

Ludwig Deibele, Ralf Dohrn (Hrsg.)

Miniplant-Technik

in der Prozessindustrie



Miniplant-Technik

*Herausgegeben von
Ludwig Deibele
und Ralf Dohrn*

***Beachten Sie bitte auch
weitere interessante Titel
zu diesem Thema***

F. P. Helmus

Anlagenplanung

Von der Anfrage bis zur Abnahme

2003, ISBN 3-527-30439-8

R. Goedecke (Hrsg.)

Fluidverfahrenstechnik

Grundlagen, Methodik, Technik, Praxis

2006, ISBN 3-527-31198-X

K. Ohlrogge, K. Ebert (Hrsg.)

Membranen

Grundlagen, Verfahren und industrielle Anwendungen

2006, ISBN 3-527-30979-9

V. Hessel, S. Hardt, H. Löwe, A. Müller, G. Kolb

Chemical Micro Process Engineering

2 Volumes

2005, ISBN 3-527-31407-5

Miniplant-Technik

in der Prozessindustrie

*Herausgegeben von
Ludwig Deibele und Ralf Dohrn*



WILEY-
VCH

WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA

Herausgeber:

Dr. Ludwig Deibele

Schäfflerstr. 6
80333 München
(ehemals Bayer AG, Leverkusen)

Dr. Ralf Dohrn

Bayer Technology Services GmbH
Process Technologies
Reaction and Polymer Technology
Thermophysical Properties
Gebäude B 310
51368 Leverkusen

Titelbild Anlagenfotos mit freundlicher Genehmigung der QVF Engineering GmbH

1. Auflage 2006

■ Alle Bücher von Wiley-VCH werden sorgfältig erarbeitet. Dennoch übernehmen Autoren, Herausgeber und Verlag in keinem Fall, einschließlich des vorliegenden Werkes, für die Richtigkeit von Angaben, Hinweisen und Ratschlägen sowie für eventuelle Druckfehler irgendeine Haftung

Bibliografische Information

Der Deutschen Bibliothek

Die Deutsche Bibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.ddb.de> abrufbar

© 2006 WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim

Alle Rechte, insbesondere die der Übersetzung in andere Sprachen, vorbehalten. Kein Teil dieses Buches darf ohne schriftliche Genehmigung des Verlages in irgendeiner Form – durch Photokopie, Mikroverfilmung oder irgendein anderes Verfahren – reproduziert oder in eine von Maschinen, insbesondere von Datenverarbeitungsmaschinen, verwendbare Sprache übertragen oder übersetzt werden. Die Wiedergabe von Warenbezeichnungen, Handelsnamen oder sonstigen Kennzeichen in diesem Buch berechtigt nicht zu der Annahme, dass diese von jedermann frei benutzt werden dürfen. Vielmehr kann es sich auch dann um eingetragene Warenzeichen oder sonstige gesetzlich geschützte Kennzeichen handeln, wenn sie nicht eigens als solche markiert sind.

Printed in the Federal Republic of Germany

Gedruckt auf säurefreiem Papier

Satz K+V Fotosatz GmbH, Beerfelden
Druck betz-druck GmbH, Darmstadt
Bindung Schäffer GmbH, Grünstadt

ISBN-13: 978-3-527-30739-5

ISBN-10: 3-527-30739-7

Inhaltsverzeichnis

	Vorwort	<i>XI</i>
1	Der Weg zur Miniplant-Technik – ein historischer Überblick	1
	<i>Ludwig Deibele</i>	
2	Grundsätze der Miniplant-Technik	11
	<i>Ludwig Deibele</i>	
2.1	Gründe für Laborversuche	11
2.2	Anforderungen an die Miniplant-Technik	12
2.3	Vorteile von Miniplant-Anlagen gegenüber Technikumsanlagen	14
2.4	Apparate- und Verfahrens-Scale-up	15
3	Voraussetzungen zum Bau von Anlagen der Miniplant-Technik	17
3.1	Arbeitsumfeld	17
	<i>Hans Bernd Kuhnhen</i>	
3.1.1	Arbeitsraum	17
3.1.2	Einrichtung und Ausstattung	21
3.1.3	Be- und Entlüftung	23
3.1.4	Energieversorgung	24
3.1.5	Nebenräume	24
3.1.6	Lager	25
3.2	Werkstoffe	26
	<i>Hans Bernd Kuhnhen</i>	
3.2.1	Grundwerkstoff Borosilicatglas	3.3 27
3.2.1.1	Chemische Beständigkeit	27
3.2.1.2	Physikalische Eigenschaften	28
3.2.1.3	Mechanische Eigenschaften	28
3.2.1.4	Optische Eigenschaften	30
3.2.1.5	Zulässige Betriebsdaten	31
3.2.2	Kombinationswerkstoffe	33
3.2.2.1	Chrom-Nickel-Legierungen	33

3.2.2.2	Sondermetalle	34
3.2.2.3	Stahl/Emaillie	34
3.2.2.4	Stahl/PTFE	35
3.2.2.5	Quarzglas	36
3.2.2.6	Keramik	37
3.2.2.7	Grafit	38
3.2.2.8	Fluorkunststoffe und technische Kunststoffe	38
3.2.3	Dichtungs- und Lagerwerkstoffe	39
3.2.3.1	Fluorierte Kunststoffe	39
3.2.3.2	Keramik	39
3.2.3.3	Grafit	40
3.2.3.4	Metalle	40
3.2.4	Beschichtungs- und Färbewerkstoffe	40
3.3	Baukastenprinzip für Miniplant-Anlagen	42
	<i>Hans Bernd Kuhnhen</i>	
3.3.1	Technische Merkmale	42
3.3.1.1	Verbindungselemente	42
3.3.1.2	Armaturen	46
3.3.1.3	Konstruktionsmerkmale für Bauteile	47
3.3.2	Bauteile	52
3.3.2.1	Produkt- und Betriebsmittelleitungen	53
3.3.2.2	Armaturen	57
3.3.2.3	Gefäße/Rührwerke	59
3.3.2.4	Wärmeübertrager	65
3.3.2.5	Kolonnenbauteile	76
3.3.2.6	Pumpen und Ventile	84
3.3.2.7	Mess- und Regelgeräte	88
3.3.2.8	Verbindungen	91
3.3.2.9	Gestelle und Halterungen	98
3.3.3	Baugruppen	104
3.3.3.1	Verdampfer	105
3.3.3.2	Mischer-Scheide-Stufe	107
3.3.3.3	Absorptionsapparatur	107
3.3.4	Module	110
3.4	Steuerung und Regelung	113
	<i>Werner Zang</i>	
3.4.1	Anforderungen an die Automatisierung der Miniplant	113
3.4.1.1	Einleitung	113
3.4.1.2	Aufgaben	115
3.4.1.3	Praxis der Automatisierungstechnik in F&E	115
3.4.1.4	Einteilung der Gerätetechnik in Musterkategorien	116
3.4.1.5	Besondere Anforderungen	118
3.4.1.6	Verfahrenstechnische Anlage und Automatisierungssystem	119
3.4.1.7	Fahrweisen	120
3.4.1.8	Struktur des Automatisierungssystems	121

