

CHASE**Chemical Systems Engineering**

Programm: COMET – Competence Centers for Excellent Technologies

Förderlinie: COMET-Zentrum (K1)

Projekttyp: Innovative process analytical technologies, 10/19 – 09/23, multi-firm



QCL-Sensorplattform; installiert in einem Industrierack. (© CHASE/Moser)

QUANTENKASKADEN-LASER SENSOR ZUR SCHWEFELKOMPONENTENDETEKTION IN PETRO- CHEMISCHEN PROZESSSTRÖMEN

DIE ENTWICKELTE PROTOTYP-TECHNOLOGIE FÜHRTE ZU SEHR NIEDRIGEN NACHWEISGRENZEN FÜR VERBINDUNGEN AUF SCHWEFELBASIS.

Der empfindliche und selektive Nachweis gasförmiger Schwefelspezies mit dem Schwerpunkt auf Schwefelwasserstoff (H_2S), Carbonylsulfid (COS) und Methylmercaptan (CH_3SH) bis zu sub-ppmv-Konzentrationen spielt eine entscheidende Rolle in einem breiten Spektrum petrochemischer Anwendungen, einschließlich Produktionskontrolle, Qualitätssicherung oder Überwachung der persönlichen Sicherheit. Aufgrund des breiten Vorkommens von Schwefelspezies in diesen Prozessen und wegen ihrer negativen Auswirkungen auf die Prozessstabilität und die Produktqualität müssen die Konzentrationen im sub-ppmv-Bereich für H_2S und CH_3SH genau überwacht werden, während

für die COS-Quantifizierung eine Empfindlichkeit von ~ 50 ppbv erforderlich ist.

Trotz einer Vielzahl von Online-Monitoring-Optionen für gasförmige Schwefelspezies stellt deren quantitative zuverlässige Bestimmung im Bereich der chemischen Sensoren nach wie vor eine Herausforderung dar. Aus diesem Grund wurde beim Projektpartner OMV ein empfindlicher, selektiver und industrietauglicher Gassensor entwickelt, der auf der Modulationspektroskopie der zweifachen Modulationsfrequenz ($2f$ -WMS) basiert und drei Dauerstrich Quantenkaskadenlaser mit verteilter Rückkopplung (CW-DFB-QCL) zur Detektion

SUCCESS STORY



gasförmiger Schwefelspezies im sub-ppmv-Bereich in petrochemischen Prozessgasströmen einsetzt.

Die Laserstrahlung der einzelnen QCLs wird im Frequenzmultiplexverfahren zusammengefasst, koaxial ausgerichtet und mit Strahlteilern und Plankonvexlinsensystemen fokussiert. Die kombinierten Laserstrahlen werden weiter in einen Referenz- und Signalpfad aufgeteilt, bevor sie in eine astigmatische 76 m lange Herriott-Multipasszelle eingekoppelt und anschließend auf einen thermoelektrisch gekühlten HgCdTe-Detektor fokussiert werden.

Der Referenzpfad ist mit Referenzgaszellen aus Methan (CH₄), H₂S und Kohlenmonoxid (CO) zur genauen Wellenlängenkalibrierung und Laserdriftkompensation ausgestattet. Die Detektorsignale werden digitalisiert, bei den einzelnen Modulationsfrequenzen demoduliert und mit einem selbst entwickelten, Lock-In-Verstärker weiterverarbeitet. Die Signalmittelwertbildung über 10 Sweeps führt zu einer Gesamtansprechzeit von ~1 s.

Um die Sicherheitsbestimmungen vor Ort zu erfüllen, ist die dreikanalige QCL-Sensorplattform in einem Industrierack installiert und mit der erforderlichen Sicherheitsinfrastruktur ausgestattet, die einen

zertifizierten Betrieb gemäß den ATEX/IECEx-Bestimmungen für gefährliche und explosive Umgebungen ermöglicht. Das Sensor-Rack kombiniert ein vollautomatisches Gasbeprobungs- und Konditionierungssystem mit einem Spül- und Druckbeaufschlagungssystem mit elektronischen Eigensicherheitsvorrichtungen, wodurch ein vielseitiger Explosions- und Fehlfunktionsschutz erreicht wird.

Quantitative Messungen von H₂S, CH₃SH und COS wurden unter Verwendung von Kalibriergasgemischen in Stickstoff- (N₂), Methan- (CH₄) und Propen- (C₃H₆) Matrizen durchgeführt, um die Empfindlichkeit und das lineare Ansprechverhalten des Sensorsystems zu untersuchen. Die entsprechenden Nachweisgrenzen (LOD) wurden nach DIN 32645 bewertet und ergaben ~0.3 ppmv für H₂S, ~60 ppbv für CH₃SH und ~5 ppbv für COS.

Die mit der Sensorplattform gewonnenen spektralen und chemischen Informationen sind entscheidend für ein tiefes Prozessverständnis und die Gewährleistung optimaler Prozessbetriebsbedingungen. Darüber hinaus wird die entwickelte Prototyp-Technologie an den Industriepartner OMV transferiert, der das Instrument weiter testet und entwickelt.

Projektkoordination (Story)

DI Dr. Harald Moser
Projektleiter
CHASE GmbH
T +43 664 8849870
harald.moser@chasecenter.at


Competence Center CHASE GmbH

Altenbergerstraße 69
4040 Linz
T +43 664 9658923
patrick.pammer@chasecenter.at
www.chasecenter.at

Projektpartner

- OMV, Österreich
- TU Wien, Österreich

Diese Success Story wurde von der Zentrumsleitung und den genannten Projektpartnern zur Veröffentlichung auf der FFG Website freigegeben. Das COMET-Zentrum CHASE wird im Rahmen von COMET – Competence Centers for Excellent Technologies durch BMK, BMDW und den Ländern Oberösterreich und Wien gefördert. Das Programm COMET wird durch die FFG abgewickelt. Weitere Informationen zu COMET: www.ffg.at/comet

 **Bundesministerium**
Klimaschutz, Umwelt,
Energie, Mobilität,
Innovation und Technologie

 **Bundesministerium**
Digitalisierung und
Wirtschaftsstandort

Österreichische
Forschungsförderungsgesellschaft mbH
Sensengasse 1, A-1090 Wien
T +43 (0) 5 77 55 - 0
office@ffg.at
www.ffg.at