dargestellt. Hier wird die Exzessadsorption von CH_4 an einer Kohleprobe bei einer Temperatur von 30 °C und Drücken bis zu 330 bar mit der absoluten Adsorption verglichen.

Die Software der Rubotherm-Series IsoSORP Geräte erlaubt eine einfache Umwandlung der Exzessadsorption in absolute Adsorption auf der Basis der experimentellen Daten. Die Dichte des Adsorbats wird aus dem abfallenden Teil der Exzess-Adsorptionsisotherme bestimmt und als Grundlage für die Datenauswertung genutzt.



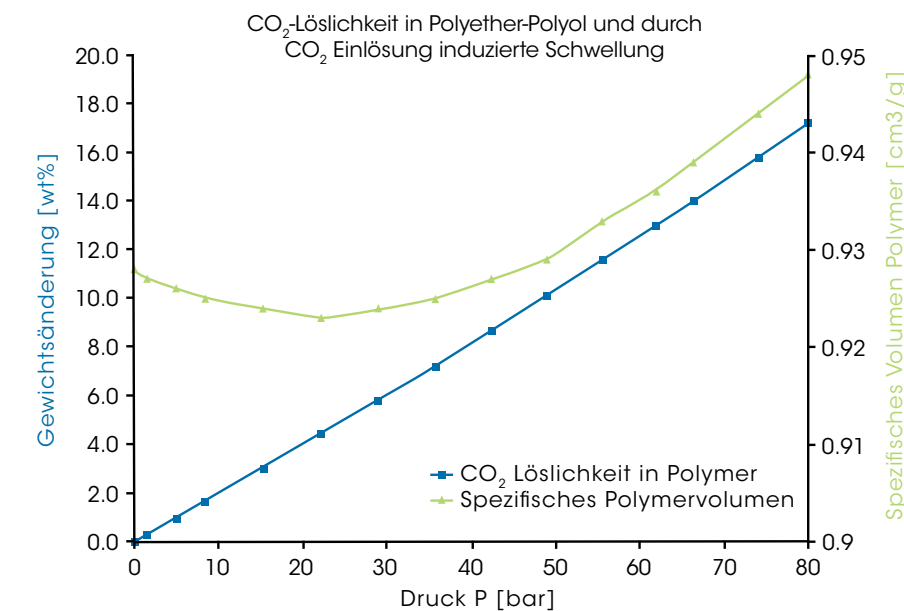
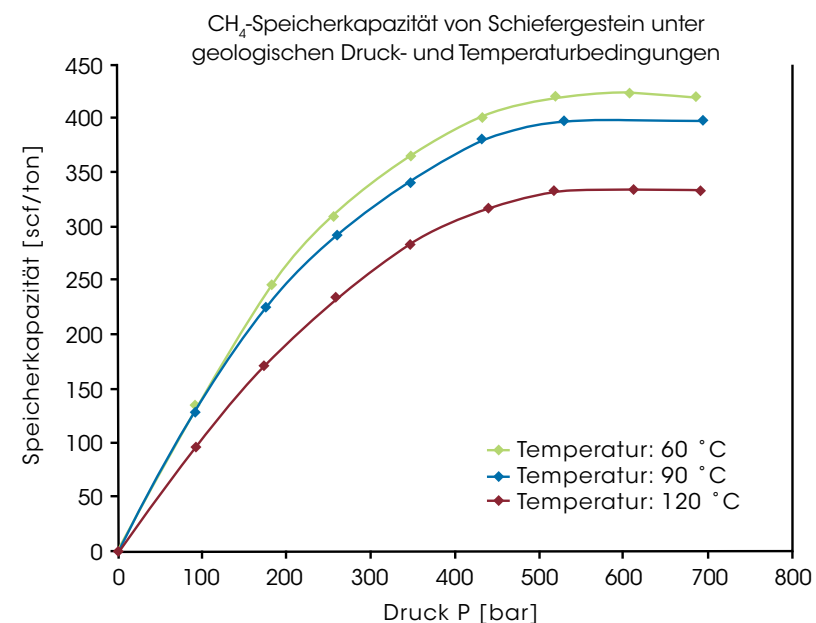
Hochdruck-Sorption von Gasen und unterkritischen Fluiden