3.4.2	Anforderungen an Systeme zur Rezeptfahrweise	122
3.4.2.1	Die Elemente der Rezeptsteuerung	123
3.4.3	Ein Automatisierungssystem für die Miniplant	123
3.4.3.1	Schnittstellen	125
3.4.3.2	Automatisierungstechnische Grundfunktionen	126
3.4.3.3	Rezeptursteuerung	128
3.4.3.4	Instrumentierung	129
3.4.3.5	Anwendungsorientierte Gerätebausteine	129
3.4.3.6	Regler	131
3.4.3.7	Sicherheit	133
3.4.3.8	Das ABK-Betriebsprogramm	133
3.4.4	Ein Anwendungsbeispiel	145
3.5	Messdatenaufnehmer	150
	<i>Werner Zang</i>	
3.5.1	Einleitung	150
3.5.2	Temperaturmessung	151
3.5.3	Druckmessung	152
3.5.4	Gewichtsmessung	154
3.5.5	Füllstands- und Grenzschichtmessung	154
3.5.6	Durchflussmessung	156
3.5.6.1	Massenfluss	156
3.5.6.2	Volumenfluss	157
3.5.7	Rührerdrehmoment	157
3.5.8	Spezielle Messgrößen	158
3.6	Sicherheitskonzept bei Miniplant-Versuchsanlagen	159
	<i>Jürgen Spriewald</i>	
3.6.1	Allgemeines	159
3.6.2	Analyse der Gefahrenquellen	160
3.6.3	Vermeidung des Austretens von Chemikalien	161
3.6.4	Normen und Aufbauhinweise für Glasteile	162
3.6.5	Sekundäre Maßnahmen bei einem Glasbruch	163
3.6.6	Explosionsschutz	164
3.6.7	Elektrostatische Aufladung	167
3.6.8	Produkthandling	167
3.6.9	Stoffspezifische und organisatorische Sicherheitsratschläge	167
3.6.10	Fazit	170
4	Stoffdaten und Verfahrensablauf	171
4.1	Physikalische Stoffdaten und Thermodynamik	171
	<i>Ralf Dohrn</i>	
4.1.1	Hintergrund	171
4.1.1.1	Bedeutung von Stoffdaten	171
4.1.1.2	Für welche Stoffe werden Stoffdaten benötigt?	172
4.1.1.3	Für welche Stoffeigenschaften werden Daten benötigt?	173
4.1.2	Reinstoffgrößen	174

- 4.1.2.1 Stoffeigenschaften reiner Stoffe bei moderaten Drücken 174
- 4.1.2.2 Stoffeigenschaften reiner Stoffe bei erhöhten Drücken 176
- 4.1.3 Eigenschaften von Mischungen 178
 - 4.1.3.1 Gemischeigenschaften 178
 - 4.1.3.2 Phasengleichgewichte 179
- 4.1.4 Quellen der Stoffdatenbeschaffung 188
 - 4.1.4.1 Literaturrecherche 188
 - 4.1.4.2 Korrelierung oder Vorhersage 189
 - 4.1.4.3 Messen von Stoffdaten 190
- 4.1.5 Diskussion 193
 - Symbolverzeichnis 194
- 4.2 Festlegung des Verfahrensablaufs und einzelner Verfahrensschritte 197
 - Ludwig Deibele*
- 5 Apparaturen der einzelnen Grundoperationen 199**
 - 5.1 Reaktionstechnik 199
 - Philip Bahke, Arno Behr, Andrzej Górak, Achim Hoffmann*
 - 5.1.1 Chemische Reaktionssysteme 199
 - 5.1.1.1 Scale-up für homogene fluide Reaktionssysteme 199
 - 5.1.1.2 Scale-up für heterogene Reaktionssysteme 204
 - Beispiel 212
 - 5.1.2 Spezielle Verfahren 213
 - 5.1.2.1 Scale-up von Bioreaktoren 213
 - Beispiel 215
 - 5.1.2.2 Scale-up von elektrochemischen Reaktoren 216
 - Beispiel 217
 - 5.1.2.3 Scale-up von Mikrowellenreaktoren 218
 - Beispiel 220
 - 5.1.3 Integrierte Verfahren 221
 - 5.1.3.1 Reaktivdestillationsverfahren 221
 - 5.1.3.2 Homogen katalysierte Reaktivdestillation 222
 - 5.1.3.3 Heterogen katalysierte Reaktivdestillation 223
 - 5.1.4 Zusammenfassung 229
 - 5.2 Fluidverfahrenstechnik 232
 - 5.2.1 Destillation und Rektifikation 232
 - Ludwig Deibele*
 - 5.2.1.1 Verfahrenstechnische Grundlagen und technische Apparate 232
 - 5.2.1.2 Destillation im Labor – Miniplant-Technik 239
 - 5.2.1.3 Testen von Destillationskolonnen 250
 - 5.2.1.4 Überlegungen zum Scale-up von Destillationskolonnen 258
 - 5.2.2 Wärmeübertragung 263
 - Thomas Runowski*
 - 5.2.2.1 Grundlagen der Wärmeübertragung 263
 - 5.2.2.2 Bauarten technischer Verdampfer 280

- 5.2.2.3 Wärmeübertragung im Labor 286
- 5.2.3 Flüssig/Flüssig-Extraktion 291
Michael Traving
- 5.2.3.1 Grundlagen der Extraktion 291
- 5.2.3.2 Basisdaten und Apparateauswahl 296
- 5.2.3.3 Labortechnik 300
- 5.2.3.4 Zusammenfassung 309
- 5.2.4 Membrantechnik 310
Jörg Schwarzer
- 5.2.4.1 Membranverfahren 311
- 5.2.4.2 Versuche im Labormaßstab 313
- 5.2.4.3 Miniplant- und Technikumsmaßstab 314
- 5.2.4.4 Simulation und begleitende Berechnungen, Scale-up 317
- 5.2.4.5 Anwendung von Membranverfahren in Miniplants
in der Literatur 318
- 5.2.4.6 Zusammenfassung Membrantechnik und Miniplants 319
- 5.3 Feststoffverfahrenstechnik 320
- 5.3.1 Filtration 320
Martin Steiner
- 5.3.1.1 Einleitung/Theorie 320
- 5.3.1.2 Kuchenfiltration 322
- 5.3.1.3 Kuchenhöhe/Filtrationsleistungen 323
- 5.3.1.4 Verschiedene Apparate zur Fest/Flüssig-Trennung 323
- 5.3.1.5 Die Filternutsche 325
- 5.3.2 Kristallisation 334
Axel König
- 5.3.2.1 Kristallisationstechniken 334
- 5.3.2.2 Miniplants 336
- 5.3.2.3 Simulation und Scale-up 344
- 5.3.2.4 Anwendung der Kristallisation in Miniplants
in der Literatur 346
- 5.3.2.5 Zusammenfassung 346
- 5.3.3 Trocknung 347
Reiner Laible
- 5.3.3.1 Vorwort und Definitionen 347
- 5.3.3.2 Kriterien und Parameter für das Scale-up in API Trocknern 348
- 5.3.3.3 Vergleich von Technikums- und Produktionsdaten
am Beispiel eines Universal Trockners 352
- 5.3.3.4 Zusammenfassung 353
- 5.3.4 Mischen 355
Joachim Ritter
- 5.3.4.1 Grundlagen der Dimensionsanalyse 356
- 5.3.4.2 Modelltheorie 360
- 5.3.4.3 Modellübertragung 361
- 5.3.4.4 Makro- und Mikromischen 362

5.3.4.5	Modellversuche im Miniplant	364
5.3.4.6	Zusammenfassung	365
5.3.5	Zerkleinern	366
	<i>Wolfgang Scheibe</i>	
5.3.5.1	Vorbemerkungen	366
5.3.5.2	Grob- und Mittelzerkleinerung	368
5.3.5.3	Fein- und Feinstzerkleinerung	370
5.3.5.4	Schlussfolgerungen	378
6	Betrieb von Miniplant-Anlagen	381
	<i>Juan R. Herguijuela</i>	
6.1	An- und Abfahren	381
6.1.1	An- und Abfahren von Einzelapparaten	381
6.1.2	An- und Abfahren von Miniplant-Anlagen	383
6.2	Versuchsablauf und -dauer	384
7	Beispiele von Miniplant-Anlagen	387
	<i>Juan R. Herguijuela</i>	
7.1	Einleitung	387
7.2	Aufarbeitung einer Kristallisationsmutterlauge	389
7.3	Katalysatorrückführung mittels Reaktivrektifikation	391
7.4	Quenchkondensation eines Reaktionsprodukts	394
7.5	Einsatz von neuen Trennverfahren zur Gleichgewichtsverschiebung bei einer chemischen Reaktion	398
7.5.1	Pervaporation	398
7.5.2	Simulierte Gegenstromchromatographie	400
7.6	Schlussbemerkung	405
8	Geht es noch kleiner?	407
	<i>Andreas Pfennig</i>	
8.1	Miniaturisierung zum Schließen der Stoffkreisläufe	409
8.2	Miniaturisierung in der Produktion	412
8.3	Miniaturisierung für das Scale-up	413
8.4	Detailmodellierung basierend auf Laborversuchen	414
	Sachverzeichnis	419

Vorwort

Mit dem Begriff Miniplant-Technik verbindet sich die Vorstellung, eine geplante technische Großanlage im kleinstmöglichen Maßstab mit allen verfahrenstechnischen Grundoperationen funktionsfähig aufzubauen und mit Originalprodukt zu betreiben. Mithilfe der so gewonnenen experimentellen Daten wird ein direktes Scale-up auf die technische Größe ermöglicht, wodurch Versuche im Technikumsmaßstab entbehrlich werden.

Die Miniplant-Technik ist aus den Entwicklungslabors der Verfahrenstechnik und der Chemie hervorgegangen. Dabei wurde der Begriff Miniplant-Technik erst vor einigen Jahren geprägt. Aus diesem Grund existiert bisher nur wenig an Literatur zu diesem weiten Arbeitsgebiet, und wir haben uns das Ziel gesetzt, diese Lücke mit dem vorliegenden Buch zu schließen.

Das Buch richtet sich sowohl an Ingenieure und Chemiker, deren Arbeitsgebiet die Planung, den Aufbau und den Betrieb von Miniplant-Anlagen und das Scale-up der Versuchsergebnisse auf die technische Anlage beinhaltet, als auch an Studenten der Bereiche Verfahrenstechnik und Chemie, die sich während des Studiums mit diesen Aufgabenstellungen befassen.

Das Buch ist in acht Kapitel gegliedert, die in ihrer Reihenfolge in groben Zügen der Vorgehensweise des Betreibers einer Miniplant-Anlage folgen. Dieser prüft zuerst, ob Versuche erforderlich sind, sucht sich den dafür geeigneten Laborplatz, plant die Miniplant-Anlage, baut sie mit allen verfahrenstechnischen Grundoperationen und Verbindungsleitungen auf und führt schließlich die Versuche durch. So wird im Einleitungskapitel 1 zunächst der geschichtlichen Entwicklung der Labortechnik nachgegangen und gezeigt, wie sich der Begriff Miniplant-Technik entwickelt hat. In Kapitel 2 werden die Fragen aufgeworfen, warum und wozu heute Laborversuche erforderlich sind und wie ihre Ergebnisse auf einen technischen Maßstab übertragen werden können. Kapitel 3 geht sowohl auf die Bauteile der Miniplant-Technik als auch auf die Werkstoffe der Apparaturen ein, zeigt den Mess- und Regelaufwand bei diesem Anlagenmaßstab und gibt Hinweise auf Sicherheitstechnik. Kapitel 4 befasst sich mit der Planung der Miniplant-Anlage, wobei auf die Ermittlung der Stoffdaten besonderes Augenmerk gelegt wird.

In Kapitel 5, dem umfangreichsten, wird der Stand der Miniplant-Technik in der Reaktionstechnik und bei den Verfahren der Fluid- und Feststoffverfahrenstechnik beschrieben. Dabei zeigt sich der unterschiedliche Stand der Miniplant-Technik bei den verschiedenen Grundoperationen. In der Destillationstechnik ist die Miniplant-Technik beispielsweise schon sehr weit entwickelt. Es existiert ein gesichertes Vorgehen für das Scale-up, und es liegt bereits eine langjährige Erfahrung vor. Bei der Zerkleinerung gibt es dagegen nur erste Überlegungen zu kleineren Apparaturen und zum Scale-up. Hauptgrund hierfür sind verfahrenstechnische und apparative Probleme bei der Maßstabsverkleinerung. Hier will das vorliegende Buch zeigen, inwieweit heute ein Scale-up bei den verschiedenen Grundoperationen möglich ist, und Hinweise geben, wo weiterer Forschungsaufwand sinnvoll und nötig ist.

In Kapitel 6 wird das Anfahren von Miniplant-Anlagen beschrieben und die Versuchsdauer diskutiert. In Kapitel 7 werden einige Miniplant-Anlagen mit unterschiedlichen Grundoperationen vorgestellt und damit gezeigt, was heute machbar ist. Das Abschlusskapitel 8 geht der Frage nach, ob und bei welchen Verfahren eine weitere Verkleinerung möglich und sinnvoll ist.

Die Herausgeber hoffen, mit diesem Buch eine Bestandsaufnahme des heutigen Wissens der Miniplant-Technik geliefert und einen Anstoß zum weiteren Vorgehen in dieser interessanten Technik gegeben zu haben. Da speziell das Wissen über die einzelnen Grundoperationen sehr vielschichtig und komplex ist, wurden 14 Koautoren gewonnen, die ausgewiesene Spezialisten auf ihrem Fachgebiet sind. Ihnen möchten die Herausgeber an dieser Stelle für die erfolgreiche Mitarbeit herzlich danken. Das gleiche Dankeschön gilt auch dem Verlag für die gute Zusammenarbeit.

München und Leverkusen
Dezember 2005

Ludwig Deibele
Ralf Dohrn

Autorenliste

Philip Bahke

Universität Dortmund
Lehrstuhl für Technische Chemie A
Emil-Figge-Straße 70
44221 Dortmund
(Abschnitt 5.1)

Arno Behr

Universität Dortmund
Lehrstuhl für Technische Chemie A
Emil-Figge-Straße 70
44221 Dortmund
(Abschnitt 5.1)

Ralf Dohrn

Bayer Technology Services GmbH
Process Technologies
Reaction and Polymer Technology
Thermophysical Properties
Gebäude B 310
51368 Leverkusen
(Abschnitt 4.1)

Ludwig Deibele

Schäfflerstraße 6
80333 München
(Kapitel 1 und 2, Abschnitte 4.2
und 5.2.1)

Andrzej Górak

Universität Dortmund
Lehrstuhl für Thermische
Verfahrenstechnik
Emil-Figge-Straße 70
44221 Dortmund
(Abschnitt 5.1)

Juan R. Herguijuela

Separation Processes & Technologies
Gewerbestraße 28
4123 Allschwil
Schweiz
(Kapitel 6 und 7)