In Öl- oder Gaslagerstätten in geologischen Formationen großer Tiefe treten häufig höchste Drücke auf. Erdgas kann in Tiefen von einigen tausend Metern an Kohle oder Schiefergestein adsorbiert sein. Zur Abschätzung der Größe einer Lagerstätte dieser unkonventionellen Gasvorkommen muss die Gasmenge in den geologischen Materialien unter identischen Druck- und Temperaturbedingungen gemessen werden. Die IsoSORP SA Geräte können für Messungen bei bis zu 700 bar und 150 °C verwendet werden, was ungefähr den Bedingungen in einer Tiefe von 5000 m entspricht. Das Diagramm auf der linken Seite zeigt die gemessene CH_4 -Speicherkapazität in Kubikfuß pro Tonne Schiefergestein bei Drücken bis zu 700 bar und unterschiedlichen Temperaturen. Diese Daten erlauben Rückschlüsse auf die Kapazität einer geologischen Schiefergaslagerstätte.

Eine Hochdrucksorptionsmessung mit Fluiden, die sich bei Raumtemperatur im unterkritischen Zustand befinden, erfordert ein vollständig beheiztes Messgerät. Jede kalte Stelle im medienberührten Teil des Messgerätes würde zu einer Kondensation des unterkritischen (SC) Fluides und zu einem Absinken des Drucks führen. Die IsoSORP SA Geräte können mit beheizten Druckreglern ausgestattet werden, die sicherstellen, dass die Temperatur aller medienberührten Teile oberhalb der kritischen Temperatur vieler technisch relevanter SC-Fluide (z. B. CO_2 , Butan, NH_3) liegt. Diese durchgängige Beheizung ermöglicht Messungen mit SC-Fluiden bei hohen Drücken.

Das Diagramm unten rechts zeigt die CO_2 -Absorption (Löslichkeit) in Polyether-Polyol bei 35°C und Drücken bis zu 80 bar*. Polyol wird verwendet, um Polyurethan-Hartschäume herzustellen. Die Schäumung wird durch Ausgasen von zuvor bei hohem Druck im Polyol gelöstem CO_2 erreicht. Für die Verfahrens- und Materialentwicklung muss die Druck- und Temperaturabhängigkeit der CO_2 -Löslichkeit bekannt sein. IsoSORP SA Geräte sind durch ihren weiten Druck- und Temperaturbereich für die Bestimmung dieser Daten ideal geeignet.

Nicht-starre Sorbentien (z. B. Polymere, ionische Flüssigkeiten) ändern Volumen und Dichte, wenn Gas in ihnen gelöst wird. Diese Volumenänderung ist sehr wichtig für die Prozessgestaltung und Datenauswertung. Einige IsoSORP SA Geräte können zu diesem Zweck mit einer Hochdruck-Messzelle mit Sichtfenstern ausgestattet werden. Diese ermöglichen eine optische Erfassung der Volumenänderungen des Testmaterials. Ein IsoSORP SA mit einer Hochdruck-Messzelle mit Sichtfenstern ist im Foto rechts zu sehen. Das durch CO_2 -Absorption veränderte Polyol-Volumen zeigt die grüne Kurve im rechten Diagramm*.