Achim Hoffmann

Universität Dortmund
Lehrstuhl für Thermische
Verfahrenstechnik
Emil-Figge-Straße 70
44221 Dortmund
(Abschnitt 5.1)

Axel König

Universität Erlangen/Nürnberg
Lehrstuhl für Trenntechnik
Egerlandstraße 3
91058 Erlangen
(Abschnitt 5.3.2)

Hans Bernd Kuhnhen

Goethestraße 13
35083 Wetter
(Abschnitte 3.1, 3.2 und 3.3)

Reiner Laible

ROSENMUND VTA AG
Gestadeckplatz 6
4410 Liestal
Schweiz
(Abschnitt 5.3.3)

Andreas Pfennig

RWTH Aachen
Lehrstuhl für Thermische
Verfahrenstechnik
Wüllnerstraße 5
52062 Aachen
(Kapitel 8)

Joachim Ritter

Bayer Technology Services GmbH
Process Technology
RPT-MST, Geb. E41
51368 Leverkusen
(Abschnitt 5.3.4)

Thomas Runowski

Bayer Technology Services GmbH
Process Technology
Distillation and Heat Transfer,
Geb. B 310
51368 Leverkusen
(Abschnitt 5.2.2)

Wolfgang Scheibe

UVR-FIA GmbH
Chemnitzer Straße 40
09596 Freiberg/Sachsen
(Abschnitt 5.3.5)

Jörg Schwarzer

Cognis Deutschland GmbH
CRT-Process Technology
Henkelstraße 67
40589 Düsseldorf
(Abschnitt 5.2.4)

Jürgen Spriewald

Bayer Technology Services GmbH
ZT-TE – FIVT-Dest Geb. B 310
51368 Leverkusen
(Abschnitt 3.6)

Martin Steiner

ROSENMUND VTA AG
Gestadeckplatz 6
4410 Liestal
Schweiz
(Abschnitt 5.3.1)

Michael Traving

Bayer Technology Services GmbH
Process Technology
Adsorpt., Chrom., Extrac. & Mem.
Tech., Geb. B 310
51368 Leverkusen
(Abschnitt 5.2.3)

Werner Zang

HiTec Zang
Ebertstraße 30–32
52134 Herzogenrath
(Abschnitte 3.4 und 3.5)

1

Der Weg zur Miniplant-Technik – ein historischer Überblick

Mithilfe der Miniplant-Technik wird versucht, eine technische Anlage mit all ihren verfahrenstechnischen Schritten voll funktionsfähig im kleinstmöglichen Maßstab nachzubilden. Hierzu bieten sich die im chemischen Labor vorhandenen Apparate und die über Jahrhunderte angesammelte experimentelle Erfahrung an. Somit stellen die Miniplant-Technik und die mit ihr aufgebauten Miniplants nichts grundsätzlich Neues dar, sondern basieren auf vorhandenem Wissen. Deshalb ist es interessant, in diesem Einleitungskapitel auf die historische Entwicklung der Labortechnik einzugehen und damit die Wurzeln und den Weg zur Miniplant-Technik aufzuzeigen. Das soll am Beispiel der Destillation und Rektifikation erfolgen [1–2], da sich auf diesem verfahrenstechnischen Gebiet das größte experimentelle Wissen angesammelt hat, wie auch in weiteren Kapiteln gezeigt wird.

Erste konkrete Abbildungen zu Destillationsapparaturen finden sich bereits bei den alexandrinischen Alchemisten im 1. und 2. Jahrhundert nach Christus. So sind in Abb. 1.1 bereits Destillationskolben zu erkennen, die mit Öfen beheizt werden. Die Dämpfe steigen durch ein Rohr aufwärts und kondensieren in einem kugelförmigen Aufsatz, dem Alembik, wobei die Umgebungsluft als Kühlmittel dient. Das Kondensat sammelt sich in einer Rinne und wird durch ein oder mehrere Röhrchen in Fläschchen abgefüllt [3]. Mit diesen Apparaturen wurden wahrscheinlich höher siedende ätherische Öle für die Parfümherstellung destilliert.

In den nächsten Jahrhunderten änderte sich grundsätzlich nur wenig am Aufbau der Destillationsapparatur. Erst um etwa 1200 wurde die Effektivität der Kondensation durch die Einführung von Wasser als Kühlmittel entscheidend gesteigert. Dadurch gelangen auch die Destillation und Kondensation von Ethylalkohol, der bis zum Ende des 19. Jahrhunderts das wichtigste Destillationsprodukt darstellt. Abb. 1.2 zeigt eine Destillationsapparatur vom Ende des 16. Jahrhunderts von Conrad Gesner [4]. Deutlich sind der Herd mit eingebauter Heizblase und die fallende Kühlschlange im mit Wasser befüllten Kühlfass zu erkennen. Außerdem erreicht die Apparatur bereits technische Dimensionen.

Bis zu diesem Zeitpunkt hat die Destillationsapparatur nur Labordimensionen. Größere Anlagen mit Technikums oder technischen Dimensionen tauchen erst im 15. Jahrhundert auf. Eine eigenständige Entwicklung von Laborapparaturen wird jedoch erst möglich, nachdem Johann Kunckel (1630–1702), Leiter

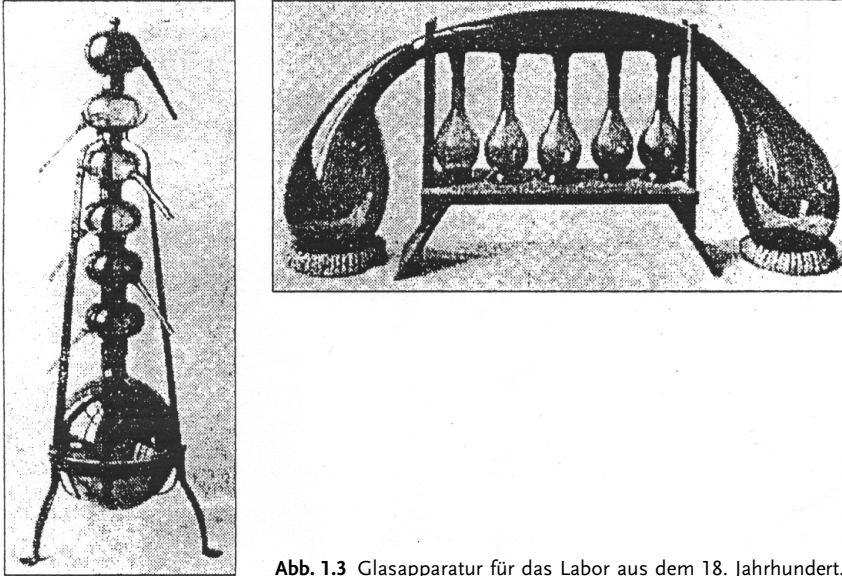
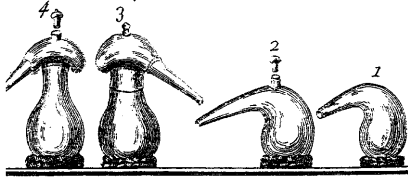


Abb. 1.3 Glasapparatur für das Labor aus dem 18. Jahrhundert.

Vaisseaux Evaporatoires à l'air libre, 1^{re} Section.



Vaisseaux Evaporatoires clos, 2^{me} Section.



Recipients, 3^{me} Section.