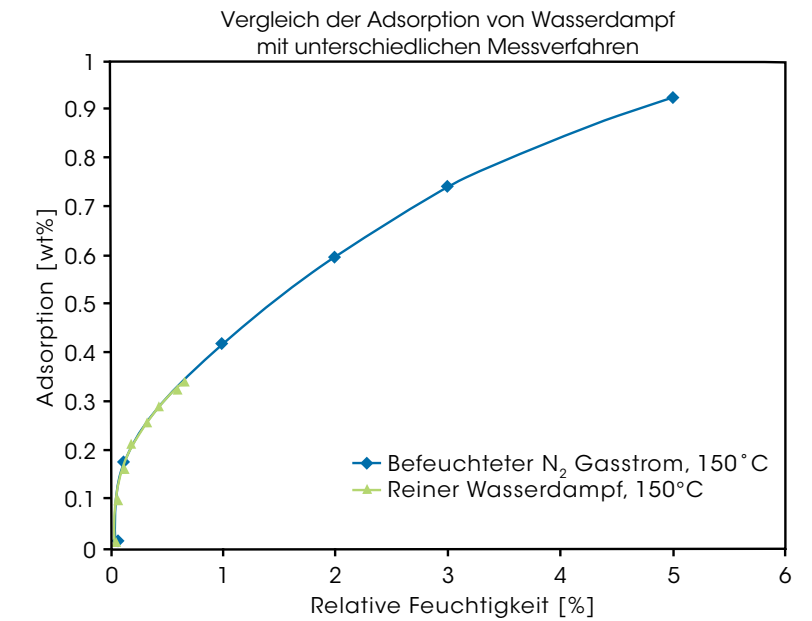
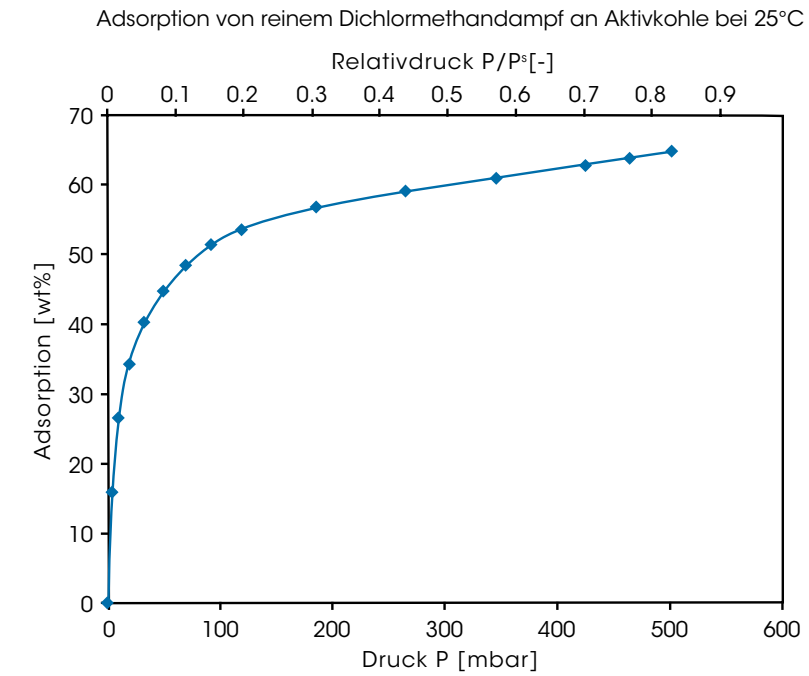
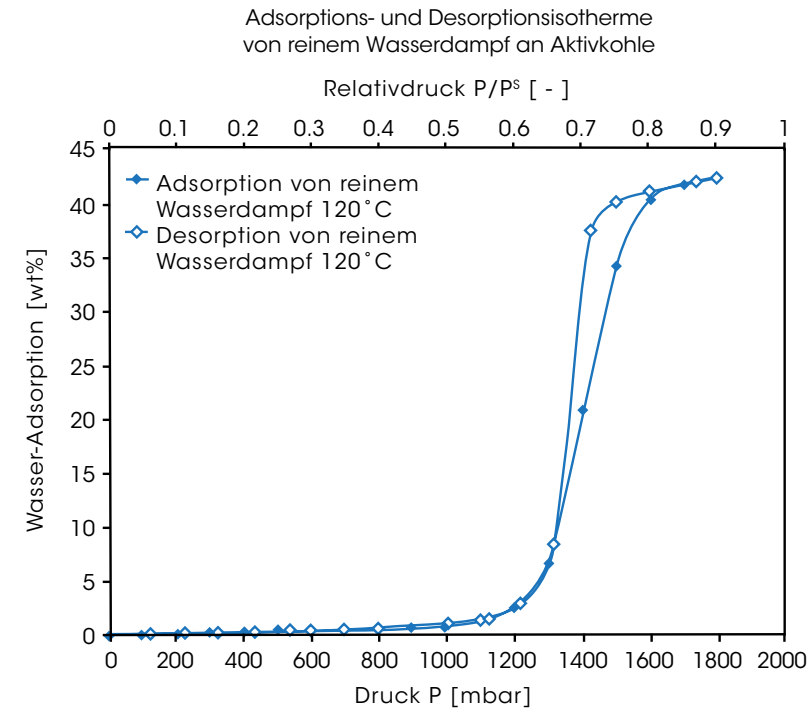