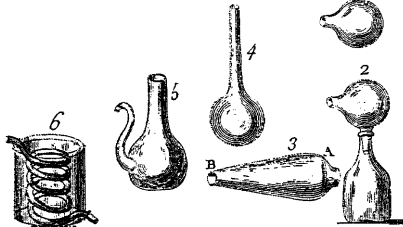


Abb. 1.4 Gläserne Laborgeräte von Antoine Baumé aus dem 18. Jahrhundert.

Kühlschlange und die sog. Florentinerflaschen zur Trennung zweier flüssiger Phasen, zuerst in Florenz zur Trennung ätherischer Öle von Wasser eingesetzt.

Zur selben Zeit wurde bereits die Gegenstromkühlung im Labor eingeführt, wie Abb. 1.5 aus der Dissertation *Observationes chemicae et mineralogicae* [6] von Christian Ehrenfried von Weigel (1748–1831) zeigt. Der Gegenstromkühler, der sog. Liebig-Kühler, bestand aus zwei ineinander gesteckten Rohren, von denen das Innere als Glasrohr und das Äußere als Weißblechrohr ausgeführt wurden. Auch die Haltevorrichtungen für den Kühler wurden von Weigel entwickelt und sind Vorläufer unserer heutigen Stativklammern.

Bis zur Mitte des 19. Jahrhunderts unterschieden sich die Destillationsapparaturen im Labor und in der Technik nur in den Dimensionen. Erst mit der stürmischen Entwicklung der organischen Chemie ab 1850 entstanden eigenständige Destilliergeräte, die völlig auf die Belange der Experimentalchemie zugeschnitten waren. Deshalb sind die Laborapparaturen des 19. und frühen 20. Jahrhunderts häufig mit den Namen bedeutender Chemiker verbunden.

Zunächst versuchte man durch sog. Destillationsaufsätze die Trennleistung der Destillationskolonnen zu verbessern. Den ersten Schritt stellen die Kugelaufsätze (Abb. 1.6) nach Charles Adolphe Wurtz (1817–1884) von 1854 dar, Professor an der Sorbonne in Paris und Entdecker der nach ihm benannten Wurtz-Synthese zur Herstellung langkettiger Alkane aus den entsprechenden Alkylhalogenen. Aus den Kugelaufsätzen entwickelte sich im 20. Jahrhundert die Vigreux-Kolonne (Abb. 1.7), hier bereits mit einem mit Luft gefülltem Mantel zur besseren Isolierung.

Die Siebbodenaufsätze in Abb. 1.8 von Linnemann von 1871 und von Glinsky von 1875 sind Vorstufen der Laborsiebbodenkolonne.

1881 wurde von Walter Hempel (1851–1916), Professor an der TH Dresden mit der Gasanalyse als Spezialgebiet, die Füllkörperkolonne mit Glaskugeln im Labor eingeführt. Abb. 1.9 zeigt den Gesamtaufbau einer Vakuumdestillieranlage von 1910 nach einer Abb. von Carl von Rechenberg aus seinem Standardwerk *Einfache und fraktionierte Destillation in Theorie und Praxis* [7] mit Hempel-

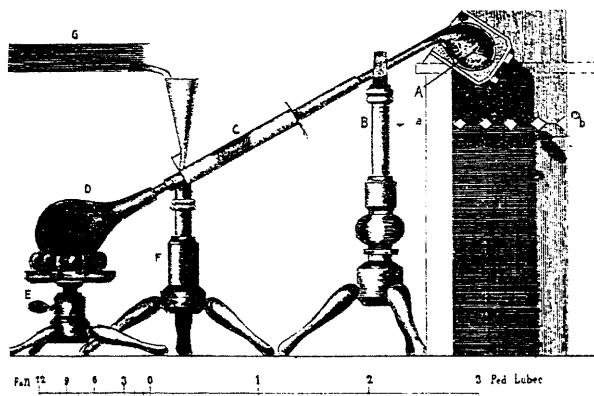


Abb. 1.5 Laborapparat mit Liebigkühler nach Weigel.

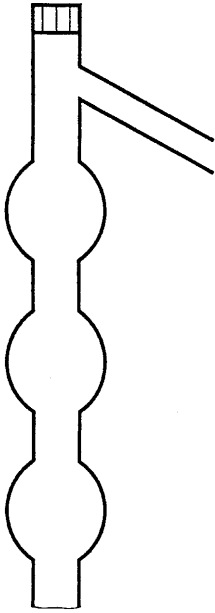


Abb. 1.6 Destillationsaufsatz nach Wurtz in Kugelform von 1854.

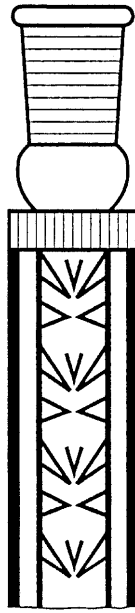


Abb. 1.7 Vigreux-Kolonne mit Luftisolationsmantel von 1930.

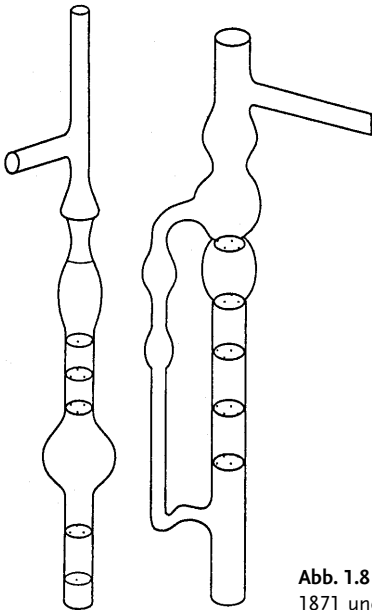


Abb. 1.8 Siebdenaufsätze nach Linnemann (links) von 1871 und nach Glinsky (rechts) von 1875.

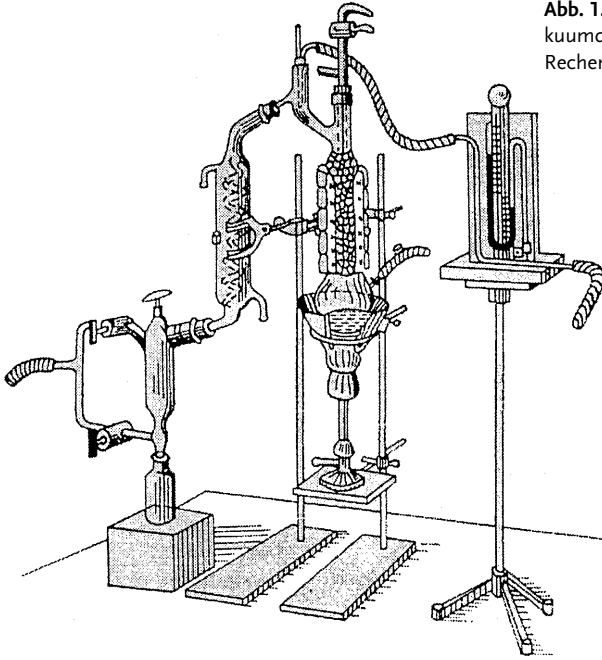


Abb. 1.9 Gesamtaufbau einer Vakuumdestillationsapparatur nach Rechenberg [7] von 1910.

Kolonnen und Vakuumschleuse. Dieses wichtige Bauteil von Vakuumanlagen wurde um 1900 von Gabriel Emile Bertrand (1867–1962) erstmals eingesetzt, Professor am Pasteur-Institut in Paris und Verfasser wichtiger Arbeiten über Koffein und koffeinfreien Kaffee. Bei der abgebildeten Laboranlage erfolgt die Beheizung der Kolonne mit einem Bunsenbrenner. Die Dämpfe werden zweistufig kondensiert. Das im unisolierten Bereich oberhalb der Kolonne anfallende Kondensat fließt als Rücklauf im Gegenstrom zu den aufsteigenden Dämpfen direkt zur Kolonne zurück. Die verbleibenden Dämpfe werden in einem fallenden Schlangenrohrkühler vollständig kondensiert und fließen dann über die Vakuumschleuse in das Abnahmegefäß. Mit dieser Apparatur kann natürlich die Rücklaufmenge nicht mengenmäßig erfasst werden.

Die meisten der bisher aufgeführten Kolonnen und Kolonnenaufsätze folgen dem Prinzip der Füllkörperkolonne; durch Einbauten wird eine möglichst große Oberfläche geschaffen, an der Dampf und Flüssigkeit aneinander vorbeiströmen. Dagegen perlt bei den Bodenkolonnen der Dampf auf den Böden durch aufgestaute Flüssigkeitsschichten, und zwischen den Böden werden beide Phasen getrennt geführt. Dabei wurde die Flüssigkeit zunächst meist außerhalb, heute innerhalb des Kolonnenmantels zum nächst tiefer liegenden Boden geführt.

Beispiele für frühe Siebbodenkolonnen sind die Kolonnen von Oldershaw von 1941 mit innen liegender Flüssigkeitsführung (Abb. 1.10) und von Karl Sigwart (1906–1990) von 1950 mit außen liegender Flüssigkeitsführung (Abb. 1.11). Bei der Kolonne von Oldershaw wird durch die senkrecht angeordneten Sieblöcher

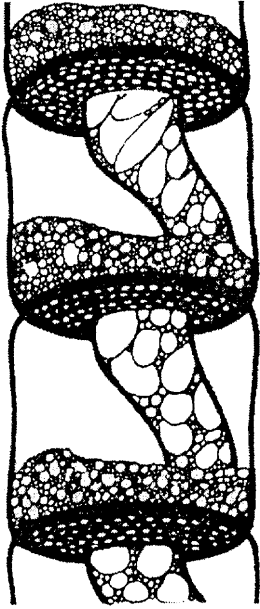


Abb. 1.10 Laborkolonne mit Siebböden nach Oldershaw von 1941.

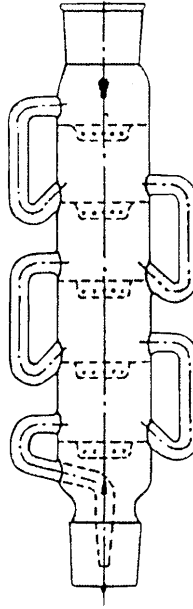


Abb. 1.11 Laborkolonne mit Siebböden nach Sigwart von 1950.

verhältnismäßig viel Flüssigkeit auf den darüber liegenden Boden mitgerissen, was seine Wirksamkeit vermindert. Bei Sigwart sind deshalb die Löcher seitlich in vertieften Böden angeordnet, und die Dämpfe werden umgelenkt.

Eine der ersten Glockenbodenkolonnen für das Labor konstruierte Bruun 1931 mit außen liegender Flüssigkeitsführung (Abb. 1.12), wobei jedoch zur besseren Isolierung ein zweiter Kolonnenmantel um die Glockenbodenkolonne und die Flüssigkeitsführung gelegt wurde. Bei dieser Konstruktion liegen Zu- und Ablaufrohr einander gegenüber, sodass nur der halbe Glockenumfang als Flüssigkeitsweg zur Verfügung steht. Damit halbiert sich die Verweilzeit der

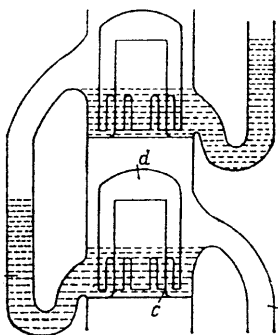


Abb. 1.12 Laborkolonne mit Glockenböden nach Bruun von 1931.

Flüssigkeit auf dem Boden, und seine Wirksamkeit nimmt ab. Diesen Nachteil vermeidet der Glockenboden nach Schmickler-Fritz mit seiner Kreisstromführung, außerdem besitzt er eine innen liegende Flüssigkeitsführung (Abb. 1.13). Mit diesem um 1970 entwickelten Bodentyp dürfte eine auch nach heutigen Gesichtspunkten optimale Laborglockenbodenkolonne vorliegen. Sie wurde zunächst von der Firma Normag produziert, und heute wird sie von der Firma QVF hergestellt.

Mit Karl Sigwart, einem Ingenieur und Begründer der verfahrenstechnischen Abteilung der Firma Bayer, treten etwa ab 1940 Verfahreningenieure in dem bisher von Chemikern dominierten Laborbereich in Erscheinung. Ihr Ziel ist es, die Laborapparaturen für die verfahrenstechnischen Grundoperationen zu optimieren und schließlich ein direktes Übertragen der Laborversuchsergebnis-

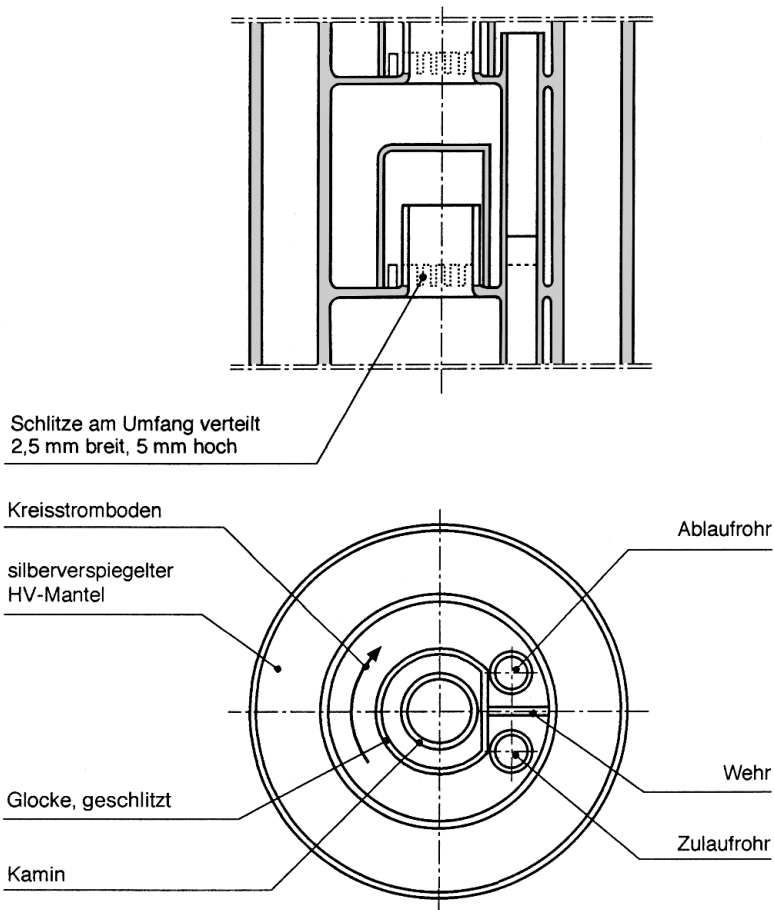


Abb. 1.13 Laborkolonne mit Glockenböden in Kreisstromführung von Schmickler-Fritz von 1970.

se auf technische Großanlagen ohne aufwendige Zwischenschritte im Technikum zu ermöglichen.