* Daten entnommen aus: M. R. Di Caprio, et al. : Polyether polyol/ CO_2 solutions: Solubility, mutual diffusivity, specific volume and interfacial tension by coupled gravimetry-Axisymmetric Drop Shape Analysis; Fluid Phase Equilibria; 425 (2016), 342-350

Dampfadsorption

Viele Anwendungen in der chemischen Verfahrenstechnik, Pharmazie und den Materialwissenschaften erfordern ein grundlegendes Verständnis der Dampfadsorption. Einige Beispiele sind das Trocknen von Gasen oder von Luft, die Rauchgasreinigung, die Trennung von Raffineriegasen und Benetzungs- und Trocknungsprozesse von Arzneimitteln oder Lebensmitteln. Für diese und unzählige weitere Beispiele sind Ad- und Desorptionsisothermen von Wasserdampf oder organischen Lösemitteldämpfen sowie die Kinetik entscheidend für die richtige Materialauswahl und Prozessgestaltung.

Die IsoSORP SA Geräte mit Gas- und Dampfadsorptionsystemen eignen sich besonders für anspruchsvolle Dampfadsorptionsmessungen. Die einzigartige Ausstattung des IsoSORP mit aufwändigen Anti-Kondensationsheizungen erlaubt Messungen bei sehr hoher Feuchtigkeit und hohen Dampfdrücken – sowohl mit technisch relevanten, befeuchteten Gasen als auch mit reinen Dampfatmosphären. Das Diagramm rechts zeigt ein Beispiel für die Ad- und Desorptionsisotherme von reinem Wasserdampf (ohne Trägergas) bei 120°C an Aktivkohle. Der Druckbereich in dieser Messung reicht bis 1.800 mbar und entspricht damit 90% des Sättigungsdrucks bei 120°C. Die Isotherme zeigt den typischen Verlauf für ein hydrophobes Adsorbens, bei dem fast keine Adsorption unterhalb von 50% Sättigung auftritt. Dann steigt die Adsorption steil bis zu fast 45 % Gewichtszunahme an. Zwischen Adsorptionsisotherme und Desorptionsisotherme zeigt sich eine geschlossene Hysterese.



Als ein weiteres Beispiel wird im Diagramm oben links die Adsorption von reinem Dichlormethandampf an einer Aktivkohle bei 25°C gezeigt. Dichlormethan wird als Reinigungs- und Lösungsmittel verwendet. Es ist toxisch und darf nicht in die Umwelt gelangen. Für die die Entfernung von Dichlormethan und anderen organischen Lösemitteln aus Luft ist Adsorption an Aktivkohle das Standardverfahren. Die Daten zeigen eine typische Typ 1 Adsorptionsisotherme für den organischen Dampf an der Aktivkohle mit Beladungen bis zu 65 Gewichtsprozent.

Rubotherm Series IsoSORP SA Geräte gibt es in verschiedenen Konfigurationen für statische Dampfadsorptionsmessungen in reinen, druckgeregelten Dampfatmosphären oder für Adsorptionsmessungen mit einem befeuchteten Trägergasstrom. Die Auswahl des verwendeten Messverfahrens ist von den spezifischen Anforderungen abhängig. Allerdings muss ein zuverlässiges Messgerät äquivalente Daten unabhängig vom angewendeten Messverfahren liefern. Zur Illustration der hervorragenden Eigenschaften des IsoSORP zeigt die Abbildung oben rechts einen Vergleich der Adsorption von Wasserdampf als Reindampf und aus einem befeuchteten N₂-Trägergas bei 150°C. Es ist erkennbar, dass beide verwendeten IsoSORP Konfigurationen reproduzierbare Daten liefern - unabhängig von der Geräteausstattung.

IsoSORP[®] | SPEZIFIKATIONEN

IsoSORP SA-Modell	Magnetschwebewaage (MSW)		Druck ^[1]	Temperatur		Typ Dosierung
	Auflösung (µg)	Massenbereich (g)	Max. Druck (bar)	Min. (°C)	Max. (°C)	
400-150, S-G	10	25	150	RT	400	Statisches Gas (S-G)
400-150, S-G XR	1	10	150	RT	400	
400-150, S-G Cryo	10	25	150	-196 ^[2]	400	
400-150, S-G LT	10	25	150	-20	400	
400-150, S-G XR LT	1	10	150	-20	400	
400-50, S-G+V	10	25	50	RT	400	Statisches Gas & Dampf (S-G+V)
400-50, S-G+V XR	1	10	50	RT	400	
400-150, S-SC	10	25	150	RT	400	Statische unterkritische Fluide und Gas (S-SC)
400-150, S-SC LT	10	25	150	-20	400	
150-150, S-SC Visi	10	25	150	RT	150 ^[4]	
150-350, S-SC	10	25	350	RT	150 ^[3]	
150-350, S-SC LT	10	25	350	-20	150 ^[3]	
150-350, S-SC Visi	10	25	350	RT	150 ^[4]	
150-700, S-SC	10	25	700	RT	150 ^[4]	
400-50, F-G	10	25	50	RT	400	Strömendes Gas (F-G)
400-50, F-G XR	1	10	50	RT	400	
400-150, F-G	10	25	150	RT	400	
400-150, F-G XR	1	10	150	RT	400	
400-50, F-G+V	10	25	50	RT	400	Strömendes Gas & Dampf (F-G+V)
400-50, F-G+V XR	1	10	50	RT	400	
400-150, F-G+V	10	25	150	RT	400	
400-50, MF-G	10	25	50	RT	400	Volumetrische Gemischerzeugung und Dosierung (M)
400-50, MF-G+V	10	25	50	RT	400	
400-50, MS-G+V	10	25	50	RT	400	
400-150, MS-SC	10	25	150	RT	400	

^[1] Vakuum bis 0,0075 Torr möglich (Endvakuum abhängig von verwendeter Vakuumpumpe)

^[2] Probe kann auf konstant -196°C bzw. -186°C gekühlt werden, kontinuierlicher Temperaturregelbereich -150°C...400°C

^[3] Bis zu 400°C bei maximal 150 bar Druck

^[4] Nicht mit elektrischer Heizung ausgestattet

NOTIZEN



NORD- & SÜDAMERIKA

New Castle (DE), USA
Lindon (UT), USA
Wakefield (MA), USA
Eden Prairie (MN), USA
Chicago (IL), USA
Irvine (CA), USA
Montreal, Kanada
Toronto, Kanada
Mexiko-Stadt, Mexiko
São Paulo, Brasilien

EUROPA

Hüllhorst, Deutschland
Bochum, Deutschland
Eschborn, Deutschland
Wetzlar, Deutschland
Elstree, Vereinigtes Königreich
Brüssel, Belgien
Etten-Leur, Niederlande
Paris, Frankreich
Barcelona, Spanien
Mailand, Italien
Warschau, Polen
Prag, Tschechische Republik
Sollentuna, Schweden
Kopenhagen, Dänemark

ASIEN & AUSTRALIEN

Shanghai, China
Peking, China
Tokio, Japan
Seoul, Südkorea
Taipei, Taiwan
Guangzhou, China
Petaling Jaya, Malaysia
Singapur
Bangalore, Indien
Sydney, Australien



tainstruments.com