Bis 1960 wurden die Laborkolonnen weit gehend diskontinuierlich betrieben und für die Siedeanalyse eingesetzt. Die Anlage bestand aus elektrisch beheizter Blase, Kolonne und Kondensationssystem, wobei die Rücklaufmenge durch Abzählen von Tropfen ermittelt und über Ventile dosiert wurde. Ab 1965 wurden bereits viele Laborkolonnen kontinuierlich betrieben, was zur Entwicklung von Pumpen für den Zulauf, speziellen Verdampfern mit Sumpffentnahme und Kondensatoren mit geregelter Flüssigkeits- oder Dampfteilung führte. Auch wurde jetzt verstärkt die Wirksamkeit der Laborkolonnen mithilfe von Testmessungen ermittelt, um ein direktes Scale-up auf technische Anlagen zu ermöglichen, wobei im Labor und in der Technik das gleiche Testsystem verwendet wurde.

Bald wurden nicht nur einzelne Kolonnen, sondern mehrere Kolonnen zu ganzen Anlagen verschaltet, die ein Abbild der geplanten technischen Anlage ergaben. Zum Betrieb dieser komplexen Anlagen ist eine den Labormengen angepasste Mess- und Regeltechnik erforderlich. Um 1990 führte man für diese Laboranlagen den Begriff Miniplants und für die hierzu speziell benötigte Technik den Begriff Miniplant-Technik ein. Heute beschränkt sich eine in Miniplant-Technik ausgeführte Laboranlage nicht nur auf die Destillation und Rektifikation, sondern enthält auch Apparate anderer verfahrenstechnischer Grundoperationen.

Literatur zu Abschnitt 1

- 1 E. Krell, Handbuch der Laboratoriumsdestillation, Verlag Alfred Hüthig, Heidelberg–Basel–Mainz, 1976.
- 2 L. Deibele, Die Entwicklung der Destillationstechnik im 19. Jahrhundert, Dissertation an der TU München, 1992.
- 3 A. J. V. Underwood, Transactions-Institution of Chem. Engineers, 1935, 34–63.
- 4 C. Gesner, Ander Teil des Schatzs Evonymi von allerhand kunstlichen und bewerten Oelen, Wassern und heimlichen Artzneyen, Zürich (Rara der Bibliothek des Deutschen Museums, München), 1593.
- 5 A. Baumé, Chimie expérimentale et raisonnée, in deutscher Übersetzung von J. C. Gehlem, Leipzig, 1775.
- 6 C. E. v. Weigel, Observationes chemicae et mineralogicae, Dissertation an der Universität Göttingen, 1773.
- 7 C. v. Rechenberg, Einfache und fraktionierte Destillation in Theorie und Praxis, Miltitz bei Leipzig, 1923.

2

Grundsätze der Miniplant-Technik

2.1

Gründe für Laborversuche

Ziel der chemischen, pharmazeutischen und petrochemischen Industrie ist es, aus Naturstoffen, heute meist Erdöl, zunächst Grundchemikalien und weiterhin immer komplexere chemische Verbindungen herzustellen. Die Auswahl des erforderlichen Reaktionsweges, die Aufarbeitsverfahren und die Festlegung ihrer Reihenfolge erfolgen in enger Zusammenarbeit von Chemiker und Verfahrensingenieur. Ihnen stehen dazu der Stand des Wissens in der einschlägigen Literatur und die Erfahrungen aus bereits ausgeführten technischen Anlagen zur Verfügung. Die physikalischen und chemischen Stoffdaten können sie umfangreichen Datenbanken entnehmen [1]. Fehlende Daten müssen je nach erforderlicher Genauigkeit geschätzt, berechnet oder gemessen werden (Abschnitt 4.1).

Nach der Festlegung der einzelnen Verfahrensschritte erfolgen die Auswahl der erforderlichen Apparate und schließlich ihre Dimensionierung für die technische Anlage. Diese Arbeiten werden heute durch verschiedene Hilfsmittel erleichtert, die in den letzten Jahren entwickelt wurden. Hierzu zählen Programme zur Auswahl der Apparate, Simulationsprogramme zur Erstellung der Mengen- und Wärmebilanzen des Gesamtverfahrens und Programme zur Beschreibung der thermodynamischen und hydrodynamischen Vorgänge in den einzelnen Apparaten.

Bei bereits vorhandenen Anlagen im technischen Maßstab genügen deren Abmessungen und Betriebsdaten, um das Gesamtverfahren zu modellieren und Neuanlagen anderer Kapazität auszulegen. Bei neuen Verfahren oder Verfahrensänderungen von bekannten Verfahren reichen dagegen rein rechnerische Ansätze nicht aus, um eine funktionssichere technische Anlage zu dimensionieren. Auch größere Sicherheitszuschläge sind keine Garantie für das Funktionieren der Anlage. Hier bleibt nur das Experiment, um verlässliche Ausgangsdaten für die Rechnung zu liefern [2]. Versuche sind zwingend erforderlich, wenn modellmäßig nicht fassbare Anforderungen gestellt werden. Bei den Produkten sind dies extreme Reinheitsforderungen im ppm- und ppb-Bereich oder spezielle Reinheitsforderungen wie beispielsweise Farbzahlen nach Hazen und beim

Abwasser TOC-, CSB- und AOX-Werte [3]. Außerdem wird häufig erst durch Experimente das Vorhandensein unerwünschter Komponenten festgestellt, die durch Neben- oder Zerfallsreaktionen entstehen oder durch Aufarbeitsverfahren und Rückführungen stark angereichert werden. Weiterhin geben Versuche auch über längere Zeiträume Auskunft über

- die thermische Stabilität der Stoffe,
- Hinweise zum Schaumverhalten von Flüssigkeiten,
- das Fouling an den Wandflächen von Wärmetauschern,
- das Korrosionsverhalten der hier eingesetzten Materialien oder mithilfe von Werkstoffproben anderer Materialien, die in der technischen Anlage eingesetzt werden sollen.

An das Experiment sind dabei folgende Anforderungen zu stellen:

- Als Einsatzprodukt sollte nur ein Originalprodukt verwendet werden.
- Jeder Verfahrensschritt sollte einem Versuchsapparat zugeordnet werden können.
- Der Versuchsapparat sollte die gleiche Funktion wie die geplante technische Apparatur besitzen.
- Die Versuchsbedingungen sollten denen der späteren technischen Anlage entsprechen.

Bei ersten Verfahrensstudien wird im Labor zunächst experimentell die Machbarkeit der einzelnen Verfahrensschritte erprobt. Zur Auslegung technischer Anlagen sind jedoch gezielte Experimente erforderlich. Sie müssen Daten für ein sicheres Scale-up auf die spätere technische Anlage liefern. Dabei wird aus Kostengründen eine möglichst kleine Versuchsanlage angestrebt und damit ein möglichst großer Übertragungsfaktor zur technischen Anlage.

2.2

Anforderungen an die Miniplant-Technik

Früher erfolgten nach dem Versuch in einer Laboranlage weitere Untersuchungen im Technikumsmaßstab in einer Technikumsanlage. Dabei wurde beispielsweise für den Durchmesser von Destillationskolonnen ein Übertragungsfaktor zwischen 3 und 10 sowohl vom Labor zum Technikum als auch vom Technikum zur Technik erreicht. Heute entfällt weitestgehend der Schritt über das Technikum bzw. den Pilotplant, und der Weg erfolgt direkt von der Laboranlage bzw. dem Miniplant zur Technik. Dann liegt der Übertragungsfaktor für den Durchmesser von Destillationskolonnen zwischen 10 und 100.

Voraussetzung für ein sicheres Scale-up ist, dass der untersuchte Verfahrensschritt in der Miniplant-Apparatur nicht durch zusätzliche Einflüsse verändert wird und somit nicht mehr dem auszulegenden technischen Verfahren entspricht. Zu den Einflüssen zählen beispielsweise Wandeinflüsse, die ja durch das mit abnehmenden Apparatedimensionen ansteigende Verhältnis von Appa-

rateoberfläche zu Volumen zunehmen, oder katalytische Wirkungen der verwendeten Materialien. Weitere Überlegungen zum Grad der Miniaturisierung enthält Kapitel 8.

Der Übertragungsfaktor vom Miniplant zur Technik unterscheidet sich bei den verschiedenen Grundoperationen. Bei den Fluidverfahren (Abschnitt 5.2), wozu Destillation, Rektifikation, Eindampfung, Kondensation, Flüssig/Flüssig-Extraktion und Membrantechnik zählen, werden, wie gezeigt, problemlos Übertragungsfaktoren von 100 erreicht. Bei den Feststoffverfahren (Abschnitt 5.2), wie Filtration, Kristallisation, Trocknung, Mischen und Zerkleinern, sind die Übertragungsfaktoren viel kleiner. Grundsätzlich gilt, dass ein größerer Übertragungsfaktor ein tieferes theoretisches Verständnis der Vorgänge der untersuchten Grundoperation erfordert, was wiederum zu einer genaueren Modellierung führt. Dieses Phänomen wird bei den Fluidverfahren im Vergleich zu den Feststoffverfahren bestätigt.

Unterschiedliche Übertragungsfaktoren erschweren den Betrieb von Miniplants mit verschiedenen Grundoperationen. Während für Miniplant-Anlagen der Fluidverfahrenstechnik Durchsätze zwischen 1 kg/h und 10 kg/h ausreichen, benötigen Anlagen der Feststoffverfahrenstechnik häufig 100 kg/h Mindestdurchsatz, um eine sichere Aussage zum Scale-up treffen zu können. Hier hilft die Tatsache, dass die Aufarbeitungsverfahren der Feststoffverfahrenstechnik meist End- oder Anfangsstufen des Gesamtverfahrens sind. So können sie durch einen Pufferbehälter von den anderen Stufen getrennt und sporadisch betrieben werden, ohne die Stoffströme in kontinuierlich betriebenen Anlagen zu unterbrechen. Befindet sich die Feststoffstufe jedoch im Zuge des Gesamtverfahrens, so sind zwei Zwischenpuffer erforderlich.

Wichtige Anforderungen an die Miniplant-Technik sind

- die Möglichkeit eines schnellen Aufbaus der Versuchsanlage;
- ihre hohe Flexibilität bei Umbauten, die ja durch Änderungen der Versuchsbedingungen häufig auftreten;
- ein problemloser Betrieb über längere Zeiträume, der beispielsweise zur Klärung von Fragen zur Anreicherung von Nebenprodukten erforderlich ist [4].

Aus diesen Gründen sollten für die einzelnen Verfahrensschritte möglichst keine Neukonstruktionen zum Einsatz kommen, sondern die einzelnen Bauteile der Anlage sollten erprobt, funktionssicher und möglichst als Normbauteile mit genormten Anschlüssen und Verbindungen greifbar sein. Für die Fluidverfahren ist die Entwicklung dieses „Baukastens“ schon weit fortgeschritten; hier stehen die Normbauteile der verschiedenen Glashersteller zur Verfügung. Für die Miniplant-Anlagen hat der Werkstoff Glas verschiedene Vorteile. Er zeichnet sich durch eine große Chemikalienbeständigkeit aus und erlaubt außerdem, die Vorgänge im Inneren der Apparatur zu beobachten. Bei den Feststoffverfahren ist die Entwicklung des „Baukastens“ noch nicht so weit fortgeschritten, und man ist häufig auf Eigenentwicklungen angewiesen.

Bei den einzelnen Bauteilen im Labormaßstab ist die Abstufung gröber als in einer technischen Anlage. Deshalb müssen die Apparate einen weiten Belas-

tungsbereich besitzen, um große Mengenänderungen bei gleicher Wirksamkeit problemlos verarbeiten zu können.

Häufig haben Miniplant-Anlagen nicht nur die Aufgabe, Daten für ein Scale-up zu liefern, sondern man stellt mit ihnen auch Bemusterungsmengen her. Speziell bei teuren Produkten, von denen nur kleine Mengen benötigt werden, erfolgt die Produktion in Miniplant-Anlagen. Außerdem können Miniplant-Anlagen zum Trainieren der Fahrmannschaft für die spätere technische Anlage eingesetzt und Ab- und Anfahrvorgänge oder Störfälle studiert werden. Auch Analyseverfahren lassen sich mit den anfallenden End- und Zwischenproduktströmen testen. All diese Arbeiten sind zeitaufwendig und verlängern die Anfahrphase der technischen Anlage.

2.3

Vorteile von Miniplant-Anlagen gegenüber Technikumsanlagen

Mitentscheidend für den wirtschaftlichen Erfolg eines neuen Produkts ist seine möglichst schnelle Markteinführung. Dabei ist zu berücksichtigen, dass von der Idee bis zum wirtschaftlichen Betrieb der technischen Großanlage Zeiträume von bis zu zehn Jahren vergehen und Entwicklungskosten von bis zu 25 Millionen Euro anfallen können [5]. Diese Kosten werden erst mit dem wirtschaftlichen Betrieb der technischen Anlage wieder eingespielt. Deshalb verschafft ein kürzerer Entwicklungszeitraum Kostenvorteile und einen Zeitvorsprung vor der Konkurrenz.

Einen großen Teil der Entwicklungszeit eines neuen Produkts nehmen der Bau und Betrieb der Pilot- bzw. Miniplant-Anlage ein. Tabelle 1 zeigt einen groben Vergleich des Zeitbedarfs für beide Typen von Versuchsanlagen. Danach können durch Einsatz einer Miniplant-Anlage bis zu zwei Jahre an Entwicklungszeit bei etwa einem Zehntel der Kosten eingespart werden. Das verdeutlicht auch Abb. 1, wo die Summe der anfallenden Kosten während des Entwicklungsverlaufs über der Zeit für Pilot- und Miniplant-Anlage aufgetragen sind.

Neben diesen Kosten- und Zeitvorteilen haben die folgenden Vorteile zur weitgehenden Verdrängung der Pilotanlagen durch die Miniplants geführt:

Tabelle 2.1 Vergleich des Zeitbedarfs zwischen Pilotanlage und Miniplant nach [2]

	Pilotanlage	Miniplant
Planungszeit	1 Jahr	3–4 Monate
Bestell-/Aufbauzeit	1 Jahr	max. 3 Monate (inkl. Bestellung Sonderteile)
Anfahrzeit	3 Monate	1 Monat
Versuchsdauer	6–9 Monate	6–9 Monate
Gesamtdauer	3 Jahre	1–1,5 Jahre